

TARTU ÜLIKOOL

Loodus- ja täppisteaduste valdkond

Tehnoloogiainstituut

**Silikoonvahu moodustamise meetodite analüüs**

Stevin Lilla

Bakalaureusetöö (12 EAP)

Juhendaja: vanemteadur Tarmo Tamm, PhD

Kaitsmisele lubatud: .....

Juhendaja: .....

*Allkiri, kuupäev*

Tartu 2018

## **Infoleht/Abstract**

### **Silikoonvahu moodustamise meetodite analüüs**

Käesolevas bakalaureusetöös uuriti võimalusi polüdimetüüsiloksaani vahustamiseks ja erinevate lisandite mõju vahu omaduste kujundamisel. Analüüsi käigus viidi läbi ruumalade mõõtmised tiheduse leidmiseks ja põlemiskatsed.

Töö tulemusena leiti erinevaid meetodeid vahu saamiseks. Kasutati ka erinevaid lisandeid vahu mehaaniliste omaduste parandamiseks ja tulekindlamaks muutmiseks.

Märksõnad: silikoon, wollastoniit, ränidioksiid, montmorillonit, aramiidkiud, põlemine, tihedus

CERCS: T150 – materjalitehnoloogia

Analysis of methods for making silicon foams

In this bachelor's thesis different methods for making foam from polydimethylsiloxane and the effect of different additives on the foam were investigated. The density and flammability of the foams were measured.

As a result, different methods for making foam were found. Different additives were added to improve mechanical properties and to make the foam less flammable.

Keywords: silicone, wollastonite, silica, montmorillonite, aramid fibre, flammability, density

CERCS: T150 – Materials Technology

# Sisukord

Infoleht/Abstract .....	2
Sissejuhatus.....	5
Tänuavaldused .....	6
Töö eesmärgid.....	7
1. Kirjanduse ülevaade .....	8
1.1. Polümeerid ja vaht.....	8
1.3. Madala tihedusega silikoonvaht.....	12
1.4. Tihedust mõjutavad parameetrid.....	15
1.5. Vesi vahutekitajana .....	16
1.5.1. Vee-emulsioon.....	16
2. Eksperimentaalne osa .....	17
2.1. Materjalid ja meetodid .....	17
2.2. Tiheduse määramine .....	21
2.3. Põlemiskatse.....	22
2.4. Kasutatud vormid .....	23
3. Tulemused ja arutelu .....	24
3.1. Erinevate vahutekitajate analüüs.....	24
3.2. Erinevate lisandite mõju PDMS vahu struktuurile ja tulekindlusele .....	27
3.3. Tiheduste analüüs.....	32
Kokkuvõte.....	34
Summary .....	35
Bibliograafia .....	36

Töös kasutatud lühendid

PDMS – polüdimetüüsiloksaan

AIBN – asobisisobutüronitriil

PUR – poliüuretaan

Vt-PDMS – vinüül-termineeritud polüdimetüüsiloksaan

OH-PDMS – hüdroksüül-termineeritud polüdimetüüsiloksaan

## Sissejuhatus

Rongi- ja teatriistmete ning muude pehmendeste valmistamiseks kasutatakse polüuretaani (PUR), millel on mitmed head omadused. PUR vaht on tugev, aga samas elastne [1]. Vahu tegemine on lihtne protsess. Üks levinumaid viise PUR vahu saamiseks on kahekomponentne süsteem, kus kahte komponenti kokku kallates, hakkab toimuma ristsidemete tekkereaktsioon, mille käigus eraldub gaas [2] Ristsidemete teke on eksotermiline protsess, seega pole vajalik kuumutamine. [3]. PUR vahu puhul on probleemiks suur süttimisoht ja põlemisel eralduvad mürgised gaasid. [4] [5]

Käesolevas töös arendatakse poorse silikooni või silikoonvahu kujul alternatiivi istmepehmendestes PUR vahu asemele. Silikoonmaterjalid on üldiselt tulekindlamad, kuna põlemisel tekib tuhakiht, mis takistab edasist põlemist. Põlemisel ei eraldu ka mürgiseid gaase. [6]. Saadava silikoonvahu puhul peavad alles jääma silikooni tulekindlad omadused.

Hetkel kasutatakse silikoonvahtu tihenditena ja tuletõketena. Valmistatakse ka lehtmaterjale. Kuna lehtmaterjali lõikamisel tekib palju jääke ja nende töötlemine on aeganõudev, huvitab tootjaid rohkem vormitav vaht. Hetkel saada olevate toodete hulgas ei leidu piisavalt paksu silikoonvahtu, millel oleksid sobivad mehaanilised omadused istmepehmendestena kasutamiseks.

Käesolevas bakalaureusetöös uuriti polüdimetüülsiloksaani vahustamise võimalusi ja katsetati erinevaid lisandeid vahu omaduste muutmiseks See töö on tehtud koostöös firmaga Estelaxe, eesmärgiga leida asendust hetkel kasutatavatele PUR vahust istmepehmendestele./

## **Tänuavaldused**

Sooviksin tänada kõiki inimesi, kes aitasid kaasa minu bakalaureuse töö valmimisele. Soovin tänada oma juhendajat Tarmo Tamme. Lisaks Uno Mäeorgu, Mihkel Illisoni ja Ingrid Rebast

## Töö eesmärgid

- Analüüsida erinevaid polüdimetüülsiloksaani vahustamise strateegiad
- Leida optimaalne vahustamise strateegia
- Analüüsida erinevate lisandite mõju vahu tekkimisele
- Iseloomustada valmistatud vahtusid
  - Mõõta valmistatud vahu tihedus
  - Karakteriseerida valmistatud vahu tulekindlust

# 1. Kirjanduse ülevaade

## 1.1. Polümeerid ja vaht

Polümeerid on kõrgmolekulaarsed ained, mis koosnevad makromolekulidest. Makromolekul on polümeerimolekul ja koosneb mitmetest omavahel kovalentsete sidemetega seotud monomeerilülidest. Monomeer on madalmolekulaarne ühend, millel on võimalus moodustada kovalentseid sidemeid vähemalt kahe molekuliga ja moodustada pikka ahelat. Plastid ja elastomeerid millega inimesed igapäevaselt kokku puutuvad on enamasti sünteetilised. Need ei koosne ainult makromolekulidest, vaid ka erinevatest lisanditest, milleks võivad olla plastifikaatorid, värvained, täiteained ja muud. [7]

Ühed levinuimad polümeeridest valmistatud materjalid on polümeervahud. Neid võib leida tänapäeval mitmetes erinevates valdkondades. Näiteks võivad polümeervahust olla valmistatud pakendid, mööblipolster ja soojustusmaterjalid. Polümeervahud koosnevad tahkest ja gaasilisest faasist. Vahu saavutamiseks peab kahte faasi omavahel segama, et tahke polümeeri vahele jääksid gaasikambrid või -tunnelid [8]. Kambrid võivad olla omakorda suletud või avatud. Avatud kambrite puhul on materjali pinnal poorid ja saadud vaht on elastsem kui suletud kambritega polümeervaht.

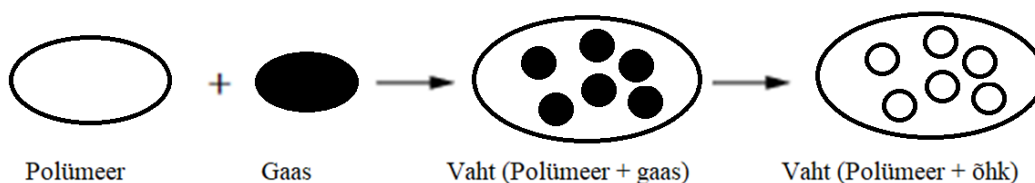
Põhjusi, miks kasutatakse polümeervahtu või üldiselt vahtmaterjale, on väga erinevaid. Näiteks on vahtmaterjalil väike tihedus, suur elastsus, suur soojuspidavus, helisummutus ja nii edasi. Gaasi lisamisega tekkiva vahulise struktuuri tõttu on ka muud materjali omadused võrreldes algsega muutunud. Kambrite hulk, suurus, struktuur ja jaotus mõjutavad materjali soojus- ja elektrijuhtivust, elastsust, kokkusurutavust ja pinna kõvadust. [8]

Gaasi, mida kasutatakse polümeervahu valmistamiseks, saadakse erinevatel meetoditel. Füüsikalisel meetodil vahu tekkimine toimub, kui juhtida vedelast polümeerist läbi gaasi, mis ei reageeri polümeeriga, näiteks kasutatakse süsihappegaasi. Keemilisel meetodil tekib gaas kas polümerisatsiooni reaktsiooni käigus, näiteks polükondensatsiooni puhul, või lisades mõnda ühendit, mis võib laguneda gaasiks, näiteks kiirguse mõjul, temperatuuri või pH muutest. [8]

Tüüpilised polümeerid, millest moodustatakse vahtusid, on polüuretaan ja polüstüreen,

## 1.2. Vahustamine

Teoreetiliselt on vahu saamiseks võimalik kasutada kõiki gaase, aga vahustamisprotsessi käigus ei pruugi iga gaasi kasutamine olla kuigi lihtne. Vahutekitaja valimisest sõltub, missugust vahustamismeetodit kasutatakse. Vahu tekkimist on võimalik kirjeldada kolme etapiga. (Joonis 1) Vahutekitaja lisatakse polümeerile ja toimub segunemine. Hakkab eralduma gaas ja polümeeri tekivad mullid. Seejärel polümeer tahkub ja saavutab lõpliku kuju. Enamasti asendub aja jooksul vahutekitaja gaas mullides õhuga. [9]

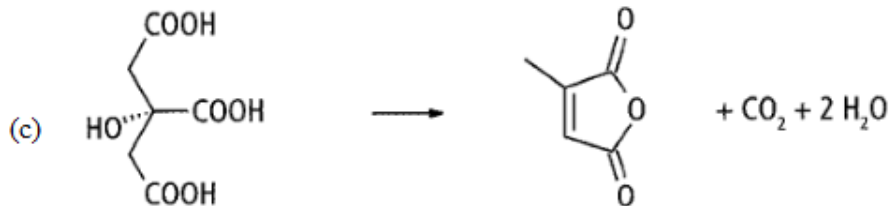
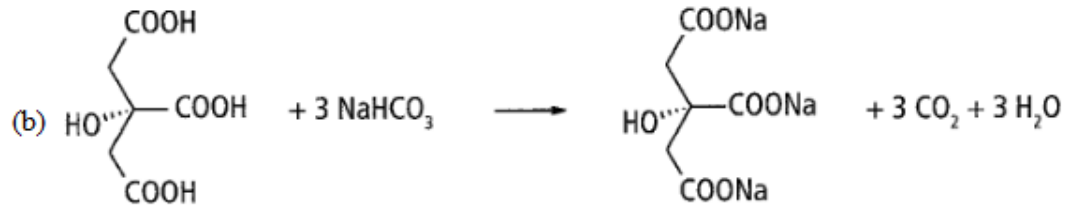


**Joonis 1 Tavaline vahustamise protsess [9]**

Plastikute tööstuses on kaks peamist viisi vahu valmistamiseks: füüsikaline vahustamine ja keemiline vahustamine. Füüsikalise vahustamise protsessis lisatakse superkriitilises vedelas olekus lahusti või inertgaas sulatatud plastikusse, kus see kõrge rõhu all lahustub. Järgnevatel plastiku vormimise etappides rõhku vähendatakse ja vedel faas muutub gaasiliseks ning tekib vahuline struktuur. [8] Seda meetodit tööstuses kasutatakse vähe, kuna on probleemid vahu homogeensuse ja protsessi korratavusega. [10] Vedelate elastomeeride puhul on võimalik ka mehhaaniline vahustamine, kus segatakse õhk materjali sisse vastava segamisvarustusega. [8]

Keemiliste vahutekitajate põhimõte seisneb selles, et reaktsiooni käigus eraldub gaas või temperatuuri tõstmisel laguneb gaasi tekitaja erinevateks gaasilisteks aineteks. Kui gaasi tekkimise protsess toimub vedelas polümeeris, siis see käitub vahustajana. Keemilistele vahustajatele on rangemad nõudmised, kuna probleemseks võib osutuda polümeeri temperatuuritaluvus ja piisava dispersiooni saavutamine polümeeris. Oluline on ka gaasi eraldumiseks vajalik aeg. Kui polümeer on liiga vedel, siis eralduv gaas lendub vedelast polümeerist välja. Kui gaasi eraldumiseks läheb liiga kaua aega, siis ei jää piisavalt gaasi tahke polümeeri sisse või jäävad ebahomogeensed kambrid. [11]

Tüüpilised anorgaanilised vahutekitajad on ammoonium-, naatrium- ja kaaliumkarbonaadid ja vesinikkarbonaadid. Karbonaatide puhul on vajalik soojus või happeline keskkond, et ühendi lagunemisel tekiks süsihappegaas ja vesi (Joonis 2).



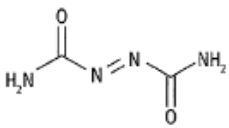
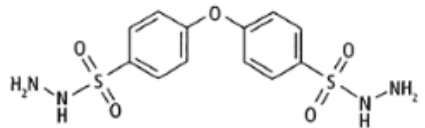
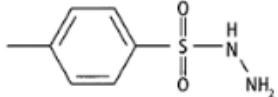
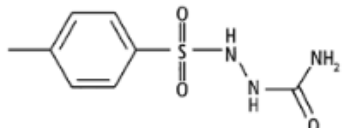
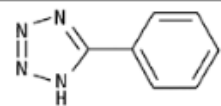
**Joonis 2 Vahutekitajate lagunemisreaktsioonid: (a) naatriumvesinikkarbonaat; (b) naatriumvesinikkarbonaat koos 2-hüdroksüpropan-1,2,3-trikarboksüülhappe (sidrunhape); (c) sidrunhape [10]**

Kõik karbonaadid lagunevad endotermiliselt, ehk gaasi pidevaks eraldumiseks on vajalik ainet soojendada, gaasi eraldumise kiirus on seotud soojuse juurdepääsuga. Ilma välise soojendusega reaktsioon peatub. Selle tõttu võib tekkida probleem, kus vesinikkarbonaadid ja ristsidemeid tekitavad ühendid konkureerivad soojusenergia üle. [10]

Eksotermilisteks vahutekitajateks sobivad näiteks orgaanilised ühendid (Tabel 1 Enimlevinud eksotermilised vahutekitajad), mille lagunemisel eraldub peamiselt lämmastik. Lagunemistemperatuuri saavutades tekib ahelreaktsioon, mille käigus hakkab eralduma veel rohkem soojust ja gaasi. Laialt levinud eksotermiline vahutekitaja on asodikarbonamiid, kasutatakse ka sulfohüdriide.

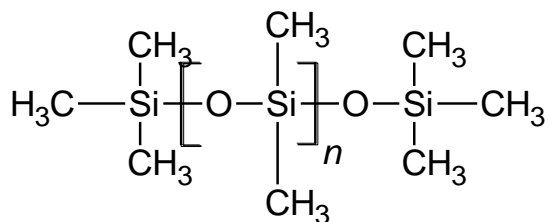
**Tabel 1 Enimlevinud eksotermilised vahutekitajad**

Tabel 1 Enimlevinud eksotermilised vahutekitajad

Struktuurvalem	Ühend (lühend)	Lagunemis-temperatuur °C	Eralduvad gaasid, kogus ml/g
	Azodikarbonamiid (AZO, ADCA), kollane-oranz pulber	205 – 215	270 N <sub>2</sub> , CO, NH <sub>3</sub> , CO <sub>2</sub>
	Oksübis(benseensulfonüül hüdrasiid) (OBSH), valge pulber	155 -165	160 N <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O
	p-tolueensulfonüül hüdrasiid (TSH), valge pulber	120 – 130	120 N <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O
	Tolueensulfonüül semikarbaasiid (TSS), valge pulber	230 – 250	140 N <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O
	5-fenüül tetrasool (5PT)	215 – 225	220 N <sub>2</sub>

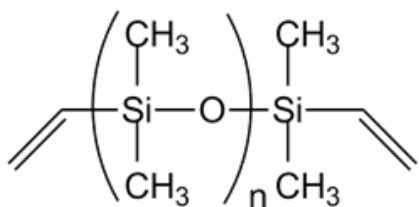
### 1.3. Madala tihedusega silikoonvaht

Silikoon on ränil põhinev polümeer, polüdimetüülsiloksaan (PDMS).

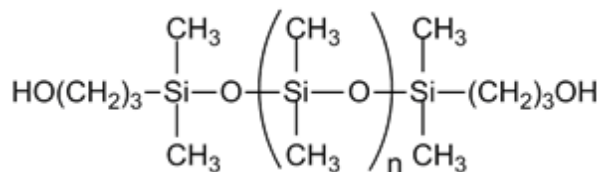


#### Joonis 3 PDMS struktuur

PDMS sobib kasutamiseks PUR asemel, kuna on tulekindlam ja põlemisel ei eraldu mürgiseid aineid. PDMS polümeeri otstes võivad olla erinevad funktsionaalrühmad, mis mõjutavad polümeeri reageerimist. Kaks levinud rühma on vinüül- ja hüdroksüülrühm.

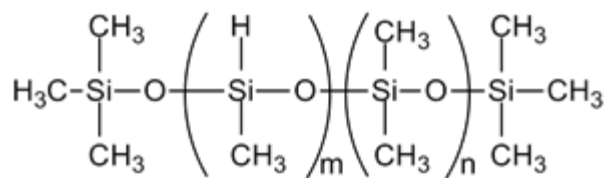


#### Joonis 4 Vinüül-termineeritud polüdimetüülsiloksaan (vt-PDMS)



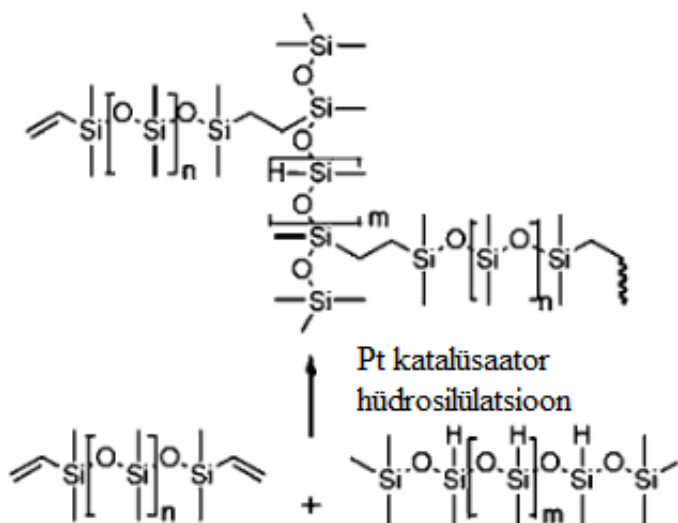
#### Joonis 5 Hüdroksüül-termineeritud polüdimetüülsiloksaan (OH-PDMS)

Ristsidestamata PDMS on silikoonõli, tahke struktuuri saamiseks on vajalik ristsidestamine. Vt-PDMS või OH-PDMS puhul saab ristsidestamiseks kasutada hüdriid asendusega PDMS.

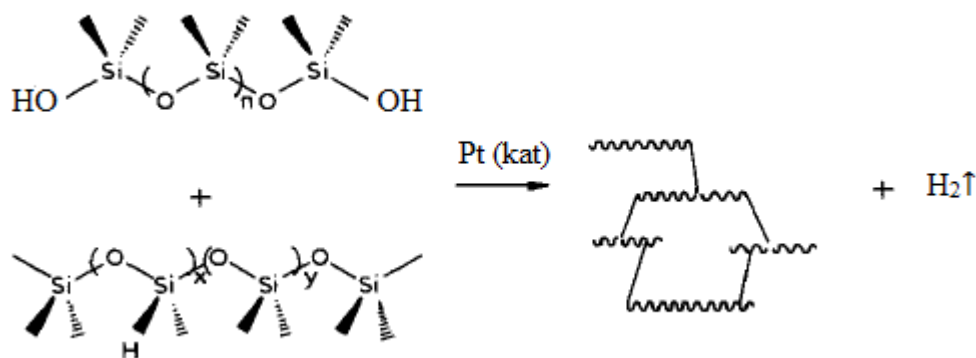


### Joonis 6 Hüdriidasendusega PDMS

Ristsidestamine võib toimuda kas liitumisreaktsiooni või kondensatsioonreaktsioonina. Liitumisreaktsiooni puhul reageerivad vinüül- ja hüdriidrühm (Joonis 7). Kondensatsioonreaktsiooni puhul reageerivad hüdrosüül- ja hüdriidrühm, reaktsiooni tulemusena eraldub ka gaasiline vesinik (Joonis 8).



Joonis 7 näide võimalikust vinüül termineeritud PDMS ristsidemete tekkimise mehhanismist, tõlgitud artiklist [12]



### Joonis 8 OH-PDMS ristsidemete tekkimine

Silikoonil põhinevatel elastomeeridel on mitmeid kasulikke omadusi: võimalus valmistada keerulisi kujundeid, steriliseeritavus, laseb läbi gaasi ja on hüdrofoobne. [12] Lisaks on kasulik kuni 200 kraadine temperatuuritaluvus, tulele vastupidavus, vähene suitsu tekkimine ja kasutamisevõimalus elektrilise isolaatorina. Silikoonvahtude tihedus on alati väiksem kui vee tihedus. Transpordis kasutamise eesmärkidel oleks hea valmistada vaht, mille tihedus on vähem kui 0.25g/ml ja millel oleks samal ajal nii sobivad mehaanilised kui ka tulekindlad omadused. [13]

Silikoonvaht tekib siis, kui polüorganosiloksaan moodustab tahkudes elastomeerse struktuuri. Tahkumisprotsess võib toimuda liitumis- või kondensatsioonreaktsioonina järgnevates lahendustes:

- Kõrgel temperatuuril aktiveeruv silikoonvaht
- Ühe komponendiga toatemperatuuril moodustuv silikoonvaht
- Kahe komponendiga toatemperatuuril moodustuv silikoonvaht

Lihtsaim variant nendest on kahekomponentne silikoon elastomeer, millel tekivad ristsidemed liitumisreaktsiooni käigus. Vahu tekkimiseks on lisatud ka keemiline vahutekitaja. Tüüpiliselt on segu antud A ja B osas, mis koosnevad järgmistest komponentidest:

- Baas silikoon polümeer: vt polüsiloksaan
- Ristsidemete tekitaja: hüdriidasendusi Si-H sisaldavad polüsiloksaanid
- Vahutekitaja
- Katalüsaator

- Erinevate omaduste saamiseks vajalikud lisandid

Ühes komponendis on tavaliselt koos baaspolümeer ja katalüsaator, teises komponendis on ristsidestaja. Kahe komponendi kokkusegamisel reaktsioon algab koheselt, aine ruumala kasvab ja aine tahkeneb, moodustades vahu. [13]

#### 1.4. Tihedust mõjutavad parameetrid

Optimaalse tiheduse saavutamiseks on oluline tasakaal ristsidemete tekkimise reaktsiooni ja gaasi eraldumise vahel. On võimalik kolm erinevat juhtu:

- Ristsidemete tekkimine on kiirem kui gaasi eraldumine. Sellel juhul tahkenemine lõpeb enne täielikku gaasi eraldumist.
- Ristsidemete tekkimise kiirus on sarnane gaasi eraldumise kiirusele. Tekib madalaim võimalik tihedus.
- Ristsideteme tekkimise kiirus on aeglasem kui gaasi eraldumiskiirus. Osa gaasist ei jää vedelesse ainesse.

Teine tihedust mõjutav parameeter mulli raadius  $R(t)$ , mis kasvab sõltuvuses gaasi rõhust  $p_{H_2}(t)$  [13]

$$\rho \cdot \left[ \frac{d}{dt} \left[ R^2(t) \cdot R(t) \right] \right] = R(t) p_{\text{gaas}}(t)$$

Vahu kasvamine lõpeb kui elastne võrgustik on tekkinud. Vahu kasvades võivad kambrid kokku vajuda ja tekivad suuremad mullid. Silikoonvahtude stabiliseerimiseks kasutatakse pindaktiivseid aineid., näiteks allüül-polüetüleen-glükool. [12]

## **1.5. Vesi vahutekitajana**

Silikoonvahtu, mis koosneb vt- polüsiloksaanist, täidistest ja hüdriid asendusega polüsiloksaanist on võimalik moodustada kasutades vett [14] [15]. Silikoonvahu valmistamiseks on võimalik kasutada ka tüüpilisemaid vahutekitajaid nagu aso-isobutüronitriil, dinitrospentemetüleen tetramiin, benseensulfohüdraasiid. Neid kasutatakse vähem, kuna need ühendid võivad olla kallid või muuta süsteemi keeruliseks.

Vett on võimalik kasutada teiste hüdroksüülrühmade allikate asemel, sest mõlema reaktsioonil hüdriidasendusega polüsiloksaaniga eraldub vesinik. Vee eelis teiste allikate ees on see, et ei ole vajalik väga aktiivne platinakatalüsaator. Väheaktiivse katalüsaatori puhul on reaktsioon hüdroksüülrühma ja hüdriid asendusega polüsiloksaani vahel liiga aeglane, gaas eraldub aeglaselt ja tekkiva vahu tihedus tuleb liiga suur. Peale selle võivad lõpp-produktide vahulisused varieeruda. [16]

### **1.5.1. Vee-emulsioon**

Emulsiooniks kutsutakse kahe vedela aine segu, mis tavatingimustel on segunematud. Seda saavutatakse dispergeerides ühtlaselt üks vedelik teises kasutades mõnda pindaktiivset ainet. Antud olukorras võib pindaktiivset ainet teise sõnaga kutsuda ka emulgaatoriks. Vee-emulsiooni on võimalik kasutada silikooni polümeeriseerimiseks, kus monomeer dispergeeritakse emulgaatori abil vees [17].

Silikooni ja vee emulsiooni saab kasutada vahu tekitamiseks. Segatakse kokku organopolüsiloksaan, vesi, ristsidestaja ja emulgaator. Vesi aurustub ristsidemete tekkeprotsessi käigus kuumutamisel või mikrolaineenergiaga abil. Peale vahu tekkimist on veel vajalik järelkuivatus, et üleliigsest veest lahti saada. Eralduva gaasi – veeauru - peamine eelis teiste [15] vahutekitajate ees on see, et vesi pole mürgine, ei põle ja on lõhnatu. Silikooni ja vee emulsiooni saab kasutada ka teiste materjalide omaduste muutmiseks, pindaktiivse ainena võib kasutada näiteks brij35 ehk polüetüleenglükooli [18]

## 2. Eksperimentaalne osa

### 2.1. Materjalid ja meetodid

Ekspirimendi käigus katsetati erinevaid vahu valmistamismeetodeid. Selleks kasutati erinevaid PDMS (Tabel 2), ristsidemete tekkimise võimalusi (Tabel 3), lisandeid (Tabel 4, Tabel 5) ja vahutekitajaid (Tabel 6)

**Tabel 2 Kasutatud silikoonid**

Nimetus	Tootja	Vinüül/hüdroksüül rühmade hulk mol/kg	kirjeldus	Molekulmass g/mol
PDMS PF1070-5000 Silicone fluid	SiSiB (Hiina)	0,041	OH-PDMS elastomeer	49000
PDMS PF1070-20000 Silicone fluid	SiSiB (Hiina)	0,025	OH-PDMS elastomeer	80000
DMS-S12	GelEst	3,636	OH-PDMS elastomeer	550
PDMS-vt (433012)	Sigma- Aldrich	-	Vt-PDMS elastomeer	2500
Sylgard 184 A	Sigma- Aldrich	-	Vt-PDMS elastomeer	-
DMS-V31	GelEst	0,085	Vt-PDMS elastomeer	28000
DMS-V35	GelEst	0,045	Vt-PDMS elastomeer	49500

**Tabel 3 Töös kasutatud ristsidujad**

Nimetus	Tootja	Molekulmass g/mol	Hüdriidrühmade hulk mol/kg	Hüdriidasendus %
Geniosil XL972	Wacker	211	-	-
PTA/MTA (70/30)	Rheinmetall Nitrochemie	248,31/220,25	-	-
PDMS- hüdriid 482374	Sigma- Aldrich	13000	0.66	4,9
HMS-992	GelEst	1950	15.4	100
HMS-082	GelEst	6000	1.08	8
HMS-053	GelEst	22500	0.678	5

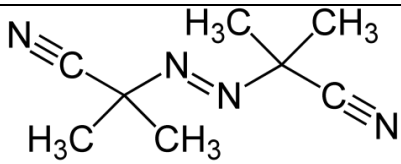
**Tabel 4 Ränidioksiidil põhinevad lisandid**

Nimetus	Tootja	kirjeldus	BET eripind m <sup>2</sup> /g
Silica Gel 60	Alfa Aesar	silikageel	480-540
Aerosil 200	Evonik Industries	Tolmustatud ränidioksiid (ing k. <i>fumed silica</i> )	~200
Aerosil R 812 S	Evonik Industries	Tolmustatud ränidioksiid, heksametüüldisilaan järeltöödeldud	~220
Aerosil R 972	Evonik Industries	Tolmustatud ränidioksiid, dimetüüldiklorosilaan järeltöödeldud	~110
SIS6962.0	GelEst	Tolmustatud ränidioksiid, heksametüüldisilaan järeltöödeldud	150-200

**Tabel 5 Mineraalsed lisandid**

Nimetus	Tootja	Kirjeldus
Vilk (ing k. <i>mica</i> )	-	Lehtsilikaat
Kriit ,CaCO <sub>3</sub>	-	Pehme, poorne lubjakivi, kaltsiit
Vollastoniit, CaSiO <sub>3</sub>	Emilie OÜ	Kiuline kaltsiumsilikaat
Montmorilloniit (savi)	-	Savi, lehtsilikaat
Montmorilloniit K10	Sigma-Aldrich	Puhastatud, töödeldud savi, lehtsilikaat

**Tabel 6 Kasutatud vahutekitajad**

Nimetus	Keemiline valem	1 mool aine puhul teoreetiliselt eralduv gaasi ruumala, 1
Alumiiniumkaaliumsulfaat	$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$	268,8
Asobisisobutüronitriil (AIBN)		67,2
ammoniumvesinikkarbonaat	$(NH_4)HCO_3$	44,8
Vesi	$H_2O$	22,4

Muude lisanditena olid kasutusel ka aktiivsüsi ja polüparaaramiidkiud Twaron. Pindaktiivse aineena Tween 20 ehk polüsorbaat 20 ja Brij 35 ehk polü(etüleeglükool)monolauraat.

Uuritud vahude valmistamiseks oli vajalik kallata soovitatav kogus PDMS. Sellele lisandusid erinevad kasutatavad lisandid kogustes 1-30% PDMS massist. Ristsidestaja vajaliku koguse oli võimalik leida vt-PDMS ja OH-PDMS järgnevate valemitega

$$\frac{\text{Hüdriidi osakaal}}{\text{Vinüüli osakaal}} \cdot \frac{\text{Vinüülrühmade hulk}}{\text{Hüdriidrühmade hulk}} \cdot \text{PDMS (g)}$$

$$\frac{\text{Hüdriidi osakaal}}{\text{Hüdrosüül osakaal}} \cdot \frac{\text{Hüdrosüülrühmade hulk}}{\text{Hüdriidrühmade hulk}} \cdot \text{PDMS (g)}$$

Sobiv hüdriid- ja vinüülrühmade osakaalude suhe ja hüdriid- ja hüdrosüülrühmade osakaalude suhe leiti katsete käigus. Kõik komponendid valati koos keeduklaasi, kus nad segati põhjalikult klaaspulgaga. Erandina oli vee emulsiooni puhul eelnevalt vajalik vee ja pindaktiivse aine kuumutamine ahjus 100 °C kraadini. Niimoodi kulus vähem energiat vee soojendamiseks selle aurustumiseni. Pärast lisati vesi ja pindaktiivne aine keeduklaasi koos teiste komponentidega ja segati klaaspulgaga. Emulsiooni tekkimist on võimalik näha kui läbipaistev vesi ja PDMS segunevad ja tekib piimjasvalge segu. Peale segamist kanti nii emulsioonsegu kui ka muude vahutekitajatega segu üle eelnevalt ahjus 120 °C kraadini kuumutatud vormidesse, mis viidi ahju 10 või enamaks minutiks.

Silikoon vee emulsiooni puhul oli võimalik ahju asemel kasutada ka mikrolaineahju. Mikrolaineahjus kasutatav elektromagnetlaineline soojendab selektiivselt vee molekule. Vee molekulid annavad osa soojusest ümbritsevale keskkonnale, mille tulemusel saab aktiveeruda ristsidemete tekke protsess. Mikrolaineahju kasutamisel ei saa kasutada alumiiniumvorme, kasutati portselantiiglit. Seda meetodit lähemalt ei uuritud kuna tööstuses kasutatakse enamasti metallvorme.

Ammooniumvesinikkarbonaadi ja vee emulsiooni korral sooritati pärast vahu vormist eemaldamist ahjus järelkuumutus. OH-PDMS puhul lisati segusse hüdroksüülrühmade allikana isopropanooli (propan-2-ool), et eralduks rohkem vesinikku.

## 2.2. Tiheduse määramine

Üks võimalus vahu tekkimist analüüsida on mõõta selle tihedust ja võrrelda seda algse, mitte vahustatud aine tihedusega. Madala tihedusega vahu tihedus võiks olla 0.25g/ml või vähem.

Vahu tiheduse leidmiseks tuli esmalt leida vahu mass ja ruumala, kus tihedus on leitav valemiga.

$$\rho = \frac{m}{V},$$

kus  $\rho$  on ruumala,  $m$  on mass ja  $V$  on ruumala.

Vahu mass leiti kaalumisel. Vahu ruumala leidmiseks kasutati kahte erinevat meetodit.

- Vee püknomeetria. Vaht sukeldati veega täidetud mõõtesilindrisse, kus veetase tõusis lisatud vahu ruumala võrra
- Arvutuslikult. Vahutude mõõtmed olid määratud vormi mõõtmetega: küljed nelinurkses vormis ja diameeter silindrikujulises vormis. Lisaks sellele oli vajalik mõõta vahu kõrgus. Kui vaht ei olnud vormi kujuga, oli võimalik lõigata vahust geomeetrilise kujundi kujuline tükk, mille ruumala oli lihtne leida. Seetõttu arvutuslik meetod oli täpsem ja seda kasutati antud töö puhul rohkem.

Risttahuka kujulise vahu ruumala valem:

$$V = a^2 \cdot h$$

Silindrilise vahu ruumala valem:

$$V = \pi \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot h$$

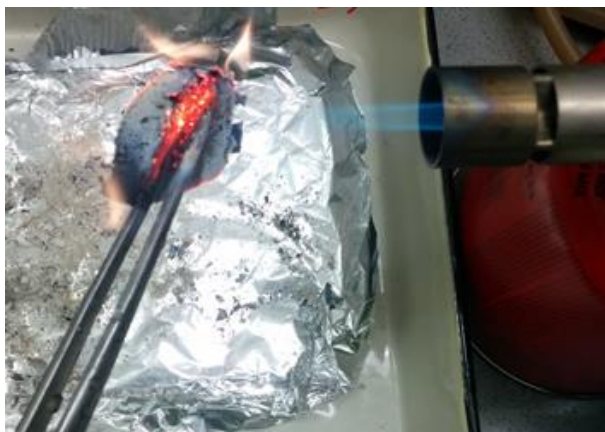
Võrdluseks leiti teoreetiline tihedus, arvestades, et kogu sünteesi käigus eralduva gaasi ruumala lisandub algsele ruumalale.

$$\rho_{\text{teoreetiline}} = \frac{m_{\text{vaht}}}{V_{\text{silikoon}} + \frac{m_{\text{vahutekitaja}}}{M_{\text{vahutekitaja}}} \cdot n \cdot V_m},$$

kus  $M$  on molaarmass,  $n$  on kordaja, mis näitab, mitu mooli gaasi vahutekitajast tekib,  $V_m$  on molaarruumala.

### 2.3. Põlemiskatse

Põlemiskatse sooritati vastavalt standardi UL94 osale, mis kehtib madala tihedusega vahtudele ja kiledele. Katsekeha loetakse mittepõlevaks, kui põlemine kestab peale põleti leegi eemaldamist vähem kui 3 sekundit, katsekeha hõõgumine kestab vähem kui 10 sekundit ja katsekeha küljest ei tilgu või pudene põlevaid tükke. [19]. Katse sooritamiseks viidi põletatav materjal leeki, kus hoiti seda 10 sekundit (Joonis 9). Pärast põleti leegi eemaldamist jälgiti materjali põlemist, hõõgumist, pöörati tähelepanu põlevate tükgede tilkumisele ja pudenemisele materjali küljest.

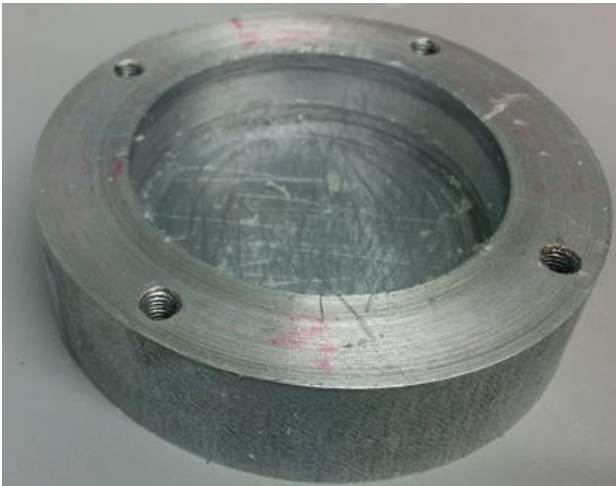


Joonis 9 Põlemiskatse läbiviimine

## 2.4. Kasutatud vormid

Algselt kasutati vahu valmistamiseks teflonvorme. Teflonvormi puhul oli probleemiks madal soojusjuhtivus, mille tõttu võttis ristsidemete teke ja gaasi eraldumine liiga kaua aega. Teflonvormide asemel võeti kasutusele nelinurksed alumiiniumvormid. Alumiiniumil on soojusjuhtivus 100 korda suurem. Alumiiniumi soojusjuhtivus on  $237 \text{ W}/(\text{m}^*\text{K})$ , teflonil  $0,25 \text{ W}/(\text{m}^*\text{K})$ . Alumiiniumvormidega ilmnes probleem, kus OH-PDMS ristsidemete tekkimise käigus jäi vaht tugevalt vormi kinni. Kuna vormi puhastamine võttis rohkem aega kui kogu ülejäänud protsess, siis leiti ajutiseks lahenduseks teflonmääre pihustataval kujul.

Vastusurve ja ühtlase struktuuri saavutamiseks kasutati kaanega suletud vorme (Joonis 10). Silindrilise kuju tõttu ei jäänud aine enam äärtesse tugevalt kinni ja oli võimalik lihtsamalt proovi ruumala arvutada. Kaant oli võimalik kruvidega alumise vormi külge kinni kruvida, et kaas pealt ära ei liiguks.



**Joonis 10 Kasutatud alumiiniumvorm, mõõtmed  $d=5,7 \text{ cm}$ ,  $h=1,5 \text{ cm}$**

### 3. Tulemused ja arutelu

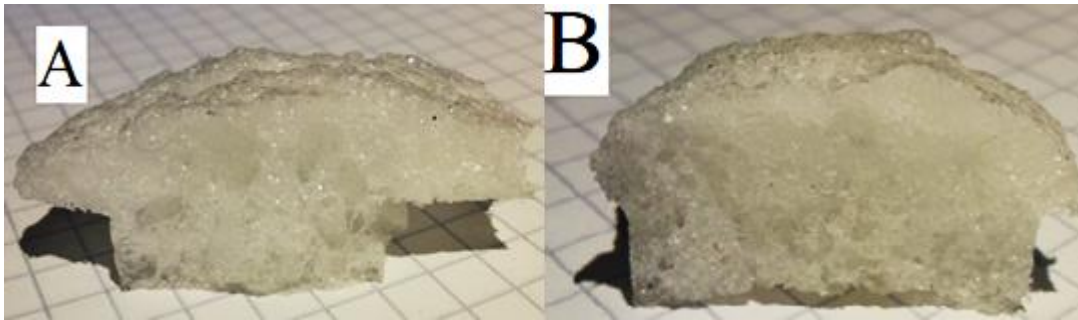
Kokku tehti 110 sünteesikatset. Kõikidele saadud materjalidele ei tehtud analüüsi, sest osad katsed olid mõeldud koguste optimeerimiseks, mitte vahu valmistamiseks. Katseid, kus saavutati vahuline struktuur oli kokku 77. Kõikide vahtude puhul aitas ruumala suurenemisele kaasa vormi eelnev kuumutamine kasutatavale ahju temperatuurile. Vahutekitajat oli vaja lisada ainult vt-PDMS protsessi puhul. Kõige paremaid tulemusi andis vt-PDMS puhul ristsidestaja HMS-082 ja OH-PDMS reaktsiooni puhul HMS-992.

#### 3.1. Erinevate vahutekitajate analüüs

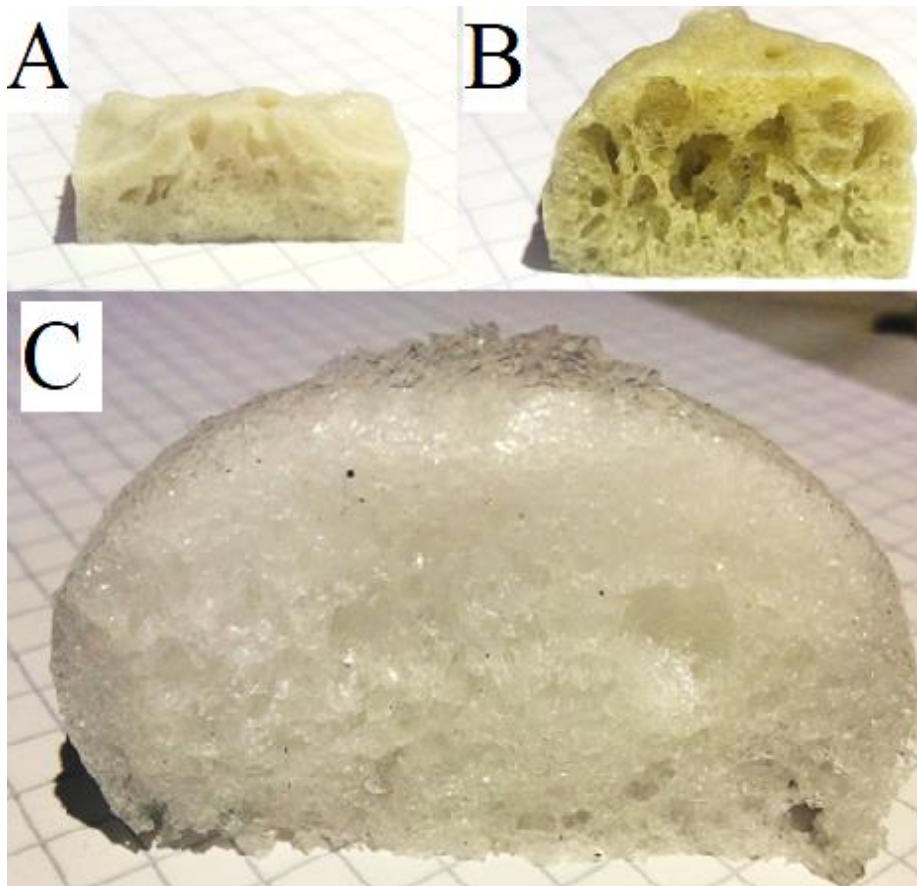
Esimesena kasutatud vahutekitaja oli alumiiniumkaaliumsulfaat. Selle ühendi kasutamise puhul oli probleemiks aeglane gaasi eraldumine. Vahuline struktuur tekkis ainult siis, kui kasutati ilma katalüsaatorita OH-PDMS, mille ristsidestamine võttis aega mitmeid tunde. Kuna optimaalne vahustamise protsess võiks toimuda kiiremini, siis seda ühendit vahutekitajana rohkem ei kasutatud.

AIBN puhul ei moodustunud vahuline struktuur, aga vahtu jäid poorid. Sellest võib järeldada, et AIBN lagunes liiga kiiresti ja polümeeri ristsidemed ei olnud veel selle ajaga tekkinud. Vedelast polümeeri massist lendas gaas välja. Probleemiks oli ka selle ühendi plahvatusohtlikkus, ohutuse eesmärkidel ei proovitud teha suuremate kogustega katseid. AIBN oli kristalliline ja homogeensema vahu saamiseks oleks pidanud seda uhmerdama. Seda aine plahvatusohtlikkuse tõttu ei tehtud.

Ammooniumvesinikkarbonaati kasutati vahutekitajana 21 korral. Karbonaadi lagunemiseks on vajalik temperatuur 40 °C. Suletud vorme kasutades jäid vahud pealt vedelaks ja kleepusid kaane külge. Selle põhjuseks oli karbonaadi lagunedes eralduv ammoniaak, mis inhibeeris katalüsaatorit. Ainult karbonaati kasutades tekkiv vahuline struktuur polnud ühtlane, oli näha suuri ja väikseid mulle (Joonis 11 A). Vahtude tihedused olid vahemikus 0,4 – 0,2 g/cm<sup>3</sup>.



**Joonis 11 Lisanditeta vahud A – 10%  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  B – 5%  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$**



**Joonis 12 Lisanditega vahud A – 15% vilk 5%  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$  , B – 15% montmorilloniit 5%  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ , C – 10% SIS6962.0 5%  $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$**

OH-PDMS protsessi käigus eralduva vesinikuga tehti 12 katset. Vesiniku saamiseks on vajalik ainult hüdriidasendusega ristsidestaja. Tekivad vertikaalselt väljavenitatud mullid (joonis 13 AB). On näha erinevus eelnevalt kuumutatud ja mittekuumutatud vormis valminud vahtude

ruumalad, kui on kasutatud sama kogus reagente (Joonis 13 C). Vahtude tihedused olid vahemikus 0,6 – 0,4 g/cm<sup>3</sup>.



**Joonis 13 Lisanditeta vahud A – eelneva vormi kuumutusega, B – eelneva vormi kuumutuseta, C – kahe eelnevalt väljatoodud vahu võrdlus**

Vee emulsiooni teel valmistatud vahte oli 45. Algsete katsete käigus selgus, et eelnevalt vett ja pindaktiivset ainet kuumutades õnnestub saavutada suurema ruumalaga vaht. Selle põhjuseks oli väiksem vajaminev energia vee aurustamiseks. Aurustumine toimus ahjus kiiremini ja ühtis rohkem vt-PDMS ristsidemete tekke kiirusega. Emulsiooni jaoks kasutatud pindaktiivsetest ainetest oli parim Brij35. Nii Brij35 kui ka Tween 20 korral tekkis sobiv emulsioon ja vaht, aga Tween 20 kasutades jäi vaht kleepuv. Probleem kadus pärast mõnetunnist järelkuumutust. Ilma lisanditeta olid vahus liiga suured kambrid (Joonis 14 B). Vajalik emulgaatori kogus 10% vee puhul oli 3% segu massist. Kõigi järgnevate katsete juures, kus on kasutatud 10% kogust vett on kasutatud ka 3% emulgaatorit. Lisatava emulgaatori optimaalne kogus sõltus vahutekitamiseks kasutatud vee sisaldusest. Liiga vähese emulgaatori korral võis vesi aurustuda emulsioonist väljas (Joonis 14 C). Vahu tihedused olid vahemikus 0,4 – 0,1 g/cm<sup>3</sup>.



**Joonis 14 Erinevad vee emulsiooniga tehtud vahud A – vesi 10%, SIS6962.0 10%, emulgaator 3% B – vesi 10%, emulgaator 3% C – vesi 10%, SIS6962.0 10%, emulgaator 1,5%**

Kõige paremad tulemused saavutati kasutades vee emulsiooni. Vahtude tihedused tulid väiksemad võrreldes teiste meetoditega. Mulli suuruseid oli võimalik väiksemaks muuta lisandite kasutamisega. Vett kasutades tekkis ka kõige vähem probleeme vahtude vormi kinni jäämisega, mis oli suureks probleemiks OH-PDMS puhul

### **3.2. Erinevate lisandite mõju PDMS vahu struktuurile ja tulekindlusele**

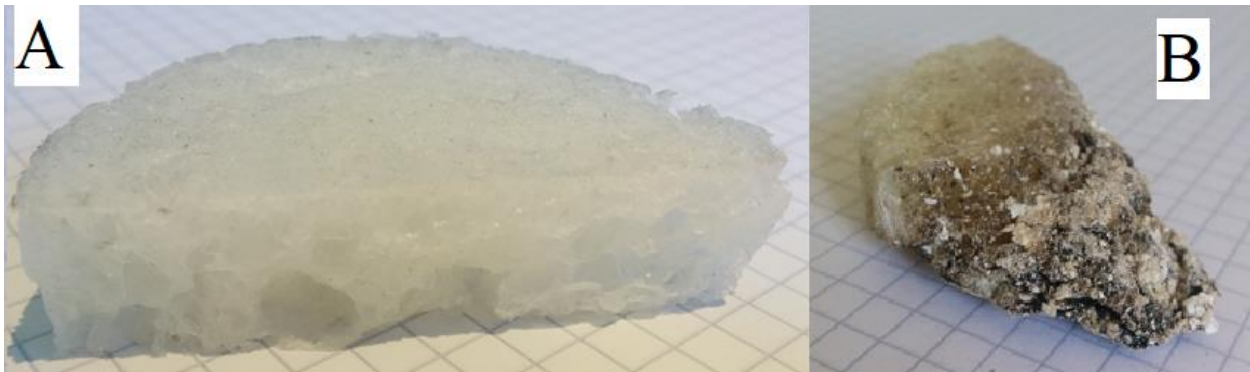
Erinevaid ränidioksiide, montmorilloniiti, vollastoniiti ja vilgukivi kasutati lisandina vahus tekkivate mullide diameetri vähendamiseks, mulli jaotuse ühtlustamiseks ja vahu survetugevuse suurendamiseks. Süsinik oli kasutuses tulekindluse suurendamiseks. Twaron kiud olid kasutusel nii survetugevuse kui ka tulekindluse suurendamiseks. Aerosil 200 ja Aerosil R972 muutsid segu viiskooseks ja raskesti segatavaks, nii et vormis ei valgunud enam segu laiali. Selle tõttu neid rohkem töös ei kasutatud

Aerosil R812 oli kasutuses koos aktiivsöega OH-PDMS vahtudes. Vahu mullid tulid väiksemad kui lisanditeta vahtudes, aga suuremad kui järgnevate lisanditega. Keskmiselt oli mulli diameeter 3mm (Joonis 15). Söega tehtud proovid olid kõik vähepõlevad. Põlemisel tekkis peale tuhakiht, mis peatas edasise põlemise, leek kestus 3 sekundi jooksul, hõõgumine kestis 10 sekundit. Materjal põlemisel ei tilkunud ega pudenenud.



**Joonis 15 R812 10%, aktiivsüsi 5%, isopropanool 0,3%**

Järgnevad katsed on tehtud SIS6962.0 ehk heksametüüldisilaaniga järeltöödeldud ränidioksiidiga. Nende katsete puhul olid vahu alumises osas 3 mm kuni 1 cm diameetriga mullid. Vahu ülemises osas olid 1 mm diameetriga mullid. Põhjuseks võis olla, et vormi kaas takistas edasist kerkimist ja mullid suruti kaane vastu kokku. (Joonis 16 A). Avatud vormi korral olid kõik mullid suured. Põlemisel materjali struktuur lagunes (Joonis 16 B), põlemine peatus pärast 5 sekundit, hõõgumine kestis 15 sekundit. Materjali küljest ei tilkunud põlevat ainet.



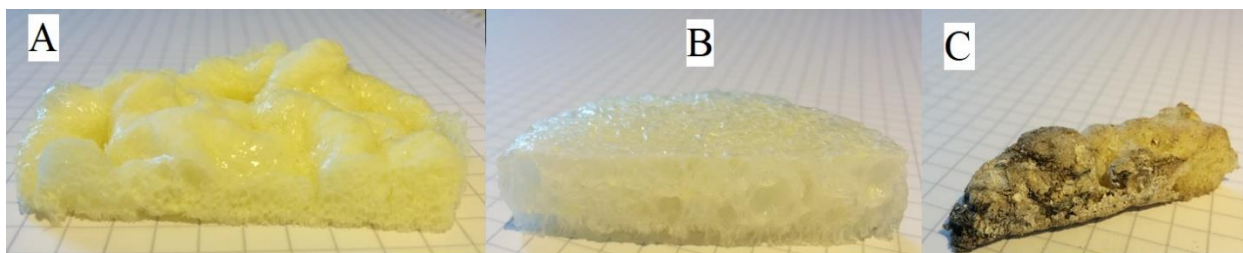
**Joonis 16 SIS6962.0 30%, vesi 10% A – mittepõlenud, B – põlenud**

Vilgukivi lisand takistas osaliselt vahu kerkimist. Katsete tihedus tuli  $0,33\text{g/cm}^3$ . Võrdluseks vollaioniidi ja ränidioksiidi tihedused olid  $0,2\text{-}0,25\text{ g/cm}^3$ . Vahu ristlõikes olid enamuses 1 mm diameetriga mullid. Näiteks  $1\text{ cm}^2$  pindalal oli umbes 60 1 mm diameetriga mulli ja 1 3 mm diameetriga mull. Katsed, kus vilgu mass oli vähem kui pool PDMS massist, põlesid 3 sekundit enne kustumist, hõõgumine kestis 10 sekundit, vahud ei tilkunud ega pudenenud.



**Joonis 17 vilk, vesi 10%, Twaron A, B – mittepõlenud, C – põlenud**

Twaron oli kasutusel täiendava lisandina, kuna juba väike kogus Twaron kiude mõjutas vahu tekkimist. Kui Twaron kiude oli kasutatud vähesel määral, tuli vahu tihedus  $0,2\text{g/cm}^3$ . Vaht kerkis vormi täis, seega oleks võimalik ka väiksema tiheduse saavutamine. Kui kasutati suuremas koguses Twaron kiude saadi tiheduseks  $0,27\text{g/cm}^3$ . Väiksema Twaron koguse puhul olid tekkinud mullid vertikaalselt välja venitatud (Joonis 18 B). Suurema koguse puhul olid enamik mulle 1 mm diameetriga, sarnaselt vilgu lisandile (Joonis 18 A). Selle põhjuseks võis olla Twaron kiudude suur tõmbetugevus, mis suurema kiudude koguse korral hoidis tagasi vahu kerkimist. Twaron vähendab põlemist võrreldes lisanditeta proovidega, aga mitte nii efektiivselt kui teisi lisandeid kasutades. Põlemine kestis 6 sekundit, hõõgumine 20 sekundit, proovid ei tilkunud ega pudenenud.



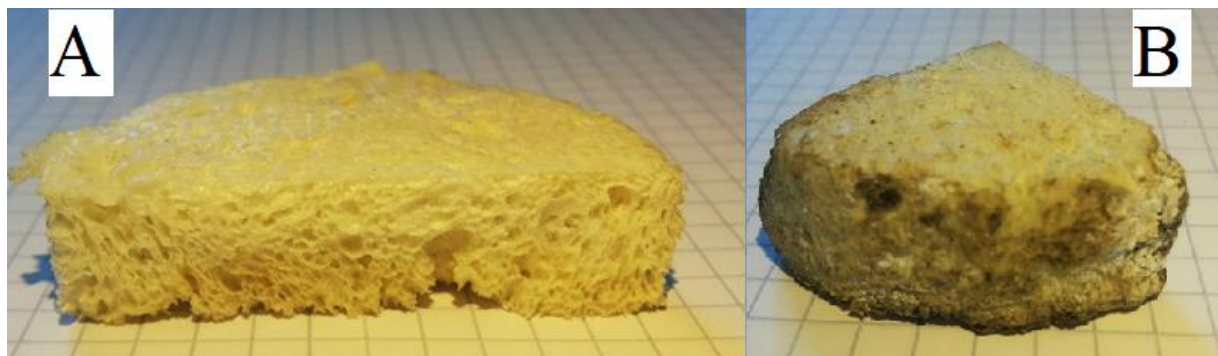
**Joonis 18 Twaron vahud. A – vesi 10%, suuremas koguses Twaron, B – vesi 10%, väiksemas koguses Twaron. C – A proov põletatult**

Montmorilloniidi puhul kasutati kahte erinevat varianti: montmorilloniit (savi) ja K10 montmorilloniit. Nende kahe variandi puhul tulid tulemused erinevad. K10 montmorilloniidi katsed kuivasid ahjus järelkuumutuse käigus kokku ja tihedused tulid  $0,3\text{g/cm}^3$ . Mulli diameetrid olid ühtlaselt 1mm ja alla selle (Joonis 19 A). Montmorilloniit (savi) katsete tihedused olid  $0,25\text{g/cm}^3$  ja mulli diameetrid olid vahemikus 1 mm kuni 3 mm (Joonis 19 B). Mõlema lisandi korral põles vaht kuni kogu pind oli tuhaga kaetud. Leegi front levis edasi peale põleti eemaldamist. Põlemine kestis 30 sekundit, ei sobi tulekindluse standardiga.



**Joonis 19 A – K10 Montmorilloniit, vesi 10%, Twaron 0, B – montmorilloniit (savi), C – Põlenud montmorilloniit (savi)**

Vollastoniit vahtude korral olid mulli suurused olid enamuses 1 mm diameetriga. Näiteks  $15\text{mm} \times 1\text{mm}$  lõigus on mullide diameetri jaotus järgnev: 12 1 mm, 3 2 mm, 1 3 mm. Kogu vahu ristlõike peale 1 5mm diameetriga mull. Tihedused tulid vollastoniidi katsetel vahemikus  $0,2 - 0,25\text{g/cm}^3$ . Vahud kasvasid vormi täis, seega on võimalik ka väiksemat tihedust saavutada. Antud töö käigus väiksemat tihedust ei saavutatud, sest väiksema massiga proov ei pea kerkimiseks piisavalt gaasi kinni. Vahud olid tulekindlad, leek kustus pärast 3 sekundit, vaht hõõgus 7 sekundit, tilkumisi ei esinenud.



**Joonis 20 vollastoniit , vesi 10%, Twaron , A – mittepõlenud, B – põlenud**

Kõik töös kasutatud lisandid peale emulgaatorite Tween 20 ja Brij35 vähendasid vahtude mullisuurusi ja suurendasid tulekindlust. Kuna emulgaatoriga proovid põlesid, oli vajalik kasutada suuremas koguses teisi lisandeid.

Mulli suurusi vähendas kõige vähem R812, mille puhul jäid vahu kambrid ebamäärase kujuga ja suuremad kui teisi lisandeid kasutades. Lisand SIS6962.0 oli parem kui R812. Seda kasutades jäid väiksemad mullid ja segu vähem viskoosne. Vollastoniidi, montmorilloniidi ja vilgu puhul oli mõju vahu struktuurile sarnane. Twaron kiud olid kasulikud igas proovis kuna vähendasid põlemist ja ühtlustasid mullide jaotust vahus.

Kõige parem tulemus saadi vollastoniidi ja Twaron kiudude koos kasutamisel. Kuigi vollastoniidi, montmorilloniidi ja vilgu mõju vahu struktuurile oli sarnane, siis vilgu ja montmorilloniidi puhul oli takistatud vahu kasvamine ja seega jäi tihedus soovitud suurem. Selle põhjuseks võib olla nende lisandite leheline struktuur. Vollastoniidi struktuur on kiuline. Montmorilloniidi puhul oli peamiseks probleemiks leegi levimine mööda vahu pinda.

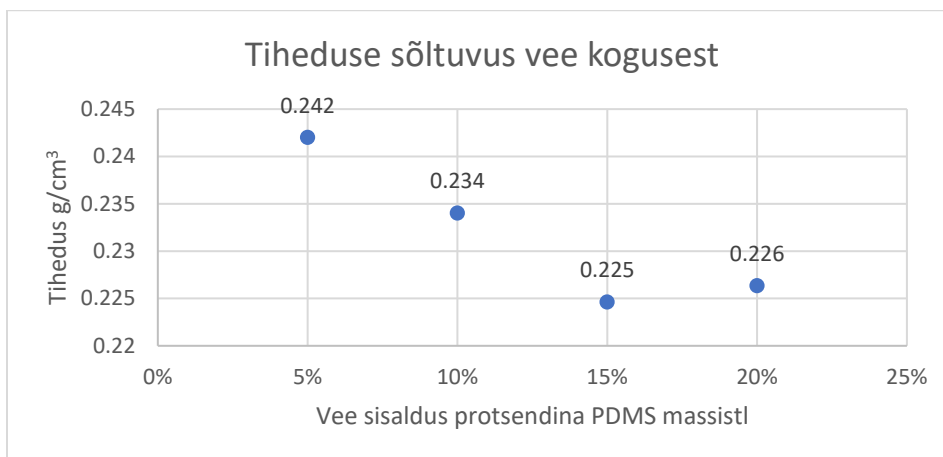
### 3.3. Tiheduste analüüs

Üldiselt silikoonõli tihedus on  $1\text{g/cm}^3$ . Vahtude tihedust vähendasid vahutekitajatest eralduv gaas ja suurendasid erinevad vahu struktuuri ühtlustavad lisandid. Kõige väiksema tihedusega ( $\rho = 0,11\text{ g/cm}^3$ ) vaht oli saadud vee emulsiooni meetodil, ilma lisanditeta



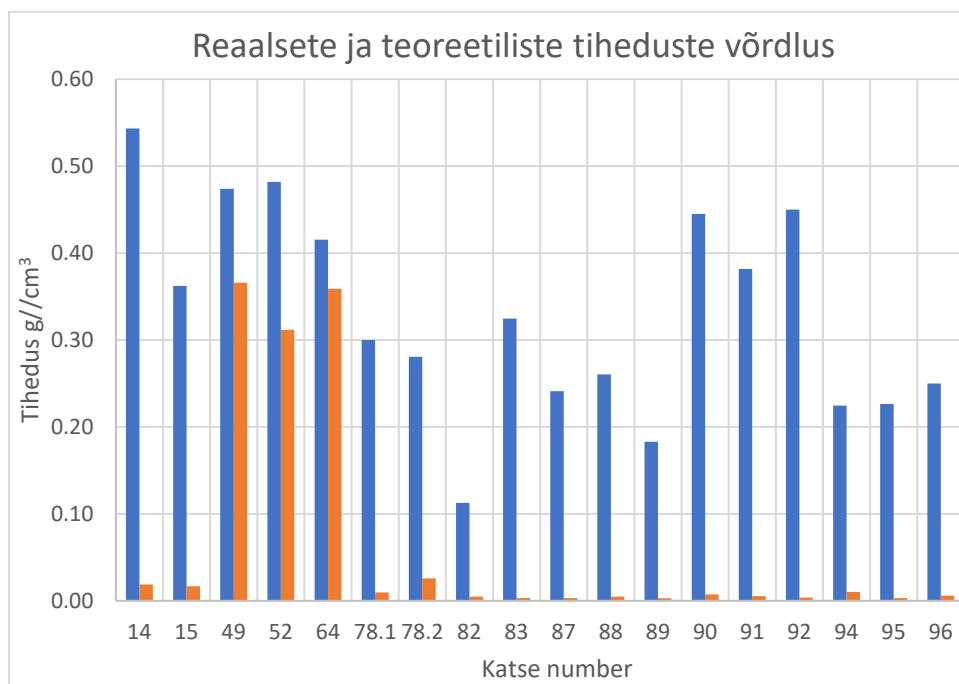
**Joonis 21** Kõige väiksema tihedusega saadud vaht. Täielik koostis: dms-v35 12,6g, HMS-082 1,033g, Brij35 0,63g, vesi 1,31g

Vahu tiheduse sõltuvus vahutekitaja kogusest ei olnud vee emulsiooni protsessi puhul lineaarne seos. Kui kõik tingimused peale vee ja emulgaatori koguse olid konstantsed, siis vahu tihedus muutus minimaalselt vee koguse varieerimisega.



**Joonis 22** Vahu tiheduse sõltuvus vee kogusest

Selle põhjuseks on ilmselt, et kogu vahustamisprotsessi käigus eralduv gaas ei jää efektiivselt vahtu. See juhtus ka teiste meetodite puhul. Erandiks oli lisanditeta OH-PDMS reaktsioon, kus arvutatud teoreetiline tihedus oli lähedane mõõdetud tihedusele. Kõigi mitte-OH-PDMS vahtude teoreetilised tihedused jäid vahemikku 0,003 – 0,026 g/cm<sup>3</sup>. Põhjus, miks OH-PDMS tihedused olid teistest erinevad, võib olla tingitud reaktsiooniprotsessist. Sellel meetodil eraldus gaas ristsidemete tekke kõrvalsaadusena. Teistes protsessides oli vaja rohkem tähelepanu pöörata sellele, et gaasi eraldumine ja ristsidemete teke toimuksid võimalikult samaaegselt.



**Joonis 23** Reaalsete ja teoreetiliste tiheduste võrdlus. Sinised tulbad on reaalsed tihedused, oranžid teoreetilised. OH-PDMS vahtude katsed olid numbritega 39, 52, 64

..

## Kokkuvõte

Käesolevas töös uuriti polüdimetüülsiloksaani vahu saamise meetodeid ja erinevate lisandite mõju vahule. Vahtude iseloomustamiseks viidi läbi ruumala mõõtmine tiheduse leidmiseks ja põlemiskatse.

Katsete tulemusena leiti 4 meetodit vahu moodustamiseks. Nendeks olid:

- 1) aso-isobutüronitriili lagunemisel eralduvad gaasid;
- 2) ammoniumvesinikkarbonaadi lagunemine gaasideks;
- 3) hüdroksüül-termineeritud polüdimetüülsiloksaani reaktsioonil eralduv vesinik;
- 4) vee-emulsioonist aurustuv veeaur.

Lisanditest uuriti erinevate ränidioksiidide, montmorilloniidi, vilgukivi, vollastoniidi ja polüaramiid fiibri mõju vahu struktuurile ja omadustele.

Vaadatud vahutekkimise meetoditest hinnati kõige perspektiivikamaks vee-emulsiooni aurustamist. Selle protsessi puhul oli võimalik saavutada kõige väiksema tihedusega vahte ja mulli suurus ja jaotus oli muudetav kasutades erinevaid lisandeid. Lisanditest kõige sobilikemaid tulemusi andsid koostöös vollastoniit ja aramiidfiiber. Vollastoniit segas kõige vähem vahu kerkimist, vähendas mulli suurusi ja ühtlustas mullide jaotust vahus. Aramiidfiiber suurendas tulekindlust.

Projekti järgmisteks etappideks oleks:

- Leida optimaalne ahju temperatuur vee aurustamiseks ja ristsidemete tekke jaoks
- Leida lisaks erinevaid pindaktiivseid aineid vee emulsiooni moodustamiseks ja vahu stabiliseerimiseks.
- Uurida meetodi skaleeritavust suuremate ainekogustega.

## Summary

This thesis researched different methods of making foam from polydimethylsiloxane and the effects of different additives to the foam. To characterise the foams, measurements of density and flammability were made.

As a result, 4 different methods for making silicon foam were described. Those methods were:

- 1) Gases produced from decomposition of azobisisobutyronitrile;
- 2) Gases produced from decomposition of ammonium bicarbonate;
- 3) Hydrogen produced from the crosslinking of hydroxy terminated polydimethylsiloxane;
- 4) Water vapour from heating of water silicone emulsion

From the described methods the water silicone emulsion method was deemed to have most perspective. Foams with the least density were made with this method. Foam structure was homogenized using different additives. Additives with most suitable results were wollastonite together with aramid fibre. Wollastonite reduced the bubble size in the foam and didn't prevent rising of the foam. Aramid fibre decreased the flammability of the foam while improving the structural integrity.

The next steps of the project are as follows:

- To find optimal oven temperature for water evaporation and the forming of cross-links
- To find additional different surfactants to produce water emulsion and stabilise the foam
- To upscale the method for production in industrial quantities.

## Bibliograafia

- [1] U. A. Pinto, L. L. Y. Visconte ja R. C. R. Nunes, „Mechanical properties of thermoplastic polyurethane elastomers with mica and aluminum trihydrate,“ *European polymer journal*, pp. 1935-1937, 2001.
- [2] S. Singh, „Blowing Agents for Polyurethane Foams“.
- [3] J. W. A. McGregor ja J. D. Mahoney, „Polyurethane cushions“. Ameerika Ühendriigid Patent US2785739A, 11 august 1955.
- [4] M. I. B. B. B. R. P. R. D. Jérôme Lefebvre, „Flexible Polyurethane Foams: Flammability,“ 2003.
- [5] A. Gharehbagh ja Z. Ahmadi, „Polyurethane Flexible Foam Fire Behavior“.
- [6] S. Hamdani, C. Lonquet ja D. Perrin, „Flame retardency of silicone-based materials,“ 2008.
- [7] O. Loog, H. Timotheus ja J. Järv, *Orgaanilised polümeerid. Õpik kõrgkoolidele*, Tartu: Tartu Ülikooli kirjastus, 2012.
- [8] „Gummi Fasern Kunststoffe, 68, No. 12, 2015, pp. 812–819“.
- [9] C. B. P. N. R. Shau-Tarng Lee, „Polymeric foams: Science and technology,“ CRC press, 2007, pp. 10-13.
- [10] „Entwicklung einer innovativen Verfahrenstechnik zur Herstellung von geschäumten Elastomer formteilen im Spritzgieß prozess durch den Einsatz von umweltfreundlichen physikalischen Treibmitteln,“ [Võrgumaterjal]. Available: [http://www.cleaner-production.de/fileadmin/assets/bilder/BMBF-Projekte/01RI05085-088\\_-\\_Abschlussbericht.pdf](http://www.cleaner-production.de/fileadmin/assets/bilder/BMBF-Projekte/01RI05085-088_-_Abschlussbericht.pdf).

- [11] C. B. P. N. R. Shau-Tarng Lee, „Polymeric foams: Science and technology,“ CRC press, 2007, pp. 43-45.
- [12] H. Y. S. M. A. B. Amanda S. Fawcett, „Silicone foams stabilized by surfactants generated in situ from allyl-functionalized PEG,“ 2009.
- [13] Rapra, Smithers, „Blowing Agents and Foaming Processes,“ 2012.
- [14] B. J. Rashmi, D. Rusu, K. Prashantha, M. F. Lacrampe ja P. Krawczak, „Development of water-blown bio-based thermoplastic polyurethane foams using bio-derived chain extender,“ *Journal of applied polymer sciences*, 2012.
- [15] A. Mashberger, „Blowing agent compositions and compositions curable to give elastomeric silicone foams“. Saksamaa Liitvabariik Patent 5,332,762, 26 juuli 1994.
- [16] F. J. Modic, „Silicone foam composition which has burn resistant properties“. Ameerika Ühendriigid Patent 4,189,545, 19 veebruar 1980.
- [17] F. Dalle ja L. Marteaux, „Method of making silicone in water emulsion“. Ameerika Ühendriigid Patent 6,013,682, 11 jaanuar 2000.
- [18] McAuliffe, „Aqueous silicone emulsion for imparting water repellency“. Ameerika Ühendriigid Patent US20100292389A1, 18 november 2010.
- [19] *Standard for Tests for Flammability of Plastic Materials for Parts in Devices and Appliances.*
- [20] M. L. Pinto, „Formulation, Preparation, and Characterization of Polyurethane Foams“.

## **Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks**

Mina, Stevin Lilla,

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose „Silikoonvahu moodustamise meetodite analüüs“,

mille juhendaja on Tarmo Tamm,

1.1.reprodutseerimiseks säilitamise ja üldsusele kättesaadavaks tegemise eesmärgil, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace-is lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2.üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tartu Ülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas digitaalarhiivi DSpace'i kaudu alates 31.12.2021 kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. olen teadlik, et nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest tulenevaid õigusi.

Tartus, 06.06.2018