

TARTU ÜLIKOOL

Loodus- ja täppisteaduste valdkond

Tehnoloogiainstituut

Silikooni füüsikaline ja keemiline vahustamine

Karl Jakob Levin

Bakalaureusetöö (6 EAP)

Juhendaja: Tarmo Tamm, PhD

Tartu 2021

Silikooni füüsikaline ja keemiline vahustamine

Käesoleva bakalaureusetöö eesmärgiks on analüüsida keemilise ja füüsikalise vahustamisega valmistatud silikoonvahtude omadusi mõjutavaid tegureid. Samuti uuriti erinevate lisandite mõju vahu omaduste kujundamisel. Analüüsi käigus leiti tekkinud vahtude tihedused ning hinnati vahu struktuuri.

Töö käigus katsetati erinevaid võimalusi silikoonvahu saamiseks ning analüüsiti missugused on tekkinud vahtude erinevused. Katsetati erinevaid füüsikalisi meetodeid vahu omaduste parandamiseks ning määratleti vahu omadusi kujundavad tegurid.

Võtmesõnad: PDMS, silikoon, vaht, tihedus

CERCS: T150- materjalitehnoloogia

Physical and chemical foaming of silicone

In this bachelor's thesis, various possibilities for foaming polydimethylsiloxane were investigated. The effect of different additives in shaping the properties of the foam was also studied. During the analysis, the densities of the formed foams were determined, and the foam structure was evaluated.

As a result, different ways of obtaining silicone foam were found and what are the differences between the foams. Various physical methods were tested to improve the properties of the foam, parameters determining the properties of the foams were established.

Keywords: PDMS, silicone, foam, density

CERCS: T150- material technology

Sisukord

1 Sissejuhatus.....	5
2 Autori osa töös	6
3 Valdkonna ülevaade.....	7
Silikoonvahud	7
Kõrge viskoossusega materjalid ning nende segamine.....	8
Vedelike vahustamine	9
Täidised polüsiloksaanvahtudes.....	11
Pürogeenne ränidioksiid.....	11
Vilgukivipulber	11
Aktiivsüsi	12
Vahustumise hindamine ja vahu karakteriseerimine	12
4 Eksperimentaalne osa.....	13
Sünteesis kasutatud kemikaalid ja materjalid	13
Õhu lahustamine ja hajutamine silikoonõlides	13
Prototüüpseadme ehitus ja kasutamine	15
Ristsidumata PDMS vahu iseloomustamine.....	18
Silikoonvahu tiheduse määramine	18
Silikoonvahu struktuuri iseloomustamine.....	18
5 Tulemused ja arutelu.....	21
Surve all lahustunud gaasi mõju silikoonvahu tihedusele	21
Väljalaskekiiruse mõju tihedusele	25
Täidiste mõju vahu tihedusele ja mehaanilistele omadustele	25
Silikoonvahtude struktuur.....	26
Kokkuvõte.....	30
Summary	31
Viited.....	32

Töös kasutatud lühendid

SIF- polüsiloksaanvaht

PUF- poliüuretaanvaht

PUR- poliüuretaan

PDMS- polüdimetüülsiloksaan

FS- pürogeenne ränidioksiid

SEM- skanneeriv elektronmikroskoop

1 Sissejuhatus

Transporditööstuses kasutatakse istmepehmeduse materjalina peamiselt PUR vahtusid ehk PUF-e. PUF-i laialdane kasutamine on tingitud sellest, et see on odav, seda on lihtne toota ning selle omadused on lihtsasti mõjutatavad. PUF-i puhul on miinusteks selle kerge süttivus, kiire põlemine, ohtlike gaaside eritamine, piiratud eluiga ning kantserogeensete ja toksiliste ainete eraldumine põlemisel. Poliüuretaanist (PUR) vahtudele on selletõttu rakendatud karmid reeglid ning tootmisnõuded, et nende ohutust parandada [1].

PUR vahtude kõrval on hakanud arenema polüsiloksaanvahud, mis on tulele ja kuumusele suhteliselt vastupidavad ning lagunemisel ei tekita mürgiseid jääke. Polüsiloksaanvahtude miinuseks praegusel hetkel on nende mõneti kõrgem hind ning väljatöötamata tootmistehnoloogia ja -tehnika, mis lubaks neid tõeliseks konkurendiks PUF-i kõrvale. Hetkel on SIF-id kasutusel näiteks tihenditena ja tuletõketena. SIF-e ekstrudeeritakse suuremate toodete jaoks peamiselt lehtmaterjalina, millest lõigatakse soovitud kuju. Selline tootmismeetod tekitab väga palju jääkmaterjali ning on üldjuhul ka keerulisem kui vormis paisutamine.

Käesolev bakalaureusetöö on osa projektist, mille eesmärgiks on välja töötada survevalu meetodil valmistatav polüsiloksaanvaht, mille tihedus oleks madal ning mille mehaanilised omadused oleksid sarnased polstrimaterjalis kasutatavatele PUR vahtudele. Samuti on eesmärgiks seostada vahtude omadused valmistamistingimustega ning välja töötada tehnoloogia, millega saaks SIF-e toota (madal)survevalu meetodil. Käesoleva bakalaureusetöö eesmärgiks on analüüsida keemilise ja füüsilise vahustamisega valmistatud silikoonvahtude omadusi mõjutavaid tegureid.

2 Autori osa töös

Autor osales SIFi tööstusliku valmistamise labori-prototüüpseadme arenduses, seadistes masinat ning valmistades seadmega abiga SIFe. Samuti analüüsis SIFde omadusi ning neid omadusi mõjutavaid tegureid, varieerides füüsikalisi parameetreid ja keemilist koostist. Autor valmistas algmaterjalidest lähtekomponendid ning käsitles ehitatud masinat. Samuti hindas tekkinud SIF-ide poorstruktuuri, mõõtis nende tihedusi ning hindas kvalitatiivselt mehhaanilisi omadusi.

3 Valdonna ülevaade

Vaht on süsteem, kus on tahkesse või vedelasse ainesse pihustatud palju gaasi. Vahtmaterjalid ja vahud on meie igapäevaelu tähtis osa, alates habemeajamisvahust kuni poroloonini. Erinevatel eesmärkidel kasutatavad vahud peavad olema ka erinevate omadustega, näiteks mööbli polsterdus peaks pidama hästi vastu korduvale kokkusurumisele. Üldjuhul räägitakse vahtudest kui on gaas dispersegeeritud vedelasse faasi. Siin saab näiteks tuua õllevahu, mis saadakse kui rõhu alanedes vabaneva gaasi mullid tekitavad õllele vahu. Gaas lahustatakse vedelikku rõhu all ja peale rõhu alandamist osutub vedelik gaasi suhtes üleküllastunuks ja gaas eraldub mullidena. Teine viis vahu saamiseks on mehaaniline gaasi sisse segamine, kus siis gaas dispersegeerub vedelikku. Tähtis roll on ka vahu püsivusel, näiteks peab habemeajamisvaht püsima piisavalt kaua, et inimene saaks karvkatte maha aetud. Eksisteerivad ka tahked vahud, mis on saavutatud vahustatud vedela faasi tardumisel. Tahked vahud omavad sarnast struktuuri vedelate vahtudega [2].

Silikoonvahud

Polüsiloksaanvahud ehk silikoonvahud on ristseotud polüsiloksaanidest valmistatud vahtmaterjalid. Lisaks SIFi põhipolümeerile sisaldavad need vahtmaterjalid ka täitaineid ning lisandeid.

Polüsiloksaanid ehk silikoonid on sünteetilised polümeerid, mille peaaegu koosneb kovalentselt seotud vahelduvatest räni ja hapniku aatomitest. Polüsiloksaani viskoossus sõltub peaaegu pikkusest ning funktsionaalrühmadest. Funktsionaalrühmad määravad polümeeri reaktsioonivõime ja omadused [3] [4]. Omavahel ristseotud polüsiloksaanahelad moodustavad SIF-i põhistruktuuri. Põorne struktuur saadakse reaktsioonis tekkinud gaasi abiga ning erinevate füüsikaliste protsesside tulemusena. Gaas moodustab mulli, mis paisub reaktsiooni kestvuse aja või kuni mull lõhkeb. Reaktsioonis osalevate prepolümeeride ja ristsidujate hulka lisatakse ka tugevdavaid täitaineid ja erinevaid lisandeid. Üldjuhul lisatakse polüsiloksaanvahtudele tugevdava täidiseena pürogeenset ränidioksiidi, mis annab SIFile jäikust, tugevust ja vastupidavust, kuid võib kasutada ka teist tüüpi mineraalseid või polümeerseid täidiseid. Ristsidujate roll materjalis on polüsiloksaanimolekulide sidumine kolme-mõõtmeliseks elastseks võrgustikuks [5] [6].

Kõrge viskoossusega materjalid ning nende segamine

Polüsiloksaanid on algmaterjalidena vee sarnase tihedusega, läbipaistvad ja vedelad ained. Silikoonõlide viskoossus sõltub nende molekulmassist ja polümeerisatsiooniastmest ning see võib ulatuda mõnest sentistooksist kuni paari miljoni sentistooksini. Viskoossus on tähtis omadus, mis mõjutab segunemist ja õhu lahustumist. Aine viskoossus näitab voolavuse takistust erinevatel temperatuuridel ja rõhkudel (mesi voolab kõrgel temperatuuril paremini kui toatemperatuuril). Vedelik, millel on madalad sisemised voolavust takistavad jõud, näiteks vesi, on madala viskoossusega aine. Need sisemised jõud on seotud molekulide võimega ümber asetseda ning üksteisest ilma takistuseta mööduda. Üldjuhul on suurtest molekulidest moodustunud vedelikud viskoossemad kui väikestest molekulidest moodustunud vedelikud [7].

Viskoossust mõõdetakse sentistooksides (cSt), kusjuures $1 \text{ cm}^2/\text{s} = 100 \text{ cSt}$. Viskoossete ainete (>10000 cSt) segamisel tuleb arvestada paljude teguritega, mis väheviskoossete vedelike segamisel probleemiks ei tule, näiteks elastsus ja halb voolavus. Viskoossete materjalide segamisel oleks targem kasutada aeglasemat segamist, sest viskoossem vedelik vajab rohkem aega voolamiseks ning kiire segamine võib lõigata materjalist lihtsalt läbi ning tekitada ülemäära palju soojust [8]. Samuti tuleb jahutada segamisanumat ja segu iseennast. Temperatuur tõuseb segamisel väga kiiresti, sest esineb palju hõõrdumist [9], [10]. Kuna kõrge viskoossusega ained ei voola hästi, siis peab segamine aset leidma igas anuma punktis, et ei tekiks seisvaid piirkondi anumas kus segamist ei toimu. Segunevate vedelike kokkupuutepindalad peaksid olema võimalikud suured [11]. Segamisel tuleks ka arvestada segatava materjali erinevaid omadusi. „Kleepuvad“ ained vajavad segamisel rohkem jõudu kui samal viskoossusel olevad „libedamate“ omadustega ained [12].

Turbulents ja difusioon on ebaolulised tegurid kõrge viskoossusega vedelike segamisel. Selle asemel peab kõrge viskoossusega vedeliku deformeerima nihutades või sõtkudes, et esineks sujuv segamine [13]. Laminaarne voolamine on vedeliku voolamine, kus vedeliku osakesed voolavad ühtlase kiirusega samas suunas. Turbulentne vool hajutab osakesi ning toimub osakeste sage ümberorienteerimine, aga väga viskoossed vedelikud ei taha liikuda turbulentselt. Segamine toimub ainult viskoossusega seotud jõudude toimele ning turbulents ei mängi mingit rolli. Laminaarset ja turbulentset voolamist aitab kirjeldada Reynoldsi arv, mis on dimensioonita suurus ning see arv saadakse voolavale materjalile mõjuva inertsijõu jagamisel viskoossusega. Kõrge Reynoldsi arv kirjeldab turbulentset voolamist ja madal Reynoldsi arv kirjeldab laminaarset voolamist [9].

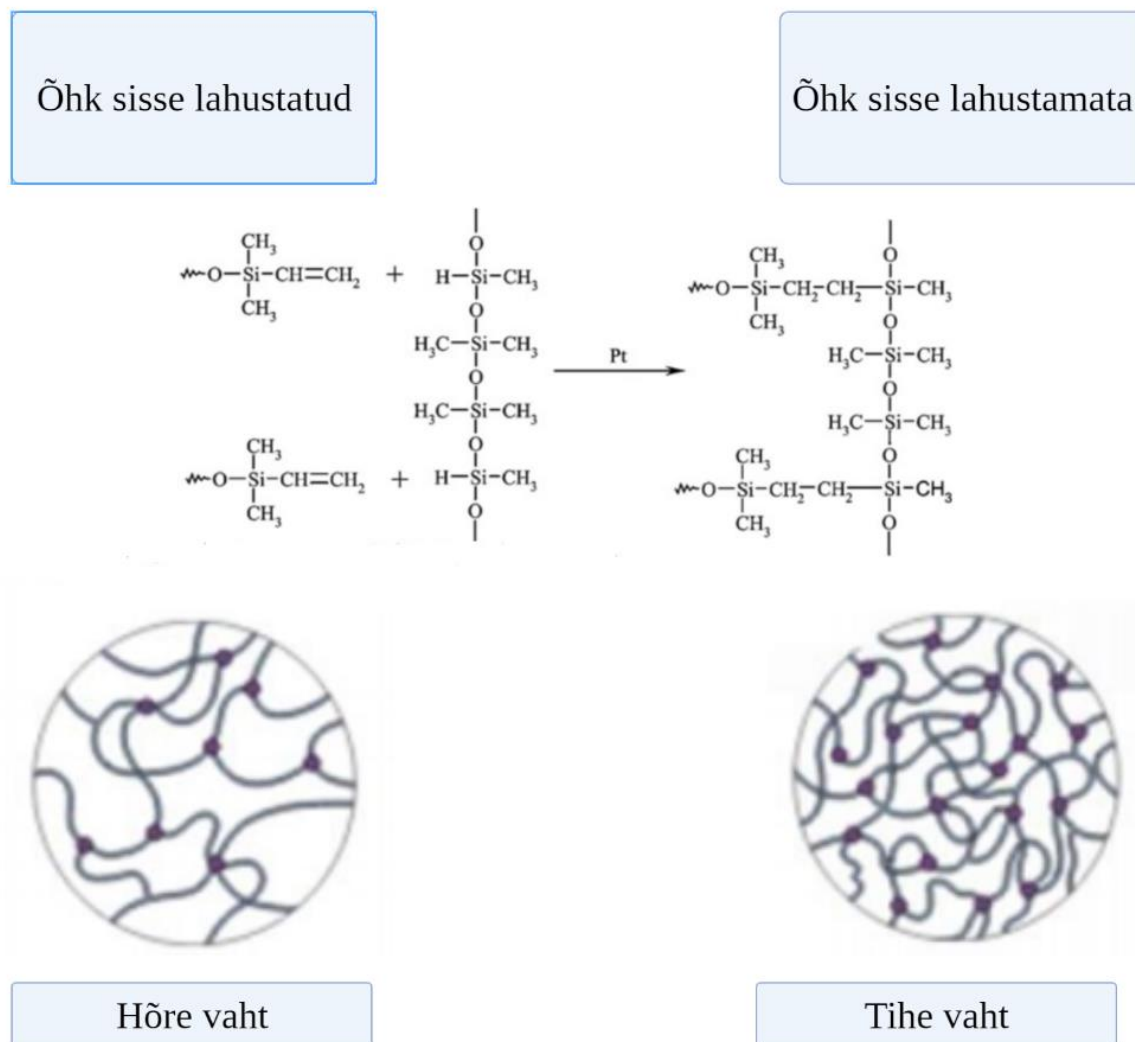
Vedelike vahustamine

Hästi vahustatud silikoonõli on peene mulli struktuuriga, ühtlase mulli-jaotusega ning piisavalt püsiv, et hoida struktuuri ristsidumise ajal. Sellise struktuuriga vahustatud silikoonõli annab ristsidudes sobiva polstrimaterjali. Mullide suurus heas vahus jääb enamasti mõnekümne mikromeetri kuni paari millimeetri vahemikku.

Leidub palju võimalusi gaasi dispergeerimiseks silikoonvedelikes. Kõik oleneb sellest, mis on soovitud tulemus. Vedelikuanuma põhjast mehaaniliselt õhku sisse dispergeerides saadakse suured mullid mis liiguvad kiirelt üles ja lõhkevad vedeliku pinnal ning samamoodi on selle tehnika kasutamisega mullide kujud ja suurused erinevad. Pihusti abil üks haaval mullide tekitamine annab meile sarnase suuruse ja kujuga mullid, mis on mõningate toodete puhul soovitatav. Mullide ükshaaval süstimisega saame mõjutada mulli suurust. Seisvasse vedelikku saab õhku lisada läbi poorse plaadi, mis tekitab hea vahukihi vedeliku pinnale [14]. Kõrge viskoossusega vedelikus võivad poorse plaadi abil valmistatud väikesed mullid ühineda ning soovitud omadustega vahu saamine on aeganõudvam [15]. Teiseks meetodiks on lisada paagi põhjast liikuvasse ja pidevalt segatavasse vedelikku õhku, mis vähendab keskmist mulli suurust ning vahu tekkimine on kiirendatud. Kolmandaks mooduseks on segada vedelikku pealispinnal vesiratta/propelleri/sõela sarnase tiivikuga, mis viib samamoodi õhku vedelikku ehk siis me hajutamise ja füüsiliselt jaotame gaasi vedelikus, mida kasutatakse vahu saamise eesmärgil [14], [16]. Kõrge viskoossusega vedelike juures peab veel arvestama seda, et mullid moodustuvad aeglasemalt ning liiguvad pinna poole ka aeglasemalt [17]. Mullide liitumist saab takistada vedelikku pidevalt segades ning gaasi hajutades. Viskoosseid vedelike vahustatakse ka rõhu all olevas anumal (näiteks purgis olev vahukoor). Kõrge viskoossusega vedelike vahustatakse tööstuslikult vahu ekstrusioonmasinaga, kus siis lisatakse liikuvasse vedelikku kõrgel rõhul süsihappegaasi [18], [16].

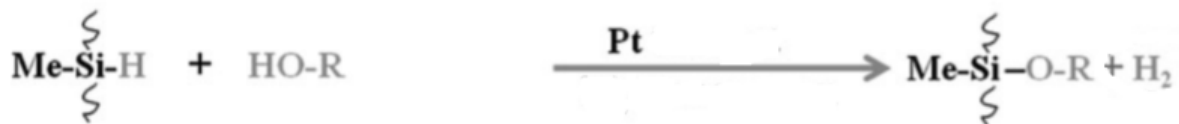
Vahustamiseks saab kasutada kõrget rõhku. Tegemist on vahustamisprotsessiga, kus esmalt küllastatakse polümeer inertse gaasiga (CO_2 või N_2) kõrge rõhu all olevas anumal. Polümeeris lahustunud gaasi kogus on otseselt seotud rakendatava rõhuga ehk rõhu tõstmisel lahustub rohkem gaasi. Tegemist on aeganõudva protsessiga, sest küllastatus kogu materjali ulatuses peaks olema sama enne reaktsiooni läbiviimist. Teine samm on kas rõhu kiire langus või temperatuuri tõus, mis tekitab faaside eraldumise ning gaasi liikumise mis omakorda tekitavad vahu. Hästi dispergeeritud täiteained, näiteks pürogeenne ränidioksiid, aitavad kaasa mullide moodustumisele toimides nukleatsioonitsentritena ning tekkiv vaht on

ühtlasema ja peenema mullistruktuuriga [19]. Samuti on uuringud näidanud, et PDMSi süsihappegaasiga küllastumise piir tõuseb koos rõhuga. On väidetud, et PDMS on gaase hästi läbilaskev polümeer, sest tal on suur ahela paindlikkus ning ta sisaldab vabu tühimikke mille kaudu gaas saab liikuda [20].



Joonis 1. Lahustunud õhu mõju ristsidemete moodustumisel tekkivale vahule

Keemiliselt toimub polüsiloksaanide vahustumine nii, et platinakatalüsaatori juuresolekul hüdroksü- ja hüdrüüdi funktsionaalrühmade vahel tekib kondensatsioonireaktsioon. Selles reaktsioonis eraldub vesinik, mis tekitab lõpuks vahtmaterjali.



Reaktsioon 1. Ristsidemete ja gaasilise vesiniku tekkimine [21].

Mullide suurus ja suurusjaotus sõltub eelnimetatud lähtematerjalidest, reaktsiooni keskkonnast ning lisanditest. Need vahud kerkivad ja tahkuvad toatemperatuuril, kuigi saadava vahu tihedus sellist meetodit rakendades on suurem, kui näiteks gaasitekitajat kasutades[21]. Samuti saab komponentidesse lisada täiendavat gaasitekitajat, mis kõrgel temperatuuril laguneb. Temperatuuri tõusuga aktiveeruvad katalüsaatorid, hakkab toimuma ristsidumine ning kõrge temperatuuri poolt põhjustatud lagunemise tulemusena tekivad gaasimullid, mis moodustavad vahtmaterjalis poorid [22].

Täidised polüsiloksaanvahtudes

Polüsiloksaanvaht on üljuhul väga pehme, kokkusurumisel elastne ja tõmbel kergesti rebenev materjal. Mehaaniliste omaduste parandamiseks lisatakse sellele erinevaid täidiseid. Täidised saavad muuta silikoonvahu tugevamaks, vastupidavamaks ja tõstavad tulekindlust.

Pürogeenne ränidioksiid

Tugevdava tädisena kasutatakse polüsiloksaanvahtudes väga sageli pürogeenset ränidioksiidi ehk FS. Pürogeense ränidioksiidi madal tihedus, suur eripind ning poorsus teeb ta heaks materjaliks, mida kasutada täitematerjalina. Samuti muudab FS vedelaid komponente viskossemaks nii, et ei teki paisumist ega toimu keemilist reaktsiooni [23].

SIF-de valmistamisel mängib suurt rolli ka FSi kate. FS-id jagunevad katete poolest kahte gruppi: hüdrofiilsed ja hüdrofoobsed. See erinevus saavutatakse pinna silanoolrühmade reageerimisel erinevate silaanidega ja annab erinevate omadustega FS-id, mis mõjutavad siis omakorda staatilise laengu tekkimist ning vedelike paksendamise efektiivsust [24].

Vilgukivipulber

Vilgukivipulber ehk Mica on rühm mineraale, millel on omadus lõhustuda ülipeeneteks elastseteks plaatideks. Vilgukivi on levinud tard- ja moondekivimites [25]. Mica üks kõige levinumatest vormidest on muskoviit. See on heade omadustega materjal, mida kasutatakse silikoonvahtudes ja kautšukis täiteainena ning tulekindluse parandamiseks. Headeks omadusteks on elektri, valguse, niiskus ja kõrgete temperatuuride juures stabiilsuse säilitamine ning odav hind [26].

Silikoonvahtudes kasutatakse vilgukivi eelkõige tugevuse tõstmiseks, elastsuse tõstmiseks ning seda ilma tihedust mõjutamata [27]. Silikoonvahtudes on sobiv vilgukivi

kontsentratsioon 2,5- 10 massi%. Selle kontsentratsiooni juures on vahu struktuur ühtlane ja tihedus jääb muutumatuks[28].

Aktiivsüsi

Aktiivsüsi on süsiniku vorm, mida töödeldakse nii, et tal oleks võimalikult suur eripind. Sellist töötlemise viisi rakendatakse, et aktiivsöel oleks maksimaalne adsorptsioonivõime. Silikoonvahtudes kasutatakse seda tulekindluse tõstmiseks ning ta annab ühtlase ja avatud pooridega struktuuri. Aktiivsüsi ühtlustab poorisuurust ning suurendab avatud pooride arvu vahus [28].

Vahustumise hindamine ja vahu karakteriseerimine

Vahtu saab iseloomustada mitmel moel. Vahtu saab karakteriseerida arvutades vahu ja mittevahustunud ainete tiheduste alusel, et kui palju on vahus gaasi. Sama mõõtmist tuleks korrata kui me oleme lasknud vahul seista mõnda aega, et näha kui stabiilne vaht on. Kui meid huvitab vahus olevate mullide suurus, kuju ja paiknemine, siis kõige lihtsam on seda teha visuaalselt. Seda meetodit kasutades peaks vahtu valgustama sellise nurga all, et vahuproov oleks maksimaalselt valgustatud ning pildistama anumast olevat vahtu külje pealt vastava kaameraga. Fotod peavad vastama kindlale pindalale, mida hiljem analüüsitakse. Hiljem asetatakse pildile üks horisontaaltelg ja üks vertikaaltelg ning need mullid, mis asuvad nendel telgedel loetakse kokku. Seda meetodit kasutatakse vahu pooristruktuuri kirjeldamiseks [29].

4 Eksperimentaalne osa

Käesoleva bakalaureusetöö laboratoorsete katsete eesmärgid on kolm:

- 1) Valida optimaalne meetod polüdimetüüsiloksaanvedelike füüsikaliseks vahustamiseks.
- 2) Sünteesida madala tihedusega polüsiloksaanipõhiseid vahte, lähtudes töögrupis varasemalt väljatöötatud retseptist. Selle eesmärgi saavutamiseks lahustati õhku suurel rõhul silikoonvedelikes.
- 3) Analüüsida kuidas mõjutavad vahu tekkimist ja sell tihedust erinevad täidised, nende täidiste kombinatsioonid ning vajadusel optimeerida täidiste valikut ja sisaldust.

Eesmärgiks on leida meetod SIFi valmistamiseks, mis on

- a) võimalikult ühtlase poorsusega;
- b) tihedusega, mis on väiksem kui 100 kg/m^3 ;
- c) polstrimaterjaliks sobivate tugevusomadustega ja rebenemiskindlusega.

Sünteesis kasutatud kemikaalid ja materjalid

Nimetus	Milleks kasutati	Kirjeldus
Funktsionaalsed PDMS-d	Põhistruktuur, ristsiduja	Viskossus 5000 – 80000 cSt
SiO ₂	Tahke lisand/täidis	Erineva pinnakattega pürogeenne ränidioksiid
Vesi	Gaasitekitaja	Milli Q
Aktiivsüsi	Tahke lisand/täidis	Pulbrilisel kujul
Vilgukivi	Tahke lisand/täidis	<i>Muscovite</i> . Vilgukivipulber
HMS-992	Gaasitekitaja, põhistruktuur	hüdrometüüsiloksaan
Plaatinakatalüsaator	Katalüsaator	<i>Karstedt</i> katalüsaator

Eksperimentaalse osa käigus katsetati mitmeid erinevaid vahu valmistamismeetodeid. Meetod, millele pöörati enim tähelepanu, oli erinevate komponentide kõrge rõhu all hoidmine ning õhuga küllastunud komponentide kokku segamine. Peale segamist liigub segu düüsisist välja ning lahustunud õhk disperseerub vedelikku.

Õhu lahustamine ja hajutamine silikoonõlides

Esimeste katsetuste seeriade eesmärk oli mehaaniliselt hajutada õhku silikoonõlisse liikuva sõela abil. Kasutati 100000 cSt ja 300 cSt viskoossusega silikoonõli, mida kombineerides saadi soovitud viskoossusega õli. Vahustamise jaoks ehitati kahe liikuva

kolviga seade, mis lubas sõelal silindris liikuda. Katsed toimusid rõhul 12 atm. See meetod tunnistati kiirelt ebaefektiivseks, sest saadi vähe vahustunud segu ning vaht ei olnud stabiilne. Seetõttu loobuti mehaanilisest hajutamisest ja otsustati kasutada meetodit, mis lahustaks õhku silikoonõlisse.



Pilt 1. Silikoonõli surve all hoidmise anum.

Uuriti õhu lahustumist silikoonõlises, hoides õhku silikoonõli kohal surve all. Surve all hoidmine annab meile parema gaasi lahustumise silikoonõlises, sest gaasi lahustuvus vedelikus on võrdeline gaasi rõhuga (püsival temperatuuril). Hiljem rõhu alt vabanemisel dispergeerub tekkiv gaas vedelikus ühtlaselt, moodustades vahu. Rõhud, millega katseid läbi viidi, varieeriti 10 atm kuni 150 atm. Silikoonõli segati kokku 100000 cSt ja 300 cSt õlidest. Optimaalseks hinnati 40000 cSt viskoossusega õli, mis oli piisavalt viskoosne stabiilse vahu tekkimiseks, kuid siiski voolav seadmes juhtimiseks ja segamiseks.

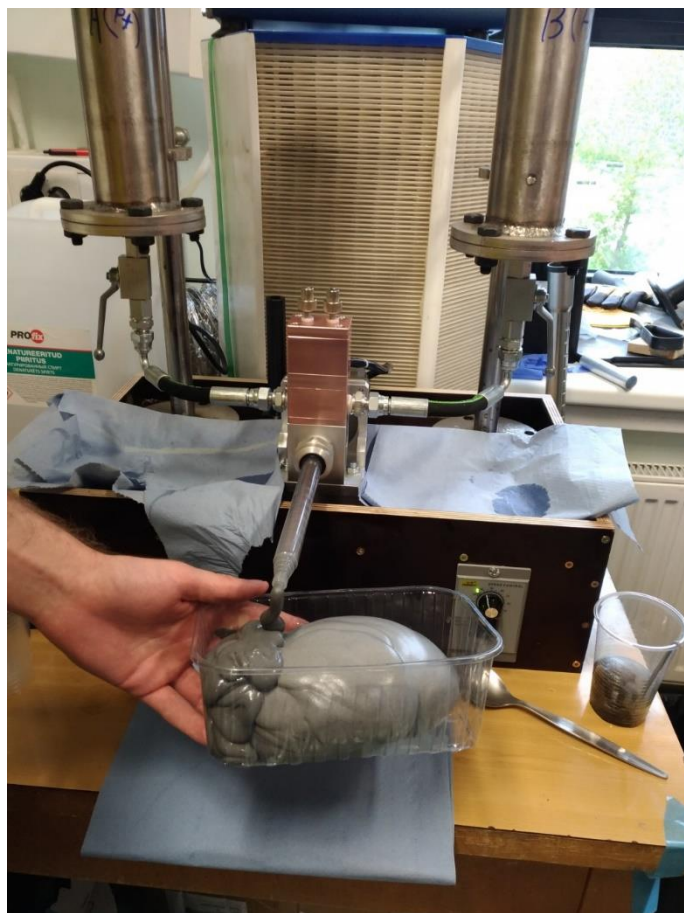
Katsetuste käigus selgus, et lisaks survekambrile rõhule mõjutab saadava vahu struktuuri ja püsivust ka väljalaskedüüside arv ja läbimõõt. Õli survekambrist välja laskmiseks valmistati erinevad düüsid: üle kümne avaga düüsid, mille ava suurused olid 0,3 mm; 0,5 mm ning 1,0 mm, ning ühe avaga düüsid, mille ava suurused olid 0,3 mm; 0,5 mm ning 0,8 mm. Neid düüse kombineeriti vedelikke segava “labürindiga”, mis tekitas turbulentset liikumist kui õli sealt läbi lasta. Katsete käik oli järgmine: õli pandi anumasse, rõhk pumbati peale ning 12 tunni pärast lasti lahustunud õhku sisaldav õli läbi uuritava düüsi välja. Analüüsiti tekkinud vahtu.

Kolmas etapp õhu lahustumise katsetest toimus juba tahket vahtu moodustavate prepolümeeridega prototüüpseadmes.

Prototüüpseadme ehitus ja kasutamine

Seadme eesmärk on tahke SIFi valmistamine kahe algkomponendi segamisel. Seade valmistati prototüübina tulevasele tööstuslikule seadmele, mis toodaks survevalu meetodil tööstuslikes kogustes silikoonvahtu. Seade on kokku pandud kahest anumast, mis on mõeldud komponentide õhuga küllastamiseks. Anumad sai jätta kõrge rõhu alla seisma ning nendes olid ka segajad, mis ühtlustasid komponentide koostist. Anumate põhjas olid kraanid, mille kaudu juhiti komponendid välja ning võrdset voolukiirust mõlemast anumast aitas hoida kahe kambriga ning ühe teljega hammaspump. Prepolümeeride segamine toimus kruvi-segaja abiga ning reageeriv segu lasti seadmest välja kaussi.

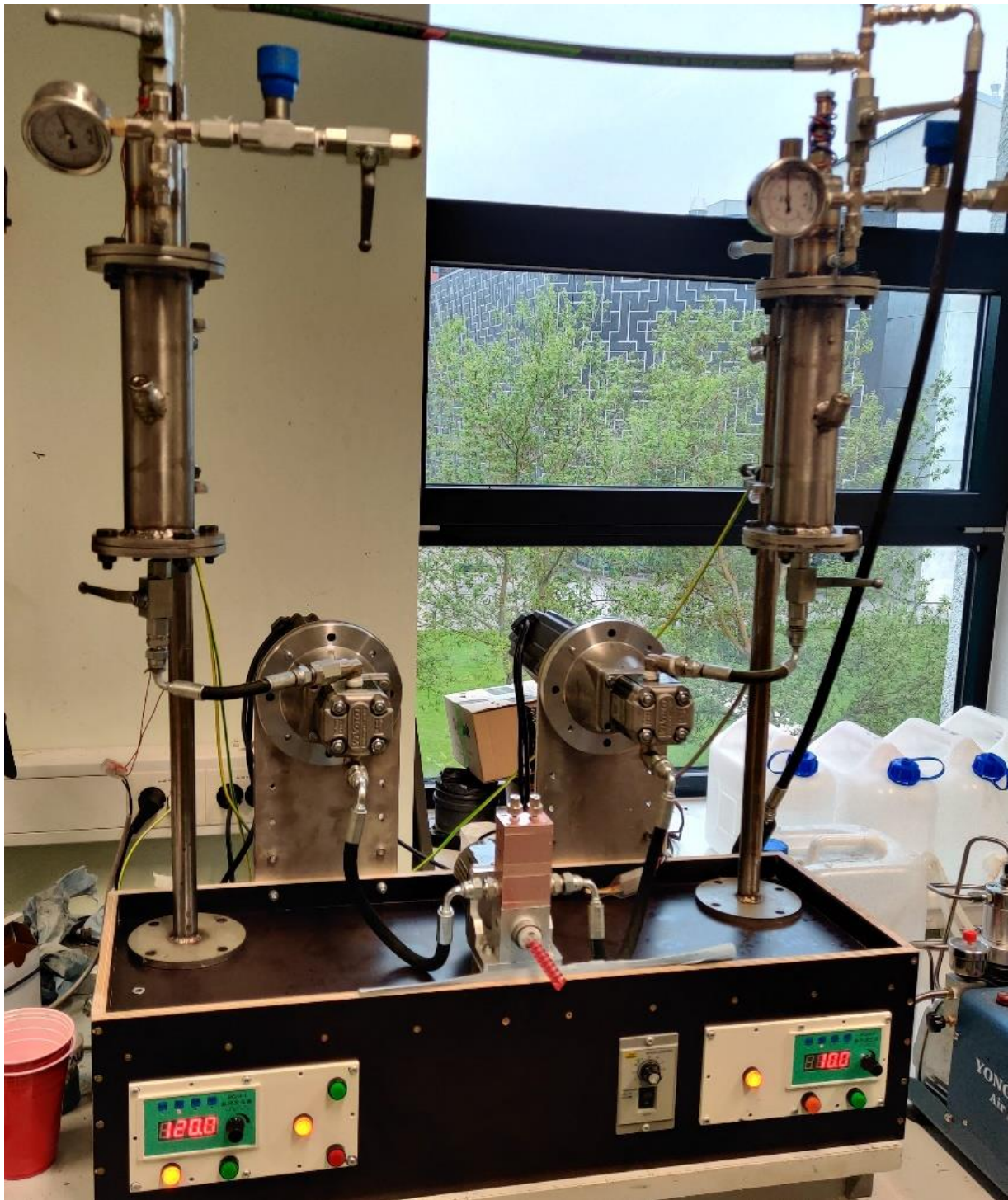
Seadmest välja lastud komponentidel lasti paisuda ja ristseostuda 5 minutit toatemperatuuril, mille järel pandi need järelpaisumiseks ahju ca 70°C juurde pooleks tunniks. Pärast seda lasti vahul jahtuda 10 minutit ning lõigati saega proovi keskelt välja paari sentimeetriste küljepikkustega tükk tiheduse määramiseks.



Pilt 2. Esimese põlvkonna prototüüpseade.



Pilt 3. Teise põlvkonna prototüüside. 1, 2- surve all olevad anumad, 3- pump, 4- väljumisava, 5- kontrollid



Pilt 4. Kolmanda põlvkonna prototüüpseade.

Ristsidumata PDMS vahu iseloomustamine

Kõik vahud lasti 50 milliliitristesse katseklaasidesse ning märgiti ära vahu ruumala. Teades katseklaasi massi ja PDMSi tihedust, arvutati välja kui suures ulatuses oli uuritav vedelik paisunud.

Silikoonvahu tiheduse määramine

Silikoonõli ja retsepti järgi valmistatud ristsidumata komponendi tihedus oli ligikaudu 1 g/cm^3 . Vahtude tihedust suurendasid lisandid ning vahu tihedust vähendasid reaktsioonil eralduv gaas ning eelnevalt sisse lahustatud õhk.

Vahu tiheduse hindamiseks lõigati proovist väike risttahukakujuline tükk. Tihedus määrati väliste mõõtmete ja massi järgi. Vahu ruumala saadi nihikuga kõiki külgi mõõtes ning need omavahel korrutades. Ühte külge mõõdeti vähemalt kolm korda kuni saadi kattuv tulemus ning tükki kaaluti ka kolm korda kuni kokkulangevate tulemuste saamiseni.



Pilt 5. Vahustatud silikoonõli

Tahke vahu tihedust määrati ka klaasipuru-püknomeetriaga. Klaasipuru abiga saab määrata silikoonvahu tiheduse ning selle jaoks oli vaja arvutada klaasipuru tihedus. Tükk silikoonvahtu kaaluti enne ära ning asetati anumasse, mis täideti klaasipuruga. Klaasipuru lisati kindla piirini ning lisatud klaasipuru mass kaaluti ära. Peale kaalumist arvutati klaasipuru tiheduse ja lisatud klaasipuru massi järgi silikoonvahu ruumala. Mõlema meetodiga saadud tihedused olid kokkulangevad.

Silikoonvahu struktuuri iseloomustamine

Poori kuju ja suuruse iseloomustamiseks lõigati proovikeha kääridega keskelt lahti, et näha pooride kuju ning suuruse erinevusi proovi erinevates osades. Vahu ristlõikepinna jäädvustamiseks kasutati telefoni kaamerat.

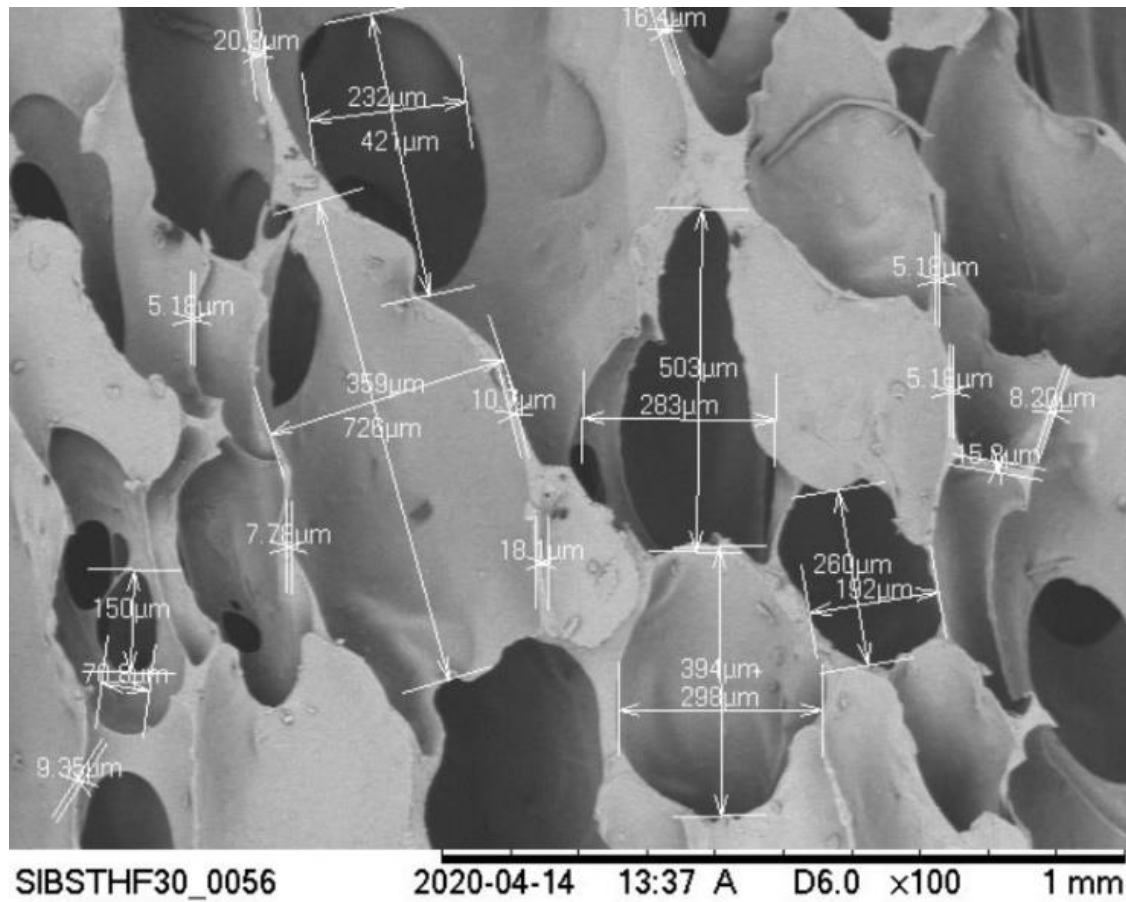
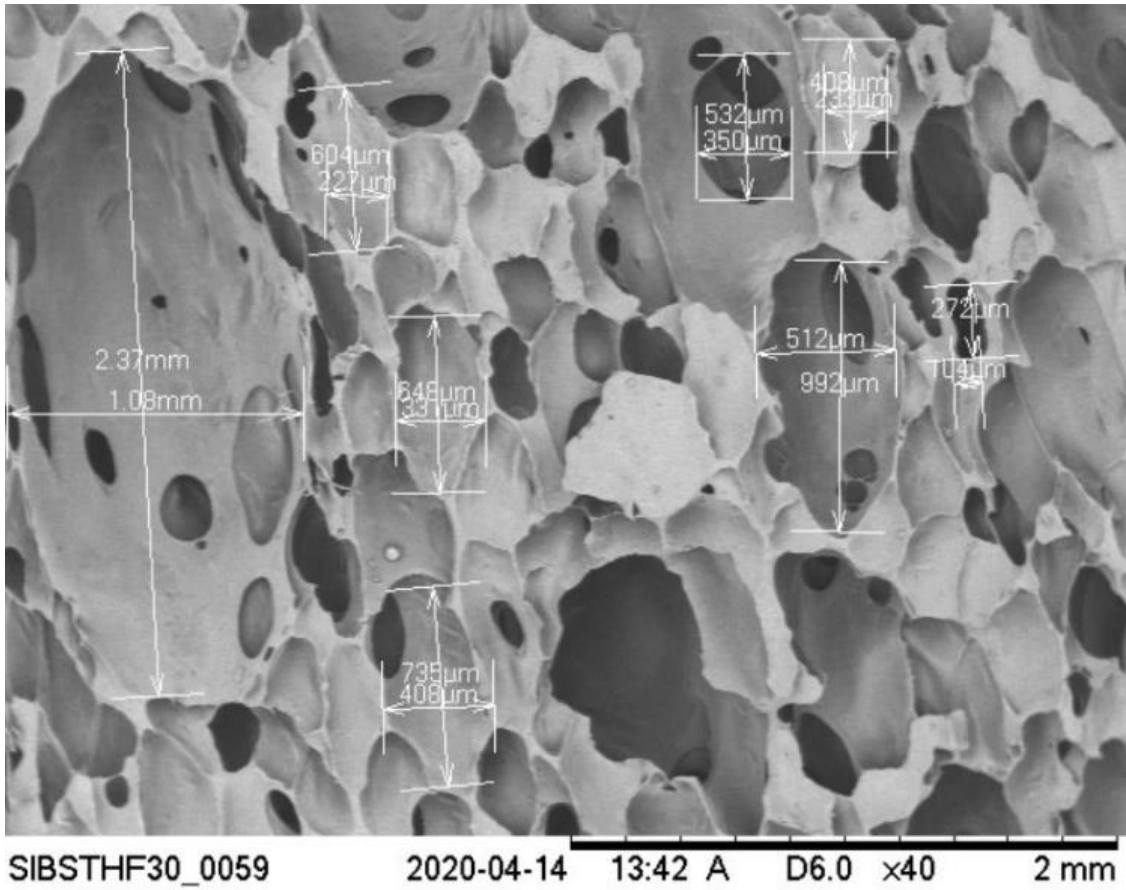
Vahu pooride detailsemaks uurimiseks kasutati ka skaneerivat elektronmikroskoopi (SEM, Hitachi TM3000). Analüüsi läbiviimiseks muudeti proovipind juhtivaks, kattes selle katoodtolmustaja (Leica EM ACE600) abil 9 nm paksuse kullakihi.

Pooride struktuuri uurimiseks valmistati ette 13 proovi. SIF-i proovid tuleb katta elektrit juhtiva materjaliga, sest vastasel juhul tekib elektroonkiire toimele pinna laadumine, mis moonutab SEMi mikrograafi. Igast proovist lõigati väike tükk välja. Tükid kleebiti metallplaadile. Elektrit juhtiva tsemendiga tekitati sild proovi pealispinnalt metallplaadile, et proov oleks meil kindlalt elektrit juhtiv.

Elektrit juhtiv kiht saadakse katoodtolmustamise meetodiga kus lähtematerjalilt aurustatakse aine proovile. Proovide puhul sadestati 9 nm paksune kiht kulda. Seade, mida kasutati oli Leica EM ACE 600. Tolmustamine toimus väga madalal rõhul ning ioniseeritud argooni abil, kus kulla plaati pommitati argooniga ning lahti löödud kuld langes proovile. Proovid asetati katoodtolmustajasse ning 1,5 h pärast saadi kullatud silikoonvahud.

Skanneerivaks elektronmikroskoobiks kasutati Hitachi TM3000. SEM-i abiga mõõdeti poori suuruseid ning pooride vahelise seina paksust. Enamus mõõtmistest jäid 30-1000 kordse suurenduse juurde. Kasutatud SEMil on ülitundlik tagasipeegeldunud elektronide detektor, mille abil tuvastatakse täpne pinna struktuur. Sellega on võimalik kasutada kuni 30000 kordset suurendust ergastuspingetel 5 või 15 (kV). Proovi diameeter saab olla kuni 70 mm ning kõrgus kuni 50 mm [30]. Uuritavad proovid olid mõõtudega ligikaudu 20x15x10 mm.

Kullatud proovid asetati SEMi alla ning mõõdeti ühe proovi mitmest erinevast piirkonnast pooride suurusi ning pooride vahel olevate seinte paksusi. Pooride puhul mõõdeti kaks suurust, sest ükski tekkinud mull ei olnud ümara kujuga, siis mõõdeti pikema telje ja lühema telje pikkused. Pori seinte puhul üritati visuaalselt valida kõige peenem koht poori seinast ühel küljel ning mõõdeti selle paksus. Need mõõtmised tehti SEMi tarkvara abil. Igal proovil mõõdeti umbes 30-50 punkti.

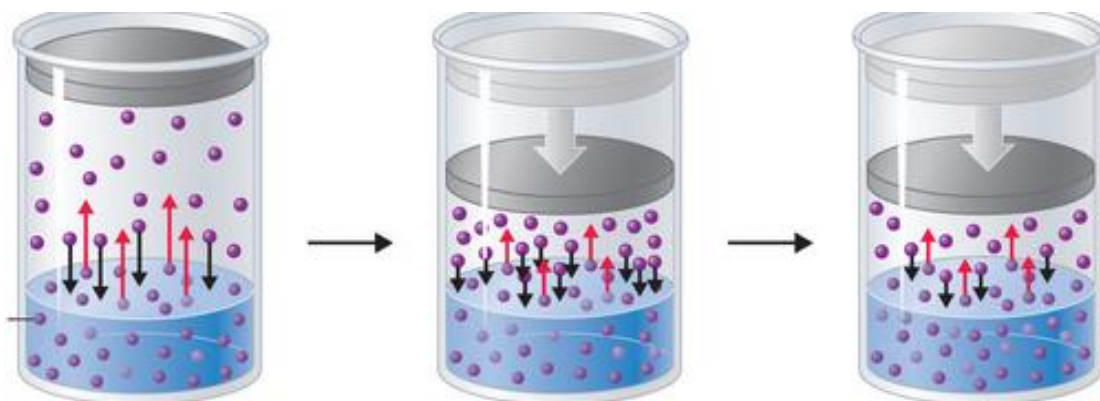


Pilt 6. Mõõtmiste sooritamine SEM-ga

5 Tulemused ja arutelu

Surve all lahustunud gaasi mõju silikoonvahu tihedusele

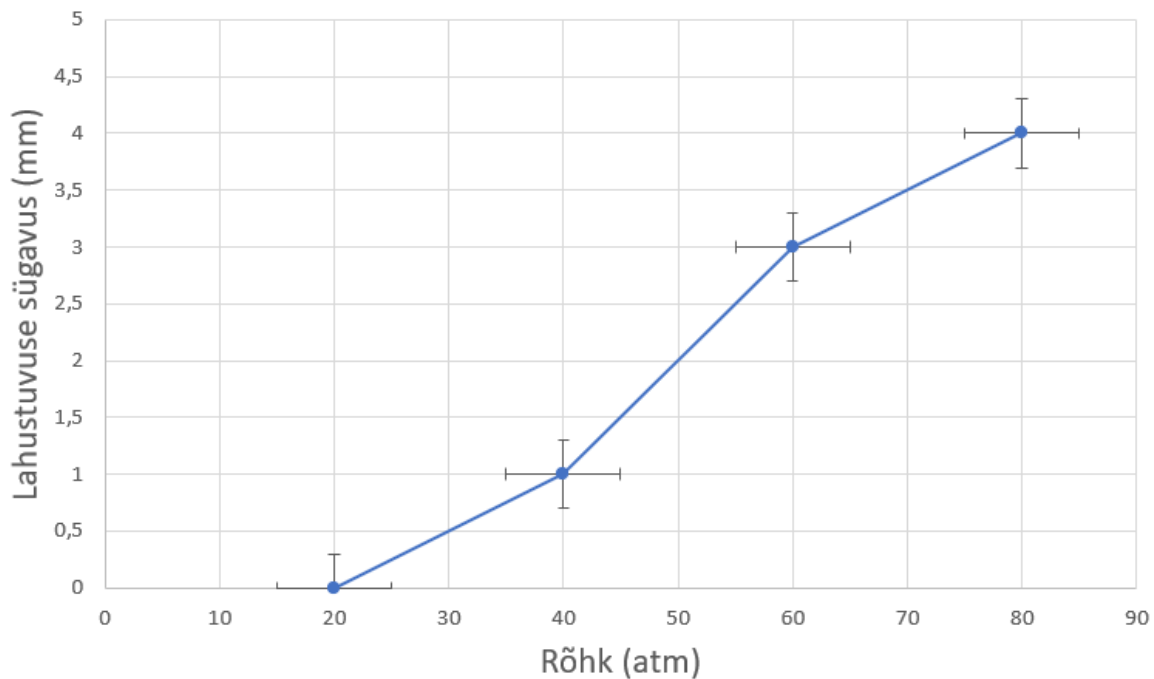
Tekkiva vahtmaterjali struktuuri ja tihedust mõjutab eelnev rõhu all seismine, mis tõstab PDMSi gaasiga küllastatust. Normaalarõhule tagasi minnes toimub faaside eraldumine ja vabanenud gaas dispergeeritakse segusse, mis läbib samal hetkel ristsidumist. Ristsidumise käigus lukustatakse gaas materjali sisse ära ning see annab meile väiksema tihedusega vahu.



Pilt 7. Gaasi lahustumine vedelikku suurema rõhu toimel [31].

Õhu lahustumine silikoonõlis sõltub õhurõhust silikoon kohal. Mida suurem oli rõhk, seda rohkem gaasi lahustus silikoonõlisse. See tuleneb sellest, et gaasi osarõhk lahuse kohal suureneb ning tasakaal gaasimolekulide vahel lahuse kohal ja lahuses väheneb. Selle tasakaalu taastamiseks hakkavad gaasimolekulid liikuma vedelikku. Gaasi lahustuvus vedelikus on kindlal temperatuuril võrdeline gaasi rõhuga. Seda seaduspära tõestasid ka katsed, kus oli näha, et paisumistegurid olid suuremad peale pikka aega suurema rõhu käes seismist. Paisumistegur ja rõhk, mida kasutati, on peaaegu lineaarses sõltuvuses. Näitena võib tuua, et 60 atm all seisnud õli paisumistegur oli 5 ning 20 atm all seisnud õli paisumistegur oli 2,2.

Eelnevast võiks järeldada, et suurem rõhk on vahtude valmistamiseks alati parem variant, kuid see pole nii lihtne. Mida kaugemal tasakaalust on süsteem rõhu tõstmise tagajärjel, seda kiiremini saadud vaht laguneb ja saavutab oma endise oleku. Näitena võib tuua katse, kus lahustati õli 100-150 atm all. 150 atm õhurõhul olnud ja katseanumasse lastud vahustatud silikoonõli püsis 15 sekundit, samas kui 100 atm õhurõhul olnud vaht püsis 70 sekundit.



Graafik 1. Rakendatava rõhu ja lahustuvuse sügavuse sõltuvus. Rõhku rakendati 30 minutit.



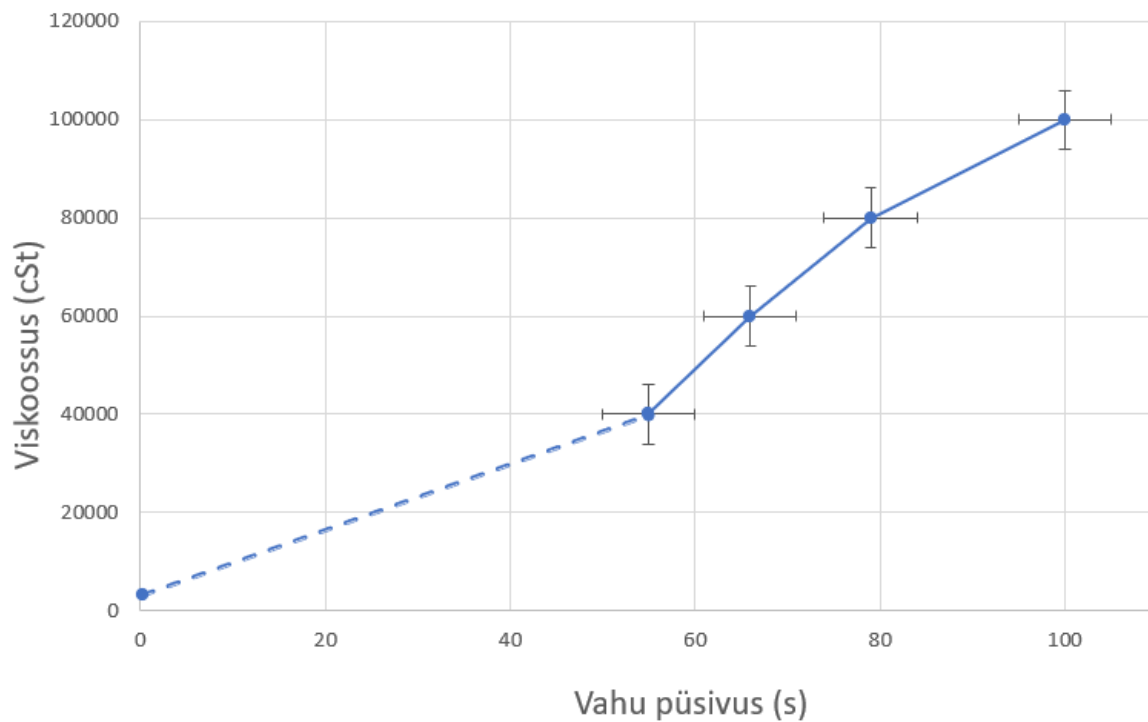
Pilt 8. Lahustuvuse sügavuse mõõtmine.

Kõrgemal rõhul lahustub õhk silikoonõlis kiiremini ja rohkem, sest vedelikus lahustunud gaasi kontsentratsioon rõhu tõstmise järel on tasakaaluolekule vastavast kontsentratsioonist kaugemal. Selle kinnituseks sooritati katse keeduklaasis, mida hoiti kabri erinevatel rõhkudel kindla aja jooksul ning vaadati kui kaugel pinnast on viimased mullid. 80

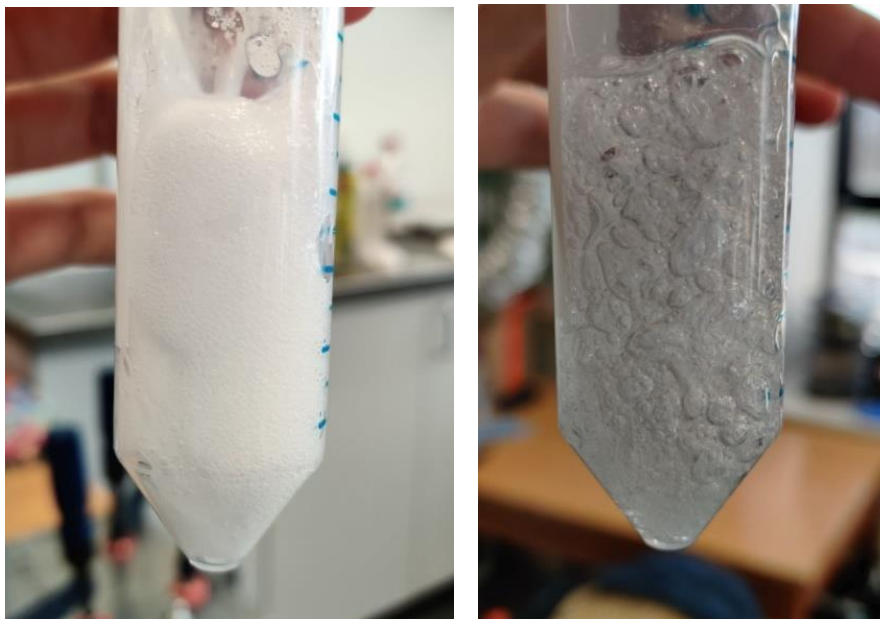
atm all on lahustumise sügavus 30 minuti järel 4,5 mm ning 40 atmosfääri juures on see 1 mm.

Väljalaskedüüsi ava suurus mõjutab paisumistegurit ja stabiilsust. Mitme ava korral kehtib seos, et mida suuremad onavad, seda paremini hoiab vedelik oma vahulist struktuuri. Samas kui lasta vaht läbi peenikeste avade, siis paisumistegur suureneb, aga stabiilsus langeb. Üksikute avade puhul on vastupidi, mida suurem ava, seda suurem paisumistegur ning väiksem stabiilsus. Arvatavasti on see tingitud sellest, et kui järsk on see rõhu muutus, mida silikoonõli läbib. Samuti võib tuua seletuse, et mitme avaga düüsist tulev vaht paisub koheselt ning joad ühinevad. Jugade ühinemisel liituvad mullid ning vahustatud silikoonõli annab parema paisumise suurtemate mullide pärast. Suuremad mullid lahkuvad ka silikoonõlist kiiremini.

Kuivõrd tasakaalust välja viimise ulatus on sedavõrd oluline, siis uuriti võimalust lahustada gaasi suuremal rõhul ning rõhku vahetult enne väljalaskmist alandada. Selgus, et rõhu langetamine surveanumas enne materjali väljalaskmist teeb paisumisteguri väiksemaks. Rõhu langetades hakkavad faasid eralduma ning välja lastes lõhutakse mullid ära. Paisumisteguri suurendamiseks on optimaalne lasta õli välja samal rõhul, millel õhk sinna sisse lahustus. Segavat düüsi kasutades oleks see kõige parem, sest me laseme vahul tekkida alles torust välja liikudes mitte enne toru.



Graafik 2. Vahu stabiilsuse ja viskoossuse seos.



Pilt 9. Vahustatud silikoonõli püsivuse mõõtmine.

Vahu püsivuse aeg ja paisumistegur sõltuvad teineteisest. Kõik katsed, mis sooritati, näitavad seda, et mida suurem on paisumistegur, seda kiiremini mullid kaovad.

Mida suurem on silikoonõli viskoossus seda kauem püsib vaht. Väiksemate mullide ühinemise kiirus on kõrgema viskoossusega vedelikus aeglasem. Mullid ühinevad omavahel aeglasemalt ning need ei saa materjalist välja ja selletõttu on vaht püsivam. Samuti võib arvata, et kuna suurema viskoossusega PDMS-i ahel on pikem, põimunum ja ahela

relakseerumine on raskem, selletõttu eraldub ka gaas aeglasemalt. 100000 cSt õlil püsib vaht üle 100 sekundi, samas kui 40000 cSt õlil püsib vaht 55 sekundit. Suuremaid viskoossusi kui 100000 cSt ei saa tehnilistel põhjustel kasutada, sest segamise puudulik efektiivsus ja sellega kaasnev temperatuuri tõus hakkaksid katsetulemusi liigselt mõjutama.

Väljalaskekiiruse mõju tihedusele

Lisaks survekambri rõhule ja täidistele mõjutab saadava tahke vahu struktuuri ja tihedust materjali väljalaskekiirus. Prototüüpseadme küljes olev kontrolleriiga turbopump võimaldas reguleerida väljalaskekiirust. Väljalaskekiirus avaldas konkreetset mõju selliselt, et suurema kiiruse juures ei jõudnud kogu lahustunud õhk disperseeruda komponenti ning samuti ei jõudnud segaja vedelat vahtu ära lõhkuda. Selle tulemuseks oli madalama tihedusega vaht. Väljalaskekiirust ei saa aga lõputult tõsta. Väga suure kiiruse korral ei jõudnud kruvi-segaja komponente piisavalt segada. Komponentide välja laskmisel käib kaks samaaegset protsessi - rõhu alanemine ja hõõrdumisest ning reaktsioonist tingitud temperatuuri tõus. Nende kahe protsessi toimel lahustunud gaas eraldub. Samuti algab keemiline reaktsioon, mis vajab katalüsaatori ühtlast jaotumist. Puuduliku segamise korral katalüsaator ei jaotu ühtlaselt ning reaktsioon on aeglane ja/või mittetäielik. Selle tulemusena toimub ahjus suur järeldpaisumine, mis on ebasoovitav.

Täidiste mõju vahu tihedusele ja mehaanilistele omadustele

Uuriti kolme täidise mõju valmistatavate SIFide tihedusele ja teistele omadustele. Nende täidistena kasutati erinevates vahekordades FS, vilgukivi ja aktiivsütt.

FS oli baastugevdaja ning seda kasutati kõigis proovides. Polstermaterjaliks sobiva SIFi tiheduse saavutamiseks mängis tähtsat rolli SFi enda madal tihedus. Samuti käitusid erinevate tootjate FS-id erinevalt - isegi analoogilise katte, tiheduse ja tera suuruse poolest samasugused FSid andsid erinevaid tulemusi. FS-i lisamine tegi algkomponendi viskoossemaks ning vähendas gaasi lahustumist. Suurem viskoossus FS-i

lisamisel tuleb sellest, et FS liigub polümeeriahelate vahele, takistades ahelate liikumist. Suurem SFi kontsentratsioon aeglustas ka vahu tekkereaktsiooni, arvatavasti sellepärast, et katalüsaatori liikumine oli takistatud.



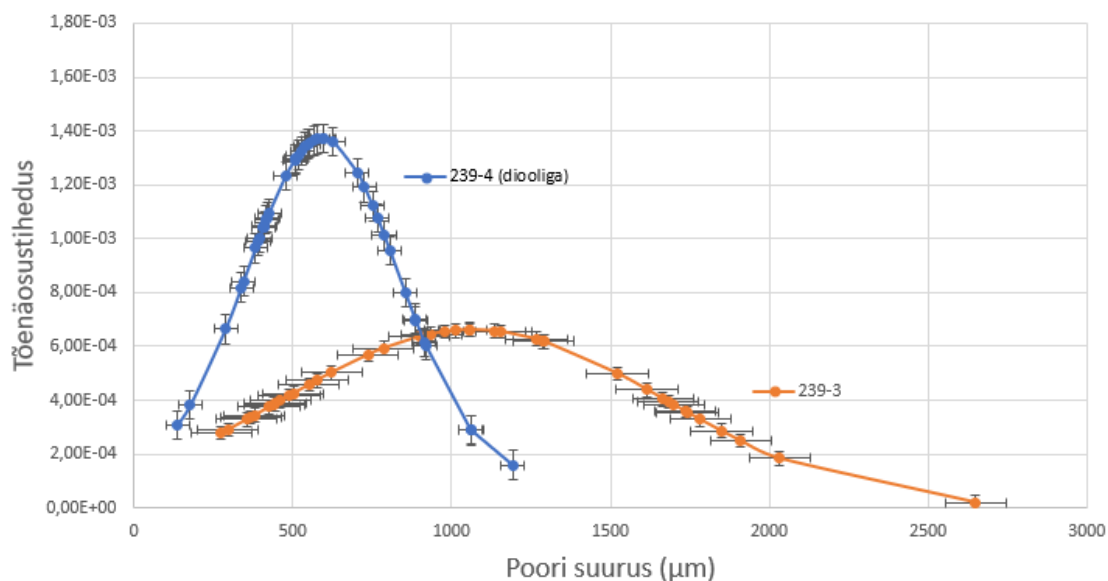
Pilt 10. SIF tihedusega (58 kg/m³)

Vilgukivi sisaldus vahtudes jäi alla 10% piiri, sest rohkema vilgukivi kasutamine ei tee SIFi sobilikumaks polstrimaterjaliks, vaid muudab vahu struktuuri ebahütlasemaks ning mõjutab tihedust. Vilgukivi lisamine tekitas tugevama ja vähem rabeda vahu, aga muutis alkomponendi viskoossemaks ning suurem vilgukivi sisaldus nõudis rohkem aega segamisel, et saavutada ühtlane segu. Lisaks võib vilgukivi osaleda ka kondensatsioonireaktsioonis, sest selle pinnal eksisteerivad OH-rühmad.

Aktiivsöe kasutamine tädisena mõjutas vahustatud silikoonõli stabiilsust. Pärast pikalt rõhu all olemist ning rõhu alt vabastamist ei liitunud ega lahkunud mullid nii kiirelt. Vahustatud silikoonõli stabiilsus pikenes kordades, aga selle juures vahu paisumine vähenes ka märgatavalt. Aktiivsöe kasutamine tädisena tekitas ahju asetatud tahkes vahus tugevat järelpaisumist. Kuivõrd teiste lisanditega saavutati piisav tulekindlus ning tsentrite hulk ühtlase gaasieraldumise tagamiseks, loobuti hilisemates katsetes aktiivsöe kasutamisest.

Silikoonvahtude struktuur

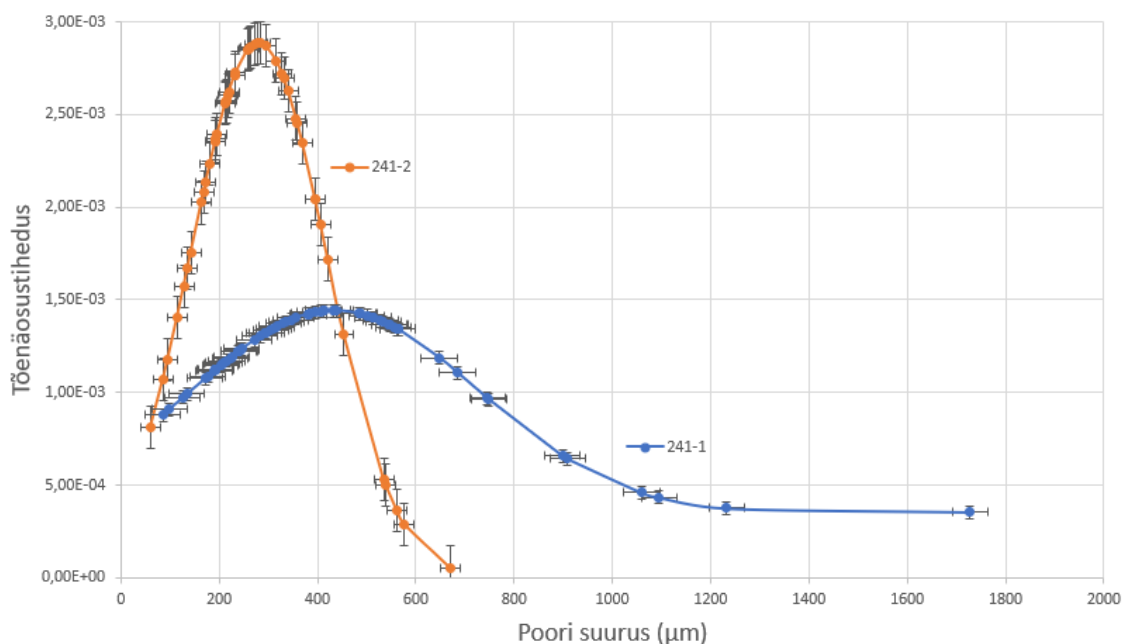
Proove SEM-i all vaadates oli näha, et kõikidel proovidel olid poorid orienteeritud ühes suunas ning need olid pikliku kujuga. Pea kõikidel proovidel oli poori pikem telg kaks korda suurem kui lühem telg. Sellise nähtuse puhul mängib rolli gravitatsioon ning ümaramaid poore saaks, siis kui seina elastsusjõud ületaks raskusjõudu. Samuti leidis väga tugev korrelatsioon seina paksuse ja poori suuruse suhtest tihedusega. Mida väiksem oli poori suurus, seda väiksem oli ka pooride vahelise seina paksus ning selle tulemusena ka madalam tihedus. Tulemustest selgus veel, et lisaks funktsionaalsetele PDMSdele on nii vesi kui ka dioolid väga head ristsidujad. Ainult veega tehtud silikoonvahtude poorisuuruste varieeruvus oli suurem ning keskmise poori suurus on samuti suurem kui SIF-ides, kus oli kasutatud lisaks veele ka heptaandioli.



Graafik 3. Silikoonvahu porisuuruste jaotus ainult vee kui ristsiduva gaasitekitaja (oranž) ja diooli + veel kasutamise korral (sinine).

Graafikult on näha, et diooliga proovil on läbimõõtude standardhälve väiksem ning keskmise porisuuruse diameeter on peaaegu kaks korda väiksem kui proovil, kus on gaasitekitaja/ristsidujana kasutatud ainult vett. See on oodatav tulemus, sest diool on palju kiirem ristsiduja kui vesi ja ta ei lase tekkival mullil suuremaks paisuda ning tulemusena tekib mulle rohkemates tsentrites, mis annab ühtlasema struktuuriga vahu. Võrreldava koostisega diooliga proovil oli tihedus $0,166 \text{ g/cm}^3$ ning ilma dioolita oli proovi tihedus $0,191 \text{ g/cm}^3$.

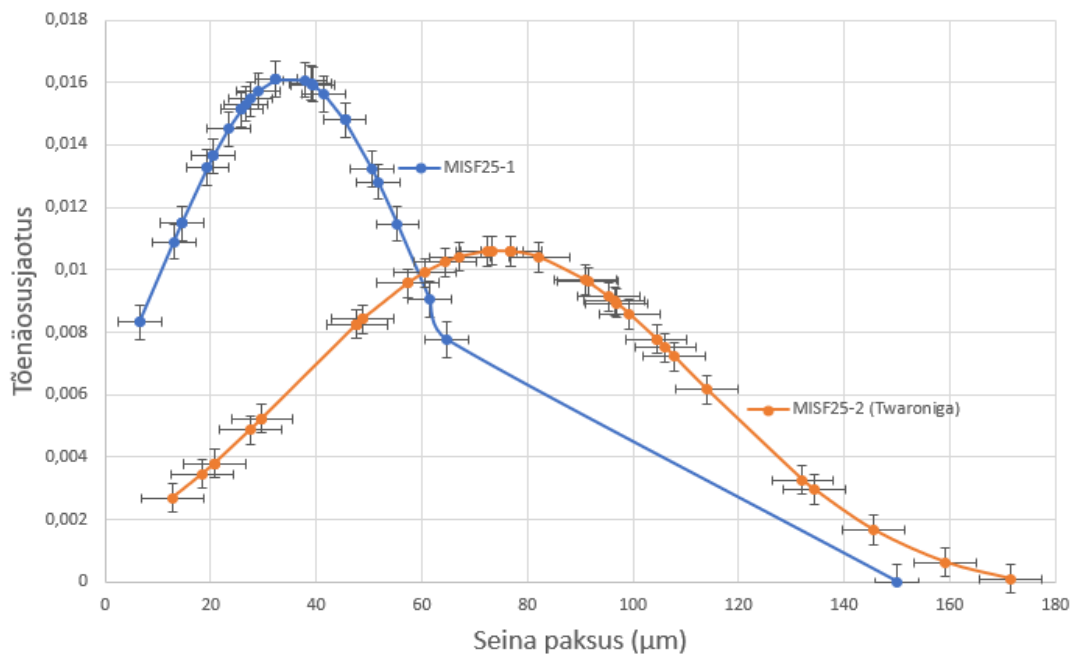
Kui meil sisaldab proov suuremas koguses vilgukivi, siis selle tõttu hakkab porisuuruste diameeter vähenema olenemata sellest, et kas me oleme lisanud diooli vee hulka või mitte.



Graafik 4. Silikoonvahu poride suuruste jaotus vilgukivi kui täidismaterjalina erinevate massiprotsentidega. 10% puhul (oranž) ja 2,5% puhul (sinine).

On näha, et proovis 241-2, kuhu on lisatud vilgukivi 10 massi%, on poride suurus väiksem ning proovil 241-1, kuhu on lisatud vilgukivi 2,5 massi%, on poride suurus suurem. Arvatavasti on see sellepärast, et vilgukivi muudab struktuuri jäigemaks ning ei lase jälle tekkival mulli diameetril suureneda. Teine võimalus on see, et peen vilgukivi pulber tekitab mulli tekkimise jaoks tsentri. Eksisteerib võimalus, et palju õhukesi liistakaid moodustav vilgukivipulber on barjääriks gaaside kogunemisele ning seetõttu on mullidel raskem ühineda.

Samuti leidis väga tugev korrelatsioon poride diameetri ja poride vahelise seina paksuse vahel. Mida paksem sein, seda suurem poor. Tahke vahu seina paksus on mõjutatud täiteainetest ja lisanditest, kus täiteaine peaks muutma SIFi tugevust ning tegema ta sobilikumaks polstrimaterjaliks. Üldiselt on kasutatud silikoonvahu täitematerjaliks pulbreid, mis ei ole gaasi liikumisele suureks barjääriks.



Graafik 5. Pooriseinte paksuste jaotus Twaroni kui lisandi (oranž) ja ilma (sinine) kasutamise korral.

Samuti on näha, et Twaroni lisandi puhul seina paksuse ja poori suuruse seos ei kehtinud. Seinad muutusid kaks korda paksemaks kuigi poori suurus jäi samaks. Twaron tõstab juba väikses koguses fiibermaterjalina vahu tugevust, mis on soovitatav, kahjuks kaasneb sellega tiheduse kasv.

SIFi tihedus ja pooristruktuur sõltuvad suuresti omavahel seotud parameetritest, nagu kasutatavad täidised, täidiste massiprotsent, rõhu all seismise aeg, rakendatav rõhk ning väljalaskekiirus. Iga parameetri muutusega oleks vaja üle kontrollida ka kõik ülejäänud parameetrid ning kuidas see hakkab tekkivad vahtusid mõjutama. Seetõttu ei ole lihtsate ja üheste seoste defineerimine enamasti võimalik, sest omavahel seotud muutujaid on nii palju, mida analüüsida.

Sobivate omadustega SIFi väljatöötamine on keeruline ettevõtmine, kuid võimalikud eelised PURi ees õigustavad niisugust ettevõtmist. Võimalike eeliste realiseerumise jaoks on vaja veel tööd teha, et tulevased polstrimaterjalid oleksid tulekindlad, hüdrofoobsed ning pika elueaga.

Kokkuvõte

Käesolevas töös uuriti füüsikalisi ja keemilisi meetodeid madala tihedusega silikoonvahtude valmistamiseks. Vahtude omadusi mõjutavaid tegureid uuriti spetsiaalselt madalsurvevalu meetodil silikoonvahtude valmistamiseks konstrueeritud prototüüpseadmete abil. Vahtude iseloomustamiseks arvutati nende tihedused ruumala ja massi mõõtmise kaudu või püknomeetriselt. Samuti iseloomustati silikoonvahtude struktuuri visuaalse vaatluse teel. SEMi abil uuriti erinevate täidiste ja lisandite mõju silikoonvahu struktuurile lähtuvalt poori seinapaksusest ja poori suuruse jaotusest.

Püstitatud eesmärgis said täidetud, valmistatud madalaima tihedusega SIF (58 kg/m^3) ületas märkimisväärselt ootusi, sest õhu silikooni prepolümeerides lahustamisel põhinev füüsikaline meetod osutus äärmiselt efektiivseks. Tuvastati hulk vahtude tihedust ja teisi omadusi mõjutavaid faktoreid.

SEMi tulemustest selgus, et gaasitekitaja-ristiduja rollis veele diooli lisamine tagas palju väiksemate pooride tekke ning ühtlasema suurusjaotuse. Samuti selgus, et Twaroni kiu lisamine mõjutab suurel määral pooride vahelise seinapaksust. Kolmandaks selgus, et vilgukivi kasutamisel on poorid palju väiksemad ja ühtlasemad, ilma tihedust mõjutamata.

Vahtude valmistamisel selgus:

- a) silikoonvahu tihedust saab vähendada reageerivaid silikoonvedelikke eelnevalt kõrge õhurõhuga anumahoides, mille käigus gaas silikoonõlis lahustub;
- b) mida kõrgemal rõhul on silikoonõli lahustunud gaasiga küllastunud, seda ebastabiilsem on saadav vahustunud silikoonõli;
- c) mida suurem on väljalaskedüüsi ava, seda kauem säilib silikoonõli vahustunud olek;
- d) viskoosemat silikoonõli kasutades saab vahu püsivust suurendada;
- e) optimaalses väljalaskekiiruse vahemikus on tekkiva tahke silikoonvahu tihedus väiksem.

Valmistatavate SIFide mehhaanilite omaduste optimeerimiseks tuleb edasi jätkata arendustööd, varieerides prepolümeeride, ristsidujate ja lisandite kooslusi.

Summary

Physical and chemical foaming of silicone

This thesis researched physical and chemical methods for lowering the density of silicone foams. Factors affecting the properties of silicone foams were studied using equipment specially designed for the production of silicone foam using low-pressure injection molding method. To characterize the foams, their densities were calculated by measuring volume and weight or by pycnometry. Silicone foam structure was also characterized visually. The effect of different fillers and additives on the silicone foam structure in terms of pore sizes and pore wall thickness was studied with a scanning electron microscope. The thickness distribution of pores and walls in more than ten samples was analyzed.

The goals set were achieved. The lowest obtained SIF density (58 kg/m^3) far exceeded the expectations, as the physical foaming approach of dissolving air under high pressure in silicone prepolymers turned out as highly effective. A number of factors influencing the SIF density and other properties were identified.

The scanning electron microscope results showed that the addition of diol to water as the gas-former/crosslinker results in much smaller pore sizes and relatively more uniform size distribution. It was also found that the addition of Twaron fiber greatly affects wall thickness. Pore sizes are much smaller when mica is used, without altering the density.

It was also established that:

- a) the density of the silicone foam can be reduced by storing the reactive silicone fluid in high pressure chamber, resulting in air dissolution;
- b) the higher the pressure at which the silicone oil is saturated with the dissolved gas, the more unstable the foamed silicone oil is later on;
- c) the larger the nozzle the longer time it takes for the foamed silicone oil to return to its usual state, making the foam more stable
- d) stability of foamed silicone oil can be increased by using higher viscosity oil;
- e) within the optimum discharge rate range, the density of the solid silicone foam formed is the lowest.

In order to optimize the mechanical properties of the SIFs, further development work is required by varying the combinations of prepolymers, fillers and crosslinkers.

Viited

- [1] Europur, “Transport and automotive,” 2019.
<https://www.europur.org/applications/transport-and-automotive>
- [2] D. Weaire and S. Hutzler, “The Physics of Foams,” in *The Physics of Foams*, pp. 3–10.
- [3] Andre Colas and J. Curtis, “Silicone biomaterials,” in *Biomaterials Science*, 2004, pp. 80–86.
- [4] A. J. O’Lenick, “Basic Silicone Chemistry- A review,” Aug. 1999.
- [5] Stockwell Elastomerics, “Silicone Sponge Rubber Products, Gaskets, Cushions,” 2020.
<https://www.stockwell.com/silicone-sponge/>
- [6] T. Takeoka, “About Silicone Foam (Foamed Silicone),” *Three Bond Technical News*, vol. no. 35, 1991.
- [7] K. R. Symon, “Viscosity,” in *Mechanics*, pp. 345–354.
- [8] ASI, “Understanding High-Viscosity Mixing,” ASI, 2000.
<https://www.adhesivesmag.com/articles/83745-understanding-high-viscosity-mixing>
- [9] L. P. Edward, *Handbook of Industrial Mixing*. 2004.
- [10] J. Tekchandaney, “Mixing High Viscosity materials,” 2012. <http://mixing-expert.com/mixing-of-high-viscosity-materials/>
- [11] D. S. Dickey, “Tackling difficult mixing problems. Fluids and Solids Handling,” 2015.
- [12] K. Langhorn, T. Digiannurio, and C. Ross, “Appreciate the Art of High Viscosity Mixing,” *Chemical Processing*, 2016.
<https://www.chemicalprocessing.com/articles/2016/appreciate-the-art-of-high-viscosity-mixing/>
- [13] R. S. Spencer and R. M. Wiley, “The mixing of very viscous liquids,” *Journal of Colloid Science*, vol. 6, no. 2, pp. 133–145, Apr. 1951, doi: 10.1016/0095-8522(51)90033-5.
- [14] W. Drenckhan and A. Saint-Jalmes, “The science of foaming,” in *Advances in Colloid and Interface Science*, 2015, pp. 228–259.
- [15] A. D. Anastasiou, A. D. Passos, and A. A. Mouza, “Bubble columns with fine pore sparger and non-newtonian liquid phase: Prediction of gas holdup,” 2013.
- [16] M. D. Holloway, C. Nwaoha, and O. A. Onyewuenyi, *Process Plant Equipment*. 2012.
- [17] L. Majidi, “Influence of viscosity gradient on bubble formation at a submerged orifice,” 2014.
- [18] K. Pancholi, E. Stide, and M. Edirisinghe, “Dynamics of Bubble Formation in Highly Viscous Liquids,” 2008.
- [19] X. Hu, E. M. Wouterson, and M. Liu, “Polymer Foam Technology,” in *Handbook of Manufacturing Engineering and Technology*, 2015.
- [20] T. Metivier and P. Cassagnau, “New Trend in cellular silicone: Innovations and applications,” *Journal of Cellular Plastics*, vol. 55, pp. 151–200, 2019.
- [21] M.-C. D. Jawhar, D. Blanc, P. Chaumont, and P. Cassagnau, “Study of the Coalescence Mechanisms During Silicone Foaming,” *Macromolecular Journals*, no. Materials and Engineering, 2014.
- [22] R. Romanowski, B. A. Jones, and T. J. Netto, “New technology to produce silicone sponge without chemical blowing agents or VOCs,” vol. 230, no. Rubber World, 2004.
- [23] H. Barthel, “Fumed Silica- Production, Properties, and Applications,” *Organosilicon Chemistry II*, 1996.
- [24] J. Reader and M. Nargiello, “The Use of Engineered Silica to Enhance Coatings,” 2020. <https://www.paint.org/coatingstech-magazine/articles/the-use-of-engineered-silica-to-enhance-coatings/>
- [25] W. D. Nesse, “Introduction to mineralogy,” pp. 244–249.

- [26] T. P. Dolley, "MICA." 2008. [Online]. Available: <https://s3-us-west-2.amazonaws.com/prd-wret/assets/palladium/production/mineral-pubs/mica/myb1-2008-mica.pdf>
- [27] M. A. Osman, A. Atallah, M. Müller, and U. W. Suter, "Reinforcement of poly(dimethylsiloxane) networks by mica flakes," Dec. 2001.
- [28] I. Rebane, "Täidiste mõju tulekindla vormitava polüsiloksaanvahu omadustele," Tartu, 2019.
- [29] D. K. Sarker, D. Bertrand, Y. Chtioui, and Y. Popineau, "Characterisation of foam properties using image analysis," 2007.
- [30] Hitachi, "Hitachi Tabletop Microscope TM3000," *Hitachi high tech*, 2010. <https://www.hitachi-hightech.com/global/about/news/2010/nr20100129.html>
- [31] MakeTheBrainHappy, "The Lewis Dot Structure for CO₂," *MakeTheBrainHappy*, 2018. <https://www.makethebrainhappy.com/2018/01/lewis-dot-structure-for-co2.html>

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja üldsusele kättesaadavaks tegemiseks

Mina, Karl Jakob Levin,

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) minu loodud teose “Silikooni füüsikaline ja keemiline vahustamine”
mille juhendaja on Tarmo Tamm,
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 **06.06.2024** 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.

Karl Jakob Levin

08.06.2021