

TARTU ÜLIKOOL
Loodus- ja täppisteaduste valdkond
Tehnoloogainstituut

Ilmar Uduste

SÜSINIKKANGAL PÕHINEVAD MAHTUVUSLIKUD LAMINAADID

Bakalaureusetöö (6 EAP)

Materjaliteaduse eriala

Juhendajad:

Dotsent PhD Indrek Must

MSc Friedrich Kaasik

TARTU 2019

Resümee/Abstract

„Süsinikkangal põhinevad mahtuvuslikud laminaadid“

Töö käigus töötati välja meetodika uudse tekstiilse mahtuvusliku laminaadi ehitamiseks juba varasemalt väljaarendatud kunstlihaste retsepti põhjal. Tähtsaimalt tõestati monoliitse süsinikkanga võimekust nii elektroodimaterjalina kui ka voolukollektorina.

Konstrueeriti nii juhtmeühendusega kui ka ilma juhtmeta ehitatud laminaate, mis olid kinnitatud kas elektroodisuspensiooni või membraanilahusega ja järeltöötluses kuumpressitud, ning leiti, et ilma juhtmeta ja membraanilahusega kinnitatud laminaatsete täiturite katsekehad (5 mm x 20 mm) omasid liikuvust kuni 1,5 mm. Elektroodisuspensiooniga variantide puhul oli täheldatud liikuvus minimaalne ja juhtmeühendusega eksemplaride puhul tekkis harilikult lühis. Edasist uurimist vajaks juhtme ühendamise laminaadiga juba tootmisprotsessi käigus.

CERCS: T150 – Materjalitehnoloogia; T470 – Tekstiilitehnoloogia;

Märksõnad: kunstlihas, tehisihas, tekstiilne täitur, tekstuaator, nutikas tekstiil, süsinikkangas, voolukollektor, ioonne mahtuvuslik laminaat, kuumpressimine

Carbon-textile based capacitive laminates

In the thesis, a method for constructing textile capacitive laminates was developed based upon previously found recipes for artificial muscles. Most importantly, the capability of monolithic carbon textile to be an electrode material and a current collector was proven.

Many variants of the laminate were constructed: some with a wire connection, some without and the laminate was put together with either a membrane solution or an electrode suspension. As a rule, the laminates were hot-pressed in post-processing. During the course of the work, it was discovered that the test pieces (5 mm x 20 mm) of the wireless membrane solution laminates had a deformation of up to 1.5 mm. The test pieces of the electrode suspension laminates had a minimal deformation and the pieces with a wire connection tended to short circuit. Further research is needed on the topic of connecting wires to the laminate while still in construction phase.

CERCS: T150 – Material Technology; T470 – Textile Technology;

Keywords: artificial muscle, textile actuator, textuator, smart textile, carbon textile, current collector, ionic capacitive laminate, hot-pressing

SISUKORD

Resümee/Abstract	2
Töös kasutatavad lühendid	5
Sissejuhatus	6
2 Pehmed täiturid.....	7
2.1 Polümeersed täiturid.....	8
2.2 Targad tekstiilid.....	9
2.3 Olemasolev kunstlihas.....	9
3 Kavandatav tekstiilne täitur	12
3.1 Väljapakutav lahendus	12
3.2 Käesoleva töö eesmärk.....	14
4 Tekstuaatorite valmistamine.....	15
4.1 Kasutatavad materjalid ning seadmed.....	15
4.2 Membraani valmistamine	16
4.3 Elektroodide konstrueerimine	17
4.4 Membraanilahusega tekstuaator	18
4.5 Elektroodisuspensiooniga kaetud tekstuaator	19
4.6 Kuumpressimine.....	20
4.7 Täituri karakteriseerimise meetodid	22
5 Tekstuaatorite omaduste uurimine	23
5.1 Juhtmeühendusega täiturid.....	23
5.1.1 Membraanilahusega valmistatud täiturid.....	23
5.1.2 Elektroodisuspensiooniga valmistatud täiturid.....	24
5.2 Ilma juhtmeta täiturid.....	26
5.2.1 Membraanilahusega koostatud täiturid.....	28
5.2.2 Elektroodisuspensiooniga valmistatud täiturid.....	32
Kokkuvõte.....	35

Tänuavaldused	36
Kasutatud kirjandus.....	37
Lisa 1. Tartu Ülikooli Arukate materjalide ja seadmete labori poolt väljaarendatud kullaga kaetud kunstlihase retsept.	39
Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja üldsusele kättesaadavaks tegemiseks.....	42

Töös kasutatavad lühendid

CB	<i>Carbon Black</i> (tahm)
DMAc	N,N-dimetüülatsetamiid
DEAP	dielektriline elektroaktiivne polümeer
EAP	elektroaktiivne polümeer
EMIMOTF	1-etüül-3-metüülimidasoolium trifluorometaansulfonaat
IML	ioonne mahtuvuslik laminaat
MP	4-metüül-2-pentanoon
PC	propüleenkarbonaat
PVdF	polüvinülideendifluoriid
PVdF-HFP	polüvinülideendifluoriid-ko-heksafluoropropüleen

Sissejuhatus

Pehmerobotika üheks prominentseks ja paljulubavaks suunaks peetakse pehmeid täitureid, mis lubavad robotikat arendada ka mikromeeterskaalas. Tänu pehmete täiturite deformeeritavusele, mitmes vabadusastmes liikumisele ning ka materjali aktiveeriva välise stiimuli suurele valikule, tegeletakse nende omadustele sobivate rakenduste leidmisega nii meditsiini- ja militaarvaldkonnas kui ka igapäevases tarbeühiskonnas. Pehmete täiturite omaduste ja valmistamisprotsesside parendamine ning optimeerimine on aga osutunud suureks katsumuseks ning seetõttu ei ole tehnoloogia veel rakendusteni jõudnud.

Eelnevalt mainitud täitureid võib ka kasutada nutikate tekstiilide konstrueerimisel ja selliseid täituritega põimitud tekstiile nimetatakse tekstuaatoriteks. Eriliseks teeb käesoleva suuna see, et tekstuaatoreid tahetakse kasutada rüürobotitena inimeste igapäevases elus, seetõttu peetakse tekstuaatorite arendamisel silmas ka kantavust ja bioühilduvust.

Käesoleva töö eesmärgiks on uurida elektromehaanilise täiturmehhanismiga tekstiilse laminaadi võimekust tekstuaatorina. Selle jaoks konstrueeritakse tekstiilne täitur, mis oma ehituselt ja tööpõhimõttelt sarnaneb Tartu Ülikooli tehnoloogiainstituudis Arukate materjalide ja seadmete laboris juba varasemalt arendatud kunstlihasele. Töö käigus võrreldakse mitmeid tootmisprotsesse ning hinnatakse erinevalt valmistatud tekstuaatorite impedantsi ja liikumisulatust. Samuti uuritakse monoliitse süsiniktekstiili võimekust asendada kunstlihastes tahma elektroodimaterjalina ja kulda vastavalt voolukollektorina.

2 Pehmed täiturid

Pehme täitur (ingl *actuator*) või niinimetatud tehislihas on üldine termin seadmele, mis on kergelt deformeeritav ning suudab pöördvalt kokku tõmbuda, paisuda või painduda välise stiimuli abil. Tüüpiliselt on stiimuliteks kas elektriline pinge, vool, rõhk, temperatuur või valgus. Käesolev materjaliklass on viimase 30 aasta jooksul kasvatanud aktuaalsust kiiresti areneva interdistsiplinaarse teadusharuna, juba praeguseks ajaks on näidatud pehmete täiturite rakendust biomeditsiinis, tekstiilitööstuses nutika riidena, robotikas biomimeetilise materjalina ja ka erinevate omaduste (painutus, niiskus jne) sensoritena. Materjaliteaduslikus kontekstis räägitakse tehislihastest kui mehaanilistest täituritest, seega terminid „tehislihas“ ja „täitur“ on käesolevas töös samatähenduslikud. Käesolevas töös ei mõelda tehislihase all tehisjäsemeid ega söödavat tehisliha [1].

Tehislihaste arendamine on vägagi tähtis miniatuurse pehmerobotika arenduseks, sest neid annab rakendada mikromeeterskaalast sentimeeterskaalani. Tihtipeale valitakse selliste pehmerobotite konstrueerimiseks madala elastsusmooduliga või poorsed materjalid, millega on võimalik saavutada materjali liikumist mitmes vabadusastmes, kuigi on ka täheldatud materjali suurt liikuvust ionsete polümeer-metall komposiitide (IPMC) puhul [2]. Materjali valikus mängib tähtsat rolli ka materjali aktiveerimiseks kasutatav signaal, sest osad signaale on tunduvalt kergem ära kasutada täiturite aktiveerimiseks kui teisi. Valgusel, elektri- ja magnetväljal põhinevaid materjali aktiveerivaid signaale võib antud kontekstis kasutada nii-öelda kaugviisiliselt, st ei ole tarvis otsest ühendust täituri ja tänu sellele on Gelebart ja teised kirjeldanud võimalikkust täitureid minimeerida mikromeeterskaalasse, samas kui füüsiliste kontaktidega on siiaani vaid millimeeterskaalas täitureid saavutatud [3], [4]. Valgussignaali korral on isegi täheldatud võimalust konstrueerida kergelt ümberprogrammeeritavat ja anisotroopse täiturmehhanismiga tehislihast [4]. Elektri- ja magnetväljasid on suhteliselt kerge indutseerida ning magnetvälja kui aktiveeriva signaali teeb praktiliseks asjaolu, et magnetväljad tungivad isegi läbi suurema osa materjalidest. Biomeditsiiniliste rakenduste jaoks on temperatuurist sõltuv ergutussüsteem väikestes temperatuurivahemikes ohutum kui UV-valgus või elektriväli, kuid temperatuuri toimel töötavad täiturid võivad olla aeglasemad ja ebatõhusamad kui eelnevad [5].

2.1 Polümeersed täiturid

Elektripinge ja -voolu toimetel muutusi indutseerivaid polümeerseid materjale nimetatakse elektroaktiivseteks polümeerideks (EAP). Enim tuntud elektroaktiivsete polümeeride grupp on elektromehaaniliselt aktiivsed materjalid, mis muudavad oma kuju välise elektrivälja toimetel: nad kas painduvad, tõmbuvad kokku või paisuvad. Elektroaktiivsetest polümeeridest valmistatud täituri mehhanismide puhul täheldatakse sarnasust bioloogiliste lihaste liikumisega (biomimeetilisus) ja seetõttu tuntakse vastavaid materjale ka tehisliahastena [6]. Elektroaktiivseid polümeere võib jagada omakorda ioonseteks mahtuvuslikeks laminaatideks ning dielektrilisteks elektroaktiivseteks polümeerideks. Siinkohal aga tuleb mainida, et ioonne tehisliah või ioonne mahtuvuslik laminaat tihtipeale (ja ka käesolevas kontekstis) ei sisalda endas ioonset elektroaktiivset polümeeri.

Ioonne mahtuvuslik laminaat koosneb antud kontekstis kahest elektronjuhtivast elektroodist, mille vahele on asetatud ioonjuhtiv membraan. Käesolev membraan tüüpiliselt sisaldab endas elektrolüüti ning on üldiselt valmistatud fluoropolümeeridest nagu polüvinülideendifluoriid (PVdF) või polüvinülideendifluoriid-ko-heksafluoropropüleen (PVdF-HFP). Elektroodideks üldiselt kasutatakse kulla, plaatina kilet või elektroaktiivseid polümeere, kuid hiljutised arengud nanomaterjalide valdkonnas on näidanud, et süsiniknanotorudel või grafeenil põhinevad elektroodid võivad teatud rakendustes omada täituri kontekstis soovipärasemaid omadusi, nagu suurem paindumus ja vastupidavus [7], [8]. Ioonsetes tehisliahades toimub välise vooluallika ühendamisel katioonide liikumine negatiivse elektroodi poole ja anioonide liikumine positiivse elektroodi poole. Kuna üldjuhul on süsteemis kasutatavad katioonid anioonidest ruumala poolest suuremad ja katioonide ning anioonide liikuvus on erinev, siis tehisliah paindub positiivse elektroodi poole [9].

Dielektriliste elektroaktiivsete polümeeride (DEAP-ide) töötamiseks on tarvis ülimalt kõrget elektripinget (suurusjärgus 10^3 V), kuid seejuures vähe voolu. Põhimõttelt on DEAP suure Poissoni suhtega (kuni 0,5) dielektriline polümeerkile, mille külgedele on kantud elektroodid. Sellises komposiidis tekib liigutus elektroodidele mõjuvate elektrostaatiliste tõmbejõudude abil, mis suruvad kahe elektroodi vahel oleva membraani kokku. Membraani kokku surudes muutub selle paksus ja selle tõttu ka pindala ja mahtumus [1].

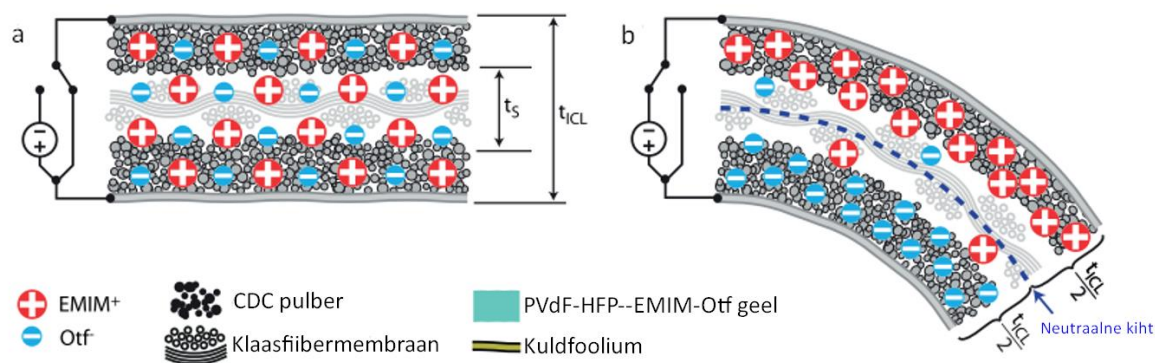
2.2 Targad tekstiilid

Tehislihased omavad rakendusi mitmes erinevas robotika valdkonnas, kuid üheks suurimaks alaks ennustatakse tulevikus olevat hoopiski inimeste füüsilise aitamiseks niinimetatud tarku tekstiile. Viimaste aastatega on üritatud konstrueerida sellist elektroaktiivset polümeerist tehislihast, mis oleks inimnahale biosobiv ning mille karakteristikud oleksid sarnased inimlihasele. Kui kombineerida tekstiilitöötlus, inimkonna üks vanimaid tehnoloogiaid, elektroaktiivsete polümeeridega, siis on võimalik valmistada kantavaid komposiitmaterjale, mille deformatsioon ja jõud on reguleeritav. Selliseid materjale, mis on valmistatud tekstiilist ja omavad täiturmehhanismi, nimetatakse „tekstuaatoriteks“ (ingl *textile actuators*) ning neid loodetakse kasutada eksoskeletina inimese igapäevases tegevuses [10], [11]. Konkreetsemaks näiteks võib tuua tekstiiltäituri, mida toodetakse elektrit juhtiva polümeeriga kaetud tselluloosilõngast, kusjuures materjali tugevuse suurendamises kootakse tselluloosilõng kudumistelgedel [10].

Sellist aktuaatoritega täidetud tekstiili on võimalik juba massiliselt toota, kuid hetkelise seisuga ei ole selliselt toodetud materjali omadustele leitud igapäevases elus sobivat rakendust [10]–[12]. Seetõttu otsitakse viise tarkade tekstiilide deformatsiooni ja tõmbetugevuse parandamiseks, säilitades aga selle käigus targa tekstiili massiviisilise tootmise võimaluse.

2.3 Olemasolev kunstlihas

Tartu Ülikooli tehnoloogiainstituudi Arukate materjalide ja seadmete laboris on arendatud täituri tehnoloogiat pea kaks aastakümnet ning käesoleval ajal kasutatakse kuldfooliumiga kaetud kunstlihaste valmistamiseks meetodit, mis hõlmab endas membraani ettevalmistamist, elektroodi ja seejärel voolukollektorite kandmist membraanile [13]. Oma olemuselt on antud kunstlihas ioonne mahtuvuslik laminaat. Enne kui on võimalik parandada olemasolevat disaini, peab kirjeldama ja analüüsima käesoleva kunstlihase valmistamisprotsessi, millest on räägitud põhjalikult lisas 1.

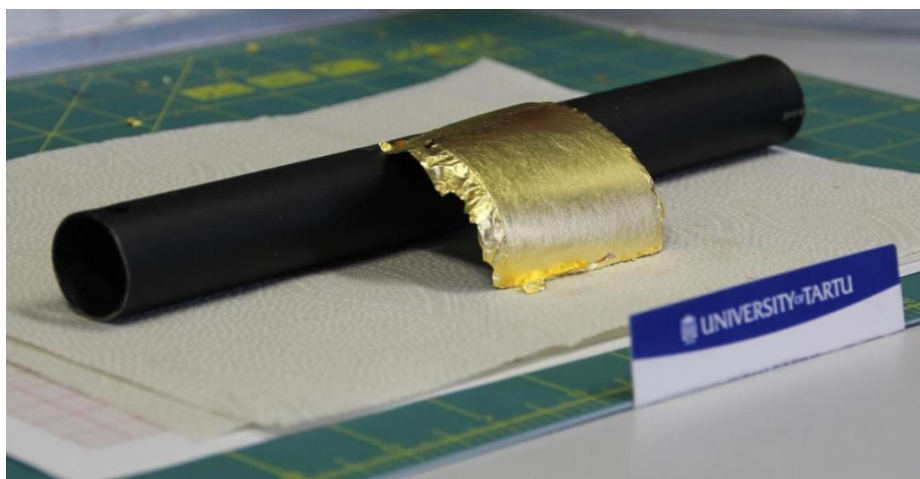


Joonis 1. Olemasoleva ioonse kunstlihase läbilõige. a) Kunstlihas ilma voolu rakendamiseta. b) Kunstlihase täiturmehhanism voolu rakendamise korral [13]. Tõlgitud inglise keelest.

Üldjoontes konstrueeritakse tekstiilalusele (töö autori puhul tikkimistrõnga) peale laminaatmaterjal, millest lõigatakse pärast välja sobiva kuju ja suurusega täitured, mis omavad elektromehaanilist täiturmehhanismi ning nende liikumine (paindumine) võib sarnaneda rõõviku liikumisele, seetõttu märgitakse ka tihti peale täituri biomimeetilist mehhanismi.

Süsteem koosneb kahest elektroodist, mille vahel asetsebioonjuhtiv membraan. Elektrivälja rakendamisel muutuvad elektroodid laetuks: positiivselt laetud elektrood tõmbab enda poole anioone ja negatiivselt laetud elektrood tõmbab enda poole katioone. Antud süsteemi kationide ning anioonide ruumalade ja liikuvuse erinevusest tingituna paisub negatiivselt laetud elektrood suuremaks kui positiivselt laetud elektrood ning täitur paindub positiivselt laetud elektroodi suunas.

Voolukollektorit kasutatakse siin laengu edasikandmise eesmärgil ning harilikult on tehislhaste puhul voolukollektoriks kuldfoolium. Ilma voolukollektorita ei suudaks antud tehislhase ühtlaselt deformeeruda, vaid täituri paine eksisteeriks vaid ainult teatud materjali ulatuses, sest elektroodideks kasutatav aktiveeritud süsinik on laminaadis pulbrilisel kujul ning see ei taga süsiniku osakeste vahel piisavalt head kontakti, et elektronid saaksid ühtlaselt jaotuda üle materjali [9], [13].



Joonis 2. Kullast voolukollektoritega ioonne mahtuvuslik laminaat pärast voolukollektorite pealekandmist [6].

Käesoleva täituri tootmisprotsessis, mida on kirjeldatud täpsemalt lisas 1, on mitmeid tülikaid punkte, mis osutuvad masstootlikkuse peale mõeldes probleemiks: 1) membraani katmine membraanilahuse ja elektroodisuspensiooni kihtidega ei pruugi olla ühtlane, mis tähendab, et valmistatud täitur võib olla ühelt küljelt paksem kui teiselt ning seetõttu kaldub ka täiturmehhanism ühele poole. 2) Täituri ühtlaseks deformeerumiseks on siinkohal tarvis voolukollektorit ning selleks kasutatava kullafooliumi ühtlaselt pealekandmine materjalile ei pruugi alati õnnestuda, seetõttu on siinkohal vaja nii käelist osavust kui ka õnne. 3) Pintsliga membraanilahuse pealepanek võib membraani peale jätta pintslikarvu, mis põhjustavad ebaühtlusi materjalis, või siis üldsegi jätta membraani sisse auke.

Eelnevatest punktidest lähtuvalt on mõistlik käesolevas töös kavandatava tekstiilse täituri konstrueerimisel leida viis asendamaks probleemseid etappe või minimeerida nende kahjut.

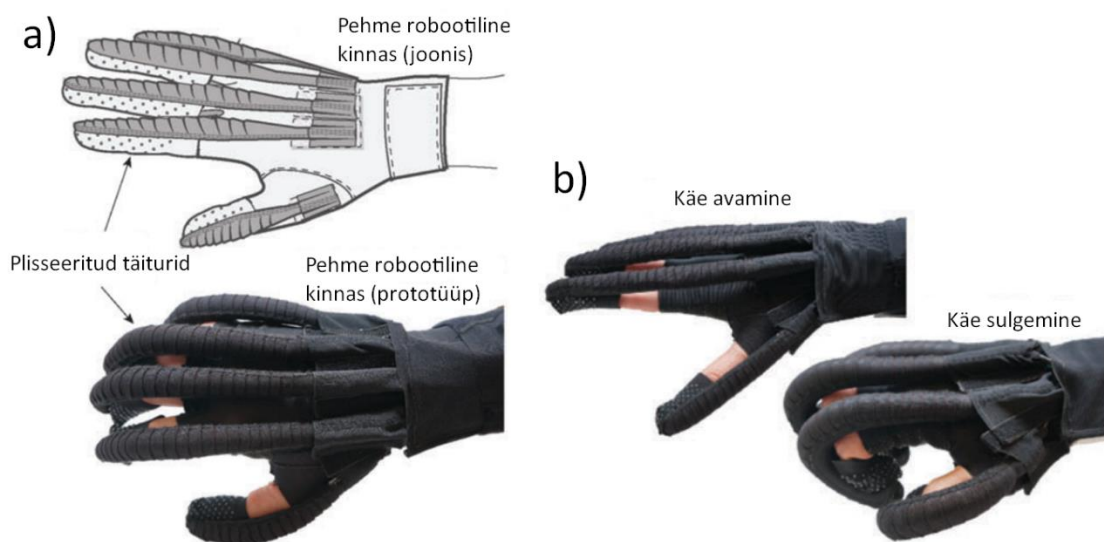
3 Kavandatav tekstiilne täitur

3.1 Väljapakutav lahendus

Analüüsides olemasoleva kunstlihase peamist tootmisviisi, ilmnevad mõningad probleemid. Esiteks, voolukollektori pealepanek on tülikas ning kapriisne protsess, mis alati ei pruugi õnnestuda [6], [9]. Kunstlihase täiturmehhanismi kiirus sõltub pealekantavast voolukollektorist, kuid kui oleks võimalik ka kuidagi ehitada antud komposiitmaterjali ilma voolukollektorita, siis oleks kunstlihase tootmist kindlasti kergem suuremal skaalal teha.

Varasemates töödes on uuritud erinevaid aktiivmaterjale tehislhaste elektroodideks ning mitmete süsinikkomponentide puhul on täheldatud probleeme nii tootmise ja kättesaadavuse kui ka kapriisusega [6], [7], [9]. Võimalikuks lahenduseks peetakse täituri tootmisprotsessi, kus ei kasutata ei süsinikku sisaldavat elektroodisuspensiooni ega süsinikku.

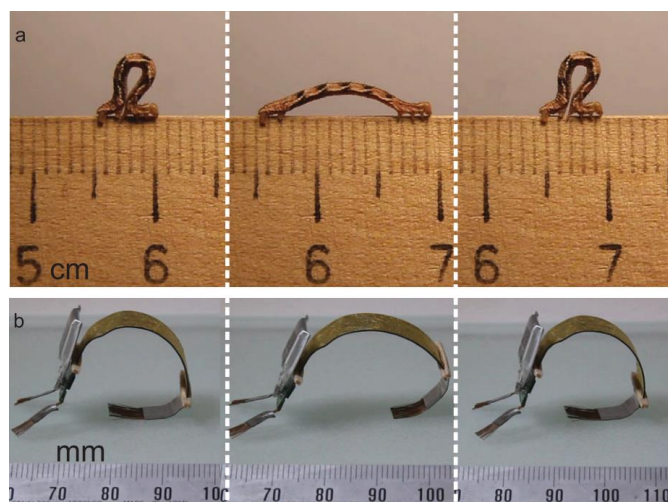
Praeguse kunstlihase rakendused on samuti piiratud. Täiturite potentsiaalsete rakenduste laiendamiseks üritatakse leida uudseid omadusi täiturite jaoks ja seda just nimelt kantavate tekstiilide valdkonna kaudu. Seetõttu on sobiv plaanitava tekstiilse täituri või tekstuaatori kavandamisel silmas pidada just masstootlikkuse ning mehaaniliste omaduste säilitamist või parandamist ja eesmärgiks seatakse ehitada tekstuaator, millest saab tulevikus välja arendada rüüroboti, mis oleks inimesele kui tehisnahk ja samaaegselt aitaks kaasa inimese füüsilisele tegevusele.



Joonis 3. Pneumaatilisel täiturmehhanismil põhinev kantav pehmerobootika kinnas. a) Kinda joonis. b) Käesoleva kindaga saavutatavad liigutused [11]. Tõlgitud inglise keelest.

Pehmerobotika võimalikud rakendused kantavate tekstiilide ja rüürobotite valdkonnas on juba eelnevalt paljudes teadusartiklites kajastust leidnud. Suurem osa konstrueeritud täituritest on aga olnud pneumaatilise täiturmehhanismiga (*Joonis 3*) [11], mis ei pruugi kantava eseme kontekstis tagada seadme kerget kasutatavust, sest pneumaatilise täiturmehhanismi käivitamine käiks õhukompressoriga, mis ei ole igapäevaelus hõlpsasti kaasaskantav. Seega, et leida muid võimalusi konstrueerimaks rüüroboteid või tekstuaatoreid, rakendatakse käesolevas töös elektromehaanilist täiturmehhanismi.

Kui soovida arendada kantavat nutikat tekstiili, siis on täituri valmistamisel pulbrilist aktiveeritud süsinikku keeruline kasutada. Käesoleva töö käigus aga uuritakse uudset ja võimalikku alternatiivi pulbrilisele süsinikule monoliitse süsinikkanga näol, sest antud kangal on olemas nii piisav eripind (ca 1200 m²/g) kui ka suhteliselt hea juhtivus. Sellise kanga kasutamine aitaks vältida täituri koostamise protsessis elektroodisuspensiooni valmistamise etappi ning ühtlasi ka võimalikke ebahomogeensusi, mis sellest tekkida võivad (nt elektroodi kihi paksuse varieeruvus materjali ulatuses, süsiniku settimine lahusest tarvitamise ajal). Põhiline eelis monoliitse süsinikkanga kasutamise juures aga on eraldi voolukollektori vajalikkuse kaotamine.



Joonis 4. (a) Rööviku liikumine annab inspiratsiooni (b) biomimeetilise IEAP roboti disainile [14].

Kavandatava tekstiilse täituri disain võiks eelkõige lähtuda juba eelnevalt konstrueeritud kunstlihaste tööpõhimõttest ja tootmisprotsessist, millest on käesolevas töös kirjutatud pikemalt peatükis „Olemasolev kunstlihas“ ja lisas 1. Siinses retseptis on meil võimalik mitu

tegurit ära muuta ja esiteks võib voolukollektori (kullakihi) ning elektroodisuspensiooni asemel proovida kasutada süsinikkangast, mis töötab olla piisavalt sobivate omadustega olemaks nii elektrood kui ka voolukollektor.

Sobivaima tekstiilelektroodidega täituri konstrueerimise viisi leidmiseks on paslik käesolevas töös proovida erinevaid täituri valmistamise retsepte. Niiviisi saab erinevalt valmistatud materjale omavahel võrrelda ning teha järeldusi parima meetodi suhtes. Üldiselt aga lähtub käesolevas töös konstrueeritud tekstuaatori valmistamisprotsess juba olemasoleva kunstlihase valmistamisprotsessist, millest on kirjutatud lisa 1. Vahe seisneb selles, et pulbriline aktiveeritud süsinik asendatakse monoliitse ja tekstiilse aktiveeritud süsinikuga, millest tingituna arvatakse, et laminaatse tekstuaatori valmistamisprotsessis ei ole vaja kasutada ei eraldi elektroodisuspensiooni ega voolukollektorit. Seega on käesoleva töö eksperimentaalses osas konstrueeritud täitur kahte erinevat meetodit kasutades: ühes meetodis kasutatakse laminaadi valmistamiseks vaid membraanilahust, teises meetodis nii membraanilahust kui ka elektroodisuspensiooni.

Kummagi meetodi puhul on paslik üritada täituri kasutatavate elektroodide külge ühendada juhtmed, mille kaudu on meil võimalik anda süsteemile voolu. Varasemates töödes on elektroodidele voolu antud kuldkontaktidega (ilma juhtmeta), kuid kuna sellist viisi elektriühenduse saamine osutub masstootlikkust silmas pidades ebapraktilisemaks kui juhtmega variant, siis käesoleva töö raames proovitakse nii juhtmeühendusega kui ka lihtsustatult ilma juhtmeta laminaadi tootmisviisi ja seejärel võrreldakse nende omadusi.

3.2 Käesoleva töö eesmärk

Käesoleva töö eesmärgiks oli valmistada uudne tekstiilne täitur, kasutades selleks Tartu Ülikooli tehnoloogiainstituudis Arukate materjalide ja seadmete laboris juba varasemalt väljaarendatud kunstlihaste retsepti ja valmistamismeetodit modifitseeritud kujul. Ühtlasi seati eesmärgiks tõestada töös kasutatava monoliitse süsinikkanga võimekust asendada kunstlihastes kullakile (voolukollektorit) ja potentsiaalselt ka elektroodimaterjali. Eesmärkide saavutamiseks konstrueeriti erineva koostisega tekstiilseid laminaate ja uuriti nende impedantsi ning täiturmehhanismi ulatust sõltuvalt laminaadi järeltöötlemisest kuumpressimise näol.

4 Tekstuaatorite valmistamine

4.1 Kasutatavad materjalid ning seadmed

Ioonvedelikuna kasutati 1-etüül-3-metüülimidasoolium trifluorometaansulfonaat (EMIM-OTF, >99,0%) Solvionic (L15062503) ja solvendina kasutati N,N-dimetüülatssetamiid (DMAc) Sigma-Aldrich (38840).

Täituri ehitamisel kasutati polümeere polü(vinülideenfluoriid) (PVdF) Sigma-Aldrich (182702) ja polü(vinülideenfluoriid-co-heksafluoropropüleen) (PVdF-HFP) Sigma-Aldrich (427160), lahustit 4-metüül-2-pentanoon (MP) Alfa Aesar (A11618) ning propüleenkarbonaati (PC) Alfa Aesar (A15552).

Juhtmete isoleerimiseks ülejäänud keskkonnast kasutati silikooni SYLGARD 186.

Membraani armeeringuks kasutati siidtekstiili ESAKI Silk #3 pindtihedusega 11,5 g/m².

Siidtekstiili kinnitamiseks kasutati tikkimisrõngaid diameetriga 10 cm.

Süsiniktekstiiliks oli Zorflex FM10, Calgon Carbon paksusega ca 0,5 mm.

Elektroodisuspensiooni valmistamisel kasutatud süsinikmaterjaliks oli Black Pearls[®] 2000 (BP2000) Cabot (LOT-3450755).

Juhtmete ühendamiseks süsiniktekstiiliga kasutati hõbelakki Amepox Electon (40AC), mis oli hangitud Oomipoest.

Kõiki kemikaale kasutati nende esialgsel ja töötlemata kujul.

Reaktiivide kaalumiseks kasutati analüütilist kaalu Mettler Toledo, AB 204-S/PH.

Laminaate pressiti kokku kuumpressiga HillsBorough (B70175).

Täiturite impedantsi mõõdeti PARSTAT 2273 Potentsiostaat/galvanostaat/sageduskosteanalüsaator masinaga kahe-elektroodi süsteemis.

Täiturite deformatsiooni sõltuvalt pingest mõõdeti NI Labview tarkvaraga läbi PCI-6036E DAQ (National Instruments) laserkaugusmõõtja süsteemiga LK-G82/LK-G3001P (Keyence). Väljundvoolu rakendati OPA548T operatsioonivõimendiga.

Elektroodisuspensioone töödeldi ultrahelisondiga Hielscher Ultrasound Technology UP200S.

Lahuste segamiseks rakendati pliidiga integreeritud magnetsegajat Arex, Velp Scientifica (49130).

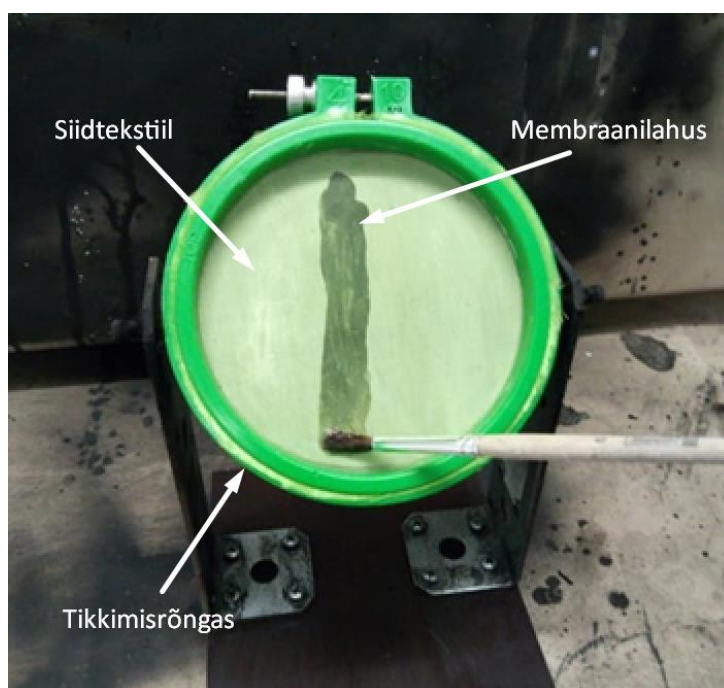
Valmistatud laminate kuivatati vaakumahjuga Memmert VO200 ja fööniga Philips ThermoProtect 2100 W.

Katseobjektide pildistamiseks kasutati Canon EOS 60D kaamerat.

4.2 Membraani valmistamine

Tekstuaatori valmistamise algus on nii membraanilahuse kui ka elektroodisuspensiooniga konstrueeritud laminaadi puhul samasugune ja lähtub eelkõige varasemates töodes kasutatud retseptidest [6], [9], [13] ning valmistamisprotsessist, millest on kirjutatud lisas 1. Membraani konstrueerimiseks kasutatakse siidriiet ($11,5 \text{ g/m}^2$), mis paigaldatakse 10 cm diameetriga tikkimisrõnga külge niimoodi, et tekstiil oleks seal pingul.

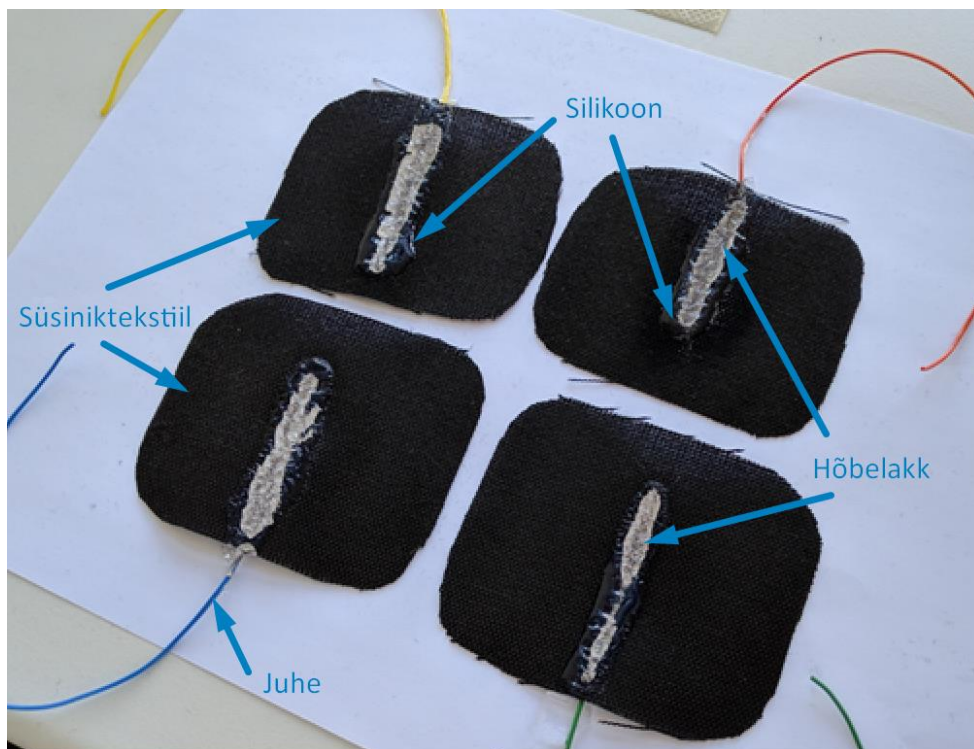
Seejärel valmistatakse membraanilahus (täpne valmistamisprotsess on lahti kirjutatud lisas 1), mille jaoks kaalutakse 2 g PVdF ja 2 g EMITFS ning kantakse samasse anumasse 18 ml DMAc ja 4 ml PC. Kui kõik ained on anuma sisse kantud, siis anumad kuumutatakse 24 tundi temperatuuril 70°C . Pärast seda on membraanilahus valmis, kuid enne kasutamist tuleb selle temperatuuri tõsta, et vähendada lahuse viskoossust.



Joonis 5. Membraanilahuse pealekandmine siidtekstiilile statiivil.

Tikkimisrõngal asetsevale tekstiilile kantakse membraanilahus peale pintsliga. Kiiremaks ja ühtlaseks kuivamiseks kasutatakse fööni ja laborisiseselt ehitatud statiivi. Membraanilahust kantakse peale nii palju, et pärast membraanilahuse kuivamist ei oleks valgust läbi membraani näha, sest elektrootide füüsilise kontakti (membraanis olevate aukude) korral võib konstrueeritavas laminaadis pärastpoole lühis tekkida. Tavaliselt on sellise tingimuse täitmiseks vaja kanda tekstiilile 3 kihti membraanilahust kummalegi poolele.

4.3 Elektrootide konstrueerimine

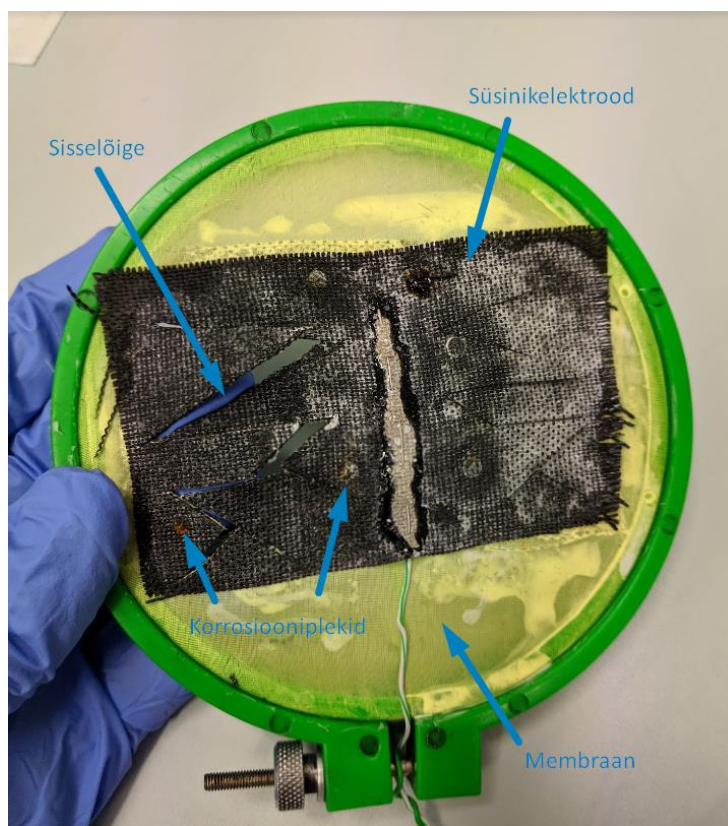


Joonis 6. Süsiniktekstiilist valmistatud elektrootid.

Elektrooti konstrueerimiseks lõigatakse süsinikkangast välja ristkülik mõõtmetega 5 cm x 8 cm ja kangast põimitakse läbi puhastatud juhe niimoodi, et kangas venib paremini juhtmega risti suunas. Juhtme kinnitamiseks kanga külge kantakse juhtme ja kanga kontaktpinnale hõbeliimi peene süstlaga ning pärast hõbeliimi kuivamist isoleeritakse juhe lokaalselt silikooniga, nõnda et hõbeda liim oleks kaetud ca 1 cm laiuselt silikooniga. Silikooni ristsidestuse initsieerimiseks lisatakse esialgsesse silikooni kõvendit suhtega 1:10. Ühe täituri konstrueerimiseks on vaja ette valmistada 2 sellist elektrooti (1 kummalegi poolele).

4.4 Membraanilahusega tekstuaator

Töö käigus katsetati erinevaid meetodeid ioonse vedeliku ja polümeeri segu (sama lahuse, millega valmistati membraan) valamiseks süsiniktekstiilile ja membraanile niimoodi, et valmistatav komposiitmaterjal ei delamineeruks lahuse kuivades. Eesmärgiks oli tekitada siid- ja süsiniktekstiilidest laminaat ja selle jaoks kasutatakse veelgi rohkem membraanilahust. Enne valamist kuumutatakse membraanilahus temperatuurini 70 °C, et lahus oleks madalama viskoossusega ning tungiks paremini tekstiilide pooridesse. Esialgu kasutati süsinikelektroodide fikseerimiseks väikseid magnetite, kuid pärast laminaadi valmimist oli näha magnetite ja membraanilahuse kooslusest tingitud korrosiooniplekke. Seega, edaspidistes valmistamisprotsessides ei kasutatud magnetite. Süsiniktekstiili peale valatakse lahust võimalikult ühtlaselt ja lahuse paremaks pinnale jaotamiseks kasutatakse keraamilist spaatlit (keraamilist seetõttu, et metalliline spaatel oleks magnetite tööd häirinud). Spaatliga siinkohal üritatakse igasuguseid tekstiilide vahele tekkinud mulle ja defekte siluda niimoodi, et pealmine pind oleks võimalikult sile.

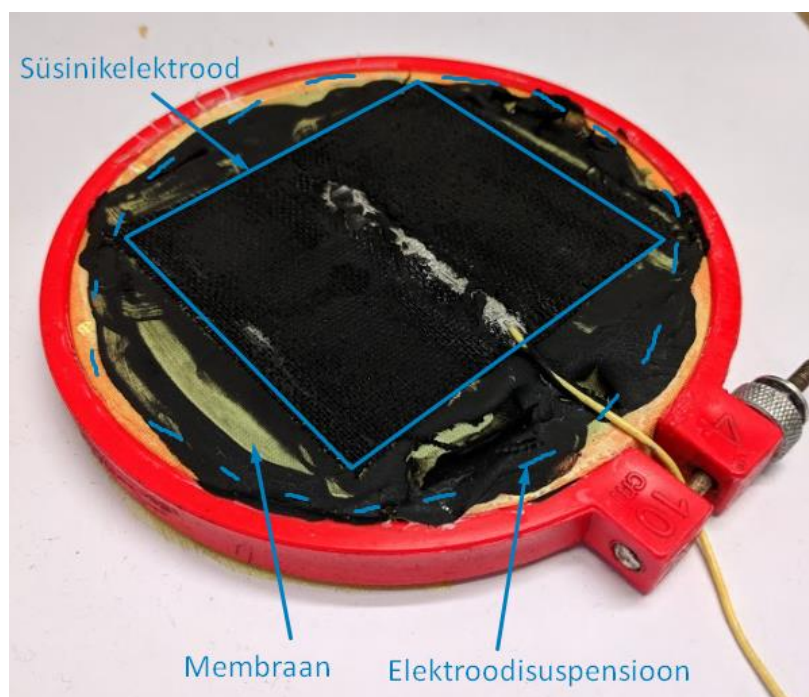


Joonis 7. Membraanilahusega valmistatud laminaat, mis esialgu fikseeriti magnetite abiga.

Eelnevat protsessi korratakse ka membraani teise poole jaoks. Eesmärk on saada selline laminaat, mis ei vaja magneteid koos püsimiseks ning on pinnalt võimalikult sile ja ühtlane. Käesolev komposiitmaterjal vajab umbes 1-2 korda membraanilahuse pealekandmist kummalegi poolele ja kuivamist, kuni moodustus sobiv laminaat.

4.5 Elektroodisuspensiooniga kaetud tekstuaator

Elektroodisuspensiooniga kaetud laminaadi kokkupanek on sarnane membraanilahusega versioonile, kuid siinkohal tuleb membraanilahuse asemel kasutada elektroodisuspensiooni, mille koostist ja valmistamist on täpsemalt kirjeldatud lisas 1. Magnetitega elektroodide fikseerimist üldiselt ei ole tarvis.

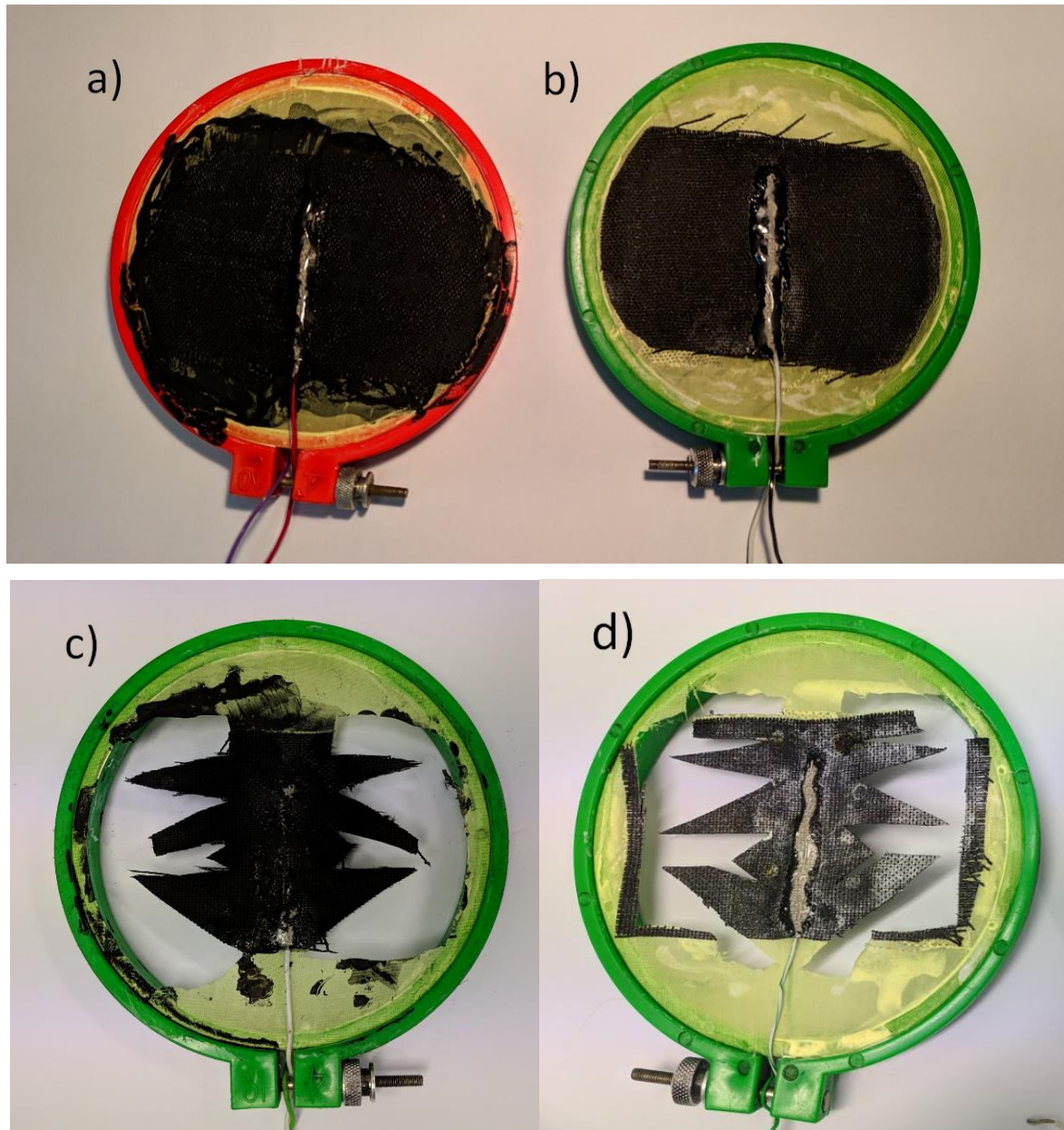


Joonis 8. Elektroodisuspensiooniga kaetud laminaat.

Pärast elektroodisuspensiooni valmistamist võib konstrueerida käesoleva tekstuaatori. Selle jaoks kuumutatakse elektroodisuspensiooni 70 °C juures, et ta oleks vähem viskoossem ning difundeeruks paremini. Seejärel valatakse elektroodisuspensioon membraanile peale ning asetatakse suspensiooni kihi peale süsiniktekstiil. Et elektroodisuspensioon oleks terve

membraani pinnale ühtlaselt jaotunud, kasutatakse keraamilist spaatlit, et suspensiooni laiali ajada. Protsessi korratakse ka membraani teise poole jaoks.

4.6 Kuumpressimine

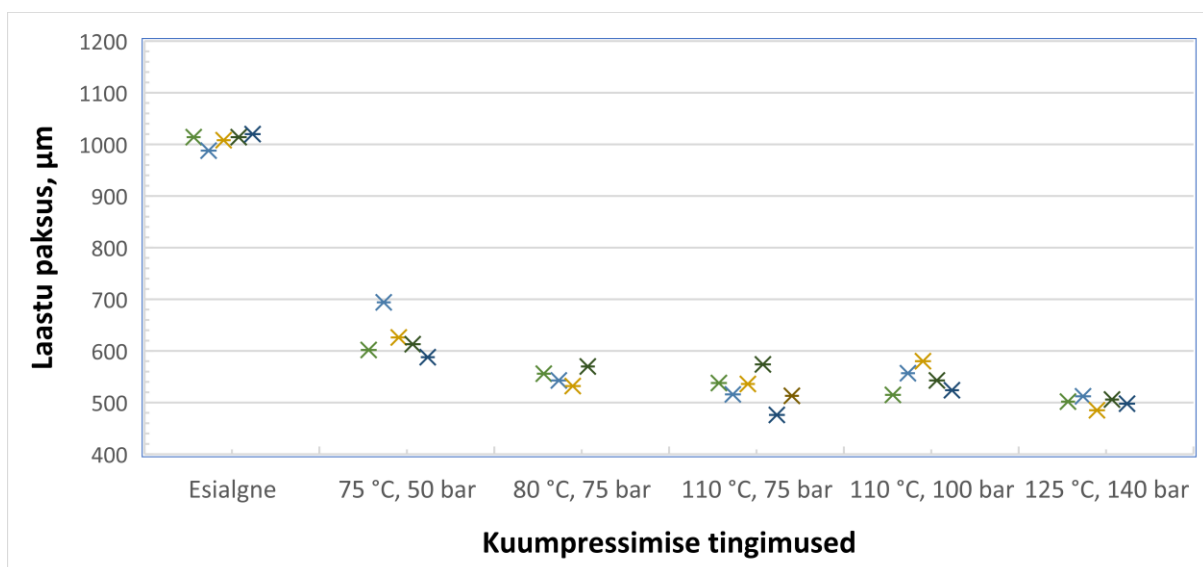


Joonis 9. Valmistatud laminaadid enne kuumpressimist. a) Elektroodisuspensiooniga kinnitatud laminaat. b) Membraanilahusega kinnitatud laminaat. c) Liikuvuse uurimiseks lahtilõigatud elektroodisuspensiooniga kinnitatud laminaat ja d) membraanilahusega kinnitatud laminaat.

Pärast laminaatide valmistamist uuriti lahtilõigatud laminaatide täiturmehhanismi (*Joonis 9c*) ning täheldati, et liikumine oli minimaalne. Üheks põhjuseks arvati selleks olevat laminaatide

üpriski suurt paksust: eelnevates töödes uuritud pehmete täiturite paksus oli ca 500 μm [13], kuid käesolevas peatükis valmistatud tekstuaatorite paksus oli ca 1000 μm (Joonis 10). Seetõttu otsiti võimalusi tekstuaatori paksuse vähendamiseks ning leiti, et selle jaoks saab rakendada kuumpressi, mis rõhu toimeel vähendab laminaadi paksust ning temperatuuri toimeel aitab membraanilahusel või elektroodisuspensioonil membraanis ühtlasemalt ümber paikneda.

Et selgitada välja parimad parameetrid materjali kuumpressimiseks, lõigati ühest esialgsest membraanilahusega kaetud laminaadist välja katsekehad, millest ühte kasutati kuumpressimise mõju uurimiseks. Kruvikuga mõõdeti katsekeha esialgne paksus ja seejärel katsetati katsekeha kuumpressimist erinevate parameetritega (temperatuur, pressi kolvil olev rõhk). Pärast katsekeha kuumpressimist mõõdeti tema paksus, vastavad mõõdud on väljatoodud alloleval joonisel (Joonis 10).

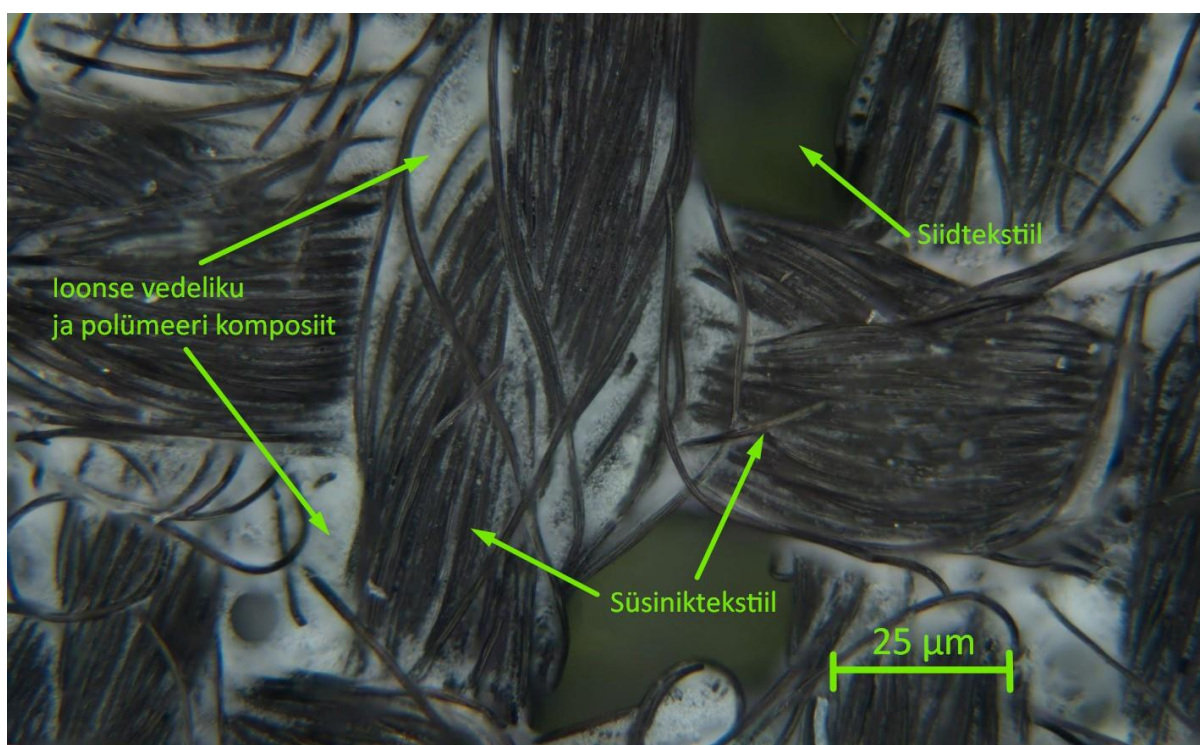


Joonis 10. Kuumpressimise järel mõõdetud katsekehade paksused.

Paksuseid vaadates võib täheldada, et kuumpressimine temperatuuril 80 °C ja rõhul 75 bar annab rahuldava tulemuse ning kõrgematel temperatuuridel ja rõhkudel pressimist ei ole tarvis teostada, eriti kuna need võivad lõhkuda käesolevat laminaati. Seetõttu on käesolevas töös laminaadi järeltöötluses sooritatud kuumpressimine üldjuhul sätestatud temperatuurile 80 °C ja rõhule 75 bar, kuigi ei ole välistatud kuumpressimine ekstreemsematel tingimustel.

4.7 Täiturite karakteriseerimise meetodid

Kunstlihaste valdkonnas spetsiifilisemalt on levinud impedantsi ja mahtuvuse määramine, kuna mõlema kaudu on võimalik hinnata kunstlihase täiturmehhanismi võimekust. Käesolevas töös on kasutatud nii PARSTAT 2273 Potentsiostaat/galvanostaat/sageduskosteanalüsaator masinat kahe-elektroodi süsteemis kui ka laserkaugusmõõtjat, mille puhul juhiti täiturit potentsiostaatilises režiimis, et analüüsida valmistatud laminaadi deformatsiooni/liikuvust. Laserkaugusmõõtja mõõdab lasertäpi kaugust objektile, millele ta on suunatud, ning see võimaldab meil standardiseeritud mõõtmiste puhul võrrelda erinevate laminaatide deformatsioonikõveraid ja seega saada teavet nende töövõimekuse kohta, küll aga ei ole meil võimalik selle meetodiga uurida liikuvust üle terve täituri ning selle jaoks üldiselt kasutatakse statiivi külge kinnitatud fotoaparaati filmirežiimis.



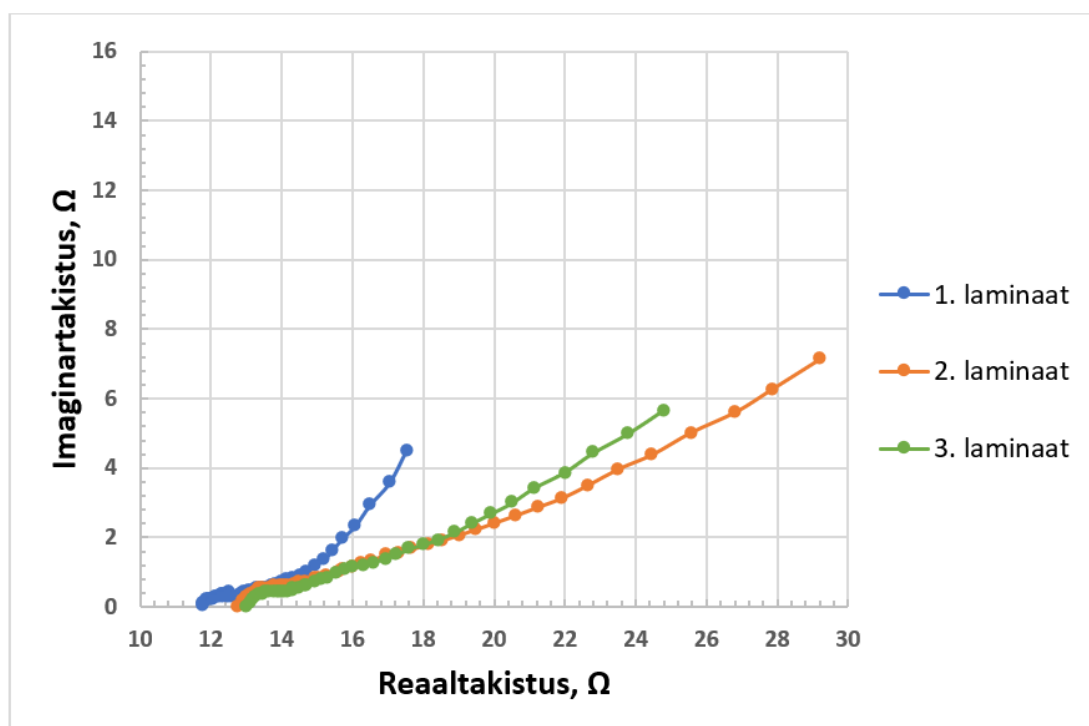
Joonis 11. Makrofoto membraanilahusega kaetud laminaadist.

5 Tekstuaatorite omaduste uurimine

5.1 Juhtmeühendusega täituriid

Käesolevad juhtmeühendusega laminaatsed täituriid valmistati eelnevas peatükis täpsustatud protokollu järgi. Nende impedantsi uuriti PARSTAT 2273 Potentsiostaat/galvanostaat/sageduskosteanalüsaator masinaga kaheelektroodses ühendusviisis ja kuumpressimised teostati pressiga HillsBorough (B70175). Juhtmeühendusega täituriite impedantsi mõõdeti nii, et laminaatne täitur asus veel tikkimisrõnga peal ning ilma juhtmeta täituriite impedantsi mõõdeti kuldkontaktidega, asetades selleks kuldkontaktide otsad laminaadi kummalegi poolele.

5.1.1 Membraanilahusega valmistatud täituriid



Joonis 12. Membraanilahuse ja juhtmeühendusega valmistatud laminaatide impedantsikõverad.

Joonisel 12 on kujutatud membraanilahuse ja juhtmeühendusega valmistatud laminaatide impedantsikõveraaid. Jooniselt võib täheldada laminaatide üpriski madalat reaaltakistust (takistusega ca 12 Ω ja pindalaga 50 cm² tuleb läbitakistus 600 $\Omega \cdot \text{cm}^2$), mis on eelnevates töödes konstrueeritud kunstlihastega samas suurusjärgus, kuid ka veel faasinurka (kunstlihastel

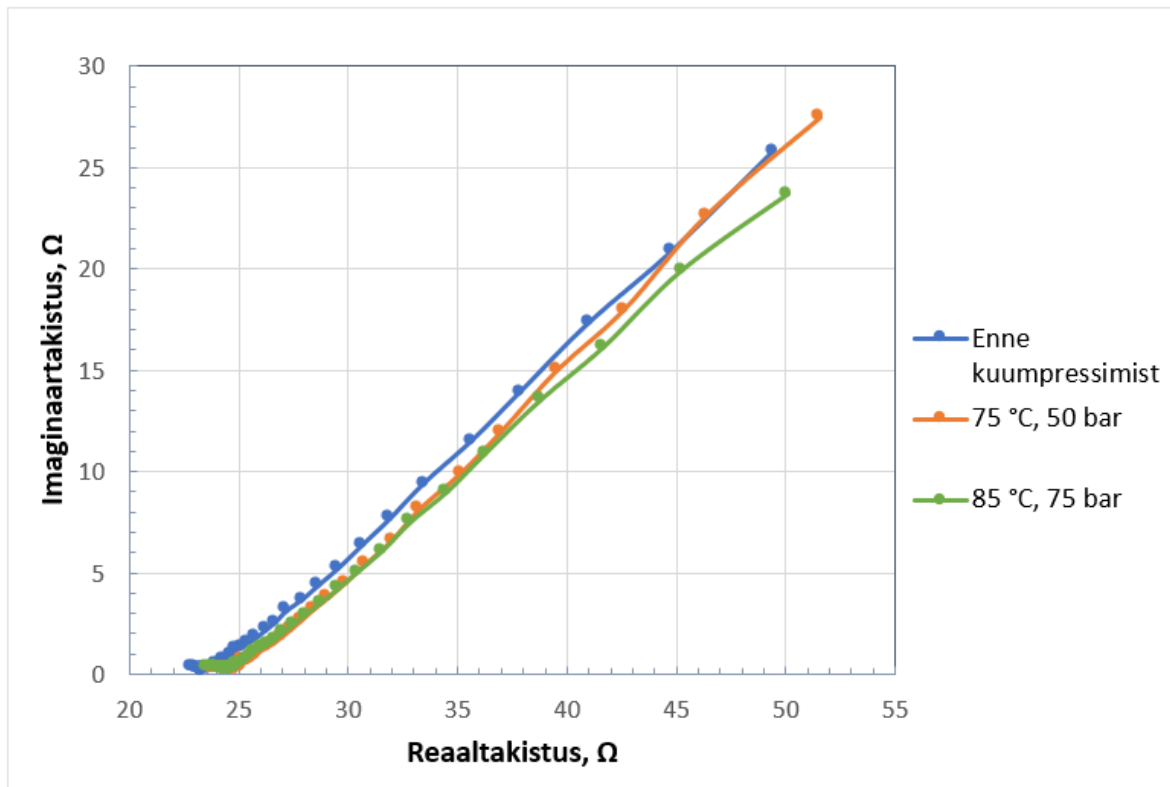
ca 80 kraadi, siinkohal ca 30 kraadi, sõltuvalt katsekehast). Ideaaljuhul oleks laminaatidel kondensaatoritele omasem mahtuvuslik käitumine, mida iseloomustab graafiku suur tõus madalsageduslikus osas.

Erinevatel aegadel valmistatud laminaatide impedantsid on samas piirkonnas, st et laminaatide valmistamisprotsessis ei juhtunud olema midagi, mis segaks laminaatide või laminaatide impedantside reprodutseeritavust.

Membraanilahuse ja juhtmeühendusega valmistatud laminaatidele teostati ka kuumpressimised erinevatel tingimustel, kuid juhtmeühendusega laminaadi korral jääb kuumpressimisel juhtmeühenduse koht füüsiliseks takistuseks, mille tõttu ei saadud laminaati täies ulatuses kuumpressida. Pärast kuumpressimisi omasid laminaadid kas samas suurusjärgus impedantsi eelnevale või läksid lühisesse. Katsete käigus aga ei olnud võimalik välja selgitada, kas lühis oli tingitud süsiniktekstiilide kokkupuutest läbi membraani või tekkis lühis laminaadi äärel.

5.1.2 Elektroodisuspensiooniga valmistatud täituriid

Eelnevas peatükis kirjutatud valmistamisprotsessi juures ilmnes probleem, et käesolevas töös oleva koostisega elektroodisuspensioon ei ole laminaadi konstrueerimiseks piisavalt hea adhesiiv. Selle tõttu oli elektroodisuspensiooniga valmistatud täituriid oht delamineeruda ning kolmest valmistatud täituriidest delamineerusid kaks täituriid. Järgnev karakteriseerimine seega põhineb ühel elektroodisuspensiooniga valmistatud täituriid.



Joonis 13. Elektroodisuspensiooniga ja juhtmeühendusega valmistatud laminaadi impedantsi sõltuvus kuumpressimise tingimustest.

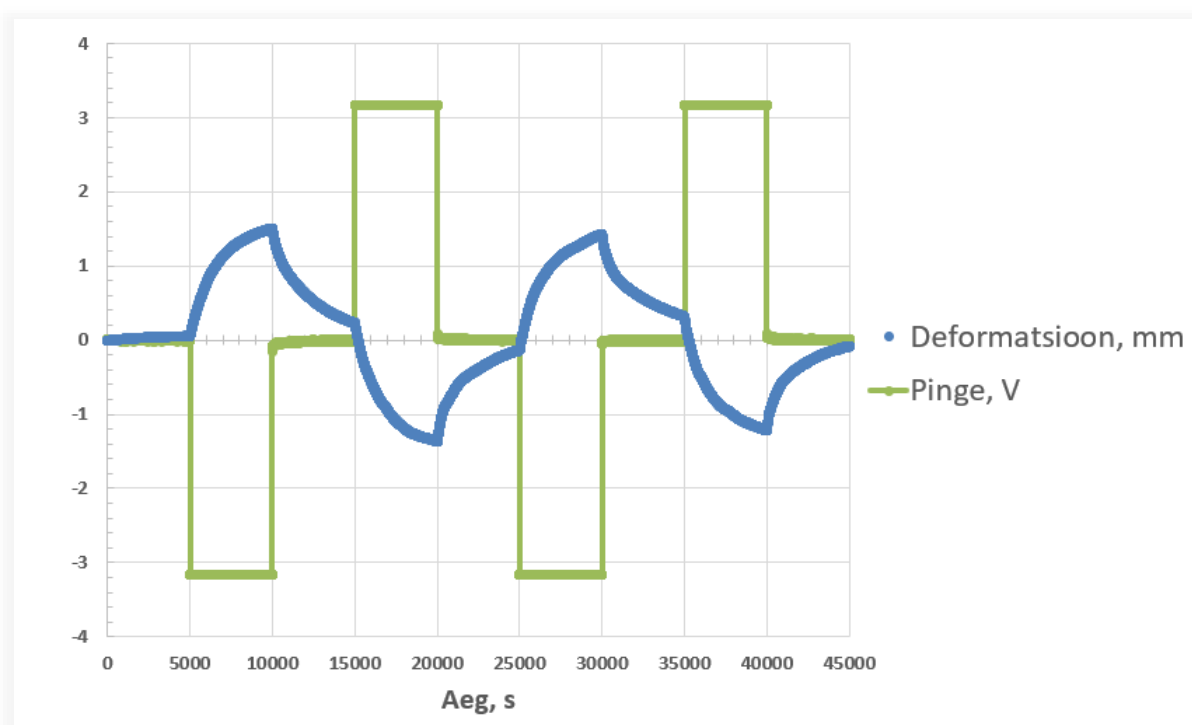
Ülaloleval graafikul (Joonis 13) on kujutatud elektroodisuspensiooni ja juhtmeühendusega valmistatud laminaadi impedantsi sõltuvust kuumpressimise tingimustest. Laminaadi reaaltakistus (ca 22Ω ja pindalaga 50 cm^2 tuleb läbitakistus $1100 \Omega \cdot \text{cm}^2$) on siinkohal peaaegu kaks korda suurem kui membraanilahusega variandi puhul, kuid langeb siiski umbes samasse suurusjärku. Erinevus seisneb faasinurgas (graafiku tõusus) ja tundub, et elektroodisuspensiooniga valmistatud täitur omab suuremat mahtuvuslikku komponenti kui membraanilahuse variant (faasinurk on natuke suurem), kuigi kummalgi tekstuaatori puhul ei saa rääkida mahtuvusliku süsteemile iseloomulikust käitumisest (vähemalt käesoleva katse puhul mõõdetud sagedusvahemikus).

Tingitud täituri delamineerumisest ja paksusest (ca $1050 \mu\text{m}$), oli alust arvata, et kuumpressimine aitab reaaltakistust alandada ning seetõttu teostati laminaadile kuumpressimised tingimustel $75 \text{ }^\circ\text{C}$, 50 bar ja $85 \text{ }^\circ\text{C}$, 75 bar . Tulemustes aga ei ole võimalik kinnitada mingit seost kuumpressimise ja impedantsi vahel, sest kõigi kolme konfiguratsiooni impedantsikõverad on umbes samasuguse tõusu ja asukohaga (tõenäoliselt võib siinkohal olla pudelikaelaks just juhtmeühenduse koht, sest seda ei kuumpressitud). Samuti ei osutunud

kuumpressimine parandavaks delamineerumise suhtes: tekstiilide kihid olid endiselt kerged üksteisest eralduma.

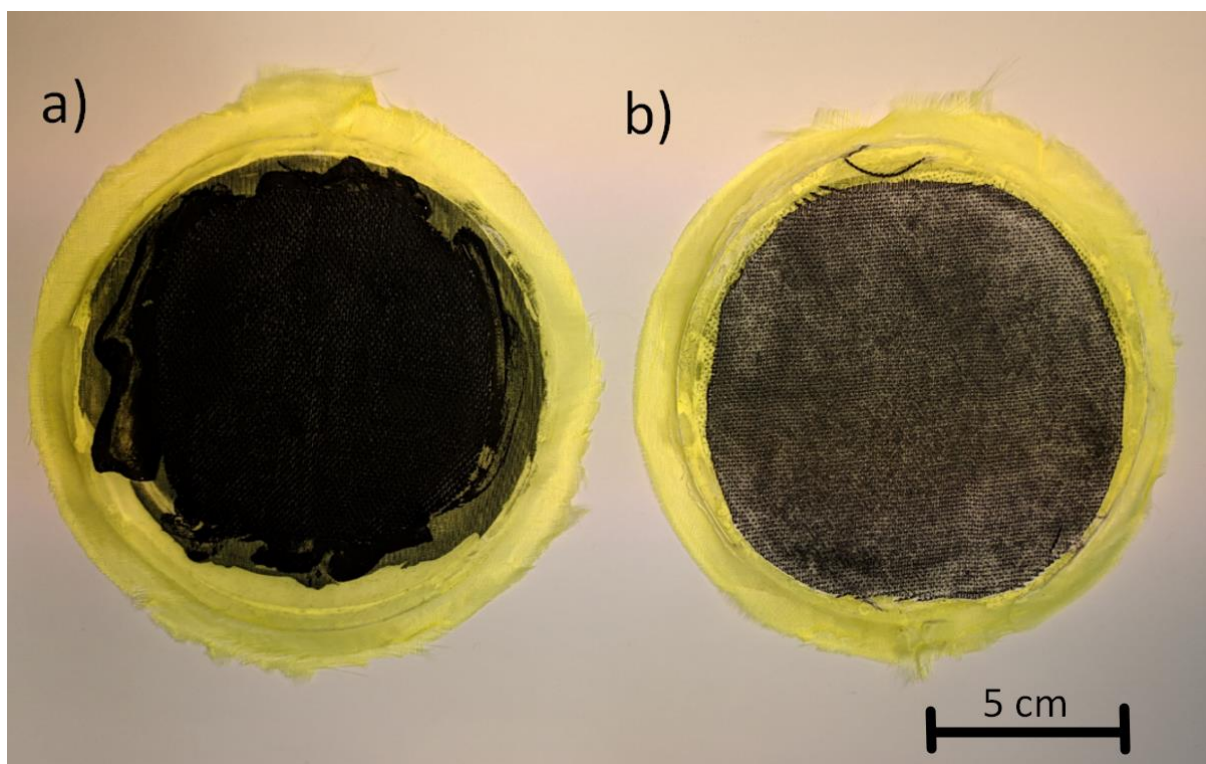
5.2 Ilma juhtmeta täiturid

Tingituna laminaadi juhtmeühenduse loomise raskusest ja sellest tekkivatest võimalikest komplikatsioonidest, võeti membraanilahusega valmistatud laminaat, mida ei kuumpressitud, ja lõigati välja 5 mm x 30 mm katsekeha, mille liikuvust mõõdeti laserkaugusmõõtjaga. Tasub mainida, et väljalõigatud katsekehas ei olnud juhet, mis tähendab, et elektriühenduse mõõteaparaadi ja katsekeha vahel pidi tekitama kuldkontaktide abil. Laserkaugusemõõtmise puhul oli süsteemi sisend potentsiostaatiline modifitseeritud riskülikpinge amplituudiga 3V. Kuna oli tegemist potentsiostaatilise meetodiga, siis voolutugevus varieerus ning ei omanud ühtegi konstantset väärtust. Deformatsiooni mõõdeti 22 mm kauguselt kontakti ja täituri puutekohast ning üldkokkuvõttes kestis katse 45 000 sekundit (ca 12,5 tundi).



Joonis 14. Membraanilahusega valmistatud täituri väljalõigatud katsekeha (5 mm x 30 mm) deformatsioon tingituna ajast ja pingest.

Nagu on näha eelnevalt graafikult (*Joonis 14*), osutus katsekeha liikuvuse mõõtmine üpriski lootustandvaks. Hoolimata suurest ajategurist oli tsükli lõpuks katsekeha saavutanud liikuvuse 1,5 mm, mis on inimsilmaga nähtav. Sellest tingituna võib laminaadil ka eeldada piisavalt suure mahtuvusliku komponendi olemasolu. Eriti heaks tulemuseks teeb selle asjaolu, et ühe tsükli läbi tehes jõudis täitur oma esialgsesse asendisse, mis tähendab, et vastav laminaatmaterjal oli üpriski homogeenselt konstrueeritud. Tulemustest tingituna otsustati konstrueerida järgmised täitured üldse ilma juhtmeta, jättes elektrootide valmistamisel juhtme ühendamise samm vahele.



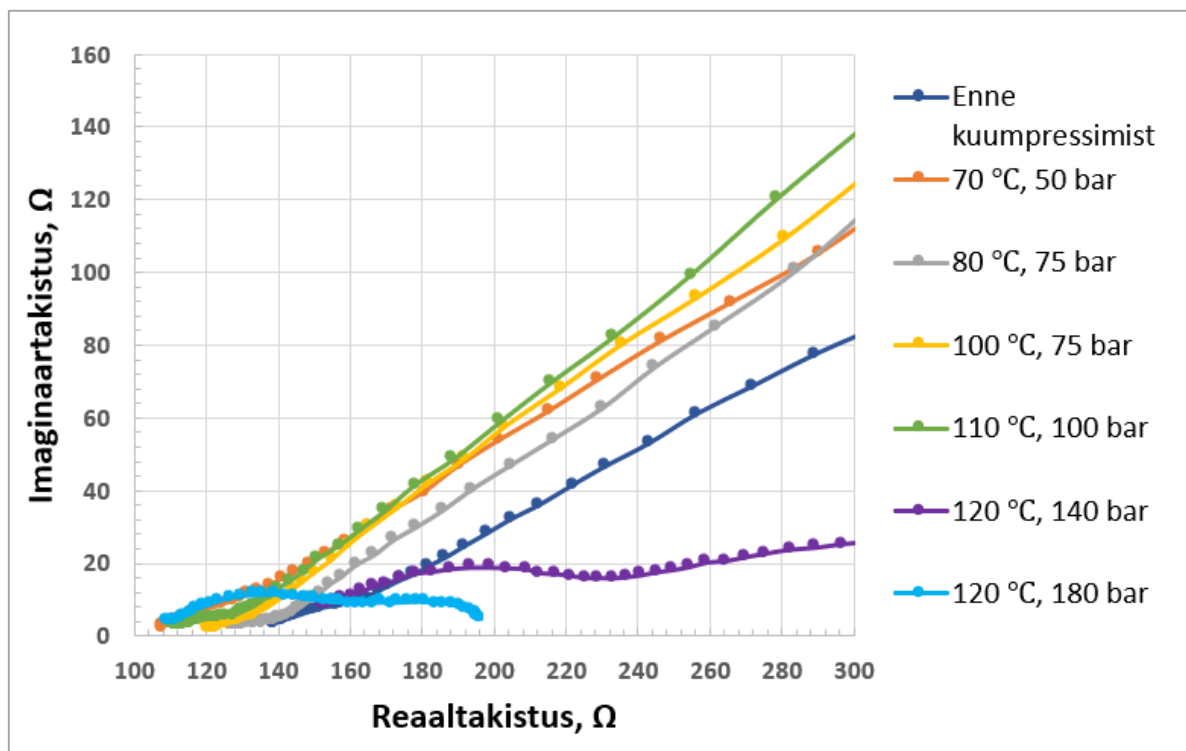
Joonis 15. Ilma juhtmeühenduseta konstrueeritud süsinikkangal põhinevad laminaadid. a) Elektroodisuspensiooniga valmistatud laminaat. b) Membraanilahusega valmistatud laminaat.

Joonisel 15 kujutatud täiturite ehitamiseks korraldati samasugust protsessi, nagu on eelnevate laminaatide kokkupanekul kasutatud, ainult et siinkohal ei kasutatud juhtmeid. Tulemuseks on nii elektroodi- kui ka membraanilahusega valmistatud variandi puhul siledam ja homogeensem laminaat kui juhtmega versioonid. Tootmisprotsess on juhtmete paigaldamise etapi võrra palju kergem ja vähem käelist osavust nõudev (kuigi juhtmete asemel kasutatud kontaktid tuleb kuidagi hankida).

Järgnevalt otsustati testida kuumpressimise erinevate tingimuste mõju laminaadi impedantsile ja liikuvusele. Selle jaoks lõigati skalpelliga enne kuumpressimist ning iga kuumpressimise järel 2 katsekeha suuruses 5 mm x 20 mm (2 katsekeha, kuna 1 katsekeha puhul võib tekkida olukord, kus ainuke katseobjekt on lühises ja ei anna meile tulemust). Siinkohal tuleb märkida, et impedantsi mõõdeti erinevate katsekehade puhul, ehk erinevused impedantsis ei pruugi olla tingitud ainult kuumpressimise erinevatest tingimustest, vaid ka ebaühtlustest valmistatud laminaatmaterjalis.

Ilma juhtmeta konstrueeritud laminaatide karakteriseerimise kokkuvõtlikud tulemused on kirjas peatüki lõpus tabelis 1.

5.2.1 Membraanilahusega koostatud täiturid



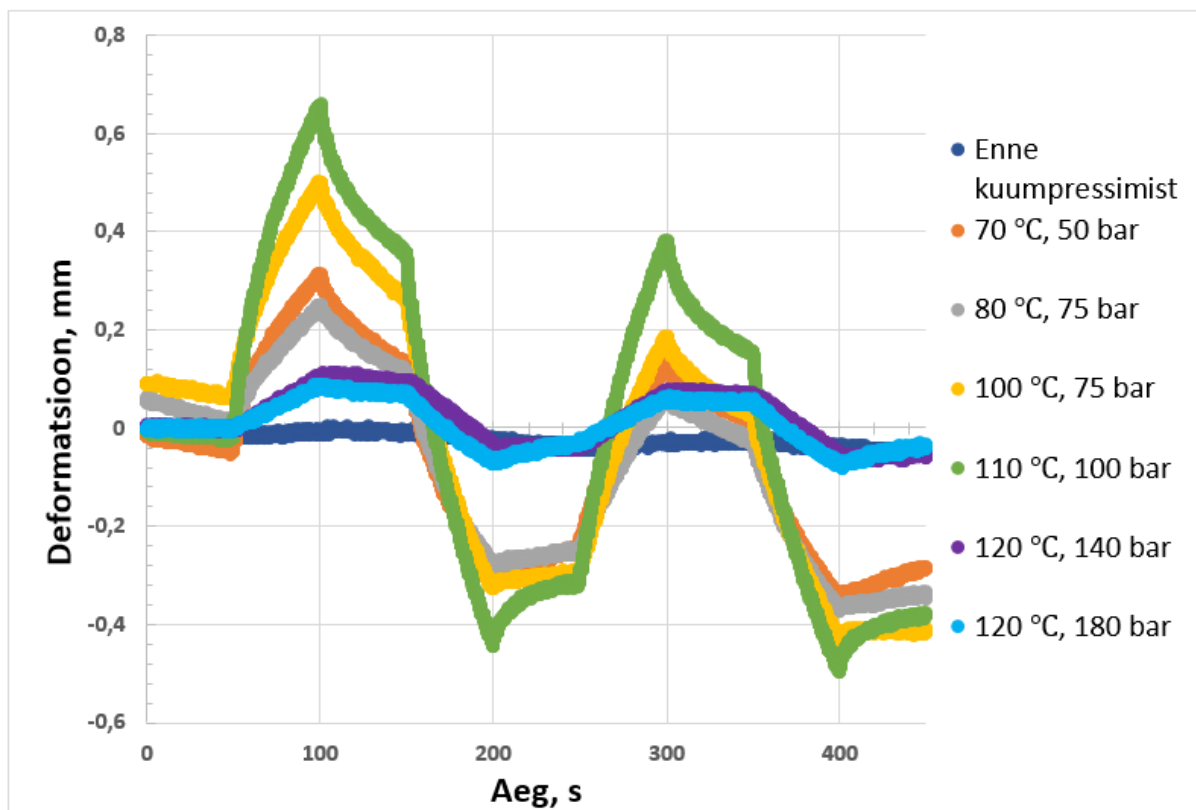
Joonis 16. Membraanilahusega koostatud laminaatide katsekehade impedantside graafikud sõltuvalt kuumpressimise tingimustest.

Ülalkujutatud graafikul (Joonis 16) on näha erinevate kuumpressimise tingimuste mõju laminaatmaterjali impedantsile. Graafikule sai valitud ühe seeria kahest katsekehast see katsekeha, mis ei olnud lühises või omas impedantsikõveral suuremat faasinurka. Kõige suurem muutus impedantsis oli nähtav ilma kuumpressimiseta katsekeha ja esimese

kuumpressimise läbinud katsekeha vahel: reaaltakistus läheb väiksemaks ning esimese kuumpressimise puhul ei täheldatud lühist. Üldiselt järgisid katse tulemused samasugust tendentsi, et kui kuumpressimise parameetreid suurendada, siis me saame väiksema reaaltakistusega (sest kaugus materjalikihtide ja elektrootide vahel väheneb), kuid mahtuvuslik osa jääb ligikaudu samaks (faasinurk on sarnane). Reaaltakistus jääb igal katsekehal suurusjärku $10^2 \Omega$ ja pindalaga 1 cm^2 tuleb läbitakistus $10^2 \Omega \cdot \text{cm}^2$. Võrreldes seda juhtmeühenduse ja membraanilahusega valmistatud laminaatide läbitakistusega ($600 \Omega \cdot \text{cm}^2$), siis võib väita, et käesolevas töös katsetatud juhtmeühendus jääb tõenäoliselt täituri töö pudelikaelaks ning vajab edasist uurimist paigaldamise metoodika suhtes.

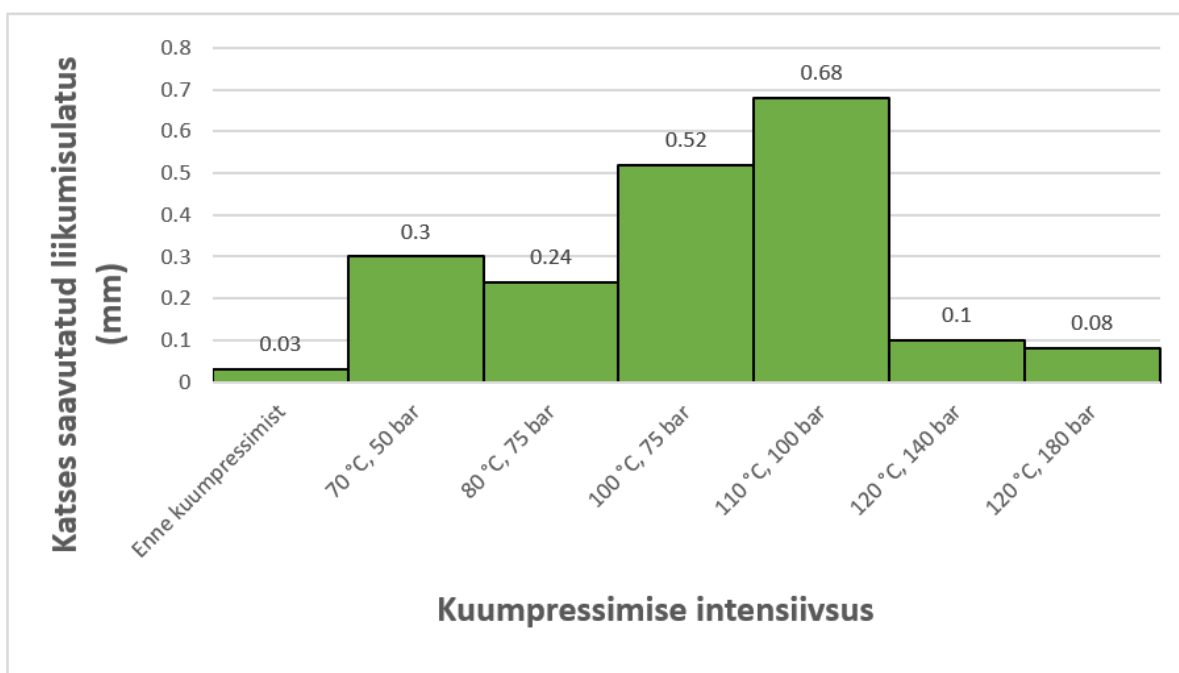
Küll aga oli näha kuumpressimise ebasoovitavaid mõjusid kahe viimase kuumpressimise juures (120°C , 140 bar ja 120°C , 180 bar). Selliste tingimuste juures oli kuumpressimise käigus tekkinud katsekehas kuskil lühis ning seetõttu oli impedantsi mõõtmistes mahtuvuslik osa nendel katsekehadel üpriski minimaalne: katseobjekti võis nimetada puhtalt takistikks. Ehk kõige suuremad kuumpressimise tingimused, mida käesolev materjal kannatas enne lühise andmist, oli 110°C , 100 bar.

Impedantsi mõõtmiste kõrvalt tegeleti ka väljalõigatud katsekehade deformatsioonikõverate mõõtmistega. Selle jaoks kasutati samasuguseid sätteid nagu peatüki alguses, kuid kiiremateks tulemusteks ja *proof-of-concept*'i tõestamiseks tehti katset väiksema perioodiga (450 sekundi jooksul tehti kaks tsükli). Deformatsiooni mõõdeti 16 mm kauguselt kontaktidest.



Joonis 17. Membraanilahusega valmistatud laminaatide katsekehade deformatsioonikõverad sõltuvalt kuumpressimise tingimustest.

Deformatsioonikõveratelt (Joonis 17) on näha katsekehade deformeerumist ajas. Joonisel 18 on kujutatud seost kuumpressimise temperatuuri ja rõhu tõstmise ning deformatsiooniulatus suurenemise vahel. Anomaalia tekib vaid esimese ja teise kuumpressimise katsekehade suhtes (vastavalt 70 °C, 50 bar ja 80 °C, 75 bar), kuid see on tõenäoliselt tingitud laminaatmaterjali ebaühtlusest. Enne kuumutamist oli liikuvus minimaalne ning kuigi kahe viimase kuumpressimise puhul oli katsekehadel täheldatud lühist, siis mingit liikuvust nad siiski omasid, kuigi see deformatsioon oli kõvasti väiksem kui eelnevatel katsekehadel. Kõige paremini liikus käesoleva katse tehislühastest katsekeha, mida vormi oli varasemalt pressitud tingimustel 110 °C, 100 bar ning mis saavutas liikuvuse kuni 0,6 mm (silma täiesti nähtava muudatuse). Seetõttu otsustati konkreetsetel sellistel tingimustel pressitud katsekeha deformatsioonikõverat mõõta suurema perioodiga.

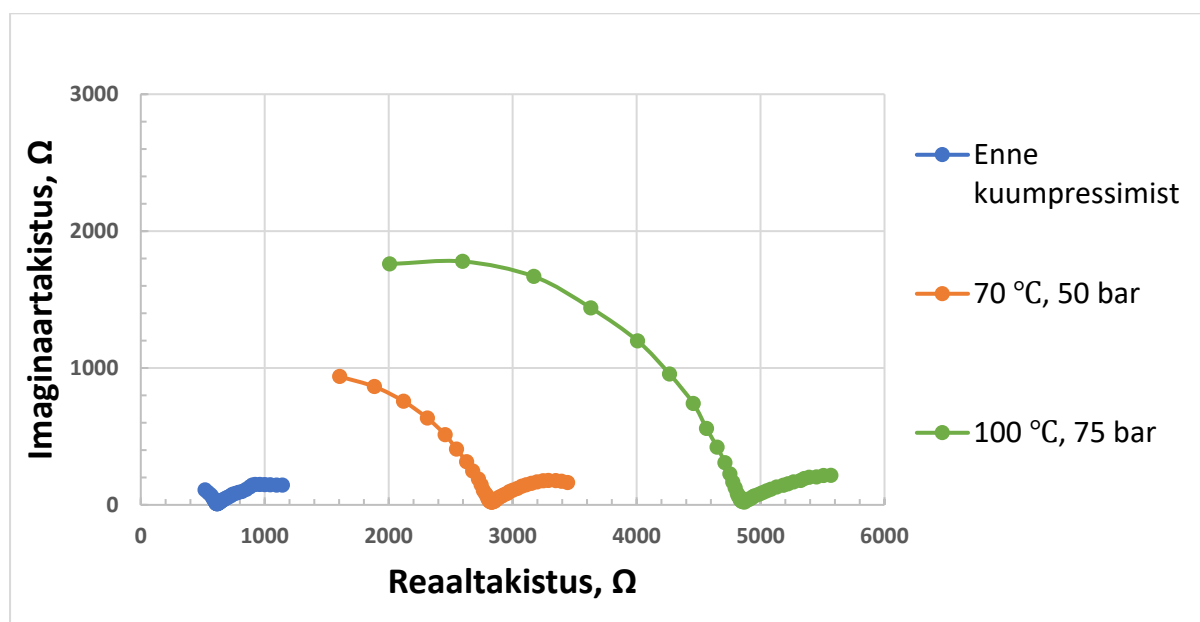


Joonis 18. Ilma juhtmeta membraanilahusega valmistatud täiturite katsekehade saavutatud liikumisulatus sõltuvalt kuumpressimise intensiivsusest.

Erinevate ajateguritega mõõdetud deformatsioonikõverad viitasid deformatsiooni ja aja seosele. Mida pikem oli tsükel, seda suuremat liikuvust omas katsekeha. Kui teha 2 tsüklit ajaga 4 500 s (1h 15 min), siis maksimaalne liikuvus oli 0,8 mm ning ühe tsükliga jõudis täitur oma esialgsesse asendisse tagasi liikuda.

Käesoleva alapeatüki raames võib seega järelduse teha, et teatud tingimustel võivad membraanilahusega valmistatud laminaatsed täiturid omada mahtuvuslikku komponenti ja seega ka omada kunstlihasele omast perioodilise signaali puhul perioodilist liikumismustrit.

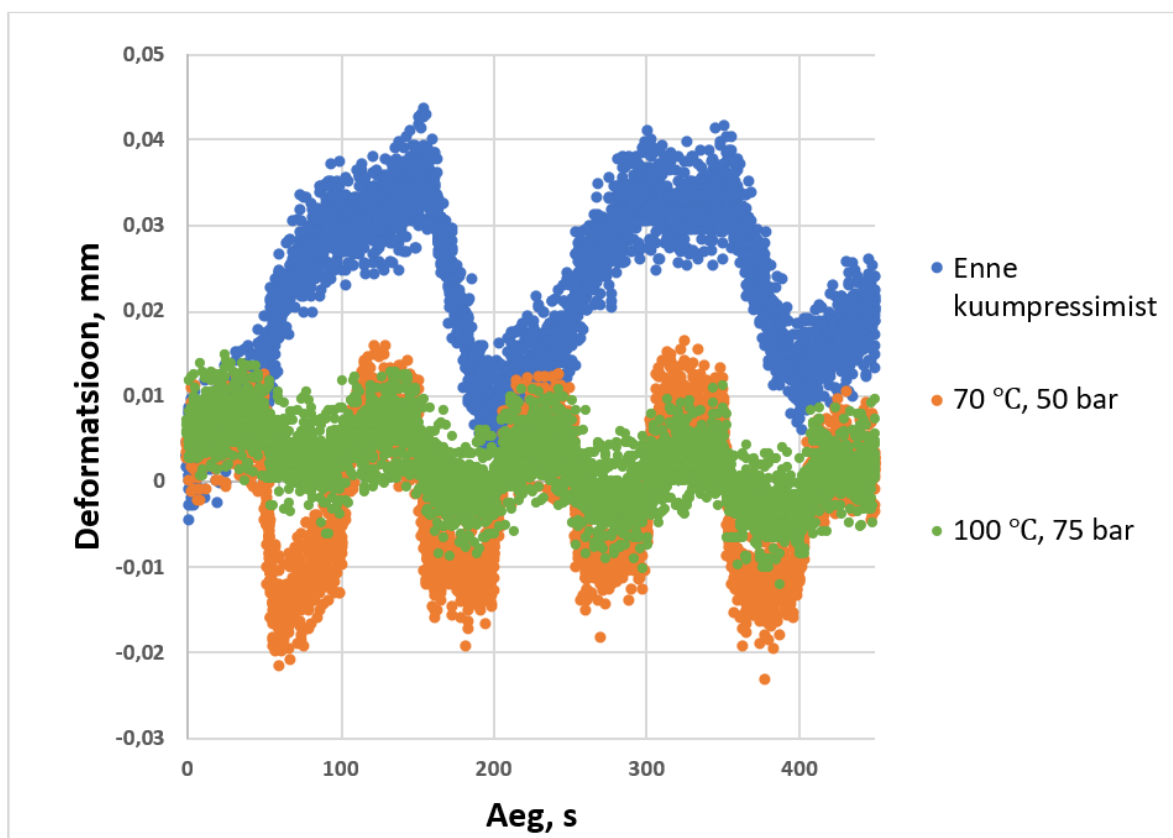
5.2.2 Elektroodisuspensiooniga valmistatud täituriid



Joonis 19. Elektroodisuspensiooniga koostatud laminaatide katsekehade impedantside graafikud sõltuvalt kuumpressimise tingimustest.

Erinevalt membraanilahusega valmistatud laminaadist, ei lähe elektroodisuspensiooniga valmistatud laminaatide impedants väiksemaks kuumpressimise tingimuste süvenemisega (Joonis 19). Siinkohal on näha üpriski suuri reaaltakistusi (suurusjärgus $10^3 \Omega$) ning on põhjust uskuda, et see on tingitud kas suurtest õhuvahedest laminaadi kihtide vahel, elektrolüüdi vähesest kogusest laminaadist või mõlema faktori koosmõjuna. Oli alust arvata, et kuumpressimine aitab vältida delamineerumist, kuid katse käigus täheldati materjali delamineerumist sõltumata kuumpressimise tingimustest. Põhjuseks võib olla elektroodisuspensiooni või suspensioonis sisalduva siduva polümeeri vähene kogus.

Hoolimata reaaltakistuse kõrgetest väärtustest, sooritati ka katsed mõõtmaks katsekehade deformatsioonikõvera. Katsetingimused olid identsed membraanilahusega valmistatud katsekehade katsele.



Joonis 20. Elektroodisuspensiooniga valmistatud laminaatide katsekehade deformatsioonikõverad sõltuvalt kuumpressimise tingimustest.

Deformatsioonikõveratest on võimalik täheldada täituri liikumist pingetsüklitega, kuigi deformatsiooniulatus on minimaalne (maksimaalselt 0,04 mm) ja sellest on ka tingitud graafiku kehv müra ja signaali suhe. Deformatsiooni väikest ulatust võib põhjendada ioonvedeliku vähesusega kasutatavas elektroodisuspensioonis ja süsiniku kogumassi ülekaaluga laminaadis. Vastupidiselt membraanilahusega valmistatud katsekehadele, ei mõju kuumpressimine siinkohal parandavalt deformatsiooniulatusele. Küll aga saab öelda, et kuna elektroodisuspensioonis valmistatud täituri omasid mahtuvuslikku komponenti ning liikuvust, siis tulevikus võivad nad omada mingit rakendust tehisliahastena, kuigi nende mahtuvuslikke omadusi peaks parendama tootmisprotsessis olevate komponentide muutmisega.

Tabelisse 1 on kokkuvõtvalt koondatud ilma juhtmeta valmistatud täituri karakteriseerimise tulemused ja nende võrdlus. Paksuse, reaaltakistuse ja liikumisulatuse väärtused on ümardatud lähima kümneliseni (liikumisulatuse puhul lähima sajandikuni).

Tabel 1. Ilma juhtmeta valmistatud laminaatide karakteriseerimine.

Koostis	Kuumpressimine (ja tingimused)	Paksus (μm)	Reaal- takistus (Ω)	Katses saavutatud liikumisulatus (mm)
Membraanilahusega	-	930	140	0,03
	70 °C, 50 bar	870	110	0,30
	80 °C, 75 bar	800	130	0,24
	100 °C, 75 bar	750	120	0,52
	110 °C, 100 bar	700	110	0,68
	120 °C, 140 bar	690	150	0,10
	120 °C, 180 bar	690	110	0,08
Elektroodisuspensiooniga	-	1040	620	0,04
	70 °C, 50 bar	930	2830	0,01
	100 °C, 75 bar	880	4870	0,02

Kokkuvõte

Käesoleva töö eesmärgiks oli valmistada uudne tekstiilne täitur, kasutades selleks Tartu Ülikooli tehnoloogiainstituudis Arukate materjalide ja seadmete laboris juba varasemalt väljaarendatud kunstlihaste retsepti ja valmistamismeetodit modifitseeritud kujul. Ühtlasi seati eesmärgiks tõestada töös kasutatava monoliitse süsinikkanga võimekust asendada kunstlihastes kullakile (voolukollektorit) ja potentsiaalselt ka elektroodimaterjali.

Töö jooksul konstrueeriti erineva koostisega tekstiilseid laminaate ja uuriti nende impedantsi ning täiturmehhanismi ulatust sõltuvalt laminaadi järeltöötlemisest kuumpressimise näol.

Esmalt töötati välja tekstiilsete mahtuvuslike laminaatide konstrueerimiseks metoodika, mille järel valmistati nii membraanilahusega kui ka elektroodisuspensiooniga kinnitatud täitureid ja samuti uuriti masstootmise võimalikkust silmas pidades juhtmeühendusega ning ilma juhtmete elektroodide kasutamise toimet täiturites.

Töö käigus leiti, et teatud konfiguratsioonides valmistatud laminaatsed täiturid omasid suurt liikuvust: membraanilahusega ja ilma juhtmeta valmistatud täituri 5 mm x 20 mm ja 5 mm x 30 mm katsekehad omasid painet kuni 1,5 mm mõõdetuna vastavalt 16 mm ja 22 mm kauguselt katsekeha kinnituskohast. Täituri liikuvus suurenes täituri kuumpressimise temperatuuri ja rõhu suurendamisega teatud piirini. Elektroodisuspensiooniga valmistatud laminaatide puhul küll täheldati täituri liikuvust vastavalt sisendile, kuid vastav liikumine oli tänu laminaadi paksusele ja ioonvedeliku vähesusele minimaalne.

Juhtmeühendusega konstrueeritud laminaatide puhul esines probleeme lühise tekkimisega, kuna isoleeritud juhtmeühendust laminaatide elektroodidesse tekitada osutus keeruliseks, eriti kui laminaadile rakendada kuumpressimist, et laminaatide paksust vähendada. Lühise tõttu ei suudetud uurida juhtmeühendusega konstrueeritud täituri liikuvust.

Eelkõige tõestati monoliitse süsinikkanga võimekust asendada ioonsetes mahtuvuslikes laminaatides nii voolukollektorit kui ka elektroodimaterjali. Näidati ka süsinikkangal põhinevate täituri vastupidavust kuumpressimisele, kuid leiti, et edasist uurimist vajab juhtmeühendusega laminaatide konstrueerimine ning ka üldisemalt laadsete tekstiilsete täituri koostise optimeerimine.

Tänuavaldused

Eelkõige sooviksin tänada oma juhendajaid, Indrekut ja Friedrichi, kes viisid mind läbi selle pika ja tumeda teekonna, mida nimetatakse bakalaureusetööks. Teie huumor ja viited Kreisiraadio sketšidele ei unune.

Samuti soovin tänada oma kursakaaslaseid, kellela ei oleks olnud need 3 aastat siin materjaliteaduses sama vahvad, nagu nad on olnud. Lootusetutes hetkedes oli alati tore teada, et ma pole ainuke, kes piinleb. Eriti soovin välja tuua neid, kes olid minuga koos ühes ja samas laboris. Aitäh, kui ütlesite, et ma teen impedantsimõõtmisi valesti või kui ma ei osanud pipeteerida.

Ühtlasi saadan suured tänud oma koori- ja rahvatantsukaaslastele. Ilma teieta ei oleks mul vaimset tervist ollagi pärast igapäevaseid jamasid koolis/tööl ning te olete mu elu nii palju põnevamaks teinud lihtsalt teie eksistentsiga. Laulupeol/koorikonkursil/tantsupeol näeb!

Tänavate nimekiri on pikk, kuid siia kindlasti peab kuuluma mu pere ja selle hulgas mu vanemad. Ilma teieta ning teie kasvatuseta ei oleks ma ülikoolis hakkama saanud ning tänu teile on minust sirgunud mingitki moodi kompetentne inimene.

Viimasena ma sooviksin tänada oma elukaaslast Kättrinit, kes oli alati toetav ükskõik mis minu tegevuste suhtes ning kellela ma oleks siamaani päris mitme kivi otsa astunud eesti keelega. Ma loodan, et sa ei tüdinenud ära liigsest keemiast ja füüsikast. ☺

Kasutatud kirjandus

- [1] S. M. Mirvakili & I. W. Hunter, “Artificial Muscles: Mechanisms, Applications, and Challenges,” *Adv. Mater.*, 30, 6, lk. 1–28, 2018.
- [2] H. S. Wang, J. Cho, D. S. Song, J. H. Jang, J. Y. Jho, & J. H. Park, “High-Performance Electroactive Polymer Actuators Based on Ultrathick Ionic Polymer – Metal Composites with Nanodispersed Metal Electrodes,” *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 9, lk. 21998–22005, 2017.
- [3] P. Rinne, I. Põldsalu, U. Johanson, T. Tamm, K. Põhako-Esko, A. Punning, D. Ende & A. Aabloo, “Encapsulation of ionic electromechanically active polymer actuators,” *Smart Materials and Structures*, 28, 7, 2019.
- [4] A. H. Gelebart, D. J. Mulder, G. Vantomme, A. P. H. J. Schenning, and D. J. Broer, “A Rewritable, Reprogrammable, Dual Light-Responsive Polymer Actuator,” *Angew. Chem. Int. Ed.*, 56, lk. 13436–13439, 2017.
- [5] L. Hines, K. Petersen, G. Z. Lum & M. Sitti, “Soft Actuators for Small-Scale Robotics,” *Adv. Mater.*, 29, 13, 2017.
- [6] I. Baranova, “Ioonsete mahtuvuslike laminaatide masstootmismeetodi väljatöötamine,” Bakalaureusetöö, Tartu Ülikool, 2015.
- [7] J. Torop, M. Arulepp, T. Sugino, K. Asaka, A. Jänes, E. Lust & A. Aabloo., “Microporous and mesoporous carbide-derived carbons for strain modification of electromechanical actuators,” *Langmuir*, 30, 10, lk. 2583–2587, 2014.
- [8] S. Schlatter, S. Rosset, H. Shea, “Inkjet printing of carbon black electrodes for dielectric elastomer actuators actuators,” *Electroactive Polymer Actuators and Devices*, 10163, 1016311, 2017.
- [9] I. Põldsalu, “Kuldlehega Modifitseeritud Süsinik Ioonvedelik Polümeer,” Bakalaureusetöö, Tartu Ülikool, 2010.
- [10] A. Maziz, A. Concas, A. Khaldi, J. Stålhand, N. Persson, and E. W. H. Jager, “Knitting and weaving artificial muscles,” *Science Advances*, 3, 1, e1600327, 2017.
- [11] L. Cappello, K. C. Galloway, S. Sanan, D. A. Wagner, R. Granberry, S. Engelhardt, F. L. Haufe, J. D. Peisner & C. J. Walsh, “Exploiting Textile Mechanical Anisotropy,” *Soft*

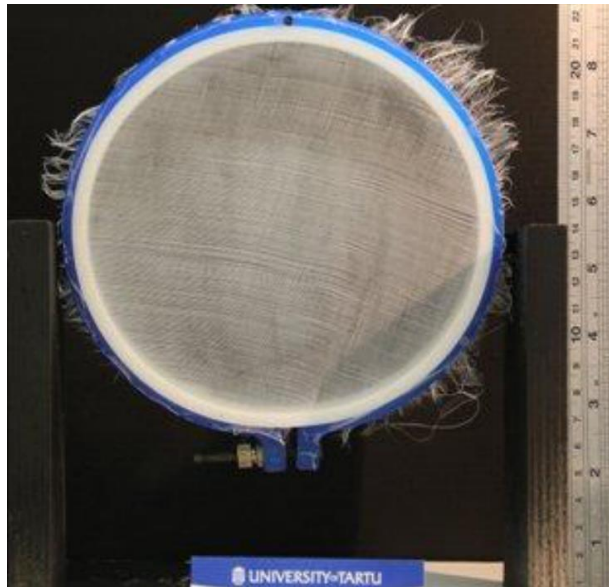
- Robotics*, 5, 5, lk. 1–13, 2018.
- [12] J. Guo, C. Xiang, T. Helps, M. Taghavi & J. Rossiter, “Electroactive textile actuators for wearable and soft robots Electroactive textile actuators for wearable and soft robots,” *RoboSoft*, 2018.
- [13] F. Kaasik, I. Must, I. Baranova, I. Põldsalu, E. Lust, U. Johanson, A. Punning & A. Aabloo, “Scalable fabrication of ionic and capacitive laminate actuators for soft robotics,” *Sensors Actuators B. Chem.*, 246, lk. 154–163, 2017.
- [14] I. Must, F. Kaasik, I. Po, L. Mihkels, U. Johanson & A. Punning, “Ionic and Capacitive Artificial Muscle for Biomimetic Soft,” *Advanced Engineering Materials*, 17, 1, 2015.

Lisa 1. Tartu Ülikooli Arukate materjalide ja seadmete labori poolt väljaarendatud kullaga kaetud kunstlihase retsept.

Kunstlihase ehitamiseks on vajalik ennekiit valmistada nii membraanilahus kui ka elektroodisuspensioon, mille valmistamisviisid on järgnevad.

- a) Membraanilahuse valmistamiseks on tarvis võtta 2 g PVdF ja 2 g EMITFS, 18 ml DMAc ning 4 ml PC. Kui kõik ained on kolbi sisse kantud, siis tuleb asetada kolbi ka magnetsegajapulk ning jätta kolb korgiga magnetsegajapliidile ca 24 tunniks temperatuuril 70 C. Pärast seda on membraanilahus valmis, kuid enne kasutamist tuleb selle temperatuuri tõsta, et vähendada lahuse viskoossust.
- b) Elektroodisuspensiooni valmistamine omakorda koosneb kahest osast. Esimeses on tarvis kaaluda 2 g PVdF-HFP ning see lahustada 24 ml MP-s. Teise osa jaoks kasutatakse 2 g aktiveeritud süsinikku (CB) ning 2 g EMIOF, mõlemad lahustatakse taaskord MP-s (10 ml). Valades kaks osa kokku, saadakse lahus, kuhu pärast kokkusegamist lisatakse veel 10 ml MP ning seejärel asetatakse lahuse ultrahelisoni alla 30 minutiks tsükliga 0,5 ning amplituudiga 60%. Pärast ultraheliga töötlemist jäetakse lahus magnetsegajapliidile umbes päevaks. Valmisolekus meenutab käesolev elektroodisuspensiooni musta viskoosset vedelikku.

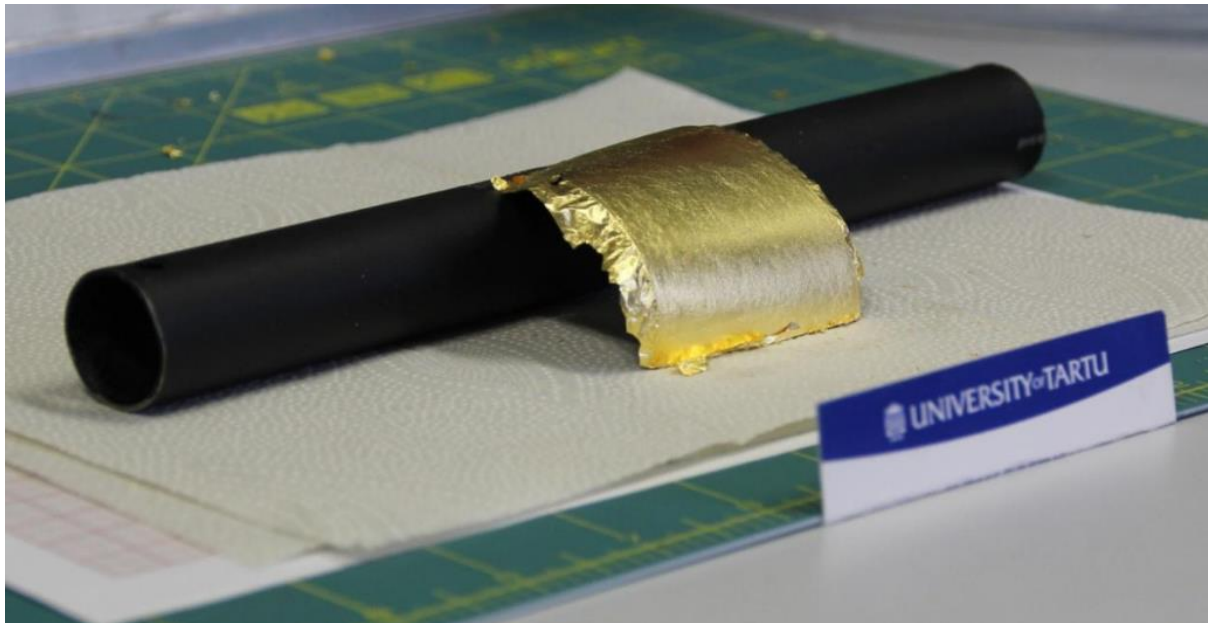
Kahe lahuse olemasolul võib hakata konstrueerima kunstlihast. Alustuseks hakatakse valmistama membraani, mille jaoks asetatakse tikkimisrõnga peale dielektriline kangas, mis on piisavalt suure poorsusega, et võimaldada ionide liikumist läbi kanga piirpinna, kuigi samas peab kasutatav kangas olema piisavalt suure tõmbetugevusega ja jäikusega, et ta täitmismehhanismiga ära ei laguneks. Selle jaoks üritame maksimeerida suhtarvu kiu paksuse ja kiudude vahelise kauguse vahel. Siinkohal vastab sellistele omadustele siidkangas või klaaskiudriie tihedusega ca 18 g/m² [6].



Joonis 21. Klaaskiudriidega armeeritud membraan [6].

Membraanilahust hakatakse kangale peale kandma pintsliga ja teda kuivatatakse fööniga, et kuivamine oleks kiirem. Lõpptulemusena värvub komposiit valgeks ning läbi kanga ei tohiks paista valgust, selle jaoks kantakse kummalegi poole kangast tavaliselt 2-3 kihti lahust.

Membraan kaetakse seejärel aerograafiga mõlemalt poolt elektroodisuspensiooni kihtidega, mille järel on tikkimisrõngal asetsev membraan musta värvi, ning sellel lastakse kuivada 24 h või kasutatakse fööni, et membraan kuivaks kiiremini. Membraani katmine ühe elektroodikihtiga suurendab komposiidi paksust umbes 10 μm võrra [13]. Viimaseks etapiks jääb saadud komposiidi katmine kullakihtidega ning selle jaoks lõigatakse terava skalpelliga välja sobivast (mitteauklikust) kohast 4,5x4,5cm ruut. Käesolev musta värvi ruut omakorda kaetakse membraanilahusega ja seejärel rullitakse toru abil üle 5x5cm kullapaberist ruudu niimoodi, et kangas oleks kullapaberi poolt täielikult kaetud. Protsess viiakse läbi ka materjali teise poole jaoks ning vajadusel korratakse kullafooliumi pealekandmist, kuni materjal on kummaltki poolt täielikult kullaga kaetud.



Joonis 22. Valmis IEAP laminaat pärast voolukollektorite pealekandmist [6].

Lõpptulemusena on valmistatud ruudukujuline komposiitmaterjal, millest saab välja lõigata sobiva kuju ning suurusega kunstlihaseid. Materjalide omavahelise võrdluse jaoks lõigatakse tavaliselt komposiidist välja 5x20 mm ristkülik.

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja üldsusele kättesaadavaks tegemiseks

Mina, Ilmar Uduste,

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) minu loodud teose „Süsinikkangal põhinevad mahtuvuslikud laminaadid“, mille juhendajad on Indrek Must ja Friedrich Kaasik, reprodutseerimiseks eesmärgiga seda säilitada, sealhulgas lisada digitaalarhiivi DSpace kuni autoriõiguse kehtivuse lõppemiseni.
2. Annan Tartu Ülikoolile loa teha punktis 1 nimetatud teos üldsusele kättesaadavaks Tartu Ülikooli veebikeskkonna, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace kaudu Creative Commons'i litsentsiga CC BY NC ND 3.0, mis lubab autorile viidates teost reprodutseerida, levitada ja üldsusele suunata ning keelab luua tuletatud teost ja kasutada teost ärieesmärgil, alates 24.05.2022 kuni autoriõiguse kehtivuse lõppemiseni.
3. Olen teadlik, et punktides 1 ja 2 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.
4. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei riku ma teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse õigusaktidest tulenevaid õigusi.

Ilmar Uduste

28.05.2019