

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

Nevenka URAN

**ŠTUDIJA STOPNJE ZAMREŽENJA  
TERMOPLASTIČNEGA VULKANIZATA,  
MATERIALA NA OSNOVI STIRENSKIH BLOK-  
KOPOLIMEROV**

Diplomsko delo

Slovenj Gradec, september 2025

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

**ŠTUDIJA STOPNJE ZAMREŽENJA  
TERMOPLASTIČNEGA VULKANIZATA,  
MATERIALA NA OSNOVI STIRENSKIH BLOK-  
KOPOLIMEROV**

Diplomsko delo

Študentka:	Nevenka URAN
Študijski program:	Tehnologija polimerov
Mentorica:	izr. prof. dr. Irena PULKO
Delovni mentor:	Mitja FELE, mag. inž. tehnol. polim.

Slovenj Gradec, september 2025

## IZJAVA

Podpisana Nevenka Uran 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: \_\_\_\_\_

## ZAHVALA

Najprej bi iz srca izrekla hvaležnost mentorici, izr. prof. dr. Ireni Pulko ter delovnemu mentorju Mitji Feletu, mag. inž. tehnol. polim. za njuno strokovno vodenje, nasvete in podporo. Hvala, da sta bila ves čas potrpežljiva in zavezana k temu, da mi omogočita čim boljše pogoje za uspešno pripravo diplomskega dela.

Posebna zahvala gre tudi laborantki Luciji Kotnik in asistentki Patriciji Skrivarnik, ki sta mi vedno nesebično ponudili pomoč, delili dragocene nasvete in pokazali izjemno potrpežljivost.

Veliko zahvalo dolgujem celotnemu kolektivu podjetja Uteksol d. o. o., ki mi je omogočil opravljanje diplomskega dela. Hvaležna sem za dostop do strojne in laboratorijske opreme ter materialov, pa tudi za prijaznost, pomoč in vzdušje, ki so ga ustvarili sodelavci.

Nenazadnje gre zahvala tudi mojim najbližjim, fantu Andreju in moji družini. Njihova podpora, spodbuda in razumevanje so bili zame neprecenljivi skozi celoten proces.

Hvala vsem, ki ste kakorkoli pripomogli k temu, da sem uspešno zaključila svojo diplomsko nalogo. Brez vas mi to ne bi uspelo!

## **POVZETEK**

### **Študija stopnje zamreženja termoplastičnega vulkanizata, materiala na osnovi stirenskih blok-kopolimerov**

Diplomsko delo obravnava študijo stopnje zamreženja termoplastičnega vulkanizata (TPV) na osnovi stirenskih blok-kopolimerov. Pripravili smo tri različne vzorce z različno vsebnostjo zamreževala ter jih primerjali s konkurenčnim materialom. Delež zamrežene strukture smo določili z raztapljanjem v toluenu, analizirali smo mehanske lastnosti (natezno trdnost, raztezek pri pretrgu, trganje, elastičnost), gostoto, indeks tečenja taline ter izvedli termične analize in kemijsko strukturo. Rezultati so pokazali, da višja stopnja zamreženosti poveča toplotno stabilnost in gostoto, a zmanjša elastičnost. Najboljše ravnotežje med mehanskimi, termičnimi in procesnimi lastnostmi je dosegel vzorec z nižjim deležem zamreževala. Analize so potrdile, da optimalna zamreženost bistveno vpliva na funkcionalnost materiala in omogoča njegovo industrijsko uporabo.

#### **Ključne besede:**

Zamreženje, termoplastični vulkanizat, blok – kopolimeri, gel, diferenčna dinamična kalorimetrija, infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transformacijo in termogravimetrična analiza.

## **SUMMARY**

### **Study of the degree of crosslinking of thermoplastic vulcanizate, a material based on styrene block copolymers**

Three samples with varying amounts of crosslinking agents were prepared and compared with commercially available alternatives. The extent of the crosslinked network was determined through dissolution in toluene, while mechanical properties—including tensile strength, elongation at break, tear resistance, and elasticity—were evaluated alongside density, melt flow index, thermal analysis, and chemical structure characterization. The results indicate that a higher degree of crosslinking improves thermal stability and increases density, but negatively affects elasticity. The sample with the lowest crosslinker content demonstrated the most favorable balance between mechanical, thermal, and processing properties. These findings confirm that optimal crosslinking significantly influences material performance and supports its efficient application in industrial settings.

#### **Keywords:**

Crosslinking, thermoplastic vulcanizate, block copolymers, gel, differential dynamic scanning calorimetry, infrared spectroscopy with Fourier transform and thermogravimetric analysis.

**KAZALO VSEBINE**

<b>1</b>	<b>UVOD</b>	<b>1</b>
1.1	Namen, cilji in teze ter omejitve	1
1.1.1	Metode	2
<b>2</b>	<b>TEORETIČNI DEL</b>	<b>3</b>
2.1	Termoplastični vulkanizati (TPV)	3
2.1.1	Zamreževanje	4
2.1.2	Material SolPlast TV 10000	5
2.2	Stirenski blok – kopolimeri	6
2.3	Določitev deleža zamrežene strukture	7
2.4	Karakterizacija	8
2.4.1	Infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transformacijo (FTIR)	8
2.4.2	Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)	9
2.4.3	Termogravimetrična analiza (TGA)	10
2.4.4	Indeks tečenja taline (MFI)	11
2.4.5	Določitev maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu	13
2.4.6	Določanje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti	13
2.4.7	Gostota materiala	15
2.4.8	Trdota materiala	16
2.4.9	Odpornost na trajno deformacijo pri stiskanju	17
2.4.10	Odbojna elastičnost	18
2.4.11	Stiskanje - ustreznost granulotov	18
<b>3</b>	<b>EKSPERIMENTALNI DEL</b>	<b>20</b>
3.1	Uporabljeni materiali	20
3.2	Priprava vzorcev	21
3.2.1	Kompaundiranje	22
3.2.2	Brizganje	23
3.3	Kemikalije	23
3.4	Določitev deleža zamrežene strukture	23
3.5	Karakterizacija	25
3.5.1	Infrardeča spektroskopija Fourierjeve transformacije (FTIR)	25
3.5.2	Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)	26
3.5.3	Termogravimetrična analiza (TGA)	26
3.5.4	Indeks tečenja taline (MFI)	26
3.5.5	Določitev maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu	27
3.5.6	Določanje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti	27
3.5.7	Gostota materiala	28
3.5.8	Trdota materiala	29
3.5.9	Odpornost na trajno deformacijo pri stiskanju	30
3.5.10	Odbojna elastičnost	30
3.5.11	Stiskanje - ustreznost granulotov	31

---

<b>4</b>	<b>REZULTATI IN DISKUSIJA</b>	<b>32</b>
4.1	Določitev vsebnosti gela oz. deleža zamrežene strukture	32
4.2	Infrardeča spektroskopija s Fourirjevo transformacijo (FTIR)	34
4.3	Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)	34
4.4	Termogravimetrična analiza (TGA)	36
4.5	Indeks tečenja taline (MFI)	37
4.6	Določitev maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu	38
4.7	Določanje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti	39
4.8	Gostota materiala	40
4.9	Odpornost na trajno deformacijo pri stiskanju	41
4.10	Trdota materiala	41
4.11	Odbojna elastičnost	42
4.12	Stiskanje – ustreznost granulotov	43
<b>5</b>	<b>SKLEP</b>	<b>45</b>
	SEZNAM LITERATURE IN VIROV	46
	SEZNAM SLIK	48
	SEZNAM TABEL	50
	SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV	51
	SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC	52
	Priloga 1: Rezultati diferenčne dinamične kalorimetrije vzorcev	53
	Priloga 2: Rezultati termogravimetrične analize vzorcev	57
	Priloga 3: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti, modula elastičnosti in maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu vzorcev	61

## 1 UVOD

Termoplastični vulkanizati (TPV) so edinstven razred elastomernih materialov, ki so na trg prišli v poznih sedemdesetih letih 20. stoletja. Kombinacija elastomernih in termoplastičnih komponent jih opredeljuje kot specifične termoplastične elastomere (TPE). Proces njihove izdelave temelji na tehnologiji dinamične vulkanizacije [1].

Predlagana študija se bo ukvarja s termoplastičnimi vulkanizati (TPV) na osnovi stirenskih blok-kopolimerov, ki so mešanica termoplastov in elastomerov. Material za uporabo vsebuje stiren-etilen-etilen-propilen-stiren (SEEPS), polipropilen (PP), polnila, olje in dodatek za dinamično vulkanizacijo. Tehnologija dinamične vulkanizacije omogoča zamreženje elastomernih delov, kar vodi k boljšim mehanskim lastnostim materiala. SolPlast TV 10000 predstavlja serijo TPV materialov, ki jo bomo preučili.

### 1.1 Namen, cilji in teze ter omejitve

Številna podjetja so se ukvarjala z razvojem in predelavo TPV. Podrobna analiza stopenj zamreženja TPV materialov na osnovi stirenskih blok kopolimerov, zlasti serije SolPlast TV 10000 z različnimi odstotki zamreževal podjetja Uteksol, d. o. o., še ni bila izvedena. Podjetja, ki uporabljajo TPV materiale v svojih izdelkih, so iskala natančne analize za izboljšanje kakovosti izdelkov in povečanje konkurenčnosti na trgu. Ključni cilj tega diplomskega dela je bil ugotoviti, katera koncentracija dodatkov za zamreženje zagotavlja najboljše mehanske lastnosti. Raziskali smo vpliv zamreženja na obnašanje materiala med predelavo, analizirali vpliv različnih stopenj zamreženja na toplotno odpornost materiala, termično stabilnost in temperaturno območje uporabe ter izvedli primerjalno testiranje s konkurenčnim materialom.

Za uresničitev tega cilja smo postavili več hipotez. Predvidevali smo, da bo povečana stopnja zamreženja materiala povečala toplotno odpornost in termično stabilnost materiala SolPlast TV 10000. Poleg tega smo pričakovali, da bo optimizirana stopnja zamreženja pozitivno vplivala na vedenje materiala med predelavo in da bo višja stopnja zamreženja vodila do večjega deleža zamrežene strukture po odstranitvi toluena in sušenju.

V predvidenem delu smo pričakovali določene omejitve, zlasti pri izračunu deleža zamrežene strukture. Dodatno nas je omejeval omejen dostop do laboratorijske opreme in naprav za termične, mehanske ter reološke analize. Med omejitvami, s katerimi smo se soočali, je bilo tudi določanje vsebnosti "gela", saj je 24-urno raztapljanje vzorcev v vrelem toluenu zahtevalo veliko časa. To je lahko omejilo število ponovitev eksperimentov, kar je posledično vplivalo na statistično zanesljivost rezultatov.

### **1.1.1 Metode**

Metode, ki smo jih uporabili v okviru diplomskega dela so naslednje:

- pregledali, zbirali in analizirali literaturo, povezano z zamreženostjo TPV materialov na osnovi stirenskih blok kopolimerov,
- pregled, izbor in analiza literature, povezane z obravnavano študijo,
- razvoj naprave,
- odstranitev toluena,
- izvedba testiranj,
- primerjava lastnosti.

## 2 TEORETIČNI DEL

### 2.1 Termoplastični vulkanizati (TPV)

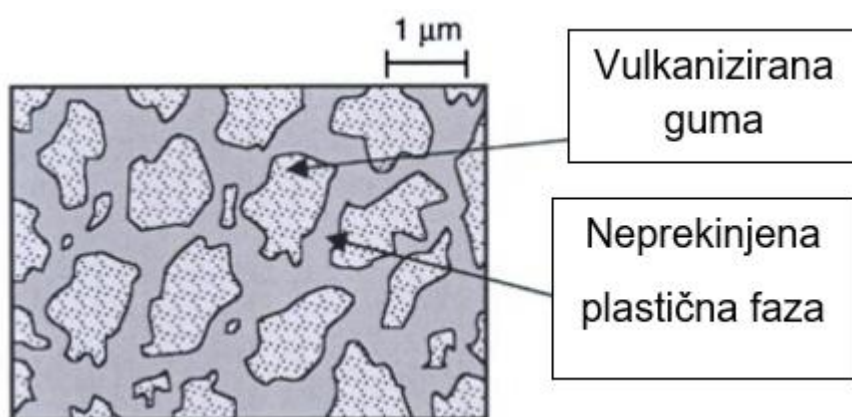
Termoplastični vulkanizati (TPV) predstavljajo relativno nov razred elastomernih materialov, ki so se na trgu pojavili konec sedemdesetih let prejšnjega stoletja. TPV sestavljajo elastomerne in termoplastične komponente, zaradi česar sodijo med posebne termoplastične elastomere (TPE). Proizvajajo se s tehnologijo dinamične vulkanizacije, kjer je gumena faza že vulkanizirana, vendar neprekinjena termoplastična matrika omogoča predelavo TPV s postopki, kot so ekstrudiranje, pihanje in brizganje. Ena izmed prednosti TPV v primerjavi z gumami je njihova manjša teža. Poleg tega so številne mehanske lastnosti TPV primerljive z lastnostmi običajne gume. Zaradi ekonomičnosti predelave termoplastov in prihranka pri teži, skupaj s primerljivimi mehanskimi lastnostmi, so TPV postali stroškovno učinkovita alternativa za gumo v številnih komercialnih aplikacijah. Letno se proizvede približno 2 milijardi kilogramov TPV, količina se zviša za 6 % letno. Za primerjavo, proizvodnja običajne termosetne gume raste le za 4 % na leto. Čeprav TPV nadomeščajo gumo, se njihovo mehansko obnašanje pri napetosti in deformaciji v nekaterih pogledih razlikuje od obnašanja gume. V določenih primerih je obnašanje zelo podobno, zato se za napovedovanje lastnosti TPV lahko uporabijo konstitutivni modeli za gumijaste elastične materiale. Vendar se pri večini polimerov obnašanje dovolj razlikuje, da je potrebna drugačna oblika konstitutivnega modela za natančno napovedovanje opazovanega obnašanja [1].

Termoplastični elastomeri (TPE) so v zadnjih nekaj desetletjih postali izjemno priljubljeni zaradi svojih vsestranskih in specializiranih lastnosti ter široke uporabe. TPE so večfazni sistemi, ki združujejo značilnosti elastomerov in termoplastov. Te materiale odlikujejo uporabne lastnosti vulkanizirane in ojačane gume, hkrati tudi enostavna predelava, značilna za termoplastične polimere. Glede na sestavine lahko TPE razvrstimo v različne vrste [1]:

- stirenske blok-kopolimere (SBC),
- termoplastične poliuretane (TPU),
- termoplastične elastomere na osnovi poli(etrskega estra),
- termoplastični elastomer na osnovi poliamida,
- mešanice poliolefinov, gume in
- dinamično vulkanizirane polimerne mešanice.

Faze termoplastičnih elastomerov (TPE) so pretežno nekristalne, zaradi nekompatibilnosti monomerov se združujejo v fazno ločene mikrodomene. Te imajo običajno sferično, cilindrično/giroidno in lamelarno morfologijo, ki se lahko enostavno spreminja glede na sestavo in molekulsko maso. V TPE, ki temeljijo na blokovnih kopolimerih, je vsaka faza kovalentno vezana na drugo fazo. Trdna faza je sestavljena iz steklastih, ločenih termoplastov, ki prispevajo k trdnosti in mehanski celovitosti, kar omogoča toplotno obdelavo izdelka. Nasprotno pa elastomerna faza zagotavlja

elastičnost, prožnost in žilavost materiala. Poleg tega ima vsaka faza svojo specifično temperaturo steklastega prehoda ( $T_g$ ) in temperaturo taljenja ( $T_m$ ). Temperatura uporabe se nahaja med  $T_g$  elastomerne faze in  $T_g$  ali  $T_m$  trde faze. Zaradi svojih edinstvenih lastnosti TPE postopoma nadomeščajo tradicionalne gume na trgih elastomerov. Posebno mesto med TPE zavzemajo stirenski blok-kopolimeri (SBC), ki so linearni triblok kopolimeri (tipa ABA) z različnimi fizikalnimi lastnostmi, delovnimi temperaturami, prožnostjo in uporabo. Med primeri stiren blok- kopolimeri (SBC) so stiren – butadien – stiren (SBS), stiren – izopren – stiren (SIS), stiren – etilen – butilen – stiren (SEBS), stiren – izobutilen stiren (SIBS), stiren – etilen – butilen – stiren (SEBS), stiren – izobutilen – stiren (SIBS) in stiren – etilen – propilen – stiren (SEPS). Slika 1 predstavlja morfologijo termoplastičnega vulkanizata z neprekinjeno plastično fazo in diskretnimi gumijastimi delci [2].



Slika 1: Morfologija termoplastičnega vulkanizata (TPV) [3]

### 2.1.1 Zamreževanje

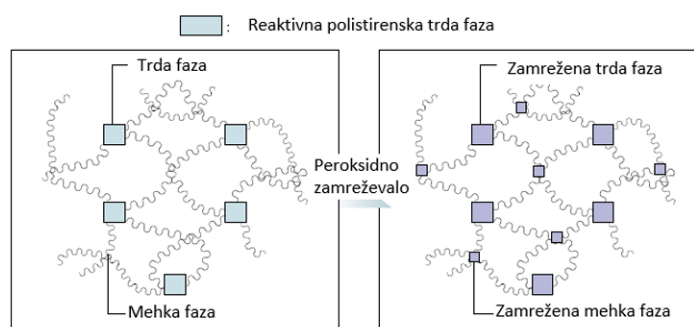
Dinamična vulkanizacija je postopek, kjer se med obdelavo zamrežita mehka in trda elastomerna faza, kot prikazuje slika 2. Da bi zamreževanje lahko potekalo, je potrebno dodati dva ključna elementa: iniciator (kot je npr. peroksid) in aktivator, ki ju je treba natančno odmeriti. Razmerje med peroksidom in aktivatorjem naj bi bilo v mejah od 1 proti 2 do 1 proti 1,5. Za uspešno pripravo mešanic je ključno tudi ustrezno mešanje. Pri tem se priporoča uporaba dvopolžnega ekstruderja, ki mora imeti pravilno konfigurirane polže za ustvarjanje visokih strižnih napetosti. To omogoča, da se doseže homogena in drobno strukturirana mešanica. Poleg tega mora biti dolžina ekstruderja več kot 42 premerov polža (42 D), da se zagotovi ustrezno obdelavo materiala, pri čemer je optimalen čas zadrževanja mešanice v ekstruderju približno ena minuta [4].

Višji odstotek zamreženja materialu zagotavlja večjo trdnost in stabilnost, kar je zelo uporabno v primerih, kjer je potrebna visoka mehanska odpornost. Poleg tega takšen material bolje prenaša visoke temperature in je bolj odporen na različne kemične snovi,

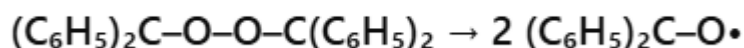
saj je struktura bolj zvezna in odporna proti razpadu. Vendar tovrstna zamreženost zmanjšuje prilagodljivost in elastičnost materiala, kar lahko omeji njegovo uporabo v aplikacijah, kjer sta potrebni fleksibilnost ali mehka struktura [5].

Po drugi strani nižji odstotek zamreženja omogoča, da je material bolj prilagodljiv in elastičen, kar je idealno za izdelke, kot so gume ali tesnila, ki se morajo deformirati brez pretrganja. Vendar manj zamreženi materiali niso tako odporni proti ekstremnim pogojem, kot so visoke temperature ali agresivne kemične snovi, kar lahko omeji njihovo trajnost in mehansko odpornost [5].

Na sliki 3 je prikazan razpad iniciatorja [4].



Slika 2: Prikaz zamreževanja mehke in trde faze stirenskih blok-kopolimerov [4]



Slika 3: Razpad iniciatorja [4]

### 2.1.2 Material SolPlast TV 10000

SolPlast TV 10000 je trgovski naziv za termoplastične vulkanizate (TPE-V), ki so pripravljene z mešanjem polipropilena (PP) in dodatkov s SEEPS (stirenski etilen-etilen-propilen-stiren) blok kopolimeri ter zamreženi do določene stopnje. Ti materiali imajo odlično odpornost na kisline, baze in vodne raztopine, zelo dobro odpornost na alkohole in glikole ter dobro odpornost na masti in olja. Njihova odpornost na aromatske ogljikovodike je slaba. SolPlast materiali se ponašajo z dobro električno volumsko odpornostjo, večjo od  $10^{12} \Omega\text{cm}$ . Pri barvanju termoplastičnih vulkanizatov (TPV) se pogosto uporabljajo barvni koncentri na osnovi poliolefinov, kot sta polietilen (PE) in polipropilen (PP). Ti koncentri omogočajo enostavno dodajanje barve TPV materialom med predelavo, kar zagotavlja enakomerno in želeno obarvanost končnih izdelkov. Pravilna izbira barvnega koncentrata je ključna za doseganje optimalnih estetskih in funkcionalnih lastnosti materiala [6].

Serijski material 10000 predstavlja visoko zmogljive tehnične mešanice na osnovi SEEPS (stiren – etilen – etilen – propilen – stiren) blok-kopolimerov, ki se odlikujejo po [6]:

- različnih fizikalnih lastnostih in optiki, prilagojenih namenu uporabe,
- odlični UV stabilnosti,
- zelo dobri stisljivosti pri visokih temperaturah (120 °C),
- izboljšani odpornosti na deformacije pri povišani temperaturi,
- delovnih temperaturah med – 50 °C in + 120 °C, kratkotrajno do + 150 °C.

SolPlast mešanice so zaradi svoje kemijsko stabilne strukture in delno zamrežene strukture elastomera uporabne za širok spekter izdelkov, kjer je potrebna visoka temperaturna obstojnost ter odpornost na svetlobo in druge atmosferske vplive. Te mešanice je mogoče obdelovati s klasičnimi tehnologijami predelave termoplastičnih polimerov, kot so brizganje, ekstruzija, pihanje in toplotno oblikovanje, podobno kot poliolefine. Ne zahtevajo sušenja pred obdelavo, razen nekatere specialne mešanice. Trdota končnega izdelka je močno odvisna od uporabljene tehnologije predelave in konstrukcije orodja. Na splošno je trdota ekstrudiranih izdelkov nižja kot pri brizganih izdelkih, tudi če uporabljamo enake surovine. Tem materialom lahko določimo trdoto, odbojno elastičnost, gostoto, raztezek pri pretrgu, natezna trdnost, modul elastičnosti, maksimalna natezna trdnost pri pretrgu, indeks tečenja taline (MFI), trajna deformacija pri stiskanju (CS), homogenost materiala na stiskalnici ... [6].

## 2.2 Stirenski blok – kopolimeri

Stirenski blok-kopolimeri (SBC) pridobivajo na pomenu v industriji elastomerov in kompozitov zaradi svojih edinstvenih lastnosti. Njihova segmentna arhitektura, nadzorovana mehanska trdnost, enostavnost izdelave ter oksidacijska stabilnost in inertnost na okoljske vplive omogočajo široko uporabo. SBC z edinstvenimi lastnostmi, kot so ionska funkcionalnost posameznih blokov, fazna morfologija z mikrostrukturami ter biostabilnost, pridobivajo na priljubljenosti v novih aplikacijah. Pregled se osredotoča na nove sintetične strategije za SBC, ki omogočajo vrhunske lastnosti, kot so boljši toplotni in okoljski vplivi, ter kako tehnologije sinteze in načrtovanja na molekularni ravni vplivajo na njihovo morfologijo. Poudarjene so možnosti in prihodnost SBC v inovativnih aplikacijah, kot so senzorji za prenosne naprave, nove generacije protonskih membran za gorivne celice, prenosni viri energije za električna vozila, polimeri s spominom oblike in še več. Potencial SBC v biomedicinskih aplikacijah je prav tako velik, vključno s srčnimi zaklopkami, napravami za urinarni trakt, prevlekami za koronarne stente in tarčno dostavo zdravil [7].

Stirenski blok-kopolimeri imajo ključno lastnost, ki se imenuje fazna ločenost. To pomeni, da tako polistirenska kot polibutadienska faza obdrži svoje lastnosti, kot jih imata njuna homopolimera. Polistiren tvori trdo fazo, kar daje materialu stabilnost in dobre mehanske lastnosti. Ta trdna faza je pogosto označena s simbolom kroga. Mehko fazo pa prispeva hidrogeniran polidien, ki zagotavlja elastičnost in fleksibilnost ter je označen z vijugasto črto. Hidrogenirani polidieni se delijo na več vrst [7]:

- poliizopreni, označeni s kratico EP, so osnova za material stiren – etilen – propilen – stiren (SEPS).

- polibutadieni, označeni kot EB, predstavljajo material stiren – etilen – butilen – stiren (SEBS).
- poli (izopren - butadien), označeni s kratico EEP, so material stiren – etilen – etilen – propilen – stiren (SEEPS).

Mehka faza daje polimeru lastnost podobno gumi ter povečuje odpornost na toploto in vremenske vplive. Stirenski blok-kopolimeri so posebni materiali, ki se razlikujejo od drugih polimerov zaradi svojih edinstvenih lastnosti. Ena od ključnih značilnosti teh polimerov je, da imajo dve različni temperaturi steklastega prehoda ( $T_g$ ), ki ustrezata komponentama polistirena (približno 100 °C) in polibutadiena (okrog - 90 °C). Kljub temu stirenski blok-kopolimer z vsebnostjo stirena okoli 23 % pokaže le eno temperaturo prehoda, pri približno - 65 °C. Pri sobni temperaturi sta fazi jasno ločeni: polistiren tvori trdno, togo strukturo, medtem ko je polibutadien elastičen in mehak. Ko se material segreva, postane bolj gibek in mehak, vendar se po ohladitvi vrne v prvotno stanje. Ti materiali imajo izjemno natezno trdnost, ki presega trdnost naravnega kavčuka, pri čemer večina stirenskih blokkopolimerov zdrži raztezek nad 800 %. Prav tako se obnašajo ne-newtonsko, kar izhaja iz neskladnosti med segmenti materiala. Zaradi tega jih redko uporabljamo same; pogosto jih kombiniramo z drugimi polimeri, polnili, barvili, olji ali dodatki za izboljšanje lastnosti in prilagoditev specifičnim zahtevam. Molekulske mase teh materialov so lahko različne, pri čemer višja masa izboljšuje odpornost proti stisljivosti. Z vidika strukture ali morfologije lahko v teh materialih najdemo tri glavne tipe mikrofaznih struktur – krogelne, paličaste in lamelne. Morfologija je tesno povezana z razmerjem med stirenom in butadienom. Višja koncentracija stirena povzroči, da struktura polistirena prehaja iz kroglic v paličaste oblike in nato tvori kontinuirano mrežo. Če je stirena okoli 30 %, ostanejo polistirenske domene heksagonalno razporejene. Pri enakem razmerju stirena in butadiena se oblikujejo lamelne strukture [8].

### 2.3 Določitev deleža zamrežene strukture

Razumevanje pomena vsebnosti gela v polimerih in potreba po zanesljivih tehnikah za njegovo določanje sta privedla do razvoja naslednje metode. Kljub številnim tehnikam za določanje vsebnosti gela, so avtorji ugotovili, da se rezultati, pridobljeni v različnih laboratorijih na istem vzorcu, redko ujemajo, tudi če uporabljajo isto tehniko. Spodaj je prikazana enačba za določitev vsebnosti gela.

Teoretično je določanje gela v polimeru preprosto. Potrebno je:

- raztopiti ves topen polimer,
- ločiti gelni polimer od raztopine polimera,
- natančno določiti masni delež gela (ali topnega polimera).

Enačba 1 za določitev vsebnosti gela:

$$X_{\text{gela}} = \frac{m_{(\text{ostanek po sušenju})}}{m_{(\text{skupaj})}} \cdot 100 (\%) \quad (1),$$

pri čemer je:

- $X_{gela}$  - stopnja zamreženja oziroma delež zamrežene strukture (%),
- $m_{(ostanek\ po\ sušenju)}$  - masa materiala po sušenju v mrežici (g),
- $m_{(skupaj)}$  - masa začetnega materiala (g).

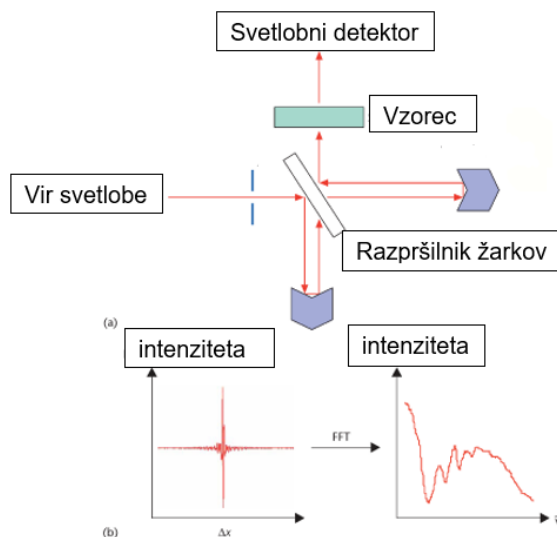
Vendar večina trenutnih metod težko izpolni zahtevi, da hkrati raztopi ves topen polimer in loči gelni polimer od raztopine. Za popolno raztapljanje topnega polimera v razumnem času je običajno potrebna določena stopnja mešanja, kar pogosto povzroči, da se del gela razprši v drobne delce, ki jih je nemogoče izolirati s kovinskim sitom. Če se uporabi alternativna tehnika za določanje koncentracije polimerne raztopine, se določena količina drobnega gela šteje kot topen polimer. Če v fazi raztapljanja ni mešanja, so potrebni dolgi časovni intervali za popolno raztapljanje topnega polimera. Ko dobimo gel, ga je treba temeljito oprati, saj se lahko topni polimer, ki je ujet v njem, šteje kot del gela [9].

## 2.4 Karakterizacija

### 2.4.1 Infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transformacijo (FTIR)

FTIR spektroskopija je eksperimentalna tehnika za kvalitativno in kvantitativno analizo organskih spojin. Omogoča pridobivanje specifičnih informacij o molekularni strukturi, kemijski sestavi, vrsti in energiji kovalentnih vezi, načinu vibracijskih nihanj posameznih funkcionalnih skupin ter o vplivu neposrednega molekularnega okolja na te vezi. Tehnika se uspešno uporablja za preučevanje različnih bioloških makromolekul, vključno z beljakovinami, encimi, nukleinskimi kislinami, lipidi, glikolipidi in fotobiološkimi sistemi. Osnovno načelo delovanja FTIR spektrometra temelji na ločevanju infrardečega svetlobnega žarka v dva ločena žarka z optičnim razdelilnikom. Optična razlika poti med tema žarkoma se nato spreminja s pomočjo gibljivega zrcala za en žarek in fiksne zrcala za drugega. Po rekombinaciji obeh žarkov z optičnim kombinatorjem pride do interference, kar povzroči interferenčni signal, ki je odvisen od razlike v optični poti. Ta signal se meri z infrardečimi detektorji. Pri monokromatski svetlobi je interferenčni signal kosinusna funkcija razlike optične poti, medtem ko pri polikromatski svetlobi dobimo bolj zapleten interferogram. Interferogram, ki predstavlja signal detektorja kot funkcijo razlike optične poti (v enotah centimetrov), je Fourierova transformacija (FT) prvotnega spektra (v enotah  $\text{cm}^{-1}$ , imenovanih valovno število). Da bi pridobili izvorni spekter iz interferograma, se interferogram numerično obdeluje z uporabo hitre Fourierjeve transformacije (FT). Čeprav je eksperimentalno osnovo za FTIR spektroskopijo postavil Mihelson že v 19. stoletju, je tehnika postala široko dostopna šele v zadnjih desetletjih 20. stoletja z razvojem hitrih osebni računalnikov, potrebnih za izračun FT. FT spektroskopija ima več prednosti pred drugimi spektroskopskimi tehnikami, vključno s hkratnim beleženjem spektrov v širokem spektralnem območju pri poljubni ločljivosti. Slika 4(a) tipična postavitev infrardečega spektrometra s FT: svetloba iz vira infrardeče svetlobe se pošilja skozi odprtino z aperturo do zrcala („razdelilnik žarkov“), ki pošilja dva enakovredna žarka (enega

odbitega in enega oddanega) na fiksno in na zrcalo s skenirajočim retroreflektorjem, oziroma na zrcalo. Po pridobitvi različnih dolžin optičnih poti se žarka na razdelilniku žarkov rekombinirata in pošljeta na vzorec, nato pa na polprevodniški detektor. Signal detektorja kot v odvisnosti od razlike optičnih poti med zrcali je interferogram prikazuje slika 4(b). Po izračunu hitre FT dobimo infrardeči spekter [10].



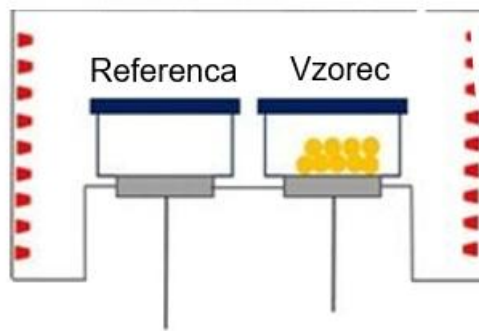
Slika 4: Fourirjeva transformacija [10]

#### 2.4.2 Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)

Za karakterizacijo faznih prehodov se pogosto uporabljajo različne tehnike, kot so termogravimetrična analiza (TGA), dinamična mehanska analiza (DMA), termomehanska analiza (TMA) in diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC). Med temi ima DSC prednost, saj omogoča zaznavanje prehodov v širokem temperaturnem območju (od - 90 do 550 °C) ter omogoča enostavno kvantitativno in kvalitativno analizo prehodov. Standardna DSC ima kljub temu nekaj omejitev, ki lahko vplivajo na točnost in natančnost meritev. Na sliki 6 je prikazana uporaba diferenčne dinamične kalorimetrije (DSC) pri analizi toplotnih lastnosti materialov. Na sliki 5 je prikazana naprava z referenčnim in testnim vzorcem, ki sta nameščena v pečici [11].

Z diferenčnim dinamičnim kalorimetrom lahko merimo termične lastnosti materialov. Te lastnosti vključujejo temperaturo tališča, entalpijo taljenja, temperaturo steklastega prehoda in toplotne kapacitete. Prav tako lahko določamo kinetiko kemijskih reakcij. Material lahko segrevamo ali ohlajamo s konstantno hitrostjo in merimo energijske spremembe v vzorcu. Prav tako je možno vzorec segreti ali ohladiti na določeno temperaturo in spremljati spremembe pri konstantni temperaturi, kot so kristalizacija ali kinetika reakcij. Ta metoda je še posebej primerna za študij različnih polimerov, vključno s termoplasti, duroplasti, elastomeri, kompoziti, lepili in zdravili. Iz slike 6 je razvidna naprava Mettler Toledo za meritve diferenčne dinamične kalorimetrije [12].

## Diferenčna dinamična kalorimetrija



Slika 5: Diferenčna dinamična kalorimetrija [11]



Slika 6: Diferenčni dinamični kalorimeter (Mettler Toledo) [12]

### 2.4.3 Termogravimetrična analiza (TGA)

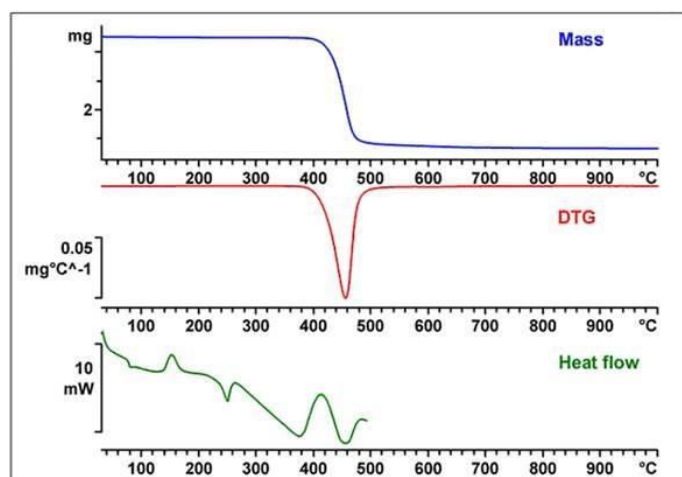
TGA polimerov je tehnika, ki meri spremembe mase materiala glede na temperaturo in čas. Spremembe mase so lahko posledica različnih kemijskih reakcij, kot so razgradnja in oksidacija, ter fizikalnih procesov, kot so sublimacija, izhlapevanje in desorpcija [13].

Termogravimetrični analizator se uporablja za merjenje fizikalnih in kemijskih sprememb materialov glede na temperaturo ali čas. Ta instrument omogoča spremljanje sprememb v kisikovi ali dušikovi atmosferi. Ves čas meri maso vzorca in ga segreva do želene temperature. S povečanjem temperature se masa vzorca

običajno zmanjšuje, kar prikaže v obliki termograma, ki prikazuje spremembo mase vzorca glede na začetno maso vzorca v odvisnosti od temperature ali časa. S prvim odvodom lahko določimo temperaturo razgradnje materiala, meritve lahko izvajamo do 1100 °C. S TGA lahko določimo odparevanje, desorpcijo, toplotni razpad (pirolizo, depolimerizacijo), toplotno stabilnost, oksidacijsko stabilnost, delež hlapnih substanc, delež polimera, delež ogljika (saje, ogljikova vlakna), delež polnila in delež steklenih vlaken. Posebnost TGA/DSC 3+ je v tem, da poleg TGA signala vključuje tudi DSC signal, kar omogoča še bolj poglobljeno interpretacijo lastnosti izmerjenih vzorcev. Na sliki 7 je prikazan termogravimetrični analizator TGA/DSC 3+. Slika 8 prikazuje graf, ki ga dobimo po analiziranju s TGA [14].



Slika 7: Termogravimetrični analizator TGA/DSC 3+ [14]



Slika 8: TGA/DSC termogram [14]

#### 2.4.4 Indeks tečenja taline (MFI)

Test indeksa pretoka taline je nastal v laboratorijih podjetja ICI med zgodnjimi fazami razvoja polietilena in je bil prvotno uporabljen predvsem za karakterizacijo in določanje specifikacij polietilena. Uporabljal se je kot standardni reološki preizkus kakovosti in je

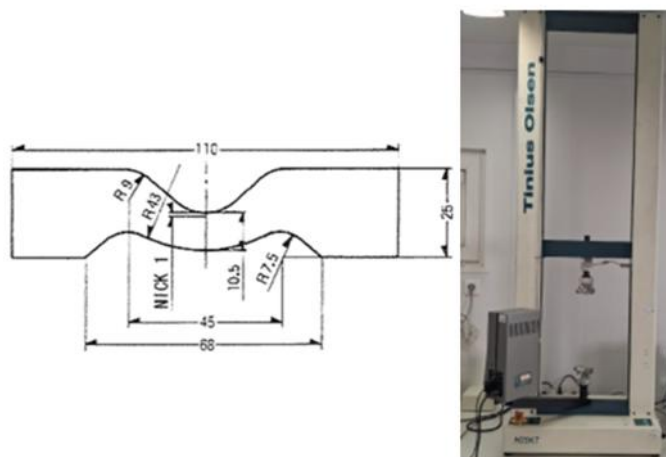
bil vključen v standarde ISO, BS in ASTM. Vendar so bile različne različice teh standardnih preskusov. Na primer, metoda 105C iz standarda BS 2782 opisuje tri različice, ki ustrezajo standardu ISO R292. Ta dva standarda sta izrecno namenjena določanju indeksa pretoka taline polietilena. Kasneje se je uporaba teh preskusov razširila na druge termoplaste. Standard ISO R1133 in metoda BS 720A uporabljata isto načelo preskusa, vendar vključujeta širšo variacijo testnih postopkov, da bi zajeli različne termoplaste. ASTM D1238 in DIN 53735 se razlikujeta od standarda ISO R1133 po številu dovoljenih različnih pogojev obremenitve. Standardi ISO R1133, ASTM D1238 in DIN 53735 se ne strinjajo vedno glede predlaganih pogojev. Na primer, ISO R1133 in ASTM D1238 navajata temperaturo 200 °C in obremenitev bata 5 kg za določanje vrednosti indeksa pretoka taline ABS, medtem ko DIN 53735 ponuja dve možnosti: 200 °C z obremenitvijo 2,16 kg ali 220 °C z obremenitvijo 10 kg. Osnovno načelo indeksa pretoka taline pri katerem koli standardu je določanje hitrosti pretoka staljenega polimera skozi kapilaro z uporabo plastometra. Vse stične površine naprave so visoko polirane, da zmanjšajo trenje. Indeks pretoka taline (MFI) se opredeljuje kot masa polimera (v gramih), iztisnjena v 10 minutah skozi kapilaro določenega premera in dolžine, pod določenimi temperaturnimi pogoji in s pritiskom, ki ga ustvarja lastna teža materiala. Standard ASTM D1238 določa, da so v dodatku navedene temperature, ki veljajo za preskusne pogoje, zlasti za pogosto uporabljene polimere. Preskusni pogoji vključujejo temperature med 125 °C in 300 °C ter različne obremenitve, ki se gibljejo od 0,325 kg do 2,16 kg, kar povzroča tlake od 0,46 kg/cm<sup>2</sup> do 30,4 kg/cm<sup>2</sup>. Standard ASTM D1238 tudi navaja natančnost vrednosti MFI, ki jo je mogoče dobiti z eno samo meritvijo, izvedeno s strani različnih operaterjev na različnih lokacijah. Ta natančnost se giblje med 2,9 % in 15 %, odvisno od velikosti MFI. Slika 9 prikazuje napravo za merjenje indeksa tečenja v podjetju Uteksol, d. o. o. [15].



Slika 9: Naprava za merjenje MFI v podjetju Uteksol, d. o. o.

### 2.4.5 Določitev maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu

Maksimalno natezno trdnost pri pretrgu lahko določamo skladno s standardom ISO 34-1, metoda C. Sila pri trganju je pomemben dejavnik pri ocenjevanju vulkanizirane gume. Standard predpisuje postopek določitve odpornosti gume proti pretrgu na epruveti, izsekani iz testne plošče z nožem določenih dimenzij, ki je na sredini namerno oslabljena z zarezo. Na sliki 10 je levo prikazana oblika in dimenzije epruvete za pretrg, na desni strani je razviden trgalni stroj podjetja Uteksol, d. o. o., ki je namenjen merjenju sile trganja. Silo trganja izračunamo po enačbi 2 [16].



Slika 10: Epruveta za maksimalno natezno trdnost in trgalni stroj v podjetju UTEKSOL, d. o. o. [16]

Izračun sile trganja, izračunamo po enačbi 2 [16]:

$$F_t = \frac{F}{a} \quad (2),$$

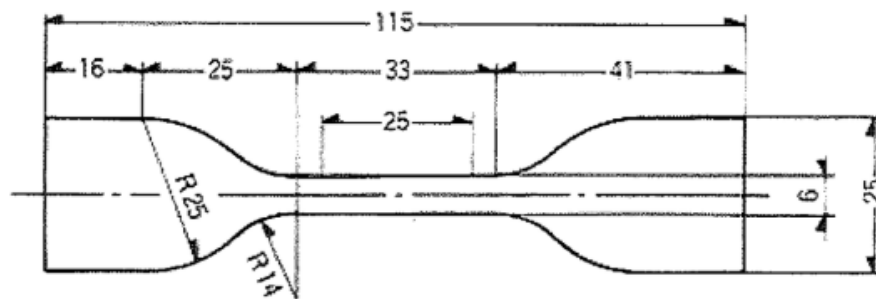
pri čemer je:

- $F_t$  - sila trganja (N/mm),
- $F$  - sila potrebna za pretrg (N),
- $a$  - premer epruvete (mm).

### 2.4.6 Določanje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti

ISO 37:2005 je standard, ki opisuje metodo za določanje nateznih napetostno-deformacijskih lastnosti vulkaniziranih in termoplastičnih gum. Lastnosti, ki jih je mogoče določiti, so natezna trdnost, raztezek pri pretrgu, napetost pri danem raztezk, raztezek pri dani napetosti, napetost pri upadu in raztezek pri upadu. Merjenje napetosti in deformacije pri raztezk se uporablja samo za nekatere termoplastične gume in nekatere druge spojine. Z nožem se izseka epruveta trakaste oblike, ki se vpne v ročice laserskega ekstenziometra in jo pri konstantni hitrosti raztegujemo do

pretrganja. Sila, ki je potrebna za pretrg epruvete, je deljena s površino preseka epruvete med označenima deloma in nam podaja natezno trdnost. Razlika v dolžini epruvete pred merjenjem in tik pred pretrgom nam poda raztezek pri pretrgu – elastičnost materiala v % materiala. Pri raztezku materiala 100 % in 300 % odčitamo silo, ki je deljena s površino preseka epruvete kar predstavlja modul. Testne plošče se pred samim testiranjem pustijo stabilizirati najmanj 24 ur pri temperaturi  $23 \pm 2$  °C. Debelina in širina epruvete se meri z mikrometrom ali kljunastim merilom z natančnostjo 0,05 mm. Hitrost s katero naprava vleče epruveto narazen je standardizirana in znaša za termoplastične gume 200 mm/min, izjemoma jo lahko spremenimo po zahtevah odjemalca na 100 ali 500 mm/min. Testirajo se po tri testne epruvete istega materiala, rezultat se poda kot srednja vrednost. Slika 11 prikazuje obliko in dimenzije epruvete za testiranje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in obeh modulov elastičnosti. Raztezek pri pretrgu izračunamo po enačbi 3, natezno trdnost po enačbi 4 in modul elastičnosti po enačbi 5. [17].



Slika 11: Epruveta za testiranje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti [16]

Raztezek pri pretrgu izračunamo po enačbi 3:

$$\delta = \frac{L_1 - L_0}{L_1} \cdot 100 \quad (3),$$

pri čemer je:

- $\delta$  - raztezek pri pretrgu (%),
- $L_0$  - začetna merska dolžina (mm),
- $L_1$  - končna merska dolžina (mm).

Natezno trdnost izračunamo po enačbi 4:

$$\sigma = \frac{F_1}{A_0} \quad (4),$$

pri čemer je:

- $\sigma$  - natezna trdnost (KPa),
- $F_1$  - sila, ki je potrebna za pretrg epruvete (N),
- $A_0$  - povprečni presek epruvete ( $cm^2$ ).

Modul izračunamo po enačbi 5, ki je prikazana spodaj:

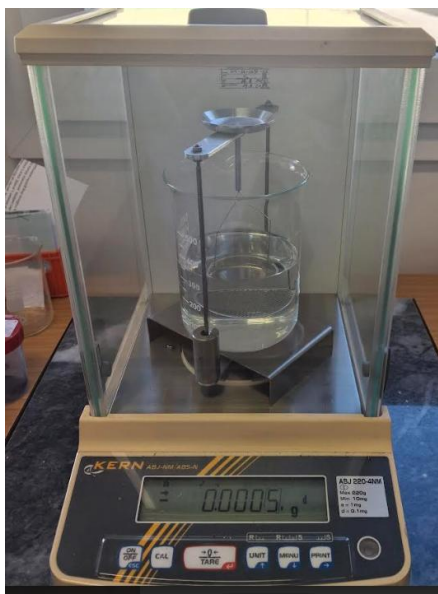
$$M(300\%) = \frac{F_1}{A} \quad (5),$$

pri čemer je [16]:

- $F_1$  - sila, ki je potrebna za pretrg epruvete (KPa),
- $A$  - povprečni presek epruvete ( $cm^2$ ).

#### 2.4.7 Gostota materiala

Gostoto merimo po standardu ISO 1183-1, ki predpisuje način merjenja gostote trdnim snovem. Lahko jo določamo na ročni-analogni tehni »WALLACE«, kjer odčitamo rezultat na skali. Boljša izbira je analitska MOHR – WESTFALOVA tehničnica, kot je prikazano na sliki 12. Princip delovanja je enak, obe delujeta na osnovi vzgona tekočine. Z nožem se razreže kompaktni del gume s težo med 5–12 g, debeline 6 mm. Vzorec stehamo in s pomočjo mrežice potopimo v etanol, ter odčitamo rezultat. Rezultat podamo v  $g/cm^3$ . Gostoto po MOHR - WESTFALOVI tehni izračunamo po enačbi 6.



Slika 12: Naprava za merjenje gostote

Enačba 6 za izračun gostote po MOHR – WESTFALOVI tehtnici se glasi spodaj:

$$\rho = \frac{m_0 \cdot \rho_{\text{etanola}}}{(m_0 - m_1)} \left( \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) \quad (6),$$

pri čemer je [16]:

- $\rho$  - gostota materiala ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),
- $m_0$  - masa vzorca na zraku (g),
- $m_1$  - masa vzorca v vodi (g),
- $\rho_{\text{etanola}}$  - gostota etanola ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

#### 2.4.8 Trdota materiala

Trdota materiala se meri po standardu ISO 868. Ta standard predpisuje določanje trdote termoplastičnim in sintetičnim gumam. Odčitano trdoto podamo v Shore-ih tipa A in D. Trdoto gume merimo na 6 mm delu plošče, in sicer v območju med 2–4 cm od levega oz. desnega dela plošče. Površina, tako zgornja kot tudi spodnja, mora biti gladka, paralelna in čista. Pred merjenjem moramo ploščo stabilizirati najmanj 12 ur, pri konstantni temperaturi  $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ . Če želimo opraviti hitri test, ploščo hladimo 10 minut, pod tekočo vodo s temperaturo približno  $18 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ . Nato jo pustimo 10 minut na zraku pri konstantni temperaturi  $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , da se stabilizira. Pred merjenjem se na merilcu trdote prekontrolira ničlišče. Epruveto pri merjenju vstavimo na trdno ravno podlago in nanjo pritismo merilno glavo z iglo znanih dimenzij. Po 3, 15 ali 30 sekundah odčitamo trdoto gume. Pomembno je, da trdoto izmerimo vsaj na treh delih plošče predpisane debeline ter da rezultat podamo kot povprečno vrednost teh odčitkov, saj so lahko rezultati le tako realni. V primeru, da izvajamo meritev po 15 ali 30 sekundah moramo to predpisati k dobljenemu rezultatu. Rezultat podamo v

ShA/ShD in pripišemo po koliko sekundah smo odčitali vrednost. Spodnja slika 13 prikazuje napravo za merjenje trdote Shora A [16].



Slika 13: Naprava za merjenje trdote Shora A v podjetju Uteksol, d. o. o.

#### 2.4.9 Odpornost na trajno deformacijo pri stiskanju

Testiranje izvajamo po standardu ISO 815-1, metoda A. Namen standarda je določiti izgubo efekta spomina oziroma reverzibilnost materiala, ki se nanaša na sposobnost materiala, da se po deformaciji povrne v svojo prvotno obliko in dimenzije. Pri preizkušanju vzorcev gumastih materialov gre za ocenjevanje fizikalnih sprememb, ki nastanejo zaradi stiskanja. Te spremembe lahko ovirajo popolno povrnitev materiala v prvotno stanje. Rezultat preizkusa je odvisen od različnih dejavnikov, kot so čas, temperatura in oblika vzorca v fazah stiskanja in rekuperacije. To omogoča analizo odpornosti materiala na deformacije pod specifičnimi pogoji. Preizkusi stiskanja (CS) se izvajajo pri različnih temperaturnih stopnjah, in sicer pri 23 °C, 70 °C in 100 °C, izjemoma tudi na 120 °C, da se oceni vpliv toplote na reverzibilnost materiala. Ti testi zagotavljajo pomembne podatke za razumevanje obnašanja materialov v različnih okoljih in pogojih uporabe, kar je ključno za njihovo učinkovito in zanesljivo uporabo v praksi. Z enačbo 7 lahko izračunamo odstotek stisljivosti [16].

Spodnja enačba 7 ponazarja enačbo za izračun stisljivosti:

$$CS = \frac{(h_0 - h_1)}{(h_0 - h_s)} \cdot 100 \quad (7),$$

pri čemer je:

- $CS$  - trajna deformacija pri stiskanju (%),
- $h_0$  - debelina oz. višina vzorca pred stisljivostjo (mm),
- $h_s$  - višina distančnika (mm),

- $h_1$  - debelina oz. višina vzorca po stisljivosti (mm).

#### 2.4.10 Odbojna elastičnost

Odbojno elastičnost merimo po standardu ISO 4662. Namen standarda je, da na osnovi odboja uteži pod določeno hitrostjo in obtežitvijo od vzorca ugotovimo prožnost vzorca. Za določitev odbojnih lastnosti uporabimo del testne plošče, ki ima debelino 6 mm. Iz tega dela izrežemo dva kroga. Premer vzorca je lahko med 28–50 mm. Kroga združimo skupaj, tako da dobimo debelino 12 mm in ju vstavimo v zato namenjeno držalo na instrumentu za merjenje odbojnih lastnosti. Instrument pred vsakim merjenjem nastavimo po ponastavitvi (reset), (mode). Nato stisnemo start in počakamo, da instrument izmeri silo šestih zaporednih odbojev in nam poda njihovo povprečje, ki jo odčitamo na ekranu. Pred testiranjem moramo testne plošče obvezno stabilizirati minimalno 12 ur na temperaturi  $23 \pm 2$  °C. Rezultate podamo kot odstotek odboja [%], ki ga odčitamo na ekranu instrumenta. Slika 14 prikazuje instrument za merjenje odbojne elastičnosti v podjetju Uteksol, d. o. o. [16].



Slika 14: Instrument za merjenje odbojne elastičnosti v podjetju Uteksol, d. o. o.

#### 2.4.11 Stiskanje - ustreznost granulatov

Pri določenih materialih zgolj fizikalna testiranja niso zadostna za oceno njihove primernosti, saj poleg ključnih mehanskih in termičnih lastnosti igra pomembno vlogo tudi njihova kakovost za specifične aplikacije, kot so ko-ekstrudirane in ekstrudirane folije. Pri teh materialih je za doseganje ustrezne kakovosti nujno preveriti čistost granulata in njegovo skladnost s specifikacijami za predvideno uporabo. Postopek vizualne kontrole čistosti materiala se izvaja z laboratorijsko stiskalnico, kjer se granulati stisne v tako imenovane "palačinke". Te "palačinke" omogočajo vizualno opazovanje strukture materiala, pri čemer se posebej pozornost namenja morebitni prisotnosti nečistoč, vključkov ali gelastih delcev. Prisotnost teh vključkov lahko pomembno vpliva na homogenost in mehanske lastnosti končnega izdelka, kar je zlasti problematično pri proizvodnji tankih folij, kjer so morebitni defekti bolj izraziti. Na podlagi vizualne analize pridobljenih vzorcev je mogoče oceniti stopnjo čistosti

materiala in odkriti morebitne nepravilnosti, ki bi lahko negativno vplivale na kakovost končnega proizvoda. Ta metoda je zato ključna za zagotovitev visoke kakovosti končnih TPE granulatov, namenjenih nadaljnji predelavi. Na sliki 15 je prikazana stiskalnica Fontijne za pripravo »filma debeline«.



*Slika 15: Stiskalnica za pripravo »filma debeline«*

### 3 EKSPERIMENTALNI DEL

#### 3.1 Uporabljeni materiali

Osrednji del diplomskega dela se osredotoča na analizo stopnje zamreženja termoplastičnega vulkanizata, pri čemer so kot osnova uporabljeni stirenski blok-kopolimeri. V okviru raziskave smo pripravili različne vzorce materialov, ki so bili osnova za nadaljnje analize. V ta namen smo na podlagi standardnega vzorca TV 68A10001B, pripravili vzorec TV 68A10001B – z manjšim odstotkom koncentracije zamreženja in vzorec TV 68A10001B – z višjim odstotkom koncentracije zamreženja. Za primerjavo rezultatov smo vzeli vzorec konkurenčnega materiala ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 NATURAL. Vzorci TV68A10001B so vsebovali polipropilen kot osnovo, obogateno z različnimi komponentami, med drugim:

- oljem za fleksibilnost in stabilnost,
- polnilom, ki zagotavljajo mehanske lastnosti materiala,
- zamreževalom, ki omogočajo nastanek tridimenzionalne mreže,
- stabilizatorjem, za ohranjanje kemijske lastnosti in
- barvami, aditivi ter dodatki, ki izboljšajo estetiko, funkcionalnost ter sposobnost predelave materiala.

Za pripravo štirih vzorcev smo uporabili naslednje materiale s podanimi lastnostmi:

- PP (polipropilen), homopolimer, MFI (230 °C, 2,16 kg) = 7,0 g/ 10 min, Tm = 165 °C,
- SEEPS (stiren – etilen – etilen – propilen – stiren), delno zamrežena struktura, 30 m. % stirenske faze,  $\rho = 0,91 \text{ g/cm}^3$ ,
- SEBS (stiren – etilen – butilen – stiren), linearni triblokkopolimer, razmerje butadien - stiren 69/31, MFI (190 °C, 5 kg) = 6,0 g/10 min,  $\rho = 0,94 \text{ g/cm}^3$ ,
- olje, medicinsko čisto olje,  $\rho (20 \text{ °C}) = 867,6 \text{ kg/cm}^3$  oziroma  $0,8676 \text{ g/cm}^3$ , kinematična viskoznost (40 °C) = 99,8 mm<sup>2</sup> /s,
- drsno sredstvo, M = 607 g/mol,  $\rho = 1,08 \text{ g/cm}^3$ ,
- antioksidant,
- koaktivator,
- organski peroksid,
- UV stabilizator, ki preprečuje barvno spremembo polimernega materiala pri izpostavljenosti le tega UV žarkom in toploti,
- nukleant - polipropilenski matrici je dodan aluminijev hidroksid,
- polnilo CaCO<sub>3</sub>.

Zaradi poslovnih skrivnosti niso navedeni točni nazivi uporabljenih surovin, saj je obstoječa receptura intelektualna lastnina podjetja Uteksol, d. o. o.

### 3.2 Priprava vzorcev

Priprava vzorcev je potekala v treh fazah. V prvi fazi smo izvedli mešanje sestavin posameznih primarnih materialov, kjer smo zmešali posamezne komponente primarnih materialov. Druga faza je vključevala proces kompaundiranja pri katerem smo primarne materiale predelali na dvopolžnem korotirajočem kompaunderju. Ta postopek je omogočil homogeno združitev sestavin in oblikovanje termoplastičnega vulkanizata z želenimi lastnostmi. V tretji fazi smo s postopkom brizganja nabrizgali plošče, ki so bile namenjene za laboratorijske preizkuse. Slika 16 prikazuje nabrizgane plošče za nadaljnje testiranje.



Slika 16: Na brizgane plošče

Za pripravo vzorcev TV68A10001B z zmanjšanim odstotkom koncentracije iniciatorja zamreževanja ter TV68A10001B z večjim odstotkom koncentracije iniciatorja zamreževanja smo v proizvodnji posebej pripravili surovine, ki so bile natančno opredeljene v standardnih recepturah podjetja Uteksol, d. o. o. Materiale, potrebne za pripravo recepture posameznega vzorca, smo podrobno navedli v tabelah 1, 2 in 3 pri čemer so prikazane količine in specifikacije posameznih sestavin. Proces izdelave je potekal po natančno določenem postopku, pri čemer smo surovine skrbno dodajali v mešalec. V mešalcu je nato potekalo intenzivno mešanje in homogeniziranje, kar je ključnega pomena za zagotavljanje enakomerne porazdelitve sestavin ter optimalne lastnosti končnega materiala.

Tabela 1: Receptura za vzorec TV68A10001B standardni vzorec

Št.	Material	Količina m (%)
1	PP	17,42
2	SEEPS	26,42
3	SEBS	
4	OLJE	39,40
5	KOAKTIVATOR	1,83
6	ORGANSKI PEROKSID	1,22
7	POLNILO CaCO <sub>3</sub>	12,19
8	DRSNO SREDSTVO	1,22
9	ANTIOKSIDANT	0,10
10	UV - STABILIZATOR	0,16
11	PP NUCLEANT	0,03
12	SKUPAJ	100

*Tabela 2: Receptura za vzorec TV68A10001B – manjši odstotek zamreževal*

Št.	Material	Količina m (%)
1	PP	17,92
2	SEEPS	27,18
3	SEBS	
4	OLJE	40,54
5	KOAKTIVATOR	0,62
6	ORGANSKI PEROKSID	0,41
7	POLNILO CaCO <sub>3</sub>	12,55
8	DRSNO SREDSTVO	0,54
9	ANTIOKSIDANT	0,10
10	UV - STABILIZATOR	0,10
11	PP NUCLEANT	0,04
12	SKUPAJ	100

*Tabela 3: Receptura za vzorec TV68A10001B – višji odstotek zamreževal*

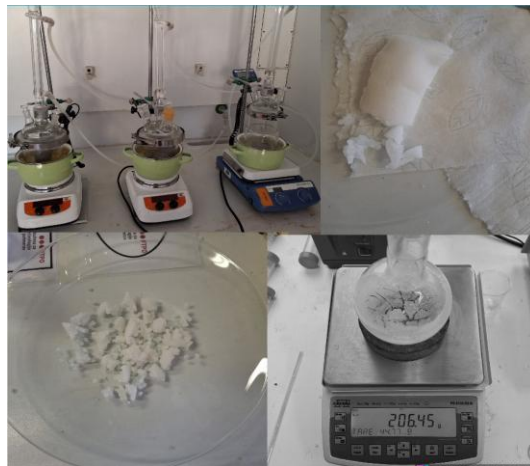
Št.	Material	Količina m (%)
1	PP	17,19
2	SEEPS	26,07
3	SEBS	
4	OLJE	38,89
5	KOAKTIVATOR	3,04
6	ORGANSKI PEROKSID	2,03
7	POLNILO CaCO <sub>3</sub>	12,03
8	DRSNO SREDSTVO	0,52
9	ANTIOKSIDANT	0,10
10	UV - STABILIZATOR	0,10
11	PP NUCLEANT	0,03
12	SKUPAJ	100

### 3.2.1 Kompaundiranje

Proces kompaundiranja obeh vzorcev je bil izveden na dvopolžnem korotirajočem kompaunderju, proizvajalca ICMA v Italiji. Ta naprava je bila ključna za zagotavljanje optimalnih pogojev predelave, pri čemer smo tehnološke parametre skrbno izbrali na podlagi praktičnih izkušenj, kot je razvidno iz tabele 4. Kompaunder je opremljen z dvema polžema, ki omogočata visoke strižne sile, kar je bistveno za homogeno združitev sestavin in doseganje stabilnih lastnosti končnega materiala. Razmerje dimenzij polžev znaša  $L/d = 52$ , kar odraža ustrezno oblikovanje naprave za učinkovito obdelavo materiala. Na sliki 17 je prikazana konfiguracija polžev.



smo natehtali po 12,5 gramov vzorcev TV68A10001B različnih deležev zamreževal in konkurenčni vzorec ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 NATURAL. Te mrežice smo namestili v reaktorske posode, ki smo jih napolnili s 155 mL toluena. Reaktorske posode smo dobro zaprli, vse izhode smo zamašili, na srednji izhod pa smo priključili hladilnik z vodo, za katerega smo napeljali cevi in jih povezali z vodo. Nato smo pričeli segrevati parafinsko olje na temperaturo 135 °C, kar je povzročilo, da je toluen v reaktorski posodi dosegel svoje vrelišče pri 110,6 °C. Segrevanje smo nadaljevali, dokler toluen ni vrel 24 ur. Po 24 urah smo toluen skupaj z gelom prelili iz reaktorja v bučko in ga namestili na rotavapor. Tam smo odstranili toluen oziroma ločili toluen od gela. Nato smo iz mrežic odstranili material, ga stehali in postavili v grelno komoro, da se je material posušil. Po sušenju smo material ponovno stehali in na podlagi mase izračunali stopnjo zamreženja oziroma delež zamrežene strukture. Prav tako smo stehali raztopljen del, ga posušili in ponovno stehali. Na sliki 18 so prikazane različne faze, ki so se izvajale pri postopku raztapljanja materiala v toluenu, vključujejo pripravo, raztapljanje in tehtanje. Ta postopek smo ponovili tudi za material z višjim odstotkom koncentracije zamreženja, za material z nižjim odstotkom zamreženja in konkurenčnim materialom, vendar smo te segrevali v kalotah in ne v olju, kot prikazuje slika 19. Na sliki 20 so prikazani vzorci materialov v obliki gela.



*Slika 18: Raztapljanje materiala v toluenu - v posodah*



*Slika 19: Raztapljanje materiala v toluenu – v kalotah*



*Slika 20: Ostanek gela po raztapljanju v toluenu*

### 3.5 Karakterizacija

#### 3.5.1 Infrardeča spektroskopija Fourirjeve transformacije (FTIR)

Vzorci smo analizirali z napravo ATR FTIR Perkin Elmer Spectrum 65 iz Amerike v območju valovnih števil od  $600\text{ cm}^{-1}$  do  $4000\text{ cm}^{-1}$ , pri ločljivosti  $4\text{ cm}^{-1}$ . Spektre smo posneli za štiri različne materiale.

### 3.5.2 Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)

Analizo smo opravljali na laboratorijskem aparatu Mettler Toledo DSC 2 iz Švice. Vzorce smo pred meritvijo natančno tehtali (med 10 in 30 mg) in jih dali v aluminijaste lončke s kapaciteto 40  $\mu$ L. Meritve smo izvajali v zaščitni dušikovi atmosferi (20 mL/min), kar zagotavlja ustrezno okolje za termično obdelavo vzorcev. Pri sami metodi smo zasnovali več segmentov, ki so omogočili celovito termično obdelavo:

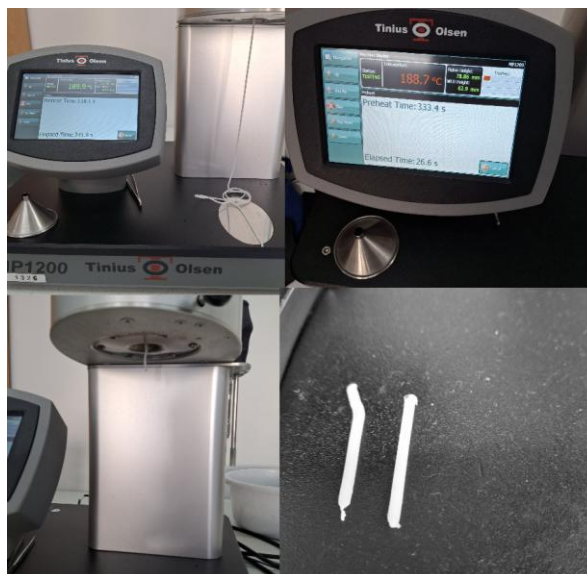
- Prvi segment je bil izveden kot izotermni segment, kjer smo vzorce vzdržali 5 minut pri začetni temperaturi (v negativnem temperaturnem območju).
- Sledil je dinamični segrevani segment s hitrostjo 10,00 K/min, s katerim smo vzorce dosegli končno temperaturo.
- Po doseženi maksimalni temperaturi smo izvedli še en izotermni segment, kjer smo vzorce 5 minut zadržali pri končni temperaturi, s čimer smo "brisali" prejšnjo termično zgodovino.
- Na koncu je sledilo ohlajanje s hitrostjo 10 K/min, pri čemer so bili vsi segmenti celovito ponovljeni.

### 3.5.3 Termogravimetrična analiza (TGA)

Analizo smo izvedli na laboratorijskem aparatu Mettler Toledo TGA/DSC 3+ iz Švice. Napravo smo umerili in preverili delovanje, da bi zagotovili zanesljive rezultate. Vzorce smo segrevali z začetno hitrostjo segrevanja 25  $^{\circ}$ C/min od sobne temperature (25  $^{\circ}$ C) do 700  $^{\circ}$ C v dušikovi atmosferi z dotokom plina 20 mL/min. Nadaljnje segrevanje smo izvedli od 700  $^{\circ}$ C naprej v kisikovi atmosferi, prav tako z dotokom 20 mL/min. Spremljanje spremembe mase vzorcev smo opravili v celotnem temperaturnem intervalu. Atmosferske spremembe so bile izvedene za boljše razumevanje oksidacijskih procesov. TGA omogoča natančno oceno termične stabilnosti in razgradnje materialov.

### 3.5.4 Indeks tečenja taline (MFI)

Indeks tečenja taline (MFI) nam omogoča oceno zmožnosti tečenja materiala v stopljenem stanju. Gre za količino mase, izraženo v gramih, ki skozi šobo preizkusne naprave priteče v določenem časovnem intervalu, pod točno določeno obtežbo in pri določeni temperaturi. Indeks se navaja v g/10 min. Pri izvedbi meritve smo vzorce analizirali na napravi Tinius Olsen iz Amerike, pri temperaturi 190  $^{\circ}$ C in z uporabo obtežbe 5 kg. Na sliki 21 je prikazan utrinek iz testiranja indeksa tečenja MFI.



Slika 21: Testiranje indeksa tečenja MFI

### 3.5.5 Določitev maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu

V skladu z mednarodnim standardom ISO 34-1 se odpornost na maksimalno natezno trdnost pri pretrgu določi za vulkanizirane kavčukove zmesi oziroma tudi za gume in termoplastične elastomere. Postopek temelji na uporabi treh različnih metod, ki omogočajo specifično oceno materialnih lastnosti. Pri prvi metodi se uporabi vzorec, oblikovan v obliki črke T. Druga metoda zahteva, da se vzorec izreže pod določenim kotom brez vnaprej narejene zareze, medtem ko tretja metoda uporablja vzorce, kjer je pri rezanju prisotna vnaprej določena zareza, kot je prikazano na priloženi sliki. Testni vzorci se nato natančno vstavijo v napravo dinamometra, proizvajalca Tinius Olsen, model H25KT iz Amerike. Pri izvedbi testa se vzorci raztegnejo s hitrostjo 500 mm/s, kar omogoča natančno merjenje njihove odpornosti na trgalno trdnost. Za vsak material smo izvedli pet vzorčnih meritev, čemur sledi izračun povprečne vrednosti, da zagotovimo reprezentativnost in zanesljivost dobljenih rezultatov.

### 3.5.6 Določanje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti

Pri testiranju nateznih lastnosti materiala pridobimo ključne podatke o njihovih mehanskih lastnostih. Te meritve omogočajo določanje natezne trdnosti, modula elastičnosti, raztezka pri doseženi natezni trdnosti, pretržne trdnosti, raztezka pri pretrgu in vrednosti Poissonovega števila. Pri termoplastičnih vulkanizatih se osredotočimo predvsem na natezno trdnost, raztezek pri pretrgu in natezni E modul – modul elastičnosti. Izvedbo testov smo zagotovili skladno z mednarodnim standardom ISO 37, kar omogoča ponovljivost in primerljivost rezultatov. Izbran material smo pripravili tako, da smo iz nabrizganih plošč z uporabo ustrezno optimiziranega noža izsekali pet epruвет za posamezen material. Na vsako epruветo

smo namestili dva posebna trakca, postavljena v razmaku minimalno 10 mm, preko katerih laser med raztezanjem natančno zazna spremembo dimenzij. Meritve smo izvedli z uporabo dinamometra modela H25KT, proizvajalca Tinius Olsen. Epruvete smo postavili v napravo, kjer se je test opravljal s konstantno hitrostjo 200 mm/min. Za vsako vrsto materiala smo opravili pet vzorčnih meritev, za katere smo s pomočjo programa izračunali povprečje. Slika 22 prikazuje pripravo vzorcev za testiranje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti.



*Slika 22: Vzorci za raztezek pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti*

### 3.5.7 Gostota materiala

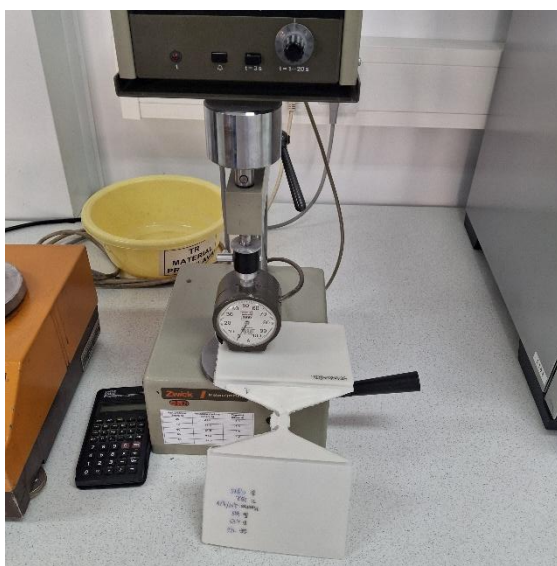
Pri izvedbi postopka smo z nožem izrezali kompaktni del gumijastega materiala, katerega teža je bila med 5 in 12 grami. Nato smo vzorec postavili na tehtnico in natančno izmerili njegovo težo. Po opravljenem merjenju smo pritisnili tipko UNIT na tehtnici. Vzorec gume smo postavili na mrežico in ga potopili v čašo z etanolom. Pri tem smo poskrbeli, da je bila guma popolnoma potopljena in da se mrežica ni dotikala stenam posode. Ko se je gladina etanola umirila, smo ponovno pritisnili tipko UNIT na tehtnici in odčitali gostoto vzorca materiala. Postopek je bil izveden skrbno in natančno, da smo zagotovili zanesljive rezultate pri določanju gostote materiala. Za vse štiri vzorce smo izmerili gostoto. Slika 25 prikazuje merjenje gostote.



Slika 23: Merjenje gostote

### 3.5.8 Trdota materiala

Skladno s standardom ISO 868 smo izvajali meritve trdote materialov po Shoru. Pri tem smo za mehkejše materiale uporabili durometer A, ki deluje z iglo s topo konico, medtem ko se za ocenjevanje trdote trših materialov uporablja durometer D z iglo koničaste oblike. V naših meritvah smo testne plošče debeline 6 mm ocenili z durometrom A, pri čemer smo iglo natančno vtisnili v vzorec in 15 sekund kasneje odčitali merilno vrednost. Vsak vzorec smo merili v treh ponovljenih meritvah, iz katerih smo izračunali povprečno vrednost, s čimer smo zagotovili doslednost in zanesljivost rezultatov. Za vse štiri vzorce smo izmerili trdoto po Shoru A. Na sliki 24 je prikazano merjenje trdote.



Slika 24: Merjenje trdote po Shoru A

### 3.5.9 Odpornost na trajno deformacijo pri stiskanju

Testiranje odpornosti na trajno deformacijo pri stiskanju po standardu ISO 815-1 (metoda A), je potekalo v več korakih. Iz testne plošče, kjer je debelina na določenem delu znašala 6 mm, smo izrezali osem epruvet v obliki krogcev. Iz štirih testnih plošč smo izrezali po 32 testnih vzorcev. Na tem delu smo določili trdoto materiala, saj je trajna deformacija pri stiskanju odvisna od trdote. Nato smo začetno višino vsake epruvete izmerili s kljunastim merilom z natančnostjo na dve decimalki in izmerili tudi višino distančnikov. Dve epruveti smo hkrati vstavili med plošče in jih stisnili na določen odstotek deformacije, ki je v našem primeru znašal  $25 \pm 2 \%$  (višina distančnika). Stisnjene vzorce smo nato postavili v grelne komore z različnimi temperaturnimi nastavitvami. Grelne komore smo nastavili na temperature  $70 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  in  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  ter vanje vstavili vzorce za časovno obdobje 23 ur. En set vzorcev smo pustili pri temperaturi  $23 \text{ }^\circ\text{C}$  (sobna temperatura) za časovno obdobje 72 ur. Po preteku časovnih obdobj smo vzorce vzeli iz grelnih komor in jih pustili na sobni temperaturi za obdobje 30 minut, da so se relaksirali. Po relaksaciji smo višino vzorcev ponovno izmerili s kljunastim merilom, da smo določili končno višino vzorcev. Na podlagi začetnih in končnih višin smo s pomočjo enačbe za stisljivost izračunali odpornost na stisljivost, pri čemer smo rezultate podali v obliki  $CS (70 \text{ }^\circ\text{C} @ 23 \text{ h}) = XX \%$ . Pri vsakem vzorcu smo merili dve paralelki in izračunali povprečno vrednost. Tako pridobljeni rezultati omogočajo analizo reverzibilnosti materiala pod različnimi pogoji. Slika 25 prikazuje pripravo stiskalnice in vstavljanje vzorcev za merjenje odpornosti na stisljivost.



Slika 25: Merjenje odpornosti na trajno deformacijo pri stiskanju (COMPRESSION SET)

### 3.5.10 Odbojna elastičnost

Za določitev odbojnih lastnosti materialov smo uporabili del testne plošče z debelino 6 mm. Iz tega dela smo natančno izrezali dva kroga, katerih premer je bil v območju med 28 in 50 mm. Oba kroga smo nato združili, da smo dobili skupno debelino 12 mm, in ju namestili v namensko držalo na instrumentu, ki je zasnovan za merjenje odbojnih

lastnosti. Instrument smo pred vsakim merjenjem ustrezno pripravili po standardu ISO 4662, pri čemer smo izvedli tudi ponastavitev (reset) in izbiro načina delovanja (mode). Po začetni nastavitvi smo pritisnili tipko START in počakali, da instrument izvede meritev. Instrument je pri vsakem preizkusu izmeril silo šestih zaporednih odbojev in izračunal njihovo povprečno vrednost, ki smo jo nato odčitali na zaslonu. Da bi zagotovili natančnost in zanesljivost rezultatov, smo testne plošče pred meritvami stabilizirali na temperaturi  $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  za obdobje najmanj 12 ur. Na koncu smo dobljene rezultate predstavili kot odstotek odboja, ki je bil odčitán na instrumentu. Postopek smo izvedli na vseh štirih vzorcih, pri katerih smo izmerili odbojno elastičnost in pridobili pomembne podatke za analizo njihovih lastnosti. Na sliki 26 je prikazano merjenje odbojne elastičnosti vzorcev.



*Slika 26: Merjenje odbojne elastičnosti*

### **3.5.11 Stiskanje - ustreznost granulato**

Pri izvedbi tega testa smo uporabili čist lonček za granulato, analitsko tehtnico, prozorno folijo, stikalne plošče, toplotno odporne rokavice in štoparico. Najprej smo nastavili temperaturo stiskalnice na  $190 \text{ }^\circ\text{C}$ . Nato smo s pomočjo analitske tehtnice natehtali 6 gramov čistega granulata in ga previdno nasuli v lonček. Ploščo, očiščeno s specialnim bencinom ali etanolom, smo pripravili tako, da smo na njeno velikost prirezali folijo. Na sredino te folije, z uporabo krožne šablone s premerom približno 7 cm, smo čim bolj enakomerno razporedili natehtan granulato. Nato smo granulato prekrili z drugo folijo, na katero smo položili še drugo stikalno ploščo. Plošče z granulatnim vzorcem smo potisnili v že segreto stiskalnico. Postopek stiskanja je potekal tako, da smo granulato najprej stiskali 90 sekund pod pritiskom med 10 in 14 kN. Po tem smo pritisk povečali na vrednosti med 190 in 200 kN ter nadaljevali s stiskanjem še dodatnih 60 sekund. Po končanem stiskanju smo temperaturo spustili na  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  ali manj, pri čemer smo odprli ročico za dovod vode in plošče ohlajali, dokler temperatura ni dosegla  $70 \text{ }^\circ\text{C}$  ali manj. Ko je bila dosežena želena temperatura, smo dovod vode zaprli in za približno 10 sekund odprli dovod zraka. Nato smo dovod zraka zaprli, sprostili pritisk stiskalnice in plošče previdno odstranili. Na koncu smo iz štirih vzorcev izdelali štiri filme debeline.

## 4 REZULTATI IN DISKUSIJA

### 4.1 Določitev vsebnosti gela oz. deleža zamrežene strukture

Stopnjo zamreženja oziroma delež zamrežene strukture smo določili z uporabo ustrezne enačbe za izračun deleža zamreženega dela v materialu. Rezultati v tabelah od 5 do 8, kažejo jasen in pričakovan trend: stopnja zamreženja se sistematično povečuje z večanjem deleža zamreževala v posameznih vzorcih. Standardni vzorec dosega stopnjo zamreženja 51,7 %, medtem ko ima vzorec z manjšim odstotkom zamreževala najnižjo vrednost, in sicer 50,6 %. Nasprotno pa vzorec z višjim deležem zamreževala doseže 53,1 %, kar potrjuje neposreden vpliv višje koncentracije zamreževala na učinkovitejšo tvorbo zamrežene strukture. Konkurenčni vzorec dosega najvišjo izmerjeno stopnjo zamreženja – 56,8 %, kar kaže na optimizirano formulacijo za doseganje večje mrežne gostote. Razlika med vzorcem z najmanjšim deležem zamreževala (50,6 %) in tistim z največjim (56,8 %) nedvoumno potrjuje korelacijo med koncentracijo zamreževala in učinkovitostjo zamreženja. Podrobnejša analiza sestave razkriva ključno vlogo uporabljenih komponent v procesu zamreženja. Organski peroksid in koaktivator, ki skupaj sprožita radikalsko mreženje, pomembno prispevata k nastanku zamrežene strukture. Povečana vsebnost teh komponent pri vzorcu z višjim deležem zamreževala (2,03 % peroksida in 3,04 % koaktivatorja) v primerjavi s standardnim vzorcem (1,22 % peroksida in 1,83 % koaktivatorja) potrjuje njun sinergijski vpliv na dvig stopnje zamreženja. Poleg kemičnih zamreževalcev na končne mehanske lastnosti pomembno vpliva tudi razmerje uporabljenih elastomerov SEEPS (stiren – etilen – etilen – propilen – stiren) in SEBS (stiren – etilen – butilen – stiren). Čeprav je vpliv teh elastomerov na zamreženje posreden, lahko razlike v njihovih deležih vplivajo na fleksibilnost, elastičnost in toplotno odpornost materiala. Nadaljnje analize, na primer mehanske in dinamično mehanske preiskave, bi lahko natančneje opredelile njihov specifičen vpliv na končne lastnosti in delovanje zamreženih sistemov.

#### TV68A10001B – standardni vzorec

*Tabela 5: Rezultati standardnega vzorca*

ŠT. PARALELKE	VSEBNOST GELA [%]
1	51,6
2	51,7
3	51,8
POVPREČJE	51,7
STANDARDNA DEVIACIJA	0,1

**TV68A10001B – vzorec z manjšim odstotkom zamreževala***Tabela 6: Rezultati vzorca z manjšim odstotkom zamreževal*

ŠT. PARALELKE	VSEBNOST GELA [%]
1	53,1
2	51,4
3	47,3
POVPREČJE	50,6
STANDARDNA DEVIACIJA	2,4

**TV68A10001B - vzorec z višjim odstotkom zamreževala***Tabela 7: Rezultati vzorca z višjim odstotkom zamreževal*

ŠT. PARALELKE	VSEBNOST GELA [%]
1	57,6
2	52,2
3	49,4
POVPREČJE	53,1
STANDARDNA DEVIACIJA	3,4

**ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 – konkurenčni vzorec***Tabela 8: Rezultati konkurenčnega vzorca*

ŠT. PARALELKE	VSEBNOST GELA [%]
1	57,7
2	56,2
3	56,6
POVPREČJE	56,8
STANDARDNA DEVIACIJA	0,6

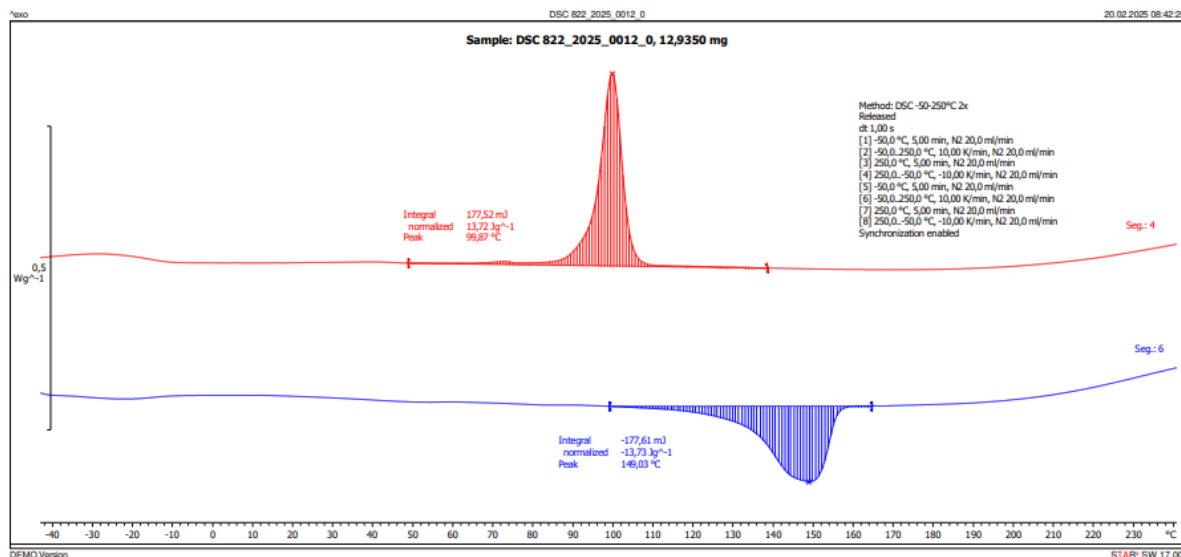
## 4.2 Infrardeča spektroskopija s Fourirjevo transformacijo (FTIR)

FTIR analiza vzorcev je razkrila ključne informacije o kemijski sestavi materialov ter vplivu zamrežene formulacije in postopka raztapljanja na kemijsko strukturo polimera. Vzorci pred raztapljanjem kažejo jasno izražene absorpcijske trakove, značilne za metilne in metilenske skupine ( $2919\text{--}2850\text{ cm}^{-1}$ ), esterske in etrske vezi ( $1260\text{--}1109\text{ cm}^{-1}$ ) ter aromatske obroče ( $874\text{--}699\text{ cm}^{-1}$ ), kar potrjuje prisotnost osnovnih funkcionalnih skupin znotraj polimerne matrike. Pri vzorcih z manjšim deležem zamreževala FTIR spekter po raztapljanju kaže premik absorpcijskega traku karbonilne skupine (C=O) iz  $1636\text{ cm}^{-1}$  na  $1645\text{ cm}^{-1}$ . Pri vzorcih z višjim deležem zamreževala so spremembe še bolj izrazite. Obenem vrh pri  $1699\text{ cm}^{-1}$  ni več prisoten, prisoten pa je vrh pri  $1746\text{ cm}^{-1}$ . Podobna opažanja veljajo tudi za konkurenčni vzorec po raztapljanju. Višja stopnja zamreženja se izraža v večji kemijski stabilnosti, manjši gibljivosti verig in večji gostoti mreže, kar ima neposreden vpliv na mehanske lastnosti in toplotno stabilnost materiala.

## 4.3 Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)

Primerjava DSC termogramov (na sliki 29 in v prilogi 2) za različne vzorce – standardni vzorec, vzorec z nižjim odstotkom zamreženja, vzorec z višjim odstotkom zamreženja in vzorec konkurenčnega proizvajalca – pred in po raztapljanju v toluenu v obliki gela razkriva pomembne spremembe v termičnih lastnostih in vedenju materialov. Skupna značilnost vseh vzorcev je prisotnost eksotermnih in endotermnih vrhov, ki so povezani z različnimi faznimi prehodi materiala. Eksotermni vrhovi, ki se pojavijo pri temperaturah med  $87\text{ °C}$  in  $121\text{ °C}$ , kažejo na procese oddajanja toplote, kot je npr. hladna kristalizacija ali reorganizacija strukture. Ti vrhovi ostajajo prisotni tudi po raztapljanju v toluenu, kar nakazuje, da osnovna sposobnost materiala za rekristalizacijo ni popolnoma izničena, čeprav pride do premika temperature vrhov in sprememb v njihovih integriranih vrednostih. Endotermni vrhovi, ki so povezani s procesi taljenja ali večjimi strukturnimi reorganizacijami, se v vseh primerih po raztapljanju premaknejo, najpogosteje na višje temperature, kar nakazuje na spremembo notranje strukture in potencialno večjo toplotno stabilnost materiala. Pri standardnem vzorcu je endotermni vrh pred raztapljanjem zabeležen pri  $149,0\text{ °C}$ , po raztapljanju se rahlo zniža na  $143,0\text{ °C}$ , ob tem se njegova entalpija poveča (z  $-13,7\text{ J/g}$  na  $-21,2\text{ J/g}$ ), kar nakazuje na spremembo v kristaliničnosti in morda povečano vsebnost amorfne faze po ponovni gelaciji. Eksotermni vrh se po raztapljanju premakne na nižjo temperaturo ( $87,2\text{ °C}$ ) in kaže rahlo nižjo energijsko vrednost, kar nakazuje na delno reorganizacijo strukture, ki pa še vedno omogoča določeno kristalizacijo. Vzorec z nižjim odstotkom zamreženja kaže po raztapljanju zmanjšanje entalpije endotermnega vrha (iz  $-15,0\text{ J/g}$  na  $-9,4\text{ J/g}$ ), medtem ko se temperatura vrha dvigne s  $151,2\text{ °C}$  na  $155,2\text{ °C}$ . To pomeni, da je material po raztapljanju manj kristaliničen, saj se manj energije porabi za taljenje ali reorganizacijo. Eksotermni vrh se s  $99,9\text{ °C}$  pomakne na  $107,9\text{ °C}$ , z nižjim integralom, kar prav tako kaže na zmanjšano sposobnost za rekristalizacijo. Skupno to pomeni, da nižji delež

zamreženja vodi do večje občutljivosti strukture na raztapljanje in posledično slabše termične stabilnosti. V primeru vzorca z višjim odstotkom zamreženja se po raztapljanju endotermni vrh premakne na višjo temperaturo (iz 148,9 °C na 157,2 °C) in se entalpija rahlo poveča, kar kaže na boljšo ohranitev oziroma celo izboljšanje kristalinične strukture materiala. Eksotermni vrh se prav tako prestavi višje (iz 101,0 °C na 112,2 °C), s precejšnjim povečanjem entalpije (iz 12,8 J/g na 20,2 J/g), kar kaže na intenzivnejši proces faznega prehoda in večjo sposobnost urejanja strukture. To potrjuje, da višji delež zamreženja prispeva k večji strukturalni stabilnosti in toplotni odpornosti gela po raztapljanju. Pri vzorcu konkurenčnega proizvajalca se po raztapljanju endotermni vrh prestavi s 154,0 °C na 163,7 °C, kar pomeni znatno povečanje toplotne stabilnosti. Prav tako se poveča entalpija vrha (iz -13,0 J/g na -20,2 J/g), kar kaže na povečano kristaliničnost po ponovni gelaciji. Eksotermni vrh se premakne na višjo temperaturo (s 111,9 °C na 121,1 °C), prav tako z višjo energijsko vrednostjo (iz 13,8 J/g na 16,2 J/g). To kaže, da material konkurenčnega proizvajalca po raztapljanju ohrani oziroma celo okrepi svojo kristalinično strukturo in je toplotno zelo stabilen. Skupno lahko zaključimo, da raztapljanje v toluenu močno vpliva na termične lastnosti vseh vzorcev, vendar v različni meri, odvisno od začetne stopnje zamreženja in kemijske zasnove materiala. Višja stopnja zamreženja in ustrezna formulacija omogočata boljšo ohranitev ali celo izboljšanje kristaliničnosti po raztapljanju, kar je ključno za uporabo teh materialov v aplikacijah, kjer je pomembna toplotna stabilnost. Slika 27 prikazuje DSC analizo standardnega vzorca pred postopkom raztapljanja. V prilogi 1 (slike od 31 - 38) so prikazani grafi DSC analiz.



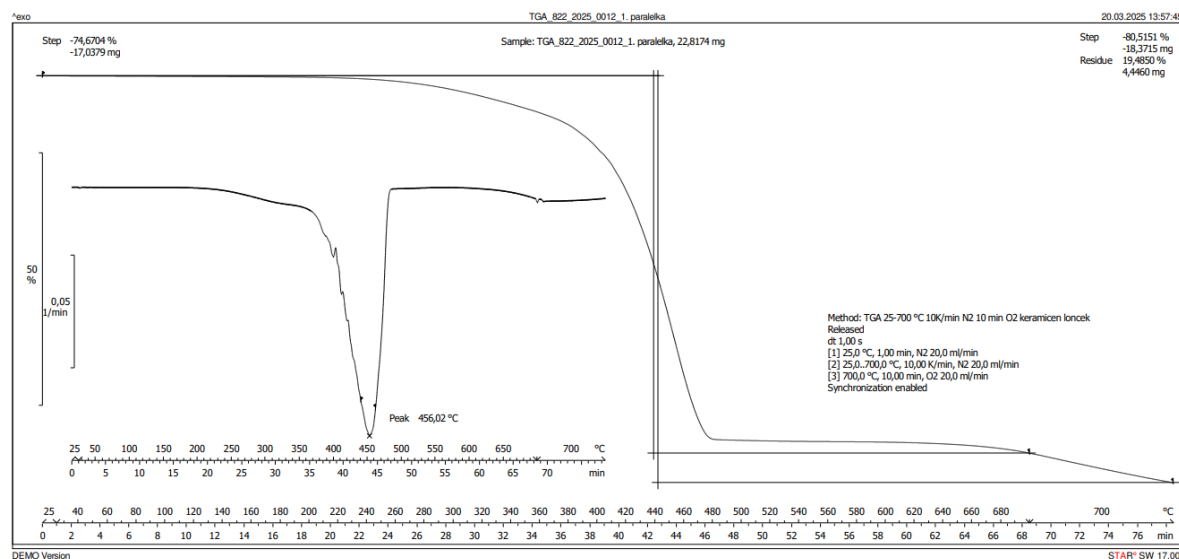
Slika 27: DSC analiza – standardni vzorec

#### 4.4 Termogravimetrična analiza (TGA)

Na podlagi TGA različnih vzorcev pred in po raztapljanju so bile ugotovljene pomembne razlike v poteku toplotne razgradnje, ki kažejo na vpliv raztapljanja na strukturo, kemično sestavo in toplotno stabilnost materialov.

Pri standardnem vzorcu po raztapljanju sta bili opaženi dve glavni stopnji zmanjšanja mase. Prva se je zgodila med 200 °C in 350 °C, z izgubo 43,1 % (5,7 mg), druga pa med 350 °C in 500 °C, z dodatno izgubo 49,3 % (6,5 mg). Kritični temperaturi razgradnje sta bili 326,5 °C in 426,9 °C. Kritična temperatura razgradnje je temperatura, pri kateri material začne hitro izgubljati maso zaradi toplotne razgradnje. Nasprotno je neraztopljeni vzorec izgubil manj mase v prvi fazi (23,4 % oz. 4,2 mg), več v drugi (56,0 % oz. 10,1 mg), skupno pa 85,6 % oz. 15,4 mg, z ostankom 14,4 % (2,6 mg). Kritični temperaturi 324,2 °C in 454,7 °C kažeta na višjo toplotno stabilnost posameznih komponent v začetni fazi. Vzorec z nižjim odstotkom zamreževala je po raztapljanju je v isti prvi fazi izgubil le 17,7 % mase (1,0 mg), vendar je skupna izguba še vedno znašala 90,5 % (5,1 mg), z večjim ostankom 9,5 % (0,5 mg). Kritična temperatura razgradnje je ostala skoraj nespremenjena (452,5 °C), kar kaže, da raztapljanje ne vpliva na temperaturo glavne razgradnje, temveč na količino mase, ki se izgubi v posameznih fazah. Pri vzorcu z višjim odstotkom zamreževala so bile pred raztapljanjem opazne tri razgradne faze. Prva je potekala med 200 °C in 350 °C (38,7 % oz. 2,9 mg), druga med 350 °C in 500 °C (47,8 % oz. 3,6 mg), ostanek je znašal 1,1 % (0,8 mg), z razgradnimi vrhovi pri 317,5 °C, 451,4 °C in 695,1 °C. Po raztapljanju se je v prvi fazi masa znižala za 13,5 % (0,7 mg), v drugi pa 64,8 % (3,4 mg), z večjim ostankom 7,5 % (0,4 mg). Kritične temperature so bile rahlo pomaknjene (288,5 °C, 453,0 °C, 695,0 °C), kar kaže na prestrukturiranje materiala in tvorbo bolj termično odpornih segmentov. Konkurenčni vzorec pred raztapljanjem je imel eno glavno stopnjo razgradnje med 250 °C in 500 °C (85,3 % oz. 9,5 mg), ostanek je znašal 14,6 % (1,6 mg), s kritično temperaturo 453,7 °C. Po raztapljanju je bila izguba mase v isti fazi nekoliko manjša (83,7 % oz. 12,9 mg), ostanek pa višji (16,2 % oz. 2,5 mg), z višjo kritično temperaturo 460,8 °C, kar potrjuje večjo toplotno stabilnost. Primerjava vseh vzorcev kaže, da raztapljanje pomembno vpliva na termične lastnosti polimerov. Čeprav se temperature glavnih razgradnih faz ne spremenijo bistveno, se spremeni delež izgubljene mase v posameznih fazah in količina preostalih ostankov. Vzorce po raztapljanju odlikuje večja začetna izguba mase pri standardnem vzorcu, kar nakazuje na manjšo zamreženost ali prisotnost bolj labilnih komponent, medtem ko pri vzorcih z večjim odstotkom zamreževal pride do manjše začetne izgube in večjega ostanka, kar kaže na večjo strukturno stabilnost. Večja količina toplotno odpornih ostankov po raztapljanju v vseh primerih kaže na nastanek novih stabilnih struktur. Skupno gledano raztapljanje ne deluje zgolj kot odstranitveni postopek, temveč kot kemični proces, ki pomembno preoblikuje notranjo zgradbo in s tem tudi toplotno stabilnost materialov. Kljub tem spremembam vsi vzorci ohranjajo dovolj visoko toplotno stabilnost za potencialno uporabo v visokotemperaturnih pogojih. Slika 28 prikazuje TGA analizo za

standardni vzorec pred postopkom raztapljanja. V prilogi 2 (slike od 39 - 46) so prikazani grafi TGA analiz.



Slika 28: TGA analiza – standardni vzorec

#### 4.5 Indeks tečenja taline (MFI)

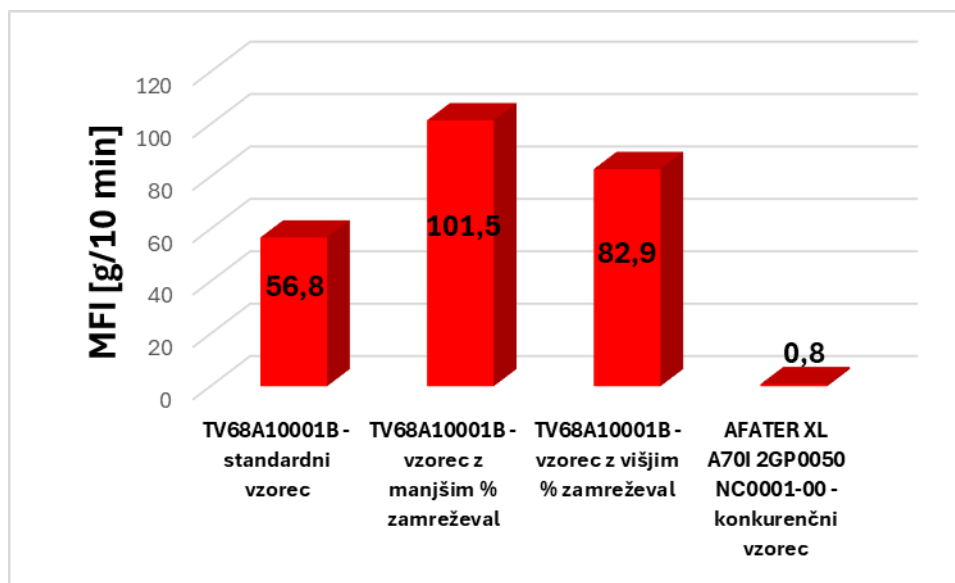
V tabeli 9 so prikazani rezultati indeksa tečenja taline (MFI).

Tabela 9: Rezultati indeksa tečenja taline (MFI)

VZOREC	POGOJI TESTA	REZULTAT MFI [g/10 min]
TV68A10001B – standardni vzorec	190 °C / 5 kg	56,8
TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževal	190 °C / 5 kg	101,5
TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževal	190 °C / 5 kg	82,9
ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 – konkurenčni vzorec	190 °C / 5 kg	0,8

Izvedena meritev MFI razkriva zanimive razlike v tečenju med različnimi vzorci. Standardni vzorec TV68A10001B doseže MFI 56,8 g/10 min, kar kaže na uravnoteženo tečenje materiala, primerno za običajno obdelavo. Vzorec z manjšim odstotkom zamreževal prikazuje bistveno višji MFI 101,5 g/10 min, kar nakazuje na zmanjšano zamreženost in posledično večjo pretočnost materiala. Na drugi strani ima vzorec z višjim odstotkom zamreževal MFI 82,9 g/10 min, kar kaže na izboljšano zamreženost, ki hkrati ohranja zadovoljivo pretočnost materiala. Konkurenčni vzorec ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 ima občutno nižji MFI 0,79 g/10 min, kar nakazuje na veliko zamreženost ali drugačno sestavo, ki materialu daje nižjo pretočnost in drugačne procesne lastnosti. Meritve so bile opravljene pod istimi pogoji, in sicer 190 °C / 5 kg 30 BRIZ REZ, rezultat je podan v g/10 min, vendar je konkurenčni

material bil opravljen pod metodo 1,7 REZ. Za boljši pregled je od spodaj še diagram (slika 29), ki barvito prikazuje tečenje materiala – v obliki stolpičnega diagrama.



Slika 29: Stolpični diagram indeksa tečenja taline

#### 4.6 Določitev maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu

Tabela 10: Rezultati maksimalne natezne trdnosti

	TV68A10001B - standardni vzorec	TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževal	TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževal	ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 - konkurenčni vzorec
MAKSIMALNA NATEZNA TRDNOST [N/mm]	29,2 ± 1,0	31,3 ± 0,8	29,2 ± 0,6	28,8 ± 0,7

Rezultati v tabeli 10 kažejo, da je vzorec z manjšim odstotkom zamreževala (TV68A10001B) dosegel najboljše rezultate glede natezne trdnosti. Povprečna trgalna trdnost je bila najvišja, pri čemer je bil odmik med meritvami zelo majhen. To nakazuje, da zmanjšanje deleža zamreževala pozitivno vpliva na lastnosti materiala. Standardni vzorec je imel podobno trgalno trdnost kot vzorec z večjim odstotkom zamreževala, vendar se slednji izkaže z večjo enakomernostjo med rezultati. Kljub temu oba vzorca kažeta dobre rezultate, vendar ne presejata izboljšane vzorca z manjšim odstotkom zamreževala. Konkurenčni vzorec (ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00) je pokazal nekoliko nižjo trgalno trdnost od vseh testiranih vzorcev TV68A10001B. Ta vzorec ne dosega nivoja, ki ga zagotavljajo preostali vzorci. Na splošno rezultati jasno izpostavljajo prednost optimiziranega vzorca z manjšim deležem zamreževala, ki ne le dosega višjo trgalno trdnost, temveč tudi večjo zanesljivost rezultatov. V prilogi 3 (slike 48, 50, 52 in 54) so grafično prikazani rezultati trgalnega testa.

#### 4.7 Določanje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti

V tabeli 11 so prikazani rezultati raztezka ob pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti pri 100 % in pri 300 %.

Tabela 11: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti

	TV68A10001B - standardni vzorec	TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževala	TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževala	ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 - konkurenčni vzorec
<b>NATEZNA TRDNOST [MPa]</b>	6,0 ± 0,2	6,7 ± 0,4	6,1 ± 0,1	5,4 ± 0,3
<b>RAZTEZEK OB PRETRGU [%]</b>	485,0 ± 21,5	555,0 ± 35,3	279,0 ± 12,6	572,0 ± 29,5
<b>MODUL ELASTIČNOSTI PRI 100 % [MPa]</b>	2,5 ± 0,1	2,5 ± 0,1	3,6 ± 0,1	2,6 ± 0,1
<b>MODUL ELASTIČNOSTI PRI 300 % [MPa]</b>	4,3 ± 0,1	4,1 ± 0,1	/	3,7 ± 0,1

Rezultati testiranja nateznih lastnosti materialov dajejo zanimive rezultate. Standardni material ima natezno trdnost 6,0 MPa, ki se poveča na 6,7 MPa ob uporabi manjšega odstotka zamreževala. To nakazuje, da zamreženje ugodno vpliva na mehanske lastnosti. V nasprotju s tem je pri višjem odstotku zamreževala opaziti rahlo zmanjšanje trdnosti na 6,1 MPa, kar lahko pomeni negativne učinke zaradi prekomernega zamreževanja, ki omejuje elastičnost. Konkurenčni material se po natezni trdnosti uvršča najnižje, z vrednostjo 5,4 MPa, kar kaže na slabšo trdnost v primerjavi s testiranimi materiali. Raztezek pri pretrgu pri standardnem materialu dosega 485 %, kar je dokaz visoke elastičnosti. Z manjšim odstotkom zamreževala se ta raztezek poveča na 555 %, kar potrjuje dodatno izboljšanje elastičnih lastnosti. Vendar pa višji odstotek zamreževala bistveno zmanjša raztezek na 279 %, kar kaže na omejeno sposobnost materiala za raztezanje. Konkurenčni material dosega največji raztezek pri pretrgu, 572 %, vendar ima zaradi tega nižjo natezno trdnost, kar nakazuje, da je bolj elastičen, a manj odporen na obremenitve. Analiza modulov elastičnosti razkriva, da ima standardni material pri 100 % raztezka modul elastičnosti 2,5 MPa, pri 300 % pa naraste na 4,3 MPa. Material z manjšim odstotkom zamreževala ima nekoliko nižje vrednosti modulov (2,5 MPa pri 100 % in 4,1 MPa pri 300 %), kar sovпада z njegovo povečano elastičnostjo. Material z višjim odstotkom zamreževala je bolj tog, saj je

modul pri 100 % raztezka 3,6 MPa, raztezka do 300 % pa ni bilo mogoče doseči, kar pomeni, da je material postal preveč tog. Konkurenčni material dosega modul elastičnosti 2,6 MPa pri 100 % raztezka in 3,7 MPa pri 300 %, kar ga uvršča med standardni material in vzorec z manjšim odstotkom zamreževala. Skratka, dodatek manjšega odstotka zamreževala se izkazuje kot optimalen pristop za izboljšanje mehanskih lastnosti materiala, saj povečuje tako natezno trdnost kot elastičnost. Prekomerno zamreževanje negativno vpliva na raztezne lastnosti, medtem ko konkurenčni material sicer izkazuje visoko elastičnost, a na račun nižje trdnosti. V prilogi 3 (slike 47, 49, 51 in 53) so prikazani grafi rezultatov raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula.

#### 4.8 Gostota materiala

*Tabela 12: Rezultati gostote za vzorce*

VZOREC	GOSTOTA (g/cm <sup>3</sup> )
TV68A10001B – standardni vzorec	0,98
TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževala	0,98
TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževala	0,99
ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 – konkurenčni vzorec	0,95

Gostota materialov, kot je prikazano v tabeli 12, ponuja vpogled v strukturo in sestavo posameznih vzorcev. Standardni vzorec TV68A10001B in vzorec z manjšim odstotkom zamreževala imata enako gostoto 0,98 g/cm<sup>3</sup>. To kaže, da zmanjšanje deleža zamreževala ne povzroča opaznih sprememb v gostoti materiala, saj manjši odstotek zamreževala ne vpliva bistveno na prostorsko porazdelitev molekul. Pri vzorcu TV68A10001B z višjim odstotkom zamreževala opazimo rahlo povečanje gostote na 0,99 g/cm<sup>3</sup>. To nakazuje, da višji odstotek zamreževala povečuje gostoto materiala, verjetno zaradi bolj zgoščene molekularne strukture, ki nastane zaradi intenzivnejšega zamreženja. Konkurenčni vzorec ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 ima gostoto 0,95 g/cm<sup>3</sup>, kar je nekoliko nižje kot pri ostalih vzorcih. Razliko je mogoče pripisati drugačni materialni sestavi ali proizvodnemu procesu, kar vodi v manj kompaktno in manj gosto strukturo. Gostota materialov je tesno povezana z notranjo strukturo in zamreženjem molekul. Višji odstotek zamreževala pogosto povzroči bolj kompaktno in tesno povezano strukturo, kar poveča gostoto.

Razlika v gostoti konkurenčnega vzorca je lahko posledica različnih kemičnih sestav ali proizvodnih tehnik, ki vplivajo na gostoto. Takšne razlike v gostoti kažejo na prilagodljivost materialov za različne aplikacije, saj gostota vpliva na njihove mehanske, termične in druge lastnosti.

#### 4.9 Odpornost na trajno deformacijo pri stiskanju

V tabeli 13 so prikazani rezultati trajne deformacije pri stiskanju (CS).

*Tabela 13: Rezultati trajne deformacije pri stiskanju*

TEST STISLJIVOSTI CS (%)	TV68A10001B – standardni vzorec	TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževal	TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževal	ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 – konkurenčni vzorec
23 h 120 °C	63,7	59,6	64,3	53,1
23 h 100 °C	53,6	55,3	45,7	43,0
23 h 70 °C	45,2	46,0	39,6	37,0
72 h 23 °C	25,4	24,7	23,8	25,4

Rezultati trajne deformacije pri stiskanju za štiri različne vzorce materialov so pokazali različne odzive glede na temperaturne pogoje in čas izpostavljenosti. Standardni vzorec TV68A10001B je po 23 urah pri 120 °C dosegel stisljivost 63,7 %, pri 100 °C 53,6 %, pri 70 °C 45,2 %, medtem ko je po 72 urah pri sobni temperaturi (23 °C) znašala 25,4 %. Vzorec z manjšim odstotkom zamreževala istega materiala je imel nekoliko nižjo stisljivost pri 120 °C (59,6 %), a višjo pri 100 °C (55,3 %) in 70 °C (46,0 %), medtem ko je pri sobni temperaturi dosegel 24,7 %. Nasprotno pa je imel vzorec z višjim odstotkom zamreževala najvišjo stisljivost pri 120 °C (64,3 %), vendar se je izkazal kot mehansko najbolj stabilen pri nižjih temperaturah, saj je stisljivost pri 100 °C znašala 45,7 %, pri 70 °C 39,6 %, in pri 23 °C le 23,8 %. Konkurenčni vzorec ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 je imel najnižje vrednosti stisljivosti pri vseh višjih temperaturah, kar pomeni boljšo odpornost na deformacijo 53,1 % pri 120 °C, 43,0 % pri 100 °C in 37,0 % pri 70 °C. Pri sobni temperaturi je stisljivost znašala enako kot pri standardnem vzorcu, to je 25,4 %. Iz primerjave je razvidno, da je konkurenčni vzorec najbolj odporen na deformacijo pri višjih temperaturah, medtem ko se vzorec TV68A10001B z višjim odstotkom zamreževala najbolje obnese pri nižjih temperaturah, z najmanjšo stisljivostjo pri 70 °C in 23 °C. Standardni vzorec in vzorec z manjšim odstotkom zamreževala kažeta srednje vrednosti stisljivosti, kar pomeni, da so njihove mehanske lastnosti manj optimizirane za ekstremne pogoje.

#### 4.10 Trdota materiala

Rezultati trdote po Shoru A so prikazani v spodnji tabeli, št. 14.

*Tabela 14: Rezultati trdote po Shoru A*

VZOREC	TRDOTA po (Shoru A)
TV68A10001B – standardni vzorec	67,8
TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževala	67,9
TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževala	71,6
ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 – konkurenčni vzorec	69,1

Standardni vzorec TV68A10001B ima trdoto 67,8 (Shora A), kar kaže na uravnoteženo strukturo z ustrezno povezanostjo molekul. Vzorec TV68A10001B z manjšim ujemanjem med paralelkami ima trdoto 67,9 (Shore A), kar je skoraj identično standardnemu vzorcu. To nakazuje, da zmanjšanje dodanega zamreževala ni bistveno vplivalo na trdoto materiala, saj notranja struktura ostaja relativno stabilna. Vzorec TV68A10001B z višjim odstotkom zamreževala pa izstopa z najvišjo trdoto 71,6 (Shora A). Povečanje deleža zamreževala vodi v bolj povezano in kompaktno molekularno strukturo, kar materialu daje večjo odpornost na deformacijo in posledično višjo trdoto. Konkurenčni vzorec ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 ima trdoto 69,1 (Shora A), ki je višja od standardnega vzorca, vendar nižja od vzorca z višjim odstotkom zamreževala. To nakazuje, da ima konkurenčni vzorec drugačno kemično sestavo ali proizvodne postopke, ki zagotavljajo trdoto na podobni ravni, vendar ne dosega enake kompaktne molekularne povezanosti kot vzorec z višjim deležem zamreževala.

Razlike v trdoti izhajajo predvsem iz deleža zamreženih agentov in povezanosti molekul v materialu. Višji delež zamreževala vodi v bolj kompaktno strukturo, ki povečuje trdoto in odpornost materiala. Konkurenčni vzorec sicer dosega relativno visoko trdoto, vendar pa nižji delež zamreženja ali drugačna sestava preprečujeta doseganje najvišje ravni trdote. Poleg tega lahko vplivajo tudi drugi proizvodni parametri, kot so temperatura, tlak in uporaba dodatkov, ki spreminjajo mehanske lastnosti.

#### 4.11 Odbojna elastičnost

Rezultati odbojne elastičnosti so prikazani v tabeli 15.

*Tabela 15: Rezultati odbojne elastičnosti*

VZOREC	ODBOJNA ELASTIČNOST - OE (%)
TV68A10001B – standardni vzorec	42,8
TV68A10001B – vzorec z manjšim % zamreževal	41,8
TV68A10001B – vzorec z višjim % zamreževal	41,2
ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 – konkurenčni vzorec	40,4

Rezultati odbojne elastičnosti (OE) med vzorci razkrivajo razlike, ki so posledica njihove sestave in količine zamreženih agentov v strukturi materialov. Standardni vzorec TV68A10001B ima najvišjo odbojno elastičnost, ki znaša 42,8 %, kar kaže na dobro ohranitev prožnosti materiala. Vzorec z manjšim deležem zamreževala ima nekoliko nižjo odbojno elastičnost 41,8 %, kar nakazuje, da zmanjšanje vpliva na zmanjšanje prožnosti, čeprav je učinek relativno majhen. Vzorec z višjim odstotkom zamreževala ima odbojno elastičnost 41,2 %, kar kaže na opaznejše zmanjšanje prožnosti, kar je lahko posledica bolj toge molekularne strukture zaradi intenzivnejšega zamreženja. Konkurenčni vzorec ALFATER XL A70I 2GP0050 NC0001-00 ima najnižjo odbojno elastičnost 40,4 %, kar kaže na manjšo prožnost v primerjavi z ostalimi vzorci.

Razlike v odbojni elastičnosti so tesno povezane z odstotkom dodanega zamreževala in kemijsko sestavo materialov. Višji odstotek zamreževala vodi v bolj kompaktno in togo molekularno mrežo, kar zmanjšuje sposobnost materiala, da se povrne v prvotno obliko po deformaciji. Po drugi strani pa manjši odstotek zamreževal omogoča večjo prožnost in s tem boljšo odbojno elastičnost. Konkurenčni vzorec kaže najnižjo vrednost odbojne elastičnosti, kar lahko nakazuje na drugačno kemijsko sestavo ali proizvodne postopke, ki povzročajo manj povezano strukturo in posledično nižjo prožnost.

#### 4.12 Stiskanje – ustreznost granulativ

Pri stiskanju granulativ v filme debeline so se pokazale opazne razlike v površinski strukturi med različnimi vzorci, kar odraža njihove notranje značilnosti in sestavo. Material TV68A10001B - standardni vzorec kaže luknjasto površino filma, kar je značilno za TPV materiale. To nakazuje na specifično strukturo in razporeditev materiala med stiskanjem, kjer se zračni žepki ali neenakomernosti v notranji sestavi odrazijo kot luknjice na površini. Pri materialu TV68A10001B - vzorcu z manjšim odstotkom zamreževala so vidne le posamezne luknjice na površini filma. To pomeni, da manjši delež zamreževala omogoča bolj homogeno porazdelitev materiala in manjšo prisotnost zračnih žepkov, kar zmanjša luknjavost. Material TV68A10001B - vzorec z višjim odstotkom zamreževala ima prav tako na površini filma vidne posamezne luknjice. Višji odstotek zamreževala vodi v bolj kompaktno strukturo, vendar še vedno dopušča prisotnost manjših neenakomernosti, ki se izražajo v obliki par luknjic. Konkurenčni vzorec ALFATER XL A701 2GP0050 NC0001-00 ima čisto površino filma. To nakazuje, da ima ta material bolj homogeno sestavo in strukturo, ki med stiskanjem ne dovoljuje tvorbe zračnih žepkov ali neenakomernosti na površini. Razlika je verjetno posledica drugačne kemijske sestave ali proizvodnega procesa tega konkurenčnega vzorca, ki omogoča boljšo povezavo med delci materiala in posledično čisto ter gladko površino.

Razlike v površinski strukturi filma so posledica kombinacije kemijske sestave, odstotka dodanega zamreževala in proizvodnih postopkov. TPV materiali imajo specifično strukturo, ki ustvarja luknjasto površino zaradi prisotnosti zračnih žepkov ali mikrostrukturnih razlik. Konkurenčni material ALFATER XL A701 2GP0050 NC0001-00 kaže na proizvodne postopke ali sestavo, ki omogočajo bolj homogeno razporeditev materiala brez teh neenakomernosti. Slika 30 prikazuje film debeline vseh štirih vzorcev.



## 5 SKLEP

V diplomskem delu smo raziskali vpliv koncentracije zamreževala na mehanske, termične in strukturne lastnosti zamreženega termoplastičnega elastomera ter primerjali rezultate s konkurenčnim materialom. Ključni cilj raziskave je bil določiti optimalno stopnjo zamreženja, ki zagotavlja najboljše mehanske lastnosti. Rezultati eksperimentalnega dela so potrdili, da povečanje vsebnosti zamreževala (peroksid in koaktivator) neposredno vplivajo na stopnjo zamreženja materiala, kar se izraža v izboljšani toplotni odpornosti, večji gostoti, trdoti in večji stopnji netopne strukture po ekstrakciji s toluenom. Z DSC analizo smo zaznali premike temperature kristalizacije in taljenja na višje vrednosti, kar nakazuje na bolj urejeno in stabilno mrežno strukturo. Prav tako so TGA rezultati pokazali večjo toplotno stabilnost vzorcev z višjim deležem zamreževala, predvsem zaradi manjšega deleža izgube mase in večjega ostanka po razgradnji. Mehanske lastnosti niso bile najboljše pri vzorcih z največjo zamreženostjo. Nasprotno – optimiziran vzorec z manjšim deležem zamreževala se je izkazal kot najprimernejši za uravnoteženo uporabo, saj je dosegel najvišjo natezno trdnost, največji raztezek pri pretrgu, dobro trgalno trdnost, nizko gostoto in ustrezno trdoto. To dokazuje, da zmerena stopnja zamreženosti omogoča ugodno procesno obnašanje materiala, saj ta ostane dovolj prožen za tehnike predelave, kot so brizganje in kompavndiranje, hkrati pa ohranja mehansko stabilnost v končnem izdelku. Odbojna elastičnost in analiza površinske strukture dodatno potrjujeta vpliv zamreževanja – bolj zamreženi materiali so imeli nekoliko nižjo elastičnost in bolj luknjasto površino, medtem ko je konkurenčni vzorec izkazoval gladko površino in nižjo prožnost, kar kaže na drugačno kemijsko sestavo ali proizvodni proces. Prva hipoteza, da bo povečana stopnja zamreženja izboljšala toplotno odpornost in termično stabilnost materiala SolPlast TV 10000, je bila potrjena. Vzorci z višjim deležem zamreževala so pokazali večjo odpornost pri višjih temperaturah, kar se odraža v večji stisljivosti in bolj kompaktni strukturi. Prav tako smo potrdili drugo hipotezo, da optimizirana stopnja zamreženosti pozitivno vpliva na vedenje materiala pred predelavo ter povečuje delež trajne zamrežene strukture po raztapljanju in sušenju.

**SEZNAM LITERATURE IN VIROV**

- [1] M. C. Boyce, K. Kear, S. Socrate, K. Shaw, Deformation of thermoplastic vulcanizates, *J Mech Phys Solids* 49 (2001) 1073–1098. [https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(00\)00066-1](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(00)00066-1).
- [2] P. Maji, K. Naskar, Styrenic block copolymer-based thermoplastic elastomers in smart applications: Advances in synthesis, microstructure, and structure–property relationships—A review, *J Appl Polym Sci* 139 (2022). <https://doi.org/10.1002/app.52942>.
- [3] K. E. Kear, *Developments in Thermoplastic Elastomers* - K. E. Kear - Google Knjige, (2003) 1–19. [https://books.google.si/books?hl=sl&lr=&id=NCUp7PSNIAcC&oi=fnd&pg=PA3&dq=Determination+stretch,+marketability+and+modulus+of+thermoplastic+vulcanization&ots=ljU0rUJim1&sig=zaOJ4\\_Va-tP14qLMELH5eNNNORU&redir\\_esc=y#v=onepage&q&f=false](https://books.google.si/books?hl=sl&lr=&id=NCUp7PSNIAcC&oi=fnd&pg=PA3&dq=Determination+stretch,+marketability+and+modulus+of+thermoplastic+vulcanization&ots=ljU0rUJim1&sig=zaOJ4_Va-tP14qLMELH5eNNNORU&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false) (accessed March 7, 2025).
- [4] Kuraray EUROPE GMBH, SEPTON™ Hydrogenated Styrenic Block Copolymer - Kuraray Elastomer, Interno Gradivo (2008). <https://www.elastomer.kuraray.com/products/septon/> (accessed April 6, 2025).
- [5] L.E. Nielsen, Cross-Linking—Effect on Physical Properties of Polymers, *Journal of Macromolecular Science, Part C* 3 (1969) 69–103. <https://doi.org/10.1080/15583726908545897>.
- [6] UTEKSOL, D. O. O., Termoplastični elastomeri SolPlast TV | Uteksol, (2025). <https://uteksol.si/proizvodi/termoplasticni-elastomeri-solplast/termoplasticni-elastomeri-solplast-tv/> (accessed February 10, 2025).
- [7] P. Maji, K. Naskar, Styrenic block copolymer-based thermoplastic elastomers in smart applications: Advances in synthesis, microstructure, and structure–property relationships—A review, *J Appl Polym Sci* 139 (2022). <https://doi.org/10.1002/APP.52942>.
- [8] J. E., C. L., Synthesis and Characterisation of Styrene Butadiene Styrene Based Grafted Copolymers for Use in Potential Biomedical Applications, *Biomedical Engineering, Trends in Materials Science* (2011). <https://doi.org/10.5772/13051>.
- [9] J. R. Purdon, R. D. Mate, Determination of gel in polymers, *J Polym Sci B* 1 (1963) 451–453. <https://doi.org/10.1002/POL.1963.110010814>.
- [10] K. Gerwert, C. Kötting, *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*, (2010) 1–8. <https://doi.org/10.1002/9780470015902.a0003112.pub2>.
- [11] C. Leyva-Porras, P. Cruz-Alcantar, V. Espinosa-Solís, E. Martínez-Guerra, C.I. Piñón-Balderrama, I. C. Martínez, M. Z. Saavedra-Leos, Application of differential scanning calorimetry (DSC) and modulated differential scanning

- calorimetry (MDSC) in food and drug industries, *Polymers* (Basel) 12 (2020). <https://doi.org/10.3390/polym12010005>.
- [12] Fakulteta za tehnologijo polimerov, Diferenčni dinamični kalorimeter (Mettler Toledo, DSC 2), (2025). <https://www.ftpo.eu/Raziskovalna-dejavnost/Raziskovalna-oprema/diferen%C4%8Dni-dinami%C4%8Dni-kalorimeter-mettler-toledo-dsc-2> (accessed March 4, 2025).
- [13] H. M. Ng, N. M. Saidi, F. S. Omar, K. Ramesh, S. Ramesh, S. Bashir, Thermogravimetric Analysis of Polymers, *Encyclopedia of Polymer Science and Technology* (2018) 1–29. <https://doi.org/10.1002/0471440264.PST667>.
- [14] Fakulteta za tehnologijo polimerov, Termogravimetrični analizator z DSC signalom (Mettler Toledo, TGA/DSC 3+), (2025). <https://www.ftpo.eu/Raziskovalna-dejavnost/Raziskovalna-oprema/Termogravimetri%C4%8Dni-analizator-z-DSC-signalom-Mettler-Toledo-TGADSC-3> (accessed March 4, 2025).
- [15] A. V. Shenoy, D.R. Saini, Melt flow index: More than just a quality control rheological parameter. Part I, *Advances in Polymer Technology* 6 (1986) 1–58. <https://doi.org/10.1002/adv.1986.060060101>.
- [16] Navodila za laboratorij, N KK 01\_01\_Laboratorij UteksoI\_02 (1), (2024) 1–30.
- [17] International standard ISO 37:2005(E), ISO-37-2005, (2005) 1–60.

**SEZNAM SLIK**

Slika 1: Morfologija termoplastičnega vulkanizata (TPV) [3]	4
Slika 2: Prikaz zamreževanja mehke in trde faze stirenskih blok-kopolimerov [4]	5
Slika 3: Razpad iniciatorja [4]	5
Slika 4: Fourirjeva transformacija [10]	9
Slika 5: Diferenčna dinamična kalorimetrija [11]	10
Slika 6: Diferenčni dinamični kalorimeter (Mettler Toledo) [12]	10
Slika 7: Termogravimetrični analizator TGA/DSC 3+ [14]	11
Slika 8: TGA/DSC termogram [14]	11
Slika 9: Naprava za merjenje MFI v podjetju Uteksol, d. o. o.	12
Slika 10: Epruveta za maksimalno natezno trdnost in trgalni stroj v podjetju UTEKSOL, d. o. o. [16]	13
Slika 11: Epruveta za testiranje raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti [16]	14
Slika 12: Naprava za merjenje gostote	16
Slika 13: Naprava za merjenje trdote Shora A v podjetju Uteksol, d. o. o.	17
Slika 14: Instrument za merjenje odbojne elastičnosti v podjetju Uteksol, d. o. o.	18
Slika 15: Stiskalnica za pripravo »filma debeline«	19
Slika 16: Na brizgane plošče	21
Slika 17: Konfiguracija polžev	23
Slika 18: Raztapljanje materiala v toluenu - v posodah	24
Slika 19: Raztapljanje materiala v toluenu – v kalotah	25
Slika 20: Ostanek gela po raztapljanju v toluenu	25
Slika 21: Testiranje indeksa tečenja MFI	27
Slika 22: Vzorci za raztezek pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti	28
Slika 23: Merjenje gostote	29
Slika 24: Merjenje trdote po Shoru A	29
Slika 25: Merjenje odpornosti na trajno deformacijo pri stiskanju (COMPRESSION SET)	30
Slika 26: Merjenje odbojne elastičnosti	31
Slika 27: DSC analiza – standardni vzorec	35
Slika 28: TGA analiza – standardni vzorec	37
Slika 29: Stolpični diagram indeksa tečenja taline	38
Slika 30: Filmi debeline vseh vzorcev	44
Slika 31: DSC analiza – standardnega vzorca	53
Slika 32: DSC analiza – standardnega vzorca po raztapljanju	53
Slika 33: DSC analiza – vzorca z manjšim odstotkom zamreževal	54
Slika 34: DSC analiza - vzorca z manjšim odstotkom zamreževal po raztapljanju	54
Slika 35: DSC analiza – vzorca z višjim odstotkom zamreževal	55
Slika 36: DSC analiza – vzorca z višjim odstotkom zamreževal po raztapljanju	55
Slika 37: DSC analiza – konkurenčnega vzorca	56
Slika 38: DSC analiza – konkurenčnega vzorca po raztapljanju	56
Slika 39: TGA analiza – standardni vzorec	57

---

Slika 40: TGA analiza – standardnega vzorca po raztapljanju	57
Slika 41: TGA analiza – vzorec z manjšim odstotkom zamreževala	58
Slika 42: TGA analiza – vzorec z manjšim odstotkom zamreževala po raztapljanju	58
Slika 43: TGA analiza – vzorec z višjim odstotkom zamreževala	59
Slika 44: TGA analiza – vzorec z višjim odstotkom zamreževala po raztapljanju	59
Slika 45: TGA analiza – konkurenčni vzorec	60
Slika 46: TGA analiza – konkurenčni vzorec po raztapljanju	60
Slika 47: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti – standardnega vzorca	61
Slika 48: Rezultati maksimalne natezne trdnosti - standardnega vzorca	61
Slika 49: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti – vzorca z manjšim odstotkom zamreževal	62
Slika 50: Rezultati maksimalne natezne trdnosti - vzorec z manjšim odstotkom zamreževal	63
Slika 51: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti – vzorec z višjim odstotkom zamreževal	63
Slika 52: Rezultati maksimalne natezne trdnosti – vzorec z višjim odstotkom zamreževal	64
Slika 53: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti, in modula elastičnosti – konkurenčni vzorec	65
Slika 54: Rezultati maksimalne natezne trdnosti – konkurenčni vzorec	65

---

**SEZNAM TABEL**

Tabela 1: Receptura za vzorec TV68A10001B standardni vzorec	21
Tabela 2: Receptura za vzorec TV68A10001B – manjši odstotek zamreževal	22
Tabela 3: Receptura za vzorec TV68A10001B – višji odstotek zamreževal	22
Tabela 4: Tehnološki pogoji kompaundiranja dveh vzorcev	23
Tabela 5: Rezultati standardnega vzorca	32
Tabela 6: Rezultati vzorca z manjšim odstotkom zamreževal	33
Tabela 7: Rezultati vzorca z višjim odstotkom zamreževal	33
Tabela 8: Rezultati konkurenčnega vzorca	33
Tabela 9: Rezultati indeksa tečenja taline (MFI)	37
Tabela 10: Rezultati maksimalne natezne trdnosti	38
Tabela 11: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti	39
Tabela 12: Rezultati gostote za vzorce	40
Tabela 13: Rezultati trajne deformacije pri stiskanju	41
Tabela 14: Rezultati trdote po Shoru A	41
Tabela 15: Rezultati odbojne elastičnosti	42

**SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV**

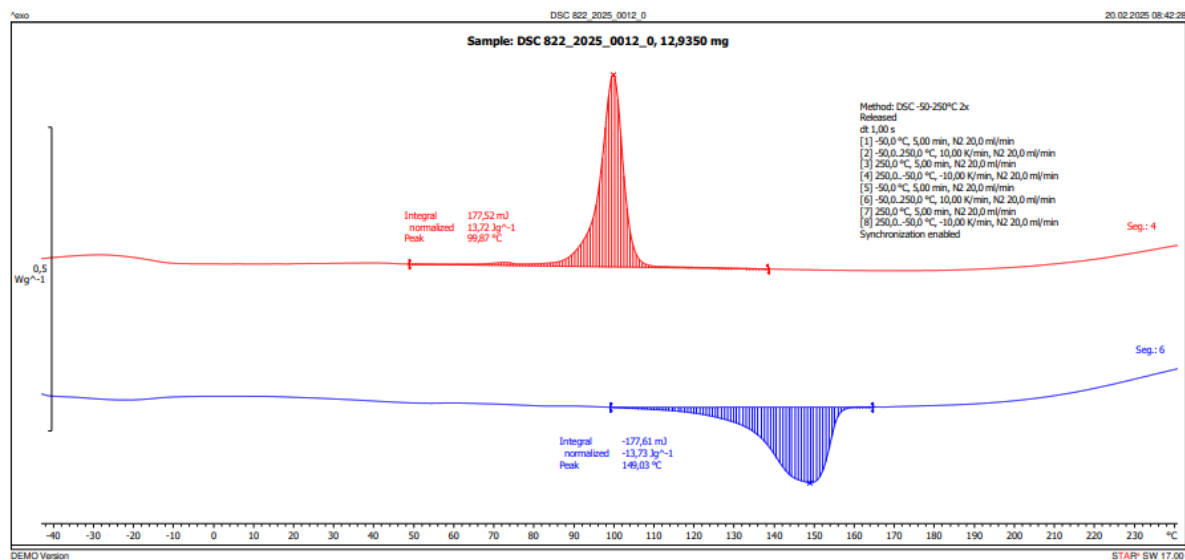
- $X_{\text{gela}}$ - stopnja zamreženja oziroma delež zamrežene strukture (%),
- $m_{\text{gela}}$  (ostanek materiala po raztapljanju) - masa materiala po sušenju v mrežici (g),
- $m_{\text{(skupaj)}}$ - masa začetnega materiala (g),
- $F_t$  - sila trganja (N/mm),
- $F$  - sila potrebna za pretrg (N),
- $a$  - premer epruvete (mm),
- $\delta$  - raztezek pri pretrgu (%),
- $L_0$  - začetna merska dolžina (mm),
- $L_1$  – končna merska dolžina (mm),
- $\sigma$  - sila, ki je potrebna za pretrg epruvete (KPa),
- $F_1$  - sila, ki je potrebna za pretrg epruvete (N),
- $A_0$  - povprečni presek epruvete ( $\text{cm}^2$ ),
- $F_1$  - sila, ki je potrebna za pretrg epruvete (KPa),
- $A$  - povprečni presek epruvete ( $\text{cm}^2$ ),
- $\rho$  - gostota materiala ( $\text{g/cm}^3$ ),
- $m_0$  - masa vzorca na zraku (g),
- $m_1$  - masa vzorca v vodi (g),
- $\rho_{H20}$  - gostota vode ( $\text{g/cm}^3$ ),
- $C_s$  - stisljivost (%),
- $h_0$  - debelina oz. višina vzorca pred stisljivostjo (mm),
- $h_s$  - višina distančnika (mm),
- $h_1$  - debelina oz. višina vzorca po stisljivosti (mm).

---

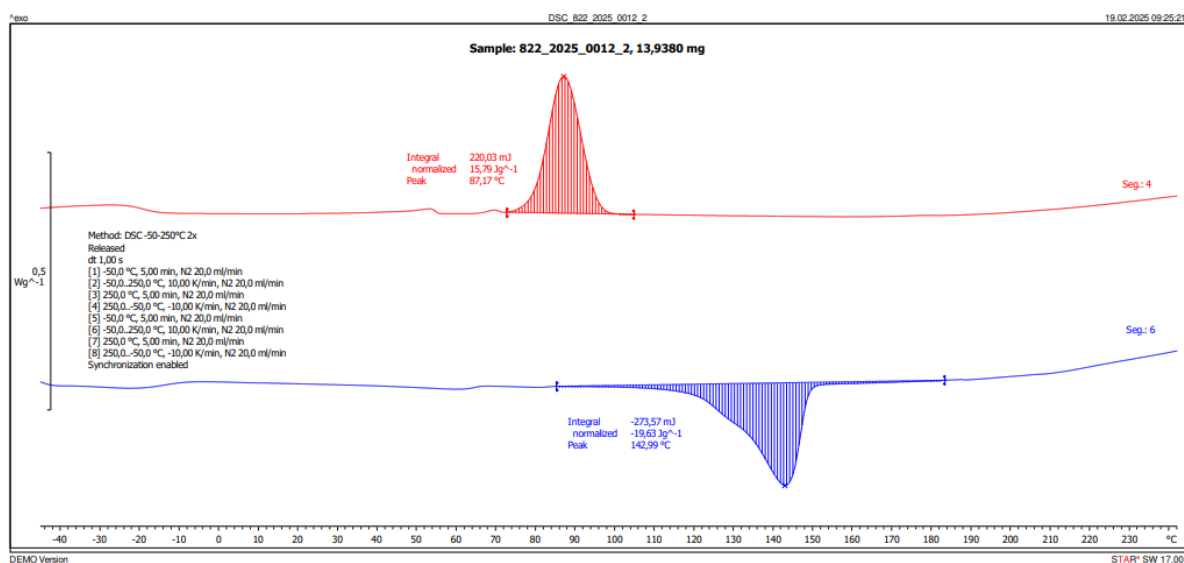
**SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC**

PVC - polivinilklorid  
TPE - termoplastični elastomeri  
TPV - termoplastični vulkanizati  
SBC - stiren blok-kopolimeri  
TPU - termoplastični poliuretani  
SBS - stiren – butadien - stiren  
SIS - stiren – izopren - stiren  
SEBS - stiren – etilen – butilen - stiren  
SIBS - stiren – izobutilen - stiren  
SEPS - stiren – etilen – propilen - stiren  
PP - polipropilen  
PE - polietilen  
SEEPS - stiren-etilen-etilen-propilen-stiren  
tr-FTIR - časovno ločena Fourjerjeva spektroskopija  
FFT - Fourjerjeva transformacija  
TGA - termogravimetrična analiza  
TMA - termomehanska analiza  
DMA - dinamična mehanska analiza  
DSC - diferenčna skenirna kalorimetrija  
MDSC - modulirana diferenčna skenirna kalorimetrija  
EGA - analiza sproščenih plinov  
ISO - International Standard Organization  
BS - British Standard  
ASTM - American Society for testing and materials  
ABS - akrilonitril-butadien-stiren  
MFI - indeks tečenja taline

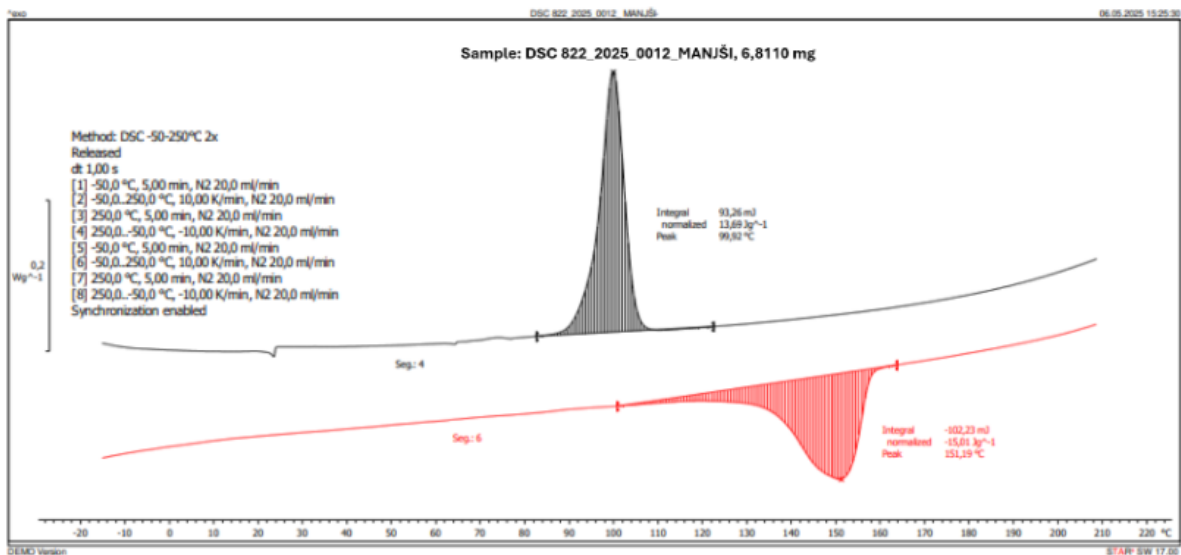
## Priloga 1: Rezultati diferenčne dinamične kalorimetrije vzorcev



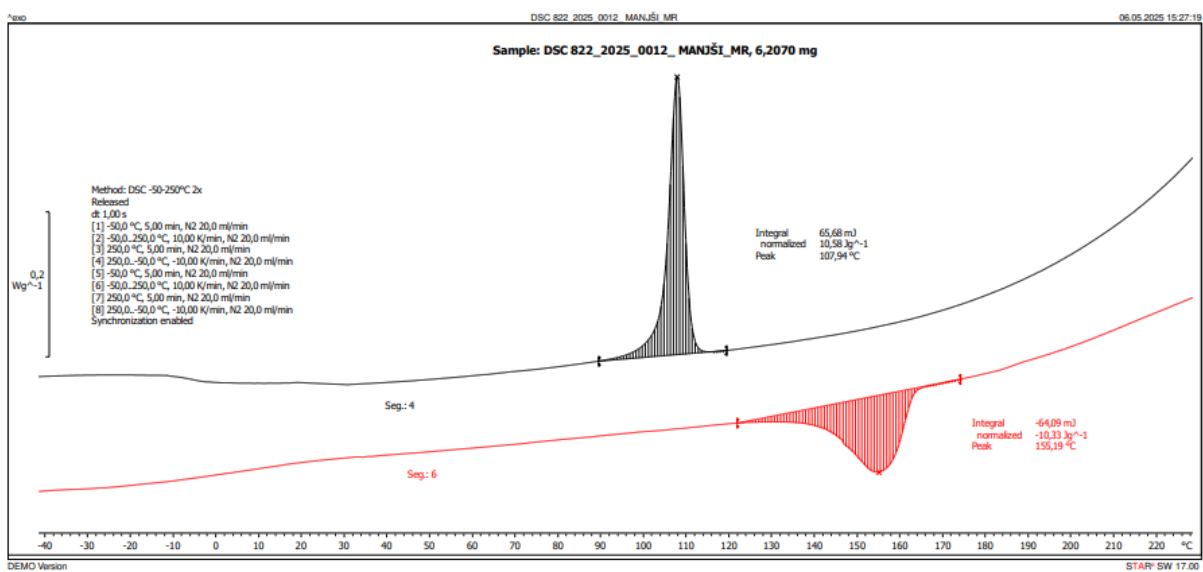
Slika 31: DSC analiza – standardnega vzorca



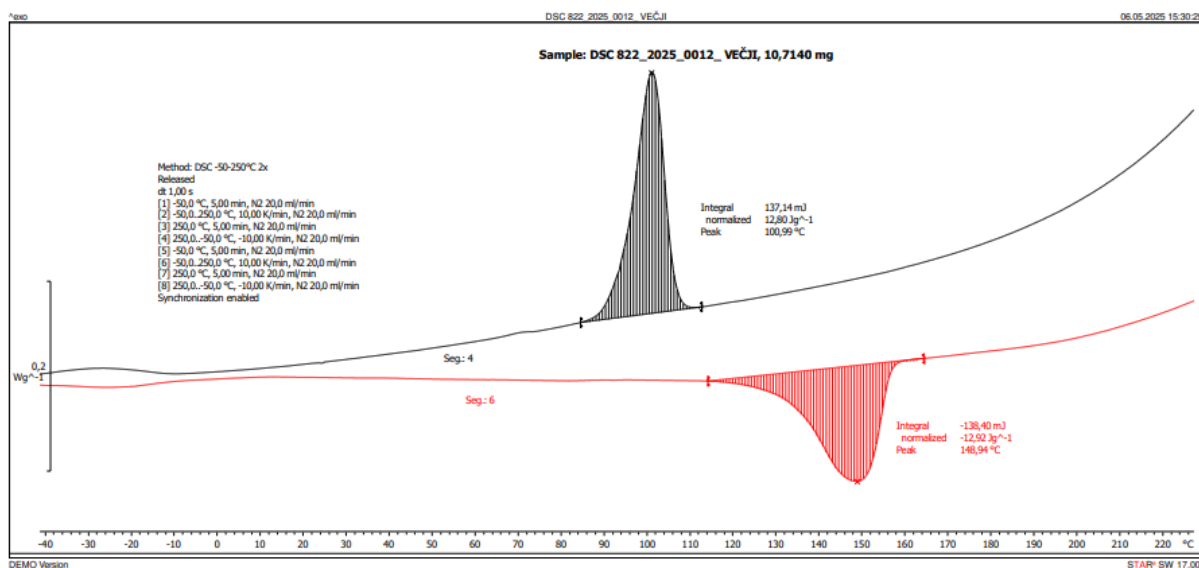
Slika 32: DSC analiza – standardnega vzorca po raztapljanju



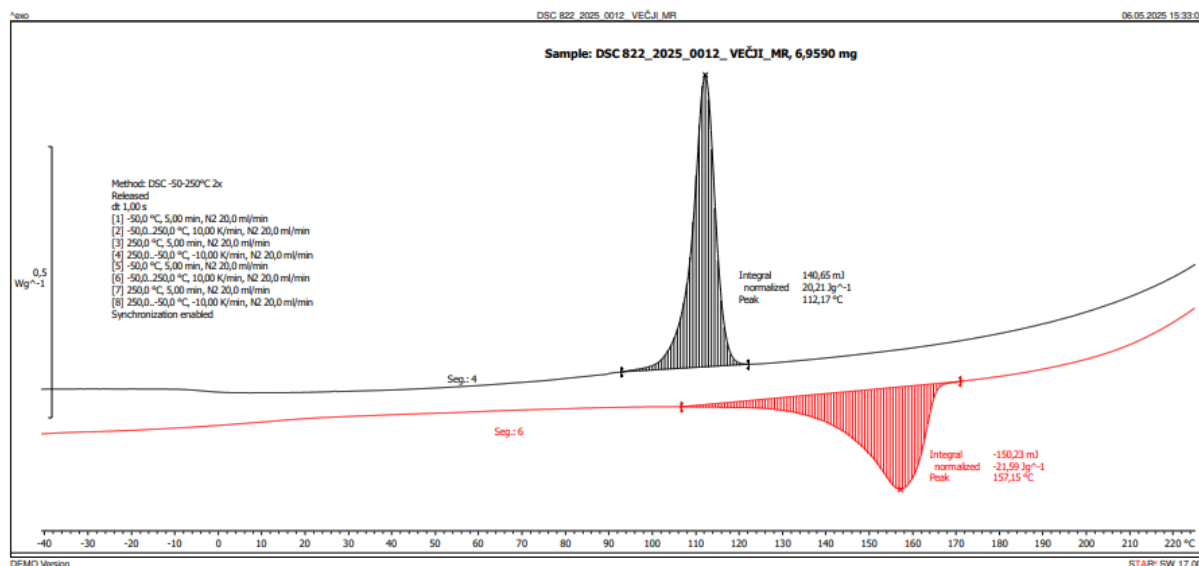
Slika 33: DSC analiza – vzorca z manjšim odstotkom zamreževal



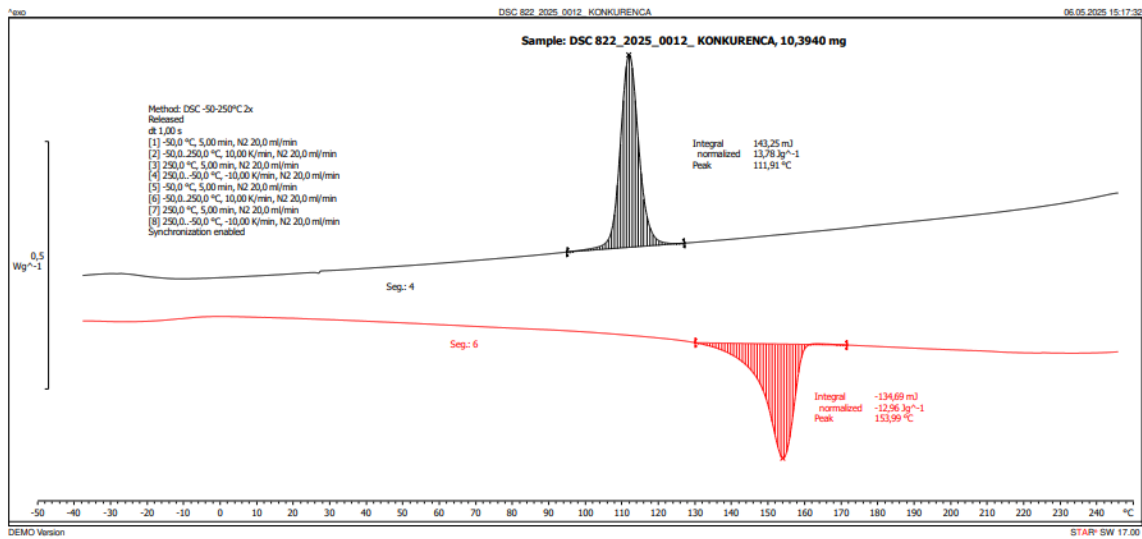
Slika 34: DSC analiza - vzorca z manjšim odstotkom zamreževal po raztapljanju



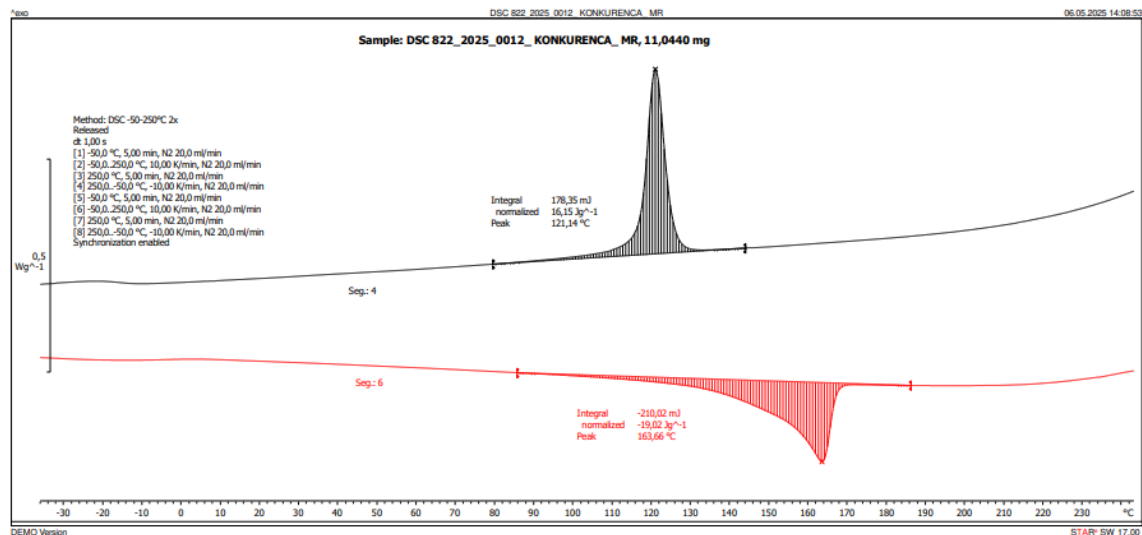
Slika 35: DSC analiza – vzorca z višjim odstotkom zamreževal



Slika 36: DSC analiza – vzorca z višjim odstotkom zamreževal po raztapljanju

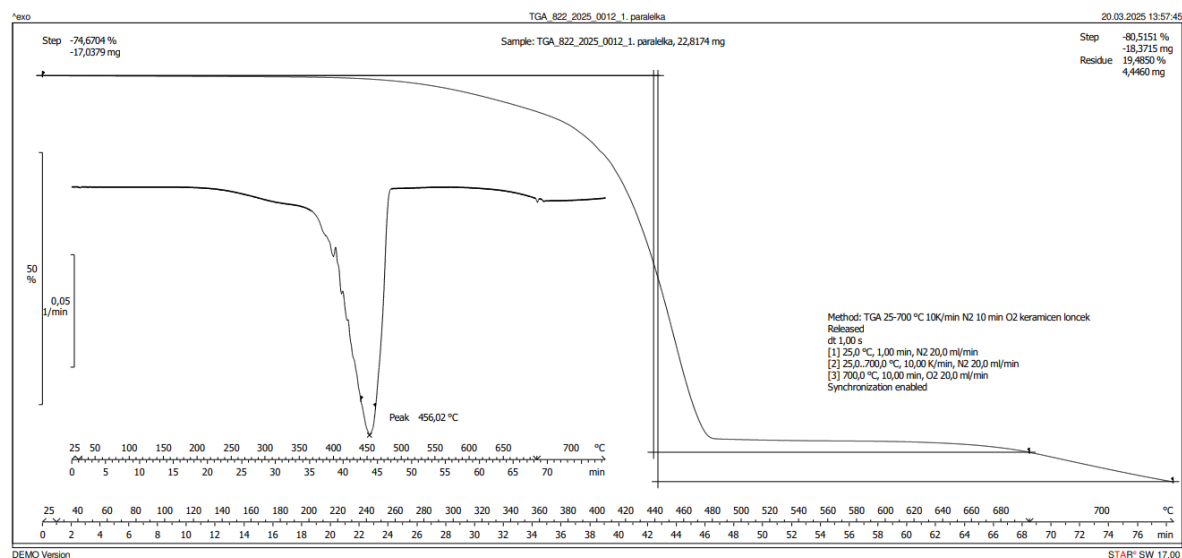


Slika 37: DSC analiza – konkurenčnega vzorca

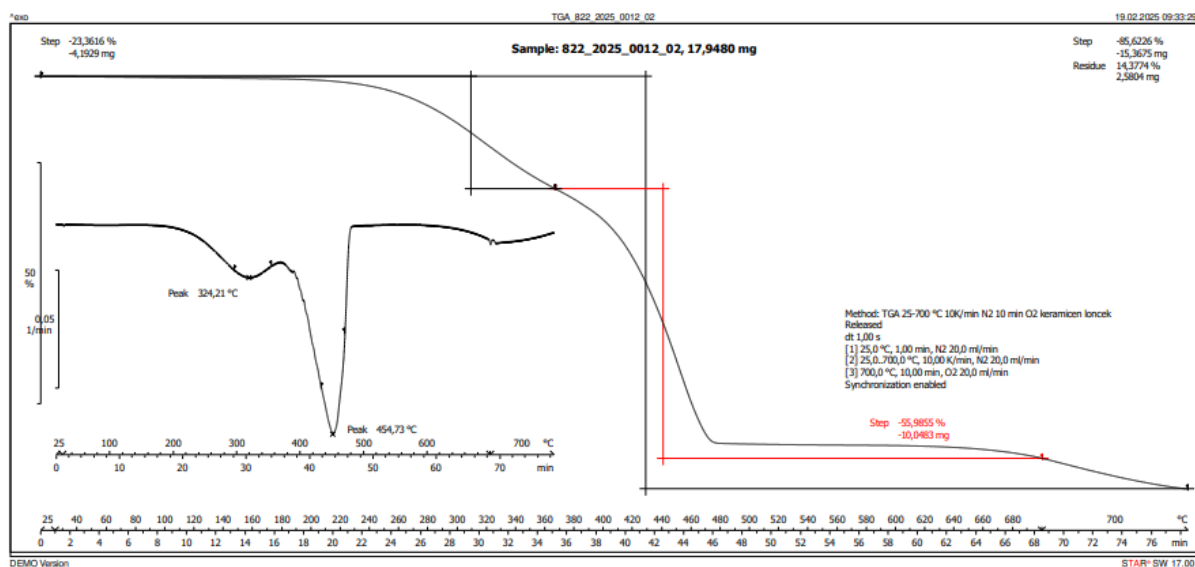


Slika 38: DSC analiza – konkurenčnega vzorca po raztapljanju

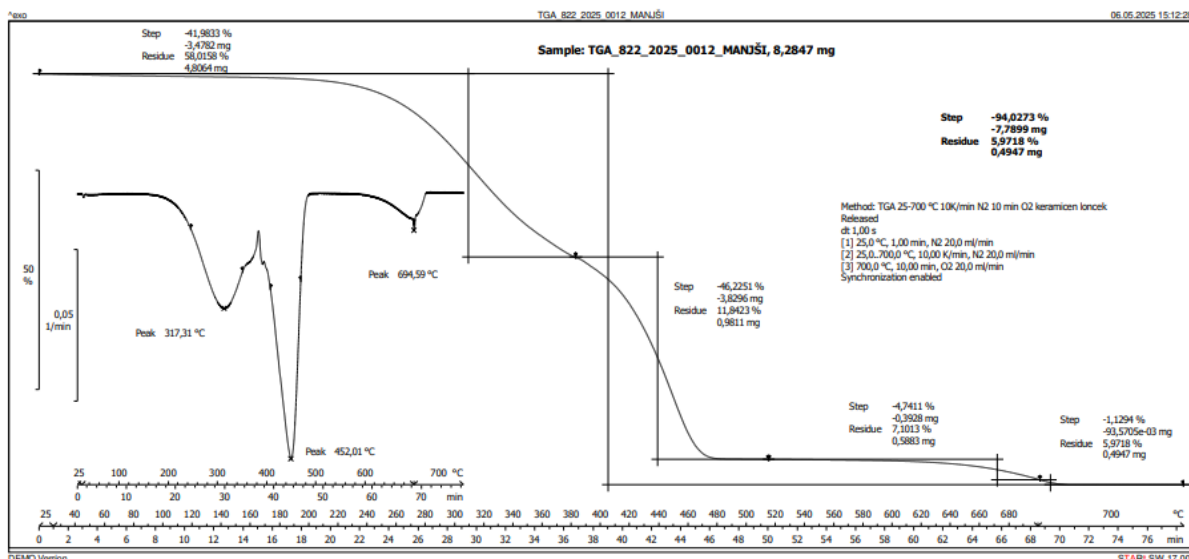
## Priloga 2: Rezultati termogravimetrične analize vzorcev



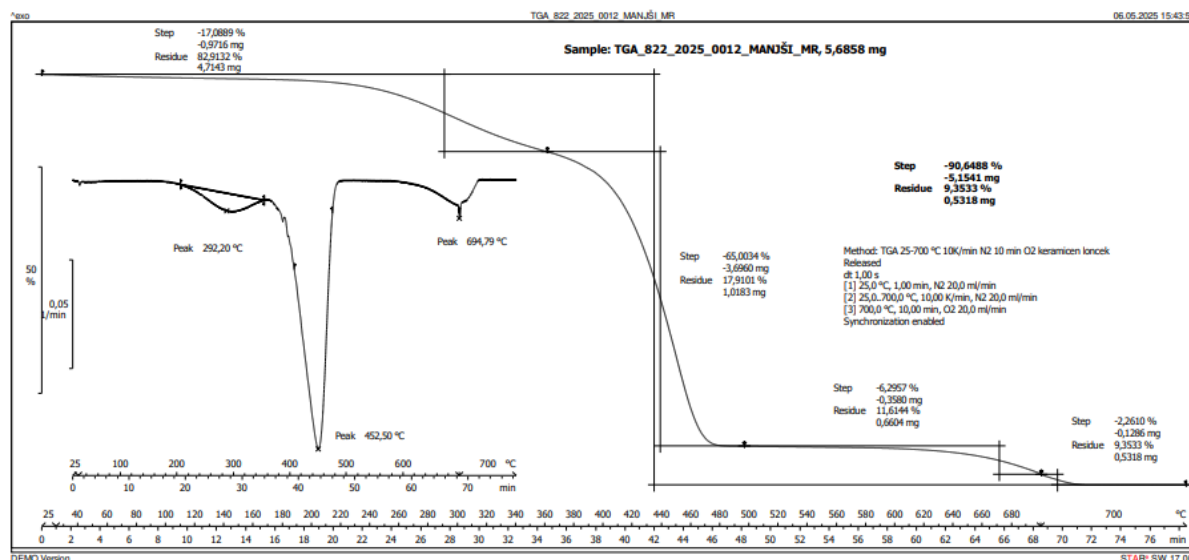
Slika 39: TGA analiza – standardni vzorec



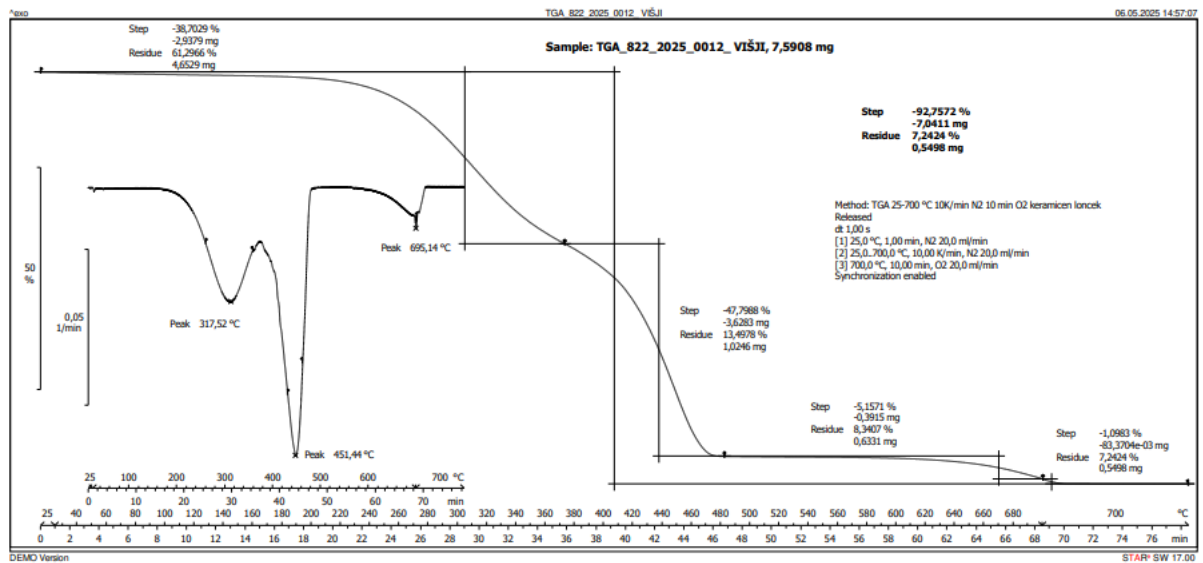
Slika 40: TGA analiza – standardnega vzorca po raztapljanju



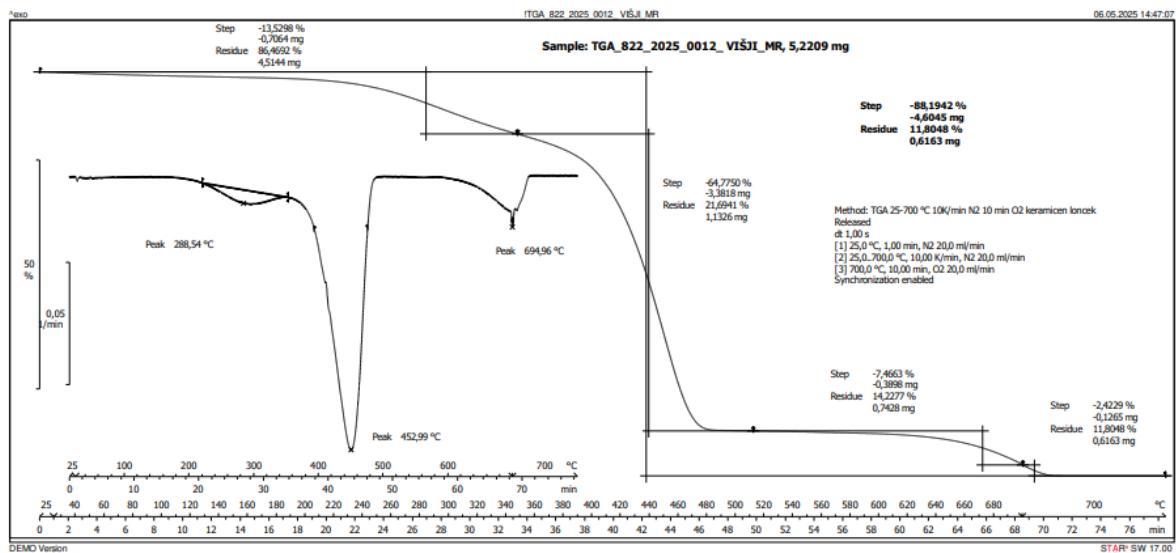
Slika 41: TGA analiza – vzorec z manjšim odstotkom zamreževala



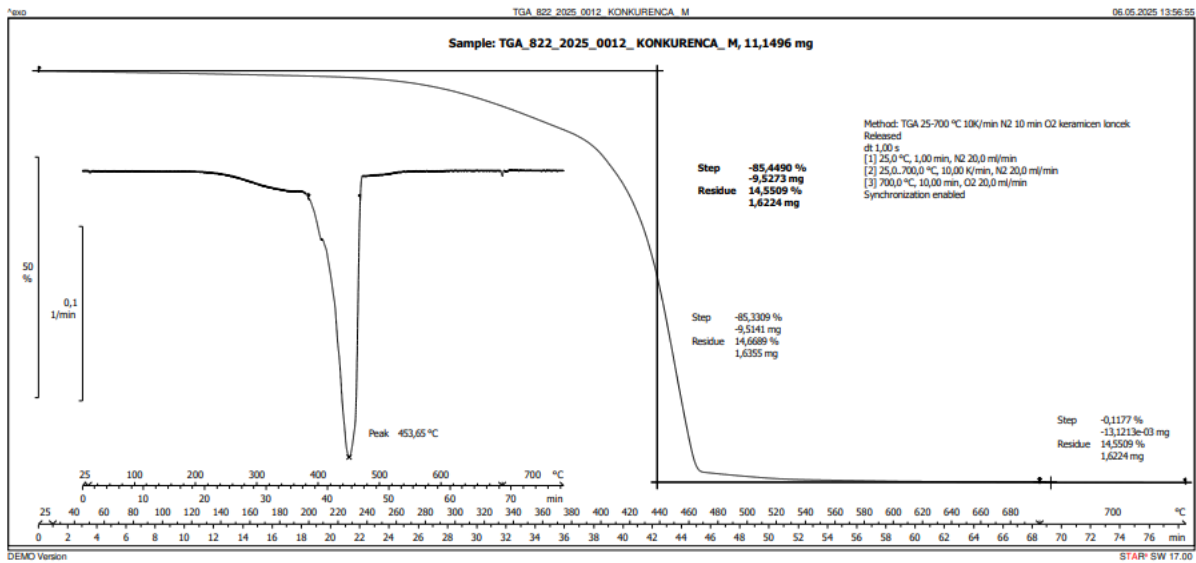
Slika 42: TGA analiza – vzorec z manjšim odstotkom zamreževala po raztapljanju



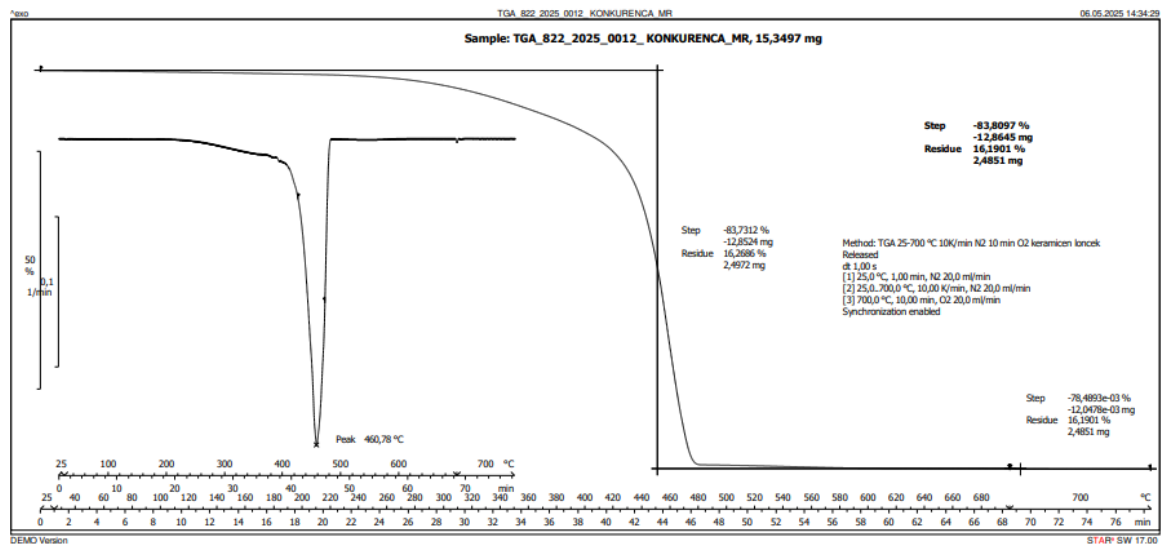
Slika 43: TGA analiza – vzorec z višjim odstotkom zamreževala



Slika 44: TGA analiza – vzorec z višjim odstotkom zamreževala po raztapljanju

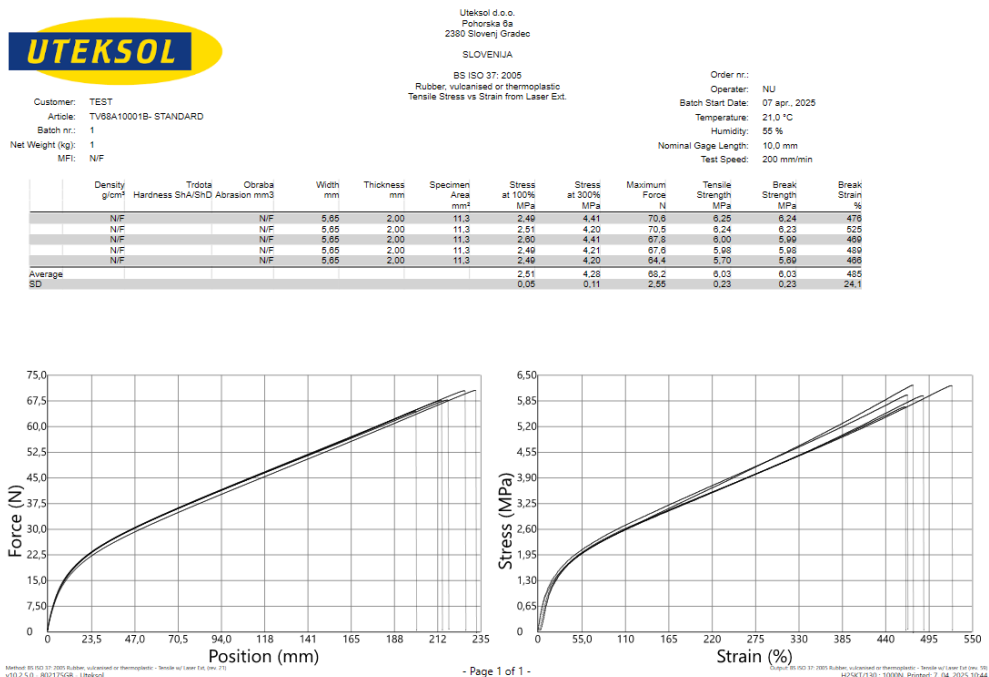


Slika 45: TGA analiza – konkurenčni vzorec

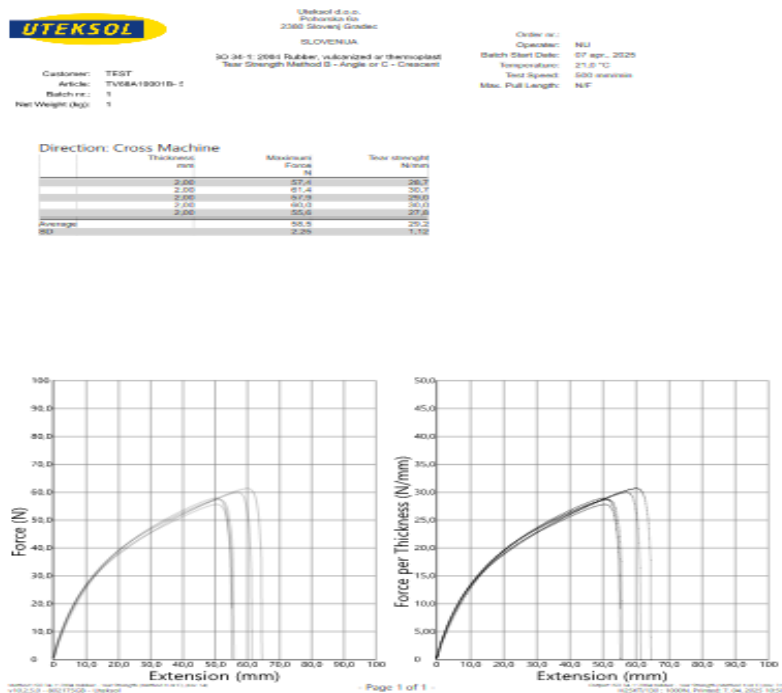


Slika 46: TGA analiza – konkurenčni vzorec po raztapljanju

### Priloga 3: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti, modula elastičnosti in maksimalne natezne trdnosti pri pretrgu vzorcev



Slika 47: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti – standardnega vzorca



Slika 48: Rezultati maksimalne natezne trdnosti - standardnega vzorca

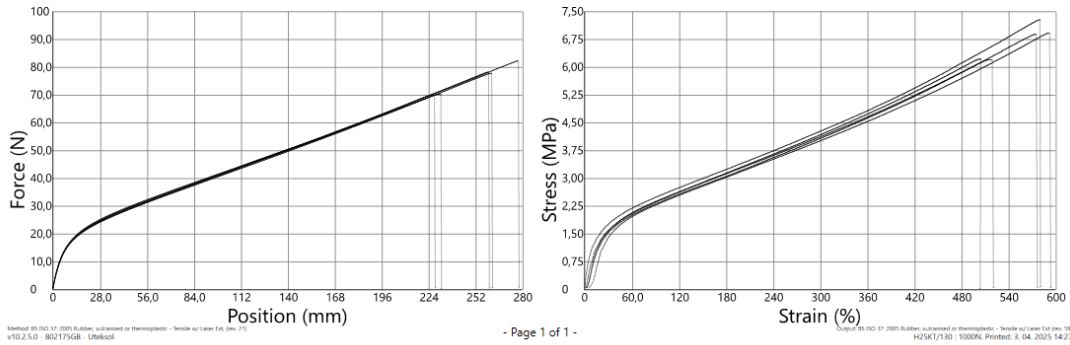


Uteksol d.o.o.  
 Pohorska 6a  
 2380 Slovenj Gradec  
 SLOVENIJA  
 BS ISO 37:2005  
 Rubber, vulcanised or thermoplastic  
 Tensile Stress vs Strain from Laser Ext.

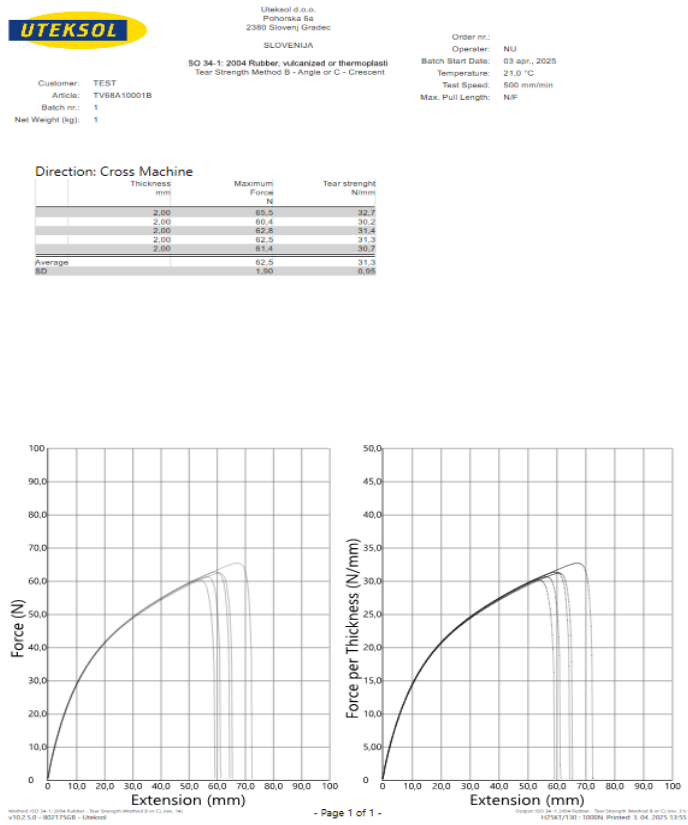
Customer: TEST  
 Article: TV88A10001B  
 Batch nr.: 1  
 Net Weight (kg): 1  
 MFI: N/F

Order nr.:  
 Operator: NU  
 Batch Start Date: 03 apr. 2025  
 Temperature: 21.0 °C  
 Humidity: 55 %  
 Nominal Gage Length: 10.0 mm  
 Test Speed: 200 mm/min

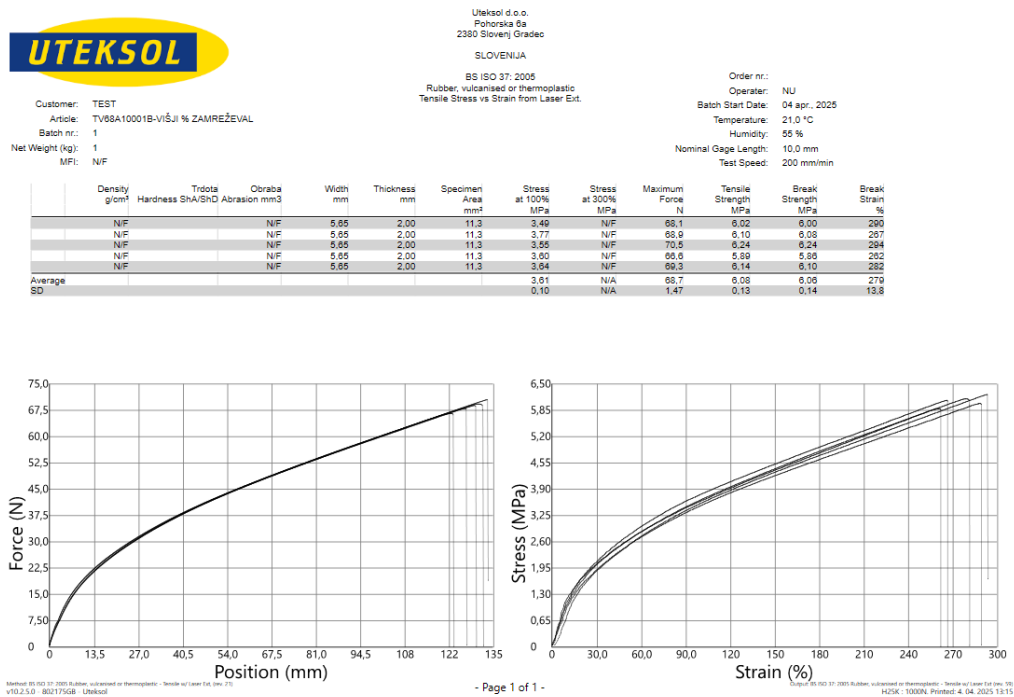
	Density g/cm <sup>3</sup>	Trdota Hardness SHA/SHD	Obraba Abrasion mm <sup>3</sup>	Width mm	Thickness mm	Specimen Area mm <sup>2</sup>	Stress at 100% MPa	Stress at 300% MPa	Maximum Force N	Tensile Strength MPa	Break Strength MPa	Break Strain %
	N/F	N/F	N/F	5,65	2,00	11,3	2,40	4,08	70,2	6,21	6,20	520
	N/F	N/F	N/F	5,65	2,00	11,3	2,38	4,02	78,3	6,93	6,62	593
	N/F	N/F	N/F	5,65	2,00	11,3	2,46	4,13	77,9	6,98	6,89	578
	N/F	N/F	N/F	5,65	2,00	11,3	2,58	4,28	82,4	7,29	7,29	600
	N/F	N/F	N/F	5,65	2,00	11,3	2,45	4,18	70,4	6,23	6,22	505
Average							2,46	4,14	75,8	6,71	6,70	555
SD							0,08	0,10	5,36	0,47	0,48	39,6



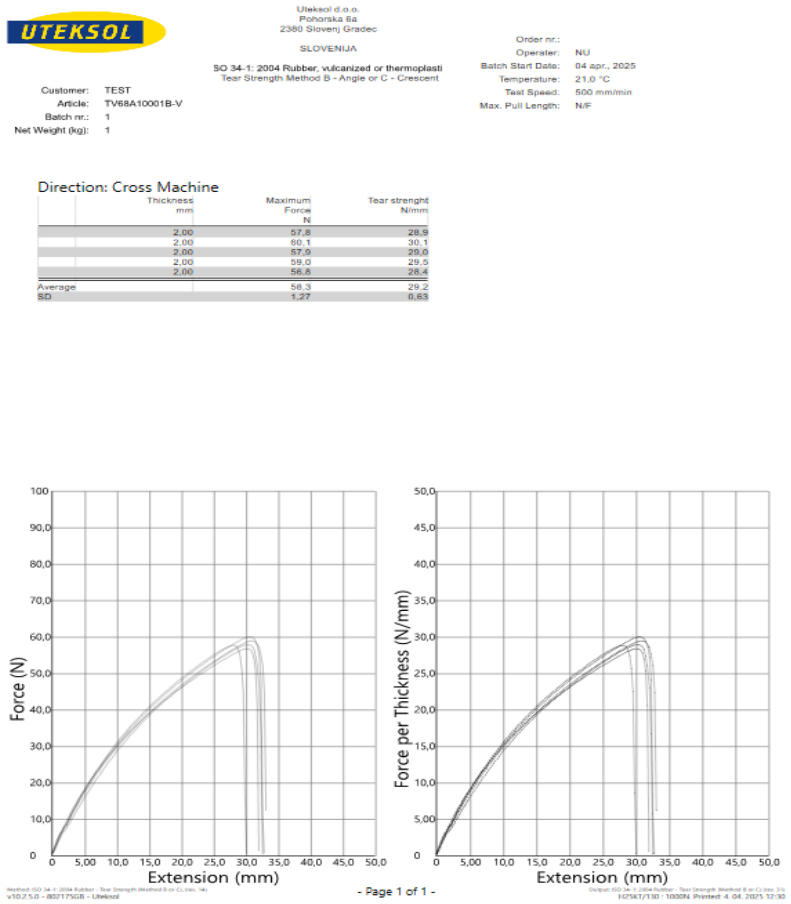
Slika 49: Rezultati razteзка pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti – vzorca z manjšim odstotkom zamreževal



Slika 50: Rezultati maksimalne natezne trdnosti - vzorec z manjšim odstotkom zamreževal



Slika 51: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti in modula elastičnosti – vzorec z višjim odstotkom zamreževal



Slika 52: Rezultati maksimalne natezne trdnosti – vzorec z višjim odstotkom zamreževal



Uteksol d.o.o.  
Pohorska 6a  
2380 Slovenj Gradec

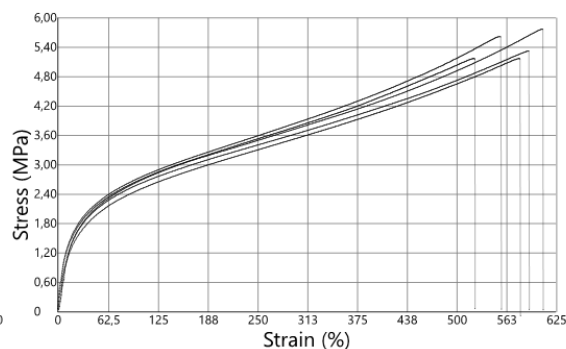
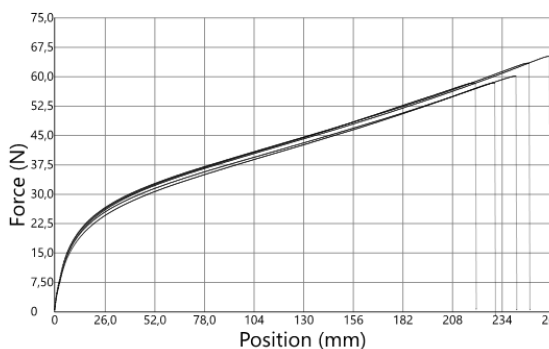
SLOVENIJA

BS ISO 37: 2005  
Rubber, vulcanized or thermoplastic  
Tensile Stress vs Strain from Laser Ext.

Order nr.:  
Operator: NU  
Batch Start Date: 04 apr. 2025  
Temperature: 21.0 °C  
Humidity: 65 %  
Nominal Gage Length: 10.0 mm  
Test Speed: 200 mm/min

Customer: TEST  
Article: ALFATER XLA70I 2GP0050  
Batch nr.: 1  
Net Weight (kg): 1  
MFI: NIF

	Density g/cm <sup>3</sup>	Trdota Hardness ShA/ShD	Obraba Abrasion mm <sup>3</sup>	Width mm	Thickness mm	Specimen Area mm <sup>2</sup>	Stress at 100% MPa	Stress at 300% MPa	Maximum Force N	Tensile Strength MPa	Break Strength MPa	Break Strain %
	NIF		NIF	5,65	2,00	11,3	2,73	3,87	63,5	5,62	5,62	558
	NIF		NIF	5,65	2,00	11,3	2,80	3,84	60,2	5,32	5,32	591
	NIF		NIF	5,65	2,00	11,3	2,48	3,54	58,4	5,17	5,17	880
	NIF		NIF	5,65	2,00	11,3	2,87	3,79	58,5	5,17	5,15	624
	NIF		NIF	5,65	2,00	11,3	2,95	3,75	65,2	5,77	5,77	609
Average							2,83	3,72	61,2	5,41	5,40	572
SD							0,09	0,13	3,07	0,27	0,26	33,2



Method BS ISO 37: 2005 Rubber, vulcanized or thermoplastic - Tensile w/ Laser Ext. (rev. 2)  
V02.5.0 - BS2175GB - Uteksol

- Page 1 of 1 -

Output BS ISO 37: 2005 Rubber, vulcanized or thermoplastic - Tensile w/ Laser Ext. (rev. 2)  
H0K671301 - 1000% Printed: 4. 04. 2025 13:14

Slika 53: Rezultati raztezka pri pretrgu, natezne trdnosti, in modula elastičnosti – konkurenčni vzorec



Uteksol d.o.o.  
Pohorska 6a  
2380 Slovenj Gradec

SLOVENIJA

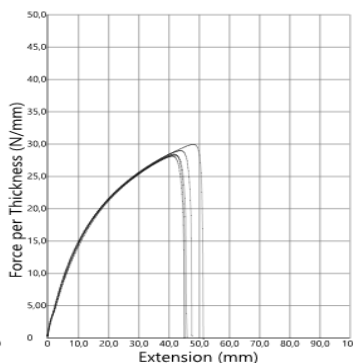
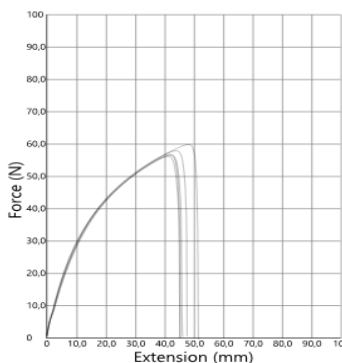
ISO 34-1: 2004 Rubber, vulcanized or thermoplastic  
Tear Strength Method B - Angle or C - Crescent

Order nr.:  
Operator: NU  
Batch Start Date: 04 apr. 2025  
Temperature: 21.0 °C  
Test Speed: 500 mm/min  
Max. Pull Length: NIF

Customer: TEST  
Article: ALFATER XL A7I  
Batch nr.: 1  
Net Weight (kg): 1

Direction: Cross Machine

Thickness mm	Maximum Force N	Tear strength N/mm
2,00	56,3	28,1
2,00	56,6	28,4
2,00	58,0	29,0
2,00	59,9	30,0
2,00	58,6	29,3
Average	57,5	29,6
SD	1,48	0,74



Method ISO 34-1: 2004 Rubber, vulcanized or thermoplastic - Tear Strength Method B - Angle or C - Crescent (rev. 2)  
V02.5.0 - BS2175GB - Uteksol

- Page 1 of 1 -

Output ISO 34-1: 2004 Rubber, vulcanized or thermoplastic - Tear Strength Method B - Angle or C - Crescent (rev. 2)  
H0K671301 - 1000% Printed: 4. 04. 2025 13:20

Slika 54: Rezultati maksimalne natezne trdnosti – konkurenčni vzorec