

UNIVERZITET U BEOGRADU  
TEHNOLOŠKO METALURŠKI FAKULTET  
BEOGRAD

**Aleksandra D. Milutinović-Nikolić**

**Uticaj uslova formiranja kompozitne prevlake  
polimer-magnetni prah na fizičko-mehanička  
svojstva telekomunikacionih optičkih vlakana**

*doktorska disertacija*

**B e o g r a d 2001.**

**Mentor: Dr Radoslav Aleksić, red. prof.**  
**Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd**

**Članovi komisije:**

---

**1. Dr Radoslav Aleksić, red. prof.**  
**Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd**

---

**2. Dr Katarina Jeremić, van. prof.**  
**Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd**

---

**3. Dr Milesa Srećković, red. prof.**  
**Elektrotehnički fakultet, Beograd**

---

**4. Dr Nadežda Talijan, nauč. savetnik**  
**Institut za hemiju, tehnologiju i metalurgiju, Beograd**

---

**5. Dr Petar Uskoković, docent**  
**Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd**

**Datum odbrane: 25.09.2001.**

**Datum promocije: 20.11.2001.**

*Ova doktorska disertacija je nastala zahvaljujući srećnoj okolnosti da sam bila u mogućnosti da saradujem sa stručnjacima u različitim naučnim oblastima koje se prepliću u ovom radu.*

*Ovaj rad predstavlja jedan od mnogih rezultata koji su nastali u okviru saradnje Centra za materijale i metalurgiju IHTM i Katedre za Konstrukcione i specijalne materijale TMF. Svim članovima i saradnicima ove dve institucije zahvaljujem se na pruženoj pomoći.*

*Pre svega želim da se zahvalim na poverenju i podršci koju mi je pružio mentor Dr Radoslav Aleksić, red. prof. TMF.*

*Dr Nadeždi Talijan, naučnom savetniku IHTM, ovim putem želim da izrazim svoju veliku zahvalnost što je istrajala u želji da naša dugogodišnja saradnja u oblasti magnetnih materijala bude realizovana i kroz ovu tezu.*

*Povezivanje optičkih vlakana sa magnetnim materijalima bilo bi nemoguće da ne postoji čudesan svet polimera u koji sam zavirila zahvaljujući pomoći i savetima Dr Katarine Jeremić, van. prof. TMF, na čemu joj se najsrdačnije zahvaljujem.*

*Dr Milesa Srećković, red. prof. ETF je svoju posvećenost istraživanju, svestranost i veliku energiju uspela da prenese na one koji su sarađivali sa njom. Bilo je zadovoljstvo biti deo tima u kome je ona. Ovim putem se zahvaljujem i drugim članovima ovog tima Sladani Pantelić, dipl. inž. elektrotehnike iz Instituta za bezbednost i Mr Saši Miliću, istraživaču srednjeg razine EI "Nikola Tesla" koji su omogućili deo eksperimentalnih ispitivanja.*

*Želela bih da se zahvalim svim profesorima, asistentima i saradnicima Katedri za OHTPI, ONH, TI i OH Tehnološko-metallurškog fakulteta, koji su omogućili deo eksperimentalnih ispitivanja ili dali tumačenja nekih rezultata ispitivanja.*

*Na kraju želela bih da se zahvalim svim kolegama i prijateljima koji nisu pojedinačno pomenuti, a koji su iskreno želeli da ova teza ugleda svetlost dana.*

# **Uticaj uslova formiranja kompozitne prevlake polimer-magnetni prah na fizičko-mehanička svojstva telekomunikacionih optičkih vlakana**

## **Izvod**

Feromagnetska kompozitna prevlaka na optičkom vlaknu omogućava identifikaciju i detekciju telekomunikacionih optičkih vlakana/kablove nakon njihovog polaganja, primenom standardnih magnetskih metoda. U ovom radu su dobijana optička vlakna sa kompozitnom feromagnetskom prevlakom. Definisan je i optimizovan procesa njihovog dobijanja i vršena njegova numerička simulacija.

Kompozitna prevlaka formirana je prevlačenjem optičkih vlakana disperzijom prahova Ba-ferita i  $\text{SmCo}_5$  u rastvoru EVA u toluenu. Ravnomernost debljine kompozitne prevlake ispitivana je korišćenjem mikroskopa sa odbijenom svetlošću. Analiza mikroskopskih slika bila je omogućena korišćenjem sistema: mikroskop- digitalna kamera- personalni računar sa odgovarajućim programom za kvantifikaciju vizuelnih informacija. Rezultati dobijeni analizom slike obrađeni su matematičko-statističkom metodom.

Ispitan je uticaj brzine prevlačenja, koncentracije polimera i magnetnog praha u disperziji na ravnomernost debljine kompozitne prevlake polimer magnetni prah. Kao kriterijum za definisanje uniformne debljine kompozitne prevlake usvojena je najmanja vrednost standardne devijacije najverovatnije vrednosti prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom. Na osnovu eksperimentalnih rezultata, utvrđeno je da se uticaj svih istraživanih procesnih parametara na ravnomernost prevlake, može svesti na uticaj viskoznosti disperzije kojom se vrši prevlačenje. Ustanovljena je optimalna vrednost viskoznosti disperzije od 1,20-1,24 Pa s, za ispitani sistem, koja omogućava formiranje kompozitne prevlake najravnomernije debljine. Potvrđeno je da sve procesne parametre: koncentraciju polimera i magnetnog praha, brzinu i temperaturu prevlačenja treba uskladiti tako da se prevlačenje odvija disperzijom čija je viskoznost optimalna.

Na osnovu eksperimentalno utvrđenih reoloških jednačina za ponašanje disperznog sistema (prahovi Ba-ferita ili  $\text{SmCo}_5$  dispergovani u rastvoru EVA u toluenu) i postojećeg matematičkog modela za prevlačenje optičkih vlakana polimernom prevlakom razvijen je matematički model formiranja kompozitne prevlake na optičkom vlaknu koji je omogućio numeričku simulaciju procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom. Numeričkom simulacijom omogućeno je ispitivanje uticaja većeg broja procesnih parametara i onih koji nisu bili eksperimentalno ispitivani. Utvrđeno je da debljina prevlake najviše zavisi od geometrijskih karakteristika sistema za prevlačenje. Validnost modela potvrđena je dobrim slaganjem rezultata numeričke simulacije sa eksperimentalnim.

Dobijena optička vlakna sa kompozitnom prevlakom zadržavaju transmisiona i poboljšavaju mehanička svojstva. Pri dejstvu spoljašnjeg jednosmernog i naizmeničnog magnetnog polja na optičko vlakno sa feromagnetskom kompozitnom prevlakom ne dolazi do promene u snazi prenesene svetlosti. Ispitana optička vlakna moguće je koristiti kao telekomunikaciona optička vlakna koja se mogu locirati korišćenjem magnetnih metoda.

## **Ključne reči:**

Optičko vlakno,  $\text{SmCo}_5$ , Ba-ferit, viskoznost, prevlačenje, kompozitna prevlaka, ravnomernost debljine, numerička simulacija, mehanička svojstva, magnetno lociranje.

# **The influence of conditions of forming composite coating polymer-magnetic powder on physico-mechanical properties of telecommunication optical fibers**

## **Abstract**

The ferromagnetic composite coating on optical fiber enables identification and detection of telecommunication optical fibers/cables after they have been laid down, using standard magnetic methods. In this thesis the optical fibers with composite ferromagnetic coating were obtained. The process of their synthesis was defined and optimized and numerical simulation of this process was performed.

The composite coating was formed by coating optical fibers with dispersion of Ba-ferrite and SmCo<sub>5</sub> powders in EVA solution in toluene. The coating thickness uniformity was investigated using optical microscope with reflective light. The analysis of microscope images was performed using the system: microscope - digital camera- personal computer with appropriate software for quantification of visual information. These results were evaluated using mathematical-statistic methods.

The influence of coating rate, concentration of polymer and magnetic powder in dispersion on polymer-magnetic powder composite coating thickness was investigated. As a criteria for defining uniform thickness of composite coating the minimal value of standard deviation of mean value of diameter of optical fiber with composite coating was established. According to experimental results it was found out that the influence of all investigated process parameters on coating uniformity ends up as the influence of viscosity of coating dispersion. For investigated system, the optimal value of viscosity of dispersion that enables forming the composite coating of the most uniform thickness was established as 1.20-1.24 Pa s. It was confirmed that all process parameters: concentration of polymer and magnetic powder and coating rate and temperature should be established in that manner that coating is performed with the evaluated optimal viscosity of dispersion.

According to the experimentally estimated rheological equation for behavior of dispersed system (powders of Ba-ferrite and SmCo<sub>5</sub> dispersed in EVA solution in toluene) and existing mathematical model for coating optical fibers with polymer coating the mathematical model of forming composite coating on optical fiber was established and enabled the numerical simulation of process of coating optical fibers with composite coating. By using numerical simulation it was possible to investigate higher number of process parameters and those that were not experimentally investigated. It was established that the coating thickness mostly depends on geometrical properties of the coating system. Validity of model was confirmed by good agreement of results obtained with numerical simulation with experimental.

The obtained optical fibers with composite coating keep their transmission properties and improve mechanical. No change in the power of the propagated laser beam through the fiber optic with composite ferromagnetic coating was observed when external DC and AC magnetic fields were applied. It is possible to use the developed optical fibers as telecommunication optical fibers detectable by magnetic methods.

## **Key words:**

Optical fiber, SmCo<sub>5</sub>, Ba-ferrite, viscosity, coating, composite coating, thickness uniformity, numerical simulation, mechanical properties, magnetic detection.

# S A D R Ž A J

	str.
<b>IZVOD .....</b>	<b>I</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>II</b>
<b>UVOD .....</b>	<b>1</b>
<b>1.TEORIJSKI DEO .....</b>	<b>5</b>
<b>1.1. Optička vlakna .....</b>	<b>6</b>
<b>1.2. Kompozitni materijali .....</b>	<b>11</b>
<b>1.3. Magnetni materijali .....</b>	<b>13</b>
1.3.1. Barijumferit .....	15
1.3.2. SmCo <sub>5</sub> .....	17
<b>1.4. Polimerni materijali .....</b>	<b>20</b>
<b>1.5. Reologija polimera i disperzija .....</b>	<b>22</b>
1.5.1.Osnovni pojmovi .....	22
1.5.2. Reološko ponašanje polimernih materijala .....	23
1.5.3. Reološko ponašanje disperznih sistema .....	25
1.5.4.Uticaj reološkog ponašanja fluida za prevlačenje optičkih vlakana na ravnomernost debljine prevlake .....	27
<b>1.6 Matematički modeli prevlačenja optičkih vlakana .....</b>	<b>29</b>
1.6.1. Miller-ov matematički model .....	29
1.6.2. Paek-ov matematički model .....	31
<b>1.7. Mehanička svojstva optičkih vlakana .....</b>	<b>34</b>
1.7.1. Analiza raspodele sila i napona koji deluju na optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom tokom ispitivanja zatezanjem .....	36
<b>1.8. Primena optičkih vlakana sa kompozitnom feromagnetskom prevlakom .....</b>	<b>38</b>
1.8.1. Senzori sa optičkim vlaknima .....	38
1.8.2. Modifikovana telekomunikaciona optička vlakna .....	40
<b>2.EKSPERIMENTALNI DEO .....</b>	<b>43</b>
<b>2.1. Svojstva polaznih komponenata .....</b>	<b>43</b>
2.1.1. Svojstva monomodnog optičkog vlakna .....	43
2.1.2. Svojstva polimerne komponente kompozitne prevlake .....	44
2.1.3. Svojstva magnetnih komponenata kompozitne prevlake .....	46
<b>2.2 Tehnološki postupak izrade optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom .....</b>	<b>47</b>
2.2.1. Priprema polaznih komponenata .....	48
2.2.2. Priprema disperzije i njena homogenizacija .....	48
2.2.3. Prevlačenje optičkog vlakana kompozitnom prevlakom .....	48
2.2.4. Ispitivanje kvaliteta kompozitne prevlake .....	50
<b>2.3. Primjenjene metode ispitivanja .....</b>	<b>51</b>
2.3.1. Infracrvena spektroskopska analiza .....	51
2.3.2. Rendgensko-difraktometrijska analiza .....	51
2.3.3. Mikroskopska ispitivanja i analiza dobijenih slika .....	51
2.3.4. Termogravimetrijska analiza .....	53
2.3.5. Određivanje viskoznosti koncentrovanih rastvora polimera.....	53
2.3.6. Namagnetisavanje i merenje magnetnih svojstava .....	54
2.3.7. Ispitivanje mehaničkih svojstava .....	54
2.3.8. Određivanje prenosnih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom .....	57

<b>3.REZULTATI I DISKUSIJA EKSPERIMENTALNIH REZULTATA .....</b>	<b>58</b>
<b>3.1. Rezultati karakterizacije polaznih komponenata .....</b>	<b>58</b>
3.1.1. Rezultati infracrvene spektroskopske analize optičkih vlakana .....	58
3.1.2. Rezultati karakterizacije barijumferita .....	60
3.1.3. Rezultati karakterizacije SmCo <sub>5</sub> praha .....	61
<b>3.2. Rezultati reoloških ispitivanja .....</b>	<b>65</b>
3.2.1. Rezultati ispitivanja uticaja temperature i koncentracije na viskoznost rastvora EVA u toluenu .....	65
3.2.2. Rezultati ispitivanja uticaja koncentracije i vrste magnetnog praha na viskoznost disperzije magnetnog praha u rastvoru EVA u toluenu .....	75
<b>3.3. Rezultati mikroskopskih ispitivanja optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom .....</b>	<b>80</b>
3.3.1. Rezultati mikroskopskih ispitivanja i njihova statistička obrada .....	86
3.3.1.1. <i>Rezultati mikroskopskih ispitivanja i statistička obrada uzoraka koji sadrže Ba-ferit .....</i>	86
3.3.1.2. <i>Rezultati mikroskopskih ispitivanja i statistička obrada uzoraka koji sadrže SmCo<sub>5</sub>.....</i>	93
3.3.2. Analiza rezultata mikroskopskih ispitivanja i njihove statističke obrade .....	97
<b>3.4. Rezultati ispitivanja mehaničkih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom .....</b>	<b>105</b>
<b>3.5. Rezultati ispitivanja transmisionih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom .....</b>	<b>112</b>
<b>4. NUMERIČKA SIMULACIJA PROCESA PREVLAČENJA OPTIČKIH VLAKANA KOMPOZITNOM PREVLAKOM POLIMER –MAGNETNI PRAH .....</b>	<b>114</b>
<b>4.1. Osnovne postavke matematičkog modela prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom polimer –magnetni prah .....</b>	<b>114</b>
<b>4.2. Algoritam numeričke simulacije procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom polimer –magnetni prah .....</b>	<b>117</b>
<b>4.3. Rezultati numeričke simulacije procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom polimer –magnetni prah .....</b>	<b>119</b>
4.3.1. Uticaj prečnika dizne za prevlačenje na debljinu kompozitne prevlake .....	120
4.3.2. Uticaj prečnika osnovnog vlakna na debljinu kompozitne prevlake .....	121
4.3.3. Uticaj koncentracije EVA u toluenu na debljinu kompozitne prevlake .....	122
4.3.4. Uticaj vrste magnetnog praha na debljinu kompozitne prevlake .....	123
<b>4.4 Upoređivanje rezultata numeričke simulacije sa eksperimentalnim ZAKLJUČAK .....</b>	<b>124</b>
<b>LITERATURA .....</b>	<b>126</b>
	<b>129</b>

# U V O D

Dinamičan razvoj optičkih vlakana omogućio je, pored ostalog i vrtoglav napredak u industriji telekomunikacija kao i ostvarenje ideje o svetu kao globalnom selu. Ugradnja magnetne komponente u kompozitnu prevlaku optičkog vlakna omogućava novodobijenom materijalu proširenje dosadašnje primene kao najperspektivnijeg medijuma za prenos telekomunikacionih informacija, ali i nove oblasti primene.

Optička vlakna sa kompozitnom prevlakom, koja sadrže dispergovani prah permanentnih magnetnih materijala u ovoj prevlaci, mogu se koristiti ili kao senzori ili elementi magnetometara na bazi optičkih vlakana ili kompozitna prevlaka može da posluži za lociranje samog vlakna.

U slučaju upotrebe kao senzora, veličina koja se prati je magnetno polje, koje deluje na magnetne čestice u polimernoj prevlaci optičkog vlakna tako što menja karakteristike optičkog vlakna, koje utiču na prostiranje svetlosti [1]. Promena karakteristika se obično svodi na promenu dužine optičkog puta svetlosti kroz vlakno efektom magnetostrikcije. Promena dužine optičkog puta u optičkom vlaknu, pod uticajem magnetnog polja, daje vlaknu svojstvo osetljivosti na prisustvo spoljašnjeg magnetnog polja, što može biti detektovano postupcima optičke interferometrije [2-4].

Primena FOM (Fiber Optic Magnetic) senzora sa optičkim vlaknima moguća je u oblasti magnetne indukcije koja se kreće u granicama od  $10^{-4}$ T do  $10^{-12}$ T, a pri frekvencijama od 0Hz do preko 1GHz. Njihovo korišćenje moguće je u saobraćaju, vojnoj tehnici i raznim drugim oblastima [4-9], a njihova primena u medicini može da otvorí sasvim nove pravce u medicinskoj dijagnostici [10-12].

Feromagnetska kompozitna prevlaka optičkih vlakana može da se iskoristi i za identifikaciju i detekciju samih telekomunikacionih optičkih vlakana, kablova i linkova nakon njihovog polaganja [13, 14]. Polaganje se može vršiti u odgovarajuće kanale – nosače u zatvorenom prostorima-objektima, odnosno u zemlju ili pod vodu u spoljnjem prostoru. Korišćenjem metoda detekcije magnetskih polja, lociranje ovakvih optičkih kablova postaje moguće. Ugradnja magnetnog markera u vlakno i/ili kabl predstavlja jednu od mogućnosti za poboljšanje pouzdanosti rada optičkih mreža. Standardni magnetni detektori jednostavno detektuju prostorni položaj optičkih kablova, koji u sebi sadrže magnetni marker. Pored toga na ovaj način je omogućeno razlikovanje željenog vlakna/kabla od drugih u prisustvu većeg broja drugih vlakana ili kablova ili drugih magnetnih, metalnih i elektromagnetnih materijala u neposrednoj okolini (na pr. kablovskih kanala – vođica, elektroenergetskih kablova, vodovodnih cevi, metalnih konstrukcija,...).

Jedna od mogućnosti ugradnje magnetnog markera u optičko vlakno je prevlačenje optičkih vlakana kompozitnom prevlakom, koja sadrži magnetni materijal. Ovaj postupak je bio predmet istraživanja u ovoj tezi zbog toga što prevlačenje predstavlja uobičajenu fazu u procesu dobijanju telekomunikacionih optičkih vlakana. Uz odgovarajuće dopune i prilagođavanja moguće je koristiti postojeća postrojenja za izradu optičkih vlakana i za izradu optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom. U toku faze kada se na izvučeno vlakno nanosi polimerna zaštitna prevlaka umesto čistog polimera moguće je nanositi prevlaku kod koje su čestice magnetnog praha dispergovane u rastvoru ili rastopu polimera.

U zavisnosti od željene buduće upotrebe optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom, za potrebe senzora ili markera, potrebno je koristiti materijale različitih svojstava za izradu kompozitne prevlake. Pri izradi senzora uklanja se postojeća zaštitna prevlaka sa optičkog vlakna i nanosi polimerna komponenta kompozitne prevlake relativno visokog modula elastičnosti (0,5-3 GPa) [1]. Magnetna komponenta kompozitne prevlake mora posedovati izražena magnetostruktivna svojstva ( $2 \cdot 10^{-3}$ ) [15-17]. U slučaju markera, polimernu komponentu kompozitne prevlake čini polimer znatno nižeg modula elastičnosti, koji se može nanositi i na postojeću prevlaku, dok korišćeni magnetni prah ne bi trebalo da poseduje magnetostruktivnim svojstva, ali mora da ima visoku vrednost remanence i koercitivnosti.

Cilj ove doktorske disertacije je izrada novog materijala sa novim, dodatnim, osobinama koje omogućavaju proširenje polja primene kao i poboljšanje određenih aspekata dosadašnje primene optičkog vlakna. Novi materijal je kompozit koji se sastoji od standardnog optičkog telekomunikacionog vlakna i kompozitne prevlake polimer - feromagnetski prah. Istraživanja su usmerena na definisanje, ispitivanje i optimizaciju uslova formiranja kompozitne prevlake i uticaja tako formirane prevlake kako na postojeća fizičko – mehanička svojstva polazne komponente – telekomunikacionog optičkog vlakna tako i nova svojstava novodobijenih materijala. U ovom radu osnovni zadatak bio je povezivanje procesnih uslova sa strukturom i svojstvima novodobijenog materijala kao i potencijalnom mogućnošću primene istraživanog materijala.

U eksperimentalnom radu je korišćeno standardno telekomunikaciono monomodno optičko vlakno kod koga je na postojeći sistem polimernih prevlaka nanošena kompozitna prevlaka.

Mogućnost izbora polimerne komponente kompozitne prevlake bila je velika. Među uobičajenim polimernim prevlakama koje se koriste u procesu izrade optičkih vlakana (akrilati, poliimidi, silikoni i dr.) [18-20], za predmet izučavanja ove teze izabran je kopolimer etilena i vinilacetata (EVA) zbog svojih izuzetnih adhezivnih svojstava [21]. Korišćenjem EVA kao polimerne komponente kompozitne prevlake moguće je vršiti prevlačenje bez primene UV zračenja ili toplove za umrežavanje - očvršćavanje polimera, tako da je time smanjen broj procesnih postupaka i parametara koji utiču na kvalitet prevlake.

Izradivana su i ispitivana dva tipa kompozitnih prevlaka korišćenjem dve vrste permanentnih magnetnih materijala u obliku praha. Izabrani su barijumferit kao predstavnik najrasprostranjenijeg ferimagnetnog keramičkog praha [22] i SmCo<sub>5</sub> kao intermetalni feromagnetni materijal izraženih magnetnih svojstava, koji je bio i predmet prethodnih istraživanja [23-29].

S obzirom da su u radu korišćeni komercijalni polazni materijali, vršena je njihova karakterizacija i ispitivanje onih svojstava, koja su od značaja za odabrani tehnološki postupak. Druga grupa ispitivanja odnosila se na svojstva dobijenih modifikovanih vlakana.

U postupku karakterizacije prahova magnetnih materijala vršena su mikroskopska ispitivanja praha barijumferita i SmCo<sub>5</sub>. Korišćene su optička i elektronska mikroskopija, kao i kompjuterska kvantifikacija vizuelnih informacija, na osnovu koje su dobijene krive raspodele veličine čestica. Takođe je vršena rendgensko - difraktometrijska analiza korišćenih prahova.

Posebna pažnja bila je usmerena na reološka ispitivanja rastvora polimera kao i ispitivanja disperzija magnetnih prahova u rastvoru polimera. Određivana je zavisnost viskoznosti rastvora poli(etilen-ko-vinil acetat)-a u toluenu od koncentracije polimera, temperature i brzine smicanja. Pored toga, određivane su zavisnosti viskoznosti disperzija magnetnih prahova barijumferita i SmCo<sub>5</sub> u rastvoru EVA u toluenu, od koncentracije svakog od ispitanih prahova i od brzine smicanja.

U okviru karakterizacije optičkih vlakana vršena je infracrvena spektroskopska analiza radi određivanja hemijskog sastava sistema originalnih akrilatnih prevlaka. Ova analiza je sprovedena da bi se izvršio pravilan odabir polimernog konstituenta kompozitne prevlake, koji će se dobro vezivati na sistem originalnih Alcatel-ovih AFC3 prevlaka [30].

Da bi se utvrdio uticaj uslova formiranja kompozitne prevlake, polimer-magnetni prah, na fizičko-mehanička svojstva telekomunikacionih optičkih vlakana, bilo je neophodno vršiti ispitivanja kvaliteta same kompozitne prevlake, kao i uticaja procesnih parametara na njenu ravnomernost. U tu svrhu vršena su mikroskopska ispitivanja kvaliteta kompozitne prevlake i to ravnomernosti prevlake, distribucije čestica magnetnog praha duž vlakna, kao i koncentričnost prevlake ispitivanjem poprečnog preseka modifikovanih optičkih vlakana.

Nakon mikroskopskih ispitivanja optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom, takođe je kao i u slučaju karakterizacije prahova, vršena analiza slike i njena matematičko-statistička obrada. Na taj način bilo je moguće kvantitativno utvrđivanje uticaja ispitivanih procesnih parametara na ravnomernost debljine kompozitne prevlake.

Kvalitet modifikovanih optičkih vlakana bio je kontrolisan proverom, kako optičkih transmisionih svojstava, tako i mehaničkih svojstava.

Merenje transmisionih svojstava dobijenih modifikovanih optičkih vlakana vršeno je u laboratorijskim uslovima – na optičkom stolu kao i uslovima definisanog spoljnog magnetnog polja. Utvrđivano je da li modifikovano optičko vlakno zadržava transmisiona svojstva u odnosu na referentno monomodno optičko vlakno. Pored toga ispitivano je da li dolazi do promene snage prenesenog svetlosnog signala, kada se modifikovano optičko vlakno izloži dejству tačno definisanih jednosmernih i naizmeničnih magnetnih polja. Samo modifikovana optička vlakna kod kojih ne dolazi do promene snage prenesenog svetlosnog signala, dejstvom spoljašnjeg magnetnog polja, mogu biti potencijalni kandidati za telekomunikaciona optička vlakna, koja se mogu locirati primenom magnetnih metoda.

Iako formiranje kompozitne prevlake na optičkom vlaknu nije imalo za cilj njegovo mehaničko ojačavanje, bilo je neophodno proveriti uticaj kompozitne prevlake na fizičko-mehanička svojstva modifikovanih optičkih vlakana. U okviru ovog rada ispitivanja su se ograničila na određivanje zatezne čvrstoće, sile kidanja i odgovarajućeg izduženja na definisanom broju uzoraka. Korišćene su metoda petlje i kidanja na adaptiranoj kidalici. Izvršeno je i kontrolno uporedno merenje modula smicanja EVA polimera i kompozita EVA sa dispergovanim česticama barijumferita. Detaljna ispitivanja modula smicanja kompozitne prevlake nisu vršena jer je tokom eksperimentalnih ispitivanja zatezne čvrstoće dokazano da do kidanja dolazi pri krtom lomu staklenog dela modifikovanog optičkog vlakna.

U okviru ove disertacije vršena je numerička simulacija procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom. Ispitivan je uticaj procesnih parametara na debljinu kompozitne prevlake. Na osnovu reološke jednačine za ponašanje datog disperznog sistema i postojećeg matematičkog modela za prevlačenje optičkih vlakana polimernom prevlakom razvijen je matematički model formiranja kompozitne prevlake na optičkom vlaknu. Utvrđen je uticaj prečnika dizne, prečnika osnovnog vlakna, koncentracije EVA i magnetnih prahova na debljinu prevlake. Rezultati numeričke simulacije upoređivani su sa eksperimentalnim podacima, i među njima postoji dobro slaganje.

Rezultati ostvareni i prikazani u ovoj disertaciji pokazuju pri kojim uslovima izrade je moguće dobiti optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom EVA/Ba-ferit i EVA/SmCo<sub>5</sub> ravnomerne i željene debljine. S obzirom da je u toku ispitivanja potvrđeno da se ovakav tip kompozitne prevlake može koristiti, uz određena poboljšanja, za izradu telekomunikacionih optičkih vlakana koja se mogu locirati korišćenjem magnetnih metoda, ova teza predstavlja prvi korak u postavljanju temelja tehnologije koja će omogućiti realizaciju ideje o magnetnom markiranju optičkih vlakana u praksi.

# 1. TEORIJSKI DEO

Ova doktorska disertacija dotakla se mnogih oblasti nauke o materijalima, različitim tehnologija i tehnoloških postupaka i posebnih naučnih oblasti kao što su reologija, magnetika, mehanika, propagacija svetlosti i dr. U teorijskom delu rada dat je kraći osvrt na ove oblasti u meri u kojoj je neophodno radi razumevanja problema koji su direktno vezani za predmet istraživanja ovoga rada, mada bi svaka od pomenutih oblasti mogla biti daleko podrobnije izložena nego što je dato u teorijskom pregledu.

U ovom radu pokušalo se sa objedinjavanjem najvažnijih aspekata svakog problema nauke o materijalima - uspostavljanju korelacije između parametara procesa dobijanja materijala i njihove strukture i svojstava, koje za posledicu imaju odgovarajuću primenu istraživanog materijala. Problemi koji su u ovom radu rešavani su tehnološke prirode i njihovom rešavanju se posvetila najveća pažnja. Saglasno ovakvom pristupu i teorijski deo obuhvata:

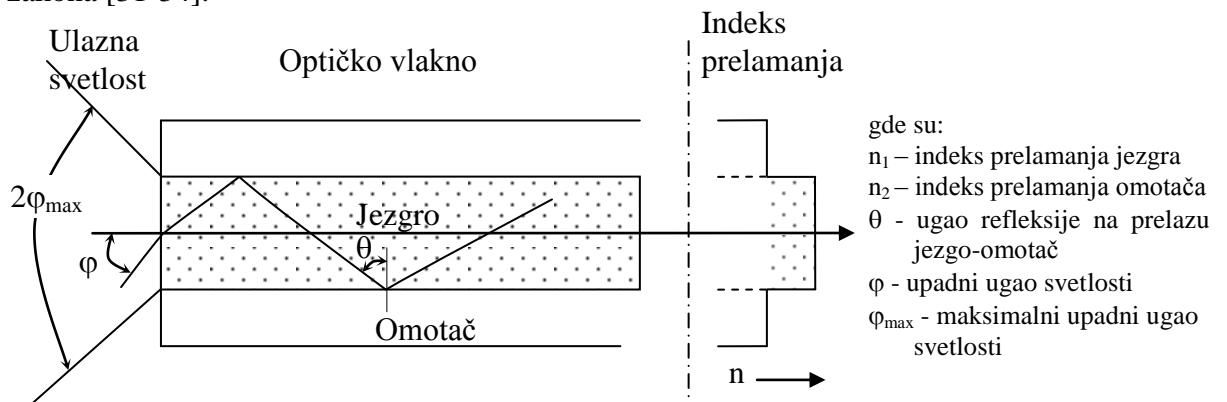
- polazne materijale (optičko vlakno, kompozitne, magnetne i polimerne materijale) njihove definicije, podele i najvažnija svojstva u odnosu na postavljene ciljeve ove teze;
- reološku analizu procesa prevlačenja i njegovo modelovanje;
- prikaz mehaničkih svojstava optičkih vlakana;
- mogućnosti primene optičkog vlakna sa kompozitnom feromagnetskom prevlakom.

## 1.1. OPTIČKA VLAKNA

Najstariji naučni zapis koji se odnosi na prenos svetlosti kroz zatvorenu konturu se pripisuje britanskom fizičaru Džonu Tindalu (John Tyndall). On je 1870. proučavao prostiranje svetlosti kroz tanak, zakrivljeni mlaz vode [31]. Od tada, mnogi naučnici u Evropi, Americi i Japanu a danas i u svim razvijenijim zemljama daju doprinos proučavanju fenomena prostiranja svetlosti kroz optički transparentne materijale, uglavnom razne vrste polimera i stakala. Korišćenje stakla kao prenosnog medijuma za optičke komunikacije je predloženo u Japanu još 1936 [31]. Korišćenje stakla kao medijuma za optičke komunikacije je prošlo dug put, od sistema ogledala i prizmi preko punih blokova stakla i staklenih cevi do optičkog vlakna koje se danas koristi.

Razvoj optičkih staklenih vlakana, od trenutka ustanavljanja principa njihovog funkcionisanja, je išao u pravcu pronalaženja novih tehnologija za obezbeđivanje sve manjih optičkih gubitaka i mogućnosti proizvodnje sve dužih i fleksibilnijih vlakana kao i u pravcu povećanja brzina komunikacija i smanjenja cene. Gubitci su se smanjivali, od početnih i neupotrebljivih 200 dB/km sve do današnjih 0,2 dB/km što je vrlo blisko teoretskoj granici od 0,13 dB/km. Dužina vlakana je porasla od početnih nekoliko metara do sadašnjih nekoliko kilometara po jednom vlaknu. Brzina komunikacija je, takođe, porasla sa nekoliko stotina simbola u sekundi do današnjih 1 Gb/s. To je sve pratio brz razvoj izvora svetlosti – lasera i prijemnika svetla - fotodioda kao i prateće opreme i telekomunikacija uopšte. Po ceni, optičko vlakno je danas najjeftiniji medijum za prenos informacija [3, 31].

Optičko vlakno se sastoji iz jezgra okruženog omotačem nižeg indeksa prelamanja od jezgra. Transmisija svetlosti kroz optičko vlakno prikazana je na slici 1.1. [31]. Kada svetlost uđe u oblast jezgra deo svetlosti koji je ušao pod određenim prostornim uglom će biti prenet dalje duž jezgra mehanizmom unutrašnje totalne refleksije. Kritični ugao pri kome nastaje interna totalna refleksija na prelazu jezgro-omotač zavisi od razlike indeksa prelamanja materijala od kojih su oni načinjeni i može se izvesti iz Snelovog (Snell) zakona [31-34].



**Sl.1.1. Osnovna struktura optičkog vlakna**

Numerička apertura, NA, je mera efikasnosti prikupljanja svetlosti i data je sledećom jednačinom [31-34]:

$$NA = n_1 \sin \varphi_{\max} = n_1 \sin \theta_c = \sqrt{n_1^2 - n_2^2} \quad (1.1)$$

Sve oznake u jednačini su kao na sl. 1.1., pri čemu je  $\theta_c$  – kritični ugao totalne unutrašnje refleksije na prelazu jezgo-omotač.

Mod u optičkom vlaknu odgovara jednom od mogućih načina, na koji se svetlosni talasi mogu prostirati kroz optičko vlakno. Takođe, mod može biti sagledan kao stopeći talas u transferzalnoj ravni optičkog vlakna. Formalnije, mod odgovara rešenju talasne jednačine, koja je izvedena iz Maksvelove (Maxwell) jednačine primenjene na granične uslove, koji su određeni optičkim vlaknom talasovoda. Broj modova koji mogu da propagiraju kroz vlakno izračunava se na osnovu jednačine (1.2) [8, 31, 33]:

$$V = \frac{2\pi a}{\lambda} \cdot \sqrt{n_1^2 - n_2^2} \quad (1.2)$$

gde su:

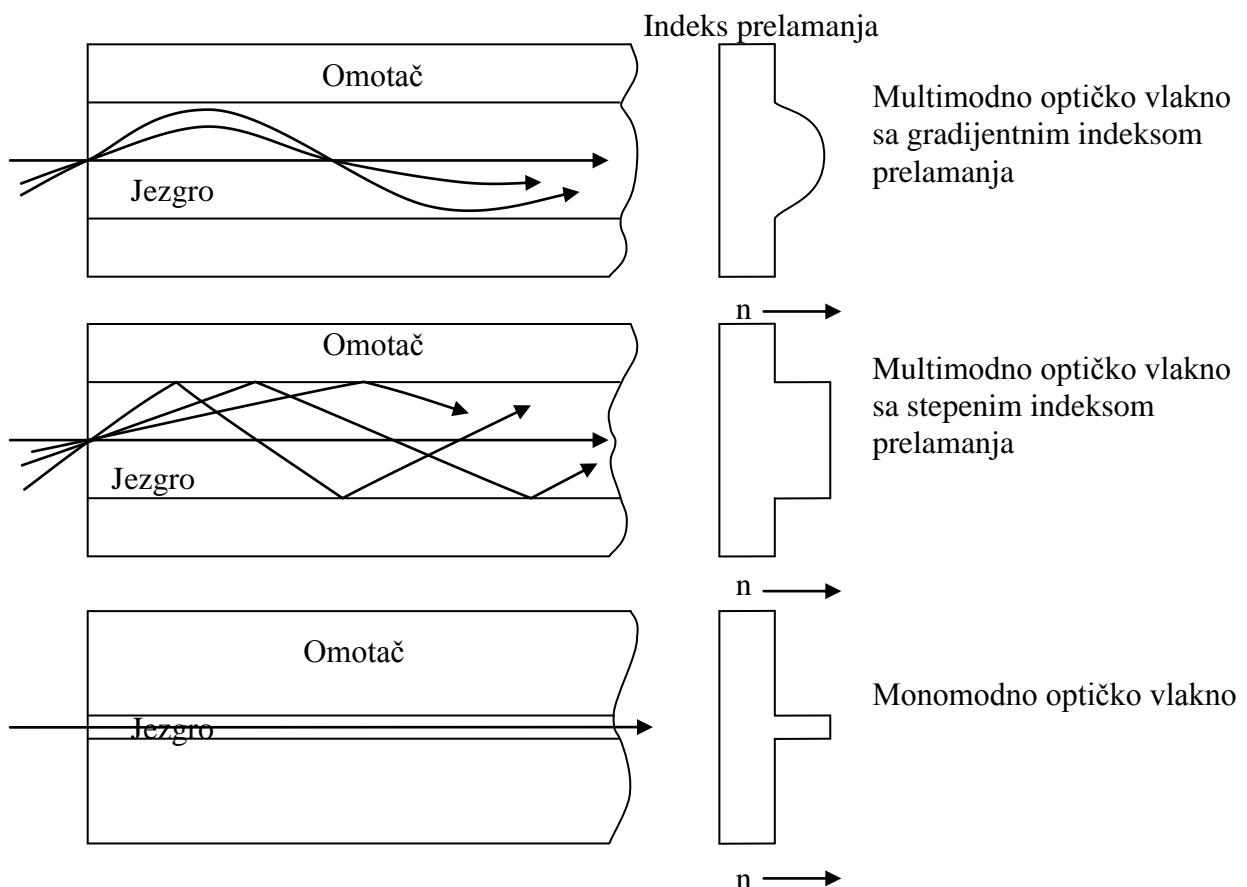
$V$  - broj modova

$a$  - poluprečnik jezgra

$\lambda$  - talasna dužina svetlosti u vakuumu

pri čemu važe ranije date oznake, a jednačina 1.2. važi uz uslov da je indeks prelamanja jezgra veći od indeksa prelamanja omotača.

Optička vlakana se mogu podeliti na osnovu broja modova na monomodna i multimodna, a multimodna se mogu dalje podeliti na vlakna sa skokovitim – stepenastim prelazom indeksa prelamanja i vlakna sa gradijentnim ili postepenim prelazom indeksa prelamanja. Sva tri tipa optičkih vlakana prikazana su shematski na sl. 1.2. [31, 33]:



### Sl.1.2. Klasifikacija optičkih vlakana prema modovima propagacije

Multimodna optička vlakna se koriste na malim rastojanjima i pri malim brzinama transmisije. Monomodno vlakno ima tanje jezgro i pokazuje bolje osobine od multimodnog optičkog vlakna na većim razdaljinama i pri većim brzinama transmisije.

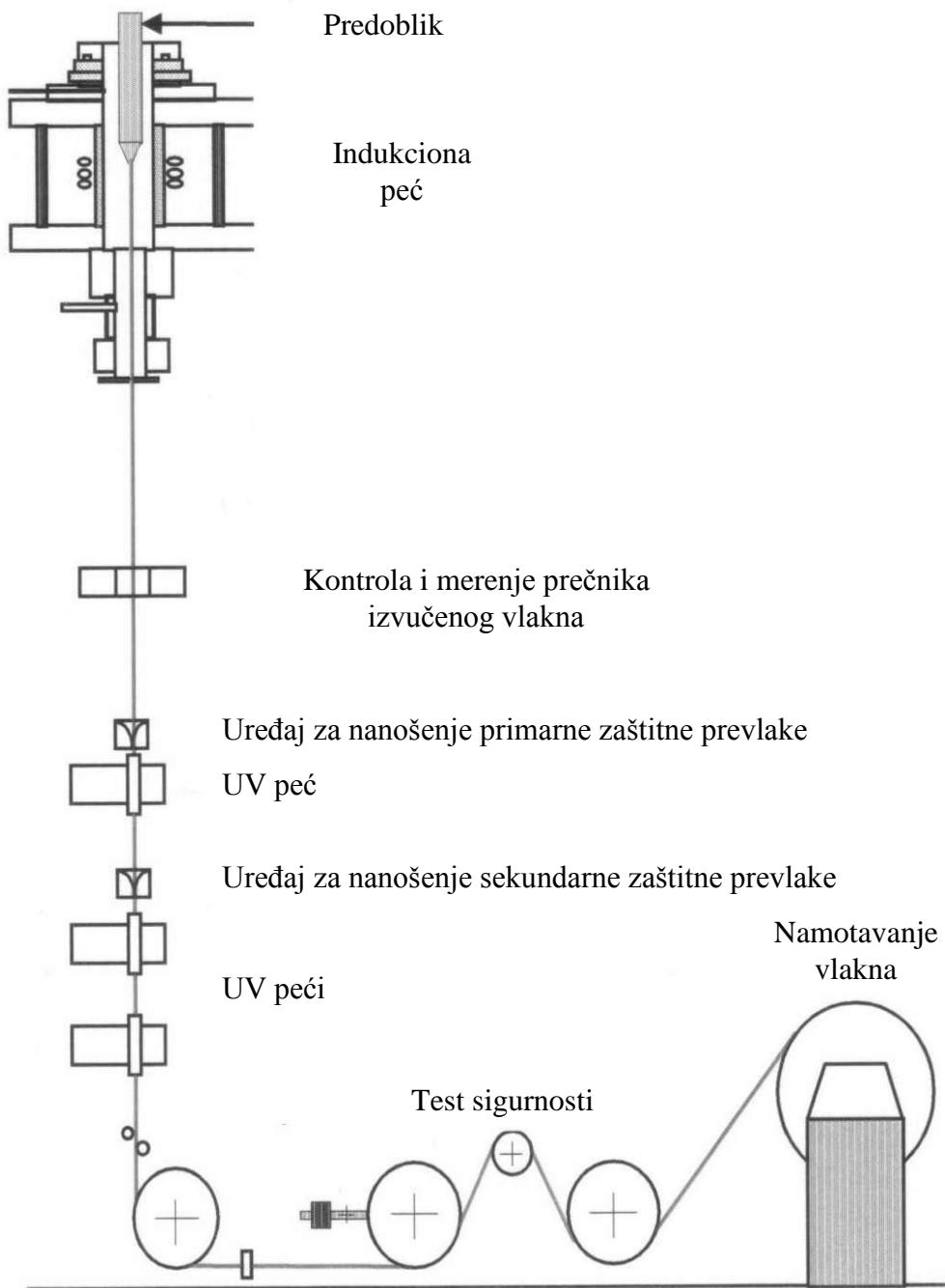
Da bi se optička vlakna koristila u telekomunikacijama ili uopšte u prenosu informacija, potrebno je modulisati informacijama svetlosni snop koji propagira kroz optičko vlakno. Ta modulacija se ostvaruje ili promenom intenziteta struje u slučaju korišćenja laserske diode (interna modulacija) ili promenom intenziteta svetlosti lasera spoljnim sklopom (eksterna modulacija). Tako modulisana svetlost postaje nosilac informacije, a optičko vlakno medijum za transmisiju nosioca informacije. Na drugom kraju vlakna se vrši prikupljanje svetlosti i prevođenje u električni domen fotodiodom, a ekstrahovanje informacije se vrši elektronskim demodulatorom [33 -35].

Komercijalna optička vlakna mogu biti sačinjena od različitih materijala. Jedan od tipova optičkih vlakana su višekomponentna staklena optička vlakna, čije jezgro i omotač čine stakla različitog hemijskog sastava. Dobijaju se stapanjem ultračistih prahova. Stakla koja čine omotač i jezgro odvojeno se stapaju, a zatim spajaju u kompaktno vlakno u specijalno konstruisanom dvostrukom tiglu. Najčešće korišćena optička vlakna su takozvana PCS (polymer coated silica), koju čini vlakno od dopiranog kvarcnog stakla sa zaštitnom polimernom prevlakom [31, 32].

Pored toga postoje i optička vlakna izrađena isključivo od polimernih materijala, koja se koriste na veoma kratkim rastojanjima, jer imaju slabljenja reda veličine dB/m i zbog toga se ne mogu koristiti u telekomunikacione svrhe [36]. Sledeću grupu čine staklena optička vlakna koja umesto polimerne imaju tzv. hermetičku prevlaku. Postoje dva osnovna tipa hermetičkih prevlaka: neorganske i metalne. Neorganske hermetičke prevlake dobijaju se hemijskom depozicijom iz parne faze. Ove prevlake imaju debljinu od 50-100nm, a najčešće korišćen materijal za njihovu izradu je amorfni ugljenik, ali se koriste i SiC, TiN, BN, SiON. Metalne hermetičke prevlake dobijaju se "zamrzavanjem" rastopa metala uglavnom Sn ili Al. Prevlake su debljine 5-20 $\mu$ m. Optička vlakna sa metalnim hermetičkim prevlakama još uvek su u fazi istraživanja [37-39].

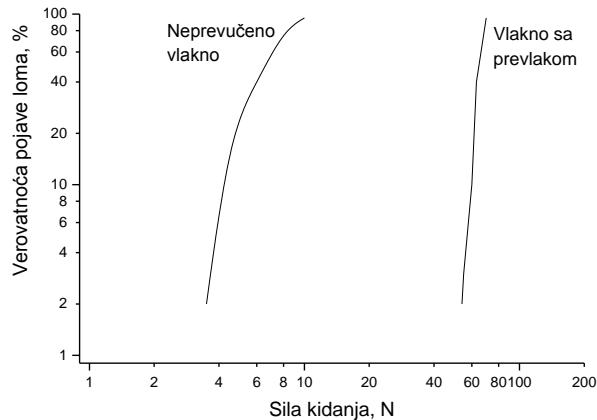
Pod optičkim vlaknima u daljem tekstu podrazumevaće se isključivo PCS vlakna, koja predstavljaju najrasprostranjeniju vrstu telekomunikacionih vlakana. Da bi se dobila ovakva optička vlakna neophodno je prvo dobiti stakleni predoblik. Predoblik predstavlja stakleni štap (prečnika većeg od 70mm) koji ima željeni profil indeksa prelamanja. Najčešće primenjivani postupci dobijanja predoblika su postupci depozicija. Koriste se hemijska depozicija iz parne faze (unutrašnja, spoljašnja i aksijalna), plazma depozicija i razne njihove modifikacije i kombinacije. Staklena vlakna se dobijaju izvlačenjem iz tako dobijenih predoblika. Neposredno nakon formiranja staklena vlakna se prevlače polimernom prevlakom [30-32]. Shema procesa dobijanja optičkog vlakna iz predoblika data je na sl.1.3. [30].

Prikazani postupak dobijanja optičkog vlakana iz predoblika predstavlja tipičan industrijski postupak koji obuhvata više koraka. Predoblik se unosi u indukcionu peć i na temperaturama oko 2100°C dolazi do omekšavanja kvarcnog stakla, koje se zatim izvlači u vlakno. U toku samog procesa dobijanja optička vlakna se prevlače, neposredno nakon izvlačenje iz predoblika, polimernim materijalom koji štiti površinu optičkog vlakna, a zadržava početnu jačinu. Na slici je prikazan najčešće korišćeni sistem polimernih prevlaka, koji se sastoji od primarne i sekundarne prevlake koje umrežavaju dejstvom UV zračenja [30-32]. Sam postupak dobijanja optičkih vlakana obuhvata i test sigurnosti (proof test), kojim se vrši namotavanje vlakna pod opterećenjem. Na ovaj način se već u samom procesu proizvodnje eliminisu segmenti vlakna koji imaju grešku [30-32].



*Sl. 1.3. Shema procesa dobijanja optičkog vlakna iz predoblika*

Smanjenje oštećenja vlakna zbog prisustva čestica prašine, u toku samog procesa proizvodnje, se postiže nanošenjem polimerne zaštitne prevlake u što je moguće ranije fazi procesa proizvodnje, koja se upravo zbog toga odvija u ultračistoj atmosferi. Ako se optička vlakna koriste bez ove zaštite, njihov lom nastaje pri opterećenju koje je znatno manje od predviđenog, zbog frikcije ili generisanja površinskih oštećenja tokom proizvodnje i eksploatacije kablova (sl 1.4.) [31].



**Sl.1.4. Zatezna čvrstoća optičkih vlakna sa i bez zaštitne prevlake  
(Ispitivanja su vršena na 100 uzoraka, dužine 300mm) [31]**

Upotreboom višestrukih polimernih prevlaka mogu se smanjiti efekti još nekih neželjenih pojava kao što su mikrosavijanje (mikrobending) i stvaranje mikropukotina (mikrokrekking) [34, 40]. Mikrobending je pojava savijanja vlakna pri radijusu od svega nekoliko milimetara i amplitudi znatno manjoj od prečnika vlakna. Mikrobending je stohastička promena krivine ose vlakna. Ova pojava nastaje usled nehomogenosti i neravnomernosti čvrste polimerne prevlake i/ili neravnomernosti omotača kabla i /ili nepravilnog položaja vlakna/kabla pri postavljanju – polaganju (savijanje, uvrтанje, torzija,...). Mikrokrekking je pojava pukotina, zareza i dislokacija na površini vlakna nastala kao greška pri proizvodnji ili usled lošeg rukovanja pri postavljanju. Obe ove pojave utiču na pojavu dodatnih gubitaka pri propagaciji svetlosti kroz vlakno. S obzirom da današnja optička vlakna imaju gubitke koji se približavaju teorijskom limitu, eliminisanje ovih dodatnih gubitaka postaje sve značajniji zadatak [34, 40].

Optička vlakna zbog svojih osobina i mogućnosti primene zasigurno spadaju u najinteresantnije materijale za prenos telekomunikacionih signala. Korišćenjem optičkih vlakana kao transmisione sredine postiže se niz prednosti u odnosu na klasične bakarne provodnike. Najveća prednost je sposobnost prenosa ogromnih količina informacija, kapacitet je čak nekoliko hiljada puta veći od kapaciteta bakarnih provodnika. Samo vlakno je napravljeno od dielektričkog materijala i kao takvo ima niz osobina: otporno je na elektromagnetne smetnje proizvedene indukovanim poljima, gromom, radarom i dr. Prednosti koje takođe treba spomenuti su: mala težina i zapremina po elementu prenosnog sistema, velika savitljivost, niska cena i gotovo neograničeni resursi polaznih sirovina ( $\text{SiO}_2$ ) [30 -35].

Nesumnjiva prednost optičkih vlakana nad bakarnim provodnicima je u tome što nisu osetljivi na uticaj spoljnih električnih, magnetskih i elektromagnetskih smetnji. Upravo ova prednost može da predstavlja nedostatak u slučaju kad je neophodno brzo, jednostavno i precizno pronaći i/ili identifikovati vlakno ili kabl u snopu drugih vlakana, odnosno u prostoru u kome su položeni, zbog eventualne potrebe za servisiranjem ili identifikacijom. Jedan od načina rešavanja ovog nedostatka je ugradnja magnetnog materijala u zaštitnu polimernu prevlaku optičkog vlakna. Prisutne čestice feromagnetskog materijala dispergovane u polimernoj prevlaci, mogu se detektovati standardnim magnetnim detektorima i na taj način jednostavno locirati prostorni položaj ovakvog optičkog vlakna ili kabla [13 -14]. Mogućnost lociranja i identifikacija optičkih vlakana dodavanjem feromagnetske prevlake je bila jedna od ideja za pokretanje ovog rada.

## 1.2. KOMPOZITNI MATERIJALI

Razvoj savremenih materijala u znatnoj meri zasniva se na pogodnom kombinovanju željenih korisnih osobina različitih materijala koji se spajaju u složeni kompozitni materijal. Reč kompozit se u tehničkom smislu koristi za opisivanje proizvoda nastalih ugradnjom jednog materijala u osnovnu strukturu druge supstance – *matrice* [41]. Kompoziti predstavljaju sistem materijala koji sadrži smeš ili kombinaciju dva ili više mikro - ili makro - konstituenata, koji se razlikuju po obliku, hemijskom sastavu i koji su nerastvorljivi ili vrlo malo rastvorljivi jedan u drugom [42]. Kompozitni materijali mogu biti prirodni (na pr. drvo, kost) i veštački. U užem smislu pod kompozitim se podrazumevaju samo veštački stvoreni materijali koji po svojim fizičko-hemijskim i/ili mehaničkim svojstvima predstavljaju nov materijal [43].

Osnovnu strukturu kompozita čine kontinualna faza – matrica i diskontinualna - punilac (ojačanje). Klasifikacija kompozita može se vršiti prema različitim kriterijumima. Na osnovu vrste materijala od kojih je izrađena matrica, postoje kompoziti sa metalnom, polimernom i keramičkom matricom [44]. Pored vrste materijala koji je izabran za punioca veoma važan kriterijum za definisanje vrste kompozita je geometrijski oblik i veličina punioca kao i njegova orijentacija. Punoci u sastavu kompozita mogu biti makroskopski uočljive faze, kao što je slučaj kod prevlaka, materijala u obliku sendviča i laminata, ili mogu biti u obliku mikroskopske faze, kada su u pitanju disperzije, praškasti i vlaknasti kompoziti [45]. Kompozitni materijali koji sadrže mikroskopske faze, mogu se na osnovu geometrije ojačanja podeliti na kompozite sa puniocem u obliku čestica i u obliku vlakana. (Pod pojmom vlakno, po ASTM D3878 standardu, podrazumeva se materijal kod koga je odnos dužine prema prečniku najmanje 10:1, a debljina ispod 0,25mm [46] ).

Punoci u obliku čestice u najširem smislu predstavljaju bilo koje nevlaknasto ojačanje malih dimenzija. Prema dimenzijama i obliku čestica punoci mogu biti prahovi, disperzije, viskeri i dr. [45,46]. Viskeri su monokristalna vlakna prečnika 0,1 do 1  $\mu\text{m}$ , dužine 0,1 do 1 mm velike mehaničke čvrstoće zbog odsustva defekata [41]. Njihova primena kao kompozitnog punioca se još uvek razvija.

Kompozite sa puniocem u obliku disperzija karakteriše mikrostruktura koju čine fine čestice veličine manje od 0,1  $\mu\text{m}$ . Zapreminske udio disperzne faze u matrici manji je od 15zap %. Ovaj tip kompozita uglavnom se koristi da bi se poboljšala mehanička čvrstoća matrice. Fina disperzija sprečava pokrete matričnih dislokacija povećanjem otpora plastičnim deformacijama [44].

Kompoziti sa puniocem u obliku praha predstavljaju produžetak disperziono-ojačanih kompozita. Čestice su većih dimenzija, veće od 1  $\mu\text{m}$ , a njihov zapreminske udio veći je od 20 %. Matrica i čestice zajedno učestvuju u ojačavanju česticama [44].

Kompoziti sa ojačanjem u obliku čestica mogu imati slučajnu i usmerenu – željenu orijentaciju čestica. Različiti oblici ojačanja mogu biti primenjeni istovremeno.

Kompoziti sa vlknima predstavlja veoma važnu grupu materijala. Vlakna kojima se vrši ojačanje mogu biti staklena, metalna, ugljenična, keramička i dr., kao i hibridna kada se koriste istovremeno dve ili više vrste vlakana [41]. Vlakna kojim se vrši ojačanje mogu biti kontinualna – neprekidna i diskontinualna - kratka vlakna. Kompoziti ojačani kratkim vlknima mogu imati slučajnu ili željenu orijentaciju, dok kompoziti sa kontinualnim vlknima mogu biti unidirekcioni – jednoosni, ili imati ojačanje u obliku tkanja.

Predmet ispitivanja ove doktorske disertacije je sistem optičko vlakno–polimer–magnetni prah, koji ne može jednostavno da se uvrsti u neku od navedenih podela. Ovaj materijal predstavlja složeni kompozit koji se sastoji iz originalnog optičkog vlakna i kompozitne prevlake polimer-magnetni prah. Samo optičko vlakno može se uslovno posmatrati kao jednoosni kompozit sa kontinualnim vlaknima. Optičko vlakno nije pravi jednoosni kompozit, jer je prisutno samo jedno vlakno od kvarcnog stakla unutar “matrice” koju čini polimerna prevlaka.

Kompozitne prevlake polimer-magnetni prah predstavlja kombinaciju između kompozita sa disperznim puniocem i puniocem u obliku praha. Korišćeni magnetni prahovi Ba-ferit i SmCo<sub>5</sub> imaju veličinu čestica od 0,5-15µm. Zastupljenost punioca u ispitivanoj kompozitnoj prevlaci kretala se od 7 do 30 zap. %

U odnosu na originalno optičko vlakno kompozitna prevlaka opet predstavlja “matricu” čineći zajedno jednoosni kompozit ojačan kontinualnim, u ovom slučaju optičkim vlaknom.

S obzirom da ponašanje kompozita zavisi od hemijskih osobina, veličine, distribucije, zastupljenosti, oblika, orijentacije itd. konstituenata kompozita [44], svaki od konstituenata ispitivanog materijala biće u teorijskom delu posebno prikazan.

Kompozitni materijal se izrađuje radi poboljšanja nekog postojećeg svojstva materijala. Kod najvećeg broja kompozitnih materijala punioci se dodaju radi poboljšanja mehaničkih svojstava materijala. Postoji i relativno veliki broj kompozitnih materijala koji su nastali radi dobijanja materijala sa specifičnim električnim i magnetnim svojstvima [41].

Primaran značaj kompozitne prevlake, koja je u ovom radu formirana na optičkom vlaknu, bilo je omogućavanje magnetne detekcije i identifikacije. S obzirom da formirana kompozitna prevlaka utiče na mehanička svojstva optičkog vlakna, neophodno je formirati prevlaku koja ne umanjuje mehanička svojstva vlakna, a koja omogućava detekciju i identifikaciju željenog vlakna magnetnim metodama.

### 1.3. MAGNETNI MATERIJALI

Sve supstance pokazuju neku vrstu magnetnog ponašanja saglasno elektronskoj konfiguraciji atoma, kristalnoj i molekulskoj strukturi i rezultujućim interakcijama među elektronima. Magnetska svojstva neke supstance objašnjavaju se postojanjem magnetnih momenata u atomima i molekulima te supstance [47-50]. Magnetski momenti atoma i molekula su u nazužoj vezi sa elektronskom strukturom atoma i složenim kretanjem elektrona u elektronskim ljudskama. Pravo objašnjenje magnećenja supstance bazira se na kvantnoj teoriji, koja jedino uspešno objašnjava složeno kretanje u atomu [48], ali ta teorijska objašnjenja nisu tema ovog rada.

Pojam magnetnih materijala obuhvata feromagnetske i ferimagnetske materijale, koji se mogu namagnetisati relativno slabim magnetnim poljem, dok se ostali materijali (dijamagnetski, paramagnetski i antiferomagnetski) smatraju nemagnetskim [47-50].

Kod **feromagnetskih** materijala unutar kristalne rešetke dolazi do snažnog međusobnog delovanja susednih magnetskih momenata atoma odnosno jona, tako da oni nastoje da se orijentisu paralelno. U ograničenim područjima kristala nazvanim Vajsovim (Weiss) domenima svi magnetni momenti su orijentisani približno u istom smeru iako nije prisutno spoljašnje magnetsko polje. Vajsovi domeni su spontano namagnetisani. Kod **ferimagnetskih** materijala ne dolazi do usmeravanja svih magnetskih momenta u istom smeru, već dolazi do pojave uparivanja nekih magnetskih momenata tako da se oni međusobno poništavaju [52-55].

Magnetno ponašanje definisano je sa tri vektora: magnetskom indukcijom  $\vec{B}$ , jačinom magnetskog polja  $\vec{H}$  i magnetizacijom  $\vec{M}$  koji su povezani relacijom (1.3) [47-50].

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0 \vec{H} + \vec{J} = \mu_0 (1 + \chi_m) \vec{H} = \mu \vec{H} \quad (1.3)$$

gde su:

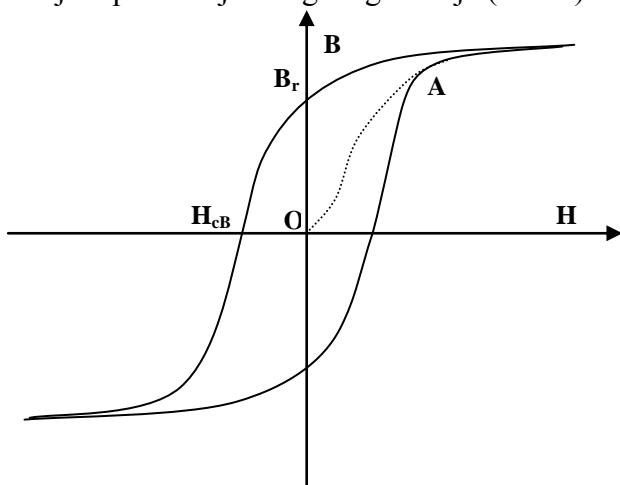
$\mu_0$  - magnetska permeabilnost vakuuma ( $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$  Tm/A)

$\chi_m$  - magnetska susceptibilnost

$\mu$  - magnetska permeabilnost

$\vec{J}$  - magnetska polarizacija

Nelinearna zavisnost magnetske indukcije ili magnetske polarizacije od jačine magnetnog polja predstavlja krivu magnećenja. Najvažnija svojstva magnetnih materijala mogu se definisati posmatrajući proces njihovog magnećenja (sl. 1.5).



Sl. 1.5. Tipičan izgled krive magnećenja magnetskih materijala

Nakon prvobitne krive magnećenja (O-A) ponavlajući ciklus magnećenja dobija se zatvorena simetrična kriva –histerezisni ciklus. Drugi kvadrant krive magnećenja naziva se demagnetizaciona kriva. Na sl. 1.5. obeležena su neka važna magnetna svojstva magnetnih materijala [47-50]:

*Remanentna indukcija* -  $B_r$ , predstavlja vrednost magnetne indukcije koja zaostaje u materijalu pri vrednosti magnetnog polja  $H=0$ ,

*Koercitivna sila* -  $H_c$ , predstavlja jačinu spoljašnjeg magnetnog polja pri kome  $B$  postaje jednaka nuli. Koercitivna sila predstavlja meru stabilnosti magnetnog stanja. (Oznaka  $H_{cB}$  predstavlja vrednost jačine spoljašnjeg polja pri kome je indukcija  $B$  jednaka nuli, dok se u dijagramu H-J dobija vrednost  $H_{cj}$  - jačine spoljašnjeg polja pri kome je polarizacija  $J$  jednaka nuli).

Druga veoma značajna magnetna svojstva magnetnih materijala su [47-50]:

*Energetski proizvod* -  $(BH)_{max}$  je najveći mogući proizvod vrednosti  $B$  i  $H$  duž demagnetizacione krive. Što je veća vrednost  $(BH)_{max}$  za dati materijal, manja zapremina materijala neophodna je da bi se osvario željeni magnetni fluks.

*Kirijeva (Curie) temperatura* predstavlja kritičnu temperaturu iznad koje materijal prestaje da ima feromagnetska svojstva.

*Magnetostrikcija* je relativno elastična promena dimenzija magnetnog materijala usled dejstva magnetskog polja.

Prema obliku i karakterističnim veličinama histerezisnog ciklusa feromagnetski i ferimagnetski materijali mogu da se podele na *meke* i *tvrde*. Magnetsko meki materijali imaju veliku permeabilnost, usku histerezisnu petlju i malu vrednost koercitivne sile i veoma se lako magnetišu. Tvrdi magnetski materijali imaju veoma široku histerezisnu petlju, veliku vrednost koercitivne sile i energetskog proizvoda, teško se magnetišu ali i razmagnetišu te služe za izradu permanentnih - stalnih magneta [47-50].

Najčešći oblik izrade komercijalnih permanentnih magneta predstavljaju sinterovani i polimerom vezani magneti. Sami magnetni prahovi koji se koriste za izradu obe vrste magnetnih materijala mogu biti keramički i metalni.

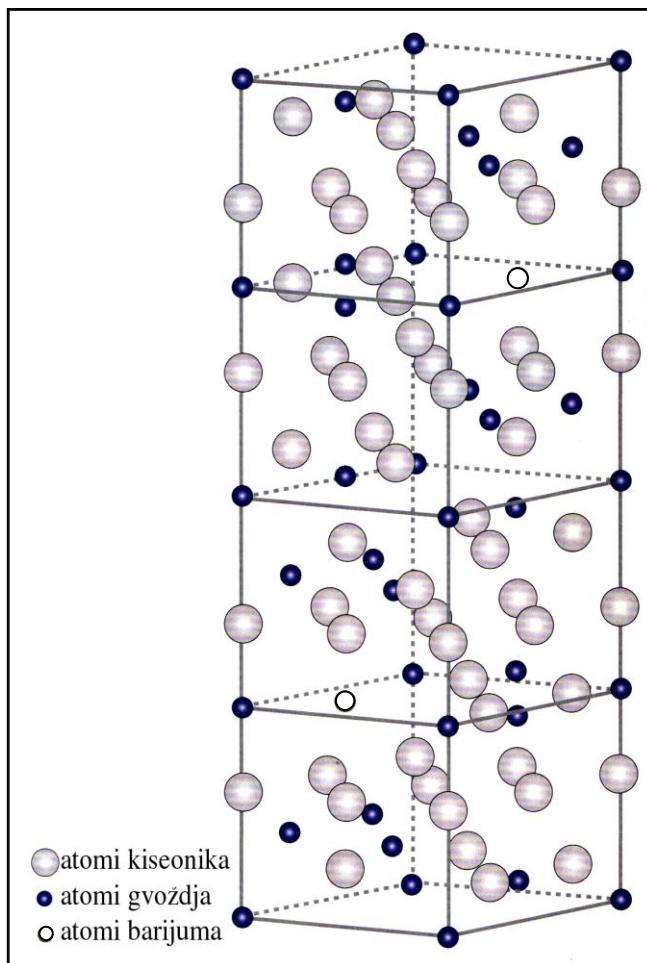
Za izradu optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom polimer- magnetni prah trebalo je izabrati barem dva, po mogućству dovoljno različita permanentna magnetna materijala. Izabran je barijumferit kao predstavnik najrasprostranjenijeg, jeftinog ferimagnetskog keramičkog praha [22, 51]. Drugi prah magnetnog materijala koji je korišćen bio je  $\text{SmCo}_5$ .  $\text{SmCo}_5$  predstavlja savremeni intermetalni feromagnetni materijal sa visokim vrednosti koercitivne sile i remanentne indukcije, koji je bio i predmet prethodnih istraživanja [23-29].

S obzirom da se obe ove vrste magnetnih prahova koriste, komercijalno, za izradu polimerom vezanih magneta, to one predstavljaju logičan izbor za komponentu kompozitne prevlake optičkog vlakna [52]. Pravilna kombinacija magnetskih prahova, kao punilaca i polimera, kao matrice predstavlja veoma složen zahtev [53], tako da sistem EVA/Ba-ferit i EVA/ $\text{SmCo}_5$  predstavlja jedno od mogućih rešenja.

### 1.3.1.Barijumferit

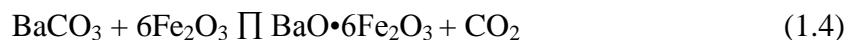
Tvrdi feriti spadaju u grupu keramičkih permanentnih magnetnih materijala na bazi faze  $MFe_{12}O_{19}$  (gde je  $M = Ba, Sr, Pb$ ) i njihovih čvrstih rastvora, kao na primer  $Ba_{1-x}Sr_xFe_{12}O_{19}$ . S obzirom na to da pripadaju keramičkim materijalima tvrdi feriti pokazuju visoku mehaničku tvrdoću, ali su krti i lako lomljivi [49, 50].

Ba-ferit kristalizuje u heksagonalnoj magnetoplumbitnoj strukturi. Kristalna rešetka ima heksagonalno gusto pakovane sfere jona kiseonika kao i jona barijuma dok manji joni gvožđa zauzimaju intersticijalne položaje. Jedinična ćelija feritne rešetke sastoji se od 2 jona barijuma, 24 jona gvožđa i 38 jona kiseonika, prema tome obuhvata dve  $Ba\bullet Fe_{12}O_{19}$  jedinične ćelije. Na slici 1.6. dat je prikaz kristalne rešetke barijumferita [54]. Nositelj magnetne polarizacije je gvožđe. Zbog delimične kompenzacije magnetnih momenata jona gvožđa, ferimagnetsko ponašanje ostvaruje, u proseku, samo jedan od 3 magnetna momenta.



Sl.1.6. Kristalna rešetka barijumferita

Prah barijumferita se dobija zagrevanjem smeše barijum karbonata sa Fe(III) oksidom na temperaturi od oko  $1200^{\circ}\text{C}$  [49, 50]:



Sintetizovan prah se melje u kugličnom mlinu ili u atritoru sa vodom, da bi se dobile čestice  $\leq 1\mu\text{m}$ . Pri proizvodnji visokokvalitetnih Ba-feritnih magneta veoma je važno

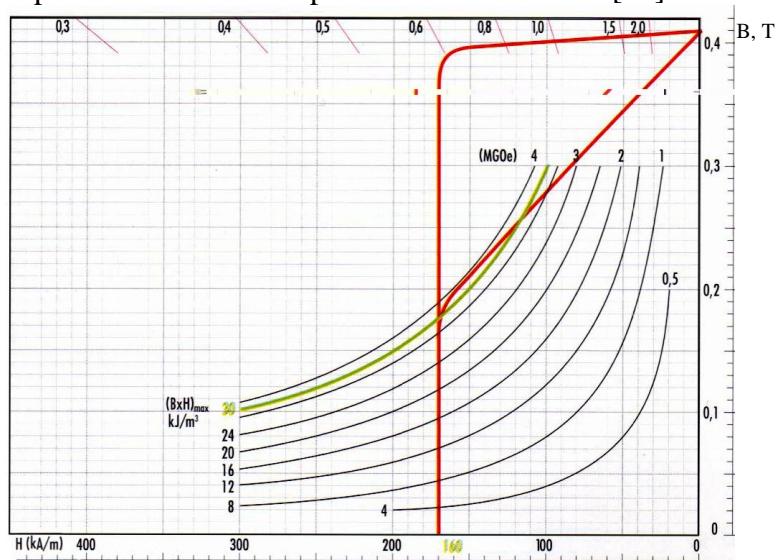
ostvariti usku, reproduktivnu raspodelu veličine čestica, tako da monokristalne čestice imaju veličinu pojedinačnih magnetnih domena. I koercitivna sila i remanentna indukcija zavise od toga [49].

Magneti na bazi Ba-feritnog praha dobijaju se sinterovanjem ili vezivanjem sa polimernim smolama. Pri izradi sinterovanih Ba-feritnih magneta u procesu presovanja koristi se usmeravajuće magnetno polje od 200 - 400 kA/m pri čemu se monokristalne čestice usmeravaju paralelno magnetnom polju. Ova orientacija se zadržava u procesu kompaktiranja i ne narušava se tokom sinterovanja. Na taj način se dobijaju anizotropni magneti sa izraženom usmerenošću. Najkvalitetniji sinterovani Ba-feritni magneti dobijaju se pri mokrom presovanju sa 28-35% vode, koja omogućava najbolje usmeravanje čestica praha u otpresku. Izotropni i anizotropni feritni magneti srednjeg kvaliteta dobijaju se suvim presovanjem [49,50].

Polimerom vezani Ba-ferit (barijum plastoferit) dobija se mešanjem praha Ba-ferita sa gumom, polivinilchloridom, poliamidom, epoksidnim smolama. Anizotropni magneti dobijaju se injekcionim postupkom, a presovanje u kalupu se koristi ako se primenjuje orijentaciono magnetno polje [52].

U zavisnosti od proizvodnog procesa postoje plastoferiti sa različitim sadržajem punioca. Kod injekcionog postupka dobijaju se anizotropni magneti sa sadržajem ferita od 50–65zap.%. Izotropni magneti dobijeni injekcionim postupkom ili valjanjem sadrže 70 zap.% punioca. Pri presovanju u kalupu postiže se i do 80 zap.% punioca [49, 50].

Magnetna svojstva komercijalnih Ba-ferita ilustrovana su demagnetizacionom krivom komercijalnog Ba-ferita (sl. 1.7) [54], i pregledom magnetnih svojstava sinterovanih Ba-ferita i Ba-ferita sa polimernim vezivom prikazanih u tabeli 1.1. [49].



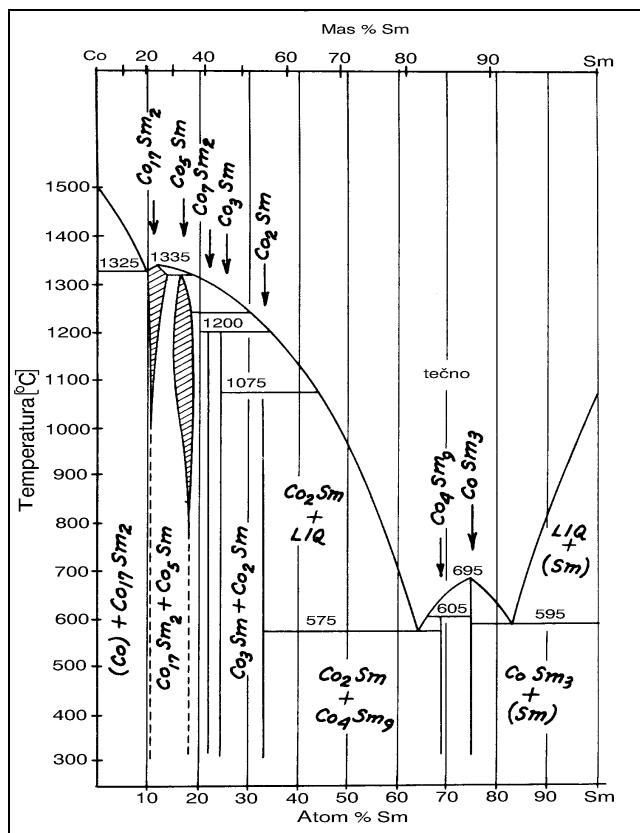
*Sl. 1.7. Demagnetizaciona kriva komercijalnog Ba-ferita [54]*

*Tabela 1.1. Magnetna svojstva različitih komercijalnih Ba-ferita [49]*

Tip Ba-feritnog magneta	$B_r$ mT	$H_{cB}$ kA/m	$H_{cj}$ kA/m	$(BH)_{max}$ kJ/m <sup>3</sup>
Sinterovani	230-410	155-260	165-350	9-32
Plastoferit	80-250	60-180	170-220	1-12

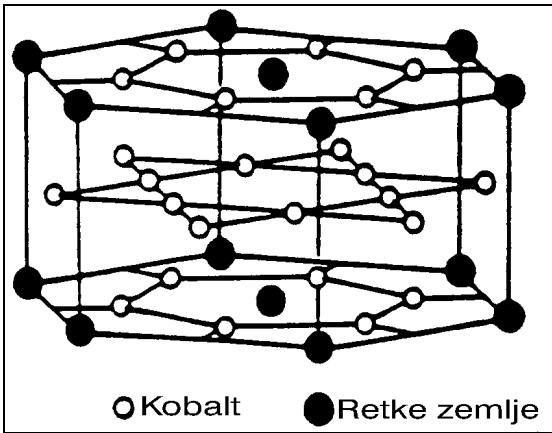
### 1.3.2. SmCo<sub>5</sub>

Legure i intermetalna jedinjenja retkih zemalja sa prelaznim metalima iz grupe železa (Fe, Co i Ni) pokazuju magnetna svojstva. Kod ovakvih jedinjenja dolazi do interakcija između 3d elektrona prelaznih metala i 4f elektrona retkih zemalja, koji omogućava ispoljavanje izuzetnih magnetnih svojstava. Od svih binarnih intermetalnih jedinjenja retkih zemalja SmCo<sub>5</sub> je pokazao najbolje osobine permanentnog magneta i kao prah i kao kompaktno telo oblikovano postupcima metalurgije praha [55-58]. Ovo jedinjenje se javlja u veoma uskoj oblasti temperatura i koncentracija kao što se vidi sa faznog dijagrama sistema Sm-Co prikazanog na slici 1.8. [59]. Zbog toga se sinteza SmCo<sub>5</sub> može odvijati pod strogo kontrolisanim uslovima [55-60].



Sl. 1.8. Fazni dijagram sistema Sm-Co

Samarijum-kobalt pet kristališe u heksagonalnoj strukturi, koja se sastoji iz naizmeničnih slojeva atoma dva tipa (Sl. 1.9.). Sloj jednog tipa sadrži samo atome kobalta razmeštene po heksagonalnom principu. Sloj drugog tipa sadrži atome samarijuma razmeštene u centru šestougaonika koji čine atomi kobalta [49,50]. Kristalna rešetka SmCo<sub>5</sub> je pravilna šestostrana prizma stranice  $a=0,4995\pm0,0001\text{nm}$  i visine  $c=0,3978\pm0,0001\text{nm}$  [61]. Osa  $c$  heksagonalne kristalne rešetke predstavlja osu lakog namagnetisanja, dok je bazna ravan površina teškog namagnetisanja [49,50,60].



*Sl. 1.9. Kristalna rešetka intermetalnog jedinjenja  $\text{SmCo}_5$*

$\text{SmCo}_5$  se može dobiti indukcionim topljenjem u vakuumu i kalciotermijskom redukcijom. Polazni materijali kod indukcionog topljenja su metalni samarijum i kobalt visoke čistoće. Indukciono topljenje odvija se u atmosferi inertnog gasa [49,50, 55-60]. Veoma važno je ukazati na izraženu piroformnost  $\text{SmCo}_5$ , posebno na povišenim temperaturama, tako da se faze izrade  $\text{SmCo}_5$ , magneta koje se odvijaju na povišenim temperaturama, moraju odvijati u zaštitnoj atmosferi inertnog gasa ili vakuuma [49,50, 55-60]. Da bi se dobio prah  $\text{SmCo}_5$  ingot dobijen indukcionim topljenjem se drobi, a zatim melje.

Kalciotermijskom redukcijom dobija se  $\text{SmCo}_5$  u obliku praha, sa česticama manjim od  $300 \mu\text{m}$ . Najčešće korišćeni kalciotermijskom redukcionim postupci su redukciono-difuzioni postupak (jednačina 1.5) i koredukcioni postupak (jednačina 1.6).



Veličina čestica polaznog  $\text{SmCo}_5$  praha prilikom izrade sinterovanih magneta treba da bude u rasponu od 1 do  $10 \mu\text{m}$  [62-64]. Veće čestice se teško usmeravaju magnetnim poljem, a pri sinterovanju ne obezbeđuju zahtevanu gustinu, dok su manje čestice veoma podložne oksidaciji. U oba slučaja dolazi do znatnog smanjenja vrednosti magnetnih osobina finalnog sinterovanog magneta. Idealno bi bilo svesti česticu na veličinu jednog kristala tako da pojedinačna čestica nema granicu zrna u svojoj unutrašnjosti, već da ima samo jednu osu lakog namagnetisavanja [49,50,55-60]. Za izradu polimerom vezanih anizotropnih  $\text{SmCo}_5$  magneta koriste se čestice veličine  $30 - 50 \mu\text{m}$  [52]. Prah  $\text{SmCo}_5$  koji se koristi za izradu kompozitne prevlake trebalo bi da se sastoji od čestica što finijeg praha, kvaliteteta kao za sinterovane magnete, da bi se formirala ravnomerna prevlaka.

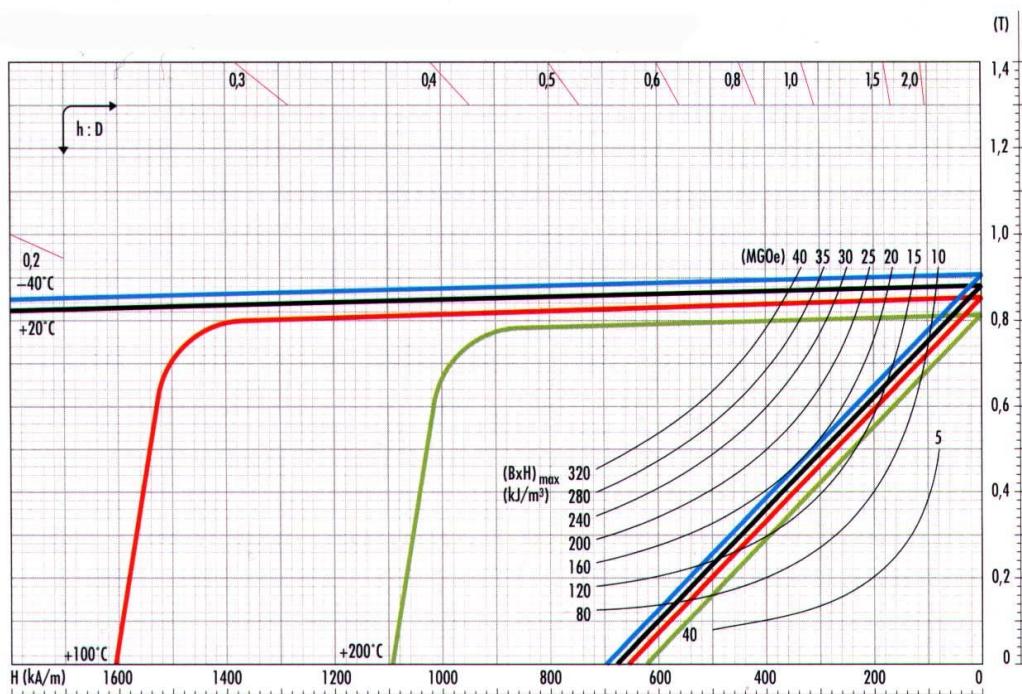
Bez obzira da li je  $\text{SmCo}_5$  dobijen indukcionim topljenjem ili kalciotermijskom redukcijom, neophodno je vršiti mlevenje da bi se dobila odgovarajuća veličina čestica praha neophodna za dobijenje sinterovanih ili polimerom vezanih magneta. U industrijskim razmerama mlevenje se vrši u atritorima u zaštitnoj sredini organskih rastvarača [57].

Za potpuno magnetno zasićenje SmCo<sub>5</sub> magneta za magnećenje neophodno je koristiti magnetna polja jačine 2400 - 3000 kA/m [49,50,60].

Magnetna svojstva komercijalnih SmCo<sub>5</sub> prikazana su u tabeli 1.2. [49]. Takođe je data i demagnetizaciona kriva (Sl. 1.10.) komercijalnog sinterovanog magneta [54].

**Tabela 1.2. Magnetne svojstva različitih komercijalnih SmCo<sub>5</sub> magneta [49]**

Tip SmCo <sub>5</sub> magneta	B <sub>r</sub> mT	H <sub>cB</sub> kA/m	H <sub>cj</sub> kA/m	(BH) <sub>max</sub> kJ/m <sup>3</sup>
Sinterovani	920	680	2500	160
Polimerom vezani	760	580	1000	110



**Sl 1.10. Dijagram demagnetizacije komercijalnog SmCo<sub>5</sub> magneta [54]**

Poređenjem magnetnih svojstava Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub> uočava se da je energetski proizvod SmCo<sub>5</sub> veći od Ba-ferita i 10-tak puta. Prema tome za isti magnetni fluks moguće je koristiti 10 puta manju zapreminu SmCo<sub>5</sub> magneta u odnosu na Ba-feritni.

## 1.4. POLIMERNI MATERIJALI

Poslednjih pedeset godina, tehnologija polimernih materijala se u okviru hemijske industrije najbrže razvijala, zahvaljujući mogućnosti kreiranja i prilagođavanja svojstava polimera različitim oblastima primene, jednostavnoj preradi i relativno niskoj ceni sirovina [65, 66].

Naziv polimer potiče od grčke reči *poli* – mnogo i *meros* – deo, a odnosi se na lančasti molekul (makromolekul) velike relativne molekulske mase, sastavljen od velikog broja kovalentno vezanih delova. Lanci, koji se sastoje od samo jedne vrste mera, se nazivaju *homopolimeri*, a lanci sastavljeni od više različitih mera, koje se ponavljaju su *kopolimeri* [65, 67].

Postoji više metoda klasifikacije polimernih materijala, pri čemu nijedna nije isključiva niti dominantna. Polimerni materijali se klasificuju prema sastavu, poreklu, strukturi, fizičkom stanju, oblasti primene, ponašanju na povišenim temperaturama i dr. Jedan broj polimera može pripadati i različitim grupama u zavisnosti od temperature, molekulske mase, različitih dodataka i sl. [65, 67].

Ne upuštajući se u detaljna objašnjenja biće prikazani samo primeri nekih od najznačenih podela, isključivo radi definisanja vrste polimernih materijala koje su sastavni delovi PCS optičkih vlakna ili predstavljaju polimernu komponentu kompozitne prevlake.

Polimeri mogu biti prirodni – biopolimeri i sintetski organski i neorganski polimeri. Pod polimernim materijalima najčešće se podrazumevaju organski sintetski polimerni materijali. Sa industrijskog gledišta najvažnija podela polimernih materijala je na osnovu njihove primene. Po ovoj podeli polimerni materijali se dele na: gume, plastike, vlakna, prevlake i adhezive [67].

Pod pojmom *gume* podrazumevaju se makromolekulski materijali koji imaju ili mogu dobiti, na sobnoj temperaturi, svojstvo brzog vraćanja približno u oblik koji im je naglo promenjen spoljnim opterećenjem i ne mogu se lako preoblikovati u novi stalni oblik primenom topote ili umerenog pritiska [65].

Nasuprot gumi *plastika* je tvrda i na sobnoj temperaturi ima stalan oblik. Plastične mase se na osnovu svog ponašanja pod dejstvom povišenih temperature dele na: termoplastične i termoumrežavajuće plastične mase. *Termoplastične mase* su polimerni materijali koji pod dejstvom topote i pritiska omekšavaju ili se tope, i oblikuju se u stanju rastopa bez hemijskih promena. Višestruko zagrevanje i hlađenje ne narušava njihovu strukturu. *Umrežavajući* ili *termoumrežavajući polimerni materijali* su sačinjeni od oligomernih materijala koji usled hemijskih reakcija obrazuju umrežene molekule. Ova promena je ireverzibilna [65, 67].

Podela polimernih materijala na *vlakna* i *prevlake* uzima u obzir samo specifičan geometrijski oblik u kome se ovakvi materijali koriste, dok *adhezivi* imaju sposobnost da spajaju dve različite površine [65, 67].

Polimerni materijali koji se mogu koristiti kao polimerne komponente PCS optičkih vlakana moraju imati [18-20]:

- hemijski sastav koji omogućava dobro vezivanje za površinu kvarcnog stakla
- reološka svojstva koja omogućavaju formiranje prevlake ravnomerne debljine i pri velikim brzinama prevlačenja
- postojanost na temperaturu, vlagu, opterećenje i dr.
- temperaturu omekšavanja višu od temperatura na kojima se vrši kabliranje
- veće prekidno izduženje od kvarcnog stakla
- sposobnost ljuštenja dejstvom hemikalija (na pr. metilen hlorid) ili mehanički glatku teksturu itd.

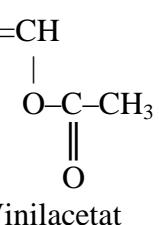
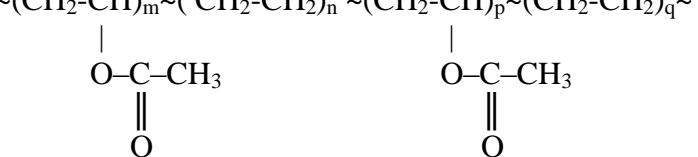
Za savremena PCS optička vlakna najčešće se koriste polimerne prevlake u obliku akrilata, poliimida i silikona [18-20, 31, 68]. Ovi polimerni materijali spadaju u umrežavajuće polimere, tako da se pri izradi optičkih vlakna neposredno nakon prevlačenja vrši umrežavanje dejstvom UV zračenja ili toplove. U fazi razvoja tehnologije dobijanja optičkih vlakana predlagan je i korišćen daleko veći broj, pre svega, termoplastičnih materijala i elastomera (stiren elastomeri, stiren–butadien kopolimeri, poliolefini, poliuretani, poliestri, kopolimer etilena i vinilacetata itd.) [68, 69].

Polimerne zaštitne prevlake uglavnom se sastoje od primarnog i sekundarnog sloja. Primarni sloj služi kao pufer i napravljen je od materijala sa niskim Jungovim (Young) modulom elastičnosti i služi za zadržavanje početne jačine optičkog vlakna sprečavajući nastajanje i rast mikropukotina i povećanje gubitaka izazvanih mikrobendingom koji je posledica neravnomernosti sekundarne prevlake. S druge strane sekundarna prevlaka se izrađuje od polimera većeg Jungovog modula elastičnosti, koja ima namenu da olakša rukovanje optičkim vlaknima pri kabliranju ili sličnim procesima. Neophodno je da primarna prevlaka dobro prijanja uz površinu optičkog vlakna da bi mogla da je štiti.

U eksperimentalnom delu rada korišćena su komercijalna monomodna optička vlakna koja sadrže sistem AFC3 prevlaka. AFC3 postupkom se vlakno prevlači sa dva sloja akrilata koji umrežavaju dejstvom UV zraka [30] i koji ispunjavaju navedene uslove u pogledu mehaničkih svojstava.

U ovom radu kao polimerna komponenta kompozitne prevlake korišćen je poli(etilen-ko-vinil acetat) – EVA u obliku rastvora. EVA ispunjava zahteve koje treba da ispuni polimerna prevlaka [18-21], a njenim korišćenjem kao polimerne komponente kompozitne prevlake moguće je vršiti prevlačenje bez primene UV zračenja ili toplove za umrežavanje polimera. Na ovaj način bilo je moguće smanjiti broj procesnih parametara koji utiču na kvalitet prevlake. Hemijska struktura poli(etilen-ko-vinil acetat)-a prikazana je u tabeli 1.3.

**Tabela 1.3. Struktura monomernih jednica i EVA kopolimera**

MONOMER	MONOMER	KOPOLIMER
$\text{CH}_2=\text{CH}_2$ Etilen	$\text{CH}_2=\text{CH}$  Vinilacetat	$\sim(\text{CH}_2-\text{CH})_m\sim(\text{CH}_2-\text{CH}_2)_n\sim(\text{CH}_2-\text{CH})_p\sim(\text{CH}_2-\text{CH}_2)_q\sim$  Poli(etilen-ko-vinil acetat) (gde m, n, p, q – predstavljaju slučajne brojeve)

## 1.5. REOLOGIJA POLIMERA I DISPERZIJA

### 1.5.1. Osnovni pojmovi

Najvažnije svojstvo kojim se definiše ponašanje fluida pri tečenju (deformaciji tečnosti pod dejstvom sile) je viskoznost. Pod viskoznošću se podrazumeva otpor kojim se fluid suprotstavlja tečenju. Osnovnu jednačinu kojom se definiše viskoznost dao je Njutn (Newton) i ona se može predstaviti jednačinom (1.7) [70, 71]:

$$F = \eta \cdot \frac{A \cdot dv}{dx} \quad (1.7)$$

gde su:

$F$  - sila koja izaziva kretanje jednog sloja fluida u odnosu na drugi

$A$  - površina slojeva

$v$  - relativna brzina slojeva

$\eta$  - viskoznost

$x$  - rastojanje izmedju slojeva

$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dx}$  - brzina smicanja

Viskoznost je, u ovoj zavisnosti, za konstantnu temperaturu i pritisak konstantna. Svi fluidi koji se vladaju po ovoj zavisnosti nazivaju se njutnovski fluidi. Takve tečnosti su voda, skoro svi organski rastvarači, razblažene suspenzije sfernih čestica, razblaženi rastvori polimera malih molarnih masa [65, 67, 71].

Ukoliko se viskoznost menja na razne načine u zavisnosti od brzine smicanja i vremena, tada za takav fluid kažemo da je nenjutnovski. Nenjutnovski fluidi su koncentrovani rastvori polimera, rastvori polimera velikih molarnih masa, rastopi polimera i drugih supstanci, suspenzije, emulzije i neke čiste tečnosti koje pokazuju bitno odstupanje od Njutnovog zakona. Nenjutnovski fluidi kod kojih viskoznost zavisi od brzine smicanja mogu biti strukturno viskozni (pseudoplastični), dilatantni i plastični fluidi. Fluidi kod kojih viskoznost zavisi od vremena mogu biti reopektički (viskoznost raste sa vremenom) i tiksotropni (viskoznost opada sa vremenom) [65, 67, 71].

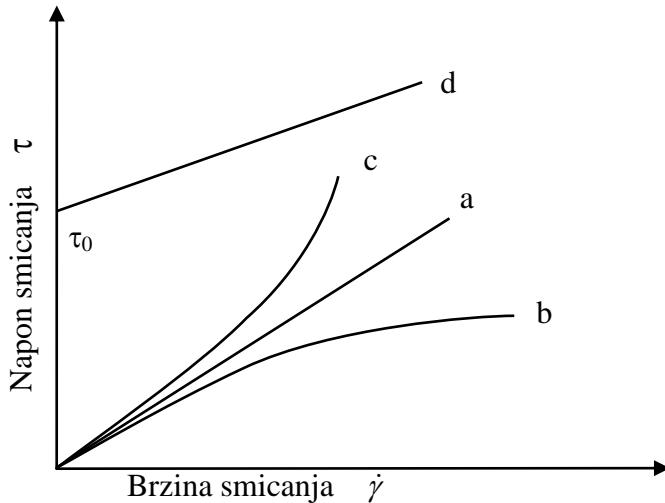
Osnovna jednačina (1.7) može se predstaviti i u obliku jednačine kojom se definiše veza brzine smicanja i napona smicanja [65]:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (1.8)$$

gde je:

$$\tau = \frac{F}{A} \text{ - napon smicanja}$$

Krive koje pokazuju zavisnost napona smicanja od brzine smicanja nazivaju se krive tečenja (sl. 1.11.). Ove krive definišu oblasti karakterističnog ponašanja fluida [65, 67].



**Sl.1.11. Shematski prikaz tipova krivih tečenja**

Kriva tečenja za njutnovske fluide je prava koja prolazi kroz koordinatni početak (kriva a).

Kriva b opisuje sporiju promenu napona smicanja u zavisnosti od brzine smicanja u odnosu na jednačinu (1.8), tako da viskoznost opada pri porastu brzine smicanja. Ovo je tzv. strukturno viskozno odnosno pseudoplastično ponašanje tipično za polimerne rastope.

Dilatantni fluidi se karakterišu bržim rastom napona smicanja sa porastom brzine smicanja nego što odgovara jednačini (1.8) (kriva c). Kod ovih fluida viskoznost raste pri povećanju brzine smicanja što je praćeno širenjem (dilatacijom) toka.

Sve tri krive a, b, c polaze iz koordinantnog početka. Međutim, postoje supstance koje počinju da teku tek kad napon smicanja dostigne graničnu vrednost  $\tau_0$ . Po dostizanju granice tečenja  $\tau_0$  tečnost nastavlja da se ponaša kao da je njutnovska (kriva d). Ovakvo ponašanje naziva se plastičnim.

### 1.5.2. Reološko ponašanje polimernih materijala

Karakteristike krivih tečenja polimera zavise od brojnih faktora od kojih su najznačajniji hemijski sastav, dužina lanca i struktura polimera [72].

Postoji veći broj jednačina kojim se opisuje nenjutnovski deo  $\tau - \dot{\gamma}$  krive. Najpoznatiji je Ostwald - De Vilov zakon (tzv. stepeni zakon) [65,67]:

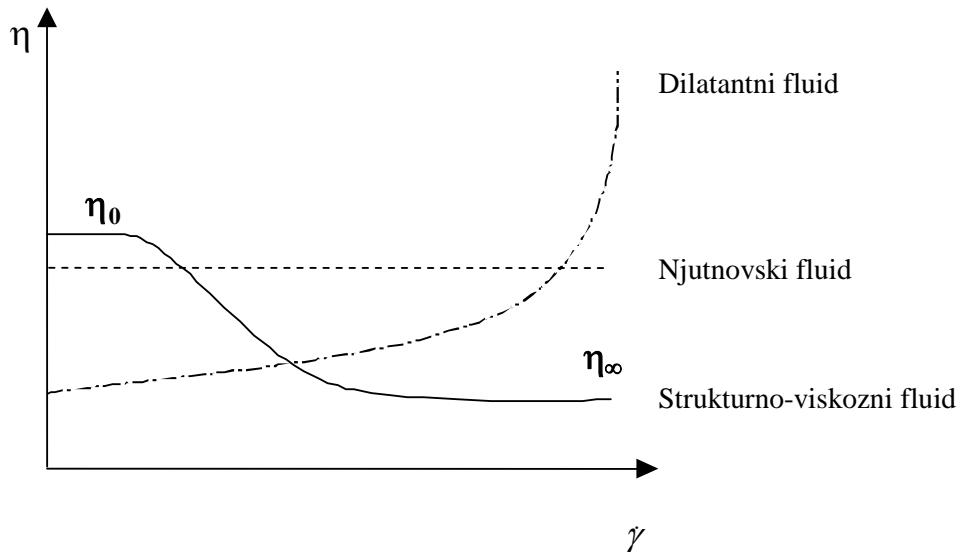
$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (1.9)$$

gde su:

$k$  - koeficijent

$n$  - eksponent stepenog zakona

Krive tečenja ukazuju na strukturne promene pri tečenju polimernih rastvora i rastopa [65]. Promena viskoznosti sa brzinom smicanja za različite fluide data je na sl. 1.12.



Sl.1.12. Promena viskoznosti sa brzinom smicanja za razlicite tipove krivih tečanja

Objašnjenje je dato za ponašanje strukturno-viskoznog fluida jer se oni koriste za dobijanje polimernih prevlaka [73, 74]. Strukturno-viskozan je i rastvor EVA u toluenu koji je korišćen u eksperimentalnom delu ovog rada [75].

Karakteristično reološko ponašanja strukturno-viskoznog fluida ukazuje da u oblasti malih vrednosti brzine smicanja ne dolazi do promene strukture. Pri malim brzinama smicanja uspostavlja se ravnoteža termičkih kretanja i strukturalnih promena koje izaziva smicanje po slojevima pri tečenju. Na ovom delu krive viskoznost je konstantna ( $\eta_0$ ).

Ako  $\tau$  i  $\gamma$  dostignu vrednosti pri kojima uticaj deformacija znatno premašuje dejstvo toplotnih kretanja, dolazi do strukturalnih promena (npr. lanci se istežu). Na ovom nelinearnom delu krive najčešće važi stepeni zakon – jednačina (1.9).

Dalje povećanje brzine deformisanja nema uticaja i uspostavlja se opet linearna proporcionalnost Njutnovog tipa ( $\eta = \eta_\infty$ ).

Sa porastom temperature viskoznost tečnosti opada i obrnuto. Ova promena veća je pri nižim brzinama smicanja. Do opadanja viskoznosti dolazi zato što pri povećanju temperature tečnosti raste srednja kinetička energija molekula, pa je tada potrebna manja spoljašnja sila za savlađivanje međumolekulskih privlačnih sila, odnosno za izazivanje tečenja [65].

Zavisnost viskoznosti od temperature, T, [71] može se za veliki broj tečnosti prikazati sledećom jednačinom:

$$\eta = A \cdot e^{\frac{\Delta E_{vis}}{RT}} \quad (1.10)$$

gde su:

$\eta$  - viskoznost

A - konstanta

$\Delta E_{vis}$  - energija aktivacije tečenja- (minimalna energija koju treba dovesti količini tečnosti od jednog mola da bi došlo do procesa tečenja)

R - univerzalna gasna konstanta

Na viskoznost rastvora u znatnoj meri utiče koncentracija rastvora. Postoje jednačine koje daju zavisnost viskoznosti od koncentracije ali samo za razblažene i veoma koncentrovane rastvore. Za rastvore čije se koncentracije nalaze između ove dve ekstremne, još uvek ne postoje jednačine koje bi bile zadovoljavajuće te se do njih dolazi empirijski [67,72].

U eksperimentalnom delu rada dobijene su zavisnosti viskoznosti rastvora EVA u toluenu od koncentracije. Izvršena je regresiona analiza koja je omogućila postavljanje zavisnosti koja prikazuje istovremeno zavisnost viskoznosti od koncentracije rastvora, temperature i brzine smicanja.

### 1.5.3. Reološko ponašanje disperznih sistema

Složeno ponašanje pri tečenju polimera još više se komplikuje u prisustvu raznih dodataka. Prisustvo druge faze dovodi do promena ponašanja pri tečenju u datom procesu npr. do pojava tiksotropije, a po pravilu dovodi do porasta viskoznosti. Na viskoznost polimera u kome je dispergovana druga faza utiču koncentracija, veličina i oblik čestica, dužina vlakana (u slučaju vlknastih dodataka), krutost i jačina dispergovane faze. Pored toga na viskoznost utiču i specifične interakcije (npr. kvašenje) koje se javlja na granici faza polimer – čestica. Posebno je složena situacija kada u procesu prerade dolazi do promene oblika druge faze. Takvi se slučajevi na pr. javljaju kada se čestice druge faze lako deformišu.

Najvažniji parametri, koji utiču na promenu viskoznosti polimera u prisustvu druge dispergovane faze, su koncentracija dispergovane faze i oblik čestica. Kao polazna jednačina za razmatranje uticaja koncentracije dispergovane faze na viskoznost polimera sa puniocima uzima se Ajnštajnova (Einstein) jednačina [65]:

$$\eta = \eta_1 \cdot (1 + k_E \varphi) \quad (1.11)$$

gde su:

$\eta$  - viskoznost disperzije

$\eta_1$  - viskoznost polimera

$\varphi$  - zapreminska udio dispergovane faze

$k_E$  - Ajnštajnova konstanta

Vrednost Ajnštajbove konstante zavisi od oblika čestica. Za sferne čestice iznosi 2,5. Za vlakna zavisi od odnosa dužine i prečnika vlakna (tzv. aspektni odnos). Ajnštajnova jednačina, po pravilu je primenljiva za male koncentracije (npr. 10%), dok su za koncentrovanije sisteme mogu naći različite jednačine izvedene na osnovu ponašanja različitih polimernih sistema.

Jednačinu (1.12) dali su Simha i Gut [76] :

$$\eta = \eta_1 \cdot (1 + k_E \cdot \varphi + 14,1 \cdot \varphi^2) \quad (1.12)$$

Muni je predložio jednačinu za koncentrovanije sisteme sa kaučukovom matricom [77]:

$$\ln \frac{G}{G_1} = \ln \frac{\eta}{\eta_1} = \frac{k_E}{1 - \frac{\varphi}{V_m}} \quad (1.13)$$

gde su:

$G$  - moduli smicanja polimera bez punioca

$G_1$  -moduli smicanja polimera sa puniocem

$V_m$  - zapreminska udeo punioca pri maksimalnom pakovanju čestica.

Za druge vrste disperznih sistema poznate su sledeće jednačine, pri čemu  $\eta_1$  predstavlja viskoznost fluida u kome se vrši dispergovanje [70] :

$$\eta = \eta_1 \cdot (1 + 4,5 \cdot \varphi) \quad \text{za } e\tau < 0,4 \quad (1.14)$$

$$\eta = \eta_1 \cdot \left( 1 + \frac{1}{1 - \varphi^{1/3}} \right) \quad \text{za } 0,5 < e\tau < 0,9 \quad (1.15)$$

Jednačine 1.11- 1.15 uzimaju u obzir oblik čestica, međutim za neke oblike čestica značajan faktor je i orijentacija čestica. Tako kod nekih sistema sa vlknastim puniocima, sa porastom koncentracije dolazi do formiranja prostorne strukture u vidu pseudo mreže, izazivajući tiksotropiju, porast elastičnosti itd. Aglomeracija je posebno česta kod polarnih punilaca u nepolarnoj matrici, pa se u nekim slučajevima preporučuje dodavanje disperzionih agenasa ili zaštitno oblaganje punilaca. Aglomeracija zahteva duže mešanje i manje će se javljati pri većim brzinama smicanja i temperaturama. Stoga se u neke jednačine uključuje poseban član za interakcije punilac-punilac, posebno u slučajevima većeg broja dodataka različitog oblika čestica. Kod polimernih smeša od posebnog značaja su promena temperature i koncentracija, koja može dovesti do inverzije faza i tipa morfologije [65].

Postoji veći broj jednačina koje opisuju reološko ponašanje polimernih disperznih sistema kod kojih viskoznost opada sa porastom brzine smicanja. Osnovna jednačina za ove sisteme ima oblik [65]:

$$\eta = \eta_\infty + \frac{\eta_o - \eta_\infty}{f(\dot{\gamma})} \quad (1.16)$$

gde su:

$\eta_o$  i  $\eta_\infty$ - plato vrednosti najveće i najmanje njutnovske viskoznosti (sl. 1.12.)

$f(\dot{\gamma})$ - različite zavisnosti od brzine smicanja

Različiti autori daju različite oblike zavisnosti  $f(\dot{\gamma})$  [78-83]:

$$f(\dot{\gamma}) = 1 + a \cdot \dot{\gamma}^b \quad (1.17)$$

$$f(\dot{\gamma}) = [1 + 2 \cdot (t \cdot \dot{\gamma}^2)]^m \quad (1.18)$$

$$f(\dot{\gamma}) = [1 + (t \cdot \dot{\gamma})^{m_1}]^{m_2} \quad (1.19)$$

gde su:

$t$  - vreme relaksacije

$a$  - koeficijent

$b=1-n$ , gde je  $n$  eksponent stepenog zakona

$m=1-2n$

$m_1=1-n$

$m_2$  - koeficijent

Ove jednačine važe samo za strukturno-viskozne sisteme, kojima pripada i sistem koji je ispitivan u ovom radu, dok za dilatantne sisteme važe druge zavisnosti. Dilatantni fluidi se redje javljaju u prirodi, pa zbog toga nisu ni prikazane odgovarajuće zavisnosti.

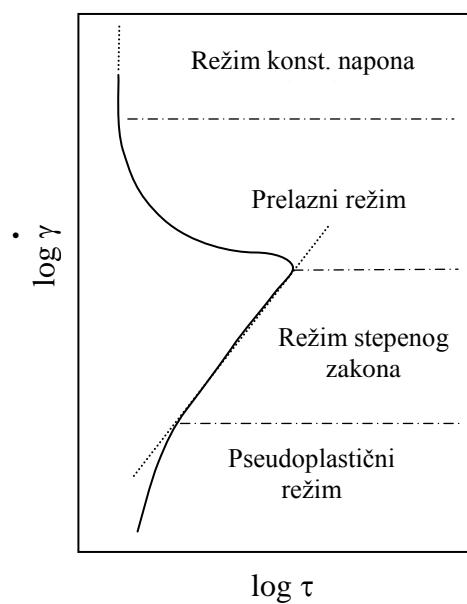
U eksperimentalnom delu rada dobijene zavisnosti viskoznosti disperzija magnetnih prahova u rastvorima EVA su fitovane jednačinama (1.12 – 1.14). Fitovanje jednačinama (1.16-1.19) nije vršeno, jer eksperimentalno nije bilo moguće utvrditi vrednost  $\dot{\gamma}_0$ , s obzirom da se vrednost  $\dot{\gamma}_0$  ostvaruje pri većim brzinama smicanja, nego što je bilo moguće meriti korišćenim viskozimetrom.

#### **1.5.4. Uticaj reološkog ponašanja fluida za prevlačenje optičkih vlakana na ravnomernost debljine prevlake**

Wagatsuma i saradnici [73] su određivali uslove pri kojima se može vršiti prevlačenje vlakna načinjenog od kvarcnog stakla, prečnika 125  $\mu\text{m}$  različitim vrstama polimerne prevlake, a da se dobije prevlaka ravnomerne debljine. Ispitivanja su vršili za sistem sa otvorenom cilindričnom diznom prečnika 0,4 mm. Ispitivali su akrilatnu prevlaku kao i više tipova silikonskih prevlaka koje se koriste za prevlačenje optičkih vlakana.

Utvrđili su da odstupanja u ravnomernosti debljine prevlake počinju značajno da rastu sa porastom brzine prevlačenja iznad kritične brzine. Ova kritična brzina iznad koje odstupanja u debljini prevlake počinju da rastu, predstavlja maksimalnu brzinu pri kojoj se formiraju prevlake ravnomerne debljine ( $v_{max}$ ). Ona predstavlja brzinu pri kojoj počinje da se javlja klizanje materijala za prevlačenje duž vlakna. Za svaki od ispitivanih materijala dobijene su različite vrednosti  $v_{max}$ , koje nastaju kao posledica različitog klizanja između vlakna i materijala za prevlačenje, odnosno različitih viskoelastičnih svojstava materijala kojima se vrši prevlačenje. Da bi objasnili vezu  $v_{max}$  i viskoelastičnih svojstava ispitivali su krive tečenja (zavisnost brzine smicanja od napona smicanja) za sve ispitivane materijale koristeći različite tipove viskozimetra [73].

Bez obzira na tip ispitanih materijala uočili su četiri oblasti (Sl. 1.13.), odnosno četiri režima tečenja: režim pseudoplastičnog tečenja, režim stepenog zakona, prelazni režim i režim konstantnog napona smicanja [73].



**Sl. 1.13.**

**Zavisnost logaritma brzine smicanja od logaritma napona smicanja**

Autori [73] su definisali kritičnu brzina smicanja  $\dot{\gamma}_c$  kao brzinu smicanja pri kojoj prestaje da važi stepeni zakon. Zatim su utvrdili da postoji zavisnost maksimalne brzine prevlačenja pri kojoj se formiraju prevlake ravnomerne debljine ( $v_{max}$ ) od kritične brzine smicanja ( $\dot{\gamma}_c$ ), izmerene pomoću različitih viskozimetara. Ova zavisnost je data sledećom jednačinom [73]:

$$v_{max} = A \cdot \dot{\gamma}_c \cdot r_f \cdot \ln \frac{r_o}{r_f} \quad (1.20)$$

gde su:

$v_{max}$  - maksimalne brzine prevlačenja pri kojoj se formiraju prevlake ravnomerne debljine  
 $A$  - faktor oblika viskozimetra

$r_f$  - poluprečnik vlakna

$r_o$  - poluprečnik dizne

Zahvaljujući uočenoj zavisnosti dovoljno je ispitati reološka svojstva materijala, da bi se utvrdilo koja je to maksimalna brzina kojom se može vršiti prevlačenje, a da formirane prevlake budu ravnomerne debljine, umesto da se vrše dugotrajni eksperimenti prevlačenja optičkih vlakana radi utvrđivanja  $v_{max}$ .

Ovim ispitivanjima [73] je utvrđena veza između ravnomernosti debljine formirane prevlake, brzine prevlačenja i viskoznog ponašanja materijala za prevlačenje prikazana u Tabeli 1.4.

**Tabeli 1.4. Zavisnost ravnomernosti debljine prevlake od brzine prevlačenja i viskoznog ponašanja materijala za prevlačenje**

Izgled prevlake	Brzina prevlačenja ( $v$ )	Fenomen na granici faza stakleno vlakno-prevlaka	Brzina smicanja ( $\dot{\gamma}$ )	Režim viskoznog ponašanja
Ravnomerna prevlaka	$v < v_{max}$	Adhezija materijala za prevlačenje na staklu	$\dot{\gamma} < \dot{\gamma}_c$	Pseudoplastični i režim važenja stepenog zakona
Neravnomerna prevlaka sa lokalnim nepravilnostima	$v > v_{max}$	Proklizavanje materijala za prevlačenje duž vlakna	$\dot{\gamma} > \dot{\gamma}_c$	Prelazni režim
Prestaje formiranje prevlake	$v > v_{gr}$	Totalno proklizavanje na granici vlakno-materijal za prevlačenje	$\dot{\gamma} >> \dot{\gamma}_c$	Režim konstantnog naponu smicanja

gde je:

$v_{gr}$  - granična brzina prevlačenja na kojoj prestaje tečenje materijala za prevlačenje.

Na osnovu prikazane analize može se zaključiti da rastvori i rastopi polimera koji se pokoravaju stepenom zakonu omogućavaju formiranje prevlaka ravnomerne debljine.

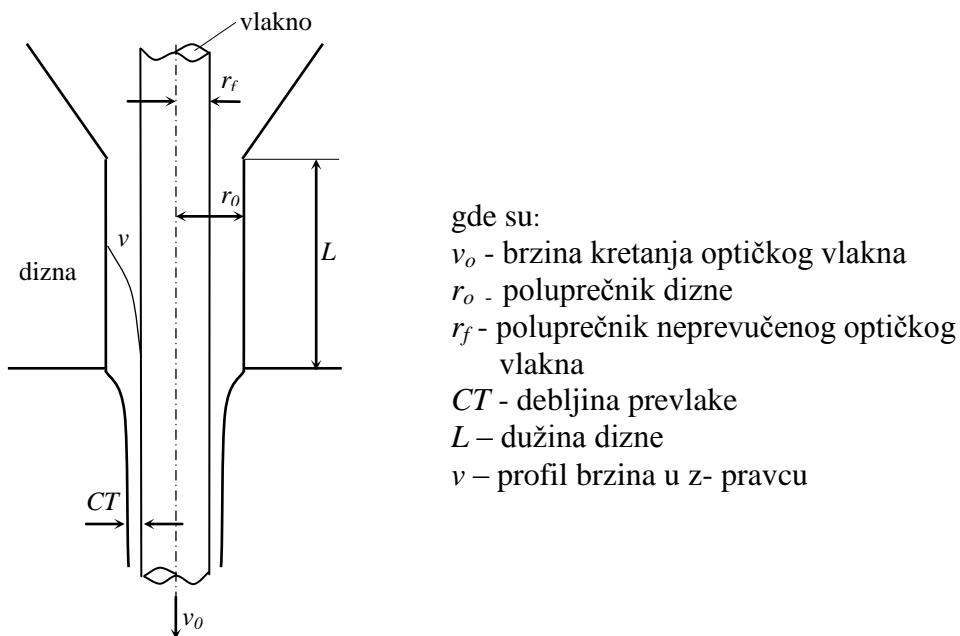
## 1.6. MATEMATIČKI MODELI PREVLAČENJA OPTIČKIH VLAKANA

Proces prevlačenja staklenih vlakna polimernom prevlakom omogućava formiranje mehanički otpornih optičkih vlakana. Ovaj proces analiziran je kroz više modela, koji polaze od bilansa količine kretanja i jednačine kontinuiteta. Dva osnovna modela: Miller-ov i Paek-ov se principijelno razlikuju u osnovnoj jednačini koja opisuje kretanje fluida kojim se vrši oblaganje staklenog vlakna [84].

Kod Paek-ovog modela [74] tečenje fluida je pod dejstvom pritiska i opisano tzv. Poazejevim (Poiseuille) tečenjem dok Millerov model [85] razmatra kretanje fluida bez pritiska opisano Couettovim tečenjem [86]. Pored toga Millerov model razmatra slučaj cilindrične dizne, dok je kod Paek-ovog modela cilindrična dizna samo poseban slučaj analizirane konusne dizne.

### 1.6.1. Miller-ov matematički model

Ovaj model posmatra rastvor za prevlačenje koji se propušta aksijalno u anularnom prostoru između zidova dizne sa cilindričnim otvorom i vlakna. Na slici 1.14. je dat shematski prikaz izgleda cilindrične dizne i oznake veličina karakterističnih za model.



Sl. 1.14. Shematski izgled cilindrične dizne

Neprevučeno vlakno se kreće brzinom  $v_0$  u z- pravcu. Koristeći jednačinu tečenja u anularnom prostoru, zanemarujući gravitacione, inercione i sile površinskog napona dobija se redukovani oblik jednačine stacionarnog nekompresibilnog tečenja [84-86]:

$$\frac{d}{dr} \left( r \eta \frac{dv_z(r)}{dr} \right) = 0 \quad (1.21)$$

gde su:

$\eta$ - viskoznost rastvora za prevlačenje

$v_z(r)$  - profil brzina rastvora za prevlačenje

Gravitaciona sila može biti zanemarena jer je tečenje materijala za oblaganje izazvano kretanjem vlakna, dok ovog tečenja nema kad se vlakno ne kreće [73].

Rastvor za prevlačenje se može smatrati nenjutnovskim fluidom, koji zadovoljava stepeni zakon, te je njegova viskoznost data izrazom [84-86] :

$$\eta = \eta_o \left( -\frac{dv}{dr} \right)^{n-1} \quad (1.22)$$

gde je:

$\eta_o$  - viskoznost pri nultoj brzini smicanja

$-\frac{dv}{dr} = \dot{\gamma}$  brzina smicanja u pravcu normale na površinu koja se smiče

$n$  - eksponent stepenog zakona

Na osnovu jednačina (1.21) i (1.22) dobija se izraz:

$$\frac{d}{dr} \left[ \eta_o r \left( \frac{dv_z(r)}{dr} \right)^n \right] = 0 \quad (1.23)$$

Ova jednačina se može rešiti integracijom za granične uslove:

$$v_z(r) = v_0 \quad \text{za} \quad r = r_f, \quad i \\ v_z(r) = 0 \quad \text{za} \quad r = r_o$$

gde su:

$v_o$  - brzina kretanja optičkog vlakna

$r_o$  - poluprečnik dizne

$r_f$  - poluprečnik neprevučenog optičkog vlakna,

pri čemu se dobija:

$$v = v_o \left[ 1 - \left( \frac{r}{r_o} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] \quad (1.24)$$

Debljina prevlake se može dobiti iz masenih protoka čvrste komponente rastvora kroz diznu i čvrste komponente rastvora na vlaknu:

Maseni protok čvrste komponente rastvora kroz diznu je [86]:

$$Q = 2 \cdot \pi \cdot \omega \cdot \rho \cdot \int_{r_f}^{r_o} r \cdot v \cdot dr \quad (1.25)$$

Maseni protok čvrste supstance na vlaknu je [86] :

$$Q = \pi \cdot \rho \cdot [(r_f + CT)^2 - r_f^2] \cdot v_o \quad (1.26)$$

gde su:

$\rho$ - gustina rastvora za prevlačenje

$\rho'$ - gustina očvrsle prevlake

$\omega$ - maseni procenat čvrste komponente u rastvoru za prevlačenje

$CT$  - debljina prevlake

Na osnovu jednačina (1.24)- (1.26) izvodi se izraz za debljinu polimerne prevlake:

$$CT = \sqrt{\frac{2w\rho}{\rho'} \int_{r_f}^{r_0} \left[ 1 - \left( \frac{r}{r_0} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] dr + r_f^2} - r_f \quad (1.27)$$

U izrazu za debljinu prevlake ne figurišu brzina prevlačenja ni dužina dizne. Viskoznost polimerne prevlake utiče na debljinu prevlake preko eksponenta  $n$  stepenog zakona. Primjenljivost ove jednakosti pri kojoj debljina prevlake ne zavisi od brzine prevlačenja, važi uz uslov da je brzina prevlačenja manja od maksimalne brzine koja omogućava ravnomerno prevlačenje [73].

### 1.6.2. Peak-ov matematički model

Peak-ov model prevlačenja može biti primjenjen na cilindrični i konusni otvor dizne [74]. Osnovna jednačina modela polazi od rešenja jednačina za konusno tečenje [87]. Komponenta brzine ( $v$ ) u pravcu  $z$ -ose je određena sa:

$$v(z) = \frac{1}{4\eta} \cdot (r^2 - R^2) \cdot \frac{dp}{dz} + \frac{\ln \frac{r}{R}}{\ln \frac{r_f}{R}} \cdot \left[ v_o - \frac{1}{4\eta} \cdot (r_f^2 - R^2) \cdot \frac{dp}{dz} \right] \quad (1.28)$$

gde su:

$\eta$  - viskoznost materijala za prevlačenje

$r_f$  - poluprečnik optičkog vlakna

$v_o$  - brzina prevlačenja

$R=f(z)$ , odnosno veličina  $R$  je u zavisnosti od radikalne udaljenosti od  $z$  ose (za konusni otvor dizne), a za cilindrični otvor dizne je jednako poluprečniku dizne, odnosno  $R=r_o$

$\frac{dp}{dz}$  - gradijent pritiska

Protok, odnosno brzina trošenja materijala za prevlačenje  $Q$  može se dobiti integracijom brzine date u jednačini (1.28) u intervalu od  $r_f$  do  $R$  [74] :

$$Q = 2 \cdot \pi \cdot \int_{r_f}^R v \cdot r \cdot dr \quad (1.29)$$

Prečnik prevučenog vlakna  $2r_{prevlake}$  se može dobiti na osnovu jednakosti:

$$r_{prevlake} = \sqrt{r_f^2 + \frac{Q}{\pi \cdot v_o}} \quad (1.30)$$

pa je debljina prevlake:

$$CT = r_{prevlake} - r_f \quad (1.31)$$

Specijalan slučaj predstavlja cilindrična dizna. Tada gradijent pritiska postaje konstantan, tako da je:

$$\frac{dp}{dz} = \frac{\Delta p}{L} \quad (1.32)$$

gde su:

$L$  - dužina dizne

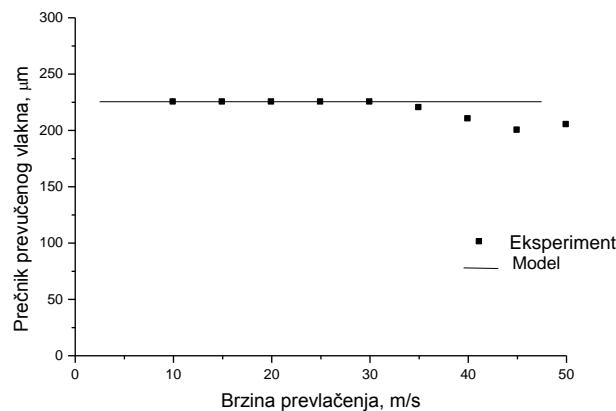
$\Delta p$  - razlika pritisaka sa unutrašnje i spoljašnje strane dizne

#### *Uredaj bez primene pritiska*

Pri prevlačenju vlakna bez primene spoljašnjeg pritiska jedina sila koja postoji u uređaju za prevlačenje je sila indukovana kretanjem vlakna kroz viskozni fluid. Kako je razlika pritisaka jednaka nuli to se debljina prevlake ( $CT$ ) može lako izračunati korišćenjem jednačina (1.28), (1.29) :

$$CT = \sqrt{\frac{R^2 - r_f^2}{2 \cdot \ln \frac{r}{r_f}}} - r_f \quad (1.33)$$

Izraz pokazuje da debljina prevlake ne zavisi od brzine prevlačenja, kada se u uređaju ne primeni dodatni pritisak. Debljina na zavisi ni od viskoznosti materijala za prevlačenje, ali zavisi od veličine dizne i prečnika neprevučenog optičkog vlakna. Na sl. 1.15. prikazani su rezultati dobiveni korišćenjem ovog modela i eksperimentalni rezultati dobiveni prevlačenjem vlakna polimernom prevlakom [74].



**Sl 1.15. Izračunata i izmerena vrednost prečnika prevučenog vlakna za različite brzine prevlačenja u uređaju bez primene pritiska [74]**

Pri brzinama prevlačenja većim od 30m/s prevlačenje postaje nestabilno. Pri većim brzinama dolazi do klizanja jer adhezija između materijala i površine vlakna nije dovoljna da se suprotstavi sili kojom se vuče vlakno. Da bi se sprečilo klizanje primenjuju se uređaji pod pritiskom.

Brzina smicanja u konusnom uređaju koji nije pod pritiskom se može dobiti korišćenjem jednačine (1.28). Brzina smicanja na zidu dizne je:

$$\dot{\gamma} = \frac{v_o}{r_f \cdot \ln \frac{r_f}{R}} \quad (1.34)$$

Ovo pokazuje da brzina smicanja u otvorenoj konusnoj dizni raste linearno sa brzinom prevlačenja.

#### *Uredaj pod pritiskom*

Panoliaskos i saradnici [88] su proučavali prevlačenje u uređaju sa diznom pod pritiskom i izrazili zavisnost debljine prevlake u funkciji od parametra S. Parametar S je definisan kao

$$S = \frac{\Delta p \cdot R^2}{8 \cdot \eta \cdot v_o \cdot L} \quad (1.35)$$

Normalizovana debljina prevlake tj. odnos debljine prevlake i poluprečnika dizne je [74,88]:

$$\frac{CT}{R} = \sqrt{S \cdot \left[ 1 - k^4 + \frac{(1 - k^2)^2}{\ln k} \right] - \frac{1 - k^2}{2 \cdot \ln k} - k} \quad (1.36)$$

pri čemu je k odnos prečnika vlakna i veličine dizne:

$$k = \frac{r_f}{R} \quad (1.37)$$

Na osnovu jednačina (1.35) i (1.36) proizilazi da pri prevlačenju pod pritiskom debljina prevlake raste sa porastom pritiska, a opada sa brzinom prevlačenja, viskoznošću i dužinom dizne. Pri prevlačenju pod pritiskom porast temperature izaziva porast debljine prevlake jer viskoznost opada sa porastom temperature. Pri prevlačenju optičkih vlakana važno je smanjiti napon smicanja jer visoke vrednosti napona smicanja sprečavaju da dođe do kvašenja površine vlakna materijalom za prevlačenje ili se nenjutnovsko tečenje manifestuje pojavom prevlake nalik na perle.

Da bi odredili način na koji je moguće smanjiti napona smicanja Sakaguchi i Kimura [89] posli su od uslova da je brzina smicanja jednaka nuli tj. da je  $\frac{\partial v}{\partial r} = 0$  na  $r=r_f$ . Polazeći od ovog uslova dobijen je izraz za optimalnu razliku pritisaka koju treba primeniti da bi se dobila nulta brzina smicanja na među-površini između vlakna i viskoznog materijala za prevlačenje:

$$\Delta p = \frac{4 \cdot \eta \cdot v_o \cdot L}{r_f^2 - R^2 - 2 \cdot r_f^2 \cdot \ln \frac{r_f}{R}} \quad (1.38)$$

## 1.7. MEHANIČKA SVOJSTVA OPTIČKIH VLAKANA

Uporedno sa razvojem optičkih vlakana napredovala su istraživanja u oblasti ispitivanja mehaničkih svojstava. Njihov razvoj je i dalje veoma dinamičan, jer poboljšanje mehaničkih svojstava dovodi do produžavanja veka rada optičkih vlakana i veće pouzdanosti rada svih sistema telekomunikacija koji se zasnivaju na optičkim vlaknima [90]. Složenost pravilnog određivanja mehaničke pouzdanosti optičkih vlakana, može da ilustruje podatak da postoji više od 12 modela kojima se na osnovu rezultata mehaničkih ispitivanja predviđa radni vek optičkih vlakana [90, 91].

PCS optička vlakna se u mehaničkom smislu razlikuju od većine drugih materijala. Iako su krta ona nisu slaba, jer srazmerno svojim dimenzijama izdržavaju velika opterećenja [90-94]. Gotovo svo opterećenje prenosi se na stakleni deo vlakna tako da do kidanja vlakna dolazi na mestu gde postoji neki defekat ili pukotina na staklenom delu optičkog vlakna. S obzirom da ova slaba mesta nastaju slučajno većina mehaničkih ispitivanja prikazuje rezultate u obliku statističkih prikaza [37, 69, 74, 90-94]. Prikazivanje je ponekad dato u obliku histograma, a najčešći način je u obliku Vejbulovih (Weibull) dijagrama [37, 69, 74, 90]:

$$\ln \ln \frac{1}{1-F} = \ln L + m \ln \sigma \quad (1.39)$$

gde su:

$F$  – kumulativna verovatnoća da dolazi do pojave loma

$L$  – dužina vlakna na koju se verovatnoća odnosi

$\sigma$  - napon

$m$  – Vejbuloov parametar

Pri ispitivanju optičkih vlakana mehaničko opterećenje može se primeniti na više načina. Najčešće se primenjuju zatezno i savojno opterećenje pri mehaničkom ispitivanju, a ređe pritisno. Većina primenjivanih tehnika može se primeniti i za statička i za dinamička ispitivanja zamora [90].

Jedan od načina mehaničkog ispitivanja predstavlja kidanje zatezanjem, korišćenjem različitih tipova kidalica. Na ovaj način se određuje zatezna čvrstoća vlakna. Problem nastaje zbog efekta lakog ljuštenja zaštitne prevlake sa optičkog vlakna, kao i pojave loma vlakna u klemi. Ovaj problem se prevaziđa na različite načine, [90, 95, 96], a jedno od u praksi mnogih laboratorijskih rešenja je tehnika namotavanja vlakna oko posebnih koturova "capstan". Pored klasičnih koturova koriste se i koturovi sa promenljivom krivinom i koturovi koji rotiraju. Veoma specifičan način ispitivanja predstavlja i tehnika ekspandovanja. Vlakno se namotava na bubenj prečnika dovoljno velikog u odnosu na dozvoljeni prečnik savijanja. Pri ekspandovanju bubnja vlakno se istovremeno kida na više mesta [90-98].

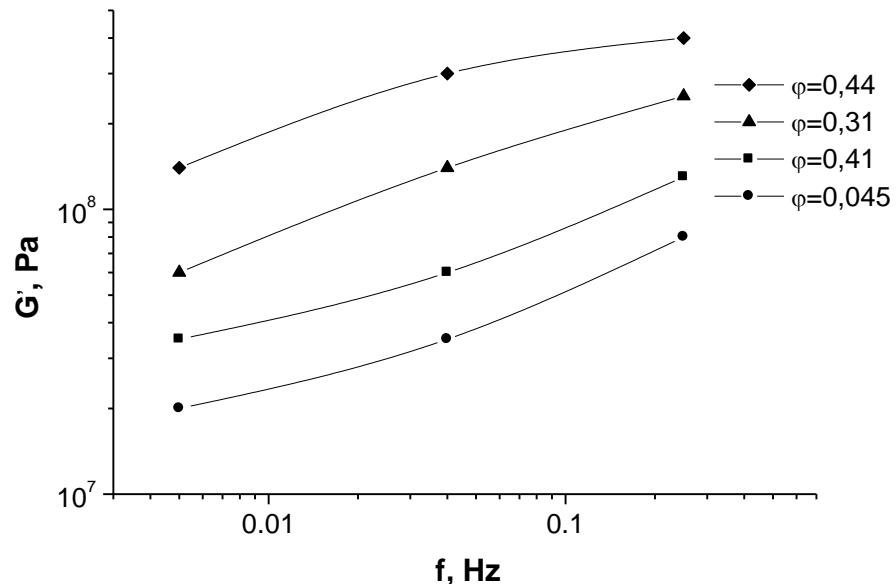
Pored klasičnih ispitivanja savijanja obmotavanjem vlakna oko kalema, postoji čitav niz modifikacija od kojih savijanje u "2-tačke" i "4-tačke" predstavljaju najčešće korišćene metode [90, 98]. Sve navedene metode ispitivanja odnose se na ispitivanja "kratkih vlakna". Za "duga vlakna" primenjuju se neke od varijanti testova sigurnosti "proof test" [90, 99], koji kod nekih proizvođača čine jedinstvenu celinu sa aparaturom za dobijanje optičkih vlakna (sl.1.3).

Pored tipa opterećenja i načina na koji se ispitivanje vrši, čitav niz parametara utiče na rezultate koji se dobijaju ispitivanjem mehaničkih svojstava optičkih vlakana. Na rezultate koji se dobijaju mehaničkim ispitivanjem utiču brzine uspostavljanja napona i izduženja, dužina uzorka i dr. [37, 69, 74, 90]. Zbog toga se uvek navode svi uslovi pri kojima je ispitivanje vršeno i upoređuju samo rezultati dobijeni u potpunosti istim ispitnim uslovima.

Na zateznu čvrstoću optičkih vlakna utiču temperatura i relativna vlažnost. Sa porastom temperature od -196 do 0°C zatezna čvrstoća opada, a zatim blago raste do 100°C. Sa porastom relativne vlažnosti smanjuje se zatezna čvrstoća [37]. Prema navodima proizvođača AFC3 prevlakama prevazilazi se ne samo uticaj povećane relativne vlažnosti već i korozivne sredine slane vode, HCl i NaOH [30].

Osnovno opterećenje pri kidanju trpi stakleni deo optičkog vlakna, tako da na zateznu čvrstoću vlakna dodatak polimernih prevlaka utiče veoma malo. Povećanje debljine polimerne prevlake, u manjoj meri povećava zateznu čvrstoću, pri čemu je taj uticaj veći ukoliko je modul elastičnosti polimerne prevlake veći [19].

Na povećanje modula elastičnosti polimerne prevlake utiče učešće magnetnih prahova kao punilaca. Uticaj punioca na mehanička svojstva prevlake može se određivati testom dinamičkog uvijanja. Mehaničko ispitivanje polimera dinamičkim uvijanjem uzoraka, na različitim frekvencijama i temperaturama, predstavlja rasprostranjenu metodu, kojom se određuju njihova mehanička svojstva [65, 100]. Korišćenje ove metode mehaničkog ispitivanja na polimerima sa puniocem omogućava da se uoči uticaj zapreminskog udela punioca na modul smicanja [101]. Na Sl.1.16. prikazani su rezultati ispitivanja dinamičkog uvijanja uzoraka epoksidne smole sa različitim zapreminskim udelima kvarcnog punioca, na različitim frekvencijama.

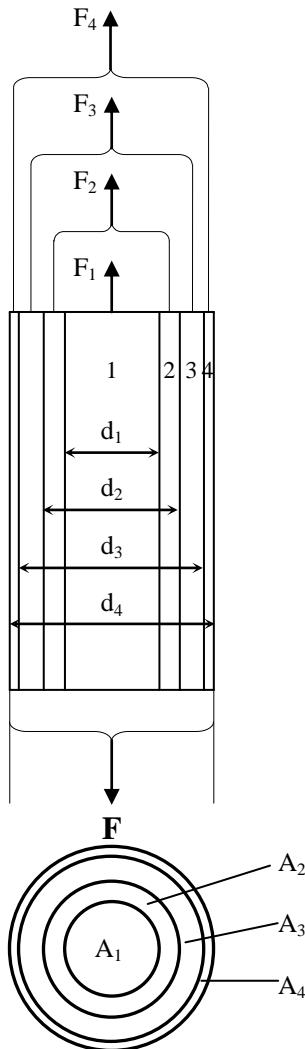


**Sl. 1.16. Uticaj zapreminskog u dela kvarcnog punioca na modul smicanja epoksidne smole ( $t=114\text{ }^\circ\text{C}$ ) [101]**

Rezultati prikazani u ovom radu [101] pokazali su da polimeri ojačani česticama tvrdih materijala, koji se ne mogu deformisati od strane matrice, povećavaju modul smicanja, a time i modul elastičnosti proporcionalno zapreminskom udelu punioca  $\phi$ . Koeficijent proporcionalnosti  $a_\phi$  zavisi od temperature ispitivanja, oblika čestica punioca i modula elastičnosti punioca [101].

### 1.7.1. Analiza raspodele sila i napona koji deluju na optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom tokom ispitivanja zatezanjem

Posmatra se zatezanje optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom silom  $F$ . Na sl. 1.17. shematski su prikazane geometrijske karakteristike modifikovanog optičkog vlakna i raspodela sila koje deluju na pojedine konstituente.



gde su:

- $F_1$  – sila kojom se zateže vlakno od kvarcnog stakla
- $F_2$  – sila kojom se zateže primarna prevlaka
- $F_3$  – sila kojom se zateže sekundarna prevlaka
- $F_4$  – sila kojom se zateže kompozitna prevlaka
- $d_1$  – prečnik vlakna od kvarcnog stakla
- $d_2$  – spoljašnji prečnik primarne prevlake
- $d_3$  – spoljašnji prečnik sekundarne prevlake
- $d_4$  – spoljašnji prečnik kompozitne prevlake
- $A_1$  – površina poprečnog preseka kvarcnog stakla
- $A_2$  – površina poprečnog preseka primarne prevlake
- $A_3$  – površina poprečnog preseka sekundarne prevlake
- $A_4$  – površina poprečnog preseka kompozitne prevlake

**Sl.1.17. Raspodela sila pri ispitivanju zatezanjem optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom**

Uslov ravnoteže je :

$$F = F_1 + F_2 + F_3 + F_4 \quad (1.40)$$

Svi materijali izdužuju se za istu vrednost, do trenutka loma nekog od konstituenata:

$$\Delta l_1 = \Delta l_2 = \Delta l_3 = \Delta l_4 = \Delta l \quad (1.41)$$

gde su:

$\Delta l$  – izduženje

$\Delta l_i$  – izduženje  $i$ -og materijala ( $i=1,2,3,4$ )

Pri elastičnom izduženju važi Hukov (Hook) zakon [102]:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon = E \frac{\Delta l}{l} \quad (1.42)$$

gde su:

$\sigma$  - napon

$E$  - Jungov (Young) modul elastičnosti

$\varepsilon$  - relativno izduženje

$l$  - ukupne dužine uzorka

Na osnovu prethodnih pretpostavki proizilazi da je relativno izduženje konstantno. Ako se zanemari efekat nelinearne elastičnosti [90,94], u oblasti u kojoj se izduženje ponaša u skladu sa Hukovim zakonom važi jednakost:

$$\frac{F_1}{A_1 E_1} = \frac{F_2}{A_2 E_2} = \frac{F_3}{A_3 E_3} = \frac{F_4}{A_4 E_4} \quad (1.43)$$

gde su:

$E_i$  - Jungov modul elastičnosti i -tog materijala

$A_i$  - Površina i -tog materijala normalna na pravac dejstva sile kidanja (prikazana na slici)

Korišćenjem jednakosti (1.43) i odgovarajućom zamenom u jednačini (1.40) dobija se:

$$F = F_1 + F_1 \frac{A_2 F_2}{A_1 E_1} + F_1 \frac{A_3 F_3}{A_1 E_1} + F_1 \frac{A_4 F_4}{A_1 E_1} \quad (1.44)$$

Tako se dobija zavisnost sile kojom je opterećeno vlakno od kvarcnog stakla (jednačina 1.45), odnosno u opštem slučaju svaki pojedinačni  $k$ -ti materijal (jednačina 1.46)

$$F_1 = F \frac{A_1 E_1}{\sum_{i=1}^4 A_i E_i} \quad (1.45) \qquad F_k = F \frac{A_k E_k}{\sum_{i=1}^4 A_i E_i} \quad (1.46)$$

Na osnovu zavisnosti (1.46) proizilazi da je napon koji se prenosi na svaki pojedinačni materijal određen na osnovu:

$$\sigma_k = F \frac{E_k}{\sum_{i=1}^4 A_i E_i} \quad (1.47)$$

gde je  $k=1, 2, 3, 4$

Sve ove zavisnosti važe samo u oblasti linearne elastičnosti materijala. S obzirom da se stakleno vlakno ponaša linearno sve do prekida, ova analiza se može primeniti na ispitivani sistem.

## **1.8. PRIMENA OPTIČKIH VLAKANA SA KOMPOZITNOM FEROMAGNETSKOM PREVLAKOM**

Standardna optička vlakna mogu se modifikovati za vreme proizvodnje ili posle proizvodnje. Te modifikacije mogu imati za cilj stvaranje vlakna osetljivog ili neosetljivog na spoljašnju sredinu. U slučaju da modifikacije omogućavaju da se promene određenih parametara spoljne sredine manifestuju kao promene određenih propagacionih karakteristika vlakna ona mogu da se koriste kao senzori. U slučaju da modifikacija ne utiče na propagacione karakteristike vlakna, ona se koriste kao standardna telekomunikaciona vlakna sa dodatnim, posebnim karakteristikama. Materijali određenih svojstava mogu se ugrađivati u optička vlakna u obliku diskretnih krupnih komada ili u obliku kontinualne kompozitne prevlake. Kompozitna prevlaka može biti sačinjena od različitih polimernih materijala kao matrice i prahova i viskera različitih materijala kao punioca. Materijali punioci su ti koji definišu ponašanje modifikovanog optičkog vlakna.

### **1.8.1. Senzori sa optičkim vlaknima**

Optička vlakna se na više različitih načina mogu da koriste kao elementi senzora, senzori ili tzv. pametne strukture (smart structures). Najjednostavnija upotreba optičkih vlakana je u slučaju diskretnih senzora nekih fizičkih ili hemijskih veličina, kada se optičko vlakno koristi samo za dovođenje svetlosti do senzora i odvođenje senzorom modifikovane svetlosti do mernog uređaja. Pri tome je senzor komponenta koja modifikuje neko od svojstava svetlosti (amplituda, faza, frekvencija, ugao polarizacije, ...) kao odgovor na promenu neke fizičke, hemijske, biološke, ... veličine. Senzori na bazi optičkih vlakana u užem smislu su na određeni način modifikovana sama optička vlakna, na definisanom delu dužine. Ova modifikacija omogućava da se promene spoljnje sredine manifestuju kao promene nekog od parametara svetlosti koja propagira kroz vlakno – senzor. Te promene se registruju odgovarajućim instrumentom na kraju kabla – senzora. Postoji i mogućnost korišćenja optičkih vlakana modifikovanih po celoj svojoj dužini kao senzora nekih parametara spoljašnje sredine. Tako dugački senzori mogu se koristi kao linearne, ravanske (tkanine od optičkih vlakana), prostorne strukture – poznatije pod nazivom pametni materijali [1-10, 103-107].

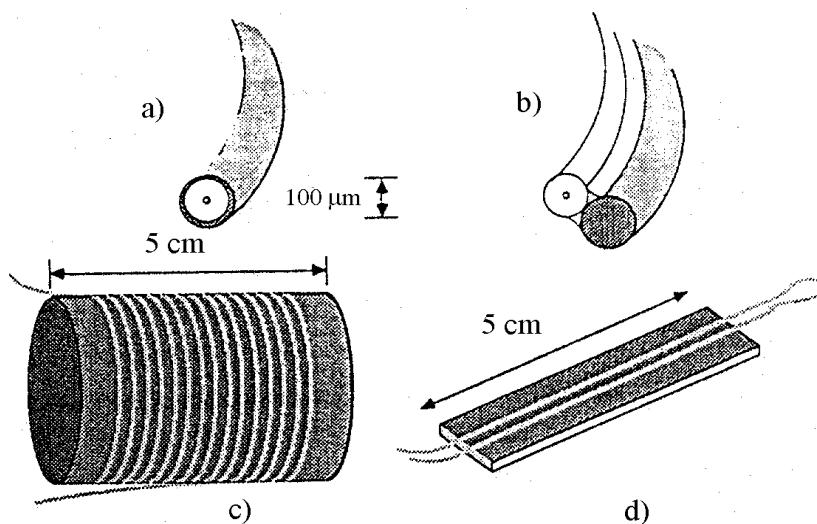
Kompozitna prevlaka koja se koristi kod senzora na bazi optičkih vlakana u užem smislu, može da se nanosi direktno na stakleno vlakno ili preko postojeće primarne zaštitne prevlake [1-4,106]. Materijali punioci kompozitne prevlake mogu biti magnetostriktcioni prahovi, prahovi piezoelektričnih materijala, prahovi ili viskeri materijala sa izraženim specifičnim svojstvima na pr. termičkim širenjem. Efekti kojima se promene parametara spoljašnje sredine prenose na optičko vlakno se svode na mehaničku promenu uzdužne geometrije vlakna. Polimerna komponenta kompozitne prevlake treba da ispunjava sledeće uslove [1]:

- da dobro prijava uz samo stakleno vlakno ili primarnu prevlaku (u zavisnosti od načina nanošenja)
- da dobro kvasi čestice praha ili viskera punioca
- da onemogući promenu orijentacije čestica praha ili viskera
- da omogući maksimalno prenošenje mehaničkih promena sa čestica praha ili viskera na samo optičko vlakno.

Poslednja dva zahteva se obezbeđuju korišćenjem polimera modula elastičnosti u opsegu od 0,5 – 3,0 GPa [1].

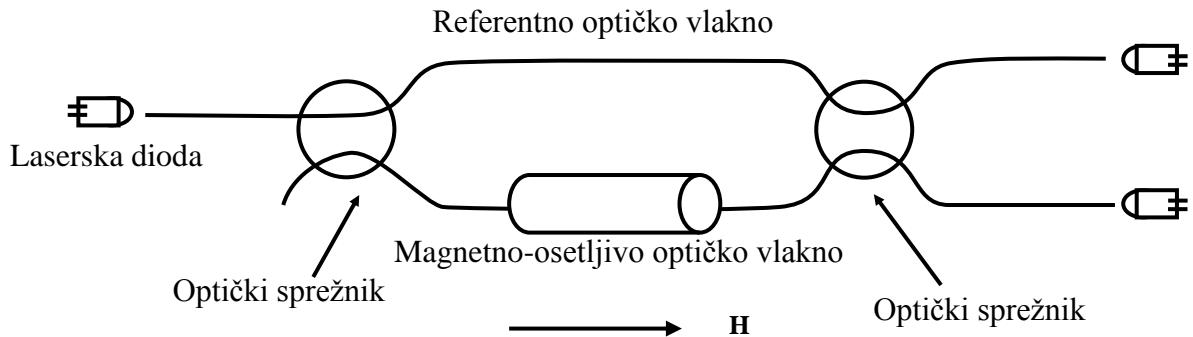
Funkcionisanje FOM (Fiber Optic Magnetic) senzora je bazirano na prenosu poremećaja dimenzija (kao odziv na poremećaj magnetskog polja) sa magnetostrikcionog materijala na jezgro optičkog vlakna. Optičko vlakno se ovde koristi u njegovom originalnom smislu, kao talasovod. Efekat magnetostrikcije ovako prenet na jezgro vlakna će izazvati promenu faze svetlosnog snopa koji propagira kroz vlakno. Modulisani svetlosni snop se prosleđuje u interferometar. Osetljivost sistema je proporcionalna dužini optičkog vlakna do onog momenta u kom druge optičke karakteristike vlakna ne počnu da utiču na propagaciju svetlosti [15-17, 103-107].

FOM senzori imaju više konfiguracija. Četiri najčešće konfiguracije su: (a) optičko vlakno na koje je nanet sloj magnetostrikcionog materijala, (b) optičko vlakno povezano sa amorfnom žicom od magnetostrikcionog materijala (podseća na bimetal), (c) cilindar obmotan optičkim vlaknom i (d) optičko vlakno na pločici od magnetostrikcionog materijala, kao što se može videti na sl. 1.18. [15-17].



*Sl.1.18. Četiri najčešće konfiguracije FOM senzora*

Optički magnetometar se sastoji se od dva optička vlakna koja su postavljena tako da formiraju interferometar. Optičko vlakno, mehanički vezano ili prevučeno magnetostrikcionim materijalom formira jednu granu interferometra, tipa Fabry Perot, Mach Zehnder, Michelson, Sagnac, dok se u drugoj grani interferometra nalazi referentno nemodifikovano vlakno [1-4, 15-17]. Način rada optičkog magnetometra dat je na primeru Mach Zehnderovog interferometra (sl. 1.19.). Svetlost iz lasera prolazi kroz uređaj gde se svetlosni snop deli i prolazi kroz dva vlakna, putuje duž vlakana, a zatim stiže do dva fotodetektora na kraju svakog vlakna, koji omogućavaju interferometrijska merenja [1, 15].



**Sl.1.19. Shema rada optičkog magnetometra**

Najčešće pominjani magnetostrickcioni materijali, koji se koriste kod FOM senzora i magnetometara, su Metglas® i Terfenol-D, koji imaju konstante magnetostricije na sobnoj temperaturi  $2 \cdot 10^{-3}$ . Metglas je kao što i ime govori vrsta metalnog stakla sastava  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{S}_{19}$ , dok je Terfenol-D legura sastava  $\text{Tb}_x\text{Dy}_{1-x}\text{Fe}_y$  [15,16].

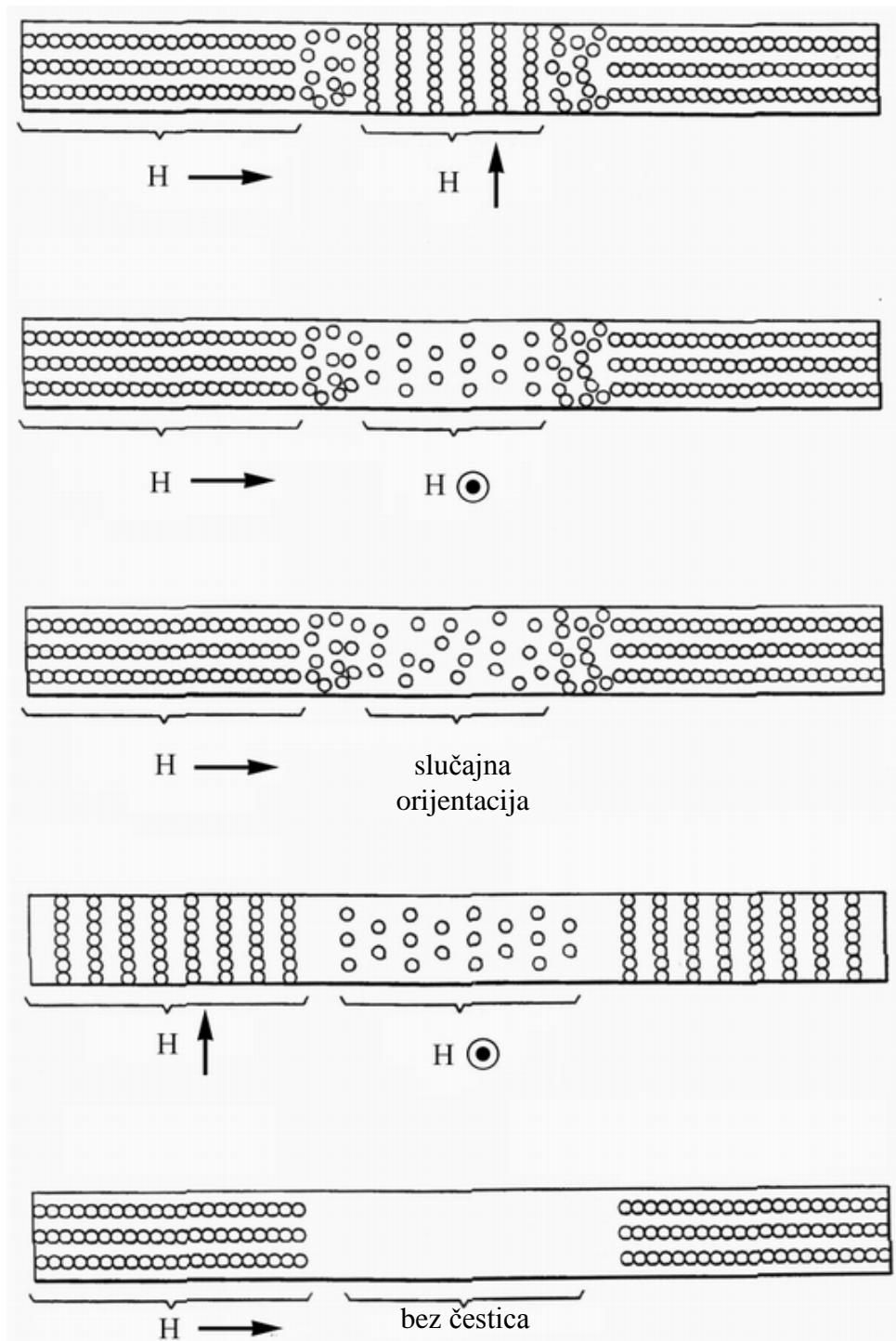
### 1.8.2. Modifikovana telekomunikaciona optička vlakna

Od početka primene optičkih vlakana i/ili kablova u telekomunikacijama postoji potreba za njihovim lociranjem i detektovanjem s obzirom da se oni kao i raniji bakarni kablovi ukopavaju u zemlju ili polažu pod vodu. Problem lociranja je vrlo bitan u slučaju kvara i potrebe za servisiranjem kabla. Metalni provodnici u kablu mogu da se detektuju upotrebom detektora metala ili magnetnih detektoru. Optički kablovi s obzirom da su dielektrične prirode ne mogu da generišu, propuštaju, modifikuju električno, magnetno, elektromagnetsko polje. Dielektrične karakteristike u potpunosti onemogućavaju lociranje jednom postavljenih kablova, što stvara velike probleme pri servisiranju i na određeni način smanjuje pouzdanost optičkih telekomunikacionih mreža. Te iste dielektrične karakteristike omogućavaju optičkom kablu superiornost u odnosu na metalne kablove u smislu neosetljivosti na električne, magnetske i elektromagnetske smetnje, čime se postiže visok kvalitet prenesenog signala. Razvijene su različite metode detekcije optičkih kablova: polaganje paralelnih metalnih provodnika, oblaganje kablova metalnim košuljicama, postavljanje magnetnih markera na određenim odstojanjima duž kabla, postavljanje magnetnih materijala kontinualno duž kabla [13,14, 108-110].

Jedan od načina rešavanja problema lociranja i identifikacije optičkih vlakana i kablova predstavlja korišćenje optičkih vlakana modifikovanih kompozitnom feromagnetskom prevlakom. Ovaj način je fleksibilniji u odnosu na prethodna rešenja, zbog toga što može da se primeni na pojedinačnom vlaknu, snopu vlakana, vlaknu unutar kabla. Pored toga time se pored lociranja omogućava i precizna identifikacija. Identifikacija može biti jednostavna u smislu razlikovanja optičkog kabla od drugih metalnih objekata (kablova cevi, armatura i dr.) i složena u smislu razlikovanja jednog vlakna od drugog. Pored toga ovakvo rešenje omogućava zapisivanje kompleksnih zapisa i informacija različitih priroda na samo vlakno.

Da bi detekcija bila uspešna i pouzdana potrebno je da magnetni signal sa magnetskog markera bude dovoljnog intenziteta i dovoljno različit od drugih eventualnih signala. Povećanje intenziteta signala se može ostvariti na različite načine: izborom magnetnog praha, debljinom prevlake, koncentracijom magnetnog praha i orientisanjem čestica za vreme očvršćavanja kompozitne prevlake. Specifičnost magnetnog signala se može postići

odgovarajućom specifičnom orijentacijom i namagnetisavanjem čestica praha. Neki primeri načina orijentisanja čestica dati na Sl.1.20. [13].



Sl. 1.20. Primeri različite orijentacije čestica magnetnog praha [13]

Namagnetisavanje može da bude izvršeno konstantnim ili promenljivim, modulisanim, magnetnim poljem. Magnetni zapis nastao konstantnim poljem može da posluži za detektovanje tj. lociranje optičkog vlakna. Na optičko vlakno sa feromagnetskom prevlakom je moguće zapisati, slično kao na magnetofonsku traku, ne samo proizvoljan, konstantan, magnetni zapis već i osmišljenu i kodiranu informaciju, nešto slično "bar kodu". Ta informacija se može zapisati i pročitati pomoću, za tu svrhu modifikovanih, uređaja za magnetofonsko snimanje i čitanje. Takav zapis može da se koristi za snimanje specijalnih i kompleksnih informacija na samo optičko vlakno. To mogu da budu informacije o vlaknu (proizvođač, model,...), informacije o trasi (početak i destinacija vlakna,...), informacije o korisniku (kompanija koja ga koristi,...) i razne druge tehničke, servisne ili komercijalne informacije. Te informacije mogu da se koriste za bolje, kvalitetnije i preciznije označavanje, detektovanje, razlikovanje i prepoznavanje konkretnog vlakna.

Informacije koje se koriste za markiranje trebalo bi zapisati pri samom procesu proizvodnje (primenom magnetskog polja u fazi stvaranja kompozitne prevlake). Drugi deo informacija (o proizvođaču, modelu, ...) je moguće zapisati u kasnijoj fazi proizvodnje (na primer pri namotavanju na kalemove za isporuku) korišćenjem odgovarajućeg "magnetofona". Treći deo informacija je moguće zapisati pri samoj primeni (polaganju optičkog vlakna i/ili kabla), takođe, primenom adekvatnih "magnetofona". Detektovanje vlakana tj. markera je moguće pomoću adekvatnih detektora magnetskih polja, a čitanje dodatnih zapisa pomoću odgovarajućih "magnetofona". Detekciju je moguće ostvariti sa izvesnog odstojanja (što zavisi od intenziteta magnetnog polja markera, osetljivosti detektora i uslova detekcije). Čitanje dodatnih informacija bi se ostvarivalo, sa bliskog odstojanja, na već lociranom vlaknu. Servisne informacije (o kvalitetu signala, popravci vlakna,...) je moguće zapisivati u toku same eksploracije vlakna za vreme redovnih ili vanrednih servisa vlakna ili kabla. Sve to otvara potpuno nove oblasti primene optičkog telekomunikacionog vlakna i daje veću sigurnost i pouzdanost pri korišćenju telekomunikacionih optičkih mreža u uslovima sve veće gustine informativnog saobraćaja.

Da bi se ostvarili pomenuti ciljevi i došlo do komercijalnog proizvoda odgovarajućih karakteristika, potrebno je prvenstveno ovladati problematikom i tehnologijom stvaranja kompozitne feromagnetske prevlake, što je i bio cilj ovog rada.

## 2. EKSPERIMENTALNI DEO

### 2.1. SVOJSTVA POLAZNIH KOMPONENTA

Za izradu optičkog vlakna sa kompozitnom magnetnom prevlakom korišćene su sledeće polazne komponente:

- monomodno optičko vlakno proizvođača Alcatel
- polimer - poli(etilen-ko-vinil acetat) - ELVAX 265, proizvođača DuPont
- magnetni prah, barijumferit - $\text{BaO}\cdot\text{6Fe}_2\text{O}_3$
- magnetni prah,  $\text{SmCo}_5$

#### 2.1.1. Svojstva monomodnog optičkog vlakna

U tabeli 2.1. prikazana su odabrana optička, geometrijska i mehanička svojstva korišćenog monomodnog optičkog vlakna, koje je dao proizvođač [30]. Vrednosti prikazane u tabeli 2.1. predstavljaju maksimalne moguće vrednosti slabljenja signala i odstupanja od geometrijskih osobina, dok su za mehanička svojstva prikazane najmanje vrednosti koje proizvođač garantuje.

*Tabela 2.1. Prikaz svojstava monomodnog optičkog vlakna [30]*

<b>OPTIČKA SVOJSTVA</b>		
Slabljenje signala	$\lambda=1310 \text{ nm}$	0,34 dB/km
	$\lambda=1550 \text{ nm}$	0,21 dB/km
<b>GEOMETRIJSKA SVOJSTVA</b>		
Prečnik jezgra	8,7 $\mu\text{m}$	
Prečnik omotača	$125\pm1 \mu\text{m}$	
Prečnik optičkog vlakna	$245\pm10 \mu\text{m}$	
Koncentričnost jezgro/omotač	0,6 $\mu\text{m}$	
Koncentričnost omotač/prevlaka	12 $\mu\text{m}$	
Odstupanje jezgra od kružnog oblika	6 %	
Odstupanje omotača od kružnog oblika	2 %	
Odstupanje optičkog vlakna sa akrilatnom AFC3 prevlakom od kružnog oblika	5 %	
<b>MEHANIČKA SVOJSTVA</b>		
Test sigurnosti- proof test (za 1s ili ekvivalentno)*	1%	
Mogućnost ljuštenja prevlake, pri brzini od 50-500mm/min **	1,0 N	
Statički zamor, sa i bez starenja ( $n_s$ )***	20	
Dinamički zamor, sa i bez starenja ( $n_d$ ) ****	20	

\* Vlakna se opterećuju i izdužuju najmanje za 1% (pri značajnom opterećenju od 700MPa) i ostaju pod opterećenjem oko 1s, što je dovoljno vreme da se eventualne pukotine prošire i vlakno pokida.

\*\* Maksimalna sila neophodna da se mehanički ukloni 30mm zaštitne prevlake.

\*\*\* Statičko opterećenje mereno je korišćenjem tehnike savijanja u dve tačke. Mere se 20 uzoraka vlakana testiranih pri svakom od 8 različitih nivoa napona. Srednje vreme potrebno da se vlakno prelomi za svih 20 uzoraka određuje se za svaki nivo napona; ovih 8 vrednosti se prikazuju na logaritamskoj skali indukovanih napona. Iz nagiba ove prave linije izračunava se korozioni faktor napona  $n_s$ .

\*\*\*\* Korozioni faktor  $n_d$  izračunava se iz nagiba prave: logaritam napona kidanja u funkciji logaritma brzine kidanja. Merenja se vrše za četiri brzine kidanja u intervalu 0,003 – 3 %/min.

## 2.1.2. Svojstva polimerne komponente kompozitne prevlake

Kao polimerna komponenta kompozitne prevlake korišćen je ELVAX 265. Pod komercijalnim nazivom ELVAX proizvođača DuPont, obuhvaćen je širok spektar različitih poli(etilen-ko-vinil acetat)-a. Seriju smola ELVAX 200 čine kopolimeri etilena i vinil acetata (EVA) sa 28 mas.% vinil acetata. Proizvodi ELVAX 200 koriste se pre svega za prevlačenje toplim rastopima i kao adhezivi [21].

Različiti predstavnici ELVAX 200 serije imaju različite indekse tečenja. Na osnovu prethodnih istraživanja [84,111,112] utvrđeno je da je za prevlačenje optičkih vlakana bolje koristiti polimere sa nižim indeksom tečenja, jer se tada dobijaju ravnomernije prevlake. U ovom radu korišćen je polimer ELVAX 265 sa indeksom tečenja 3.

Izabrani EVA ima najveću tvrdoću, zateznu čvrstoću i tačku omekšavanja od svih ELVAX 200 polimera. Pored toga poseduje visoku adheziju na toplo i fleksibilnost uz najnižu cenu. Tipična svojstva ELVAX-a 265 data su u Tabeli 2.2. [21].

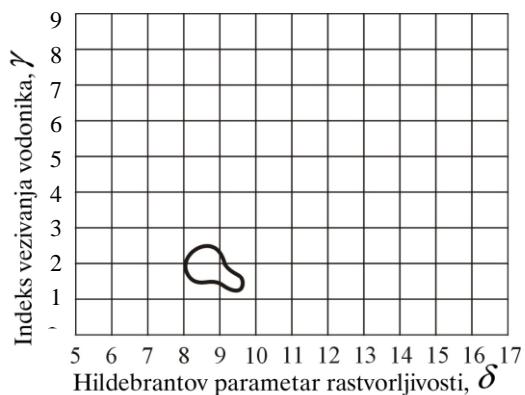
**Tabela 2.2. Osnovna svojstva ELVAX -a 265 [21]**

Svojstvo	Jedinica	Standard	Vrednost
Sadržaj vinilacetata	mas. %		28
Relativna viskoznost rastvora (0.25g ELVAX-a/ 100ml toluena) na 30°C			1,01
Indeks tečenja	dg/min	ASTM D 1238, modif.*	3
Zaostali vinilacetat monomer	mas. %		< 0,3
Zatezna čvrstoća	MPa	ASTM D 1708, modif.**	29
Modul elastičnosti	MPa	ASTM D 638	28
Gustina, na 23°C	kg/m <sup>3</sup>	ASTM D 1505	955
Indeks prelamanja, na 25°C	$n \frac{25}{D}$		1,485
Tvrdoća po Shore-u A2, 10s	Shore	ASTM D 1706	83
Tačka omekšavanja, prsten i kuglica	°C	ASTM E 28	171

\* Indeks tečenja je broj grama termoplastične smole koji na 190°C može proći kroz diznu prečnika 2,0955mm za 10minuta, dejstvom sile od 21,19N

\*\*Uzorci dimenzija 2,23 x 0,47 x 0,13 cm dobijeni su sečenjem odgovarajućim kalupom od preska u obliku tankog filma. Brzina kidanja 5,1cm/min. Izduženje se računa za dužinu uzorka od 1,91cm.

Na sl. 2.1 prikazana je zavisnost indeksa vezivanja vodonika  $\gamma$  od Hildebrandovog parametra rastvorljivosti  $\delta$  za ELVAX 265 na sobnoj temperaturi za 5% rastvor. Ovakav dijagram je koristan, jer omogućava izbor rastvarača za dati polimer. Samo rastvarači čiji se parametri nalaze unutar omeđene površine mogu se koristiti za potpuno rastvaranje polimera [21,67].



**Sl.2.1. Zavisnost indeksa vezivanja vodonika  $\gamma$  od Hildebrandovog parametra rastvorljivosti  $\delta$  za ELVAX 265 [21]**

Za ELVAX 265 izbor mogućih rastvarača se sveo na: benzen, toluen, ksilen, ugljentetrahlorid, metilenchlorid i trihloretilen.

S obzirom na izveštaje, koji govore o potencijalnoj kancerogenosti benzena i hlorida ugljovodonika [21], kao i preporuke da se u fazi mlevenja SmCo<sub>5</sub> [50,62] koriste n-heksan ili toluen usvojeno je da se za rastvaranje ELVAX-a 265 koristi toluen.

### 2.1.3. Svojstva magnetnih komponenata kompozitne prevlake

Za izradu kompozitnih prevlaka izabrane su dve vrste permanentnih magnetnih prahova: barijumferit, kao predstavnik najrasprostranjenijeg ferimagnetnog keramičkog praha [22] i SmCo<sub>5</sub> - intermetalni feromagnetni materijal izraženih magnetnih svojstava, koji je bio predmet prethodnih istraživanja [23-29,62].

Barijumferit je dobijen od domaćeg proizvođača EI “Feriti” Beograd. U procesu sinteze barijumferita procesni parametri su podešeni tako da se dobijaju jednodomenske čestice, stehiometrijskog sastava BaO·6Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Mehanička svojstva, gustina i konstanta magnetostrikcije Ba-ferita dati su u tabeli 2.3. [54,113, 114]

**Tabela 2.3. Svojstva Ba-ferita [54,113, 114]**

Mehanička svojstva				Gustina	Konstanta magnetostrikcije
Youngov modul elastičnosti, GPa	Zatezna čvrstoća, MPa	Savojna čvrstoća, MPa	Pritisna čvrstoća, MPa	kg/m <sup>3</sup>	
150	50	55	700	5290	2·10 <sup>5</sup>

Korišćen je SmCo<sub>5</sub> prah, komercijalnog naziva Tegomag®, proizvođača Th. Goldschmidt AG, sastava: 34,7±0,3% retkih zemalja i 64,8±0,3% kobalta. Sadržaj samarijuma u retkim zemljama iznosi minimum 96%. Prah ima veličinu čestica ispod 300 μm, pri čemu srednja veličina čestica iznosi 19±5 μm [60, 115]. Sadržaj primesa (uglavnom neželjenih) dat je u tabeli 2.4. [115].

**Tabela 2.4. Sadržaj primesa u prahu SmCo<sub>5</sub>[115]**

Ca, %	Mg, %	Fe, %	Al, %	O, %
≤ 0,10	≤ 0,02	≤ 0,11	≤ 0,05	≤ 0,22

Mehanička svojstava i gustina SmCo<sub>5</sub> data su u tabeli 2.5. [54]

**Tabela 2.5. Svojstva SmCo<sub>5</sub> [54]**

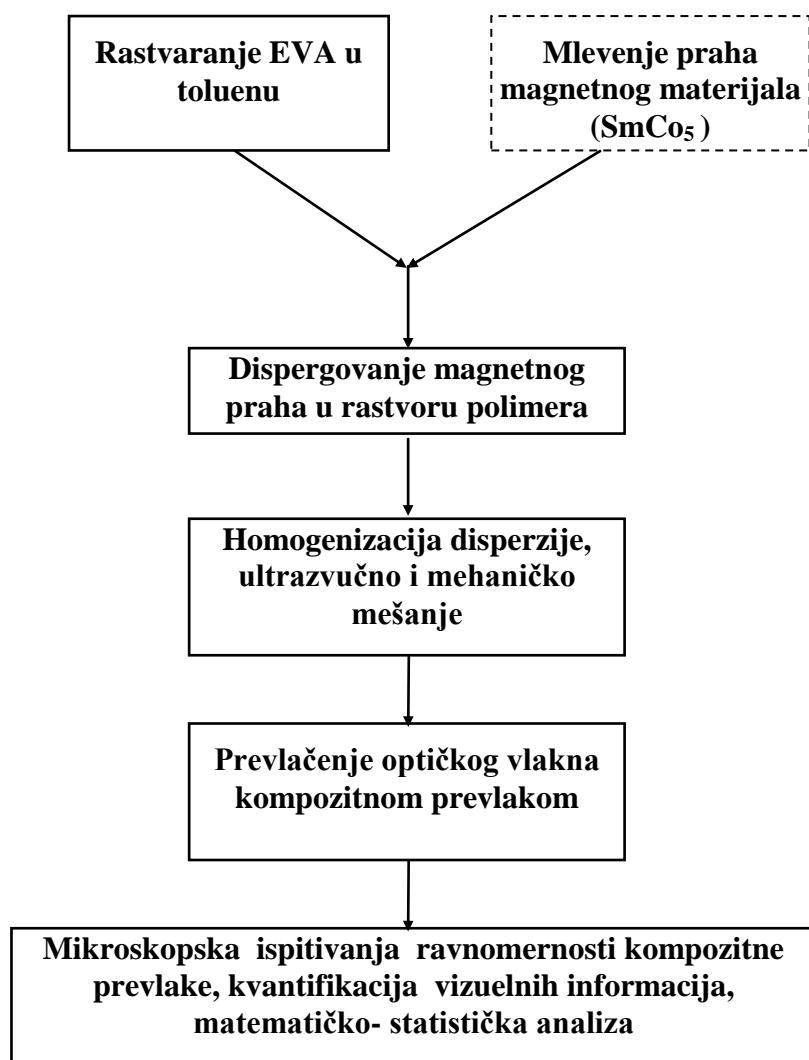
Mehanička svojstva				Gustina
Youngov modul elastičnosti, GPa	Zatezna čvrstoća, MPa	Savojna čvrstoća, MPa	Pritisna čvrstoća, MPa	kg/m <sup>3</sup>
120-200	50-150	120	300-900	8500

## 2.2. TEHNOLOŠKI POSTUPAK IZRade OPTIČKOG VLAKNA SA KOMPOZITNOM PREVLAKOM

Postupak dobijanja optičkog vlakna prevučenog kompozitnom prevlakom, odvijao se u više faza:

- Priprema polaznih komponenata
- Homogenizacija disperzije
- Prevlačenje optičkog vlakna
- Ispitivanje kvaliteta kompozitne prevlake

Shematski prikaz izrade modifikovanih optičkih vlakana i provere kvaliteta dobijenih kompozitnih prevlaka dat je na sl. 2.2.



Sl. 2.2. Shema izrade modifikovanih optičkih vlakana

### **2.2.1. Priprema polaznih komponenata**

Prah SmCo<sub>5</sub>. i polimerna komponenta ispitivanog sistema zahtevaju prethodnu pripremu da bi se mogla dobiti disperzija kojom se vrši prevlačenje optičkog vlakna kompozitnom prevlakom.

Prah SmCo<sub>5</sub> zahteva mlevenje radi dobijanja što sitnijeg praha mikrometarskih dimenzija. Usitnjavanje praha SmCo<sub>5</sub> vršeno je mlevenjem u ahatnom avanu sa tučkom. Zbog pirofornosti praha mlevenje se odvijalo u zaštitnoj sredini anhidrovanog toluena, takozvano "mokro mlevenje". Mlevenje je trajalo 120 min. uz stalno dodavanje toluena. Nakon mlevenja prah je sušen u vakuum sušnici. Kvalitet samlevenog praha prikazan je u poglavlju 3.1.3.

Korišćeni kopolimer etilena i vinil-acetata (ELVAX 265) isporučuje se u obliku granulata, tako da je formirajući disperzije prethodilo rastvaranje EVA u toluenu. Ravnomerno zagrevanje je obezbeđeno električnim grejačem sa magnetnom mešalicom. Rastvaranje je vršeno na temperaturi od  $60\pm2^{\circ}\text{C}$ , u trajanju od 2,5h.

### **2.2.2. Priprema disperzije i njena homogenizacija**

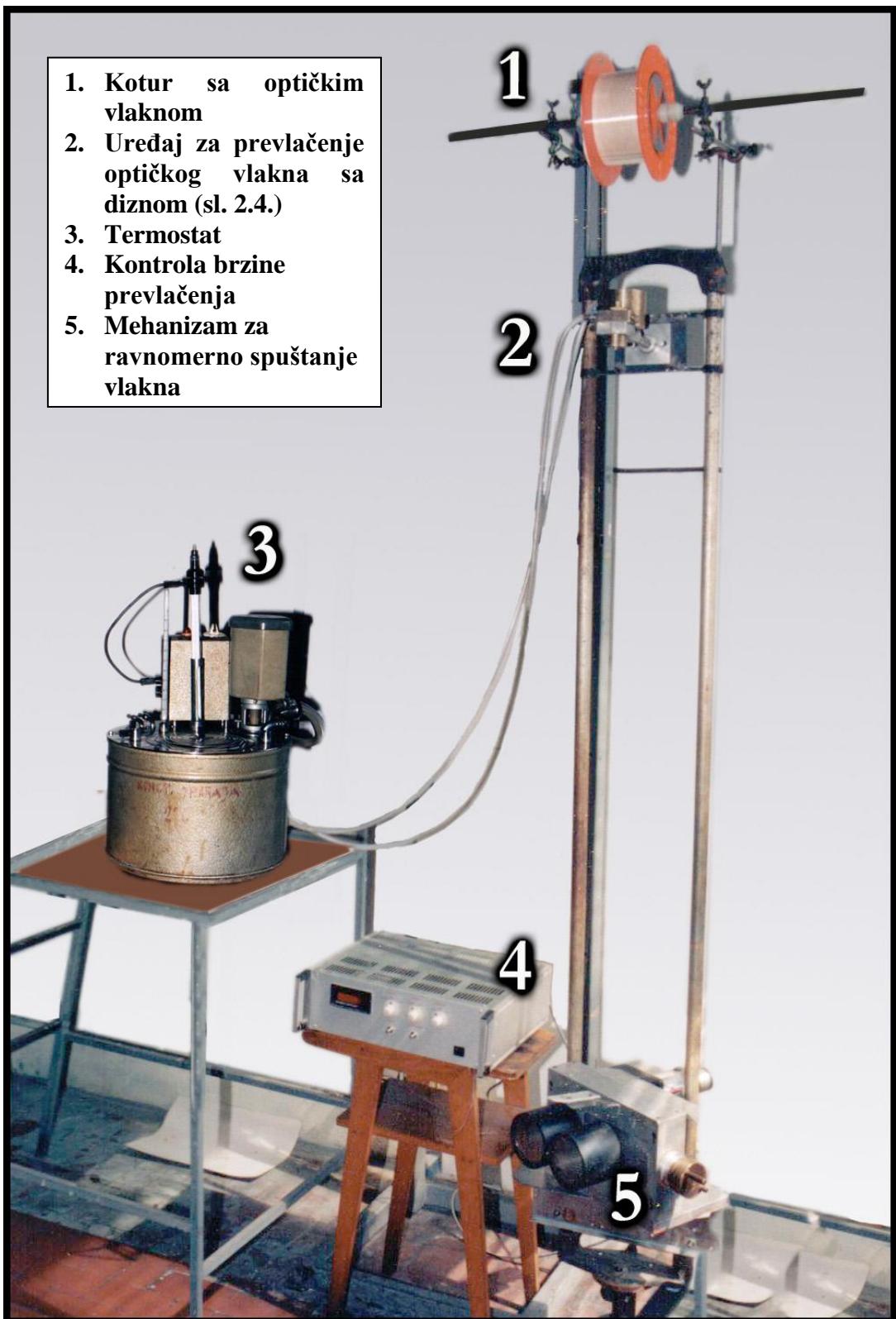
Ispitivani magnetni prahovi dispergovani su u rastvoru EVA u toluenu ultrazvučnim i mehaničkim mešanjem. Za ultrazvučno mešanje korišćeno je ultrazvučno kupatilo "Iskra" sa radnom frekvencijom od 40kHz. Ultrazvučnim mešanjem omogućeno je razbijanje aglomerata čestica, smanjeno je stvaranje mehurova i olakšano naknadno mehaničko mešanje. Zbog magnetskih osobina praha barijum-ferita i SmCo<sub>5</sub> rad sa magnetnom mešalicom nije moguć, jer bi se čestice usmeravale ka magnetnom polju magneta, umesto da se disperguju. Mehaničko mešanje odvijalo se na konstantnoj temperaturi  $60\pm2^{\circ}\text{C}$ , pri brzini mešanja od 150 ob/min u trajanju od 30 min. Rastvorljivost po pravilu raste sa porastom temperature rastvaranja, međutim pri rastvaranju EVA na temperaturama od  $70^{\circ}\text{C}$  i višim, rastvor postaje nestabilan i razdvaja se na dve faze: fazu bogatu rastvaračem i fazu siromašnu rastvaračem [116, 117]. Ukoliko se magnetni prahovi disperguju u ovakvim rastvorima, disperzije su nestabilne i čestice praha se talože za 15-30 minuta. Sve disperzije formirane dispergovanjem čestica magnetnog praha u rastvorima dobijenim rastvaranjem na  $60\pm2^{\circ}\text{C}$  su bile stabilne i nije dolazilo do taloženja čestica magnetnog praha.

### **2.2.3. Prevlačenje optičkog vlakna kompozitnom prevlakom**

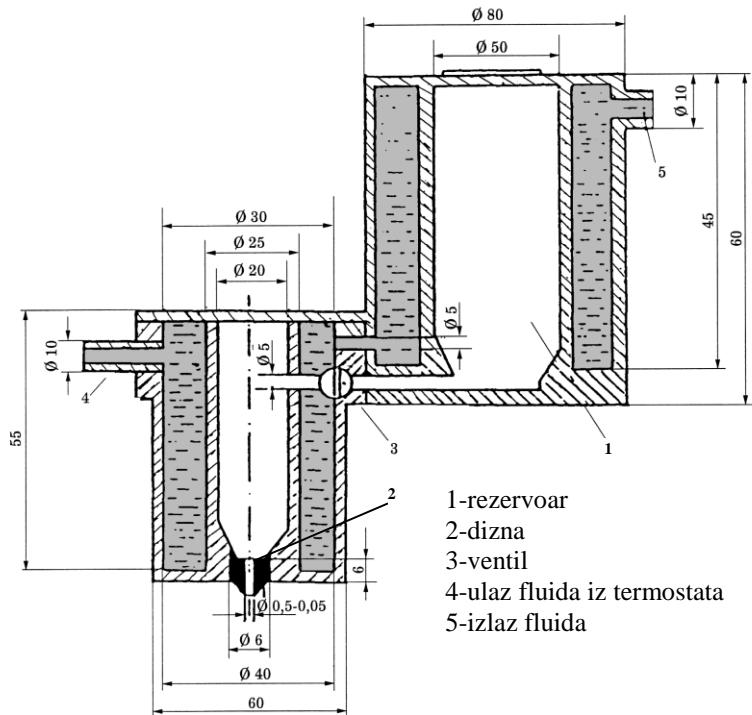
Prevlačenje monomodnog optičkog vlakna kompozitnom prevlakom vršeno je na laboratorijskoj aparaturi (slika 2.3.).

Vlakno se odmotava sa kotura kontrolisanom brzinom, koju omogućavaju mehanizam za ravnomerno spuštanje vlakna i odgovarajući uređaj za kontrolu brzine. Pri prolasku optičkog vlakna kroz uređaj za prevlačenje sa diznom na dnu, dolazi do formiranja kompozitne prevlake. Uređaj za prevlačenje je povezan sa termostatom, koji omogućava rad na definisanoj eksperimentalnoj radnoj temperaturi. Detalj dizne na uređaju za prevlačenje dat je na slici 2.4. Može se uočiti cilindrični oblik dizne prečnika  $\phi=0,5\text{mm}$ . Uređaj za kontrolu brzine omogućava prevlačenje kontrolisanom brzinom od  $1,5\cdot10^{-4}$  do  $5\cdot10^{-1}\text{ m/s}$ .

1. Kotur sa optičkim vlaknom
2. Uredaj za prevlačenje optičkog vlakna sa diznom (sl. 2.4.)
3. Termostat
4. Kontrola brzine prevlačenja
5. Mehanizam za ravnomerno spuštanje vlakna



Sl. 2.3. Fotografija aparature za prevlačenje vlakana



*Sl. 2.4. Detalj dizne na uređaju za prevlačenje*

#### 2.2.4. Ispitivanje kvaliteta kompozitne prevlake

Nakon vizuelnog pregledanja vlakna određena su mesta na kojima je vršeno ispitivanje optičkim mikroskopom i merenje debljine kompozitne prevlake. Mereni su samo oni delovi uzoraka dobijeni nakon uspostavljanja definisane brzine prevlačenja. Delovi uzoraka (oko 25cm) dobijeni na samom početku procesa prevlačenja sadrže neravnomernu kompozitnu prevlaku kao rezultat nestacionarnog režima prevlačenja i nisu uvršteni u statističku analizu. Svako vlakno je zatim fotografisano na svakih 20cm, a prosečna dužina uzoraka iznosila je 2,5m. Mikroskopskim ispitivanjem kvalitativno je ispitivana ravnomernost, homogenost i koncentričnost kompozitne feromagnetne prevlake. Pored toga kvantitativno je ispitivana ravnomernost debljine kompozitne prevlake. Detaljan opis načina dobijanja i analize slika dat je u poglavljju 2.3.3.

## **2.3. PRIMENJENE METODE ISPITIVANJA**

U ovom radu su korišćeni polazni komercijalni materijali, za koje je vršena karakterizacija onih svojstava koja su od značaja za odabrani tehnološki postupak. Druga grupa ispitivanja odnosila se na svojstva dobijenih modifikovanih vlakana.

### **2.3.1. Infracrvena spektroskopska analiza**

Kod korišćenih Alcatel-ovih monomodnih optičkih vlakana spoljašnji zaštitni sloj čine primarna i sekundarna akrilatna prevlaka, koje predstavljaju Alcatelov sopstveni AFC3 zaštitni sistem, čiji tačan sastav nije poznat [30]. U okviru karakterizacije optičkih vlakana vršena je infracrvena spektroskopka analiza radi boljeg poznavanja hemijskog sastava sistema originalnih akrilatnih prevlaka.

Originalno monomodno optičko vlakno sprašeno je i formirana je KBr tableta. Ispitivanje je vršeno na infrarvenom spektrofotometru marke BOMEM MB 100 FT-IR. Merenje je vršeno sa rezolucijom od  $4 \text{ cm}^{-1}$ . Rezultat ispitivanja prikazan je u obliku transmisionog infracrvenog spektra.

### **2.3.2. Rendgensko-difraktometrijska analiza**

Uzorci prahova SmCo<sub>5</sub> ispitivani su na difraktometru za prah marke PHILIPS, tip PW1710, pri čemu je korišćeno zračenje sa bakarne antikatode, talasne dužine  $\lambda = 0,154178\text{nm}$  i grafitni monohromator. Radni napon na cevi je  $U=40 \text{ kV}$ , a jačina struje  $I=30 \text{ mA}$ .

Uzorci su ispitani u opsegu  $20\text{-}90^\circ$  ugla  $2\theta$  sa korakom od  $0,02^\circ$  ugla  $2\theta$  i vremenskim zadržavanjem od  $0,5\text{s}$  na svakom koraku. Dobijeni podaci položaja difrakcionih maksimuma ( $^{\circ}2\theta$ ) preračunati su na medjuravanska rastojanja  $d$ . Na osnovu izračunatih medjuravanskih rastojanja,  $d$ , i intenziteta difrakcionih maksimuma,  $I$ , identifikovane su prisutne iskristalisale faze [61].

### **2.3.3. Mikroskopska ispitivanja i analiza dobijenih slika**

Mikroskopskim ispitivanjima optičkih vlakana prevučenih kompozitnom prevlakom vršena je kontrola debljine i ravnomernosti kompozitne prevlake. Pored toga ispitivan je i kvalitet prevlake u smislu pravilne distribucije dispergovanih magnetnih prahova i utvrđivanja postojanja neželjenih faza. Ispitivanja su vršena mikroskopom sa odbijenom svetlošću JENA Carl Zeiss na dva načina: posmatrano je direktno prevučeno vlakno, kao i njegov poprečni presek. Uzorci, kod kojih je ispitivan poprečni presek, prethodno su polirani.

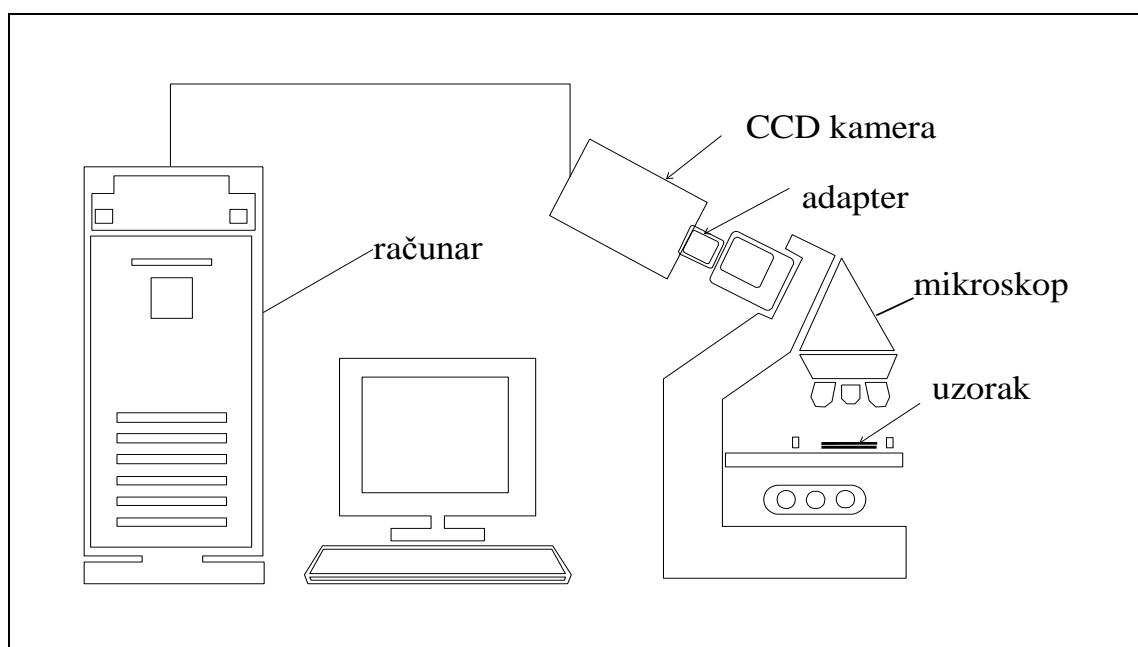
Da bi se omogućilo određivanja veličine čestica i raspodele veličina čestica praha SmCo<sub>5</sub> u funkciji vremena mlevenja, pre mikroskopske analize prahovi su pripremani u ultrazvučnom kupatilu. Ultrazvuk je korišćen za potpuno razbijanje postojećih aglomerata nastalih zbog magnetičnosti praha. Karakterizacija polaznog i samlevenog SmCo<sub>5</sub> praha vršena je na SEM mikroskopu Philips SEM 515 sa sistemom za analizu slike (Texture Analysis System-TAS+) koji omogućava određivanje veličine čestica. Kontrolne analize urađene su na korišćenjem programa PARTICLE detection sa etalonom. Etalon

predstavljaju čestice zlata u obliku idealnih sfera sa poznatom raspodelom veličine prečnika čestica [62].

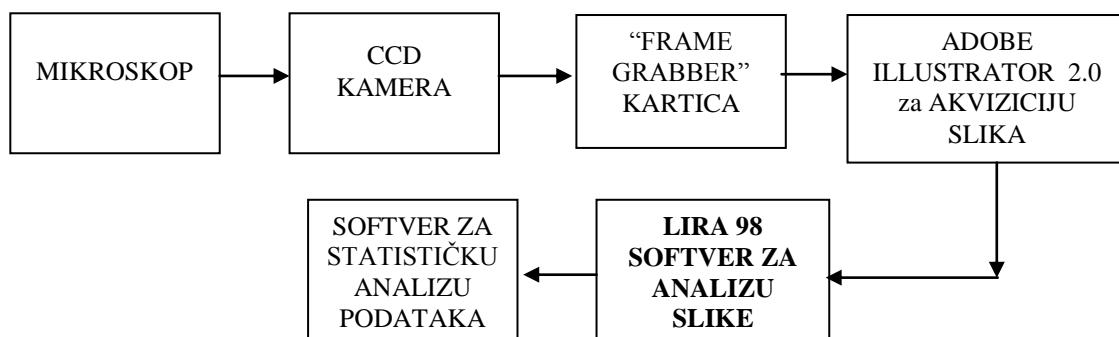
Debljina kompozitne prevlake merena je korišćenjem mikroskopa JENA Carl Zeiss koji radi sa odbijenom svetlosti. Mikroskop je povezan sa digitalnom CCD kamerom preko specijalno konstruisanog aluminijumskog adaptera. Kamera je potom sa personalnim računarom (PC) povezana preko odgovarajuće kartice Miro DC 30. Za fotografisanje je korišćen program Adobe ilustrator 2.2. Za obradu dobijenih mikrofotografija korišćen je program Lira 98 za kvantifikaciju vizuelnih informacija, razvijen na Tehnološko-metalurškom fakultetu u Beogradu [118,119].

Za merenje debljine kompozitne prevlake korišćena je opcija programa, koja omogućava merenje dužine linija. Izmerene su dužine linija, koje predstavljaju projekciju prečnika vlakna prevučenog kompozitnom prevlakom. Kalibracija je izvedena merenjem rastojanja između zareza, koji se nalaze na pločici za kalibraciju na rastojanju od  $5\mu\text{m}$ . Dobijeni rezultati su smešteni u tabelu, a potom statistički obrađeni korišćenjem programa Origin 5.0.

Način povezivanja računara sa mikroskopom prikazan je na sl. 2.5. dok je na sl. 2.6. dat shematski prikaz toka informacija tokom snimanja slika, prikupljanja i obrade podataka [118].



*Sl. 2.5. Prikaz povezivanja računara sa mikroskopom preko CCD kamere*



*Sl. 2.6 Blok dijagram toku informacija prikupljenih u cilju određivanja prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom*

### **2.3.4. Termogravimetrijska analiza**

Za određivanje termičke stabilnosti praha SmCo<sub>5</sub> korišćena je termogravimetrijska analiza (TGA) praćena uporednom rendgenskom analizom sastava praha nakon zagrevanja do krajnje temperature ispitivanja. Ispitivanje porasta mase pri zagrevanju praha SmCo<sub>5</sub> vršeno je na DuPont 1090 uređaju za termičku analizu korišćenjem visoko temperaturnog modula 951 sa termovagom koji se koristi za TGA [120]. Zagrevanje uzoraka vršeno je u intervalu od sobne temperature (20°C) do 900°C, u statičnoj vazdušnoj atmosferi, brzinom zagrevanja od 20°C/min.

### **2.3.5. Određivanje viskoznosti koncentrovanih rastvora polimera**

Za određivanje viskoznosti koncentrovanih rastvora EVA u toluenu, kao i disperzija magnetnih prahova (Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub>) u rastvoru EVA u toluenu korišćen je rotacioni viskozimetar Rheotest 2. Rotacionim viskozimetrom moguće je određivati viskoznost pri različitim brzinama smicanja. Princip rada zasniva se na merenju sile, koja se prenese sa unutrašnjeg rotirajućeg cilindra preko tečnosti, čija se viskoznost određuje, na spoljašnji fiksni koaksijalni cilindar [71]. Kod rotacionih viskozimetaara zadaje se brzina smicanja, a napon smicanja se sam uspostavlja.

Pomoću Rheotesta 2 može se određivati viskoznost tečnosti u granicama od 1 do 4·10<sup>7</sup>mPas, pri brzinama smicanja od 3s<sup>-1</sup> do 1390s<sup>-1</sup> [121]. U zavisnosti od očekivane vrednosti viskoznosti odabira se sud koji se koristi za merenje.

Određivanje viskoznosti Rheotestom 2 moguće je u intervalu -60 do +150°C, sa tačnošću od ±0,5 °C. Precizna kontrola temperature na kojoj se vrši određivanje viskoznosti omogućena je korišćenjem posude za temperiranje, koja je priključena za protočni termostat sa mešalicom. Ispitivanja su vršena u intervalu od 25 do 60°C.

Vrednost viskoznosti dobija se na osnovu jednačine (2.1), koja povezuje parametre viskozimetra, brzinu smicanja i viskoznost [121].

$$\eta = \frac{\alpha}{\gamma} K \quad (2.1.)$$

gde je:

$\eta$  - viskoznost ( Pas )

$K$  - konstanta koja zavisi od vrste suda koji se koristi ( Pa/Skt )

$\alpha$  - otklon mernog instrumenta ( Skt- stepen kružne skale)

$\gamma$  - brzina smicanja ( s<sup>-1</sup> )

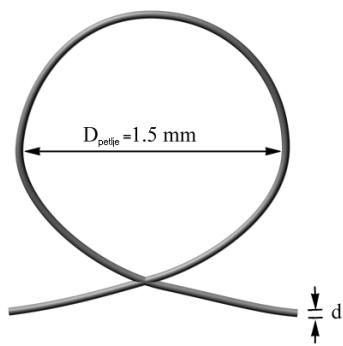
### 2.3.6. Namagnetisavanje i merenje magnetnih svojstava

Namagnetisavanje i merenje magnetnih svojstava originalnog i samlevenih prahova SmCo<sub>5</sub> proveravano je na sinterovanim i termički obrađenim uzorcima na impulsnom magnetizeru IM 3030 MP (Magnet physic permagraf - magnet physic) [122]. Maksimalna jačina polja pri kome je moguće namagnetisavanje na ovom uređaju iznosi 1500 kA/m.

### 2.3.7. Ispitivanje mehaničkih svojstava

Većina standardnih ispitivanja mehaničkih svojstava optičkih vlakana podrazumeva ispitivanje velikog broja uzoraka i statističku ocenu kvaliteta [74,92-98]. U okviru ovog rada, zbog relativno male dužine pojedinačnih dobijenih modifikovanih vlakana (2-5 m), ispitivanja su vršena na definisanom broju uzoraka (5-10) po svakom dobijenom vlaknu, što predstavlja nedovoljan broj uzoraka za statističku analizu. Određivana je zatezna čvrstoća, sila kidanja i odgovarajuće izduženje. Korišćene su metoda petlje i kidanje na adaptiranoj kidalici.

Ispitivanje metodom petlje predstavlja jednostavnu metodu za određivanje zatezne čvrstoće koja se primenjuje za tanje monofilamente. Vlakna se vezuju u petlju na način prikazana na slici 2.7. [46]



Sl. 2.7. Ispitivanje vlakana visokog modula elastičnosti metodom petlje

gde je:

$D_{petlje}$  - prečnik petlje, neposredno pre kidanja,  
 $d$  - prečnik vlakna na mestu loma,  
 $\varepsilon$  - izduženje uzorka,  
 $E$  - Jungov modul elastičnosti,  
 $R_m$  - zatezna čvrstoća.

Snimanje petlje neposredno pre loma je izvršeno CCD kamerom sa lupom, dok su prečnici vlakana na mestu loma snimani mikroskopom JENA Carl Zeiss sa odbijenom svetlosti, koji je preko adaptera povezan sa CCD kamerom. Primenjeni postupak analize slike dobijene CCD kamerom opisan je u poglavljju 2.3.3.

Pri određivanju zatezne čvrstoće kidanjem na kidalici moralo se pristupiti određenim prilagođavanjima postojećih metoda. Za ispitivanje je korišćena kidalica za tekstilne tkanine TextTest Inc., Swizerland. Na instrumentu se direktno očitavaju sila (N), pri kojoj dolazi do kidanja uzorka i relativno izduženje (%). Početno rastojanje između klema

Pri ispitivanju se postepeno sužava kružnica dok ne dođe do kidanja.

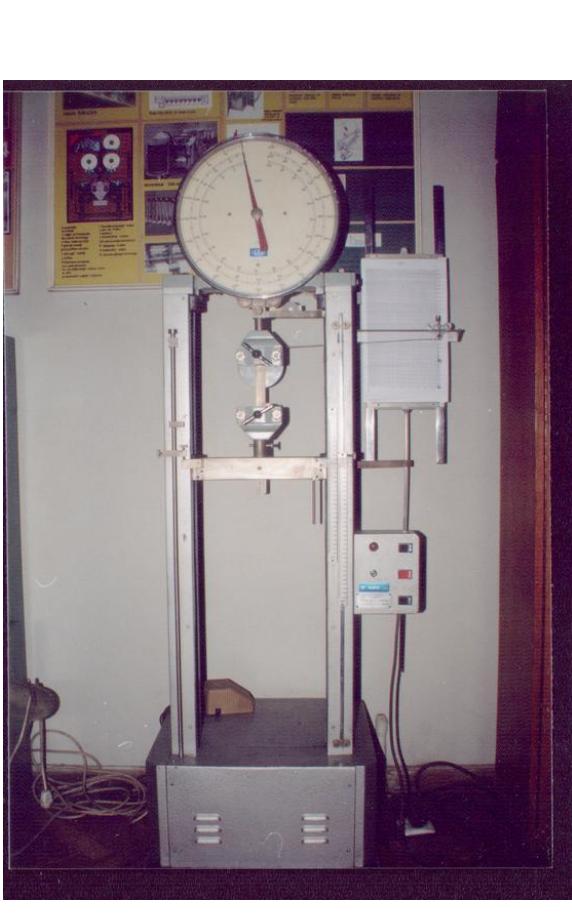
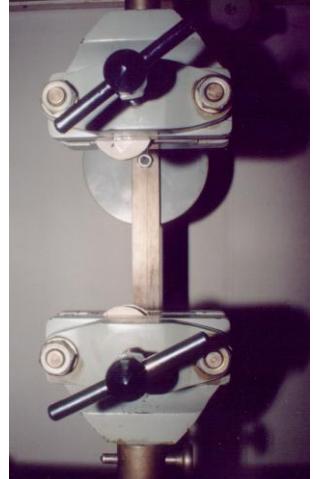
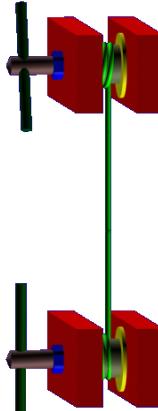
Postoji veza između prečnika petlje, izduženja i prečnika vlakna, na osnovu koje je moguće izračunati i zateznu čvrstoću:

$$D_{petlje} \approx \left( \frac{d}{\varepsilon} \right)_{vlakno} = \left( \frac{d \cdot E}{R_m} \right)_{vlakno} \quad (2.2)$$

kidalice iznosi 10cm, tako da je dužina ispitanih uzoraka 10cm. Brzina istezanja vlakna iznosi  $5 \cdot 10^{-3}$ m/s. Za jedan uzorak vlakna sa kompozitnom prevlakom vršeno je 5 ispitivanja, dok je za originalno optičko vlakno urađeno 10 proba kidanjem.

Standardna metoda određivanja zatezne čvrstoće i Youngovog modula elastičnosti (ASTM D3379) podrazumeva korišćenje kidalice uz odgovarajuću prethodnu pripremu vlakana. Vlakno se svojim krajevima pričvršćuje adhezivnim sredstvima na specijalno izrezani papir ili pločicu. Ova metoda se nije mogla primeniti na ispitivanje kidanja vlakana sa kompozitnom prevlakom, jer izaziva ljuštenje prevlake, što je u skladu sa svojstvom monomodnog vlakna da do ljuštenja osnovne akrilatne prevlake dolazi već pri sili od 1N [30]. Važno je napomenuti, da su ispitivanja kidanjem korišćenjem ASTM D3379 metode, potvrđila da do ljuštenja prevlaka dolazi na granici staklo – originalna akrilatna prevlaka, pri čemu je sistem akrilatna prevlaka – kompozit: EVA-magnetni prah čine jedinstvenu celinu.

Da bi se izbegli nedostaci ove metode, pristupilo se traženju konstruktivnih rešenja, koja omogućavaju određivanje zatezne čvrstoće korišćenjem kidalice. Na sl. 2.8. prikazana je fotografija kidalice. Detalj načina montiranja uzorka dat je na sl.2.9., dok je korišćeni dodatak prikazan shematski na sl. 2.10.

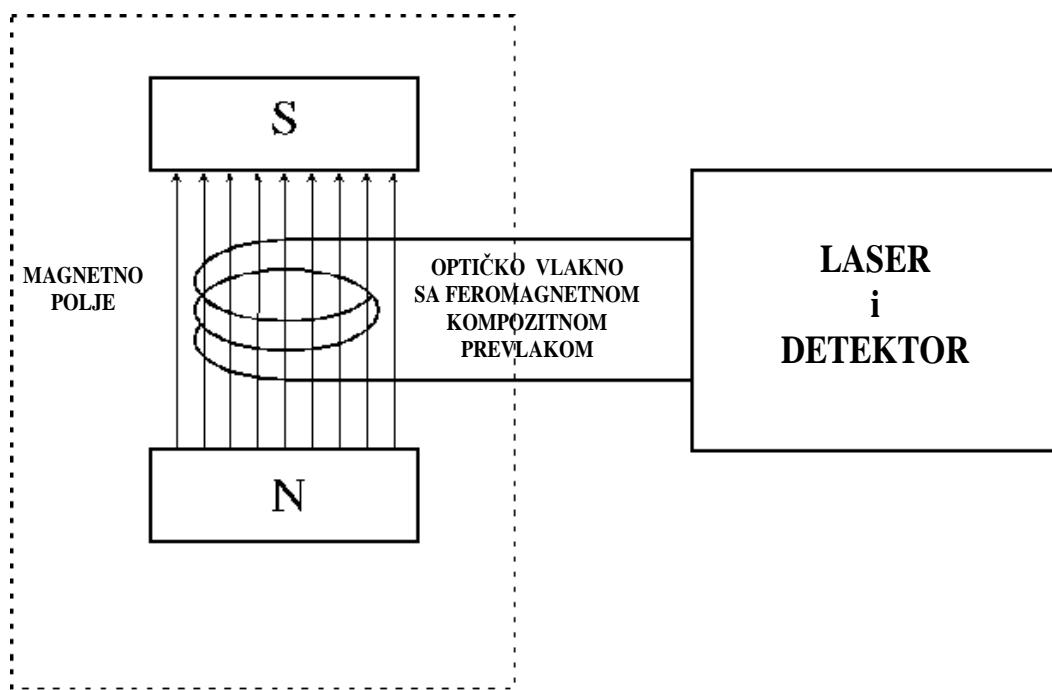
	 <i>Sl. 2.9. Fotografija uzorka pripremljenog za kidanje</i>
<i>Sl. 2.8. Fotografija kidalice</i>	<i>Sl.2.10. Shema dodataka koji omogućavaju korišćenje kidalice</i> 

Izvršeno je i kontrolno uporedno merenje modula smicanja uzoraka EVA polimera i kompozita EVA sa dispergovanim česticama Ba-ferita. Na osnovu izmerenog modula smicanja moguće je izračunavanje Youngovog modula elastičnosti. Za ispitivanje modula smicanja je korišćen “Rheometrics RMS 605”. Ispitivano je dinamičko uvijanje uzorka u obliku epruvete (63,5 x 12,7 x 2,5mm). Epruveta je dobijena izlivanjem rastvora EVA u toluenu i disperzije Ba-ferita u rastvoru EVA u toluenu u odgovarajući kalup većih dimenzija. Toluen je lagano isparavao do konstantne mase uzorka. Svođenje epruvete na tačne dimenzije vršeno je sečenjem i brušenjem. Dinamičko uvijanje ispitivano je izotermски на 30°C u intervalu frekvencija od 0,1 do 100 rad/s ( $1,59 \cdot 10^{-2}$  - 15,9Hz) pri deformaciji od 0,1%. Drugi način ispitivanja odvijao se na konstantnoj frekvenciji od 1 Hz (6,28 rad/s) u temperaturnom intervalu 30-140°C pri deformaciji od 0,8% [124].

### 2.3.8. Određivanje transmisionih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom

Merenje transmisionih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom vršeno je u laboratorijskim uslovima – na optičkom stolu kao i uslovima definisanog magnetnog polja. Ispitivana je propagacija koherentne svetlosti kroz modifikovano optičko vlakno. Merenje je vršeno na standardnom uređaju za ispitivanje optičkih vlakana. Korišćen je FOT 900 (fiber optic tester) proizvodjača EXFO, pri čemu je merena snaga prenešenog svetlosnog signala. Izvor svetlosti su laseri, koji daju svetlost dveju talasnih dužina (1310 i 1550 nm). Oba kraja optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom su ravno zasećena posebnim alatom i ispolirana. Jedan kraj svetlovoda je vezan za predajnik, a drugi za prijemnik svetlosnog signala. U laboratorijskim uslovima proveravano je da li nanošenje kompozitne prevlake dovodi do promene transmisionih svojstava modifikovanih vlakana.

Drugom serijom ispitivanja praćena je promena snage svetlosnog signala, kada se modifikovano optičko vlakno izloži dejstvu spoljašnjeg jednosmernog i naizmeničnog precizno definisanog magnetnog polja. [12]. Princip ispitivanja shematski je prikazan je na sl. 2.11. [75].



Sl. 2.11. Shema postupka ispitivanja transmisionih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom magnetnom prevlakom u magnetnom polju

Merenja su vršena u uslovima magnetne zaštite (oklopa), koju čine posebno konstruisani sudovi sačinjeni od antimagnetskih materijala. Korišćenjem ovih oklopa isključen je eventualan uticaj primjenjenog magnetnog polja na FOT, s obzirom da ovakvi oklopi efikasno štite od uticaja Zemljinog magnetnog polja, kao i drugih neželjenih magnetnih interferencija prisutnih u laboratorijskim uslovima.

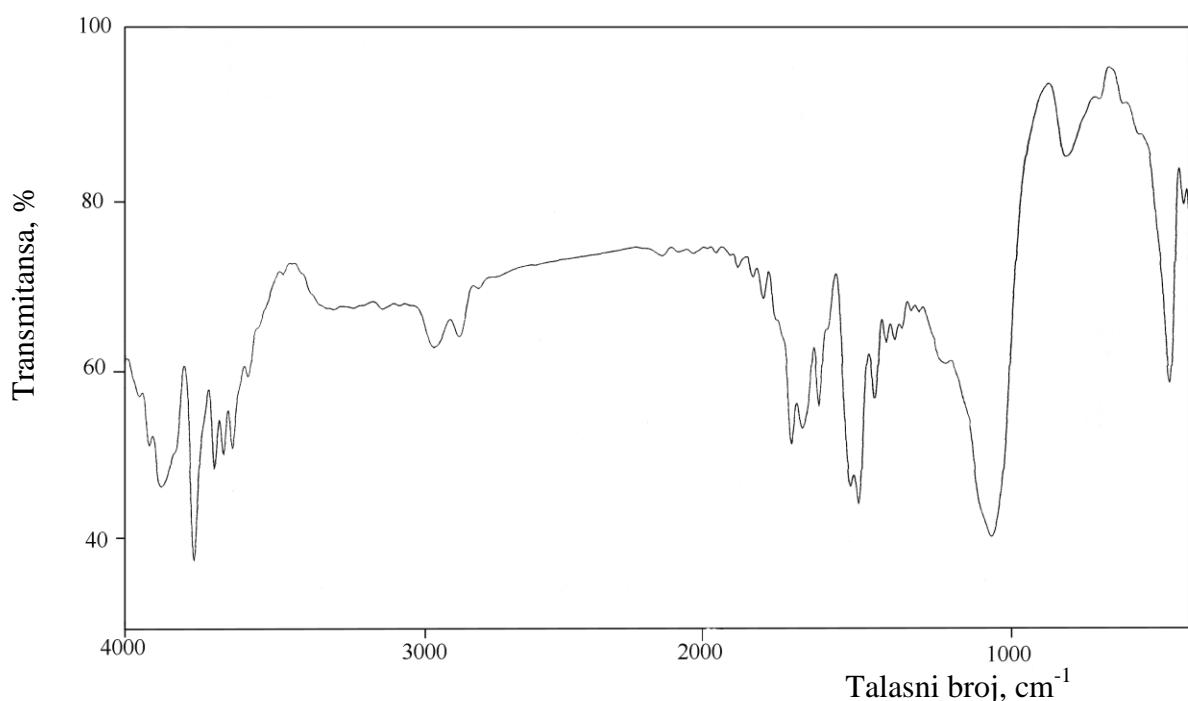
### 3. REZULTATI I DISKUSIJA EKSPERIMENTALNIH REZULTATA

#### 3.1. REZULTATI KARAKTERIZACIJE POLAZNIH KOMPONENTA

##### 3.1.1. Rezultati infracrvene spektroskopske analize optičkog vlakna

U okviru karakterizacije optičkih vlakana vršena je infracrvena spektroskopska analiza originalnog monomodnog vlakna. Ova analiza je sprovedena da bi se izvršio pravilan odabir polimernog konstituenta kompozitne prevlake, koji će se dobro vezivati na sistem originalnih Alcatel-ovih AFC3 prevlaka. AFC3 sistem se sastoji od dva sloja posebno dizajniranih akrilatnih prevlaka. Sloj uz samo vlakno je niskog modula elastičnosti i štiti površinu vlakna od sila mikrosavijanja. Drugi sloj načinjen od materijala višeg modula elastičnosti omogućava čvrstu spoljašnju zaštitu [30].

Na sl. 3.1. prikazan je dobijeni infracrveni spektar originalnog optičkog vlakna u oblasti od 300 do  $4000\text{cm}^{-1}$ . Analiziran je sprašeni uzorak koji je u sebi sadržao neorganski deo vlakna - jezgro sa omotačem od kvarcnog stakla i polimerni deo vlakna - sistem AFC3 prevlaka.

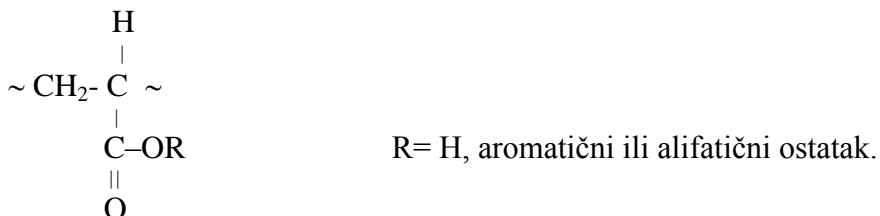


Sl. 3.1. Transmisioni infracrveni spektar monomodnog optičkog vlakna

Za tumačenje spektara korišćeni su odgovarajući atlasi, koji se koriste za identifikaciju infracrvenih spektara [125,126]. Na dobijenom spektru uočavaju se trake koje potiču od kvarcnog stakla od Si-OH i Si-O karakterističnih grupa. Si-O veza ima osnovni pik na  $1200\text{ cm}^{-1}$ , sa karakterističnim ramenom na  $1100\text{ cm}^{-1}$ . Tako najverovatnije pik na  $1222\text{cm}^{-1}$  sa karakterističnim ramenom na  $1066\text{cm}^{-1}$  potiče od Si-O veza, koje imaju pretežno amorfni karakter. Od Si-OH grupe najverovatnije potiču pikovi na  $818\text{ cm}^{-1}$ , kao i oni u oblasti  $3200\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ , za koje bi se očekivalo da potiču od silanolnih grupa.

Pikovi koji su pomereni skoro do  $4000\text{ cm}^{-1}$  mogu poticati od OH grupe vezanih na različit način za Si-O skelet (izolovano, vicinalno, geminalno), ali mogu voditi poreklo i od drugih OH grupa.

Imajući u vidu strukturu poliakrilata (sl. 3.2.) mogu se očekivati pikovi koji potiču od karboksilne grupe, C=O grupe, i od različitih R supstituenata.



### *Sl. 3.2. Monomerna jedinica poliakrilata*

Pikovi u oblasti  $1240\text{-}1165\text{cm}^{-1}$  koji potiču od karboksilne grupe preklapaju se sa onim od Si-OH veza, tako da je teško izvršiti pravilno razdvajanje i tumačenje pikova u ovoj oblasti. Uočeni pik na  $1740\text{ cm}^{-1}$ , trebalo bi da predstavlja pik koji potiče od C=O estarske, dok pik na  $1704\text{cm}^{-1}$  verovatno potiče od slobodnih COOH grupe. Pikovi koji se mogu pripisati estarskom istezanju C-O veze su pokriveni odnosno prekopljeni pikovima u oblasti  $1000\text{-}1200\text{cm}^{-1}$ .

U zavisnosti da li je ugljenikov atom simetričan ili nije C-H veze unutar -CH<sub>2</sub> grupe daju različite pikove. Tako se poreklo pika na  $2863\text{cm}^{-1}$  može pripisati simetričnom ugljenikovom atomu u -CH<sub>2</sub> grupi, dok bi pik na  $2947\text{cm}^{-1}$  mogao da potiče od asimetričnog ugljenikovog atoma.

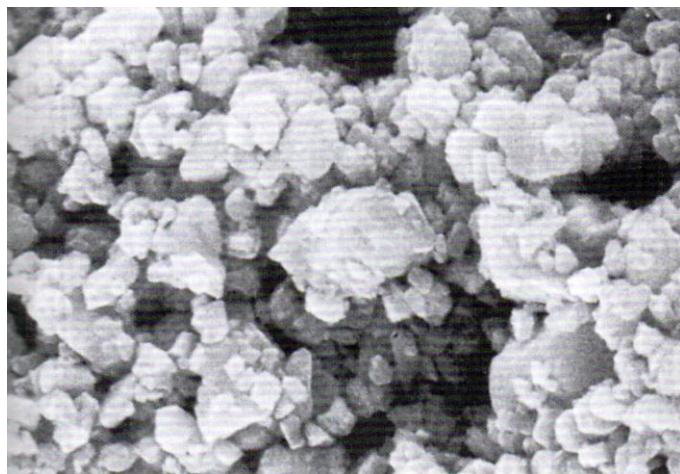
Prisustvo tri pika u oblasti  $1600\text{-}1450\text{cm}^{-1}$  moglo bi se protumačiti prisustvom aromatičnog prstena u R supstituentu poliakrilatne prevlake. Ovakvo tumačenje može se potkrepliti i pikom na  $3119\text{ cm}^{-1}$  koji je karakterističan za CH veze unutar benzenovog prstena, koji daju pikove u oblasti  $3100\text{-}3000\text{cm}^{-1}$ . Postoji mogućnost da ovi pikovi potiču i od C=C veze, koja se nalazi van benzenovog prstena.

Postojanje pika na  $1460\text{cm}^{-1}$  ukazuje na prisustvo alifatičnih -CH<sub>2</sub>, dok čitav niz pikova u oblasti talasnog broja od  $1430\text{ cm}^{-1}$  predstavlja takozvani CH<sub>3</sub> kišobran.

Da bi se moglo dati preciznije tumačenje sastava akrilatnih prevlaka neophodno je izvršiti pored infracrvene i druge analize (na pr. NMR). Za potrebe ovog rada najvažnije je bilo ustanoviti da li dolazi do dobre adhezije EVA za AFC3. IC analizom originalnog optičkog vlakna, potvrđeno je prisustvo polarnih karboksilnih i karbonilnih grupe koje omogućavaju adheziju EVA kopolimera. Dobra adhezivnost je potvrđena pri mehaničkim ispitivanjima, tako da podrobnija analiza AFC3 prevlaka nije vršena. Pri kidanju optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom, ili pri ljuštenju prevlake, isključivo dolazi do prekidanja veza između kvarcnog stakla i akrilatne prevlake, dok AFC3 i kompozit EVA-magnetni prah čine jedinstvenu celinu.

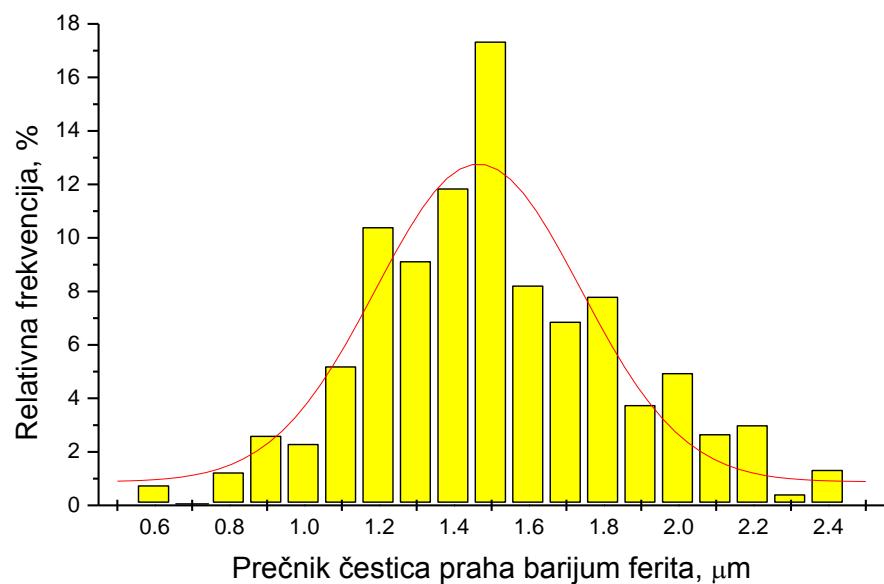
### 3.1.2. Rezultati karakterizacije barijumferita

Mikrofotografija korišćenog praha Ba-ferita prikazana je na slici 3.3. Uočavaju se pojave aglomerata usled magnetičnosti čestica.



*Sl.3.3. Mikrofotografija praha Ba-ferita, mikroskop sa odbijenom svetlošću, x5000*

Na osnovu analize slika (postupkom prikazanom u poglavlju 2.3.3.) utvrđena je veličina čestica praha Ba-ferita, kao i njihova raspodela. Rezultati ovih ispitivanja prikazani su u obliku histograma raspodele veličine čestica (sl. 3.4.).



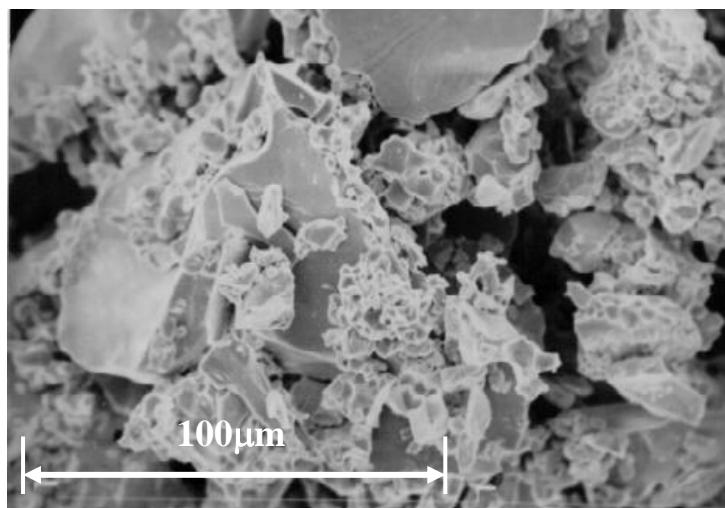
*Sl. 3.4. Histogram raspodele veličine čestica praha barijumferita*

Rezultati pokazuju da srednja veličina čestica iznosi oko  $1,5\mu\text{m}$ , pri čemu je minimalna veličina čestica  $0,6\mu\text{m}$ , a maksimalna  $2,5\mu\text{m}$ .

### 3.1.3. Rezultati karakterizacije SmCo<sub>5</sub> praha

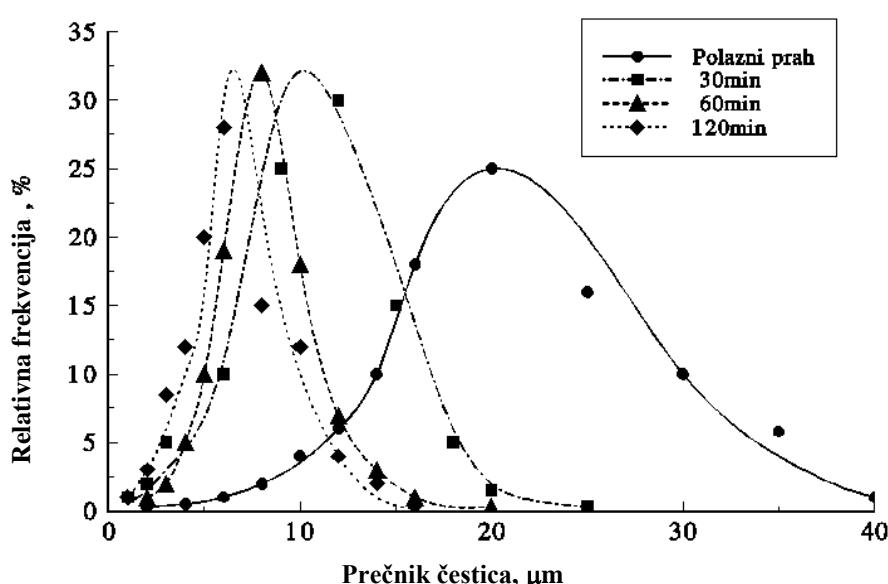
Karakterizacija SmCo<sub>5</sub> praha obuhvatila je mikroskopska, rendgenska, termička i magnetna ispitivanja. Ispitivan je uticaj dužine mlevenja na veličinu čestica praha SmCo<sub>5</sub>, raspodelu veličine čestica, deformaciju celije kristalne rešetke kao i magnetna svojstva dobijenog praha [62-64]. Drugi deo karakterizacije obuhvatao je ispitivanje termičke stabilnosti SmCo<sub>5</sub> praha [127,128].

Izgled originalnog nesamlevenog SmCo<sub>5</sub> praha prikazan je na sl. 3.5. Čestice SmCo<sub>5</sub> praha su usled svoje velike magnetičnosti uglavnom u obliku aglomerata i imaju izgled koralnog spruda. Pojedinačne čestice imaju nepravilan oblik, manje prepokrivaju veće.



Sl. 3.5. SEM mikrofotografija polaznog SmCo<sub>5</sub> praha

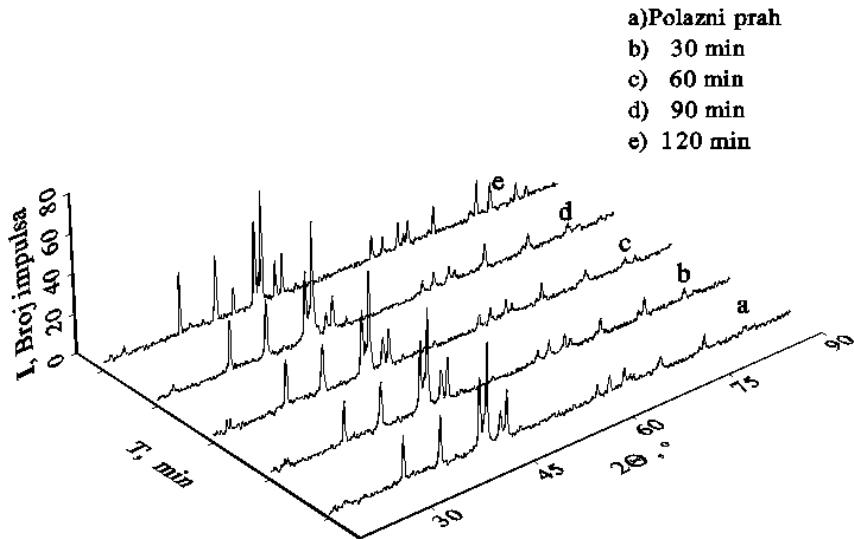
Da bi se dobole odgovarajuće jednodomenske čestice praha SmCo<sub>5</sub> izvršeno je prethodno usitnjavanje. Prikazani su rezultati dobijeni pri mlevenju praha SmCo<sub>5</sub> u ahatnom avanu u zaštitnoj sredini anhidrovanog toluena. Mlevenje je vršeno u intervalu od 30, 60, 90 i 120 minuta. Samleveni prah sušen je u vakuum sušnici. Na osnovu mikroskopske analize i analize slike utvrđena je veličina čestica samlevenog praha SmCo<sub>5</sub> i ustanovljena raspodele veličine čestica. Na slici 3.6. prikazane su krive raspodele veličine čestica SmCo<sub>5</sub> praha u funkciji vremena mlevenja [62].



Sl. 3.6. Krive raspodele veličina čestica SmCo<sub>5</sub> praha u funkciji vremena mlevenja

Sa proširenjem vremena mlevenja smanjuje se veličina čestica. Srednja veličina čestica praha iznosi: za 30min-10,7  $\mu\text{m}$ ; za 60 min.-7,7  $\mu\text{m}$ , za 90min- 6,6  $\mu\text{m}$  i za najduže vreme mlevenja 120 minuta, dobijena je najmanja srednja veličina čestica od 6,3  $\mu\text{m}$ .

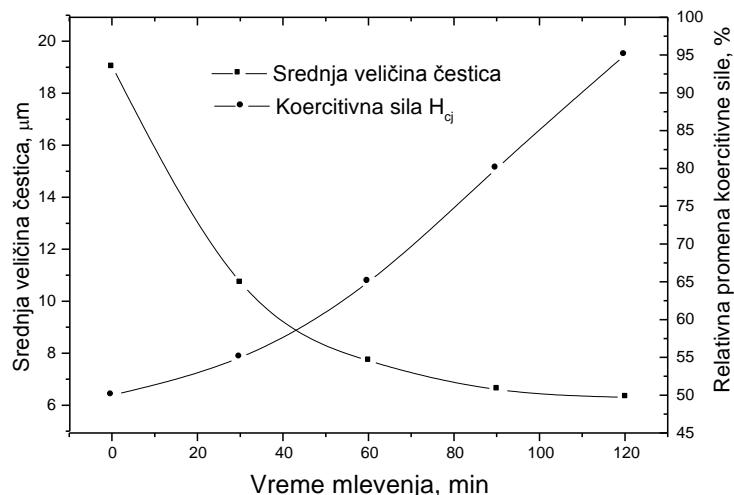
Rendgenskom difraktometrijskom analizom polaznog praha i samlevenih prahova SmCo<sub>5</sub> u ispitanim vremenima mlevenja potvrđeno je prisustvo isključivo SmCo<sub>5</sub> faze. Svi identifikovani difrakcioni pikovi odgovaraju ovom intermetalnom jedinjenju. Tokom mlevenja nije došlo do narušavanja kristalne strukture SmCo<sub>5</sub> što se jasno vidi sa difraktograma prikazanih na sl. 3.7.



**Sl.3.7. Difraktogrami polaznog SmCo<sub>5</sub> praha i prahova mlevenih u različitim intervalima vremena**

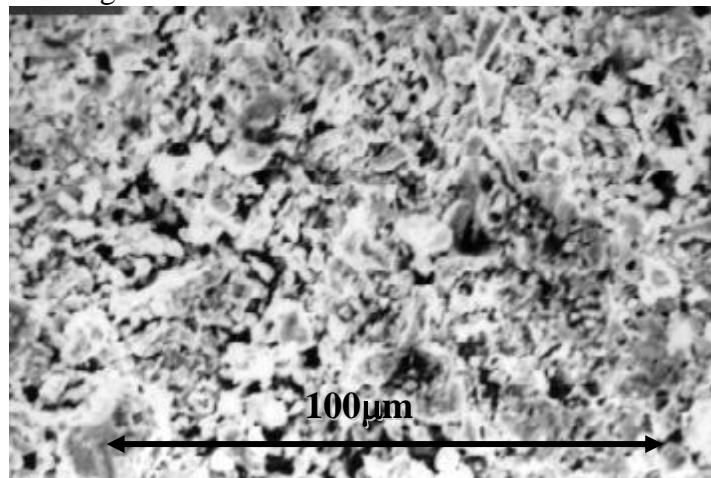
Na osnovu analize dobijenih difraktograma za polazni i samlevene prahove izračunate su vrednosti parametara kristalne rešetke *a* i *c* heksagonalne kristalne rešetke SmCo<sub>5</sub> faze i upoređene sa standardnim vrednostima [61]. S obzirom da su odstupanja ovih parametara neznatna (0,1-0,2%) [63, 64] može se zaključiti da tokom mlevenja nije došlo do promena u kristalnoj strukturi SmCo<sub>5</sub>.

Na sl. 3.8. dat je uporedni prikaz promene srednje vrednosti veličine čestica praha SmCo<sub>5</sub> i relativne promene koercitivne sile, u zavisnosti od vremena mlevenja [62].

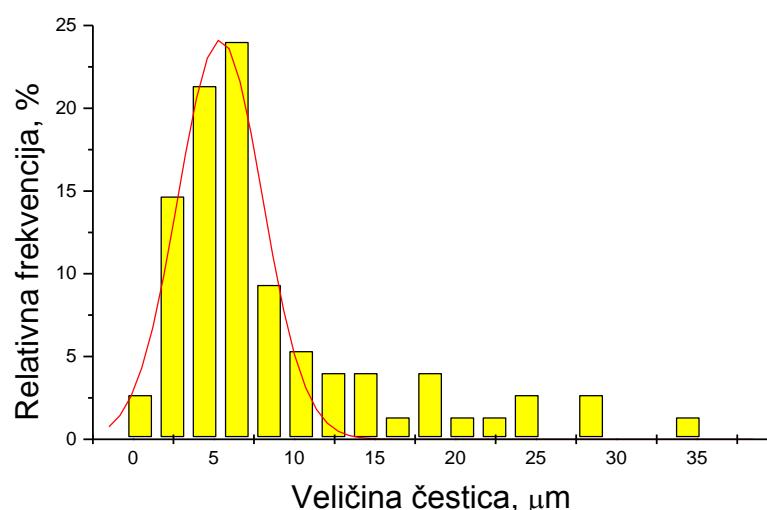


**Sl. 3.8. Uticaj dužine mlevenja na veličinu čestica i koercitivnu силу  $H_{cj}$**

Može se konstatovati da za ceo ispitani interval mlevenja od max.120min, sa smanjenjem veličine čestica SmCo<sub>5</sub> praha, dolazi do povećanja koercitivne sile. S obzirom da produžavanje vremena mlevenja dovodi i do porasta neželjenog sadržaja kiseonika u prahu [63], usvojeno je da se za izradu optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži SmCo<sub>5</sub> prah koristi prah mleven 120 minuta u ahatnom avanu u zaštitnoj sredini anhidrovanog toluena. Samleveni prah sušen je u vakuum sušnici. Izgled ovako dobijenog praha prikazan je na sl. 3.9., dok je raspodela veličine čestica samlevenog praha prikazana na sl. 3.10. u obliku histograma.



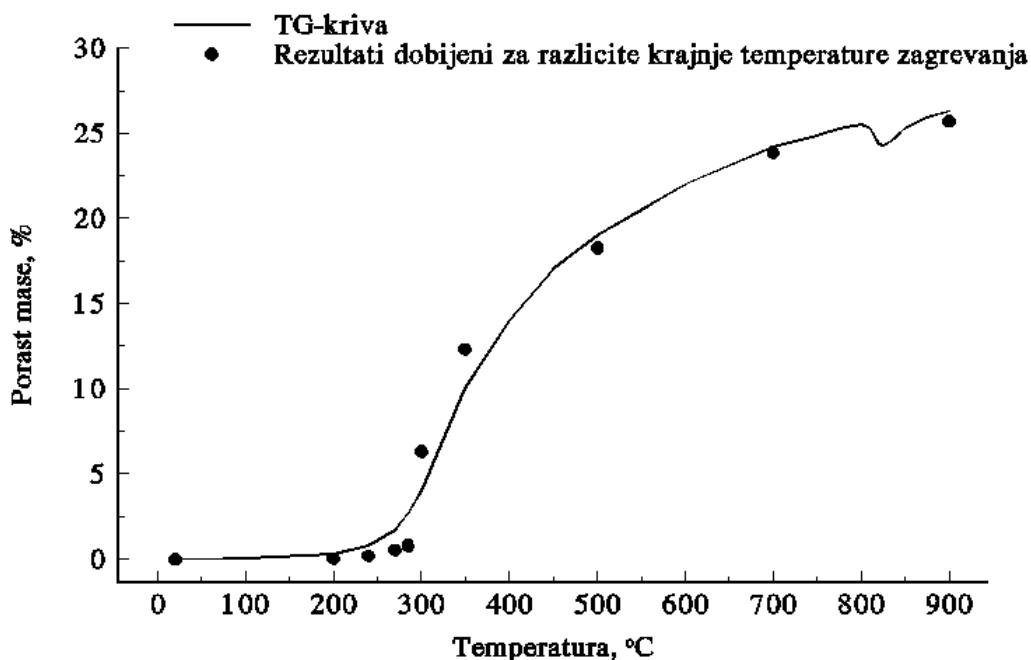
*Slika 3.9. SEM mikrofotografija SmCo<sub>5</sub> praha mlevenog 120 minuta*



*Slika 3.10. Histogram raspodele veličine čestica praha SmCo<sub>5</sub>, mlevenog 120min.*

Nakon mlevenja najveći deo čestica (87%) manji je od 15  $\mu\text{m}$ , pri čemu je srednja veličina čestica iznosila 5,40  $\mu\text{m}$ .

Ispitana je termička stabilnost praha SmCo<sub>5</sub> (srednje veličine čestica 7, 23  $\mu\text{m}$ ) u intervalu od 20 do 900°C [108,109]. Veći broj uzoraka praha SmCo<sub>5</sub> istog kvaliteta navedene veličine čestica zagrevan je do različitih završnih temperatura zagrevanja, brzinom zagrevanja od 20°C/min. Na sl. 3.11. tačke pokazuju dobijeni porast mase tokom zagrevanja u vazdušnoj atmosferi za svaku ispitivanu temperaturu. Na slici 3.11. je prikazana i dobijena termogravimetrijska kriva dobijena u intervalu od sobne temperature do najviše ispitane temperature (900°C).



Slika 3.11. Termogravimetrijska analiza SmCo<sub>5</sub> praha, brzina zagrevanja 20 °C/min

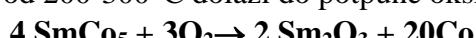
Rendgensko-difraktometrijskom analizom identifikovane su faze prisutne u uzorku nakon zagrevanja do odgovarajuće temperature. U tabeli 3.1. prikazani su zbirno rezultati termogravimetrijske i rendgenske analize.

Tabela 3.1. Rezultati TG i rendgenske analize stabilnosti SmCo<sub>5</sub> praha

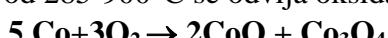
Temperatura (°C)	Porast mase (%)	Faze identifikovane rendgenskom difrakcijom (poređane po zastupljenosti pojedine faze)		
		Prva	Druga	Treća
200	0,01	SmCo <sub>5</sub>	-	-
240	0,16	SmCo <sub>5</sub>	-	-
270	0,51	SmCo <sub>5</sub>	-	-
285	0,78	SmCo <sub>5</sub>	-	-
300	6,30	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Co	CoO
350	12,30	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CoO	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
500	18,27	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	CoO
700	23,86	SmCoO <sub>3</sub>	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	CoO
900	25,71	SmCoO <sub>3</sub>	CoO	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>

TG i rendgenskom analizom ustanovljeno je da:

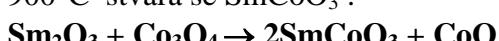
- je do 200°C oksidacija SmCo<sub>5</sub> praha zanemarljiva,
- u intervalu od 200-300°C dolazi do potpune oksidacije SmCo<sub>5</sub> u Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



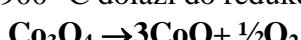
- u intervalu od 285-900°C se odvija oksidacija kobalta:



- od 500 do 900°C stvara se SmCoO<sub>3</sub>:



- od 800 do 900 °C dolazi do redukcije Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>:



Na osnovu dobijenih rezultata može se zaključiti da se SmCo<sub>5</sub> prah može koristiti kao magnetna komponenta za izradu kompozitne prevlake na radnim temperaturama do 200°C, a da se magnetna svojstva ne naruše usled neželjenih oksidacionih procesa.

## **3.2. REZULTATI REOLOŠKIH ISPITIVANJA**

Ravnomerna kompozitna prevlaka može se dobiti ukoliko se prevlačenje optičkog vlakna vrši disperzijom odgovarajuće viskoznosti. Na osnovu predhodnih istraživanja [129-133] utvrđeno je da se vrednost viskoznosti, koja omogućava formiranje ravnomerne prevlake, nalazi unutar intervala 0,8-1,4 Pas. Ukoliko se prevlačenje vrši disperzijom sa viskoznošću manjom od 0,8 Pas formiraju se nakupine nalik na perle, dok se korišćenjem disperzija viskoznosti većih od 1,4Pas formiraju kompozitne prevlake neravnomerne debljine.

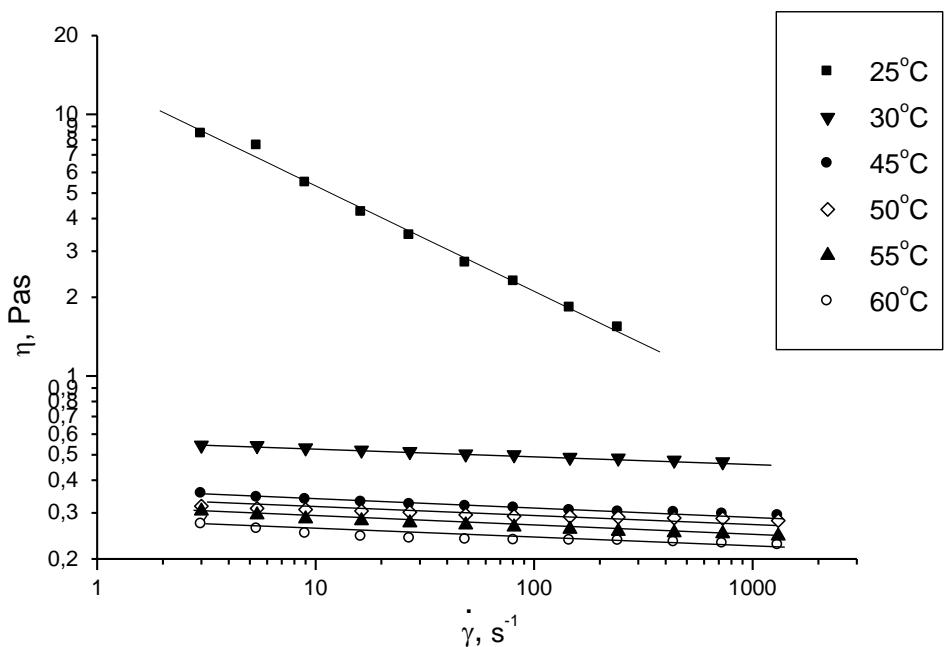
Viskoznost disperznog sistema zavisi od velikog broja parametara: temperature, koncentracije polimera u toluenu, brzine smicanja i udela magnetne komponente u disperziji. Zbog toga se u ovom radu pristupilo analizi uticaja koncentracije, temperature i brzine smicanja na viskoznost EVA u toluenu, a zatim je za odabranu koncentraciju rastvora EVA u toluenu i definisanu temperaturu vršeno ispitivanje uticaja koncentracije i vrste magnetnog praha u disperziji na viskoznost disperzije.

Na sobnoj temperaturi ( $25^{\circ}\text{C}$ ) koncentrovani rastvori EVA u toluenu pokazuju tendenciju da formiraju gel. Sprečavanje pojave formiranja gela može se ostvariti povećavanjem temperature rastvora ili smanjenjem koncentracije rastvora. Izvršena je serija ispitivanja sa ciljem definisanja minimalne temperature za koju rastvor definisane koncentracije EVA u toluenu ne prelazi u gel za vreme kraće od 30 minuta. Određivanje viskoznosti rastvora vršeno je isključivo za rastvore koji ispunjavaju ovaj zahtev.

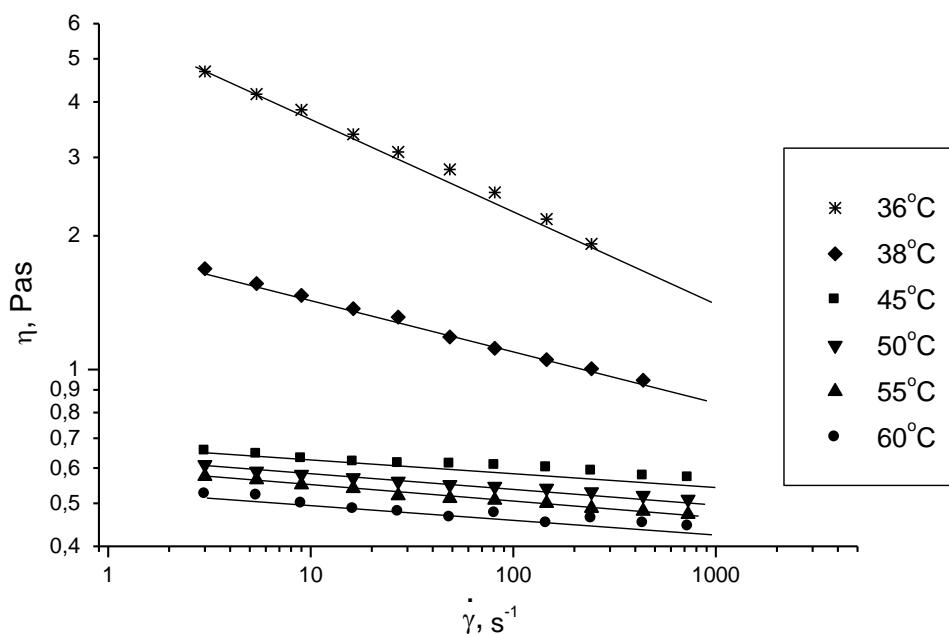
### **3.2.1. Rezultati ispitivanja uticaja temperature i koncentracije na viskoznost rastvora EVA u toluenu**

Ispitan je uticaj temperature na viskoznost EVA u toluenu čije su koncentracije bile 15,0; 17,5; 20,0; 22,5 i 25,0 mas% EVA u toluenu. Za svaki od ovih rastvora merenja su vršena na 45, 50, 55 i  $60^{\circ}\text{C}$ . Pored navedenih temperatura određivanje viskoznosti 15,0% EVA u toluenu vršeno je i na 25 i  $30^{\circ}\text{C}$ , dok su merenja 17,5% rastvora EVA u toluenu vršena i na 36 i  $38^{\circ}\text{C}$ .

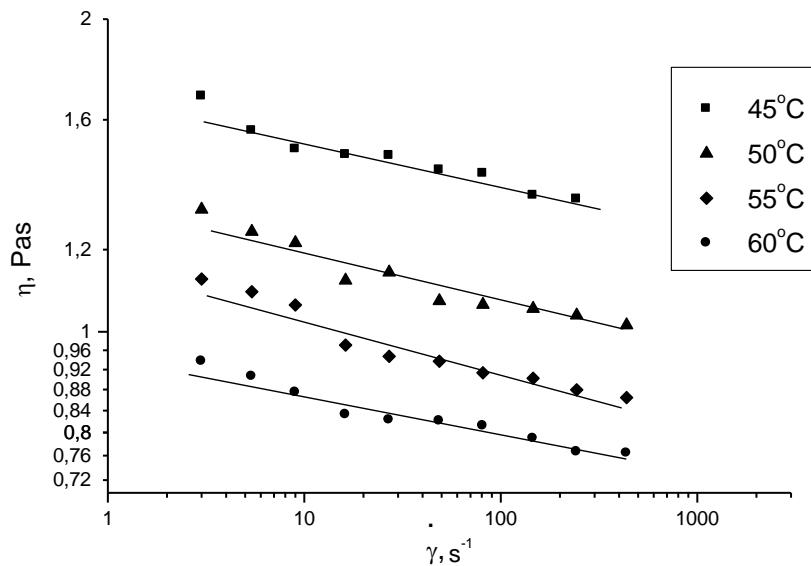
Dobijeni rezultati ispitivanja prikazani su na slikama 3.12- 3.16. kao zavisnosti viskoznosti rastvora od brzine smicanja za svaku ispitivanu temperaturu. Za svaku ispitivanu temperaturu i koncentraciju dobijeni rezultati mogu biti aproksimirani linearnom zavisnošću logaritma viskoznosti od logaritma brzine smicanja. Linearan oblik ovih zavisnosti potvrđuje da se rastvor ponaša po stepenom zakonu (jednačina 1.9.). U tabeli 3.2. prikazane su lineарне zavisnosti dobijene za sve ispitane temperature i koncentracije EVA u toluenu, koeficijent korelacije ovih zavisnosti i izračunati eksponent stepenog zakona  $n$ .



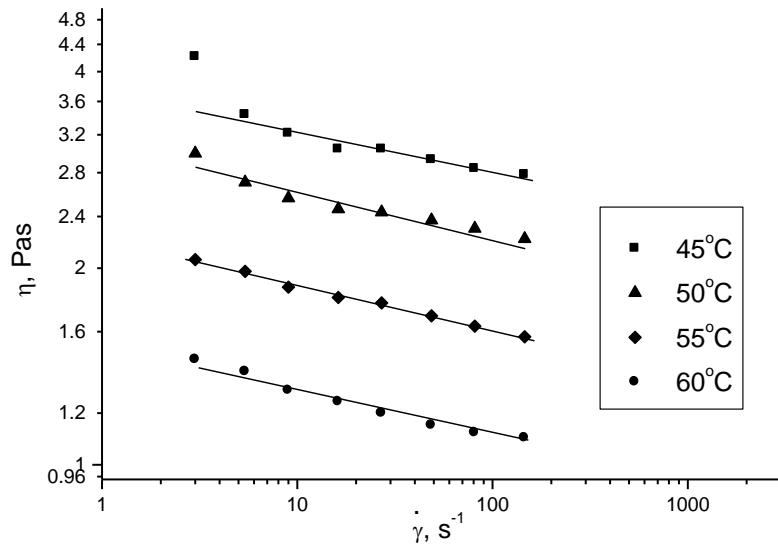
Sl. 3.12. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja na razlicitim temperaturama za 15,0 mas.% rastvor EVA u toluenu



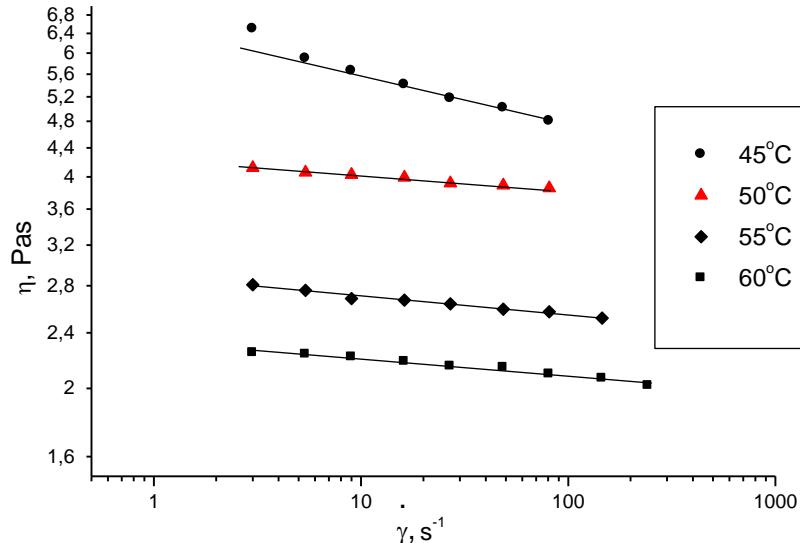
Sl. 3.13. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja na razlicitim temperaturama za 17,5 mas.% rastvor EVA u toluenu



Sl 3.14. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja na razlicitim temperaturama za 20,0mas.% rastvor EVA u toluenu



Sl 3.15. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja na razlicitim temperaturama za 22,5mas.% rastvor EVA u toluenu



Sl. 3.16. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja na razlicitim temperaturama za 25,0mas.% rastvor EVA u toluenu

**Tabela 3.2. Pregled dobijenih zavisnosti logaritma viskoznosti od logaritma brzine smicanja za različite temperature i koncentracije EVA u toluenu**

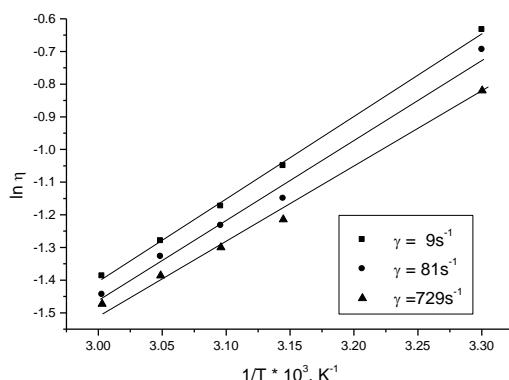
Konc. EVA u toluenu, mas. %	Temperatura, °C	Aproksimirana linearna zavisnost	Koeficijent korelacije	Izračunate vrednosti za $n$
15,0	25	$\log \eta = 1,12969 - 0,40291 \log \gamma$	0,9969	0,597
	30	$\log \eta = -0,24967 - 0,02756 \log \gamma$	0,9945	0,972
	45	$\log \eta = -0,45379 - 0,02587 \log \gamma$	0,9223	0,974
	50	$\log \eta = -0,49161 - 0,01992 \log \gamma$	0,9836	0,980
	55	$\log \eta = -0,52870 - 0,02941 \log \gamma$	0,9950	0,971
	60	$\log \eta = -0,57352 - 0,02485 \log \gamma$	0,9192	0,975
17,5	36	$\log \eta = 0,77072 - 0,19878 \log \gamma$	0,9980	0,801
	38	$\log \eta = 0,30863 - 0,12227 \log \gamma$	0,9912	0,878
	45	$\log \eta = -0,17650 - 0,02264 \log \gamma$	0,9515	0,977
	50	$\log \eta = -0,20615 - 0,02990 \log \gamma$	0,9934	0,970
	55	$\log \eta = -0,22508 - 0,03609 \log \gamma$	0,9939	0,964
	60	$\log \eta = -0,25895 - 0,03555 \log \gamma$	0,8446	0,964
20,0	45	$\log \eta = 0,23913 - 0,04507 \log \gamma$	0,9601	0,955
	50	$\log \eta = 0,12903 - 0,05025 \log \gamma$	0,9620	0,950
	55	$\log \eta = 0,06872 - 0,05386 \log \gamma$	0,9682	0,946
	60	$\log \eta = -0,01906 - 0,03945 \log \gamma$	0,9717	0,961
22,5	45	$\log \eta = 0,56811 - 0,05965 \log \gamma$	0,9722	0,940
	50	$\log \eta = 0,48759 - 0,06847 \log \gamma$	0,9603	0,932
	55	$\log \eta = 0,34378 - 0,06891 \log \gamma$	0,9964	0,931
	60	$\log \eta = 0,19076 - 0,07387 \log \gamma$	0,9884	0,926
25,0	45	$\log \eta = 0,82467 - 0,07507 \log \gamma$	0,9984	0,925
	50	$\log \eta = 0,62417 - 0,020029 \log \gamma$	0,9935	0,980
	55	$\log \eta = 0,45915 - 0,02668 \log \gamma$	0,9907	0,973
	60	$\log \eta = 0,36735 - 0,02422 \log \gamma$	0,9851	0,976

Na osnovu prikazanih rezultata (Sl. 3.12.-3.16. i Tabele 3.2.) može se zaključiti da se rastvori EVA u toluenu za sve ispitane koncentracije (15,0; 17,5; 20,0; 22,5 i 25,0 mas. %) i temperature ispitivanja (45, 50, 55 i 60°C) ponašaju kao strukturno-viskozne tečnosti. Viskoznost ovih rastvora zavisi od brzine smicanja po stepenom zakonu. Eksponent stepene funkcije  $n$ , blizak je jedinici za sve ispitane rastvore i kreće se u intervalu od 0,92

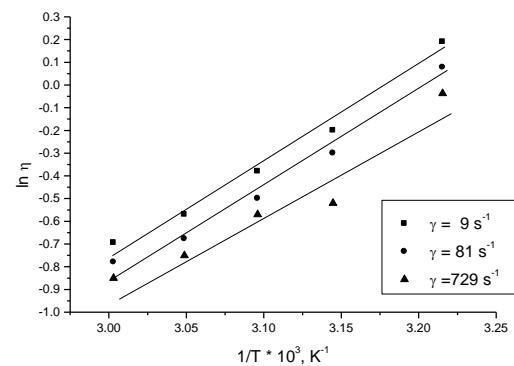
do 0,98. Za rastvore koji su ispitivani na nižim temperaturama utvrđen je sličan tip ponašanja, samo što su odstupanja eksponenta stepene funkcije od jedinice daleko veća ( $n \approx 0,6$  za 15mas.% EVA u toluenu na 25°C i  $n \approx 0,8$  za 17,5mas.% EVA u toluenu na 36°C).

Eksperimentalni podaci dobijeni određivanjem viskoznosti rastvora različitih koncentracija EVA u toluenu iskorišćeni su za određivanje energije aktivacije viskoznog tečenja. Na sl. 3.17.-3.21. prikazane su zavisnosti logaritma viskoznosti ( $\ln \eta$ ) od recipročne vrednosti apsolutne temperature ( $1/T$ ) rastvora pri različitim brzinama smicanja. Za svaku dekadu odabrana je po jedna brzina smicanja.

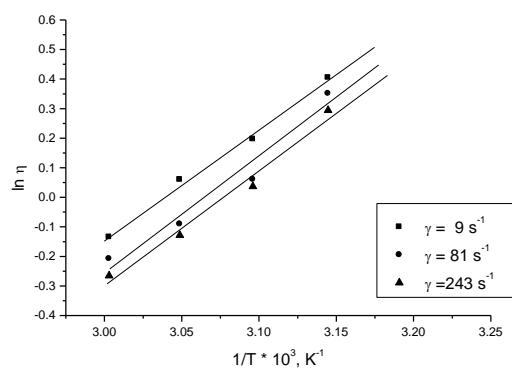
**Zavisnosti  $\ln \eta$  od  $1/T$  za različite brzine smicanja i koncentracije EVA u toluenu**



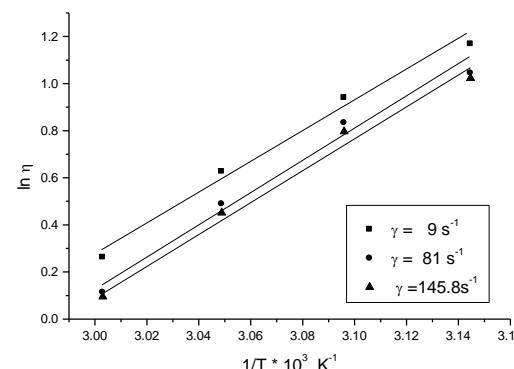
**Sl 3.17. Zavisnost  $\ln \eta$  od  $1/T$  za 15,0% rastvor EVA u toluenu**



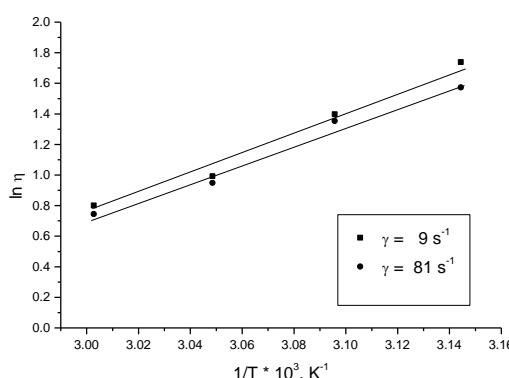
**Sl 3.18. Zavisnost  $\ln \eta$  od  $1/T$  za 17,5% rastvor EVA u toluenu**



**Sl 3.19. Zavisnost  $\ln \eta$  od  $1/T$  za 20,0% rastvor EVA u toluenu**



**Sl 3.20. Zavisnost  $\ln \eta$  od  $1/T$  za 22,5% rastvor EVA u toluenu**



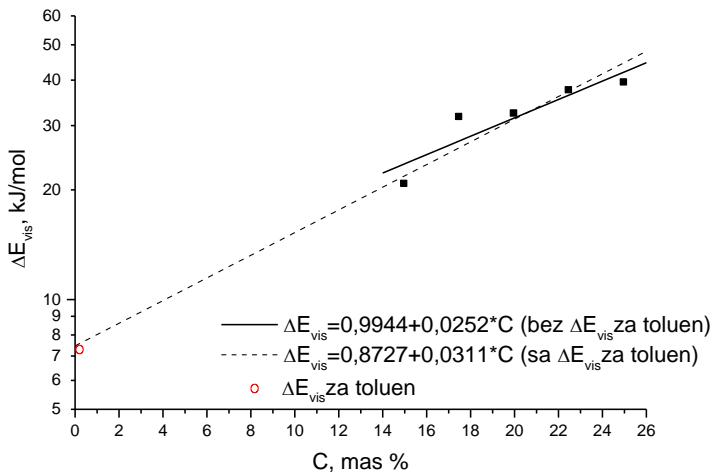
**Sl. 3.21. Zavisnost  $\ln \eta$  od  $1/T$  za 25,0% rastvor EVA u toluenu**

Za svaku ispitivanu koncentraciju EVA u toluenu i brzinu smicanja dobijena je linearne zavisnosti logaritma viskoznosti  $\ln \eta$  od  $1/T$ , a jednačine koje ih opisuju prikazane su u tabeli 3.3., zajedno sa izračunatim energijama aktivacije tečenja i koeficijentom korelacije. Energije aktivacije tečenja određivane su korišćenjem logaritamskog oblika Arenijusove jednačine (jednačina 1.10.)

**Tabela 3.3. Pregled dobijenih zavisnosti logaritma viskoznosti ( $\ln \eta$ ) od recipročne vrednosti absolutne temperature (1/T) za različite koncentracije EVA u toluenu i brzine smicanja**

Koncentracija EVA u toluenu, mas. %	Brzina smicanja ( $\gamma$ ), $s^{-1}$	Aproksimirana linearna zavisnost	Koeficijent korelacije	Energija aktivacije tečenja, kJ/mol
15,0	9	$\ln \eta = -8,88639 + 2494,42 \frac{1}{T}$	0,9950	20,8
	81	$\ln \eta = -8,93548 + 2488,51 \frac{1}{T}$	0,9912	20,7
	729	$\ln \eta = -8,71733 + 2405,28 \frac{1}{T}$	0,9918	20,0
17,5	9	$\ln \eta = -12,46603 + 3896,49 \frac{1}{T}$	0,9638	32,4
	81	$\ln \eta = -12,26879 + 3804,10 \frac{1}{T}$	0,9470	31,6
	729	$\ln \eta = -11,46244 + 3522,18 \frac{1}{T}$	0,9534	29,3
20,0	9	$\ln \eta = -12,03933 + 3912,50 \frac{1}{T}$	0,9974	32,5
	81	$\ln \eta = -11,91422 + 3866,10 \frac{1}{T}$	0,9795	32,3
	243	$\ln \eta = -11,2865 + 3715,55 \frac{1}{T}$	0,9809	30,9
22,5	9	$\ln \eta = -13,32047 + 4601,70 \frac{1}{T}$	0,9793	38,3
	81	$\ln \eta = -13,17871 + 4501,43 \frac{1}{T}$	0,9681	37,4
	145,8	$\ln \eta = -12,78658 + 4350,52 \frac{1}{T}$	0,9804	35,8
25,0	9	$\ln \eta = -13,45293 + 4822,50 \frac{1}{T}$	0,9634	40,1
	81	$\ln \eta = -11,369791 + 4717,94 \frac{1}{T}$	0,9693	39,3

Na osnovu rezultata prikazanih u tabeli 3.3. može se uočiti da energija aktivacije tečenja zavisi od koncentracije rastvora i brzine smicanja. Ilustracije radi na sl. 3.22. prikazana je zavisnost energije aktivacije tečenja ( $\Delta E_{vis}$ ) od koncentracije EVA u toluenu pri brzini smicanja od  $81 s^{-1}$ . Prikazani su rezultati sa i bez literaturne vrednosti [134] za  $\Delta E_{vis}$  toluena (7,15 kJ/mol). Vrednost energija aktivacije tečenja toluena korišćena je kao  $\Delta E_{vis}$  pri koncentraciji C=0. Slični oblici eksponencijalne zavisnosti energije aktivacije dobijeni su i za ispitane brzine smicanja (5,4; 9; 16,2; 27; 48,6; 81; 145,8; 243  $s^{-1}$ ). Pri brzini smicanja od  $3 s^{-1}$  većina merenja je neprecizna, tako da ovi rezultati nisu korelisani kao ni za brzine smicanja od 437,4, 729 i 1390  $s^{-1}$  za koje ne postoje rezultati za veće koncentracije i niže temperature.



**Sl.3.22. Zavisnost energije aktivacije tečenja od koncentracije EVA u toluenu, pri brzini smicanja od  $81\text{s}^{-1}$**

Rezultati dobijeni pri određivanju zavisnosti viskoznosti rastvora EVA u toluenu od koncentracije rastvora, temperature i brzine smicanja podvrgnuti su regresionej analizi. Korišćen je programski paket "Mathematica 2.2" [135] koji je omogućio definisanje najjednostavnije zavisnosti oblika:

$$\eta_{C,T,\dot{\gamma}} = f(C, T, \dot{\gamma}) \quad (3.1)$$

gde su:

C - koncentracija rastvora EVA u toluenu (maseni udeo kg/kg)

T - apsolutna temperatura (K)

$\dot{\gamma}$  - brzina smicanja ( $\text{s}^{-1}$ )

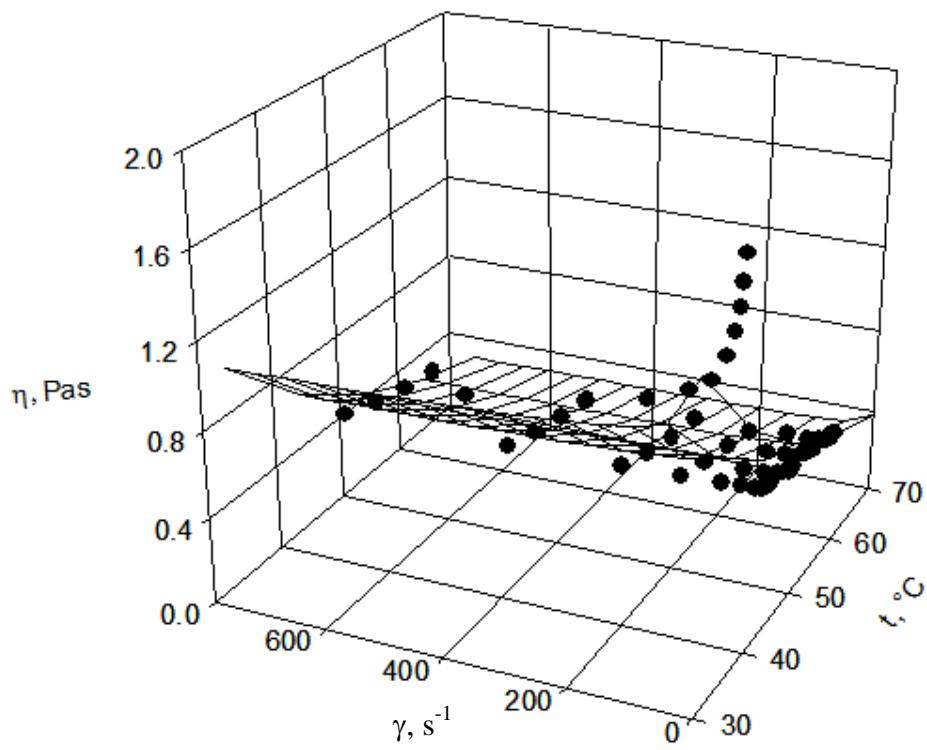
$\eta_{C,T,\dot{\gamma}}$  - viskoznost rastvora EVA u toluenu koncentracije C, pri brzini smicanja  $\dot{\gamma}$ , na temperaturi T

Dobijena je zavisnost:

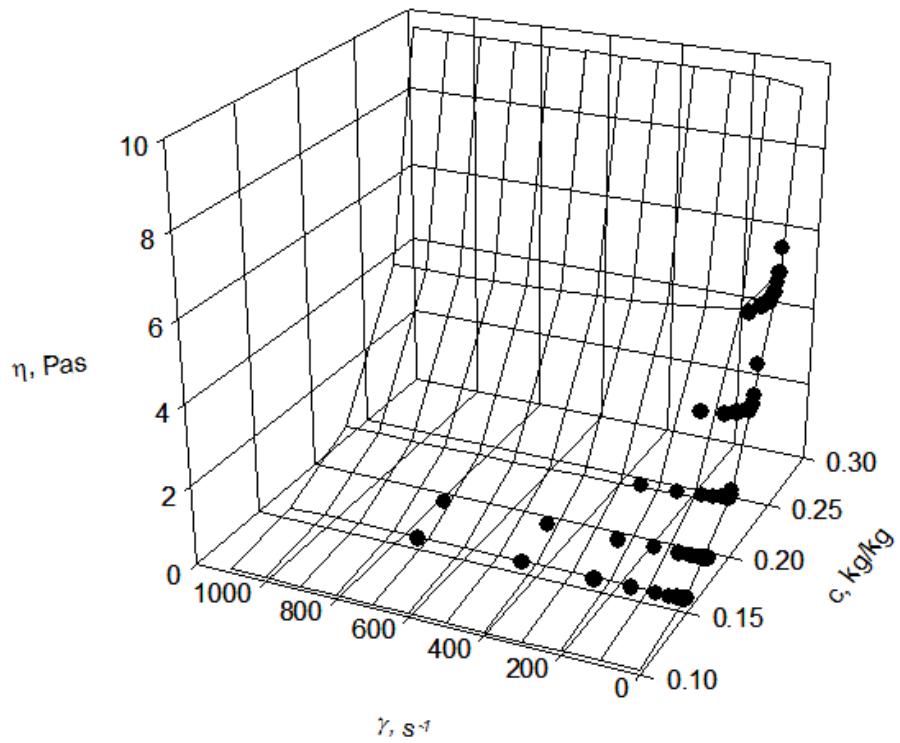
$$\ln \eta_{C,T,\dot{\gamma}} = -15,6564 + 25,9915 \cdot C + 3473,7 \cdot \frac{1}{T} - 0,0419032 \cdot \ln \dot{\gamma} \quad (3.2)$$

Ova zavisnost pokazuje veoma dobro slaganje sa eksperimentalnim rezultatima [136], jer koeficijent korelacije iznosi 0,98785, dok je varijansa 0,0203092.

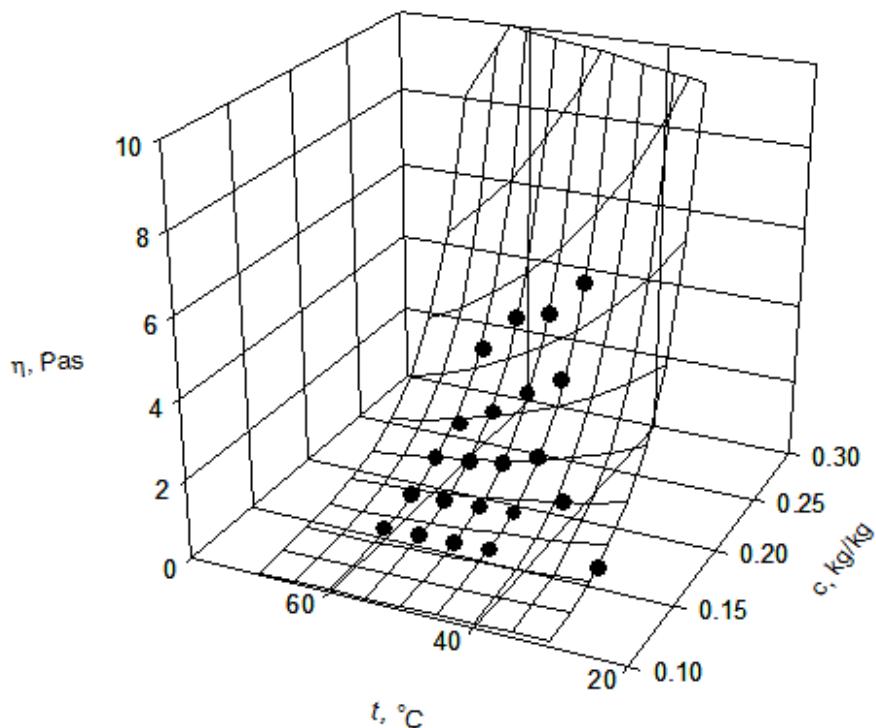
Na slikama 3.23-3.25. prikazana je zavisnost 3.2. zajedno sa eksperimentalnim rezultatima. Na sl. 3.23. data je zavisnost viskoznosti rastvora od temperature i brzine smicanja za 17,5 mas.% rastvor EVA u toluenu. Za konstantnu temperaturu ( $45^\circ\text{C}$ ) data je zavisnost viskoznosti rastvora od koncentracije EVA u toluenu i brzine smicanja (sl. 3.24), dok je zavisnost viskoznosti od koncentracije EVA u toluenu i temperature prikazana na sl. 3.25. za brzinu smicanja od  $81\text{s}^{-1}$ .



*Sl 3.23. Zavisnost viskoznosti od temerature i brzine smicanja za 17,5mas.% rastvor EVA u toluenu*



*Sl 3.24. Zavisnost viskoznosti od koncentracije EVA u toluenu i brzine smicanja, na 45°C*



*Sl. 3.25. Zavisnost viskoznosti od temperature i koncentracije EVA u toluenu pri brzine smicanja od  $81\text{s}^{-1}$*

Sve navedene zavisnosti (Tabela 3.2 i jednačina 3.2.) važe unutar intervala koncentracija EVA u toluenu od 15 do 25 mas.% i odgovarajućih temperatura ispitivanja. Povećanjem koncentracije rastvora ili snižavanjem radne temperature može se preći iz oblasti rastvora u oblast gela, za koji prikazane analize ne važe.

S obzirom da se dodavanjem magnetnog praha rastvoru EVA u toluenu viskoznost disperzije povećava [76-83], a da vrednost viskoznosti disperzije treba da se kreće u intrevalu od 0,8-1,4 Pas [129-133] koja omogućava formiranje ravnomerne prevlake, ispitivanja viskoznosti disperzija su bila usmerena na ispitivanje disperzija, koje mogu da zadovolje taj uslov. Pored toga, s obzirom da se menjanjem bilo kog parametara: temperature, koncentracije polimera u toluenu, brzine smicanja, udela magnetne komponente u disperziji može da ostvari željena viskoznost, osnovna ideja je bila da se odredi minimalna temperatura pri kojoj se pri radnim brzinama smicanja u uređaju za prevlačenje može ostvariti viskoznost, koja omogućava formiranje ravnomerne prevlake, uz uslov da ne dolazi do formiranja gela, za vreme kraće od 1h. Za preciznu kontrolu uslova prevlačenja neophodno je održavati konstantnu koncentraciju rastvora sa što manjim odstupanjima. Do promene koncentracije može doći usled isparavanja toluena koje se povećava sa povišenjem temperature. Konstrukcija laboratorijskog uređaja za prevlačenje nije u potpunosti mogla da spreči isparavanje toluena. Zbog toga je povoljnije vršiti prevlačenje na nižim temperaturama.

Pri kretanju optičkog vlakna određenom brzinom kroz uređaj za prevlačenje uspostavlja se gradijent brzine. U smeru normalnom na pravac kretanja vlakna brzina kretanja fluida-disperzije se menja od vrednosti 0 na zidu dizne do brzine  $v$  kojom se kreće vlakno.

Ukoliko usvojimo pretpostavku da je brzina smicanja jednaka gradijentu brzine, tada se brzina smicanja  $\dot{\gamma}$  može izračunati na osnovu sledećih uprošćavanja:

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dx} \approx \frac{\Delta v}{\Delta x} = \frac{v_{prev} - v_0}{d_{diz} - d_{ov}} = \frac{2v_{prev}}{d_{diz} - d_{ov}} \quad (3.3)$$

gde su:

$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dx}$  - brzina smicanja

$v_{prev}$  -brzina prevlačenja

$v_0$  -brzina na zidu dizne

$d_{diz}$  -prečnik dizne

$d_{ov}$  -prečnik osnovnog vlakna

Poznajući geometrijske karakteristike vlakna ( $d_{ov} \approx 245 \mu m$ ) i uređaja za prevlačenje ( $d_{diz}=0,5 mm$ ) dobija se da se u oblasti brzina prevlačenja koje se mogu kontrolisati korišćenjem laboratorijskog uređaja (sl. 2.3.) od  $1,5 \cdot 10^{-4}$  do  $5 \cdot 10^{-1} m/s$  ostvaruju brzine smicanja od  $1-4000 s^{-1}$ .

Da bi se ispunili svi navedeni zahtevi iz serije ispitanih rastvora EVA u toluenu (15-25mas.%) i opsega ispitanih temperatura (25-60°C) izabrane su dve kombinacije koncentracija rastvora i radnih temperatura koje su u daljem radu poslužile za formiranje disperzija magnetnih prahova, a koje omogućavaju formiranje kvalitetne i repetitivne kompozitne prevlake na optičkom vlaknu. To su 17,5 % rastvor EVA u toluenu na 38°C i 20,0 % rastvor EVA u toluenu u intervalu 45-55°C.

### 3.2.2. Rezultati ispitivanja uticaja koncentracije i vrste magnetnog praha na viskoznost disperzije magnetnog praha u rastvoru EVA u toluenu

Ispitivanja uticaja koncentracije dispergovane čvrste faze na viskoznost disperzije vršena su za obe vrste magnetnih materijala korišćenih za formiranje kompozitne prevlake za Ba-ferit i SmCo<sub>5</sub>.

Količina dispergovanih magnetnih prahova izražavana je u zapreminskim udelima čvrste faze ( $\varphi$ ) u disperziji.  $\varphi$  predstavlja odnos zapremina čvrste faze prema ukupnoj zapremini disperzije. Ispitivanja su vršena kod obe vrste magnetnih prahova za iste vrednosti zapreminskih udela čvrste faze ( $\varphi$ ) u disperziji, koje su određivane na osnovu jednakosti:

$$\varphi = \frac{V_p}{V_s} = \frac{V_p}{V_r + V_p} = \frac{\frac{m_p}{\rho_p}}{\frac{m_r}{\rho_r} + \frac{m_p}{\rho_p}} \quad (3.4)$$

gde su:

$V_p$ - zapremina praha	$m_r$ - masa rastvora
$V_s$ - zapremina suspenzije	$\rho_p$ - gustina praha
$V_r$ - zapremina rastvora	$\rho_r$ - gustina rastvora
$m_p$ - masa praha	

Za izračunavanje su korišćeni literaturni podaci za gustine magnetnih prahova [54, 113], dok je gustina rastvora određivana pomoću piknometra [71]. Za 17,5mas.% rastvor EVA u toluenu izmerena je gustina  $\rho_r=882 \text{ kg/m}^3$ , dok je gustina 20,0mas.% rastvora iznosila  $\rho_r=884 \text{ kg/m}^3$ .

U cilju određivanja sastava očvrsle kompozitne prevlake izведен je niz početnih eksperimenata sa uzorcima odgovarajućih disperzija. Gravimetrijski je utvrđeno da je količina zaostalog toluena u očvrsloj prevlaci zanemarljiva, da celokupna količina toluena ispari [116]. Stoga se za sastav kompozitne prevlake može uzeti međusobni odnos magnetnog praha i polimera.

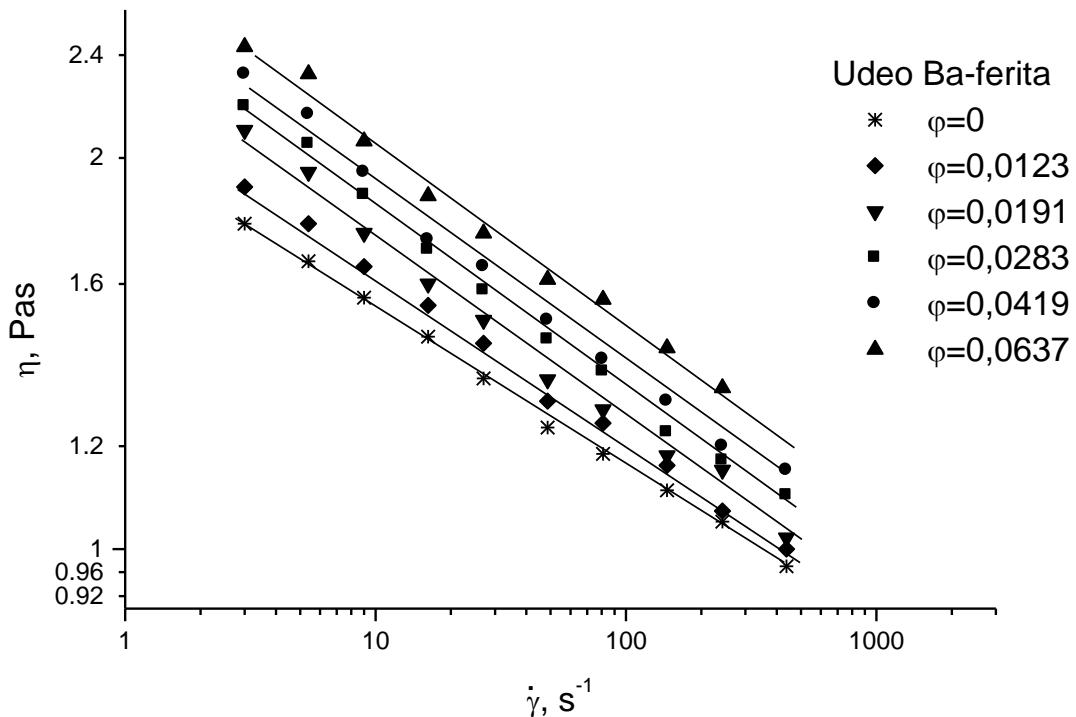
Kvalitet čestica Ba-ferita definisan je u poglavlju 3.1.2. Srednja veličina čestica je oko 1,5 $\mu\text{m}$  pri čemu je minimalna veličina čestica 0,6 $\mu\text{m}$ , a maksimalna 2,5 $\mu\text{m}$ .

Kvalitet čestica SmCo<sub>5</sub> definisan je u poglavlju 3.1.3. Srednja veličina čestica je 5,4 $\mu\text{m}$  pri čemu je minimalna veličina čestica 1 $\mu\text{m}$ , a maksimalna 35 $\mu\text{m}$ .

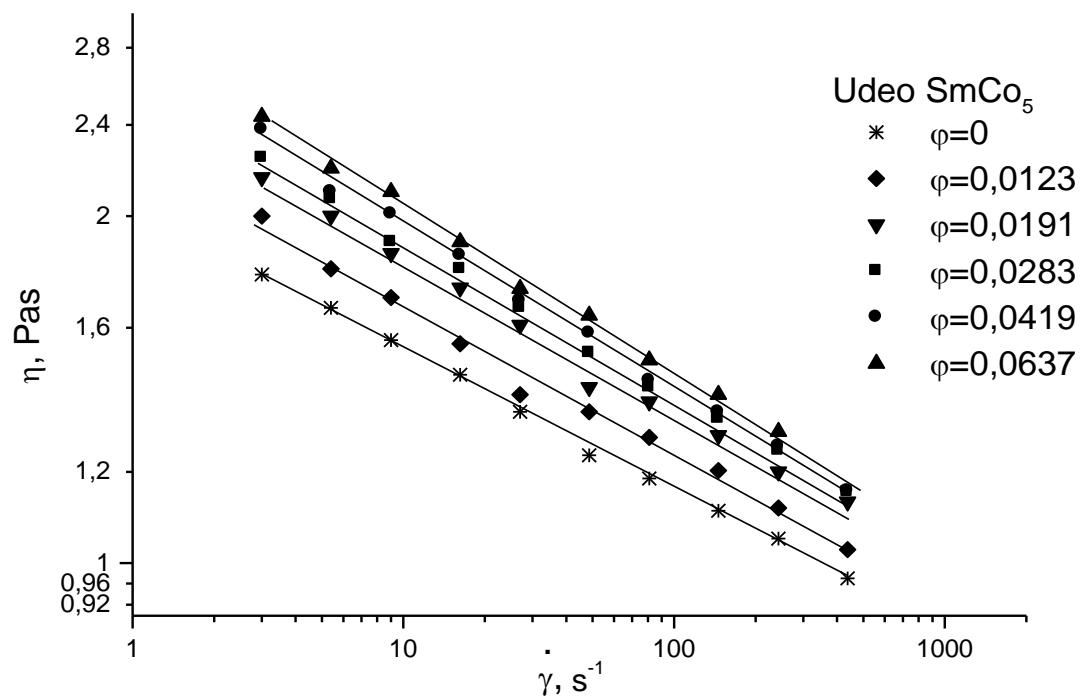
Kod prve serije ispitivanja disperzije su formirane tako što su čestice praha odabranog magnetnog materijala dispergovane u 17,5 % rastvoru EVA u toluenu. Temperatura ispitivanja iznosila je  $38\pm0,5^\circ\text{C}$ . Ispitane su disperzije, koje sadrže sledeće zapreminske udele magnetnog praha u disperziji: 0,0123; 0,0191; 0,0283; 0,0419 i 0,0637. Za obe vrste magnetnih prahova (Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub>) ispitivanja su vršena za svaku od navedenih koncentracija.

Druga grupa ispitivanja odnosila se na disperziju sa 0,0323 zapreminskih udela Ba-ferita dispergovanih u 20,0mas.% rastvoru EVA u toluenu, koja omogućava formiranje kompozitne prevlake sa 50mas.% Ba-ferita. Ispitivanja su vršena na 45, 50 i 55°C.

Rezultati dobijeni određivanjem viskoznosti 17,5 % rastvora EVA u toluenu kao i viskoznosti disperzija sa različitim sadržajem Ba-ferita prikazani su na sl. 3.26. Dobijene vrednosti viskoznosti disperzija sa različitim sadržajem  $\text{SmCo}_5$  prikazane su na sl. 3.27. Odgovarajuće linearne zavisnosti logaritma viskoznosti, koeficijent korelacije, kao i vrednosti eksponenta stepene funkcije  $n$  date su za oba ispitana praha u tabeli 3.4.



*Sl 3.26. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja i zapreminskega udela Ba-ferita u disperziji, za različite disperzije Ba-ferita u 17,5% rastvoru EVA u toluenu, na temperaturi od 38 °C*



*Sl. 3.27. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja i zapreminskega udela  $\text{SmCo}_5$  u disperziji, za različite disperzije  $\text{SmCo}_5$  u 17,5% rastvoru EVA u toluenu, na temperaturi od 38 °C*

**Tabela 3.4. Pregled dobijenih zavisnosti logaritma viskoznosti disperzija od logaritma brzine smicanja, za različite zapreminske udele Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub> u disperziji**

Vrsta magnetnog praha	Zapreminska udio praha u disperziji, $\varphi$	Aproksimirana linearna zavisnost	Koeficijent korelacije	Izračunata vrednost $n$
bez magnetnog praha	0	$\log \eta = 0,30863 - 0,12227 \cdot \log \gamma$	0,9912	0,878
<b>BaO·6Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,0123	$\log \eta = 0,34276 - 0,13024 \cdot \log \gamma$	0,9916	0,870
	0,0191	$\log \eta = 0,38361 - 0,14252 \cdot \log \gamma$	0,9962	0,857
	0,0283	$\log \eta = 0,40785 - 0,14279 \cdot \log \gamma$	0,9982	0,857
	0,0419	$\log \eta = 0,42850 - 0,14518 \cdot \log \gamma$	0,9962	0,855
	0,0637	$\log \eta = 0,45117 - 0,14539 \cdot \log \gamma$	0,9951	0,855
<b>SmCo<sub>5</sub></b>	0,0123	$\log \eta = 0,34786 - 0,12603 \cdot \log \gamma$	0,9987	0,874
	0,0191	$\log \eta = 0,39324 - 0,13007 \cdot \log \gamma$	0,9950	0,870
	0,0283	$\log \eta = 0,41242 - 0,13347 \cdot \log \gamma$	0,9944	0,867
	0,0419	$\log \eta = 0,42762 - 0,13752 \cdot \log \gamma$	0,9905	0,862
	0,0637	$\log \eta = 0,45021 - 0,14118 \cdot \log \gamma$	0,9941	0,859

Sa porastom zapreminskog udela čvrste faze u disperziji raste viskoznost disperzija obe vrste magnetnih prahova dispergovanih u rastvoru EVA u toluenu. Takođe se uočava da sa porastom udela čvrste faze u disperziji opada i eksponent  $n$ .

Upoređivanjem zavisnosti koje su dobijene pri istom zapreminskom udelu različitih magnetnih prahova može se konstatovati da su za disperziju barijum ferita dobijene niže vrednosti viskoznosti pri manjim brzinama smicanja nego za SmCo<sub>5</sub>. Na osnovu toga se može zaključiti da krupnije čestice SmCo<sub>5</sub> u većoj meri povećavaju viskoznost disperzije od čestica Ba-ferita. S druge strane sitnije čestice Ba-ferita imaju niže vrednosti eksponenta  $n$ , što znači da ponašanje disperzije Ba-ferita u većoj meri odstupa od njutnovskog ponašanja, od odgovarajuće disperzije SmCo<sub>5</sub>.

Analizirajući dobijene rezultate za svaku brzinu smicanja i za svaki zapreminska udio oba magnetna praha želelo je da se utvrdi da li je moguće aproksimirati dobijene zavisnosti viskoznosti od zapreminskog udela čvrste faze sledećim oblikom Ajnštajnovne jednačine [65]:

$$\dot{\eta}_{dis}^{\gamma} = \dot{\eta}_{rastv}^{\gamma} (1 + k_e \cdot \varphi) \quad (3.5.)$$

gde su:

$\dot{\eta}_{dis}^{\gamma}$  - viskoznost disperzije na datoј brzini smicanja  $\gamma$

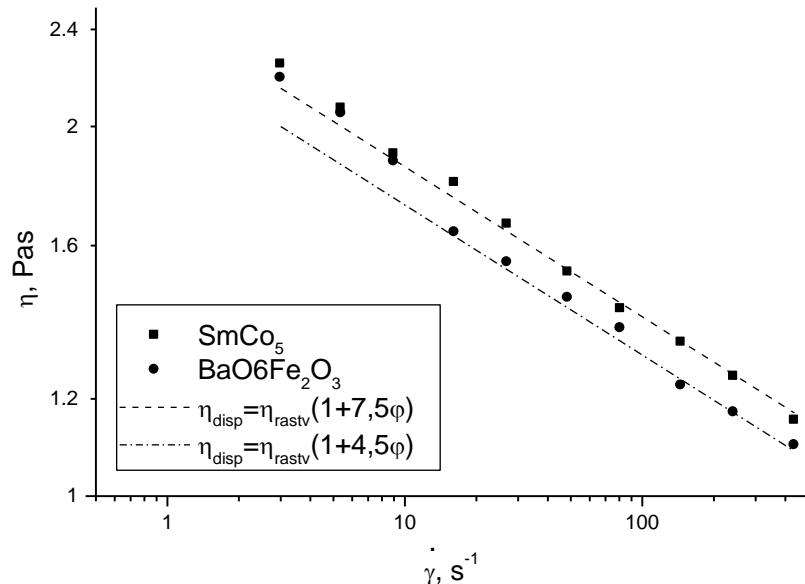
$\dot{\eta}_{rastv}^{\gamma}$  - viskoznost rastvora na datoј brzini smicanja  $\gamma$

$k_e$  - Ajnštajnova konstanta

$\varphi$  - zapreminska udio čvrste faze

Izvršeno je fitovanje dobijenih rezultata za različite vrednosti konstante  $k_e$ . Najbolje slaganje eksperimentalnih rezultata, za sve ispitane zapreminske udele magnetnih komponenti, dobijeno je kada su korišćene vrednosti  $k_e = 4,5$  za barijum feritni prah  $k_e = 7,5$  za  $\text{SmCo}_5$ . Ove zavisnosti sa zadovoljavajućom tačnošću važe za brzine smicanja veće od  $10\text{s}^{-1}$ , dok su odstupanja pri manjim brzinama smicanja veća.

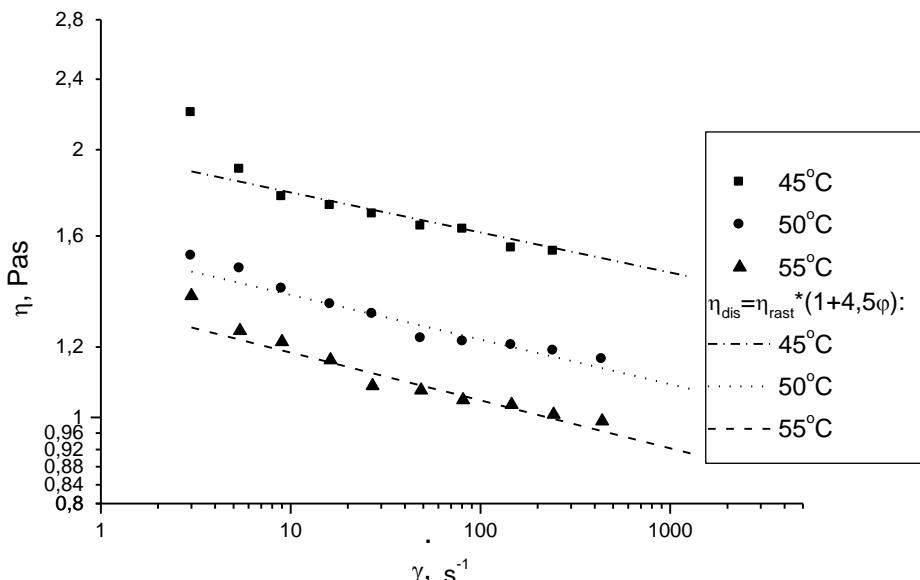
Na sl. 3.28. prikazani su eksperimentalni rezultati dobijeni za disperzije koje sadrže 0,0283 zapreminske udela oba magnetna praha Ba-ferita i  $\text{SmCo}_5$ , kao i zavisnost 3.4. za  $k_e = 4,5$  i 7,3.



*Sl. 3.28. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja za disperzije koje sadrže 0,0283 zapreminske udela magnetnog praha u disperziji formiranoj u 17,5 mas.% rastvoru EVA u toluenu na 38 °C*

Dobijena veća vrednost koeficijenta  $k_e = 7,5$  kod disperzija koje sadrže  $\text{SmCo}_5$  prah u odnosu na odgovarajuće disperzije koje sadrže prah Ba-ferita ( $k_e = 4,5$ ) ukazuje da čestice praha  $\text{SmCo}_5$  u većoj meri odstupaju od sfernog oblika od čestica Ba-ferita.

Određivanje viskoznosti disperzija koje su dobijene korišćenjem 20,0 mas.% rastvora EVA u toluenu vršeno je samo za 0,0323 zapreminske udelu praha Ba-ferita na temperaturama 45, 50 i 55 °C. Na slici 3.29. prikazani su rezultati ovih ispitivanja kao i odgovarajuće prave  $\eta_{dis} = \eta_{rast}(1 + 4,5 \cdot \varphi)$ .



**Sl. 3.29. Zavisnost viskoznosti od brzine smicanja za disperzije koje sadrže 0,0323 zapreminskih udela Ba-ferita u disperziji formiranoj u 20mas.% rastvoru EVA u toluenu na razlicitim temperaturama**

U Tabeli 3.5. prikazane su aproksimirane linearne zavisnosti logaritma viskoznosti od logaritma brzine smicanja za disperzije sa 0,0323 zapreminskih udela Ba-ferita. Ba-ferit je dispergovan u 20mas.% rastvoru EVA u toluenu. Merenja su vršena na razlicitim temperaturama.

**Tabela 3.5. Pregled dobijenih zavisnosti logaritma viskoznosti disperzija od logaritma brzine smicanja ( $\varphi=0,0323$  Ba-ferita), za razlicite temperature**

Temperatura, °C	Aproksimirana linearna zavisnost	Koeficijent korelacije	Izračunata vrednost n
45	$\log \eta = 0,29384 - 0,04923 \cdot \log \gamma$	0,9787	0,954
50	$\log \eta = 0,15809 - 0,02979 \cdot \log \gamma$	0,9323	0,970
55	$\log \eta = 0,0855 - 0,02893 \cdot \log \gamma$	0,9934	0,971

Disperzije formirane korišćenjem praha Ba-ferita dispergovanih u 20,0mas.% rastvora EVA u toluenu, pokazuju veoma dobro slaganje sa Ajnštajnovom jednačinom. Kod ovih disperzija koeficijent Ajnštajbove jednačine koji pokazuje najbolje slaganje sa eksperimentalnim rezultatima (za brzine smicanja veće od  $10\text{s}^{-1}$ ) iznosi  $k_e=4,5$ . Iste vrednosti koeficijenta  $k_e=4,5$  dobijaju se kako za disperzije formirane sa 17,5 i 20,0mas.% EVA u toluenu. Zbog toga je kod numeričke simulacije procesa prevlačenja optičkog vlakna kompozitnom prevlakom EVA/Ba-ferit, Ajnštajnova jednačina (za  $k_e=4,5$ ) korišćena za izračunavanje viskoznosti disperzija čija viskoznost nije merena, a koje su formirane sa rastvorima čija je viskoznost merena.

Zaključak dobijen nakon serije reoloških ispitivanja da se korišćeni rastvori EVA u toluenu i odgovarajuće disperzije magnetnih prahova u ovim rastvorima ponašaju u skladu sa stepenim zakonom za ispitane temperature i koncentracije je veoma značajan. Naime, u referenci [73] utvrđeno je da upravo rastvori ili rastopi koji se ponašaju po stepenom zakonu omogućavaju formiranje ravnomerne prevlake.

### **3.3. REZULTATI MIKROSKOPSKIH ISPITIVANJA OPTIČKIH VLAKANA SA KOMPOZITNOM PREVLAKOM**

U cilju utvrđivanja uticaja procesnih parametara procesa prevlačenja optičkog vlakna kompozitnom prevlakom na ravnomernost, homogenost i debljinu kompozitne feromagnetne prevlake vršena su mikroskopska ispitivanja dobijenih vlakana. Ispitan je uticaj brzine prevlačenja, vrste i koncentracije magnetnog praha. Prevlačenje je vršeno disperzijama sa različitim zapreminskim udelima praha Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub> dispergovanih u 17,5mas.% rastvoru EVA u toluenu, na 38±0,5°C.

Posebna pažnja bila je usmerena na kvantitativno ispitivanje ravnomernosti debljine kompozitne prevlake. Vršena je matematičko-statistička obrada rezultata dobijenih merenjem prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom. Kao kriterijum za definisanje ravnomernosti debljine kompozitne prevlake usvojena je vrednost standardne devijacije najverovatnijeg prečnika kompozitne prevlake. Kompozitna prevlaka ima utoliko ravnomerniju debljinu, ukoliko je standardna devijacija (*sd*) manja.

U tabelama 3.6. i 3.7. prikazani su uslovi izrade optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom. Vrednosti za viskoznost disperzija kojim se vršilo prevlačenje izračunavane su korišćenjem korelacionih zavisnosti viskoznosti od brzine smicanja (tabela 3.4.). Za određenu brzinu prevlačenja, brzina smicanja disperzije u uređaju za prevlačenje je određivana korišćenjem jednačine 3.3.

Maseni udio polimerne i magnetne komponente kompozitne prevlake izračunavan je kao međusobni odnos polimera i magnetnog praha, s obzirom da tokom sušenja dolazi do potpunog isparavanja toluena [129-133]. Zapreminske udeli konstituenata kompozitne prevlake izračunavani su na osnovu njihovih masenih udela, korišćenjem podataka za gustine polimera i magnetnih prahova [21, 54, 113].

**Tabela 3.6. Uslovi izrade optičkog vlakna sa različitim udelima Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci (prah dispergovan u 17,5mas. EVA % rastvoru u toluenu; radna temperatura 38 ±0,5 °C)**

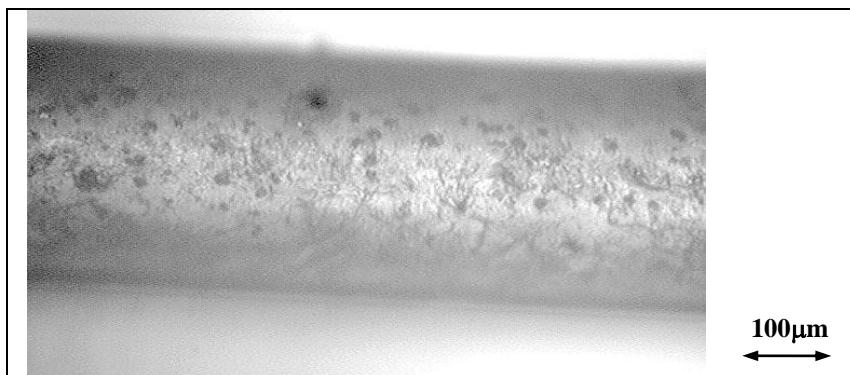
R.br. uzorka	v·10 <sup>2</sup> m/s	Disperzija					Očvrsli kompozit			
		EVA mas%	Ba-ferit mas%	Toluen mas%	φ m <sup>3</sup> / m <sup>3</sup>	η Pas	EVA mas%	zap%	Ba-ferit mas%	zap%
1.1.	1,0	16,3	7,0	76,7	0,0123	1,25	70,0	92,8	30,0	7,2
1.2.	2,0					1,14				
1.3.	3,0					1,08				
1.4.	4,0					1,04				
1.3.	5,0					1,01				
1.6.	1,0	15,7	10,4	73,9	0,0191	1,30	60,0	89,3	40,0	10,7
1.7.	2,0					1,18				
1.8.	3,0					1,11				
1.9.	4,0					1,07				
1.10.	6,0					1,01				
1.11.	2,0	14,9	14,9	70,2	0,0283	1,24	50,0	84,7	50,0	15,3
1.12.	3,0					1,17				
1.13.	4,0					1,13				
1.14.	7,0					1,04				
1.13.	15,0					0,93				
1.16.	1,0	13,9	20,8	65,3	0,0419	1,42	40,0	78,7	60,0	21,3
1.17.	2,0					1,29				
1.18.	3,0					1,21				
1.19.	4,0					1,16				
1.20.	6,0					1,10				
1.21.	2,0	12,4	29,0	58,6	0,0637	1,50	30,0	70,4	70,0	29,6
1.22.	3,0					1,28				
1.23.	4,0					1,23				
1.24.	5,0					1,19				
1.23.	8,0					1,11				

**Tabela 3.7. Uslovi izrade optičkog vlakna sa različitim udelima  $SmCo_5$  u kompozitnoj prevlaci (prah dispergovan u 17,5mas. EVA % rastvoru u toluenu; radna temperatura  $38 \pm 0,5$  °C)**

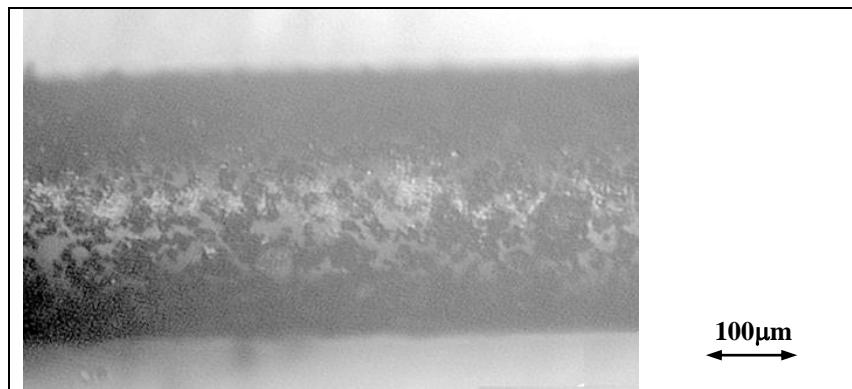
R.br. uzorka	$v \cdot 10^2$ m/s	Disperzija					Očvrsli kompozit			
		EVA mas%	SmCo <sub>5</sub> mas%	Toluen mas%	$\phi$ $m^3/m^3$	$\eta$ Pas	EVA mas%	zap%	SmCo <sub>5</sub> mas%	zap%
2.1	2,0	15,6	10,8	73,6	0,0123	1,18	59,2	92,8	40,8	7,2
2.2	3,0					1,12				
2.3	4,0					1,08				
2.4	5,0					1,05				
2.5	2,0	14,7	15,8	69,5	0,0191	1,28	48,3	89,3	51,7	10,7
2.6	3,0					1,21				
2.7	4,0					1,17				
2.8	5,0					1,13				
2.9	2,0	13,7	21,9	64,4	0,0283	1,31	38,4	84,7	61,6	15,3
2.10	3,0					1,24				
2.11	4,0					1,20				
2.12	5,0					1,16				
2.13	2,0	12,3	29,7	58,0	0,0419	1,33	29,3	78,7	70,7	21,3
2.14	3,0					1,26				
2.15	4,0					1,21				
2.16	5,0					1,17				

Svi dobijeni uzorci podvrnuti su mikroskopskim ispitivanjima. Kvalitet kompozitne prevlake biće prikazan samo za neke karakteristične uzorce za obe vrste magnetnog praha.

Na sl. 3.30. prikazan je uzorak 1.3 koji sadrži 7,2 zap.% Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci, kao primer najmanje koncentracije magnetnog praha u očvrsloj kompozitnoj prevlaci. Na sl. 3.31. uzorak 1.22 koji sadrži 29,6 zap.% Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci, kao primer najveće koncentracije Ba-ferita u očvrsłom kompozitu. Oba uzorka su dobijena pri brzini prevlačenja od  $3,0 \cdot 10^{-2}$  m/s [137].



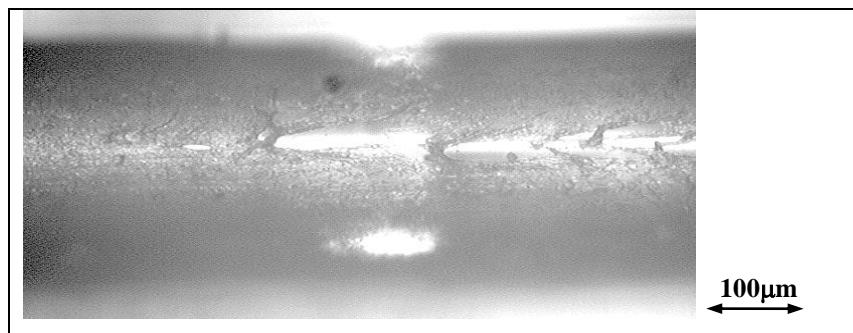
**Sl. 3.30. Mikrofotografija uzorka 1.3.  
(7,2 zap.% Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci,  $v = 3,0 \cdot 10^{-2}$  m/s)**



*Sl. 3.31. Mikrofotografija uzorka 1.22.  
(29,6 zap.% Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci,  $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )*

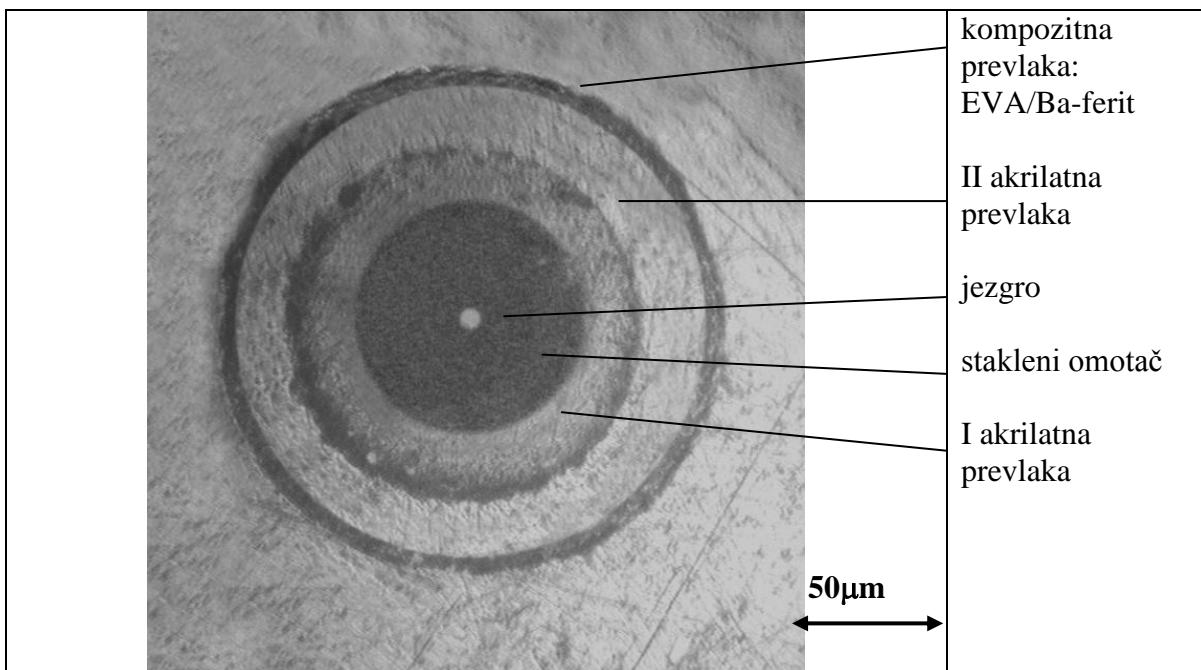
Sa porastom udela magnetne komponente povećava se prisustvo aglomerata čestica barijum-ferita koji su posledica magnetičnosti praha i sa većim sadržajem praha ova neželjena pojava je izraženija.

Prikazana je i mikrofotografija uzorka 1.15 sa 15,3 zap.% Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci dobijenog pri brzini prevlačenja od  $1,5 \cdot 10^{-1} \text{ m/s}$ . To je jedini uzorak koji je ispitivan pri većim brzinama prevlačenja. Kod ovog uzorka prevlaka nije bila suva kad je došla do valjaka mehanizma za ravnometerno spuštanje vlakna (sl. 2.3.) i zbog toga se kompozitna prevlaka skidala. Mestimično skidanje kompozitne prevlake uočava se na mikrofotografiji (slika 3.32.).



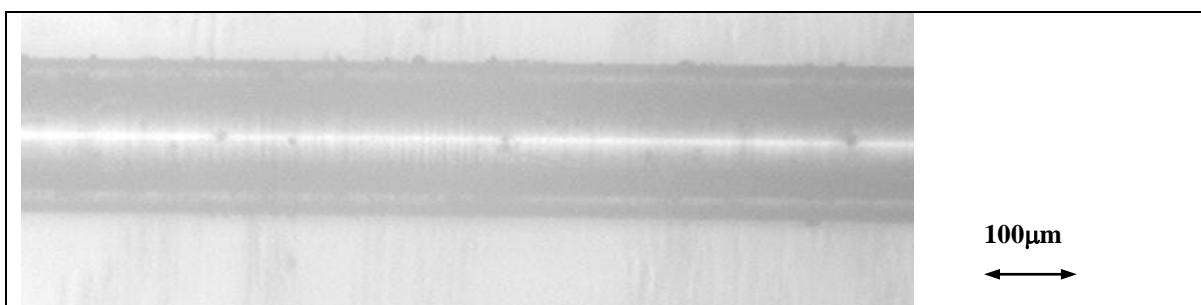
*Sl. 3.32. Mikrofotografija uzorka 1.15.  
(15,3 zap.% Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci,  $v = 1,5 \cdot 10^{-1} \text{ m/s}$ )*

Na sl.3.33. prikazan je poprečni presek uzorka 1.12. (15,3 zap.% Ba-ferita,  $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ ) na kome se jasno uočava koncentričnost prevlake polimer-magnetni prah. Prevlaka je tanka, čestice magnetnog praha su dobro dispergovane i ne uočavaju se aglomerati.

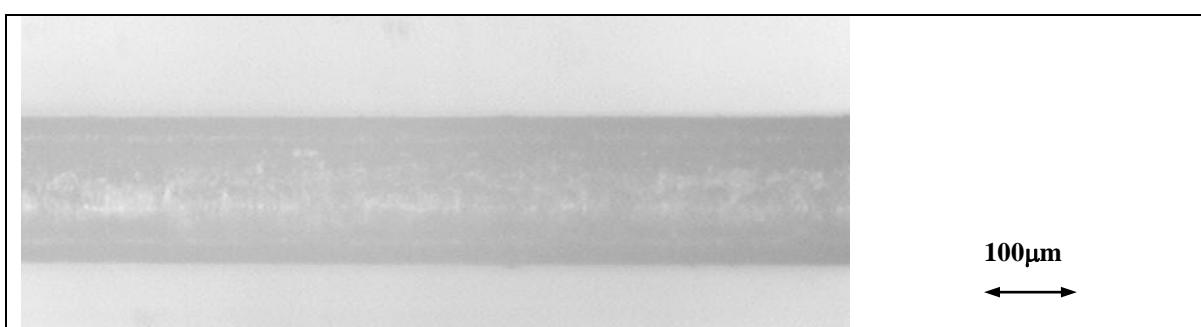


*Sl. 3.33. Mikrofotografija uzorka 1.12.  
(15,3 zap. % Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci,  $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )*

Za uzorke koji sadrže prah SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci [138] za ilustraciju su izabrane tri mikrofotografije. Na sl. 3.34. prikazan je uzorak 2.3 kao primer najmanje koncentracije magnetnog praha u očvrsłom kompozitu (7,2 zap.% SmCo<sub>5</sub>). Na sl. 3.35. prikazan je uzorak 2.15 kao primer najveće koncentracije magnetnog praha u očvrsłom kompozitu (21,3 zap.% SmCo<sub>5</sub>). Obe mikrofotografije dobijene su za uzorke izrađene pri brzini prevlačenja od  $4,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ .

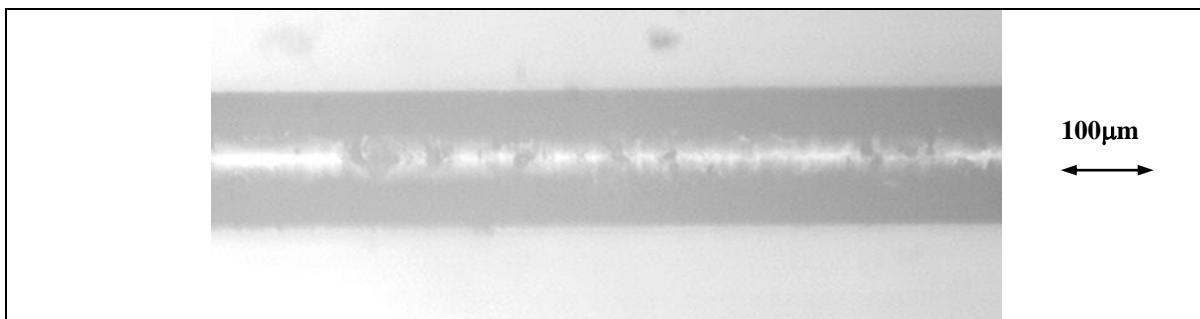


*Sl. 3.34. Mikrofotografija uzorka 2.3  
(7,2 zap. % SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci,  $v = 4 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )*



*Sl. 3.35. Mikrofotografija uzorka 2.15  
(21,3 zap. % SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci,  $v = 4 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )*

Na sl. 3.36. prikazana je mikrofotografija uzorka 2.9 koji sadrži 21,3 zap.% SmCo<sub>5</sub> u očvrsrom kompozitu, dobijenom pri brzini prevlačenja od  $2 \cdot 10^{-2}$  m/s. Kod ovog uzorka došlo je do formiranja aglomerata usled magnetičnosti praha. Ova pojava se ponekad uočava kod uzoraka sa većim sadržajem magnetne komponente.



*Sl. 3.36. Mikrofotografija uzorka 2.9  
( 15,3 vol % SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci, v = 2 · 10<sup>-2</sup> m/s)*

### **3.3.1. Rezultati mikroskopskih ispitivanja i njihova statistička obrada**

Mikroskopska ispitivanja su vršena za uzorce optičkog vlakna sa obe vrste magnetnog praha (Ba-ferit i SmCo<sub>5</sub>) u kompozitnoj prevlaci. Merena je debljina kompozitne prevlake i vršena je statistička obrada dobijenih rezultata za svaki ispitani uzorak. Za matematičko-statističku obradu rezultata korišćen je program Origin 5.0. Ovako dobijeni rezulatati prikazani su u obliku histograma. Za svaki uzorak utvrđena je Gausova (Gauß) kriva raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom. Na taj način utvrđena je najverovatnija vrednost prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom i odgovarajuće odstupanje od te vrednosti- standardna devijacija. Rezultati ispitivanja za svaku vrstu magnetnog praha prikazani su kao posebne celine.

#### *3.3.1.1. Rezultati mikroskopskih ispitivanja i statistička obrada uzorka koji sadrže Ba-ferit*

U okviru ove serije ispitivanja kompozitna prevlaka je formirana sa disperzijom koju čine čestice Ba-ferita definisane granulacije (poglavlje 3.1.2.) dispergovane u 17,5mas.% rastvoru EVA u toluenu. Temperatura na kojoj je prevlačenje vršeno iznosila je  $38 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . Ispitan je uticaj brzine prevlačenja i koncentracije Ba-ferita na debljinu i ravnomernost debljine kompozitne prevlake.

Na slikama 3.37.-3.41. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 1.1-1.5. dobijenih prevlačenjem disperzijom sastava 16,3 mas% EVA, 7,0 mas% Ba-ferit i 76,7 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzorka nalazi se 7,2zap. % barijum ferita.

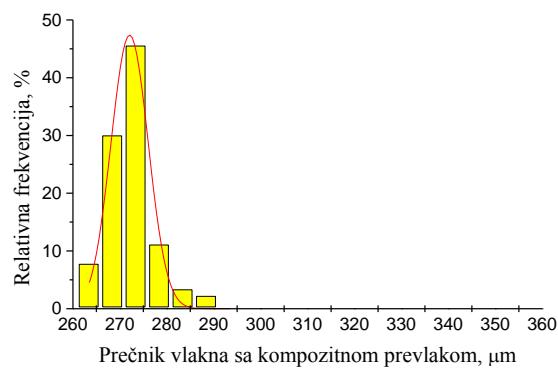
Na slikama 3.42.-3.46. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 1.6-1.10., dobijenih prevlačenjem disperzijom sastava 15,7mas% EVA, 10,4 mas% barijum-ferit i 73,9 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzorka nalazi se 10,7 zap.% barijum ferita.

Na sl.3.47-3.51. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 1.11-1.13., dobijenih prevlačenjem disperzijom jednakog udela EVA i barijum-ferita, sastava 14,9 mas% EVA, 14,9 mas% barijum-ferit i 70,2 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzorka nalazi se 15,3 zap.% barijum ferita.

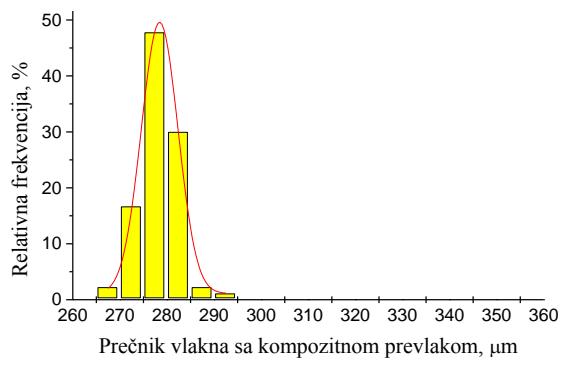
Na sl.3.52-3.56. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 1.16-1.20., dobijenih prevlačenjem disperzijom sastava 13,9 mas% EVA, 20,8 mas% barijum-ferit i 65,3 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzorka nalazi se 21,3 zap. % barijum ferita.

Na sl.3.57.-3.61 prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 1.22-1.25., dobijenih prevlačenjem disperzijom sastava 12,4 mas% EVA, 29,0 mas% barijum-ferit i 58,6 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzorka nalazi se 29,6 zap. % barijum ferita.

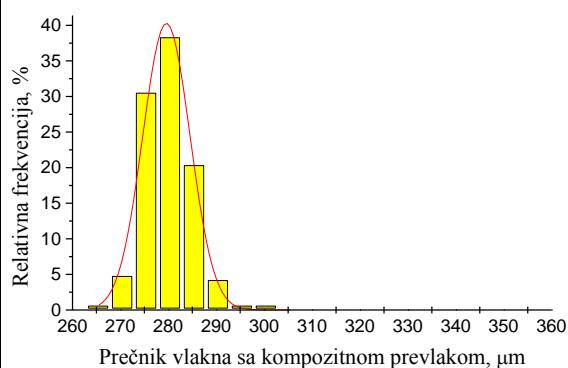
**Histogrami raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži 7,2 % barijum ferita i Gausove krive raspodele**



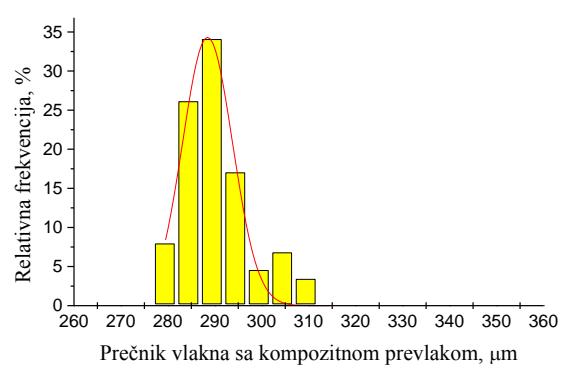
Sl. 3.37. Uzorak 1.1 ( $v = 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



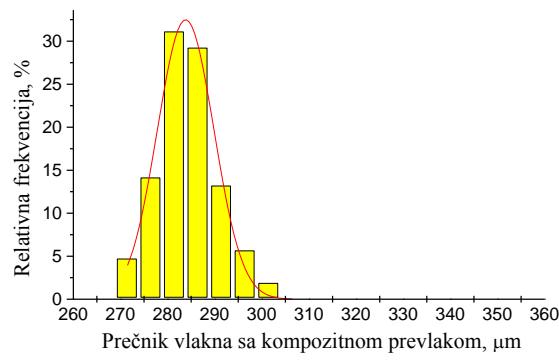
Sl. 3.38. Uzorak 1.2 ( $v = 2,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



Sl. 3.39. Uzorak 1.3 ( $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

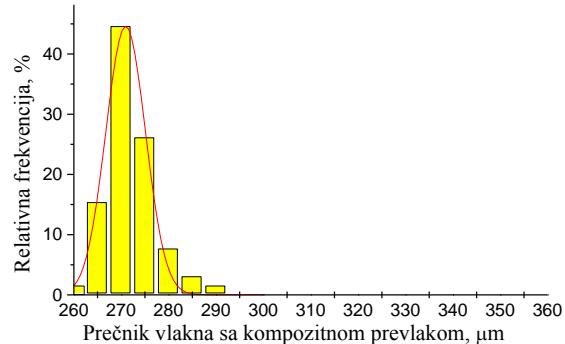


Sl. 3.40. Uzorak 1.4 ( $v = 4,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

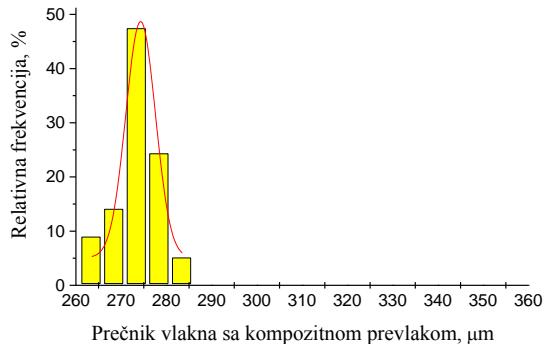


Sl. 3.41. Uzorak 1.3. ( $v = 5,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

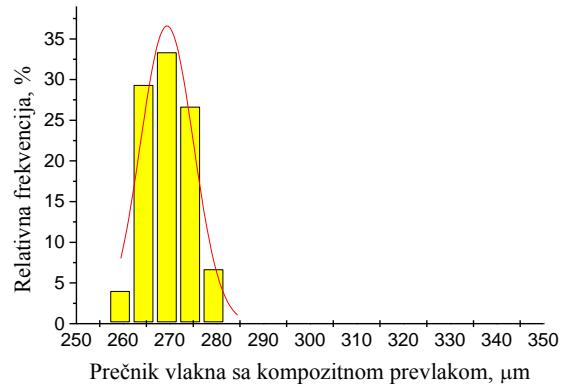
**Histogrami raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži 10,7 % barijum ferita i Gausove krive raspodele**



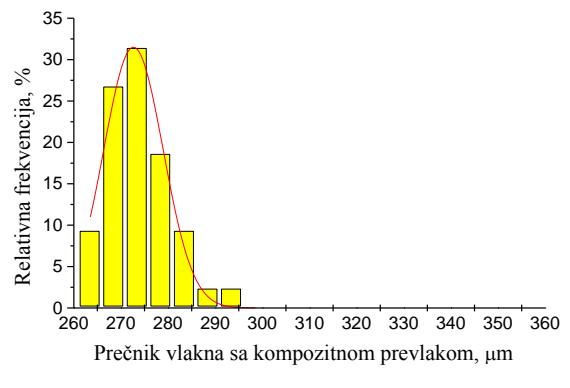
Sl. 3.42. Uzorak 1.6 ( $v=1,0 \cdot 10^{-2} \text{m/s}$ )



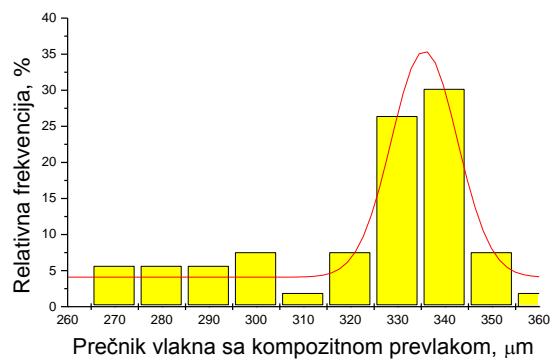
Sl. 3.43. Uzorak 1.7 ( $v=2,0 \cdot 10^{-2} \text{m/s}$ )



Sl. 3.44. Uzorak 1.8 ( $v=3,0 \cdot 10^{-2} \text{m/s}$ )

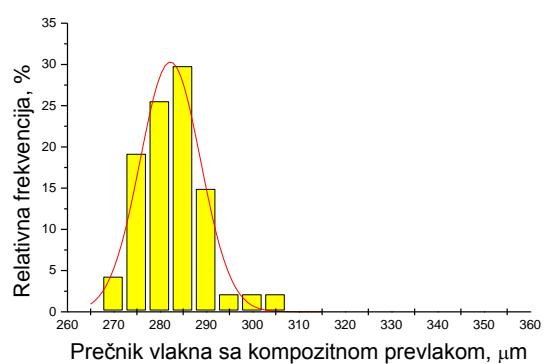


Sl. 3.45. Uzorak 1.9 ( $v=4,0 \cdot 10^{-2} \text{m/s}$ )

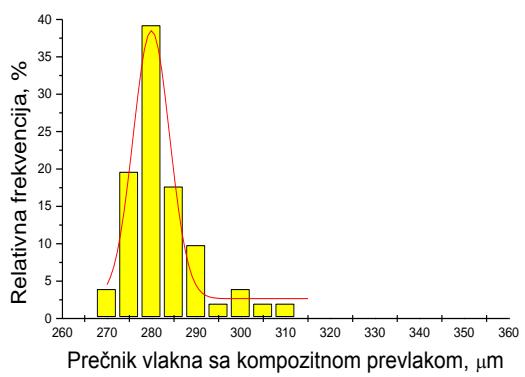


Sl.3.46. Uzorak 1.10. ( $v=6,0 \cdot 10^{-2} \text{m/s}$ )

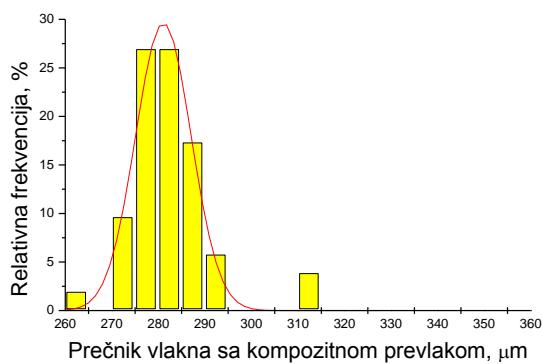
**Histogrami raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži 15,3 % barijum ferita i Gausove krive raspodele**



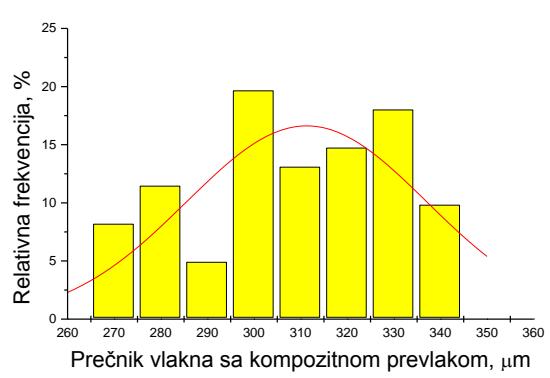
Sl. 3.47. Uzorak 1.11 ( $v = 2,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



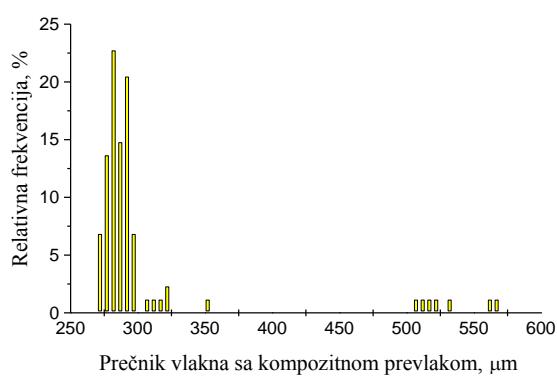
Sl. 3.48. Uzorak 1.12 ( $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



Sl. 3.49. Uzorak 1.13 ( $v = 4,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

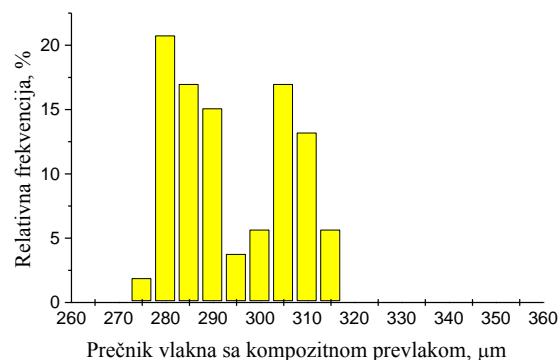


Sl. 3.50. Uzorak 1.14 ( $v = 7,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

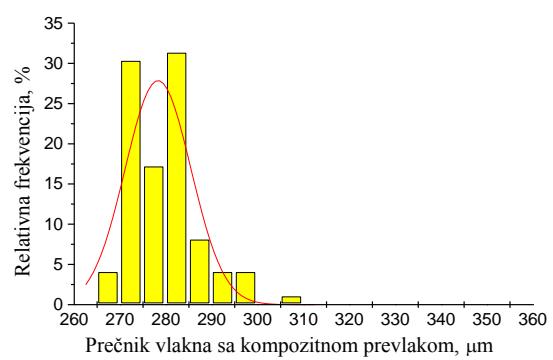


Sl. 3.51. Uzorak 1.15 ( $v = 1,5 \cdot 10^{-1} \text{ m/s}$ )

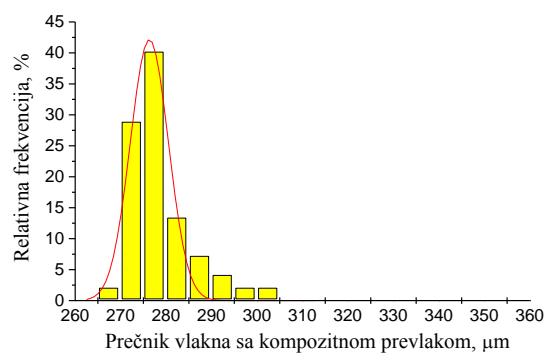
**Histogrami raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži 21,3 % barijum ferita i Gausove krive raspodele**



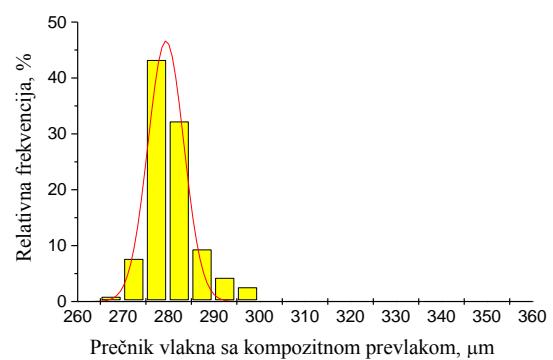
Sl. 3.52. Uzorak 1.16 ( $v = 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



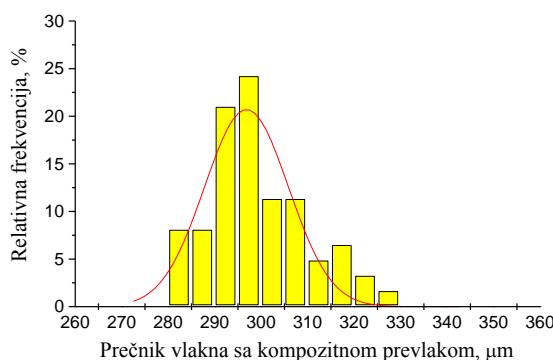
Sl. 3.53. Uzorak 1.17 ( $v = 2,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



Sl. 3.54. Uzorak 1.18 ( $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

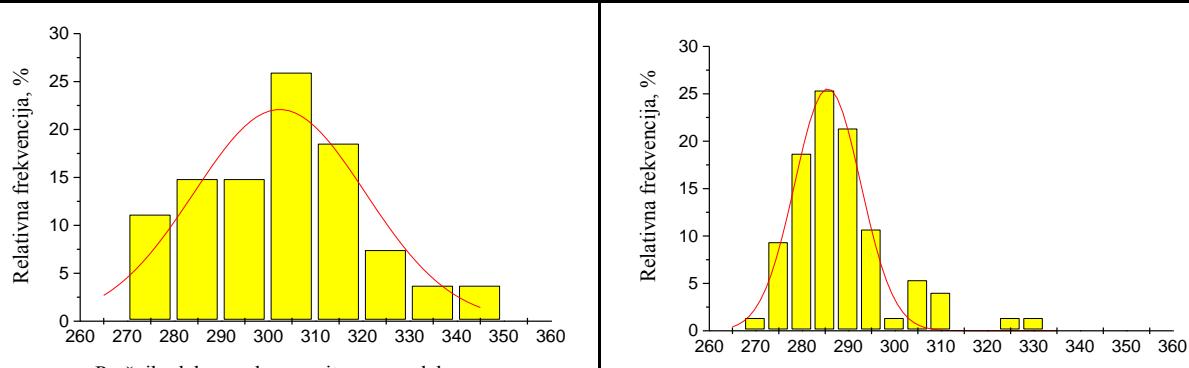


Sl. 3.55. Uzorak 1.19 ( $v = 4,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )



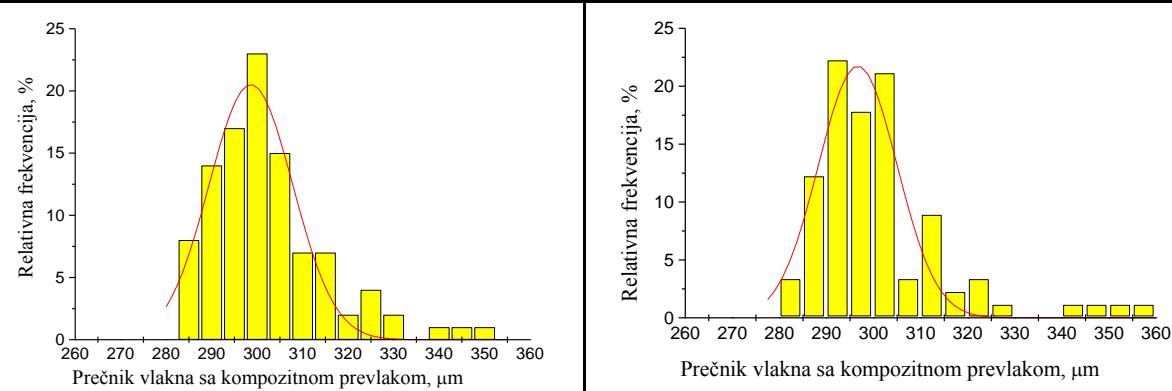
Sl. 3.56. Uzorak 1.20 ( $v = 6,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )

**Histogrami raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži 29,6 % barijum ferita i Gausove krive raspodele**



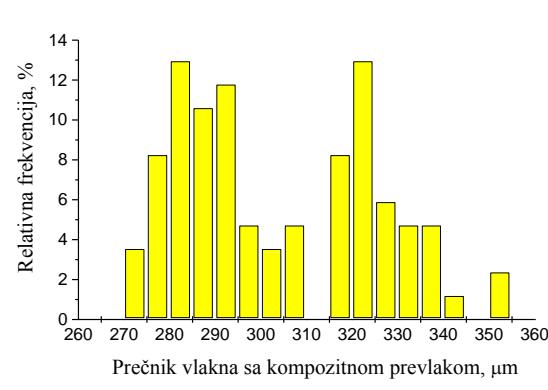
**Sl. 3.57. Uzorak 1.21 ( $v = 2,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )**

**Sl. 3.58. Uzorak 1.22 ( $v = 3,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )**



**Sl. 3.59. Uzorak 1.23 ( $v = 4,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )**

**Sl. 3.60. Uzorak 1.24 ( $v = 5,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )**



**Sl. 3.61. Uzorak 1.25 ( $v = 8,0 \cdot 10^{-2} \text{ m/s}$ )**

U tabeli 3.8. dat je pregled statističkih vrednosti izmerenog prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom, za prvu seriju uzoraka.

**Tabela 3.8. Pregled statističkih vrednosti izmerenog prečnika optičkog vlakna sa Ba-feritom u kompozitnoj prevlaci (polazni rastvor 17,5mas.%EVA u toluenu,  $38\pm0,5$  °C)**

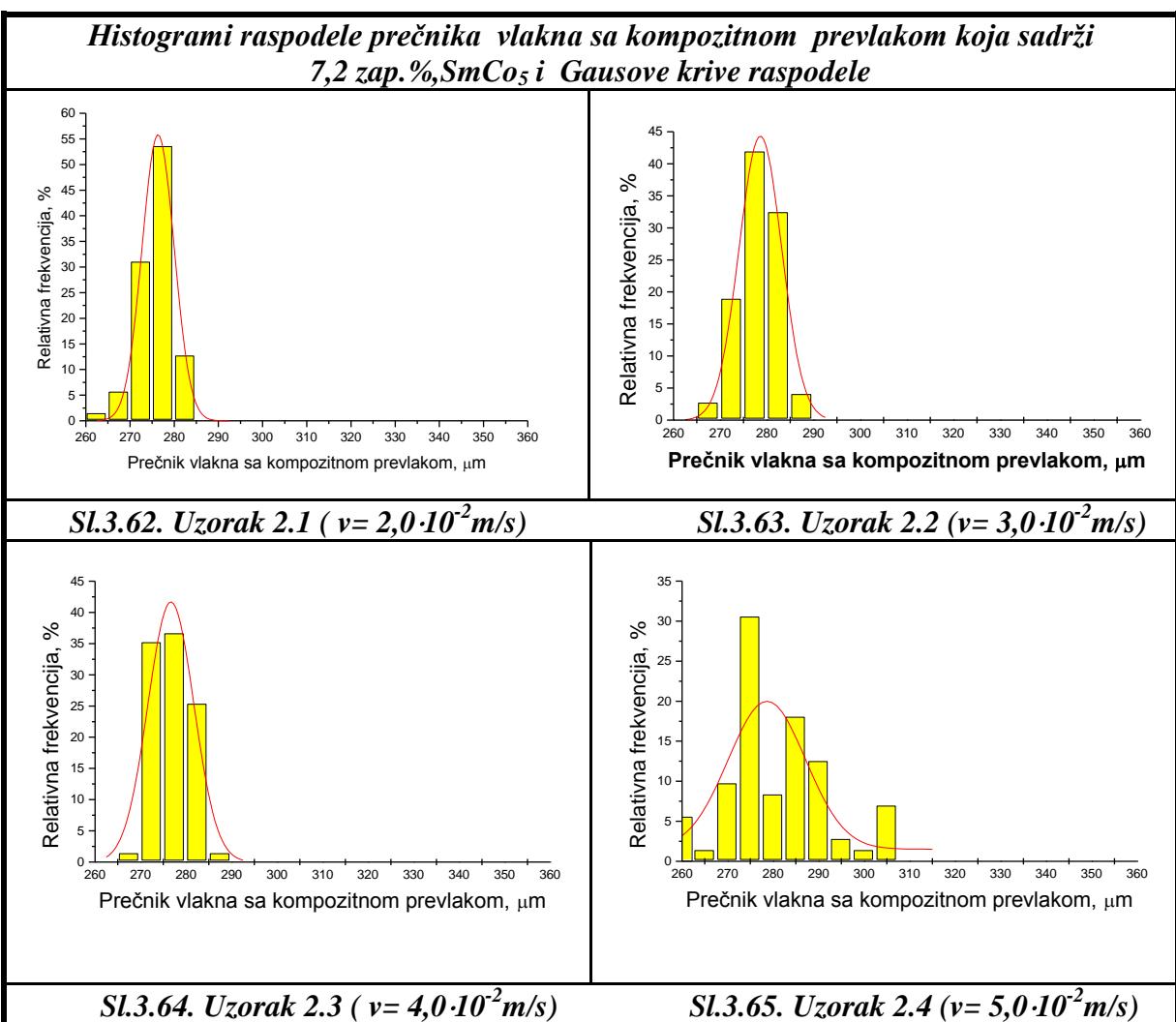
Red. br.	$v \cdot 10^2$ m/s	Sadržaj $BaFe_{12}O_{19}$ zap.%	Prečnik vlakna sa kompozitnom prevlakom, $\mu m$					Srednja debljina prevlake, $\mu m$
			Najverovatnija vrednost	Stand. devijacija	Najmanji prečnik	Najveći prečnik	Srednja vrednost	
1.1	1,0	7,2	272,08	3,96	262,43	289,59	272,65	8,70
1.2	2,0		278,43	4,01	267,56	292,06	279,18	11,96
1.3	3,0		279,60	4,94	268,65	300,10	280,39	12,57
1.4	4,0		288,45	5,34	278,06	309,50	289,30	17,02
1.5	5,0		283,83	6,00	270,56	303,92	284,46	14,60
1.6	1,0	10,7	270,93	4,19	262,37	292,03	272,88	8,82
1.7	2,0		274,19	3,89	262,43	284,86	273,54	9,14
1.8	3,0		269,39	5,67	259,89	280,18	268,82	6,78
1.9	4,0		272,65	6,30	262,37	292,40	273,89	9,32
1.10	6,0		284,94	8,61	272,26	344,31	292,51	18,63
1.11	2,0	15,3	282,22	6,53	269,79	306,88	283,90	13,48
1.12	3,0		280,25	5,20	270,47	309,35	282,29	12,50
1.13	4,0		281,07	5,98	256,76	312,45	280,71	12,91
1.14	7,0		302,13	12,13	275,41	326,67	293,83	23,44
1.15	15,0		311,30	25,78	267,46	343,98	308,15	28,02
1.16	1,0	21,3	292,04	27,35	277,35	313,23	294,03	19,39
1.17	2,0		278,28	7,17	267,28	306,87	280,37	12,56
1.18	3,0		276,32	4,19	267,32	304,75	279,42	12,08
1.19	4,0		279,40	3,94	269,79	299,44	281,70	13,22
1.20	6,0		296,83	9,04	282,12	329,18	300,31	22,53
1.21	2,0	29,6	299,14	12,15	275,35	341,52	301,64	23,20
1.22	3,0		285,55	7,14	269,74	328,01	288,74	16,74
1.23	4,0		298,62	9,20	284,59	351,45	303,74	24,24
1.24	5,0		296,63	8,35	282,12	356,91	301,60	23,18
1.25	8,0		297,28	30,05	272,23	354,10	304,62	24,68

Kod uzoraka, čiji su uslovi prevlačenja neodgovarajući, neravnomernost debljine kompozitne prevlake ogleda se u velikom rasponu izmerenog prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom. U ovim slučajevima pored velike vrednosti standardne devijacije ( $sd$ ), neravnomernost se može ispoljiti i kroz pojavu dve vrednosti prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom oko kojih se grupišu vrednosti izmerenog prečnika. Ova pojava ukazuje da pri neodgovarajućim uslovima prevlačenja može doći do pojave fluktuacije debljine kompozitne prevlake.

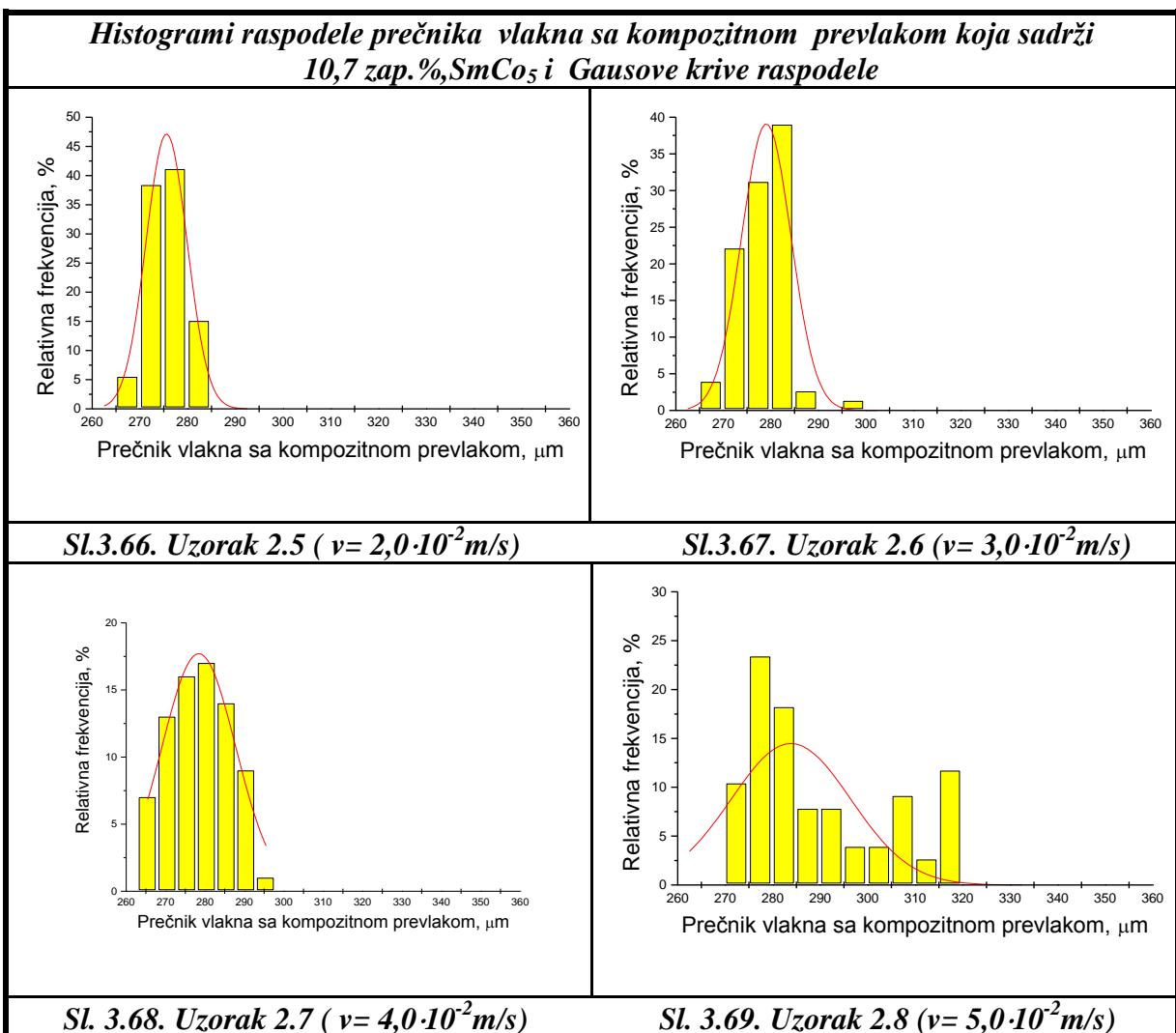
### 3.3.1.2. Rezultati mikroskopskih ispitivanja i statistička obrada uzorka koji sadrže $\text{SmCo}_5$

U drugoj seriji ispitivanja prevlačenje je vršeno disperzijama koje sadrže  $\text{SmCo}_5$  praha, dok su drugi uslovi prevlačenja bili isti kao u prvoj seriji. U okviru druge serije ispitivanja kompozitna prevlaka je formirana sa disperzijom koju čine čestice  $\text{SmCo}_5$  definisane granulacije (poglavlje 3.1.3.) dispergovane u 17,5 mas.% rastvoru EVA u toluenu. Temperatura na kojoj je prevlačenje vršeno iznosila je  $38 \pm 0,5^\circ\text{C}$ . Ispitan je uticaj brzine prevlačenja i koncentracije Ba-ferita na debljinu i ravnomernost debljine kompozitne prevlake.

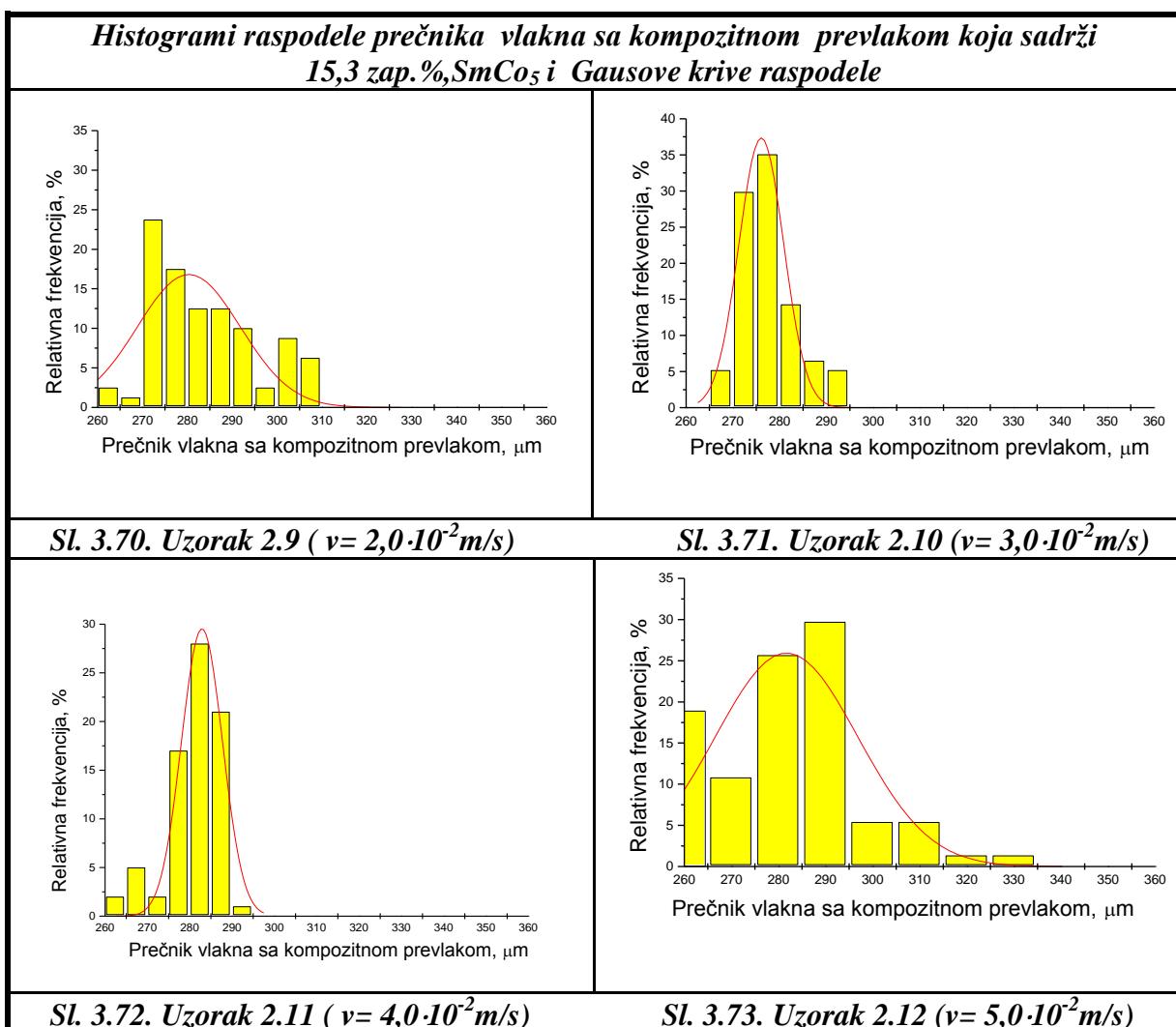
Na slikama 3.62.-3.65. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 2.1- 2.4., dobijenih prevlačenjem optičkog vlakna disperzijom sastava 15,6 mas% EVA, 10,8 mas%  $\text{SmCo}_5$  i 73,6 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzorka nalazi se 7,2 zap.%  $\text{SmCo}_5$ .



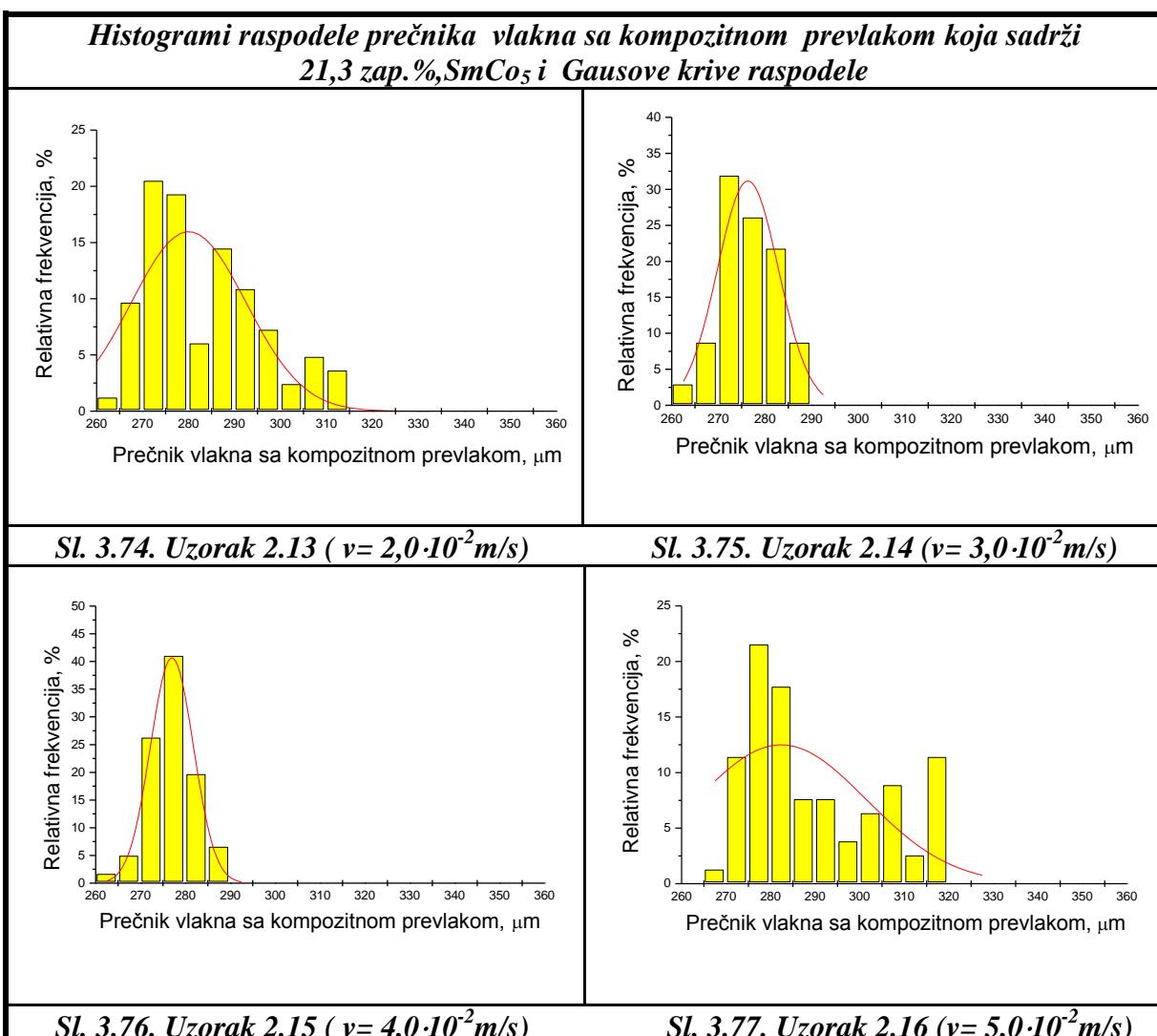
Uzorci 2.5-2.8, dobijeni su prevlačenjem optičkog vlakna disperzijom sastava 14,7 mas% EVA, 15,8 mas% SmCo<sub>5</sub> i 69,5 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzoraka nalazi se 10,7 zap.% SmCo<sub>5</sub>. Na slikama 3.66.-3.69. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 2.5-2.8.



Uzorci 2.9-2.12, dobijeni su prevlačenjem optičkog vlakna disperzijom sastava 13,7 mas% EVA, 21,9mas% SmCo<sub>5</sub> i 64,4 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzoraka nalazi se 15,3 zap.% SmCo<sub>5</sub>. Na slikama 3.70.-3.73. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 2.9-2.12.



Uzorci 2.13-2.16, dobijeni su prevlačenjem optičkog vlakna disperzijom sastava 12,3mas% EVA, 29,7 mas% SmCo<sub>5</sub> i 58,0 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzoraka nalazi se 21,3 zap.% SmCo<sub>5</sub>. Na slikama 3.74.-3.77. prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 2.13- 2.16.



U tabeli 3.9. dat je pregled statističkih vrednosti izmerenog prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom, za drugu seriju uzoraka.

**Tabela 3.9. Pregled statističkih vrednosti izmerenog prečnika optičkog vlakna sa SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci (polazni rastvor 17,5 mas.%EVA u toluenu, 38±0,5 °C)**

Red. br.	v·10 <sup>2</sup> m/s	Sadržaj SmCo <sub>5</sub> zap.%	Prečnik vlakna sa kompozitnom prevlakom, $\mu\text{m}$					Srednja debljina prevlake, $\mu\text{m}$
			Najverovatnija vrednost	Stand. devijacija	Najmanji prečnik	Najveći prečnik	Srednja vrednost	
2.1	2,0	7,2	276,35	3,62	260,03	284,60	276,59	10,55
2.2	3,0		278,61	4,57	269,75	287,07	279,32	11,68
2.3	4,0		276,67	5,04	269,75	287,11	278,03	10,71
2.4	5,0		278,84	9,69	254,91	306,87	276,89	11,80
2.5	2,0	10,7	275,59	4,32	269,75	284,86	276,48	10,17
2.6	3,0		279,03	5,19	267,68	296,98	279,40	11,89
2.7	4,0		278,43	9,39	264,84	294,50	279,23	11,59
2.8	5,0		283,83	12,60	272,23	319,48	290,33	14,29
2.9	2,0	15,3	280,31	11,47	259,95	309,41	283,79	12,53
2.10	3,0		276,07	4,79	267,27	294,49	278,67	10,41
2.11	4,0		282,89	4,86	262,74	292,06	281,93	13,82
2.12	5,0		281,71	15,17	257,37	326,66	282,63	13,23
2.13	2,0	21,3	280,02	12,45	262,43	310,64	283,21	12,38
2.14	3,0		276,38	6,64	262,33	287,16	277,46	10,56
2.15	4,0		277,70	5,18	264,98	287,33	278,20	11,22
2.16	5,0		282,37	19,64	269,13	319,48	290,19	13,56

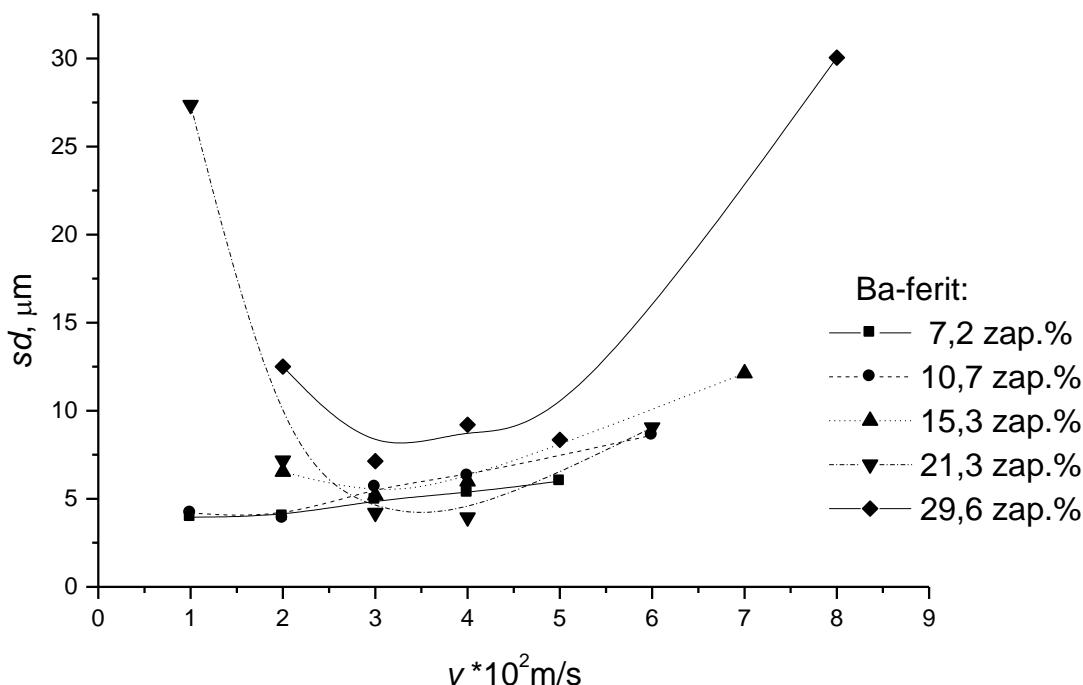
### 3.3.2. Analiza rezultata mikroskopskih ispitivanja i njihove statističke obrade

Cilj ovih istraživanja bilo je utvrđivanje procesnih parametara koji omogućuju dobijanje što ravnomernije kompozitne prevlake. U okviru prve serije eksperimenta ispitivani su uslovi prevlačenja optičkog vlakna kompozitnom prevlakom koja je sadržavala različite udelle Ba-ferita.

Ispitan je uticaj brzine prevlačenja optičkog vlakna ( $1\text{-}8\cdot10^{-2}\text{m/s}$ ), kao i uticaj zapreminske udeline Ba-ferita u disperziji (7,2-29,6 zap.%), na ravnomernost kompozitne prevlake. Sva ispitivanja vršena su na konstantnoj temperaturi  $t=38\pm0,5^\circ\text{C}$ . Pri pokušaju brzeg prevlačenja, uzorak 1.15 ( $15,0\cdot10^{-2}\text{m/s}$ ) ustanovljeno je da se ne ostvaruje ravnomerna prevlaka. Pri mikroskopskom pregledu uzorka utvrđeno je da tada dolazi do cepanja i skliznuća prevlake koja je nedovoljno suva.

S obzirom da je kao kriterijum za utvrđivanje ravnomernosti kompozitne prevlake usvojena minimalna vrednost  $sd$  vršena su upoređivanja vrednosti  $sd$  dobijenih pri različitim uslovima ispitivanja. Najmanja vrednost  $sd$  dobija se kad su uslovi formiranja kompozitne prevlake takvi da je debljina prevlake najravnomernija.

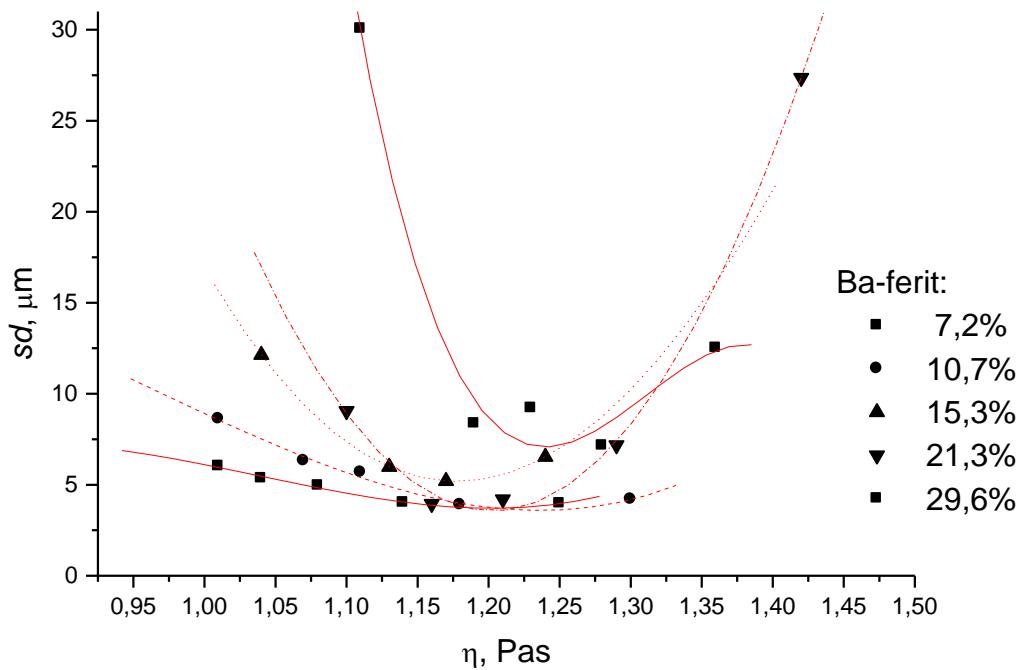
Posmatrana je zavisnost najverovatnije vrednosti prečnika kompozitne prevlake ( $sd$ ) od brzine prevlačenja ( $v$ ) za različite koncentracije Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci (sl. 3.78.). Analizom nije obuhvaćen uzorak 1.13. za koji je dobijena neravnomerna prevlaka, jer je prevlačenje vršeno većom brzinom.



Sl. 3.78. Zavisnost standardne devijacije od brzine prevlačenja za različite koncentracije Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci

Pregledom dobijenih rezultata prikazanih na slici 3.78. uočava se da standardna devijacija raste sa porastom koncentracije Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci usled smanjenja ravnomernosti prevlake pri velikim koncentracijama. Uočava se postojanje minimuma na krivama zavisnosti standardne devijacije od brzine prevlačenja što ukazuje na postojanje odgovarajuće optimalne brzine prevlačenja koja omogućava formiranje najravnomernije prevlake.

Sledeći korak u analizi rezultata statističke obrade podataka dobijenih na osnovu mikroskopskih slika vlakana sa kompozitnom prevlakom bilo je korelisanje  $sd$  sa viskoznošću disperzije ( $\eta$ ) kojom je vršeno prevlačenje optičkih vlakana. Za svaki ispitani zapreminski ideo Ba-ferita u disperziji, odnosno sadržaj Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci prikazana je zavisnost  $sd$  od  $\eta$  disperzije (sl.3.79.). Vrednosti viskoznosti izračunate su na osnovu brzina prevlačenja (jednačina 3.3.) i eksperimentalno utvrđenih zavisnosti viskoznosti od brzine smicanja (Tabela 3.4.). Dobijene zavisnosti  $sd$  od  $\eta$  su sa zadovoljavajućom tačnošću aproksimirane polinomima trećeg stepena. Ove zavisnosti date su u Tabeli 3.10.



Sl. 3.79. Zavisnost standardne devijacije od viskoznosti disperzije za različite koncentracije Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci

Tabela 3.10. Pregled aproksimiranih zavisnosti standardne devijacije od viskoznosti disperzije za različite koncentracije Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci

Koncentracija Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci, zap.%	Aproksimirana zavisnost	Koeficijent korelacije	Izračunati minimumi funkcija	
			$\eta$ , Pas	$sd$ , $\mu\text{m}$
7,2	$sd = -203,871 + 637,530\eta - 629,699\eta^2 + 202,148\eta^3$	0,9947	1,20	3,71
10,7	$sd = -98,4749 + 413,288\eta - 468,303\eta^2 + 162,409\eta^3$	0,9949	1,24	3,59
15,3	$sd = 1431,91 - 3214,38\eta + 2390,35\eta^2 - 585,373\eta^3$	1	1,21	5,20
21,3	$sd = 733,805 - 1214,63\eta + 505,487\eta^2 - 0,33875\eta^3$	0,9990	1,20	3,96
29,6	$sd = 8841,05 - 20333,5\eta + 15559,8\eta^2 - 3957,35\eta^3$	0,9903	1,24	7,08

S obzirom da viskoznost disperzije zavisi od zapreminskega udela Ba-ferita i brzine smicanja a time i od brzine prevlačenja uticaj ispitivanih procesnih parametara na ravnomernost kompozitne prevlake, može se prikazati kao uticaj viskoznosti disperzije na ravnomernost kompozitne prevlake. Rezultati prikazani u Tabeli 3.10. pokazuju da postoji uzan interval vrednosti viskoznosti disperzije (1,20-1,24 Pas) za svaku ispitivanu koncentraciju koji omogućava formiranje ravnomerne kompozitne prevlake.

Korišćenjem izračunatih vrednosti za optimalnu vrednost viskoznosti disperzije, prikazanih u Tabeli 3.10., mogu se odrediti optimalne brzine prevlačenja pri kojima je standardna devijacija najmanja, što obezbeđuje najveću ravnomernost debljine kompozitne prevlake. Prvo se na osnovu zavisnosti viskoznosti od brzine smicanja (Tabela 3.4.) određuje brzina smicanja pri kojoj se ostvaruje optimalna vrednost viskoznosti disperzije. Zatim se za poznatu brzinu smicanja izračunava tražena optimalna vrednost brzine prevlačenja koja se izračunava korišćenjem jednačine 3.3.

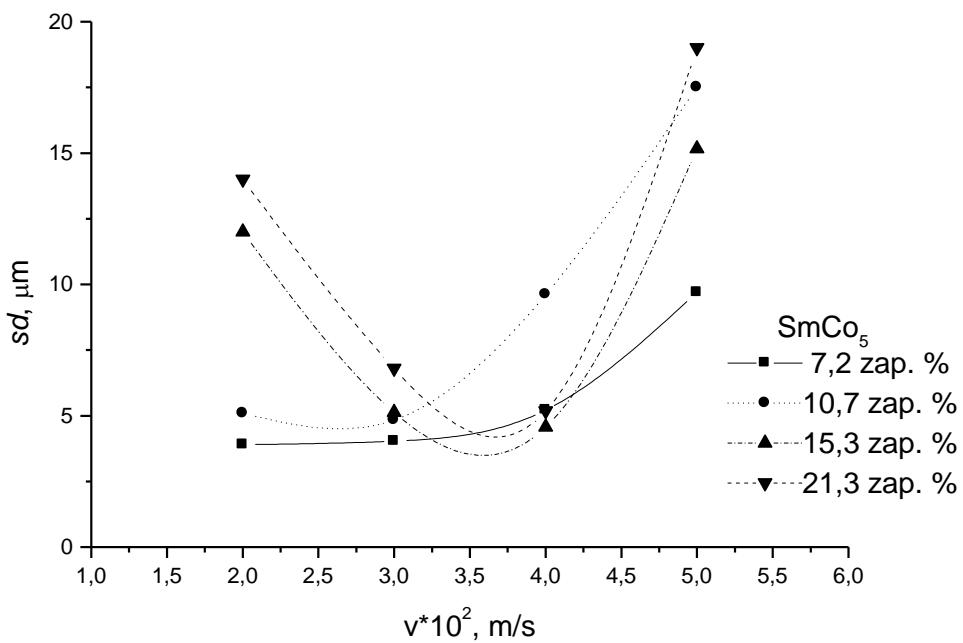
Rezultati izračunavanja brzine prevlačenja za različite koncentracije Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci prikazani su u Tabeli 3.11.

**Tabela 3.11. Pregled izračunatih vrednosti optimalne brzine prevlačenja za različite koncentracije barijumferita u kompozitnoj prevlaci**

Ba-ferit u kompozitnoj prevlaci, zap. %	Viskoznost disperzije $\eta$ , Pas	Izračunata brzina smicanja $\gamma, s^{-1}$	Izračunata optimalna brzina prevlačenja $v_{prev} \cdot 10^2, m/s$
7,2	1,20	104	1,33
10,7	1,24	111	1,42
15,3	1,25	193	1,95
21,3	1,20	250	3,19
29,6	1,24	289	3,69

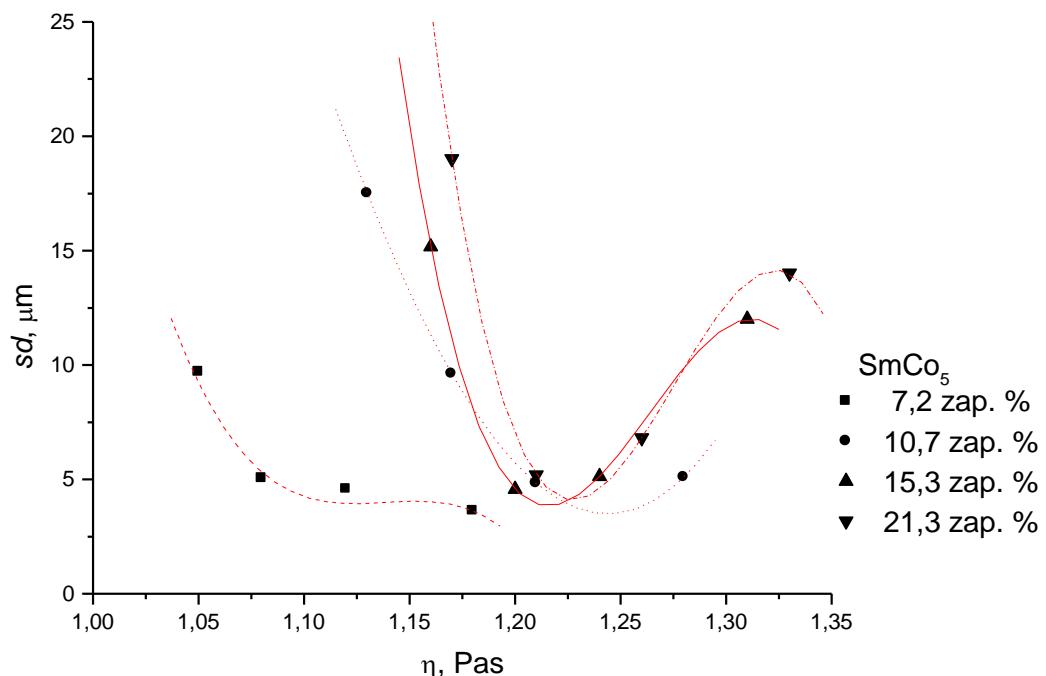
Na isti način analizirani su rezultati statističke obrade podataka dobijenih na osnovu mikroskopskih slika optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom koja sadrži SmCo<sub>5</sub> kao magnetnu komponentu prevlake. Kod ove serije uzoraka, takođe, je ispitivan je uticaj brzine prevlačenja optičkog vlakna ( $2\text{--}5 \cdot 10^{-2} \text{m/s}$ ) i uticaj zapreminskog udela SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci (7,2-21,3 zap.%), na ravnomernost kompozitne prevlake. Sva ispitivanja vršena su na konstantnoj temperaturi  $t=38\pm0,5^\circ\text{C}$ .

Izvršeno je korelisanje standardne devijacije ( $sd$ ) sa brzinom prevlačenja ( $v$ ), što je prikazano na sl. 3.80.



Sl. 3.80. Zavisnost standardne devijacije od brzine prevlačenja za različite koncentracije  $\text{SmCo}_5$  u kompozitnoj prevlaci

Na slici 3.81. i u Tabeli 3.12. prikazana je zavisnost standardne devijacije od viskoznosti disperzije, pri različitim koncentracijama  $\text{SmCo}_5$  u kompozitnoj prevlaci.



Sl. 3.81. Zavisnost standardne devijacije od viskoznosti disperzije za različite koncentracije  $\text{SmCo}_5$  u kompozitnoj prevlaci

**Tabela 3.12. Pregled aproksimiranih zavisnosti standardne devijacije od viskoznosti disperzije za različite koncentracije SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci**

Koncentracija SmCo <sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci, zap.%	Aproksimirana zavisnost	Koeficijent korelacije	Izračunati minimumi funkcija	
			$\eta$ , Pas	$sd$ , $\mu\text{m}$
7,2	$sd=22885,3-61024,2\eta+54228,0\eta^2-16055,9\eta^3$	0,9951	>1,18	<3,6
10,7	$sd=-55,8212+1624,78\eta-2497,29\eta^2+988,366\eta^3$	1	1,24	3,72
15,3	$sd=36506,3-86876,4\eta+68829,1\eta^2-18150,5\eta^3$	1	1,22	3,90
21,3	$sd=46633,7-109989,2\eta+86366,1\eta^2-22573,4\eta^3$	1	1,23	4,12

Oblik krive zavisnosti standardne devijacije od viskoznosti disperzije u slučaju najmanje koncentracije SmCo<sub>5</sub> praha u disperziji, ukazuje da se minimalne vrednosti standardne devijacije (za ovu koncentraciju) mogu postići pri brzinama prevlačenja koje su manje od  $2 \cdot 10^{-2}$  m/s.

Pregledom rezultata prikazanih u Tabeli 3.12. uočava se da je standardna devijacija najmanja kod uzorka koji imaju 7,2 zap.% SmCo<sub>5</sub> u očvrsloj kompozitnoj prevlaci. Postoji trend porasta standardne devijacije sa porastom sadržaja magnetne komponente u kompozitnoj prevlaci, jer pri višim koncentracijama SmCo<sub>5</sub> nastaju aglomerati čestica magnetnog praha koji utiču na smanjenje ravnomernosti kompozitne prevlake.

Vrednosti izračunatih minimuma standardne devijacije koji su prikazani u tabeli 3.12. ukazuju da se optimalna viskoznost ispitivanih disperzija nalazi u uskom intervalu vrednosti od 1,22 Pas do 1,24 Pas, čime su optimalni uslovi prevlačenja optičkog vlakna kompozitnom prevlakom strogo definisani.

Na osnovu optimalnih vrednosti viskoznosti, za svaku ispitivanu koncentraciju SmCo<sub>5</sub> praha određene su optimalne brzine prevlačenja korišćenjem odgovarajućih zavisnosti (Tabela 3.4. i jednačina 3.3.). Za uzorake koji imaju 7,2 zap.% SmCo<sub>5</sub> u očvrsloj kompozitnoj prevlaci optimalna brzina prevlačenja je određena za interval viskoznosti disperzije 1,22- 1,24 Pas. Rezultati izračunavanja optimalne brzine prevlačenja za različite koncentracije SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci prikazani su u tabeli 3.13.

**Tabela 3.13. Pregled izračunatih vrednosti optimalne brzine prevlačenja za različite koncentracije SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci**

SmCo <sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci, zap. %	Viskoznost disperzije $\eta$ , Pas	Izračunata brzina smicanja $\gamma$ , $\text{s}^{-1}$	Izračunata optimalna brzina prevlačenja $v_{prev} \cdot 10^2$ , m/s
7,18	1,24-1,22	104-119	1,33-1,52
10,74	1,24	202	2,57
15,29	1,22	277	3,54
21,31	1,23	286	3,64

Na osnovu prikazanih rezultata može se konstatovati da korišćenje optimalne vrednosti viskoznosti za svaku ispitivanu koncentraciju i obe vrste magnetnih prahova omogućava određivanje optimalne brzine prevlačenja pri kojoj se formira najravnomernija kompozitna prevlaka. Za sve ispitane uzorke utvrđeno je da se najravnomernije prevlake ostvaruju kada se prevlačenje vrši disperzijom viskoznosti od 1,20-1,24 Pas. Za svaku ispitivanu koncentraciju i vrstu magnetnog praha optimalna brzina prevlačenja dobija se pri ovim vrednostima viskoznosti.

Urađena je još jedna serija eksperimenata sa ciljem da potvrdi da li se ovo pravilo može primeniti i za disperziju dobijenu dispergovanjem magnetnog praha u rastvoru različite koncentracije EVA u toluenu, pri čemu bi radna temperatura i brzina prevlačenja omogućavale rad sa disperzijom odgovarajuće viskoznosti.

Ispitivanja su vršena za disperziju dobijenu dispergovanjem Ba-ferita u 20,0 mas.% EVA u toluenu. Zapreminski udio Ba-ferita u disperziji bio je  $\phi=0,0323$ , što omogućava formiranje kompozitne prevlake koja sadrži 15,3 zap.% Ba-ferita.

Na osnovu jednakosti datih u Tabeli 3.5., koje prikazuju zavisnost viskoznosti od brzine smicanja za datu disperziju, dobijaju se sledeći rezultati:

- na temperaturi od 45°C viskoznost u intervalu od 1,2-1,25 Pas ostvaruje se brzinama prevlačenja u intervalu 1,28-2,92 m/s
- na temperaturi od 50°C viskoznost u intervalu od 1,2-1,25 Pas ostvaruje se brzinama prevlačenja u intervalu  $1,44-5,68 \cdot 10^{-2}$  m/s.

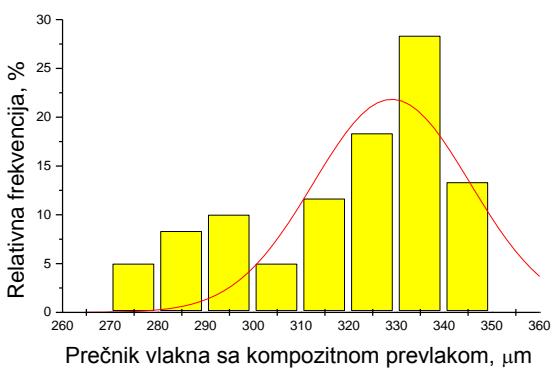
Za rad je odabrana i temperatura od 48°C. Za ovu radnu temperaturu interval optimalne viskoznosti disperzije (izračunat na osnovu jednačina 3.2, 3.3 i 3.5 ) trebalo bi da se ostvaruje pri brzinama prevlačenja od 0,125-0,300 m/s.

Uzorci 3.1-3.4, su dobijeni prevlačenjem optičkog vlakna disperzijom sastava 16,7 mas% EVA, 16,7 mas% Ba-ferita i 66,6 mas% toluena. U očvrsloj kompozitnoj prevlaci ovih uzoraka nalazi se 15,3 zap.% Ba-ferita. Temperature na kojim je vršeno prevlačenje bile su: 45, 48 i 50°C. Uslovi prevlačenja dati su u Tabeli 3.14., a na slikama 3.82.-3.85. i tabeli 3.15 prikazani su rezultati mikroskopske analize i statističke obrade uzorka 3.1- 3.4.

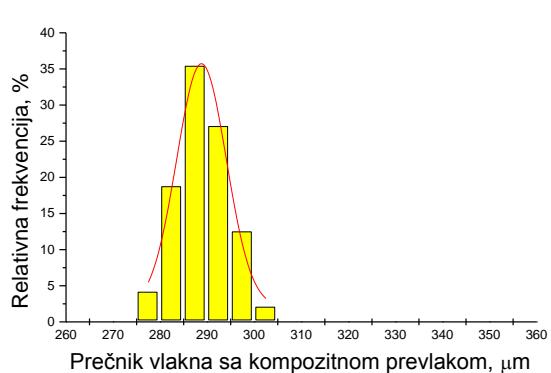
**Tabela 3.14. Uslovi izrade optičkog vlakna sa 15,3 zap. % Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci (prah dispergovan u 20,0 mas. % EVA rastvoru u toluenu)**

R.br. uzorka	Temp. °C	v m/s	Disperzija				Očvrsli kompozit			
			EVA mas%	Ba-ferit mas%	Toluen mas%	$\eta$ Pas	EVA mas%	Ba-ferit mas%	zap%	zap%
3.1.	45	0,50	16,67	16,67	66,67	1,31	50,00	50,00	84,71	15,29
3.2.	48	0,15				1,24				
3.3	48	0,30				1,21				
3.4	50	0,02				1,24				

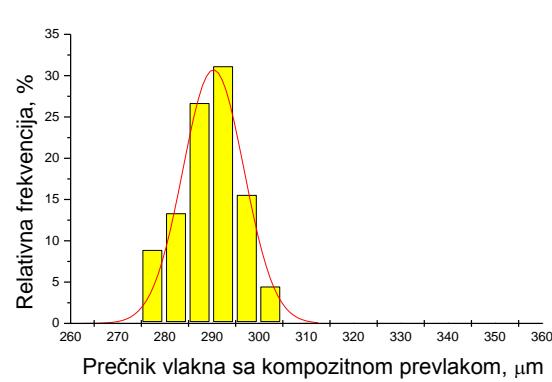
**Histogrami raspodele prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom koja sadrži 15,3 % barijum ferita i Gausove krive raspodele**



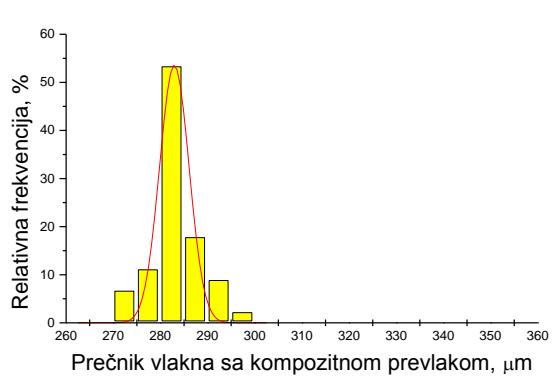
**Sl. 3.82. Uzorak 3.1. ( $v=0,50\text{m/s}$ ,  $t=45\text{ }^{\circ}\text{C}$ )**



**Sl. 3.83. Uzorak 3.2. ( $v=0,15\text{m/s}$ ,  $t=48\text{ }^{\circ}\text{C}$ )**



**Sl. 3.84. Uzorak 3.3 ( $v=0,30\text{m/s}$ ,  $t=48\text{ }^{\circ}\text{C}$ )**



**Sl. 3.85. Uzorak 3.4 ( $v=2,0 \cdot 10^{-2}\text{m/s}$ ,  $t=50\text{ }^{\circ}\text{C}$ )**

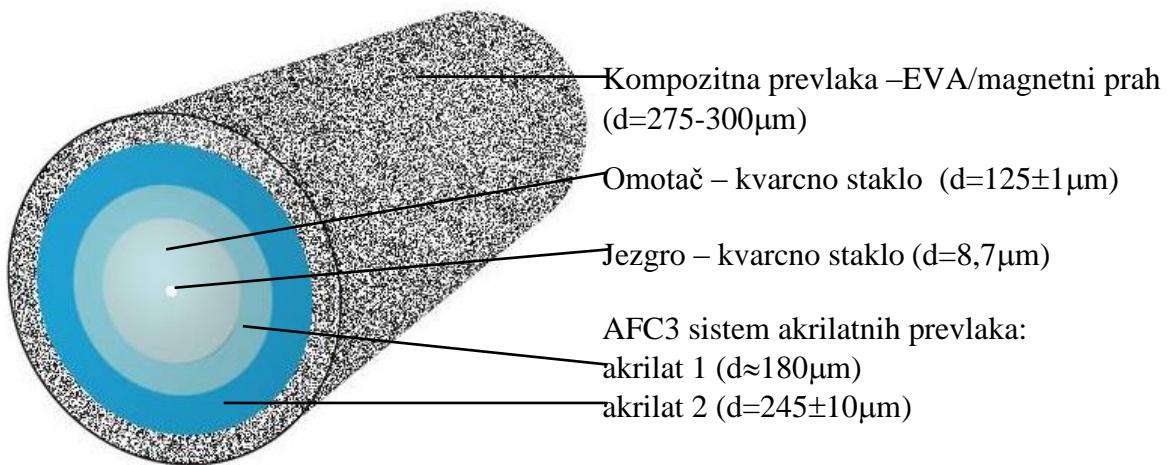
**Tabela 3.15. Pregled statističkih vrednosti izmerenog prečnika optičkog vlakna sa 15,3 zap. %Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci (prah dispergovan u 20,0 mas. EVA % rastvoru u toluenu)**

Red. br.	v m/s	Temperatura $^{\circ}\text{C}$	Prečnik vlakna sa kompozitnom prevlakom, $\mu\text{m}$					Srednja debljina prevlake, $\mu\text{m}$
			Najčešća vrednost	Stand. devijacija	Najmanji prečnik	Najveći prečnik	Srednja vrednost	
3.1.	0,50	45	328,64	17,67	276,57	347,18	319,93	36,70
3.2.	0,15	48	288,83	5,70	277,81	300,92	288,94	16,79
3.3.	0,30	48	290,29	6,48	277,90	304,76	289,88	17,52
3.4.	0,02	50	282,94	3,13	273,58	297,80	283,97	13,84

Ova serija ispitivanja je još jedanput potvrdila raniji zaključak da se najravnomernej kompozitne prevlake dobijaju pri prevlačenju optičkog vlakna disperzijom čija se viskoznost nalazi u intervalu 1,20-1,24 Pas. Ova vrednost viskoznosti se za ispitivani sistem može smatrati optimalnom za formiranje kompozitne prevlake ravnomerne debljine. Svi drugi procesni parametri treba da budu odabrani tako da omoguće formiranje kompozitne prevlake disperzijom optimalne viskoznosti.

### 3.4. REZULTATI ISPITIVANJA MEHANIČKIH SVOJSTAVA OPTIČKIH VLAKANA SA KOMPOZITNOM PREVLAKOM

Za preliminarna ispitivanja mehaničkih svojstava primenjena je jednostavna metoda određivanja zatezne čvrstoće – metoda petlje [139-142]. Po pravilu metoda petlje se koristi za monofilamentna vlakna. Ispitivana optička vlakna sa kompozitnom prevlakom, koja su bila predmet istraživanja imaju složenu strukturu prikazanu shematski na sl. 3.86.



Sl. 3.86. Shematski prikaz materijala od kojih se sastoji optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom

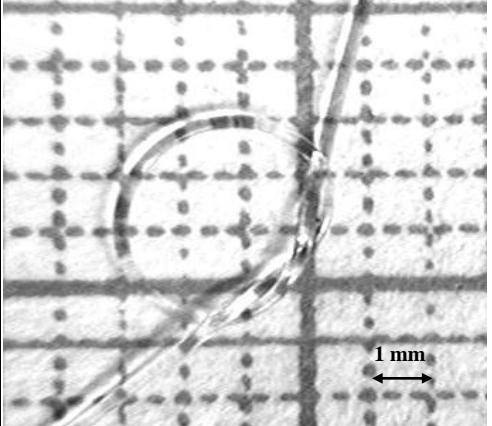
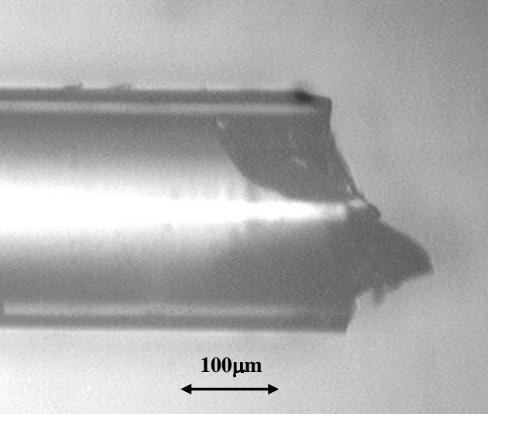
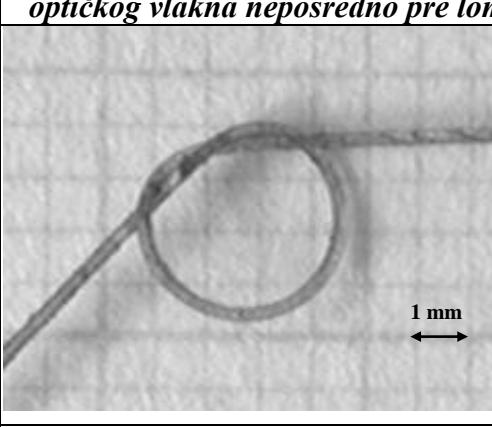
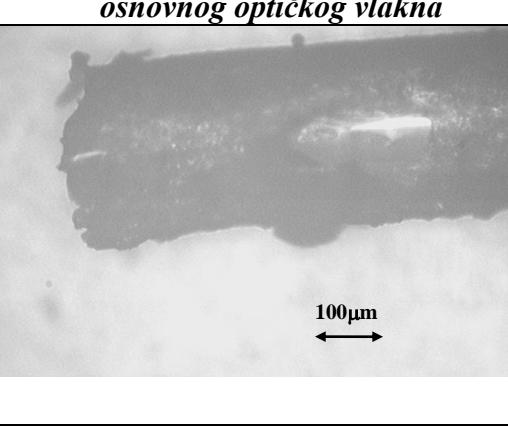
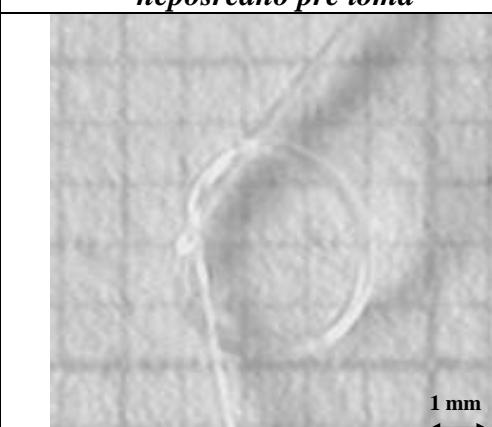
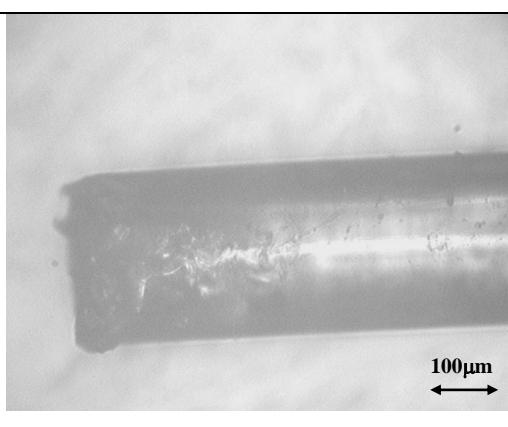
Debljina pojedinačne akrilatne prevlake određena je mikroskopskim ispitivanjem poprečnog preseka dobijenih vlakana (sl. 3.33). U daljem tekstu akrilatne prevlaka niskog modula elastičnosti, koja se nalazi uz stakleno vlakno – označavaće se sa “akrilat 1”, dok je za drugi sloj akrilatnih prevlaka u okviru AFC3 sistema, većeg modula elastičnosti usvojen naziv “akrilat 2” .

Za određivanje zatezne čvrstoće metodom petlje neophodno je poznavati modul elastičnosti vlakna. Da bi mogao da se odredi jedinstveni modul elastičnosti ispitivanih vlakna, vlakno se može posmatrati kao složeni kompozit, pa se može odrediti korišćenjem pravila mešanja [41,43, 143]. Greška pravila mešanja može biti  $\pm 30\%$  [41].

Složeni kompozit sa sastoji iz originalnog optičkog vlakna i kompozitne prevlake EVA-magnetni prah. Ovaj složeni kompozit može da se predstavi kao “matrica” koju čini kompozitna prevlaka (koja je i sama praškasto-disperzni kompozit) za kompozit ojačan kontinualnim optičkim vlaknom. S druge strane, samo originalno optičko vlakno može se uslovno posmatrati kao kompozit ojačan kontinualnim vlaknima. Moguće je korišćenje pravila mešanja za oba “kompozita ojačana kontinualnim vlaknima”, pri čemu se mogu dobiti samo orientacione vrednosti. Disperzno ojačanoj kompozitnoj prevlaci neophodno je odrediti modul elastičnosti na drugi način. Zbog toga je izvršeno uporedno merenje modula smicanja EVA polimera i kompozita EVA sa dispergovanim česticama Ba-ferita. Na osnovu izmerenog modula smicanja moguće je izračunavanje Jungovog modula elastičnosti.

Zaključeno je da je zbog složenosti izračunavanja zajedničkog modula elastičnosti za optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom, kao i uvođenja velikog broja aproksimacija, pouzdano koristiti metodu petlje samo za izračunavanje relativnog izduženja ( $\epsilon$ ). Za izračunavanje je korišćena zavisnost 2.2.

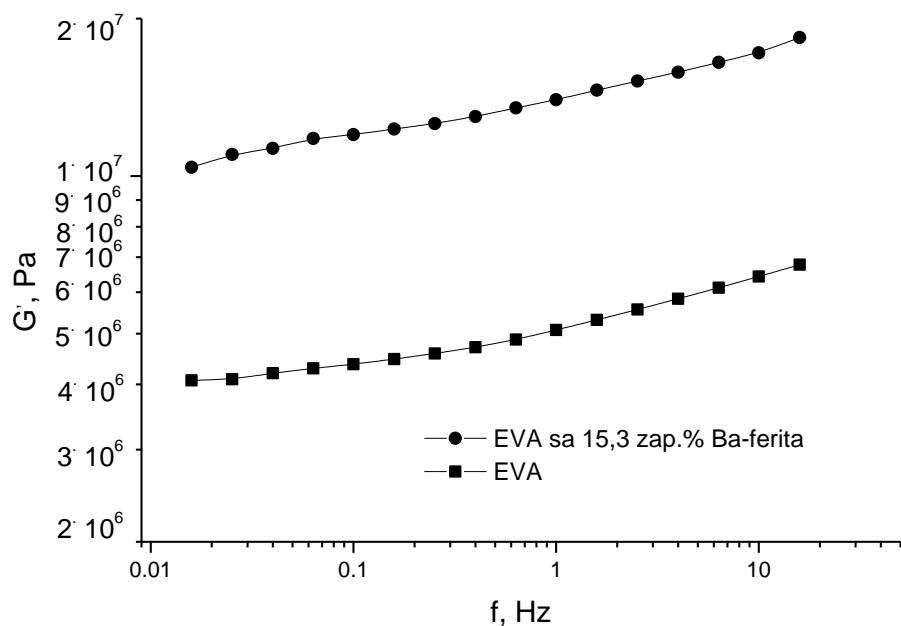
Na slikama 3.87-3.92 prikazane su fotografije petlje i loma nastalog kidanjem osnovnog optičkog vlakna i optičkog vlakna sa kompozitnim prevlakama EVA-Ba-ferit i EVA-SmCo<sub>5</sub>.

	
<i>Sl.3.87. Fotografija petlje osnovnog optičkog vlakna neposredno pre loma</i>	<i>Sl.3.88. Mikrofotografija loma osnovnog optičkog vlakna</i>
	
<i>Sl.3.89. Fotografija petlje optičkog vlakna kompozitnom prevlakom: EVA sa 10,7 zap. %Ba-ferita, neposredno pre loma</i>	<i>Sl.3.90. Mikrofotografija loma optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom: EVA sa 10,7 zap. Ba-ferita</i>
	
<i>Sl.3. 91. Fotografija petlje optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom: EVA sa 10,7 zap. % SmCo<sub>5</sub>, neposredno pre loma</i>	<i>Sl.3.92. Mikrofotografija loma optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom: EVA sa 10,7 zap. % SmCo<sub>5</sub></i>

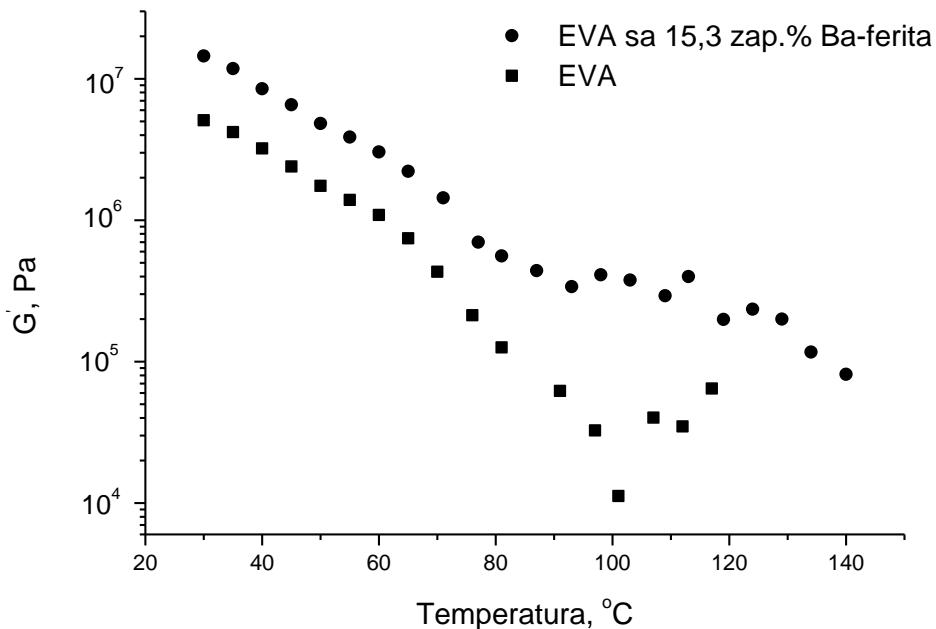
Za sve ispitane uzorke, osnovnog optičkog vlakna, vlakna sa kompozitnom EVA-Ba-ferit i EVA-SmCo<sub>5</sub> prevlakom dobijene su relativno visoke vrednosti relativnog izduženja 10-15%. Analiza dobijenih rezultata ukazivala je da do kidanja prvo dolazi na staklenom delu vlakna čije je relativno izduženje malo, a da se akrilatna i kompozitna prevlaka dalje samostalno istežu nakon što je došlo do prekida centralnog dela vlakna. Na taj način dobijene vrednosti relativnog izduženja predstavljaju u najvećoj meri izduženje sistema akrilatne prevlake + kompozitna prevlaka EVA-magnetni prah, a ne složenog kompozita u celini. Zbog toga se metoda petlje ne može pouzdano koristiti za ispitivanje datog sistema, pa se pristupilo preciznijim ispitivanjima zatezne čvrstoće korišćenjem adaptirane kidalice (Sl. 2.8.- 2.10).

Ipak, preliminarni rezultati dobijeni metodom petlje ukazivali su da sa dodatkom kompozitne prevlake ne dolazi do bitne promene u veličini minimalnog prečnika petlje, a time ni do veće promene zatezne čvrstoće ispitanih složenog kompozita. Prema tome rezultati ispitivanja metodom petlje mogu se prihvati samo kao kvalitativni.

Izvršeno je i kontrolno uporedno merenje modula smicanja EVA polimera i kompozita EVA sa dispergovanim česticama Ba-ferita. Sadržaj praha Ba-ferita u očvrsloj epruveti iznosio je 15,3 zap. %. Na sl. 3.93. prikazani su realni moduli smicanja ( $G'$ ) za uzorak sa EVA polimerom i kompozitom EVA-Ba-ferit dobijeni pri uvijanju na različitim frekvencijama na temperaturi od 30°C. Na sl. 3.94 prikazano je ispitivanje modula smicanja istog tipa uzorka na različitim temperaturama na frekvenciji od 1Hz (6,28 rad/s).



Sl.3.93. Zavisnost modula smicanja od frekvencije za EVA i kompozit EVA-Ba-ferit



### Sl.3.94. Zavisnost modula smicanja od temperature za EVA i kompozit EVA-Ba-ferit

Proučavanjem rezultata prikazanih na sl. 3.93. uočljiv je porast modula smicanja EVA sa dodatkom čestica Ba-ferita. Dodatkom 15,3 zap.% Ba-ferita modul smicanja se povećao u proseku 2,72 puta. Modul smicanja na frekvenciji od 1Hz, na temperaturi od 30°C ( $G'$ ) za EVA polimer iznosi 5,08MPa, a za kompozit EVA sa 15,3 zap. % Ba-ferita 14,03 MPa. Koristeći poznatu zavisnost [100] po kojoj Jungov modul elastičnosti ( $E$ ) može da se izračuna kao trostruka vrednost realnog modula smicanja  $G'$  dobijene su vrednosti za Jungov modul EVA polimera ( $E_{EVA}=15,25$  MPa) i Jungov modul elastičnosti kompozita ( $E_{EVA/Ba-ferit}=42,09$  MPa).

Upoređenjem eksperimentalne izračunate vrednosti za  $E_{EVA}=15,25$  MPa i literaturne  $E_{EVA}=28$  MPa [21] uočava se da je dobijeno svega 54% od literaturne vrednosti. Odstupanje eksperimentalno dobijenog rezultata od literaturnog posledica je kako različitosti metoda za određivanje modula elastičnosti tako i načina pripremanja uzorka. Za literaturno dobijene vrednosti uzorci su pripremani presovanjem granulata, dok su epruvete za ispitivanje dinamičkim uvijanjem dobijene iz toluenskog rastvora. S obzirom da se same kompozitne prevlake formiraju iz disperzije magnetnog praha u rastvoru EVA u toluenu, izabrani način pripremaja epruveta bio je bliži eksperimentalnim uslovima. Nažalost, postoji mogućnost da je uočeno smanjenje modula elastičnosti kod ispitivanog EVA polimera u odnosu na literaturne vrednosti, posledica zaostalog toluena u uzorku i da je za tačnije rezultate korišćenjem metode dinamičkog uvijanja neophodna efikasnija eliminacija zaostalog rastvarača.

Postavlja se pitanje da li i u formiranim kompozitnim prevlakama postoji određena količina zaostalog toluena koja bi mogla da izazove lošija mehanička svojstva. Debljina kompozitne prevlake je 1000-2500 puta manja od debljine ispitne epruvete, pa je proces isparavanja znatno brži i lakši. Pored toga u procesu formiranja kompozitne prevlake dolazi do slobodnog isparavanja toluena, dok se isparavanje toluena iz epruveta korišćenih za ispitivanje dinamičkim uvijanjem namerno odvijalo sporo da bi se eliminisala pojava mehurova. Iz ovih razloga, kao i na osnovu prethodnih ispitivanja [129-133] može se prepostaviti da u kompozitnoj prevlaci ne postoje zaostale količine toluena koji mogu uticati na mehanička svojstva kompozita.

Drugi, značajniji zaključak govori o tome da Ba-ferit u ulozi punioca kompozita sa EVA polimernom matricom vrši disperzno ojačavanje. Uticaj zapreminskega udela  $\varphi$  punioca ne pokorava se pravilu mešanja [41,43,143], već se može primeniti faktor pomeraja  $a_\varphi$  [101]. Tačno definisanje uticaja primenjenih magnetnih prahova (Ba-ferit i SmCo<sub>5</sub>) na mehaničko ojačanje kompozita predstavlja poseban problem koji zaslužuje detaljna ispitivanja. S obzirom da je pri ispitivanju zatezne čvrstoće na adaptiranoj kidalici potvrđeno da do kidanja dolazi pri krtom lomu staklenog dela modifikovanog optičkog vlakna dalja ispitivanja modula smicanja kompozitne prevlake dinamičkim uvijanjem nisu vršena.

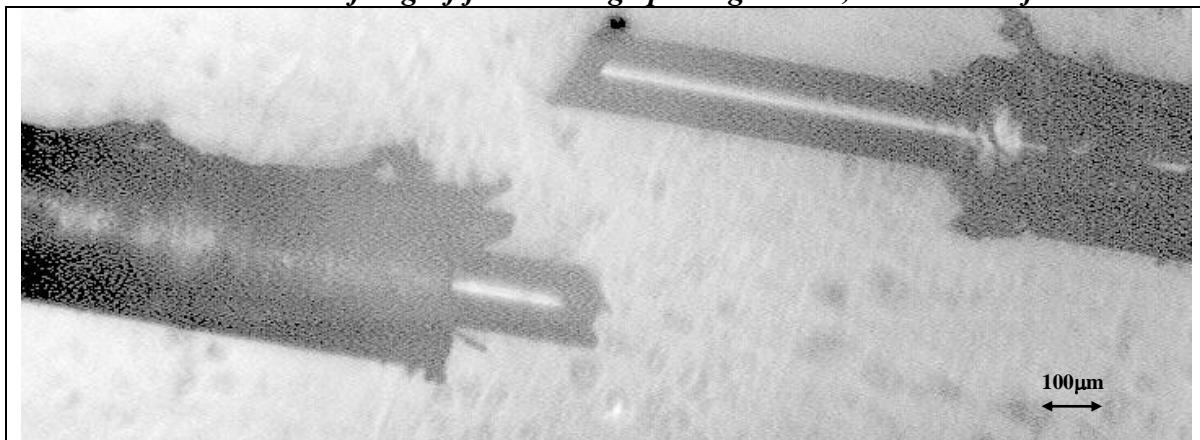
Rezultati prikazanih na sl. 3.94. ukazuju da se dodatkom 15,3 zap.% Ba-ferita modul smicanja EVA kopolimera u temperaturnom intervalu od 30-60°C (koji predstavlja radne uslove tokom izrade optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom) povećao u proseku 2,77 puta. Na višim temperaturama uticaj praha Ba-ferita na modul smicanja ima složeniji karakter.

Ispitivanjem zatezne čvrstoće kidanjem na adaptiranoj kidalici ispitivano je originalno optičko vlakno kao i optička vlakna sa oba tipa magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci. Ispitani su uzorci sa najravnomernijom debljinom kompozitne prevlake pri svim istraživanim koncentracijama magnetnih prahova u kompozitnoj prevlaci. Izgled i karakteristike loma snimane su korišćenjem mikroskopa sa odbijenom svetlošću povezanog sa CCD kamerom i računarom. Ovim sistemom omogućeno je i merenje prečnika vlakna na mestu loma kao i na neoštećenom delu vlakna.

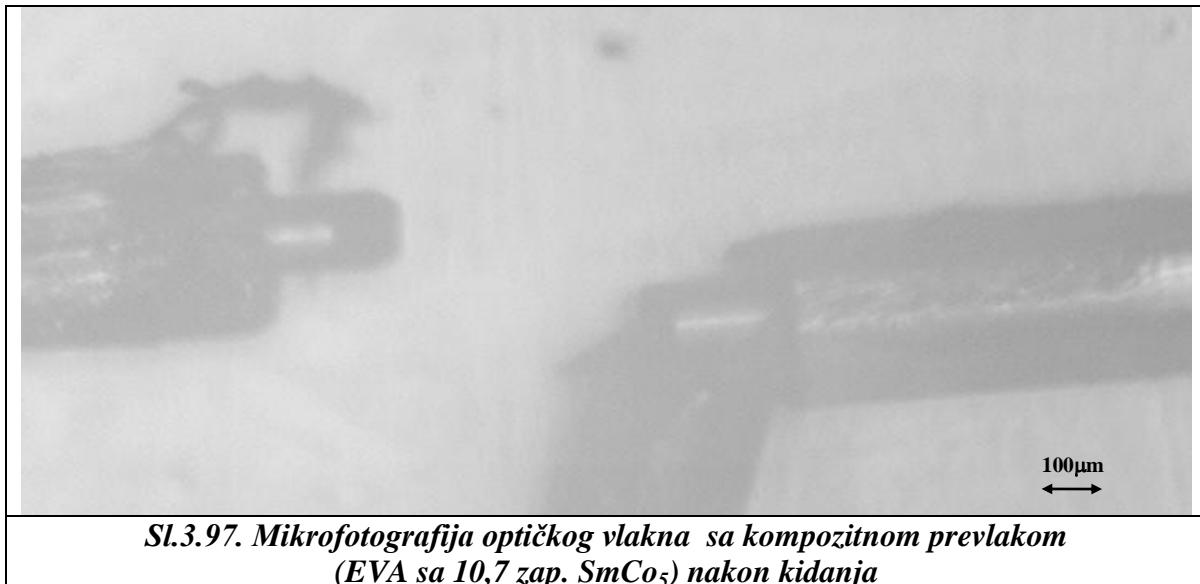
Na slikama 3.95.-3.97. prikazane su mikrofotografije loma nastalog kidanjem na adaptiranoj kidalici osnovnog optičkog vlakna i vlakana sa kompozitnim prevlakama koje sadrže 10,7 zap.% Ba-ferita odnosno SmCo<sub>5</sub>.



*Sl.3.95. Mikrofotografija osnovnog optičkog vlakna, nakon kidanja*



*Sl.3.96. Mikrofotografija optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom (EVA sa 10,7 zap. Ba-ferita) nakon kidanja*



*Sl.3.97. Mikrofotografija optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom (EVA sa 10,7 zap. SmCo<sub>5</sub>) nakon kidanja*

Na svim slikama je jasno uočljiv krti lom staklenog dela optičkog vlakna dok sistem akrilatnih i kompozitna prevlaka polimer – magnetni prah čine jedinstvenu celinu, koja se ili ljušti sa staklenog dela ili nastavlja da se razvlači nakon loma na staklenom delu.

Zbog relativno malog broja ispitanih uzoraka rezultati umesto uobičajenih Weibull-ovih dijagrama [90], dat je tabelarni prikaz najmanje i najveće sile koja dovodi do kidanja vlakna, kao i srednja vrednost. Mali broj od svega 5 ispitivanja, po uzorku ne predstavlja dovoljan broj ispitivanja da bi se odredila tačna verovatnoća.

U tabeli 3.16. prikazani su rezultati ispitivanja zatezne čvrstoće, a u tabeli 3.17. prikazana je i raspodela sila i napona za uzorak 1.12. sa 15,3 zap. % Ba-ferita, dobijena korišćenjem analize prikazane u poglavljju 1.7.1. Pregled dat u tabeli 3.17. prikazan je na primeru ispitivanja kada se epruveta pokidala pri najmanjoj sili kidanja (18 N) u odnosu na svih 5 ispitivanih epruveta.

**Tabela 3.16. Rezultati ispitivanja zatezne čvrstoće**

VRSTA UZORKA			Sila , N			Zatezna čvrstoća, GPa
Vrsta magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci, zap. %	Sadržaj magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci zap. %	Redni br. uzorka	min. vrednost	max. vrednost	Srednja vrednost	Srednja vrednost
Optičko vlakno bez kompozitne prevlake	0	-	16	23	18	1,47
<b>Ba –ferit</b>	7,2	1.1	16	26	19	1,54
	10,7	1.7	15	28	20	1,62
	15,3	1.12	18	27	21	1,70
	21,3	1.19	17	28	22	1,78
	29,6	1.22	16	19	17	1,37
	15,3	3.4	23	30	26	2,10
<b>SmCo<sub>5</sub></b>	7,2	2.1	16	25	21	1,70
	10,7	2.5	17	28	24	1,94
	15,3	2.10	19	32	26	2,10
	21,3	2.15	16	26	21	1,70

**Tabela 3.17. Raspodela sile i napona pri kidanju uzorka sa 15,3 zap. % Ba-ferita**

Materijal	Spoljašnji prečnik $\mu\text{m}$	Youngov modul elastičnosti MPa	Sila N	Napon MPa
Stakleno vlakno	125	70 000	17,64	1438
“Akrilat 1”	180	2	$5,41 \cdot 10^{-4}$	0,041
“Akrilat 2”	245	750	0,334	15,4
Kompozitna prevlaka	280	76	$1,02 \cdot 10^{-3}$	1,55

Na osnovu rezultata prikazanih u tabeli 3.16. proizilazi da prevlačenje optičkog vlakna kompozitnom prevlakom dovodi do povećanja zatezne čvrstoće optičkog vlakna, osim kod uzoraka sa 29,6 zap. % Ba-ferita i 21,3 zap. % SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci. Takođe se uočava da je za iste vrednosti zapreminske udela različitih vrsta magnetnog praha izmerena veća vrednost zatezne čvrstoće za uzorke sa SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci. S obzirom da lom nastaje na “slabom mestu” staklenog dela vlakna, ne sme se bez dodatne analize na većem broju uzoraka, izvesti jednoznačni zaključak o ojačavajućoj ulozi kompozitne prevlake, mada je ona na osnovu analize prikazane u tabeli 3.17. veoma jasna.

Siguran zaključak, koji nedvosmisleno proizilazi iz ovih ispitivanja, je da svi uzorci optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom ispunjavaju uslove propisane od strane PTT – a [144] za mehanička svojstva telekomunikacionih optičkih vlakana, da je sila pri kojoj sa verovatnoćom od 0,1 dolazi do prekidanja vlakna veća od 15N.

### **3.5. REZULTATI ISPITIVANJA TRANSMISIONIH SVOJSTAVA OPTIČKIH VLAKNA SA KOMPOZITNOM PREVLAKOM**

Merenje transmisionih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom vršeno je u laboratorijskim uslovima – na optičkom stolu kao i uslovima definisanog magnetnog polja. U laboratorijskim uslovima proveravano je da li nanošenje kompozitne prevlake dovodi do pogoršanja prenosnih svojstava modifikovanih vlakana. Ispitivani su uzorci optičkih vlakana sa najravnomernijom kompozitnom prevlakom za svaku koncentraciju i vrstu magnetnog praha. Ispitivani su uzorci: 1.1; 1.7; 1.12; 1.19 i 1.22 kao najravnomerniji uzorci sa 7,2; 10,7; 15,3; 21,3 i 29,6 zap. % Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci respektivno. Takođe su ispitani uzorci 2.1; 2.5; 2,10 i 2,15 kao najravnomerniji uzorci sa 7,2; 10,7; 15,3 i 21,3 zap. % SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci, respektivno. Za sve ispitane uzorke izmereno je da se prenosi snaga od 253,9 do 254  $\mu\text{W}$ , što se može smatrati eksperimentalnim odstupanjem od vrednosti dobijene za osnovno monomodno vlakno (254  $\mu\text{W}$ ), a ne slabljenjem signala izazvanim ugradnjom kompozitne prevlake u optičko vlakno.

Pored toga izvršeno je i uporedno ispitivanje optičkih vlakana sa “neravnomernom” kompozitnom prevlakom. Kao predstavnici uzoraka sa “neravnomernom” prevlakom ispitivani su: 1.16 i 2.16 koji oba sadrže 21,3 zap% različitih magnetnih komponenata, a od svih ispitivanih uzoraka sa tom koncentracijom magnetne komponente imaju najneravnomerniju prevlaku. Rezultati merenja snage propagiranog svetlosnog snopa pokazali su da ovi uzorci imaju nešto niže vrednosti prenesene snage: 252,9  $\mu\text{W}$  uzorak 1.16, a uzorak sa SmCo<sub>5</sub> 253,5  $\mu\text{W}$ . Neravnomernost u nanošenju kompozitne prevlake može dovesti do slabljenja signala a posebno kod prevlake koja sadrži Ba-ferit koji poseduje i magnetostriktivna svojstva.

Odgovor na pitanje da li se dobijeno optičko vlakno sa kompozitnom feromegnetnom prevlakom može primenjivati za neku od željenih aplikacija može se dobiti ispitujući osetljivost prenosnih karakteristika na primenjeno spoljašnje magnetno polje. Pored toga neophodno je utvrditi da li je moguće dobijeno modifikovano optičko vlakno locirati i identifikovati magnetnim metoda. Sledeća serija ispitivanja omogućavala je praćenje promena snage svetlosnog signala, kada se modifikovano optičko vlakno izloži dejstvu spoljašnjeg jednosmernog i naizmeničnog precizno definisanog magnetnog polja. Ispitivani su najravnomerniji uzorci za 15,3; 21,3 i 29,6 zap. % magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci. Za ovu seriju ispitivanja je korišćena su sledeća magnetna polja:

1. Primenjeno je jednosmerno i naizmenično magnetno polje ostvareno pomoću Helmholtzovih kalemova. Jačina magnetnog polja je menjana pri čemu je ostvarena maksimalna indukcija od  $B_{\max} = 100\mu\text{T}$  u opsegu frekvencija  $f = 0\text{Hz} - 10\text{ Hz}$ .
2. Generisano je polje pomoću kalema u elektromagnetnom štitu. Maksimalna ostvarena indukcija iznosilo je  $B_{\max} = 2\text{mT}$ . Vrednost frekvencija kretala se  $f = 0\text{Hz} - 3\text{Hz}$ .
3. Ostvareno je magnetno polje u procepu elektromagneta, pri čemu je ostvarena maksimalna vrednost indukcije  $B_{\max} = 0,65\text{T}$  pri frekvenciji  $f = 0\text{Hz} - 3\text{Hz}$ . Merenja su vršena unošenjem modifikovanog optičkog vlakna u procep elektromagneta na dva načina. U prvom slučaju svega 10 navojaka prečnika 5cm ispitivanog optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom bilo je namotano oko elektromagneta. U drugom slučaju celokupna dužina vlakna od 2,5m bila je namotana na nemagnetičan kalem prečnika 2cm i bila smeštena u procep elektromagneta.

Ni pri jednom primjenom magnetnom polju, navedenom u tačkama 1 – 3, nije registrovano da dolazi do promene u prenešenoj snazi svetlosnog signala. Iako je pri ispitivanjima navedenim pod 3.2., vlakno bilo savijeno na prečnik ispod kritičnog prečnika, uređaj za detektovanje svetlosnog signala, FOT, nije ukazivao da postoji slabljenje svetlosnog signala izazvano mikrosavijanjima.

Na osnovu ovih rezultata može se konstatovati da primjena polimerna komponenta kompozitne prevlake ELVAX 265 koja ima modul elastičnosti 29 MPa, omogućuje kompenzaciju magnetostriktivnih efekata i sprečava neželjena mikrosavijanja. Za razliku od preliminarnih ispitivanja [133, 145-147] u kojima je kao polimerna komponenta korišćena dvokomponentna epoksidna smola modula elastičnosti 0,72 GPa, kada je dolazilo do slabljenja signala kod pojedinih uzoraka sa Ba-feritom kao magnetnom komponentom. Ispitivanjima prikazanim u ovom radu potvrđeno je da je korišćenjem polimernog materijala niskih modula elastičnosti kao vezivne komponente u procesu izrade optičkih vlakana sa kompozitnom feromagnetskom prevlakom obezbeđena izrada optičkih vlakana neoštećenih prenosnih svojstava. Ovako modifikovana optička vlakna moguće je koristiti kao telekomunikaciona optička vlakna koja se mogu locirati korišćenjem magnetskih metoda.

Drugi zahtev koji mora biti ispunjen da bi se novodobijeni materijal koristio za lociranje i identifikaciju telekomunikacionih vlakana, je da ima dovoljno izražena magnetska svojstva da se ona mogu detektovati odgovarajućim magnetometrom.

Vršena je provera feromagnetičnosti optičkih vlakana sa EVA-Ba-ferit i EVA-SmCo<sub>5</sub> kompozitnom prevlakom. S obzirom da je zapreminski udeo magnetnih materijala u kompozitnoj prevlaci u granicama od 7,2-29,6 zap.% to je udeo magnetne komponente u celom vlaknu manji i iznosi 1,7-13,3 zap %. Optička vlakna sa kompozitnom feromagnetskom prevlakom namagnetisana su u kalemu a njihova magnetičnost je registrovana pomoću magnetometra na bazi drugog harmonika tipa "FLUXGATE" (čija je osetljivost 1nT i rezolucija 1nT ) u antimagnetskim štitovima.

Ovim merenjima je potvrđeno postojanje magnetskih svojstava, ali za potrebe primene dobijenih materijala kao telekomunikacionih vlakana koja je moguće locirati primenom magnetskih metoda neophodno je izvršiti poboljšanja u postupku izrade ovih vlakana. Neophodno je korišćene magnetne materijale (Ba-ferit i SmCo<sub>5</sub>) prethodno namagnetisati odgovarajućim saturacionim magnetskim poljem, a posebno je važno izvršiti usmeravanje prahova dejstvom spoljašnjeg magnetskog polja u toku procesa izrade kompozitne prevlake. Pretpostavlja se da bi se najbolji rezultati dobili ukoliko bi se spoljašnje magnetsko polje primenilo neposredno pri izlasku vlakna sa kompozitnom prevlakom iz uređaja za prevlačenje u fazi očvršćavanja i sušenja kompozitne prevlake. Na taj način čestice praha bi zadržale svoju orijentaciju u očvrslom kompozitu. Korišćenje SmCo<sub>5</sub> kao magnetnog materijala sa izraženijim magnetskim svojstvima predstavlja bolje rešenje. Pretpostavlja se da bi korišćenje prahova nano veličine kao i magnetskih prahova na bazi Nd-Fe-B kao magnetne komponente kompozitne prevlake još više doprinelo poboljšanju lakoće magnetnog lociranja i identifikacije željenog telekomunikacionog optičkog vlakna.

## **4. NUMERIČKA SIMULACIJA PROCESA PREVLAČENJA OPTIČKIH VLAKANA KOMPOZITNOM PREVLAKOM POLIMER –MAGNETNI PRAH**

Korišćenjem numeričke simulacije procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom polimer – magnetni prah bilo je omogućeno ispitivanje uticaja većeg broja procesnih parametara. Simulacija omogućava ispitivanje raznih procesnih parametara, kako onih koji su korišćeni u eksperimentu (zbog provere slaganja modela sa eksperimentom) tako i onih koji eksperimentalno nisu ispitivani (zbog proširenja polja eksperimenta) što daje jednostavnije, celokupnije i brže definisanje ispitivanog procesa. Na osnovu rezultata numeričke simulacije moguće je predložiti parametre za konstrukciju uređaja za prevlačenje (dimenziju dizne) koja omogućava formiranje kompozitne prevlake željene ravnomerne debljine.

U preliminarnim istraživanjima [148] ustanovljeno je da Miller-ov model pokazuje bolje slaganje sa eksperimentalnim rezultatima u odnosu na Paek-ov model prevlačenja vlakana. Zbog toga je za numeričku simulaciju procesa prevlačenja vlakana kompozitnom prevlakom izabran matematički model koji je zasnovan na Miller-ovom modelu prevlačenja vlakana polimernom prevlakom [85] i eksperimentalno utvrđenom reološkom ponašanju ispitivanih disperznih sistema. Reološkim ispitivanjima je potvrđeno da je ponašanje ispitivanog disperznog sistema slično ponašanju odgovarajućih nenjutnovskih koncentrovanih rastvora. Ispitani rastvori i disperzije se ponašaju kao strukturno-viskozne tečnosti čija viskoznost zavisi od brzine smicanja po stepenom zakonu. Zbog toga je moguće, uz odgovarajuće dopune, primeniti Millerov model i na ispitivane disperzne sisteme. Ovaj model važi za cilindričnu diznu koja nije pod pritiskom, što odgovara eksperimentalnim uslovima. S obzirom da model koristi eksperimentalno dobijene reološke podatke, koji se odnose isključivo na ispitane disperzne sisteme, prikazani model i odgovarajuća numerička simulacija ne važe generalno, već se isključivo odnose na prevlačenje optičkih vlakana disperzijom magnetnih prahova Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub>, definisane granulacije, u 15-25 mas. % rastvoru EVA u tolenu u intervalu temperatura od 30-60°.

### **4.1.OSNOVNE POSTAVKE MATEMATIČKOG MODELA PREVLAČENJA OPTIČKIH VLAKANA KOMPOZITNOM PREVLAKOM POLIMER –MAGNETNI PRAH**

Miller-ov model [85] omogućava izračunavanje debljine formirane prevlake. Korišćenjem analogije sa jednačinom (1.31) izvedena je osnovna jednačina modela:

$$CT = \sqrt{\frac{2w\rho}{\rho'} \int_{r_f}^{r_0} \left[ 1 - \left( \frac{r}{r_0} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] dr + r_f^2 - r_f} \quad (4.1)$$

gde su:

*CT*- debljina kompozitne prevlake

*r<sub>o</sub>* -poluprečnik dizne

*r<sub>f</sub>* -poluprečnik optičkog vlakna bez kompozitne prevlake

*ρ* - gustina disperzije kojom se vrši prevlačenje

*ρ'* - gustina kompozitne prevlake

*n* -ekponent stepenog zakona

w -maseni procenat čvrste komponente u disperziji

Gustina kompozitne prevlake izračunava se poznajući gustine EVA ( $\rho_{EVA}$ ) i magnetnih prahova ( $\rho_{mp}$ ) [21, 54]:

$$\rho' = \frac{\rho_{EVA} \cdot \rho_{mp}}{\rho_{EVA} \cdot z + \rho_{mp} - \rho_{mp} \cdot z} \quad (4.2)$$

gde je:

$z$  - maseni udeo magnetne komponente u kompozitnoj prevlaci

Gustina disperzije određivana je korišćenjem jednakosti:

$$\rho = \frac{\rho_{EVA} \cdot \rho_{mp} \cdot \rho_T (1 - z + Cz)}{\rho_{EVA} \cdot \rho_{mp} \cdot (1 - z) \cdot (1 - C) + \rho_{EVA} \cdot \rho_T Cz + \rho_{mp} \cdot \rho_T (1 - z)} \quad (4.3)$$

gde su:

$C$ - maseni udeo EVA u rastvoru, kg/kg

$\rho_T$ - gustina toluena, kg/m<sup>3</sup>

Maseni procenat čvrste komponente u disperziji (w) izračunava se na osnovu jednakosti:

$$w = \frac{C}{1 - z + C \cdot z} \quad (4.4)$$

Za određivanje ekponenta  $n$  stepenog zakona korišćene su eksperimentalno dobijene zavisnosti prikazane u poglavljju 3.2.

S obzirom da je u ovom radu nedvosmisleno potvrđeno da ravnomernost debljine kompozitne prevlake zavisi od viskoznosti disperzije kojom se vrši prevlačenje, eksperimentano dobijeni rezultati reoloških ispitivanja uvršćeni su u model. Model je koncipiran tako da se na osnovu datih ulaznih podataka: vrsta praha, temperatura, koncentracija EVA u toluenu, koncentracija magnetnog praha i brzine prevlačenja izračunava viskoznost disperzije. Nakon unosa podataka model ispituje da li se viskoznost na osnovu zadatih uslova prevlačenja nalazi u zadatom opsegu viskoznosti (0,8-1,4Pas), za koji je eksperimentalno utvrđeno da omogućava formiranje prevlake ravnomerne debljine. Ako je viskoznost u zadatom opsegu onda se prelazi na izračunavanje debljine prevlake, a ako nije onda pri zadatim uslovima prevlačenja nije moguće dobiti prevlaku ravnomerne debljine tako da se ona ne izračunava.

Kako viskoznost disperzije zavisi od temperature, koncentracije EVA u toluenu, brzine smicanja, zapreminskog udela magnetnog praha ( $\phi$ ) u disperziji i vrste magnetnog praha model čine i sledeće zavisnosti, koje predstavljaju izvedene oblike jednačina 3.3. i 3.4. :

$$\dot{\gamma} = \frac{v_0}{r_0 - r_f} \quad (4.5)$$

gde su:

$\dot{\gamma}$  - brzina smicanja

$v_0$  -brzina prevlačenja

$r_o$  – poluprečnik dizne

$r_f$  – poluprečnik osnovnog optičkog vlakna

$$\varphi = \frac{C \cdot z \cdot \rho_{EVA} \cdot \rho_T}{C \cdot (1-z) \cdot \rho_{mp} \cdot \rho_T + (1-C) \cdot (1-z) \cdot \rho_{EVA} \cdot \rho_{mp} + C \cdot z \cdot \rho_{EVA} \cdot \rho_T} \quad (4.6)$$

Sve eksperimentalno dobijene reološke zavisnosti, prikazane u poglavlju 3.2. iskorišćene su na sledeći način. Kada su zadati uslovi temperature, koncentracije EVA, koncentracije magnetnog praha eksperimentalno ispitane tada se koriste eksperimentalno dobijene jednakosti prikazane u tabelama 3.4. i 3.5. Viskoznosti disperzija koje nisu eksperimentalno utvrđivane određuju se na osnovu eksperimentalno određenih viskoznosti rastvora. Sve zavisnosti viskoznosti rastvora EVA u toluenu od brzine smicanja, koncentraciju EVA u toluenu i temperature date su u tabeli 3.2. i predstavljaju set jednačina oblika:

$$\log \eta_{rastv}(T, c) = A(T, C) + B(T, C) \cdot \log \dot{\gamma} \quad (4.7)$$

gde su:

$A$  i  $B$  - konstante koje zavise od temperature ( $T$ ) i koncentracije EVA ( $C$ )

$\eta_{rast}$  - viskoznost rastvora na datoj temperaturi ( $T$ ) i koncentraciji EVA ( $C$ )

Za izračunanje viskoznosti disperzije koristi jedna od sledeće dve jednačine u zavisnosti o kojem se magnetnom prahu radi:

$$\eta_{dis}(T, c, \dot{\gamma}) = \eta_{rastv}(T, c, \dot{\gamma}) \cdot (1 + 7,5 \cdot \varphi) \quad \text{za SmCo}_5 \quad (4.8)$$

$$\eta_{dis}(T, c, \dot{\gamma}) = \eta_{rastv}(T, c, \dot{\gamma}) \cdot (1 + 4,5 \cdot \varphi) \quad \text{za Ba-ferit} \quad (4.9)$$

Gde su:

$\eta_{rast}$  - viskoznost rastvora na datoj temperaturi ( $T$ ) i koncentraciji EVA ( $C$ ) pri brzini smicanja ( $\dot{\gamma}$ )

$\eta_{rast}$  - viskoznost disperzije na datoj temperaturi ( $T$ ) i koncentraciji EVA ( $C$ ) pri brzini smicanja ( $\dot{\gamma}$ )

## **4.2.ALGORITAM NUMERIČKE SIMULACIJE PROCESA PREVLAČENJA OPTIČKIH VLAKANA KOMPOZITNOM PREVLAKOM POLIMER –MAGNETNI PRAH**

Na osnovu postavljenog matematičkog modela, napisan je program u programskom jeziku Fortran Power Station za operativni sistem Windows 98. Algoritam glavnog programa prikazan je na sl. 4.1.

Glavni program je organizovan tako da se nakon unosa procesnih parametara (temperatura, vrsta i koncentracija magnetnog praha, koncentracija EVA, brzina prevlačenja, prečnik dizne i prečnik optičkog vlakna), u okviru dva odvojena podprograma izračunava viskoznost disperzije i ispituje da li se ta viskoznost nalazi u zadatom opsegu, odnosno izračunava debljina prevlake.

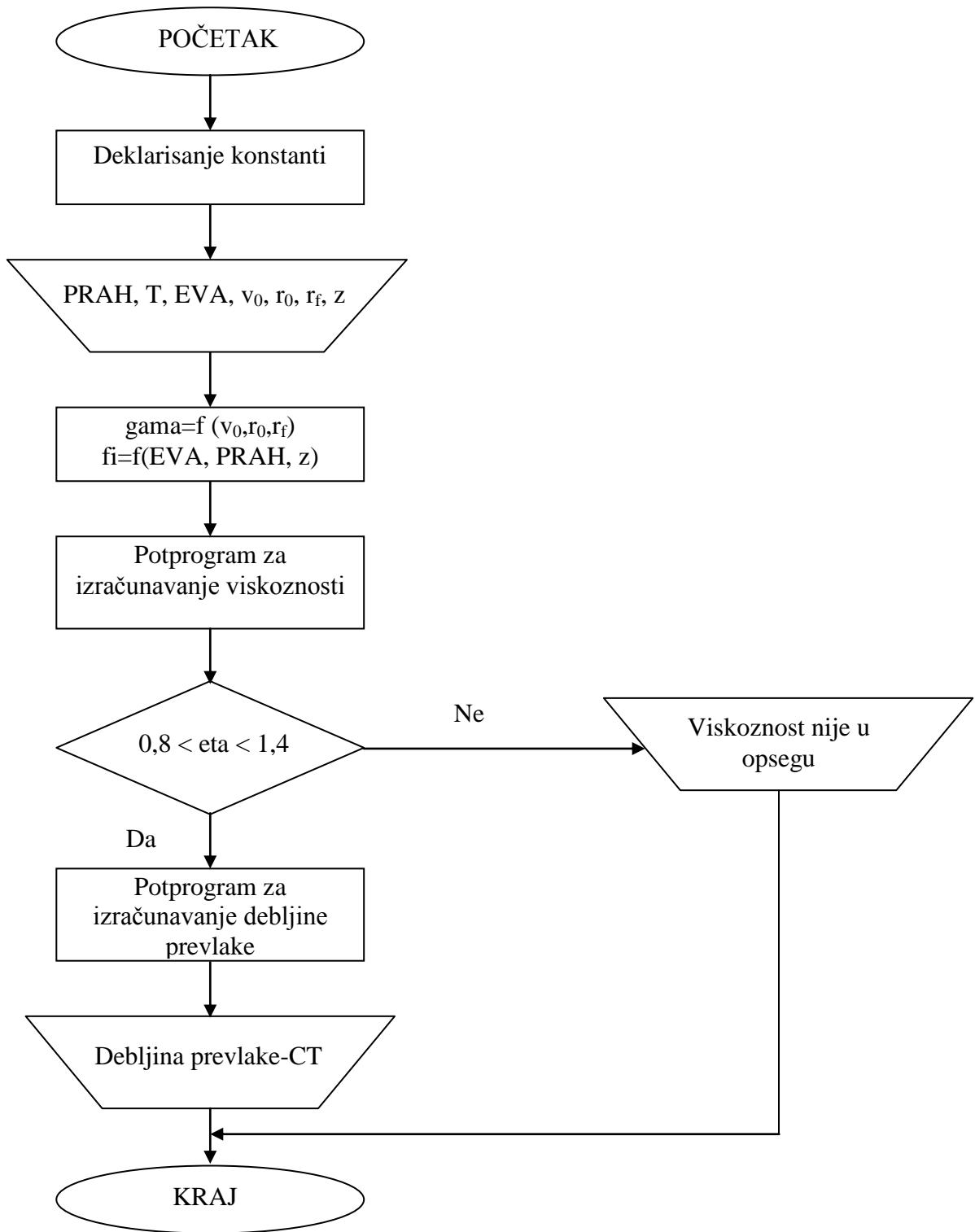
U okviru programske celine deklaracija konstanti, definisane su vrednosti gustina koje se koriste za proračun gustina disperzije i kompozitne prevlake. U ovom delu su u obliku matrice date vrednosti konstanti A i B, koje omogućavaju određivanje viskoznosti rastvora.

Pri unosu procesnih promenljivih ispituje se da li se one nalaze u zadatom intervalu i tek nakon ispunjenja ovog uslova program nastavlja rad.

Nakon izračunavanja brzine smicanja i zapreminske udeline magnetnog praha u disperziji korišćenjem jednakosti 4.5 odnosno 4.6 pristupa se određivanju viskoznosti disperzije.

Potprogram za izračunavanje viskoznosti ispituje da li za zadate vrednosti temperature i koncentracije EVA u toluenu imamo tačne zavisnosti viskoznosti od gradijenta brzine, ili se mora koristiti metoda interpolacije, kako za temperaturu, tako i za koncentraciju EVA. Osnovne jednačine koje omogućavaju ovaj proračun su jednačine 4.7 i u zavisnosti od vrste praha koriste se jednačina 4.8 ili 4.9 Ovim potprogramom nije podržana metoda ekstrapolacije, jer može doći do većih promena viskoznosti za vrednosti koncentracije EVA i temperature koje nisu u zadatom opsegu. U okviru ovog potprograma vrši se izračunavanje eksponenta stepenog zakona. Ukoliko je viskoznost disperzije takva da omogućava formiranje prevlake ravnomerne debljine ( $0,8 \text{ Pas} < \eta_{\text{disp}} < 1,4 \text{ Pas}$ ) program nastavlja rad.

U potprogramu za izračunavanje debljine prevlake zadati prečnici dizne i optičkog vlakna i koncentracija EVA u toluenu su konstantni, dok se maseni procenat magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci menja sa zadatim korakom. Prvi korak u okviru potprograma za izračunavanje debljine prevlake predstavlja izračunavanje gustine kompozitne prevlake ( $\rho'$ ), gustine disperzije kojom se vrši prevlačenje ( $\rho$ ) i masenog procenta čvrste komponente u disperziji ( $w$ ) korišćenjem jednakosti 4.2, 4.3 i 4.4, respektivno. Debljina prevlake izračunava se korišćenjem jednakosti 4.1. Za izračunavanje vrednosti integrala korišćeno je Simpsonovo pravilo.



#### Sl.4.1. Algoritam glavnog programa

Oznake korišćene u algoritmu na sl. 4.1.:

- CT – izračunata debljina kompozitne prevlake,  $\mu\text{m}$
- PRAH – vrsta magnetnog praha (barijumferit ili  $\text{SmCo}_5$ )
- EVA – koncentracija EVA u toluene, mas.%
- $r_f$  – poluprečnik optičkog vlakna,  $\mu\text{m}$
- $fi$  – zapreminski udio magnetnog praha u disperziji
- w – maseni udio čvrste komponente u disperziji
- z – maseni udio magnetnog praha u očvrsloj kompozitnoj prevlaci, mas.%

- T – temperatura,  $^\circ\text{C}$
- $r_0$  – poluprečnik dizne, mm
- $v_0$  – brzina prevlačenja, m/s
- gama – brzina smicanja,  $\text{s}^{-1}$

### **4.3. REZULTATI NUMERIČKE SIMULACIJE PROCESA PREVLAČENJA OPTIČKIH VLAKANA KOMPOZITNOM PREVLAKOM POLIMER –MAGNETNI PRAH**

Numerička simulacija omogućila je ispitivanje uticaja različitih parametara na debljinu kompozitne prevlake. Izvršene su sledeće grupe ispitivanja:

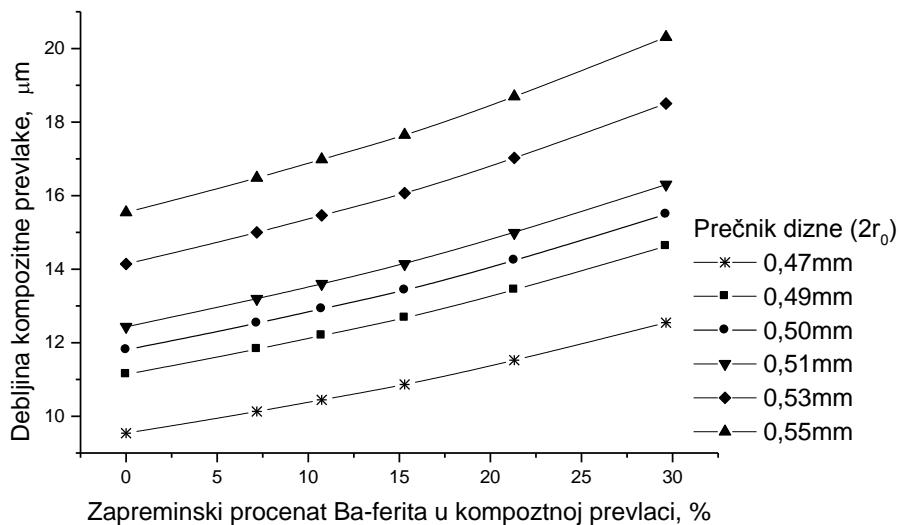
1. Ispitivan je uticaj prečnika dizne za različite zapreminske udele obe vrste magnetnog praha i različite koncentracije EVA u toluenu, pri konstantnom prečniku vlakna.
2. Ispitivan je uticaj prečnika optičkog vlakna za različite zapreminske udele obe vrste magnetnog praha i različite koncentracije EVA u toluenu, pri konstantnom prečniku dizne.
3. Ispitivan je uticaj promene koncentracije EVA u toluenu za različite zapreminske udele Ba-ferita, pri konstantnom prečniku dizne i optičkog vlakna.
4. Ispitan je uticaj vrste magnetnog praha, pri konstantnom prečniku dizne i optičkog vlakna i koncentraciji EVA u toluenu.

Radi ilustracije rezultata numeričke simulacije rezultati svake grupe ispitivanja prikazani su jednim primerom.

Rezultati numeričke simulacije mogu da se predstave kao parametarske familije krivih linija. Neke od tih krivih su dobijene za vrednosti parametara korišćenih u eksperimentu (i predstavljaju proveru i potvrdu modela), a one dobijene za druge vrednosti parametara predstavljaju proširenje eksperimenta na nivou matematičkog modela. U narednim primerima je, pored ostalih, uvek prikazana i kriva sa parametrima koji su i eksperimentalno korišćeni (prečnik dizne 0,50 mm, prečnik vlakna 245  $\mu\text{m}$ , koncentracija EVA 17,5 mas.% na 38 °C).

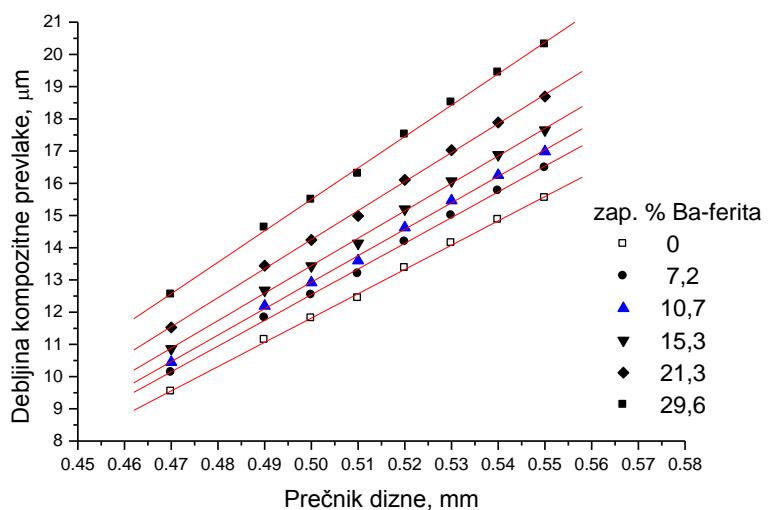
### 4.3.1. Uticaj prečnika dizne za prevlačenje na debljinu kompozitne prevlake

Na sl. 4.2. prikazana je simulacija uticaja prečnika dizne uređaja za prevlačenje na debljinu kompozitne prevlake. Primer koji je prikazan predstavlja simulaciju uslova prevlačenja u kojoj su svi ispitivani procesni parametri, osim prečnika dizne identični vrednostima ovih parametara pri eksperimentalnim ispitivanjima. Tako je prečnik osnovnog optičkog vlakna  $245 \mu\text{m}$ , disperzija za koju je vršena simulacija predstavlja disperziju Ba-ferita u 17,5 mas.% rastvoru EVA u toluenu, na  $38^\circ\text{C}$ . Simulacija je prikazana za zapreminske procente Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci koji su i eksperimentalno ispitivani. Prikazan je uticaj prečnika dizne u uskom intervalu u odnosu na eksperimentalno korišćenu diznu prečniku  $0,50 \text{ mm}$ .



*Sl. 4.2. Zavisnost debljine kompozitne prevlake od zapreminskog procenta Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci za prečnik dizne od  $0,47 - 0,55 \text{ mm}$  ( $C=0,175 \text{ kg/kg}$ ,  $2r_f=245 \mu\text{m}$ )*

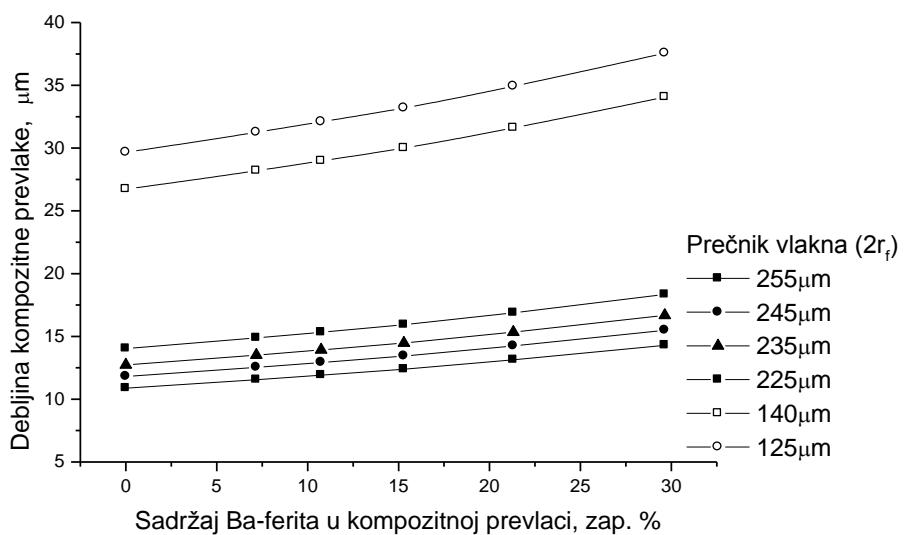
Rezultati simulacije pokazuju da sa malim porastom otvora dizne na uređaju za prevlačenje dolazi do značajne promene debljine kompozitne prevlake. Debljina kompozitne prevlake linearno zavisi od prečnika dizne (Sl. 4.3.). Porast sadržaja Ba-ferita kompozitnoj prevlaci (izražen kako u mas. % tako i u zap. %) dovodi do eksponencijalnog porasta debljine kompozitne prevlake, dok je uticaj zapreminskog udela Ba-ferita u disperziji na debljinu kompozitne prevlake linearan [148, 149].



*Sl. 4.3. Zavisnost debljine kompozitne prevlake od prečnik dizne za različite zapreminske procente Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci ( $C=0,175 \text{ kg/kg}$ ,  $2r_f=245 \mu\text{m}$ )*

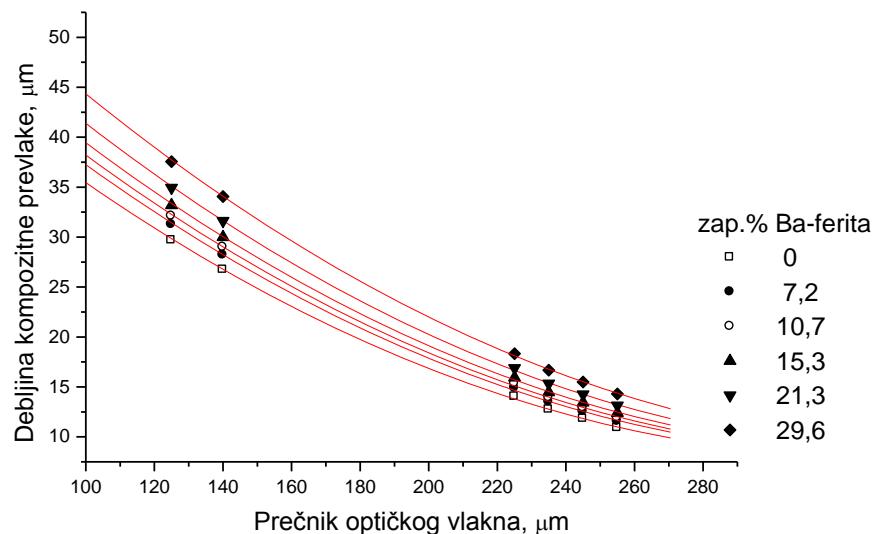
### 4.3.2. Uticaj prečnika osnovnog vlakna na debljinu kompozitne prevlake

Na sl. 4.4. prikazana je simulacija uticaja prečnika osnovnog optičkog vlakna na debljinu kompozitne prevlake. Rezultati su prikazani za prevlačenje disperzijama istog sastava kao i na sl. 4.2. Simulacija je prikazana za eksperimentalno korišćen prečnik dizne od 0,50 mm. Rezultati su prikazani za standardne prečnike optičkog vlakna. Na osnovu podataka koje je dao proizvođač [30] prečnik korišćenog monomodnog vlakna sa originalnim prevlakama iznosi  $245 \pm 10 \mu\text{m}$ . Zbog toga je simulacija vršena za vlakna prečnika 235, 245 i 255  $\mu\text{m}$ . Pored toga prikazani su rezultati koji bi se dobili prevlačenjem multimodnog vlakna čiji prečnik zajedno sa zaštitnom prevlakom iznosi 225  $\mu\text{m}$ . Simulacija je vršena i za standardne vrednosti prečnika optičkih vlakana bez zaštitne prevlake (125 i 140  $\mu\text{m}$ ) [20, 30].



Sl. 4.4. Zavisnost debljine kompozitne prevlake od zapreminskog procenta Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci za prečnik vlakna od 125 – 255  $\mu\text{m}$  ( $C=0,175 \text{ kg/kg}$ ,  $2r_0=0,50 \text{ mm}$ )

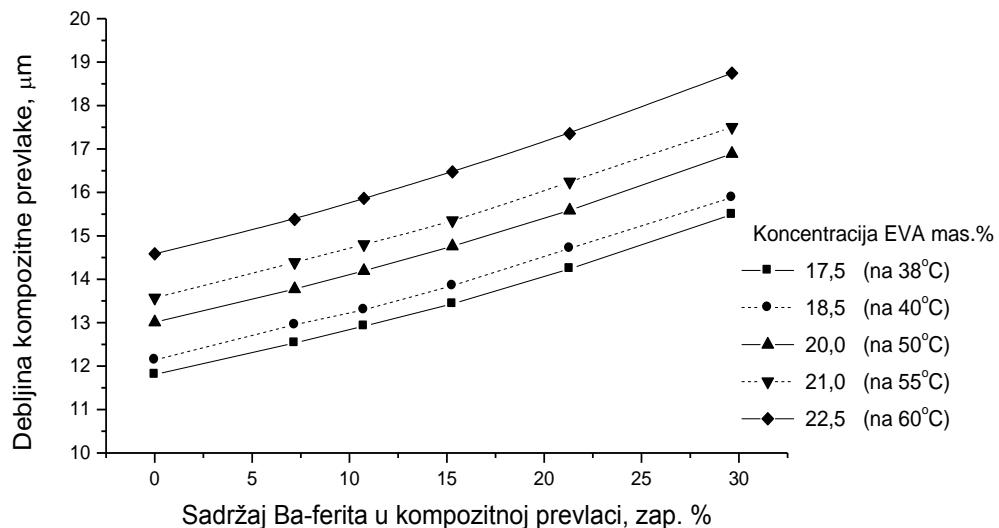
Debljina kompozitne prevlake za svaki simulirani prečnik optičkog vlakna eksponencijalno raste sa sadržajem magnetne komponente u kompozitnoj prevlaci. S druge strane, za konstantnu koncentraciju Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci debljina kompozitne prevlake opada sa porastom prečnika osnovnog vlakna. Svaka od ovih zavisnosti ima oblik kvadratne parabole (Sl.4.5.)



Sl. 4.5. Zavisnost debljine kompozitne prevlake od prečnika optičkog vlakna za različite zapreminske procente Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci ( $C=0,175 \text{ kg/kg}$ ,  $2r_0=0,50 \text{ mm}$ )

### 4.3.3. Uticaj koncentracije EVA u toluenu na debljinu kompozitne prevlake

Simulacija uticaja koncentracije rastvora EVA u toluenu na debljinu kompozitne prevlake, uz uslov da svi ostali procesni parametri budu konstantni, nije u potpunosti moguća. Zbog uslova modela da  $\eta_{\text{disp}}$  bude u intervalu  $0,8 \text{ Pas} < \eta_{\text{disp}} < 1,4 \text{ Pas}$ , procesni parametar koncentracija EVA u toluenu, ne može se posmatrati nezavisno od parametra temperature. Disperzije magnetnih prahova dobijene njihovim dispergovanjem u rastvorima različitih koncentracija EVA u toluenu ali na različitim temperaturama ispunjavaju uslov modela  $0,8 \text{ Pas} < \eta_{\text{disp}} < 1,4 \text{ Pas}$ . Disperzije nastale dispergovanjem čestica magnetnog praha u rastvorima minimalne i maksimalne ispitane koncentracije (15,0 i 25,0 mas. % EVA u toluenu) u definisanom intervalu temperatura ( $30\text{-}60^\circ\text{C}$ ) ne mogu da ispunе ovaj uslov. Na sl. 4.6. prikazan je uticaj koncentracije EVA u toluenu u intervalu od 17,5 do 22,5 mas.% na debljinu kompozitne prevlake.

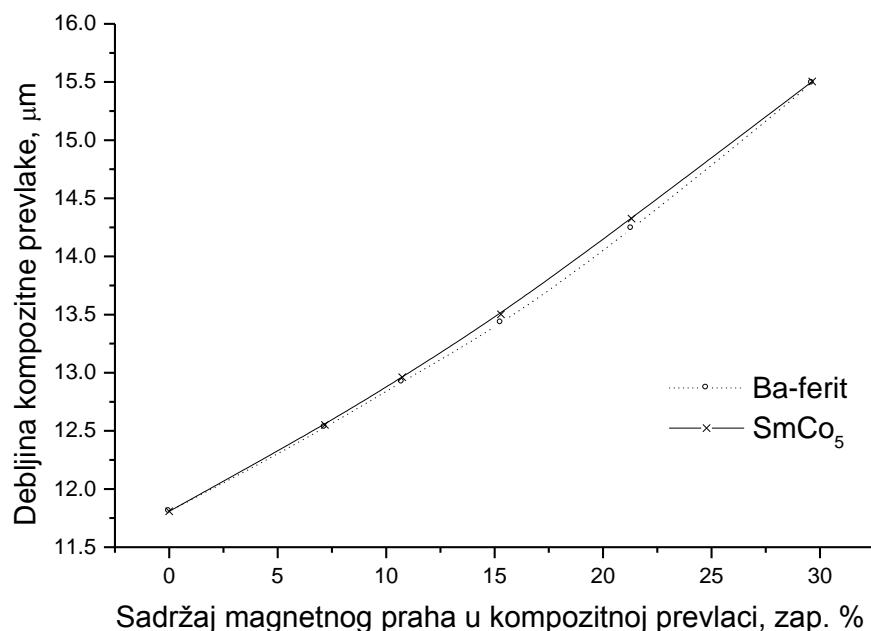


Sl. 4.6. Zavisnost debljine kompozitne prevlake od sadržaja Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci za različite koncentracije EVA u toluenu ( $2r_f=245 \mu\text{m}$ ,  $2r_0=0,50 \text{ mm}$ )

Na sl. 4.6. koncentracije koje nisu eksperimentalno ispitivane obeležene su isprekidanim linijama. Za svaku ispitivanu koncentraciju navedena je temperatura za koju je ispunjen uslov da disperzija ima viskoznost koja omogućava formiranje prevlake ravnomerne debljine, za koju je prikazana simulacija vršena. Prema korišćenom matematičkom modelu temperatura na kojoj se simulacija vrši, utiče kako na ravnomernost prevlake (utičući na viskoznost disperzije), tako i na debljinu prevlake (preko eksponenta,  $n$ , stepenog zakona). S obzirom da je ovaj eksponent član jednačine 4.1, koja omogućava izračunavanje debljine prevlake, na ovakav indirektni način postoji zavisnost debljine prevlake od temperature. Debljina kompozitne prevlake raste sa porastom koncentracije EVA u toluenu za konstantan sadržaj Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci. Ne može da se da tačna zavisnost debljine prevlake od koncentracije EVA pri konstantnom sadržaju Ba-ferita, zato što pri promeni koncentracije mora da se menja i temperatura da bi važio uslov da se viskoznost nalazi u intervalu u kome mogu da se dobijaju kvalitetne prevlake, kao i eksponent  $n$  (kao zavisna promenljiva od koncentracije EVA i temperature). I pored toga može da se uoči trend te zavisnosti, koji je blizak linearnom ponašanju. Odstupanje od linearne zavisnosti javlja se zbog toga što smanjenje eksponenta  $n$  stepenog zakona izaziva povećanje debljine kompozitne prevlake. Kako su na višim temperaturama eksperimentalno dobijene vrednosti eksponenta  $n$  međusobno bliske i bliske 1, ova odstupanja su mala, dok su na nižim temperaturama ( $< 45^\circ\text{C}$ ) veća odstupanja  $n$  od 1, a time i posmatranog trenda od linearног ponašanja.

#### 4.3.4. Uticaj vrste magnetnog praha na debljinu kompozitne prevlake

Simulacija uticaja vrste magnetnog praha prikazana je za vrednosti procesnih parametara koji u potpunosti odgovaraju eksperimentalnim. Simulirani uslovi prevlačenja bili su: prečnik dizne 0,50mm, prečnik osnovnog optičkog vlakna 245 $\mu\text{m}$ , 17,5 mas. rastvor EVA u toluenu, na 38°C. Zapreminske udeli za obe vrste magnetnog praha u disperziji bili su 0,0123; 0,0191; 0,0283; 0,0419; 0,0637 što omogućava formiranje kompozitne prevlake sa 7,2; 10,7; 15,3; 21,3; 29,6 zap. % magnetne komponente. Na sl. 4.7. prikazani su rezultati ove simulacije.



*Sl. 4.7. Zavisnost debljine prevlake od vrste i sadržaja magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci ( $C=0,175\text{kg/kg}$ ,  $2r_f=245\ \mu\text{m}$ ,  $2r_0=0,50\ \text{mm}$ )*

Pri jednakim zapreminskim procentima Ba-ferita i  $\text{SmCo}_5$  u kompozitnoj prevlaci sa Ba-feritom dobijaju se neznatno tanje kompozitne prevlake.

Analizom prikazanih rezultata moguće je uporediti u kolikoj meri pojedini procesni parametri utiču na debljinu kompozitne prevlake. Uočava se da na debljinu kompozitne prevlake znatno utiče karakteristika uređaja za prevlačenje - prečnik dizne. Uticaj drugih procesnih parametara je manji.

Ako se, kao referentni, posmatraju rezultati dobijeni numeričkom simulacijom za sledeće vrednosti procesnih parametara:  $C=0,175\text{kg/kg}$ ,  $2r_f=245\ \mu\text{m}$ ,  $2r_0=0,50\ \text{mm}$  i 15,28 zap. % Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci, da bi se debljina prevlake povećala za 10%, ukoliko se menja samo jedan procesni parametar, dok su svi ostali procesni parametri konstantni potrebno je:

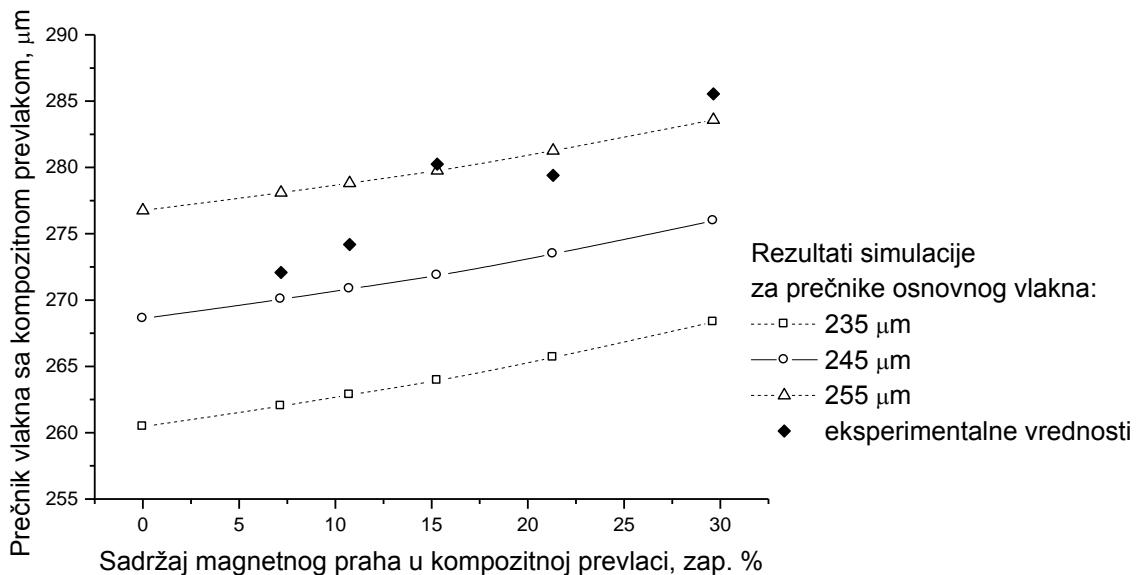
- povećati prečnik dizne za 3,2% (sa 0,50 na 0,516mm), ili
- smanjiti prečnik optičkog vlakna za 4,5% (sa 245 na 234  $\mu\text{m}$ ), ili
- povećati koncentraciju EVA u toluenu za 14,7%, (sa 17,5 na 20,1 mas.%), ili
- povećati zapreminske udio magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci za 64,6% (sa 15,3 na 25,2 zap.%).

Na osnovu rezultata numeričke simulacije, pri jednakim zapreminskim procentima Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub> u kompozitnoj prevlaci, dobijaju se male razlike u debljinu prevlaka. Jedini parametar koji utiče na debljinu prevlake, a koji se razlikuje u zavisnosti od vrste korišćenog praha, je eksponent stepenog zakona  $n$ . Razlike u vrednosti ovog eksponenta između prahova su veoma male (Tabela 3.4.) tako da je uticaj vrste magnetnog praha na debljinu kompozitne prevlake zanemarljiv.

Prema tome ustanovljeno je da debljina kompozitne prevlake najviše zavisi od promene prečnika dizne, zatim od prečnika osnovnog optičkog vlakna. Treći po značaju je parametar promene koncentracije EVA u toluenu, zatim sledi koncentracija magnetnog praha u disperziji, dok je uticaj vrste magnetnog praha (SmCo<sub>5</sub> ili Ba-ferit) zanemarljiv.

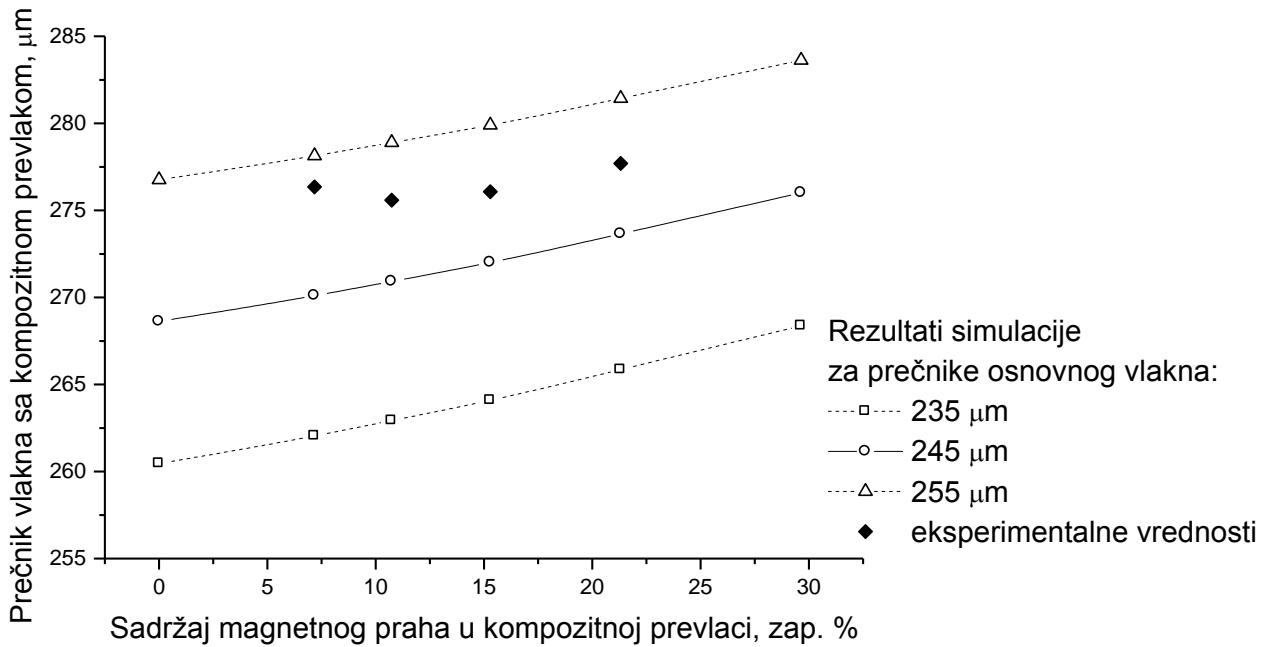
#### 4.4 UPOREĐIVANJE REZULTATA NUMERIČKE SIMULACIJE SA EKSPERIMENTALNIM

Na slikama 4.8. i 4.9. su upoređivane eksperimentalne vrednosti sa vrednostima koje su izračunate korišćenjem modela. Simulacija je vršena za prečnik dizne od 0,50mm, prečnik osnovnog optičkog vlakna  $245\pm10\mu\text{m}$ . Disperzija za koju je vršena simulacija je kao i u pri eksperimentalnim ispitivanjima. Na sl. 4.8. prikazani su eksperimentalni rezultati i rezultati simulacije procesa prevlačenja disperzijom Ba-ferita u 17,5 mas.% rastvoru EVA u toluenu, na 38°C, sa 0,0123; 0,0191; 0,0283; 0,0419; 0,0637 zapreminske udela Ba-ferita, što omogućava formiranje kompozitne prevlake sa 7,2; 10,7; 15,3; 21,3; 29,6 zap. % Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci. Kao eksperimentalne vrednosti prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom date su najverovatnije vrednosti ovih prečnika dobijene pri brzinama prevlačenja koje obezbeđuju najravnomerniju debljinu kompozitne prevlake.



Sl. 4.8. Uporedna zavisnost debljine prevlake od sadržaja Ba-ferita u kompozitnoj prevlaci za model i eksperiment ( $C=0,175\text{kg/kg}$ ,  $2r_f=245\pm10\mu\text{m}$ ,  $2r_0=0,50\text{ mm}$ )

Na sl. 4.9. prikazani su eksperimentalni rezultati i rezultati simulacije za uzorke koji u kompozitnoj prevlaci sadrže SmCo<sub>5</sub> kao magnetnu komponentu. Svi drugi uslovi prevlačenja su identični kao na sl. 4.8.



**Sl. 4.9. Uporedna zavisnost debljine prevlake od sadržaja  $\text{SmCo}_5$  u kompozitnoj prevlaci za model i eksperiment ( $C=0,175\text{kg/kg}$ ,  $2r_f=245\pm10\ \mu\text{m}$ ,  $2r_0=0,50\ \text{mm}$ )**

Slaganje modela i eksperimenata je dobro, tj. model je dobar jer su dobijene vrednosti eksperimentalno određivanog prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom grupisane oko vrednosti koje su dobijene korišćenjem prikazanog modela. Dobijena odstupanja su u okviru izračunatih standardnih devijacija prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom od najverovatnije vrednosti.

Matematički model, koji je korišćen za numeričku simulaciju, ne prepostavlja zavisnost debljine kompozitne prevlake od brzine prevlačenja, što su potvrdili i eksperimenci. Od brzine prevlačenja zavisi viskoznost, od koje zavisi ravnomernost debljine prevlake što je, takođe, eksperimentalno potvrđeno.

S obzirom na pokazano veliko slaganje eksperimentalnih rezultata sa rezultatima razvijenog i korišćenog matematičkog modela, ovaj model može da se, u buduće, koristi samostalno, bez eksperimenata za pouzdano određivanje parametara aparature i procesa (prečnika dizne, brzine izvlačenja, temperature, ...) za dobijanje kompozitne prevlake željene debljine na optičkom vlaknu bez zaštitne prevlake, odnosno na primarnoj prevlaci sa, unapred zadatim, parametrima (debljine prevlake, vrste magnetnog praha, procentnog učešća magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci).

## ZAKLJUČAK

U okviru ove doktorske disertacije vršeno je ispitivanje uslova formiranja kompozitne feromagnetske prevlake na optičkom vlaknu. Ispitivanja su vršena na sistemu: monomodno optičko vlakno - poli(etilen-ko-vinil acetat) -EVA i prahovi permanentnih magnetnih materijala SmCo<sub>5</sub> i Ba-ferit. Kompozitna prevlaka formirana je prevlačenjem optičkog vlakna disperzijom prahova magnetnih materijala u rastvoru EVA u toluenu. Ispitan je uticaj brzine prevlačenja, vrste i koncentracije magnetnog praha. Prevlačenje je vršeno disperzijama sa različitim zapreminskim udelima praha Ba-ferita i SmCo<sub>5</sub> (0,0123 - 0,0637 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>) dispergovanih u 17,5 i 20,0 mas.% rastvoru EVA u toluenu, na 38±0,5°C i u intervalu 45-50°C, respektivno, u opsegu brzina prevlačenja 0,01-0,50 m/s.

U cilju utvrđivanja uticaja procesnih parametara procesa prevlačenja na ravnomernost, homogenost, koncentričnost i debljinu kompozitne feromagnetne prevlake vršena su mikroskopska ispitivanja dobijenih vlakana. Nakon analize slika vršena je matematičko-statistička obrada rezultata dobijenih merenjem prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom. Kvantitativno je ispitivana ravnomernost debljine kompozitne prevlake. Kao kriterijum za definisanje ravnomernosti debljine kompozitne prevlake usvojena je vrednost standardne devijacije najverovatnijeg prečnika kompozitne prevlake (*sd*). Kompozitna prevlaka ima utoliko ravnomerniju debljinu ukoliko je *sd* manja. Ispitivanje kvaliteta dobijenih optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom obuhvatilo je ispitivanje transmisionih i mehaničkih svojstava ovih vlakana.

Reološkim ispitivanjima potvrđeno je da se korišćeni rastvori EVA u toluenu i odgovarajuće disperzije magnetnih prahova u ovim rastvorima ponašaju kao strukturno-viskozne tečnosti koje se pokoravaju stepenom zakonu. Ovakvo reološko ponašanje predstavlja preduslov za formiranje prevlake ravnomerne debljine [73].

Mikroskopskim ispitivanjem potvrđeno je da su dobijene kompozitne prevlake koncentrične i homogene, za ispitane uslove prevlačenja. Ravnomernost debljine kompozitne prevlake opada sa porastom sadržaja magnetne komponente u kompozitnoj prevlaci. Za isti sadržaj magnetne komponente u kompozitnoj prevlaci prevlake koje su sadržavale SmCo<sub>5</sub> kao magnetno komponentu imale su ravnomerniju debljinu.

Uticaj svih ispitivanih procesnih parametara (brzina prevlačenja, koncentracije EVA u rastvoru, vrsta i koncentracija magnetnog praha u disperziji, radna temperatura) na ravnomernost kompozitne prevlake, može se svesti na uticaj viskoznosti disperzije na *sd*, pa samim tim i na ravnomernost debljine kompozitne prevlake. S obzirom da viskoznost disperzije zavisi od zapreinskog u dela Ba-ferita i brzine smicanja a time i od brzine prevlačenja uticaj ispitivanih procesnih parametara na ravnomernost debljine kompozitne prevlake, može se prikazati kao uticaj viskoznosti disperzije na ravnomernost debljine kompozitne prevlake.

Utvrđeno je da se najravnomernije kompozitne prevlake dobijaju pri prevlačenju optičkog vlakna disperzijom čija se viskoznost nalazi u intervalu 1,20-1,24 Pas. Ova vrednost viskoznosti se za ispitivani sistem može smatrati optimalnom za formiranje kompozitne prevlake ravnomerne debljine. Svi drugi procesni parametri treba da budu odabrani tako da omoguće formiranje kompozitne prevlake disperzijom optimalne viskoznosti.

Na osnovu mehaničkih ispitivanja potvrđeno je da optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom ispunjava uslove propisane od strane PTT –a [144] za mehanička svojstva telekomunikacionih optičkih vlakana. Kod ispitivanih vlakana do kidanju vlakna dolazi na mestu krtog loma staklenog dela optičkog vlakna, dok originalna prevlaka optičkog vlakna i kompozitna prevlaka polimer – magnetni prah čine jedinstvenu celinu, koja se ili ljušti sa staklenog dela ili nastavlja da se razvlači nakon loma na staklenom delu. Dobijeni rezultati ukazuju da formiranje kompozitne prevlake dovodi do povećanja zatezne čvrstoće optičkog vlakna. Konačnu potvrda o ojačavajućoj ulozi kompozitne prevlake može se dati tek nakon analize sprovedene na većem broju uzoraka.

Na osnovu sprovedenih ispitivanja transmisionih svojstava optičkih vlakana sa kompozitnom prevlakom potvrđeno je da se kod novodobijenih vlakana ne javlja slabljenje signala. Takođe, nije registrovano da dolazi do promene u snazi svetlosnog signala kada se optičko vlakno sa kompozitnom prevlakom izloži dejstvu spoljašnjeg jednosmernog i naizmeničnog precizno definisanog magnetnog polja. Na osnovu ovih rezultata može se konstatovati da je korišćenjem EVA polimera kao vezivne komponente u procesu izrade optičkih vlakana sa kompozitnom feromagnetnom prevlakom obezbeđena izrada optičkih vlakana neopromenjenih transmisionih svojstava. Ovako modifikovana optička vlakna moguće je koristiti kao telekomunikaciona optička vlakna koja se mogu locirati korišćenjem magnetnih metoda.

Na osnovu reološke jednačine za ponašanje disperznog sistema (prahovi Ba-ferita ili  $\text{SmCo}_5$  dispergovani u rastvoru EVA u toluenu) i postojećeg matematičkog modela za prevlačenje optičkih vlakana polimernom prevlakom razvijen je matematički model formiranja kompozitne prevlake na optičkom vlaknu koji je omogućio numeričku simulaciju procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom. Analizom rezultata numeričke simulacije ustanovljeno je da debljina kompozitne prevlake najviše zavisi od promene prečnika dizne, zatim od prečnika osnovnog optičkog vlakna. Treći po značaju je parametar promene koncentracije EVA u toluenu, zatim koncentracije magnetnog praha u disperziji, dok je uticaj vrste magnetnog praha zanemarljiv.

Model je potvrđen upoređivanjem rezultata numeričke simulacije sa eksperimentalnim. Slaganje modela i eksperimenata je dobro, tj. model je dobar, jer su dobijene vrednosti eksperimentalno određivanog prečnika optičkog vlakna sa kompozitnom prevlakom grupisane oko vrednosti koje su dobijene korišćenjem prikazanog modela. Dobijena odstupanja su u okviru izračunatih standardnih devijacija prečnika vlakna sa kompozitnom prevlakom od najverovatnije vrednosti. Slaganje eksperimentalnih rezultata sa rezultatima razvijenog i matematičkog modela, ukazuje da on može da se koristi samostalno, za pouzdano određivanje parametara aparature i procesa (prečnika dizne, brzine izvlačenja, temperature, ...) koji omogućuju formiranje kompozitne prevlake na optičkom vlaknu sa, unapred zadatim, parametrima (debljine prevlake, vrste magnetnog praha, procentnog učešća magnetnog praha u kompozitnoj prevlaci). Sa velikom izvesnošću može se očekivati da dobijena prevlaka bude ravnomerne definisane debljine.

U daljim istraživanjima neophodno je obezbediti usmeravanje magnetnih prahova dejstvom spoljašnjeg magnetskog polja, u toku procesa izrade kompozitne prevlake. Korišćenje prahova nano veličine kao i magnetskih prahova na bazi retkih zemalja tipa  $\text{SmCo}_5$  i Nd-Fe-B kao magnetne komponente kompozitne prevlake, doprinelo bi poboljšanju lakoće magnetnog lociranja i identifikacije željenog telekomunikacionog optičkog vlakna.

Rezultati prikazani u ovoj tezi predstavljaju celinu kojom se povezuju procesni uslovi, struktura i svojstva novodobijenog materijala: optičko vlakno-polimer-magnetni prah. Razvoj ispitanih materijala predstavlja doprinos u oblasti:

- teorije i tehnologije dobijanja optičkih vlakana
- tehnika merenja i detekcije
- elemenata senzora na bazi optičkih vlakana
- detekcije magnetnih polja ekstremno niskih vrednosti
- propagacije koherentne i nekoherentne svetlosti u telekomunikacione i druge svrhe, pogotovu što su to među prvim rezultatima iz ovih oblasti.

Pored naučnog doprinosa u razumevanju i objašnjavanju fenomena vezanih za proces dobijanja ispitivanih kompozita, ostvareni rezultati ukazuju i na mogućnosti proširivanja oblasti primene ovih materijala. Modifikovana optička vlakna koja su bila predmet ispitivanja u doktorskoj disertaciji, moguće je koristiti u poboljšanju pouzdanosti telekomunikacionih vlakana, saobraćaju, vojnoj tehnici, medicini i mnogim drugim oblastima.

## LITERATURA

1. P.Extance, R.E. Jones, G.D. Pitt, "Fibre optic sensors" EP 131404/ 25, Jun, 1984.
2. J. E. Lenz, "A review of magnetic sensors", *Proc. IEEE*, Vol. 78(6), (1990), pp. 973-989.
3. Eric Udd, "Fiber optic smart structures", *Proceedings of the IEEE*, Vol. 84 (6), (1996), pp. 884-894.
4. Ki Dong Oh, "Optical fiber Fabrey-Perot interferometer based sensor instrumentation system of low magnetic field measurement ", Ph.D. thesis, Virginia Tech. 1997.
5. <http://mems.eeap.cwru.edu>
6. <http://infonext.nrl.navy.mil/~techtran/fibermag.pdf>
7. F. Bucholtz, G. Wang, C.K. Kirkendall, C.A.Villaruel, A.R.Davis, D.M.Dagenais, J.A.McVicker, S.S.Patrick, K.P.Koo, A.Andersen, H.Valo, R.Gjessing, E.J.Eiden, T. Knudsen, "Undersea performance of eight-element fibre optic magnetometer array", *Electronic letters*, Vol. **30(23)**, (1994), pp. 1974-1975.
8. J.E. Lenz, G.L. Mitchell, "High accuracy mapping of magnetic fields with a fiber optic interferometer", US Patent 4 742 300, 3 May, 1988.
9. A. D. Kersey, "A Review of Recent Development in Fiber Optic Sensor Technology", *Optical Fiber Technology* **2(3)**, (1996), pp. 291-317.
10. M.F.Zanakis, P.A.Femano, "Biomagnetic analytical system using fiber-optic magnetic sensors", United States Patent 4951674, Aug. 1990.
11. S. Pantelić, S. Travica, A. Milutinović-Nikolić, S.Milić, Lj. Konstantinović, R. Gospavić, N.Slavković, S. Babić, "Biomagnetski analitički sistemi sa upotrebotom sistema sa optičkim vlaknima", *Zbornik radova XLIV ETRAN*, 2000, Soko Banja, Vol.3, str. 195-198.
12. A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, M. Srećković, Lj.Konstantinović, S. Milić, S. Pantelić, R. Aleksić, "Optical fibers modified with magnetic materials in medicine", *Proceedings of International Conference on Lasers 2000*, 2000, Albuquerque, u štampi.
13. C.J.Arroyo, S.Jin, T.Palstra, "Magnetically locatable non-metallic optical fiber cables" EP 675379/ 04, Oct. 1995.
14. J.Arroyo, S.Jin, T.Palstra, "Magnetically locatable optical fiber cables containing integrated magnetic marker materials" EP 675380/ 04, Oct. 1995.
15. F.Bucholtz, D.M.Dagenais, K.P.Koo, S.Vohra, "Recent developments in fiber optic magnetostrictive sensors", *Proc. SPIE*, Vol **1367**, (1991), pp226-235.
16. N. Nader-Rezvani, R.O.Claus, A.K. Sarrafzadeh, "Low Frequency Fiber Optic Magnetic Field Sensors", *Proc. SPIE*, Vol **1584**, (1991), pp. 405-415.
17. D.M.Dagenais, F.Bucholtz, K.P.Koo, A.Dandridge, "Source and Reduction of Inhomogenous Magnetic Response and Low Frequency Sideband Noise In a Fiber Optic Magnetic Sensor", *Proc. SPIE*, Vol. **985**, (1988), pp. 159-162.
18. M. Wagatsuma, F.Yammamoto, T.Kimura, Y.Shuto, S.Yamakawa, "Coated optical fiber, fabrication process thereof and fabrication apparatus thereof", US patent 4801186/ 31, Jan.1989.
19. <http://epims.gsfc.nasa.gov/tva/meldoc/cabass/coating.htm>
20. M. Ott, P. Friedberg, "Technology validation of optical fiber cables for space flight environments" *SPIE*, *Proc.* Vol. **4216**, Optical Devices for Fiber Communication II, 2000, Boston MA, (<http://misspiggy.gsfc.nasa.gov/tva/meldoc/cotsfospie2000.pdf>)
21. Tehnička dokumentacija firme DuPont, 1995.
22. T. Abraham, "Magnets and magnetic materials: a technical economic analysis", *Int. J. Powder Metall.* **31(2)**, (1995) pp. 133-136.

23. N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, R.Jančić, I. Petrović-Prelević, J. Stajić-Trošić, "The influence of the sintering regime on the stability of the SmCo<sub>5</sub> phase", *Material Letters*, Vol. **32**, (1997), pp. 85-89.
24. N.Talijan,A.Milutinović-Nikolić, Ž.Jovanović,"The influence of protective atmosphere on oxidation of sintered SmCo<sub>5</sub> magnetic materials", *Sci. Sinter. Spec.Iss.* **28**, (1996), pp. 179-184.
25. N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, J. Stajić-Trošić and Ž.Jovanović, "X-ray analysis in the optimization of the sintering process of SmCo<sub>5</sub> magnets" *Sci. Sinter.* Vol. **29(2)**, (1997), pp. 69-75.
26. N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, J. Stajić-Trošić, Ž.Jovanović, "The characterization of sintered SmCo<sub>5</sub> magnets ", *Sci. Sinter.* Vol. **31(1)**, (1999) pp. 43-50.
27. N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, J.Stajić-Trošić, Ž. Jovanović, "Using X-ray analysis for the optimization of the sintering of SmCo<sub>5</sub> magnet", *Proc. XV Inter. Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Application*, Dresden, Vol. **2**, (1998) pp.987-993.
28. N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, J.Stajić-Trošić, Ž. Jovanović, "The influence of sintering regime on the oxidation of the surface layer of sintered SmCo<sub>5</sub> magnet" *Proceeding 1998 Powder metallurgy, World congress*, Granada, **5**, (1998) 566-570.
29. N.Talijan, V.P.Menušenkov, A. Milutinović-Nikolić, Ž.Jovanović, A.S.Lileev "The influence of sintering conditions on the microstructure and magnetic properties of sintered SmCo<sub>5</sub> magnets", Advanced Science and Technology of Sintering, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, Boston, Edited by B. Stojanović, V. Skorohod &M.V. Nikolić (1999) 519-526.
30. Tehnička dokumentacija firme "Alcatel", April 1998.
31. T. Nakahara, M.Hoshikawa, T. Sugawa, M. Watanabe, "Fiber Optics" from Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry, Fifth, Completely Revised Edition, (1990) Vol. A10, 433-450.
32. С. Э. Питерских, А. И. Микилев, "Современное промышленное оборудование для производство вытягивания оптического волокна", *Зарубежная радиоэлектроника*, Но. **3**, (1988), с. 107-112.
33. R.Horak, "Communications system and network" M&T books networking technology series, New York, 1997.
34. S.Solimeno, B.Crosignani, P.DiPorto, "Guiding, Diffraction and Confinement of Optical Radiation", Academic Press, Inc, London, 1986.
35. P.E. Green, "Fiber Optic Networks", Prentice-Hall, 1993.
36. Japanese Industrial Standard (JIS C 6837), "All plastic multimode optical fibers", 1992.
37. C. R. Kurkjian, P.G. Simpkins, D. Inniss, "Strength, Degradation and Coating of Silica Lightguides", *J. Amer. Cer. Soc.* Vol. **76(5)** (1993), pp. 1106-1112.
38. Y. Katsuyama, N.Yoshizawa, T. Yashiro, "Field Evaluation Results on Hermetically Coated Optical Fiber Cables for Practical Application", *Journal of Lightwave Technology*, Vol. **9(9)**, (1991), pp.1041-1046.
39. H.S. Seo, U.C. Paek, K.Oh, C.R. Kurkjian, "Melt Coating of Tin on Silica Optical Fiber", *Journal of Lightwave Technology*, Vol. **16 (12)**, (1998) pp.1048-1060.
40. C. Unger, W. Stöcklein, "Investigation of the Microbending Sensitivity of Fibers" *Journal of Lightwave Technology*, Vol. **12 (4)**, (1994) pp.591-596.
41. B. Ilshner, J.K.Lees, A. K. Dhingra, R.L. McCullough "Composite materials" from Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry, Fifth, Completely Revised Edition, (1990) Vol. A7, 369-376.
42. W.F. Smith, Principles of Materials Science and Engineering, Mr Graw-Hill Book Co., New York, 1986.
43. S.S.Putić, "Uticaj uslova formiranja laminarnih kompozita stakleno vlakno-poliester na njihova mehanička svojstva", Magistarska teza, TMF, Beograd, 1993.

44. M. Farag, "Selection of materials and Manufacturing Processes for Engineering Design", Prentice Hall, New York, 1989.
45. B.D. Agarwal, L.J. Broutman, Analysis and Performance of Fiber Composites, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1990, p. 287-297.
46. E.Fitzer, R.Kleinholz, H. Tiesler, M.H. Stacey, R. De Bruyne, I. Lefever, M. Heine, "Fibers, 5. Synthetic Inorganic" from Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry, Fifth, Completely Revised Edition, 1990, Vol. A11, 1-66.
47. V.V.Sergeev, T.I.Bulygina, Magnitotverdye Materialy, Energiya, Moskva 1980.
48. B.Popović, "Elektromagnetika", Građevinska knjiga, Beograd, 1980.
49. W.Ervens and H.Wilmesmeier, "Magnetic materials" iz Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry, Fifth, Completely Revised Edition, 1990, Vol. A16, 1-51.
50. P.Campbell, "Permanent magnet and their application", Cambridge University Press, Cambridge, 1994.
51. <http://www.stanfordmaterials.com/fl-magn.html>
52. J.Pfeiffer, R.Ebeling, W.Evrens, "Plastic - Bonded Permanent Magnets", *Powder metallurgy international*, Vol. **24(3)**, (1992), pp.180-185.
53. J. Sláma, A Grusková, L. Keszegh, M. Kollár, "Magnetic powder filled polymers", *IEEE Trans. Magn.* Vol. **3** (1994), pp. 1101-1103.
54. Tehnička dokumentacija firme Magnetfabrik Schramberg, Edition 10, 1995.
55. K.J.Strnat and R.M.W. Strnat, "Rare-earth cobalt permanent-magnets", *J. Magn. Magn. Mater.* **100[1-3]** (1991) pp.38-56.
56. E.Adler, G.W.Reppel, W. Roderwald and H.Warlimont, "Matching P/M and the Physics of Magnetic Materials", *The International Journal of Powder Metallurgy*, **25 [4]** (1989) pp.319-335.
57. J. Ormerod, "The physical metallurgy and processing of sintered rare earth permanent magnets", *J. Less Common Met.*, Vol. **111** (1985) pp. 49 -69.
58. G.Zingerle, "Magnetworkstoffe auf Basis Neodim und Samarium", Österreichische Technologiesymposien, Hannover Industriemesse 1989, (1989) pp. 1-7.
59. M.F.De Campos and F.J.G.Langraf, "On the microstructure of SmCo<sub>5</sub> magnets", *Proc. of 14th International Workshop on Rare-Earth Magnets and Their Application*, Sao Paulo, Brazil Vol **1**, (1996) pp.321-338.
60. N.M.Talijan, "Doprinos istraživanju sinterovanih SmCo<sub>5</sub> magnetnih materijala", Doktorska disertacija, TMF, Beograd, 1995.
61. International Center for Diffraction Data, Join Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) Swarthmore, USA, 1990.
62. Н. Талијан, А. Милутиновић-Николић, "Влияние режима размола на свойства порошка интерметаллического соединения SmCo<sub>5</sub>" *Порошковая металлургия*, **5/6**, (1996), 100-103.
63. J. Stajić-Trošić, N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, Ž.Jovanović, "Selection of methods for characterization of SmCo<sub>5</sub> powder" *Proc. CHISA '98*, Praha, (1998) P5.197.
64. N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, Ž.Jovanović, "The characterization of SmCo<sub>5</sub> powder" *Proc.Aerosol Symposium*, S.Petersburg, (1998) pp. 210-212.
65. M. Plavšić, "Polimerni materijali - nauka i inženjerstvo", Naučna knjiga, Beograd, 1996.
66. Grupa autora, "Svet hemije", SANU i Muzej Nauke i Tehnike, Inpress, Beograd , 1997.
67. F.Rodriguez, "Principles of polymer systems" Second edition , Hemisphere pub.corp. , Washington, etc., 1982.
68. P.Hager, J.A.Hendry, "Optical fiber or filament reinforcement coating" , US patent 5182784 , Jan. 1993.
69. D. Kalish, B.K.Tariyal, "Static and Dynamic Fatigue of a Polymer - Coated Fused Silica Optical Fiber" *J. Amer. Cer. Soc.* **61(11-12)** 1978, pp. 518-523.

70. D.Simonović, D.Vuković, S.Cvijović, S.Končar-Djurević, "Tehnološke operacije", TMF, Beograd 1987.
71. Lj. Vračar, A. Despić, V. Dražić, K. Đorđević, D. Jovanović, S. Jovanović, M. Maksimović, B. Nikolić, D. Ovcin, D. Šepa, "Eksperimentalna fizička hemija", TMF, Beograd, 1990.
72. G. C. Berry, T.G.Fox, "The viscosity of polymers and their concentrated solutions" *Adv. Polymer Sci.*, Vol. 5, (1968), pp.261-357.
73. M.Wagatsuma, T.Kimura, S.Yamakawa, "Slip mechanism in optical fiber coating with open-cup applicator" , *Journal of Lightwave Technology*, Vol. 4(9), (1986), pp.1048-1060.
74. U.C.Paek "High-Speed High-Strength Fiber Drawing", *Journal of Lightwave Technology*, Vol. 4 (8) (1986), pp.1048-1060.
75. A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, M. Srećković, S. Milić, S. Pantelić, R. Aleksić, "Technological procedure and characterization of optical fibers with composite magnetic coating ", *Proceedings of International Conference on Lasers'2000*, 2000, Albuquerque, u štampi.
76. E.Guth, R.Simha, *Koloid Z.*, 74, 266, (1930).
77. M.Mooney, *J.Coll.Sci.* 6.162, (1951)
78. A.E.Nesterov,Yu.S.Lipatov, "Termodinamika rastvorov i smesei polimerov", Naukova Dumka, Kiev 1984.
79. J.A.Manson, L.H.Sperling, "Polymer blends and composites", Plenum, New York 1976.
80. D.R.Paul, S.Newman, Eds., "Polymer blends", Vols 1 and 2, Academic press, New York, 1978.
81. L.A.Utracki, "Polymer alloys and blends", Hanser, Múnchen 1989.
82. R.P.Sheldon, "Composite polymeric materials", Applied Sci.Pub. London 1982.
83. G.Lubin, Ed. "Handbook of composites" Van Nostrand, New York 1982.
84. P. Stajčić, "Analiza stabilnosti procesa prevlačenja optičkih vlakana polimernim materijalima", Magistarska teza, TMF, Beograd, 1999.
85. R. A. Miller, "Overview of optical waveguide coatings" Fabrication, Coating end Evaluation of Optical Fibers, Corning, New York, 1983.
86. Coleman B. D., H. Markoviz and W. Noll, Viscometric Flows of Non-Newtonian Fluids. Theory and Experiment, Springer-Verlag, Berlin, 1966.
87. U.C. Paek, C.M. Schroeder, "Coating of optical fibers with a conical shape applicator", *Fiber Integr. Opt.*, Vol. 2 (1979) pp 287-293.
88. A.Panoliaskos, W.L.H.Hallett, I.Garis, " Prediction of optical fiber coating thickness", *Appl.Opt.*, Vol.24, p.2309, 1985.
89. S.Sakaguchi, T.Kimura, "High-speed drawing of optical fibers with pressurized coating ", *J. Lightwave Technology*, Vol.LT-3, p.669 , 1985.
90. W. Griffioen, "Optical fiber mechanical reliability", Royal PTT Nederland NV, Leidschendam, 1994.
91. W. Griffioen, T. Breuls, G. Cocito, S. Dodd, G. Ferri, P. Hasløv, L .Oksanen, D. Stockton, T. Svensson "COST 218 evaluation of optical fibre lifetime models", *Proc. SPIE*, Vol. 1791 (1992), pp. 190-196.
92. M.J. Mathewson, C.R.Kurkjian, S.T. Gulati, "Strength Measurement of Optical Fibers by Bending", *J. Amer. Cer. Soc.* 69(11) 1986, pp. 815-821.
93. W.E.Snowden, B. Justice "Effect of Cladding Composition on Stress Corrosion and Fatigue of Optical Waveguide Fibers" *J. Amer. Cer. Soc.* 59(9-10) 1976, pp. 452-453.
94. W. Griffioen "Effect of Nonlinear Elasticity on Measured Fatigue Data and Lifetime Estimations of Optical Fibers", *J. Amer. Cer. Soc.* 75(10) 1992, pp. 2692-2696.
95. T.Svensson, J.Björkman, "Quick-access to fracture statistics at ultrawide range tensile test of optical fibers", *Proc. 39<sup>th</sup> IWCS*, (1999), pp.373-376.
96. W.Griffioen, "Strippability of optical fibres", *Proc. 11<sup>th</sup> EFOC&N*, (1993), pp 239.

97. P.C.P.Bouten, H.H.M.Wagemans, "Double mandrel: a modified technique for studying static fatigue on optical fibres", *Electron. Lett.* Vol.**20**(16), (1984), pp 280-287.
98. W.Griffioen, "Two-point bending apparatus, fracturing fibres at different speeds in one run; measurements in standard and vacuum environment", *Proc. 39<sup>th</sup> IWCS*, (1999), pp.368-372.
99. EIA/TIA document EIA/TIA – 455-31B, FOTP-31, "Fiber tensile proof metod", April 1999.
100. M. Murayama, "Dynamic Mechanical Analysis of Polymeric Materials", John Wiley & Sons, New York, 1967.
101. Yu. S. Lipatov, V.F. Babich, V.F. Rosovizky, "Some Analogies in the Mechanical Behavior of filled Polymers", *J. App. Pol. Sci.* Vol. 18, (1974), pp. 1213-1224.
102. W.Hayden, W.G.Moffatt, J.Wulff, Strukture i osobine materijala, knjiga III - Mehaničke osobine, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1965.
103. A.D.Kersey, T.G.Giallorenzi, A.Dandridge, "Interferometric and Intensity Sensors Become More Sophisticated", *Laser Focus World*, Vol.25, (1989), pp.137-134.
104. <http://www.websights.co.uk/newlands technology/magnetos.htm>
105. J.S.Sirkis, A.Dasgupta, "Analysis of a damage sensor based on elastic–plastic metal coatings on optical fibers", *J. Lightwave Technology* Vol. **11**(8), (1993), pp. 1385-1393.
106. G.Fernando "Making light work of materials sensors", *Materials World*, June 1988, pp 340-342.
107. R.Einzig, C.Davis, C.Zarobila, "Fiber optic", US Patent 4 868 495, 19 Sep 1989.
108. J.Rippingale, C.Upton, E.Schonstedt, B.Osman, "Methods and apparatus employing permanent magnets for marking, locating, tracing and identifying hidden objects such as buried fiber optic cables", US Patent 5 006 806, 9 April 1991.
109. J.Rippingale, C.Upton, E.Schonstedt, B.Osman, "Methods and apparatus employing permanent magnets for marking, locating, tracing and identifying hidden objects such as buried fiber optic cables", US Patent 5 017 873, 21 May 1991.
110. C.Arroyo, "Dielectric optical fiber cables which are magnetically locatable", US Patent 5 305 410, 19 April 1994.
111. B. Jovanović, "Ispitivanje uslova prevlačenja optičkih vlakana polimernim materijalom", Diplomski rad, TMF, Beograd 1989.
112. K. Živković, "Ispitivanje uslova dobijanja PSC optičkih vlakana", Diplomski rad, TMF, Beograd 1990.
113. А.Б. Альтманэ, А.Н. Герберг и др. "Постоянны магниты: Справочник", Энергия, Москва, 1980.
114. Gmelin Handbuch der Anorganischen Chemie, Achte Auflage, Verlag Chemie, Berlin, 1936.
115. Tehnička dokumentacija firme "Th. Goldschmidt AG Chemische Fabriken", 1987.
116. A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, R. Aleksić, "Investigation of the conditions of synthesis composite optical fiber-magnetic powder" *Sci.Sinter.*, **32**(2), 73-79, (2000).
117. K.Mukhopadhyay, D.K.Tripathy, S.K. De, "Dynamic Mechanical-Properties of Silica-Filled Ethylene Vinyl-Acetate Rubber", *J. Appl. Polym. Sci.* Vol **48**(6), 1089-1103 (1993).
118. R. Jančić, "Analiza stabilnosti procesa formiranja keramičkih vlakana", Doktorska disertacija, TMF, Beograd, 1999.
119. R.Jančić, R. Aleksić, "Influence of formation conditions and precursor viscosity on mean fiber diameter formed using the rotation disk method" *Material Letters*, **42** (2000) 350-355.
120. S. Mentus i U. Mioč, "Odabrane metode fizičko-hemijske analize", PMF, Beograd (1993), str. 40-56

- 121.Tehnička dokumentacija firme VEB Kombinat Medizin und Labortechnik Kombinatsbetrieb Prüfgeräte-Werk Medingen.
- 122.Tehnička dokumentacija firme "Magnet-Physik dr. Steingroever GmbH", 1986.
- 123.ASTM D 3379, "Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus for High-Modulus Single-Filament Materials", 1989.
- 124.V. Aleksandrović, "Sinteza i karakterizacija termoplastičnih poli(estar-etarskih) elastomera modifikovanih fumarnom kiselinom, Magistarska teza, TMF, Beograd, 2001.
- 125.R.M. Silverstein, G.C. Bassler, T.C. Morrill, "Spectrometric identification of organic compounds", III Edition, John Willey & Sons, New York-London-Sidney-Tokio, 1974.
- 126.R.M. Silverstein, G.C. Bassler, T.C. Morrill, "Spectrometric identification of organic compounds", V Edition, John Willey & Sons, New York-London-Sidney-Tokio, 1991.
- 127.N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, Ž.Jovanović, "Oxidative processes during heat treatment in intermetallic SmCo<sub>5</sub> powder", *J.Serb.Chem.Soc.* **61(3)** 189-195 (1996).
- 128.N.Talijan, A.Milutinović-Nikolić, J.Stajić-Trošić, Ž. Jovanović, "Investigation of the oxidative processes in intermetallic SmCo<sub>5</sub> powder during heat treatment", *Proc. 9-th Inter. Symp. Magnetic Anisotropy and Coercivity in Rare-Earth Transition Metal Alloys*, Sao Paulo, Brazil, **Vol. 2**. pp.227-233. 1996.
- 129.A.Živković, "Uticaj procesnih uslova na ravnomernost kompozitne prevlake polimer-magnetni prah, nanete na optičko vlakno", Diplomski rad, TMF, Beograd, 1999.
- 130.M.A.Štajn, "Prevlačenje optičkog vlakna kompozitnom prevlakom poli(etilen-ko-vinil-acetat)-samarium-kobalt pet", Diplomski rad, TMF, Beograd, 1999
- 131.A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, J. Stajić-Trošić, Ž. Jovanović, R. Aleksić, "Optical fibers with composite magnetic coating", Proceedings of 2nd International Conference of the Chemical Societies of the South-Eastern European Countries on Chemical Sciences for Sustainable Development, Halkidiki, Greece, 2000, Vol.2, pp. 75
- 132.A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, A. Živković, R. Aleksić, "Composites:optical fibers – magnetic powders" *Proceedings of International Symposium light metals and composite materials*, 1999, Beograd, 49-50.
- 133.A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, M. Srećković, R. Aleksić "Investigation of the conditions of synthesis composite optical fiber-magnetic material with preserved transmission characteristics" *Proceedings of International Conference on Lasers'99*, 1999, Québec, Canada, STS Press 2000, pp.166-172.
- 134.R.H.Perry, C.H. Chilton, *Chemical Engineer's Handbook*, Fifth Edition, McGraw-Hill, London, 1973.
- 135.M. Cvetković, R. Jančić, D. Mitraković, "Matematički programski alati MathCad 5+, Matlab 4.0, Maple V 2.0, Mathematica 2.2., Grifon, Beograd., 1996.
- 136.M.J. Merkle, P.M. Vasić, "Verovatnoća i statistika", ETF, Beograd, 1995.
- 137.A.Janković, "Uticaj procesnih parametara na ravnomernost kompozitne prevlake poli(etilen-ko-vinil acetat) – barijumferit na optičkom vlaknu ", Diplomski rad, TMF , Beograd, 2000.
- 138.T. Radošević, "Uticaj procesnih parametara na ravnomernost kompozitne prevlake poli(etilen-ko-vinil acetat) – samarium-kobalt pet na optičkom vlaknu", Diplomski rad, TMF , Beograd 2001
- 139.Lj.Timotijević, "Određivanje zatezne čvrstoće modifikovanih optičkih vlakana", Diplomski rad , TMF , Beograd 1999.
- 140.A.Milutinović-Nikolić, N.Talijan, R.Aleksić, "Mechanical properties of composites:optical fiber-magnetic powders", *Proc. CHISA' 2000*, Praha, Czech Republic, P1.100.

- 141.A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, Lj.Timotijević, R. Aleksić, "Zatezna čvrstoća kompozita optičko vlakno –magnetni prah" *Zbornik radova XLIV ETRAN*, 2000, Soko Banja, Vol 4, 2000, s.373-375.
- 142.A. Milutinović-Nikolić, N. M. Talijan, R. Aleksić "The influence of the process parameters on tensile strength of modified optical fibers" *Proceedings of 2nd International Conference of Chemical Societies of South-East European Countries*, Halkidiki, Greece, (2000), Vol.2, pp.74.
- 143.V.D.Presburger, "Analiza uticaja procesnih parametara na elektro-mehaničke karakteristike kompozita polimer-stakleno vlakno", Magistarska teza, TMF, 1998
- 144.PTT vesnik, 13, ZJPTT, Beograd, 1988.
- 145.A. Todorović,"Ispitivanje uslova ugradne magnetnih prahova u omotač optičkog vlakna", Diplomski rad, TMF , Beograd, 1998.
- 146.A.Milutinović-Nikolić, N.Talijan, S.Pantelić, M. Srećković, Lj. Timotijević, R. Aleksić, "Sinteza i karakterizacija kompozita optičko vlakno–magnetni prah" *Zbornik radova XLIII ETRAN*, Zlatibor, Vol. 4, (1999), s.199-202.
- 147.A. Todorović, A Milutinović-Nikolić, S. Pantelić, M. Srećković, N.Talijan, R. Aleksić "Uticaj magnetnih prahova u prevlaci optičkog vlakna na njegove prenosne karakteristike" *Zbornik izvoda XXXIX Savetovanje srpskog hemijskog društva*, Beograd, (1999), s.132.
- 148.I.Stanković,"Numerička simulacija procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom polimer–magnetni prah", Diplomski rad, TMF, Beograd, 2001.
- 149.A. Milutinović-Nikolić, N. Talijan, R. Aleksić "Numerička simulacija procesa prevlačenja optičkih vlakana kompozitnom prevlakom polimer – magnetni prah", *Zbornik radova XLV ETRAN*, Aranđelovac, (2001), u štampi.

Прилог

## **Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада**

Потписана

Изјављујем да је електронска верзија моје докторске дисертације

“Утицај услова формирања композитне превлаке полимер-магнетни прах  
на физичко-механичка својства телекомуникационих оптичких влакана”

коју сам предала за објављивање на порталу **Дигиталног  
репозиторијума Универзитета у Београду** истоветна штампанај верзији  
која се налази у фонду Универзитетске библиотеке „Светозар Марковић“.

**Потпис**

У Београду, 17.04.2014. године



Др Александра Милутиновић-Николић,  
дипл. инж.технолог

**Прилог 1.**

## **Изјава о ауторству**

Потписани-а Милутиновић-Николић Александра Д.

### **Изјављујем**

да је докторска дисертација под насловом

Утицај услова формирања композитне превлаке полимер-магнетни прах на физичко-механичка својства телекомуникационих оптичких влакана

- резултат сопственог истраживачког рада,
- да предложена дисертација у целини ни у деловима није била предложена за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

### **Потпис**

У Београду, 06.03.2014. године



---

Др Александра Милутиновић-Николић

## Прилог 2.

### Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

**Утицај услова формирања композитне превлаке полимер-магнетни прах на физичко-механичка својства телекомуникационих оптичких влакана**

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (*Creative Commons*) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство
2. Ауторство - некомерцијално
3. Ауторство – некомерцијално – без прераде
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима
5. Ауторство – без прераде
6. Ауторство – делити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

#### Потпис



У Београду, 06.03.2014. године

---

Др Александра Милутиновић-Николић