

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

Lea JERIČEK

**FUNKCIONALIZACIJA CELULOZNIH VLAKEN S  
TRIMETOKSI-[3-(OKSIRAN-2-  
ILMETOKSI)PROPI] SILANOM IN PRIPRAVA  
KOMPOZITA S POLIMLEČNO KISLINO**

Diplomsko delo

Slovenj Gradec, september 2022

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

**FUNKCIONALIZACIJA CELULOZNIH VLAKEN S  
TRIMETOKSI-[3-(OKSIRAN-2-  
ILMETOKSI)PROPIL] SILANOM IN PRIPRAVA  
KOMPOZITA S POLIMLEČNO KISLINO**

Diplomsko delo

Študentka: Lea JERIČEK  
Študijski program: Tehnologija polimerov  
Mentor: pred. Maja TURIČNIK  
Sommentor: izr. prof. dr. Irena PULKO

Slovenj Gradec, september 2022

## **ZAHVALA**

Rada bi se zahvalila mentoricama za podporo pri pisanju diplomskega dela in asistentkam Teji Peši, Tamari Rozman in Rebeki Lorber ter Silvestru Bolki za pomoč pri praktičnem delu diplomskega dela. Posebna zahvala gre tudi moji družini in Benjaminu za vso podporo in ljubezen v času študija.

## IZJAVA

Podpisana Lea Jeriček izjavljam, da:

- je bilo predloženo diplomsko delo opravljeno samostojno pod mentorstvom;
- predloženo diplomsko delo v celoti ali v delih ni bilo predloženo za pridobitev kakršnekoli izobrazbe na drugi fakulteti ali univerzi;
- soglašam z javno dostopnostjo diplomskega dela v knjižnici Fakultete za tehnologijo polimerov v Slovenj Gradcu. Na Fakulteto za tehnologijo polimerov neodplačno, neizključno, prostorsko in časovno neomejeno prenašam pravico shranitve diplomskega dela v elektronski obliki, pravico reproduciranja ter pravico ponuditi diplomsko delo javnosti na svetovnem spletu preko repozitorija DiRROS.

Slovenj Gradec, \_\_\_\_\_

Podpis: \_\_\_\_\_

## **POVZETEK**

### **Funkcionalizacija celulozних vlaken s trimetoksi-[3-(oksiran-2-ilmetoksi)propil] silanom in priprava kompozita s polimlečno kislino**

V diplomskem delu smo se osredotočili na pripravo biokompozita na osnovi celuloze in PLA. Celulozna vlakna smo najprej funkcionalizirali s silanom in iz teh vlaken pripravili kompozit s PLA. Pripravili smo tudi kompozit z nefunkcionaliziranimi celuloznimi vlakni in primerjali termične lastnosti. Karakterizacijo smo izvedli s FTIR spektroskopijo in optično mikroskopijo. Ugotovili smo, da imajo najnižje ali najvišje vrednosti kompoziti z 5% silana in referenčni kompoziti, kompoziti z 10 % silana pa imajo v večini neke srednje vrednosti. S termogravimetrično analizo smo ugotovili, da imajo najvišjo temperaturo razpada vzorci z dodatkom 5 % silana. Funkcionalizacijo celuloze s silanom smo potrdili s FTIR spektroskopijo. Iz optične mikroskopije je bilo razvidno, da večji kot je odstotek vlaken v vzorcu, bolj so vlakna prepletana in težje smo izmerili njihovo dolžino. Težave smo imeli tudi s sintezo vzorcev s 30-odstotnim dodatkom vlaken, saj je tako velik delež vodil do tvorbe skupkov vlaken in s tem do nehomogene razporeditve.

#### **Ključne besede:**

Celulozna vlakna, PLA, silan, funkcionalizacija, termična karakterizacija.

## **SUMMARY**

### **Functionalization of cellulose fibers with trimethoxy-[3-(oxiran-2-ylmethoxy)propyl] silane and preparation of a composite with polylactic acid**

In the diploma thesis, we focused on obtaining biocomposite based on cellulose and PLA. Cellulose fibers were first functionalized with silane and a composite with PLA was prepared from these fibers. We also prepared a composite with non-functionalized cellulose fibers and compared the properties on TGA, FTIR and microscope. We assumed that the values in the results would increase with a higher percentage of silane. We found that the reference samples and the samples with 5% silane had the limit values, but not the samples with 10% silane, as expected. By TGA, we found that samples with 5% silane have the highest decomposition temperature, by FTIR, that all our samples contain silane, cellulose and PLA. With a microscope, we can see that the higher the percentage of fibers in the sample, the more intertwined the fibers are and the more difficult it is to measure their length. We also had a problem with the synthesis of samples with 30% fiber because the PLA was very saturated and some samples were inhomogeneous. We had no problems with solubility in samples with a lower cellulose concentration.

#### **Keywords:**

Cellulose fibers, PLA, silane, functionalization, thermal characterization.

**KAZALO**

<b>1 UVOD</b>	<b>1</b>
1.1 Opis, področje in opredelitev dela	1
1.2 Cilji, hipoteze in omejitve	1
1.3 Metode diplomskega dela	1
<b>2 TEORETIČNI DEL</b>	<b>3</b>
2.1 Celuloza	3
2.1.1 Struktura celuloze	3
2.1.2 Modifikacija celuloze	4
2.1.3 Funkcionalizacija celuloze	4
2.1.4 Derivati celuloze	4
2.1.5 Lyocell celulozna vlakna	5
2.2 Silani	6
2.2.1 Trimetoksi-[3-(oksiran-2-ilmetoksi)propil]silan (Glymo)	6
2.3 Polimlečna kislina (PLA)	6
2.4 Kompavndiranje	8
<b>3 EKSPERIMENTALNI DEL</b>	<b>9</b>
3.1 Uporabljene kemikalije	9
3.2 Uporabljeni pripomočki in naprave	9
3.3 Funkcionalizacija celuloznih vlaken in priprava kompozita s PLA	9
3.4 Stiskanje	10
3.5 Karakterizacija s FTIR	12
3.6 Karakterizacija s TGA	12
3.7 Mikroskop	13
<b>4 REZULTATI IN DISKUSIJA</b>	<b>14</b>
4.1 Rezultati FTIR meritev	14
4.2 Rezultati TGA meritev	15
4.3 Karakterizacija z mikroskopom	17
<b>5 SKLEP</b>	<b>25</b>
SEZNAM LITERATURE IN VIROV	26
SEZNAM SLIK	28
SEZNAM TABEL	30
SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV	31
SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC	32
PRILOGE	33
Priloga 1: FTIR vzorci	33
Priloga 2: TGA vzorci	38





## 1 UVOD

### 1.1 Opis, področje in opredelitev dela

V današnjih časih so polimeri že tako razširjeni, da si vsakdana brez njih več ne moremo predstavljati. Imajo specifične lastnosti in ugodno ceno, njihova slabost pa je, da se po končanem življenjskem ciklu ne razgradijo in zaradi tega onesnažujejo okolje. Poleg tega jih je večina izdelanih na petrokemični osnovi, kar pomeni, da za njihovo pridobivanje uporabljamo nafto. Zaradi okoljske problematike se je povečala uporaba trajnostnih, biorazgradljivih in bioosnovanih polimerov. Pri trajnostnih biopolimerih je najbolj pomemben življenjski cikel materiala. V velikem porastu so bakterijski biopolimeri, ki se trenutno uporabljajo v medicini. Razvoj stremi k temu, da bi se začela njihova uporaba tudi v ostalih aplikacijah. Bakterijska celuloza je celuloza, ki se pridobiva s pomočjo mikroorganizmov [1–3].

Celulozo najdemo v naravi. Lahko se pojavi v čisti obliki ali pa v kombinaciji z ligninom, pektini in hemicelulozo. Uporabljamo jo kot vsestranski vir za proizvodnjo različnih materialov. Dobljeni materiali so večinoma kompoziti, ki vključujejo vlakna, netkane materiale in filme [1–3].

Slaba lastnost celuloze je, da ima za veliko aplikacij slabše mehanske in kemijske lastnosti. Da te lastnosti izboljšamo, celulozo modificiramo oz. funkcionaliziramo. Z modifikacijo spremenimo lastnosti, da dobimo derivate celuloze, ki so primerni za uporabo v različnih aplikacijah [1–3].

Poleg celuloze se veliko uporablja tudi polimlečna kislina (PLA), ki ima že sama dovolj dobre mehanske lastnosti. V večini primerov se PLA uporablja kot matrica, celuloza pa se v kombinaciji s PLA uporablja v obliki vlaken [1–3].

V okviru diplomskega dela smo naredili kompozite iz PLA in celuloze. Vlakna smo pred pripravo kompozita funkcionalizirali z različnimi deleži silana. Vzorce smo analizirali na TGA-ju, FTIR-u in pogledali pod mikroskopom. Predvidevali smo, da bodo dobljeni kompoziti kazali različne lastnosti in da se bodo lastnosti spreminjale glede na odstotek silana med funkcionalizacijo.

### 1.2 Cilji, hipoteze in omejitve

Cilj diplomskega dela je bila funkcionalizacija celuloznih vlaken s silanom in priprava kompozita teh vlaken z PLA. Želeli smo ugotoviti tudi vpliv dodatka celuloznih vlaken na lastnosti dobljenih kompozitov.

### 1.3 Metode diplomskega dela

Tekom diplomskega dela smo izbrali in študirali literaturo s področja zelenih in biorazgradljivih polimerov in se pri tem osredotočili na celulozo in PLA. Raziskali smo

kompatibilnost materialov in lastnosti kompozitov. Primerjali smo lastnosti kompozitov glede na vsebnost silana med sintezo. Kompozite smo karakterizirali s TGA analizo, FTIR-om in mikroskopom.

## 2 TEORETIČNI DEL

### 2.1 Celuloza

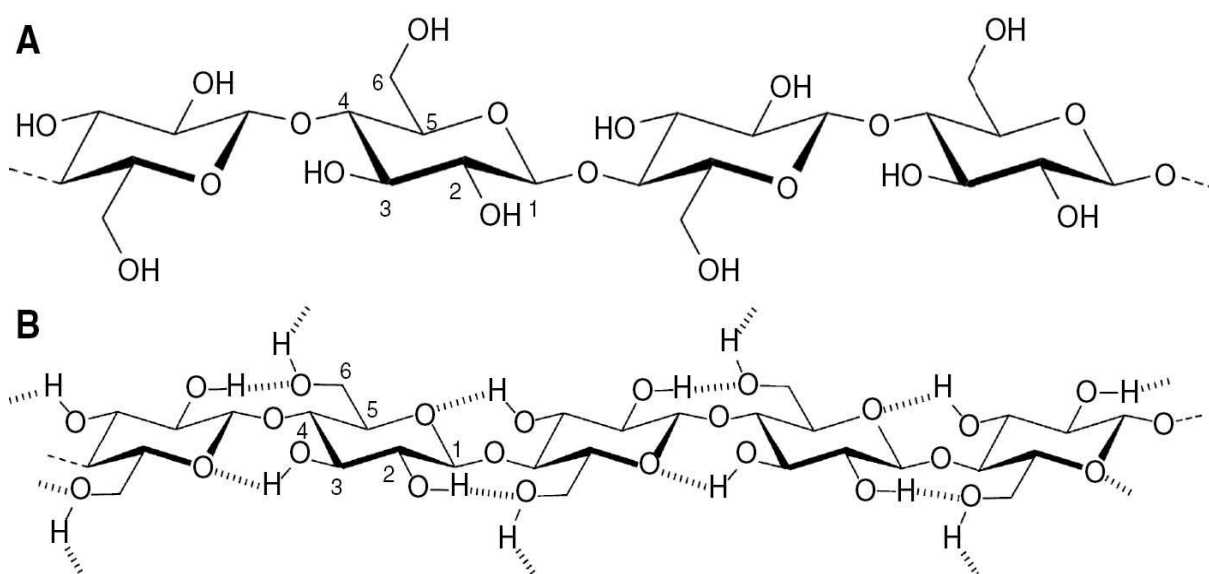
Celuloza je najbolj razširjen polisaharid v naravi in zelo razširjen organski polimer. Najdemo ga v lesu, enoletnih rastlinah, v celičnih stenah višjih rastlin, algah, glivah in celo bakterijah. Glavni vir so zagotovo rastlinska vlakna, kjer deluje kot strukturni element. Uporablja se v farmaciji, papirni in tekstilni industriji. Je relativno poceni in ima dobro trdoto, zaradi tega je osnovni material pri razvoju zelene plastike.

Celuloza se v primerjavi s tradicionalno plastiko pri povišani temperaturi ne tali, ampak degradira. Celulozo v tekoči obliki je možno dobiti z raztapljanjem v topilu. Kot topilo ne moremo uporabiti vode ali običajnih organskih topil, ker ima močne vodikove vezi. Uporabimo lahko topila, ki vsebujejo karboksilne skupine. Primer takšnega topila sta dušikov tetraoksid ali dimetilsulfoksid. Lahko uporabimo tudi topila brez karboksilnih skupin, ki so lahko na vodni osnovi [1].

#### 2.1.1 Struktura celuloze

Celuloza je linearni polimer s ponavljajočimi D-glukopiranoznimi enotami, imenujemo jih tudi anhidroglukozne enote (AGU). Povezane so z  $\beta$ -1,4-glikozidnimi vezmi, ki povzročijo izmenično obračanje osi molekule za  $180^\circ$ . Torej lahko rečemo, da so ponavljajoče enote tudi dve D-glukopiranozni enoti, ki sta nasprotno obrnjeni. To imenujemo celobioza [1].

Na sliki 1 je prikazana pod A struktura celuloze, pod B pa struktura s prikazanimi vodikovimi vezmi.



Slika 1: Struktura celuloze [1]

Celulozne verige so močno nagnjene k samourejanju, razporejajo se v fibrile, ki imajo različno stopnjo samourejenosti. Razporedijo se v plasti, ki imajo različne strukture in gostote. Ta struktura vpliva na reaktivnost in lastnosti celuloze [1].

### 2.1.2 Modifikacija celuloze

Pri kemijski modifikaciji celuloze uporabljamo njene hidroksilne skupine, izvedemo lahko npr. reakcijo nukleofilne substitucije.

Najbolj znana derivata celuloze, pridobljena s kemijsko modifikacijo, sta celulozni nitrat in celulozni acetat [1].

S funkcionalizacijo celuloze dobimo popolnoma nove materiale, ki imajo drugačne lastnosti od osnovnega materiala. Modificirana celuloza ima visoko togost in trajnost [4].

### 2.1.3 Funkcionalizacija celuloze

Namen modifikacije vlaken je spremeniti lastnosti materiala, na primer povečanje odpornosti na vročino, obrabo, izboljšane mehanske lastnosti, povečanje vodoodpornosti in hidrofobnosti ter povečanje antibakterijskega delovanja [1].

Ena od metod funkcionalizacije je graft funkcionalizacija. Ta omogoča funkcionalizacijo na veliko različnih načinov, določamo lahko gostoto in dolžino stranskih verig [1].

Raziskave se tudi usmerjajo v proizvodnjo hidrofobnih celuloznih površin, ki jih uporabljamo za samočistilne površine in zmanjšanje trenja. Za izdelavo takšnih površin je potrebna nizka površinska energija in nanohrapavost. Površinsko energijo lahko zmanjšamo z dodajanjem kemikalij z nizko površinsko energijo na celulozo. Hrapavost pa lahko zmanjšamo s sol-gel postopkom ali kemijskim napaarjevanjem [1].

S funkcionalizacijo dobimo tudi protimikrobne materiale, ki se uporabljajo za medicinski tekstil. Za protimikrobno funkcionalizacijo se uporabljajo protimikrobne spojine, kot so srebrove, kvarterne amonijeve soli, triklosan, poliheksametilen, bigvanid, hitozan in naravne bioaktivne spojine. Kombinacija celuloze in hitozana se veliko uporablja za proizvodnjo netkanih pletenin [1].

### 2.1.4 Derivati celuloze

Derivate celuloze pridobivamo z različnimi modifikacijami celuloze. Največ pozornosti namenjamo pridobivanju mikro in nanomaterialov.

Mikrokristalinična celuloza (MCC): Pridobivamo jo z modifikacijo NaOH in kislinsko hidrolizo. Je fini, bel kristalinični prah, uporablja se v farmacevtskih izdelkih, hrani in papirju.

Mikrofibrilirana celuloza (MFC): Pridobivamo jo iz lesne kaše z uporabo visokih strižnih sil. Pri tem se sprostijo vlakna, ki so mehansko močno prepletena in tvorijo mreže ter gele.

Celulozni viskerji (nanofibrilna celuloza (NFC) in celulozna nanovlakna (CNF)): Pripravimo jih s kislinsko hidrolizo ali encimskimi obdelavami. So manjši kristali, ki ustvarjajo paličaste delce.

Nanokristali celuloze (CNC) in nanokristalinična celuloza (NCC) so manjši kristali, ki se povežejo v toge paličaste delce. Pridobivamo jih z močno kislinsko hidrolizo ali encimsko obdelavo. Vsi celulozni nanomateriali dajejo kompozitom dobre lastnosti. Uporabljajo se v okoljski tehnologiji, kot membrane za čiščenje odpadne vode.

Bakterijska nanoceluloza (BNC) je celuloza, ki se pridobiva s pomočjo bakterij. Uporablja se v medicini za zdravljenje opeklin.

Vsi zgoraj naštetih nanocelulozni materiali dajejo kompozitom dobre lastnosti. Uporabljajo se tudi v okoljski tehnologiji za membrane za filtracijo vode [1].

Celulozni nitrat je bil eden prvih derivatov celuloze, ki pa je bil odkrit po naključju, ko so celulozo raztopili v mešanici dveh kislin. Bil eden najpomembnejših eksplozivov med industrijsko revolucijo. Celulozni nitrat, obdelan s kafro, je prva umetno obdelana plastika, imenuje se tudi celuloid. Uporabljal se je za oplaščenje biljardnih krogel. Danes pa ga je v uporabi nadomestil celulozni acetat [1].

Topnost celuloznih derivatov je odvisna od stopnje substitucije in porazdelitve funkcionalnih skupin znotraj ponavljajoče enote in vzdolž polimerne verige. Celulozni derivati se uporabljajo na veliko področjih, najpogosteje za filme, membrane, vlakna, premaze, kromatografijo in v farmaciji za obloge z nadzorovanih sproščanjem zdravil [1].

Poznamo tudi celulozne etre, ki so večinoma topni v vodi in se zato uporabljajo kot zgoščevalci, sredstva za suspendiranje ali sredstva za nadzor pretoka. Ker niso strupeni, se uporabljajo v prehrabni industriji, farmacevtskih izdelkih, kozmetiki, barvah in lepilih [1].

### **2.1.5 Lyocell celulozna vlakna**

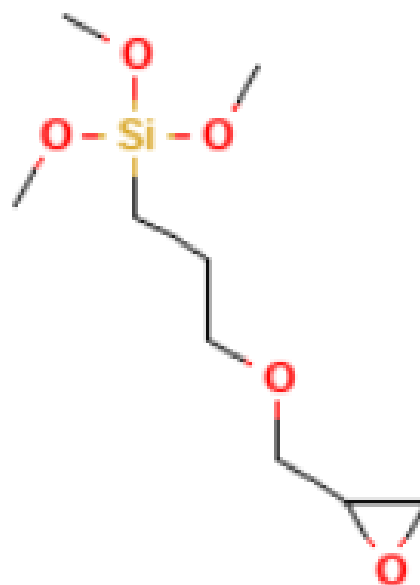
Celulozna vlakna imajo na splošno edinstvene fizikalne lastnosti in so dober regulator vlage. Vpijejo tudi do 70 % vlage glede na svojo maso. Vlakna, ki smo jih uporabili v našem diplomskem delu, so bila narejena iz odpadnega bombaža in lesa iz trajnostno upravljanih gozdov in plantaž. Poleg tega se tudi pridobivajo z okolju prijaznim procesom – postopek predenja s topili. Zaradi tega so naša vlakna okolju prijazna, biorazgradljiva in primerna za kompostiranje. Zavirajo pa tudi rast bakterij, gliv in pršic [5].

## 2.2 Silani

Silani so nasičene kemijske spojine, ki vsebujejo silicij. Njihova splošna formula je  $R'-Si-(OR)_3$ .  $R'$  predstavlja glavno verigo,  $OR$  pa alkoksi funkcionalno skupino, ki je vezana na silicij. Glavna veriga in alkoksi funkcionalne skupine so vezane na silicij z enojno vezjo. Silicij ima štiri vezi, zato imamo tri  $OR$  skupine. Različni silani se med seboj razlikujejo glede na vsebnost  $R$  elementov in skupin. Te skupine so najpogosteje epoksi in amino. V naši diplomski nalogi smo s silanom izboljšali medfazne adhezije med matrico in ojačevalom. S tem se izboljšajo lastnosti končnega kompozita [6].

### 2.2.1 Trimetoksi-[3-(oksiran-2-iletoksi)propil]silan (Glymo)

Pri našem delu smo uporabili silan Glymo. Je koroziven, draži dihala in je nevaren. Njegova molekulska formula je  $C_9H_{20}O_5Si$ , strukturna formula je prikazana na sliki 2. Po IUPACu se imenuje trimetoksi-[3-(oksiran-2-iletoksi)propil]silan [7].



Slika 2: Silan Glymo [7]

## 2.3 Polimlečna kislina (PLA)

PLA spada v družino alifatskih poliestrov in je biorazgradljiv, termoplastičen poliestar. Njegova struktura je prikazana na sliki 3. Je trd, brezbarven in sijoč material, zelo podoben poliestrom, izdelanim na petrokemični osnovi. Ima relativno visoko trdnost in

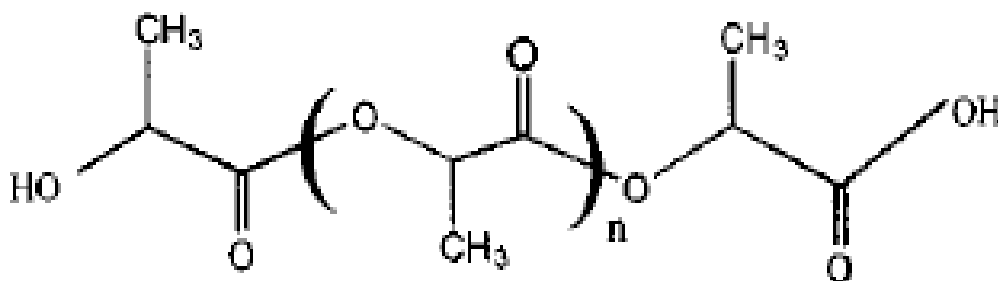
modul elastičnosti. Izdelamo ga lahko iz obnovljivih virov, zato lahko rečemo, da je biorazgradljiv in bioosnovan polimer. Največ se uporablja za embalažo in v medicini [8].

Glede na lastnosti lahko nadomesti določene tradicionalne polimere, pridobljene na petrokemični osnovi. Njegova hitra biorazgradljivost pa je prednost pred petrokemičnimi polimeri in lahko zmanjša ekološki problem odlaganja odpadkov. V zadnjem času se je pojavilo več novih tehnologij za predelavo PLA-ja, ki lahko s pomočjo modifikacije dosežejo celo boljše mehanske lastnosti od petrokemičnih polimerov. PLA se lahko predeluje z običajnimi tehnologijami za predelavo plastike, kot so brizganje, pihanje, 3D tisk [9].

Lastnosti PLA se lahko močno razlikujejo glede na orientacijo atomskih skupin v molekuli in glede na kristaliničnost. Praviloma ima visoko trdnost in visok modul. Obdelujemo ga lahko s standardnimi tehnologijami predelave plastike in iz njega pridobivamo različne izdelke, filme in vlakna. Je eden redkih polimerov, ki mu ni težko spremeniti strukture. Tako brez težav dobimo amorfno ali kristalinično obliko z visoko molsko maso, ki je odobrena za stik z živili. Kristalizacijo lahko dosežemo s počasnim ohlajanjem ali segrevanjem nad temperaturo steklastega prehoda [8].

PLA v amorfni obliki je topen na primer v kloriranih topilih, benzenu in acetonitrilu. Kristalinični PLA pa je topen v kloriranih topilih in benzenu, a le pri povišani temperaturi.

PLA lahko razgradimo s hidrolizo estrske vezi. Stopnja razgradnje je odvisna od velikosti in oblike delcev in temperature. Razgradnji je podvržen tudi v okolju, ko doseže temperaturo, višjo od 208 °C, zato mora biti pred termično predelavo (brizganje, pihanje, ekstrudiranje ...) material toplotno stabiliziran. Najpogostejša metoda za izboljšanje predelovalnih lastnosti PLA je naključno vključevanje manjše količine D-laktidnih enot. Ta metoda zniža tališče, slabost pa je, da zmanjša kristaliničnost in hitrost kristalizacije [10].



Slika 3: PLA [8]

## **2.4 Kompavndiranje**

Kompavndiranje je metoda za pripravo termoplastov z željenimi lastnostmi. Pri tem postopku talimo in mešamo polimer z aditivi in/ali ojačevali. Pri lastnostih končnega materiala imajo pomemben vpliv aditivi, dodamo lahko zaviralce gorenja, barvila, polnila, dodatke za togost, elastičnost, aditive proti obrabi in celo prevodnike [11,12].



### 3 EKSPERIMENTALNI DEL

#### 3.1 Uporabljene kemikalije

- Ocetna kislina 99–100-odstotna, Labexpert
- Silan Dynasylan Glymo, Evonik
- Lyocell celulozna vlakna
- Aceton, Kefo
- Etanol 96-odstoten, popolnoma denaturiran, Kefo
- Destilirana voda, KIMI
- PLA
- Diklorometan (DCM) acs. Reagentr, Carlo Erba

#### 3.2 Uporabljeni pripomočki in naprave

- Bučke
- Čaše
- Mufe, prižeme, stojala
- Magnetno mešalo
- Grelnik
- Merilni valj
- Pipeta, žogica za pipetiranje
- Spatule, žličke
- Tehnica
- Sušilnik
- Vakuumski sušilnik
- Vakuumski filter – nuča
- pH lističi
- Steklene plošče in leseni okvirji
- FTIR – Perkin Elmer, Spectrum 65
- TGA – Perkin Elmer, TGA 4000
- Mikroskop – Mikroskop Keyence VHX 7000

#### 3.3 Funkcionalizacija celuloznih vlaken in priprava kompozita s PLA

Najprej smo funkcionalizirali celulozna vlakna s 5 % in 10 % trimetoksi-[3-(oksiran-2-ilmetoksi)propil]silana (Glymo). Za pripravo funkcionalizirane celuloze s silanom smo v bučko nalili 80 mL mešanice raztopine etanola in vode v razmerju 95 : 5 ter dodali nekaj kapljic očetne kisline. S tem smo uravnali pH na 3. Nato smo dodali 4 mL (5 %) oziroma 8 mL (10 %) silana in mešali z magnetnim mešalom 3 ure. Po treh urah smo dodali 4 g celuloznih vlaken in nadaljevali z mešanjem še 2 uri. Po dveh urah smo produkt sprali na nuči z vodo, etanolom in acetonom, dokler nismo dobili pH okrog 7. Produkt smo sušili v sušilniku 24 h na 105 °C.

Posušena funkcionalizirana vlakna smo kompavndirali v PLA. PLA smo raztopili v 30 mL diklorometana (DCM) s konstantnim mešanjem pri sobni temperaturi. Raztopljenemu PLA smo dodali celulozna vlakna in mešali do homogene zmesi. Mešanico smo prelili v kalup, sušili v sušilniku na 50 °C 24 h in na koncu še 5 ur v vakuumskem sušilniku.

Naredili smo tudi referenčne raztopine, kjer smo uporabili nemodificirana celulozna vlakna.

V tabeli 1 so podane mešanice vseh narejenih kompozitov.

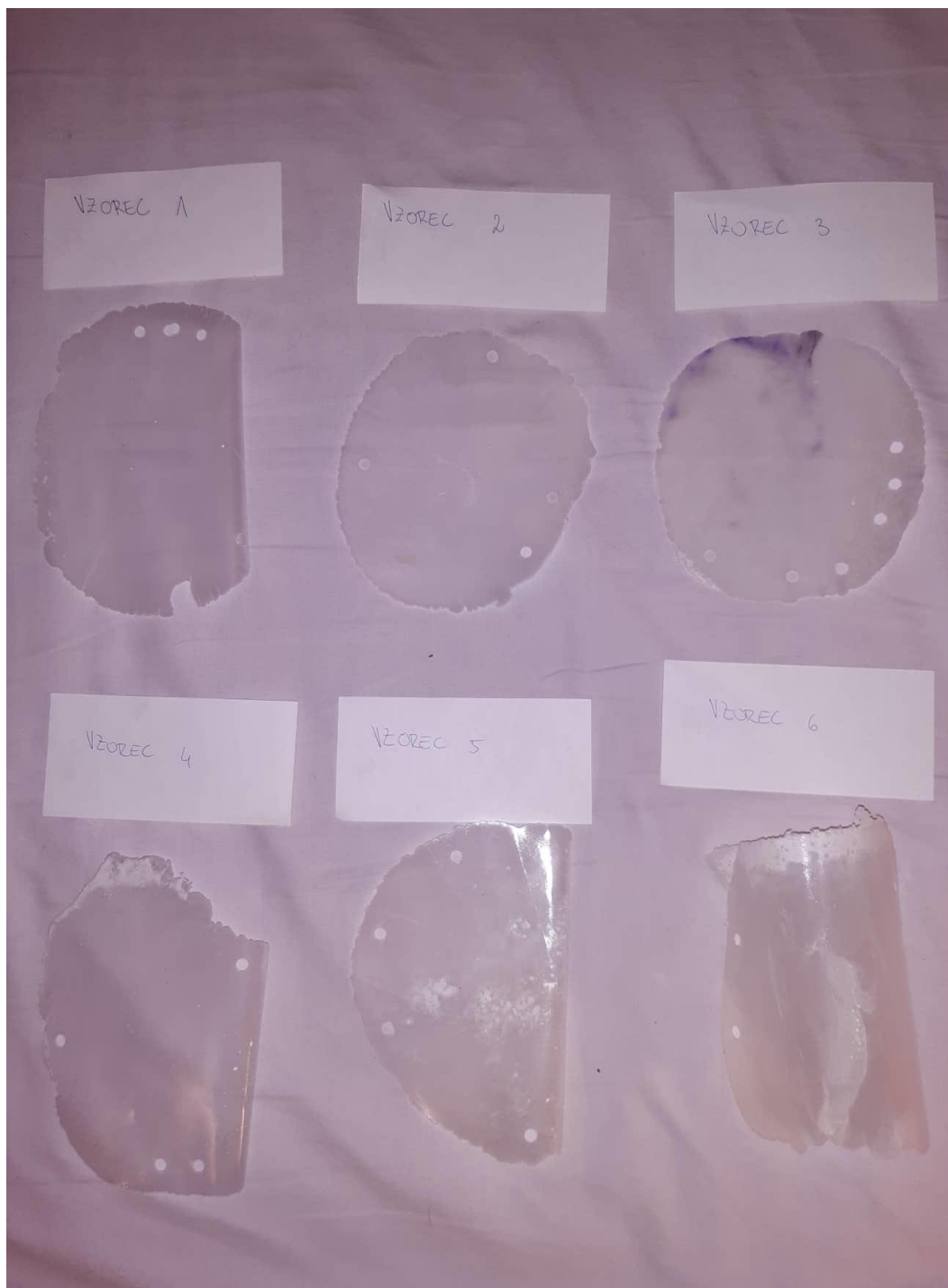
*Tabela 1: Kompozitne mešanice*

Odstotek silana (%)	Odstotek vlaken (%)	Masa PLA (g)	Masa vlaken (g)	Številka vzorca
5	10	5,4	0,6	1
	20	4,8	1,2	2
	30	4,2	1,8	3
10	10	5,4	0,6	4
	20	4,8	1,2	5
	30	4,2	1,8	6
Nefunkcionalizirana vlakna	10	5,4	0,6	R1
	20	4,8	1,2	R2
	30	4,2	1,8	R3

### 3.4 Stiskanje

Laboratorijsko stiskalnico (BAOPIN BP-8170-B) smo uporabili za izdelavo kompozitnih plošč. Stiskalnica ima dve vzporedni plošči, katere smo segreli na 180 °C, dodali naš pripravljen material in jih stisnili s 180 MPa. Nato smo temperaturo znižali na 60 °C in jih odstranili.

Končni produkt je prikazan na slikah 4 in 5.



*Slika 4: Pripravljene vzorci PLA s funkcionalizirano celulozo*



Slika 5: Referenčni vzorci

### 3.5 Karakterizacija s FTIR

Karakterizacijo naših vzorcev smo izvedli z instrumentom Perkin Elmer Spectrum 65. FTIR je infrardeča spektroskopija s Fouriejevo transmitanco. Ta tehnika pridobiva infrardeči spekter iz emisij ali absorbcij. Rezultat nam prikaže spekter signalov, iz katerega določimo, katere funkcionalne skupine so prisotne [13].

### 3.6 Karakterizacija s TGA

TGA je termogravimetrična analiza. Pri tej metodi temperatura narašča in pada s konstantno hitrostjo, med tem pa merimo maso vzorca v odvisnosti od temperature. S tem postopkom merimo vsebnost hlapnih snovi, anorganskih komponent in oksidacijsko stabilnost. Običajno se meritve izvajajo v dušikovi ali kisikovi atmosferi. Vzorec smo segrevali s hitrostjo segrevanja  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  od  $40$  do  $700^{\circ}\text{C}$  v dušikovi atmosferi z pretokom  $20\text{ mL}/\text{min}$ . Pri temperaturi  $700^{\circ}\text{C}$  smo preklopili na kisikovo atmosfero za 10 minut. Uporabili smo termogravimetrični analizator Perkin Elmer, TGA 4000 [10,14].

### **3.7 Mikroskop**

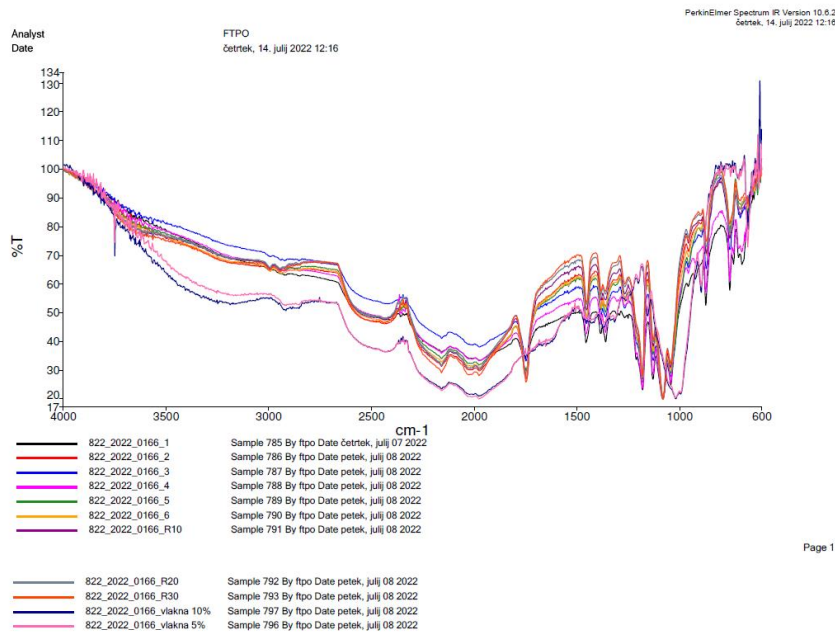
Digitalni mikroskop Keyence VHX 7000 omogoča povečavo od 20x do 2000x. Mikroskop ima motorizirane leče v vseh treh koordinatnih oseh, omogoča nagib leč, različne osvetlitve in ima filter za izboljšanje kakovosti. Omogoča, da naredimo 2D in 3D posnetke ter posnetke uredimo – določimo dimenzije, hrapavost, obliko profilov. Če so vzorci iz različnih materialov, jim lahko določimo vsebnost posamezne komponente. Z njim smo izmerili dolžino in debelino vlaken v vzorcih [15].

## 4 REZULTATI IN DISKUSIJA

### 4.1 Rezultati FTIR meritev

V laboratoriju smo preverili naše dobljene grafe s spektrom in ugotovili, da se vrhovi ujemajo s PLA-jem. Vidimo tudi vrhove od 1000 do 1130  $\text{cm}^{-1}$  in vrhove med 2000–1650  $\text{cm}^{-1}$ . Vrhovi 980–960  $\text{cm}^{-1}$  pa disubstituirane trans vezi. [16].

Na sliki 6 vidimo krivulje vseh naših vzorcev. Posamični grafi za vzorce so v prilogi 1.



Slika 6: FTIR spektri vzorcev

## 4.2 Rezultati TGA meritev

To metodo smo uporabili, da smo določili temperature razpada naših vzorcev. Za vsak vzorec smo določili temperaturo največje hitrosti razpada. S TGA analizo smo dokazali, da vzorec v kisiku in pri visoki temperaturi razpade ter se popolnoma razgradi.

Vzorci imajo temperaturo največje hitrosti razpada med 349,3 in 368,9 °C, povprečje pa je 364,3 °C. vsi vzorci pa do konca razpadejo do temperature 430 °C.

Pri vseh vzorcih je na začetku viden manjši razpad – to je izhlapevanje hlapnih snovi v vzorcu, ki so ostanek silana. Večina vzorcev pa ima dva prava razpada. Najhitrejši razpad je t tabeli označen z zvezdico, zanj pa je napisan tudi  $\Delta Y$ , ki nam pove odstotek razpadlega vzorca. Na koncu je bil anorganski ostanek zelo majhen in z prostim očesom ni bil viden.

Tabela 2: Rezultati TGA

Silan (%)	Celuloza (%)	Razpad 1 (°C)		Razpad 2 (°C)		Ime vzorca
		$T_{d1}$ (°C)	$\Delta Y$	$T_{d2}$ (°C)	$\Delta Y$	
5%	10	364, *	97,5	405,5		1
	20	368,7 *	97,8			2
	30	329,6		365 *	97,5	3
10%	10	365,6 *	94,6	430,1	3,867	4
	20	320,3		366 *	96,4	5
	30	324,3		368,9 *	97,4	6
Nefunkcionalizirana vlakna	10	344,2		368,8 *	96,6	R10
	20	362,7 *	96,6	417,3		R20
	30	349,3 *	96,2			R30

\* = največja hitrost razpada

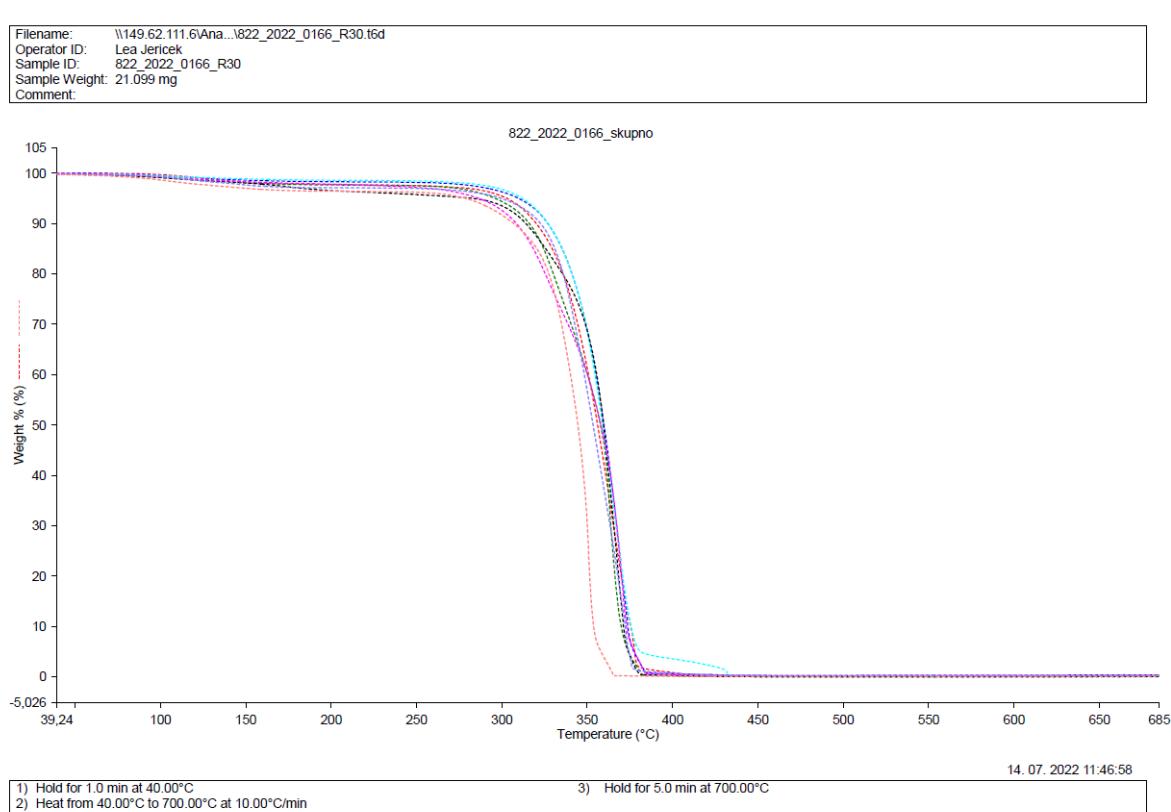
V tabeli 2 so prikazani rezultati, kjer smo ugotovili, da se je prvemu vzorcu zmanjšala masa pri 126,7 °C za 2,1 %, kar je posledica hlapnih komponent v vzorcu, prvi in največji razpad je bil pri 364,4 °C in drugi pri 405,5 °C.

- Vzorec 2 je imel prvo spremembo mase, ki nam pove temperaturo izhlapevanja hlapnih komponent pri 108,8 °C za 1,7 %, razpad pa pri 368,7 °C.
- Vzorec 3 je imel prvo zmanjšanje mase pri 108, °C za 2,2 %, prvi razpad pri 330 °C, končni pa pri 365 °C.
- Vzorec 4 je imel zmanjšanje mase – izhlapevanje hlapnih komponent pri 114,1 °C za 1,179 %, največji razpad pri 365,6 °C in drugi razpad pri 430,1 °C za 3,9 %.
- Pri vzorcu 5 so se hlapne komponente izločile pri 108,4 °C in 174,9 °C za 3,2 %, prvi razpad je bil pri 320,3 °C, končni pa pri 365,96 °C.
- Vzorec 6 je imel izhlapevanje hlapnih komponent pri 108,9 °C za 2,1 %, prvi razpad pri 324,3 °C, zadnji končni pa pri 368,9 °C.
- Vzorec R10 je imel izhlapevanje hlapnih komponent pri 111,9 °C za 2,731 %, prvi razpad pri 344,2 °C in drugi, končni pri 368,8 °C.

- Vzorec R20 je imel zmanjšanje mase pri 104,4 °C za 2,8 %, prvi in največji razpad pri 362,7 °C, drugi pa pri 417,3 °C.
- Vzorec R30 je imel zmanjšanje mase – izhlapevanje hlapnih komponent pri 108,3 °C za 3,271 %, razpad pa pri 349,3 °C.
- Celulozna vlakna, funkcionalizirana s 5 % silana, so imela zmanjšanje mase pri 74,7 °C za 2,7 %, razpad pa pri 326,7 °C.
- Celulozna vlakna, funkcionalizirana z 10 % silana, so imela zmanjšanje mase – izhlapevanje hlapnih komponent pri 78,0 °C za 2,4 %, razpad pa pri 327,2 °C.

Vzorca 2 in R30 sta edina vzorca, poleg celuloznih vlaken, ki imata samo en razpad. Prva izguba mase ponazarja izgubo hlapnih komponent v vzorcu, ki bi lahko bili ostanki DMC-ja ali silana v vzorcu.

Na sliki 7 je prikazan TGA diagram vseh vzorcev, v prilogi 2 pa so posamični grafi naših vzorcev.



Slika 7: Graf TGA

Primerjali smo vzorce z 10 % celuloze in ugotovili, da imajo temperaturo najhitrejšega razpada najvišjo referenčni vzorci, najnižjo pa vzorci z 5 % silana. V primerjavi vzorce z 20 % vlaken smo ugotovili, da imajo temperaturo najhitrejšega razpada najvišjo vzorci z 5 % silana, najnižjo pa referenčni vzorci. Pri primerjavi 30 % vlaken smo ugotovili, da imajo najvišjo temperaturo najhitrejšega razpada vzorci z 10 % silana, najnižjo pa referenčni vzorci. V tej primerjavi smo ugotovili, da odstotek silana ne vpliva na temperaturo hitrosti razpada.



Če primerjamo vzorce z 10 % vlaken, ugotovimo, da ima najvišjo temperaturo ob prvem zmanjšanju mase – torej, kjer hlapijo hlapne komponente – vzorec 1 (126,7 °C,) ki vsebuje funkcionalizirana vlakna s 5 % silana, najnižjo pa vzorec R10 (111,9 °C) z nefunkcionaliziranimi vlakni. Če opazujemo temperaturo največje hitrosti razpada, je razlika obratna, saj ima najvišjo temperaturo vzorec R10 (368,8 °C) in najnižjo vzorec 1 (364,4 °C).

Če primerjamo vzorce z 20 % vlaken, ugotovimo, da ima najvišjo temperaturo izhlapevanja hlapnih komponent vzorec 2 (108,8 °C), ki vsebuje funkcionalizirana vlakna s 5 % silana, najnižjo pa vzorec R20 (104,4 °C,) ki vsebuje nefunkcionalizirana vlakna. Tudi tu se pojavlja enak trend kot pri prejšnjem primeru, torej da je temperatura največjega razpada pri vzorcu R20 (362,7 °C) in najnižja pri vzorcu 2 (368,7 °C).

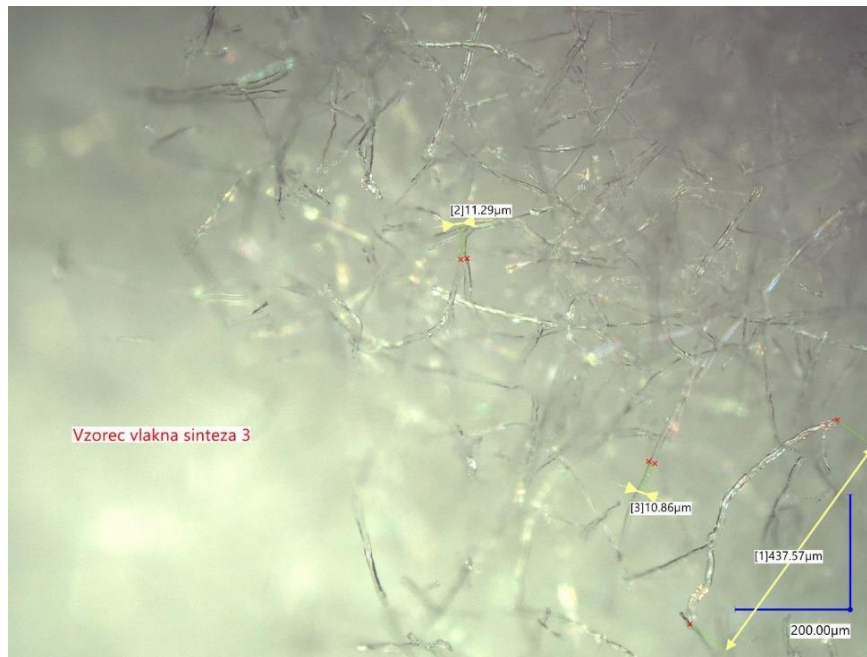
Če primerjamo vzorce z 10 % vlaken, ugotovimo, da ima najvišjo temperaturo prve spremembe mase vzorec 6 (108,9 °C), ki vsebuje funkcionalizirana vlakna z 10 % silana, najnižjo pa vzorec R30 (108,3 °C), ki vsebuje nefunkcionalizirana vlakna. Najvišjo temperaturo največjega razpada ima vzorec 6 (368,9 °C), najnižjo pa vzorec R30 (349,3 °C), enako kot pri temperaturah razpada hlapnih snovi.

### **4.3 Karakterizacija z mikroskopom**

Na 8 in 9 vidimo mikroskopski posnetek celuloznih vlaken, funkcionaliziranih z 5 % silana. Na sliki 8 je skupek teh vlaken, na sliki 9 pa posamezna vlakna.

Na sliki 9 so opazna tudi manjša vlakna, ki imajo dolžino 7,42  $\mu\text{m}$ . Na obeh slikah pa lahko vidimo večja vlakna, ki v dolžino merijo do 854  $\mu\text{m}$ , v širino pa od 10,8 do 15,8  $\mu\text{m}$ .

Predvidevamo, da so manjša vlakna prav tako prisotna v vseh ostalih vzorcih, a niso opazna.



Slika 8: Mikroskopski posnetek skupka funkcionaliziranih vlaken z 5 % silana

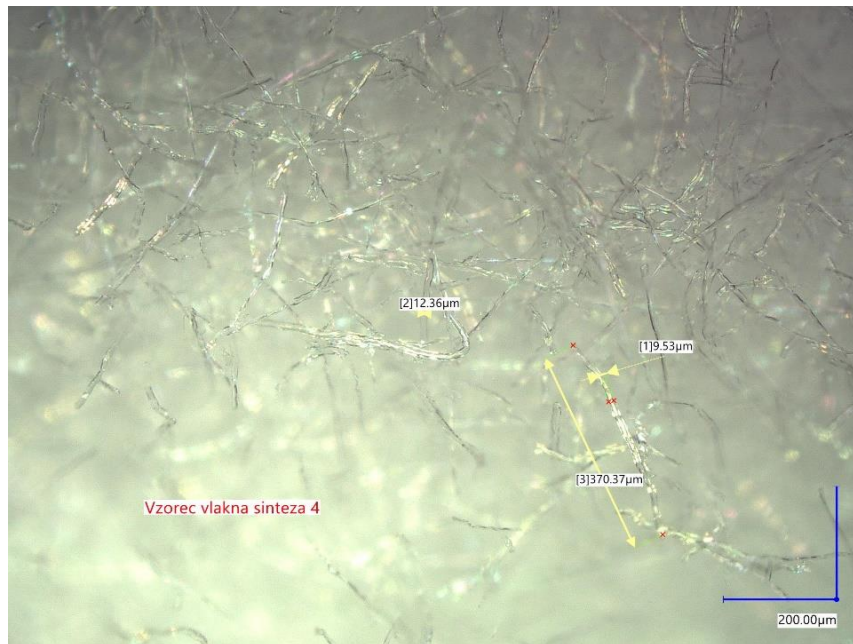


Slika 9: Mikroskopski posnetek funkcionaliziranih celuloznih vlaken z 5 % silana

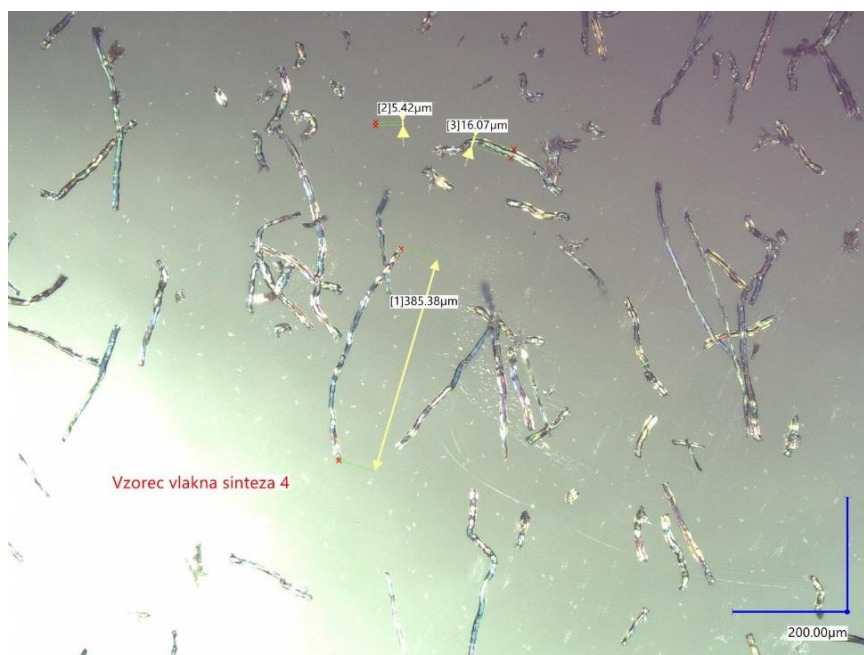
Na slikah 10 in 11 vidimo mikroskopski posnetek celuloznih vlaken, funkcionaliziranih z 10 % silana. Na sliki 10 je skupek teh vlaken, na sliki 11 pa posamezna vlakna.

Na sliki 11 so opazna tudi manjša vlakna, ki imajo dolžino 5,42  $\mu\text{m}$ . Na obeh slikah pa lahko vidimo večja vlakna, ki v dolžino merijo do 385  $\mu\text{m}$ , v širino pa od 5,5 do 16  $\mu\text{m}$ .

Predvidevamo, da so manjša vlakna prav tako prisotna v vseh ostalih vzorcih, a niso opazna.



Slika 10: Mikroskopski posnetek skupka funkcionaliziranih vlaken z 10 % silana



Slika 11: : Mikroskopski posnetek funkcionaliziranih celuloznih vlaken z 10 % silana

Obe funkcionalizirani celulozi pa vsebujejo tudi zelo majhna vlakna, ki so velika le nekaj  $\mu\text{m}$ .

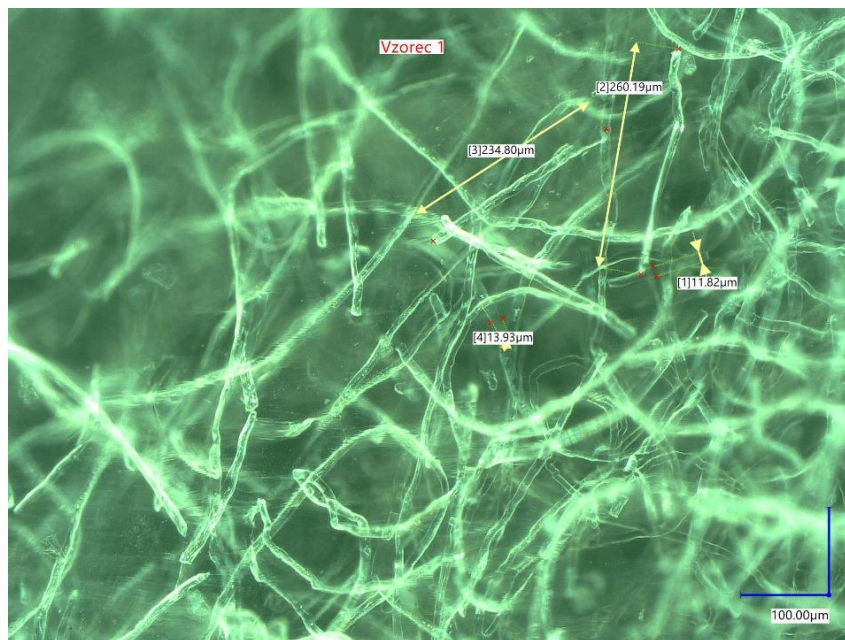
Na slikah od 12 do 20 vidimo posnetke vzorcev vlaken pod optičnim mikroskopom. Iz njih je jasno razvidna mikrostruktura. Vidimo, da so vlakna dolga, prepletena in imajo okrogel prerez. Opazili smo, da se gostota in prepletenost vlaken vidno povečuje glede na odstotek dodanih vlaken. Pri vzorcu R30, ki vsebuje v primerjavi z ostalimi vzorci največ vlaken, so celo tako prepletena, da jim ni mogoče izmeriti dolžine.

Ugotovili smo, da imajo med vzorci s funkcionaliziranimi vlakni najdaljša vlakna vzorci z 20 % dodatka vlaken, najkrajša pa tista z 10 % dodatka vlaken. Pri referenčnih vzorcih imajo vzorci z 10 % vlaken najdaljša vlakna.

Pri debelini nismo opazili posebne spremembe dimenzij glede na vsebnost vlaken ali odstotek silana med funkcionalizacijo.

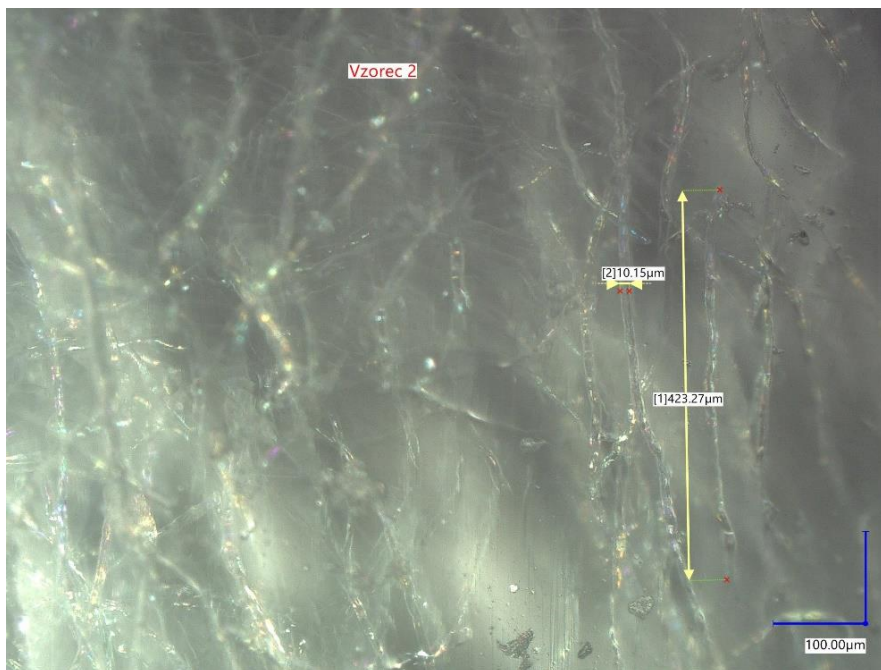
Dimenzije naših vzorcev so zgolj približek, ker vlakna niso ravna in je težko izmeriti natančne dimenzije.

Na sliki 12 je vzorec 1, ki je vseboval 10 % funkcionaliziranih vlaken s 5 % silana in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken od 230 do 260  $\mu\text{m}$ , debeline pa od 11 do 14  $\mu\text{m}$ .



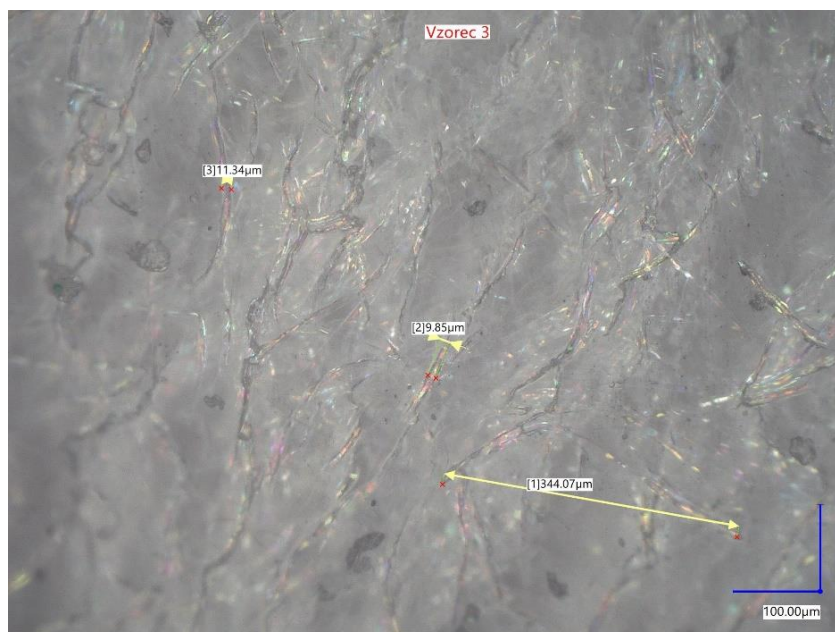
*Slika 12: Mikroskopski posnetek vzorca 1*

Na sliki 13 imamo vzorec 2, ki je vseboval 20 % funkcionaliziranih vlaken z 5 % silana in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken od 430  $\mu\text{m}$ , debeline pa 10  $\mu\text{m}$ .



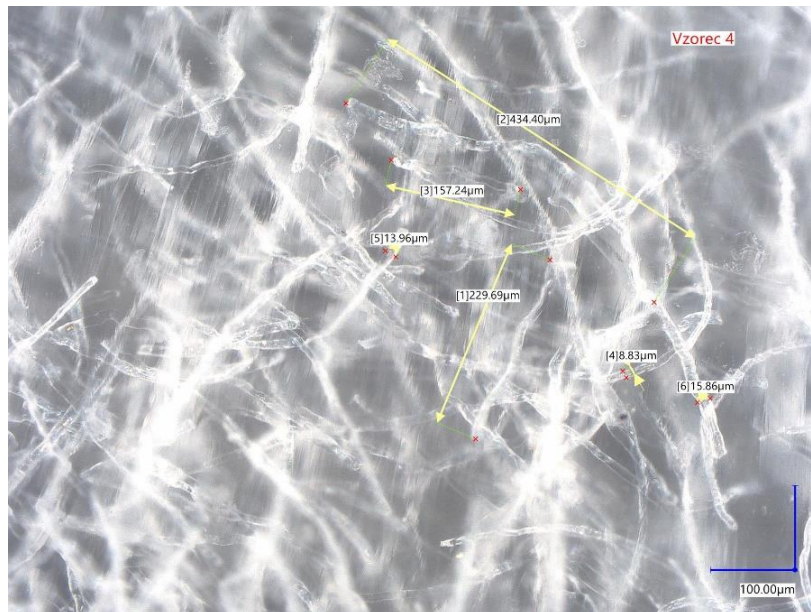
Slika 13: Mikroskopski posnetek vzorca 2

Na sliki 14 imamo vzorec 3, ki je vseboval 30 % funkcionaliziranih vlaken z 5 % silana in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken 340 μm, debeline pa od 9 do 12 μm.



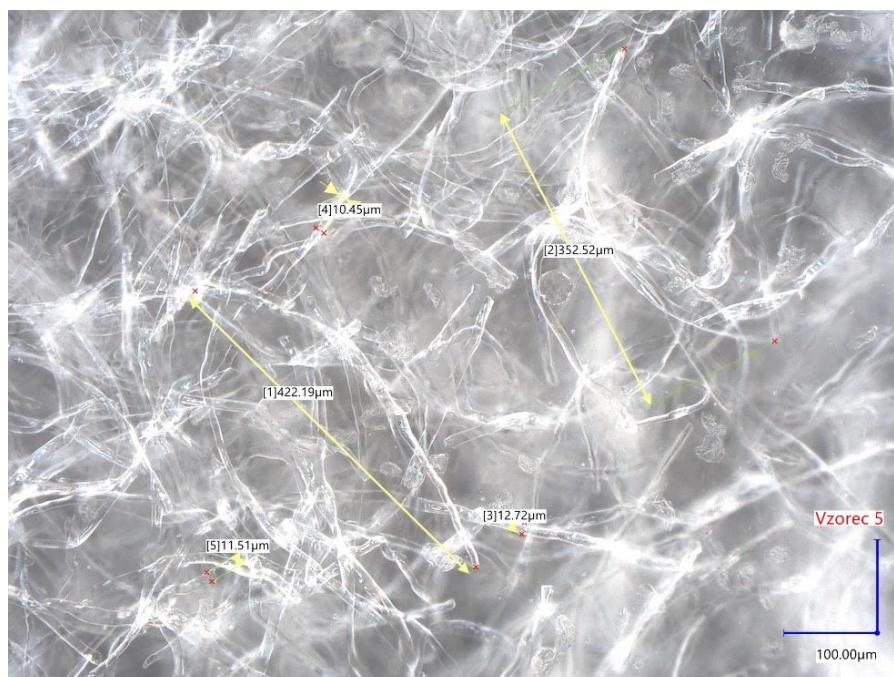
Slika 14: Mikroskopski posnetek vzorca 3

Na sliki 15 vidimo vzorec 4, ki je vseboval 10 % funkcionaliziranih vlaken z 10 % silana in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken od 157 do 435 μm, debeline pa od 8 do 14 μm.



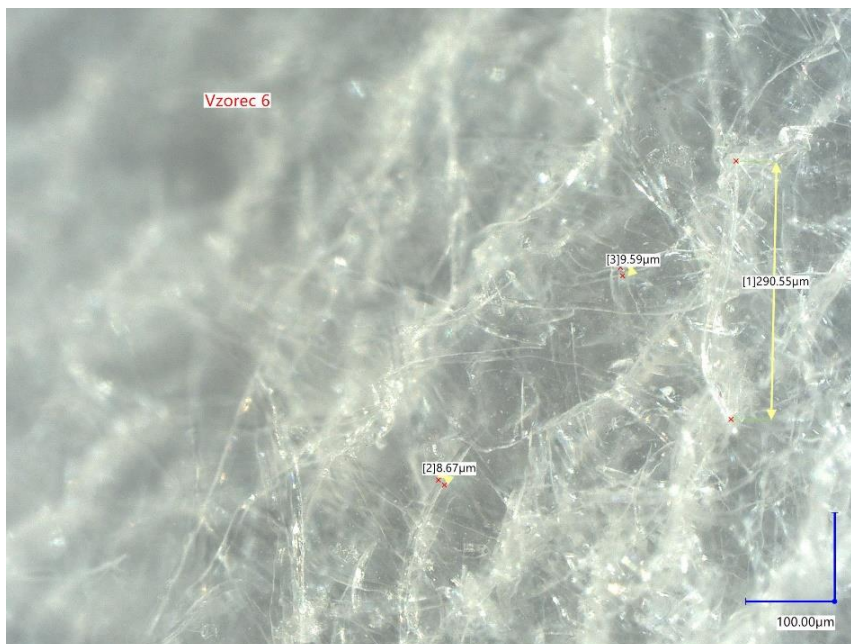
Slika 15: Mikroskopski posnetek vzorca 4

Na sliki 16 vidimo vzorec 5, ki je vseboval 20 % funkcionaliziranih vlaken z 10 % silana in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken od 350 do 422 µm, debeline pa od 10 do 13 µm.



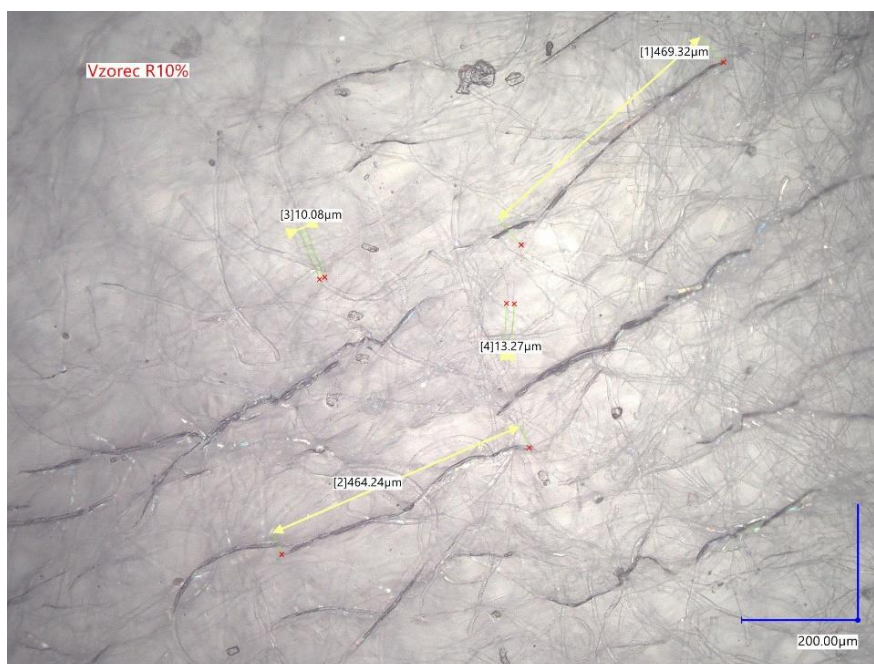
Slika 16: Mikroskopski posnetek vzorca 5

Na sliki 17 vidimo vzorec 6, ki je vseboval 30 % funkcionaliziranih vlaken z 10 % silana in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken 290 µm, debeline pa od 8,6 do 9,6 µm.

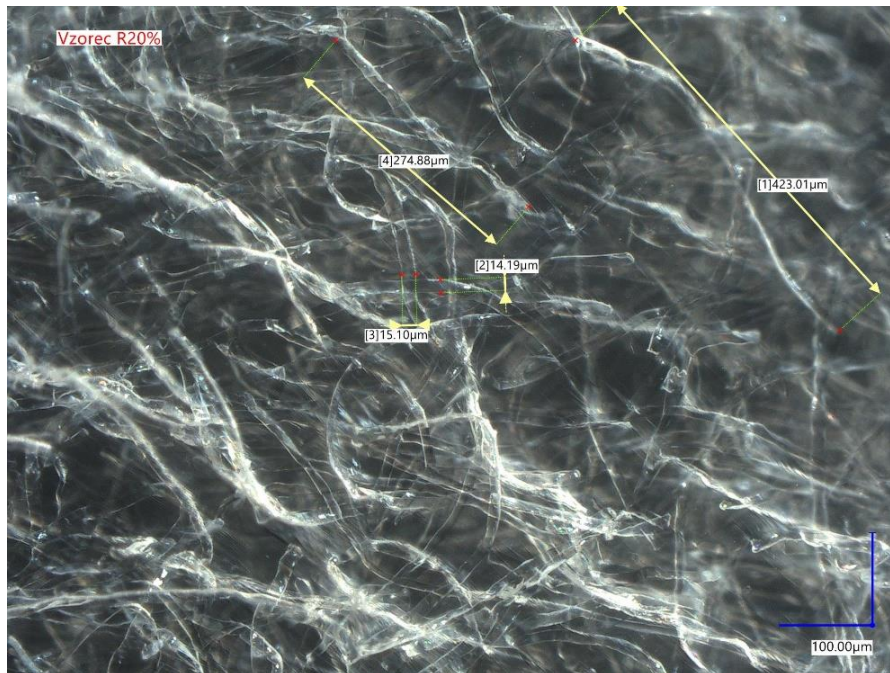


Slika 17: : Mikroskopski posnetek vzorca 6

Na sliki 18 vidimo vzorec R10, ki je vseboval 10 % nefunkcionaliziranih vlaken in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken od 464 do 470 µm, debeline pa od 10 do 13,3 µm.

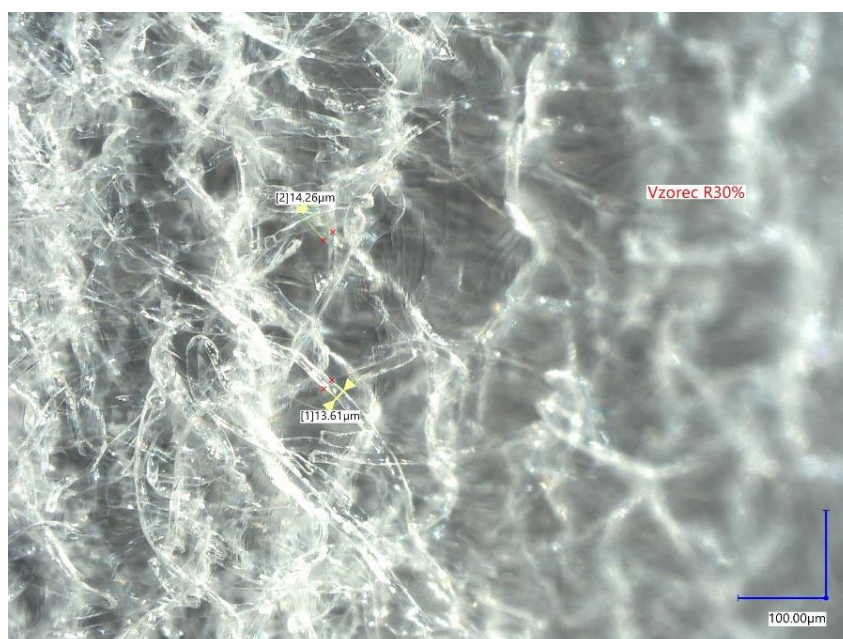


Slika 18: Mikroskopski posnetek vzorca R10Na sliki 19 je vzorec R20, ki je vseboval 20 % nefunkcionaliziranih vlaken in PLA. Vidimo, da so dolžine vlaken od 274 do 423 µm, debeline pa od 14 do 15,1 µm.



Slika 19: Mikroskopski posnetek vzorca R20

Na sliki 20 vidimo vzorec R30, ki je vseboval 30 % nefunkcionaliziranih vlaken in PLA. Dolžine nismo mogli izmeriti, ker so bila vlakna preveč prepletena, debeline pa so od 13,6 do 14,3  $\mu\text{m}$ .



Slika 20: Mikroskopski posnetek vzorca R3



## 5 SKLEP

V okviru diplomskega dela smo pripravili kompozit iz PLA in celuloznih vlaken. Uporabili smo celulozna vlakna, ki so bila funkcionalizirana s 5 % ali 10 % silana, kot referenčni vzorec pa smo uporabili nefunkcionalizirana vlakna. Dodajali smo različne koncentracije teh vlaken in vzorce karakterizirali s TGA, FTIR in z optičnim mikroskopom. Na začetku smo postavili hipotezo, da se bodo rezultati karakterizacijskih meritev razlikovali glede na odstotek silana med funkcionalizacijo. Naša hipoteza drži le delno. Pri TGA opazimo, da vsebnost silana med funkcionalizacijo ne vpliva na najhitrejšo temperaturo razpada. najvišjo temperaturo izhlapevanja glavnih komponent pa ima vzorec 1, ki vsebuje 5 % silana, najnižjo pa vzorec R10. temperatura pri najvišji hitrosti razpada je pa ravno obratna, najvišjo ima vzorec R10, najnižjo pa vzorec 1.

S FTIR analizo smo potrdili, da vzorec vsebuje vezi Si-O-Si in Si-O-C, ki so prisotne po funkcionalizaciji celuloze s silanom. V kompozitu so prisotni tudi signali, značilni za PLA.

S TGA analizo smo ugotovili, da imajo v povprečju najvišjo temperaturo prvega zmanjšanja mase, ki ponazarja izhlapevanje hlapnih komponent, vzorci s 5 % funkcionaliziranih vlaken, najnižjo pa vzorci z nefunkcionaliziranimi vlakni. Temperatura pri maksimalnem razpadu pa je ravno nasprotna, torej imajo vzorci z nefunkcionaliziranimi vlakni najvišjo, najnižjo pa vzorci z vlakni, funkcionaliziranimi s 5 % silana.

Z optično mikroskopijo naših vzorcev smo ugotovili, da ob primerjavi dimenzij funkcionaliziranih vlaken glede na odstotek silana ne opazimo nobenih posebnih značilnosti. Pod mikroskopom se lepo vidi razporeditev vlaken, vidno je tudi, da so pri večjem odstotku vlakna bolj prepletana in bolj skupaj.

Za nadaljnje raziskave bi lahko opravili še DMA analizo, s katero bi določili mehanske in viskoelastične lastnosti materiala. Predvsem bi nas zanimal vpliv celuloze kot polnila, temperaturna obstojnost, fazni prehodi, modul izgub in napetosti v materialu. Že prej narejene študije drugih avtorjev so pokazale, da imajo dobljeni kompoziti izboljšane lastnosti glede na čisti PLA. Na primer izboljšal se je E modul. [17,18].

Težave pri našem diplomskem delu so se pojavile pri sintezi vzorcev s 30 % vlaken, ker nismo mogli doseči homogeno porazdelitve celotne celuloze v PLA. Nadaljnje raziskave bi lahko naredili tudi v tej smeri. Lahko bi poskusili dodati več topila DMC-ja ali pa bolj segrevati.

**SEZNAM LITERATURE IN VIROV**

- [1] K. Jedvert, T. Heinze, Cellulose modification and shaping - A review, *Journal of Polymer Engineering*. 37 (2017) 845–860. <https://doi.org/10.1515/polyeng-2016-0272> (27.8.2022).
- [2] C. Felgueiras, N.G. Azoia, C. Gonçalves, M. Gama, F. Dourado, Trends on the Cellulose-Based Textiles: Raw Materials and Technologies, *Front Bioeng Biotechnol*. 9 (2021). <https://doi.org/10.3389/fbioe.2021.608826> (27.8.2022).
- [3] M.F. Moradali, B.H.A. Rehm, Bacterial biopolymers: from pathogenesis to advanced materials, *Nat Rev Microbiol*. 18 (2020) 195–210. <https://doi.org/10.1038/s41579-019-0313-3> (27.8.2022).
- [4] E.J. Foster, R.J. Moon, U.P. Agarwal, M.J. Bortner, J. Bras, S. Camarero-Espinosa, K.J. Chan, M.J.D. Clift, E.D. Cranston, S.J. Eichhorn, D.M. Fox, W.Y. Hamad, L. Heux, B. Jean, M. Korey, W. Nieh, K.J. Ong, M.S. Reid, S. Renneckar, R. Roberts, J.A. Shatkin, J. Simonsen, K. Stinson-Bagby, N. Wanasekara, J. Youngblood, Current characterization methods for cellulose nanomaterials, *Chem Soc Rev*. 47 (2018) 2609–2679 (27.8.2022). <https://doi.org/10.1039/c6cs00895j> (27.8.2022).
- [5] KO-SI, Lyocell - Surovine, (2.9.2022).
- [6] M.L. Abel, Organosilanes: Adhesion promoters and primers, in: *Handbook of Adhesion Technology: Second Edition*, Springer International Publishing, 2018: pp. 257–280. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-55411-2\\_11](https://doi.org/10.1007/978-3-319-55411-2_11) (26.10.2022).
- [7] PubChem, (3-Glycidoxypropyl)trimethoxysilane, <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/3-Glycidoxypropyl-trimethoxysilane> (28.8.2022).
- [8] D. Garlotta, *A Literature Review of Poly(Lactic Acid)*, 2001.
- [9] R.M. Rasal, A. v. Janorkar, D.E. Hirt, Poly(lactic acid) modifications, *Progress in Polymer Science (Oxford)*. 35 (2010) 338–356. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2009.12.003> (27.8.2022).
- [10] J.P.R. A.W. Coats, Thermogravimetric analysis. A review, *Analyst*. (1963).
- [11] Marvalin Industries, What is Plastic Compounding?, <https://www.marvalindustries.com/what-is-plastic-compounding.html>. (29.8.2022).
- [12] RTP Company, What is Specialty Compounding?, <https://www.rtpcompany.com/education/what-is-specialty-compounding/>.
- [13] J.A.D.H. Peter R. Griffiths, *Fourier Transform Infrared Spectrometry*, John Wiley & Sons, 2007.
- [14] Fakulteta za tehnologijo polimerov, Raziskovalno razvojna oprema - Termogravimetrični analizator (Perkin elmer, TGA 4000), FTPO. (2022).
- [15] Fakulteta za tehnologijo polimerov, NOV KOS RAZISKOVALNE OPREME NA FTPO - MIKROSKOP KEYENCE VHX 7000, (2017).
- [16] Sigma Aldrich, IR Spectrum Table & Chart.
- [17] S. Kamthai, R. Magaraphan, Thermal and mechanical properties of polylactic acid (PLA) and bagasse carboxymethyl cellulose (CMCB) composite by adding

- 
- isosorbide diesters, in: AIP Conf Proc, American Institute of Physics Inc., 2015. <https://doi.org/10.1063/1.4918424> (28.8.2022).
- [18] M. Jonoobi, J. Harun, A.P. Mathew, K. Oksman, Mechanical properties of cellulose nanofiber (CNF) reinforced polylactic acid (PLA) prepared by twin screw extrusion, *Compos Sci Technol.* 70 (2010) 1742–1747. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2010.07.005> (28.8.2022).

**SEZNAM SLIK**

Slika 1: Struktura celuloze [1] .....	3
Slika 2: Silan Glymo [7].....	6
Slika 3: PLA [8] .....	7
Slika 4: Pripravljeni vzorci PLA s funkcionalizirano celulozo .....	11
Slika 5: Referenčni vzorci .....	12
Slika 6: FTIR spektri vzorcev .....	14
Slika 7: Graf TGA.....	16
Slika 8: Mikroskopski posnetek skupka funkcionaliziranih vlaken z 5 % silana.....	18
Slika 9: : Mikroskopski posnetek funkcionaliziranih celuloznih vlaken z 5 % silana ..	18
Slika 10: Mikroskopski posnetek skupka funkcionaliziranih vlaken z 10 % silana.....	19
Slika 11: : Mikroskopski posnetek funkcionaliziranih celuloznih vlaken z 10 % silana .....	19
Slika 12: Mikroskopski posnetek vzorca 1 .....	20
Slika 13: Mikroskopski posnetek vzorca 2 .....	21
Slika 14: Mikroskopski posnetek vzorca 3 .....	21
Slika 15: Mikroskopski posnetek vzorca 4 .....	22
Slika 16: Mikroskopski posnetek vzorca 5 .....	22
Slika 17: : Mikroskopski posnetek vzorca 6 .....	23
Slika 18: Mikroskopski posnetek vzorca R10Na sliki 19 je vzorec R20, ki je vseboval 20 % nefunkcionaliziranih vlaken in PLA.Vidimo, da so dolžine vlaken od 274 do 423 $\mu\text{m}$ , debeline pa od 14 do 15,1 $\mu\text{m}$ . .....	23
Slika 19: Mikroskopski posnetek vzorca R20.....	24
Slika 20: Mikroskopski posnetek vzorca R3.....	24
Slika 21: FTIR vzorec 1.....	33
Slika 22: FTIR vzorec 2.....	33
Slika 23: FTIR vzorec 3.....	34
Slika 24: FTIR vzorec 4.....	34
Slika 25: FTIR vzorec 5.....	35
Slika 26: FTIR vzorec 6.....	35
Slika 27: FTIR vzorec R10 .....	36
Slika 28: FTIR vzorec R20 .....	36
Slika 29: FTIR vzorec R30 .....	37
Slika 30: FTIR vlakna 5 %.....	37
Slika 31: FTIR vlakna 10 %.....	38
Slika 32: TGA vzorec 1 .....	38
Slika 33: TGA vzorec 2 .....	39
Slika 34: TGA vzorec 3 .....	39
Slika 35: TGA vzorec 4 .....	40
Slika 36: TGA vzorec 5 .....	40
Slika 37: TGA vzorec 6 .....	41
Slika 38: TGA vzorec R10.....	41
Slika 39: TGA vzorec R20.....	42

---

Slika 40: TGA vzorec R30 .....	42
Slika 41: TGA vlakna 5 %.....	43
Slika 42: TGA vlakna 10 %.....	43

---

**SEZNAM TABEL**

Tabela 1: Kompozitne mešanice.....	10
Tabela 2: Rezultati TGA.....	15

## **SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV**

*2D* - dvodimenzionalno

*3D* - trodimenzionalno

---

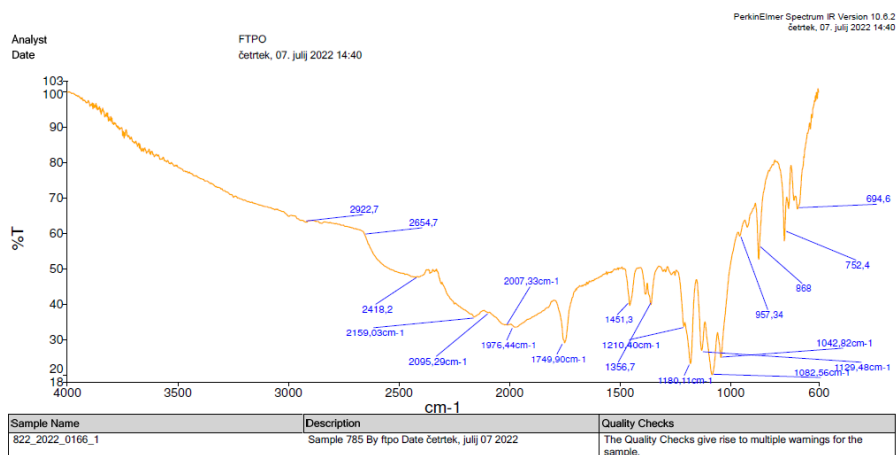
**SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC**

PLA - polimlečna kislina  
TGA - termogravimetrična analiza  
FTIR - infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transmitanco  
AGU - anhidroglukozidne enote  
MCC - mikrokristalinična celuloza  
MFC - mikrofibrilna celuloza  
NFC - nanofibrilirana celuloza  
CNF - celulozna nanovlakna  
CNC - nanokristali celuloze  
NCC - nanokristalinična celuloza  
BNC - bakterijska nanoceluloza  
IUPAC - Mednarodna zveza za čisto in uporabno kemijo  
DCM - diklorometan

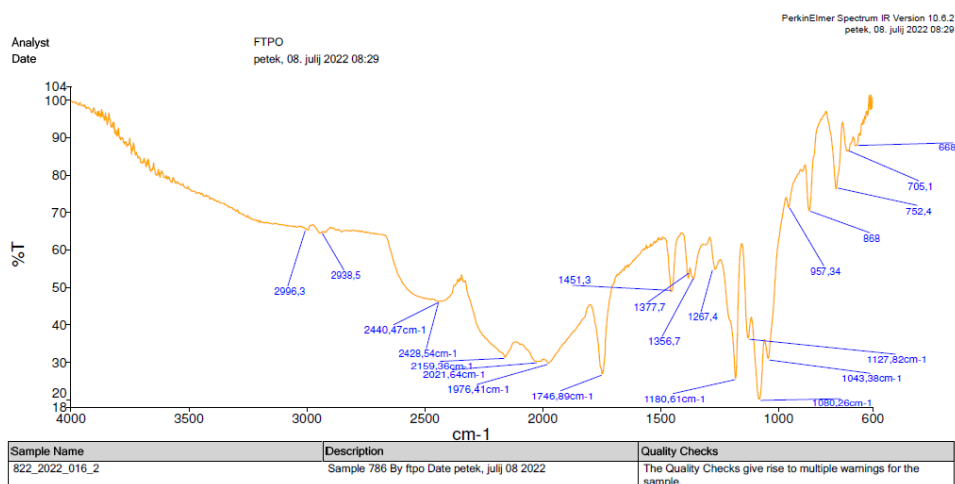


## PRILOGE

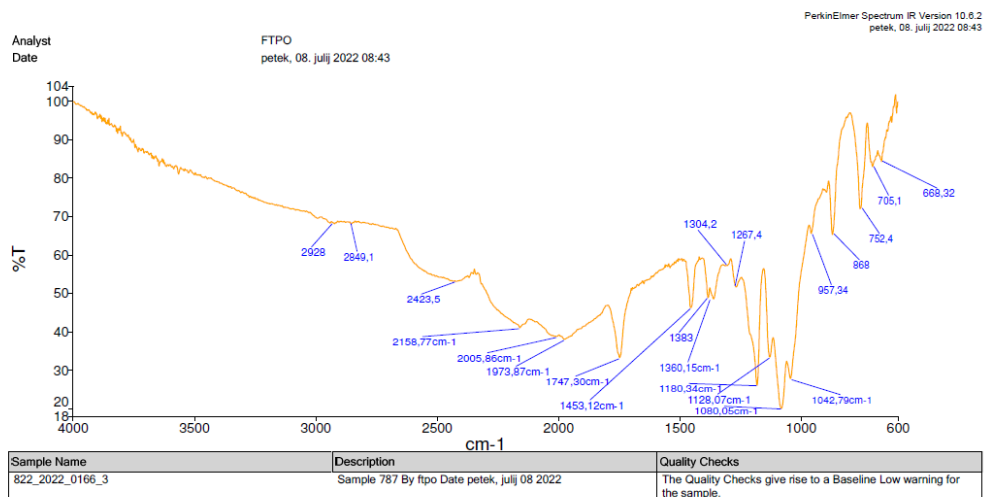
## Priloga 1: FTIR vzorci



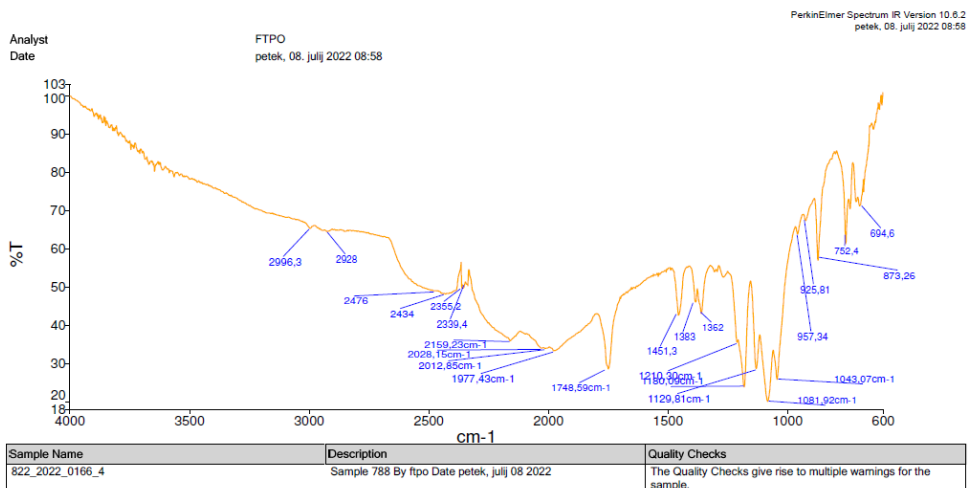
Slika 21: FTIR vzorec 1



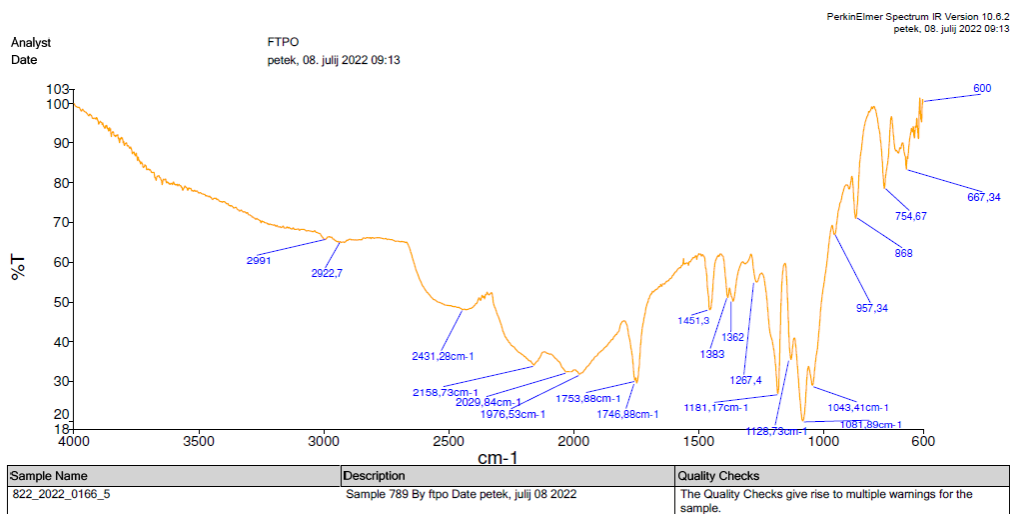
Slika 22: FTIR vzorec 2



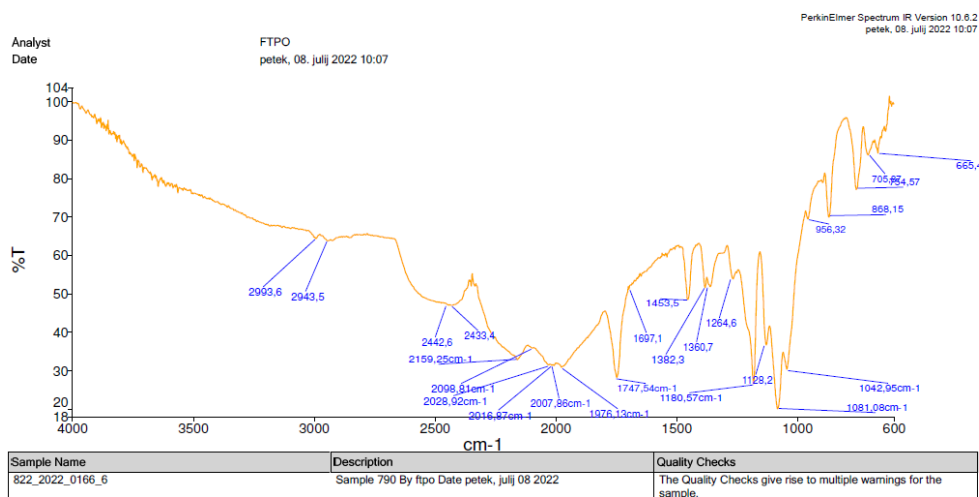
Slika 23: FTIR vzorec 3



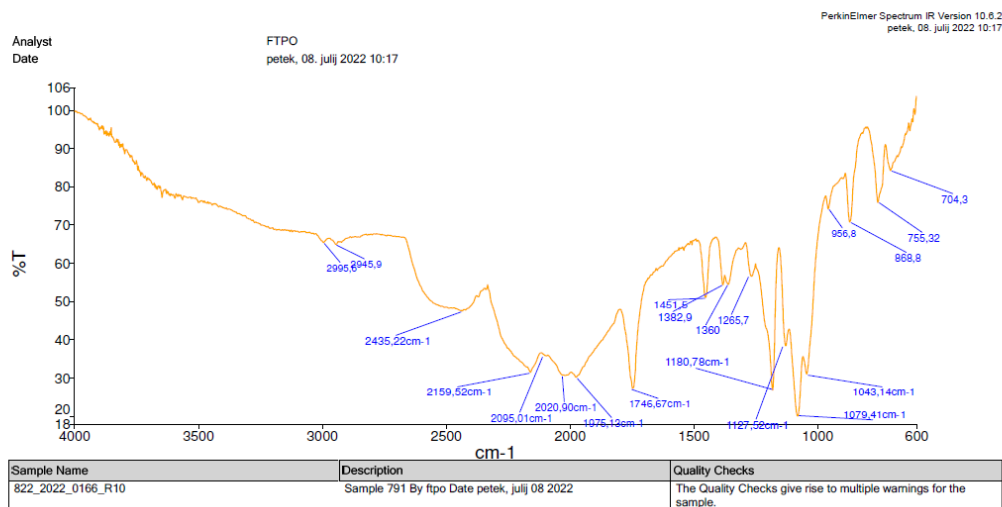
Slika 24: FTIR vzorec 4



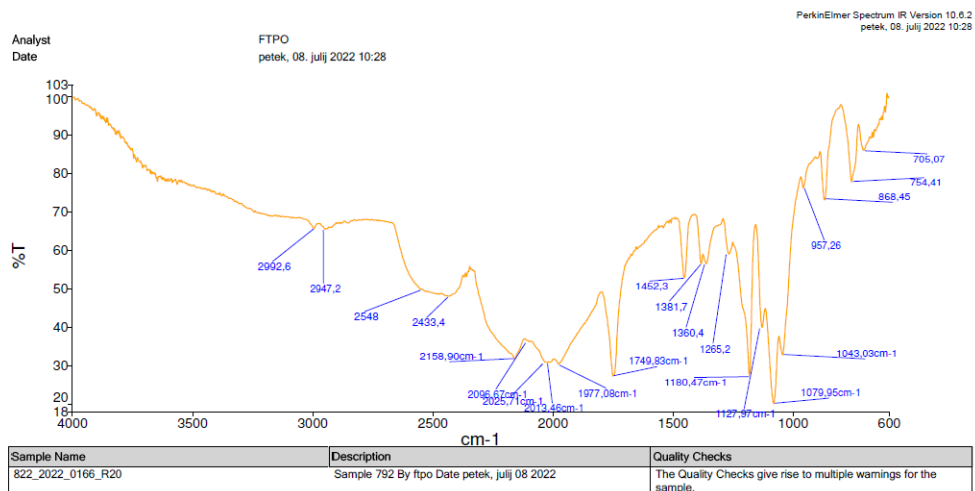
Slika 25: FTIR vzorec 5



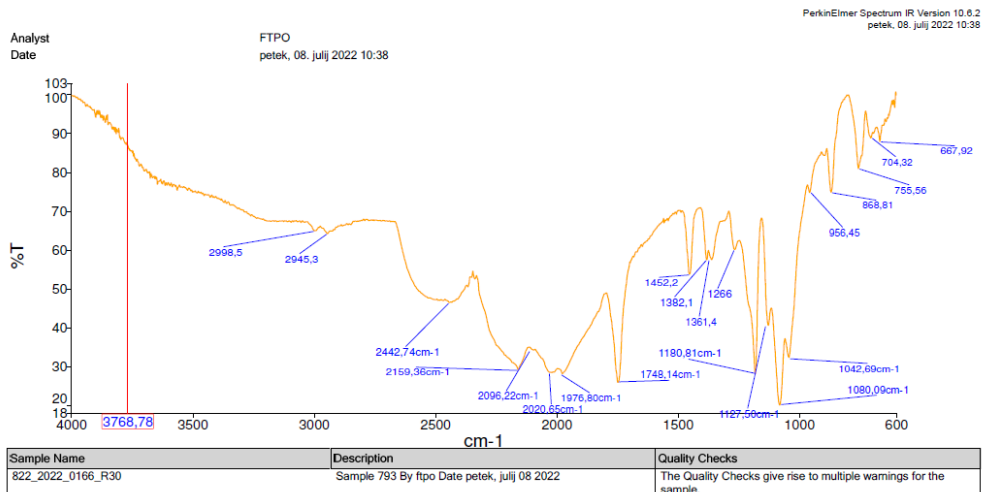
Slika 26: FTIR vzorec 6



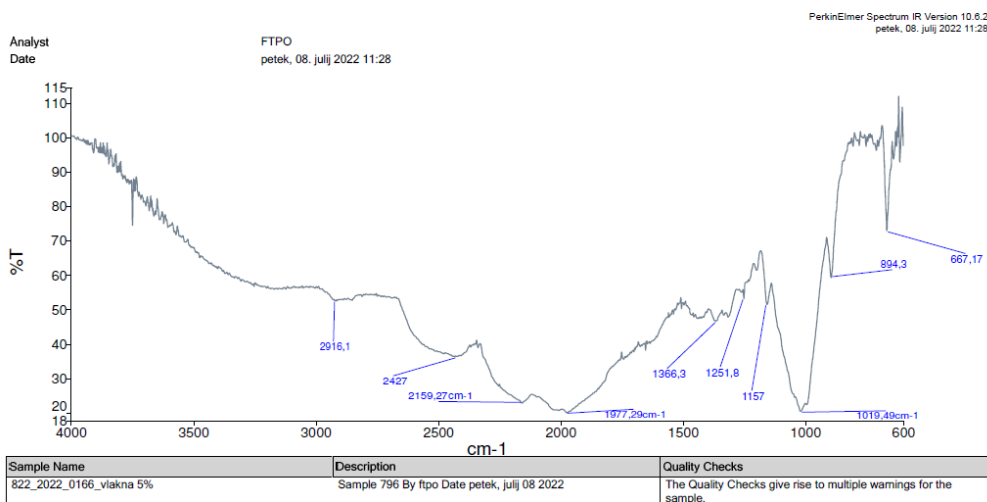
Slika 27: FTIR vzorec R10



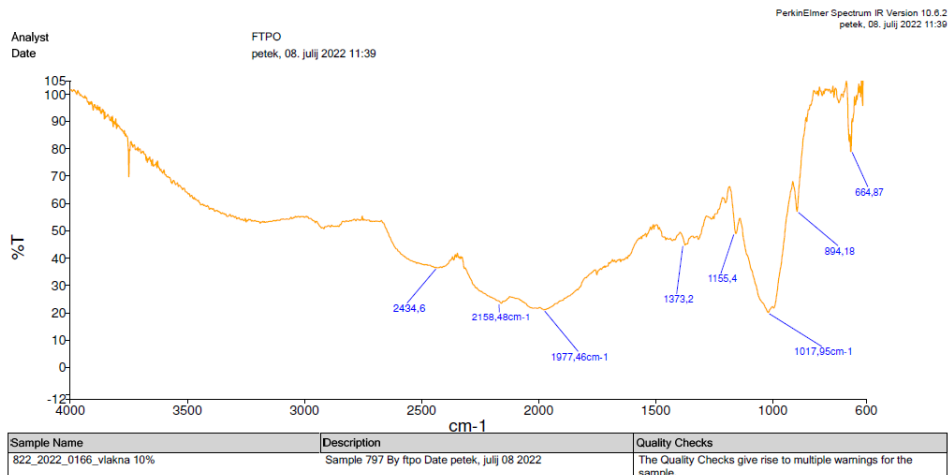
Slika 28: FTIR vzorec R20



Slika 29: FTIR vzorec R30

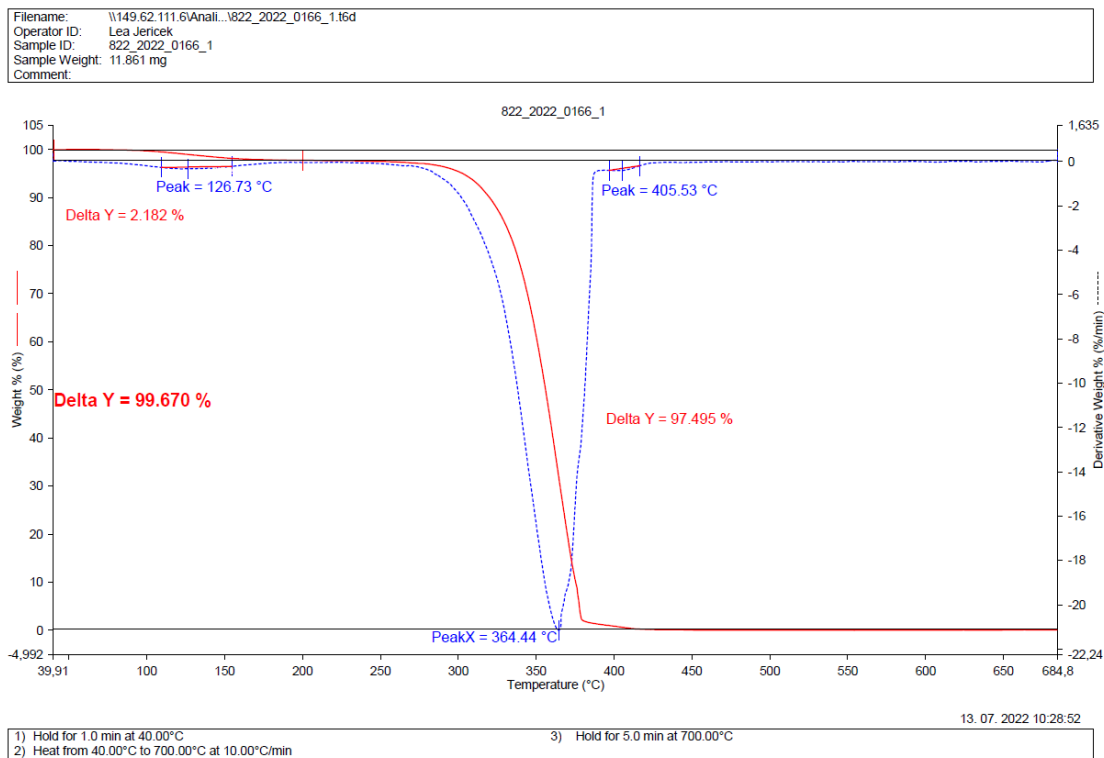


Slika 30: FTIR vlakna 5 %

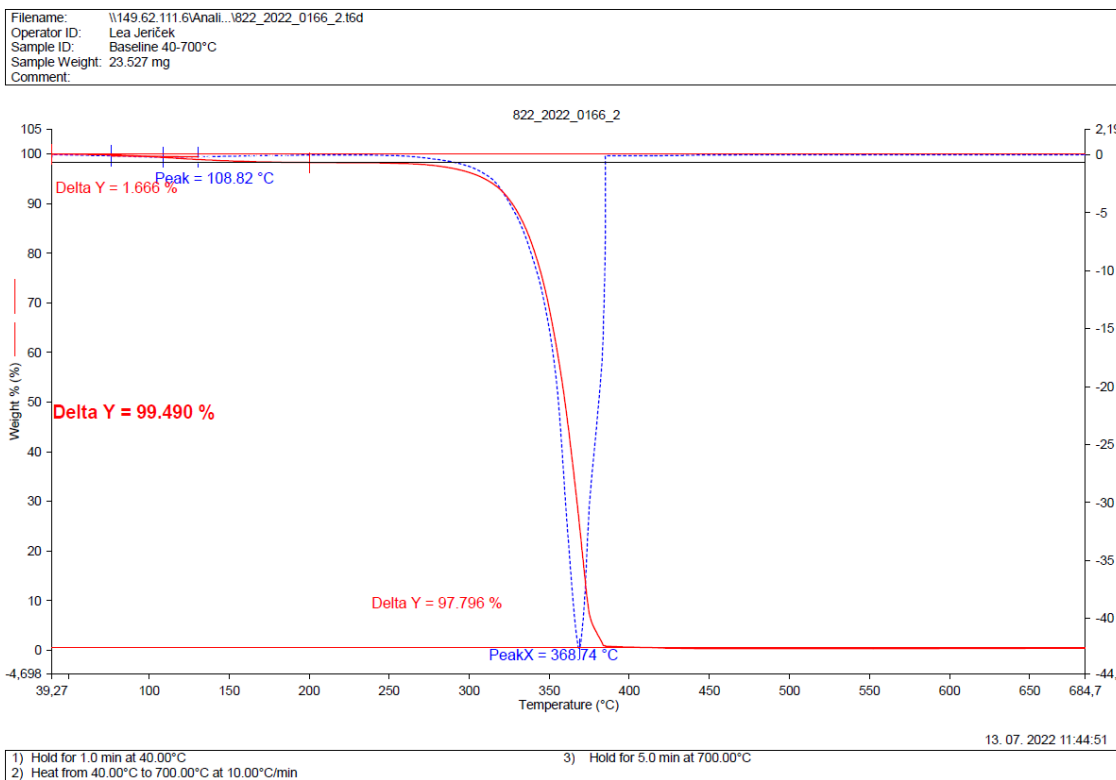


Slika 31: FTIR vlakna 10 %

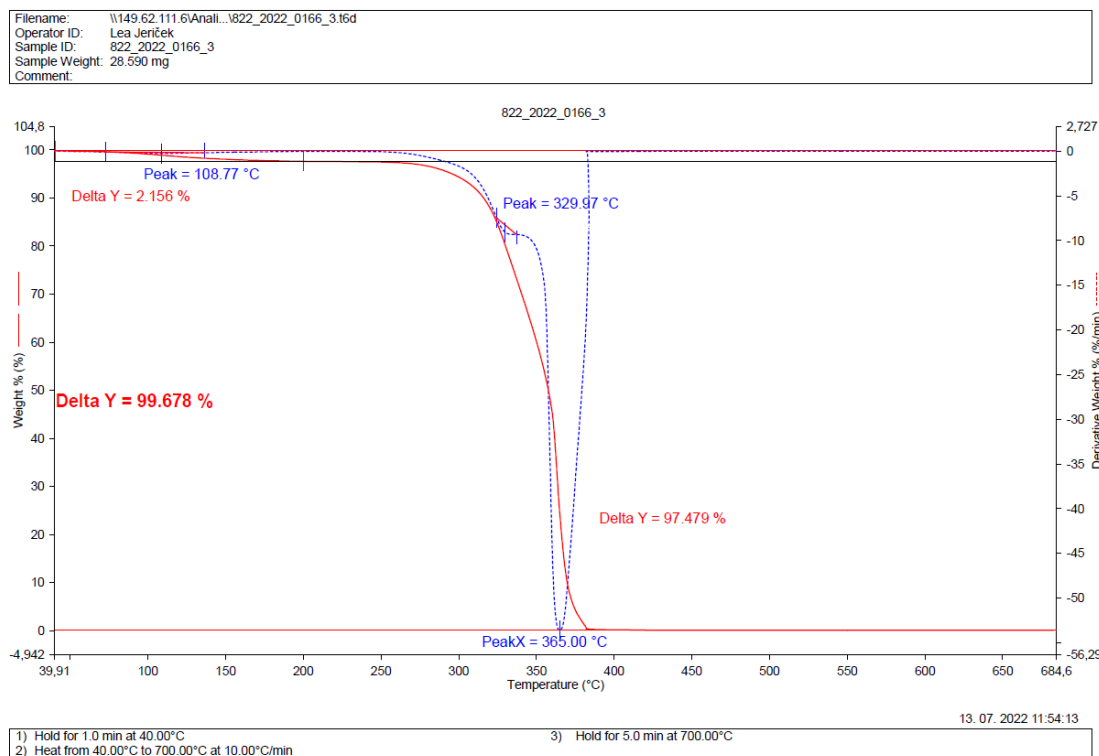
Priloga 2: TGA vzorci



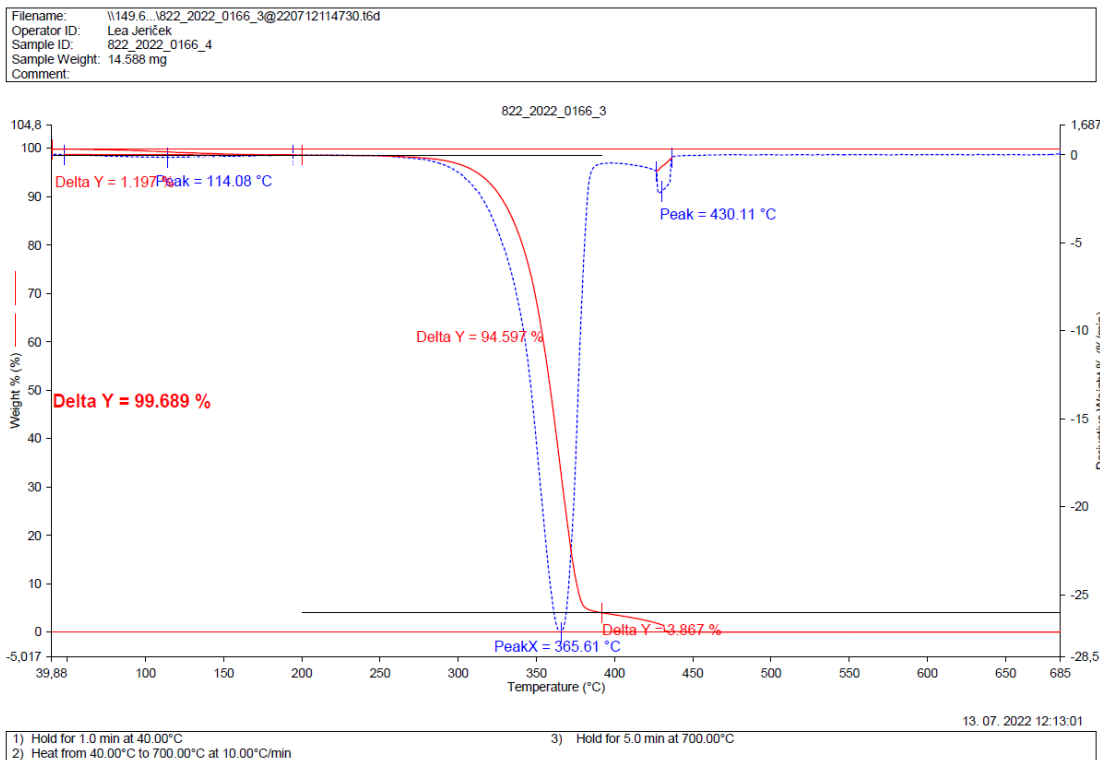
Slika 32: TGA vzorec 1



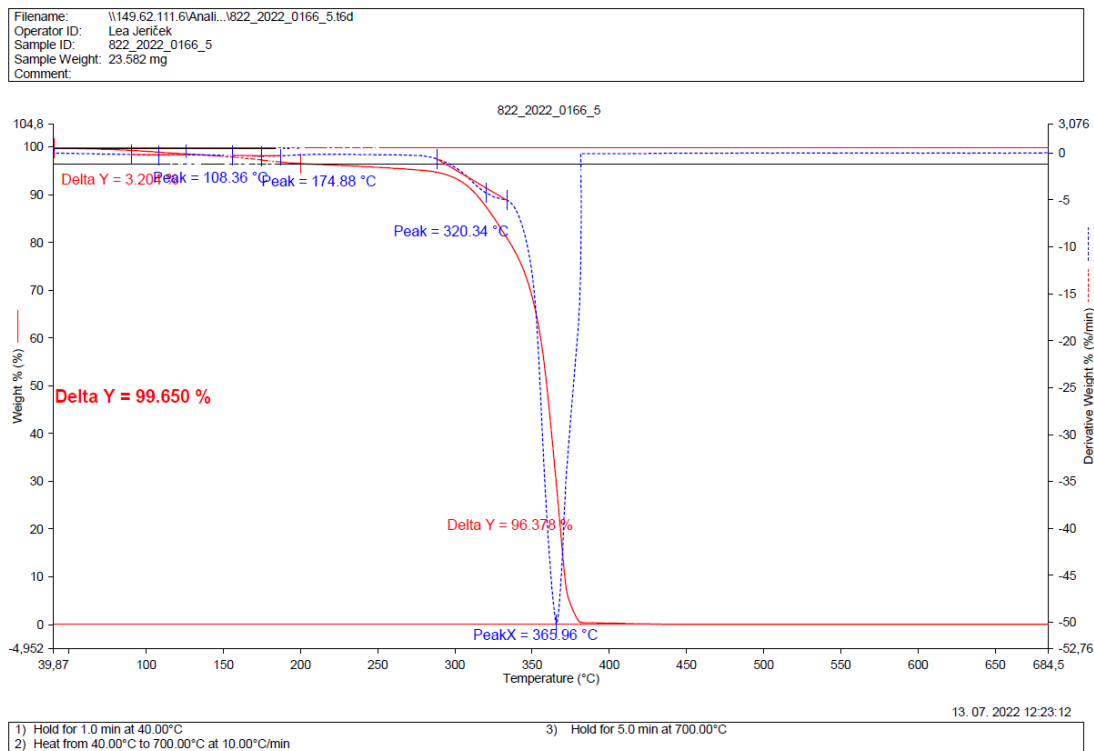
Slika 33: TGA vzorec 2



Slika 34: TGA vzorec 3

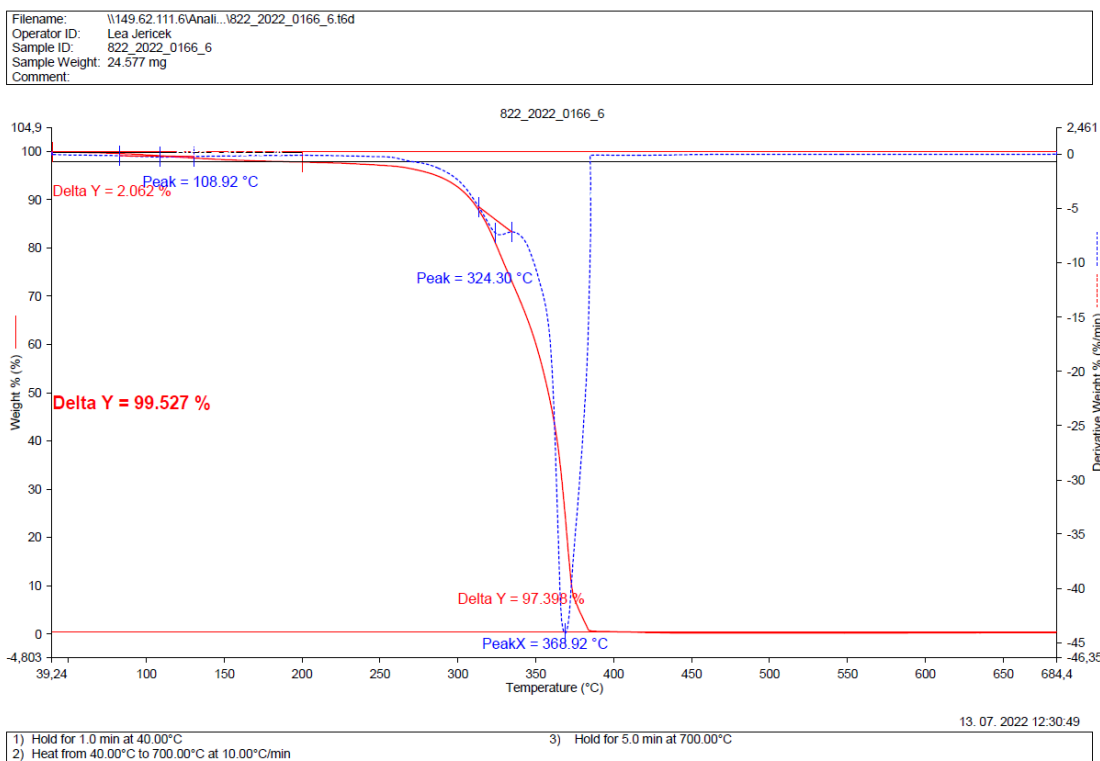


Slika 35: TGA vzorec 4

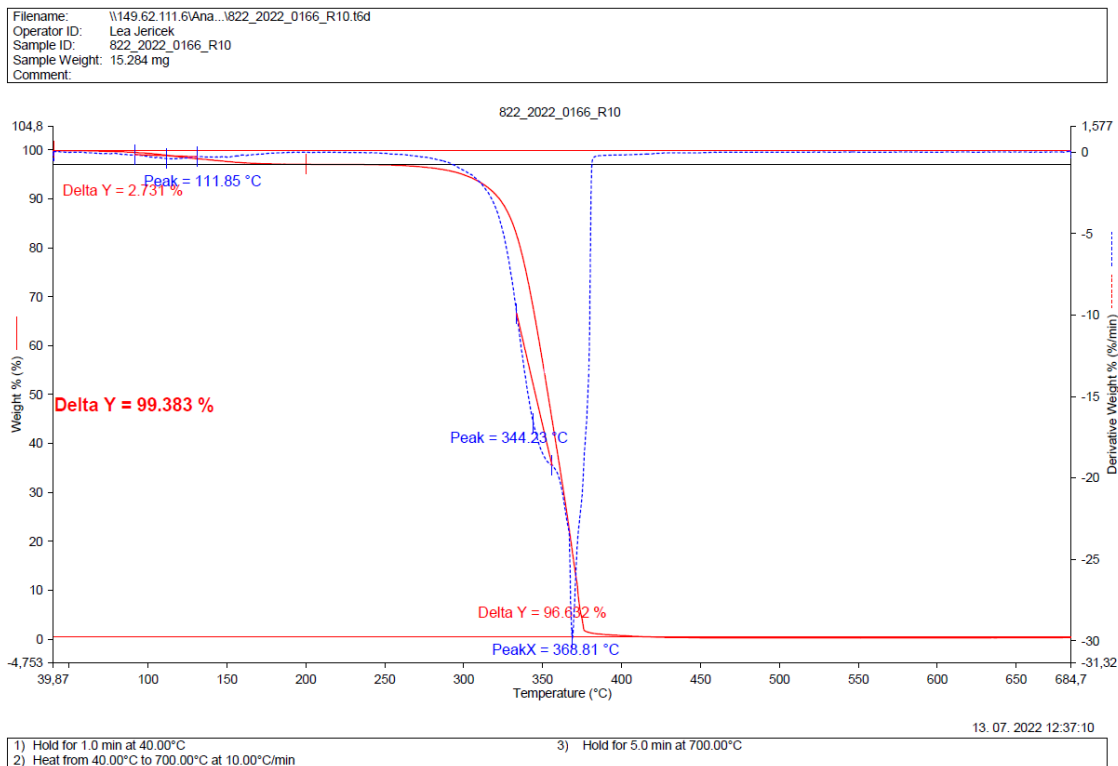


Slika 36: TGA vzorec 5

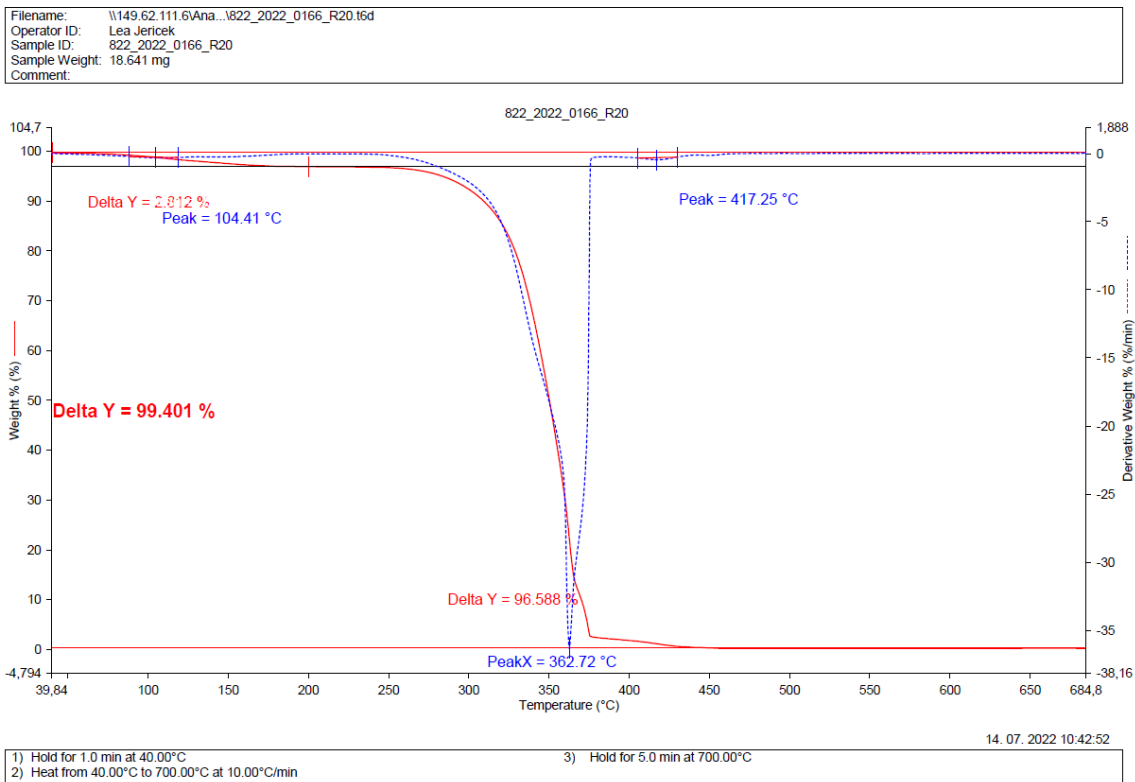




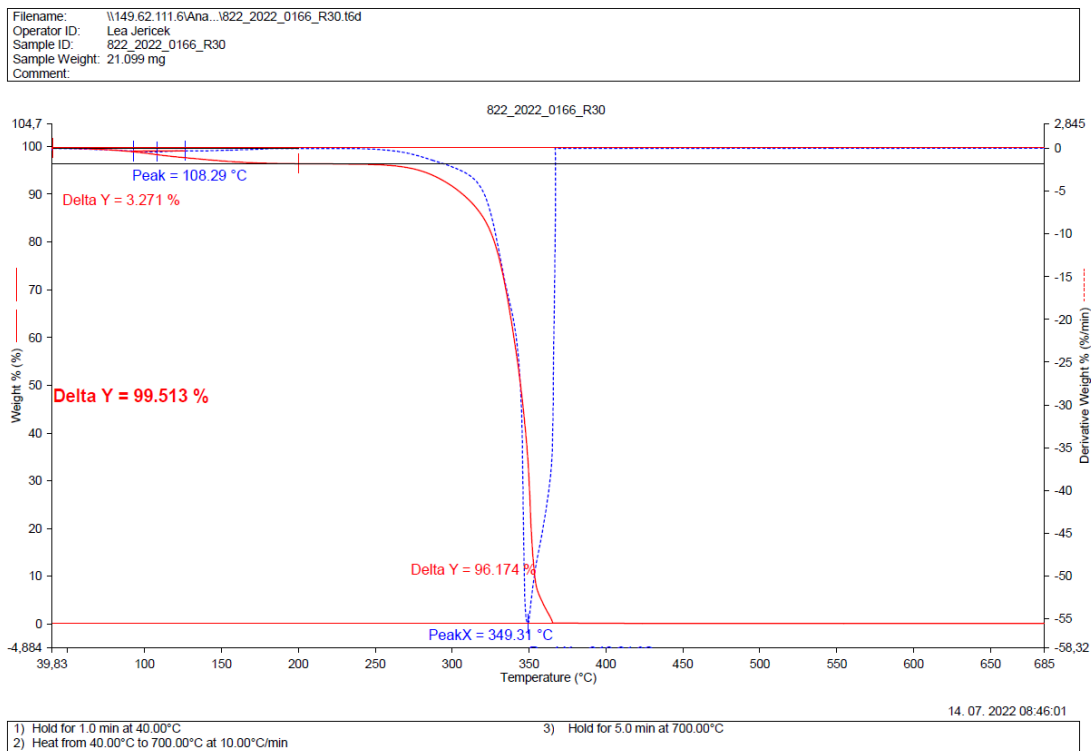
Slika 37: TGA vzorec 6



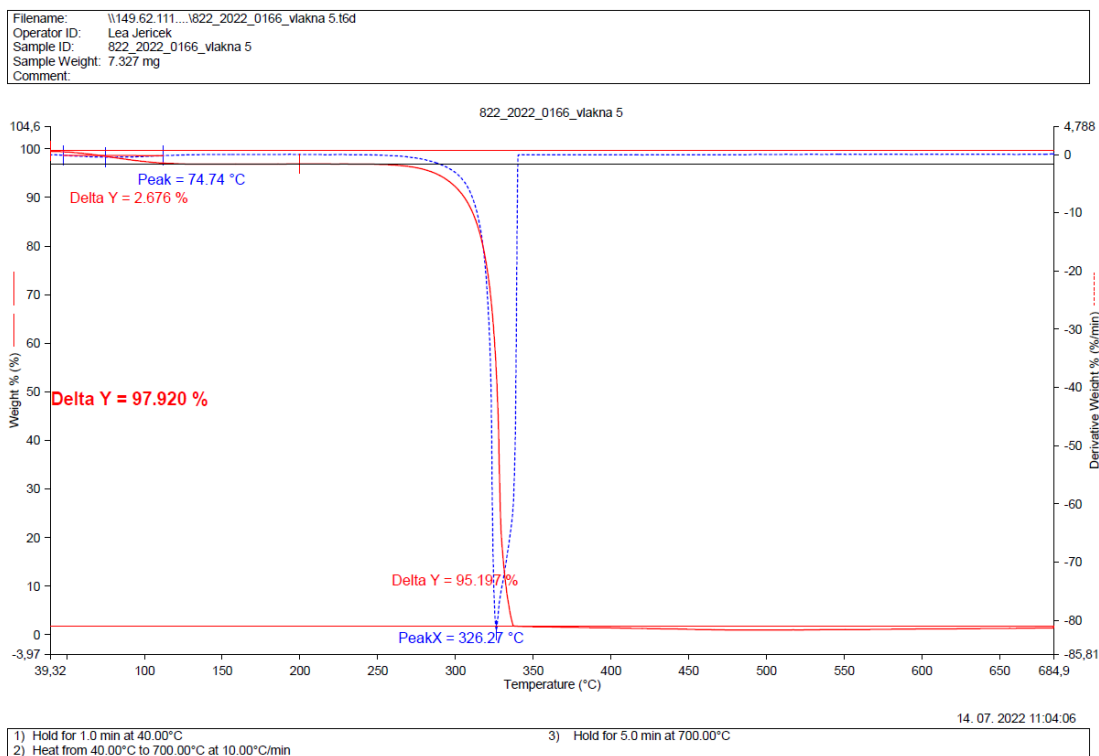
Slika 38: TGA vzorec R10



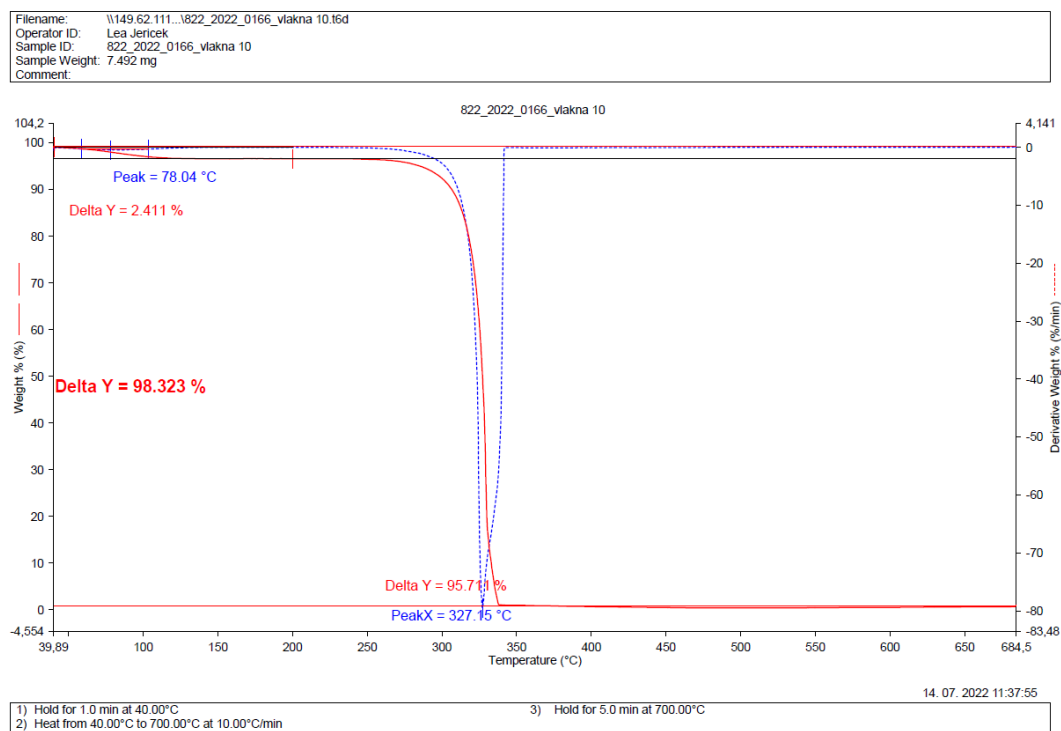
Slika 39: TGA vzorec R20



Slika 40: TGA vzorec R30



Slika 41: TGA vlakna 5 %



Slika 42: TGA vlakna 10 %