



ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – СОФИЯ
Инженерно-педагогически факултет – гр. Сливен
Катедра „Механика, машиностроене и топлотехника“

маг. инж. Христо Милушев Хаджиев

**ОТЛАГАНЕ НА СРЕБЪРНИ ПОКРИТИЯ ВЪРХУ СУБСТРАТИ ОТ
ТЕКСТИЛНИ ВЛАКНА С ПОМОЩТА НА ЙОННО ЛЪЧЕВО
РАЗПРАШВАНЕ ВЪВ ВАКУУМНА СРЕДА**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

На дисертация за присъждане на образователната научна степен
„ДОКТОР“

Област: 5. Технически науки

Професионално направление: 5.1 Машинно инженерство

Научна специалност: „Материалознание и технология на
машиностроителните материали“

Научен ръководител: Чл. кор. проф. д.т.н. Филип Иванов Филипов

Сливен
2018

Дисертационният труд е обсъден и насочен за защита от Катедрения съвет на катедра „Механика, машиностроене и топлотехника“ към Инженерно-педагогически факултет – Сливен на ТУ-София на редовно заседание, проведено на 18.10.2018 г.

Публичната защита на дисертационния труд ще се състои на 23.01.2019 г. от 15.00 часа в Инженерно-педагогически факултет на Технически университет – София в гр. Сливен, бул. Бургаско шосе 59, зала № 1207 на открито заседание на научното жури, определено със заповед № ОЖ-5.1-11 от 31.10.2018 г. на Ректора на ТУ-София в състав:

1. Проф. д-р инж. Милко Йорданов – председател
2. Проф. д-р инж. Андреас Хараламбус – научен секретар
3. Чл. кор. проф. д.т.н. инж. Филип Филипов
4. Доц. д-р инж. Стоян Гишин
5. Доц. д-р Цанко Узунов

Рецензенти:

1. Проф. д-р инж. Милко Йорданов
2. Доц. д-р Цанко Узунов

Материалите по защитата са на разположение на интересуващите се в канцеларията на Учебен отдел на Инженерно-педагогически факултет - Сливен, гр. Сливен, бул. Бургаско шосе 59, зала № 200.

Дисертантът е в самостоятелна форма на обучение в катедра „Механика, машиностроене и топлотехника“ на Инженерно-педагогически факултет

Автор: Маг. инж. Христо Хаджиев

Заглавие:

Отлагане на сребърни покрития върху субстрати от текстилни влакна с помощта на йонно лъчево разпрашване във вакуумна среда

Тираж: 20 броя

Отпечатано в печатница Агенция Компас ООД.

I. ОБЩА ХАРАКТЕРИСТИКА НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Въведение и актуалност на проблема

Основна и водеща идея, подбудила разработката на този научно-изследователски труд е нарастващата в последните години нужда от така нареченият „Smart Textiles“ т.е. интелигентен текстил. Днес използването на текстилни изделия от естествен и химичен произход, както и техните производни не само в частния, но и в индустриалния сектор е факт, който доказва необходимостта им и потвърждава постоянното развитие на иновации в тази област. Най-често срещаната употреба на текстилни изделия е в облеклото, домакинството, мебелите, както и в различни индустриални предназначения – например в медицината, химическата, строителната, машиностроителната, космическата и в много други индустриални сфери.

В публикуваните на този етап научни и изследователски трудове в тази област се представят незадоволителни резултати, получени с помощта на вакуумни технологии върху текстилни влакна, нишки, платна и други производни. Известните до сега вакуумни методи, с помощта на които е възможно да се осъществят метализация на текстилни субстрати във вакуумна среда, са съпроводени от редица трудности, от късливост до адхезия, пластичност и устойчивост на тънкослойните покрития. Факт, който допълнително подтикна разработването на настоящия дисертационен труд. Непрекъснато разширяващият се спектър на вакуумните покрития допринася до усъвършенстване и дообработката на текстилните влакна и повърхности, както и способства за налагане на така наречения интелигентен текстил в нашето ежедневие.

Като един интересен пример тук може да се посочи необходимостта от екранизация срещу електромагнитна радиация, заобикаляща ни почти навсякъде. Плазмените технологии имат много голям потенциал за развитие във всяка една насока поради незначителните отпадъчни продукти, което е една голяма възможност за усъвършенстване и дообработката на текстилните продукти на по-високо ниво в сравнение с обичайните съществуващи химични методи и технологии.

За да се постигнат антистатични свойства или електропроводимост на текстилни продукти е необходимо вплитането на метални нишки, които биха могли да се заменят с една трайна вакуумна метализация на влакната. Металните нишки са съпроводени с редица недостатъци. Едни от които са изключително ниският коефициент на линейно разширение, ограничената им гъвкавост и недостатъците при носене на трикотажни изделия с вплетени метални нишки и много други. При една трайна метализация на текстилните продукти с помощта на някои вакуумно плазмени методи се гарантира запазване на качествените характеристики на метализираните влакната, като те получават многообещаващи нови до момента неизследвани технически

свойства, който дават възможността за иновации и развитие в нови области за употреба и предназначение.

Експерименталната работа в настоящия дисертационен труд е проведена във фирмата Наноедж ООД, в град Хаилброн, Германия. Анализът на получените експериментални резултати е направен в Лайбниц Институт за интерактивни материали (DWI) в Аахен, Германия, института по Физикохимия “Акад. Ростислав Каишев“ при Българската Академия на Науките в София и във фирмата Наноедж ООД, в град Хаилброн, Германия.

Цел и задачи на дисертационния труд, основни задачи и методи за изследване.

Цел:

Изследване и доработване на вакуумни методи за отлагане тънки проводящи покрития под 1µm и с електрическо съпротивление до 100 Ω \ foot, характерни за микроелектронните технологични схеми, в случая от сребро върху подходящо приготвен субстрат от текстилни влакна с помощта на йонно плазмен лъч и плазмена субсреда. Предвижда се контрол на получаващото се електрическо съпротивление и управление на процеса чрез избор на група от взаимосвързани технологични параметри.

Задачи

1. Избор на вакуумна технология за метализация на текстилни влакна.
2. Избор на текстилни влакна, субстрати от различен произход.
3. Предварителна обработка, почистване на субстратите.
4. Отлагане на сребърно покритие върху текстилни нишки и текстилни пана и платове.
5. Разработване на процесните параметри, процесно налягане, напрежение на разпрашване и време на отлагане.
6. Планиране и конструкция на спомагателни задвижвания и апарати необходими в процеса на метализация за закрепване на субстратите.
7. Конкретно отлагане на сребърен слой във вакуумна среда с помощта на йонно плазмен лъч върху текстилни влакна.
8. Анализ на получените резултати.
9. Възможността за интеграция на вакуумните технологии в един производствен процес на текстилни влакна.
10. Изработване на мостри от метализирани влакна

Научна новост

Отложени са електропроводими сребърни покрития върху субстрати от текстилни влакна. Доказана е зависимостта на електрическото съпротивление с контрола на двата фактора – време на отлагане и напрежение на йонната пушка за отлагане на тънкослойни сребърни покрития върху текстилни влакна.

Практическа приложимост

Изработени са текстилни мострени плата от метализирани влакна с приложение в областта на екранизацията от електромагнитно излъчване. Създаден е стенд за измерване на относително електрическо съпротивление на единични влакна. Изработената техническа екипировка като спомагателни задвижвания и устройства за метализация на прежда и влакна могат да бъдат приложени във всяка вакуумна технология.

Апробация

Дисертационния труд е докладван и обсъден на разширен катедрен съвет на катедра “Механика, машиностроене и топлотехника” при ТУ – София, ИПФ – Сливен. Частично темата е докладвана на следните научни форуми и публикувана, както следва:

- 1) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philip Philippov, Electro-conductivity of Staple Polyester Fibers Coated by Ag in Vacuum, The Fiber Society 2018 Spring Conference Co-organized with The Society of Fiber Science and Technology, Japan, Fibers and Textiles for Value Creation in Connected Industries, June 12–14, 2018, www.thefibersociety.org, pp. 26-29
- 2) **Hristo Hristo** Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, STUDY OF THE ELECTRIC RESISTANCE VARIATION OF THE POLYESTER FIBRES COATED BY Ag IN VACUUM, Разработката е докладвана на 19-та Национална текстилна конференция в Габрово 25-27.10.2017 г. и са публикувани в сборника с резюмета на списание Текстил и облекло, ISSN1310-912X, книжка №10/ 2017 г.
- 3) **Hristo Hadjiev**, Violeta Slavova, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, MEASUREMENT OF THE ELECTRO-CONDUCTIVITY OF THE TEXTILE FIBRES COATED WITH THIN Ag FILM IN VACUUM. Разработката е докладвана на 18-та Национална текстилна конференция в Сливен 26-28.10.2016 г. и са публикувани в сборника с резюмета на списание Текстил и облекло, ISSN1310-912X, книжка №10/2016 г.

- 4) Violeta Slavova, **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, EXPERIMENTAL PLANNING OF ION BEAM SPUTTERING OF Ag IN VACUUM ON TEXTILE FIBRES. Разработката е докладвана на 18-та Национална текстилна конференция в Сливен 26-28.10.2016 г. и са публикувани в сборника с резюмета на списание Текстил и облекло, ISSN1310-912X, книжка №10/2016 г.
- 5) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, ION BEAM SPUTTERING OF SILVER ON TEXTILE FIBRES IN VACUUM, 39th International Spring seminar on Electronics Technology, ISSE 2016, ISBN 978-80-216-0618-0, paper A19, Pilsen, Czech Republic
- 6) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, HYBRID MICROELECTRONIC TECHNOLOGY IN TEXTILE TECHNIQUES WITH THE AIM OF REALIZING SMART TEXTILES, 38th International Spring seminar on Electronics Technology ISSE 2015, ISBN 978-963-313-177-0, paper A20, Eger, Hungary
- 7) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, METALLIZATION OF WOOL FIBERS BY MEANS OF AN ION BEAM SPUTTERING IN VACUUM, 15th Autex World Textile Conference 2015, ISBN 978-606-685-275-3 Bucharest, Romania

Публикации

Постиженията и резултатите на дисертационния труд са публикувани в 7 научни статии и доклади, представени на национални и международни научни конференции.

Структура и обем на дисертационния труд

Дисертационния труд се състои от 201 страници и от 9 глави. В глава втора са формулирани целите и задачите, представени са основните приноси, списък на публикациите и използваната литература. Има общо 148 цитирани литературни източници, от които 11 са на кирилица, 112 са на латиница и останалите са разработки, публикации и интернет адреси. Работата включва общо 96 фигури и 18 таблици.

I. СЪДЪРЖАНИЕ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД¹

ГЛАВА 1

ЛИТЕРАТУРНО ПРОУЧВАНЕ

1.1 „SMART TEXTILES“ ИНТЕЛИГЕНТЕН ТЕКСТИЛ, ВИДОВЕ И ПРИЛОЖЕНИЯ

Самото име интелигентен текстил, който ни заобикаля, ни навежда на мисълта за автономност, интерактивност, функционалност, практичност, както и във формата на информационен носител и много други. Чрез физическа и химическа модификация на повърхността текстилните продукти получават нови свойства и качества в различни сфери на приложение. Функции като отопление, осветление, промяна на структура и цвят, сетивни, сензорни и акустични свойства правят така наречения интелигентен текстил незаменим в нашето ежедневие.

Интегрирането му в електрониката и микросистемите отварят допълнителни възможности и нови функционални приложения. Интелигентните текстилни изделия са продукти „Smart Textiles“, който отговарят на външни влияния на околната среда и реагират с определено свойство в следствие на взаимодействие на два или повече фактора. Какво разбира крайният потребител, т.е. ние под интелигентен текстил: облекло което свети, спортни дрехи с вградени сензори за измерване на влажност и пулс, текстил който охлажда, говорители и микрофони в текстилен плат, мониторинг на жизнено важни функции в организма и много други [74, 116].

На световния пазар съществуват и текстилни жилетки с вградени сензори и електроника за постоянен мониторингов контрол на мускулната дейност. Жилетката измерва мускулната активност и е в състояние да извлече нивото на психическото натоварване или психическият стрес на човек. За да е приятна за носене тази жилетка, не се изисква директен контакт с кожата на човек. Електромагнитните сигнали на мускулите се възприемат дори ако под тази жилетка се носят и други дрехи [140].

Капацитетното предаване на сигнали се прилага за да се постигне особено висок комфорт на носене на модифицираните текстилните продукти от страна на потребителя. Това може да се постигне само и единствено когато текстилните продукти притежават определена електропроводимост. Един недостатък на подобни трикотажни изделия е, че сензорите и датчиците от този тип не са удобни за носене и предизвикват определен дискомфорт при допир с кожата. Също така с течение на времето и след определен брой пранета сензорите променят или губят свойствата си [140]. Примерите, посочени в дисертационния труд показват, че през последните години нуждата от интелигентен текстил в областта на медицината е голяма.

¹*Забележка:* Означенията и номерациите в автореферата съвпадат с тези в дисертационния труд.

Необходимостта от електропроводими влакна със сензорни функции е актуална и неоспоримо разработките в сферите на текстила и медицината ще нарастват и ще се задълбочават през идните години [144, 145]. Основното и едно от най-важните придобити свойства на текстилните влакна е тяхната електропроводимост, която е и основната и водеща тема в настоящия дисертационен труд. За да се получи добра съвместимост на желаните качествени и технически характеристики на метализираните влакна, трябва добре да се познават основните технически свойства на текстилните продукти в частност влакна от естествен и изкуствен произход като полиестер, вискоза, полиамид, вълна и лен. Качествените и технически характеристики на по-горе посочените материали са разгледани подробно в глава 1.

ГЛАВА 2

ОБЕКТ И ПРЕДМЕТ НА ИЗСЛЕДВАНЕТО, ХИПОТЕЗА

2.2 ОБЕКТ НА ИЗСЛЕДВАНЕТО

Обектът на научното изследване се конкретизира в практическата способност за отлагане на тънкослойно електропроводимо сребърно покритие върху изкуствени и естествени текстилни влакна във вакуумна среда. Цели се, получаване на електропроводима повърхност, която може да се използва както за проводник на електрическа енергия така и за защита срещу електромагнитно излъчване. Също така среброто е известно със своите антибактериални свойства в областта на медицината, т.е. тези тънкослойно сребърни покрития могат да бъдат използвани конкретно и за тази цел. Експериментира се с метализирани влакна от видовете: лен, вълна, вискоза, полиамид и полиестер. На практика обектът на дисертационния труд е метализирано ръчно изплетено платно, базиращо се на метализирани влакна от които се изработва прежда. Сходна прежда може да бъде използвана директно при тъкачния процес за получаването на пана, а от тях текстилни трикотажни изделия с различно приложение.

2.3 ПРЕДМЕТ НА ИЗСЛЕДВАНЕТО

Предметът на изследването от една страна е начина, съвкупността от взаимно влияещи се параметри и режимът за отлагане на сребро с помощта на йонно плазмен лъч и от друга страна качествените и технически характеристики на метализираните влакна след метализацията и в последствие изработените от тях прежди и пана. Провеждане на структурно – морфологичен и химичен анализ на резултатите след метализация на текстилни влакна от тип: вълна, вискоза, лен, полиамид и полиестер. Да се запазят качествено-експлоатационните свойства и характеристики на метализираните влакна и възможността им за дообработката в нишки и платове. Да се представят, характеризират и изследват придобитите технически характеристики на влакната, пана и прежда в лицето на ниско електрическо съпротивление под $100\ \Omega/\text{foot}$ [148].

Провеждане на предварителни експерименти и анализ за осъществимост на основната идея. Разработване и утвърждаване на процесни параметри за вакуумно отлагане и възпроизводимост на резултатите.

2.4 ХИПОТЕЗА

Хипотезата е възможност за постигане на метализация на текстилни влакна от естествен и изкуствен произход във вакуумна среда с помощта на йонно плазмен лъч. Възможността да се изпреде прежда от метализираните влакна и от преждата ръчно да се изплете на този етап текстилно платно.

Предполага се, че след отлагане на сребърен слой с помощта на йонно плазмен лъч върху различни типове текстилни влакна, не само ще се запазят експлоатационните свойства на влакно, но и ще се разшири техническата приложимост на влакната в резултат на метализацията им. Предполага се, че по време на вакуумно плазмената метализация няма да има критично или трайно увреждане на повърхността на влакното.

Предполага се, че отложеният слой ще притежава добра адхезия, която ще позволява по-нататъшна дообработка на влакна в нишки и следователно нишките в текстилно платно. Счита се, че сребърните слоеве ще притежават едно ниско електрическо съпротивление под 100 Ω foot на снопче метализирани влакна [148]. Твърди се, че метализирането на ниво влакно е по-благоприятно относно получаване на ниско електрическо съпротивление под 100 Ω foot след усукване на метализираните влакна в нишка, от колкото да бъде отложено тънкослойно сребърно покритие върху същински нишки или го готово изработени текстилни пана при една и съща дебелина на отложеното тънкослойно покритие.

ГЛАВА 4

МЕТОДОЛОГИЯ НА ИЗСЛЕДВАНЕТО

4.1 МЕТОДОЛОГИЯ НА ИЗСЛЕДВАНЕТО, ЙОННО ЛЪЧЕВО ОТЛАГАНЕ

За провеждане на експериментите в този дисертационен труд е избран методът за разпрашване с йонно плазмен лъч на сребърна мишена във вакуумна среда върху текстилни субстрати. Основните предимства при избора за отлагане на метални покрития с помощта на йонно плазмен лъч са:

- добра адхезия на отложените слоеве при строго дефинирани параметри и режим на работния процес
- ниската температура на процеса, която позволява обработката на температурно не устойчиви материали, каквото са текстилните влакна
- възможността за регулиране на взаимосвързани процесни фактори влияещи върху експерименталните резултати и етаблиране на теоретичните предпоставки, приложими в един икономически изгоден конвейерен производствен процес на електропроводими тънкослойни покрития

- прецизната настройка на процесните параметри и възможността за мониторингов контрол
- възможността за йонно плазмено почистване и активиране на повърхността на влакната

Енергията на йонно плазмения лъч може да бъде много прецизно регулирана, което допринася за хомогенността и плътността на покритието и най-вече поддържането на константно ниска температурата по време на отлагане. Това е много важен критерий, отличаващ основно този метод от другите описани в глава първа вакуумно плазмени методи, който гарантира нанасянето на покрития на изключително температурно неустойчиви материали. В дисертационен труд йонно лъчевите източници са разработени по подобна технология базираща се на технологията за задвижване на сателитите в космоса и те нямат аналог по себе си. Този метод на отлагане на слоеве позволява голяма чистота на отлагане във висок вакуум при ниска процесна температура.

4.2 МЕХАНИЗЪМ НА ОТЛАГАНЕТО

Механизмът на отлагане се характеризира с това, че той протича в среда на висок вакуум. Процесът на отлагане се състои от следните частични процеси - изпарение, транспорт през вакуумна субсреда, кондензация върху подложката и израстване на слоя. Тъй като тези теории поддържат основно разбирането и връзката между подбора на субстрата спрямо полагащият се слой, процеса на отлагане може да се опише в няколко нива:

- Адсорбция. Адсорбцията върху повърхността на субстрата може да бъде физична или химична.
- Дифузия.
- Нуклеация или образуване на зародишен слой, който може да бъде хомогенен или хетерогенен.
- Десорбция от адсорбирани атоми и газова фаза [19, 55, 84, 107].

Обикновено при разпрашване се работи с постоянно високо напрежение на йонно екстрахиране, като при този метод температурата на повърхността на субстрата е ниска и значително стабилна. По този начин количеството на отложения материал се контролира чрез времето и напрежението на екстрахиране. От своя страна скоростта на отлагане влияе върху морфологията и адхезията на слоя [19, 55, 84, 107]. Ето защо в реалния процес би трябвало да се има в предвид екстракционното напрежение във връзка с времето на отлагане и дебелината на отложения слой, който е основен е един от основните фактори за електрическото съпротивление. Процесното налягане е важно и от аспекта на достигане на йоните до мишената с възможно най-малко сблъсквания по пътя им до там.

Този преход се нарича среден основен пробег γ на една частица (атом, йон, молекула) в определено пространство без да се сблъска с друга частица.

С повишаване на работното налягане намалява коефициента на разпрасване и от там скоростта на отлагане на тънкослойните покрития. Тока на йонно лъчевия поток е от порядъка $I = 40 \text{ mA}$ до 250 mA . Плътността на тока е в порядъка от $j = 1$ до 4 mA/cm^2 и енергията на йоните е: $E = eVn = 0,5 \text{ eV}$ до 3 eV . Оптимизирането на свойствата на покритието в зависимост от скоростта на отлагане и от остатъчното налягане е важен процес при йонно лъчевото разпрасване.

4.3 АДХЕЗИЯ НА ОТЛОЖЕНИТЕ СЛОЕВЕ

За да могат да бъдат по-нататък обработени метализираните влакна в един тъкачен процес отложеният слой върху тях трябва да притежават определена адхезия. Това трябва да отговаря на свързаните с производството очаквания към модифицираните, метализираните текстилни влакна. За да се осигури дългосрочно поведение в употребата на метализираните влакна тяхната техническа характеристика е от решаващо значение. За осъществяването на един достатъчно добър контакт между повърхността на текстилните влакна и отложеният сребърен слой трябва да се спазват следните основни изисквания:

- Здрави между молекулярни връзки
- Да няма слаби, крехки и нестабилни гранични слоеве
- Избягване на концентрация на напрежение, която може да доведе до разслояване и образуване на шуплести повърхности

Механичният граничен слой се формира основно върху груби и порести повърхности на субстрата. Материалът на слоя се свързва с топографията на повърхността и адхезията е чисто механична или така наречената физична абсорбция. Тази теория не е общо приложима. Доказателство за това е фактът, че добра адхезия може да бъде постигната дори на много гладка повърхност. Различните текстилни влакна имат различна по вида си структура и грапавина на повърхността. За да се получи едно определено нагрубяване е необходимо да се активира повърхността на влакната [46, 55, 72, 73, 103]. Както вече споменато, най-често това се прави с йонно плазмено ецване при строго определени процесни параметри. Известни са и химични методи при които се предизвиква химична реакция в следствие на химично взаимодействие между субстратния материал и едно определено химично вещество. За повишаване на адхезионните свойства се залага на активиране на повърхността на текстилните влакна с помощта на йонно плазмен лъч във вакуумна среда.

ГЛАВА 5

ПЛАНИРАНЕ НА ЕКСПЕРИМЕНТА

Замисълът на експерименталния труд е в образа си на технологично доказателство за възможността да се отложат тънкослойни сребърни покрития върху текстилни влакна, с цел постигане на определена специфична електропроводимост и повишаване на техническите им характеристики придружени с внедряването им в нови области на приложение. Планира се метализация от различни типове текстилни влакна във вакуумна субсреда с помощта на йонно плазмен източник. С отлагане на метални слоеве върху влакна се цели получаване на нова до сега неизследвана функционалност на влакната и тяхната по-нататъшна дообработка, като акцента пада върху запазването на физическите и качествените им характеристики след вакуумната им метализация.

Принципно, основните проблеми при отлагането на гъвкави тънкослойни покрития не само върху текстилни влакна е неудовлетворената адхезия и загубата на пластичността на метализираните влакна. При гъвкавите субстрати е от особена важност запазването на първоначалните характерни свойства на субстратите. Един от начините за една трайна модификация на повърхността на влакното е свързана с правилния подход при избора и прилагането на различните плазмени процеси в конкретния случай йонно плазмен лъч, като почистване, активация на повърхността, полагане на междинни слоеве и т.н.

При провеждане на експериментите се вземат под внимание два основни процесни параметъра, екстракционно напрежение на йонната пушка и време за разпръскване. Експериментът е на базата на така наречения Централно Композиционен Ротатабелен Експеримент с 2 фактора: електрическо напрежение на йонно-плазмения източник - $U_t[kV]$ и време за експозиция на субстрата - $\tau_e[min]$. Като показатели за комбинацията от двата взаимно свързани параметъра ще бъдат: дебелината на слоя, абсолютната електропроводимост, както и морфологичният и спектрален анализ на типовете влакна. Експериментът се базира на 13 различни варианта в комбинация на двата вече споменати фактора на пет различни видове влакна. Екстремалната област на отклика на изследвания процес може да бъде описана чрез провеждане на експеримент на 3 нива, централно – композиционен ротатабелен експеримент - ЦКРЕ. Това е най-подходящият планиран експеримент за изследване на обектите от текстилната техника.

Математическият модел на ЦКРЕ е уравнение от вида:

$$(3) \quad y_R = b_0 + \sum b_i x_i + \sum b_{ij} x_i x_j + \sum b_{ii} x_i^2$$

Експериментът е централно-композиционен, защото се състои от 3 части – ядро, представляващо матрица на плана на ПФЕ, звездни точки, лежащи на координатните оси и нулеви точки – опити в центъра на експеримента. При ЦКРЕ не е необходимо да се извършват повторни опити. Броят на точките от плана на ЦКРЕ се определя по формулата:

$$(4) \quad N = N_{core} + N_{star\ points} + N_0$$

Броят на звездните точки за n фактора се определя по формулата:

$$(5) \quad N_{star\ points} = 2n$$

Броят на централните точки се определя по формулата:

$$(6) \quad \lambda = \frac{nN}{(n+2)(N-N_0)} \leq 1$$

Големината на звездното рамо за ЦКРЕ с ядро от ПФЕ се определя по формулата:

$$(7) \quad \alpha = 2^{\frac{n}{4}}$$

Видът на ЦКРЕ за 2 фактора е показан на таблица 5-1:

Таблица 5-1, Съчетание и нива на експерименталните фактори при ЦКРЕ за 2 фактора

№	Фактор – X1	Фактор – X2	Експериментални нива
1	-	-	Ядро на ПФЕ
2	+	-	
3	-	+	
4	+	+	
5	-1.4142	0	Звездни точки
6	+1.4142	0	
7	0	-1.4142	
8	0	+1.4142	
9	0	0	Нулеви точки
10	0	0	
11	0	0	
12	0	0	
13	0	0	

След провеждане на експеримента се извършва обработка на резултатите. Коефициентите на регресия се пресмятат по формулите:

$$(8) \quad b_0 = \frac{A}{N} [2\lambda^2(n+2) \sum y_j - 2\lambda C \sum \sum x_{ij}^2 y_j]$$

$$(9) \quad b_i = \frac{C}{N} \sum x_{ij} y_j$$

$$(10) \quad b_{ik} = \frac{C^2}{\lambda N} \sum x_{ij} x_{kj} y_j$$

$$(11) \quad b_{ii} = \frac{A}{N} \{ C^2 [(n+2)\lambda - n] \sum x_{ij}^2 y_j + C^2 (1 - \lambda) \sum \sum x_{ik}^2 y_j - 2\lambda C \sum y_j \}$$

За да се пресметнат регресионните коефициенти по тези формули е необходимо да се определят стойностите на помощните коефициенти λ, A, C . Това става по следните формули:

$$(12) \quad A = \frac{1}{2\lambda[(n+2)\lambda - n]}$$

$$(13) \quad C = \frac{N}{\sum x_i^2}$$

Дисперсиите на регресионните коефициенти се пресмятат по формулите:

$$(14) \quad S^2(b_0) = \frac{1}{N} 2A\lambda(n+2)S^2(\bar{y})$$

$$(15) \quad S^2(b_i) = \frac{C}{N} S^2(\bar{y})$$

$$(16) \quad S^2(b_{ik}) = \frac{C^2}{\lambda N} S^2(\bar{y})$$

$$(17) \quad S^2(b_{ii}) = \frac{AC^2}{N} [(n+1)\lambda - (n-1)]S^2(\bar{y})$$

Дисперсията на възпроизводимост се пресмята от повторните опити в центъра на експеримента по формулата:

$$(18) \quad S^2(\bar{y}) = \frac{\sum (y_{0i} - \bar{y}_0)^2}{N_0 - 1}$$

Адекватността на регресионния модел се определя, като най-напред се определи значимостта на регресионните коефициенти на математическия модел с помощта на критерия на Стьудент, чиято таблична стойност се определя от условието:

$$(19) \quad t_T(P = 0.95; f - N_0 - 1)$$

Адекватността на модела се доказва чрез критерия на Фишер:

$$(20) \quad F_R = \frac{S_{ad}^2}{S^2(\bar{y})}$$

Дисперсията на адекватността се пресмята по формулата:

$$(21) \quad S_{ad}^2 = \frac{Q_1 - Q_2}{N - M - (N_0 - 1)}$$

Където:

$$(22) \quad Q_1 = \sum (y_{jR} - y_{j0})^2$$

$$(23) \quad Q_2 = \sum (y_{0j} - \bar{y}_0)^2$$

M – брой на значимите регресионни коефициенти.

Разчетната стойност на критерия на Фишер се съпоставя с табличната при следното условие:

$$(24) \quad F_T(P = 0.95; f_1 = N - M - (N_0 - 1); f_2 = N_0)$$

В таблица 5-2 е представен алгоритъм за определяне на регресионния модел на ЦКРЕ за 2 фактора. В случая е представено примерното моделиране на дебелината на отложенияребърнен слой върху стъклена подложка.

Таблица 5-2, Алгоритъм за определяне на регресионен модел от ЦКРЕ за 2 фактора

2	-1	1	-1	1	75	-75	-75	75	75	75		109,59	1196,31
1	1	1	-1	1	135	135	-135	-135	135	135		291,26	24417,9
0	-1	1	1	1	285	-285	285	-285	285	285		405,4	14497,22
1	1	1	1	1	370	370	370	370	370	370		631,52	68394,51
2	-1,41	2	0	0	70	98,99	0	0	140	0		206,38	18599,16
	1,41	2	0	0	400	565,69	0	0	800	0		494,73	8974,22
	0	0	-1,41	2	65	0	-91,92	0	0	130		143,45	6153,75
	0	0	1,41	2	425	0	601,04	0	0	850		593,22	28298,25
	0	0	0	0	170	0	0	0	0	0	8100	138,33	1002,78
	0	0	0	0	220	0	0	0	0	0	1600	138,33	6669,44
	0	0	0	0	280	0	0	0	0	0	400	138,33	20069,44
	0	0	0	0	290	0	0	0	0	0	900	138,33	23002,78
	0	0	0	0	340	0	0	0	0	0	6400	138,33	40669,44
X_i^2	X_1	X_1^2	X_2	X_2^2	Y_i	X_1Y_j	X_2Y_j	$X_1X_2Y_j$	$X_1^2Y_j$	$X_2^2Y_j$		Y_{jr}	$(Y_{jr}-Y_j)^2$
4	4	5	13	1,4142	0,8125	0,4923	2,1667	260			17400		261945,21
Neto iles	Nucl eus	Ncen tre	N	Alph a	Lam bda	A	C	avera geYc			$(avY-Y_j)^2$		$sum(Y_{jr}-Y_j)^2$
6	0	8	0	8	3125	611,69	954,12	25	1805	1845	3650		
$sum X_i^2$	$sum X_{1j}$	$sum X_{1j}^2$	$sum X_{2j}$	$sum X_{2j}^2$	$sum Y_j$	$sum X_{1Y}$	$sum X_{2Y}$	$sum X_{12Y}$	$sum X_{1^2Y}$	$sum X_{2^2Y}$	ssX^2Y		
101,95	159,02	11,11	106,11	115									
b_1	b_2	b_{12}	b_{11}	b_{22}									
725	725	193333	1111,67	1111,67		6,25	9	9	2,78	4	4350	27171,69	
$S2b_1$	$S2b_2$	$S2b_{12}$	$S2b_{11}$	$S2b_{22}$		$Fr=S_{ad/Sc}$	$N-M-(Nc-1)$	f_1	$tT(0,95;f)$	$f_2=Nc-1$	$S2(Ya_v)$	$S^2ad=(Q1-Q2)/f_1$	
101,95	159,02	11,11	106,11	115									
$absb_1$	$absb_2$	$absb_{12}$	$absb_{11}$	$absb_{22}$									
0,14	0,22	0,01	0,1	0,1									
tRb_1	tRb_2	tRb_{12}	tRb_{11}	tRb_{22}									
0	0	0	0	0	0								
$m(b_1)$	$m(b_2)$	$m(b_{12})$	$m(b_{11})$	$m(b_{22})$	$sum M$								

Решаваща роля при провеждането на научните експерименти играят прецизната настройка и контролът на процесните параметри на отлагане на метални слоеве върху текстилни влакна. Критериите за избора и настройката на параметрите зависи от това какви резултати се стремят да бъдат постигнати, а именно стойността на измереното електрическо съпротивление. В този експеримент приемаме за работа благороден газ аргон 4.6 с атомното тегло 39,948 u.

$$(25) \quad R = U / I$$

R - Електрическо съпротивление, Ω
U – Напрежение, V
I – ток, A

Планират се взаимосвързани процесни параметри, които могат да повлияят на резултата и от там на качествените характеристики и свойства на субстратите, които са:

- Основното или базисно налягане във вакуумната камерата преди започване на работният процес. Достигането на необходимо базисно налягане преди започване на същинския процес на метализация е важен критерий определящ количеството на остатъчните чужди атоми във вакуумното субпространство.
- Напрежението на извличане, екстрахиране на йони от плазмата и тяхното ускорение по най-прекия видим път към мишената е важен фактор. От него зависи също коефициента на разпрашване на мишената и скоростта на отлагане на слоя.
- Времето за отлагане на тънкослойните покрития. Дебелината на слоя расте пропорционално с увеличаване на продължителността на разпрашване и увеличаване на екстракционното напрежение на йоните бомбардиращи мишената. В тези експерименти времето ще бъде от 86,36 min до 240 min.
- Екстракционното напрежение е прието да бъде от 2,44 kV до 5 kV.
- Материалът, от който е изградена мишената. Различните метали имат различни коефициенти на разпрашване в зависимост от работния газ. В този случа се разпрашва сребро 99,99 %.
- Качествените характеристики на отложените слоеве относно адхезията ще бъдат анализирани с така наречения тиксо тест.

В настоящия експеримент се приемат следните параметри като константни:

- Работен газ Аргон 4.6.
- Като работно налягане се фиксира $1,5$ до 2×10^{-4} mbar.
- Базисно налягане в камерата преди страниране на работния процес е 4×10^{-7} mbar.
- Разстоянието между мишената и йонната пушка е 400 mm и от мишената, до повърхността на субстрата е 300 mm.
- Ъгълът на бомбардиране на мишената с йони е приблизително 70 градуса и

няма да бъде променян.

- Ъгълът между мишената спрямо субстратите е 45 градуса.

- Мишената е от Ag 99,99 %.

ГЛАВА 6

ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА ЧАСТ

6.1 ПРОВЕЖДАНЕ НА ПРЕДВАРИТЕЛНИ ЕКСПЕРИМЕНТИ

С цел проучване на предварителни експериментални резултати за характеризирание на техническите свойства на отложени тънкослойни сребърни покрития във вакуум, с помощта на йонно плазмен лъч се проведеха предходни експерименти. Резултатите на тези експерименти са изключително важни за осъществяване на планираните процесни параметри за метализация на текстилни влакна и са представени подробно в дисертационният труд. В случая се отложи сребърно покритие върху ниско температурно устойчив материал от тип платно от полиуретан. Този материал беше избран, поради сходната му температура на метализация с текстилните влакна, а именно до 40°C. Повърхността на субстрата е гладка и подходяща за метализация от една страна и от друга страна улеснява измерването на електрическо съпротивление след метализацията. Дебелината на отложените покрития беше от 100 nm до 200 nm. В предварителните експерименти беше установено, че типа и формата на отделните субстрати имат съществено влияние върху формирането и функционалността на слоя. За постигане на електрическа проводимост е от особено голямо значение хомогенното отлагане върху цялата повърхност на влакната. Чужди частици или предварително положени полимери върху влакната предизвикват микро пукнатини и шупли в отложените тънкослойни покрития.

6.2 ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА РАБОТА

В дисертационният труд се използва така нареченият Централно Композиционен Ротатабелен Експеримент с 2 фактора или ЦКРЕ-2, а нивата на този експеримент се състоят от пет фактора. Като непроменливи фактори в експеримента се вземат разстоянието от йонната пушка до мишената, ъгъла между тях, работното налягане в реципиента, както разстоянието от мишената до повърхността на текстилните влакна и ъгъла между тях.

Таблица 6-2, Централно Композиционен Ротатабелен Експеримент

	Варианти								
Ниво на фактор 1	-	+	-	+	-1,4142	1,4142	0	0	0
Ниво на фактор 2	-	-	+	+	0	0	-1,4142	1,4142	0
Напреж. / kV	2,44	4,56	2,44	4,56	2	5	3,5	3,5	3,5
Време / min	86,36	86,36	213,64	213,64	150	150	60	240	150
№ вариант	1	2	3	4	5	6	7	8	9

III. РЕЗУЛТАТИ ОТ ЕКСПЕРИМЕНТИТЕ

ГЛАВА 7

АНАЛИЗ НА ПОЛУЧЕНИТЕ РЕЗУЛТАТИ

7.1 ПРЕДСТАВЯНЕ НА ОПИТНИТЕ РЕЗУЛТАТИ ОТ МЕТАЛИЗАЦИЯТА НА ТЕКСТИЛНИТЕ ВЛАКНА

7.1.1 Визуален и микроскопски анализ на метализираните влакна

Прави се първичен оптичен контрол на субстратите, като се следи за евентуални изгаряния или деформации на влакната. Често по-грубите деформации на влакната могат да бъдат разпознати още в началото чрез оптичен контрол. Едно оптично сравнение преди и след отлагането на сребро е представено на фигура 7.1.

Преди метализация	След метализация	
		Полиестер
		Вискоза
		Вълна
		Лен
		Полиамид

Фиг. 7.1, Текстилни влакна преди (ляво) и след (дясно) метализация

7.1.2 Измерване на дебелината на отложените сребърни слоеве

Както физическите свойства на тънкослойните покрития така и техническите свойства на влакната зависят до голяма степен от дебелината на металното покритието. Следователно определянето на дебелината на слоя е един основен аспект, като цяло във вакуумните технологии за отлагане да слоеве. Таблица 7-1 показва измерените дебелини върху влакната според параметрите и двата взаимосвързани основни фактора, време и напрежение на отлагане.

Таблица 7-1, Измерени дебелини на слоевете

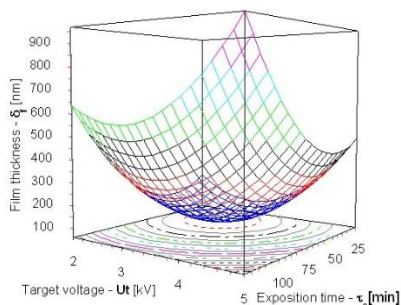
	Варианти								
Ново на фактор 1	-	+	-	+	-1,414	1,414	0	0	0
Ниво на фактор 2	-	-	+	+	0	0	-1,414	1,414	0
Напреж. / kV	2,44	4,56	2,44	4,56	2	5	3,5	3,5	3,5
Време / min	86,36	86,36	213,6	213,6	150	150	60	240	150
№ вариант	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Субстрати	Дебелина на слоя / nm								
Вълна	100	200	550	590	500	367	135	689	300
Лен	100	200	550	590	500	367	135	689	300
Вискоза	100	200	550	590	500	367	135	689	300
РЕ	100	200	550	590	500	367	135	689	300
РА	100	200	550	590	500	367	135	689	300

При покритие с дебелина по-малка от 80 nm измереното електрическо съпротивление е в кило ом. При прекалено дебело покритие над 1 μm и повече, имаме от една страна добри показатели на измереното електрическо съпротивление което е около 2 Ω до 9 Ω , но от друга страна дебелината на това покритие значително затруднява по нататъшната преработката на влакната поради ограничение в гъвкавостта им. Комбинацията от двата фактора екстракционно напрежение и време на разпръскване отразява измерените дебелини на отложените тънкослойни покрития. Най-ниската дебелина на слоя от 100 nm е измерена при експеримент номер едно с екстракционно напрежение от 2,44 kV и продължителност на разпръскване 86,36 минути. От таблицата се вижда, че при продължително отлагане има значение за дебелината на слоя. След проведената статистическа обработка на лабораторните резултати по формули от (4) до (24) посредством алгоритъма от таблица 5-2 са изчислени регресионните коефициенти на моделния полином - $Y_R(\delta_f)$ от уравнение (3).

Таблица 7-2, Регресионни коефициенти на модела на дебелината на отложения сребърен слой

свойство	регресионни коефициенти						ст. свобода	Ficher crit
	b0	b1	b2	b12	b11	b22	Nu	Fr
Ag/glass	138,3300	101,9500	159,0200	11,1100	106,1100	115,0000	9	6,25

Двата независими аргумента на полинома от 2-ра степен дават възможността да се онагледят функционалното влияние на експерименталните фактори върху изследваното свойство при параболичен характер на повърхнината на отклика. На фигура 7.2 е показана повърхнината на отклика на дебелината на отложения сребърен слой в зависимост от напрежението на йонния източник и времето за отлагане.

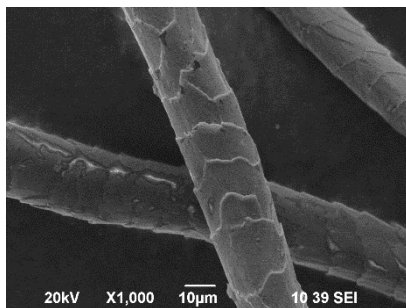
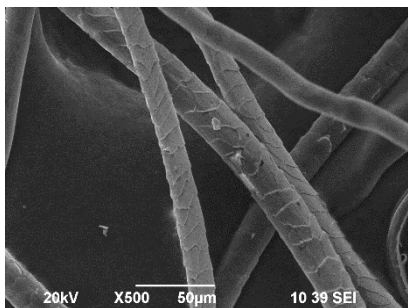


Фигура 7.2, Повърхнина на отклика на дебелина на сребърното покритие

От повърхнината на отклика ясно се вижда, че дебелината на сребърния слой нараства почти еднакво параболично спрямо нарастването на експерименталните фактори. Минималната дебелина на отложения слой съответства на минималните стойности на времето за разпръскване и на електрическото напрежение на йонната пушка.

7.1.3 REM, морфологичен анализ на метализираните влакна

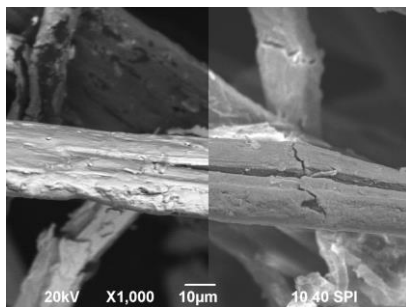
Топографията и морфологията на отложените слоеве се анализира със сканиращ електронен микроскоп (REM). С този метод може да се характеризира строежа, структурата както и плътността на отложения слой. Наличието на пукнатини, шупли или дефекти в слоевете е един резултат, който беше констатиран само частично при ленените влакна. На фигури 7.4 и 7.5 са показани REM анализи на вълна от експеримент номер 4.



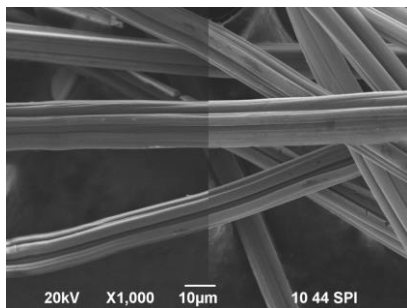
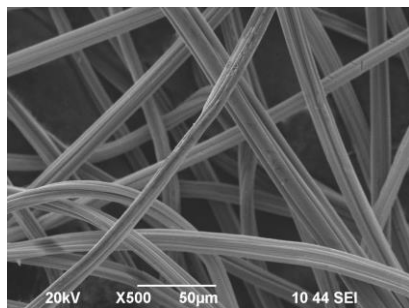
Фиг. 7.4 и Фиг. 7.5, REM анализ на вълна

Двете аналитични фигури са с различна разделителна способност от 10 μm и 50 μm . Ясно се разпознава структурата на вълнените влакна. Не се констатира нарушаване на повърхността на влакната в следствие на метализацията. Дебелината на отложеното покритие е 590 нанометъра. При тази дебелина влакната запазват своята гъвкавост и възможността си за по-нататъшна дообработка в прежда. На фигура 7.6 и 7.7 е показан REM анализ на влакна от лен.

Фиг. 7.6 и Фиг. 7.7, REM анализ на влакна от лен

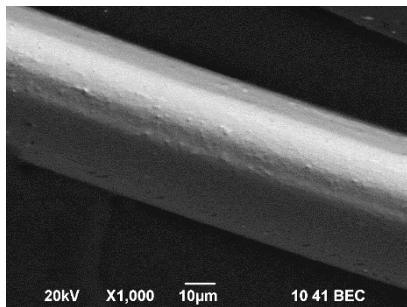
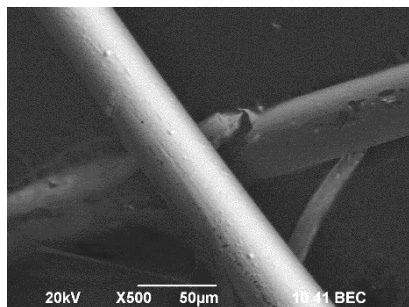


От представения морфологичен анализ на ленените влакна се забелязва на места лоша адхезия на сребърното покритие като например на фигура 7.6, в средата на червения кръг. Поради това, че ленените влакна по природа притежават пореста и крехка структура, както и ръбест профил не се получи един хомогенен слой, а люспест и трошлив. В този си вид на тънкослойното покритие не би могло да бъде измерено коректно електрическо съпротивление, което беше зададено като параметър в задачите на този дисертационен труд. От получените резултати се констатира, че ленените влакна не са благоприятни за вакуумна метализация. Само при много тънки покрития в порядъка до 80 nm не се образуват шупли, но при това много тънко покритие измереното електрическо съпротивление е в мега ом и обезсмисля провеждането на по-нататъшни и задълбочени експерименти с ленени влакна. На фигури 7.9 и 7.10 е представен REM анализ на метализирани влакна от вискоза.



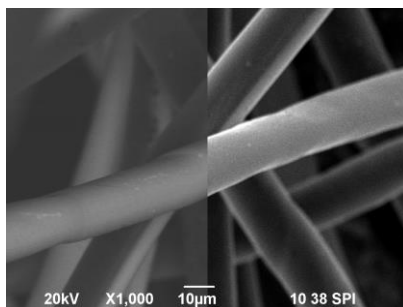
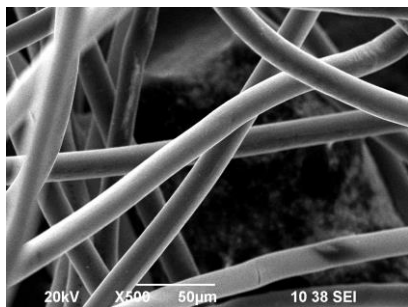
Фиг. 7.9 и Фиг. 7.10, REM анализ на вискозни влакна

За разлика от ленените влакна при вискозните влакна се наблюдава един гладък, плътен и хомогенен повърхностен сребърен слой. Самата гладка структура на вискозните влакна благоприятства за тяхната метализация. При почистването на влакната по химичен и физичен метод се премахват почти напълно чуждите частици от повърхността им, а активацията на повърхността с йонно плазмен лъч подобрява адхезионните свойства на слоя. Отложените слоеве са хомогенни, с добра адхезия и електропроводимост измерена в омове. Фигури 7.12 и 7.13 показват REM анализ на влакна от полиамид.



Фиг. 7.12 и Фиг. 7.13, REM анализ на влакна от полиамид

Отлагането на тънкослойни покрития върху изкуствени влакна като полиамид се очертава особено благоприятно. Отложените слоеве са с добра адхезия и без нарушаване на целостта на влакното след метализация. Поради гладката и чиста структура на влакната отложените покрития са хомогенни, плътни с добра адхезия и ниско електрическо съпротивление, което е анализирано в точка 7.1.5. На фигури 7.14 и 7.15 е показан REM анализ на полиестерни влакна. Основния акцент пада върху полиестерните влакна, които са най-много разпространени днес и техните свойства благоприятстват вакуумната метализация.

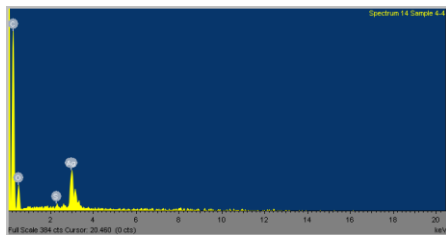


Фиг. 7.14 и Фиг. 7.15, REM анализ на полиестерни влакна¶

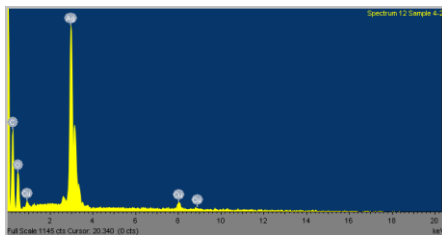
Идентично както при полиамида отложеното тънкослойно сребърно покритие върху полиестерните влакна се идентифицира с една много гладка и хомогенна повърхност без пукнатини и шупли в слоя. С активацията на повърхността се отварят частично полимерните вериги на влакната, без те да бъдат нарушени. Поради това, че отложените слоеве върху текстилните влакна са до 600 nm, което не се отразява негативно на линейното разширение на сребърното покритие върху различните по тип материали, като покритието запазва своите свойства без да се наруши целостта му. Единствено при ленените влакна се констатира не задоволителна адхезия на сребърното покритие.

7.1.4 EDX, елементен анализ на химичния състав на метализираните влакна

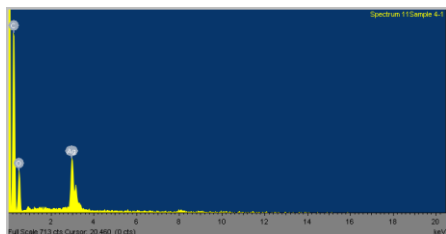
EDX анализ е характеристика на химичния състав на отложените покрития. От този анализ може да се направят изводи за съставните елементи в отложения слой. Една от причините може да бъде дифузия от влакното в посока отлагания се слой в следствие на повишаване на температурата на субстрата в момента на отлагане. Като резултат от това е възможно да се влоши електрическото съпротивление в следствие на замърсяване на слоя, възможна е и появата на микро пукнатини, шупли и дефекти. На фигура 7.17 е показан EDX анализ на вълна. Важно е да се отбележи при провеждането на EDX, че е възможно локално повишаване на температурата на субстрата в зоната на анализ. Това води до рефлектиране и отчитане наличието на чужди атоми, следствие локално повишаване на температурата и сублимацията на материала от който е съставено влакното, чийто състав е различен от този на отложения слой в случая сребро. Също така може да има и рефлектиране на атоми от подложката за анализ на метализираните влакна. На слеващите фигури 7.17, 7.19, 7.21, 7.23 и 7.25 са показан EDX диаграми на влакна от вълна, лен, полиамид, вискоза и полиестер.



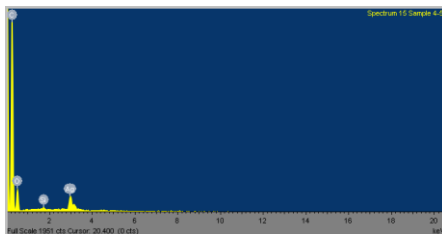
Фиг. 7.17, EDX анализ на вълна



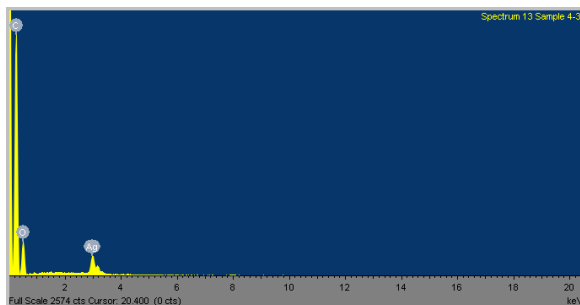
Фиг. 7.19, EDX анализ на лен



Фиг. 7.21, EDX анализ на вискоза



Фиг. 7.23, EDX анализ на полиамид



Фиг. 7.25, EDX анализ на влакна от полиестер

На спектралния анализ е отразен ясно сребърният пик (Ag) като потвърждение за наличието на сребро. Освен пика на Ag се вижда още един добре изразен пик на въглерод. Този пик се появява от подложката върху която са залепени вълнените влакна. Пикове на кислород и сяра са незначителни и идват вероятно от основния материал, а именно вълната. След йонно плазменото почистване на влакната се отстраняват почти всички чужди молекули от повърхността на влакната.

След проведената статистическа обработка на лабораторните резултати по формули от (4) до (24) посредством алгоритъма от таблица 5-2 са изчислени регресионните коефициенти на моделния полином - $Y_R(AWeight_{wool})$ от уравнение (3).

Таблица 7-3, Регресионни коефициенти на атомното тегло на отложеното сребро върху вълнени влакна

свойство	регресионни коефициенти						ст.свобода	Ficher crit
	b0	b1	b2	b12	b11	b22	Nu	Fr
Ag-W05	0,3393	0,1134	0,7706	-0,7111	1,6349	0,6349	3	31,63

Таблица 7-4, Регресионни коефициенти на атомното тегло на отложеното сребро върху ленени влакна

свойство	регресионни коефициенти						ст.свобода	Ficher crit
	b0	b1	b2	b12	b11	b22	Nu	Fr
Ag-Lin04	2,4927	-0,1435	2,5754	-1,8800	-0,6529	2,4271	4	21,87

Таблица 7-5, Регресионни коефициенти на атомното тегло на отложеното сребро върху вискозни влакна

свойство	регресионни коефициенти						ст.свобода	Ficher crit
	b0	b1	b2	b12	b11	b22	Nu	Fr
Ag-Vi03	1,3253	0,1670	0,8369	-0,6267	0,6398	1,5287	5	11,73

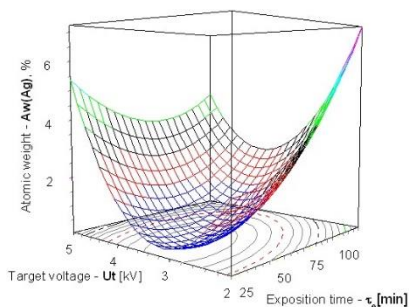
Таблица 7-6, Регресионни коефициенти на атомното тегло на отложеното сребро върху ПА 6.6 влакна

свойство	регресионни коефициенти						ст.свобода	Ficher crit
	b0	b1	b2	b12	b11	b22	Nu	Fr
Ag-Pa02	1,5787	1,4799	2,7029	3,8311	1,7820	1,7242	3	69,63

Таблица 7-7, Регресионни коефициенти на атомното тегло на отложеното сребро върху ПЕС влакна

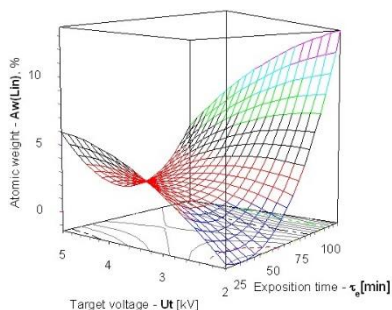
свойство	регресионни коефициенти						ст.свобода	Ficher crit
	b0	b1	b2	b12	b11	b22	Nu	Fr
Ag-Pe01	2,0947	0,2213	1,0057	-0,5600	-0,0353	0,2002	3	68,86

Двата независими аргумента на полинома от 2-ра степен дават възможността да се изобрази функционалното влияние на експерименталните фактори върху изследваното свойство при параболичен характер на повърхнината на отклика. На фигура 7.18 е показана повърхнината на отклика на атомното тегло AWeight, процентуално на отложеното сребро върху вълнените влакна в зависимост от напрежението на йонната пушка и времето за отлагане.



Фиг. 7.18, Повърхнина на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху вълнени влакна

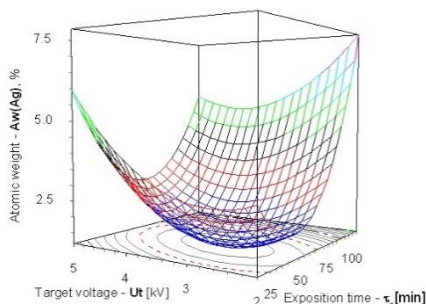
Дяловото участие на сребърни атоми във вълнената влакнеста маса има параболична зависимост спрямо електрическото напрежение на йонната пушка и почти линейна зависимост спрямо времето за разпрашване. Минималното относително количество на сребърните атоми се получава при долните нива на експерименталните фактори. На фигура 7.20 е показана повърхнината на отклика на атомното тегло AWeight, процентуално на отложеното сребро върху ленените влакна в зависимост от напрежението на йонната пушка и времето за отлагане.



Фиг. 7.20, Повърхнина на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху ленени влакна

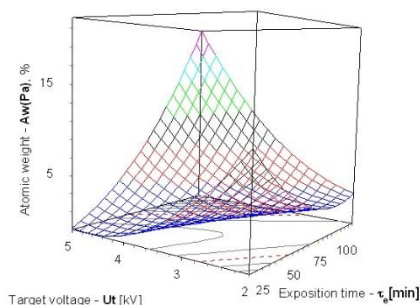
Напрежението на йонната пушка показва по-слабо въздействие като експериментален фактор. На следващата фигура 7.22 е представена

повърхнината на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху вискозни влакна в зависимост от изменението на експерименталните фактори, напрежение на йонната пушка и време на отлагане.



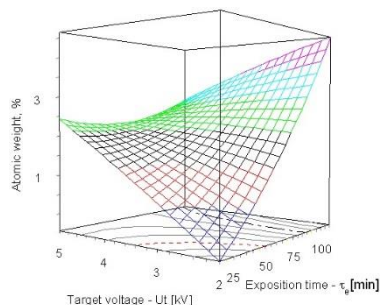
Фиг. 7.22, Повърхнина на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху вискозни влакна

Двата независими аргумента на полинома от 2-ра степен дават възможността да се онагледят функционалното влияние на експерименталните фактори върху изследваното свойство при параболичен характер на повърхнината на отклика. Забележителното при този анализ на полиамидните влакна е силициевият пик, който вероятно идва от състава на полиамидните влакна и се отчита при анализа. На следващата фигура 7.24 е представена повърхнината на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху полиамидни влакна в зависимост от изменението на експерименталните фактори.



Фиг. 7.24, Повърхнина на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху полиамидни влакна

На следващата фигура 7.26 е представена повърхнината на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху полиестерни влакна в зависимост от изменението на експерименталните фактори.



Фиг. 7.26, Повърхнина на отклика на атомната маса на отложеното сребро върху полиестерни влакна

Функционалното влияние на експерименталните фактори има по-скоро линеен характер, но с ясно изразена тенденция. Минималното дялово участие на сребърните атоми съответства на минималните нива на напрежението на йонната пушка. Времето за разпръскване има преобладаващо функционално влияние и максималното дялово участие на сребро в полиестерната влакнеста маса се получава при максимална експозиция. Напрежението на йонната пушка показва вторично влияние и известна зависимост и функционално взаимодействие с изменението на другия фактор. Максималната област на отклика съответства на горните експериментални нива.

7.1.5 Измерване и анализ на електрическо съпротивление и характеристика на екранизацията срещу електромагнитно излъчване на метализираните влакна

Принципно, зад отлагането на тънкослойни сребърни покрития върху текстилни повърхности стоят, получаването на електропроводими слоеве, антибактериални покрития, антистатични покрития използващи се за електромагнитно екраниране, за радарна отразяваща способност и за отопление на и чрез текстилни изделия. За антистатично поведение при текстилни изделия може да се говори, когато повърхностното относително електрическо съпротивление е между 5×10^{-10} и $5 \times 10^{-11} \Omega$ [46, 55]. Измерването на електропроводимостта на сребърните слоеве на единично влакно се осъществява с помощта на специално изработена за целта измервателна установка. Тази установка дава възможност да бъдат препарирани единични влакна от различните типове. Факторите по които се измерва електропроводимостта са дължина на влакното и дебелина на сребърното покритие. Уреда за измерване на електрическа електропроводимост е мултиметър. Следните фактори играят главна роля при отчитане на определена електропроводимост на сребърните покрия:

- Дебелината на отложения слой

- Дължината на отделните влакна и тяхното напречно сечение
- Хомогенността, целостта, плътността на отложеното покрие
- Адхезията на отложеното покритие към повърхността на субстрата

В таблица 7-8 са показани замерените стойности направени при единични влакна от полиестер и вълна. Тези два типа материали от естествен и изкуствен произход бяха избрани поради това, че те имаха най-добрите показатели спрямо ниското електрическо съпротивление.

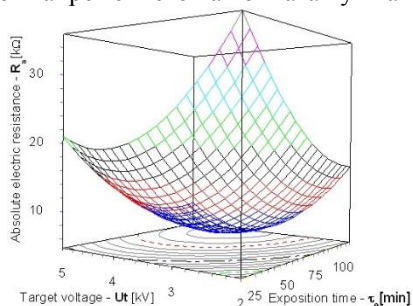
Таблица 7-8 Измерване на електропроводимост на влакна от вълна и полиестер

	Варианти								
Ниво на Фактор 1	-	+	-	+	-1,4142	1,4142	0	0	0
Ниво на актор 2	-	-	+	+	0	0	-1,4142	1,4142	0
Нарежение [kV]	2,44	4,56	2,44	4,56	2,00	5,00	3,50	3,50	3,50
Време [min]	35,00	35,00	105,00	105,00	70,00	70,00	20,00	120,00	70,00
№ Варианти	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Субстрати	Дебелини [nm]								
Полиестер	100	200	550	590	500	367	135	689	300
Вълна	100	200	550	590	500	367	135	389	300
	Електро проводимост [kΩ]								
Полиестер	7,36 kΩ	3,49 kΩ	4,77 kΩ	2,92 kΩ	12,05 kΩ	3,01 kΩ	2021,43 kΩ	3,25 kΩ	4,30 kΩ
Вълна	5223,67 kΩ	62,04 kΩ	29,25 kΩ	10,29 kΩ	46,18 kΩ	8,65 kΩ	3643,67 kΩ	5,40 kΩ	6,22 kΩ

Най-добрата електропроводимост измерена на единично влакно е при вариант 4, полиестер с дебелина на слоя от 590 nm. Предимството при метализация на текстилни влакна пред повърхностна метализация на нишки или платно е запазването на електропроводимостта на изработените от влакната нишки при механична деформация. Като се има в предвид, че нишката или преждата е съставена от сноп многобройни влакна и една метализация би покрила само частично повърхността им.

Електропроводимостта, или според резултата от измерването на електрическото съпротивление на посребрените полиестерни влакна, показва функционалното въздействие на времето за разпрашване и напрежението на йонната пушка. Времето на отлагане има линейно влияние, което води до намаляване на електрическото съпротивление при минимално напрежение на йонната пушка. Преобладаващото влияние на времето за разпрашване намалява с увеличаване на напрежението на йонната пушка, което за цялата повърхнина на отклика показва параболичен характер. На фигура 7-30 е показана повърхнината на отклика на абсолютното електрическо

съпротивление, което е в кило ом на отложеното сребро върху вълнените влакна в зависимост от напрежението на йонната пушка и времето за отлагане.



Фиг. 7.30, Повърхнинна на отклика на абсолютното електрическо съпротивление

Експерименталните фактори имат сходно и параболно влияние върху повърхнината на отклика. Максималното електрическо съпротивление съвпада с минималното време за разпръскване и минималното напрежение на йонната пушка. Максималната електропроводимост се намира при максималните нива на експерименталните фактори. Предимството в усукани нишки от предварително метализирана влакнеста маса е дебелината на отложеното покритие за получаване на определена електрическа проводимост, която е много по-малка от тази дебелина, която би трябвало да се отложи върху нишка за получаване на същата или приблизително подобна електропроводимост. Също така тези метализирани влакна притежават и по-високата устойчивост на механични натоварвания при запазване на електрическото съпротивление. Стенда за измерване на електрическата проводимост на метализираните влакна се състои от две щипки разположени на 20 mm една от друга. Щипките са изработени от злато 875. В края на всяка една от двете щипки за закрепяне на единичните влакна е прикрепен проводник, които е свързан с мултиметър от тип M9803R. На фигура 7.28 е представен измервателният стенд за установяване на електрическата проводимост на метализирани единични влакна от различен тип.



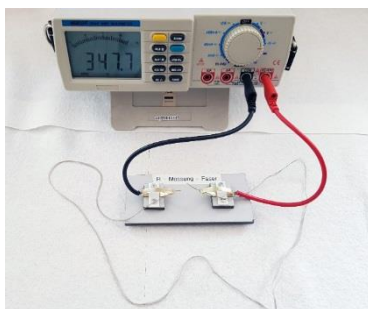
Фиг. 7.28, Измервателен стенд за единични влакна със златни щипки

По този метод може много прецизно да бъде замерено електрическото съпротивление на метализираните влакна, като единствен недостатък на измервателния стенд е трудното закрепване на влакната между двете златни щипки. Като потвърждение на казаното по-горе беше проведен един експеримент, в който се установи електрическото съпротивление на нишки от метализирани влакна. На фигура 7.31 е показано измерването на електрическото съпротивление на нишка от метализирани полиестерни влакна.



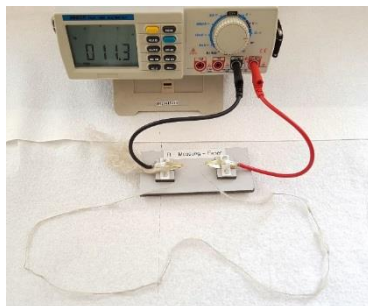
Фиг. 7.31, Измерване на електрическото съпротивление на нишка от полиестерни влакна

Замереното електрическо съпротивление в случая е $0,3 \, \Omega$ и е резултат на експеримент номер 4 с дебелина на слоя от 590 nm. Този добър резултат потвърждава хипотезата, че е по-добре метализацията да се прави на ниво влакно отколкото на ниво прежда или платно. Влакната много лесно се усукват в прежда след метализацията, което е индикатор за запазване на първоначалната им гъвкавост. Това предполага и едно безпрепятствено по-нататъшно обработване с текстилно преработвателни машини. От анализа се вижда хомогенният сребърен слой, без да се констатира нарушаване на повърхността и целостта на полиестерните влакна. Замереното електрическо съпротивление е показано на фигура 7.34.



Фиг. 7.34, Измерване на електрическото съпротивление на метализирана полиестерна прежда

Както в хипотезата се предполагаше се потвърди на практика. Метализацията на влакна, от които се прави прежда, води до измерването на по-ниско електрическо съпротивление в сравнение с метализацията на прежда. Електрическото съпротивление измерено на метализирана полиестерна прежда с дължина от 700 mm е 347 Ω с дебелината на отложеното покритие от 270 nm. Съпротивление, което е в пъти по-високо от съпротивлението замерено на прежда (11,3 Ω , фиг.7.35) пресукана от метализирани влакна и дебелина на сребърното покритие от 270 nm. На следващата фигура 7.35 е показано измерването на електрическото съпротивление на пресукана на ръка прежда от метализирани полиестерни влакна.



Фиг. 7.35, Прежда, изработена от посребрени полиестерни влакна

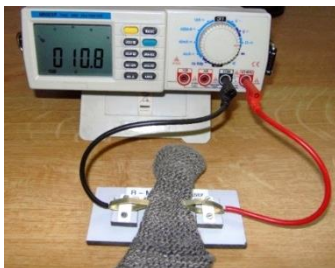
В случая измереното електрическо съпротивление на пресуканата на ръка прежда от метализирани влакна е 11,3 Ω , което е значително по-ниско от замереното на фигура 7.34. Дължината на полиестерната прежда в този случай е една и съща, 700 mm. С провеждането на този експеримент се потвърждава едно от твърденията заложи в хипотезата на дисертационния труд. На фигура 7.36 е показана ръчно изработена прежда от метализирани влакна.



Фиг. 7.36, Ръчно изработена прежда от метализирани влакна

От фигурата се вижда, че изработената прежда е с неравномерно сечение, това се дължи на ръчната ѝ изработка. Основният замисъл тук е да се покаже, че е възможно от метализирана влакнеста маса да се изпреде прежда, която да бъде обработена в един следващ процес. Това е и едно доказателство за запазването на гъвкавостта на влакната след тяхната метализация, с което се гарантира

експлоатационната им характеристика свързана с комфорта на носене на метализирани текстилни продукти. След едно професионално, машинно предене на прежда от метализирани влакна ще се понижи допълнително електрическото съпротивление, което е в резултат на по-добър контакт върху по-голяма площ между отделните метализирани влакна. От метализираните ръчно пресукани влакна и получената от тях прежда се изплете малка мостра от тип платно на фигура 7.37 и е показана измерената електропроводимост на платно от полиестер.



Фиг. 7.37, Електрическо съпротивление на платно от полиестер

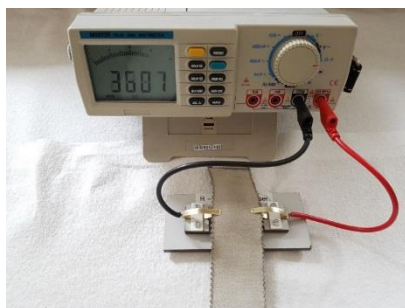
Като се има в предвид, че платното е изплетено на ръка и разстоянието между отделните нишки не е равномерно, измереното електрическо съпротивление е $10,8 \Omega$. Този получен резултат е многообещаващ и полага основите за по-нататъшни научно и изследователски дейности в тази насока. В този конкретен случай се изработиха мостри от напълно метализирана влакнеста маса, като средната дебелината на отложените сребърни покрития беше в порядъка на около 590 nm . За да се съпостави измерената електрическа проводимост на платно, изработено изцяло от метализирани полиестерни влакна и на полиестерно платно само с повърхностна метализация се проведе следващият експеримент. На фигура 7.38 се показва замерването на електрическото съпротивление на метализирано полиестерно платно с дебелина на отложеното покритие от приблизително 590 nm .



Фиг. 7.38, Метализирано полиестерно платно

Измереното електрическо съпротивление е от около 17 M Ω при една и съща дебелина на сребърния слой с полиестерното платно показано на фигура 7.37. От резултата на фигура 7.38 констатираме особено високо електрическо съпротивление. Това потвърждава твърдението в хипотезата, че електрическото съпротивление при една и съща дебелина на отложено покритие е по-ниско при платно изработено изцяло от метализирани влакна, отколкото замереното електрическо съпротивление само при повърхностно метализирано текстилно платно. Това се дължи на наличието на по-голяма контактна повърхност при метализираните влакна в сравнение с едно повърхностно метализиране на текстилни тъкани. За да се намали електрическото съпротивление е необходимо дебелината на отложения слой да бъде от минимум 1 μm или 2 μm , което пък от своя страна ще ограничи гъвкавостта на текстилната подложка.

За да се потвърди по-горе посоченото твърдение се проведе един допълнителен експеримент с текстилно платно и отложено сребърно покритие с повече от 2 μm . На фигура 7.40 е показано замерването на електрическото съпротивление на текстилно платно с повърхностно отложен слой от сребро. Измерената стойност е от 3600 K Ω , която стойност е много пъти по-висока от стойността на фигура 7.37 (10,8 Ω) при дебелина на покритието от 2 μm . В този конкретен случай се цели доказването на по-ниското електрическо съпротивление при текстилни платна, изградени от напълно метализирани влакна.



Фиг. 7.40, Текстилно платно с повърхностна метализация

Повърхностна метализация се прави днес предимно при екранизация срещу електромагнитна радиация. В някои случаи е достатъчно едно тънкослойно покритие, за да се получи желанийт ефект. Принципно при екранизация срещу електромагнитно излъчване се вгражда само частично една нишка, която преминава на еднакви разстояния една от друга през цялата дължина в едно текстилно платно. В таблица 7-11 са показани замерените стойности на метализирани нишки, направени от метализирани влакна на вълна и полиестер.

Таблица 7-11, Електрическо съпротивление на метализирани нишки от вълна
и полиестер

Опит	Вълна	Полиестер
1	23 Ω	7 Ω
2	7 Ω	3 Ω
3	6 Ω	1 Ω
4	2 Ω	0,7 Ω
5	9 Ω	1 Ω
6	7,5 Ω	4 Ω
7	18 к Ω	4 Ω
8	4 Ω	0,3 Ω
9	6,5 Ω	1,8 Ω

Като сравним стойностите в таблица 7-10 със стойностите в таблица 7-11, констатираме едно значително понижаване на измереното електрическо съпротивление на нишките изработени от метализирани влакна спрямо метализирани единични влакна. Това се дължи на повечето контактни повърхнини на метализираните влакна едно към друго. При усукването на метализираните влакна имаме по-голяма контактна повърхност към основните влакна. Това води до намаляване на електрическото съпротивление, което не се променя при пластична деформация или разтягане на нишките.

При метализацията на нишки в средата им остават участъци без нанесено сребърно покритие. Това води до промяна на ел. съпротивление при тяхната механична деформация и съответно увеличаване на електрическото съпротивление. Точно тези експлоатационни характеристики на метализираните влакна биха допринесли до тяхното внедряване в текстилната индустрия и за трикотаж с различни предназначения, като едно от тях е защитата срещу електромагнитна радиация. За да се характеризира измереното електрическо съпротивление и от там степента на екранизация на метализираните тъкани са представени получените стойности в таблица 7-10 и 7-11.

Колкото по-ниско е измереното съпротивление толкова по-надеждна ще бъде екранизацията на метализираните текстилни пана. Тук трябва се обърне особено внимание, че измерването на съпротивлението беше направено на единични влакна в таблица 7-10. След като се направи предица от метализираните влакна, измереното съпротивление беше от 0,3 Ω до няколко ома, както е показано в таблица 7-11. В таблица 7-12 са показани процесни параметри на разпращане.

Таблица 7-12, Процесни параметри на разпрашване

Варианти	Фактор 1 Време / min	Фактор 2 Напрежение / kV	Дебелина на слоя / nm
1	86,36	2,44	100
2	86,36	4,56	200
3	213,64	2,44	550
4	213,64	4,56	590
5	150	2	500
6	150	5	367
7	60	3,5	135
8	240	3,5	689
9	150	3,5	300

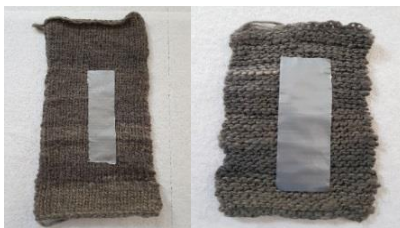
Дебелината на отложеното покритие влияе до известна степен на електрическото съпротивление. Може да се твърди, че колкото по-дебело е сребърното покритие, измереното електрическо съпротивление е по-ниско. На фигура 7.31 е показано замерено електрическо съпротивление от 0,3 Ω на полиестерни влакна. Също така може да се каже, че продължителността на отлагане и напрежението на разпрашване имат влияние върху дебелината на отложеното покритие. Двата фактора напрежение на йонния източник и времето на разпрашване играят решаваща роля за дебелината на отложеното сребърно покритие. Взаимодействието им влияе пряко на електрическото съпротивление на слоя. В таблица 7-13 са показани измерените електрически съпротивления на покритията върху влакна и нишки от вълна и полиестер, която таблица онагледява сравнението между ел. съпротивление на единични влакна с нишки.

Таблица 7-13, Електрическо съпротивление на покритията върху влакна и нишки от вълна и полиестер

Варианти	Метализирани нишка, R, Ω		Метализирани влакно, R, Ω	
	Вълна	Полиестер	Полиестер	Вълна
1	23 Ω	7 Ω	7,36 k Ω	5223,67 k Ω
2	7 Ω	3 Ω	3,49 k Ω	62,04 k Ω
3	6 Ω	1 Ω	4,77 k Ω	29,25 k Ω
4	2 Ω	0,7 Ω	2,92 k Ω	10,29 k Ω
5	9 Ω	1 Ω	12,05 k Ω	46,18 k Ω
6	7,5 Ω	4 Ω	3,01 k Ω	8,65 k Ω
7	18 k Ω	4 Ω	2021,43 k Ω	3643,67 k Ω
8	4 Ω	0,3 Ω	3,25 k Ω	5,40 k Ω
9	6,5 Ω	1,8 Ω	4,30 k Ω	6,22 k Ω

7.1.6 Анализ на адхезията и качествените характеристики на метализираните влакната, прежди и пана

Само ако отложено то покритие е много добре прилепено или практически свързано към подложката, то може да изпълни своята функция като такова. Затова е задължително да се провери адхезията преди да се направят функционални тестове на метализираните влакна, нишки и платна. Поради тази причина в този дисертационен труд, метализираните текстилни повърхности бяха подложени на така наречения тиксо тест, на тест пране в пералня и пране в ултразвукова вана. Това е един много сложен процес, който е от решаващо значение за качествените характеристики на отложените тънкослойни сребърни покрития. Принципно, тестът с тиксо е трудно приложим при текстилните влакна поради това, че те се намират в неопределена форма на влакнестата маса. Този тест се прави предимно при гладки повърхнини. Беше направен теста с тиксо на платно и на метализирана полиестерна прежда. Платното беше ръчно изплетено от метализирани влакна като първоначално се изпреди прежда от която и след това платно. Тиксовата лента е с дължина около 70 mm и широчина от 15 mm. Лентата се залепва плътно върху платното като се оставя да престои около 20 секунди и след това рязко се дърпа от повърхността на платното перпендикулярно нагоре. На фигура 7.41 са показани ръчно изплетени платна в ляво от вълна а в дясно платно от полиестер с вече залепени тестови ленти.



Фиг. 7.41, Адхезионен тиксо тест върху вълнено (ляво) и полиестерно платно (дясно)



Фиг. 7.42, Тиксо тест върху вълнено (ляво) и полиестерно (дясно) платно

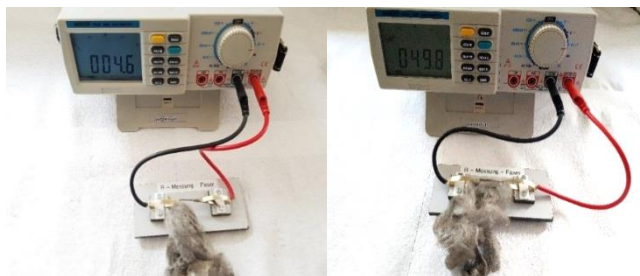
След проведения тест не се установи отделяне на сребърното покритие върху лепящата повърхност на тиксовата лента. В случай на лоши адхезионни показатели след отлепването на тиксото остава по-голяма част от сребърното

покрите върху лепящата му повърхностна страна. В такива случай дори при допир с ръка или при механично деформиране се получават отпечатьци по пръстите от слоя. След като се направи микроскопски анализ и тиксо теста, следва изпиране на пробите в автоматична пералня за дрехи при 40°C, с прах за пране и в продължение на 1.30 ч. Три пъти бяха прани текстилните субстрати при едни и същи параметри. Преди и след изпирането на метализираните влакна се направи измерване на електрическото съпротивление. При прането пробите бяха поставени в специални за целта полиестерни мрежести торбички с цип за да не се получи разбъркване и заплитане между тях. Проведеният тест в автоматична пералня е тестът на който трикотажните изделия биват най-често подложени в нашето ежедневие. Най-добри резултати имаха, полиестерните, вискозните и полиамидните влакна. При ленените влакна се констатира значително влошаване на електрическото съпротивление дори след еднократно изпиране в автоматична пералня. Метализираните вълнени влакна запазват до някъде своето електрическо съпротивление, но то се влошава значително след прането. На фигура 7.46 са покани метализирани вълнени влакна преди и след пране във автоматична пералня.



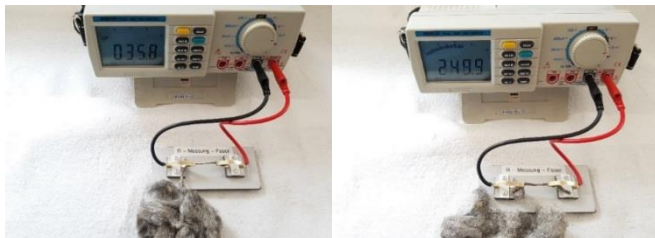
Фиг. 7.46, Вълнени влакна преди (в ляво) и след (в дясно) пране

При замерването на електропроводимостта беше установено влошаване на стойностите от преди спрямо след прането в автоматична пералня. Преди прането ел. съпротивление беше 4,6 Ω а след 49,8 Ω . Въпреки разликите ел. съпротивление е под 100 Ω .



Фиг. 7.47, Измерване на електропроводимост на вълнени влакна преди (в ляво) и след прането (в дясно)

Особено след прането това се констатира със значително повишаване на измерено електрическо съпротивление. На фигура 7.48 е показано измерването на електрическото съпротивление на ленени влакна преди и след изпирането в пералня.



Фиг. 7.48, Измерване на електрическото съпротивление на ленени влакна преди (в ляво) и след прането (в дясно)

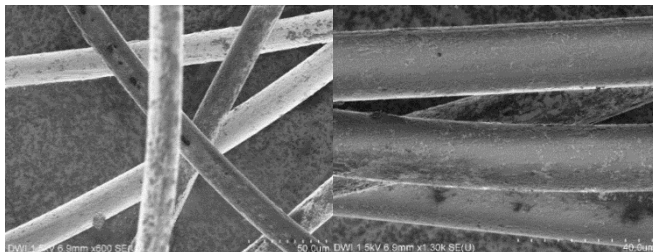
Преди изпирането беше замерено електрическо съпротивление от 35,8 Ω а след това от 249,9 Ω . В този случай замерването се осъществи след първото изпиране в пералнята, поради констатираната значителна разлика на състоянието преди и след пране се преустановиха следващите експерименти. Особеността при ленените влакна е, че те имат доста начупена и трошлива по природа повърхностна топография. Без промяна в електрическото съпротивление от трикратното пране бяха полиестерните влакна. На фигура 7.49 е показано в ляво измерено електрическо съпротивление на полиестерни влакна преди прането, дясно след прането.



Фиг. 7.49, Измерване на електрическото съпротивление на полиестерни влакна преди прането (в ляво) и след прането (в дясно)

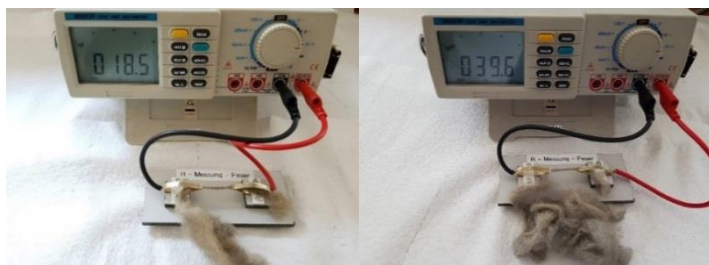
Измереното съпротивление на снопче метализирани полиестерни влакна преди прането в автоматична пералня е 0,4 Ω а след прането е 0,6 Ω , която малка разлика може да бъде пренебрегната. Тези измервания показват, че изкуствените влакна като полиестер, полиамид и вискоза са по-благоприятни за вакуумна метализация спрямо естествените влакна като лен и вълна. Един допълнителен тест за проверка на адхезията на тънкослойните покрития беше проведен с помощта на ултразвукова вана при определена температура и за определено време. Експеримента в ултразвукова вана се проведе с всички типове метализирани влакна при температура от 40°C и време 30 min в разтвор

от дестилирана вода и изопропанол. След подсушаване на влакната не се констатира видима промяна при метализираните полиестерни влакна. Нямаше оцветяване на водата във ваната след тестовата фаза. След провеждането на експеримента в ултразвукова вана се направи и допълнителен морфологичен анализ на полиестерните влакна. Резултата от тях е представен на фигура 7.51.



Фиг. 7.51, Морфологичен анализ на полиестерни влакна след тест в ултразвуковата вана

От проведения анализ се вижда, че сребърното покритие е запазило своята цялост като такова. Не се констатира разрушаване на тънкослойното сребърно покритие в сравнение с фигури 7.15 и 7.16 преди прането на влакната. Този анализ потвърждава добрата адхезия на слоевете, която се дължи на предварителното почистване на субстратите и на избрания подходящ йонно лъчев метод за нанасяне на тънкослойни сребърни покрития във вакуумна среда. Преди прането се направи замерване на електрическото съпротивление на снопчето вълнени влакна. Фигура 7.53 в ляво показва електрическото съпротивление преди прането и в дясно след прането.



Фиг. 7.53, Измерване на електрическото съпротивление преди (в ляво) и след прането (в дясно), вълна

Преди така нереченото пране или третиране на метализираните влакна в ултразвукова вана, в разтвор от вода и изопропанол, се измери електрическото съпротивление на вълнените влакна, което имаше стойност от 18,5 Ω а след това е 39,6 Ω . Това повишаване на повърхностното съпротивление е в

следствие на частично разрушаване, разграждане на сребърното покритие. В следствие на изпирането на ленените влакна електрическото съпротивление се влоши драстично, което беше в мега ом и поради това се отрази тук. При пране на метализирани влакна в автоматичната пералня също се установи частично разпадане на отложеното тънкослойно покритие, както и промяна на електрическото съпротивление след това, но при ултразвуковия тест разликите в измерените стойности бяха няколко пъти по-високи. На фигура 7.54 е показано измерването на електрическото съпротивление на метализирани полиестерни влакна след тест в ултразвукова вана.



Фиг. 7.54, Измерване на електрическото съпротивление на полиестерни влакна преди (в ляво) и след (в дясно) ултразвуковия тест

Преди теста замереното електрическо съпротивление е $1,8 \Omega$ а след теста е $1,9 \Omega$. Този сам по себе си „енергичен и суров“ тест дава възможност да се види до колко метализираните влакна биха издържали на една ежедневна употреба. Резултатът от този тест е многообещаващ и в това крайно постижение се постигнаха поставените задачи и цели в началото на този дисертационен труд. След метализацията на влакнестата маса от нея може безпроблемно да се изпреде прежда, от която да се изтъче платно. Също така ултразвуковият тест показва, че дори и метализираната полиестерна прежда запазва своето електрическо съпротивление и е възможно нейната по нататъшна обработка в трикотажни изделия. Необходими са по-задълбочени експерименти за да се констатира до каква степен е метализирана преждата в дълбочина. Също така е важно да се проведат тестове за линейно разширение на метализираните прежди и едновременно измерване на електрическото съпротивление. В областта на екранизацията от електромагнитна радиация, метализираните влакна и нишки могат да заемат едно решаващо място в бъдеще.

7.2. ДИСКУСИЯ ВЪРХУ ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИТЕ РЕЗУЛТАТИ

След проведените експерименти може да се каже, че отлагането на метални покрития в частност сребро върху текстилни субстрати във вакуумна среда с помощта на йонно плазмен лъч е възможно и осъществимо. Главната задача, а именно отлагане на тънкослойни сребърни покрития върху текстилни влакна във вакуума среда беше успешно постигната.

Проведените предварителни експерименти в този дисертационен труд показаха, че отлагането на електропроводими материали, т.е. чисто сребро 99,99 % върху текстилни пана, преди и ленти е възможно, но установената електропроводимост е недостатъчна за получаване на ниско електрическо съпротивление. Резултатите от проведените тестове на метализираните влакна показаха запазване на качествените характеристики на субстратите след йонно лъчевата метализация, а именно тяхната гъвкавост, пластичност и мекота типична за текстилните влакна.

Следните процесни параметри са приложими за нанасяне на тънкослойни сребърни покрития върху текстилни влакна с помощта на йонно плазмен лъч:

1. Полиестерни влакна – $1,5 \times 10^{-4}$ mbar, 5 kV, 90 min
2. Вискозни влакна – $1,5 \times 10^{-4}$ mbar, 3,5 kV, 120 min
3. Полиамидни влакна – $1,5 \times 10^{-4}$ mbar, 4,56 kV, 105 min
4. Вълнени влакна - 2×10^{-4} mbar, 3,5 kV, 70 min

Предварителната обработка на влакната по химичен и физичен път се оказва решаваща за подобряване на адхезията на тънкослойните покрития. След това плазмената дообработка във вакуумната среда не само допълва крайното почистване на влакната, но допринася и за активация на повърхността на влакнестата маса. Важно е да се отбележи, че при плазменото почистване трябва строго да се контролират параметрите на йонната пушка за да не се предизвика обратният ефект, а именно нараняване и разрушаване на повърхността на влакната. Текстилните влакна са много чувствителни към температурни изменения над 40°C. Резултатите от метализацията на вълнените и ленените влакна не могат да се сравнят с резултатите на изкуствените влакна. Въпреки това може да се твърди, че отлагането на метални покрития с помощта на йонно лъчево разпръскване във вакуумна среда върху вълнени влакна е възможна и на практика приложима. Най-добрите резултати от метализацията се проявяват на влакна от полиестер, полиамид и вискоза. Резултатът от метализацията на лен беше само задоволителен, в следствие на което не се налага по нататъшно изследване на тези влакна. Самите ленени влакна са трошливи и ронещи се, които свойства се предават на тънкослойните покрития в лицето на люспи и лоша адхезия.

Дебелината на металното покритие гарантира запазване на техникo – механичните характеристики на влакната като такива и в качеството си на прежда и текстилни пана. Като доказателство за това беше изпредена ръчно прежда от полиестер и вълна, след което бяха изплетени мострени пана. Направените морфологични и химични анализи на отложените покрития потвърждават получените резултати и способстват за установяването на конкретни и строго утвърдени процесни параметри за постигане на трайна метализация и добри адхезионни показатели. Йонно плазменото отлагане във вакуумна среда се оказва правилният метод за метализация на субстрати, които не могат да бъдат подложени на високи температурни натоварвания при друг вакуумно плазмен метод.

Поради ниската процесна температура на отлагане този метод за метализация се отличава особено от другите известни и описани в този дисертационен труд методи. Изложените експериментални резултати в тази дисертационна работа могат да бъдат фундаментални за по нататъшни изследвания на метализирани текстилни влакна и техните производни. Не се разрушава повърхността на влакната след метализацията и метализираните влакна могат да бъдат обработени в прежда.

IV. ИЗВОДИ И ПРИНОСИ

ГЛАВА 8

ИЗВОДИ

Използването на метода йонно плазмено разпръскване се оказа правилно решение при избора на плазмена технология за нанасяне на сребро върху текстилни повърхности в частност влакна, защото по време на отлагане се запазва изключително ниска температура на субстрата.

На базата на проведените експерименти и направеният анализ на резултатите може да се направят следните изводи:

1. Определиха се ясни и точни параметри на отлагане във вакуумна среда, които могат да бъдат прецизно възпроизведени. Йонно плазменото отлагане във вакуумна среда се оказа правилния метод за метализация на температурно неустойчиви субстрати. Ключова роля играе ниската процесна температура на отлагане, отличаваща този метод от другите методи за метализация.
2. Метализацията на текстилни влакна във вакуумна среда беше осъществена успешно и на практика този процес е приложим. Метализираните влакна и преди бяха приети добре от водещи текстилни производители и научни институции. Също така получените резултати бяха докладвани на множество научни конференции, на които разработката се прие позитивно.
3. Всички поставени в началото на този дисертационен труд задачи и цели бяха постигнати успешно.

За да се внедри йонно плазменото отлагане в един тъкачен производствен процес е необходимо да се направят редица експерименти и икономически анализ на същинския производствен процес. Един анализ за осъществимост би дал една много добра оценка за реалните разходи по едно такова производство, вземайки се под внимание икономическата страна на нещата.

След постигането на главната цел в този дисертационен труд може да се каже, че внедряването на метализирани нишки в технически текстилни пана е възможно и осъществимо за реализацията на така наречения интелигентен текстил или „smart textiles“.

По този начин текстила ще придобие нови до сега не предполагами области на приложение, като например в сферите на микроелектрониката, медицината, електротехниката, текстилната индустрия, космическите науки и много други.

Освен придобиване на нови качествени и технически характеристики, текстилните пана се изкачват и на едно ново естетическо ниво. Като се има в предвид, че с помощта на това ниско температурно вакуумно отлагане могат да се метализират, т.е. да се позлатят, посребрят и обогатят текстилните повърхности от естествен и изкуствен вид. Едно такова облагородяване на текстилни повърхности ще им осигури дългосрочния статус на лукс продукти, имайки в предвид метални слоеве от злато, сребро, платина или мед.

В този дисертационен труд беше изработено платно, мостра от метализирани влакна. Обикновено с тази си конструкция на платното, то може да се постигне екраниране от 40 до 60 dB за честотния диапазон от 110 MHz до 15 GHz [66, 75, 79]. Има и области на приложение, в които изискванията са по-високи.

При едно по-плътнo изтъкано платно тази екранизация може да се мултиплицира. Най-важният критерий за получаване на електромагнитна екранизация с помощта на метализирани текстилни пана е хомогенността на отложените покрития. Бъдещите проучвания, като продължение на резултатите в настоящия дисертационен труд, трябва да бъдат насочени в една лабораторно-тестова фаза на метализираните влакна и от там на изработените от тях текстилни прежди и пана. Необходима е една пълноценна техническа и качествена характеристика на метализираните влакна в периода на тяхната употреба в бита, микроелектроника, медицината, текстилната индустрия и много други.

ГЛАВА 9

ПРИНОСИ В ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

9.1 НАУЧНО – ПРИЛОЖНИ ПРИНОСИ

1. Създаден е математически модел посредством Централно Композиционен Ротатабелен Експеримент с 2 фактора, които са: електрическото напрежение на йонно-плазмения източник и времето за отлагане на тънкослойни покрития, както и съвкупността на тези взаимосвързани технологични параметри в обратна връзка с дебелината на отложеното покритие.
2. Доказана е зависимостта на електрическото съпротивление от контрола на двата фактора – време на отлагане и напрежение на йонната пушка.
3. Създадени са регресионни уравнения за влиянието на напрежението на йонната пушка спрямо времето на отлагане.
4. Доказана е възможността за йонно плазмено почистване и активиране на повърхността на субстратите преди метализация при строго определени процесни параметри.
5. Установени са процесни параметри за отлагане на тънкослойни сребърни покрития върху полиестерни влакна, полиамидни влакна, вискозни влакна и вълнени влакна.

9.2 ПРИЛОЖНИ ПРИНОСИ

1. Изследва се и се доразви вакуумен метод с взаимно свързани процесни параметри за отлагане на тънки проводящи покрития върху подходящо приготвен субстрат с помощта на йонно плазмен източник в плазмена субсреда. Отложеното покритие е под 1 μm с ниско ел. съпротивление, характерно за микроелектронните технологични схеми.
2. Установено е поведението на метализирани влакна след тяхната метализация.
3. На базата на този метод са установени модели и процесни параметри на отлагане. Този ниско температурен метод за отлагане на тънкослойни покрития във вакуумна среда дава възможността да се метализират и редица други температурно неустойчиви материали.
4. Доказано е отлагането на сребърни покрития върху текстилни влакна от изкуствен и естествен произход с помощта на йонно плазмен лъч във вакуумна среда
5. Разработени са и са реализирани на практика различни спомагателни в производствения процес конструкции на техническа екипировка и транспортни механизми
6. Конструирано е задвижващо устройство ролка към ролка за метализация на прежда във вакуум.
7. Изработени са подвижни платформи за работа във вакуумна среда със софтуерно управление и мониторингов контрол.
8. Изработено е устройство за измерване на дебелината на отложеното покритие по време на йонно плазменото отлагане.
9. Създаден е стенд за измерване на относително електрическо съпротивление на единични влакна.
10. Доказа се възможността за изработване на прежда и платно от метализирани влакна.
11. Направи се структурно морфологичен и химичен анализ на отложените сребърни слоеве.
12. Изработиха се продукти, мостри, в областта на екранизацията от електромагнитно излъчване.
13. Извършена е обективна съпоставка на електрическото съпротивление на повърхностно отложено сребърно покритие върху текстилно платно с електрическото съпротивление, измерено на текстилно платно изработено изцяло от метализирани влакна.

СПИСЪК НА ПУБЛИКАЦИИТЕ

- 1) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, Electro-conductivity of Staple Polyester Fibers Coated by Ag in Vacuum, The Fiber Society 2018 Spring Conference Co-organized with The Society of Fiber Science and Technology, Japan, Fibers and Textiles for Value Creation in Connected Industries, June 12–14, 2018, www.thefibersociety.org, pp. 26-29.
- 2) **Hristo Hristo** Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, STUDY OF THE ELECTRIC RESISTANCE VARIATION OF THE POLYESTER FIBRES COATED BY Ag IN VACUUM, Разработката е докладвана на 19-та Национална текстилна конференция в Габрово 25-27.10.2017 г. и са публикувани в сборника с резюмета на списание Текстил и облекло, ISSN1310-912X, книжка №10/ 2017 г.
- 3) **Hristo Hadjiev**, Violeta Slavova, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, MEASUREMENT OF THE ELECTRO-CONDUCTIVITY OF THE TEXTILE FIBRES COATED WITH THIN Ag FILM IN VACUUM. Разработката е докладвана на 18-та Национална текстилна конференция в Сливен 26-28.10.2016 г. и са публикувани в сборника с резюмета на списание Текстил и облекло, ISSN1310-912X, книжка №10/2016 г.
- 4) Violeta Slavova, **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, EXPERIMENTAL PLANNING OF ION BEAM SPUTTERING OF Ag IN VACUUM ON TEXTILE FIBRES. Разработката е докладвана на 18-та Национална текстилна конференция в Сливен 26-28.10.2016 г. и са публикувани в сборника с резюмета на списание Текстил и облекло, ISSN1310-912X, книжка №10/2016 г.
- 5) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, ION BEAM SPUTTERING OF SILVER ON TEXTILE FIBRES IN VACUUM, 39th International Spring seminar on Electronics Technology, ISSE 2016, ISBN 978-80-216-0618-0, paper A19, Pilsen, Czech Republic.
- 6) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, HYBRID MICROELECTRONIC TECHNOLOGY IN TEXTILE TECHNIQUES WITH THE AIM OF REALIZING SMART TEXTILES, 38th International Spring seminar on Electronics Technology ISSE 2015, ISBN 978-963-313-177-0, paper A20, Eger, Hungary.
- 7) **Hristo Hadjiev**, Ivelin Rahnev, Philipp Philippov, METALLIZATION OF WOOL FIBERS BY MEANS OF AN ION BEAM SPUTTERING IN VACUUM, 15th Autex World Textile Conference 2015, ISBN 978-606-685-275-3 Bucharest, Romania.

SUMMARY

SILVER COATING ON TEXTILES FIBERES BY ION BEAM DEPOSITION IN VACUUM

Hristo Milouchev Hadjiev, M.Sc.Eng.

The essence of this experimental work comprises the application of a silver (Ag) coating on staples of polyester, polyamide, viscose, wool and line fibers in vacuum environment by using ion beam sputtering. The method for the deposition of thin film coatings in a vacuum environment is physical. The characteristic feature of this method is the very good adhesion towards the substrate, uniformity, and density of the deposited films with minimal internal tensions, the possibility to deposit very thin films even several nanometers, good reproducibility of the films, and others. Subject of this article is the experimental planning and the consecutive implementation of the variants, and the electric resistance of the fibers coated by thin film of Ag. The object of this work is to expand and improve the functionality, the benefits, and the areas of application and the technical characteristics of the textiles.

The feature of the experiments is the coating of the origin of all textiles, and this meant the metallization of textile fibers. In this case, the metallization is not negatively influence the further processing of the fiber into a yarn and a fabric therefrom. Especially to show the correlation between technological components to create new properties of textiles. The adaptability and versatility to the social requirements is ensured. The fabrics are the backbone of clothing regardless of the design and technological solutions.

This leads directly to the next step of the creation of functional modules in interactive clothing. If the clothing elements include an intelligent system can be reached certain useful properties. Such as sensors, which adapt to the human body and notice certain changes in relation to the environment. Such metallization of fiber can be produced textiles, which can be heated or can be detected a change in capacitance by certain mechanical demand. There is also possible to be achieved a certain shielding against electromagnetic radiation of the human body. An important point for us is the compatibility of technical procedures ion beam sputtering for the production of microelectronic elements and textiles based.