



Osaamista  
ja oivallusta  
tulevaisuuden  
tekemiseen

Väinö Laine

# OVD-prosessikehitys preformien valmistuksessa

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Insinööri (AMK)

Bio- ja kemiantekniikka

Insinöörityö

13.8.2020

Tekijä Otsikko	Väinö Laine OVD-prosessikehitys preformien valmistuksessa
Sivumäärä Aika	29 sivua + 9 liitettä 13.8.2020
Tutkinto	insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma	Bio- ja kemiantekniikka
Ammatillinen pääaine	Kemiantekniikka
Ohjaajat	Tuotekehitysinsinööri Nergiz Özcan-Ketola Lehtori Timo Seuranen
<p>Insinöörityön tavoitteena oli osana Rosendahl Nextromin prosessikehitystä vertailla kolmea satunnaista, mutta toisistaan poikkeavaa prosessikoeajoa preformien valmistukseen tarkoitettulla OVD-laitteistolla. Työssä arvioitiin eri prosessiparametrien vaikutuksia prosessista saatavan preformin parametreihin. Prosessiin vaikuttavia ominaisuuksia pyrittiin eristämään ja tarkastelemaan yksittäisinä vaikuttavina tekijöinä sekä myöskin yhdysvaikutteina kokonaisuuksina.</p> <p>Työn teoreettinen osuus toteutettiin kirjallisuustutkimuksena pohjautuen alan kirjallisuuteen sekä yrityksen aiemman sisäisen prosessikehitystyön havainnoiteihin. Teoreettisessa osuudessa avataan pohjaa prosessin vaikuttavien tekijöiden taustalla ja sen avulla pyritään selittämään havaitut ilmiöt työn kokeellisessa osuudessa. Työn aikana ei suoritettu uusia koeajoja, vaan työssä tutkittiin retrospektiivisesti kolmea aiemmin suoritettua koeajoa ja vertailtiin koeajojen ominaisuuksien lähtökohtia ja saavutettua lopputulosta kerätyn prosessidatan perusteella.</p> <p>Työn lopputuloksena saatiin summittainen arvio vaikuttavista ja lopputulosta parantavista tekijöistä preformin valmistamisen kannalta. Yksittäiseksi suurimmaksi tekijäksi saatiin eristettyä erilaisten lämmönsiirtomekanismien rooli partikkeliagglomeraatiossa koko prosessin keston aikana. Lukuisten yhteisvaikutusten takia yksittäisten vaikuttavien parametrien eristäminen osoittautui mahdottomaksi. Vertailtavia koeajoja tarvittaisiin runsaasti enemmän tarkempaa vaikuttavien parametrien tutkimista varten.</p> <p>Työn lopputulosten pohjalta Rosendahl Nextrom voi jatkaa prosessikehitystyötä ja tutkimusta entistä tarkemmin lämmönsiirtomekanismien ympärille. Rosendahl Nextromin yksi tuote asiakkaalle on prosessikehityksen myyminen. Preformien tuotantoparametrien parantamisella preformien teollisessa valmistuksessa prosessikehityksellä on suuri vaikutus valmiin tuotteen kustannuksiin nopeutetun prosessiajan ja tehostetun tuotannon avulla.</p>	
Avainsanat	prosessikehitys, preformi, OVD, optisen kuidun valmistaminen

Author Title	Väinö Laine Process Development of The OVD Process in Preform Manufacturing
Number of Pages Date	29 pages + 9 appendices 13 August 2020
Degree	Bachelor of Engineering
Degree Programme	Biotechnology and chemical engineering
Professional Major	Chemical engineering
Instructors	Nergiz Özcan-Ketola, R&D Engineer Timo Seuranen, Lecturer
<p>The goal of the thesis was to compare three different, but comparable preform manufacturing process test runs with Rosendahl Nextrom's preform manufacturing machinery. The thesis was done as part of Rosendahl Nextrom's own process development. The subject of the thesis was to evaluate the effect of the different process parameter changes on the achieved optical fibre preform outcome. The affecting parameters were then isolated for further inspection as single affecting factors and synergetic group factors.</p> <p>The theoretical part of the thesis was done as a literature review based on industry publications and prior research and development done by Rosendahl Nextrom. The theoretical part of the thesis provides a base for the analysis behind the evaluation of the affecting process parameters. No new process test runs were done as part of the thesis, but all three of the process test runs were evaluated in retrospection. Previously collected process data was used for the evaluation.</p> <p>Conclusions from the thesis include a crude estimation of the affecting and quality improving factors behind the process. The single most affecting factor was found to be the role of different heat transfer mechanisms in particle agglomeration on the preform surface. Due to countless synergetic group factors, isolating the affecting process parameters proved to be impossible. More test runs would be needed for a more accurate study on these factors.</p> <p>From these conclusions Rosendahl Nextrom can continue the process development and research with the heat transferring mechanisms in more detail. Rosendahl Nextrom's one business aspect is to sell the process development to the customers. Improving the preform manufacturing parameters has a great impact on the cost factors of the ready preform due to faster process times and improved production capabilities.</p>	
Keywords	Process developement, preform, OVD, fibre manufacturing

## Sisällys

### Lyhenteet

1	Johdanto	1
2	Optisen kuidun valmistusprosessi	2
2.1	Yksimuotoisen optisen kuitukaapelin ominaisuuksien lähtökohdat	2
2.1.1	VAD-prosessi	4
2.1.2	OVD-prosessi	6
2.2	Preformin valmistusprosessiin vaikuttavia tekijöitä	8
2.2.1	Kaasuvirtausten syötön vaikutus prosessiin	8
2.2.2	Aine- ja energiataseiden vaikutus prosessiin	11
2.2.3	Depositioetäisyyden ja mekaanisten liikkeiden vaikutus prosessiin	13
2.2.4	Prosessin ulkopuolisten tekijöiden vaikutus prosessiin	15
3	Preformin valmistamisen haasteet prosessikehityksen näkökulmasta	16
3.1	Preformin valmistamisen haasteet ja lähtötilanne	16
3.1.1	Koeajo 20009FED	16
3.1.2	Koeajo 20020QSD	17
3.1.3	Koeajo 20048QSD	18
3.2	Koeajojen reaktio-ominaisuuksien lähtökohdat	19
3.3	Koeajojen mekaanisten ominaisuuksien lähtökohdat	20
3.4	Vertailun virhetekijöiden tunnistaminen	21
4	Koeajojen tulokset	21
4.1	Koeajojen tulosten keskinäinen vertailu	22
4.2	Virhetekijöiden eliminointi ja mittausepävarmuus	23
5	Prosessimuutosten ja mekaanisten muutosten vaikutuksien arviointi	24
5.1	Prosessimuutosten vaikutusten arviointi	24
5.2	Mekaanisten muutosten vaikutusten arviointi	25
6	Yhteenveto ja pohdinta	27

6.1	Työn kokonaiskuvan arvioiminen	28
6.2	Ehdotuksia jatkotutkimukselle	28
	Lähteet	30
	Liitteet	
	Liite 1. Rosendahl Nextromin VAD -prosessin reaktioyhtälöt	
	Liite 2. Rosendahl Nextromin OVD -prosessin reaktioyhtälöt	
	Liite 3. Koeajon 20009FED ekvivalenssisuhteet ja lämpöarvot	
	Liite 4. Koeajon 20020QSD ekvivalenssisuhteet ja lämpöarvot	
	Liite 5. Koeajon 20048QSD ekvivalenssisuhteet ja lämpöarvot	
	Liite 6. Koeajojen OMCTS-syöttö ja preformien maksimipinnanlämpötila	
	Liite 7. Koeajojen mekaaninen vertailu	
	Liite 8. Koeajojen tulosten vertailu	
	Liite 9. Preformien kuvat	

## Lyhenteet ja käsitteet

CFD	<i>Computational Fluid Dynamics</i> . Virtauksien mallintamiseen käytetty simuloitiohjelmisto.
OMCTS	<i>Oktametyylisyklotetrasiloksaani</i> . Tunnetaan myös nimellä D4.
oO <sub>2</sub>	<i>Outer Oxygen</i> . Polttimen ulkokehällä palamisreaktiota varten syötetty happikaasuvirtaus.
OVD	<i>Outside vapor deposition</i> . Ulkopuolinen kaasufaasidepositio.
PID	<i>Proportional-Integral-Derivative-säädin</i> . Sääätötekniikan perussäätimiä.
pO <sub>2</sub>	<i>Premix Oxygen</i> . Maakaasuun palamisreaktion parantamista varten varten esiseostetun happikaasun virtaus.
Preformi	Optisen kuitukaapelin valmistuksessa oleva aihio prosessin eri välivaiheissa.
SLM	<i>Standard Litre per Minute</i> . Vakioitu kaasun virtausyksikkö ilmoitettuna litroissa STP-olosuhteissa.
SMF	<i>Single Mode Fiber</i> . Yksimuotoinen optinen kuitukaapeli.
sO <sub>2</sub>	<i>Shield Oxygen</i> . Piidioksidin muodostumisreaktiota varten käytettävä happikaasuvirtaus.
Sootti	Prosessissa muodostuva SiO <sub>2</sub> -noki (engl. <i>soot</i> ), eli silika kerros
VAD	<i>Vapor-phase Axial Deposition</i> . Aksiaalinen kaasufaasidepositio.

## 1 Johdanto

Työn tarkoituksena on tutkia optisten kuituaihioiden eli ”preformien” valmistusta OVD-menetelmällä. Tavoitteena on koota yhteen prosessikehityksessä saatuja tuloksia ja pohjata niitä kirjallisuudesta löytyvään teoriaan. Preformien valmistaminen on yksi prosessivaihe optisen kuitukaapelin valmistamiseen tarvittavista prosesseista. Preformeja voidaan valmistaa useilla erilaisilla menetelmillä, mutta tässä työssä keskitytään pääsääntöisesti OVD-menetelmään, eli Over Vapour Deposition menetelmään. Työn teoreettista osuutta varten kerätty lähdemateriaali perustuu suurelta osin Rosendahl Nextrom Oy:n aikaisempiin tutkimusprojekteihin ja kokeellisesti hankittuun tutkimustietoon. Kokeellinen osuus työstä suoritetaan Rosendahl Nextrom Oy:n tuotekehityslaboratorion laitteistoilla.

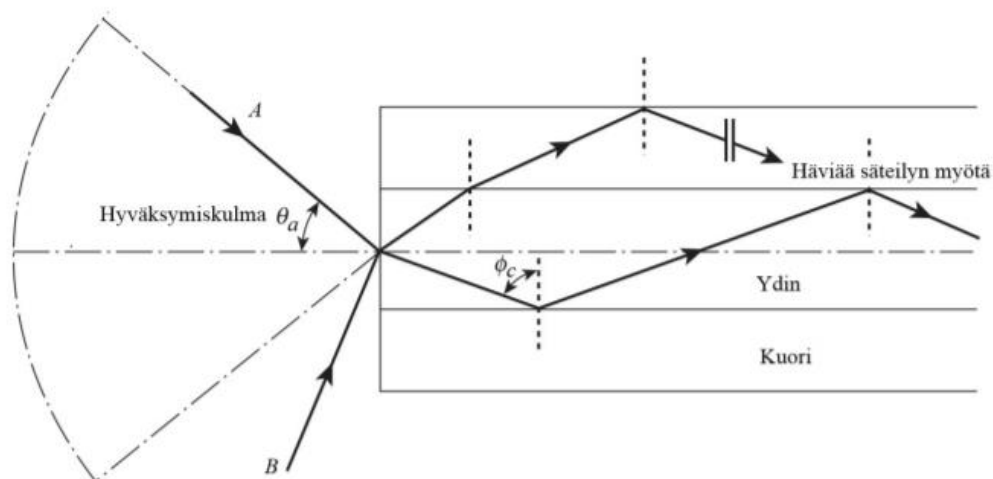
Preformien valmistamisen kannalta on tärkeää, että prosessi on toistettavissa ja sitä pystytään tarvittaessa muokkaamaan haluttuun suuntaan tuotannollisen tilanteen mukaan. Prosessin on todettu olevan herkkä muutoksille, joten jo pienetkin muutokset voivat muuttaa koko prosessin lopputulosta keskinäisten ja sisäisten vuorovaikutusten vuoksi huomattavasti. Rosendahl Nextromin tuotekehityslaboratorion tavoitteena on tukea asiakasta preformien valmistukseen liittyvissä haasteissa sekä myös tarjota koulutusta ja näyttöjä asiakkaalle. Rosendahl Nextrom ei itse valmista optista kuitukaapelia myyntitarkoituksissa. Prosessin parantamisen kautta tavoiteltu prosessin virheetön toiminta on myös käyttäjän ja laitteiston turvallisuutta parantava tekijä, sillä prosessissa käytetään paineistettuja palavia kaasuja, mistä syystä henkilö- ja omaisuusvahinkojen riski on olemassa. Prosessin virheetön ja turvallinen toiminta on sekä prosessilaitteen valmistajalle että ostajalle etu, kun ajatellaan laitteen käyttöä teollisessa ympäristössä ja halutun lopputuotteen laatua.

Rosendahl Nextrom Oy on maailmanlaajuisesti johtava valmissysteemien toimittaja optisen kuitukaapelin, kaapeleiden ja vaijerin valmistamiseen liittyvissä teollisissa ratkaisuissa. Yritys työllistää noin 800 henkilöä ympäri maailmaa. Yrityksen pääkonttori ja omisteisuus sijaitsee Itävallassa, mutta tuotekehitys ja tuotanto toimii Suomessa Vantaalla. Rosendahl Nextromin arvoihin liittyy vahvasti tuotekehityksen kärjessä oleminen ja käyttää noin 10 % liikevaihdostaan tutkimus- ja kehitystyöhön. [1.]

## 2 Optisen kuidun valmistusprosessi

### 2.1 Yksimuotoisen optisen kuitukaapelin ominaisuuksien lähtökohdat

Tavallisessa televiestinnässä käytettävä yksimuotoinen optinen kuitu koostuu pääasiallisesti ydinosuudesta sekä päällä olevasta kuoriosuudesta. Näiden välinen taitekerroinero sekä kuidun ohut geometria mahdollistavat valon taittumisen ja etenemisen kaa-pelin ydinosuutta pitkin. Valon taittumisen kulma on tärkeää kuidun teleoptisten ominai-suuksien kannalta, kuten signaalin vaimenemisen ja aallon pituuden kannalta. Kuvasta 1 voidaan havainnollistaa optimaalinen taittumiskulma sekä virheellinen kulma valon ete-nemiselle kuidussa. Taitekerroinero, joka mahdollistaa valon taittumisen, on saavutetta-vissa, kun ytimen luontainen korkeampi taitekerroin eroaa tarpeeksi paljon kuoriosuuden materiaalin luontaisesti matalammasta taitekertoimesta. Lisäksi merkittävä tekijä on kuo-ren ja ytimen välinen riittävän suuri kokoerosuhde. [2, s. 87-90, 93-100; 3.]

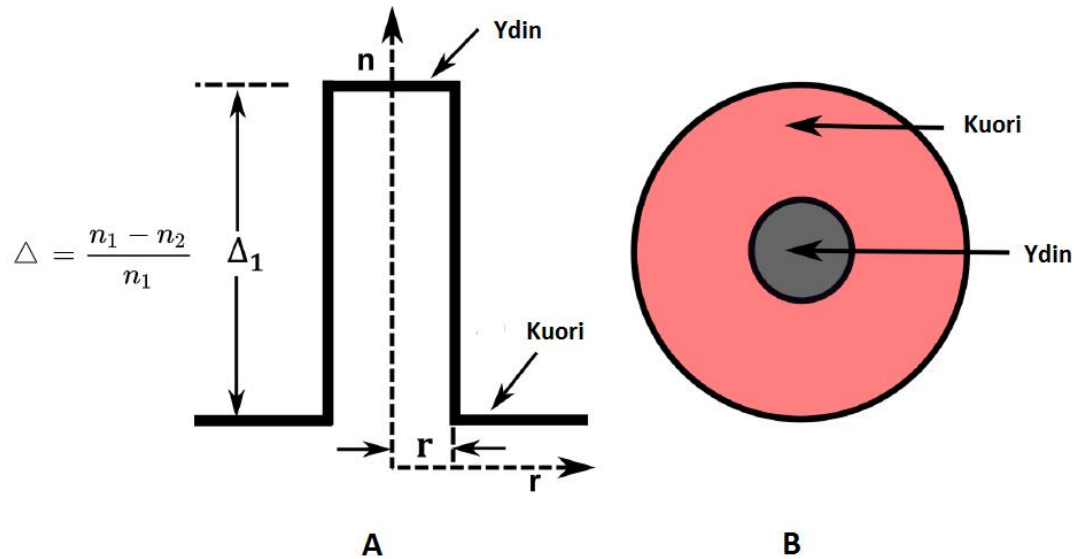


Kuva 1. Valonsäteiden A ja B taittuminen yksimuotoisessa optisessa kuidussa, missä säde A on hyväksymiskulmassa, ja etenee ydinosaa pitkin ja säde B hyväksymiskulman ulkopuo-lella, jolloin se häviää osittain säteilyn myötä. [3.]

Optista kuitua voidaan valmistaa useilla erilaisilla taitekerroinprofiileilla ja erilaisilla me-netelmillä kuidun halutun käyttökohteen mukaan. Taitekerroinprofiili voidaan muokata ja suunnitella kuidun valmistusvaiheessa käyttökohteeseen sopivaksi, mutta sitä on lähes



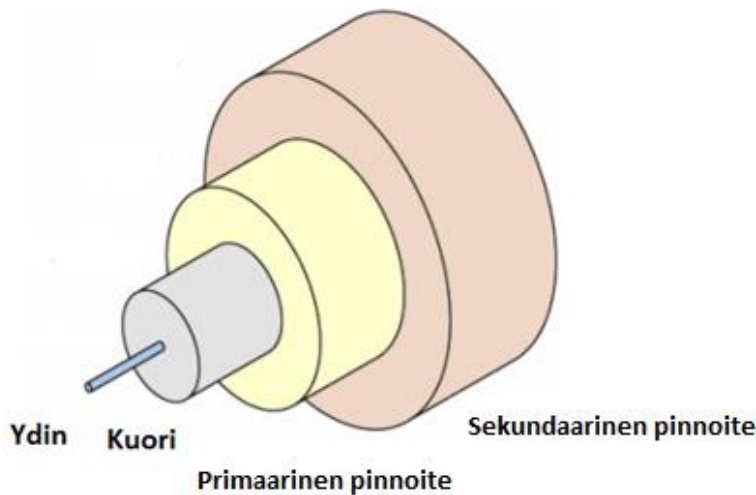
mahdotonta muuttaa enää jälkikäteen. Taitekerroinprofiili kertoo valonsäteiden taittumista ja etenemisestä kuidun sisällä. Kuvassa 2 nähdään esimerkki tavallisen televisioinnissa käytettävän yksimuotoisen optisen kuidun taitekerroinprofiili. [2; 3.]



Kuva 2. Tavallisen yksimuotoisen optisen kuidun taitekerroinprofiili (engl. *SMF step-index profile*), jossa A kuvastaa taitekerroinprofiilia, joka muuttuu taitekerroinerojen  $\Delta$  ja ydin-osuuden säteen  $r$  suhteen. Kohta B havainnollistaa kuoren ja ytimen suhteen poikkileikkauksen avulla. [4, mukailtu]

Kuituosuus päällystetään kuidun vetoprosessin aikana primäärisellä päällysteellä. primäärinen päällyste on yleensä akrylaattimateriaalia, joka voidaan kovettaa vetoprosessin vaatimassa nopeassa vauhdissa ultraviolettivalon avulla. Akrylaattimateriaalipinnoitteella on pääsääntöisesti kaksi tehtävää. Se suojaa kuitua kosteudelta sekä muilta kuidun rakennetta ja fyysisiä ominaisuuksia vahingoittavilta tekijöiltä. Toinen funktio pinnoitteella vahvistaa kuidun rakennetta ja auttaa parantamaan kuidun taipuvuutta. Kuidunvalmistajat usein lisäävät vielä sekundaarisen päällysteen suojamaan kuitua entisestään sen asennuspaikan olosuhteiden vaatimusten mukaan. Yksimuotoisen optisen kuidun

ydinosuuden paksuus on tyypillisesti 9–10  $\mu\text{m}$ , kuoriosuuden paksuus 125  $\mu\text{m}$ , primäärisen pinnoitteen paksuus 200–300  $\mu\text{m}$  ja sekundäärinen pinnoitteen paksuus 500–1 000  $\mu\text{m}$ . Havainnollistava kuva optisesta kuitukaapelista kokonaisuudessaan löytyy kuvasta 3. [2, s. 184–195.]



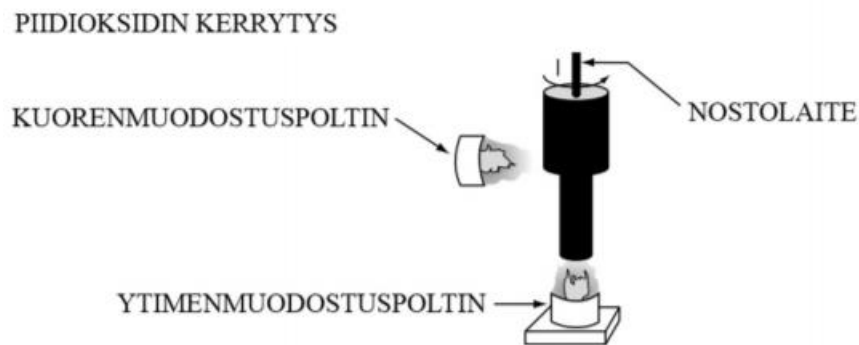
Kuva 3. Yksimuotoisen optisen kuitukaapelin rakenne. [5, mukailtu]

### 2.1.1 VAD-prosessi

Rosendahl Nextromin valmistamalla VAD-prosessilaitteistolla voidaan tuottaa yhtäaikaista kuori- ja ydinkerroksen sisältävä lasiaihio. Yksimuotoisen optisen kuidun osalta tämä on mahdollista tehdä seostamalla germaniumia (Ge) ja piitä (Si) sisältäviä lähtöaineita, kuten esimerkiksi germaniumtetrakloridia ( $\text{GeCl}_4$ ) ja piitetrakloridia ( $\text{SiCl}_4$ ) vetyhappipolttimien liekeissä, missä ne hapettuvat korkean lämpötilan vaikutuksesta halutuiksi lopputuotteiksi, kuten germaniumdioksidiksi ( $\text{GeO}_2$ ) ja piidioksidiksi ( $\text{SiO}_2$ ) sekä muiksi vähemmän arvokkaiksi lopputuotteiksi yhtälöiden 1–6 mukaan. VAD-prosessin reaktioyhtälöt ovat esiteltyinä liitteessä 1. [6,7 s. 90–103.]

VAD-prosessissa käytetään yhtä tai useampaa piidioksidisoottia tuottavaa prosessipoltinta ja yhtä germaniumdioksidisoottia tuottavaa poltinta lasiaihion muodostamiseen. Sootin kerääminen eli depositio tapahtuu liekistä etäännyvän kohdeaihion päähän, mitä

havainnollistaa kuva 4. Erikoiskuituja valmistettaessa VAD-laitteistolla voidaan prosessielikissä seostaa myös muita lähtöaineita, jolloin valmiin optisen kuidun taitekerroinprofiili muuttuu. VAD-prosessilla voitaisiin myös tuottaa valmis preformi kuidun vetoprosessia varten, mutta depositionopeudet ovat hitaita, jolloin prosessin kesto on pitkä. VAD-prosessilla valmistettu ydinlasiaihokara (engl. *core rod*) voidaan siirtää OVD-prosessilaitteistoon, missä lasiaihion päälle saadaan tehokkaammin piidioksidisoottikerros. Tämä on osaltaan kustannus- ja tehokkuuskysymys kuitua valmistavan tehtaan kannalta, mikä laitteistoinvestointeja suunniteltaessa tulee ottaa huomioon. [6.]



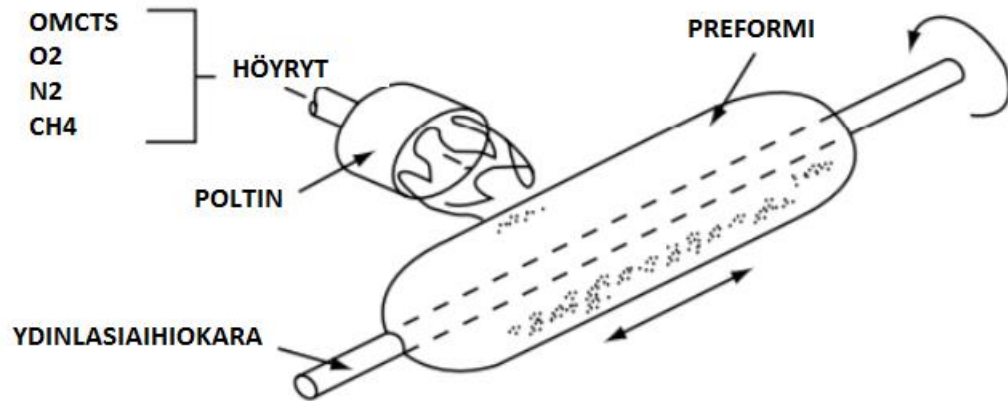
Kuva 4. Yksinkertaisesti esitetty VAD-prosessilla tehty depositio. [3]

VAD-prosessissa syntyy reaktioiden (liite 1) sivutuotteena haitallisia yhdisteitä, kuten kloorikaasua ( $\text{Cl}_2$ ) ja vetykloridia ( $\text{HCl}$ ) sekä mahdollisesti reagoimattomia lähtöaineita. Kaikki haitalliset sivutuotteet tulee puhdistaa erillisellä savukaasupesurilla, mikä neutraloi sivutuotteet vaarattomiksi pH-neutraaleiksi suoloiksi ja vedeksi. Myös kohdeaihion pinnalle kiinnittymättömät partikkelit tulee poistaa savukaasusta erillisen partikkeli-suodattimen avulla. Reagoimattomat partikkelit saattavat sisältää haitallisia kloridiyhdisteitä, joten jätteenkäsittely saattaa vaatia erikoistoimenpiteitä [6.]

### 2.1.2 OVD-prosessi

Rosendahl Nextromin valmistamalla OVD-prosessilaitteistolla on tarkoitus päälystää VAD-prosessilaitteistosta saatu ydinlasiaihokara käyttäen piidioksidia lähtöaineesta palamisreaktiossa tuottavia vety-happi- tai metaani-happiprosessipolttimia. OVD-prosessi eroaakin VAD-prosessista pääasiallisesti siitä, että ydinkerrosta ei tyypillisesti muodosteta ollenkaan, vaan depositio tapahtuu valmiin ydinlasiaihokaran pinnalle. Piidioksidin lähtöaineena käytetään höyrystettyä oktametyylisyklotetrasiloksaania eli OMCTS:a ( $C_8H_{24}O_4Si_4$ ), joka reagoi leikkeissä puhtaksi amorfisiksi piidioksidihukkasiksi. OMCTS on huomattavasti parempi piidioksidin lähtöaine kuin piitetrakloridi, koska sen luontainen piin (Si) konsentraatio on suurempi kuin piitetrakloridissa eikä sen reaktioista muodostu haitallista ja puhdistamista vaativaa kloorikaasua. Lasiaihokaralle kerääntymätön piidioksidi poistetaan kammiosta vetokanavaan kulkevalla ilmavirralla ja se suodatetaan pois poistoilmasta erillisessä filteriasemassa. Prosessissa tapahtuva lähtöaineen palamisreaktio on nähtävissä yhtälössä 7, joka on esiteltynä liitteessä 2. [3.]

Prosessin aikana lasiaihokara traversoi eli liikkuu automaation avulla poikittaissuunnassa useamman prosessipolttimen yli tietyllä sekvenssillä, minkä takia depositio tapahtuu kerrosmaisesti. Ydinlasiaihokaraa pyöritetään myös oman akselinsa ympäri, mikä osaltaan auttaa säätelemään kasvavan piidioksidisoottikerroksen muodostumista mm. termoforeesin vaikutuksesta. Polttimien liekin depositioetäisyyttä säädellään etäisyyksimittauksen avulla, jolloin piidioksidisootin kerrostus tapahtuu aina samalta etäisyydeltä polttimiin nähden preformin halkaisijan kasvaessa. Piidioksidisootin kerroksista halutaan mahdollisimman yhtenäisiä koko ydinlasiaihokaran matkalta, jotta preformi olisi mahdollisimman yhtenäisen muotoinen, mikä on tärkeä tekijä kuidun veto-ominaisuuksien ja yleisten laatuksien kannalta. Havainnollistava kuvaus OVD-prosessista voidaan nähdä kuvassa 5. [3;8.]



Kuva 5. Yksinkertaistettu Rosendahl Nextromin OVD-prosessin toimintaperiaate. [3, mukailtu]

Ennen OVD-prosessilla valmistetun preformin tai VAD-prosessilla valmistetun ydinlasiaihionkaran siirtämistä kuidunvetoprosessiin ne tulee vielä sintrata erillisessä sintrausuuunissa noin 1 500 °C:n lämpötilassa, jossa luontaisesti valkoinen piidioksidi luhistuu kasaan kirkkaaksi kvartsilasiksi. Sintrausprosessin aikana preformista poistetaan kaikki orgaaninen aines syöttämällä prosessiin happikaasua ( $O_2$ ), jolloin preformiin mahdollisesti jäänyt orgaaninen materiaali palaa näissä lämpötiloissa. Koska palamisreaktiossa 1 (liite 2) syntyy vesihöyryä ja reaktiokammioon syötetään luonnollisesti kosteutta sisältävää ilmaa, joudutaan kosteus poistamaan preformista sintrausprosessin aikana kloorikaasulla. Kloorikaasun käytön takia sintrausprosessin savukaasut tarvitsevat oman savukaasupesurin. Preformista halutaan myös ilmakuplat pois ja tähän tarkoitukseen prosessiin syötetään pienimolekyylisiä ja luontaisesti inerttiä heliumkaasua ( $He_2$ ), joka syrjäyttää ilmamolekyylit preformin sisällä. [8.]

## 2.2 Preformin valmistusprosessiin vaikuttavia tekijöitä

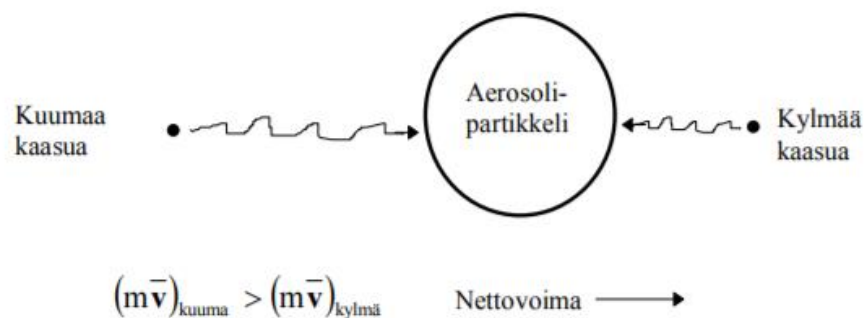
Koko preformin valmistusprosessissa tärkeintä on saada tuotettua laatuksiteerejä vastaavaa optista kuitukaapelia, ja kun tähän tavoitteeseen on päästy, voidaan alkaa keskittymään tuotantoa nopeuttaviin ja tehostaviin prosessiparametreihin. Kuidunvalmistusprosessia parantavia tekijöitä tutkitaan maailmanlaajuisesti teollisuudessa huomattavan paljon, sillä niiden merkitys tuotannon kannalta on suuri. Prosessiparametrien vertailua tehtäessä joudutaan ottamaan huomioon myös erinäköiset yhteisvaikutukset, joita on käytännössä katsoen rajaton määrä. Prosessi on todella herkkä pienillekin muutoksille, ja jo pientenkin muutosten vaikutus haluttuun lopputuotteeseen voi olla valtava. Yleisesti prosessin kannalta merkityksellisimmät parametrit, joita seurataan, ovat depositionopeus, deposition tehokkuus ja tiheys. Tiheys sisältää yhdistetysti suhteen kasvatetun soottimassan ja preformin halkaisijan välillä. Näitä arvoja pyritään säätämään puuttamalla esimerkiksi eri kaasujen syöttömääriin polttimille tai säätämällä liikkeeseen vaikuttavia tekijöitä prosessilaitteiston automatiikan avulla. [3; 9 s. 70–76.]

### 2.2.1 Kaasuvirtausten syötön vaikutus prosessiin

Rosendahl Nextromin prosessilaitteistoissa kaasuvirtausten määrää säädellään jokaiselle kaasulle erikseen optimoidulla virtausmassasäätimellä. Säätimet toimivat PID-automaatiolla ja ovat yhteydessä muun prosessilaitteiston hallintajärjestelmään. Kaasujen syötön määrää säätämällä voidaan vaikuttaa hyvin moneen asiaan yhtä aikaa. Syöttämällä lisää palamiseen tarvittavaa polttoainekaasua, kuten metaania tai vetyä ja happea, saadaan reaktiossa muodostuvaa lämpöarvoa kasvatettua yhtälön 8 mukaisesti. OMCTS:n massavirtauksen kasvattaminen lisää myös palavan liekin lämpötilaa, sillä sen palamisreaktio on vahvasti eksoterminen. OMCTS:n palamisreaktion reaktioentalpia on käytännössä noin puolet maakaasun palamisreaktion reaktioentalpiasta. [8.]

$$\text{Lämpöarvo (kW)} = \frac{\text{Kaasujen massavirta } \left(\frac{\text{kg}}{\text{s}}\right)}{\text{Reaktioentalpia } \left(\frac{\text{kJ}}{\text{kg}}\right)} \quad (8)$$

Lämpöarvon nostaminen nostaa preformin pinnanlämpötilaa sekä prosessiliekkin lämpötilaa, mikä vaikuttaa esimerkiksi deposition termoforeettisiin ominaisuuksiin eli siihen, miten piidioksidaerosolipartikkeliin kohdistuu nettovoima kohti kylmempää kaasua tai kylmempää preformin pintaa kuvan 6 esimerkin mukaan. Termoforeesi on dominoiva mekanismi partikkelidepositiossa. Pinnan lämpötila ei saa nousta myöskään liikaa, vaan se tulee optimoida halutun tiheyden saavuttamiseksi, sillä lämpötilalla ja partikkeliagglomeraatiolla on yhteys. Tiheys on vaikuttava tekijä, sillä suuret tiheysvaihtelut preformissa saattavat saada aikaan preformin pintakerrosten halkeamisen. Tiheydellä on myös vaikutusta sintrausprosessiin, missä preformi luhistuu kasaan. Tiheämpi preformi luhistuu kasaan vähemmän. Sintrausuunit saattavat antaa rajoitteita preformien halkaisijalle, joten optimaalisessa tilanteessa halutaan mahdollisimman paljon piidioksidimassaa preformiin tiettyyn halkaisijaan päästessä, kuitenkin siten, että ytimen ja kuoren välinen geometria säilyy oikeana. Liiallinen lämpötila saattaa saada ydinlasiaihiotangon pehmenemään, jolloin se alkaa heilumaan pyöritettäessä. Tämä vaikuttaa depositio-ominaisuuksiin, tasaiseen kerrostumiseen sekä preformin ovaalisuuteen. [8;10 s. 127.]



Kuva 6. Termoforeesin toimintaperiaate aerosolipartikkelidepositiossa. [10]

Kaasuvirtauksen nostattaminen lisää myös kaasun ulostulonopeutta polttimen ulostuloaukoista. Ulostulonopeus vaikuttaa esimerkiksi kaasuvirran turbulentsisuuteen, jota mitataan Reynoldsin luvulla. Sen laskemiseen tarvittava yhtälö on esiteltyä yhtälössä 9. Reynoldsin luvun kasvattaminen tapahtuu kaasuvirtausnopeuksien muutosten kautta,

sillä polttimen geometriaan ei voida vaikuttaa prosessin aikana. Reynoldsin-luvun muutokset vaikuttavat liekin palamisen ominaisuuksiin. Näihin palamisominaisuuksiin kuuluu esimerkiksi kaasun palamisnopeus, liekin pituus ja sitä kautta lämpövuon jakautuminen sekä vaikutukset säteen suuntaiseen lämmitysetäisyyteen. [11 s. 223; 12 s. 26–28.]

$$Re = \frac{\rho \left(\frac{kg}{m^3}\right) v \left(\frac{m}{s}\right) d(m)}{\mu (Pas)} \quad (9)$$

jossa  $\rho$  on kaasun tiheys,  $v$  on kaasun virtausnopeus,  $d$  on kaasun virtausputken halkaisija ja  $\mu$  on kaasun dynaaminen viskositeetti. Kaasujen sekoittumisella polttimen pinnalla on merkittäviä vaikutuksia reaktion käynnistymisen suhteen, joten luontaisesti inertin typikaasun ( $N_2$ ) virtauksen voimakkuudella säädellään reaktion käynnistymistä liekin sisällä. Typpi toimii myös OMCTS:n pirskotuskaasuna, jolloin suurempi määrä kuljetuskaasuna käytettyä tyyppiä parantaa aerosolipartikkeleiden muodostumista, mutta se vaikuttaa taas muihin ominaisuuksiin, kuten materiaalivirtauksen virtausnopeuteen ja aerosolipartikkeleihin kohdistuvaan nostevoimaan. Virtausnopeus lasketaan kaavan 10 mukaisesti. Eri kaasuvirtausten välinen virtausnopeus vaikuttaa osaltaan myös liekin muotoon ja muihin ominaisuuksiin samalla tavalla kuin Reynoldsin-luvun kanssa. [12 s. 26–28.]

$$\text{Kaasun virtausnopeus} \left(\frac{m}{s}\right) = \frac{\text{Kaasun massavirtaus} \left(\frac{kg}{s}\right)}{\text{Kaasun tiheys} \left(\frac{kg}{m^3}\right) * \text{Ulostuloaukon pinta-ala} (m^2)} \quad (10)$$

Eri nopeuksilla virtaavien kaasujen välille muodostuu luontaisesti rajapinnan vastuskittakaa. Aerosolipartikkeleiden kuljetukseen käytettävän pirskotuskaasun virtauksen kasvattaminen lisää partikkeleihin kohdistuvaa nostevoimaa, mikä lisää puolestaan rajapintojen kitkavoimaa merkittävästi. Virtausten välisen rajapinnan rikkominen saa liekin käyttäytymään turbulentsisesti. Nostevoiman kasvaminen parantaa myös lämmönsiirto-ominaisuuksia merkittävästi. [13.]

Kalifornian yliopiston tutkimuksessa huomattiin liekin sisäisen, preformin halkaisijaan suhteutetun ohuen materiaalivirtauksen, eli sellaisen virtauksen missä massavirtaus on suuri ja virtauksen ulostuloaukko pieni, heikentävän huomattavasti piidioksidin konsentraatiota ja depositionopeutta [13 s.10]. Rosendahl Nextromin CFD-simulaatiomalleissa on todettu, että liian hidas materiaalivirtaus saattaa saada aikaan pienen sivuvirtauksen



polttimen pinnalle, aiheuttaen piidioksidikerroksen muodostumisen polttimen pinnalle häiriten prosessia.

Rosendahl Nextromin OVD-prosessissa yleisesti ottaen kaikki kaasuvirtaukset ovat laminaarisia lukuun ottamatta OMCTS:n materiaalivirtausta, joka voi olla hyvinkin turbulентtinen tietyissä olosuhteissa. Materiaalivirran eli OMCTS:n ja pirskotuskaasun yhdistetyn virtauksen ja muiden kaasuvirtausten välille syntyy aina turbulентtinen ja suurikitkainen rajapinta. Tämä johtuu polttimen ulostuloaukkojen geometriasta sekä materiaalien fyysisistä ominaisuuksista.

### 2.2.2 Aine- ja energiataseiden vaikutus prosessiin

Jokaisessa palamisreaktiossa reaktion ekvivalenssisuhteella, eli reagoivien palamistuotteiden, reaktioon syötetyn hapen ja teoreettisen hapenkulutuksen välisellä suhteella on suuri vaikutus reaktion tapahtumiseen ja reaktiotuotteiden muodostumiseen. OVD-prosessin kannalta merkittävä ekvivalenssisuhde  $\lambda$  syntyy polttimelle syötettävän hapen ja OMCTS:n sekä palavien kaasujen teoreettisen hapenkulutuksen välille. Täydellisessä reaktiossa ekvivalenssisuhteen tulisi olla käytännössä katsoen aina yksi, jolloin palamiseen sekä reaktioon tarvittavaa happea on aina ylimäärä. Prosessiin kuitenkin syötetään runsas määrä ilmaa, jolloin osa ilman luonnollisesta hapesta voi ottaa osaa reaktioon. [14 s. 355–393.]

OMCTS:n reaktioon tarvittavan teoreettisen hapenkulutuksen voi laskea kaavalla 10. Tämä yhtälö kertoo, kuinka paljon kaavan 8 reaktioyhtälössä on happea ( $O_2$ ) käytettävissä reaktion muodostumiseen. Kerroin yhtälön osoittajassa kuvaa sitä osuutta, mikä reaktioon syötetystä  $sO_2$ :sta kuluu OMCTS:n reaktioon. Palamisreaktion laskentaan käytettyä kerrointa ei paljasta Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi. Yksi kilo OMCTS:a vaatii noin 1,726 kiloa happea reagoidakseen piidioksidiksi. [8.]

$$\lambda_{OMCTS} = \frac{\text{Palamisreaktion kerroin} * sO_2 (SLM)}{\left( \frac{1,726 \left( \frac{kg O_2}{kg OMCTS} \right)}{\rho_{O_2} (kg/m^3)} \right) * \dot{m}_{OMCTS} \left( \frac{g}{min} \right)} \quad (10)$$

Reaktiolämpöä tuottavan polttoainekaasun tarvittavan teoreettisen hapenkulutuksen määrä voidaan laskea yhtälöillä 11 ja 12. Yhtälö 11 kertoo tilanteen, kun polttoainekaasuna käytetään vetyä ( $H_2$ ), ja yhtälö 12 kertoo tilanteen, kun polttoainekaasuna käytetään metaania ( $CH_4$ ). Kerroin yhtälön osoittajassa kuvaa sitä osuutta, mikä reaktioon syötetystä  $sO_2$ :sta ei ota osaa OMCTS:n reaktioon

$$\lambda_{PA H_2} = \frac{\text{Palamisreaktion kerroin} * sO_2 (SLM) + pO_2 (SLM) + oO_2 (SLM)}{7,936 \left( \frac{kg O_2}{kg H_2} \right) * H_2 (SLM)} \quad (11)$$

$$\lambda_{PA CH_4} = \frac{\text{Palamisreaktion kerroin} * sO_2 (SLM) + pO_2 (SLM) + oO_2 (SLM)}{3,990 \left( \frac{kg O_2}{kg CH_4} \right) * CH_4 (SLM)} \quad (12)$$

Kaikkien reaktioiden yhdistetyn teoreettisen hapenkulutuksen määrä voidaan laskea yhtälöillä 13 ja 14. Yhtälö 13 kertoo tilanteen, kun polttoainekaasuna käytetään vetyä ( $H_2$ ) ja yhtälö 14 kertoo tilanteen, kun polttoainekaasuna käytetään metaania ( $CH_4$ ). Tämän yhtälön avulla voidaan tarkastella kaikkien reaktioiden yhteistä tasapainoa kokonaisuudessaan. Tasapaino on tärkeää säilyttää prosessin optimaalisen lopputuloksen kannalta.

$$\lambda_{Yhdistetty H_2} = \frac{sO_2 (SLM) + pO_2 (SLM) + oO_2 (SLM)}{\left( 1,209 \frac{SL O_2}{g OMCTS} * \dot{m}_{OMCTS} \frac{g}{min} \right) + 0,5 \frac{mol O_2}{mol H_2} * H_2 (SLM)} \quad (13)$$

$$\lambda_{Yhdistetty CH_4} = \frac{sO_2 (SLM) + pO_2 (SLM) + oO_2 (SLM)}{\left( 1,209 \frac{SL O_2}{g OMCTS} * \dot{m}_{OMCTS} \frac{g}{min} \right) + 2 \frac{mol O_2}{mol CH_4} * CH_4 (SLM)} \quad (14)$$

Koelaboratoriossa suoritettujen aikaisempien kokeellisten tulosten perusteella tiettyyn pisteeseen asti alle yhden oleva ekvivalenssisuhde tuotti hyvän depositiotehokkuuden eli sen osuuden, mitä reagoineesta piidioksidisootista saadaan kerättyä talteen ydinlasiaihokaran pinnalle. Oletettavaa onkin, että täydellisen reaktion tavoittelemisen ei välttämättä tuota parhaita mahdollista lopputulosta haluttujen prosessiparametrien kannalta, vaan reaktiomekanismin halutaan jatkuvan vielä preformin pinnalla.

Energia- ja lämmönsiirtomekanismeilla on suuri vaikutus prosessiin. 400 °C:n muutos liekin lämpötilassa vastaa 100 °C:n muutosta preformin pinnanlämpötilassa preformin tehdessä sivusuuntaista liikettä yhden polttimien yllä noin 1000 mm/min vauhdilla [15].

Prosessin termoforeettisia ominaisuuksia tarkasteltaessa paras kuvaaja on lämpötilagradientti preformin pinnalla. Tätä lämpötilagradienttia voidaan parhaiten kuvailla dimensiottomalla Nusseltin luvulla, joka on esiteltyä yhtälössä 15, jossa  $L$  on karakteristinen mitta, eli kappaleen pinta-ala jaettuna kappaleen piirillä. Termillä  $k$  kuvataan fluidin lämmönjohtavuutta.

$$Nu = \frac{L \cdot h}{k} \quad (15)$$

Nusseltin luvun kasvaessa on Kalifornian yliopiston tutkimuksessa kokeellisesti osoitettu depositiotehokkuuden kasvavan tietyissä tilanteissa. Kuumien kappaleiden, kuten preformien, osalta Nusseltin luvusta tulee negatiivinen preformin suojaisalta puolelta, eli siltä puolelta, joka jää preformin ja liekkiä taakse. Tämä aiheuttaa partikkelittomien kerroksien muodostumista suojaiselle puolelle. Kaasujen virtausnopeuksien kasvattaminen kasvattaa Nusseltin lukua, mutta sen kokeellisesti osoitettiin vähentävän depositiotehokkuutta. Liekin korkeampi palamislämpötila johtaa pienempään Nusseltin lukuun, mutta sen osoitettiin parantavan depositiotehokkuutta. [13 s.10.]

Rosendahl Nextromin koelaboratorion OVD-prosessilaitteistossa on tuotekehitystarkoituksissa asennettu erillinen preformin pinnan lämpötilaa mittaava kamera, joka näyttää melko tarkasti preformin pinnan erilaisia lämpötilanvaihteluita.

### 2.2.3 Depositioetäisyyden ja mekaanisten liikkeiden vaikutus prosessiin

Depositioetäisyydellä eli etäisyydellä polttimien pinnasta preformin pintaan on merkitystä prosessin lopputuloksen kannalta. Optimaalinen depositioetäisyys hyvän depositionnopeuden kannalta on se etäisyys, jossa piidioksidin konsentraatio liekissä on suurin. Optimaalinen etäisyys muuttuu, kun polttimen geometriaa tai prosessiparametreja muutetaan. Optimaalista etäisyyttä voidaan hakea kokeellisen testaamisen avulla, tai apuna voidaan käyttää esimerkiksi CFD simulointimalleja, joihin Rosendahl Nextrom panostaa suunnittelussaan. Rosendahl Nextromin OVD-prosessilaitteistossa depositioetäisyys pystytään pitämään hallittuna koko prosessin ajan. Preformin halkaisijan kasvaessa laitteiston mekaniikka ja automatiikka pitävät depositioetäisyyden määritellyssä arvossa koko prosessin ajan. Näin tekemällä voidaan parantaa piidioksidisoottikerrosten yhtenäisyyttä ja tasaista lämmönjakoa koko prosessin keston aikana.

Traversoinnilla eli preformin sivuttaisella edestakaisella liikkeellä polttimien yllä on suuri vaikutus preformin pinnan lämmönjakoon ja piidioksidisoottikerrosten muodostumiseen. Traversointi ei ole vain edestakaista liikettä, vaan se noudattaa tiettyä algoritmia eri käännoispisteiden löytämisessä. Eri optisen kuidun valmistajilla on omat algoritminsä, ja ne saattavat olla parhaimmillaan patentoituja. Alustavien koelaboratoriossa suoritettujen kokeiden tulosten perusteella pidempi etäisyys laskennallisten käännoispisteiden välissä auttaa hallitsemaan preformin pinnan lämpötilaa paremmin, mutta prosessin loppuvaiheilla tapahtuvan kasvavan materiaalisuutuksen aikana pintakerrosten tasaisuus saattaa kärsiä, jolloin lopulliseen preformiin saattaa jäädä hieman ”aaltoileva” pinta. Pienemmällä etäisyydellä käännoispisteiden välillä preformin pinnanlämpötila kasvaa, jolloin osia prosessista saattaa olla vaikeampi hallita. Pienemmällä etäisyydellä pintakerrokset olivat hieman tasaisempia prosessin lopussa.

Preformin pyörintänopeudella on myös vaikutusta pinnan lämpötilagradientin ja termoforeettisten ominaisuuksien säätelyyn. Pyörintänopeus osaltaan vaikuttaa siihen, kuinka kauan aikaa depositioliekin kuumin osuus on kosketuksissa preformin pinnan kanssa. Preformin pyöriessä liekistä katsottuna suojaista puoli jäähtyy, kunnes se tulee taas kosketuksiin depositioliekin kanssa. Suojaisan puolen jäähtymistä korostaa sen yläpuolella olevan partikkelinpoistosysteemin yhteen kautta imetty ilma, joka imee myös lämpöä pois prosessista. Hidas pyöritys saattaa myös aiheuttaa virhelukemaa preformin pinnan lämpötilamittaukseen, sillä preformin pinta ehtii jäähtyä ennen lämpötilamittauspisteeseen saapumista. Preformin pyörimisen kehänopeus halutaan pitää koko prosessin ajan samana, jotta pyörimisen aiheuttamat vaikutukset prosessiin olisivat koko prosessin keston ajan samanlaiset, jolloin piidioksidisoottikerrokset muodostuvat mahdollisimman yhtäläisissä olosuhteissa koko prosessin ajan. Rosendahl Nextromin OVD-prosessilaitteistolla voidaan säätää pyörimisen kehänopeutta pyöritysmoottoreiden PID-säätimien sekä erillisen halkaisijan mittauksen avulla.

Preformi on kiinni kahdessa erillisessä pylkässä, jotka toimivat synkronoidusti keskenään automaation avulla. Toinen pylkkä on ohjaava ja toinen seuraa perässä. Kuitenkin kahden pylkän välille saattaa ajan kuluessa muodostua mekaanisesta kulumisesta, ruuvien löystymisestä tai muusta syystä johtuen tulla epäkeskeisyysvirheitä, minkä takia ydinlasihiokaran keskikohta ja polttimien materiaalilinjan keskikohta eivät ole samassa kohdassa toisiinsa nähden. Tämä aiheuttaa eroa depositioliekin optimaalisen kohdan

löytämisessä eri polttimien välillä, jolloin depositiotehokkuus kärsii huomattavasti. [13 s.10.]

#### 2.2.4 Prosessin ulkopuolisten tekijöiden vaikutus prosessiin

Rosendahl Nextromin OVD-prosessilaitteisto on suunniteltu siten, että prosessin ulkopuoliset prosessiin vaikuttavat tekijät on pyritty minimoimaan. Kuitenkin prosessin ulkopuolisia tekijöitä aina välillä esiintyy ja ne tulee tunnistaa omana vaikuttavana tekijänään, eikä niinkään prosessimuutoksen aiheuttamana tekijänä. Yleisin ulkopuolinen vaikuttava tekijä on tiivisteiden hajoaminen tai lämpenemisen myötä tapahtuva metallirakenteiden liikehdintä. Prosessikammio pidetään alipaineistettuna erillisellä partikkelinpoistolaitteistolla, jolloin tiivisteiden pettäessä tai rakenteiden raottuessa ilmavirtaus kammion sisällä muuttuu. Ilmavirtausten muutoksilla on usein vaikutusta depositioliekin toimintaan.

Prosessiin syötetään tuhansia kuutioita tunnissa ilmaa jäähdytystarkoituksissa ja edistämään partikkelinpoistoimunan toimintaa. Prosessia on pakko jäähdyttää, sillä laitteiston tietyt komponentit, kuten venttiilit ja erilaiset mittauslaitteistot, asettavat lämpötilarajoituksia prosessikammioon. Syötetyn ilman sisältämä happi ottaa kuitenkin osittain osaa prosessin palamisreaktioon, jolloin optimaalinen palamissuhde täytyy arvioida uudestaan. Syötetyn ilman määrä ja virtaus tulee olla aina pienempi kuin poistetun ilman määrä, sillä muutoin preformiin tarttumattomat irralliset piidioksidipartikkelit saattavat jäädä pyörimään prosessikammioon, aiheuttaen polttimien ja niiden virtausohjureiden eli shroudien tukkeutumista. Suurella nopeudella virtaava ilma vaikuttaa myös depositioliekkiin, jolloin se alkaa käyttäytyä turbulenttien ominaisuuksien mukaan. Tällä on vaikutusta optimaalisen depositiokohdan löytämisessä.

Kammioon virtaavaa ilmaa säädellään automaattisesti, mutta Rosendahl Nextromin koe-laboratorion OVD-prosessi partikkelinpoisto tapahtuu erillisellä laitteistolla, joka ei kommunikoi OVD-prosessilaitteiston kanssa. Tästä syystä prosessikammion alipaineistamista säätelee laitteiston operaattori. Partikkelinpoistolaitteisto säätelee myös poistuvan ilman määrää, jolloin se on aina inhimillisen virheen varassa, eikä sen voida koskaan

olettaa toimivan täysin samanlaisesti eri prosessiajojen välillä. Partikkelinpoistolaitteistossa saattaa joskus sattua rikkoja sen filttärintisysteemissä, ja tämän on todettu vaikuttavan poistuvan ilman määrään ja sitä kautta preformin pinnanlämpötilaan ja liekkien toimintaan.

### **3 Preformin valmistamisen haasteet prosessikehityksen näkökulmasta**

#### **3.1 Preformin valmistamisen haasteet ja lähtötilanne**

Preformien valmistamiseen käytettävät laitteistot myydään asiakkaalle usein preformin valmistamiseen kuluva sykliajan mukaan. Sykli aika kertoo sen, kuinka kauan preformin valmistamiseen kuluu aikaa ensimmäisestä prosessivaiheesta siihen asti että preformi on valmiina kuidunvetoprosessia varten. Pienempi sykli aika on yksi tekijä, johon tuotekehitysprosessilla pyritään.

Haasteena on saavuttaa halutut prosessin lopputuloksen parametrit optisen kuidun valmistuslaitteistoille erään asiakkaan esihyväksymiskriteerien mukaan. Prosessikehitystä lähdetään tarkastelemaan retrospektiivisesti koeajojen 20009FED, 20020QSD ja 20048QSD mukaan. Koeajon numerointi on Rosendahl Nextromin sisäisen kirjanpidon mukainen, eikä sen merkitystä avata tässä työssä tietosuojan vuoksi. Koeajot eivät ole peräkkäisiä, mutta ne sopivat vertailuun vaikuttavien prosessiparametrien tarkastelua varten. Tässä työssä ei myöskään käsitellä oikeita prosessiarvoja, vaan ne kerrotaan prosenttiosuutena tavoitteesta.

##### **3.1.1 Koeajo 20009FED**

Tässä osiossa tarkastellaan tämän koeajon osalta prosessin ekvivalenssisuhteita, lämpöarvoja ja pintalämpötilaa. Taulukossa 1 nähdään puutteet ja ylitykset tarkastelua varten valittujen prosessin lopputuloksen parametrien osalta.

Taulukko 1. Koeajon 20009FED esihyväksymiskriteerien puutteet ja ylitykset prosenttiosuutena tavoitteesta.

Puutteet esihyväksymiskriteerin saavuttamiseksi		
Koeajo:	20009FED	
Depositionopeus (g/min)	16,7	% Pienempi kuin tavoite
Depositotehokkuus (%)	4,5	% Pienempi kuin tavoite
Depositioaika (min)	1,3	% Suurempi kuin tavoite
Tiheys (g/cm <sup>3</sup> )	20,0	% Suurempi kuin tavoite

Ekvivalenssisuhteiden kehitystä voidaan seurata prosessin ennalta määritettyjen virtausparametrien perusteella koko prosessin ajalta. Ekvivalenssisuhteet eivät ota huomioon prosessiin sisäilmapuhaltimen kautta syötetyn ilman sisältämää atmosfääristä happea. Koeajon 20009FED ekvivalenssisuhteet prosessin ajallisen keston funktiona on esitelty kuvassa 7 (liite 3).

Prosessin palamisreaktioissa syntyvät lämpöarvot kertovat polttimen lämmitystehosta prosessin aikana. Lämpöarvo voidaan jakaa polttoainekaasujen palamisreaktiossa syntyvän lämmön ja OMCTS:n palamisreaktiossa syntyvän lämpöarvon mukaan. Kuvassa 8 on esiteltynä koeajon 20009FED lämpöarvot prosessin ajallisen keston funktiona. (liite 3)

### 3.1.2 Koeajo 20020QSD

Poiketen edellisestä vertailtavasta koeajosta koeajossa 20020QSD prosessiin syötettäviä ilmavirtauksia muutettiin rajusti. Syötettävä ilmavirtausmäärä on paljon pienempi ja poistuva ilmavirtausmäärä on paljon suurempi. Tämä ajo valittiin vertaluuun, koska haluttiin ottaa tarkasteluun myös mukaan kemiallisten prosessien ulkopuoliset vaikuttavat tekijät. Taulukossa 2 nähdään puutteet ja ylitykset tarkastelua varten valittujen prosessin lopputuloksen parametrien osalta.

Taulukko 2. Koeajon 20020QSD esihyväksymiskriteerien puutteet ja ylitykset prosenttiosuutena tavoitteesta.

<b>Puutteet esihyväksymiskriteerin saavuttamiseksi</b>		
Koeajo:	20020QSD	
Depositionopeus (g/min)	6,7	% Pienempi kuin tavoite
Depositotehokkuus (%)	6,9	% Suurempi kuin tavoite
Depositioaika (min)	4,3	% Suurempi kuin tavoite
Tiheys (g/cm <sup>3</sup> )	3,3	% Suurempi kuin tavoite

Ekvivalenssisuhteet ja lämpömäärät koeajon 20020QSD osalta on esiteltyä kuvassa 9. (liite 4)

### 3.1.3 Koeajo 20048QSD

Koeajo 20048QSD on ensimmäinen koeajo, jossa esihyväksymiskriteerit depositionopeudelle saavutettiin. Muutoksia prosessin lämpötilaan vaikuttaviin parametreihin tehtiin prosessin loppupuolella selventääkseen niiden vaikutusta prosessin lopputuloksen parametreihin. Taulukossa 3 nähdään puutteet ja ylitykset tarkastelua varten valittujen prosessin lopputuloksen parametrien osalta.

Taulukko 3. Koeajon 20048QSD esihyväksymiskriteerien puutteet ja ylitykset prosenttiosuutena tavoitteesta.

<b>Puutteet esihyväksymiskriteerin saavuttamiseksi</b>		
Koeajo:	20048QSD	
Depositionopeus (g/min)	6,8	% Suurempi kuin tavoite
Depositotehokkuus (%)	14,4	% Suurempi kuin tavoite
Depositioaika (min)	5,8	% Suurempi kuin tavoite
Tiheys (g/cm <sup>3</sup> )	5,0	% Suurempi kuin tavoite

Koeajon 20048QSD ekvivalenssisuhteissa on selvä ero prosessin loppuvaiheessa verrattuna aikaisempiin vertailun alla oleviin koeajoihin. Ekvivalenssisuhteen on esiteltyä kuvassa 10. (liite 5)

Ekvivalenssisuhteiden muuttuessa myös lämpöarvo muuttuu. Koeajon 20048QSD lämpöarvo on suurempi prosessin loppuvaiheilla muihin vertailukohteisiin verrattuna. Koeajon lämpöarvot löytyvät kuvassa 11. (liite 5)



### 3.2 Koeajojen reaktio-ominaisuuksien lähtökohdat

Koeajot 20009FED ja 20020QSD ovat OMCTS:n syötön osalta lähtökohdiltaan hyvin samanlaisia, mutta koeajo 20048QSD poikkeaa tässä asiassa muita enemmän. OMCTS:n syötön progressio kohti maksimivirtausta on koeajossa 20048QSD jyrkkä, vaikkakin se tasoittuu prosessin loppuvaiheessa samalle tasolle muiden koeajojen kanssa. Depositionaika, eli se aika milloin OMCTS:a syötetään, kunnes preformin haluttu tavoitepaino saavutetaan, on suhteellisesti kaikkein suurin koeajossa 20009FED ja taas suhteellisesti pienin koeajossa 20048QSD. OMCTS:n syöttö prosessin keston funktiona on esiteltyinä kuvassa 12 (liite 6)

Koeajojen ekvivalenssisuhteilla ja syötetyillä polttoainekaasuilla on suuri vaikutus preformin pinnan maksimilämpötilaan. Koeajossa 20009FED pinnan maksimilämpötila pysyy prosessin loppuun asti muita koeajoja korkeamana, eikä selvää laskua loppua kohden synny. Koeajoissa 20020QSD ja 20048QSD preformin pinnan maksimilämpötila alkaa hiipua tasaisesti prosessin loppupuolta kohti mentäessä. Pinnan maksimilämpötilat ovat näissä ajoissa kuitenkin verrattain samanlaiset, vaikkakin koeajossa 20048QSD on muista ajoista poiketen nostettu polttoainekaasujen määrää tuottamaan niiden osalta suurempaa lämpöarvoa prosessin loppuvaiheilla. Koeajojen preformien maksimipinnanlämpötilat löytyvät kuvassa 13. (liite 6)

Preformien pinnanlämpötilan lisäksi on järkevää vertailla myös prosessikammioista poistuvan ilman lämpötilaa. Tämä lämpötila antaa yleisesti tietoa prosessikammiossa olevasta lämpötilasta, sillä preformin pinnanlämpötilaa mittaava lämpökamera ottaa mitausdataa vain hyvin pieneltä alueelta pinnasta. Korkein poistoilman lämpötila on ollut koeajossa 20048QSD ja matalin koeajossa 20009FED. Poistuvan ilman lämpötilassa on melko suurta vaihtelua näiden kahden koeajon välillä. Koeajojen prosessikammion poistoilman lämpötila prosessin keston funktiona löytyy kuvassa 14 (liite 6)

### 3.3 Koeajojen mekaanisten ominaisuuksien lähtökohdat

Suurimmat mekaaniset erot koeajojen välillä löytyy preformia kannattelevien pylkkien positioissa, eli deposition kasvatusetäisyydessä sekä sisäilmapuhaltimen toimintakapasiteetissa. Koeajot 20009FED ja 20020QSD noudattelevat prosessin alkupuoliskon ajan samaa depositioetäisyyttä, mutta loppupuoliskolla 20009FED laskee vaihteittain kaikkiin ajoihin verrattuna alimpaan positioon ja palaa siitä sitten asteittain ylemmäs. Koeajon 2020QSD loppupuolisko jatkaa tasaista lineaarista nousua loppuprosessin ajan. Muista ajoista poiketen koeajossa 20048QSD depositioetäisyys laskee asteittain prosessin alkuvaiheilla matalaan pisteeseen, josta se lähtee kipuamaan tasaisen lineaarisesti ylöspäin prosessin loppua kohden. Pylkkien positio prosessin keston funktiona on esiteltyä kuvassa 15. (liite7)

Sisäilmapuhaltimen toiminnan osalta kaikki koeajot noudattelevat samaa kaavaa, missä ilman syöttö alkaa tietyltä tasolta ja kasvaa tasaisesti prosessin keston aikana. Koeajossa 20009FED sisäilmapuhallin toimii muihin koeajoihin verrattuna suurimmalla toimintakapasiteetilla eli prosentuaalisella osuudella sisäilmapuhaltimen maksimitehosta. Vastaavasti pienimmällä toimintakapasiteetilla on ajettu koeajossa 2020QSD ja koeajossa 20048QSD näiden kahden ajon välimaastossa. Ero syötetyssä ilmamäärässä on kuitenkin tuhansia kuutioita tunnissa. Koeajojen välinen sisäilmapuhaltimen toimintakapasiteetti prosessin keston funktiona on esiteltyä kuvassa 16. (liite 7)

Preformin pyöritysnopeudessa suurin eroavaisuus löytyy koeajosta 20009FED, jossa pyöritys ei tapahtunut automaattisella säädöllä halkaisijan mittauksen ja kehänopeuden laskennan mukaan, vaan se oli syötetty manuaalisesti parametreinä prosessia ohjaukselle yksikölle. Kaikkien ajojen pyöritysnopeudet olivat verrattain samankaltaisia, mutta alhaisin pyöritysnopeus oli koeajossa 20048QSD. Pyöritysnopeudet prosessin keston funktiona löytyvät kuvasta 17. (liite 7)

Koeajojen välillä on prosessin kammion paineessa ollut suurta vaihtelua. Prosessikammion paine on yhteydessä partikkelisuodatinaseman puhaltimien toimintaan. Suurin alipaine oli koeajossa 20020QSD ja pienin alipaine koeajossa 20009FED. Prosessikammion alipaineet prosessin keston funktiona löytyvät kuvasta 18. (liite 7)

### 3.4 Vertailun virhetekijöiden tunnistaminen

Koeajot ovat pääosin vertailtavissa keskenään, mutta koeajojen vertailua varten tulee tunnistaa mahdolliset häiriötä aiheuttavat virhetekijät. Koska koeajot eivät olleet peräkkäisiä koeajoja, on niiden välillä tapahtunut prosessiin vaikuttavia ulkopuolisia muutoksia. Tällaisia muutoksia on esimerkiksi polttimen vaihtaminen uuteen tai kahden polttimen paikkojen vaihtaminen keskenään. Jokainen poltin toimii hieman eri lailla johtuen kulumisesta, valmistuksen toleransseista tai kemikaaliputken vääntymisestä, jolloin polttimen toiminta voi aiheuttaa mahdollista virhetekijää prosessin lopputulokseen koko prosessin keston aikana. Prosessilaitteistoon on tehty myös monenlaista mekaanista säätöä ja rutiininomaista huoltoa, jonka tarkoituksena on ollut kohdistaa ydinlasiaihokaraa ja poltinrivistöä keskeisesti toisiinsa nähden. Myös preformin päätykartiot muodostavien päätypolttimien asentoja on muutettu. Päätypolttimella on suora vaikutus poltinrivistön laitemaisten polttimien toimintaan, jolloin sen asennon muuttaminen vaikuttaa suoraan myös prosessin lopputuloksen parametreihin. Päätypolttimen asennon muuttamisella on myös muita vaikutuksia preformin profiiliin ja sitä kautta koko prosessin lopputulokseen.

Toinen merkittävä virhetekijän mahdollisuuden aiheuttaja on mittalaitteiston tarkkuus. Rosendahl Nextromin tuotekehityslaboratorion prosessilaitteistoihin on asennettu lukuisia eri mittalaitteistoja, jotka keräävät mittausdataa jatkuvasti. Tuotekehitystä varten kerättyä dataa kerätään osittain näiden mekaanisten mittalaitteistojen avulla ja osittain erillisten laitteiston ulkopuolisten analogisten mittausvälineiden avulla. Välillä tuloksia kirjataan laitteistossa olevan mittausdatan perusteella ja välillä analogisen mittaustavan perusteella. Mittausdatan keräämisestä ja raportoinnista vastaa vuorossa oleva prosessioperaattori, joten myös inhimillisen virhetekijän riski on olemassa. Mittauslaitteistojen välisen eron on todettu olevan keskimäärin 2 %.

## 4 Koeajojen tulokset

Vertailutarkkuuden parantamiseksi mittausdataa tulee yhtenäistää kaikilla mahdollisilla tavoilla ja data tulee skaalata samalle vertailtavalle skaalalle. Vertailun tavoitteena on poimia ja eristää koeajosta tiettyjä parametrejä, joiden avulla voidaan todentaa aikaisemmin havaitut ilmiöt ja tutkimuksiin perustuva teoria käytännössä. Vertailukohtana toimii

myös prosessilla saavutettu lopputulos preformien haluttujen parametrien kannalta. Prosessin käyttäytymisen ja prosessimuutosten vaikutusten todentaminen antaa arvokasta tietoa tulevaisuuden prosessikehitystä varten. Koeajojen parametrejä vertaavat kuvaajat löytyvät liitteestä 3.

#### 4.1 Koeajojen tulosten keskinäinen vertailu

Vertailtaviksi parametreiksi valittiin lopullisen preformin parametreista depositioaika, depositiotehokkuus, depositionopeus ja preformin tiheys. Depositioaika on hyvin pitkälti sidoksissa haluttuun tavoitepainoon, joka puolestaan on sidoksissa ydinlasiaihokaran geometriaan. Tämän takia jokaisessa koeajossa tavoiteaika vaihteli, mutta suhteellisesti paras tavoiteaika saavutettiin koeajossa 20048QSD. Tavoiteaika on yksi tärkeimmistä parametreista saavuttaa, sillä se on suoraan sidottuna optisen kuidun valmistuksen sykliin. Pieni tavoiteaika on suoraan johdannaista suuresta depositionopeudesta ja depositiotehokkuudesta. Nämä olivat yhtäläisesti suurimmat koeajossa 20048QSD. Koeajojen depositiotehokkuus ja depositionopeus prosessin keston funktiona on esiteltyinä kuvissa 19 ja 20. (liite 8)

Tiheyden merkityksellisyyttä arvioidessa käytetään suhdetta preformin halkaisijan ja preformin piidioksidisoottikerroksen massan välillä. Tiheys on tavoitepainosta ja maksimi-halkaisijasta riippuva parametri, jolla on myös suurta vaikutusta optisen kuidun geometriaan. Tiheydellä on myös merkitystä preformin fyysisten ominaisuuksien kannalta, sillä tiheys on olennainen tekijä preformin eri piidioksidisoottikerrosten välille muodostuvien jännityksien takia. Tiheys on hyvä vertailukohde prosessin vaikutusten kannalta, sillä se kertoo suoraan piidioksidihukkasten muodostumisesta ja agglomeroitumisreaktiosta. Koeajojen piidioksidisoottimassan ja preformin halkaisijan välinen suhde prosessin keston funktiona löytyy kuvasta 21. (liite 8) Suurin tiheys ei välttämättä ole aina paras lopputulos, sillä matalampi tiheys on yhteydessä suurempaan depositionopeuteen.

Koeajojen vertaileminen keskenään on vaikeaa, sillä rinnakkaisvaikutuksia saattaa olla lukematon määrä, joten suora vertailu ei välttämättä tuota realistista loppupäätelmää. Taulukossa 4 on listattu ominaisuuksia ja lopputuloksia koeajojen välillä. Taulukoinnin listauksen avulla pyritään selvittämään mahdollisia vaikuttavia tekijöitä ilmiöiden taustalla.

Taulukko 4. Vertailtavien koeajojen lähtötilanteet ja kokeiden lopputulokset yksinkertaistetussa muodossa.

Koeajo	20009FED	20020QSD	20048QSD
<b>Mekaaniset lähtökohdat</b>			
Preformin pyöritysnopeus	pienin	suurin	keskiväli
Pyykkien positio 0-pisteestä	keskiväli	suurin	pienin
Sisäilmapuhaltimen teho	suurin	keskiväli	pienin
Prosessikammion alipaine	pienin	suurin	keskiväli
<b>Prosessiominaisuudet</b>			
OMCTS virtausmäärä	keskiväli	pienin	suurin
Prosessin Ekvivalenssisuhteet	suurin	keskiväli	pienin
Preformin pinnanlämpötila	suurin	pienin	keskiväli
Poistoilman lämpötila	pienin	keskiväli	suurin
<b>Lopputulos</b>			
Depositioaika	keskiväli	suurin	pienin
Tiheys	suurin	keskiväli	pienin
Depositiotehokkuus	pienin	keskiväli	suurin
Depositionopeus	pienin	keskiväli	suurin

#### 4.2 Virhetekijöiden eliminointi ja mittausepävarmuus

Mittausepävarmuuden virhetekijöitä pyrittiin minimoimaan käyttämällä jokaisessa koeajossa yhdestä samasta paikasta otettua mittausdataa. Mittausdata haettiin suoraan mittausdataa säilyttävältä sisäiseltä serveriltä, jolloin mittausdata pystyttiin ajoittamaan tarkasti tietylle hetkelle jokaisen koeajon kohdalla. Käytetty mittausdata täysin automaattisen mittauksen takana, jolloin operaattorin tekemää silmämääräistä mittausvirhettä ei synny.

Depositioetäisyyden mittaamisessa ja arvioimisessa käytettiin pylkän positiota nollapistestä, koska depositioetäisyyttä mittaava parametri ei näiden koeajojen vertailemiseen sovellu, sillä preformin halkaisijaa mittaava mittalaite, joka on yhteydessä depositioetäisyyden laskentaan, on kalibroitu koeajojen 20009FED ja 20020QSD jälkeen. Tästä syystä halkaisijan mittauksessa on koeajojen huomattavaa eroa. Tämä ero saadaan poistettua depositioetäisyyden mittauksessa käyttämällä pylkän positiota nollapistestä, jolloin mittalaitteen epävarmuus ei näy lopullisessa vertailutuloksessa.

Koeajoissa 20009FED ja 20020QSD halkaisijan mittausta näytti heti alusta 8 millimetriä pienempää halkaisijaa, mitä todellisuudessa lasiahiokaran halkaisija oli. Tämä epäkohta on otettu huomioon koeajojen vertailussa. Koeajon 20048QSD kohdalla halkaisijan mittausta näytti kalibroinnin jälkeen täsmälleen oikeaa lukemaa. Halkaisijan mittausta on myös yhteydessä preformin pyöritysnopeuteen ajoissa 20020QSD ja 20048QSD. Koeajossa 20020QSD kehänopeuden mukaan laskettu pyöritys todellisuudessa eri nopeudella. Tämä yksityiskohta on otettu huomioon tuloksia verrattaessa.

## 5 Prosessimuutosten ja mekaanisten muutosten vaikutusten arviointi

Prosessimuutosten vaikutuksia arvioitaessa retrospektiivisesti tulee tuntee lähtötilanne mahdollisimman hyvin ja tunnistaa mahdollisesti vääriä tulkintoja aiheuttavat virhetekijät. Kootun aineiston pohjalta voidaan tehdä joitakin yksinkertaistettuja johtopäätöksiä prosessimuutosten ja mekaanisten muutosten vaikutuksesta preformin lopputulokseen. Päätelmät pohjataan kirjallisuudesta löytyvään tietoon sekä Rosendahl Nextromin aikaisempaan tutkimustietoon. Päätelmät ovat kuitenkin myös pitkälti yrityksen nykyisen tietotason ja ymmärryksen mukaisia, sillä kaikkia yhteisvaikutuksia ei vielä tunneta.

### 5.1 Prosessimuutosten vaikutusten arviointi

Koeajot 20009FED ja 20020QSD olivat prosessiominaisuuksiltaan lähtökohtaisesti hyvinkin samalaisia. Koeajossa 20009FED ekvivalenssisuhteet olivat hieman lähempänä lukua 1, mutta ero ei ole huomattava, kuten voidaan kuvista 7 ja 10 päätellä (liitteet 1 ja 2). Prosessin tuottama lämpöarvo näissä kahdessa ajossa on hyvinkin samankaltainen. Kummassakin kyseessä olevassa koeajossa polttoainekaasujen tuottama lämpöarvo vaikeoituu 250 minuutin prosessikeston jälkeen, mutta OMCTS:n lämpöarvo kasvaa ja muodostaa suurimman osan lämpöarvon kasvusta. Koeajojen 2009FED ja 20020QSD samankaltaisuudesta prosessiominaisuuksien osalta voidaan tehdä johtopäätös, että tarkasteltaessa suurin vaikutus prosessin lopputulokseen ja keskinäiseen eroavuuteen löytyy mekaaniselta puolelta.

Koeajo 20048QSD poikkeaa selvästi kahdesta muusta koeajosta prosessiominaisuuksiltaan. OMCTS:n syötön progressio on jyrkkä, mikä tarkoittaa, että syötetty OMCTS kokonaisuus on suurempi kuin muissa ajoissa. Ekvivalenssisuhteet ovat tässä koeajossa kaikista koeajoista kauimpana luvusta 1. Poiketen muista koeajoista polttoainekaasujen tuottama lämpöarvo ei vakioitu 250 minuutin jälkeen, vaan jatkaa kasvua lähes lineaarisesti prosessin loppua kohden. Koeajossa 20048QSD oli preformin lopputuloksen kannalta parhaat parametrit, ja se poikkesi prosessiominaisuuksiltaan eniten muista koeajoista, joten koeajo valitaan lähempää tarkastelua varten prosessiominaisuuksiensa vuoksi.

Koeajossa 20048QSD OMCTS:n syötön nopea progressio yhdistettynä hieman korkeampaan polttoainekaasuilla tuotettuun lämpöarvoon nosti depositionopeuden ja depositiotehokkuuden ylitse muiden vertailtujen koeajojen. Näiden parametrien yhdistelmän ansiosta myös depositioaika pysyi tavoitteessa. Myöskin matalammalla OMCTS:n ekvivalenssisuhteella on ollut vaikutusta reaktion muodostumiseen, mikä tukee aikaisemmin koelaboratoriossa havaittua ilmiötä OMCTS:n reaktiokäyttäytymisestä. Prosessiominaisuuksien vaikutuksia on yhteisvaikutusten takia vaikea eritellä, mutta johtopäätös voidaan tehdä kolmen asian yhteisvaikutuksesta. Kolme vaikuttavaa tekijää yhdessä paransivat prosessiominaisuuksia, ja ne tekijät olivat OMCTS-syötön nopea progressio, korkeampi polttoainekaasulla tuotettu lämpöarvo ja riittävän alhainen ekvivalenssisuhde. Ekvivalenssisuhteen hyvin vähäisestä vaihtelusta koeajojen välillä voidaan olettaa ekvivalenssisuhteen merkityksen olleen todennäköisesti kahta muuta muuttujaa pienempi vaikuttava tekijä. Preformin lopputulosta parantavat tekijät siis todennäköisesti liittyvät preformin pinnan lämmönsiirtomekanismeihin ja syötetyn OMCTS:n määrään.

## 5.2 Mekaanisten muutosten vaikutusten arviointi

Jokaisessa koeajossa mekaaniset lähtökohdat vaihtelivat keskenään. Mekaanisilla muutoksilla on selvästi ollut vaikutusta preformien ulkomuotoon ilmavirtauksien kautta, sillä jokaisen preformin ulkomuoto vaihtelee. Preformien ulkomuotojen vaihtelu voidaan havaita kuvasta 23 (liite 9). Prosessikammion ilmavirtaukset ovat olleet koeajojen välillä hyvinkin erilaiset. Koeajon 20009FED kohdalla prosessikammion alipaine on ollut lähes neljä kertaa pienempi kuin koeajojen 20020QSD ja 20048QSD kohdalla. Preformin

muoto on epätasaisin koeajon 20009FED kohdalla, mistä voidaan päätellä kammion paineella olevan vaikutusta preformin muotoon. Muotovaihtelu koeajon 20009FED johtuu todennäköisimmin poistuvan ilman vaikutuksesta prosessiliekkeihin. Koeajossa 20009FED sisään syötetyn ilman määrä oli koeajoista suurin ja poistuvan ilman määrä pienin. Tällä on ollut vaikutusta prosessiliekkien toimintaan ja preformin muototekijöihin. Osittaisia vaikutuksia myös prosessiominaisuuksiin on voinut esiintyä, sillä prosessikammion lämpötila on riippuvainen poistuvan ja sisään syötetyn ilman määrästä. Muotovaihteluun on myös vaikuttanut prosessipolttimien puhtaus ja partikkelinpoistohuuvien lämpien asento, mutta näitä tekijöitä on todella vaikea tarkastella ja verrata jälkikäteen.

Pyöritysnopeus on vakioitu halkaisijan mittauksen avulla koeajoissa 20020QSD ja 20048QSD. Tasainen kehänopeus koko preformin kasvun ajan tasaa lämmönsiirto-ominaisuuksia prosessin keston aikana eikä aiheuta satunnaisia piikkejä pinnanlämpötilaan. Tasainen pyöritys estää vaihteluita piidioksidisootin kerrostiheyteen. Koeajoissa 20020QSD ja 20048QSD on näennäisesti ollut pyörityksessä sama nopeus, mutta koska pyöritysnopeus on sidottuna halkaisijan mittaukseen ja koeajossa 20020QSD halkaisijan mittaus on lähtenyt paljon todellisuutta alhaisemmasta luvusta niin todellisuudessa pyöritysnopeudet ovat eronneet toisistaan. Todellisuudessa koeajon 20020QSD preformin on pyörinyt suuremmalla nopeudella kuin koeajossa 20048QSD. Koeajon 20048QSD preformin lopputuloksen parametrit olivat koeajoista parhaat, joten johtopäätöksenä voidaan ajatella tiettyyn pisteeseen asti hitaamman ja tasaisen pyörityksen tuottavan parhaan lopputuloksen preformin parametrien kannalta.

Depositioetäisyydessä eli kasvatusetäisyydessä pyykkien positioissa koeajojen välillä on ollut eroa. Koeajoissa 20009FED ja 20020QSD kasvatusetäisyys muuttuu alkuvaiheiden aikana samalla tavalla, mutta prosessin loppua kohden koeajon 20009FED kasvatusetäisyydessä on todella suurta vaihtelua molempiin suuntiin prosessin keston aikana. Koeajoissa 20020QSD ja 20048QSD kasvatusetäisyys vakioituu tietyssä kohdassa ja pysyy halkaisijan mittauksen avulla samalla etäisyydellä. Ero näiden koeajojen välillä on prosessin alkuvaiheilla, missä koeajossa 20048QSD kasvatusetäisyys ajetaan kaikista koeajoista alhaisimpaan kohtaan ja pidetään relativisesti samassa kohdassa koko prosessin keston ajan. Halkaisijan mittauksessa oleva heitto tuo koeajon 20020QSD lähemmäksi aiottua etäisyyttä, mutta koeajossa 20048QSD kasvatusetäisyys on silti vielä ma-



talammalla. Johtopäätöksenä tiettyyn pisteeseen matalamman ja tasaisen kasvatusetäisyyden voidaan tulkita parantavan preformin kannalta haluttuja. Kasvatusetäisyyttä ei todennäköisesti kannata käyttää lämmönsiirtomekanismina, kuten koeajossa 20009FED on käytetty.

## 6 Yhteenveto ja pohdinta

Tehtyjen havaintojen ja kerätyn datan pohjalta voidaan rajata tiettyjä päätelmiä preformin lopputulokseen vaikuttavista tekijöistä. Johtopäätökset vaatisivat kuitenkin vielä jatkotutkimusta, mutta jatkokehityksen suunta voidaan määritellä tehtyjen havaintojen perusteella. Tehdyissä havainnoissa on pyritty huomioimaan kaikki mahdolliset virhetekijät, jotka voisivat vaikuttaa lopputulokseen. Kaikkia virhetekijöitä ei kuitenkaan pystytä poistamaan, ja siitä syystä tulokset ovat alustavia johtopäätöksiä. Vaikuttavia tekijöitä on myös useita muita, mutta niistä ei ollut saatavilla kerättyä mittaustietoa, jota olisi voinut käyttää apuna tulosten arvioimisessa. Koeajojen perusteella tehdyt päätelmät ovat myös vain kolmen koeajon vertailua ja tarkempi kuva prosessin ominaisuuksien vaikutuksesta vaatisi käytettäväksi laajemman aineiston. Taulukossa 5 on koottu yhteen preformin lopputuloksen parametreihin positiivisesti vaikuttaneet tekijät kootun aineiston johtopäätösten perusteella.

Taulukko 5. Koeajojen tulosten ja kerätyn aineiston perusteella tehdyt johtopäätökset preformin lopputulokseen vaikuttavista tekijöistä.

<b>Preformin lopputulosta parantavat tekijät</b>	
Ekvivalenssisuhteet	Matala OMCTS ekvivalenssisuhde
Pinnanlämpötila	Laskee prosessin loppuvaiheessa
Poistoilman lämpötila	Hallituissa rajoissa korkea
OMCTS virtaus	Nopea progressio alussa
Pyöritysnopeus	Hidas ja tasainen
Pylkkien positio	Matala ja tasainen
Sisäilmapuhallin	Alhainen teho ja tasainen ilmavirta
Kammion alipaine	Korkea alipaine ja korkea poistovirtaus

Kuten johtopäätelmistä voidaan huomata, liittyy moni preformin lopputuloksen ominaisuuksia parantanut tekijä erilaisiin lämmönsiirtomekanismeihin. Näillä on oletettavasti

kaikkein suurin merkitys preformin lopputulokseen. Tätä tukee myös kirjallisuudesta saatavilla oleva tieto, jota käytiin läpi myös tässä työssä.

## 6.1 Työn kokonaiskuvan arvioiminen

Työ oli kokonaisuudessaan hyvä yhteenveto kevään 2020 aikana tapahtuneen prosessikehityksen aikana havaituista ilmiöistä ja ominaisuuksista, joita ei ole ehditty vielä syvällisemmin analysoida, eikä tietoa ole saatu siirrettyä kirjalliseen muotoon. Työn suorittamisesta on hyötyä tulevaisuuden prosessikehityksen kannalta sekä uusissa asiakasprojekteissa ja tehdaskäyttöönotoissa. Tulevaisuuden prosessikehitys on aina entistä helpompaa, kun saadaan mahdollisesti eristettyä yksittäiset vaikuttavat tekijät ja ymmärretään ilmiöt vaikuttavien tekijöiden taustalla. Prosessikehityksen kannalta on myös todella tärkeää saada tietoa siirrettyä myös mahdollisimman paljon kirjalliseen muotoon, jos prosessikehitystä tekevä henkilö sattuu vaihtumaan.

Työ ei sisältänyt varsinaista kokeellista osuutta, vaan työ suoritettiin retrospektiivisesti saman kevään aikana suoritettujen koeajojen perusteella. Tästä syystä tarkempi koedatan kerääminen on mahdotonta, sillä kyseessä olevat preformit on jo hävitetty kierrätykseen ja laitteiston mekaniikassa on tapahtunut muutoksia koeajojen välillä. Vertailu jouduttiinkin suorittamaan olemassa olevan datan perusteella, jolloin datan luotettavuudesta ei voi tehdä arvioita sillä tasolla kuin tieteellisempi tutkimus saattaisi vaatia. Työssä käytetyt päätelmät ovat osittain yrityksen prosessikehitystyön tulosta, eikä niitä voi välttämättä pohjata kirjallisuudesta löytyviin lähteisiin.

## 6.2 Ehdotuksia jatkotutkimukselle

Työn tulosten pohjalta jatkotutkimus voisi suuntautua mittalaitteistojen tarkkuuden arvioimiseen sekä yleisen mittausvarmuuden parantamiseen. Huono mittaus tarkkuus prosessikehitystyössä johtaa huonoimmassa tapauksessa virheellisiin tulkintoihin. Huono mittausepävarmuus voi tulla myös kalliiksi prosessikehityksessä, sillä tulkinnat perustuvat todella pitkälti mittausdataan. Yleisiä mittauskäytäntöjä tulisi jatkossa pyrkiä yhtenäistämään siten, että mittaus tehdään aina samalla lailla riippumatta mittaajasta.

Saatujen tulosten pohjalta seuraava tutkimuskohde voisi olla OMCTS-syötön progression nostaminen jo entistä aikaisemmin. Optimaalisessa tilanteessa polttoainekaasujen ja OMCTS-virtauksen tuottama lämpö ei ole liian suuri vaikuttaakseen ydinlasiaihokaran fyysisiin ominaisuuksiin. Tutkimus kohdistuisi prosessin alkuvaiheen depositionopeuden ja tehokkuuden parantamiseen pitäen samanaikaisesti tiheyden riittävän korkealla.

Kolmas tutkimuskohde tulisi olla lämmönsiirtomekanismit. Työn johtopäätöksistä voidaan todeta lämmönsiirtomekanismeilla olevan suuri vaikutus lopputulokseen. Työssä jäi täysin vertailun ulkopuolelle mekaanisen liikkeen eli traversoinnin vaikutusten arviointi, sillä jokaisessa koeajossa se oli identtinen. Traversoinnilla on suuri vaikutus lämmönsiirtomekanismeihin, ja sen vaikutusta tulisi tutkia lisää.

Neljäs mahdollinen tutkimuskohde on sisäilmapuhaltimen mukana tulevan kosteuden vaikutus prosessiin sekä kosteuden vaikutus preformin säilymiseen. Piidioksidin nanopartikkelit ovat hydrofiilisiä, jolloin veden haihtuminen partikkelin pinnalta on hitaampaa kosteissa olosuhteissa kapillaari-ilmiön vaikutuksesta [16]. Rosendahl Nextrom on kerännyt ilmaolosuhteista dataa nyt jo pidemmän aikaa. Koesuunnittelua helpottava tekijä on sisäilmapuhaltimen yhteydessä oleva erillinen ilmankostutin, josta saadaan säädettyä prosessikammioon tulevan ilman kosteutta. Tämä olisi helppo tutkimuskohde, mutta se vaatii koeajoja normaalin koeajosuunnitelman ulkopuolelta, sillä samaan aikaan ei ole suotavaa tehdä useampaa prosessimuutosta.

Haluan kiittää Rosendahl Nextromia mahdollisuudesta suorittaa insinööri työ yrityksen palveluksessa ollessani työtehtävien ohessa. Kiitos kuuluu myös ohjaajilleni ja kollegoilleni, jotka ovat osoittaneet suurta mielenkiintoa ja kärsivällisyyttä työtä ja itseäni kohtaan.

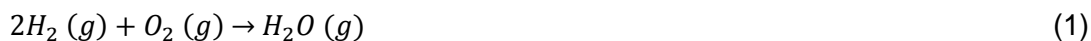
## Lähteet

- 1 Rosendahl Nextrom. 2019. About Rosendahl Nextrom. Verkkoaineisto. <http://www.rosendahlnextrom.com/fiber-optics/corporate/in-brief/>. Luettu 11.6.2020.
- 2 Senior, John M. 2009. Optical Fiber Communications Principles and Practice., kolmas painos. Englanti: Pearson Education Limited.
- 3 Tuominen, Joonas. 2017. Oktametyyliisoklotetrasiloksaanin käyttö lähtöaineena optisen kuidun valmistuksessa. Diplomityö. Tampere: Tampereen teknillinen yliopisto.
- 4 Palodiya, Vikram & Raghuwanshi, Sanjeev. 2015. Comparative study of step-index and trench-assisted single mode optical fiber. Intia: Journal of Atomic, Molecular, Condensate and Nano Physics.
- 5 Amphenol Fiber Systems. 2016. Fiber Optic Terminus End Face Quality Standards. Verkkoaineisto. <http://www.fibersystems.com/pdf/whitepapers/Quality-Standards.pdf>. Luettu: 25.10.2019.
- 6 Rosendahl Nextrom. 2019. VAD Process overview. Vantaa: Nextrom documentation
- 7 Oh, Kyunghwan. 2012. Silica Optical Fiber Technology for Devices and Components: Design, Fabrication, and International Standards. Yhdysvallat: Wiley.
- 8 Mäkelä, Jyrki. 2017. OVD research project. Final report. Tampere: Tampereen teknillinen yliopisto.
- 9 Graham, G.M. Alam, M.K. 2007. Experimental Study of the Outside Vapor Deposition Process. Yhdysvallat: Ohio University.
- 10 Seppälä, Ari & Lampinen, Markku J. 2004. Aineensiirto-oppi. Aalto-yliopisto: Yliopistokustannus.
- 11 Prabhu, S.V. Kuntikana, P. 2017. Thermal investigations on methane-air premixed flame jets of multi-port burners. Bombay: Indian institute of technology.
- 12 Chander, S. Ray, A. 2006. Influence of Burner Geometry on Heat Transfer Characteristics of Methane/Air Flame Impinging on Flat Surface. Experimental Heat Transfer. Delhi: Indian institute of technology.

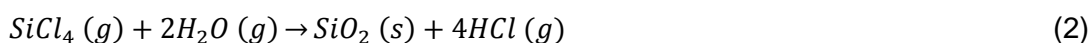
- 13 Kang, S.H. Greif, R. 1992. Thermophoretic transport in the outsidevapor deposition process. University of California: Department of Mechanical Engineering.
- 14 Speight, James G. 2011. Handbook of industrial hydrocarbon processes. Texas: Gulf Professional Publishing.
- 15 Tandon, Pushkar. Balakrishnan, Jitendra. 2005. Predicting heat and mass transfer to a growing, rotating preform during soot deposition in the outside vapor deposition process. El Sevier: Chemical Engineering Science.
- 16 Kelesidis, Georgios A. Furrer, Florian M. Wegner, Karsten. Pratsinis, Sotiris E. 2018. Impact of Humidity on Silica Nanoparticle Agglomerate Morphology and Size Distribution. Langmuir: ACS Publications.

**Rosendahl Nextromin VAD-Prosessin reaktioyhtälöt**

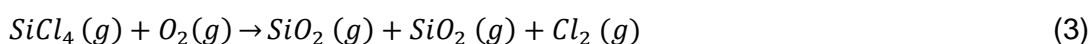
Palamisreaktiossa happi ja vety tuottavat vettä yhtälön 1 mukaan.



Piitetrakloridi reagoi hapen ja vedyn kanssa yhtälön 2 mukaisesti. Tässä tapauksessa hydrolyysi on vallitseva reaktio.



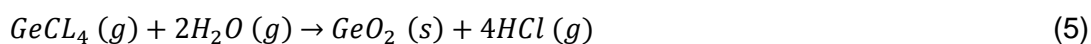
Pieni määrä piitetrakloridia voi myös reagoita ylimääräisen hapen kanssa haitalliseksi kloorikaasuksi yhtälön 3 mukaisesti.



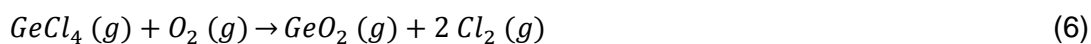
Jos kloorikaasua muodostuu, reagoi se edelleen kosteuden ja lämpötilan vaikutuksesta yhtälön 4 mukaisesti.



Germaniumtetrakloridin reagoi palamisreaktiossa hapen kanssa yhtälön 5 mukaisesti.



Joissakin tapauksissa osa germaniumtetrakloridista reagoi hapen kanssa yhtälön 6 mukaisesti ja ylijäävä kloorikaasu edelleen yhtälön 4 mukaisesti.



**Rosendahl Nextromin OVD-Prosessin reaktioyhtälöt**

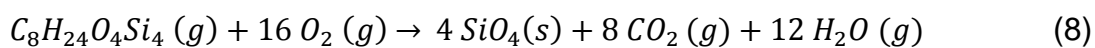
Palamisreaktiossa happi ja vety tuottavat vettä yhtälön 1 mukaan.



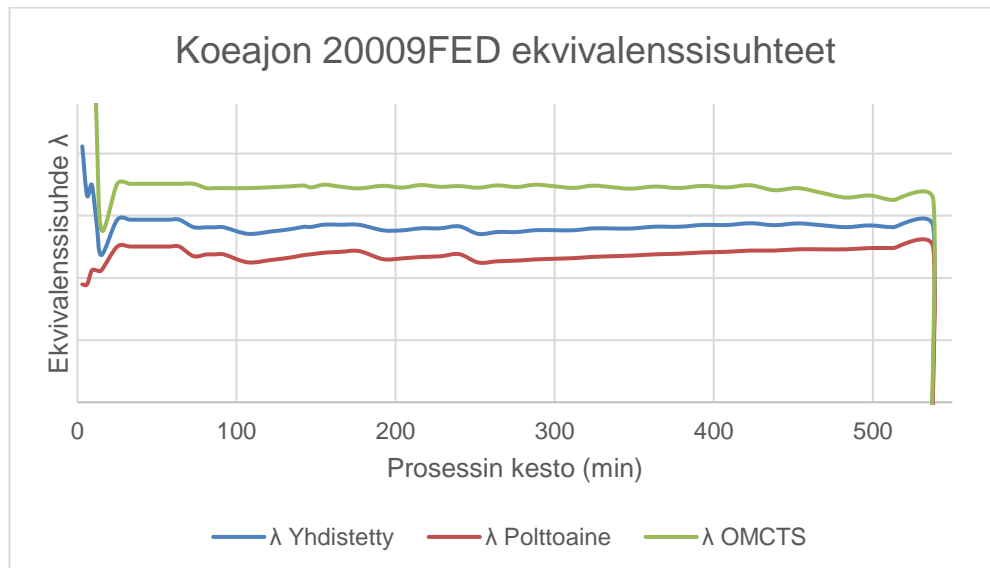
Metaania polttoainekaasuna käytettäessä palamisreaktio tapahtuu yhtälön 7 mukaisesti.



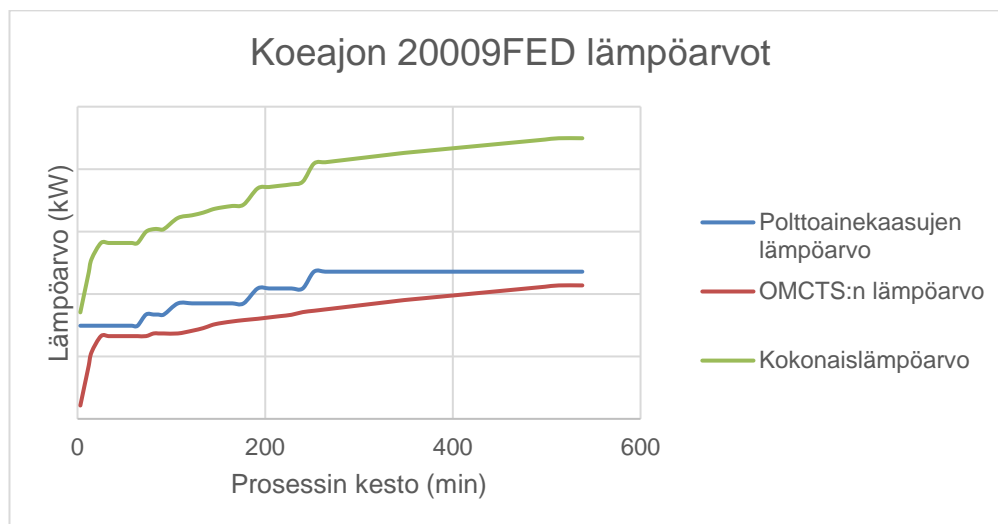
OMCTS reagoi vety-happi- liekissä yhtälön 8 mukaisesti.



## Koeajon 2009FED Ekvivalenssisuhteet ja lämpöarvot



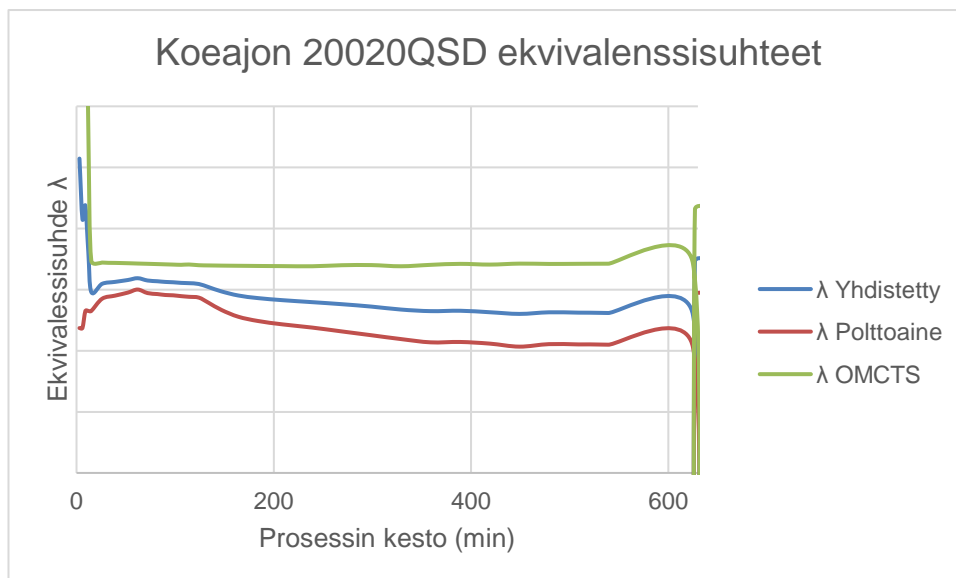
Kuva 7. Koeajon 2009FED ekvivalenssisuhteet prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.



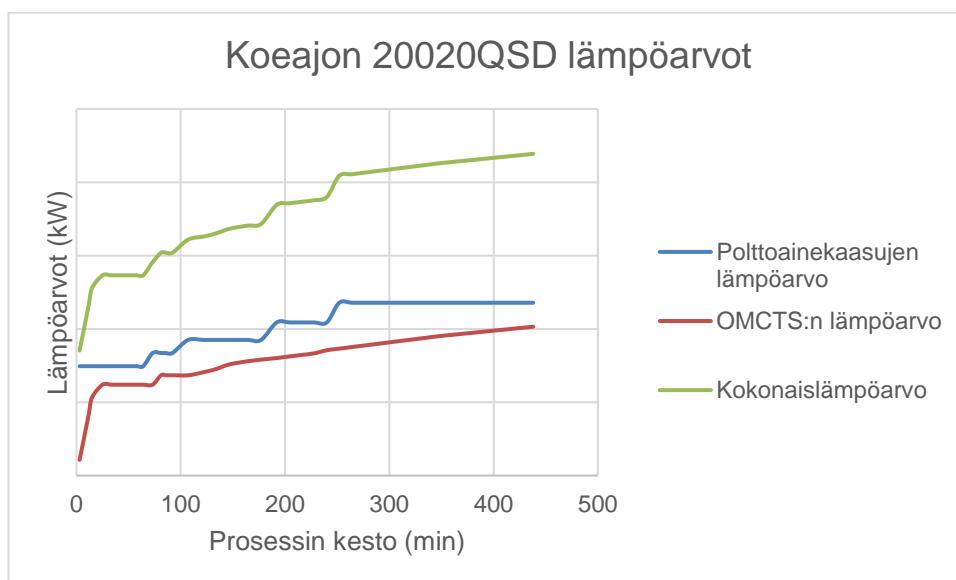
Kuva 8. Koeajon 2009FED lämpöarvot yhden polttimen osalta prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.



## Koeajon 20020QSD Ekvivalenssisuhteet ja lämpöarvot

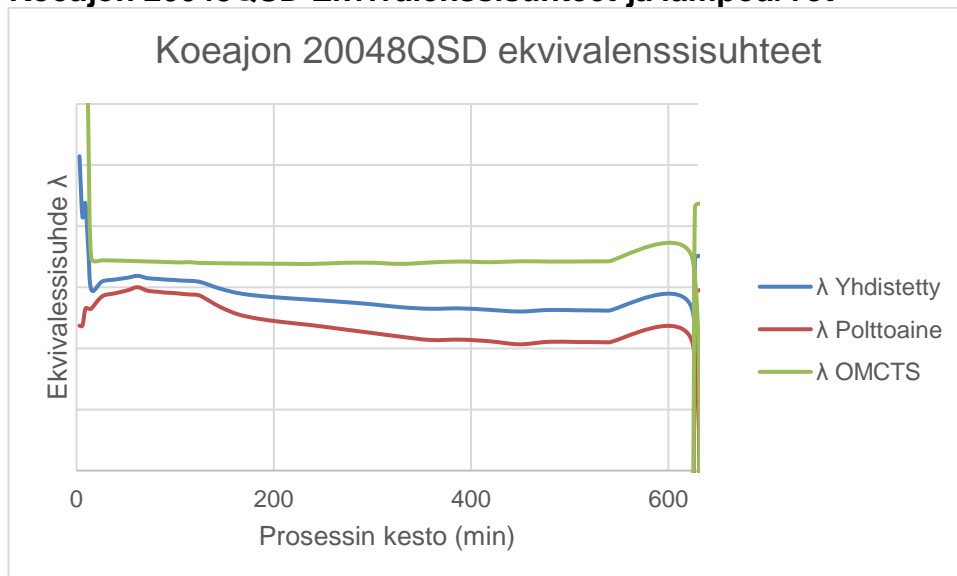


Kuva 9. Koeajon 20020QSD ekvivalenssisuhteet prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

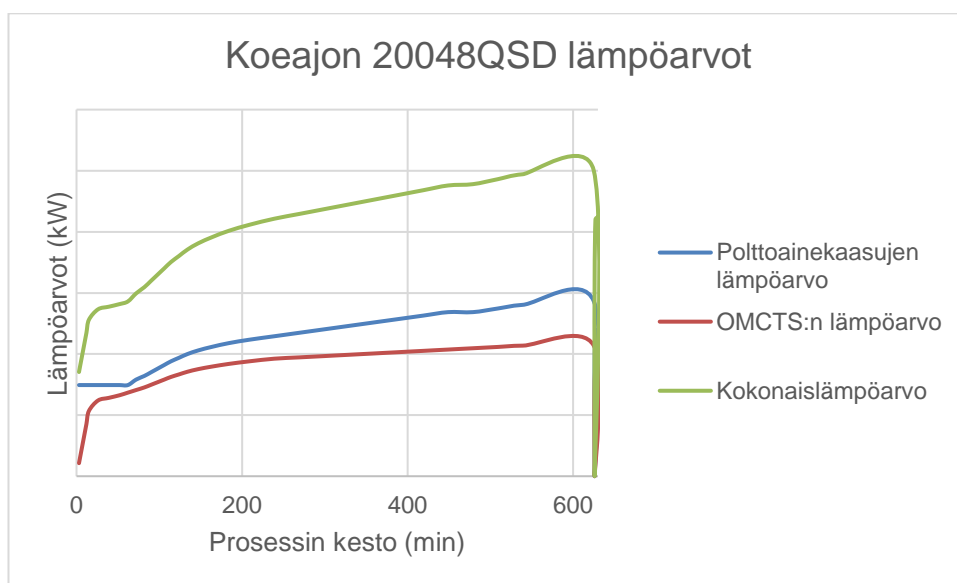


Kuva 10. Koeajon 20020QSD Lämpöarvot yhden polttimen osalta prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

### Koeajon 20048QSD Ekvivalenssisuhteet ja lämpöarvot

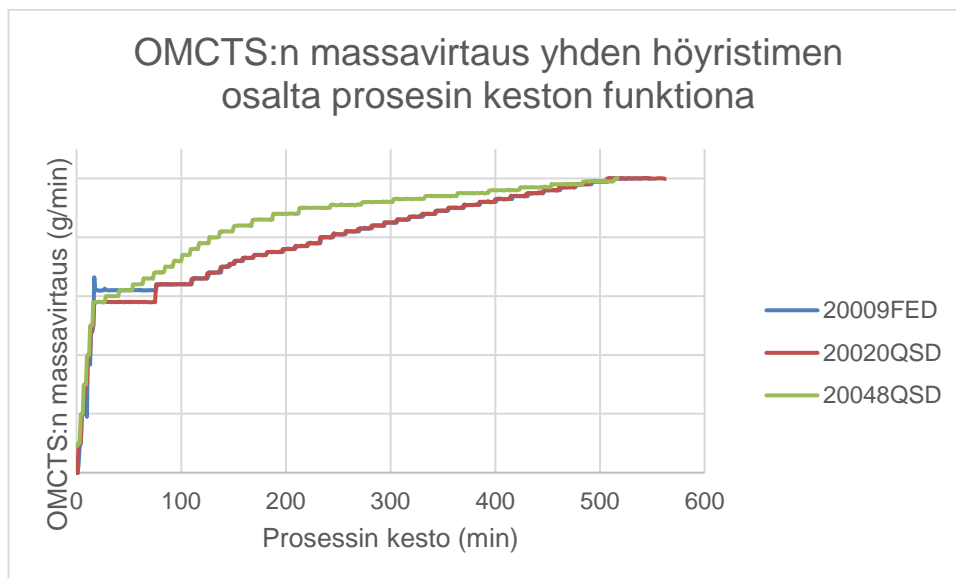


Kuva 11. Koeajon 20048QSD Ekvivalenssisuhteet prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

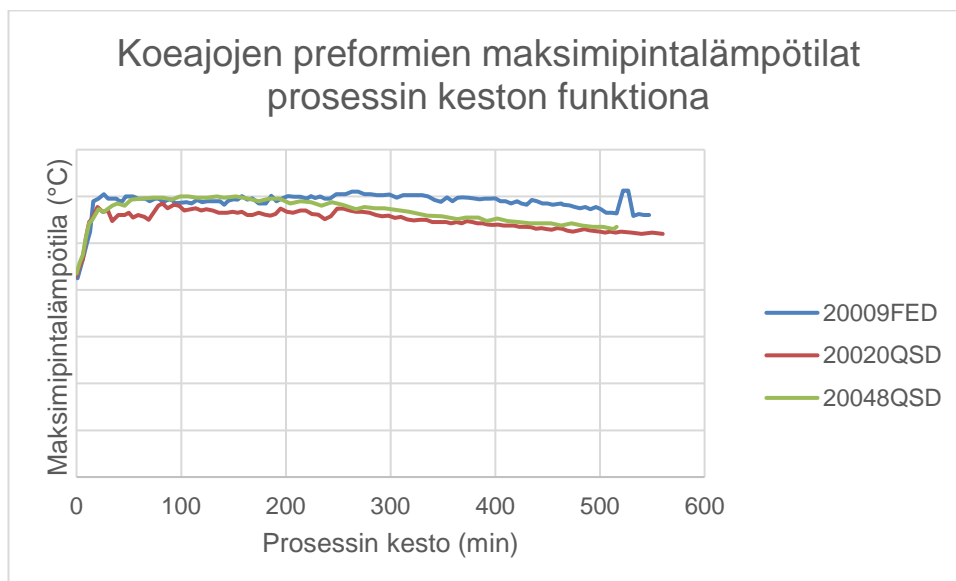


Kuva 12. Koeajon 20048QSD Lämpöarvot yhden polttimen osalta prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

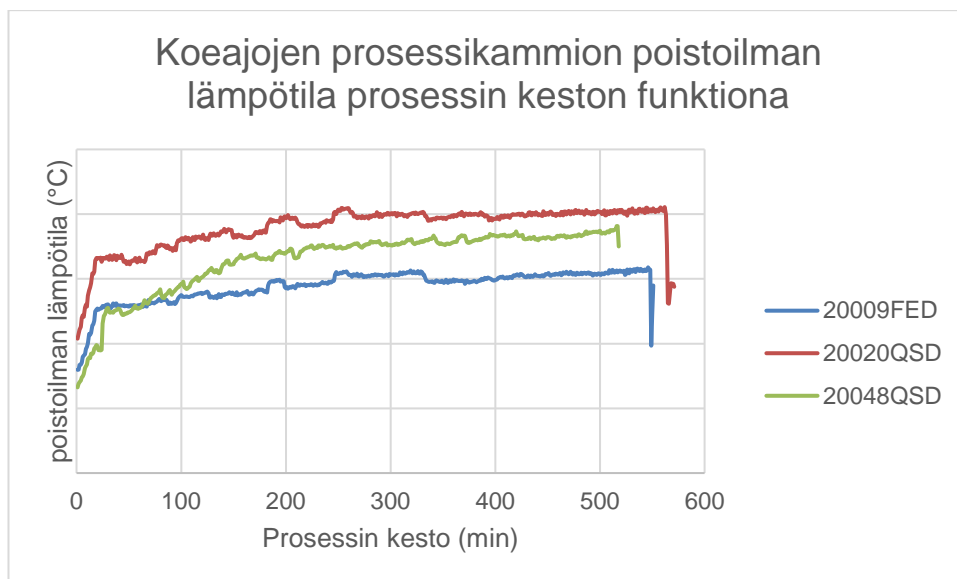
## Koeajojen OMCTS-syöttö ja preformien maksimipinnanlämpötila



Kuva 13. Koeajojen OMCTS:n syöttö yhden höyristimen osalta prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

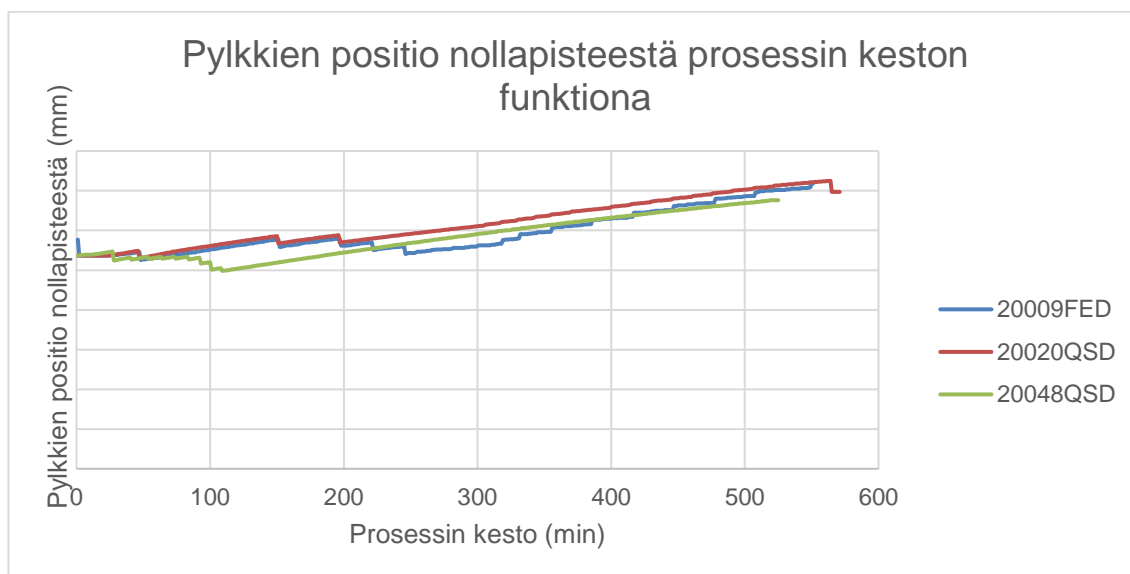


Kuva 14. Koeajojen preformien maksimipinnanlämpötilat prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

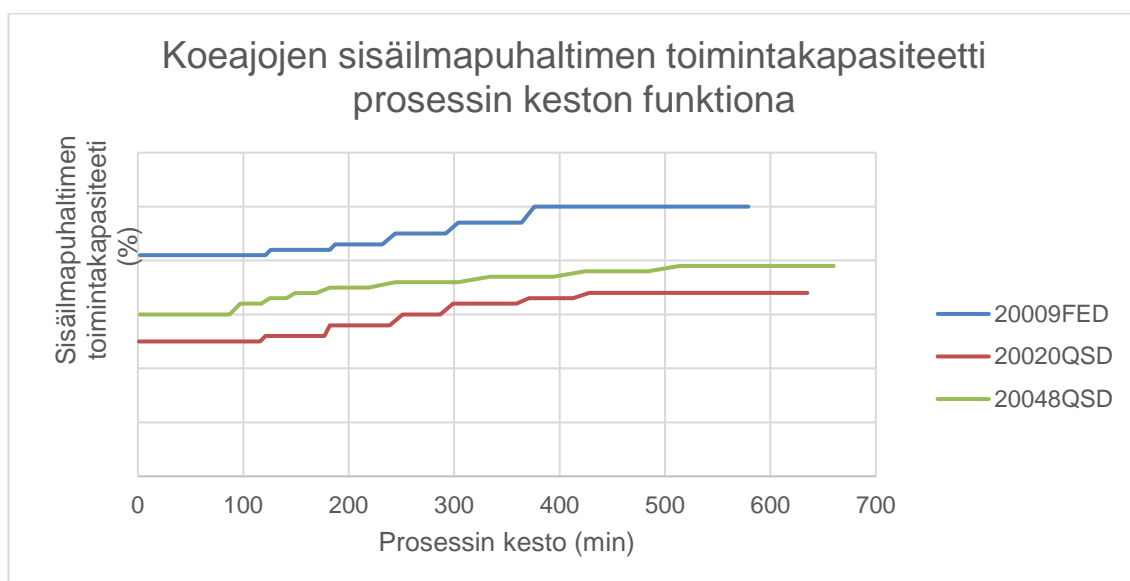


Kuva 15. Koeajojen prosessikammion poistoilman lämpötila prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

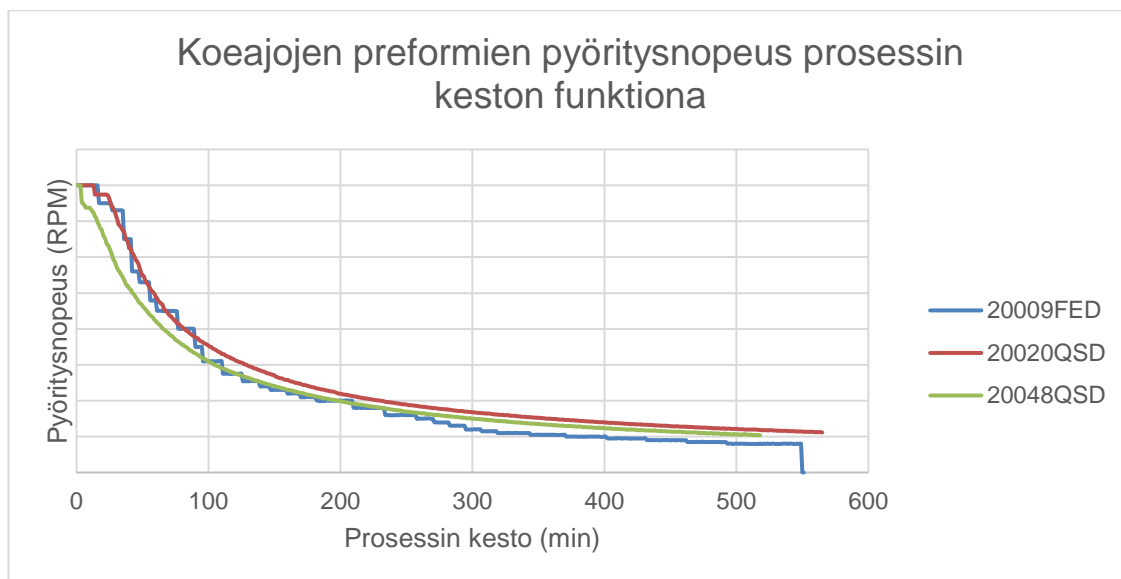
## Koeajojen mekaaninen vertailu



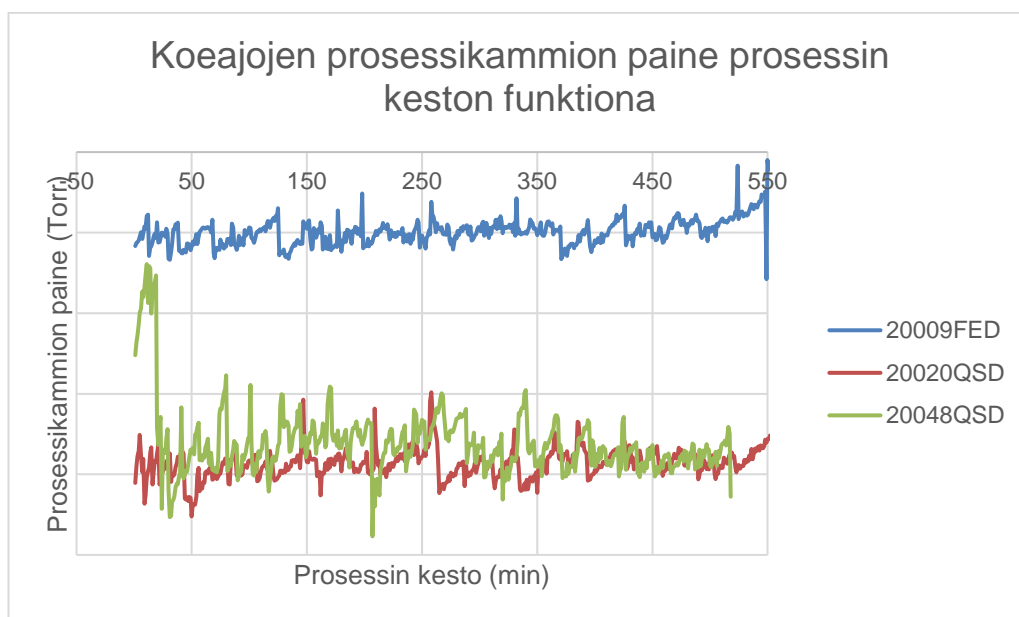
Kuva 16. Koeajojen pylkkien positio prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.



Kuva 17. Koeajojen sisäilmapuhaltimen toimintakapasiteetti prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

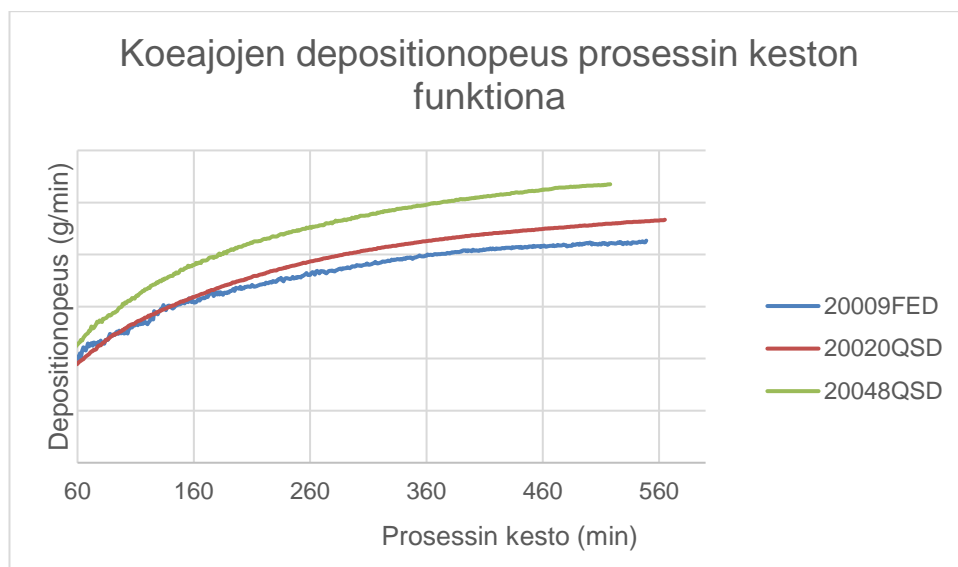


Kuva 18. Koeajojen preformien pyörittysnopeus prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

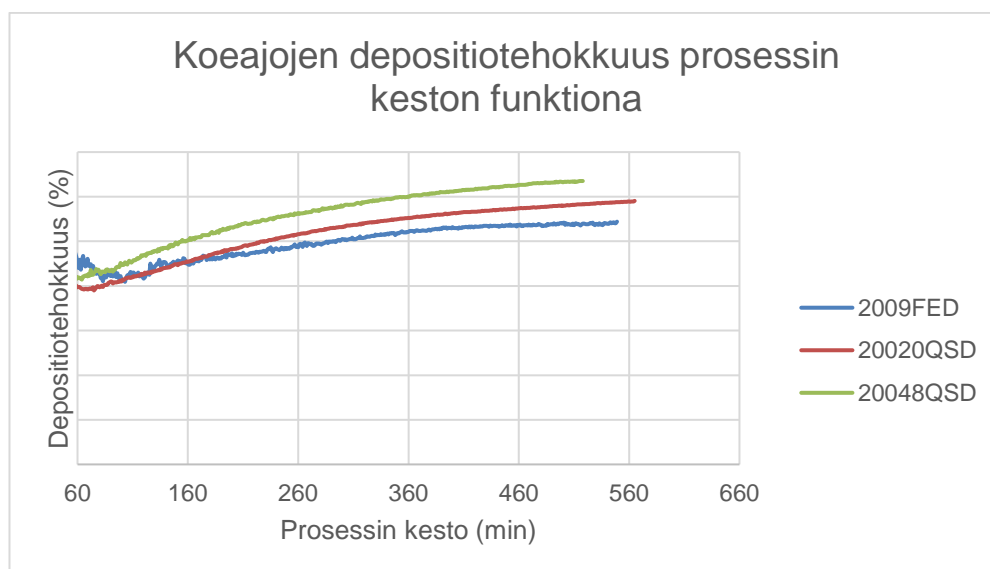


Kuva 19. . Koeajojen prosessikammion paine prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.

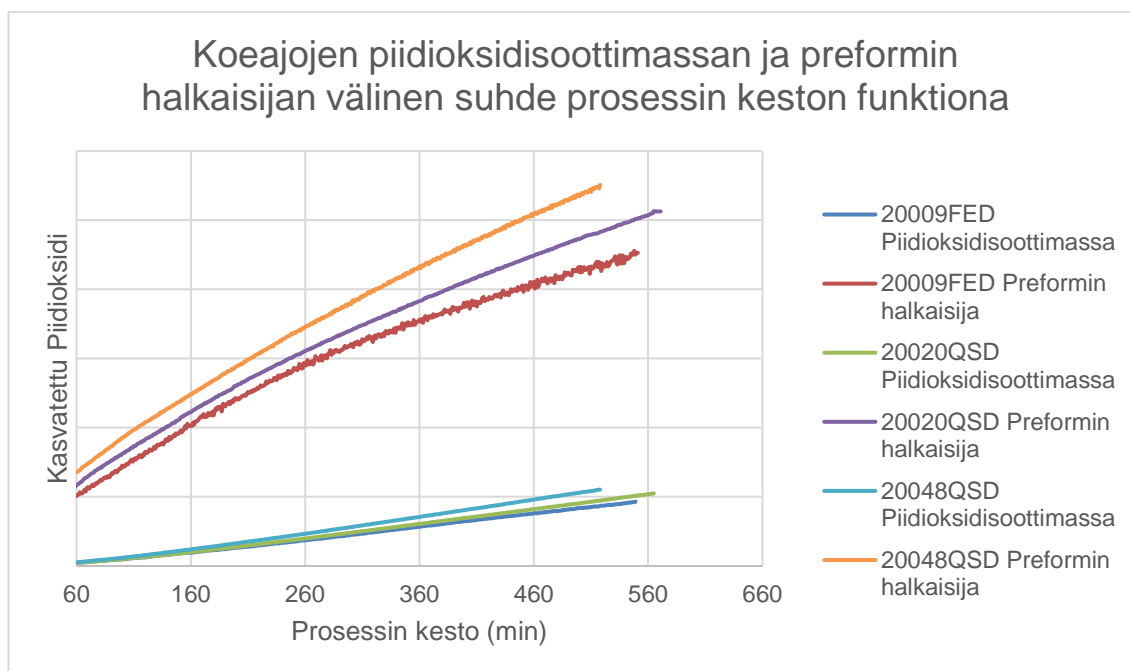
## Koeajojen tulosten vertailu



Kuva 20. Koeajojen depositionopeus prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.



Kuva 21. Koeajojen depositiotehokkuus prosessin keston funktiona. Fyysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi.



Kuva 22. Koeajojen piidioksidisoottimassan ja preformin halkaisijan välinen suhde prosessin keston funktiona. Fysiset arvot piilotettu Rosendahl Nextromin aineettoman omaisuuden suojelemiseksi



## Preformien kuvat



20009FED



20020QSD



20048QSD

Kuva 23. Koeajojen preformit prosessin jälkeen.