

TARTU ÜLIKOOL
LOODUS- JA TÄPPISTEADUSTE VALDKOND
Füüsika instituut

Ines Anett Nigol

**MADALA TIHEDUSEGA
POLÜDIMETÜÜLSILOKSAANVAHTUDE VALMISTAMINE**

Bakalaureusetöö (6 EAP)

Füüsika, keemia ja materjaliteaduse õppekava, materjaliteaduse eriala

Juhendaja:
Martin Timusk, PhD

Tartu 2022

Sisukord

Infoleht	4
Abstract	4
1 Sissejuhatus	5
2 Kirjanduse ülevaade	7
2.1 Poorse polüdimetüülsiloksaani kasutusala	7
2.2 Poorse polüdimetüülsiloksaani valmistamismeetodid	7
2.2.1 Otsene vormimine	7
2.2.2 Gaasimullide abil vahustamine	8
2.2.3 Emulsioonvormimine	8
2.2.4 Faasialdus	9
2.2.5 3D printimine	9
2.3 Skaneeriv elektronmikroskoopia	9
2.4 Silikoonvahtude soojusjuhtivus	10
2.5 Elastomeersete materjalide mehaanilised omadused	10
3 Eksperimentaalne osa	12
3.1 Kasutatud materjalid	12
3.2 Polüdimetüülsiloksaanvahtude valmistamine	12
3.2.1 Seeria A: Surfaktandi ja hektoriitsavi dispersiooni koguste varieerimine polüdimetüülsiloksaanvahtudes	12
3.2.2 Seeria B: Heksaanilisandiga vahtude valmistamine	14
3.2.3 Seeria C: Pentaanilisandiga vahtude valmistamine	14
3.2.4 Seeria D: Kergitavate lisanditega vahtude valmistamine	15
3.3 Polüdimetüülsiloksaanvahtude karakteriseerimine	15
3.3.1 Vahtude tiheduse määramine	15
3.3.2 Skaneeriva elektronmikroskoobi abil vahtude karakteriseerimine	16
3.3.3 Vahtude soojusjuhtivustegurite määramine	16
3.3.4 Vahtude elastsusmoodulite määramine	17

4	Tulemused ja analüüs	18
4.1	Kvaliteetsete ja ebaõnnestunud vahtude erinevused	18
4.2	Vahtude mikrostruktuur	18
4.3	Vahtude pooride suuruste hindamine	22
4.4	Vahtude tihedused	25
4.5	Vahtude soojusjuhtivustegurid	26
4.6	Vahtude elastsusmoodulid	27
4.7	Võrdlus teistel meetoditel valmistatud vahtudega	29
5	Kokkuvõte ja järeldused	31
	Kasutatud kirjandus	33
	Tänuavaldused	36
	Lihtlitsents	37
Lisa A	Valmistatud vahtude omadused kokkuvõtva tabelina	38

Infoleht

Madala tihedusega polüdimetüülsiloksaanvahtude valmistamine

Käesolev bakalaureusetöö on osa uudse meetodi väljatöötamisest polüdimetüülsiloksaanvahtude valmistamiseks, kus kasutatakse poorimoodustajana tiksotroopseid vedelikke. See meetod on uudne variatsioon emulsioonvormimisest. Töö eesmärgiks oli uurida erinevate parameetrite mõju vahu kvaliteedile, struktuurile ja omadustele. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil karakteriseeriti vahtude poorset struktuuri. Lisaks sellele määrati vahtude tihedused, elastsusmoodulid ning soojusjuhtivustegurid. Emulsioonides erinevate ainete koguseid varieerides oli võimalik valmistada nii sfääriliste pooridega kui ka pideva poori faasiga vahtusid. Töö raames valminud vahtude tihedused jäid vahemikku 0,351 g/cm³ kuni 0,482 g/cm³ ja elastsusmoodulid vahemikku 0,089 MPa ja 0,494 MPa. Vahtude soojusjuhtivused jäid suurusjärku 0,07 W/m·K.

Märksõnad: polüdimetüülsiloksaan, PDMS, vaht, tiksotroopne vedelik, emulsioon.

CERCS klassifikatsioon: T390, polümeeride tehnoloogia, biopolümeerid.

Abstract

Preparation of polydimethylsiloxane foams with low densities

This research was part of developing a method for the preparation of polydimethylsiloxane foams. This method is a novel take on emulsion templating using thixotropic fluids as porogens. The aim of this research was to determine the influence of different parameters on the quality, structure and properties of the foam. The porous structures of foams were studied with a scanning electron microscope. Additionally, the densities, moduli of elasticity and thermal conductivities of the foams were measured. It was possible to obtain foams with spherical pores and continuous porous phase with varying the amount of different substances. The density of prepared foams was in the range of 0,351 g/cm³ and 0,482 g/cm³. Moduli of elasticity were between 0,089 MPa and 0,494 MPa. Thermal conductivities were around 0,07 W/m·K.

Keywords: polydimethylsiloxane, PDMS, foam, thixotropic fluid, emulsion.

CERCS classification: T390, polymer technology, biopolymers.

1. Sissejuhatus

Polümeervahud on suure rakendusliku väärtuse ja mitmekesiste omadustega materjalid, mis koosnevad pidevast maatriksi faasist ja selle sisse disperseeritud gaasifaasist. Neid kasutatakse näiteks pakendites, sisustuselementides, ehituses, jalanõudes, elektroonikaseadmetes, autonduses ja lennunduses [1]. Polümeervahtusid on võimalik valmistada paljudest erinevatest polümeeridest. Üks levinud materjal on polüuretaan, sest sellest on võimalik valmistada kergeid, madala soojusjuhtivuse ja madala dielektrilise läbilaskvusega vahtusid. Küll aga on antud materjali suur puudus, et see süttib kergesti ning eritab põlemisel toksilisi gaase [2]. Levinud on ka polüstüreenil põhinevad vahud, mis on kerged ja niiskuskindlad, kuid tuleohtlikud. Neid kasutatakse näiteks pakendites, kiivrites ja ka soojusisolatsiooni materjalidena [3]. Uus trend on pakendites polüstüreeni asendamine biolaguneva polülaktiidhappega, aga selle tootmine on kallid ja ajamahukas [4]. Tuleohutuse tagamiseks lisatakse polümeeridele erinevaid süttimist vähendavaid aineid [5].

Polüdimetüülsiloksaan (PDMS) on elastomeer, mis koosneb siloksaani ahelast ning lisaks on iga räni aatomi kohta kõrvalharudes kaks metüülrühma. See aine on hinnatud mitmesuguste erinevate omaduste tõttu. Näiteks on PDMS viskoelastne, optiliselt läbipaistev, bioühilduv, mittesüttiv, väikese eritihedusega ning hea hinna ja kvaliteedi suhtega materjal [6–9]. PDMS-i vahtudel on potentsiaal asendada orgaanilisi polümeervahtusid mitmes erinevas rakenduses.

Poorseid vahtusid on võimalik valmistada erinevatel viisidel. Zhu *et al.* järgi saab materjalidesse poore tekitada näiteks otsesel vormimisel, gaasimullide abil, emulsioonitilkadest, faasieralduse tulemusena ja 3D printimisel. Eri meetoditega on võimalik varieerida pooride suurust ja geomeetriat ning vahtude mehaanilisi omadusi. Suurimaks puuduseks antud meetodite juures on see, et materjalide sisse jääb sageli defekte (näiteks suuri tühimikke või kinniseid poorimoodustajaga täidetud poore). Lisaks on keeruline kontrollida pooride suurust, kuju ja jaotust. Mitmete meetodite juures on kasutusel mürgised lahendid. Sageli on eelnimetatud meetodid suhteliselt ajamahukad ja kallid. [7]

Käesoleva uurimustöö eesmärgiks oli valmistada polüdimetüülsiloksaanist makropoorseid vahtusid, uurida erinevate lisandite mõju vahtude struktuurile ja omadustele ning karakteriseerida valmistatud vahuobjekte.

Vahud valmistati kahekomponentse PDMS-i SYLGARD™184 baasil. Pooritekitajana kasutati tiksotroopset vedelikku, milleks oli sünteetilise savi dispersioon. Emulsioonitilkade ümber oleval PDMS-il lasti ahjus ristsidestuda ja kuivada. Tekkinud poorse struktuuriga vahtusid uuriti

skaneeriva elektronmikroskoobiga. Vaadeldi vahtude poorset struktuuri, arvutati vahu tihedus, määrati soojusjuhtivustegur ning elastsusmoodul. Parima tulemuse andnud vahu koostisesse pandi juurde lisandeid, et muuta eelnimetatud omadusi.

Antud uurimustöö raames läbiviidud katsed olid osaliseks sisendiks teadusartiklile, mis on esitatud avaldamiseks ajakirjale *Journal of Colloid and Interface Science*.

2. Kirjanduse ülevaade

2.1 Poorse polüdimetüülsiloksaani kasutusala

Poorsetel polümeeridel on oma õhulise struktuuri tõttu võrreldes tavaliste polümeeridega suurem mittepolaarsete solventide imavuse võime, elastsus ja eripind [10]. PDMS-vahtusid saab kasutada soojus- [11] ja heliisolatsioonimaterjalina [12]. Kuna PDMS on hüdrofoobne ja seob mittepolaarseid solvente, saab selle baasil valmistada näiteks käsnalaadse struktuuriga materjali ookeanidest õlireostuste likvideerimiseks [8]. Juhtivate lisandite abil saab luua painduvaid elektrit juhtivaid komponente [13, 14]. Samuti on tehtud sõrmeotste nahka matkivaid sensoreid [15, 16] ning jalanõutald, mis registreerivad, kuidas kõndimisel inimkeha raskus jaotub [17]. Lisaks saab poorseid materjale kasutada katalüütiliste ainete kandjatena [18].

2.2 Poorse polüdimetüülsiloksaani valmistamismeetodid

2.2.1 Otsene vormimine

Otsesel vormimisel segatakse prepolümeeri sisse poori šabloonina tahkeid osakesi, mis eemaldatakse pärast polümeeri tahkumist kas mehaaniliselt või lahustatakse selektiivselt materjalist välja, mille järel materjal kuivatatakse. Kõige sagedamini kasutatakse poori šabloonina kas soola- või suhkrukristalle, sest sellisel juhul saab eksperimenti läbi viia keerulise laboratoorse tehnikata ja mürgiste orgaaniliste solventideta. Pärast polümeeri tahkestumist on võimalik šabloon vee abil ära lahustada. Samuti saab otsesel vormimisel kasutada näiteks tsinkoksiidipulbrit, niklivahtu ning kergesti lahustuvaid teiste polümeeride osakesi. Nende lisandite eemaldamiseks tuleb sageli kasutada mürgiseid solvente. [7]

Otsesel vormimisel sõltub tekkinud pooride suurus ja poorsus valitud pooritekitajate suurusest ning selle kogusest PDMS-i prepolümeeri lahuses. Näiteks võimaldab kõrge osakeste kontsentratsioon prepolümeeri lahuses tekitada ühendatud pooridega struktuuri. Mida suurem on vahtude poorsus, seda väiksem on tihedus. Samuti võib väheneda vahtude elastsus. Kasutades poorimoodustajana suhkrut on väikseim pooride suurus piiratud suhkrukristallide suurusega. Tekitada saab mõnekümne kuni paarisaja mikromeetri suuruseid poore. Suhkru soola vastu vahetamisel on võimalik vähendada pooride suurus 10 mikromeetrini. Polüstüreeni abil saab luua kuni 2 mikromeetri suuruseid poore. Suurimaks probleemiks levinud poorimoodustajaid kasutades on selle meetodi ajakulutus, kitsas saavutatavate pooride suuruste jaotus ning valmis materjali ebapuhtus, kuna kinnistest pooridest on keeruline poori faasi välja lahustada. [7]

2.2.2 Gaasimullide abil vahustamine

Poorset polümeermaterjali saab valmistada ka gaasimullide abil. Gaasimulle tekitatakse prepolümeeri polümeriseerumise ajal keemiliste reaktsioonide produktide abil või temperatuuri ja rõhu muutmisel, et prepolümeeri lisatud ained läheksid gaasilisse olekusse. Lisaks on võimalik materjali sisse suunata suruõhku. Antud meetod on lihtne, hea hinna ja kvaliteedi suhtega ning ei vaja mürgiseid solvente, mistõttu on see laialt levinud poorsete materjalide valmistamiseks. Samas on sellisel juhul keeruline kontrollida pooride struktuuri ja suurust. [7]

2.2.3 Emulsioonvormimine

Poorset materjali on võimalik luua, kui segada prepolümeeri poorimoodustajat lahustumatu vedeliku mikrotilkadena. Sellisel juhul tahkestub emulsioonitilkasid ümbritsev polümeer ning lahustamatu vedelik tekitab poorse struktuuri. Võimalik on valmistada nii ühendatud kui eraldiseisvate pooridega struktuure, milles on pooride suurus määratud emulsioonis leiduvate mikrotilkade suurusega. Antud meetodi keerukus seisneb sobivate poorimoodustajate leidmisel. Poorne struktuur tekib vaid juhul, kui emulsioon on piisavalt stabiilne ning ei toimu emulsiooni flokulatsiooni ja eraldumist kaheks pidevaks makroskoopiliseks faasiks. Lisaks tuleb arvestada, et suletud pooridest on keeruline poorimoodustajaid eemaldada ning see võib hiljem mõjutada materjali mehaanilisi omadusi. Emulsioonvormimisel kasutatakse erinevaid surfaktante, et suurendada emulsiooni stabiilsust ja vältida emulsiooni pöördumist enne, kui pidev polümeerfaas emulsioonitilkade ümber tahkub. [7, 19]

Juchniewiczzi järgi on võimalik poorimoodustajana kasutada vedelikku, mille keemistemperatuur on kõrgem temperatuurist, millel polümeer ristsidestub, kuid madalam temperatuurist, mille juures ristsidestunud polümeer lagunema hakkab. PDMS-i puhul sobib selleks näiteks destilleeritud vesi, kuna polümeer ristsidestub umbes 70 kraadi juures, kuid vesi keeb alles 100 kraadi juures. Avastati, et kui ristsidestamine toimus vähemalt 3 kraadi poorimoodustaja keemistemperatuurist madalamal temperatuuril oli võimalik valmistada suletud pooridega materjale. Sel juhul jäi ristsidestamisel poorimoodustaja materjali, kuid selle sai pärast maatriksi ristsidestumist ja tahkestumist välja aurustada, viies tahenenud materjal 10 kuni 30 kraadi vee keemistemperatuurist kõrgemale. Temperatuuri tõstmisel polümeermaterjali ei kahjustatud, kuna PDMS hakkab lagunema alles 400 kraadi juures [20]. Järele jäi poorne polümeer, kus 75% pooridest olid diameetritega 2 kuni 6 μm , ülejäänud pooride diameetrid jäid vahemikku 8 kuni 20 μm . [21]

Rutkevičius on poorset PDMS-i valmistanud kasutades poorimoodustajana hüdrogeeli. Materjali sisse tekkivate pooride suurus sõltub hüdrogeeliosakeste suurusest, pooride hulk polümeeri lisatud hüdrogeeli ruumalast. Materjali valmistamiseks kasutati polüakrüülamidi hüdrogeeli ja gellankummil põhinevat hüdrogeeli. Hüdrogeel purustati väiksemateks osakesteks. Antud katses oli osakeste keskmine diameeter polüakrüülamidi kasutades $130 \pm$

110 µm ja gellankummi puhul 750 ± 500 µm. Hüdrogeeliosakesed lisati prepolümeerile, saadud dispersioon segati läbi, jäeti seejärel 24 tunniks toatemperatuurile ristsidestuma ning hiljem tõsteti temperatuur 40 kraadi juurde. Sellel temperatuuril materjal ristsidestus ja pärast seda toimus vahu poorides olnud hüdrogeelist vee väljaaurustamine ja vahu kuivamine 5 päeva jooksul. Saadi suuremate pooridega materjal kui lihtsalt vett kasutades. [22]

2.2.4 Faasialdus

Faasialdust on võimalik esile kutsuda terminiliselt, mittelahustuvate lisandite või nende aurude abil ning solvendi aurustamisega. Poorse polüdimetüülsiloksaani valmistamisel on enam levinud solvendi välja aurustamine. Polümeer ja solvent moodustavad kokku segades homogeense lahuse. Kui solvent välja aurustuma hakkab, suureneb polümeeri kontsentratsioon lahuses. Tulemusena tekib faasialdus, kus ühes faasis on rohkem polümeeri ning teises solventi. Pärast polümeeri tahkumist saab solvendi faasi välja aurustada ning alles jääb poorne polümeeristruktuur. Pooride suurus sõltub kasutatud orgaanilisest solvendist, selle kogusest ning sellest, kui kõrgel temperatuuril protsessi läbi viidi. Meetodi suurimateks puudusteks on orgaaniliste solventide vajadus valmistamisprotsessis ning vahu morfoloogia sõltuvus prepolümeeri viskoossusest. [7]

2.2.5 3D printimine

3D printimisel kasutatakse algmaterjalina vedelat PDMS-i prepolümeeri, mis 3D printerist välja surutakse. Peenete struktuuride loomine on keeruline, kuna PDMS-i prepolümeeril on madal viskoossus ja elastsusmoodul. Seetõttu lisatakse prepolümeerile viskoossust suurendavaid aineid. Raskusjõu mõjul võib materjal siiski enne tahkumist oma kuju muuta. Struktuuri saab printimise ajal toetada hüdrofiilse geelja toega. Suurimaks probleemiks poorse PDMS-i valmistamisel 3D printimise meetodil on suhteliselt kõrge hind ning madal tootlikkus. [7]

Hinton on 3D printimise toena kasutanud Carbopoli® geeli. Protsessi käigus pandi printeri düüs geeli sisse, mis otsiku liigutamisel vedelamaks muutus. Prepolümeer suruti otse geeli, mis ei võimaldanud polümeeril enne tahkestumist laiali valguda. Pärast materjali tahkumist lahustati detaili ümbritsev geel puhverdatud fosfaatlahuse abil ära. [23]

2.3 Skaneeriv elektronmikroskoopia

Skaneerivat elektronmikroskoopiat (SEM) kasutatakse peamiselt materjali pinnastruktuuri uurimiseks. SEM-is skaneeritakse objekti pinda kõrge energiaga fokusseeritud elektronkiirega. Kui elektronid ja proov interakteeruvad, on võimalik detekteerida tagasipeegeldunud ja sekundaarseid elektrone. Detekteeritav signaal sõltub materjali pinna topograafiast ja elemendilisest koostisest. Signaali põhjal saab materjalist 2D pildi, millel esineb topograafiline kontrast ja koostise kontrast. [24]

Et elektronid enne proovini jõudmist ja nende detekteerimist ümbritsevas keskkonnas asuvate

gaasimolekulidega ei interakteeruks, peab analüüs toimuma kõrgvaakumis. Seega peab skaneeriva elektronmikroskoobiga analüüsi läbiviimiseks veenduma selles, et objekt taluks vaakumit ehk oleks madala aururõhuga. Et objekt ei laaduks, peab ta olema juhtiv. Vastasel juhul peab enne skaneerimist objekti katma õhukese juhtiva kihiga. Sageli sadestatakse selleks objektile kulda või platinat. [24]

Topograafilise kontrasti korral on kujutisel heledamalt näha kaldpindu ja servi, kuna sealt väljub rohkem sekundaarelektrone. Koostise ehk aatomnumbri kontrast tekib, kuna erineva aatomnumbriga aladest peegeldub tagasi erinev arv elektrone. Mida väiksem on aatomnumber, seda vähem elektrone peegeldub elemendilt tagasi ning seetõttu on väiksema aatomnumbriga alad kujutisel tumedamad kui suurema aatomnumbriga alad. SEM-i suurendus sõltub ekraanile kuvatava pildi suuruse ja skaneeritava ala suuruse suhtest. Mida väiksemat ala korraga skaneeritakse, seda suuremat suurendust on võimalik saada. [24]

2.4 Silikoonvahtude soojusjuhtivus

Keha soojusjuhtivus iseloomustab ühikulise paksuse ja pindalaga materjali läbivat soojusenergia voogu, kui materjali külgede vahel on ühikuline temperatuurierinevus. Soojust kannavad üle molekulid, aatomid ja elektronid [25]. Materjali soojusjuhtivuse arvuliseks kirjeldamiseks kasutatakse soojusjuhtivustegurit. See iseloomustab soojushulka, mis läbib teatud temperatuurigradiendi mõjul kindlas ajaühikus pinnaühikut [26].

Madala soojusjuhtivusega materjalid on head soojusisolaatorid. Soojusjuhtivus sõltub oluliselt nii materjali koostisest kui struktuurist. Materjalides esinevad poorid alandavad materjali soojusjuhtivust, kuna poore täitvad gaasid on halvad soojusjuhid. Näiteks õhu soojusjuhtivustegur on 20 kraadi juures 0,026 W/m·K. [26]

Zhang *et al.* uurimustöös valmistati poorseid polüdimetüülsiloksaani vahtusid gaasimullide abil vahustamisega. Tulemusena saavutati soojusjuhtivusteguri väärtusi vahemikus 0,102 - 0,077 W/m·K vahtude puhul, mille tihedused jäid vahemikku 0,211 - 0,381 g/cm³ [11]. Zhou *et al.* kasutas PDMS-vahtude valmistamiseks otsest vormimist suhkrukristallide baasil. Loodud vahtude keskmine tihedus oli 0,505 g/cm³ ning soojusjuhtivustegur 0,06 W/m·K [27]. Xu *et al.* väitis, et asendades PDMS-vahtudes osad metüülrühmad fenüülrühmadega on võimalik alandada vahtude soojusjuhtivust. Fenüülrühmade hulka suurendades saadi soojusjuhtivustegurite väärtusi vahemikus 0,093 W/m·K kuni 0,079 W/m·K. Valmistatud vahtude keskmine tihedus oli 0,340 g/cm³ [28].

2.5 Elastomeersete materjalide mehaanilised omadused

Materjali mehaaniliste omaduste arvuliseks iseloomustamiseks kasutatakse sageli elastsusmoodulit ehk Young'i moodulit. See avaldub materjalile avaldatava mehaanilise pinge ja tekkiva suhtelise deformatsiooni suhtena. Elastses piirkonnas taastuvad materjali

esialgsed mõõtmised pärast pinge vabastamist. [29]

Elastomeersete vahtude mehaanilisi omadusi mõjutavad mitmed parameetrid. Põhiliselt sõltub poorsete materjalide elastsusmoodul nende tihedusest. Lisaks mõjutab seda materjalis olevate pooride suurus, kuju ning jaotus. Zhang *et al.* töös gaasimullidega vahustamisel valmistatud PDMS-vahtude elastsusmoodulite väärtused jäid 0,133 MPa ja 0,262 MPa vahele. [11] Zhao *et al.* valmistas PDMS-vahtu suhkrukristallidega otsesel vormimisel ning sai elastsusmooduli väärtuseks 0,043 MPa [30].

3. Eksperimentaalne osa

3.1 Kasutatud materjalid

- SYLGARD™184 kaheosaline elastomeeri komplekt (Dow Europe GmbH)
- sorbitaanmonolauraat Span®20 (Sigma-Aldrich)
- sünteetiline hektoriitsavi Laponite RD (BYK-Chemie GmbH)
- heptaan (Sigma-Aldrich, $\geq 99\%$)
- heksaan (Sigma-Aldrich, $\geq 99\%$)
- pentaan (Sigma-Aldrich, $\geq 99\%$)
- asobisisobutrüonitriil (Sigma-Aldrich, $\geq 98\%$)
- vesinikperoksiid (Sigma-Aldrich, 30% vesilahus)

Sünteetilise hektoriitsavi dispersiooni valmistamiseks lisati deioniseeritud vette 3 massiprotsenti Laponite RD pulbrilist savi ning segati seda magnetsegajal kuni segu muutus homogeenseks ja läbipaistvaks. Seejärel jäeti see suletud anumasse seisma, et moodustuks tiksotroopne dispersioon, mis segamisel muutus natuke vedelamaks. On leitud, et hektoriitsavi dispersioon muutub aja jooksul viskoossemaks, kuid maksimaalselt viskoossust ei saavutata ka 16 päeva jooksul [31]. Kahe nädala möödudes muutus savidispersioon piisavalt viskoosseks, et seda antud töös kasutada.

SYLGARD™184 komplekti kuuluvad PDMS polümeer ning kõvendi. Ristsidestamata prepolümeer on voolav ja viskoosne, kuid polümeeriahelate vahel pole ristsidemeid. Ristsidestamine algab polümeeri ja kõvendi kokkusegamisel, kuid toatemperatuuril on see väga aeglane (kestab mitu päeva) ning ei lähe lõpuni. Seetõttu kuumutatakse ristsidestamise läbiviimiseks polüdimetüülsiloksaani üldjuhul üle 60 kraadi. [32]

3.2 Polüdimetüülsiloksaanvahtude valmistamine

3.2.1 Seeria A: Surfaktandi ja hektoriitsavi dispersiooni koguste varieerimine polüdimetüülsiloksaanvahtudes

PDMS-vahud valmistati emulsioonvormimise meetodil varieerides poorimoodustaja (hektoriitsavi dispersiooni) ja surfaktandi (sorbitaanmonolauraadi) kontsentratsioone. Meetodi uudsus seisnes selles, et poorimoodustajana kasutati tiksotroopset vedelikku ning võrreldes tavalise emulsioonvormimisega kasutati surfaktanti hoopis emulsiooni destabiliseerimiseks.

Esimese etapina lisati 120 ml suurusesse polüpropüleentopsi 15,5 g PDMS-i prepolümeeri, varieeruv kogus surfaktanti ja 1 ml heptaani. Alkaani lisand lahustus ainult maatriksi faasis (PDMS-is) ning käitus polümeeri ja surfaktandi kosolvendina, et surfaktant maatriksis väiksemaid emulsioonitilkasid moodustaks. Vahtude valmistamise meetodi eripäraks oli see, et kõik vahud olid käsitsi valmistatavad. Et protsessi kiirendada, kasutati emulsiooni segamiseks aparati IKA Ministar 30 Control, millele lisati isetehtud segamispea (joonis 3.1, vasakul). Kiirusel 300 pööret minutis imiteeris see käsitsi segamist. Emulsioonile lisati maksimaalselt 5 ml kaupa vajaminev kogus geeljat hektiiritsavi dispersiooni iga kord segu uuesti läbi segades. Viimasena lisati emulsioonile 1,55 g kõvendit ning segati seda veel 2 minutit. Lisatud kõvendi kogus moodustas alati ristsidestamata polümeerist 10%, kuna nii oli nõutud SYLGARD™184 elastomeeri komplekti kasutusjuhendis [32].



Joonis 3.1. *Emulsioonide segamiseks kasutatud aparaat (vasakul) ning alumiiniumvorm, milles vahud valmistati (paremal).*

Valmis emulsioon valati 60 kraadise pliidi peal asuvasse silindrikujulisse alumiiniumvormi (kõrgus 18 mm, diameeter 48 mm, joonis 3.1) ning segati klaaspulgaga veel 3 minutit, et vältida suurte tühimike jäämist materjali. Vorm suleti kaanega ning asetati külili ahju 70 kraadi juurde, et PDMS emulsioonitilkade ümber ristsidestuks. Vorm oli vaja külili asetada seetõttu, et elastsusmooduli mõõtmisel oli vaja võimalikult tasast pinnakihti ning ristsidestumise käigus ülespoole tõusvad õhumullid oleks seda rikkunud. Pärast seda, kui emulsioon oli 24 tundi tahkunud, võeti see vormist välja ja pandi 80 kraadi juurde kuivama. Valmistatud vahtude koostis on kirjas järgnevas tabelis (tabel 3.1).

Tabel 3.1. Seeria A objektide koostis, kus varieeriti surfaktandi ja hektoriitsavi dispersiooni kontsentratsioone.

Proovi tähis	PDMS-i prepolümeer (g)	Heptaan (ml)	Span®20 (ml)	Laponite RD dispersioon (g)	Kõvendi (g)
A1	15,5	1	0,04	41	1,55
A2			0,06	39	
A3			0,08	37	
A4			0,12	33	
A5			0,14	31	
A6			0,16	29	

3.2.2 Seeria B: Heksaanilisandiga vahtude valmistamine

Seeria B aluseks võeti seeria A 3. objekti protokoll. Heptaan asendati seal varieeruva koguse heksaaniga. Seega oli vahtude valmistamiseks vaja 15,5 g PDMS-i prepolümeeri, 0,08 g surfaktanti, varieeruv kogus heksaani, 38 g hektoriitsavi dispersiooni ja 1,55 g kõvendit. Järgnevas tabelis (tabel 3.2) on kirjas kasutatud heksaanilisandi kogused milliliitrites ning massiprotsendina kasutatud PDMS-ist.

Tabel 3.2. Seeria B vahtudesse lisatud heksaani kogus milliliitrites ning massiprotsendina kasutatud PDMS-ist.

Proovi tähis	Heksaan (ml)	Heksaani kogus (%)
B1	1,55	6,6
B2	2,33	9,8
B3	3,10	13,1
B4	3,88	16,4
B5	4,65	19,4

3.2.3 Seeria C: Pentaanilisandiga vahtude valmistamine

Pentaanilisandiga PDMS-vahud valmistati samuti seeria A 3. objekti protokoll põhjal, kuid 1 ml heptaani asemel varieeriti pentaanikoguseid nõnda, et alkaanide summaarne kogus jääks

vahtudes samaks. Järgnevas tabelis (tabel 3.3) on näha vahtudesse lisatud pentaani ja heptaani kogused milliliitrites ning lisatud pentaani kogus massiprotsendina kasutatud PDMS-ist.

Tabel 3.3. Seeria C vahtudesse lisatud pentaani ja heptaani kogused milliliitrites ning pentaani kogus massiprotsendina kasutatud PDMS-ist.

Proovi tähis	Pentaan (ml)	Heptaan (ml)	Pentaani kogus (%)
C1	0,00	1,00	0,0
C2	0,05	0,95	0,2
C3	0,10	0,90	0,4
C4	0,15	0,85	0,6
C5	0,25	0,75	1,0
C6	0,30	0,70	1,2

3.2.4 Seeria D: Kergitavate lisanditega vahtude valmistamine

Et proovida vahtude tihedust vähendada, lisati hektoriitsavi dispersiooni valmistamise käigus erinevaid lisandeid eesmärgiga luua kerkivaid vahtusid.

Seeria D 1. objekti valmistamiseks segati kokku 3% savidispersioon, milles lisaks savile oli ka 0,17% asobisisobutrünonitriili (AIBN). Vaht valmistati seeria A 3. proovi protokoll põhjal, kuid 37 g puhta savidispersiooni kasutamise asemel võeti 18,5 g 3% puhast Laponite RD dispersiooni ja 18,5 g AIBN-i lisandiga dispersiooni. Emulsiooni vormi kallates jäeti ruumi materjali kerkimiseks. Seejärel suleti vorm kaanega ning pandi see ahju 70 kraadi juurde, et emulsiooni pidev faas tahkuks. Ööpäeva möödudes võeti objekt vormist välja ning pandi 24 tunniks 80 kraadi juurde kuivama.

Seeria D 2. objekti valmistamiseks tehti 3% savidispersioon, millesse lisati 3% vesinikperoksiidi. Vaht valmistati järgides seeria A 3. proovi protokoll, kuid puhta savidispersiooni asemel lisati sinna 3/4 puhast savidispersiooni ning 1/4 vesinikperoksiidi lisandiga dispersiooni. Muus osas toimiti samamoodi nagu seeria 1. vahu valmistamisel.

3.3 Polüdimetüülsiloksaanvahtude karakteriseerimine

3.3.1 Vahtude tiheduse määramine

Eri koostisega vahtude tiheduse arvutamiseks määrati nende mass ja ruumala. Objektide kaalumiseks kasutati kaalu KERN PFB 300-3. Objektide ruumala määramiseks sukeldati need destilleeritud veega täidetud mõõtesilindrisse. Mõõdetava objekti ruumala määrati veenivoo

kõrguse muutuse abil.

3.3.2 Skaneeriva elektronmikroskoobi abil vahtude karakteriseerimine

Skaneerivas elektronmikroskoobis (Tescan Vega, joonis 3.2) uuriti vahtude seest lõigatud õhukest viilu. See kinnitati süsinikeibi abil SEM-i objektiholderile ja puhastati lämmastikuvooga, et eemaldada objektile langenud tolmu. Enne mikroskoobi asetamist kaeti objektid katmismasina (Polaron SC7640, joonis 3.2) abil umbes 5 nm kullakihi, et pinna juhtivusomadusi parandada. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil tehtud kujutistelt vaadeldi pooride kuju, ühenduskohti ning suurusi.



Joonis 3.2. Skaneeriv elektronmikroskoop (paremal) ning katmismasin (paremal).

3.3.3 Vahtude soojusjuhtivustegurite määramine

Soojusjuhtivusteguri määramiseks oli tarvis kahte suhteliselt õhukest ja suure pindalaga võimalikult identset objekti. Seetõttu oli vaja varasemate seeriade valmistamisega võrreldes teistsugust vormi. Selleks asetati klaasplaadile U-tähe kujuliseks painutatud silikoonvoolik, millest oli läbi lükatud traat, et voolik soovitud kuju hoiaks. Voolikust väljapoole asetati väikesed distantspuksid, mille paksus määras valmistatava objekti paksuse. Valmis emulsioon kallati vormi alaosasse ning aeti spaatliga veidi laiali, et vältida suurte tühimike teket. Seejärel asetati voolikule teine klaasplaat ning suruti segu aeglaselt vormi suletud servast alustades laiali. Vorm ilma pealmise klaasplaadita on näha järgneval joonisel (joonis 3.3). Klaasplaadid kinnitati klambritega ning asetati lahtine osa ülalpool ahju 70 kraadi juurde, et PDMS emulsioonitilkade ümber ristsidestuks. Pärast seda, kui proov oli ööpäeva tahenenud, võeti see vormist välja ning pandi 24 tunniks 80 kraadi juurde kuivama. Näide ühest valminud objektist on toodud joonisel 3.3.

Soojusjuhtivuse määramiseks kasutati seadet Huxeflux Thasys (joonis 3.3). Esmalt mõõdeti nihiku abil mõlema proovi keskmine paksus ning sisestati leitud väärtused mõõtmisprogrammi. Prooviohjektid paigutati küttekeha ümber ning suruti seejärel sellega tihedasse ühendusse.

Mõõtmine toimus standardi ASTM C 1114-98 järgi (*Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Thin-Heater Apparatus*).



Joonis 3.3. Vorm soojusjuhtivuse mõõtmiseks sobivate katseobjektide valmistamiseks (pealmine klaas on eemaldatud, vasakul), katseobjekt (keskel) ning objektide soojusjuhtivusteguri määramiseks kasutatud mõõteaparaat (paremal)

3.3.4 Vahtude elastsusmoodulite määramine

Vahuobjektide elastsusmoodulite leidmiseks kasutati seadet Zwick/Roell Z2.5 (joonis 3.4), mille abil viidi mõõtmine läbi ASTM D575 standardi järgi. Iga objekti mõõdeti 3 korda vahu deformeerimise kiirusega 10 mm/min. Mõõtmised toimusid temperatuuril 23,3 kraadi. Iga objekti paksus määrati katseseadmega sellel hetkel, kui oli rakendatud jõud 2 N. Objektide elastsusmoodul määrati iga objekti 3. mõõtmise põhjal mehaanilise pinge ja elastse deformatsiooni graafiku lineaarse ala tõusu järgi.

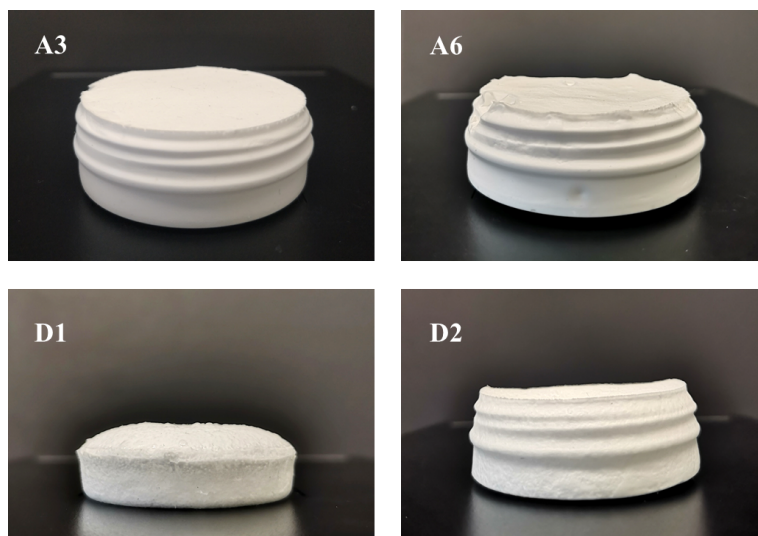


Joonis 3.4. Vahtude elastsusmooduli määramiseks kasutatud mõõteaparaat (vasakul mõõteaparaat väljast, paremal lähivaade mõõtekambrist).

4. Tulemused ja analüüs

4.1 Kvaliteetsete ja ebaõnnestunud vahtude erinevused

Järgneval joonisel on näited erinevatest vahuobjektidest (joonis 4.1). Kõik õnnestunud vahud nägid visuaalselt välja samasugused nagu seeria A 3. objekt. Kvaliteetsed vahud olid ühtlase struktuuriga ning ei vajunud kokku. Seeria A 6. objekt sisaldas maksimaalset poorimoodustaja kontsentratsiooni, mida vahtude valmistamisel kasutati. Sellest piirist allpool tuli vahu valmistamine välja, kuid konkreetselt sellel väärtusel enam homogeenset vahtu valmistada ei õnnestunud. Oli näha, et poorimoodustaja oli koaguleerunud ning vahu pinnal asus suurema tihedusega kõva kiht. Samuti oli näha, et erineva tihedusega kihid olid kuivamisel erineval määral kokkutõmbunud. Kerkivate vahtude valmistamise seeria (seeria D) objektid olid mõlemad ebaõnnestunud. 1. objekt oli äärtest kokku vajunud ning käega katsudes nätske. 2. objekt oli kõige rohkem kokkuvajunud keskosast.



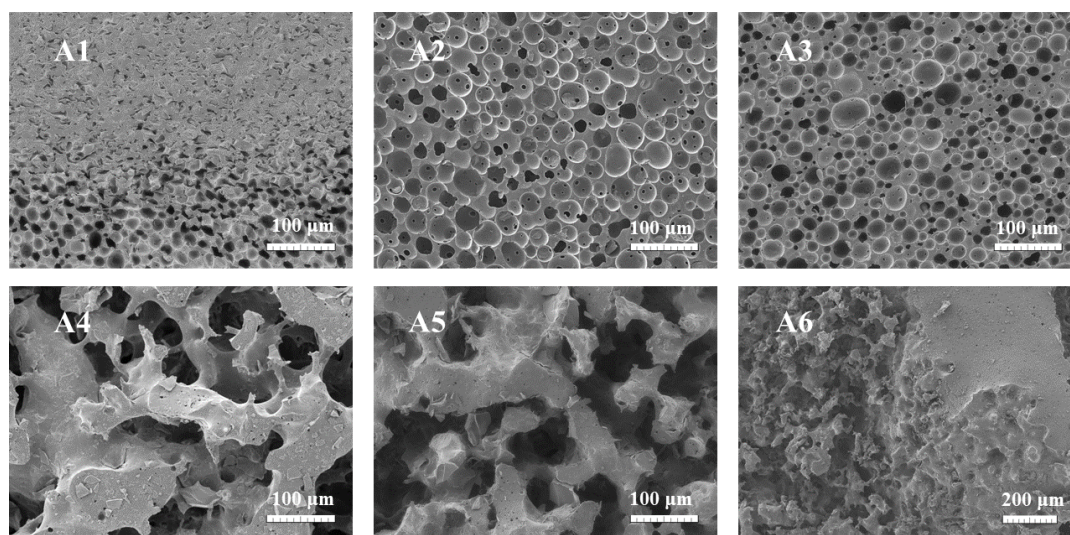
Joonis 4.1. Pildid erinevatest vahuobjektidest. Nurkadesse on märgitud objektide tähised. Pildil tähisega A3 on näide kvaliteetsest vahust, ülejäänud pildid on tehtud ebaõnnestunud vahtudest.

4.2 Vahtude mikrostruktuur

Seerias A (joonis 4.2) varieeriti surfaktandi ja hektoriitsavi dispersiooni (poorimoodustaja) kontsentratsioone PDMS-i emulsioonides. Vaht tekkis poorimoodustaja kontsentratsioonide vahemikus 63% ja 70,6%. Mida rohkem lisati emulsioonile savidispersiooni, seda vähem oli tarvis surfaktanti. Poorimoodustaja kontsentratsiooni alumine piir vastas sfäärilisele tihepakendamisele, ülemine piir iseloomustas sfäärilise ideaalset tihepakendamist [33].

Seega käitusid emulsiooni tilgad nagu sfäärilised tahked osakesed, mis on emulsiooni puhul ebatavaline. Skaneeriva elektronmikroskoobi kujutistelt oli näha, et savidispersiooni kontsentratsioonide piirjuhtudel ei suudetud valmistada ühtlase mikrostruktuuriga vahtusid (joonis 4.2, tähis A1 ja A6).

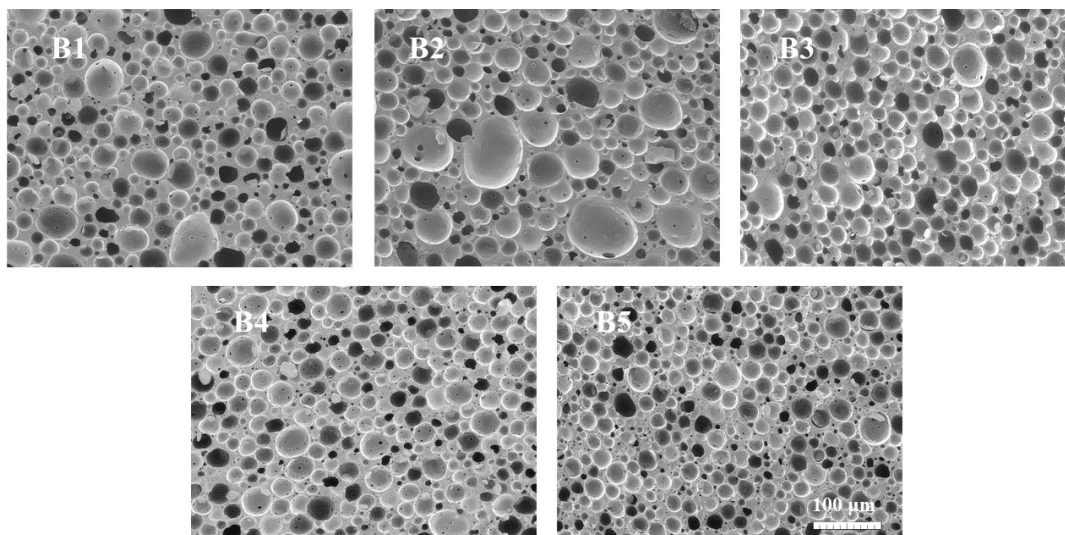
Seeria A 1. objekti kattis võrreldes proovi sisemusega tihedam kiht, mida on näha ka alloleval joonisel (joonis 4.2, tähis A1). Surfaktandi mõjul oli soodustatud PDMS-i ja savidispersiooni emulsiooni üleminek vesi-õlis emulsioonist õli-vees emulsiooniks. Enne PDMS-i tahkumist see väga suures ulatuses ei toimunud. Küll aga oli oluline, et emulsiooni pöördumise protsess saaks alguse, kuid ei areneks sellest algfaasist edasi. Niimoodi sai võimalikuks ühenduskohtade tekkimine pooride vahele. Ühenduskohtade puudumisel kukkus vahustruktuur kokku. Eelnimetatud objektis oli surfaktandi kontsentratsioon alumise piiri juures ning savilahuse kogus suur, mistõttu tulemuseks oli ebaühtlane struktuur. PDMS-i emulsioonis surfaktandi kontsentratsiooni tõstmisel tekkis pidev pooristruktuur, mille morfoloogia sarnanes maatriksi faasile. Selline vaht tekkis osaliselt pöördunud emulsioonist. Ebaühtlane mikrostruktuur oli ka seeria A 6. objektil (joonis 4.2, tähis A6), mis vastas poorimoodustaja kontsentratsiooni ülemisele piirile. Oli näha pidevat poorset struktuuri ning tihedamat ala kujutise paremal poolel. See tulenes ilmselt poorimoodustaja koagulatsioonist ehk osakeste liitumisest ning osalisest faasi pöördumisest.



Joonis 4.2. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil saadud kujutised seeriasse A kuuluvatest proovidest. Objektide tähised ja mõõtkavad on toodud kujutiste nurkades.

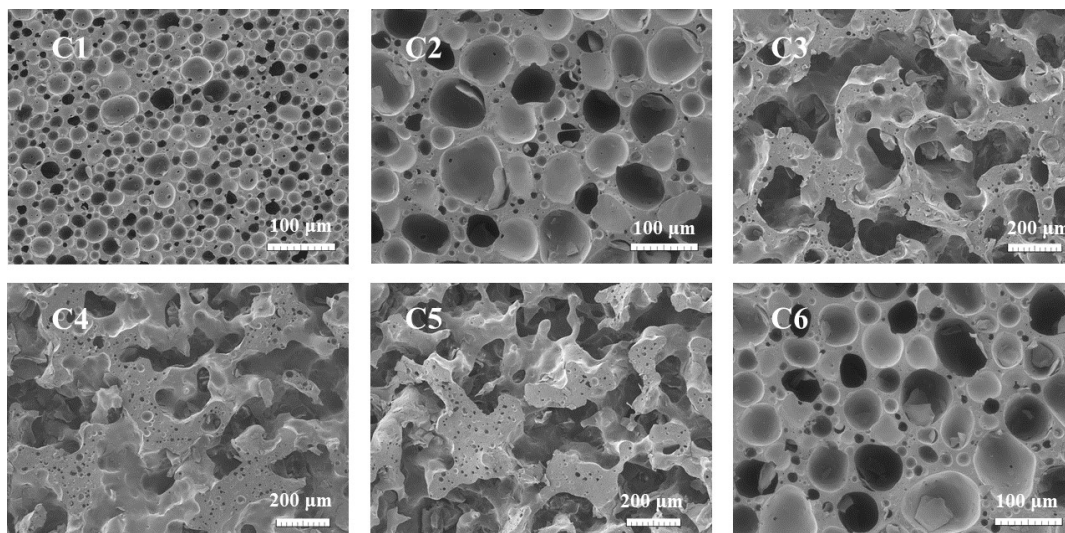
Seerias B varieeriti seeria A 3. objektis heptaani asemele lisatava heksaani koguseid. Hüpoteesiks oli, et kui PDMS-vahtudesse valmistamise käigus lisada heptaani asemel heksaani, käitub ta samuti PDMS-i ja surfaktandi kosolvendina ning hakkab oma madala keemistemperatuuri tõttu (69 kraadi) ristsidestumise ajal ahjus keema. Gaasimullide abil

sooviti vahtudesse tekitada suuremaid poore. Selle uurimiseks võeti aluseks seeria A 3. proovi protokoll, sest see andis alati ühtlase mikrostruktuuriga vahu. Skaneeriva elektronmikroskoobi kujutistelt (joonis 4.3) on näha, et heksaani abil suuremaid poore ei saadud. Vahtude mikrostruktuur oli üpris sarnane seeria A 3. objekti omale, kuhu heksaani ei lisatud.



Joonis 4.3. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil saadud kujutised seeriasse B kuuluvatest objektidest. Igal kujutisel on peal kirjas proovi tähis. Kõikide kujutiste mõõtkava ühtib ning on märgitud all paremal.

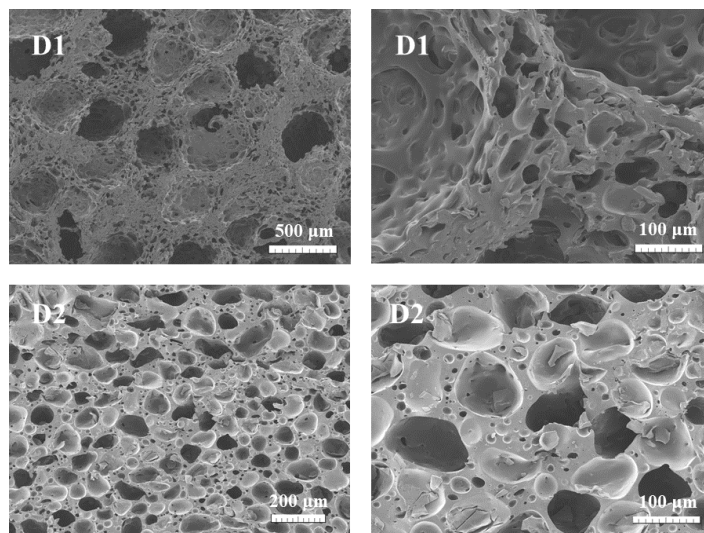
Seerias C varieeriti seeria A 3. objektis heptaani ja pentaani koguseid. Hüpoteesiks oli, et kuna pentaani keemistemperatuur on nii heptaani kui heksaani omast madalam (36 kraadi) on tõenäosus keemiseks ja gaasimullide tekkeks suurem. Gaasimullid võiks emulsiooni tahkumise ajal sinna suuremaid poore tekitada. Järgneval joonisel on näha, et kui emulsiooni polnud üldse pentaani lisatud, olid poorid sfäärilised ja väikesed (joonis 4.4, tähis C1). Juba väikese pentaanikoguse lisamisel suurenes pooride suurus (joonis 4.4, tähis C2) ning pooride kuju muutus ebakorrapärasemaks. Leiti sobiv pentaani kontsentratsioonide vahemik, kus oli võimalik luua pideva pooride struktuuriga vahtusid (joonis 4.4, tähis C3-C5). Selle ületamisel saadi taas lisandita prooviga võrreldes suuremate ning ebakorrapärasemate sfääriliste pooridega vaht (joonis 4.4, tähis C6).



Joonis 4.4. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil saadud kujutised seeriasse C kuuluvatest objektidest. Objektide tähised ja mõõtkavad on toodud kujutiste nurkades.

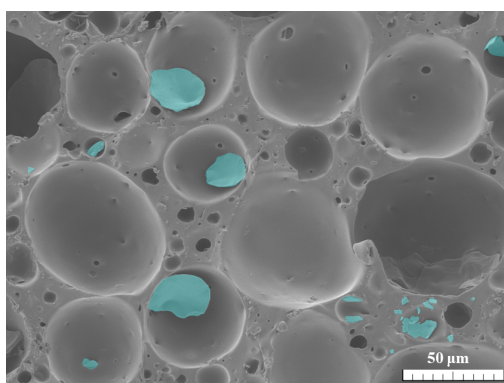
Seeria D 1. objekti valmistamisel kasutati AIBN-i lisandit. Hüpoteesiks oli, et temperatuuri tõstmisel AIBN laguneb ning lagunemisel tekkiva N_2 toimel vaht kerkib. Objekt vajus pärast kuivamist kokku ning käega katsudes oli tunda, et see oli nätske. Objekti mikrostruktuuris oli näha suuri poore, mis olid veidi kokku vajunud (joonis 4.5, tähis D1). AIBN-i lagunemisel tekivad lisaks lämmastikule ka vabad radikaalid. Ilmselt reageerisid need PDMS-i prepolümeeris olevate vinüülrühmadega, mistõttu ei saanud need enam ristsidestumise protsessis osaleda.

Sama seeria 2. objekti valmistamisel lisati savidispersioonile vesinikperoksiidi. Hüpoteesiks oli, et vesinikperoksiid laguneb ning tekib vesi ja gaasiline hapnik, mille tõttu vaht kerkib. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil tehtud kujutiselt oli näha, et poorid olid kuivamisel kokku kukkunud (joonis 4.5). SYLGARD™184 komplektis on kõvendis plaatina katalüsaator, mis katalüüsib polümeeri ristsidestamise reaktsioone. Kuna vesinikperoksiid laguneb plaatina katalüsaatori mõjul, siis ilmselt vähendas see katalüsaatori aktiivsust PDMS-i ristsidestajana.



Joonis 4.5. Skaneeriva elektronmikroskoobi abil saadud kujutised seeriasse D kuuluvatest objektidest. Mõlema seeriasse kuuluva objekti kohta on kaks eri mõõtkavaga kujutist. Objektide tähised ja mõõtkavad on toodud kujutiste nurkades.

Poorimoodustajana kasutati Laponite RD dispersiooni. Vahtude kuivamisel auras pooridest vesi välja, kuid savihelbed jäid pooridesse (joonis 4.6). Nende diameetrid jäid 30 μm ümbrusesse ning ühe saviplaadikese mass oli umbes 0,42 ng. Skaneeriva elektronmikroskoobiga proovide karakteriseerimiseks lõigati nende sisemusest õhukesed viilud. Lõikamise tagajärjel osad savihelbed purunesid, mistõttu on skaneeriva elektronmikroskoobi kujutistel näha ka purunenud savitükikesi.



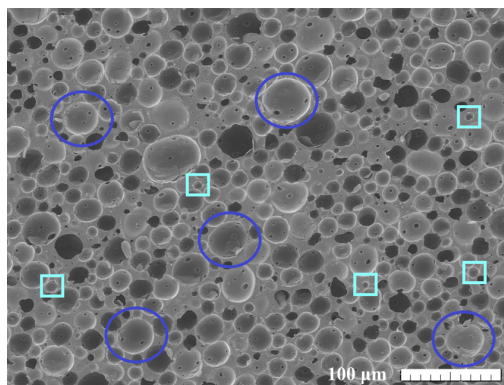
Joonis 4.6. Lähivaade poorsest struktuurist. Pooride sisse jäänud savihelbed on märgitud sinisega.

4.3 Vahtude pooride suuruste hindamine

Skaneeriva elektronmikroskoobiga tehtud kujutiste põhjal oli näha, et valminud objektidel leidis kahte sorti mikrostruktuure. Osades proovides olid sfäärilised poorid, mille vahel olid

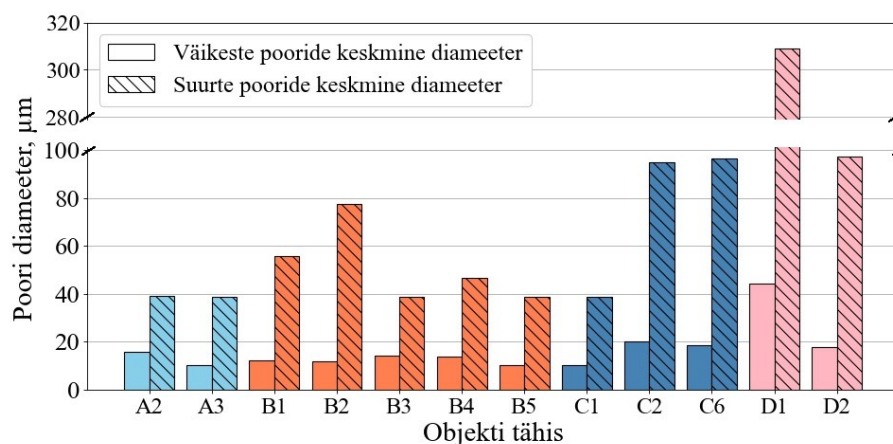
ühenduskohad. Teistes moodustus pidev poori faas. Eri juhtudel läheneti pooride suuruse leidmisele erinevalt.

Sfääriliste pooridega vahtude korral ei saanud skaneeriva elektronmikroskoobi kujutiste abil iseloomustada pooride suuruste jaotust, kuna polnud täpselt teada, kas vaadeldav poor oli läbi lõigatud täpselt keskelt või mitte. Samas oli näha, et proovides esinesid põhiliselt suured ja väikesed poorid. Seetõttu mõõdeti suurte pooride keskmise diameetri leidmiseks 5 suure poori diameetrid ning arvutati nende keskmine. Valitud poorid olid võimalikult ümmarguse läbilõikega. Kui vahtudes leidis mõni üksik nähtavalt suurem poor, siis seda keskmise suuruse arvutustesse sisse ei võetud, kuna sageli tekkisid suuremad poorid segamise käigus proovi jäänud õhumullidest ning see ei tulenenud konkreetsest koostisest. Väikeste pooride keskmine diameeter arvutati 5 väikse poori diameetri järgi. Poore valides tuli hinnata, kas väike poor oli tõesti antud läbimõõduga või oli tegu suurema poori osaga. Näide seeria A 3. proovi suurte ja väikeste pooride keskmiste diameetrite arvutamisest on toodud järgneval joonisel (joonis 4.7), kus tumesinised ringid tähistavad valitud suuri poore ja helesinised ruudud väikeseid poore.



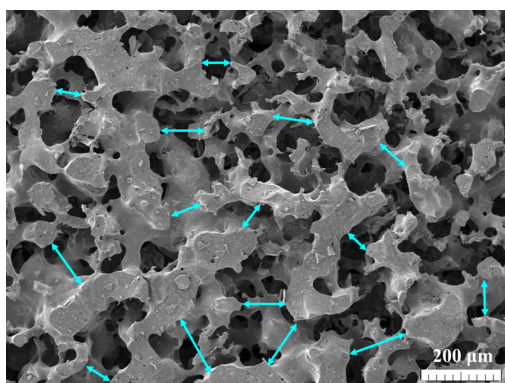
Joonis 4.7. Näide valitud pooridest, mida kasutati sfääriliste pooridega objektide keskmise suure poori diameetri ja keskmise väikese poori diameetri arvutamiseks.

Järgneval joonisel on antud sfääriliste pooridega objektide suurte ja väikeste pooride keskmised diameetrid (joonis 4.8). Väikeste sfääriliste pooride suurused seeriates A kuni C oluliselt ei muutunud (varieerusid 15-20 μm vahemikus). Seeria B heksaanilisandiga vahtudes ei järginud suurte pooride diameetrid heksaani kontsentratsiooni suurendamisel mingit kindlat trendi. Küll aga oli seerias C näha, et juba väikese koguse pentaani lisamisel tekkisid suuremad poorid võrreldes proovidega, kus pentaani ei olnud. Seeria A 1. proovi pooride suurusi ei mõõdetud, sest proov oli kihistunud.



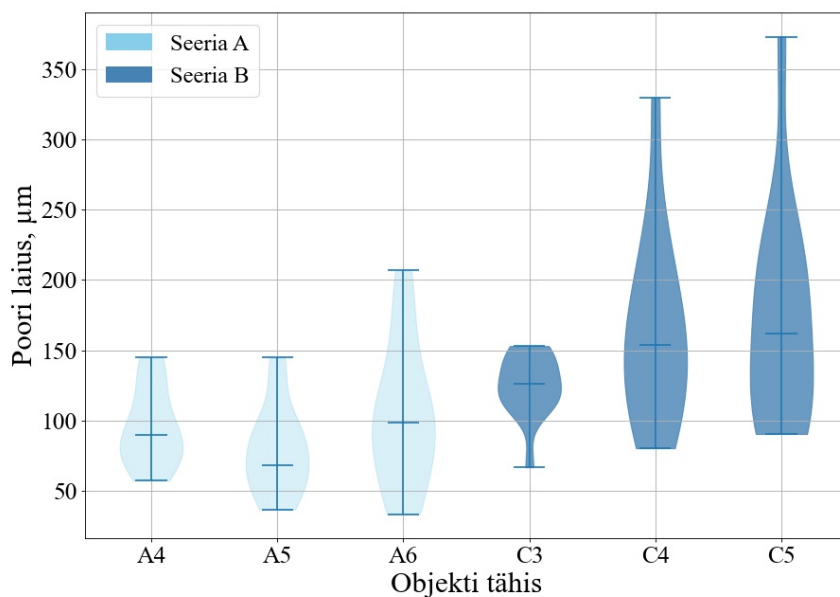
Joonis 4.8. Sfääriliste pooridega objektide suurte ja väikeste pooride keskmine diameeter.

Pideva poori faasiga vahtude pooride suuruseid hinnati samuti skaneeriva elektronmikroskoobi abil tehtud kujutiste põhjal. Järgneval joonisel on märgitud poorid, mida kasutati seeria A 4. proovi pooride jaotuse kujutamiseks (joonis 4.9).



Joonis 4.9. Näide valitud pooridest, mida kasutati pideva poori faasiga objektide pooride suuruse jaotuse määramiseks.

Pideva poori faasiga objektide pooride suuruste jaotus on näidatud joonisel 4.10. Iga objekti kohta on märgitud kõige väiksema ja kõige suurema poori laius. Keskmine joon iseloomustab poori suuruste mediaanväärtust. Värvitud ala iseloomustab tõenäosust, et poori laius leidub mingis suuruste vahemikus. Mida laiem on värvitud ala, seda suurema tõenäosusega on poori suurus selles vahemikus.



Joonis 4.10. Pideva poori faasiga objektide pooride laiuse jaotus. Iga objekti korral on näha suurimat ja vähimat poori suurust ning nende vahele jääv joon tähistab proovi suuruste mediaani. Värvitud ala iseloomustab tõenäosust, et poori laius leidub mingis suuruste vahemikus.

Jooniste 4.8 ja 4.10 põhjal on näha, et nii väikeste kui suurte pooride suurused olid pideva poori faasiga vahtudel suuremad kui sfääriliste pooridega vahtudel. Kõige väiksemate sfääriliste pooride diameeter oli 10 µm, suurimate pooride diameetrid ulatusid 100 µm-ni. Vaid seeria D 1. vahu pooride suurused olid lähedased pideva poori faasiga vahtude omale, kuid see vaht kukkus AIBN-i lisandi tõttu kuivades kokku. Pideva poori faasiga pooride suurused jäid 30 µm ja 370 µm vahele. Kõige suuremate pooridega pideva poori faasiga vaht saadi siis, kui emulsioonides tõsteti pentaani kontsentratsiooni.

4.4 Vahtude tihedused

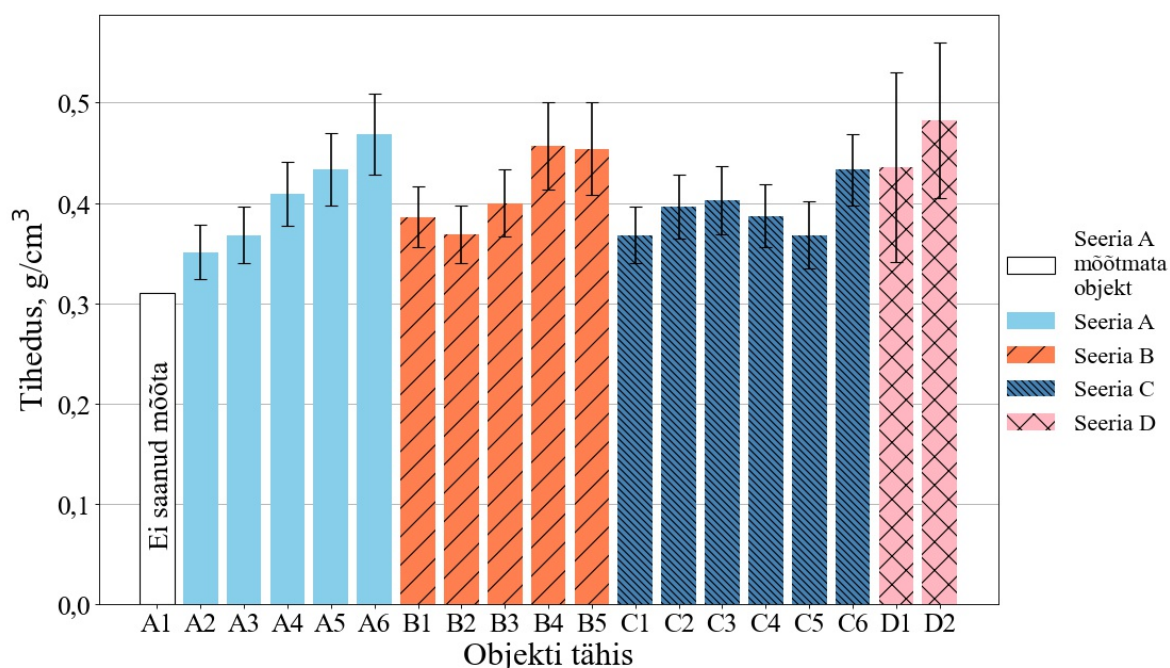
Järgneval joonisel (joonis 4.11) on näha erinevatesse seeriatesse kuuluvate vahuobjektide tihedused. Tulpadele on märgitud ka tiheduste mõõtemääramatused. Tiheduse mõõtemääramatus oli tingitud massi ja ruumala mõõtmiseks kasutatud kaalu ja mõõtesilindri ebatäpsusest. Tihedused on toodud ka tabelina töö lisades (lisa A).

Seeria A 1. objekti tihedust ei olnud võimalik mõõta, kuna objekt oli ebahütlane, peal oli tihedam kiht. Seeria A objektide tihedused kasvasid võrdeliselt poorimoodustaja kontsentratsiooni vähenemisega. 6. objektis oli toimunud osaline faaside pöördumine, graafikule on märgitud objekti keskmine tihedus.

Seeria B puhul oli hüpoteesiks, et hekseeni kontsentratsiooni suurendamine tekitab materjali suuremaid poore ning materjali tihedus väheneb. Graafikult on näha, et tihedus kasvas võrdeliselt hekseeni suurenemisega. Põhjuseks oli see, et hekseen lahustus ainult PDMS-is ning kuivamise ja hekseeni aurustumise käigus tõmbus maatriks lisatud hekseeni ruumala ulatuses kokku.

Seeria C puhul oli näha, et valmistatud objektide tihedused olid lähedased seeria A 3. objekti tihedustele. See oli ootuspärane, sest seeria C tehti sama pooritekitaja kontsentratsiooniga nagu seeria A 3. objekt. Tiheduste sarnasus näitab, et seeria C vahtude struktuur ei kukkunud kuivamisel kokku.

Seeria D 1. ja 2. objekti puhul oli hüpoteesiks, et AIBN-i ja vesinikperoksiidi emulsiooni lisamisel on võimalik valmistada kerkivat vahtu. Võrreldes seeria A 3. objektiga, kus lisandeid ei olnud, oli näha hoopis objektide tiheduse kasvu. Tiheduse kasvu põhjustas pooride kokkuvajumine.



Joonis 4.11. Seeria A, B, C ja D objektide tihedused. Seeria A 1. objekti tihedust ei olnud võimalik mõõta, kuna emulsiooni tahkumisel toimus faaside eraldumine kaheks makroskoopiliseks kihiks ning valmistatud objekti kattis tihedam kiht. Tulpadele on märgitud ka tiheduste mõõtemääramatused.

4.5 Vahtude soojusjuhtivustegurid

Eksperimentaalse töö käigus prooviti teha mitme erineva koostisega soojusjuhtivuse objekte, kuid vahu valmistamiseks kasutatud anuma pinna mõju tõttu erines sageli õhukese objekti

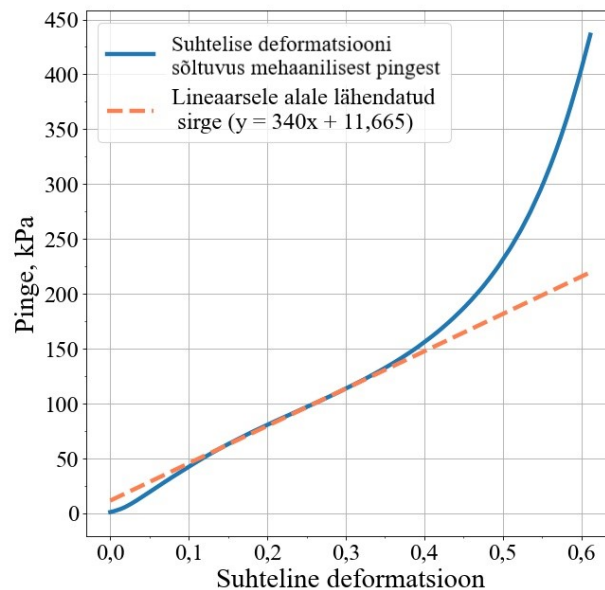
struktuur varasemates seeriates valmistatud paksemate vahtude struktuurist. Sageli jäi soojusjuhtivusobjekti sisse liialt palju õhumulle ning ka materjali pind oli liiga ebahürtlane, et seda soojusjuhtivuse mõõteseadmes kasutada. Seerias B prooviti heksaani abil tekitada suuri poore. Seerias D lisati emulsioonidele lisandeid eesmärgiga valmistada kerkivat vahtu. Kuna seeria B objektid ei erinenud palju seeria A objektidest ning seeria D proovid kukkusid kokku, siis nende seeriade objektide soojusjuhtivust ei määratud. Hinnata õnnestus seeria A ja C vahtude soojusjuhtivust.

Valmistada õnnestus kaks erinevat objekti, mille soojusjuhtivustegurit oli võimalik mõõta. Näiteks valmistati soojusjuhtivuse mõõtmiseks objekt mõõtmetega 2,7 mm x 66 mm x 104 mm seeria A 3. objekti protokollil põhjal. Samuti valmistati samade mõõtmetega soojusjuhtivusteguri määramise objekt seeria C 4. objekti protokollil põhjal. Viimasest proovist skaneeriva elektronmikroskoobi abil tehtud kujutistelt tuli välja, et kui varem tekkis samade komponentide kontsentratsioonide kasutamisel ühendatud pooridega struktuur, siis õhukeste objektide poorid olid väiksemad ja eraldiseisvad. Et pinna ja ruumala suhet vähendada, valmistati seeria C 4. proovi protokollil järgi ka paksem objekt (5 mm x 73 mm x 106 mm). Sellest paksemat proovi poleks olnud võimalik kasutatud soojusjuhtivuse mõõteaparaadis mõõta. Kuigi ka paksema objekti mikrostruktuur ei vastanud varasemalt tehtud proovi omale, määrati sellest hoolimata objekti soojusjuhtivustegur.

Seeria A 3. objekti, mis on ühtlasi ka seeria C 1. objekt, soojusjuhtivustegur oli 0,0708 W/m·K. Soojusjuhtivusteguri mõõtmiseks valmistatud objekti tihedus oli 0,395 g/cm³, mis oli veidi kõrgem kui sama protokollil järgi valmistatud väiksema pinna ja ruumala suhtega objekti tihedus (0,368 g/cm³). Lisaks mõõdeti seeria C 4. objekti soojusjuhtivustegur, mille väärtuseks saadi 0,0750 W/m·K. Materjali tihedus oli 0,379 g/cm³, mis oli natuke väiksem kui sama protokollil järgi varasemalt valmistatud objekti tihedus (0,387 g/cm³).

4.6 Vahtude elastsusmoodulid

Järgneval graafikul (joonis 4.12) on näide elastsusmooduli arvutamisest seeria A 3. objekti jaoks. Graafiku alguses on näha kõverat osa, mis tulenes sellest, et kasutatud vormide põhjas oli väike süvend, mille tõttu prooviobjektide põhi polnud ideaalselt sile. Kõver osa iseloomustab ala, kus mõõteaparaat viidi jõu suurendamisel ühendusse objektide sileda pinnaga. Elastsusmoodul määrati sellele alale järgneva lõigu tõusu põhjal. Esmalt valiti visuaalselt hinnates graafikult punkt, mil mõõteaparaat sattus kontakti sileda pinnaga. Teiseks leiti punkt, mil joone tõus hakkas kasvama. Arvutati mehaanilise pinge ja suhtelise deformatsiooni korrelatsioon, mis iseloomustas valitud punktide vahelise lõigu lineaarsust. Suurema täpsuse saamiseks nihutati lõigu algust ja lõppu ning määrati taas korrelatsioon. Suurima korrelatsiooniga lõigu tõusu järgi arvutati objekti elastsusmoodul.



Joonis 4.12. Seeria A 3. objekti suhtelise deformatsiooni sõltuvus mehaanilisest pingest.

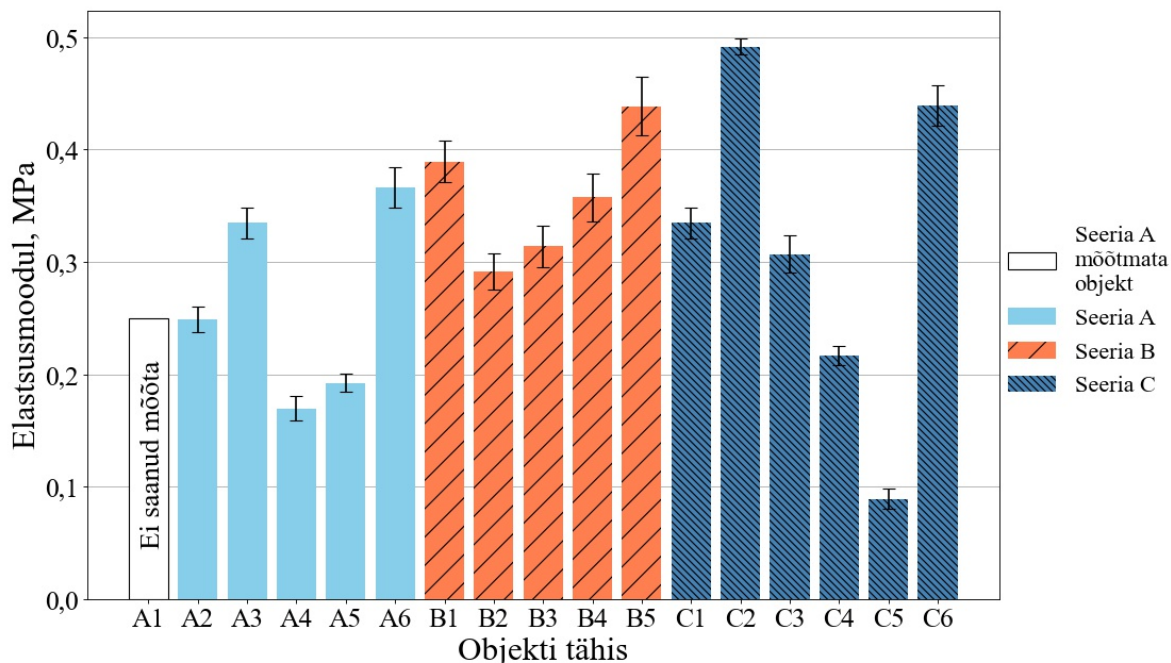
Joonisel 4.13 on näha kõikide objektide elastsusmoodulid, mida oli võimalik mõõta. Elastsusmoodulid on kirjas ka töö lisades (lisa A). Valitud mõõteaparaadiga elastsusmooduli määramiseks oli tarvis silindrilist proovi, mille ülemine ja alumine pind on paralleelsed. Sarnase mikrostruktuuriga elastomeersete vahtude mehaanilisi omadusi on sarnasel meetodil määranud Reed *et al.*, kuigi nende töös kasutati polüdimetüülsiloksaani asemel vahu valmistamiseks polükarbamiidi. Nende mehaanilise pinge ja suhtelise deformatsiooni graafikud olid väga sarnase kujuga nagu siinses uurimustöös saadud graafikud. Vahtudes olid sfäärilised ühenduskohtadega poorid, mille diameetrid jäid 69 μm ja 370 μm vahele ning elastsusmoodulite väärtused olid vahemikus 0,640 MPa kuni 0,880 MPa [34].

Seeria A 1. proovi kattis tihke ebatasane pinnakiht, mistõttu selle objekti elastsusmoodulit ei määratud. Samuti ei olnud võimalik mõõta seeria D objektide elastsusmooduleid, sest mõlemad proovid olid osaliselt kokku vajunud. Seeria A sfääriliste pooridega objektide elastsusmoodulid olid kõrgemad kui pideva poori faasiga objektide omad. Selle seeria 6. objekti elastsusmooduli hüppeline tõus võis tuleneda sellest, et proovis oli ebaühtlane mikrostruktuur. Omavahel vaheldusid pidev poori faas ja suured tihedad maatriksi faasi piirkonnad.

Seeria B objektide elastsusmoodulite ja heksaani koguse vahel ühtlast trendi ei olnud. Küll aga tõusis elastsusmoodul kui heksaani lisati 10% kuni 19% PDMS-i kogusest (objektid tähistega B2 - B5).

Seeria C puhul on näha, et kõige suuremad elastsusmoodulid olid selle seeria 2. ja 6.

objektidel. Skaneeriva elektronmikroskoobi kujutistelt (joonis 4.4) oli näha, et neil olid suured sfäärilised poorid. Pideva poori faasiga objektide elastsusmoodulid kahanesid pentaanikoguse suurendamisel (joonis 4.4, tähis C3-C5).



Joonis 4.13. Seeria A, B ja C objektide elastsusmoodulid. Seeria A 1. objekti elastsusmoodulit ei olnud võimalik mõõta, kuna emulsiooni tahkumisel toimus faasieraldus ning valmistatud objekti kattis tihedam kiht. Tulpadele on märgitud ka elastsusmoodulite mõõtemääramatused.

4.7 Võrdlus teistel meetoditel valmistatud vahtudega

Levinud soojusisolatsioonimaterjalide polüuretaani ja polüstüreeni tihedused ja soojusjuhtivused on siinses uurimustöös valmistatud vahtude omadest oluliselt madalamad. Näiteks on võimalik valmistada polüuretaanvahtusid, mille tihedused jäävad $0,040 \text{ g/cm}^3$ ja $0,055 \text{ g/cm}^3$ vahele ning soojusjuhtivus on vaid $0,023 \text{ W/m}\cdot\text{K}$. Polüstüreeni baasil valmistatud vahtude tihedus on vahemikus $0,016 \text{ g/cm}^3$ kuni $0,035 \text{ g/cm}^3$, mis on polüuretaanvahtude tihedusest veelgi madalam. Polüstüreenil põhinevate vahtude soojusjuhtivus on polüuretaanvahtude soojusjuhtivusest veidi kõrgem ja jääb $0,037 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ ümbrusesse. [35]

Uurimustöö käigus valmistatud vahtude tihedused ja soojusjuhtivustegurid jäid samasse vahemikku nagu Zhang *et al.* töös gaasimullide abil vahustamisega valmistatud vahtudel. Seal töös jäid vahtude elastsusmoodulite väärtused $0,133 \text{ MPa}$ ja $0,262 \text{ MPa}$ vahele, kuid kasutades poorimoodustajana tiksotroopseid vedelikke saadi nii madalad elastsusmoodulite väärtused vaid pideva poori faasiga vahtude puhul. Tulenevalt valitud valmistamismetoodikast olid valmistatud

vahtudes sfäärilised poorid, mille diameetrid olid sadu mikromeetreid suuremad kui siinses töös valminud vahtude omad. [11]

Veidi kõrgema tihedusega ($0,505 \text{ g/cm}^3$) vahtusid on loonud Zhou tööriühm, kes kasutas otsesel vormimisel vormina suhkrukristalle. Valmistatud vahtude soojusjuhtivustegur oli siinses töös leitud soojusjuhtivusteguritest veidi madalam ($0,06 \text{ W/m}\cdot\text{K}$). Vahtudes olevad poorid olid ebakorrapärase kujuga ning umbes sada mikromeetrit suuremad kui selle töö vahtude poorid. [27].

Xu *et al.* uurimuses valmistati vahtusid, kus osad metüülrühmad olid asendatud fenüülrühmadega. Nende vahtude keskmine tihedus ($0,340 \text{ g/cm}^3$) on veidi madalam võrreldes siinses töös leiduvate vahtude tihedustega. Suure fenüülrühmade hulga juures saadi soojusjuhtivusteguri väärtuseks $0,079 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, mis oli lähedane siin töös leitud soojusjuhtivusteguri väärtustele. [28].

Zhao *et al.* tehtud uurimustöös leiti elastsusmooduli väärtuseks $0,043 \text{ MPa}$, mis oli oluliselt madalam kui siin töös saadud väärtused. Samas valmistati see vaht suhkrukristallide baasil otsesel vormimisel, mistõttu pole vahtude pooride suurused ja kuju selle tööga hästi võrreldavad [30].

5. Kokkuvõte ja järeldused

Käesoleva bakalaureusetöö eesmärgiks oli polüdimetüülsiloksaanvahtude valmistamine uudsel meetodil, mis on variatsioon emulsioonvormimisest. Uudne meetod sisaldas tiksotroopse vedeliku kasutamist emulsiooni faasis poorimoodustajana ning selle emulsiooni kontrollitud destabiliseerimist selle jaoks sobiva surfaktandiga. Uuriti erinevate parameetrite mõju moodustuva vahu omadustele. Vaadeldi vahu kvaliteeti ja struktuuri. Lisaks määrati vahu tihedus, elastsusmoodul ja soojusjuhtivustegur.

PDMS-vahtudes varieeriti surfaktandi ja hektoriitsavi dispersiooni koguseid. Vaht tekkis poorimoodustaja kontsentratsioonide vahemikus 63% ja 70,6%. Mida suurem kogus savidispersiooni vahu valmistamisel lisati, seda vähem oli tarvis surfaktanti. Avastati, et poorimoodustaja kontsentratsiooni alumine piir kattub sfääriliste osakeste kaootilise tihepakendi suhtelise ruumalaga ja ülemine piir maksimaalse tihepakendamisega. Tulemusena saadi vahud, mille tihedused olid vahemikus 0,351 g/cm³ kuni 0,469 g/cm³. Valmistatud vahud olid mehaaniliselt vastupidavad ja kannatasid purunemata suuri suhtelisi deformatsioone. Vahtude elastsusmoodulid jäid 0,170 MPa ja 0,366 MPa vahele. Pideva poori faasiga vahtude elastsusmoodulid olid sfääriliste pooridega vahtude elastsusmoodulitest madalamad. Vahtude soojusjuhtivustegurid jäid 0,07 W/m·K suurusjärku. Surfactandi ja savidispersiooni koguste varieerimisega oli võimalik saada 10 µm kuni 100 µm diameetriga sfäärilisi poore. Pideva poori faasiga vahtude pooride laiused jäid 30 µm ja 200 µm vahele.

Vahu valmistamise käigus emulsiooni heksaani lisamise tulemusena tõmbus PDMS-i maatriks heksaani ruumala ulatuses kokku. Tulemusena suurenes vahu tihedus võrreldes lisandita vahuga. PDMS-i massist vaid 0,4% pentaani lisamisel oli võimalik luua pideva poori faasiga vahtusid. Vahu tihedus pentaanilisandi tõttu oluliselt ei muutunud, kuid võimalik oli valmistada vaid 0,089 MPa elastsusmooduliga vahtu. Sfääriliste pooride diameetrid olid vahemikus 20 µm kuni 100 µm. Pideva poori faasiga vahtude pooride laius jäi 80 µm ja 370 µm vahele.

AIBN ei sobinud vahu kergitamiseks, sest selle lagunemisel tekkisid vabad radikaalid, mis ilmselt reageerisid PDMS-i prepolümeeris olevate vinüülrühmadega. Tulemusena ei saanud vinüülrühmad enam ristsidestumisprotsessis osaleda ning valmistatud vaht oli nätske ja vajus kokku. Kokku kukkus ka vaht, kuhu lisati kergitamise eesmärgil vesinikperoksiidi. SYLGARD™184 komplekti kõvendis on plaatina katalüsaator, mis katalüüsib PDMS-i ristsidestamise reaktsioone. Plaatina katalüsaatori toimel vesinikperoksiid lagunes ning ilmselt vähendas see katalüsaatori aktiivsust polümeeri ristsidestajana.

Töö käigus valmistatud vahtude omadused on võrreldavad ka teistel meetoditel valmistatud polüdimetüülsiloksaanvahtudega. Näiteks on sarnase tihedusega PDMS-vahtusid saadud gaasimullide abil vahustamisel, otsesel vormimisel. Samas suurusjärgus soojusjuhtivusega vahud saadi, kui PDMS-vahus asendati osad metüülrühmad fenüülrühmadega. Sarnaste mehaaniliste omadustega vahtusid on valmistatud gaasimullidega vahustamisel.

Polüuretaani ja polüstireeni vahtude tihedused ja soojusjuhtivused on selle töö käigus valmistatud vahtude omadest oluliselt madalamad. Seetõttu võiks edasi uurida madalama tihedusega vahtude valmistamiseks viisi, kuidas valmistada uurimustöös kasutatud meetodil kerkivaid polüdimetüülsiloksaanvahtusid.

Kasutatud kirjandus

- [1] E. Aram ja S. Mehdipour-Ataei. „A review on the micro- and nanoporous polymeric foams: Preparation and properties“. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials* 65, 7 (2016), lk 358–375.
- [2] N. V. Gama, A. Ferreira ja A. Barros-Timmons. „Polyurethane foams: Past, present, and future“. *Materials* 11, 10 (2018), lk 1841.
- [3] Y. Wang, Y. Qing, Y. Sun, M. Zhu ja S. Dong. „A study on preparation of modified Graphene Oxide and flame retardancy of polystyrene composite microspheres“. *Designed Monomers and Polymers* 23, 1 (2020), lk 1–15.
- [4] T. Standau, C. Zhao, S. Murillo Castellón, C. Bonten ja V. Altstädt. „Chemical modification and foam processing of polylactide (PLA)“. *Polymers* 11, 2 (2019).
- [5] A. B. Morgan ja J. W. Gilman. „An overview of flame retardancy of polymeric materials: application, technology, and future directions“. *Fire and Materials* 37, 4 (2013), lk 259–279.
- [6] M.-C. Bélanger ja Y. Marois. „Hemocompatibility, biocompatibility, inflammatory and in vivo studies of primary reference materials low-density polyethylene and polydimethylsiloxane: A review“. *Journal of Biomedical Materials Research* 58 (2001), lk 467–477.
- [7] D. Zhu, S. Handschuh-Wang ja X. Zhou. „Recent progress in fabrication and application of polydimethylsiloxane sponges“. *Journal of Materials Chemistry A* 5 (2017), lk 16467–16497.
- [8] S.-J. Choi, T.-H. Kwon, H. Im, D.-I. Moon, D. J. Baek, M.-L. Seol, J. P. Duarte ja Y.-K. Choi. „A polydimethylsiloxane (PDMS) sponge for the selective absorption of oil from water“. *ACS Applied Materials & Interfaces* 3, 12 (2011), lk 4552–4556.
- [9] J. Heo, J. Shin, S. Jeon ja H. Kang. „Bio-inspired hollow PDMS sponges for enhanced oil-water separation“ (2019), lk 125.
- [10] M. Abshirini, M. C. Saha, L. Cummings ja T. Robison. „Synthesis and characterization of porous polydimethylsiloxane structures with adjustable porosity and pore morphology using emulsion templating technique“. *Polymer Engineering & Science* 61, 7 (2021), lk 1943–1955.
- [11] C. Zhang, L. Qu, Y. Wang, T. Xu ja C. Zhang. „Thermal insulation and stability of polysiloxane foams containing hydroxyl-terminated polydimethylsiloxanes“. *RSC Advances* 8 (2018), lk 9901–9909.

- [12] M. Rutkevičius, G. H. Mehl, V. N. Paunov, Q. Qin, P. A. Rubini, S. D. Stoyanov ja J. Petkov. „Sound absorption properties of porous composites fabricated by a hydrogel templating technique“. *Journal of Materials Research* 28, 17 (2013), lk 2409–2414.
- [13] M. Chen, L. Zhang, S. Duan, S. Jing, H. Jiang ja C. Li. „Highly stretchable conductors integrated with a conductive carbon nanotube/graphene network and 3D porous poly(dimethylsiloxane)“. *Advanced Functional Materials* 24, 47 (2014), lk 7548–7556.
- [14] S. Duan, K. Yang, Z. Wang, M. Chen, L. Zhang, H. Zhang ja C. Li. „Fabrication of highly stretchable conductors based on 3D printed porous poly(dimethylsiloxane) and conductive carbon nanotubes/graphene network“. *ACS Applied Materials & Interfaces* 8, 3 (2016), lk 2187–2192.
- [15] H. Chen, L. Miao, Z. Su, Y. Song, M. Han, X. Chen, X. Cheng, D. Chen ja H. Zhang. „Fingertip-inspired electronic skin based on triboelectric sliding sensing and porous piezoresistive pressure detection“. *Nano Energy* 40 (2017), lk 65–72.
- [16] S. Kang, J. Lee, S. Lee, S. Kim, J.-K. Kim, H. Algadi, S. Al-Sayari, D.-E. Kim, D. Kim ja T. Lee. „Highly sensitive pressure sensor based on bioinspired porous structure for real-time tactile sensing“. *Advanced Electronic Materials* 2, 12 (2016).
- [17] Y. J. Fan, X. S. Meng, H. Y. Li, S. Y. Kuang, L. Zhang, Y. Wu, Z. L. Wang ja G. Zhu. „Stretchable porous carbon nanotube-elastomer hybrid nanocomposite for harvesting mechanical energy“. *Advanced Materials* 29, 2 (2017).
- [18] P. Kaur, J. T. Hupp ja S. T. Nguyen. „Porous organic polymers in catalysis: Opportunities and challenges“. *ACS Catalysis* 1, 7 (2011), lk 819–835.
- [19] B. Aldemir Dikici ja F. Claeysens. „Basic principles of emulsion templating and its use as an emerging manufacturing method of tissue engineering scaffolds“. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology* (2020), lk 875.
- [20] I. Zubaidah, A. Norfatriah, S. N. Zatul Amali ja A. S. Zuruzi. „Preparation and behavior of bamboo fiber-reinforced polydimethylsiloxane composite foams during compression“. *Fibers* 6, 4 (2018).
- [21] M. Juchniewicz, D. Stadnik, K. Biesiada, A. Olszyna, M. Chudy, Z. Brzózka ja A. Dybko. „Porous crosslinked PDMS-microchannels coatings“. *Sensors and Actuators B-chemical* 126 (2007), lk 68–72.
- [22] M. Rutkevičius, S. K. Munusami, Z. Watson, A. D. Field, M. Salt, S. D. Stoyanov, J. Petkov, G. H. Mehl ja V. N. Paunov. „Fabrication of novel lightweight composites by a hydrogel templating technique“. *Materials Research Bulletin* 47, 4 (2012), lk 980–986.
- [23] T. J. Hinton, A. Hudson, K. Pusch, A. Lee ja A. W. Feinberg. „3D printing PDMS elastomer in a hydrophilic support bath via freeform reversible embedding“. *ACS Biomaterials Science & Engineering* 2, 10 (2016), lk 1781–1786.

- [24] N. Erdman, D. C. Bell ja R. Reichelt. „Scanning electron microscopy“. Teoses: *Springer Handbook of Microscopy*. Toim. P. W. Hawkes ja J. C. H. Spence. Cham: Springer International Publishing, (2019), lk 229–318.
- [25] Y. V. Polezhaev. *Thermal conductivity*. 2011. URL: <https://www.thermopedia.com/content/1186/> (vaadatud 26.04.2022).
- [26] D. S. Smith, A. Alzina, J. Bourret, B. Nait-Ali, F. Pennec, N. Tessier-Doyen, K. Otsu, H. Matsubara, P. Elser ja U. T. Gonzenbach. „Thermal conductivity of porous materials“. *Journal of Materials Research* 28, 17 (2013), lk 2260–2272.
- [27] L. Zhou, J. Rada, H. Zhang, H. Song, S. Mirniaharikandi, B. S. Ooi ja Q. Gan. „Sustainable and inexpensive polydimethylsiloxane sponges for daytime radiative cooling“. *Advanced Science* 8, 23 (2021).
- [28] T. Xu, J. Zhang, L. Qu, X. Dai, P. Li, Y. Sui ja C. Zhang. „Fabrication of polysiloxane foam with a pendent phenyl group for improved thermal insulation capacity and thermal stability“. *New Journal of Chemistry* 43, 16 (2019), lk 6136–6145.
- [29] W. Callister ja D. Rethwisch. „Elastic deformation“. Teoses: *Materials science and engineering: An introduction, 9th edition*. John Wiley ja Sons, Incorporated, (2013), lk 174–176.
- [30] X. Zhao, T. Wang, Y. Li, L. Huang ja S. Handschuh-Wang. „Polydimethylsiloxane/nanodiamond composite sponge for enhanced mechanical or wettability performance“. *Polymers* 11 (2019), lk 948.
- [31] N. Willenbacher. „Unusual thixotropic properties of aqueous dispersions of Laponite RD“. *Journal of Colloid and Interface Science* 182, 2 (1996), lk 501–510.
- [32] Sylgard™184 silicone elastomer kit. URL: <https://dow.com/en-us/pdp.sylgard-184-silicone-elastomer-kit.01064291z.html> (vaadatud 09.05.2022).
- [33] S. R. Derkach. „Rheology of emulsions“. *Advances in Colloid and Interface Science* 151, 1-2 (2009), lk 1–23.
- [34] N. Reed, N. U. Huynh, B. Rosenow, K. Manlulu ja G. Youssef. „Synthesis and characterization of elastomeric polyurea foam“. *Journal of Applied Polymer Science* 137, 26 (2020).
- [35] M. S. Al-Homoud. „Performance characteristics and practical applications of common building thermal insulation materials“. *Building and environment* 40, 3 (2005), lk 353–366.

Tänuavaldused

Soovin tänada oma juhendajat Martin Timuskit, kes oli oma põhjaliku tagasiside ja toetava suhtumisega abiks nii töö eksperimentaalse osa kui ka kirjaliku osa valmimise jooksul. Samuti suur tänu võimaluse eest õppida ja areneda just Materjalitehnoloogiate töörühmas.

Lisaks soovin tänada Triin Kangurit ja Sven Orast, kes abistasid mind skaneeriva elektronmikroskoobiga kujutiste tegemisel ja objektide soojusjuhtivuse mõõtmisel. Suur aitäh ka Artis Linartsile, kes võttis mind Riias vastu ja juhendas objektide elastsusmoodulite määramist.

Viimaks soovin tänada kõiki lähedasi, kes toetasid mind terve lõputöö valmimise vältel.

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks

Mina, Ines Anett Nigol
(sünnikuupäev: 20.03.2000),

1. annan Tartu Ülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose

Madala tihedusega polüdimetüülsiloksaanvahtude valmistamine,

mille juhendaja on Martin Timusk, PhD,

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, kuni autoriõiguse kehtivuse lõppemiseni.
3. olen teadlik, et punktis 1 ja 2 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.
4. kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest tulenevaid õigusi.

Ines Anett Nigol,
Tartu, 30. mai 2022. a.

Lisa A. Valmistatud vahtude omadused

kokkuvõtva tabelina

Tabel A.1. Valmistatud vahtude tähised, tihedused, elastsusmoodulid, soojusjuhtivustegurid. Tühjad kohad tähistavad väärtusi, mida polnud võimalik mõõta.

Proovi tähis	Tihedus (g/cm ³)	Elastsusmoodul (MPa)	Soojusjuhtivustegur (W/m·K)
A1	-	-	-
A2	0,351 ± 0,027	0,249 ± 0,012	-
A3 ehk C1	0,368 ± 0,028	0,335 ± 0,014	0,0708
A4	0,409 ± 0,032	0,170 ± 0,011	-
A5	0,434 ± 0,036	0,193 ± 0,008	-
A6	0,469 ± 0,040	0,366 ± 0,018	-
B1	0,386 ± 0,030	0,390 ± 0,019	-
B2	0,369 ± 0,028	0,292 ± 0,016	-
B3	0,400 ± 0,033	0,314 ± 0,018	-
B4	0,457 ± 0,044	0,357 ± 0,021	-
B5	0,454 ± 0,046	0,439 ± 0,026	-
C2	0,396 ± 0,032	0,492 ± 0,007	-
C3	0,403 ± 0,034	0,307 ± 0,017	-
C4	0,387 ± 0,031	0,217 ± 0,009	0,0750
C5	0,368 ± 0,033	0,089 ± 0,009	-
C6	0,433 ± 0,036	0,440 ± 0,018	-
D1	0,436 ± 0,095	-	-
D2	0,482 ± 0,078	-	-