

TARTU ÜLIKOOL

Loodus- ja tehnoloogiateaduskond

Tehnoloogiainstituut

Tiina Orav

## **Poorse PDMS-i valmistamine**

Bakalaureusetöö

Juhendaja:

Andres Punning, vanemteadur

Tartu 2013

## Sisukord

Sissejuhatus .....	3
Teoreetiline osa.....	4
PDMS .....	4
Poorsed polümeerid .....	6
Porse polümeeri kirjeldamise meetodid .....	6
Porse polümeeri saamise meetodid .....	9
Porogeeni kaasamine ja faasiinversioon.....	9
Otsene mudel .....	9
Plokk-kopolümeeride ise-ehituv meetodika.....	10
Polümeerid loomuliku mikropoorsusega.....	10
Kolloidne mudel .....	12
Kondenseeruva auru ( <i>breath figures</i> ) meetodika .....	12
Praktiline osa .....	13
Porse PDMS-kile valmistamine veeauru meetodil.....	13
Porse PDMS-kile valmistamine vee lisamisega .....	17
Pindaktiivse aine lisandi meetod .....	21
Tahke NaCl osakeste abil porse PDMS-kile valmistamine.....	23
Suhkru osakeste abil porse PDMS-kile valmistamine.....	24
Kokkuvõte .....	28
Bibliograafia .....	29
Preparation of porous PDMS.....	31
LISA 1 .....	32
LISA 2 .....	33
<b>Lihtlitsents</b>	

## Sissejuhatus

Dow Corningu poolt toodetavad siloksaanid on leidnud laialdast kasutust elektroonikatööstuses, kuid need on endiselt huvipakkuvad ka teadusuuringutes [1]. Polüsiloksaanide üks parim esindaja polüdimetüüsiloksaan (PDMS, *polydimethylsiloxane*) on leidnud kasutamist pehmes litograafias (*soft lithography*), meditsiinis ja kosmeetikas [2].

Käesolev uurimistöö eesmärgiks on valmistada PDMS-il põhinev avatud suure poorsusega materjal. Selle töö teoreetilises osas on kirjeldatud PDMS-i valmistamist ja omadusi. Järgnevalt kirjeldatakse poorsete polümeeride valmistamise meetodeid ja nende pooride iseloomustamise võimalusi. Töö praktilises osas on valmistatud poorset PDMS-i vastavalt teiste autorite poolt varem teadusajakirjades publitseeritud artiklites leiduvate juhenditele. Tulemuste arutelu käsitleb erinevate meetoditel saadud poorse PDMS-i iseloomustust ja soovitusi erineva poorsuse saavutamiseks.

Töö lõpp-eesmärgiks on kogu ulatuses poorse PDMS-i kile valmistamine.

## Teoreetiline osa

### PDMS

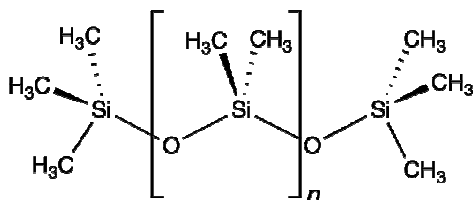
PDMS (*Polydimethylsiloxane*) ehk polüdimetüüsiloksaan on laialdaselt kasutatav silikooni kautšukite hulka kuuluv polümeer. Siloksaan, mille struktuur põhineb räni-hapnik-räni sidemetel, on tuletatud sõnadest räni (*silicium*), hapnik (*oxygen*) ja alkaan [3]. Siloksaanis moodustavad räni ja hapnik lineaarseid ahelaid, tsükleid ja ristsidemeid [4]. PDMS on väga huvipakkuv ja paljude rakenduste jaoks sobiv materjal oma algse voolavuse tõttu, lisaks saab seda polümeeri valmistada madalal temperatuuril (mis on hea tavalise vormi valamise meetodi kasutamisel), kui ka muude üldiste omaduste tõttu: keemiline inertsus, mittemürgisus, raskestisüttivus [5, 6].

Toiduainetes kasutatuna kannab ta koodi E900 ning tavaliselt on eesmärgiks vahu tekke pärssimine [7]. Antud uurimistöös on kasutatud ettevõtte Dow Corning tooteid *Sylgard® 184* ja *Sylgard® 186*, mis mõlemad on kahekomponentsed silikoonkautšukid [8].

Kahe PDMS-i toote erinevused on välja toodud tabelis 3 „LISA 1“.

PDMS on kirjeldatav keemilise valemiga  $\text{CH}_3[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ , kus  $n$  näitab korduva monomeeri lüli dimetüüsiloksaani  $[\text{SiO}(\text{CH}_3)_2]$  lülide hulka [9]. *Sylgard® 184* koosneb kahest komponendist: põhikomponendist A, milles on 60% otsmiste vinüülrühmadega oligodimetüüsiloksaani ning seal on ka Speieri katalüsaator  $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/i\text{PrOH}$ , ja kõvendist B, milles on 70% hüdriidseid rühmi sisaldav oligodimetüüsiloksaan.

Polümerisatsiooniprotsessi käigus moodustuvad katalüsaatori abil hüdriidseid rühmi sisaldavate oligodimetüüsiloksaani ja vinüülrühmi sisaldavate oligodimetüüsiloksaani molekulide vahel ristsidemed. Lähtudes firma antud juhendist segati põhikomponenti ja kõvendit suhtes 10:1 [9].



Joonis 1 PDMS struktuur

Ristsidemetega PDMS-i iseloomustab suur elastsus, selliseid materjale kutsutakse silikoonkautšukiteks. Elastsust on omadus võtta peale deformeerivate jõudude mõju lõppemist tagasi oma endine kuju. **Elastsusmoodul ehk Young'i moodul ehk jäikus:**

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon},$$

kus  $\sigma$  on materjalile rakendatud pinge ja  $\varepsilon$  on selle pinge mõjul toimunud suhteline deformatsioon [10]. PDMS-il on Young'i moodul vahemikus 800kPa - 4 MPa [11].

Nii polümeriseerimata kujul kui ka pärast polümeriseerumist on PDMS väga hüdrofoobne. PDMS-i pinda on võimalik muuta hüdrofiilseks. Selleks teatakse mitmeid võimalusi, üks populaarsemaid ja töökindlaimaid meetodeid on PDMS-i pinna töötlemine hapnikuplasmaga. Väga reaktsioonivõimelised plasmad tekkivad hapniku radikaalid asendavad pindkihi metüülrühmad silanoolrühmadega. Selle tulemuseks on õhu käes ebastabiilne hüdrofiilse pinnaga polümeer. Hüdrofiilne on selline PDMS umbes 30 minutit, kuid seda aega saab pikendada, kui aktiveeritud PDMS asetada polaarsesse lahusesse, näiteks vette. Plasmaga töödeldud PDMS-i on võimalik siduda kovalentselt klaasiga, kui teise samal viisil töödeldud aktiveeritud PDMS-i tükiga, sest moodustub homogeenne liide [8].

PDMS-i töötlus ultraviolettkiirgusega (UV) lõhub polümeeri peahelat, muutes seeläbi PDMS-i märgamisomadusi. PDMS-i pinda ultraviolettkiirgusega hapniku juuresolekul töödeldes tekivad OH-rühmad, mis puuduvad pinna hüdrofiilseks [12].

PDMS-i on võimalik siduda ka teiste materjalidega, kui kasutada selleks osaliselt polümeriseeritud PDMS-i [13].

Polümeriseerunud PDMS lahustub sarnase lahustuvusparameetriga ühendites (nt amiinid) [14]. Lahustuvuse parameetriks on PDMS-il on  $\delta = 7,3 \sqrt{\frac{\text{cal}}{\text{cm}^3}}$ . Parameeter on tuletatud kohesioonienergia ruumalaühiku kohta, mis on väljendatav  $-U/V$ , kus  $U$  on molaarne sisemine energia ja  $V$  on molaarne mahtuvus [14].

Tabelis on toodud mõned lahustid ja nende mõju PDMS-ile. PDMS on hapete ja aluste suhtes inertne [8, 14].

Pundumise määr	Solvendid
Ei pundu	Nitrometaan, etüleenglükool, glütserool, vesi
~ 5% või vähem	Atsetoon, dimetüülkarbonaat, püridiin, fenool, etanool, metanool, fenool, propüleenalkohol
5-30%	Benseen, kloroform, 2-butanoon, propanool, tertbutüülalkohol
>30%	Pentaan, heksaan, heptaan, trimetüülamiin, eeter, tsükloheksaan, ksüleen, toluen

**Tabel 1. Lahustid ning nende mõju PDMS-ile**

Siloksaanid loetakse keskkonnale ohutuks. PDMS pole küll biolagunev, kuid ta ei kahjusta reoveepuhastusseadmeid ja koguneb jääkide hulka muutumatul kujul. PDMS-i lagundamist katalüüsivad mitmed savid [4].

### Poorsed polümeerid

Poorseid polümeere saab jaotada kaheks suureks grupiks: suletud pooridega ja avatud pooridega polümeerid. Poorse polümeeri kirjeldamiseks on mitmeid olulisi struktuurseid karakteristikuid – geomeetria, poori suurus, poori pinna funktsionaliseeritus ja ka polümeeriraamistiku struktuur (koostis, topoloogia ja funktsionaliseeritus). Poore võib geomeetria alusel jaotada sfäärilisteks, torujateks ja võrgustikutüüpi. Poorid võivad olla nii korrapäraselt kui korrapäraselt paiknevad [15].

### Poorse polümeeri kirjeldamise meetodid

IUPAC'i järgi on alla 2 nm diameetriga pooridega polümeerid defineeritud mikropoorseteks, 2-50 nm vahemikus mesopoorseteks ning üle 50 nm makropoorseteks [15].

Poori mõõtmed	Nimetus
...<2nm	Mikropoorne
2-50nm	Mesopoorne
50<...nm	Makropoorne

**Tabel 2. Pooride jaotus suuruste järgi**

Antud töös tegeldakse võrgustikutüüpi pooridega, mida saab nimetada ka polümeerseks vahuks. Kui tavaline vaht on vedelas olekus, siis polümeerne vaht on tahke [16].

Polümeersest vahtu saab jagada suures plaanis kaheks: a) avatud õõnsustega b) suletud õõnsustega. Avatud õõnsustega vahust saab gaas või vedelik läbi voolata. [16].

Vahu struktuuri kirjeldamiseks on kolm põhilist osa:

- 1) Servad - tavaliselt sirged, ideaalse minimaalse pinnaenergia puhul asuvad servad üksteisest  $120^\circ$  nurga all, see on võimalik suletud poorsuses. Avatud poorsuse puhul peaks servad paiknema üksteisest  $<10^\circ$  nurga all.
- 2) Nurgad/ühenduspunktid – kus ühinevad neli poori ja neli serva. Võimalik on ka variant, kus kaks neljast ühenduspunkti ühinevad ja tekib 6 servaga ühenduspunkt.
- 3) Tahud- määravad ära, kas on tegu avatud või suletud poorsusega. Tahus olev õõnsus või tahu puudumine üldiselt näitab, et on tegu avatud poorsusega. Tahud on tavaliselt tasapinnalised, kuid võivad mõningatel juhtudel kortsuda. Tahu keskmine osa on õhem kui servale ligem osa [16].

Madala tihedusega ja suletud polümeeril on varieeruva kuju ja suurusega polügonaalised poorid. Kehtib Euleri valem

$$N - S + T = 2,$$

kus N on nurkade arv, S on servade arv ja T on tahkude arv. [16]

Vahu struktuuri on võimalik iseloomustada pildianalüüsi abil. Sobiv pilt on võimalik saada röntgenmikrotomograafia, skaneeriva elektronmikroskoobiga või ka optilise mikroskoobiga.

Aine poorsus on käsitletav ka aine suhtelise tihedusena:

$$R = \frac{\rho_f}{\rho_p}$$

Võrrandis olev  $\rho_f$  on vahu tihedus ja  $\rho_p$  on polümeermaatriksi tihedus. Poorsus on defineeritud kui  $1 - R$ . Madala tihedusega vahu puhul on  $R < 0.1$  ja struktuurse vahu puhul  $0.4 < R < 0.8$  [16].

Levinumad poorsuse mõõtmise meetodid:

- 1) Otsene meetod, mis hõlmab pooridega näidist ja poorideta näidist, ja nende kahe massi erinevusega saabki poorsuse teada.
- 2) Optiline meetod, kus optilise mikroskoobi alt vaadatakse materjali juhuslikult valitud lõikepinda, kus määratakse nähtavate pooride pindala ja seda väärtust laiendatakse tervele objektile.
- 3) Kompuutertomograafia, mille puhul luuakse 3-mõõtmeline vastavate tühimikega geomeetiline kujund, järgneb arvutitarkvaraga analüüs.
- 4) Immutamine, kus poorsus määratakse vedeliku hulgaga, mis vaakumis imbub pooridesse.
- 5) Veega immutamine, kus lastakse veel imbuda poorsesse materjali ja see vee hulga järgi on arvatav poorsus. Vee korral saab kasutada ka aurustamist, mille puhul objekt kaalutakse, kui ta poorid on vett täis ja lastakse veel ära auruda. Masside erinevus on vastavuses poorsusega.
- 6) Pooridesse tungiva elavhõbeda hulga mõõtmine.
- 7) Gaasi paisumise meetod, kus objekt pannakse ruumi, mis järgnevalt vakumeeritakse ja lastakse sellesse ruumi kindel kogus gaasi. Toimub ühtlustumine ja poorisene ruumala saadakse teada ideaalse gaasi valemiga. [17]

PDMS-i omadusi (läbipaistev, inertne, hüdrofoobne) arvestades ei sobi kõik meetodid selle materjali poorsuse kirjeldamiseks.

Käesoleva bakalaureusetöö praktilises osas valmistatud poorsete PDMS-i näidiste poorsust hindasin pilditöötlusega, kasutades tarkvarapaketti National Instruments Vision Assistant. Tulemuseks on pooride jaotussagedus pooride joonmõõtmete järgi. Esitatud histogrammidel on kvantitatiivseks poore iseloomustavaks parameetriks nende suurim läbimõõt. [18]

Poorsuse hindamine toimus kolmes etapis:

- 1) SEM pildi saamine. Hea tulemuse eelduseks on kujutise suur kontrastsus.
- 2) Pildi analüüsimine, kus leitakse otsitavad pooridele vastavad kujundid (ringid, ovaalid, jne).
- 3) Pooride kvantitatiivsete parameetrite määramine [19].

## Poorse polümeeri saamise meetodid

Tekkeviisi põhjal võib poorseid polümeere jagada kaheks: kunstlikult ehitatud poorsus (malliga meetod, porogeeniga, kolloidlahusega valmistatud) ja loomuliku tekkimisviisiga (päritav/iseeneslik poorsus, plokk-kopolümeeriga ehitatud poorsus).

## Porogeeni kaasamine ja faasiinversioon

Porogeen on aine, mida saab kasutada mallina, et tekitada poore. Porogeen võib olla gaasilises, vedelas või tahkes faasis. Esmalt porogeen segatakse prepolümeeriga ja peale polümerisatsiooni eemaldatakse algsegusse lisatud osakesed. Porogeeni eemaldades jäävad alles õõnsused, mis vastavad pööratud porogeeni struktuurile. Porogeeni lisamist on võimalik kombineerida teiste tehnikatega. Nii on võimalik luua mitmekordseid poorseid struktuure [20].

## Otsene mudel

Otsese mudeli puhul kasutakse malli/mudelit/šablooni, mille pealt saadakse poorne struktuur. Otsese mudeli meetodit kasutades tuleb läbida kolm etappi:

- 1) Polümeerse raamistiku valmistamiseks vajaminevate toormaterjalide imbumine mudelis leiduvatesse tühimikesse või adsorptsioon mudeli pinnale.
- 2) Jaotunud toormaterjalide *in situ* polümerisatsioon või tahkestumine.
- 3) Vormi eemaldamine [15].

Algse materjalina saab kasutada nii polümeeri kui ka monomeeri. Esimesel juhul on võimalik kiht-kihilt ehitamine, mis võimaldab polümeeride sadestumist mudeli pinnale, kasutades alternatiivset adsorptsiooni. Võimaluseks on ka vormi tühimike täitmine polümeeri lahuse või sulamiga ning seejärel polümeeri tahkestamine tühimikes. Monomeeri eeliseks on tema molekuli väiksus, mis võimaldab tal kergemini imbuda väikestesse pooridesse. Monomeeri kasutamine võimaldab laiendada poori võrgustiku kompositsiooni ja omaduste mitmekesisust. Monomeeride valik on laiem [15].

Polümerisatsiooni meetodikaid saab jaotada mudelit kasutades kolme rühma:

- 1) Tavaline polümerisatsioon, milles poorsete polümeeride valmistamise mudel võetakse protseduuris kasutusele enne sisseimbumist ehk infiltratsiooni või pinna muutmist ehk modifikatsiooni. Alternatiivses protseduuris võib moodustada mudelit *in situ* ehk algsel kohal ja monomeeride juuresolekul, millele järgneb polümerisatsioon. See

meetod võimaldab eelvalmistatud mudelitesse sisseimbumist või pinna modifikatsiooni vahele jätta. Protseduuri on rakendatud kolloidkristallide kasutamisel mudelina.

- 2) Elektrokeemilist polümerisatsiooni kasutatakse tavaliselt juhtivate poorsete polümeeride valmistamiseks ja saadavad poorid on struktuurilt makropoorsed ja silinderjad. Makropoorse struktuuri tekitamine on suhteliselt kontrollitud, kuna saab määrata ise parameetreid, milleks on potentsiaali skaneerimise kiirus, polümerisatsiooni aeg, monomeeri kontsentratsioon, algne elektroodide kuju, mudeli paksus, segamine, temperatuur, elektrolüüdi kontsentratsioon, rakendatud pinge. Põhimõtte seisneb selles, et mudel seotakse Au-elektroodi külge, lisatakse monomeeri sisaldav lahus ja pinge rakendamisel polümeriseeruvad monomeerid mudelile [15].

### **Plokk-kopolümeeride ise-ehituv meetodika**

Plokk-kopolümeer polümeerid on väga sobilikud ise-ehituvateks polümeerideks. Neis on kaks sõltumatut homopolümeeri osa, mis on omavahel seotud kovalentse sidemega. Iseehituvad protsessid leiavad aset kas puhtas plokk-kopolümeeris või komposiitses plokk-kopolümeeris. Puhas poorsust tekitav plokk-kopolümeer on ise nii malliks ja kui ka pooritekitajaks (lahkuv ko-popolümeeri osa jätab järele poori). Komposiitne plokk-kopolümeer on lähtematerjal raamistikule, võimaldades moodustada sinna sisse poorne polümeer [20].

Ise-ehituvate polümeeride alla läheb ka lüotroopne vedelkristall, kus lipiidid või amfiifilide molekulid, millel on hüdrofoobne nõ „saba“ ja polaarne „pea“, asetatakse vee keskkonda, kus „sabad“ üritavad üksteisest võimalikult kaugele asetuda, tekitades nii sisemise mikropoorsuse [20].

### **Polümeerid loomuliku mikropoorsusega**

Polümeeride molekulid on painduvad ja tavaliselt pakivad nad end ruumis väga tõhusalt. Pakkumine sõltub mitmest tegurist: füüsilisest faasist (kristalliline, amorfne), molekulaarsest struktuurist (kui paindlik, kuju) ja hiljutisest ajaloost (kas on kuumutatud, lahusega töödeldud) [20].

„Vaba ruumala“ on tühimikud materjalis, mis pole täidetud polümeeriga. Liigse vaba ruumi olemasolu stabiilses polümeeris tingibki polümeeri mikropoorsuse. Sisemist mikropoorsust on võimalik saavutada kolme erinevat tüüpi sünteesisega:

1. Liigne vabaruum võib lõksu jääda, kui amorfses hüperristsidemetega polümeerses võrgustikus teha muudatusi, mis on tekitatud eemaldatava lahusega, mis tagabki mikropoorsuse materjalis. Tavaliselt saadakse hüperristsidemed polüstüreenis.
2. Polümeerid, mis on päritava mikropoorsusega (PIM - *polymers with inherent microporosity*) võib disainida omama makromolekulaarset struktuuri, mis on jäik ja väändunud ja pakib end ruumis väga ebaefektiivselt, jättes nii molekulide vahele suure hulga vaba ruumi. „Päritava“ mikropoorsusega võivad olla võrgustikpolümeer, mis võivad jätta liiga molekulide sidemete vahele palju vaba ruumi. Samas võrgustikuga polümeer on lahustatav ja seega lahuses töödeldavad.
3. COF (kovaalente-organiline-raamistik) ja MOF (metall-organiline raamistik), kus lisatakse boorester selleks, et saavutada jäika ühendust kristallilises võrgustikus. [16]

Korrastatud (kovaalentsete, orgaaniliste raamistikega) poorsusega polümeeride süntees põhineb termodünaamikast lähtuval reaktsiooni tingimuste valikul. Oluline on, et kogu protsess oleks vajadusel ümberpööratav, et saaks ühendada monomeeri plokid moodustamiseks suurenenud, korrastatud struktuuriga poore [15].

Korrastamata poorsusega polümeerides ristsidemete loomisel tekib korrastamata, päritav mikropoorsus, mis tuleneb polümeeri ruumis paiknemisest [15].

### **Meso- ja makropoorsed polümeerid**

Meso- ja makropoorse tööstusliku polümeeri saamiseks on oluline leida sobiv reagentide kompleks, mis sisaldab monomeeri, lahustit, katalüsaatorit ja initsiaatorit. Reaktsioonisegu komponendid peavad tagama sellise polümeerkarkassi moodustamise, mis ei kuivaks kokku solventi aurustumise käigus ja tagaks seeläbi poorse polümeeri tekke [15].

- 1) Radikaalpolümerisatsiooni käigus lisatakse lahustile monomeer, porogeen ja katalüsaator. Leiab aset *in situ* polümerisatsioon, mille käigus tekkivas tahkes faasis moodustavad porogeeni toimetel poorid.
- 2) Polükondensatsiooni käigus toimub polümeriseerumine ja kogu reaktsioonisegu moodustab geeli. Sellis geeli ettevaatlikul kuivatamisel (enamasti teostakse solventi vahetus ja järgnev superkriitiline ekstraktsioon) ja saadakse mikro-, meso- või/ja makropoorne struktuur.

### **Kolloidne mudel**

Antud protsessi puhul moodustab prepolümeer teise vedelikuga emulsiooni. Kolloidne olemus kaob polümeriseerumisprotsessis, mille käigus tekivad ka poorid. Kolloidlahuse tüübist tulenevalt on tekkinud poori mõõtmed mõnest nanomeetrist kuni sadade mikromeetriteni [20].

### **Kondenseeruva auru (*breath figures*) meetodika**

Meetod seisneb selles, et destilleeritud veel lastakse väga niiskes keskkonnas kondenseeruda prepolümeersele pinnale. Kondenseerunud vesi vajub polümeeri sisse ning aurustub pärast polümerisatsiooni [15].

## Praktiline osa

Poorse PDMS-i saamist erinevate meetoditega on kirjeldatud viimase 12 aasta jooksul umbes kümnes artiklis. Välja pakutud meetodite sobivuse hindamiseks teostasid artiklites toodud eeskirjade järgi poorse PDMSi valmistamise. Täiendavaks eesmärgiks oli õhukeste (ca 100µm) poorsete PDMS-kilede valmistamine. Õhukeste kilede valmistamiseks kasutasid alusmaterjalina 50 µm paksust polüimiidkilet.

### Poorse PDMS-kile valmistamine veeauru meetodil

G.S. Jeongi artiklis kirjeldatakse poorse PDMS valmistamist painduva elektroonika jaoks. Poorseks muudetakse ainult PDMS pind umbes 20 µm sügavuseni. Niiviisi ettevalmistatud pinna külge nakkub jootetina, moodustades trükkplaadi komponentide kinnitamiseks sobiva aluse [21].

Artiklis valmistati kõrge poorsusega, venitav PDMS, mille pooride suurus oli 1 – 20 µm. Poorse struktuuri sügavust kontrolliti auru rõhu reguleerimisega ja töötlemisprotsessi kestvusega. Pinda töödeldi aurujoaga 5 minuti jooksul selliselt, et ränialusele kantud PDMSi kile (100-200µm) pandi aurukambrisse, kus seda töödeldi veeauruga. Kuum veeaur viis läbi ka kiire polümeriseerumisprotsessi. Tekkinud poorne PDMS- kile oli pool-läbipaistev valguse hajumise tõttu poorides. Artiklis esitati andmed, et poorne kiht oli pehmem kui mittepoorne kiht, kuid samas oli selle materjali termiline paisumiskoeffitsient sarnane kompaktsed PDMS-i kile väärtusega. Artiklis kinnitatakse ka, et protsess ei mõjutanud molekulide struktuuri PDMS-is. Tulemuseks valmis PDMS-i pinna peale avatud pooridega kiht paksusega umbes 20 µm, millele kanti vaakumaurustamise teel õhuke kullakiht. Sellel metalli kihile tekitati elektrokeemiliselt nikli kiht, mis kinnitus PDMS-i pooridesse. Kulla- ja niklikihiga kaetud poorse PDMS-i pinnale oli võimalik joota elektroonikakomponente [21].

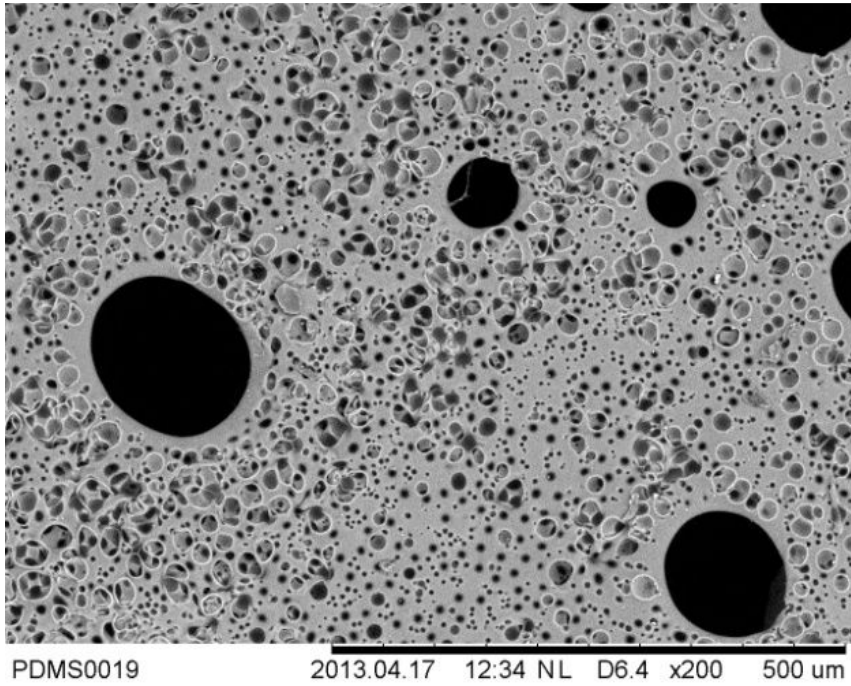
Kordasin artiklis kirjeldatud meetodit eesmärgiga saada läbinisti poorne õhuke PDMS-i kiht. Katse teostasid *Sylgard® 186*-ga. Selle valmistasin vastavalt juhendile ja soovitusel, kus tuli lisada 90% isooktaani (2-2-4-trimetüül-pentaani) ulatuses. Isooktaan muudab prepolümeeri vedelamaks, mistõttu on gaasimullide eraldumine vaakumis palju kiirem. Prepolümeerset PDMSi hoidsid vaakumis 40 minuti kestel.

Isooktaani lisandiga PDMS-i paksus väheneb polümeriseerumise ajal isooktaani aurustumise tõttu. Vastav graafik ja andmed asuvad „LISA 2“-s. Aplikaatori abil valmistasin järgnevate paksustega kiled: 500, 500, 1000, 1000  $\mu\text{m}$ .

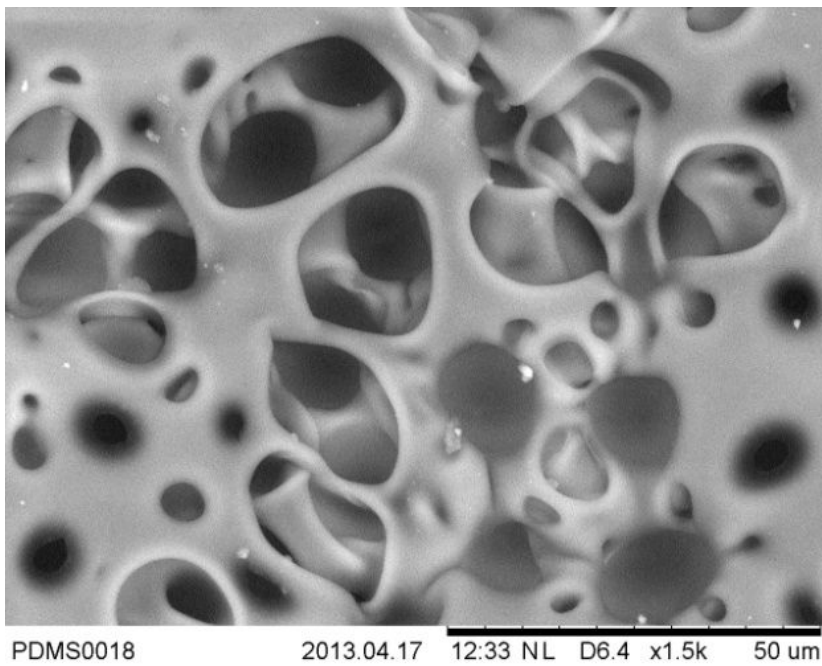
Aurujoa tekitamiseks kasutasin aurutriikrauda, mida rakendasin erineva aja jooksul ja erinevatel kaugustel. PDMS ei polümeriseerunud aurutamise käigus täielikult, seetõttu järelpolümeriseerisin auruga töödeldud PDMS-i ahjus 85° C juures 60 minutit. Valminud kilesid uurisin SEM-iga. SEM-i piltidelt on näha, et pinnakihi tekkisid kraatrid, mis moodustasid süsteemse mustri. Antud katse tulemusel pinna sisse poore ei tekkinud.

Eelnevad kartused, et PDMS auru rõhu mõjul pinnalt minema puhutakse, osutusid alusetuks. Selgus, et ainult veeaurust jääb puudu. Idee oli edasi kasutada suurema rõhuga aurutriikrauda. Poodides müüakse triikraudu, mille rõhuvahemik jääb 3,5 - 6 bar vahele. Antud juhul kasutasin 3,5 bar, kuid tulemus ei muutunud. Katset kordasin ka *Sylgard® 184*-ga, mis on vedelam. Tulemus ei muutunud.

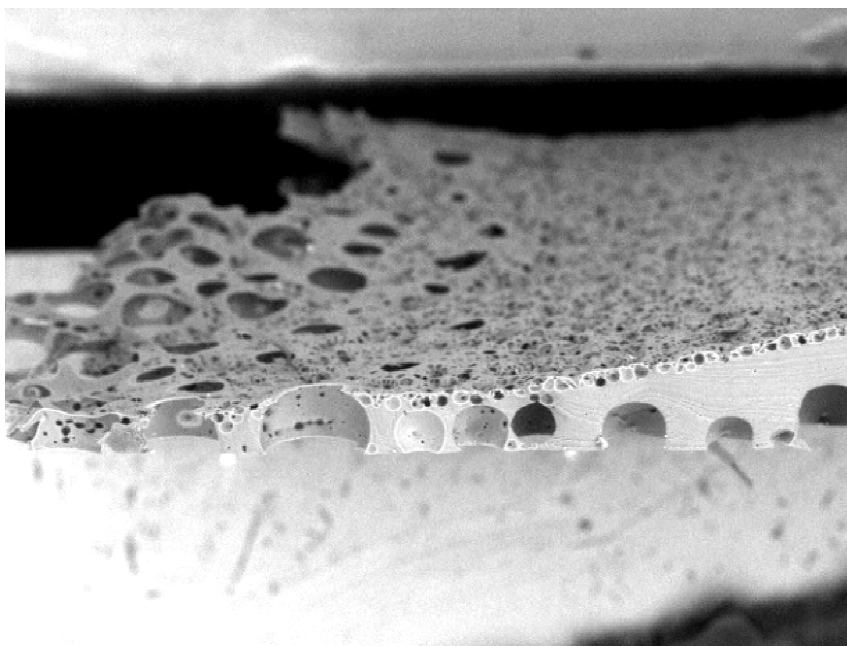
Järgnevalt kordasin katset suletud ruumis. Selleks võtsin liitrise poolsfäärilise anuma, mille peal oli ringikujuline avaus. Kattes anumaga PDMS-i kile ja töödeldes aurutriikrauaga 10 minutit, sain pooleldi polümeriseerunud poorse PDMS-kile, mis sarnanes G.S. Jeongi artiklis esitatuga. SEM-i pildid aurujoameetodiga suletud ruumis saadud PDMS-ist on esitatud piltidel 1-3 (Pilt 1 – pealtvaade, pilt 2- suurendus pealtvaatest, pilt 3- ristlõige) ning pooride jaotus nende läbimõõtude järgi graafikul 1. Pildilt 1 on näha, et on tekkinud suuremad poorid, mis läbivad tervet kihti. Pildilt 3 on näha, et suuremad poorid on kihi alumises osas ja pinnapealses osas esineb väiksemate pooride kiht. Pildi 2 on poorse PDMS-i struktuurne kiht, mis on mõne poori sügavune.



**Pilt 1** PDMS-i kile pindkiht

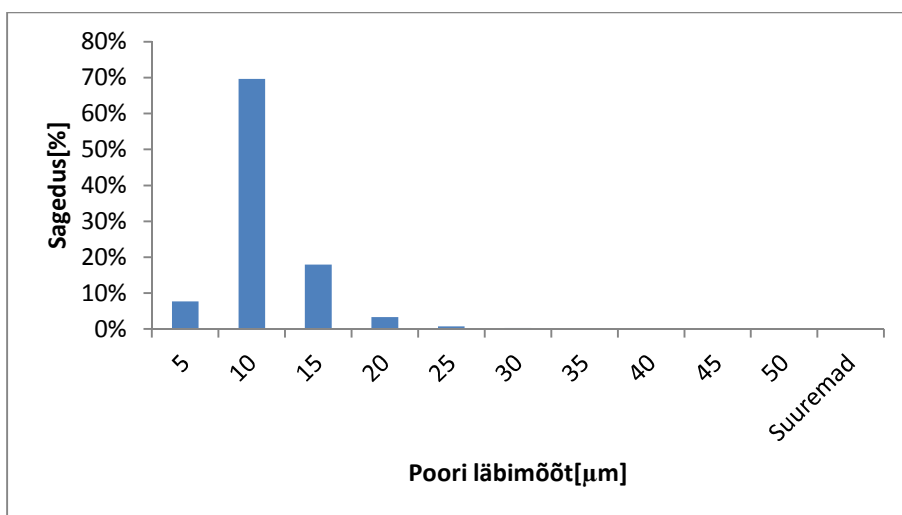


**Pilt 2** PDMS-i kile pindkiht



PDMS0008 2013.04.17 12:00 NL D5.3 x120 500 μm

**Pilt 3** PDMS-i kile ristlõige



**Graafik 1** Veeauruga PDMS-i poori jaotuse histogramm

## Poorse PDMS-kile valmistamine vee lisamisega

M. Juchniewicz'i jt. artiklis kirjeldatakse poorse PDMS saamist, kasutades vett porogeenina. Selles töös oli poorse PDMS-i valmistamise eesmärk mikrokanalitega pinnakatte saamine, kuhu pooridesse lisati pH-indikaator, saades nii pH-tundliku gaasisensori [19].

Artiklis kasutati poorse PDMS-i valmistamiseks Dow Corning'i *Sylgard® 184*, mis valmistati vastavalt firma juhendile 10 osast põhikomponendist ja 1 osast kõvendit. Juurde segati destilleeritud vett. Homogeenne vee ja prepolümeeri emulsioon saadi mehaaniliselt segades (10 000-20 000 p/min), soovituslik oleks piirduda segamiskiirusega, mis jääb alla 15 000 p/min. Emulsiooni valmistamiseks võib kasutada ultrahelisondi, kuid protsessi toimumise aeg peaks olema lühike (mitte rohkem kui 10 minutit) ja jälgida tuleb, et PDMS intensiivse segamise toimet tõusva temperatuuri tõttu enne segu ühtlustumist ära ei polümeriseeruks.

Järgnevalt valati PDMS-i ja vee emulsioon alusele ja teostati polümeriseerimine temperatuuril 80°C. Vesi jäi PDMS-i lõksu. Veest vabaneti, kui polümeriseerunud PDMS asetati taas ahju, kuid kõrgemale temperatuurile - 120°C juurde - kus vesi aurustus ja lendus läbi PDMS-i minema, jättes poorid alles. Samas kinnitati M. Juchniewicz'i artiklis, et avatud poorsuse saamiseks peab polümeriseerimistemperatuur olema üle 100° C, soovituslikult üle 120° C, ja et kinnise poorsuse saamiseks peab polümeriseerimistemperatuur jääma alla 100° C.

Korrates kirjeldatud protsessi, lisades prepolümeerile 50 massiprotsenti vett, valmis poorne PDMS, mille pooride mõõtmed jäid sadadesse mikromeetritesse ja esinesid üksikult terves objektis.

Mikserdamine toimus 10 minuti jooksul. Mikserdamiseks sai kasutatud kolme eri moodust:

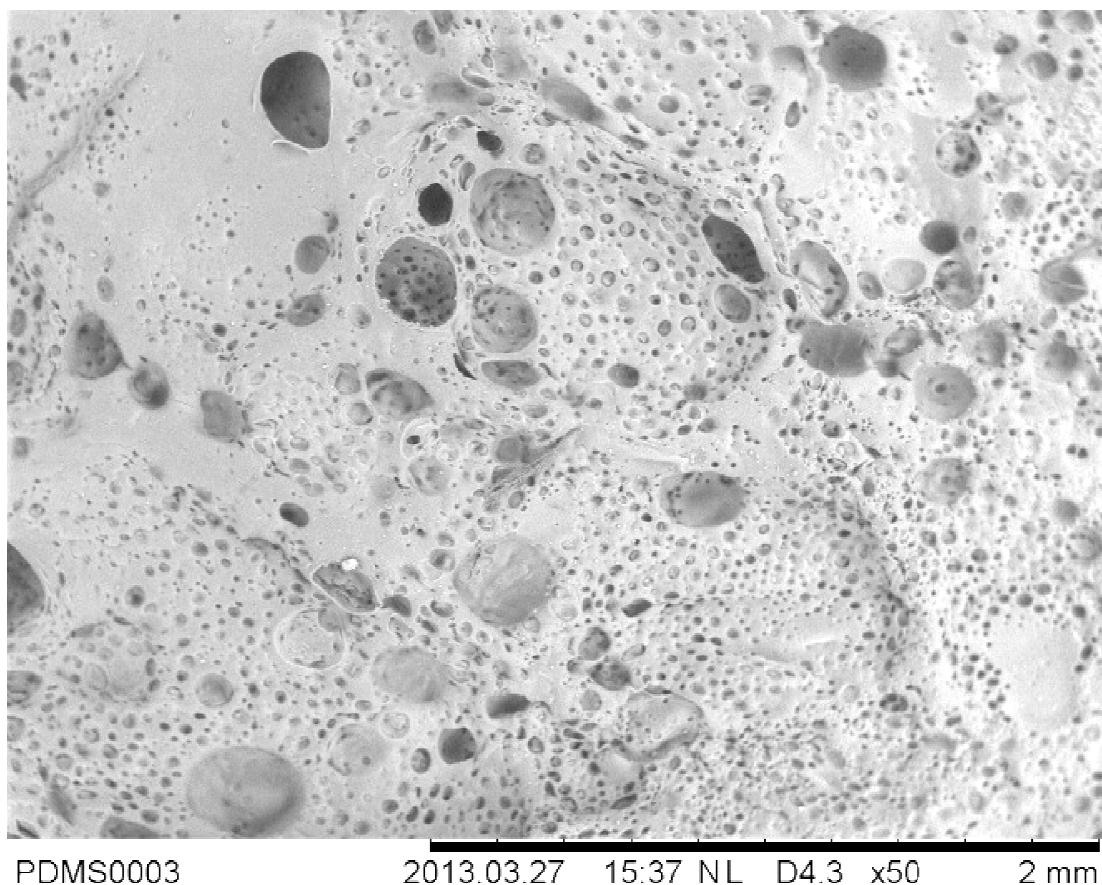
- 1) Vahumikseri - tüüpi mikseriga, mille käigus tekkisid emulsiooni suured õhumullid.
- 2) Saumikseri - tüüpi mikseriga, mille puhul tekkis valge kreemjas mass.
- 3) Ultrahelisondiga segamise jooksul hakkas PDMS polümeriseeruma juba segamisel. Ultrahelisond toimis sarnaselt saumikserile.

*Sylgard® 186-e*, millele erinevalt tavapärasest retseptist ei olnud lisatud isooktaani, ja vee emulsioon polümeriseeriti ahjus 60 minuti jooksul temperatuuril 120° C. Ilmnes, et hoolimata põhjalikust segamisest oli tulemus ebarahuldav. Soovitud poorsus jäi saavutamata ka järgnevatel katsetel, mille käigus lisasin rohkem vett või segasin kauem. Isopropanooli lisamisega oli võimalik saada väiksemõõtmelisi poore, kuid segu polnud võimalik

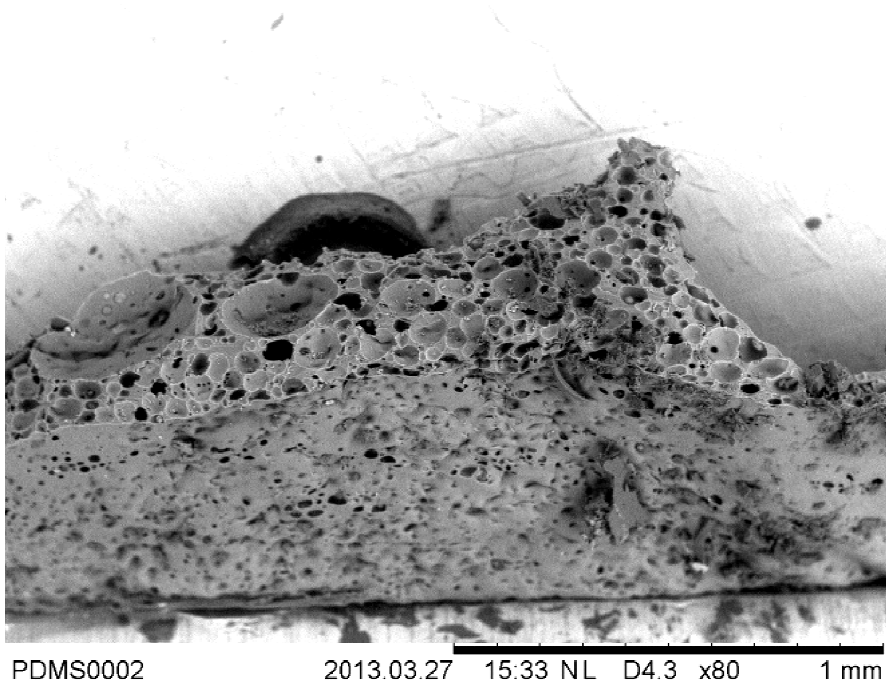
aplikaatoriga aluspinnale ühtlase õhukese kihina tõmmata, sest emulsioon lagunes ja moodustas polümiidkile pinnale ebamäärase kuju ja ebahütlase paksusega väheste pooridega polümeerkile.

Edasisel katsetamisel selgus, et suuremat poorsust oli võimalik saada, kui PDMS-le ühele massiosale lisada üks massiosa isopropanooli ja 4 massiosa vett. Selle tulemusena muutub PDMS segu kleepuvaks ja venivaks (nätsjaks). Kuumutades saadud segu 10 minuti jooksul temperatuuril 130° C valmis suletud pooridega PDMS.

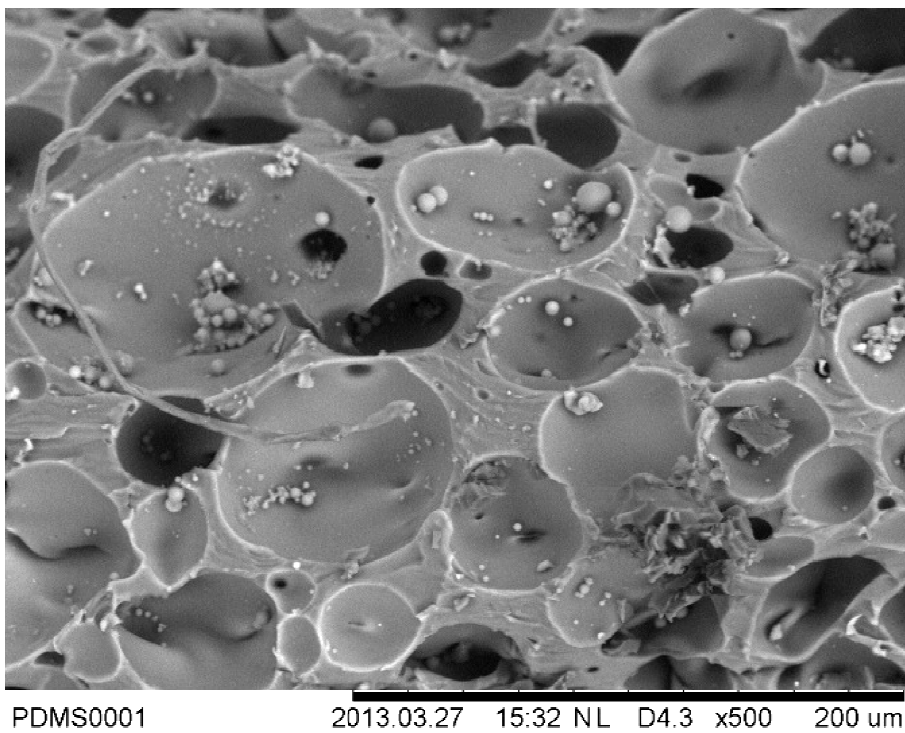
SEM pildid sellel meetodil valmistatud PDMS-ist on esitatud pildidel 4-6 ning pooride jaotus nende läbimõõtude järgi on toodud graafikul 2. Pildidelt on näha, et enamus poore on suurusega 20-100 µm, kusjuures polümeer sisaldab poore kogu paksuse ulatuses. Pildil 6 on näha, et pooride pinnale tekivad PDMS-kuulikesed läbimõõduga 1-20 µm. Valdav enamus - üle 90% - on 0,08 mm läbimõõduga. Poorid läbimõõduga 0,14 mm moodustasid 7% üldhulgast. Suuremate ja väiksemate pooride esinemis sagedus jäi alla 3% üldhulgast.



**Pilt 4** PDMS-i kile pindkiht

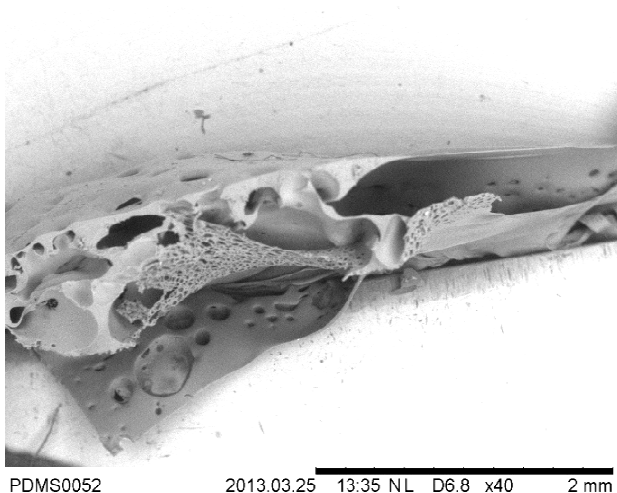


**Pilt 5** PDMS-i kile ristlõige

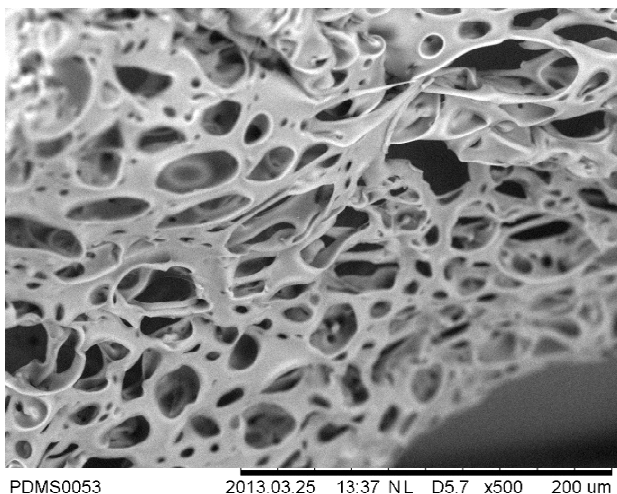


**Pilt 6** PDMS-i kile ristlõige

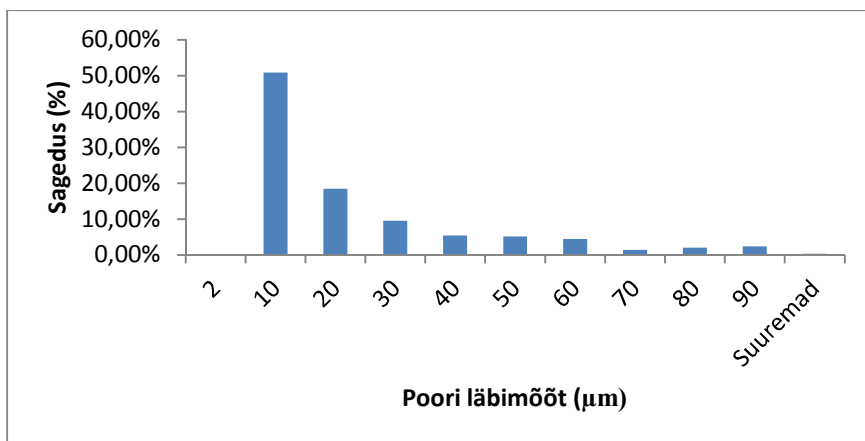
Pildil 7 ja 8 on SEM-iga saadud poorse PDMS- kile ristlõigete pildid. Vastavad kiled valmistati emulsioonist, mis koosnes ühest massiosast PDMS-ist, 0,9 massiosast isooktaanist ja 10 massiosast veest. Saadud segu polümeeriseeriti ahjus 10 minuti jooksul temperatuuril 135°C. Pildil 7 on näha, et kargstruktuur (soovitud struktuur) on ainult üks osa tervikust. Graafikul 3 kujutatud histogramm iseloomustab kargstruktuuri.



**Pilt 7** PDMS-i kile ristlõige



**Pilt 8** PDMS-i kile ristlõige



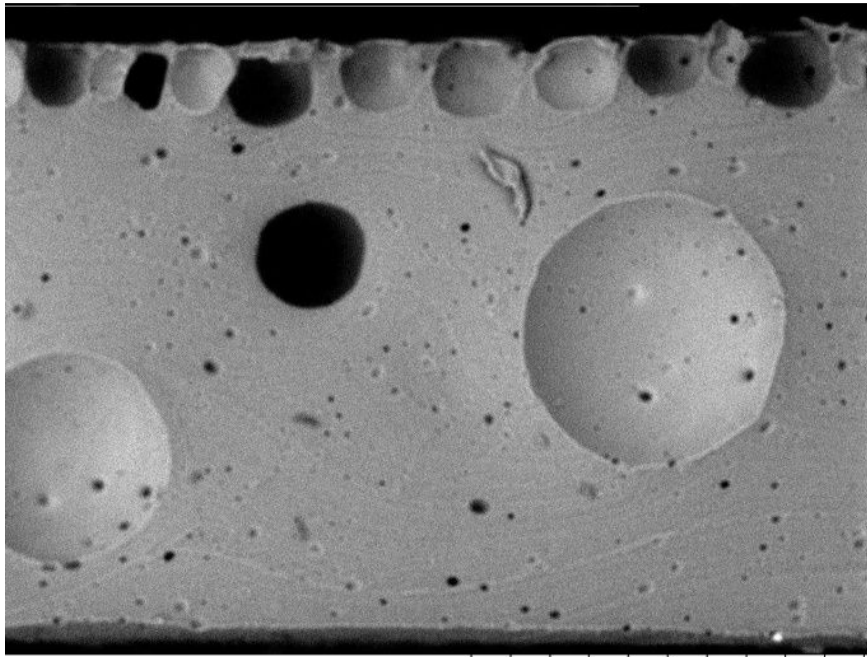
**Graafik 2** Vee lisandiga PDMS-i poori jaotuse histogramm

### Pindaktiivse aine lisandi meetod

N. Horneri artiklis kirjeldatakse poorse PDMS-i saamist vee ning pindaktiivse aine lisamisega [22].

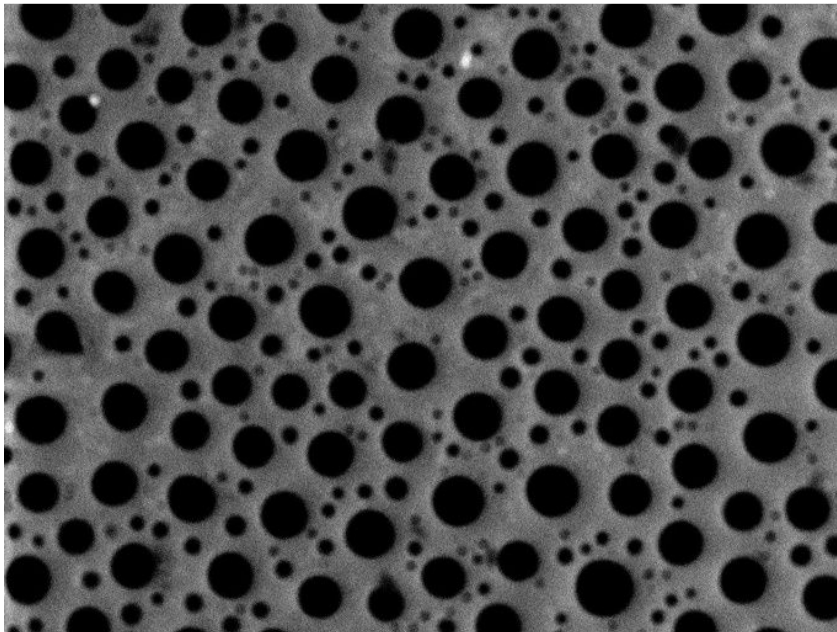
Esmalt tuli PDMS valmistada vastavalt tootja juhendile, segades põhikomponenti ja kõvendit suhtes 10:1. Järgnevalt valmistati naatriumdodetsüülsulfaadi (NaDS) lahus vees (1:100). NaDS lahus tuli lisada polümeriseerumata segule. Soovitud poorsuse defineerib vee ja polümeeri mahusuhe. Kindlasti tuli lahust lisada järk-järgult kuni segu muutus piimjaks. Järgnevalt tuli valada suurde anumasse destilleeritud vett, kuhu pandi juurde Petri tassiga PDMS-i ja vee emulsioon. Anum kaeti kaanega. Anum PDMS-i ja vee seguga asetati kaheks tunniks ahju 80°C juurde. Järgmise etapina tuli osaliselt polümeriseerunud PDMS veeanumast välja võtta ja panna üheks tunniks ahju 120°C juurde lõplikult polümeriseeruma [22].

Valmistamine toimus artiklis toodud juhendi järgi polümeeri ja porogeeni mahusuhtega 20:1. Kasutati *Sylgard® 186* kui ka *Sylgard® 184*, mõlemal juhul olid tulemused väga sarnased - PDMS pinnale tekkis 100 µm diameetriga pooride kiht. Piltidel 9 ja 10 on näha, et polümeeri sees esinesid üksikud suletud poorid, kuid pinnal olevad poorid on enamasti avatud ja asetsevad korrapäraselt üksteise kõrval, moodustades ühe poori paksuse kihi.



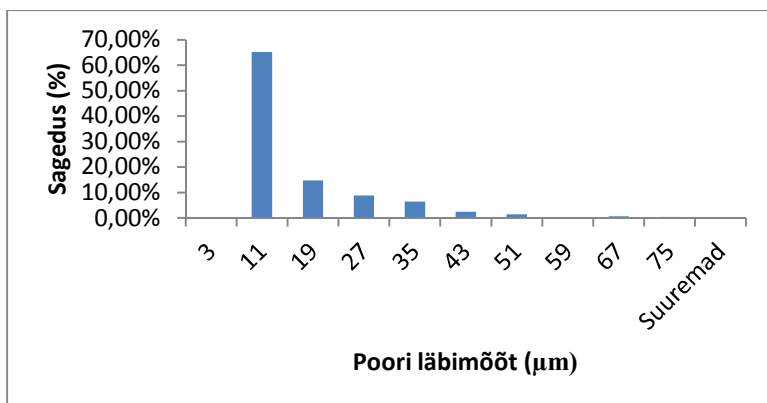
PDMS-0023 2013.03.04 15:34 NL D5.3 x150 500 um

**Pilt 9** PDMS-i kile ristlõige



PDMS-0022 2013.03.04 15:30 NL D4.7 x180 500 um

**Pilt 10** PDMS-i kile pindkiht



**Graafik 3** NaDS lisandiga PDMS-i poori jaotuse histogramm

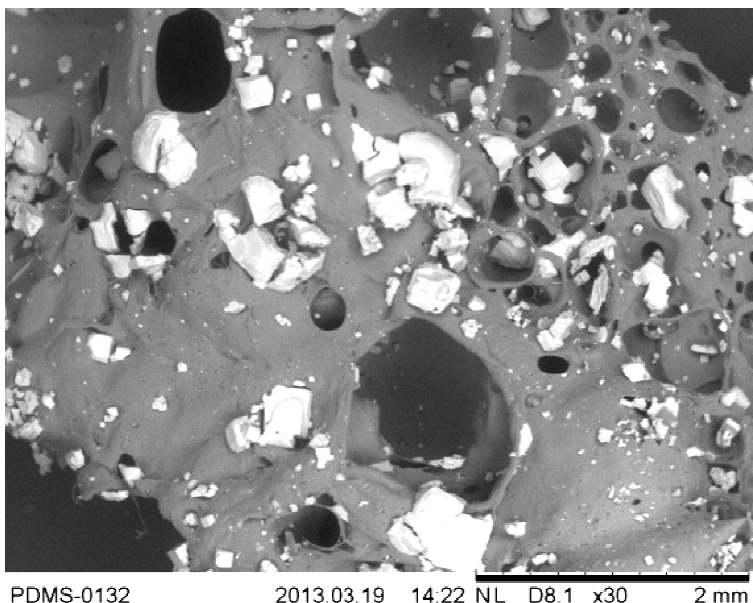
### Tahke NaCl osakeste abil poorse PDMS-kile valmistamine

Soola kasutamist porogeenina kirjeldatakse M.T Khorasani artiklis. [23]

Meetod koosneb järgmistest etappidest:

1. PDMS-i kihile valati toluenis lahustatud silikoonelastomeeri lahus, mis sisaldas kõvendit - 2,6-diklorobensoüülperoksiidi.
2. Ettevalmistatud PDMS-i pinnale puistati soola osakesi selliselt, et massisuhe (NaCl/PDMS) oli 1/1 või 5/1.
3. Solvendist vabanemiseks kuumutati objekti ahjus 10 minuti jooksul temperatuuril 135°C.
4. Viimase etapina lahustatakse sool PDMS-i seest välja ja saadakse poorne struktuur [23].

Artiklis ei ilmne, kas PDMS oli eelnevalt polümeriseerimata või mitte. Lähtudes eesmärgist saada kiht avatud poorsusega valmisin prepolümeerse PDMS-i segu koos soola terakestega, nagu näidatud pildil 11. Paraku see meetod ei toimi, kuna PDMS-ist polnud võimalik ilma PDMS-i ennast lõhkumata soola kätte saada. Sool muutis PDMS-i rabadaks.



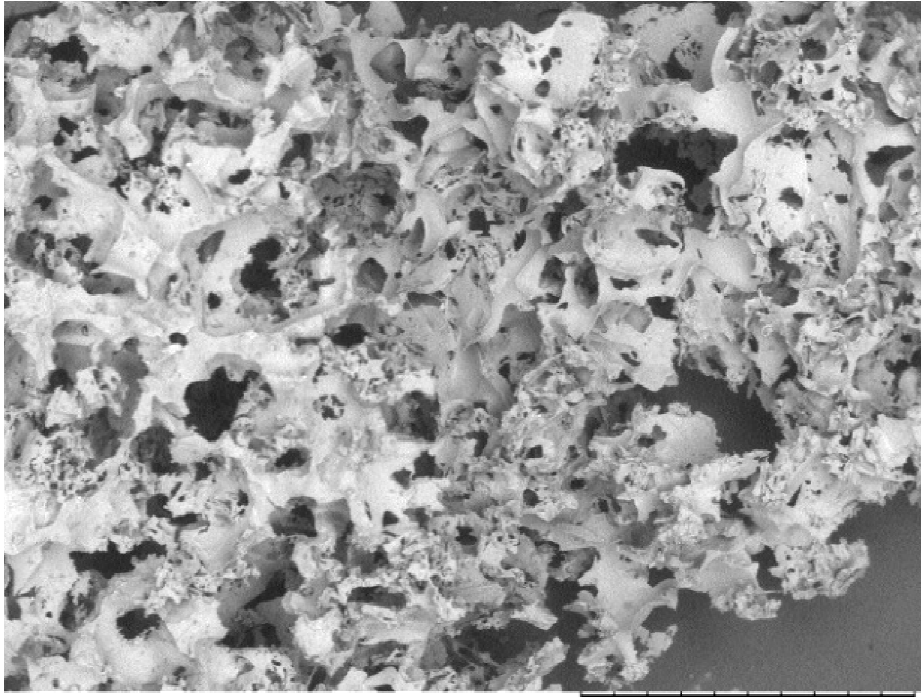
**Pilt 11** PDMS-i kile ristlõige

### Suhkru osakeste abil poorse PDMS-kile valmistamine

Choi jt artiklis kirjeldatakse suure poorsusega PDMS käsnaade valmistamist kasutades porogeenina suhkrut. Selleks kasutati erinevaid suhkruid [24].

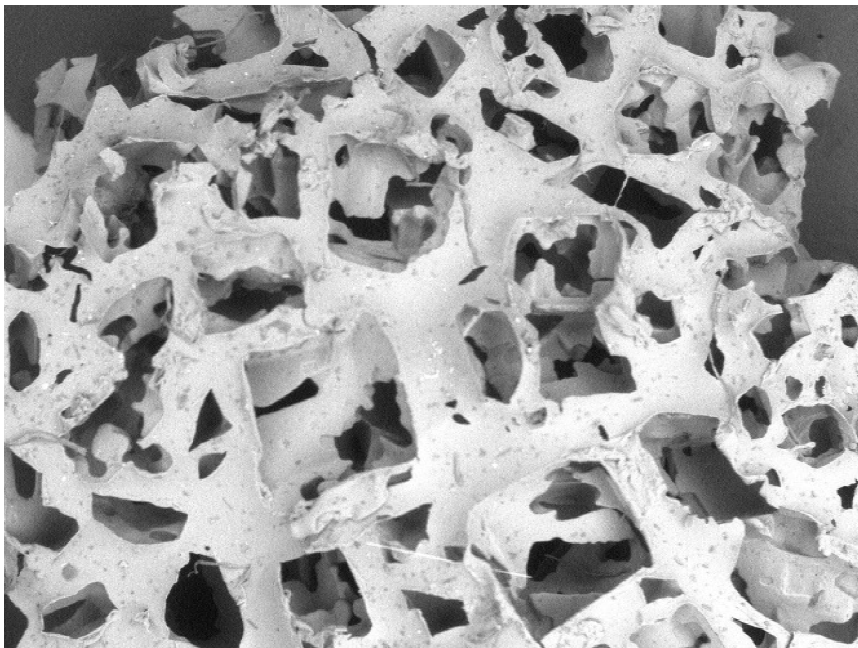
Artiklis prooviti erinevaid suhkurosakesi (näiteks tera-, tuhk- ja pruunsuhkur). Suhkrust valmistati erinevaid vorme sel teel, et lasti suhkrul vähese vee lisandi abil paakuda. Vormist ettevaatlikult välja võetud suhkrutükid asetati Petri tassile, millesse oli valatud PDMS-i, mis koosnes (*Sylgard® 184*) põhikomponendist ja kõvendist massisuhtega 10:1. Selliselt ettevalmistatud proov vakumeeriti nelja tunni kestel ja selle käigus imendus PDMS suhkrutüki sisse. Järgnevalt teostati polümeerisatsioon 12 minuti jooksul temperatuuril 120°C. Pärast polümeriseerimisprotsessi lahustati ja pesti suhkur PDMS-ist välja, selleks leotati seda tunni jooksul ultrahelivannis temperatuuril 40°C. Tulemuseks oli suhkrutükikujuline avatud pooridega PDMS-i tükk [24].

Katsed terasuhkrust ja pruunisuhkrust suhkrutükkidega õnnestusid hästi. Peenest tuhksuhkrust suhkrutüki puhul ei imunud *Sylgard® 186* kuigi sügavale tüki sisse ning hiljem ei olnud võimalik PDMS-i suhkrust puhtaks pesta. Pildil 12 on tükksuhkruga saadud PDMS ja pildil 13 on pruunsuhkruga saadud PDMS.



PDMS-0086 2013.03.12 17:44 NL D8.2 x30 2 mm

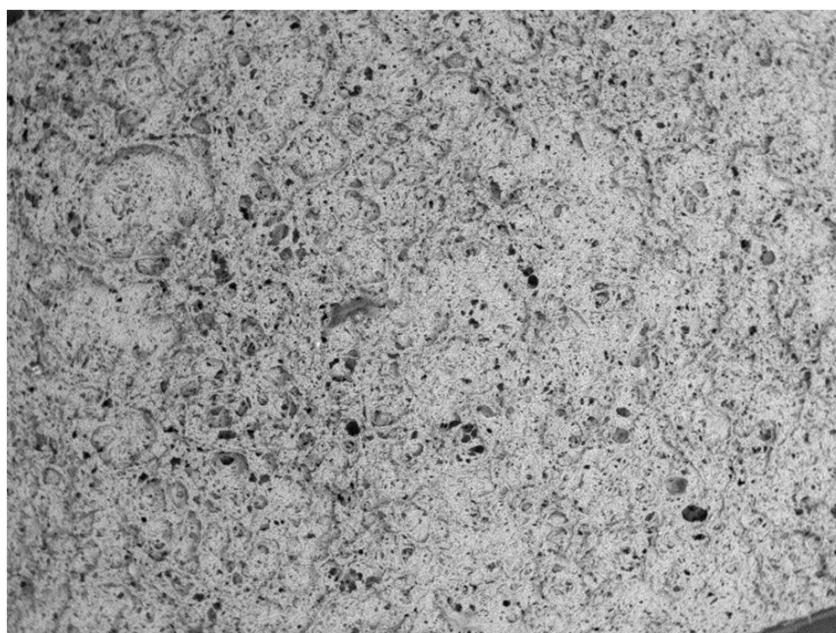
**Pilt 12** PDMS-i pind



PDMS-0119 2013.03.18 14:43 NL D7.6 x30 2 mm

**Pilt 13** PDMS-i pind

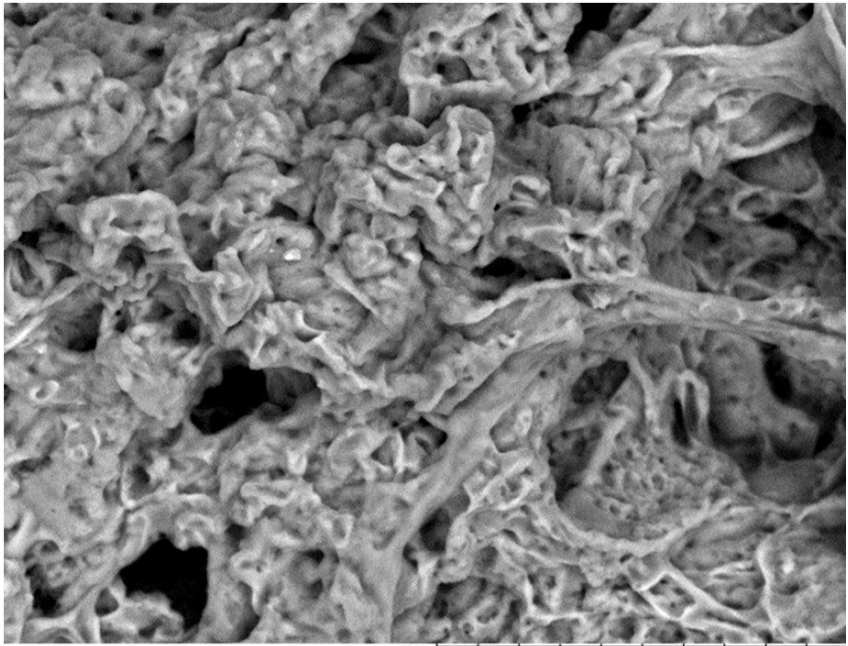
Õhukese kile saamise eesmärgil segasin PDMS-i uhmriga peenestatud tuhksuhkruga. Tuhksuhkrut lisasin PDMS-ile selle määrani, et oli veel võimalik segu aplikaatori abil ühtlase kilena alusele kanda. Katsete käigus selgus, et sobivat poorsust andvas lähtesegus peab olema ühe massiosa PDMS-i kohta vähemalt kolm massiosa tuhksuhkrut. Kile maksimaalse paksuse määras ära kõige suurem tuhksuhkruosake. Selleks, et saadud segu ühtlase kihina alusele kanda, lisasin lahustit. Lahustiks valisin isopropanooli, sest selles pundub PDMS sobival määral. Avatud poorsuse tekitamiseks pindkihis puistasin PDMS-i tuhksuhkruga üle. Polümeriseerimise viisin läbi ahjus 20 minuti jooksul temperatuuril 120°C. Tuhksuhkrut sisaldava PDMS-i kilest porogeeni eraldamiseks kasutasin vee ja atsetooni segu (1:9), jättes katsekeha ööpäevaks lahusesse ning järgnevalt pesin korduvalt destilleeritud veega. Poorse PDMS-i struktuuri uurisin SEM-i abil. Pildidel 14-15 on kujutatud poorse PDMS-i pinnapealset kihti. Pildil 16 kujutatud poorse PDMS-i kile paksus on 50 µm. Poorse PDMS-i ristlõikel mõõdeti üle 75% pooride läbimõõduks ~20 µm. Poorid läbimõõduga ~5 µm ja ~40 µm moodustasid kokku 20% üldhulgast. Suuremad poorid moodustasid 5% üldhulgast.



PDMS0011

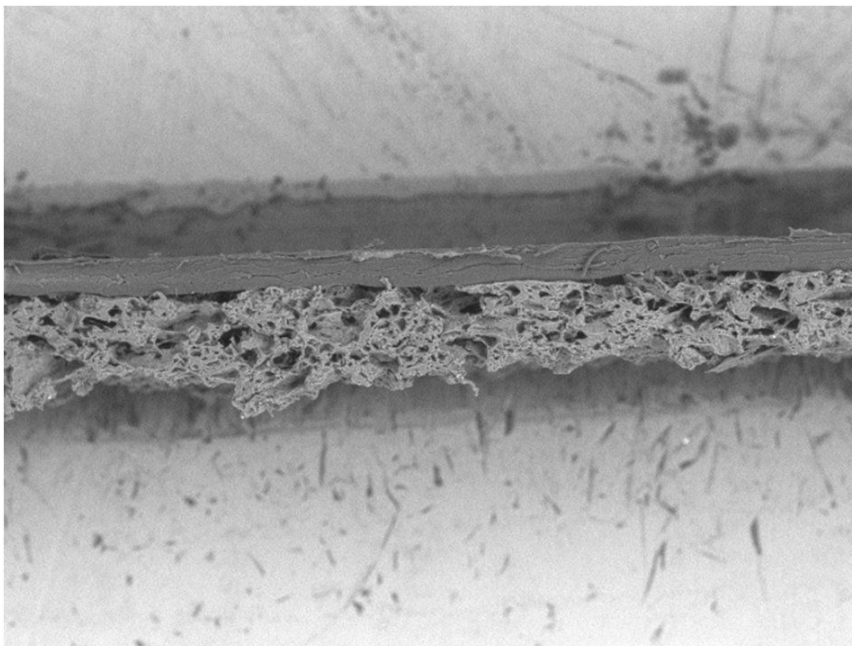
2013.03.26 15:46 NL D6.7 x40 2 mm

**Pilt 14** PDMS-i kile pindkiht



PDMS0010 2013.03.26 15:45 NL D6.7 x800 100 um

**Pilt 15** PDMS-i kile pind



PDMS0009 2013.03.26 15:42 NL D6.1 x100 1 mm

**Pilt 16** PDMS-i kile ristlõige

## Kokkuvõte

Käesolevas töös on esitatud kirjanduse ülevaate osas polüdimetüüsiloksaani (PDMS) tutvustus. Erilist tähelepanu on pööratud viimasel ajal ilmunud poorse PDMS-i valmistamist käsitlevatele teadusartiklitele. Nende tutvustamisel on põhirõhk pandud erinevatele meetoditel saadud materjalide poorsuse iseloomule. Käsitletud on suletud ja avatud poorsusega materjalide saamisvõimalusi. Kirjeldatud on erinevate mõõtmega pooride saamist ja erineva poorijaotusega polümeeride valmistamist. Kirjanduse ülevaade tutvustab ka selliste materjalide perspektiivikaid rakendusvõimalusi.

Töö praktilises osas teostati suurel hulgal katseid sobiva poorsuuruse ja -jaotusega PDMS-i valmistamiseks. Poorse PDMS-i saamiseks veeaurumeetodil viidi läbi katsed, mille käigus veeauru tekitati triikraua abil. Eksperimendi käigus saadud poorse pinnaga PDMS vastas oma parameetritelt kirjanduses kirjeldatud materjalile, kuid töö lõpp-eesmärgiks oleva, kogu ulatuses poorse PDMS-kile valmistamine polnud sellise meetodi abil võimalik. Vee ja PDMS-i emulsiooni kasutamisel saadi üksikute suletud pooridega silikoonelastomeer. Emulsioonile lahusti lisamisel tulemus paranes ja saadi ühtlase poorsusega materjal, kuid kahjuks olid poorid suletud. Tahke NaCl osakeste lisamisega prepolümeersesse PDMS-i saadi polümeer, millest ei õnnestunud soolakristalle enam välja lahustada. Paremaid tulemusi saadi prepolümeerse PDMS-i imbumisel suhkrutükkidesse. Ilmnes, et avatud poorsuse saamiseks on olulise tähtsusega suhkruvormide eelnev paagutamine vähese vee lisamise abil.

Täideti ka töö lõpp-eesmärk ja saadi kogu ulatuses poorne PDMS-i kile, kasutades selleks tuhksuhkrut porogeenina ning isopropanooli lahustina.

## Bibliograafia

- [1] R. R. McGregor „Treating Dimethyl Silicone Polymer,“ USA patent US2431878 (2. detsember 1947)
- [2] M. T. Russell, *Modifications in Organic Electronic Devices: Uncovering the Mechanisms of Performance Enhancement Using Interfacial Self Assembled Monolayers* (ProQuest, Evanston, 2008)
- [3] K. I. Bland et al., *The Breast, Comprehensive Management of Benign and Malignant Diseases*, 2. osa (Elsevier Health Sciences, 2009)
- [4] Ullmann et al., „Silicones“, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, (VCH, 2000)
- [5] K. I. Mittal, *Polymer Surface Modification: Relevance to Adhesion*, 5. osa (BRILL, 2009)
- [6] R. G. Jones, W. Ando, J. Chojnowski, *Silicon-containing Polymers: The Science and Technology of Their Synthesis and Applications*, (Springer 2001)
- [7] T. R. Crompton, *Additive Migration from Plastics Into Foods: A Guide for Analytical Chemists*, (Smithers Rapra Publishing, Shawbury, 2007)
- [8] Dow Corning Corporation, *Sylgard® 184 Silicone Elastomer Kit*, [Võrgumaterjal] [Tsiteeritud: 25. märts 2013]  
[http://www.dowcorning.com/applications/search/default.aspx?R=131EN&DCCSF=P351EN\\_true](http://www.dowcorning.com/applications/search/default.aspx?R=131EN&DCCSF=P351EN_true) .
- [9] A. Ainla, *Introduction to microfluidics*, [Võrgumaterjal] [Tsiteeritud: 21. mai 2013]  
<http://www.ims.ut.ee/~alar/microtech/>
- [10] A. Krumme, *Polümeeriteaduse alused*, [Võrgumaterjal] [Tsiteeritud: 25. mai 2013]  
[http://www.e-ope.ee/\\_download/euni\\_repository/file/3306/KMP0220.zip/KMP0220\\_Konspekt.pdf](http://www.e-ope.ee/_download/euni_repository/file/3306/KMP0220.zip/KMP0220_Konspekt.pdf)
- [11] D. Fuard et al., Optimization of poly-di-methyl-siloxane (PDMS) substrates for studying cellular adhesion and motility, *J. Microelectronic Engineering* 85, 1289-1293 (2008)
- [12] K. Efimenko et al., "Surface Modification of Sylgard-184 Poly(dimethyl siloxane), *J. Colloid Interface Sci* 254, 306-315 (2002)
- [13] M. A. Eddings et al., Determining the optimal PDMS–PDMS bonding technique for microfluidic devices, *J. Micromech. Microeng* 18, 067001 (2008)

[14] J. N. Lee et al., Solvent Compatibility of Poly(dimethylsiloxane)-Based Microfluidic Devices, *J. Anal. Chem.* 75, 6544-6554 (2003)

[15] D. Wu et al., Design and Preparation of Porous Polymers, *Chem. Rev.* 112, 3959-4015 (2012)

## Preparation of porous PDMS

In the theory section of the present work, introduction to PDMS (polydimethylsiloxane) is given. A special emphasis is given on the latest scientific articles about the preparation of porous PDMS. In the overview of the preparation techniques, the main focus has been placed on the characteristics of the obtained porous materials. Possibilities of obtaining open and closed porosity have been addressed. Pores of different size and polymers with different pore distribution have been described. The theory section introduces the promising applications of such materials.

In the practical part of this paper, a large number of experiments were conducted to create the PDMS with appropriate pores. Tests using steam from steam iron were made to create porous PDMS using water vapor. The PDMS parameters obtained during the experiments matched with the ones mentioned in the literature, but the final goal of this paper - through-all open porous PDMS film - was unobtainable by this method. Using the emulsion of water and PDMS, silicone elastomer with individual pores was obtained. The addition of solvent to the emulsion improved the results and the resulting material was evenly porous, but the pores were all closed. The addition of solid sodium chloride (NaCl) particles to PDMS prepolymer produced a polymer, from which the salt could not be dissolved. Better results were obtained by infiltration of PDMS into sugar. It soon became clear that sintering of the sugar templates via adding a little water was essential.

The main goal of the paper was achieved and a PDMS film with open porosity was made using confectioners sugar as a porogen and isopropanol.

## LISA 1

	SYLGARD 184	SYLGARD186
Värv	Läbipaistev	Poolläbipaistev
Dielektriline läbitavus 100Hz juures	= 2,65	
Dielektriline läbitavus 100kHz juures	= 2,65	
Dielektriline läbilöögitugevus	= 540 V/mm	
Hajumise tegur 100Hz juures	= 0,0005	
Hajumise tegur 100kHz juures	< 0,001	
Duromeeter	= 50 Shore'i kõvadus A	= 24 Shore'i kõvadus A
Dünaamiline viskoossus	= 3900 sentipuaasi	= 66700 sentipuaasi
Voolavus		
Soojuslik polümeriseerumine	10 minutit 150° C juures	15 minutit 150 ° C juures
Soojuslik polümeriseerumine	20 minutit 125° C juures	
Soojuslik polümeriseerumine	45 minutit 100 °C juures	25 minutit 100 ° C juures
Hüdrofoobsus		
Segude suhe	10:1 baas: katalüsaator 87-RC	
Polümerisatsioon toatemperatuuril - tundi	= 48 tundi	
Isetasandumine		
Säilivusaeg	= 720 päeva	
Tihedus 25 kraadi juures	= 1,03	= 1,12
Temperatuuri vahemik	-45° C kuni 200°C	-45 °C kuni 200°C
Soojusjuhtivus	= 0.16 W/m*K	
UL 94 V-0 @ 8.4 mm paksus		
UL 94 V-1 @ 6.0 mm paksus		
Eritihedus	= 1,2e+014 Ω*cm	
Veekindlus		
Tööaeg	> 120 minutit	

**Tabel 3** Dow Corningu toodete võrdlus

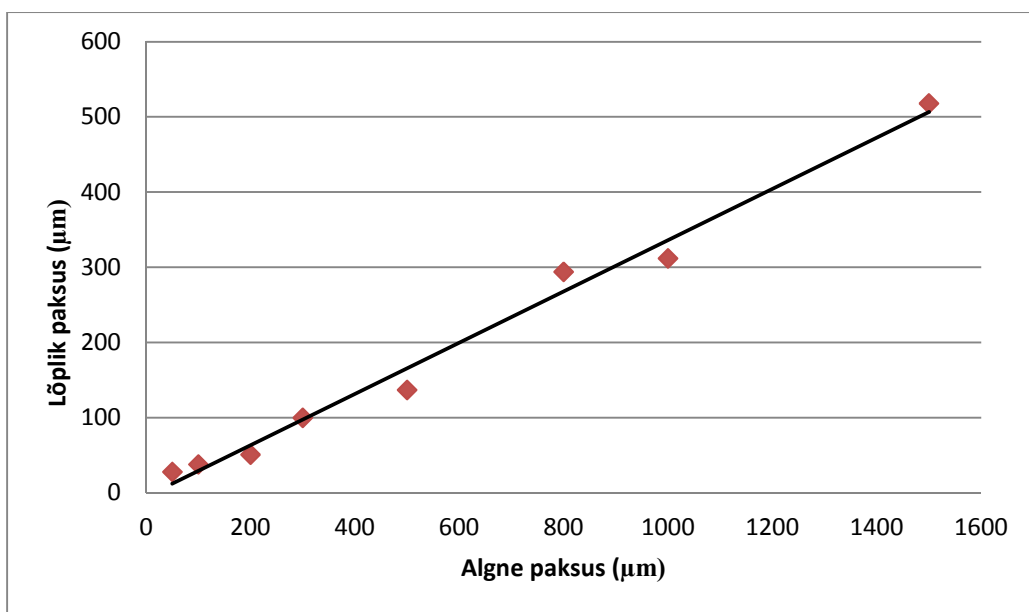
Ühilduv keraamikaga	Oksüdatsioonile vastupidav
Ühilduv plastidega	Osoonile vastupidav
Ühilduv polüestritega	Kuumakindel
Lisandiga polümerisatsioon võimalik	UV-kindel
Vähe haisev	Veekindel
Lahusti vaba	Kõrgel temperatuuril stabiilne
Soojuslik polümeriseerumine võimalik	Madalal temperatuuril stabiilne

**Tabel 4** Kasutatud Dow Corningu toodete ühised omadused

## LISA 2

Algne paksus ( $\mu\text{m}$ )	Lõplik paksus ( $\mu\text{m}$ )
50	28
100	38
200	51
300	100
500	137
800	294
1000	312
1500	518

**Tabel 5** Aplikaatori tera kõrgus PDMS kihi tõmbamisel ( $\mu\text{m}$ ) ja moodetud polümeriseerunud PDMS-i kihi paksus ( $\mu\text{m}$ )



**Graafik 4** Polümeriseerunud PDMS-i kihi paksuse sõltuvus prepolümeerse PDMS-i kihi paksusest

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

Mina, Tiina Orav (28.06.1986),

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose „Porse PDMS-i valmistamine“, mille juhendaja on Andres Punning,
  - 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 kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.
2. olen teadlik, et punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.
3. kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest tulenevaid õigusi.

Tartus, **29.05.2013**