

# **Fotodegradace dřevo-plast kompozitů: vliv nukleace polypropylenu a obsahu plniva**

Bc. Kateřina Gabrhelíková

---

Diplomová práce  
2013

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

akademický rok: 2011/2012

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Kateřina GABRHELÍKOVÁ**

Osobní číslo: **T11090**

Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**

Studijní obor: **Inženýrství polymerů**

Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Fotodegradace dřevo-plast kompozitů: vliv nukleace polypropylenu a obsahu plniva**

Zásady pro vypracování:

Cílem této práce je zhodnotit vliv plniva a molekulové struktury polypropylenu na fotodegradaci chování dřevo-plast kompozitů. Kompozity připravené z čistého a nukleovaného polypropylenu s různým plněním dřeva budou podrobeny urychlenému UV stárnutí a budou testovány metodami dostupnými na UTB, např. FT-IR, WAXS, DSC, mikroskopie.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

NWABUNMA, D. a KYU, T. Polyolefin composites. Hoboken, N. J.: Wiley-Interscience, c2008. ISBN 978-0-471-79057-0.

KARGER-KOCSIS, J. Polypropylene: An A-Z Reference. Dordrecht: Kluwer Academic Publ., 1999. ISBN 0-412-80200-7.

WYPYCH, G. Handbook of Material Weathering. 2nd Edition, Ontario: ChemTech Publishing, 1995. ISBN 1-895198-12-7.

MAIER, C. a CALAFUT, T. The Definitive User's Guide and Databook. NY: William Andrew Publishing/Plastic Design Library, 1998. ISBN 1-884207-58-8.

Vědecké články

Vedoucí diplomové práce:

**Ing. Lenka Chvátalová, Ph.D.**

Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání diplomové práce:

**11. února 2012**

Termín odevzdání diplomové práce:

**17. května 2013**

Ve Zlíně dne 11. února 2013

  
doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
*děkan*



  
doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

Příjmení a jméno: ČABRHELIKOVÁ KATEŘINA

Obor: INŽENÝRSTVÍ POLYMERŮ

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby <sup>1)</sup>;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 <sup>2)</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 14.5.2013



.....

<sup>1)</sup> zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) *Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlázení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.*

(3) *Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.*

<sup>2)</sup> *zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:*

(3) *Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).*

<sup>3)</sup> *zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:*

(1) *Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.*

(2) *Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.*

(3) *Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlídně k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.*

## **ABSTRAKT**

Tato diplomová práce hodnotí vliv plniva a molekulové struktury na fotodegradační chování dřevo-plast kompozitů. Jako plnivo byla použita neupravená dřevní moučka z borovice. Kompozity připravené z čistého a nukleovaného polypropylenu s různým plněním dřeva byly podrobeny urychlenému UV stárnutí. Vzorky byly testovány metodami infračervenou spektroskopií, rentgenovou difrakcí, diferencíální skenovací kalorimetrií a mikroskopií. Bylo potvrzeno, že přidavek dřevní moučky a nukleačního činidla do matrice polypropylenu vede ke zvýšení odolnosti materiálu proti fotodegradaci.

Klíčová slova: polypropylen, dřevní moučka, kompozity, nukleace, fotodegradace

## **ABSTRACT**

This Master's thesis probes the possible options of influence of filler and molecular structure on photo-degradation of wood plastic composites. In terms of this study, unmodified wood-flour from pine was chosen. Composites prepared from neat and nucleated polypropylenes with various wood filling were exposed to the accelerated UV-radiation. Prepared samples were tested using infrared spectroscopy, X-ray diffraction, differential scanning calorimetry and microscopy. The results showed that presence of wood-flour and beta-nucleator enhances the stability of composites against UV-light.

Keywords: polypropylene, wood-flour, composite, nucleation, photo-degradation

Poděkování:

Chtěla bych poděkovat především vedoucí mé diplomové práce. Ing. Lence Chvátalové, pro poskytnutí veškerých informací, komentářů a obětování volného času.

Také děkuji mojí rodině za velkou trpělivost a podporu.

Prohlašuji, že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně, 17. Května 2013

.....

Kateřina Gabrhelíková

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>12</b>
<b>1 DŘEVO-PLAST KOMPOZITY</b> .....	<b>13</b>
1.1 SLOŽENÍ DŘEVO-PLAST KOMPOZITŮ .....	13
1.1.1 Dřevo.....	13
1.1.1.1 Chemické složení dřeva .....	14
1.1.1.2 Základní druhy dřeva .....	17
1.1.2 Polypropylen .....	18
1.1.2.1 Výroba polypropylenu .....	19
1.1.2.2 Nadmolekulární struktura polypropylenu .....	19
1.1.2.3 Vlastnosti $\beta$ -nukleovaného polypropylenu .....	22
1.2 VLASTNOSTI DŘEVO-PLAST KOMPOZITŮ.....	23
1.3 ZPRACOVÁNÍ DŘEVO-PLAST KOMPOZITŮ .....	24
1.4 APLIKACE DŘEVO-PLAST KOMPOZITŮ .....	24
1.5 FOTODEGRADACE DŘEVO-PLAST KOMPOZITŮ .....	26
<b>2 ZKUŠEBNÍ METODY</b> .....	<b>29</b>
2.1 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE .....	29
2.2 DIFRAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ .....	30
2.3 DIFERENCIÁLNÍ SKENOVACÍ KALORIMETRIE.....	31
2.4 MIKROSKOPIE .....	32
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>33</b>
<b>3 PŘÍPRAVA VZORKŮ</b> .....	<b>34</b>
3.1 MATERIÁLY .....	34
3.2 PŘÍPRAVA SMĚSÍ.....	35
3.3 PŘÍPRAVA SMĚSÍ PRO EXPERIMENTÁLNÍ MĚŘENÍ .....	36
<b>4 METODY A ZAŘÍZENÍ</b> .....	<b>37</b>
4.1 FOTODEGRADACE – URYCHLENÉ STÁRNUTÍ .....	37
4.2 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE .....	38
4.3 DIFRAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ .....	38
4.4 DIFERENCIÁLNÍ SKENOVACÍ KALORIMETRIE.....	42
4.5 MIKROSKOPIE .....	43
<b>III VÝSLEDKY A DISKUZE</b> .....	<b>44</b>
<b>5 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE</b> .....	<b>45</b>
<b>6 DIFRAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ</b> .....	<b>51</b>
<b>7 DIFERENCIÁLNÍ SKENOVACÍ KALORIMETRIE</b> .....	<b>58</b>
7.1 PRVNÍ TÁNÍ.....	58
7.2 KRYSTALIZACE .....	65
7.3 DRUHÉ TÁNÍ .....	71
<b>8 MIKROSKOPIE</b> .....	<b>78</b>
<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>84</b>
<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY</b> .....	<b>85</b>



<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>91</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>93</b>
<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>97</b>

## ÚVOD

Během několika posledních let syntetické polymery nahradily doposud používané materiály, jako je kov a dřevo, v mnoha aplikacích. Vedle samostatných polymerních materiálů, které se nacházejí všude kolem nás, existuje mnoho kompozitních materiálů s velkým využitím. Tyto materiály jsou složeny z polymerní matrice a plniva. Plnivo zajišťuje zlepšení mechanických a fyzikálních vlastností. Používají se nejčastěji skleněná a uhlíková vlákna, různé jílové minerály a mnoho dalších.

Díky velkému důrazu na ochranu životního prostředí je zapotřebí nahrazovat doposud používané plniva jinými. Především těmi, které jsou z obnovitelných organických zdrojů, jako je např. dřevo. To je používáno díky jeho snadné dostupnosti a relativně nízké ceně. Jedním z takových kompozitních materiálů jsou i dřevo-plastové kompozity – Wood Plastic Composite (WPC).

WPC je ještě velmi nový materiál vzhledem k dlouhé historii přírodního dřeva, jako stavebního materiálu. Technologie výroby byla vynalezena před více než 50. lety v USA, kde je nyní už standardem při stavbě venkovních podlah, teras, plotů, zábradlí a mnoha dalších produktů. Ačkoli je vysoce odolný proti hnilobě dřeva, WPC si stále drží určitou nasákavost díky smíchání plastu s organickými dřevními vlákny. Hlavní výhodou této kategorie stavebních materiálů je jeho schopnost jeho opětovné recyklace oproti dřevu, které se po užití stává odpadem.

Nejčastěji používanými polymery pro matrice jsou polyetylen (PE), polypropylen (PP) a polyvinylchlorid (PVC). Dřevní plnivo se získává ve formě moučky nebo vláken. Dále se přidávají přísady, jako jsou barviva, spojovací nebo maziva pomáhají přizpůsobit konečný produkt do cílové oblasti použití. Materiál je tvarován jak do plných tak i do dutých profilů. Hlavní myšlenkou vývoje WPC bylo vytvoření co nejdokonalejšího materiálu, který bude na jedné straně eliminovat většinu nežádoucích vlastností dřeva (negativní vliv slunce, mrazu, hniloba, plísně, sesychání, kroucení napadení hmyzem apod.) při zachování vizuálního efektu dřeva. Dřevoplast je odolný proti praskání a štípání, může být tvarovaný do různých tvarů [1].

Stárnutí WPC hraje významnou roli v jejich životnosti. Přítomnost terciálního uhlíku ve struktuře polypropylenu je důvodem jeho vysoké citlivosti vůči UV záření. Nicméně, vhodnou modifikací PP pomocí nukleačních činidel lze docílit lepší odolnosti vůči UV-

degradaci. Tato práce se zaměřuje na degradaci nukleovaného PP, který byl smíchán s dřevními pilinami o různé velikosti částic a koncentraci plnění.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 DŘEVO-PLAST KOMPOZITY

Polymerní kompozit je heterogenní systém tvořený minimálně dvěma fázemi, obvykle rozdílného chemického složení, fyzikálními a mechanickými vlastnostmi, z nichž jedna fáze je polymer [2]. Dřevo-plast kompozit – Wood Plastic Composite (WPC) je kompozit složený z dřevního plniva a polymerní matrice. Jako plnivo je použita dřevní moučka, která vyztuží termoplastickou matici. Tyto kompozity byly a jsou používány v různých aplikacích. Dřevo může být použito v mnoha různých formách, například ve formě dřevěné moučky nebo vláken. Hlavní výhodou tohoto plniva je jeho nízká cena a nízká hustota. Díky přírodnímu charakteru je recyklovatelné a biologicky rozložitelné.

Polymer ve spojení s dřevitým vláknem tvoří mechanicky a chemicky odolnou směs s nízkou absorpcí vody, odolnou proti plísním a dřevokazným houbám. V celkovém složení materiálu bývá dřevo zastoupeno z 50–75 %. Nejběžnějšími termoplasty používanými na přípravu WPC jsou polyetyleny, polypropyleny a polyvinylchloridy [3].

### 1.1 Složení dřevo-plast kompozitů

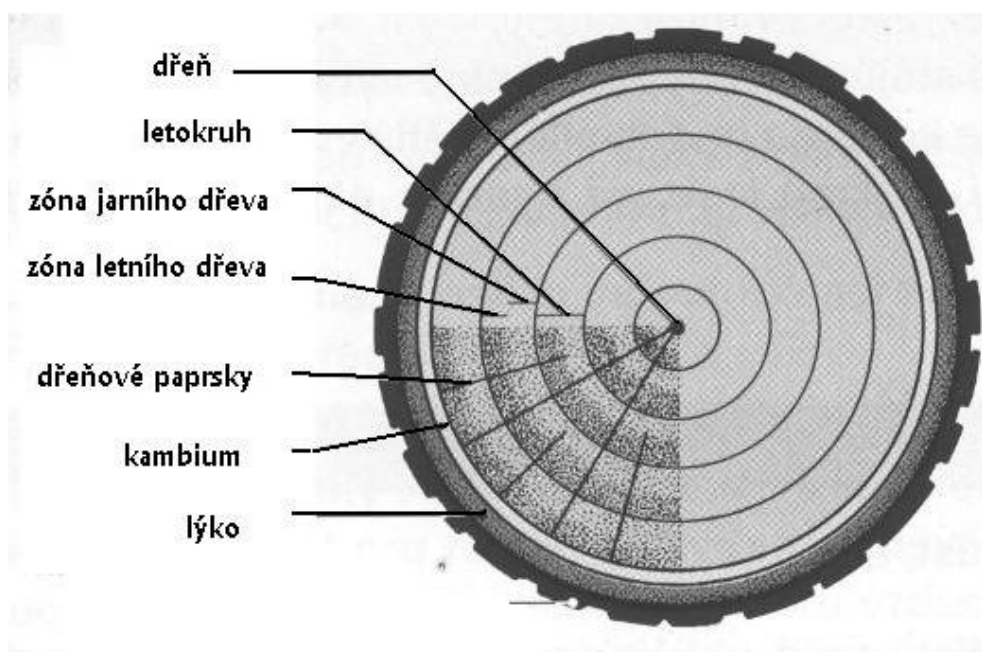
Obecně kompozit se skládá z několika fází. Spojitou fází je matrice polypropylenu a nespojitou je dřevní moučka.

#### 1.1.1 Dřevo

Dřevo patří k nejstarším stavebním materiálům. Bylo používáno již v pravěku a v současné době zaznamenávají dřevěné konstrukce renesanci svého použití a celosvětově značný rozvoj. Hlavními důvody pro užití dřevěných materiálů jsou vhodné konstrukční vlastnosti dřeva a kompozitních materiálů na bázi dřeva. Jsou lehké, snadno opracovatelné a mají dobré izolační vlastnosti. Jednou z velkých výhod dřeva je, že patří mezi obnovitelné zdroje. Použitím dřeva tedy dochází k naplnění požadavku ochrany životního prostředí [4].

Ačkoliv poměr nízké objemové hmotnosti a vysoké pevnosti zajišťuje dřevu výborné předpoklady pro použití v konstrukcích, často se hovoří o překážkách bránících jeho širšímu využití. Je hydrokopické a s tím jsou spojené změny rozměrů při změně vlhkosti. Dřevo je výrazně anizotropní materiál, což znamená, že v jednotlivých směrech má rozdílné fyzikální a mechanické vlastnosti [5].

Dřevo se skládá z kulatých, podlouhlých nebo obdélníkových buněk, jejichž délka je výrazně větších rozměrů než šířka. Délka těchto buněk je pak rovnoběžná s délkou stromu. Dřevo vzniká činností mizového pletiva (kambia), což jsou vrstvičky živých buněk, které jsou uloženy mezi dřevem a kůrou. Provedením řezu dřevem, můžeme vidět soustředné kruhy, které vznikají postupným narůstáním dřevní hmoty při jednom vegetačním období. Tyto kruhy se nazývají letokruhy. Na jaře většinou vzniká světleji zbarvená část letokruhů (jarní dřevo) a v létě vzniká vnější tvrdší a tmavší část (letní dřevo). Jarní dřevo slouží hlavně k vedení vody a letní dřevo má funkci mechanickou. Na Obrázku 1 můžeme vidět náčrtek průřezu kmene stromu [6].



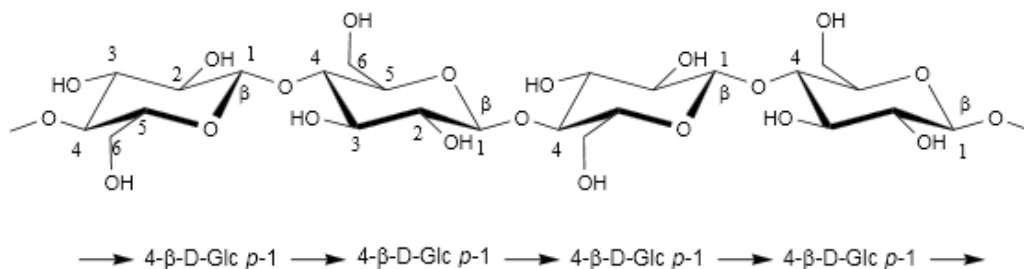
Obrázek 1: Průřez kmene [6]

#### 1.1.1.1 Chemické složení dřeva

Dřevo je hmota organického původu. Hlavní složkou dřeva (90–98 %) jsou makromolekulární látky, které formují strukturu buněčných stěn a mezibuněčnou hmotu. Jsou to celulóza, hemicelulóza a lignin. Kromě hlavních složek jsou ve dřevě přítomné tzv. vedlejší složky, které jsou ze dřeva extrahovatelné. Všechny tyto složky mají charakteristické vlastnosti, které významným způsobem ovlivňují vlastnosti dřevní hmoty [7].

### Celulóza

Základní stavební jednotkou buněčné stěny je celulóza, která tvoří konturu zdřevnatělých buněčných stěn a představuje cca 43–52 % z hmotnosti dřeva. Čistá celulóza je lineární homopolymer (Obrázek 2), který se skládá z opakujících se jednotek  $\beta$ -D-glukopyranózy [7].

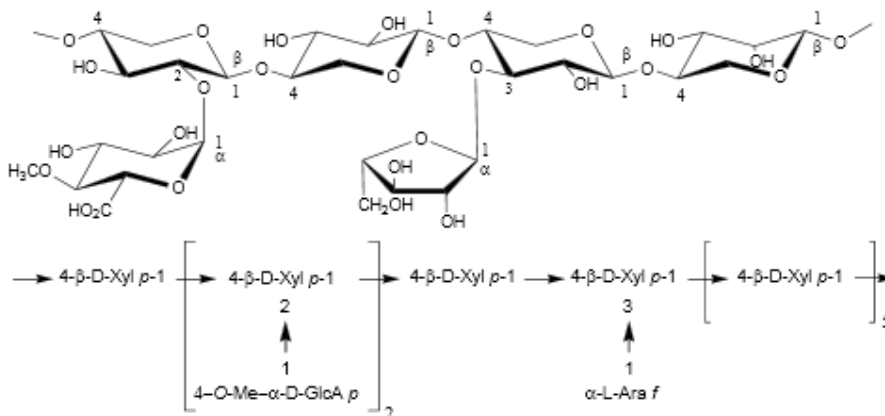


Obrázek 2: Struktura celulózy [8]

### Hemicelulóza

Je ve vodě nerozpustný polysacharid, který doprovází ve dřevě a v jiných rostlinných materiálech celulózu. Jedná se o lineární polysacharid s krátkými postranními řetězci. Monomery hemicelulózy jsou pentózy (např. xylóza, arabinóza) a hexózy (např. glukóza, mannoza) viz Obrázek 3. Od celulózy se hemicelulóza liší nižší relativní molekulovou hmotností a menším stupněm krystalinity. Obsah hemicelulózy závisí na druhu dřevin a tvoří 15 až 35 % [7].

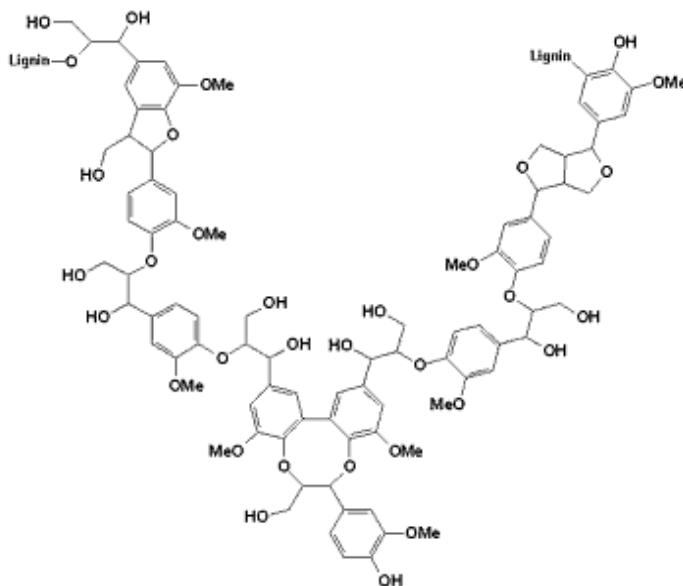
#### Xylan



Obrázek 3: Struktura hemicelulózy – xylan [8]

### *Lignin*

Ukládá se do prostor mezi celulózovými vlákny, stmeluje ji a celulózová tkáň se tak přeměňuje na tkáň dřevní. V jehličnatém dřevě je asi 30 % ligninu a v listnatém dřevě asi 20 %. Po chemické stránce je lignin polyfenolického charakteru. Jeho základní skelet tvoří fenylypropanové jádro, respektive jeho deriváty, které jsou spojeny vazbami etherovými nebo vazbami mezi dvěma atomy uhlíku [9].



Obrázek 4: Struktura ligninu [10]

### *Doprovodné složky*

Látky vyskytující se v malém množství 3–10 %. Mohou se nacházet v buněčných stěnách, v mezibuněčných prostorách. Mají vliv na barvu dřeva, vůni ale také na sušení, opracování, trvanlivost a odolnost. Organické látky (1–5 % hmoty dřeva) a anorganické látky, kdy jejich spálením vznikne popel (do 1 % hmoty dřeva). Mezi organické látky patří sacharidy, fenolické látky a u jehličnanů s pryskyřičnými kanálky to jsou terpeny. Anorganické látky se nacházejí ve formě vápenatých, draselných a hořečnatých solí [11].



### 1.1.1.2 Základní druhy dřeva

Jsou tři základní druhy dřeva. Dřevo jehličnatých dřevin – modřín, smrk, jedle, borovice, jalovec. Dřevo listnatých dřevin – dub, jasan, olše, lípa, bříza, javor, topol. A dřevo křovin [12].

Dále dřevo můžeme rozdělit podle jeho tvrdosti na tvrdé a měkké. Tvrdé dřevo se získává z listnatých stromů a vyznačuje se zpravidla vysokou hustotou. Patří do třídy krytosemenných rostlin, jejichž semena se nacházejí v semeníku, ze kterých po opylování vznikají plody. Toto dřevo se vyznačuje větší pestrostí barev, textury a žilkování [13].

Měkké dřevo pochází z jehličnatých stromů a má nízkou hustotu. Jehličnaté stromy náleží do třídy nahosemenných rostlin, které produkují semena, jež nejsou ukrytá v semeníku. Měkké dřevo je obvykle světlé barvy ve škále sahající od žluté po hnědo-rezavou. Vyznačuje se zřetelnou texturou, která je výsledkem vysokého kontrastu mezi jarními a letními letokruhy [13].

V této práci byly použity dřevní piliny z borovice.

#### **Borovice**

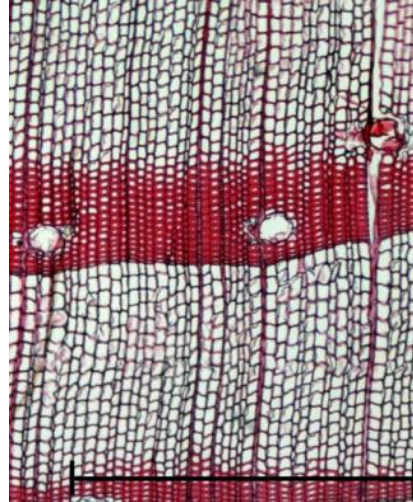
Borovicové dřevo je měkké, křehčí než smrkové. Krémově růžovo-bělavé dřevo je poměrně úzké a kontrastuje s jádrovým dřevem, které je žlutočervené až červenohnědé, s výraznými širokými letokruhy, zvláště u rychle rostoucích stromů [14].



Obrázek 5: Dřevo borovice lesní [15]

Borovicové dřevo je velmi pryskyřičnaté a má hrubou texturu. Na Obrázku 6 je vidět mikroskopická stavba borovice, kde jdou vidět pryskyřičné kanálky. Měřítko v pravém dolním rohu představuje vzdálenost 1 mm [14].

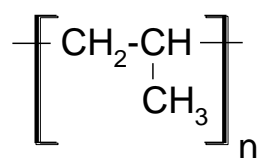
Po vysušení má dřevo hustotu mezi 660 a 690 kg/m<sup>3</sup>. Má vysokou pevnost v ohybu a tlaku, vysokou tuhost a střední rázovou houževnatost. Kvůli vysokému obsahu pryskyřice není vhodné k ohýbání [14].



Obrázek 6: Mikroskopická stavba borovice [14]

### 1.1.2 Polypropylen

Polyolefiny představují polymery s největší absolutní spotřebou. Důvodem je jednak cenová dostupnost surovin, široká surovinová základna, dobrá zpracovatelnost a relativně vysoké uživatelské vlastnosti [16].



Obrázek 7: Strukturní vzorec PP [16]

Polypropylen (PP) je druhý nejvýznamnější polyolefin. Je to krystalický polymer o stupni krystalinity 60 % až 75 %. Vzhledem ke své krystalinitě je neprůhledný [16].

### 1.1.2.1 Výroba polypropylenu

Monomerní jednotkou pro výrobu polypropylenu je propén (propylén), který je jednou z nejdostupnějších petrochemických surovin. Získává se pyrolýzou uhlovodíků ze zemního plynu nebo benzinů při vysokých teplotách okolo 700 °C. Je to plyn bez chuti a zápachu. Se vzduchem tvoří výbušnou směs. Zdravotně je téměř nezávadný, ve vysokých koncentracích způsobuje narkózu. Rozhodující podmínkou pro úspěšnou výrobu PP je čistota propénu, proto jsou na ni kladeny vysoké nároky [17].

Radikálovou nebo kationtovou polymerací propylenu se získávají jen nízkomolekulární produkty, sestávající z rozvětvených, ataktických molekul. Roku 1954 G. Natta zjistil, že některé katalyzátory Zieglerova typu jsou schopny polymerovat propylen na vysokomolekulární polymery s pravidelnou strukturou, s vysokým bodem tání a dobrými mechanickými vlastnostmi [18].

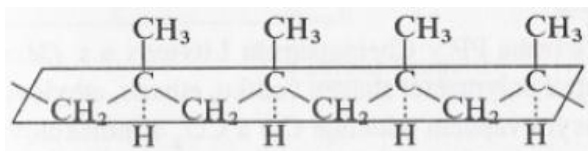
### 1.1.2.2 Nadmolekulární struktura polypropylenu

Základem PP je jeho monomerní jednotka, jejíž prostorové uspořádání je poměrně přesně určeno valenčními úhly atomů uhlíku. Propylenové jednotky jsou nesymetrické a tak se mohou do makromolekuly skládat různým způsobem (Obrázek 7). Podle toho jsou možné tři odlišné typy polypropylenu: izotaktický, syndiotaktický a ataktický [19].

Vlastnost	Izotaktický	Syndiotaktický	Ataktický
Hustota, g/cm <sup>3</sup>	0,92–0,94	0,8–0,91	0,85–0,90
Bod tání, °C	165	135	—
Rozpustnost v uhlovodíku při 20 °C	Nerospouští se	střední	vysoká
Pevnost	vysoká	střední	vysoká

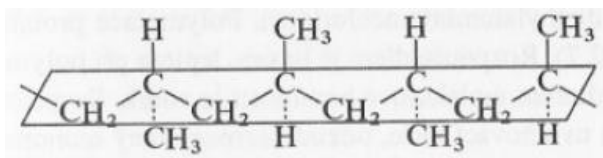
Tabulka 1: Vlastnosti izotaktického, syndiotaktického a ataktického PP [19]

Izotaktický polypropylen (iPP) má postranní methylové skupiny umístěny vždy na jedné straně hlavního polymerního řetězce. Molekula má tvar šroubovice s ternární symetrií. To znamená, že jeden závit šroubovice je tvořen vždy třemi monomerními jednotkami. Je tuhý a vysoce krystalický [19].



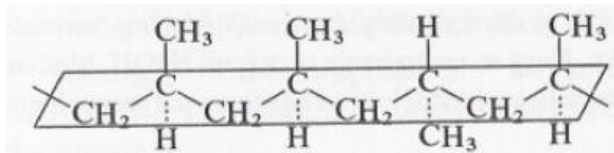
Obrázek 8: Izotaktický polypropylen [18]

Syndiotaktický polypropylen (sPP) má pravidelně střídající se methylové skupiny po obou stranách polymerního řetězce. Tento typ se vyznačuje vysokou houževnatostí, tepelnou odolností a čistotou [20].



Obrázek 9: Syndiotaktický polypropylen [18]

Extrémním případem neuspořádanosti je ataktický typ. V jeho molekulách jsou  $-CH_3$  skupiny rozloženy nepravidelně. Ataktický polypropylen je amorfní a pružný [20].



Obrázek 10: Ataktický polypropylen [18]

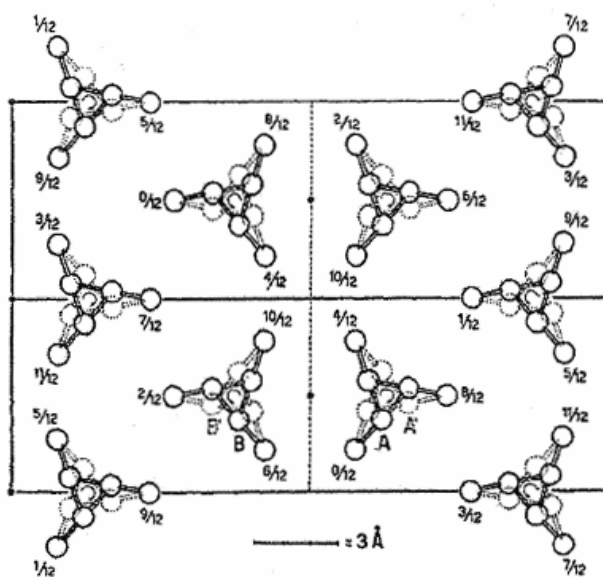
Všechny uvedené struktury jsou zastoupeny ve vyrobeném PP, přičemž izotaktický podíl tvoří obvykle více než 80 % hmotnosti, syndiotaktický několik procent a ataktické podíly nemají přesahovat 10 % [17].

Pro praktické účely je nejdůležitější izotaktický polypropylen. Je polymorfní a v teplotním intervalu mezi teplotou skelného přechodu  $T_g$  a teplotou tání  $T_m$  může existovat v několika různých morfologických formách, lišící se krystalickou mřížkou [17]:

- $\alpha$ -modifikace,
- $\beta$ -modifikace,
- $\gamma$ -modifikace,
- smektická forma.

### $\alpha$ -modifikace

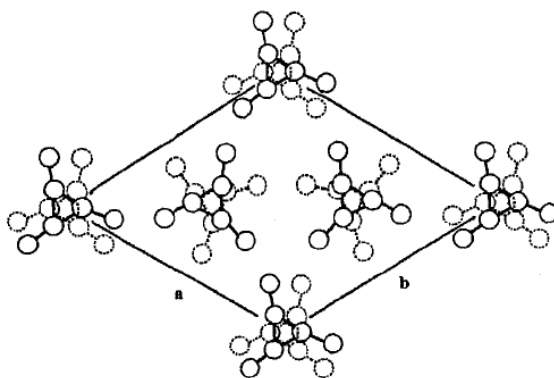
Nejstabilnější a nejběžnější krystalickou formou iPP je monoklinická  $\alpha$ -modifikace ( $\alpha$ -PP) viz Obrázek 11 [21, 22]. Polymerní řetězce jsou skládané do lamel o tloušťce 20 nm. Výrazný je růst lamel v radiálním směru a jejich struktura vytváří pozitivní, negativní a smíšený dvojlom. Pozitivní dvojlom je pozorován u sférolitů kde převažují tangenciální lamely. Negativní dvojlom nastává díky dvojlomu sférolitů, ve kterých je radiální růst lamely dominantní [23].



Obrázek 11: Krystalická struktura  $\alpha$ -fáze iPP [24]

### $\beta$ -modifikace

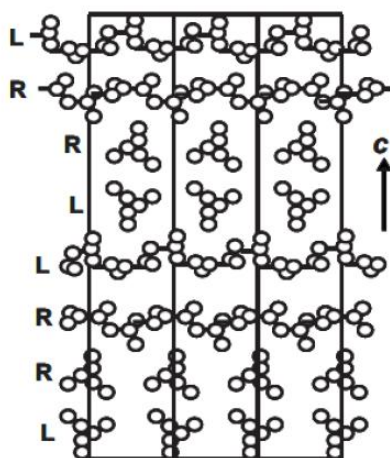
$\beta$ -fáze polypropylenu byla objevena v roce 1959 Keithem [24, 25], který zjistil, že beta fáze má hexagonální strukturu. Toto bylo však po několika letech vyvráceno [26, 27] a nově se beta fáze považovala za trigonální se třemi isochirálními šroubovicemi (Obrázek 12). Polypropylen s převládající  $\beta$ -fází ( $\beta$ -PP) lze získat přidáním  $\beta$ -nukleačního činidla nebo krystalizací za speciálních podmínek, jako je například použití metody teplotního gradientu [28].  $\beta$ -fáze je termodynamicky méně stálá a její teplota tání je 150–153 °C. Při dostatečně pomalém ohřevu rekrystalizuje na  $\alpha$ -fázi. Dloužení za vysokých teplot způsobuje rekrystalizaci do monoklinické  $\alpha$ -fáze a při dloužení za studena vede ke smektické struktuře [29].



Obrázek 12: Trigonální buňka  $\beta$ -fáze iPP [25]

### $\gamma$ -modifikace

Krystalická struktura  $\gamma$ -fáze (Obrázek 13) vykazuje velkou podobnost s uspořádáním  $\alpha$ -fáze. Vzniká v silně zdegradovaných vzorcích nebo krystalizací při tlaku vyšším než 200 MPa. Většinou se jedná o koexistenci  $\alpha$ - a  $\gamma$ -fáze. Jelikož se jedná o termodynamicky nestabilní fázi, rekrystalizuje za teplot blízkých 140 °C do  $\alpha$ -krystalické modifikace [29].



Obrázek 13: Ortorombická buňka  $\gamma$ -fáze iPP [30]

#### 1.1.2.3 Vlastnosti $\beta$ -nukleovaného polypropylenu

Nukleační činidla v polymerech vytvářejí větší počet malých sférolitů, které zlepšují mechanické a optické vlastnosti, ohybový modul, tuhost a zvyšují teplotu krystalizace [31].

Některé vlastnosti  $\beta$ -nukleovaného polypropylenu se značně liší od běžného iPP. Ve srovnání s  $\alpha$ -PP,  $\beta$ -PP vykazuje nižší hustotu a teplotu tání. Chemická odolnost je také o něco nižší než  $\alpha$ -PP [32]. Naopak, intenzivní studie degračního chování PP potvrdily, že po-

lypropylen obsahující převážně  $\beta$ -modifikaci ve své krystalické formě je podstatně méně citlivý na UV-záření ve srovnání s běžným typem iPP [32, 33, 34].  $\beta$ -nukleovaný PP vykazuje nižší E-modul a pevnost v tahu, ale naopak vyšší houževnatost a tažnost [22].

## 1.2 Vlastnosti dřevo-plast kompozitů

Většina fyzikálních a mechanických vlastností WPC závisí hlavně na interakci mezi dřevem a termoplastickým materiálem. Jedním ze způsobů zlepšení této interakce je přidavek pojiva. Obecně lze říci, že přísady přispívají k propojení hydrofilního dřeva a hydrofobního plastu, které umožňují tvorbu jednofázového kompozitu. WPC mají problémy při vystavení UV záření. Vzhled přírodního dřeva a barva mají tendenci slábnout. V tomto případě závisí na použití finálního výrobku a při výrobě musí být přidány UV stabilizátory. Při navrhování kompozitu je jedním z nejdůležitějších parametrů velikost částic, které ovlivňují celkové vlastnosti kompozitu [35].

Mechanické vlastnosti kompozitu jsou ovlivňovány nejen výchozími surovinami, ale také technologickým zpracováním. S rostoucím obsahem dřevní hmoty se zvyšují moduly pružnosti, ale rovněž dochází ke snížení pevnosti kompozitu. Ta je závislá na formě dřeva a typu použitého polymeru, na vzájemné interakci mezi plnivem a matricí, a také metodě zpracování [36]. V některých kompozitních systémech se používá dřevní moučka. Malá velikost částic zvyšuje modul pružnosti [37].

Absorpce vody u kompozitních materiálů závisí na jejich pórovitosti, obsahu celulóзовého vlákna a přístupnosti k vodě. Absorpce se zvyšuje s větší pórovitostí i s koncentrací dřevních vláken v kompozitu při jejich konstantní velikosti [38].

Další zlepšení mechanických vlastností, zvláště pevnosti v tahu a odolnosti nárazu, by šlo docílit přidáním skelných vláken do WPC [39].

### 1.3 Zpracování dřevo-plast kompozitů

Konečné vlastnosti kompozitů závisí na použitých podmínkách zpracování a typu procesu. Výroba WPC je obvykle dvoustupňový proces. V prvním kroku se suroviny smíchají a ve druhém je kompozitní směs upravena do tvaru výrobku. Vlhkost může narušit termoplastické procesy, které vedou ke špatné kvalitě povrchu dílů. Proto musí být materiály předem vysušené. Kvůli nízké teplotě degradace dřeva, teplota taveniny by měla být nižší než 200 °C [40].

Důležité je důkladné promíchání celé směsi, aby bylo dosaženo optimálního rozptýlení dřevní moučky v polymerní matici. Materiály bývají smíchány nejčastěji ve dvoušnekovém extruderu. Lépe bývá dispergována v polymeru dřevní moučka než větší vlákněné částice. Pro správné zamíchání je klíčové volba teploty, doba míchání a rychlost otáček [41].

Nejčastěji používanými metodami pro zpracování WPC je vytlačování, vstřikování a lisování. Vstřikování WPC se v současné době používá méně než vytlačování.



Obrázek 14: Vytlačovací linka pro WPC [42]

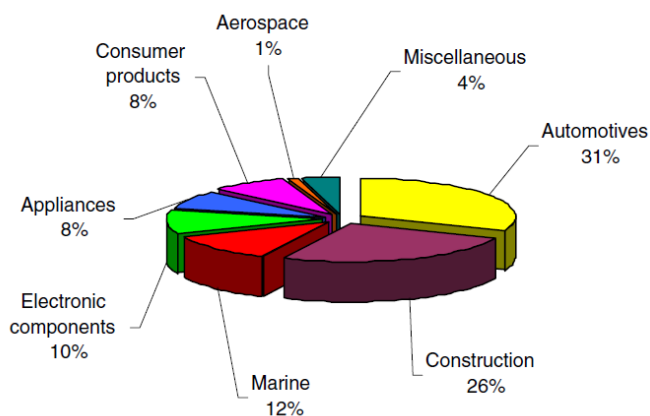
### 1.4 Aplikace dřevo-plast kompozitů

WPC se používají ve velkém množství v mnoha průmyslových odvětvích (Obrázek 15) například stavebnictví, automobilový průmysl, letectví a další. V automobilovém průmyslu se začaly dřevo-plastové kompozity používat jako náhrada dílů z plastů, sklolaminátu a oceli. Části z WPC lze obvykle nalézt v interiéru. Bývají to části přístrojových desek,



dveřní panely, opěradla a další. Tyto kompozity zlepšují mechanickou pevnost, bezpečnost cestujících, snižují výrobní náklady a především snižují hmotnost jednotlivých dílů [43].

Vstřikováním se může vyrábět spotřební zboží pro domácnosti nebo díly nábytku. Lisované díly jsou tvářeny především pro automobilový průmysl. Vytlačováním vznikají profily, které se používají jako palubky, obklady, zábradlí, okenní profily [40].

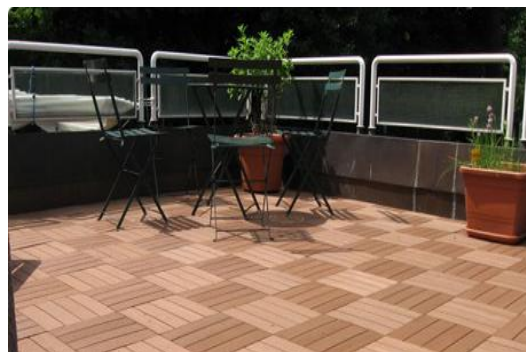


Obrázek 15: Aplikace WPC v roce 2002 [43]

Materiál je vhodný zejména k venkovnímu použití na podlahy, ploty, zábradlí, obklady domu, zahradní nábytek, kazety na balkony a další [44].



Obrázek 16: Obklad domu [45]



Obrázek 17: Kazety na balkony [46]



Obrázek 18: Plot [45]



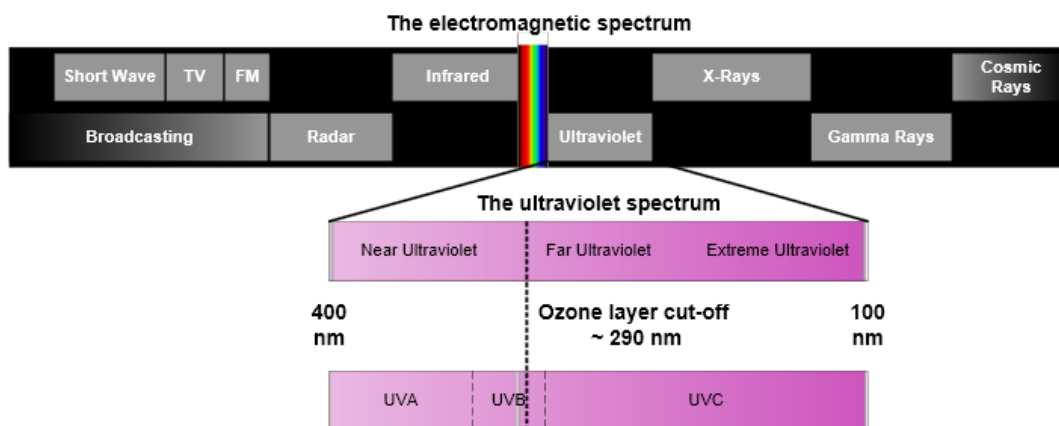
Obrázek 19: Terasa [47]

## 1.5 Fotodegradace dřevo-plast kompozitů

Degradace plastů obecně může být definována jako souhrn nežádoucích nevratných změn vlastností polymerních materiálů způsobených chemickými, fyzikálně-chemickými nebo fyzikálními procesy. Toto zhoršení vlastností polymerů může být vyvoláno působením světla, klimatickými podmínkami, teplotou, ozonem, kyslíkem, chemickými vlivy nebo mechanickým namáháním [48].

Proces degradace způsobený slunečním zářením, obvykle ultrafialovým zářením (UV) se nazývá UV-degradace nebo fotodegradace. Za běžných podmínek užívání je polymer vystavován kromě UV-záření také působením kyslíku. Tomuto typu degradace říkáme fotooxidační degradace (fotooxidace). Mnoho polymerních materiálů je více nebo méně citlivých na působení UV-záření. Co se týče polypropylenu, jedná se o nejvýznamnější druh degradace [48].

Sluneční záření dopadající na zemský povrch se skládá především z viditelného a infračerveného záření oblasti elektromagnetického spektra (Obrázek 20). Přibližně 43 % slunečního záření se vyskytuje v infračervené oblasti (s vlnovou délkou nad 700 nm). Asi 52 % je ve viditelné oblasti (s vlnovou délkou 400 až 700 nm), kdy mohou začínat fotochemické reakce. Posledních 5 % záření je v ultrafialové oblasti (290–400 nm) [48].



Obrázek 20: Elektromagnetické spektrum [48]

Navzdory relativně nízkému procentu UV-záření ve slunečním spektru, jedná se o velmi škodlivé záření pro polymery kvůli vysoké kvantové energii. Vazby mezi atomy mnoha polymerů mají disociovanou energii, které jsou podobné kvantovým energiím přítomných v UV-záření. UV-záření v oblasti 300 až 400 nm je proto schopné štěpit vazby polymerů,

způsobující rychlou degradaci základní struktury polymeru. Např. vazba  $\text{CH}_3\text{--CH}_3$  může být rozštěpena UV-zářením s vlnovou délkou větší než 340 nm, které obsahuje dostatečnou energii pro rozštěpení hlavní vazby. Škodlivost vlnových délek UV pro specifické polymery závisí na přítomných vazbách a maximální degradace proto nastává při různých vlnových délkách pro různé polymery, např. kolem 300 nm pro PE a asi 370 nm pro PP [48].

Jak je obecně známo, degradační reakce semikrystalických polymerů probíhají převážně v amorfní oblasti. Nicméně, fyzikální faktory, jako uspořádání – morfologie, distribuce a velikost krystalických oblastí ovlivňují degradační proces také [49]. Bylo prokázáno, že  $\beta$ -nukleace specificky ovlivňuje proces UV-degradace izotaktického polypropylenu [50, 51]. Molekulární degradabilita  $\beta$ -PP je nižší ve srovnání s běžným  $\alpha$ -PP a to díky vyšší nepropustnosti  $\beta$ -PP pro UV-světlo. Nicméně, degradační mechanismus je stejný pro oba materiály. Molekulární degradaci je možné charakterizovat pomocí karbonyl indexu, viz Obrázek 21. Jedná se o závislost karbonyl indexu čistého a  $\beta$ -PP jako funkce času degradace. Degradace je více patrná u  $\alpha$ -PP a obzvláště při vyšších dobách degradace [52].

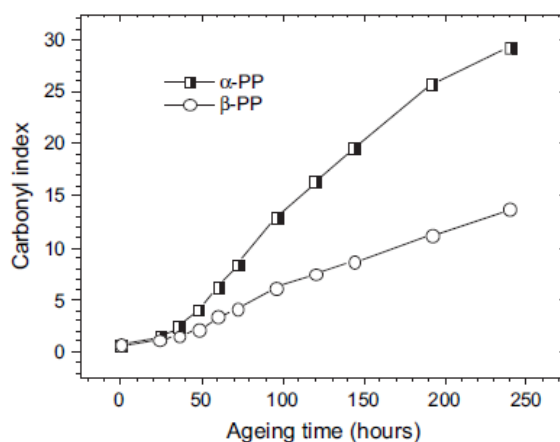


Fig. 2. Effect of UV exposure on the carbonyl index of  $\alpha$ -PP and  $\beta$ -PP specimens.

Obrázek 21: Vliv UV-záření na karbonyl index  $\alpha$ -PP a  $\beta$ -PP [52]

Účinek světla na WPC se projevuje především zvýšením křehkosti, tvrdosti, zhoršením dielektrických vlastností aj. Účinek světla je ovlivňován stejnými faktory a projevuje se podobně, jako tepelně-oxidační degradace tzn., souvisí s hustotou světelného toku, teplotou a přítomností kyslíku. Během fotooxidace se tvoří skupiny  $\text{--CO}$ ,  $\text{--COOH}$  a  $\text{--OH}$  [19].

Jedním z následků fotodegradace WPC je obsah ligninu, který vede ke změně barvy. Lignin se chová jako chromofor, absorbující UV záření a iniciuje degradační procesy. Všechny složky dřeva jsou náchylné k fotodegradaci, ale právě lignin absorbuje 80–95 % z celkového množství UV světla absorbovaného dřevem. Přítomnost vlhkosti ve dřevě zrychluje oxidační reakci, která je přímým důsledkem fotodegradace. Na základě těchto zjištění, může použití dřevin s nízkým obsahem ligninu zlepšit odolnost degradaci a tím snížit barevné změny kompozitu [53].

## 2 ZKUŠEBNÍ METODY

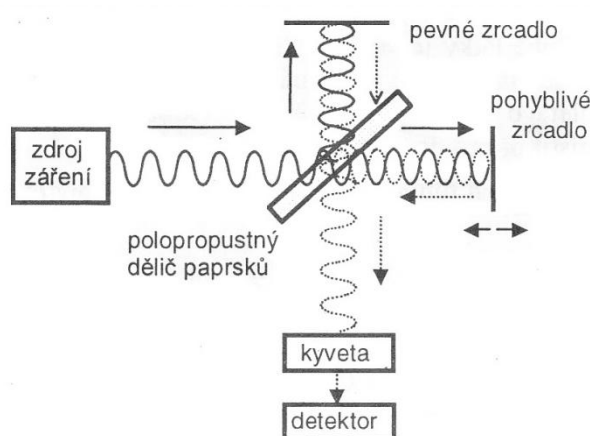
### 2.1 Infračervená spektroskopie

Principem infračervené spektroskopie je absorpce infračerveného záření molekulami látek. Infračervené záření má větší vlnovou délku a nižší energii než záření ultrafialové a viditelné. Pokrývá část elektromagnetického spektra v intervalu mezi 0,78 a 1000  $\mu\text{m}$ . Nejdůležitější oblast pro infračervenou spektroskopii je 400 – 670  $\text{cm}^{-1}$ . Infračervená oblast spektra se rozděluje na tři části [54]:

- blízká infračervená oblast (0,78 – 2,5  $\mu\text{m}$ , tj. 12800 – 4000  $\text{cm}^{-1}$ ),
- střední infračervená oblast (2,50 – 50  $\mu\text{m}$ , tj. 4000 – 200  $\text{cm}^{-1}$ ),
- vzdálená infračervená oblast (50 – 1000  $\mu\text{m}$ , tj. 200 – 10  $\text{cm}^{-1}$ ).

V infračervených spektrech se sleduje závislost transmitance nebo absorpance na vlnočtu absorbovaného záření. Infračervená spektra se měří ve spektrometrech. Konstrukčně starší jsou disperzní spektrometry, které pracují na principu rozkladu použitého infračerveného záření v hranolovém nebo mřížkovém monochromátoru. Dnes jsou používány infračervené spektroskopy s Fourierovou transformací (FTIR spektroskopy) [54].

Spektrometry FTIR používají místo monochromátoru Michelsonova interferometru, který na principu interference zesiluje, respektive zeslabuje záření z polychromatického zdroje.



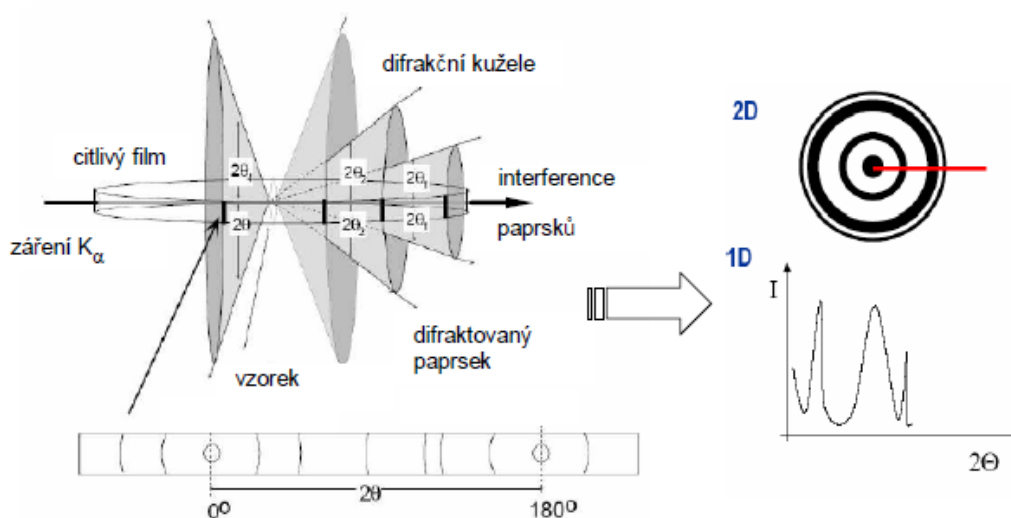
Obrázek 22: Schéma FTIR [54]

Citlivost je u klasických spektrometrů nižší než v elektronové absorpční spektroskopii. U techniky FTIR s využitím počítačových dat lze kvantitativně analyzovat i vícesložkovou směs změřením jednoho spektra [54].

## 2.2 Difrakce rentgenového záření

Historicky nejstarší technikou, která byla schopná podat informace o atomové struktuře měřeného vzorku je měření s využitím rentgenova záření. Rentgenové záření je ionizující elektromagnetické záření. Typické rozmezí vlnových délek je  $10^{-11}$  až  $10^{-8}$  m [55].

Širokouhlou RTG analýzou (WAXS, Wide Angle X-ray Scattering) využívající Debye – Schererovu metodu lze zjistit krystalinita polymeru. Při této metodě je difrakce zachycena na citlivý film (2D) nebo lze vyhodnotit přímo intenzita záření pomocí detektoru (1D). Princip difrakčního záření znázorňuje Obrázek 23 [56].



Obrázek 23: Princip difrakčního obrazu [56]

Difrakcí RTG záření na částečně krystalických polymerech vznikají ostrá difrakční maxima od krystalické fáze a široké maximum od amorfni fáze (tzv. amorfni halo) [57].

Krystalinitu polymeru lze vypočítat jako poměr plochy krystalického píku k celkové ploše. Relativní obsah  $\beta$ -fáze v krystalickém podílu se vypočte dle vztahu (1) a obsah  $\alpha$ -fáze dle vztahu (2) [58]:

$$K_{\beta} = \frac{A_b}{(A_{a1}+A_{a2}+A_{a3})} \quad (1)$$

$$K_{\alpha} = 1 - K_{\beta} \quad (2)$$

- kde
- $A_{a1}$ .....plocha  $\alpha$ -difrakčního píku při úhlu  $2\theta=14,2^{\circ}$
  - $A_{a2}$ ..... plocha  $\alpha$ -difrakčního píku při úhlu  $2\theta=17,0^{\circ}$
  - $A_{a3}$ ..... plocha  $\alpha$ -difrakčního píku při úhlu  $2\theta=18,8^{\circ}$
  - $A_b$ .....plocha  $\beta$ -difrakčního píku při úhlu  $2\theta=16,2^{\circ}$

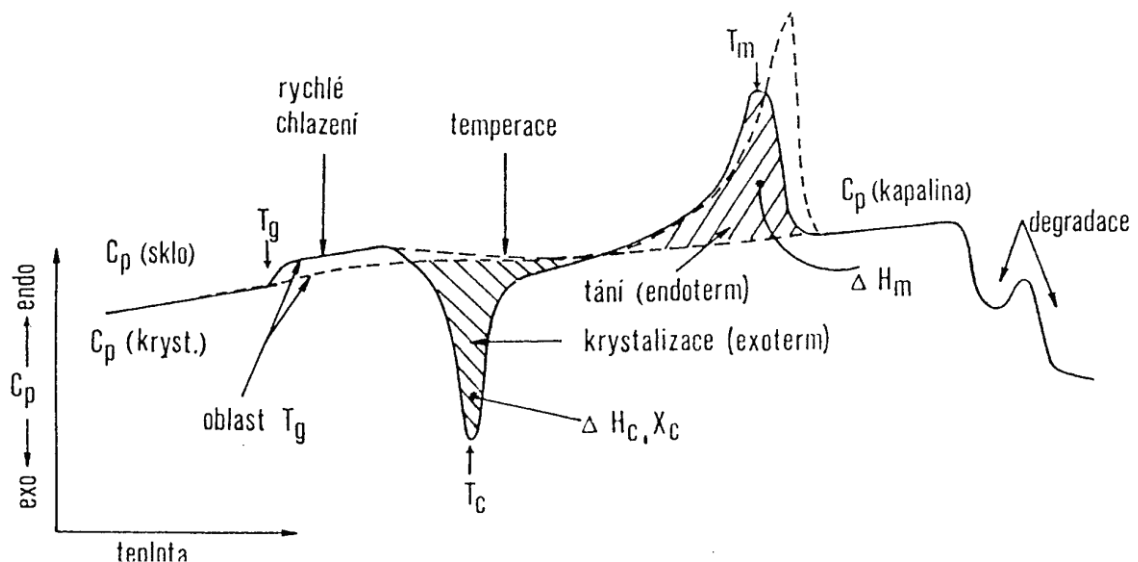
### 2.3 Diferenciální skenovací kalorimetrie

Diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) patří do skupiny termických analytických metod. Jejím principem je sledování tepelných efektů, ke kterým dochází ve vzorku v důsledku chemické reakce či fázové přeměny. Získaný signál je pak úměrný množství uvolněné či spotřebované energie. Důležitá je informace nejen o intenzitě pozorovaných tepelných efektů, ale i o teplotě, případně času, při kterých ke změnám ve vzorku dochází [59].

Využití DSC [60]:

- určení měrného tepla,
- stanovení teploty skelného přechodu,
- určení teploty krystalizace a rychlosti krystalizace,
- určení teploty tání atd.

Stanovení se provádí se dvěma nádobkami. Jedna obsahuje zkušební a druhá referenční vzorek. Nádobky se zahřívají nastavenou rychlostí, teplota obou vzorků rovnoměrně vzrůstá. Při měření je plocha píků úměrná změně entalpie, posun nulové linie je vázán na změnu tepelné kapacity (popřípadě hmotnosti) vzorku. Výsledkem měření je křivka závislosti tepelné kapacity na teplotě (Obrázek 24) [60].



Obrázek 24: DSC křivka [60]

## 2.4 Mikroskopie

Mikroskopie je vědecká disciplína, která se zabývá pozorováním a měřením malých předmětů pomocí různé zvětšovací techniky. Lze jí využít například pro hodnocení krystalických útvarů u polymerů. Pomocí optických nebo elektronových mikroskopů lze zvětšit rozlišovací schopnost lidského oka [61].

Nejvíce jsou používány mikroskopy [61]:

- *světelný* – používá se viditelná část spektra elektromagnetického vlnění nebo přílehlé oblasti pro zobrazení zvětšeného objektu,
- *elektronový* – objekt je pozorován v elektronovém svazku, přičemž optická soustava mikroskopu může být tvořena až čtyřmi skupinami elektromagnetických čoček.



## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

### 3 PŘÍPRAVA VZORKŮ

Pro tuto práci byly připraveny vzorky z nukleovaného PP a čistého PP s různým obsahem dřevních pilin, které měly odlišné velikosti částic. K těmto vzorkům se připravily ještě další dva, pouze s čistou maticí, bez přídavku plniva. Jednotlivé vzorky byly připraveny a dále značeny dle Tabulka 2.

Číslo vzorku	Matrice	Obsah plniva [%]	Velikost částic plniva [mm]
1	Čistý PP	0	0
2	Nukleovaný PP	0	0
3	Čistý PP	20	< 0,2
4	Čistý PP	20	0,4–0,2
5	Čistý PP	40	< 0,2
6	Čistý PP	40	0,4–0,2
7	Nukleovaný PP	20	< 0,2
8	Nukleovaný PP	20	0,4–0,2
9	Nukleovaný PP	40	< 0,2
10	Nukleovaný PP	40	0,4–0,2

Tabulka 2: Složení jednotlivých směsí

#### 3.1 Materiály

Základním materiálem pro přípravu WPC byl čistý PP HF 136 MO od firmy Borealis group (index toku taveniny 20 g/10 min, molekulová hmotnost 410 000) a stejný typ PP nukleovaný specifickým nukleačním činidlem N,N'-dicyklohexylnaphthalene-2,6-dikarboxamid (0,03 hm. %) dodané od Rika Int. [62]

Druhou složkou pro přípravu WPC byly dřevní piliny, které byly odpadem u stolaře. Pro přípravu kompozitů nebyly nijak modifikovány.

Vlastnosti	Jednotka	Hodnota	Zkušební metoda
Hustota (230 °C/2,16 kg)	kg/m <sup>3</sup>	908	ISO 1183
Index toku taveniny	g/10 min	20	ISO 1133
Ohybový modul	MPa	1500	ISO 527-2
Tažnost	%	9	ISO 527-2
Napětí na mezi kluzu	MPa	34	ISO 527-2
Teplota průhybu při zatížení	°C	92	ISO 75-2
Vrubová houževnatost CHARPY (23 °C)	kJ/m <sup>2</sup>	3,5	ISO 179/1eA

Tabulka 3: Mechanické vlastnosti materiálu PP HF 136 MO [63]

### 3.2 Příprava směsí

Piliny byly před zpracováním vysušeny při teplotě 103 °C po dobu 24 hod. Pomocí síťové analýzy se rozdělily na požadovanou velikost částic: < 0,2 mm, a 0,4–0,2 μm.

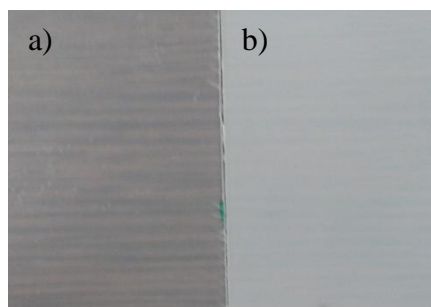


Obrázek 25: Síťovací stroj Retsch AS 200 [64]

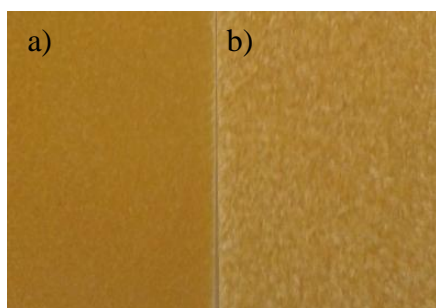
Poté byly připraveny směsi nukleovaného PP a čistého PP s různým obsahem plnění. Zamíchání směsí bylo provedeno v hnětiči Brabender Plasti-Cirder, při teplotě 180 °C a rychlosti 30 otáček/ 1 minut po dobu 5 minut.

### 3.3 Příprava směsí pro experimentální měření

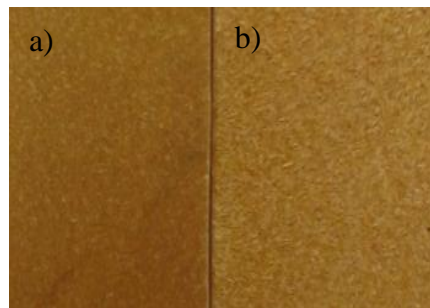
Vzorky z připravených kompozitů byly lisovány na vyhřívaném ručním lisu s použitím rámečku velikosti  $150 \times 150 \times 1$  mm. Čas lisování byl 5 minut při  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ . Vylisovaný vzorek se nechal následně chladnout dalších 5 minut v hydraulickém lisu při  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ .



Obrázek 26: a) vzorek 1,  
b) vzorek 2



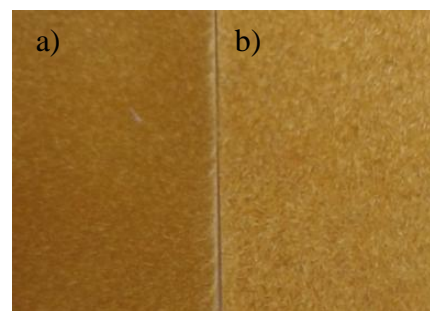
Obrázek 27: a) vzorek 3,  
b) vzorek 4



Obrázek 28: a) vzorek 5,  
b) vzorek 6



Obrázek 29: a) vzorek 7,  
b) vzorek 8



Obrázek 30: a) vzorek 9,  
b) vzorek 10

Z výlisků byly vystřiženy vzorky o rozměrech  $130 \times 45$  mm. Ty byly vloženy do kovových rámečků, které byly použity pro Xenotest. Z těchto vzorků byly vždy vyřezány zkušební vzorky pro DSC o hmotnosti 11-12 mg. Ty byly vloženy do hliníkových pánviček, přikryty víčky a zatabletovány.

## 4 METODY A ZAŘÍZENÍ

### 4.1 Fotodegradace – urychlené stárnutí

Urychlené stárnutí bylo provedeno pomocí zařízení Xenotest® Alpha+ (Atlas) s xenonovou lampou jako zdroj. Intenzita ozařování byla držena na  $125 \text{ W/m}^2$ , teplota černého standardu byla nastavena na  $50 \text{ °C}$ , teplota komory na  $35 \text{ °C}$  a relativní vlhkost 0 %. Podmínky v komoře se pohybovaly v intervalu  $\pm 20 \text{ °C}$ . Relativní vlhkost vždy dosahovala vyšších hodnot, asi o 10 %.

Celkový čas ozařování byl 768 hodin. Ozařování xenonovou lampou je asi 14krát intenzivnější než stárnutí při běžných podmínkách (sluneční záření), což odpovídá asi 15ti měsícům soustavného slunečního svitu. Pokud vezmeme v úvahu skutečnou délku denního světla, doba ozařování odpovídá zhruba dvojnásobné délce (30 měsíců) expozice v reálném prostředí. Interval sbírání dat byl v počáteční fázi 24 hod. a s dobou ozařování se prodlužoval.



Obrázek 31: Xenotest ATLAS Alpha+

## 4.2 Infračervená spektroskopie

Transmisní FTIR spektroskopická analýza byla použita ke stanovení chemické změny vzorku, zapříčiněné degradací, v celém infračerveném spektru ( $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ ). Metoda byla aplikována pro analýzu množství vznikajících karbonylových skupin. Tyto skupiny charakterizují rozsah škod způsobených UV zářením. V grafech byly karbonylové skupiny pozorovány v oblasti  $1600\text{ až }1800\text{ cm}^{-1}$ . Množství karbonylových skupin je vyjádřeno karbonyl indexem.

Měření bylo prováděno na přístroji Nicolet AVATAR 320 (Obrázek 32), s nominálním rozlišením  $2\text{ cm}^{-1}$  a počtem skenů 64.



Obrázek 32: Infračervený spektrometr

*Nicolet AVATAR 320*

## 4.3 Difrakce rentgenového záření

Širokoúhlou difrakcí RTG záření (WAXS) lze získat informace o krystalické struktuře, stupni krystalinity a morfologii vzorků. Měření bylo provedeno difraktometrem X'Pert PRO MPD (Multi-Purpose Diffractometer) od firmy Panalytical (Obrázek 33), s monochromatickým zářením  $\text{CuK}_\alpha$  a niklovým filtrem.



Obrázek 33: Difraktometr X'Pert PRO MPD [65]

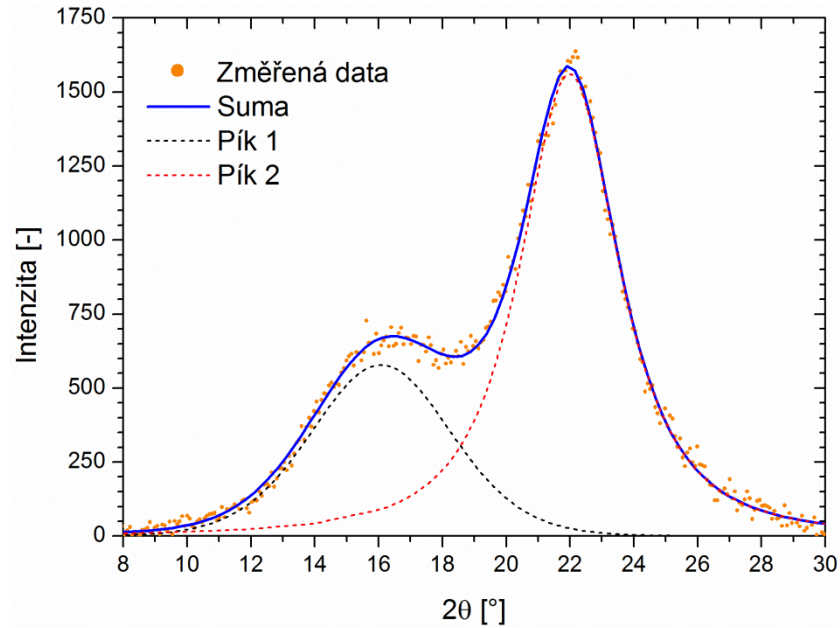
Metoda byla použita pro stanovení krystalinity vzorků v závislosti na době ozáření. Radialní snímky intenzity na difrakčním úhlu byly zaznamenány v rozmezí od 10 do 30 °.

Každé naměřené spektrum bylo dokumentováno užitím Gaussova píku s fixním maximem na 17 ° (amorfní halo) [66–68] a až 6 dalšími píky definovanými funkcí Pearson VII (reflexe krystalické fáze):

$$I(2\theta) = I_{\max} \frac{w^{2m}}{\left[ w^2 + (2^{1/m} - 1)(2\theta - 2\theta_0)^2 \right]^m} \quad (2)$$

kde  $w$  je poloviční šířka v polovině maxima,  $m$  je tvarový faktor,  $2\theta$  nezávisle proměnná a  $I_{\max}$  a  $2\theta_0$  jsou souřadnice píku.

V případě WPC je situace poněkud komplikovanější – jednak přítomnost amorfního haló a dále signál plniva. Z dekompozice spektra čistého dřeva bylo zjištěno, že tvar může být popsán jako suma dvou píků. Model tohoto problému je ukázán na Obrázku 34.



Obrázek 34: Dekompozice experimentálních dat se dvěma Pearson VII píky

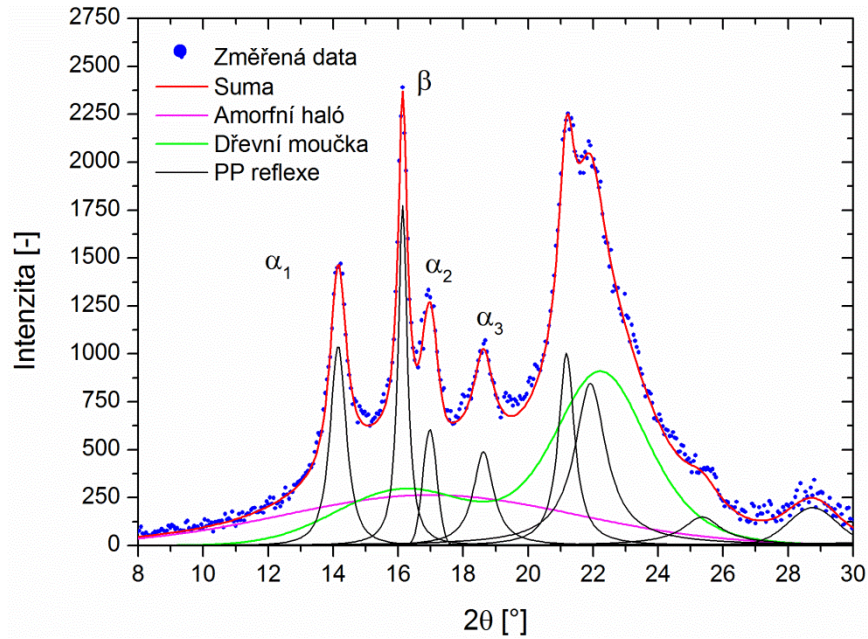
Signál dřeva může být namodelován jako suma dvou Pearson VII funkcí ve tvaru:

$$\begin{aligned}
 I(2\theta) = I_{\max} \cdot \frac{w^{2m}}{\left[ w^2 + (2^{1/m} - 1)(2\theta - 2\theta_0)^2 \right]^m} + \\
 + (3.18 \cdot I_{\max}) \cdot \frac{(0.71 \cdot w)^{2M}}{\left[ (0.71 \cdot w)^2 + (2^{1/M} - 1)(2\theta - (2\theta_0 + 6.11))^2 \right]^M}
 \end{aligned} \quad (3)$$

Dekompozice spekter byla provedena pomocí fitovacího programu nelineárních křivek Fytik [68], který je volně dostupný s GNU licencí.

Typická dekonvoluce je zobrazena na Obrázku 35.





Obrázek 35: Příklad spektra dekonvoluce WPC

Ze získaných dat byly odečteny plochy píků, ze kterých byla vypočítána krystalinita. Celková krystalinita ( $X_c$ ) byla vypočítána pomocí Rovnice 4, kde  $A_c$  a  $A_a$  jsou nafitované plochy krystalických a amorfních píků [70].

$$X_c = \frac{\sum A_c}{\sum A_c + \sum A_a} \quad (4)$$

Relativní podíl  $\beta$ -fáze ( $K_\beta$ ) byl vypočítán podle metody Turner-Jones [71] viz Rovnice 5, kde  $A_{300}^\beta$  je plocha reflexního píku odpovídající rovině (300),  $A_{110}^\alpha$ ,  $A_{040}^\alpha$  a  $A_{130}^\alpha$  jsou plochy rovin (110), (040) a (130).

$$K_\beta = \frac{A_{300}^\beta}{A_{300}^\beta + A_{110}^\alpha + A_{040}^\alpha + A_{130}^\alpha} \quad (5)$$

Celková krystalinita potom může být rozdělena na krystalinitu  $\beta$ -krystalu ( $X_\beta$ ) a krystalinitu  $\alpha$ -krystalu ( $X_\alpha$ ) viz Rovnice 6 a 7.

$$X_\beta = K_\beta \times X_c \quad (6)$$

$$X_\alpha = X_c - X_\beta \quad (7)$$

#### 4.4 Diferenciální skenovací kalorimetrie

Pro studium tepelného chování ozářených vzorků bylo použito metody diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC). Pro toto měření byl použit přístroj DSC 1 STAR System od firmy METTLER TOLEDO (Obrázek 36).

Pro analýzu vzorků byly použity následující teplotní režimy:

1. ohřev z 25 °C na 190 °C při rychlosti ohřevu 10 °C/min (První tání),
2. setrvání na teplotě 190 °C po dobu 1 min,
3. chlazení ze 190 °C na 25 °C při rychlosti chlazení 10 °C/min (Krystalizace),
4. setrvání na teplotě 25 °C po dobu 1 min,
5. ohřev z 25 °C na 190 °C při rychlosti ohřevu 10 °C/min (Druhé tání),
6. setrvání na teplotě 190 °C po dobu 1 min,
7. chlazení ze 190 °C na 25 °C při rychlosti 10 °C/min.



Obrázek 36: DSC přístroj

## 4.5 Mikroskopie

Vzorky byly pozorovány pod mikroskopem Zeiss STEMI 200-C (Obrázek 37) a to, před začátkem ozařování a po ukončení ozařování.

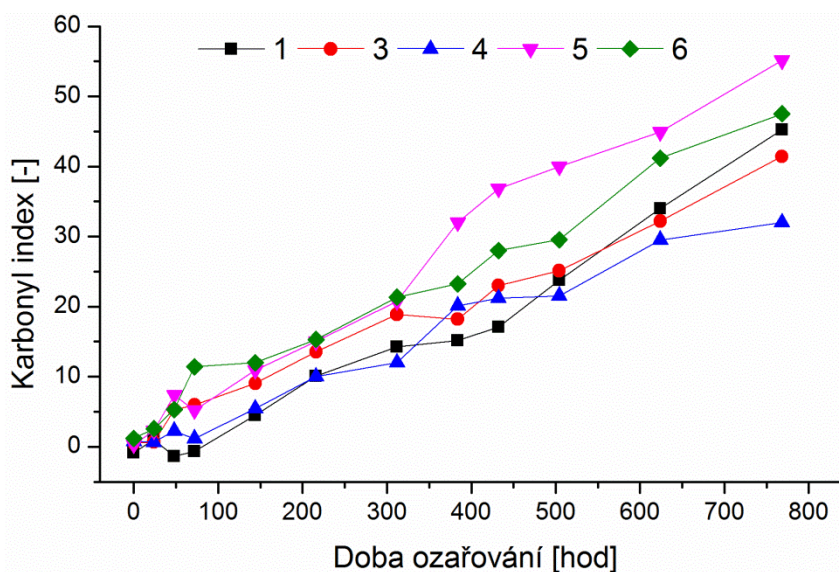


*Obrázek 37: Mikroskop Zeiss STEMI 200-C*

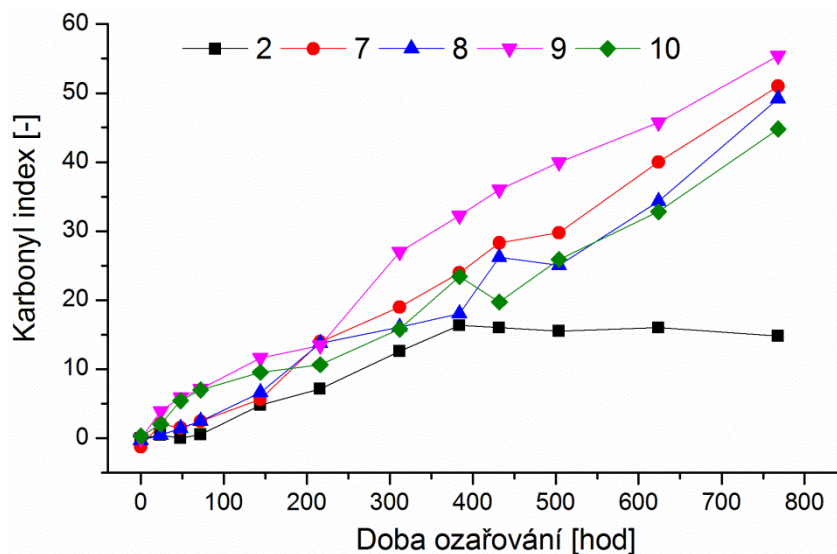
### **III. VÝSLEDKY A DISKUZE**

## 5 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE

Vývoj degradace vzorků lze vyjádřit pomocí karbonylového indexu. Je to hodnota vypočtená z podílu plochy píku v oblasti absorpce karbonylových skupin ( $1600\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$ ) a plochy pod referenčním píkem ( $950\text{--}980\text{ cm}^{-1}$ ). Obrázek 38 a 39 znázorňuje hodnoty karbonylového indexu v závislosti době měření. Lze vidět, že karbonylový index se zvyšuje s počtem ozařovacích hodin. Objevující se záporné hodnoty v krátkých časech ozařování mohou být způsobeny špatným změřením vzorku. Záviselo na manipulaci, aby degradované části nebyly příliš ohmatané a také, v jakém úseku se vzorek dotýkal měřící části. Z grafů je dále patrné, že nejméně citlivý na UV-záření je nukleovaný PP (vzorek 2). Avšak jeho kompozity se dřevem už vykazují relativně stejný průběh degradace jako jejich příslušné kompozity s čistým PP. Naopak nejrychleji degradují vzorky 5 a 9 (čistý a nukleovaný s 20 % plniva s velikostí částic pod 0,2 mm).

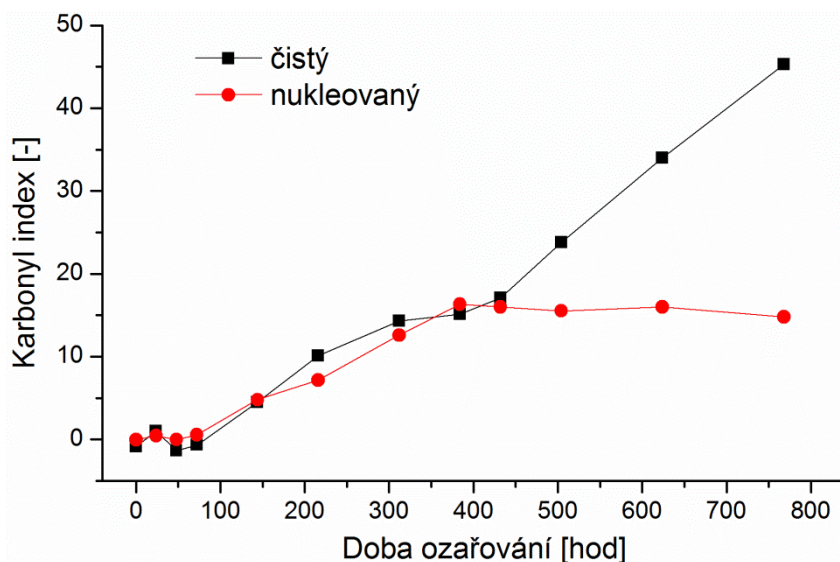


Obrázek 38: Vliv degradace na karbonyl indexu u čistého PP a jeho kompozitů

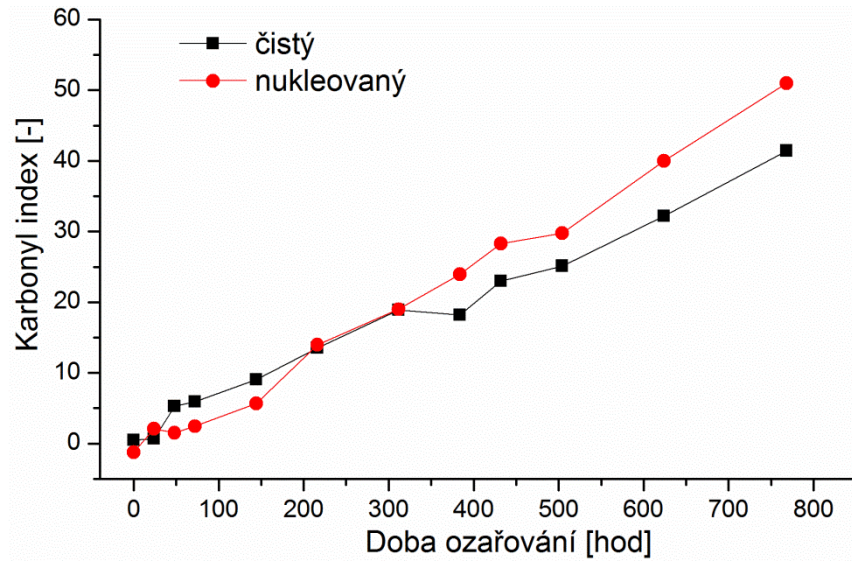


Obrázek 39: Vliv degradace na karbonyl indexu u nukleovaného PP a jeho kompozitů

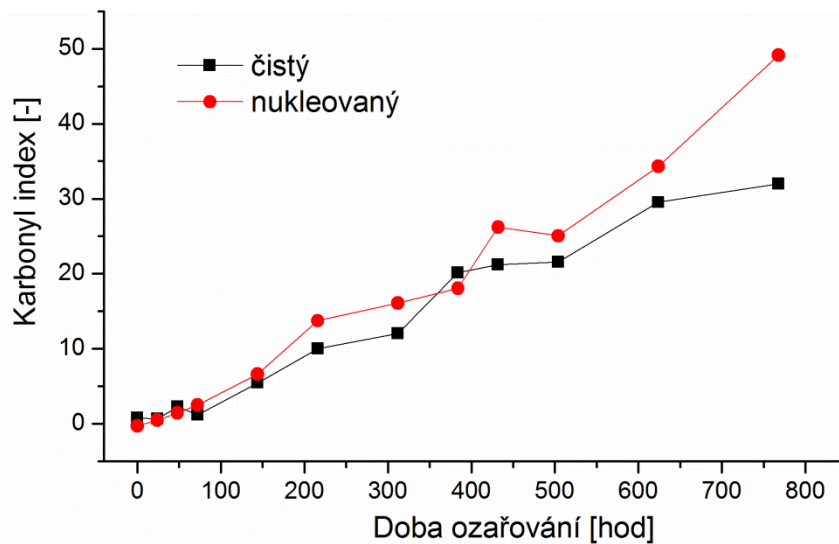
Na Obrázcích 40–44 je zhodnocen vliv doby degradace na jednotlivé vzorky – srovnání čistých a nukleovaných PP, resp. jejich kompozitů. Jak bylo zmíněno výše, čistý PP degraduje rychleji než jeho nukleovaný ekvivalent. Podobně je to i u kompozitů se 40 % plniva (zvláště s větší velikostí částic). Avšak, v případě kompozitů s nižším obsahem plniva (20 %), nukleované vzorky degradují rychleji.



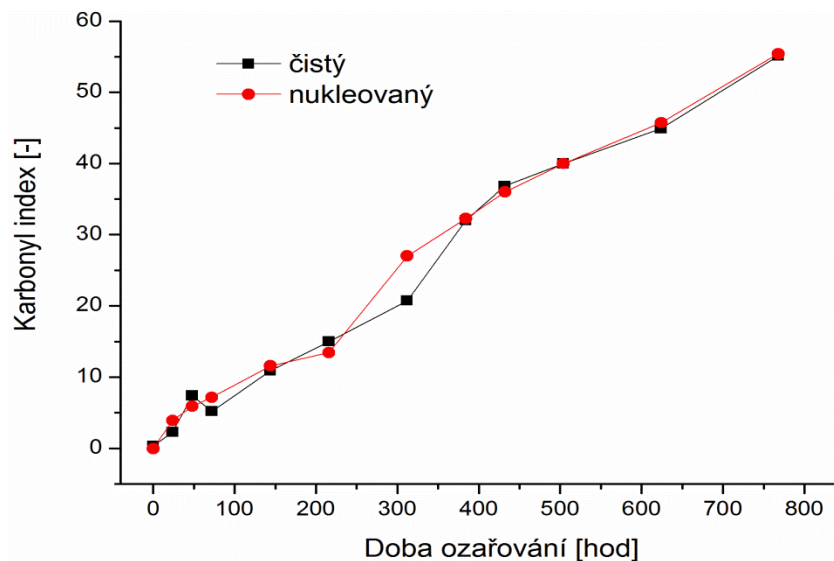
Obrázek 40: Vliv degradace na karbonyl indexu čistého a nukleovaného PP (vzorky 1 a 2)



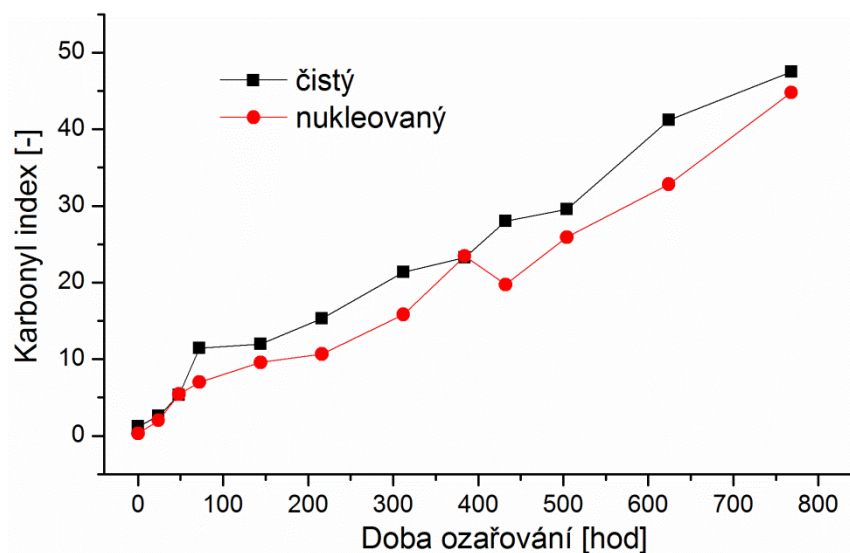
Obrázek 41: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 20 % plniva do 0,2 mm (vzorky 3 a 7)



Obrázek 42: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 20 % plniva 0,2–0,4 mm (vzorky 4 a 8)



Obrázek 43: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 40 % plniva do 0,2 mm (vzorky 5 a 9)

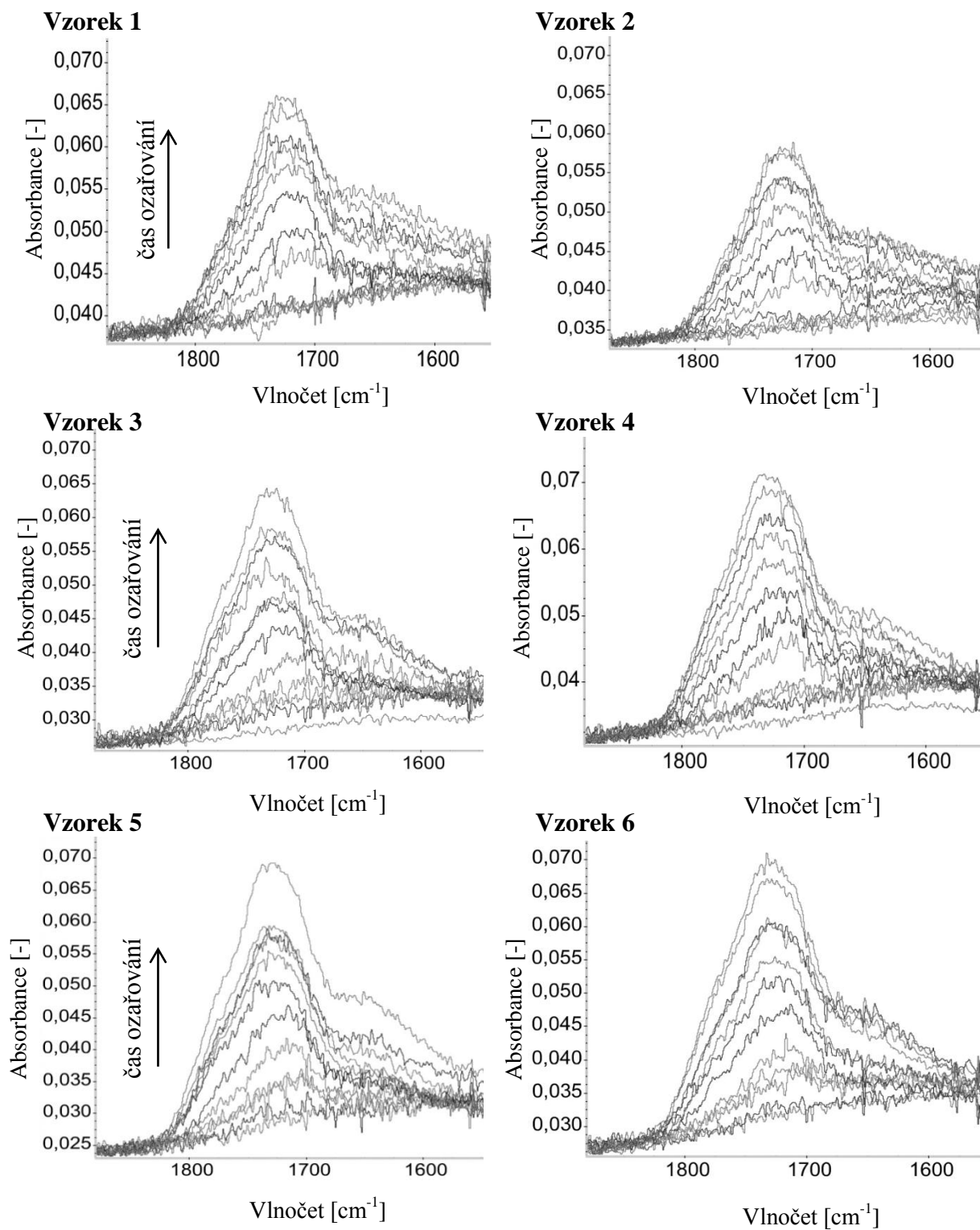


Obrázek 44: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 40 % plniva 0,2–0,4 mm (vzorky 6 a 10)

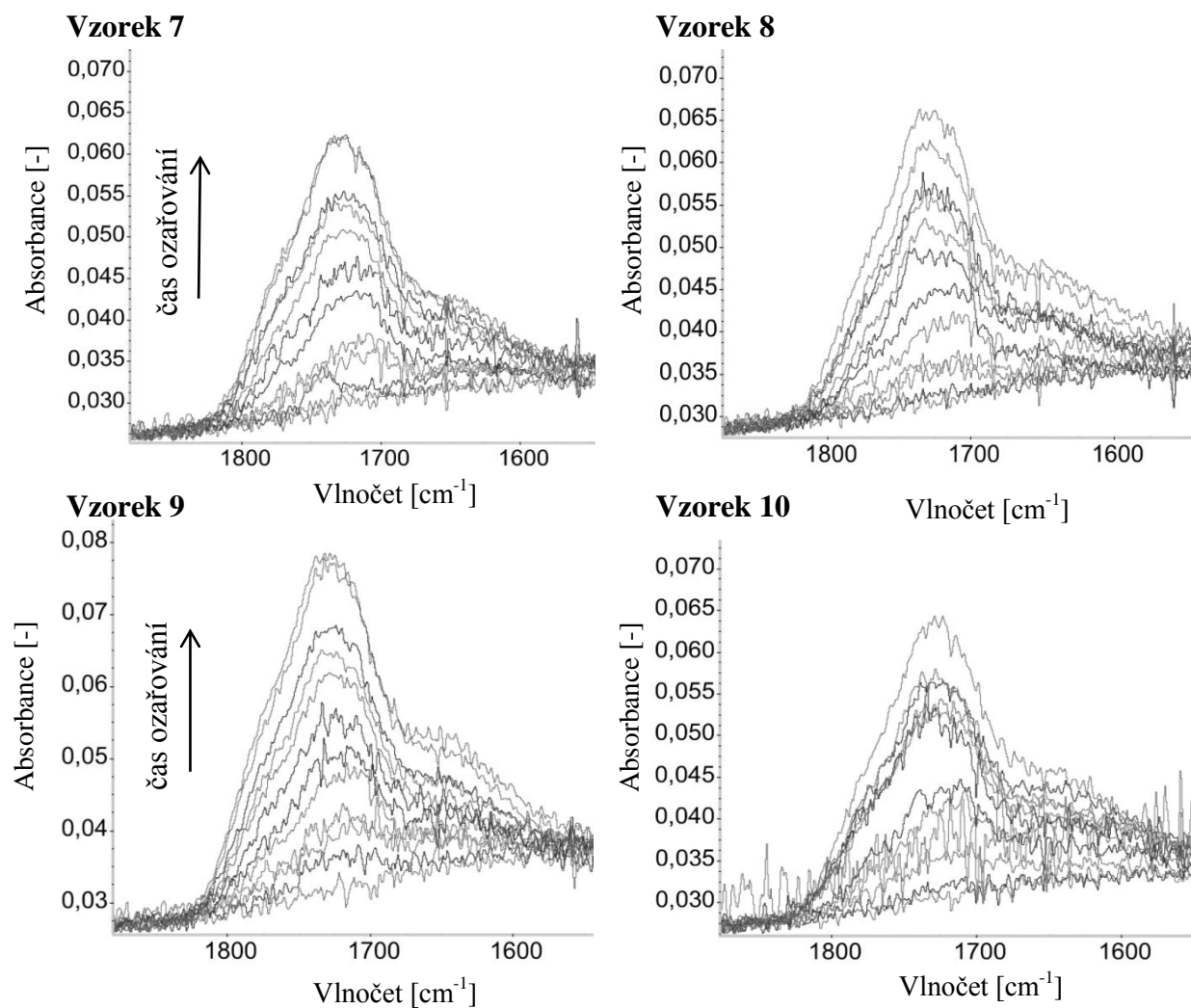
Obrázek 45 zobrazuje FTIR diagramy v oblasti  $1600\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$ , kde lze pozorovat nárůst karbonylových skupin v jednotlivých vzorcích. Podle výsledků lze říci, že v počátcích měření byl nárůst karbonylových skupin nepatrný u vzorku 1 (čistý PP) a vzorku 2 (nukleovaný PP). Výraznější nárůst byl viděn od 144 hodin ozařování. U ostatních vzorků docházelo ke zvýšení obsahu karbonylových skupin dříve, a to již při 48 hodinách ozařování. Během dalšího ozařování docházelo u všech vzorků k postupnému nárůstu absorbance. Při srovná-



ní vzorků 1 a 2 (čistý PP a nukleovaný PP) je patrné, že absorbance dosahuje v celém rozsahu měření nižších hodnot ve vzorku 2. Nejvyššího nárůstu absorbance během procesu degradace došlo u vzorku 9, což je směs nukleovaného PP se 40 % plniva a jeho velikostí 0,4–0,2 mm.



Obrázek 45: FTIR diagramy nárůstu karbonylových skupin na čase ozařování

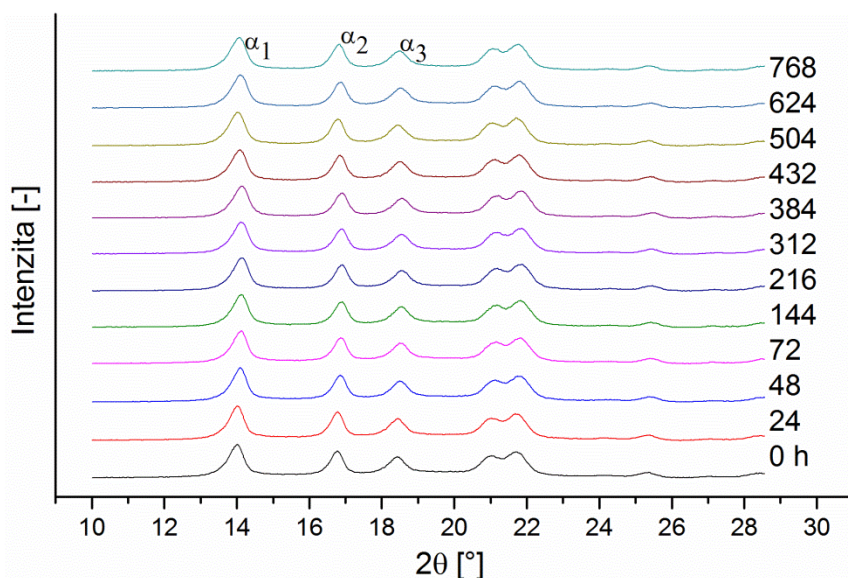


Obrázek 45 (Pokračování 1). FTIR diagramy nárůstu karbonylových skupin  
na čase ozarování

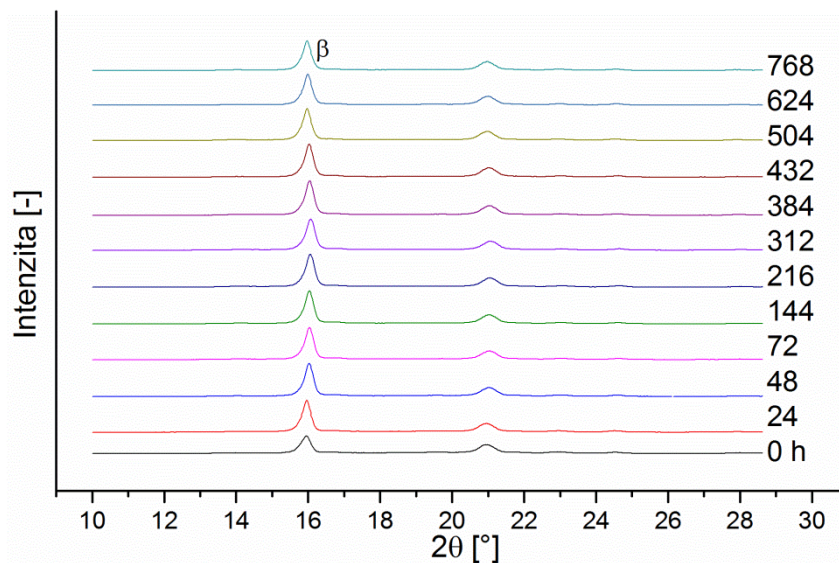
## 6 DIFRAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ

Difrakcí RTG záření se získaly informace o krystalické struktuře a stupni krystalinity zkoumaných vzorků. Na Obrázcích 46 až 55 jsou znázorněny rentgenogramy jednotlivých vzorků v průběhu ozařování. Vzorky, které obsahují matici čistého polypropylenu, mají dominantní píky v úhlech typických pro monoklinickou  $\alpha$ -fázi, a to  $2\theta = 14,2^\circ$ ,  $17^\circ$ ,  $18,8^\circ$ . Vzorky připravené z nukleovaného polypropylenu mají dominantní pík v úhlu  $16,2^\circ$ , který odpovídá trigonální  $\beta$ -fázi iPP.

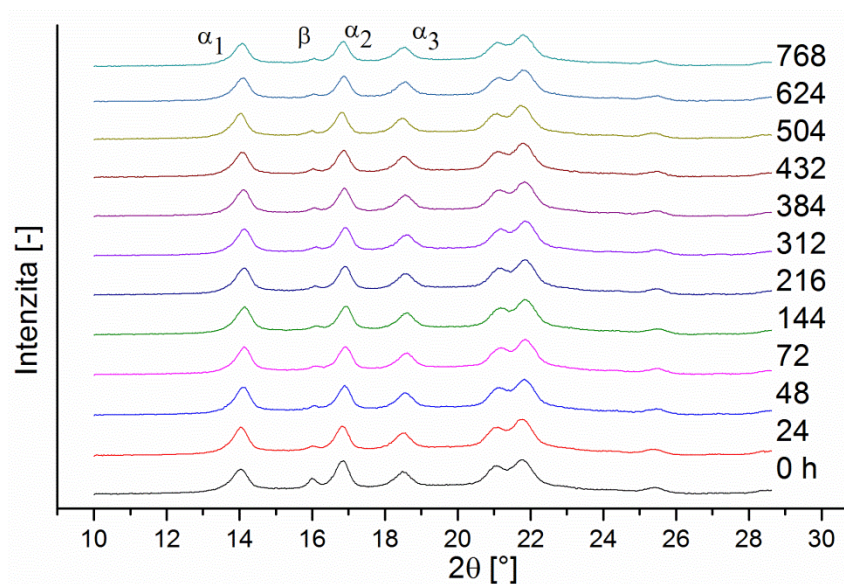
Na Obrázcích 46–55 je vidět, že s přibývajícím dobou ozařování nedochází k zásadním změnám pozic a tvarů píku vlivem UV-záření. U čistých materiálů a jejich kompozitů se vyskytuje převážně monoklinická  $\alpha$ -fáze, v některých případech i malé množství  $\beta$ -fáze. U směsí obsahujících nukleační činidlo (Vzorek 2, 7, 8, 9, 10) má  $\beta$ -fáze mnohem vyšší hodnoty než  $\alpha$ -fáze, což je patrné i z Tabulky 4. Z grafů je dále patrné, že se zvyšujícím se časem degradace nedochází k žádným výrazným změnám krystalických fází, nedochází k rekrystalizaci atd.



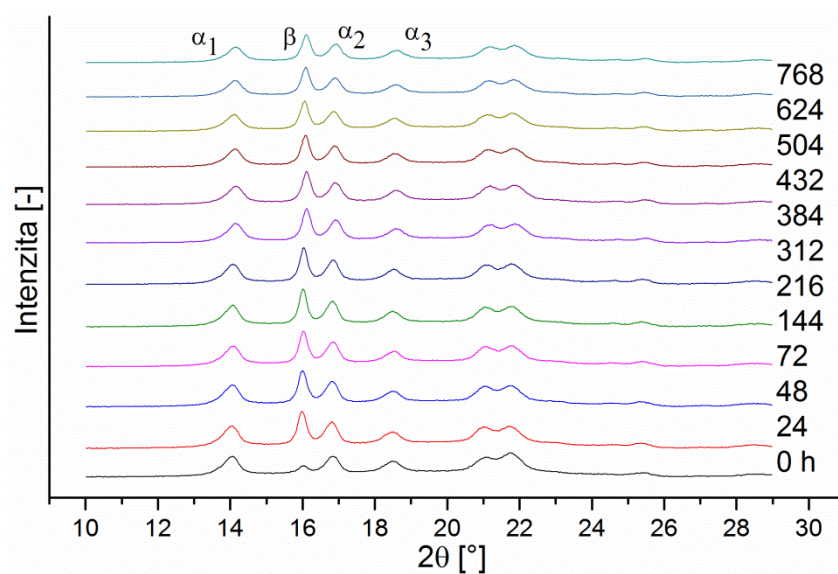
Obrázek 46: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1



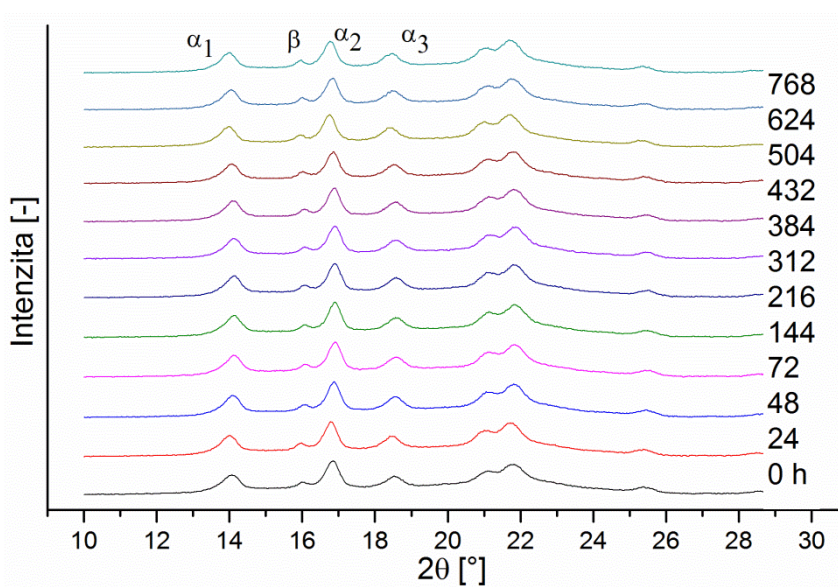
Obrázek 47: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2



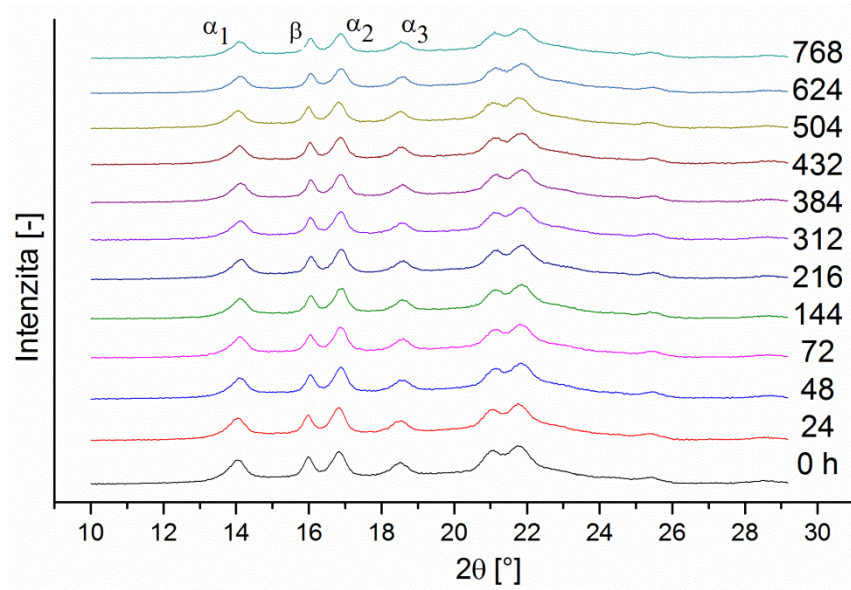
Obrázek 48: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3



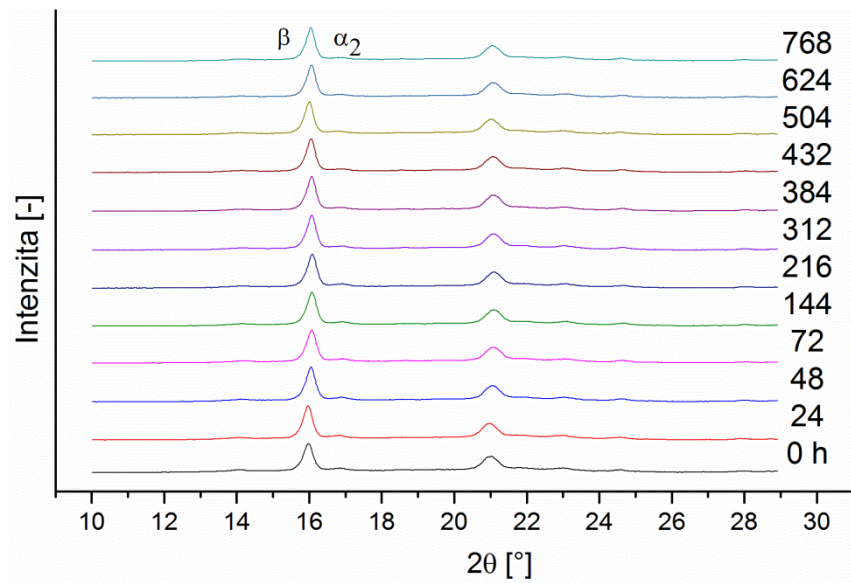
Obrázek 49: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4



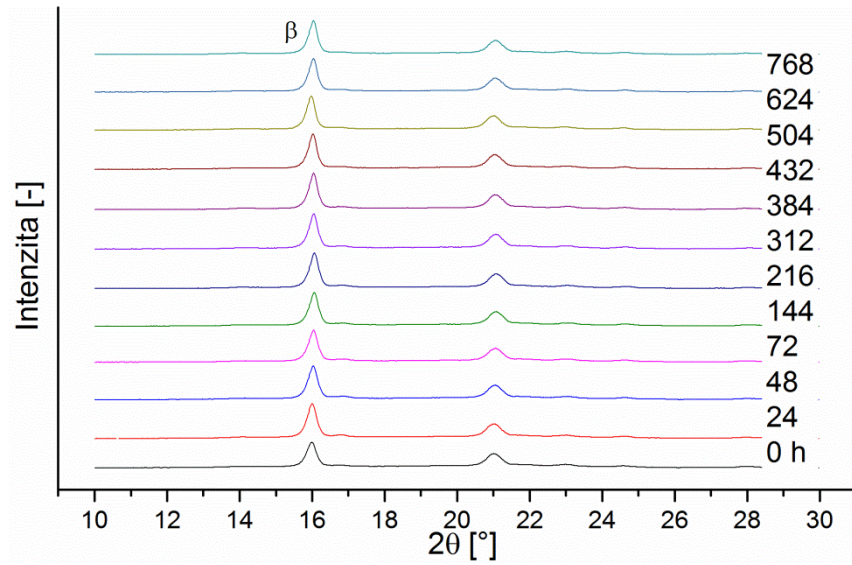
Obrázek 50: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5



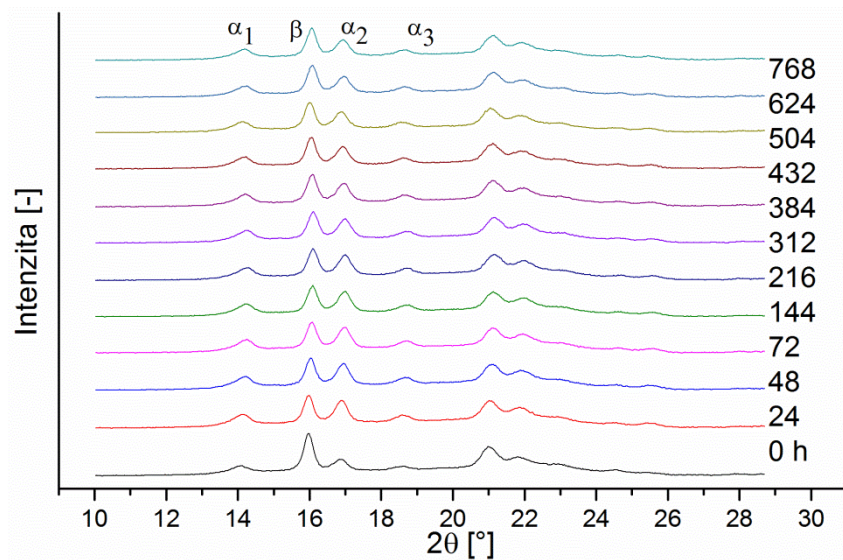
Obrázek 51: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6



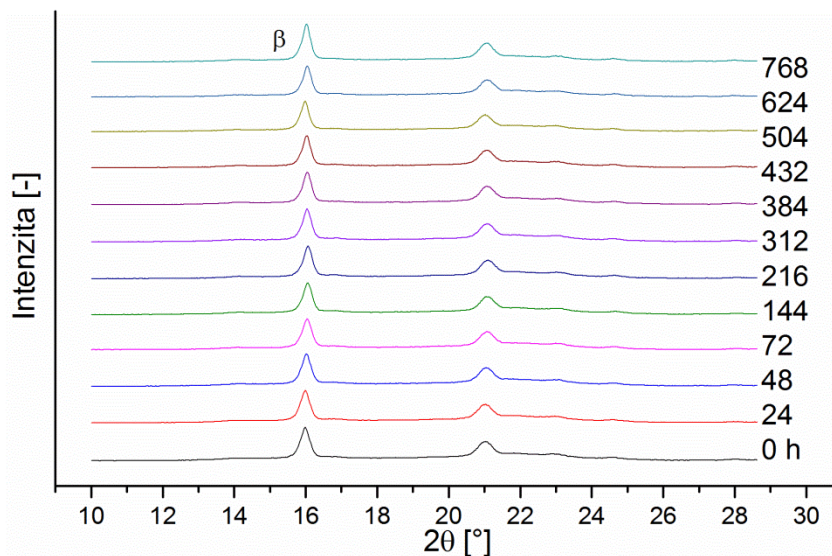
Obrázek 52: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 7



Obrázek 53: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 8



Obrázek 54: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9



Obrázek 55: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10

Z rentgenogramů byla vypočítána krystalinita a obsah  $\beta$ -fáze vzorků. Výsledky jsou prezentovány v Tabulce 4.

	0 hodin		24 hodin		48 hodin		72 hodin	
	Xc [%]	$\beta$ [%]	Xc [%]	$\beta$ [%]	Xc [%]	$\beta$ [%]	Xc [%]	$\beta$ [%]
<b>Vzorek 1</b>	82,0	4,3	87,0	12,5	77,8	12,4	77,0	15,0
<b>Vzorek 2</b>	76,7	57,6	84,4	73,7	75,5	81,3	85,7	73,8
<b>Vzorek 3</b>	65,3	8,9	84,1	27,9	63,8	3,4	69,3	10,5
<b>Vzorek 4</b>	67,8	18,7	78,5	28,5	73,6	25,3	74,6	28,3
<b>Vzorek 5</b>	69,7	5,8	88,1	32,2	67,8	7,0	70,3	8,0
<b>Vzorek 6</b>	65,4	12,3	64,3	13,0	71,0	11,3	66,9	20,4
<b>Vzorek 7</b>	57,0	80,6	82,4	47,9	59,1	76,9	69,7	72,0
<b>Vzorek 8</b>	73,4	69,1	71,9	77,5	66,0	82,9	68,0	76,6
<b>Vzorek 9</b>	64,1	36,6	77,6	26,1	75,9	26,4	69,3	15,9
<b>Vzorek 10</b>	65,5	58,6	57,1	67,8	62,7	64,6	57,8	71,5

Takulka 4: Obsah krystalinity  $X_c$  a  $\beta$ -fáze ve vzorcích během ozařování



	144 hodin		216 hodin		312 hodin		384 hodin	
	X <sub>c</sub> [%]	β [%]	X <sub>c</sub> [%]	β [%]	X <sub>c</sub> [%]	β [%]	X <sub>c</sub> [%]	β [%]
<b>Vzorek 1</b>	79,7	13,1	80,1	1,7	70,1	1,9	92,0	3,0
<b>Vzorek 2</b>	86,2	74,2	84,7	85,8	77,8	87,9	83,2	82,9
<b>Vzorek 3</b>	70,5	5,2	72,7	6,0	71,5	9,7	65,8	3,9
<b>Vzorek 4</b>	72,7	25,6	85,7	26,4	78,0	23,9	83,6	27,8
<b>Vzorek 5</b>	62,9	9,7	66,3	4,1	61,0	4,0	73,0	8,4
<b>Vzorek 6</b>	58,3	17,6	62,3	17,0	76,7	10,0	61,9	18,1
<b>Vzorek 7</b>	69,2	76,5	77,4	70,2	68,1	71,7	81,0	65,9
<b>Vzorek 8</b>	73,7	78,5	71,3	83,3	72,7	74,9	84,2	76,5
<b>Vzorek 9</b>	67,0	26,0	81,0	13,7	88,3	11,4	59,4	37,2
<b>Vzorek 10</b>	59,2	66,2	62,5	65,6	63,2	73,5	80,1	39,8

Tabulka 4 (Pokračování 1), Obsah krystalinity X<sub>c</sub> a β-fáze ve vzorcích během ozařování

	432 hodin		504 hodin		624 hodin		768 hodin	
	X <sub>c</sub> [%]	β [%]	X <sub>c</sub> [%]	β [%]	X <sub>c</sub> [%]	β [%]	X <sub>c</sub> [%]	β [%]
<b>Vzorek 1</b>	86,2	24,6	82,3	2,0	67,1	6,0	78,9	0,1
<b>Vzorek 2</b>	82,3	81,7	78,5	71,3	95,3	13,4	75,5	87,3
<b>Vzorek 3</b>	72,3	3,7	76,0	4,7	64,6	3,9	63,6	4,3
<b>Vzorek 4</b>	77,7	21,5	75,8	21,3	74,5	24,1	77,5	20,4
<b>Vzorek 5</b>	69,5	12,0	86,9	19,3	60,8	11,2	65,7	6,2
<b>Vzorek 6</b>	60,9	16,4	73,2	0,1	59,5	13,1	60,8	12,5
<b>Vzorek 7</b>	61,4	77,4	90,3	71,2	59,8	72,5	66,8	74,2
<b>Vzorek 8</b>	77,6	69,9	75,0	75,4	74,1	77,8	93,3	19,8
<b>Vzorek 9</b>	68,0	22,3	61,6	29,3	67,2	23,8	66,3	22,9
<b>Vzorek 10</b>	58,8	60,6	46,0	84,4	69,8	39,1	55,2	80,6

Tabulka 4 (Pokračování 2), Obsah krystalinity X<sub>c</sub> a β-fáze ve vzorcích během ozařování

Krystalinita (X<sub>c</sub>) vzorků v průběhu ozařování byla vypočtena z rentgenogramů jako podíl plochy krystalického píku k celkové ploše. Hodnoty krystalinit vzorků (Obrázek 56) jsou v rozmezí 60–82 %. Přidáním dřevní moučky dochází ke snížení krystalinity vzorků. Nejvyšší krystalinita se nachází u vzorku 2 (nukleovaný PP), po 624 hodinách ozařování (95,3 %). Naopak nejnižší krystalinitu najdeme u vzorku 10 (směs nukleovaného PP se 40 % dřevní moučky o velikosti 0,4–0,2 mm) po době ozařování 504 hodin. Průměrově nejvyšších hodnot krystalinit dosáhly vzorky čistého a nukleovaného polypropylenu (vzorek 1 a 2).

## 7 DIFERENCIÁLNÍ SKENOVACÍ KALORIMETRIE

Pomocí diferenciální snímací kalorimetrie byly získány hodnoty pro charakterizaci prvního tání, krystalizaci a druhého tání u měřených vzorků.

### 7.1 První tání

Na obrázcích 57 až 66 jsou znázorněny křivky teplot prvního tání jednotlivých vzorků v průběhu ozařování. Na obrázcích jde vidět, že všechny vzorky mají pík tání, který odpovídá tání monoklinické  $\alpha$ -fáze izotaktického polypropylenu. Ve vzorcích obsahující nukleovaný PP se vyskytuje i trigonální  $\beta$ -fáze. U vzorku čistého PP (vzorek 1), po uplynutí 624 hodin ozařování, se vyskytuje také  $\beta$ -fáze. Teplota tání ( $T_{m1}$ ), jak lze vidět i v Tabulce 5, je před začátkem ozařování u všech materiálů přibližně stejná (cca 166 °C). S přibývajícím dobou ozařování se většinou teplota tání vzorků snižuje. To je způsobeno rozrušením povrchu krystalitů a následným snížením termodynamické stability materiálu.

Při srovnání vzorků tvořených čistým PP s různým obsahem i velikostí částic vidíme (vzorek 3, 4, 5 a 6), že jejich teploty tání jsou téměř stejné. To platí i v případě s použitým nukleovaným PP (vzorek 7, 8, 9 a 10). Po ukončení ozařování nejnižší teplotu tání měl čistý PP (vzorek 1), a to 148,4 °C. Kompozity s čistým polypropylenem mají nižší teplotu tání oproti kompozitům s nukleovaným PP.

	Teplota tání - $T_{m1}$ [°C]							
	0 hodin		24 hodin		48 hodin		72 hodin	
	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$
<b>Vzorek 1</b>	166,6	-	166,3	-	166,4	148,0	165,1	-
<b>Vzorek 2</b>	166,6	148,2	166,4	148,0	168,8	150,0	166,6	147,7
<b>Vzorek 3</b>	167,2	161,5	167,8	162,3	162,3	143,1	161,5	143,8
<b>Vzorek 4</b>	165,8	160,0			161,9	-	166,0	-
<b>Vzorek 5</b>	166,3	-			165,9	-	167,0	
<b>Vzorek 6</b>	165,5		164,1		163,9		164,1	
<b>Vzorek 7</b>	165,4	145,8	165,2	145,9	165,1	145,4	167,5	146,4
<b>Vzorek 8</b>	167,5	147,8	165,7	147,8	168,5	149,4	167,4	147,8
<b>Vzorek 9</b>	167,9	144,2	165,6	144,4	165,6	144,8	164,3	144,8
<b>Vzorek 10</b>	165,4	146,3	166,9	145,9	167,1	145,8	164,9	145,9

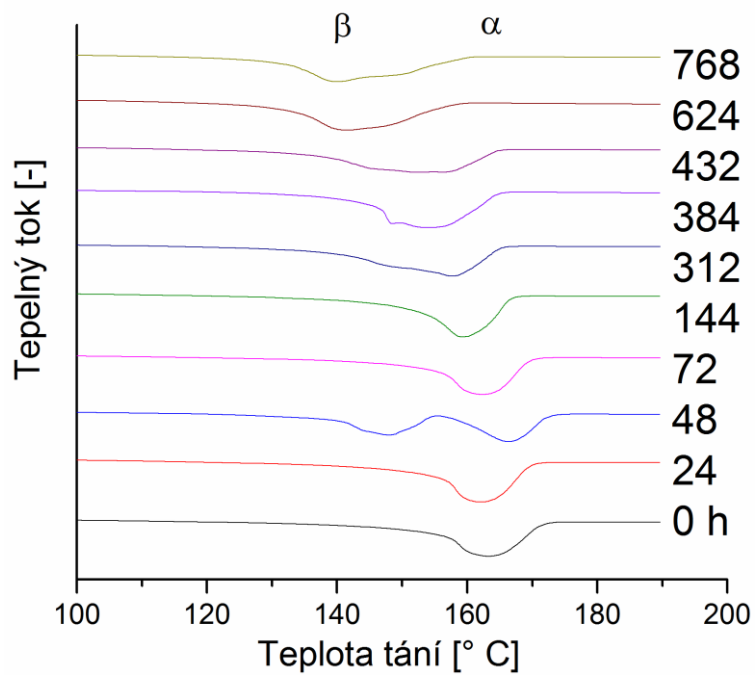
Tabulka 5: Vývoj teploty prvního tání ( $T_{m1}$ ) vzorků v průběhu ozařování

	Teplota tání - $T_{m1}$ [°C]							
	144 hodin		312 hodin		384 hodin		432 hodin	
	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$
<b>Vzorek 1</b>	166,6	-	166,3	-	166,4	148,0	165,1	-
<b>Vzorek 2</b>	165,9	147,8	163,2	147,8	145,7	135,9	164,4	148,0
<b>Vzorek 3</b>	167,2	159,9	163,2	150,3	165,3	150,5	164,8	146,9
<b>Vzorek 4</b>	165,8	-	157,5	-	161,9	-	166,0	-
<b>Vzorek 5</b>	166,3	-			165,9	-	167,0	-
<b>Vzorek 6</b>	165,5	-	164,1	-	163,9	-	164,1	-
<b>Vzorek 7</b>	167,3	146,5	167,5	148,6	166,3	146,6	167,4	147,7
<b>Vzorek 8</b>	166,9	148,4	148,1	148,1	164,8	148,4	166,1	147,9
<b>Vzorek 9</b>	167,9	145,2	166,4	145,1	165,6	145,5	166,4	145,9
<b>Vzorek 10</b>	165,4		166,5	145,7	166,1	146,2	165,8	146,6

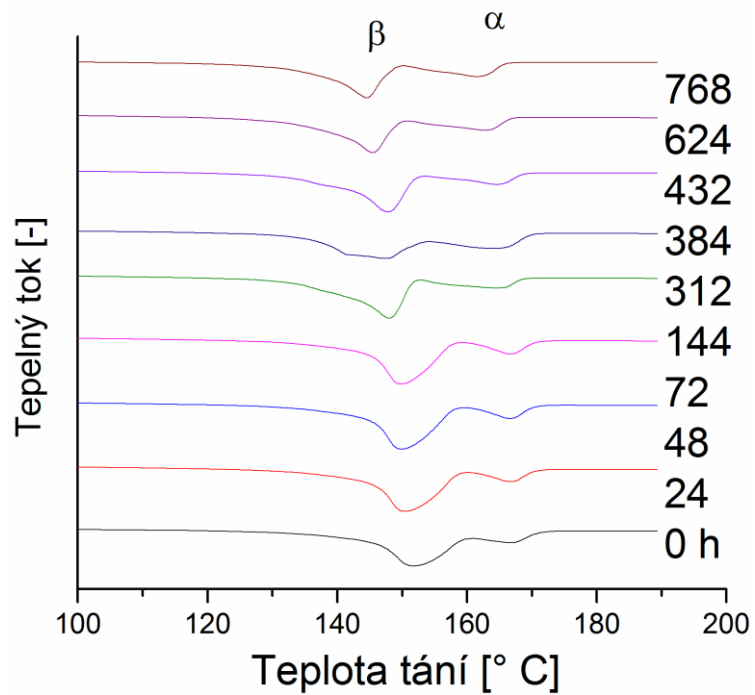
Tabulka 5(Pokračování), Vývoj teploty prvního tání vzorků v průběhu ozařování

	Teplota tání - $T_{m1}$ [°C]			
	624 hodin		768 hodin	
	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$
<b>Vzorek 1</b>	150,3	-	148,4	-
<b>Vzorek 2</b>	162,9	147,2	160,2	150,2
<b>Vzorek 3</b>	163,9	154,9	166,1	-
<b>Vzorek 4</b>	150,3	-	160,2	-
<b>Vzorek 5</b>	167,1	-	165,1	-
<b>Vzorek 6</b>	165,8	-	161,9	-
<b>Vzorek 7</b>	167,7	148,8	165,3	146,7
<b>Vzorek 8</b>	165,0	149,5	165,8	150,5
<b>Vzorek 9</b>	168,6	147,5	165,7	145,8
<b>Vzorek 10</b>	166,9	147,1	166,1	146,3

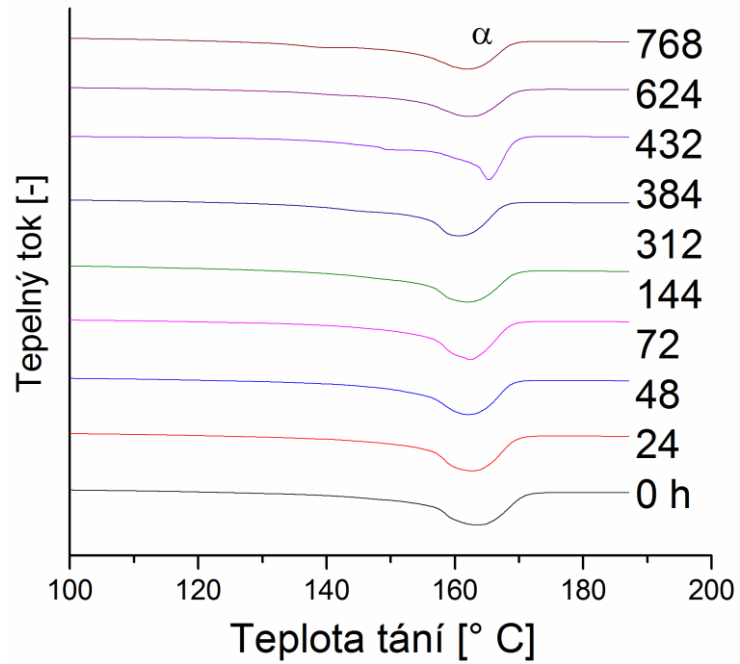
Tabulka 5(Pokračování), Vývoj teploty prvního tání vzorků  
v průběhu ozařování



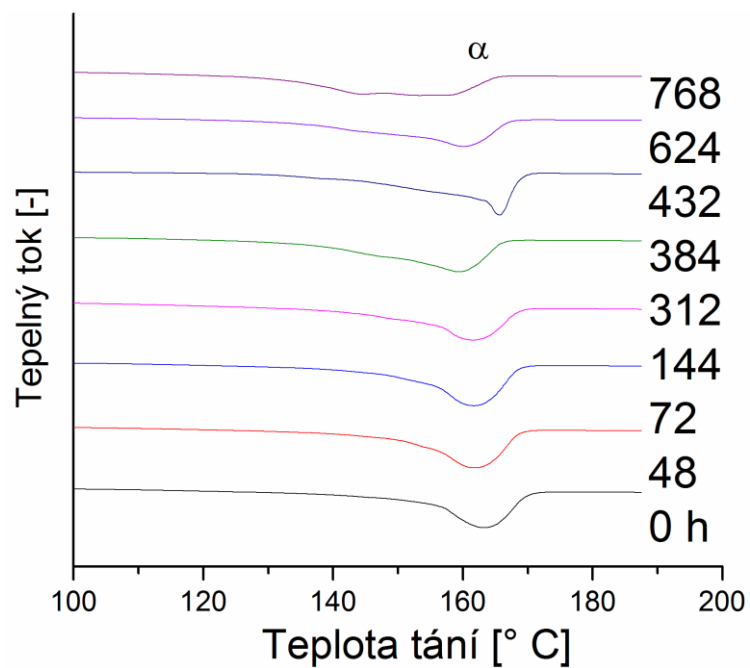
Obrázek 57: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozářování – Vzorek 1



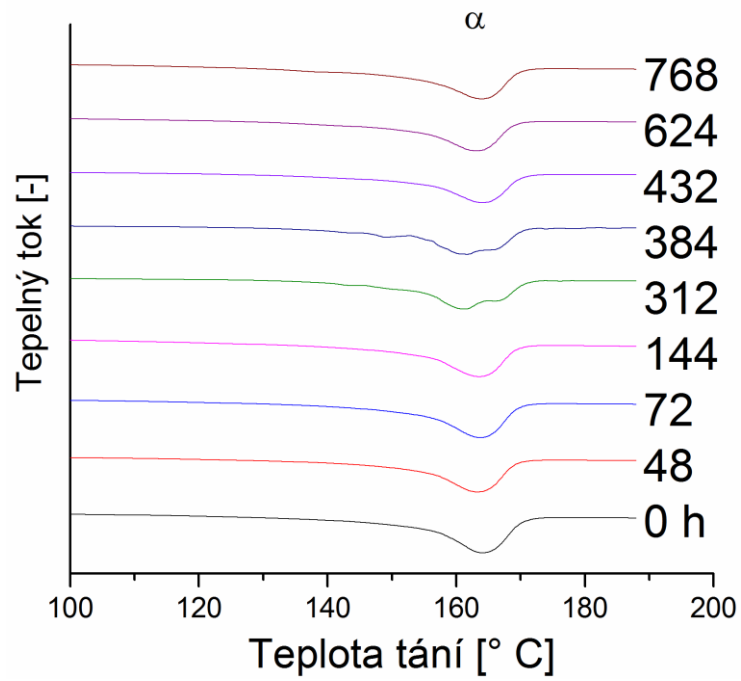
Obrázek 58: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozářování – Vzorek 2



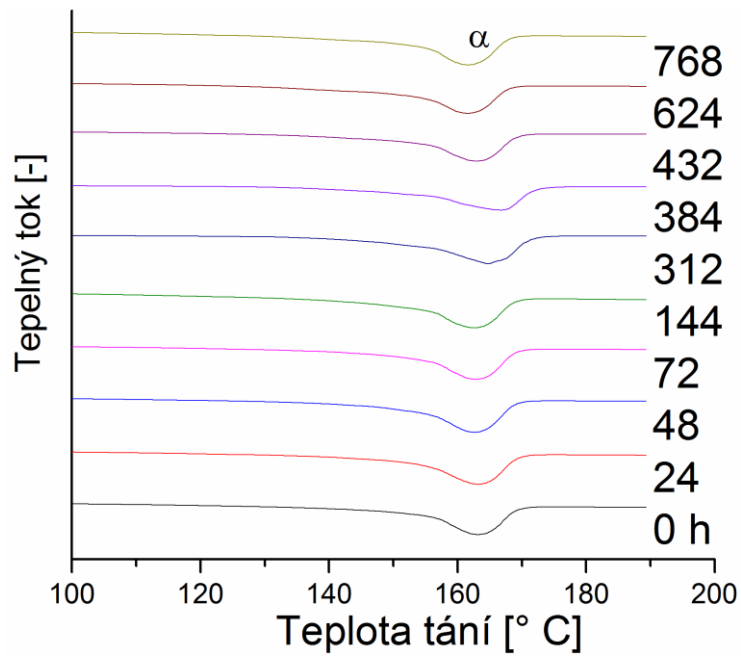
Obrázek 59: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3



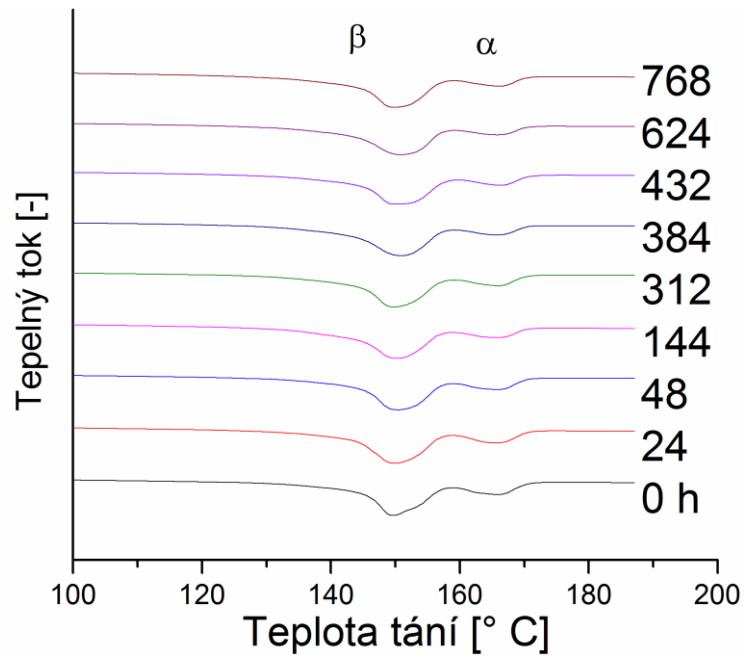
Obrázek 60: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4



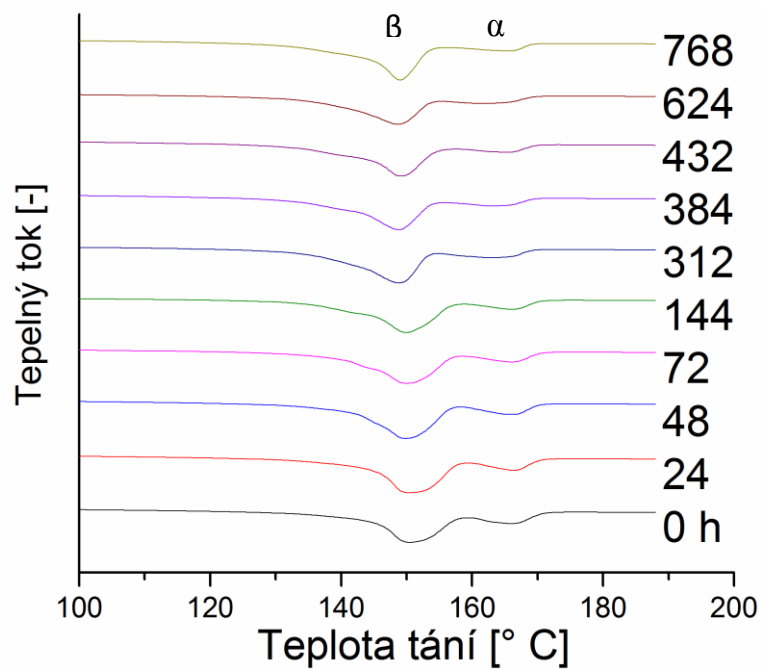
Obrázek 61: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozářování – Vzorek 5



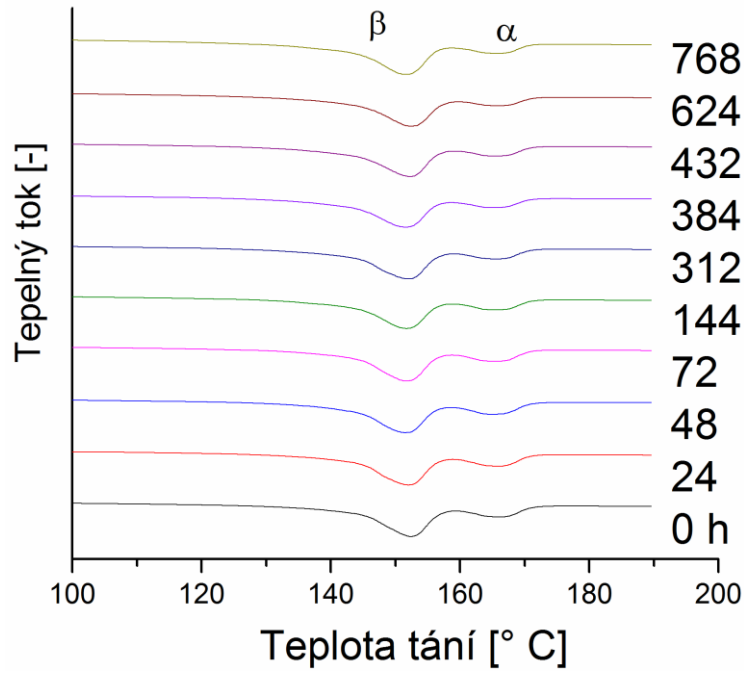
Obrázek 62: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozářování – Vzorek 6



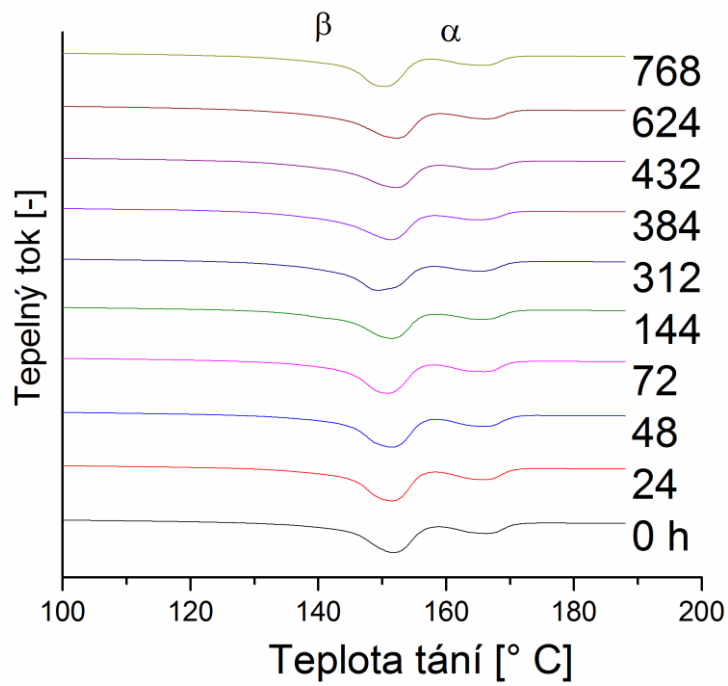
Obrázek 63: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozářování – Vzorek 7



Obrázek 64: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozářování – Vzorek 8



Obrázek 65: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozáření – Vzorek 9



Obrázek 66: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozáření – Vzorek 10



## 7.2 Krystalizace

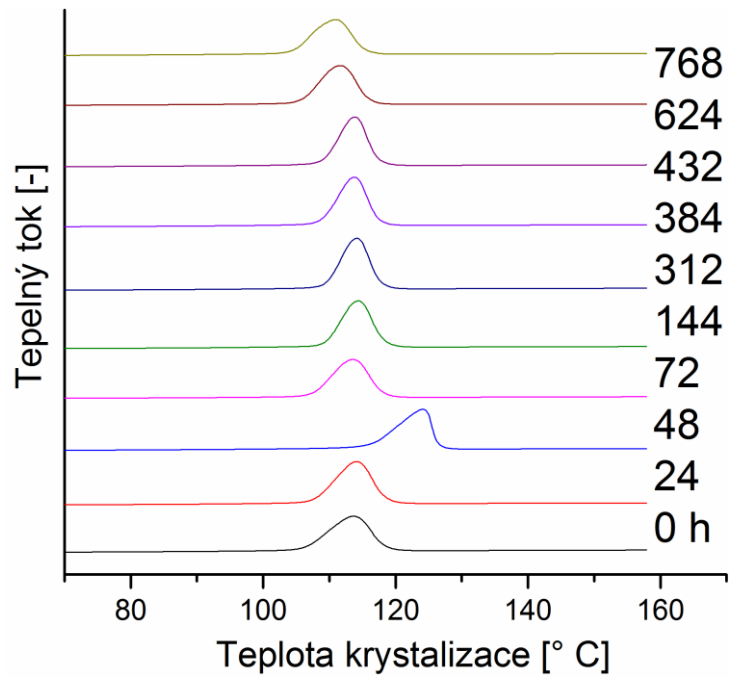
Obrázky 67–76 ukazují vývoj teploty krystalizace ( $T_c$ ) v průběhu ozařování jednotlivých vzorků. Přídavek nukleačního činidla do materiálu způsobil nepatrný nárůst krystalizační teploty (Tabulka 6). Srovnáním obrázků zachycující pohyb teploty krystalizace kompozitů s čistým PP a nukleovaným PP dojdeme k závěru, že kompozity bez nukleačního činidla mají přibližně o 5 °C nižší teplotu krystalizace než jejich protějšky s nukleačním činidlem.

	Teplota krystalizace – $T_c$ [°C]				
	0 hodin	24 hodin	48 hodin	72 hodin	144 hodin
<b>Vzorek 1</b>	113,7	114,1	124,0	113,6	114,3
<b>Vzorek 2</b>	124,1	124,1	123,8	123,4	
<b>Vzorek 3</b>	115,4	114,6	115,4	115,4	115,2
<b>Vzorek 4</b>	114,6		114,6	114,7	114,1
<b>Vzorek 5</b>	114,4		114,9	114,6	114,2
<b>Vzorek 6</b>	114,5	114,7	114,8	114,2	114,6
<b>Vzorek 7</b>	123,7	123,7	123,1	123,7	123,3
<b>Vzorek 8</b>	123,8	123,7	124,3	124,2	123,7
<b>Vzorek 9</b>	120,1	120,1	121,2	120,9	121,0
<b>Vzorek 10</b>	122,1	122,4	122,1	122,6	122,2

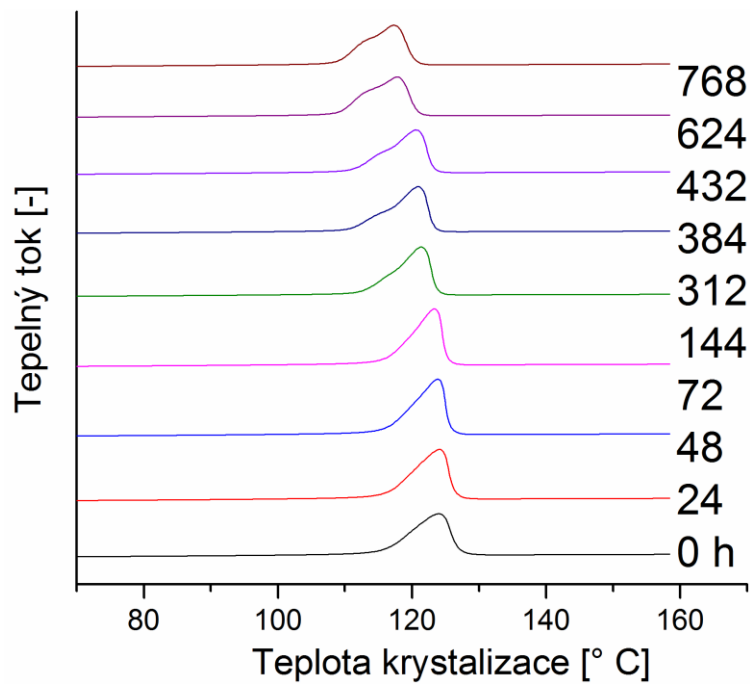
Tabulka 6: Vývoj teploty krystalizace ( $T_c$ ) vzorků v průběhu ozařování

	Teplota krystalizace – $T_c$ [°C]				
	312 hodin	384 hodin	432 hodin	624 hodin	768 hodin
<b>Vzorek 1</b>	114,1	113,7	113,8	111,5	110,8
<b>Vzorek 2</b>	121,3	123,2	120,6	117,8	117,3
<b>Vzorek 3</b>	115,3	117,8	114,5	114,4	114,6
<b>Vzorek 4</b>	114,6	118,1	113,8	113,1	113,8
<b>Vzorek 5</b>	113,9	114,1	113,4	114,3	113,7
<b>Vzorek 6</b>	114,5	113,9	113,8	114,6	114,5
<b>Vzorek 7</b>	123,1	123,1	122,9	122,9	123,3
<b>Vzorek 8</b>	124,1	123,9	123,4	123,6	124,0
<b>Vzorek 9</b>	121,0	121,2	120,9	120,8	121,4
<b>Vzorek 10</b>	122,9	121,8	121,6	121,7	122,6

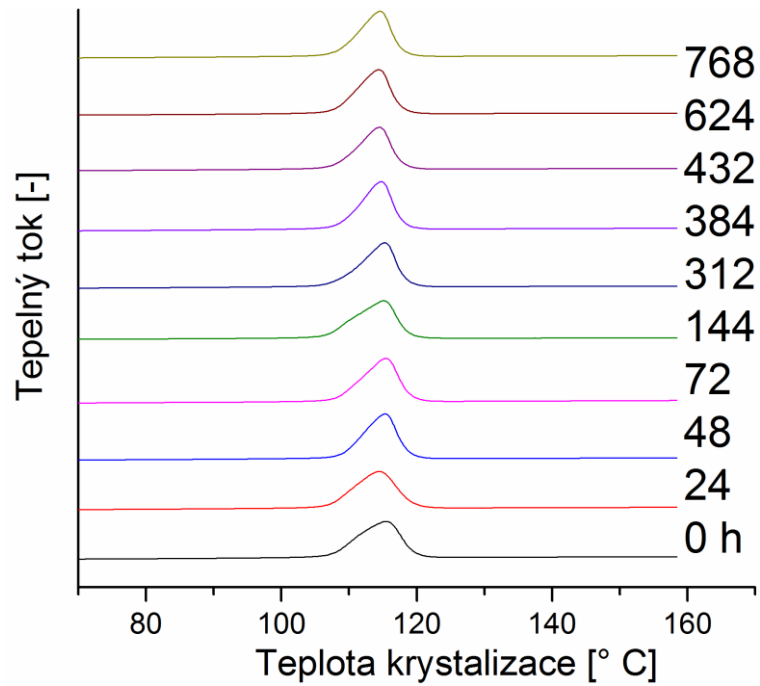
Tabulka 6 (Pokračování). Vývoj teploty krystalizace ( $T_c$ ) vzorků v průběhu ozařování



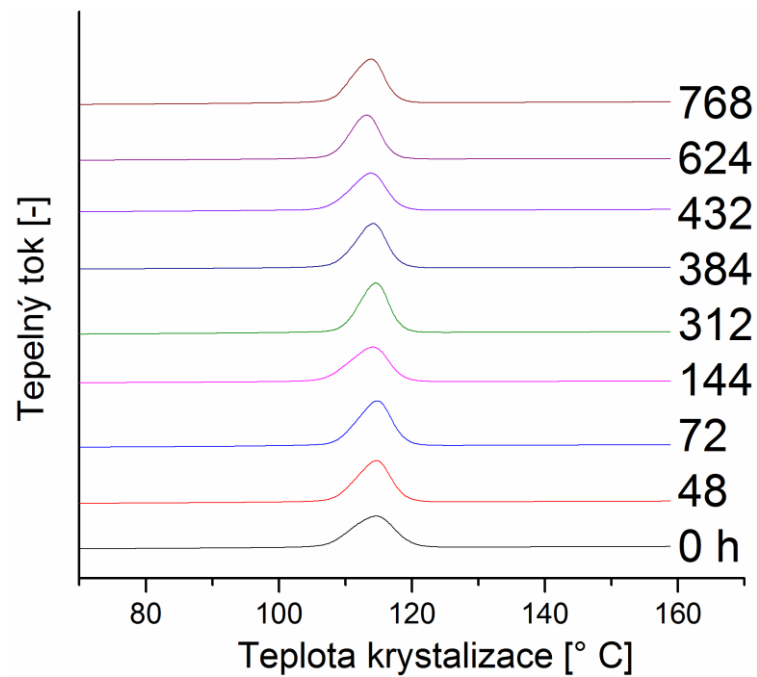
Obrázek 67: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1



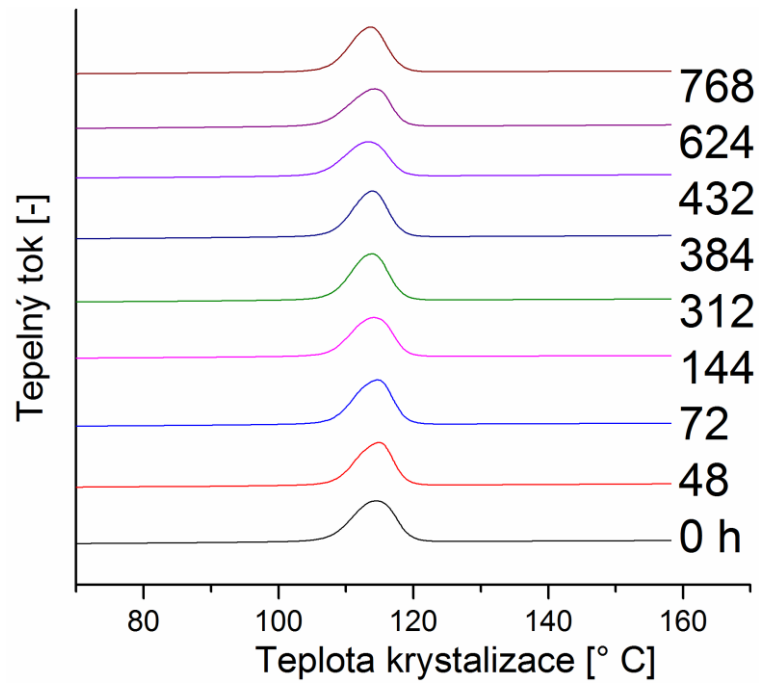
Obrázek 68: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2



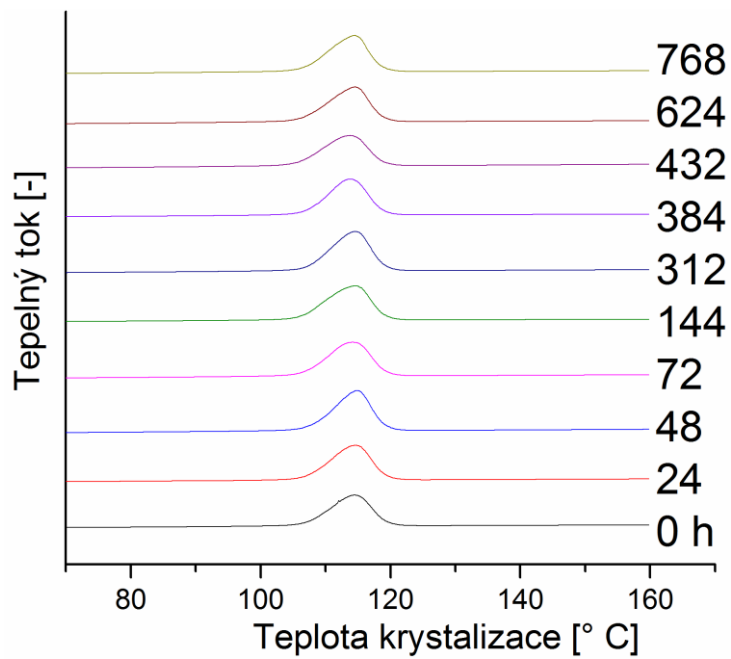
Obrázek 69: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozáření – Vzorek 3



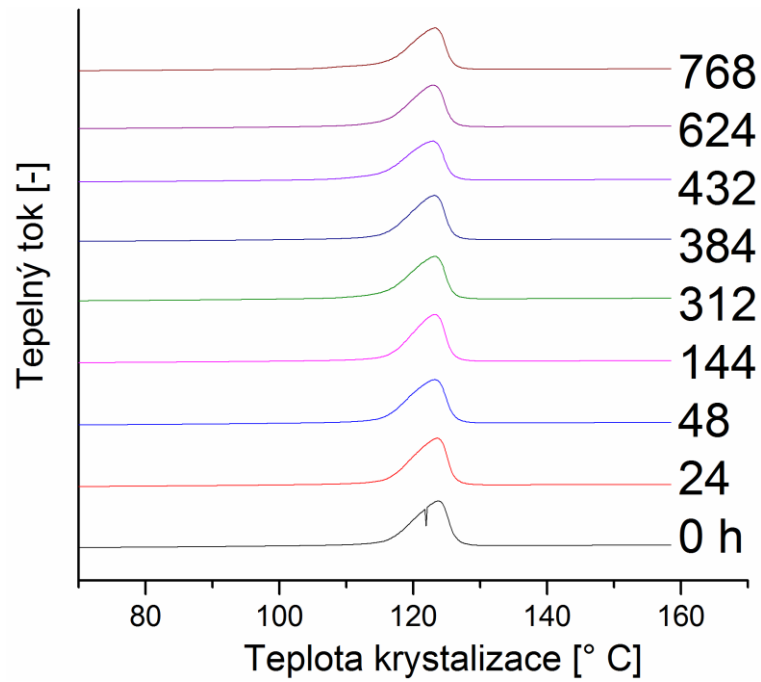
Obrázek 70: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozáření – Vzorek 4



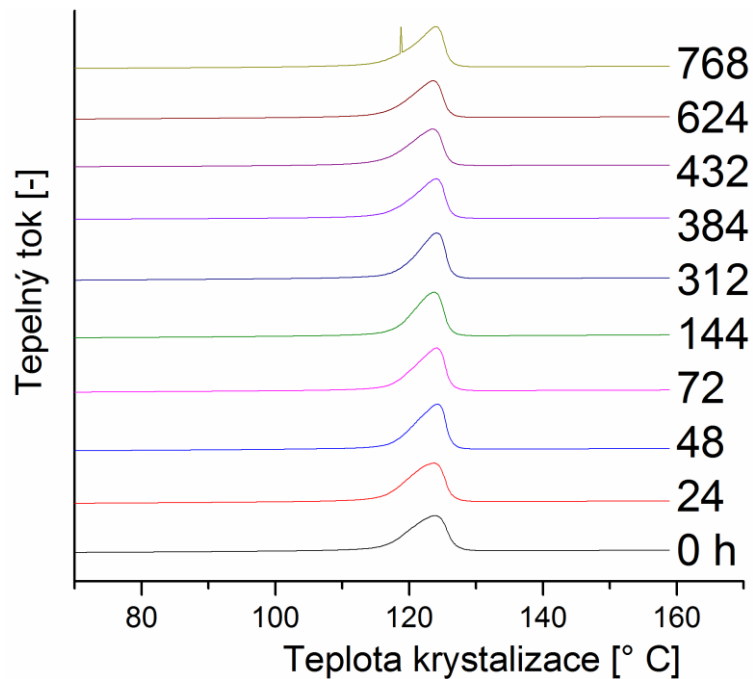
Obrázek 71: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5



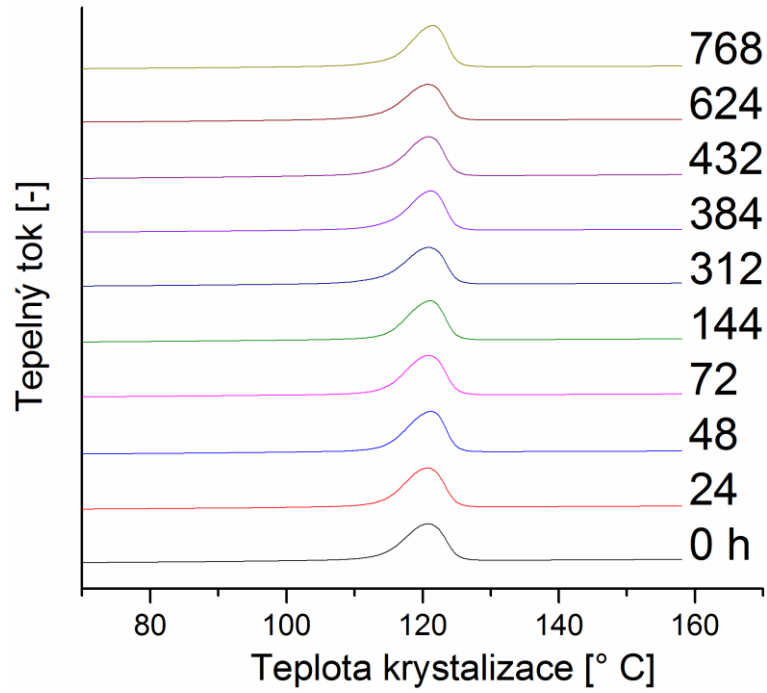
Obrázek 72: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6



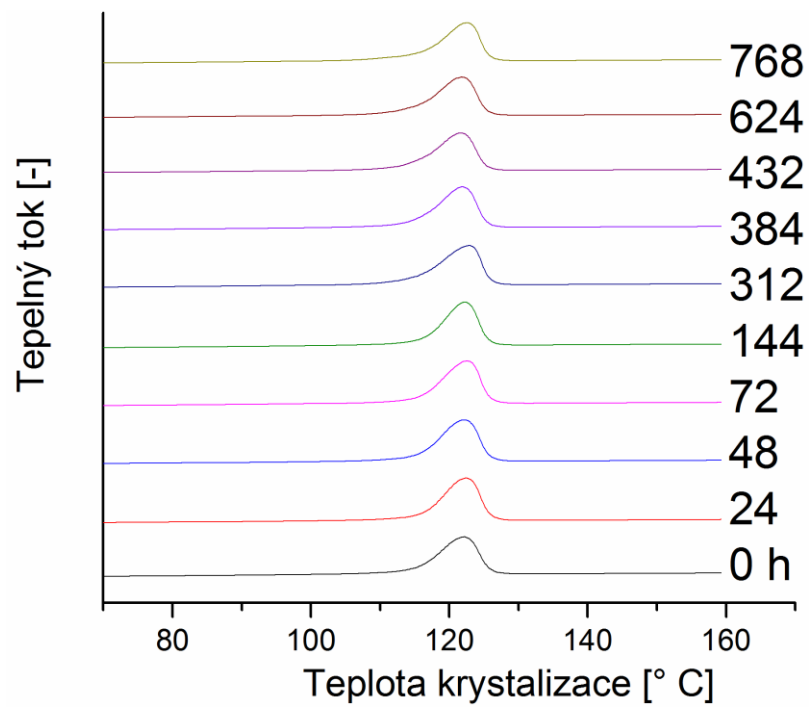
Obrázek 73: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozáření – Vzorek 7



Obrázek 74: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozáření – Vzorek 8



Obrázek 75: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9



Obrázek 76: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10

### 7.3 Druhé tání

Vývoj teplot druhého tání ( $T_{m2}$ ) v závislosti na době ozařování lze vidět na Obrázku 77 až 86. I v případě druhého tání je v materiálu bez nukleačního činidla pouze  $\alpha$ -fáze a  $\beta$ -fáze se objevuje až ve vzorcích s nukleačním činidlem. Na Obrázku 77 vidíme, že s přibývajícím dobou fotodegradace se ve vzorku čistého PP teplota druhého tání snižuje. Teploty tání kompozitů obsahujících čistý PP jsou oproti vzorku čistého PP vyšší a to zhruba o 12 °C, což je patrné i z Tabulky 7.

Velikost ani pozice píků jednotlivých vzorků se od sebe příliš nemění. S přibývajícím dobou ozařování dochází k mírnému posunutí k nižším teplotám.

	Teplota tání - $T_{m2}$ [°C]							
	0 hodin		24 hodin		48 hodin		72 hodin	
	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$
<b>Vzorek 1</b>	163,3	-	162,1	-	166,8	150,4	162,3	-
<b>Vzorek 2</b>	166,7	151,2	166,8	150,4	166,6	149,9	166,8	149,8
<b>Vzorek 3</b>	163,4	-	162,7	-	162,1	-	162,5	-
<b>Vzorek 4</b>	163,2	-			161,7	-	161,7	-
<b>Vzorek 5</b>	164,7	-			163,3	-	163,6	-
<b>Vzorek 6</b>	163,2	-	162,9	-	162,6	-	162,8	-
<b>Vzorek 7</b>	165,8	149,7	165,5	149,9	165,8	150,2	165,1	149,4
<b>Vzorek 8</b>	165,9	150,6	166,3	150,4	166,0	148,9	166,0	150,1
<b>Vzorek 9</b>	166,2	152,5	165,8	151,9	164,9	151,5	165,5	151,8
<b>Vzorek 10</b>	166,2	151,8	165,9	151,5	166,1	151,5	165,7	150,7

Tabulka 7: Vývoj teploty druhého tání ( $T_{m2}$ ) vzorků v průběhu ozařování

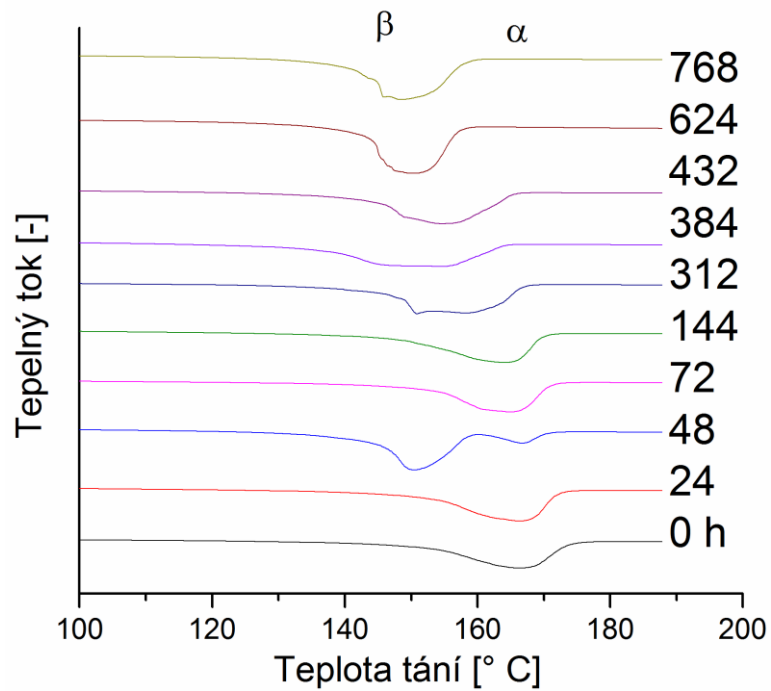
	Teplota tání - $T_{m2}$ [°C]							
	144 hodin		312 hodin		384 hodin		432 hodin	
	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$
<b>Vzorek 1</b>	164,9	149,2	157,7	147,4	156,2	-	152,3	-
<b>Vzorek 2</b>	159,4	-	164,7	148,1	163,9	137,8	164,5	147,9
<b>Vzorek 3</b>	162,0	-	160,5	145,0	161,6	142,2	162,2	-
<b>Vzorek 4</b>	161,5	-	159,3	-	159,5	148,3	160,1	-
<b>Vzorek 5</b>	163,5	-	164,2	-	163,7	-	164,1	-
<b>Vzorek 6</b>	162,5	-	161,7	-	162,3	-	162,9	-
<b>Vzorek 7</b>	165,5	150,2	165,9	149,7	165,6	150,9	166,1	150,1
<b>Vzorek 8</b>	166,1	149,9	162,7	148,7	162,8	148,7	165,2	149,1
<b>Vzorek 9</b>	165,2	151,7	165,7	152,1	165,1	151,7	165,1	152,2
<b>Vzorek 10</b>	165,5	151,4	165,2	149,3	164,5	151,3	165,7	152,1

Tabulka 7 (Pokračování). Vývoj teploty druhého tání ( $T_{m2}$ ) vzorků v průběhu ozařování

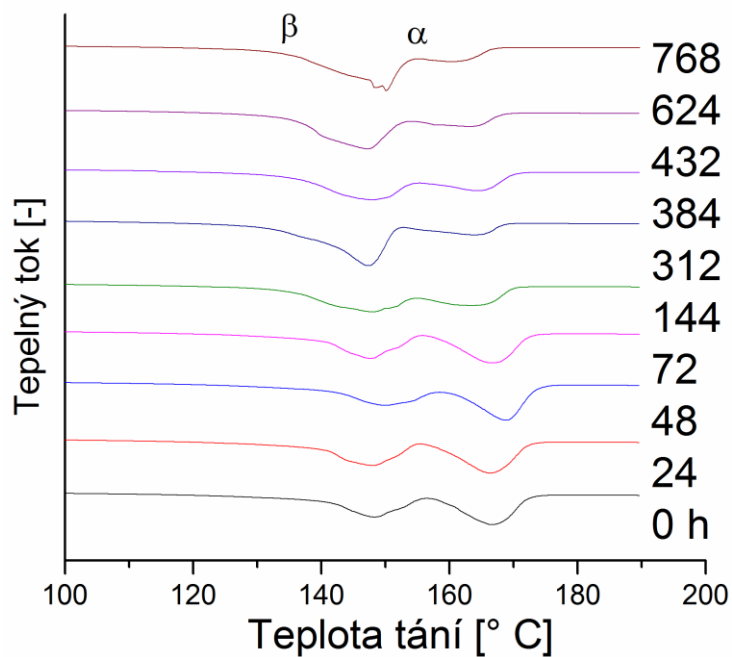
	Teplota tání - $T_{m2}$ [°C]			
	624 hodin		768 hodin	
	$\alpha$	$\beta$	$\alpha$	$\beta$
<b>Vzorek 1</b>	-	141,4	148,2	140,0
<b>Vzorek 2</b>	162,8	145,5	161,5	144,5
<b>Vzorek 3</b>	161,9	140,5	161,9	-
<b>Vzorek 4</b>	156,2	144,6	158,9	-
<b>Vzorek 5</b>	163,2	-	163,8	-
<b>Vzorek 6</b>	161,5	-	161,7	-
<b>Vzorek 7</b>	165,7	150,8	166,1	149,7
<b>Vzorek 8</b>	161,9	148,7	165,5	148,9
<b>Vzorek 9</b>	165,7	151,5	165,8	151,6
<b>Vzorek 10</b>	166,7	152,1	165,7	150,4

Tabulka 7 (Pokračování). Vývoj teploty druhého tání ( $T_{m2}$ ) vzorků v průběhu ozařování

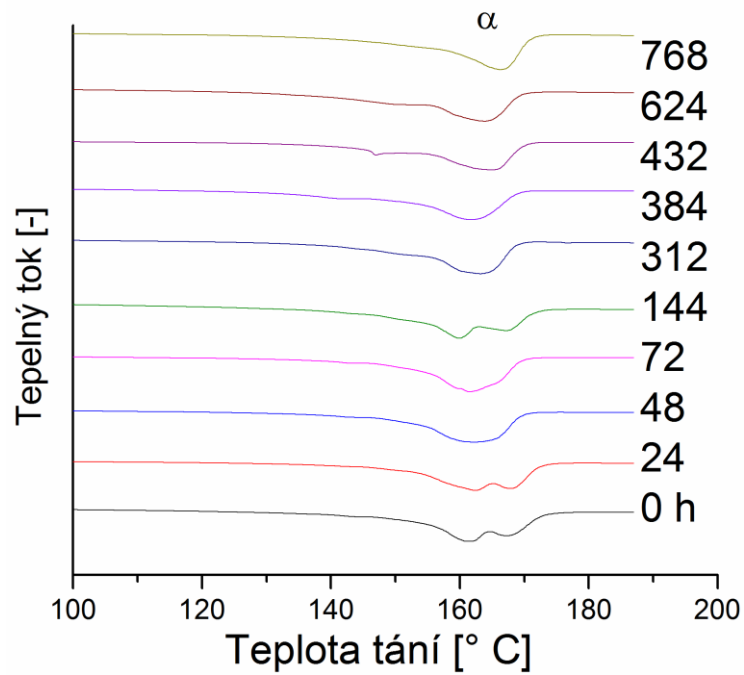




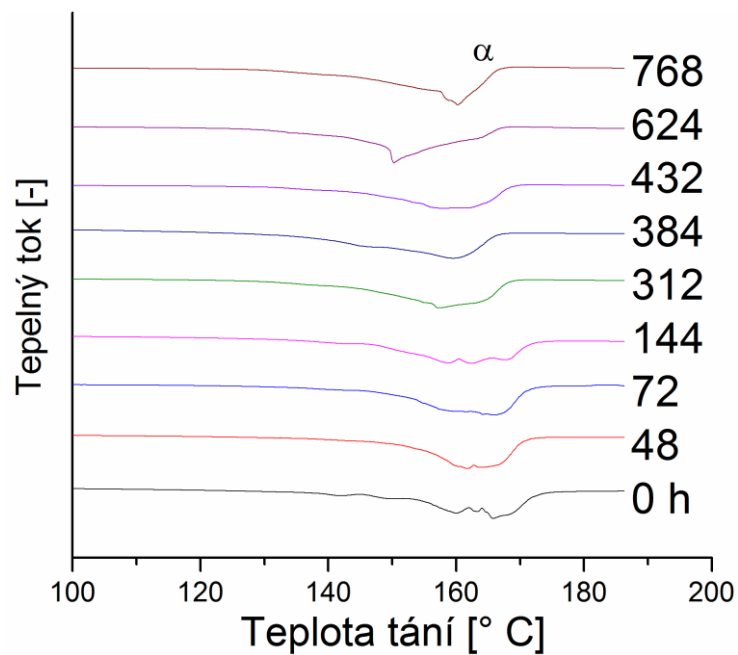
Obrázek 77: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1



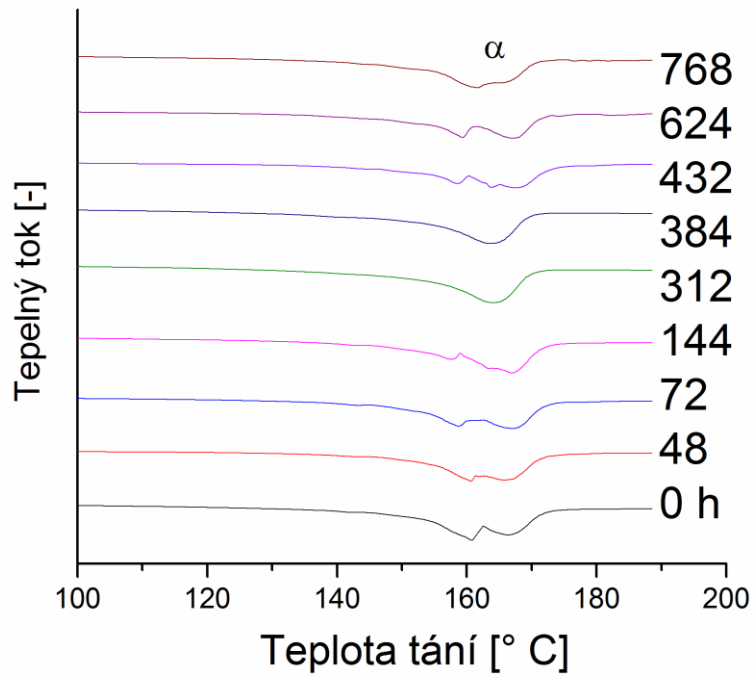
Obrázek 78: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2



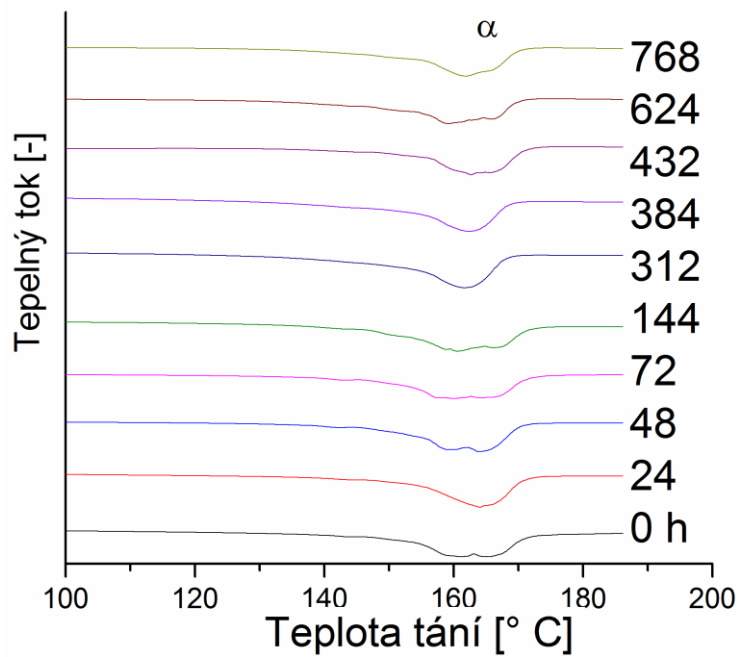
Obrázek 79: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3



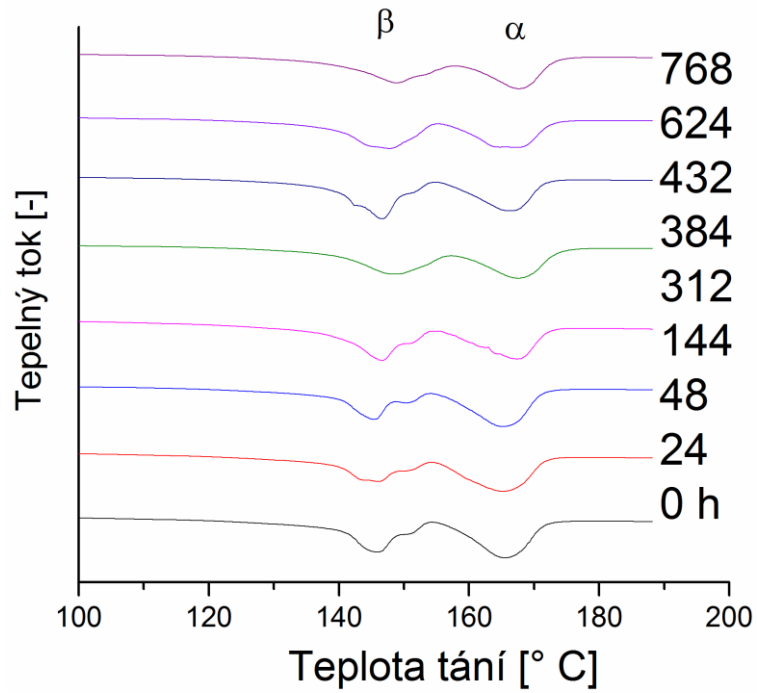
Obrázek 80: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4



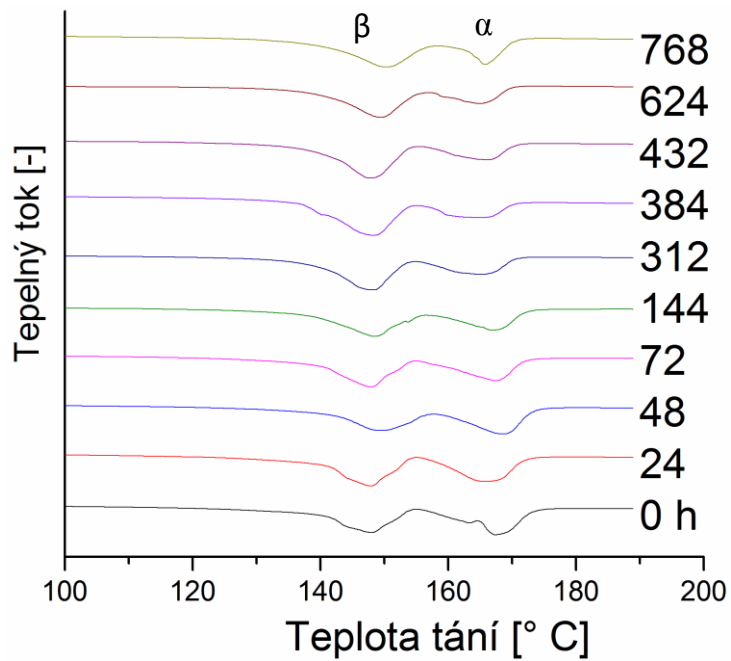
Obrázek 81: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5



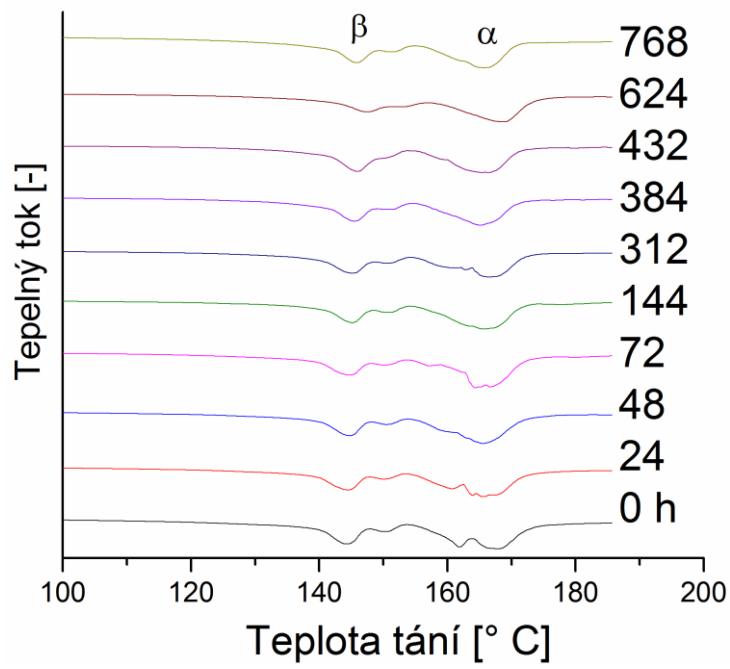
Obrázek 82: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6



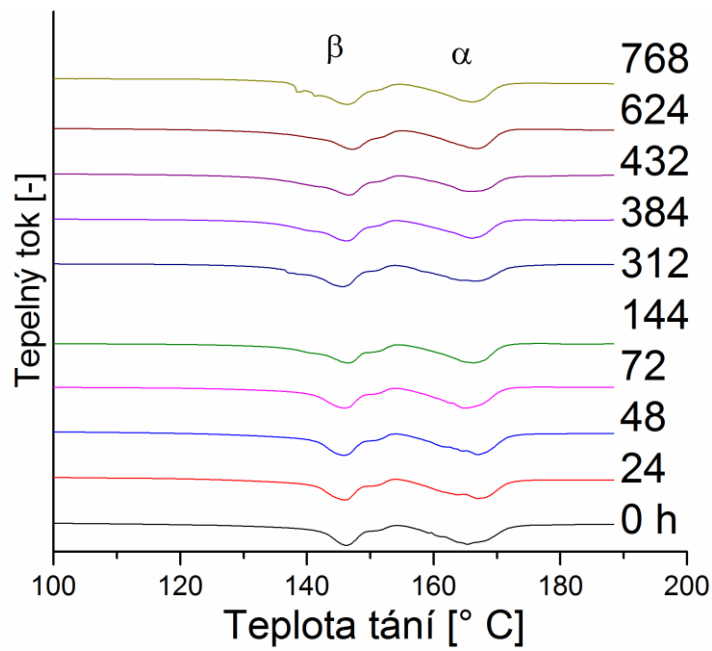
Obrázek 83: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 7



Obrázek 84: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 8



Obrázek 85: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9

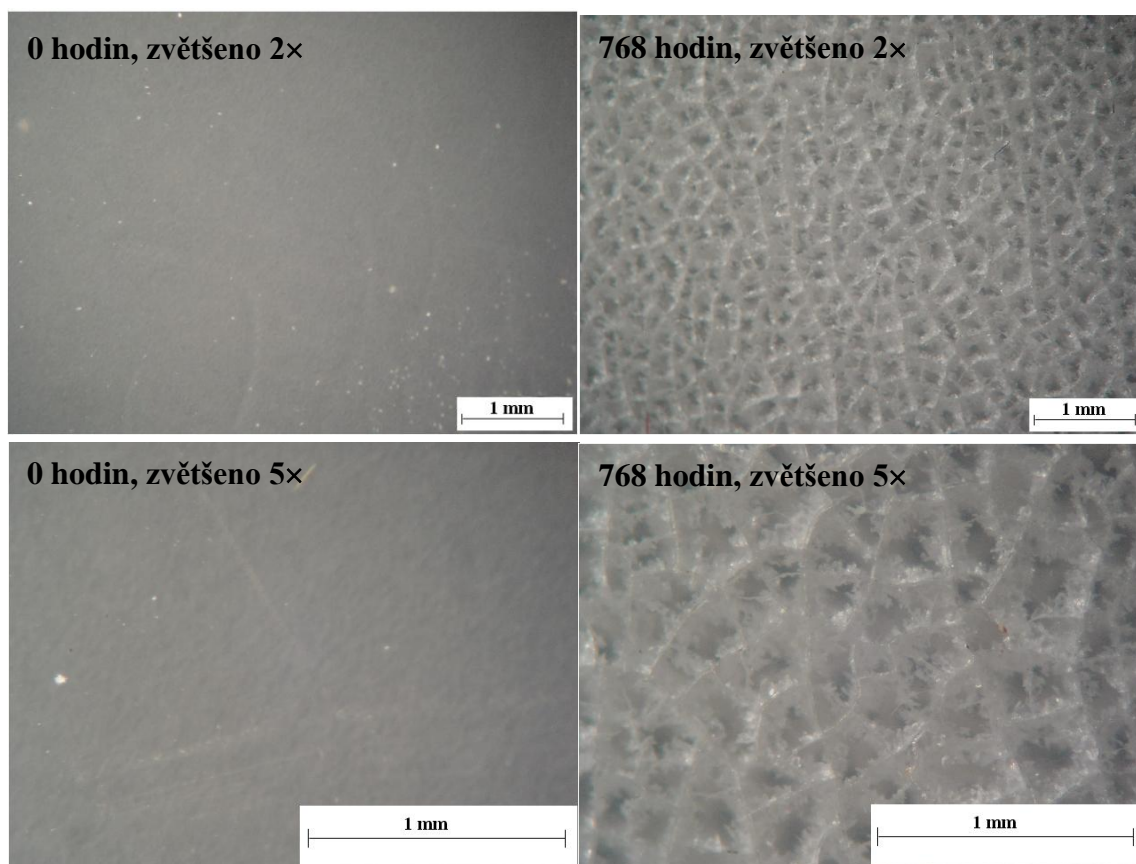


Obrázek 86: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10

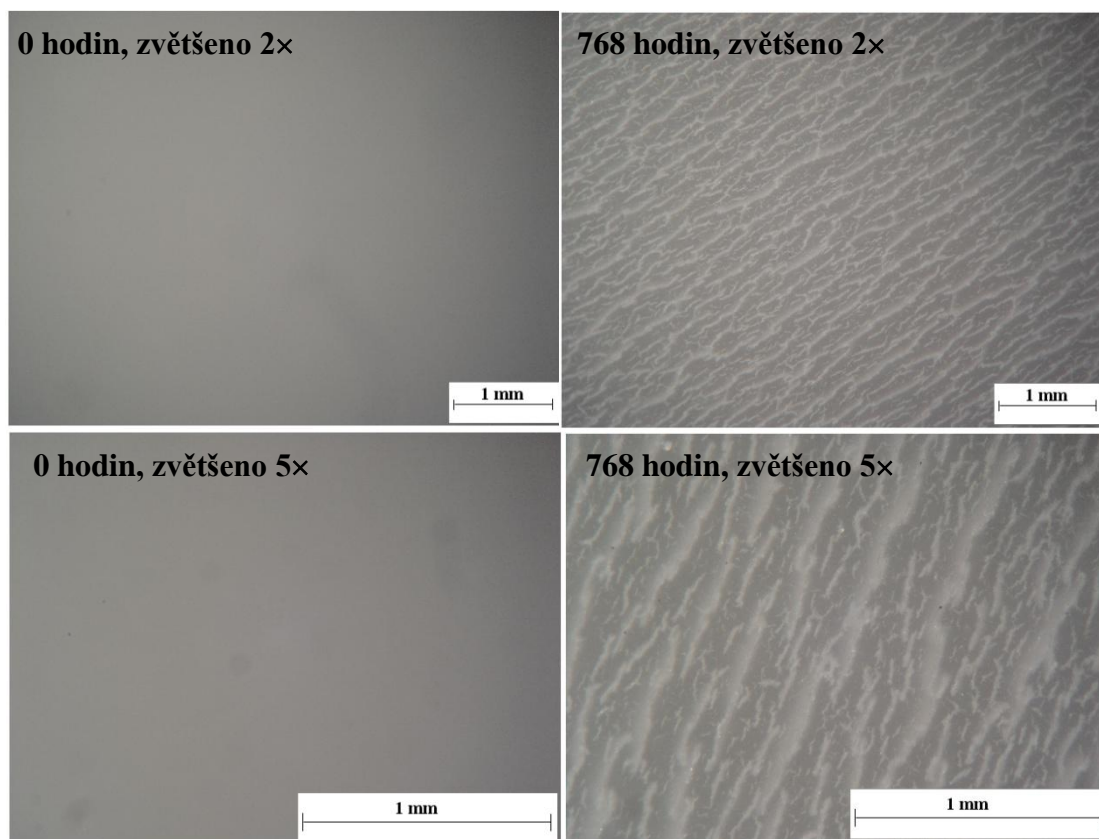
## 8 MIKROSKOPIE

Pomocí optického mikroskopu jsou zobrazeny rozdíly mezi povrchy jednotlivých vzorků před ozařováním a po jeho ukončení (Obrázek 87 až 96). Při srovnání Obrázku 87 (čistý PP) a Obrázku 88 (nukleovaný PP), před ozařováním nejsou vidět rozdíly mezi materiály. Ovšem po dokončení ozařování jsou již patrné změny ve struktuře.

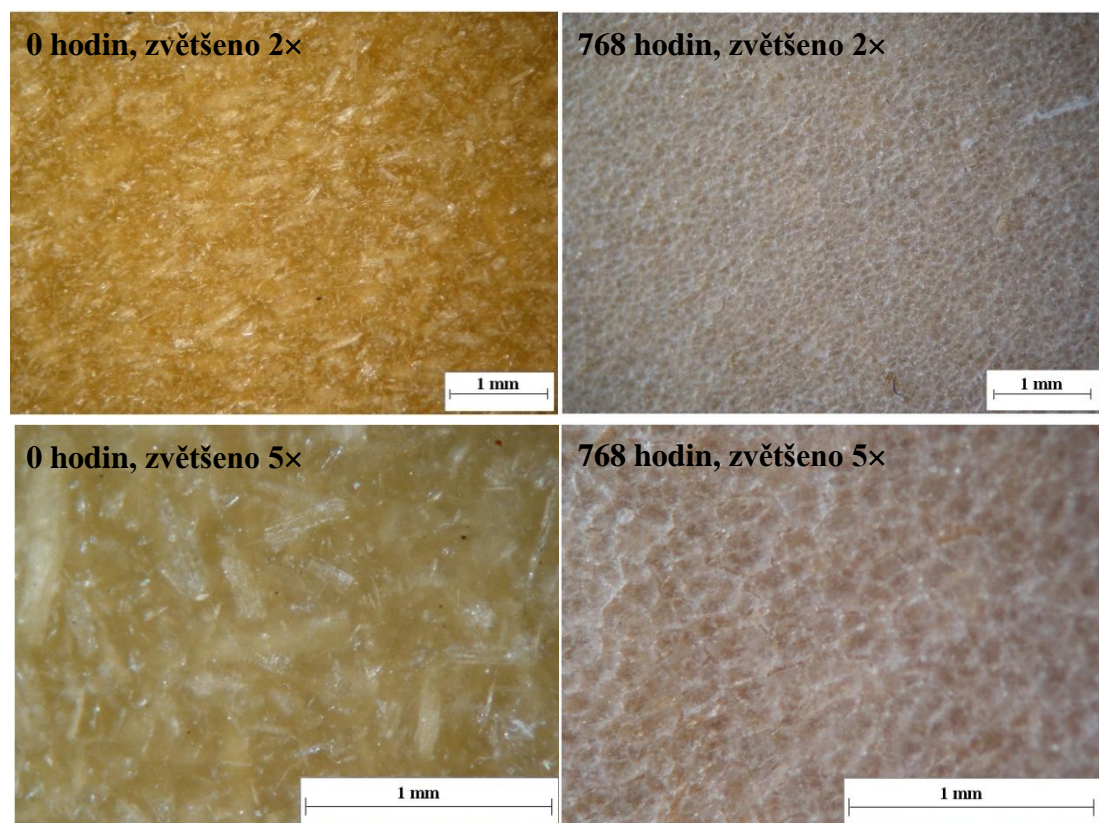
Na vzorcích 3 až 10 po ukončení ozařování lze vidět, jak je svrchní část materiálu zdegradovaná. Povrch je popraskaný a degradovaný PP se začíná odlupovat. Po ukončení degradace jsou nejvíce patrné trhlinky na vzorku 2 (nukleovaný PP) a 4 (směs čistého PP s 20 % dřevní moučky o velikosti 0,4–0,2 mm).



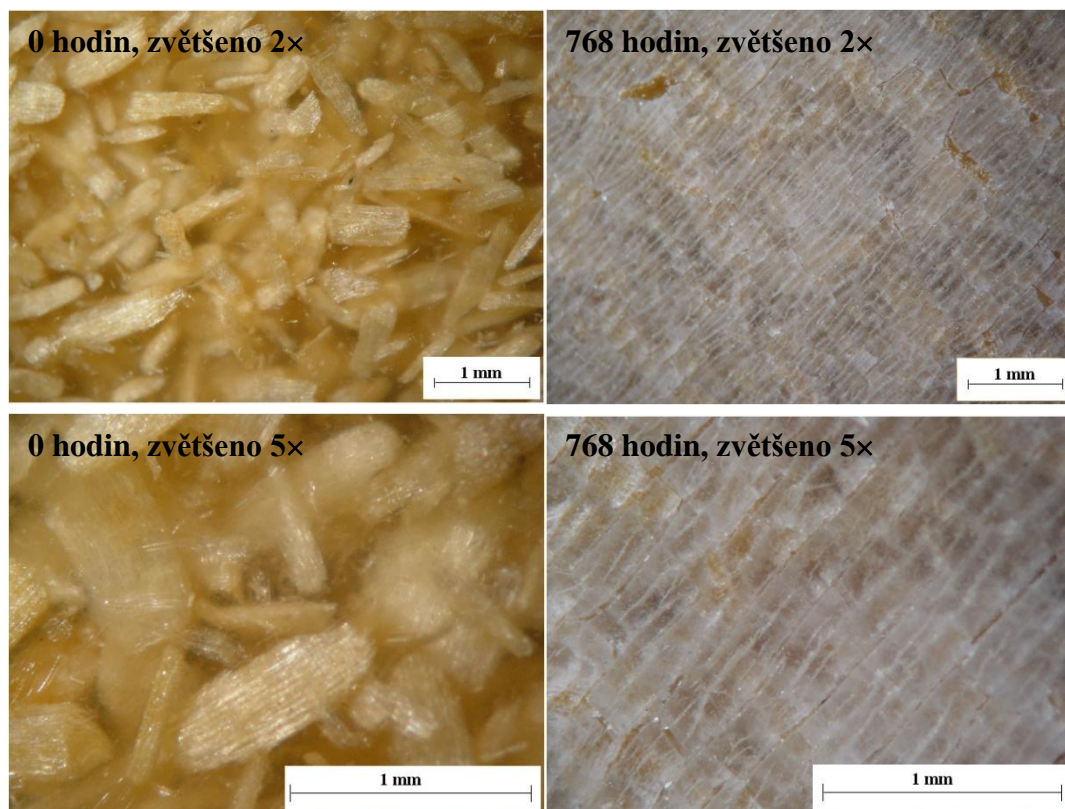
Obrázek 87: Mikroskopické snímky vzorku 1, zvětšeno 2× a 5×



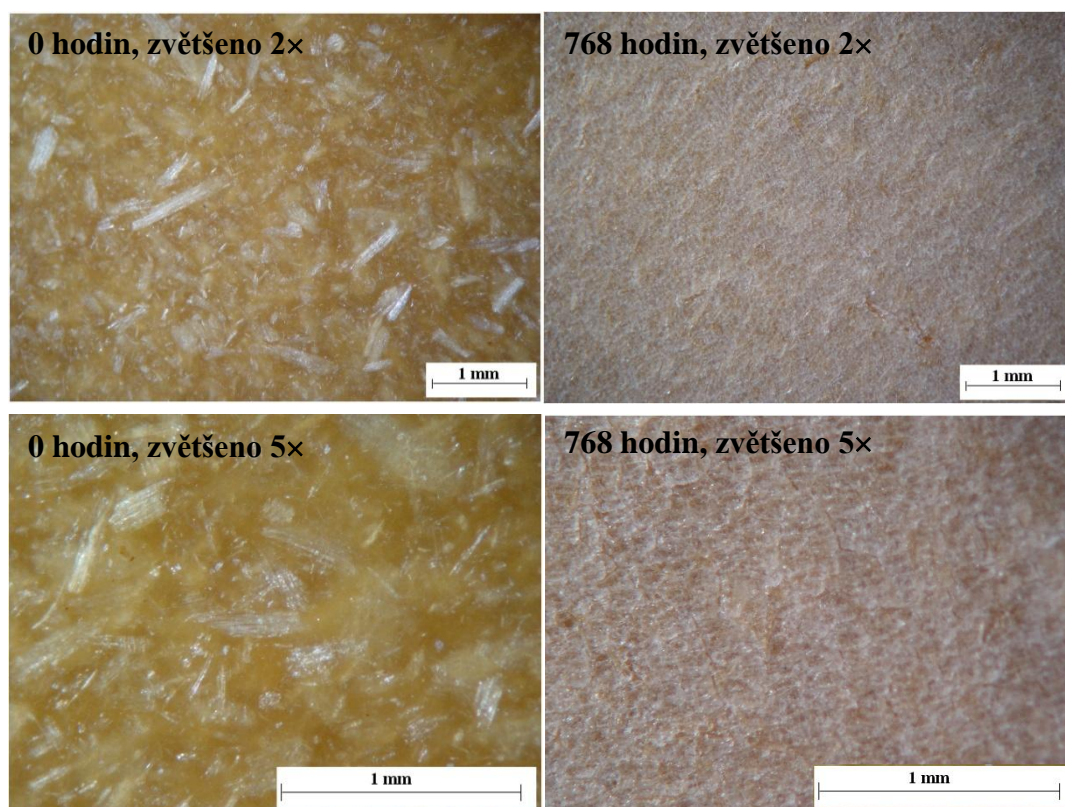
Obrázek 88: Mikroskopické snímky vzorku 2, zvětšeno 2× a 5×



Obrázek 89: Mikroskopické snímky vzorku 3, zvětšeno 2× a 5×

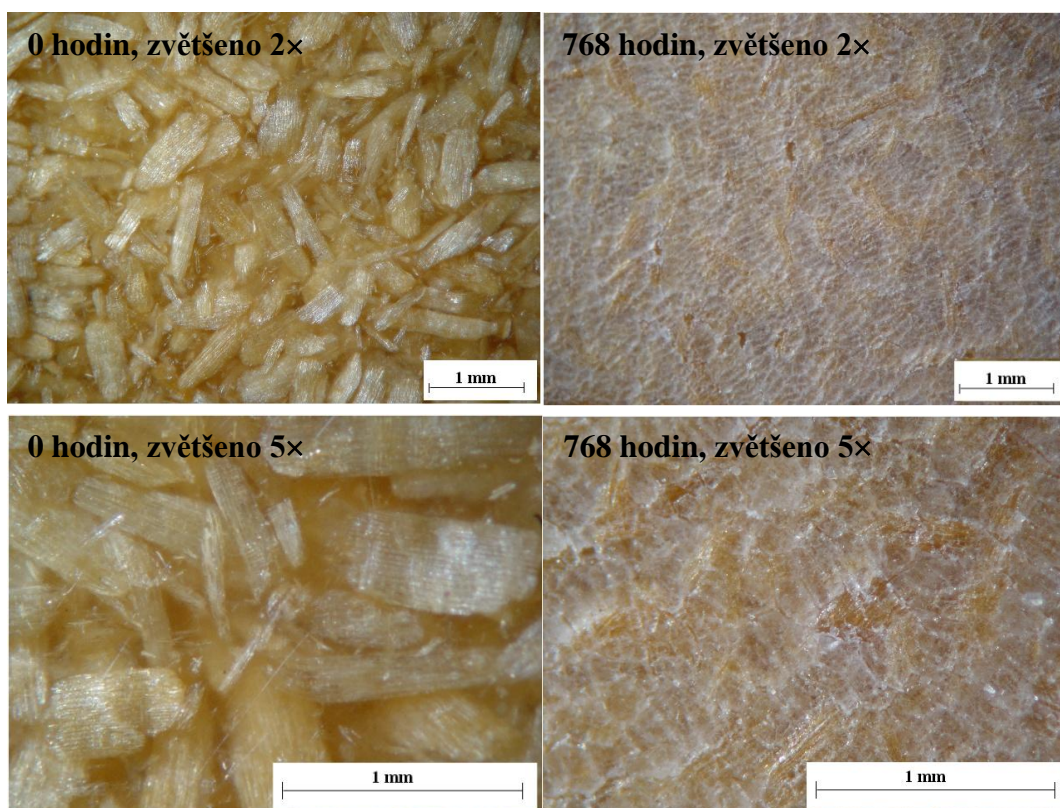


Obrázek 90: Mikroskopické snímky vzorku 4, zvětšeno 2× a 5×

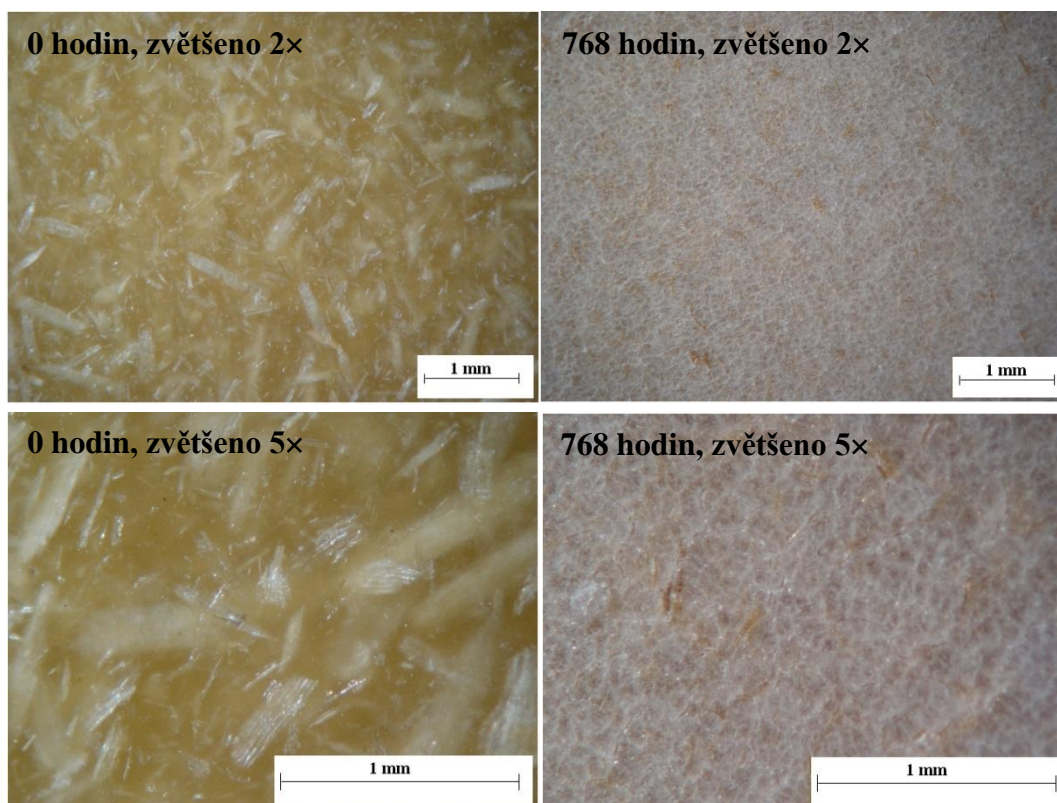


Obrázek 91: Mikroskopické snímky vzorku 5, zvětšeno 2× a 5×

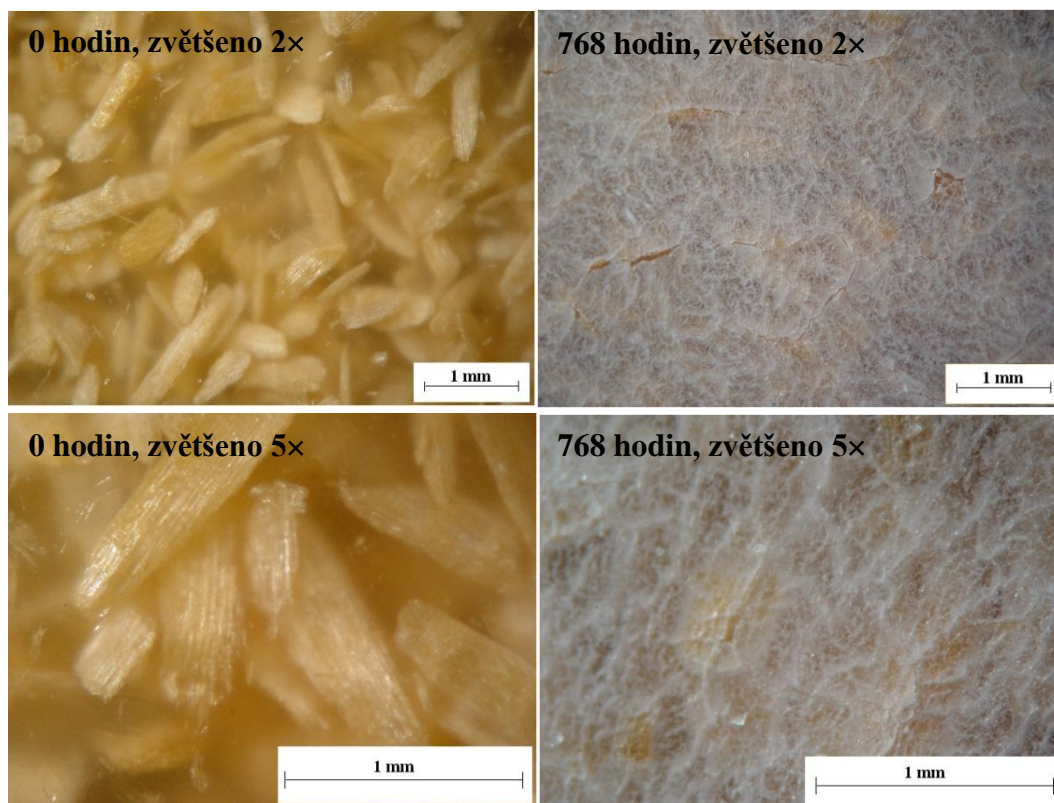




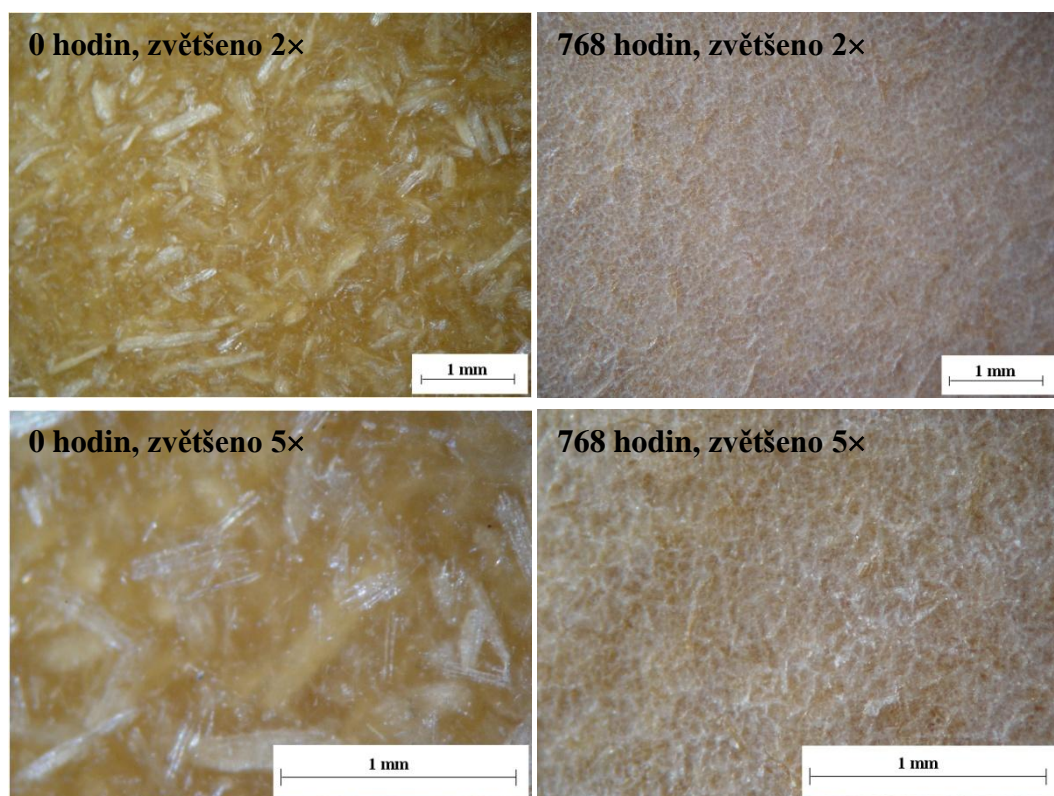
Obrázek 92: Mikroskopické snímky vzorku 6, zvětšeno 2× a 5×



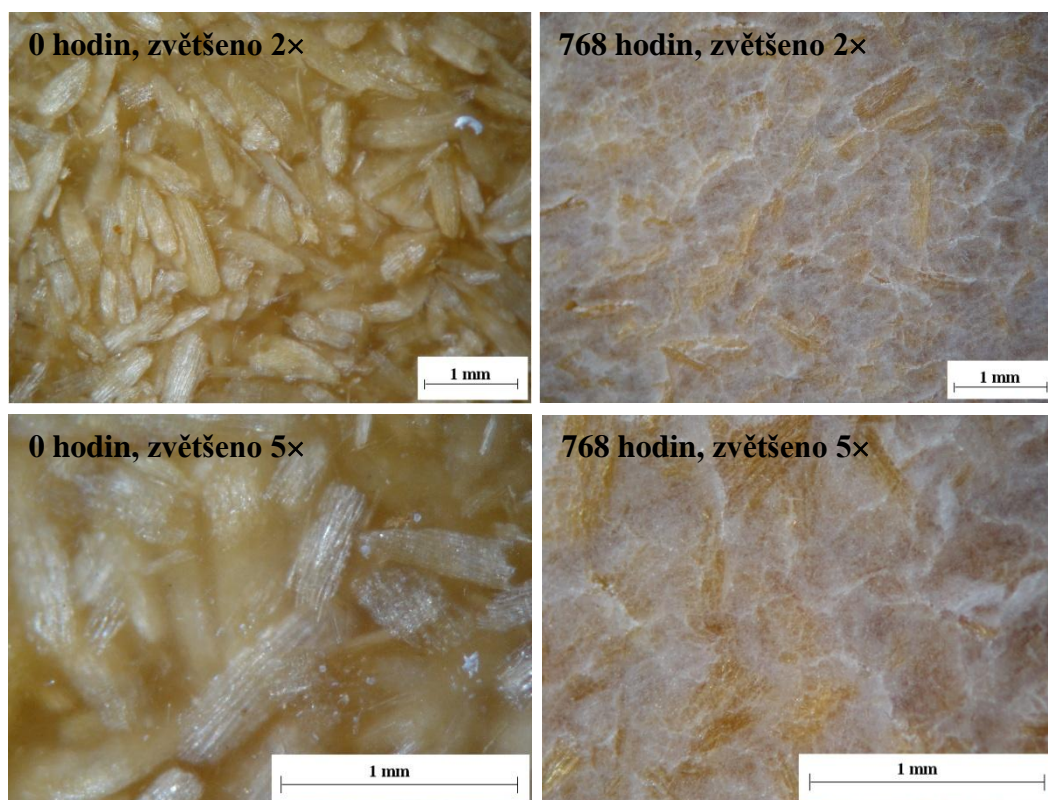
Obrázek 93: Mikroskopické snímky vzorku 7, zvětšeno 2× a 5×



Obrázek 94: Mikroskopické snímky vzorku 8, zvětšeno 2× a 5×



Obrázek 95: Mikroskopické snímky vzorku 9, zvětšeno 2× a 5×



Obrázek 96: Mikroskopické snímky vzorku 10, zvětšeno 2× a 5×

## ZÁVĚR

Cílem této práce byla příprava kompozitů a jejich následná fotodegradace. Pozorovaly se vlivy přídavku  $\beta$ -nukleačního činidla a obsahu plniva. Polymerní matricí byl polypropylen HF 136 MO v čistém stavu a také stejný typ opatřený nukleačním činidlem. Matrice byly plněny dřevní moučkou z borovice s různou koncentrací plnění a velikostí částic. Vlastnosti těchto deseti vzorků byly sledovány pomocí FTIR, RTG, DSC a mikroskopie.

Pomocí infračervené spektroskopie byl sledovaný nárůst karbonylového indexu u jednotlivých vzorků. Nejméně citlivý na UV-záření byl nukleovaný PP a nejrychleji degradovaly vzorky 5 a 9 (čistý a nukleovaný PP s 20 % plniva s velikostí částic pod 0,2 mm).

Z difrakce rentgenového záření byla zjištěna krystalinita vzorků. Pohybuje se v rozmezí 60–82 %. Obsah  $\beta$ -fáze v čistém PP je nízký, přídavkem plniva dřevní moučky obsah této fáze naroste. Naopak je tomu u nukleovaného PP, kde přídavek dřevní moučky obsah  $\beta$ -fáze snižuje. Se zvyšujícím se časem degradace nedochází k žádným výrazným změnám krystalických fází, nedochází k rekrystalizaci. Vzorky obsahující čistý polypropylen mají vyšší krystalinitu, než vzorky s nukleovaným PP.

DSC ukázala, že přídavek dřevní moučky do PP způsobil zvýšení teploty tání a teploty krystalizace. Zvýšení teplot a tím i odolnosti k degradaci lze také docílit přídavkem nukleačního činidla do polymerní matrice, což bylo zaznamenáno i infračervenou spektroskopií. Nejvyšší teplota prvního tání byla zaznamenána u vzorku 3 (směs čistého PP s 20 % dřevní moučky o velikosti menší 0,2 mm) a vzorku 10 (směs nukleovaného PP se 40 % dřevní moučky o velikosti 0,4–0,2 mm). Teplota krystalizace byla nejvyšší u vzorku 8 (směs nukleovaného PP s 20 % dřevní moučky o velikosti 0,4–0,2 mm). Nejvyšší teplotu druhého tání měla směs nukleovaného PP s 20 % dřevní moučky o velikosti menší 0,2 mm (vzorek 7).

Obrázky z mikroskopie zobrazují působení degradace na materiály v podobě prasklin a odlupování kousků vrstev. Po ukončení degradace byl materiál pokryt bílou vrstvičkou, která se snadno odstranila. Vzorky byly křehké a nejvíce se drotil vzorek čistého polypropylenu.

Z výsledků je patrné, že plnění a přídavkem nukleačního činidla se docílí zvýšení tepelných vlastností ve srovnání s čistým polymerem.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] Dřevoplastové WPC, [online], [Cit. 2013-04-19] Dostupné z:  
<http://www.teakcz.eu/cz/38-drevoplastove-wpc.html>
- [2] MEISSNER, B., ZILVAR, V. *Fyzika polymerů: struktura a vlastnosti polymerních materiálů*. vyd. 1, SNTL - Nakladatelství technické literatury, Praha, 1987, s. 306
- [3] WPC terasy, [online], [Cit. 2013-04-15] Dostupné z:  
<http://www.profi-terasy.cz/inpage/produkty/>
- [4] Dřevo, [online], [Cit. 2013-04-17] Dostupné z:  
[http://www.homel.vsb.cz/~khe0007/Predmety/Stavebni%20hmoty/Prednaska\\_drevo.pdf](http://www.homel.vsb.cz/~khe0007/Predmety/Stavebni%20hmoty/Prednaska_drevo.pdf)
- [5] BÖHM, Martin, Jan REISNER a Jan BOMBA. *Materiály na bázi dřeva*. vyd. 1, Česká zemědělská univerzita v Praze, Fakulta lesnická a dřevařská, Katedra zpracování dřeva, Praha, 2012, s. 183, ISBN 978-80-213-2251-6, [online], [Cit. 2013-04-17] Dostupné z:  
[http://www.fld.czu.cz/~bohmm/materialy\\_na\\_bazi\\_dreva.pdf](http://www.fld.czu.cz/~bohmm/materialy_na_bazi_dreva.pdf)
- [6] Nauka o dřevě, [online], [Cit. 2013-04-17] Dostupné z:  
[http://www.ped.muni.cz/wtech/03\\_studium/mtdr/Nauka\\_o\\_drevo.doc](http://www.ped.muni.cz/wtech/03_studium/mtdr/Nauka_o_drevo.doc)
- [7] ŠIMŮNKOVÁ, E., KUČEROVÁ, I. *Dřevo*. vyd. 1, Společnost pro technologie ochrany památek, Praha, 2000, s. 134, ISBN 80-902668-4-3
- [8] LAINE, CH. *Structures of hemicelluloses and pectins in wood and pulp*. KCL, Espoo, Finland, 2005, p. 63
- [9] MOKREJŠ, P. *Přírodní polymery*. studijní materiály, přednášky
- [10] RRUNOW, G., ÄMMÄLAHTI, E., NIEMI, T. et al. *Labelling of lignin from suspension cultures of pices abies*. *Phytochemistry*, 1998, vol. 47, iss. 8, p. 1495-1500
- [11] Stavba dřeva, [online], [Cit. 2013-04-18] Dostupné z:  
<http://www.ulozto.cz/x984ynv/chemicke-slozeni-dreva-pdf>
- [12] Druhy dřeva, [online], [Cit. 2013-04-19] Dostupné z:

- <http://www.rezivo.cz/slozeni-dreva-druhy-dreva.php>
- [13] Základní rozdělení dřeva, [online], [Cit. 2013-04-19] Dostupné z:  
<http://www.prace-se-drevem.spibi.cz/Drevo-Rozdeleni.html>
- [14] Borovice, [online], [Cit. 2013-04-19] Dostupné z:  
<http://www.prace-se-drevem.spibi.cz/Drevo-Druhy-Borovice.html>
- [15] Charakteristika druhů dřev: borovice, [online], [Cit. 2013-04-19] Dostupné z:  
<http://www.garten.cz/a/cz/4553-charakteristika-druhu-drev-borovice/>
- [16] STOKLASA, K. *Makromolekulární chemie II*. studijní materiály, přednášky
- [17] ZÁMORSKÝ, Z. *Nauka o polymerech*. vyd. 1, VUT, Brno, 1980, s. 235
- [18] MLEZIVA, J. *Polymery: výroba, struktura, vlastnosti a použití*. vyd. 1, Sobotáles, Praha, 1993, s. 525, ISBN 8090157041
- [19] LAPČÍK, L., RAAB, M. *Nauka o materiálech II*. vyd. 2, Univerzita Tomáše Bati, Zlín, 2004, s.133, ISBN 80-7318-229-7
- [20] BRYDSON, J. *Plastic Materials*, Elsevier, ed. 7, 1999, p. 920, ISBN 978-0-7506-4132-6
- [21] VARGA, J. *J. Macromol. Sci.* 2002, 41, p. 1121
- [22] VARGA, J. *Crystallization, melting and supermolecular structure of isotactic polypropylene*. In: JARGER-KOCSIS, J., *Polypropylene: Structure, Blends and Composites*. Chapman & Hall, London, 1995, ISBN 0-412-58430-1
- [23] MAIER, C., CALAFUT, T. *Polypropylene – The Definitive User’s Guide and Databook*. Plastic Design Library, 1998, ISBN 1-884207-58-8
- [24] KARGER-KOCSIS, J. *Polypropylene: An A-Z Reference*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht Netherlands, 1999, ISBN 0-412-80200-7
- [25] ADDINK, E. J., BIENTEMA, J. *Polymer*. 1961, 2, p. 185
- [26] LOTZ, B. *Polymer*. 1998, 39, 19, p. 4561
- [27] DORSET, D.L., MCCOURT, M.P., KOPP, S., et al. *Polymer*. 1998, 39, 25, p. 6331

- [28] BRÜCKNER, S., MEILLE, S. V. *Polymorphism in crystalline polypropylene*. [editor] KARGER-KOCSIS, J. *Polypropylene - An A-Z Reference*. Dordrecht: Kluwer Publishers, 1999, ISBN 978-0-412-80200-3
- [29] BARAN, N. *Příprava beta a gama fáze izotaktického polypropylenu*. [Doktorantská disertační práce]. Zlín 2001- VUT BRNO. Fakulta technologická Zlín
- [30] WHITE, J. L., CHOI, D. D. *Polyolefins - Processing, Structure Development, and Properties*. Hanser Publishers, 2005, p. 271, ISBN 978-1-56990-369-8
- [31] LIBSTER, D., ASERIN, A., GARTI, N. *Polym. Adv. Technol.* 2007, 18, p. 685
- [32] JACOBY, P., BERSTED, B. H., KISSEL, W. J., et al. *J. Polym. Sci. Polym. Phys.* 1986, 24, p. 461
- [33] KOTEK, J., RAAB, M., BALDRIAN, J., et al. *J. Appl. Polym. Sci.* 2002, 85, p. 1174
- [34] OBADAL, M., ČERMÁK, R., RAAB, M., et al. *Structure evolution of  $\alpha$ - and  $\beta$ -polypropylenes upon UV irradiation: A multiscale comparison*. *Polymer Degradation and Stability*, 2005, vol. 88, iss. 3, p. 532–539
- [35] WECHSLER, A., HIZIROGLU, S. *Some of the properties of wood–plastic composites*. *Building and Environment*, USA, 2007, 42, p. 2637–2644
- [36] BUSCHOV, K. H. J., CAHN, R. W., FLEMINGS, M. C., et al. *Encyclopedia of Materials – Science and Technology*. Elsevier, 2001, vol. 1-11, p. 12066, ISBN 978-0-08-043152-9
- [37] KLYOSOV, A. A. *Wood plastic composites*. Wiley Interscience, 2007, p. 673, ISBN 978-0-470-14891-4 [online], [Cit. 2013-05-02] Dostupné z: [http://www.books.google.cz/books?id=KmuK4w\\_D7UUC&printsec=frontcover#v=onepage&q&f=false](http://www.books.google.cz/books?id=KmuK4w_D7UUC&printsec=frontcover#v=onepage&q&f=false)
- [38] BOUAFIF, H., KOUBAA, A., PERRÉ, P. et al. *Effect of fiber characteristics on the physical and mechanical properties of wood plastic composites*. *Composites: Part A*, Canada, 2009, p. 1975–1981

- [39] SEMERALUL, H. O., RIZVI, G. M. *Characterization of properties of wood plastic composites (WPC) with glass fiber reinforcements*. University of Ontario Institute of Technology, Oshawa, 2009, p. 645–648
- [40] STARK, N. M, CAI, Z., CARLL, CH. G. *Wood-Based Composite Materials- Panel Products- Glued-Laminated Timber, Structural Composite Lumber, and Wood-Nonwood Composite Materials*. Wood Handbook, Forest Products Laboratory, 2010, chap. 11
- [41] REBOREDO, M. M., ARANGUREN, M. I., MARCOVICH, N. E. *Selected Topics on Poly-propylene/Wood Flour Composites: Thermal, Mechanical, and Time-Dependent Response*. Polyolefin Composites, John Wiley & Sons, 2007, p. 150-177
- [42] Linka na výrobu PVC a WPC-dřevoplastových profilů, [online], [Cit. 2013-05-03] Dostupné z:  
<http://www.boco.cz/cs/produkty/technologicke-extruzni-linky-na-plasty/linka-na-vyrobu-pvc-a-wpc-drevoplastovych-profilu/>
- [43] ASHORI, A. *Wood-plastic composites as promising green-composites for automotive industries*. Biosource Technology, 2008, vol. 99, iss. 11, p. 4661–4667
- [44] WPC dřevoplast, [online], [Cit. 2013-05-04] Dostupné z:  
<http://www.biosdobris.cz/wpc-drevoplast-umele-drevo.php>
- [45] Centrum teras a plotů, [online], [Cit. 2013-05-04] Dostupné z:  
<http://www.centrum-teras.cz/>
- [46] WPC–dřevoplast, [online], [Cit. 2013-05-04] Dostupné z:  
<http://www.wpc-drevoplast.cz/>
- [47] Kvalitní terasy Woodplastic, [online], [Cit. 2013-05-04] Dostupné z:  
<http://www.kvalitni-terasa.cz/terasy-silva/>
- [48] Weathering of Plastics, [online], [Cit. 2013-05-14] Dostupné z:  
[http://www.zeusinc.com/UserFiles/zeusinc/Documents/Zeus\\_Weathering\\_of\\_Plastics.pdf](http://www.zeusinc.com/UserFiles/zeusinc/Documents/Zeus_Weathering_of_Plastics.pdf)
- [49] RABELLO, M. S., WHITE, J. R. *Polymer Degradation and Stability*. 1997, vol. 56, p. 55
- [50] KOTEK, J., KELNAR, I., BALDRIAN, J. et al. *Eur. Polym. J.* 2004, vol. 40, p. 2731



- [51] VÝCHOPŇOVÁ, J., ČERMÁK, R., OBADAL, M. et al. *Polymer Degradation and Stability*. 2007, vol. 92, p. 1763
- [52] OBADAL, M. et al. *Polymer Degradation and Stability*. 2005, vol. 88, p. 532–539
- [53] FABIYI, J. S., McDONALD, A. G. *Effect of wood species on property and weathering performance of wood plastic composites*. *Composites: Part A*, USA, 2010, 41, p. 1434–1440
- [54] KLOUDA, P. *Moderní analytické metody*. Pavel Klouda, Ostrava, 2003, s. 132, ISBN 80-86369-07-2
- [55] HOŠEK, J. *Úvod do nanotechnologie*. ČVUT, Praha, 2010, s. 170
- [56] KRAUS, I. *Úvod do strukturní rentgenografie*. Academia, Praha, 1985, s. 235
- [57] BĚHÁLEK, L. *Hodnocení nadmolekulární struktury plastů*, [online], [Cit. 2013-05-05], Dostupné z:  
<http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/Intech/Morfologie.pdf>
- [58] CHVÁTSLOVÁ, L., NAVRÁTILOVÁ, J., ČERMÁK, R. et al. *Vliv molekulární struktury a zpracovatelské historie na specifickou nukleaci izotaktického polypropylenu*. *Plasty a Kaučuk*, 2010, č. 7-8
- [59] Diferenciální skenovací kalorimetrie, [online], [Cit. 2013-05-05] Dostupné z:  
[http://www.cesmina.vscht.cz/trp/cz/diferencialni-skanovaci-kalorimetrie\\_54](http://www.cesmina.vscht.cz/trp/cz/diferencialni-skanovaci-kalorimetrie_54)
- [60] PAVLÍNEK, V. *Kontrolní a zkušební metody*. studijní materiály, přednášky
- [61] SMETANOVÁ, E. *Vliv koncentrace plniva na vlastnosti PVC/jíl nanokompozitů*. Zlín, 2006, Diplomová práce, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická
- [62] CHVÁTALOVÁ, L., NAVRÁTILOVÁ, J., ČERMÁK, R. et al. *Joint Effects of Molecular Structure and Processing History on Specific Nucleation of Isotactic Polypropylene*, *Macromolecules*, 2009, vol. 42, p. 7413–7417
- [63] Polypropylene HF136MO, [online], [Cit. 2013-05-06] Dostupné z:  
<http://www.borealisgroup.com/datasheets/10011825>
- [64] Síťová analýza, [online], [Cit. 2013-05-06] Dostupné z:  
<http://www.chempoint.cz/sitova-analyza>

- [65] X'Pert Powder, [online], [Cit. 2013-05-10] Dostupné z:  
<http://www.panalytical.com/XPert-Powder.htm>
- [66] ALEXANDER, L. *X-ray diffraction methods in polymer science*. John Wiley & Sons Inc, New York, 1969
- [67] KONISHI, T., NISHIGA, K., KANAYA, T. *Crystallization of Isotactic Polypropylene from Prequenched Mesomorphic Phase*. *Macromolecules*, 2006, vol. 39, p. 8035–8040
- [68] KOCH, T., SEIDLER, S., HALWAX, E. et al. *Microhardness of quenched and annealed isotactic polypropylene*. *Journal of Materials Science*, 2007, vol. 42, p. 5318–5326
- [69] ROJDYR, M. *Fityk: a general-purpose peak fitting program*. *Journal of Applied Crystallography*, 2010, vol. 43, p. 1126-1128
- [70] HERMANS, P. H., WEIDINGER, A. *On the determination of the crystalline fraction of polyethylenes from X-ray diffraction*. *Die Makromolekulare Chemie*, 1961, vol. 44, p. 24–36
- [71] TURNER-JONES, A., AIZLEWOOD, J. M., BECKETT, D. R. *Crystalline forms of isotactic polypropylene*. *Die Makromolekulare Chemie*, 1964, vol. 75, p. 134–158

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

UV	Ultrafialové (záření, světlo atd.)
WPC	Wood Plastic Composite
PE	Polyetylen
PP	Polypropylen
PVC	Polyvinylchlorid
iPP	Izotaktický polypropylen
sPP	Syndiotaktický polypropylen
$T_g$	Teplota skelného přechodu (°C)
$T_m$	Teplota tání (°C)
$\alpha$	Monoklinická krystalická mřížka
$\beta$	Trigonální krystalická mřížka
$\gamma$	Ortorombická krystalická mřížka
FTIR	Transmisní infračervená spektroskopie s fourierovou transformací
RTG	Rentgenové (záření)
WAXS	Wide Angle X-ray Scattering
$\theta$	Úhel rentgenové difrakce (°)
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetrie
$X_c$	Krystalinita
w	Poloviční šířka v polovině maxima píku
m	Tvarový faktor
$I_{max}$	Souřadnice píku
$A_c$	Plocha krystalických píků
$A_a$	Plocha amorfních píků
$A_{110}^\alpha, A_{040}^\alpha, A_{130}^\alpha$	Plochy rovin (110), (040) a (130)

$X_\alpha, X_\beta$	$\alpha$ -krystalinita, $\beta$ -krystalinita
$T_{m1}, T_{m2}$	Teplota prvního, druhého tání

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

<i>Obrázek 1: Průřez kmene.....</i>	<i>14</i>
<i>Obrázek 2: Struktura celulózy.....</i>	<i>15</i>
<i>Obrázek 3: Struktura hemicelulózy – xylan.....</i>	<i>15</i>
<i>Obrázek 4: Struktura ligninu.....</i>	<i>16</i>
<i>Obrázek 5: Dřevo borovice lesní.....</i>	<i>17</i>
<i>Obrázek 6: Mikroskopická stavba borovice.....</i>	<i>18</i>
<i>Obrázek 7: Strukturní vzorec PP.....</i>	<i>18</i>
<i>Obrázek 8: Izotaktický polypropylen.....</i>	<i>20</i>
<i>Obrázek 9: Syndiotaktický polypropylen.....</i>	<i>20</i>
<i>Obrázek 10: Ataktický polypropylen.....</i>	<i>20</i>
<i>Obrázek 11: Krystalická struktura <math>\alpha</math>-fáze iPP.....</i>	<i>21</i>
<i>Obrázek 12: Trigonální buňka <math>\beta</math>-fáze iPP.....</i>	<i>22</i>
<i>Obrázek 13: Ortorombická buňka <math>\gamma</math>-fáze iPP.....</i>	<i>22</i>
<i>Obrázek 14: Vytlačovací linka pro WPC.....</i>	<i>24</i>
<i>Obrázek 15: Aplikace WPC v roce 2002.....</i>	<i>25</i>
<i>Obrázek 16: Obklad domu.....</i>	<i>25</i>
<i>Obrázek 17: Kazety na balkony.....</i>	<i>25</i>
<i>Obrázek 18: Plot.....</i>	<i>25</i>
<i>Obrázek 19: Terasa.....</i>	<i>25</i>
<i>Obrázek 20: Elektromagnetické spektrum.....</i>	<i>26</i>
<i>Obrázek 21: Vliv UV-záření na karbonyl index <math>\alpha</math>-PP a <math>\beta</math>-PP.....</i>	<i>27</i>
<i>Obrázek 22: Schéma FTIR.....</i>	<i>29</i>
<i>Obrázek 23: Princip difrakčního obrazu.....</i>	<i>30</i>
<i>Obrázek 24: DSC křivka.....</i>	<i>31</i>
<i>Obrázek 25: Sítovací stroj Retsch AS 200.....</i>	<i>35</i>

<i>Obrázek 26: a) vzorek 1, b) vzorek 2</i> .....	36
<i>Obrázek 27: a) vzorek 3, b) vzorek 4</i> .....	36
<i>Obrázek 28: a) vzorek 5, b) vzorek 6</i> .....	36
<i>Obrázek 29: a) vzorek 7, b) vzorek 8</i> .....	36
<i>Obrázek 30: a) vzorek 9, b) vzorek 10</i> .....	36
<i>Obrázek 31: Xenotest ATLAS Alpha+</i> .....	37
<i>Obrázek 32: Infračervený spektrometr Nicolet AVATAR 320</i> .....	38
<i>Obrázek 33: Difraktometr X'Pert PRO MPD</i> .....	39
<i>Obrázek 34: Dekompozice experimentálních dat se dvěma Pearson VII píky</i> .....	40
<i>Obrázek 35: Příklad spektra dekonvoluce WPC</i> .....	41
<i>Obrázek 36: DSC přístroj</i> .....	42
<i>Obrázek 37: Mikroskop STEMI 200-C</i> .....	42
<i>Obrázek 38: Vliv degradace na karbonyl indexu u čistého PP a jeho kompozitů</i> .....	44
<i>Obrázek 39: Vliv degradace na karbonyl indexu u nukleovaného PP a jeho kompozitů</i> ...	45
<i>Obrázek 40: Vliv degradace na karbonyl indexu čistého a nukleovaného PP (vzorky 1 a 2)</i> .....	45
<i>Obrázek 41: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 20 % plniva do 0,2 mm (vzorky 3 a 7)</i> .....	46
<i>Obrázek 42: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 20 % plniva 0,2–0,4 mm (vzorky 4 a 8)</i> .....	46
<i>Obrázek 43: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 40 % plniva do 0,2 mm (vzorky 5 a 9)</i> .....	47
<i>Obrázek 44: Vliv degradace na karbonyl indexu kompozitů s 40 % plniva 0,2–0,4 mm (vzorky 6 a 10)</i> .....	47
<i>Obrázek 45: FTIR diagramy nárůstu karbonylových skupin na čase ozařování</i> .....	48
<i>Obrázek 46: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1</i> .....	50
<i>Obrázek 47: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2</i> .....	51

<i>Obrázek 48: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3.....</i>	<i>51</i>
<i>Obrázek 49: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4.....</i>	<i>52</i>
<i>Obrázek 50: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5.....</i>	<i>52</i>
<i>Obrázek 51: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6.....</i>	<i>53</i>
<i>Obrázek 52: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 7.....</i>	<i>53</i>
<i>Obrázek 53: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 8.....</i>	<i>54</i>
<i>Obrázek 54: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9.....</i>	<i>54</i>
<i>Obrázek 55: Vývoj rentgenogramu v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10.....</i>	<i>55</i>
<i>Obrázek 56: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1.....</i>	<i>60</i>
<i>Obrázek 57: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2.....</i>	<i>60</i>
<i>Obrázek 58: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3.....</i>	<i>61</i>
<i>Obrázek 59: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4.....</i>	<i>61</i>
<i>Obrázek 60: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5.....</i>	<i>62</i>
<i>Obrázek 61: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6.....</i>	<i>62</i>
<i>Obrázek 62: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 7.....</i>	<i>63</i>
<i>Obrázek 63: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 8.....</i>	<i>63</i>
<i>Obrázek 64: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9.....</i>	<i>64</i>
<i>Obrázek 65: Vývoj teploty prvního tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10.....</i>	<i>64</i>
<i>Obrázek 66: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1.....</i>	<i>66</i>
<i>Obrázek 67: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2.....</i>	<i>66</i>
<i>Obrázek 68: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3.....</i>	<i>67</i>
<i>Obrázek 69: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4.....</i>	<i>67</i>
<i>Obrázek 70: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5.....</i>	<i>68</i>
<i>Obrázek 71: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6.....</i>	<i>68</i>
<i>Obrázek 72: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 7.....</i>	<i>69</i>
<i>Obrázek 73: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 8.....</i>	<i>69</i>

<i>Obrázek 74: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9.....</i>	<i>70</i>
<i>Obrázek 75: Vývoj teploty krystalizace v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10.....</i>	<i>70</i>
<i>Obrázek 76: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 1.....</i>	<i>73</i>
<i>Obrázek 77: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 2.....</i>	<i>73</i>
<i>Obrázek 78: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 3.....</i>	<i>74</i>
<i>Obrázek 79: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 4.....</i>	<i>74</i>
<i>Obrázek 80: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 5.....</i>	<i>75</i>
<i>Obrázek 81: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 6.....</i>	<i>75</i>
<i>Obrázek 82: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 7.....</i>	<i>76</i>
<i>Obrázek 83: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 8.....</i>	<i>76</i>
<i>Obrázek 84: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 9.....</i>	<i>77</i>
<i>Obrázek 85: Vývoj teploty druhého tání v závislosti na délce ozařování – Vzorek 10.....</i>	<i>77</i>
<i>Obrázek 86: Mikroskopické snímky vzorku 1, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>78</i>
<i>Obrázek 87: Mikroskopické snímky vzorku 2, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>79</i>
<i>Obrázek 88: Mikroskopické snímky vzorku 3, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>79</i>
<i>Obrázek 89: Mikroskopické snímky vzorku 4, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>80</i>
<i>Obrázek 90: Mikroskopické snímky vzorku 5, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>80</i>
<i>Obrázek 91: Mikroskopické snímky vzorku 6, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>81</i>
<i>Obrázek 92: Mikroskopické snímky vzorku 7, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>81</i>
<i>Obrázek 93: Mikroskopické snímky vzorku 8, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>82</i>
<i>Obrázek 94: Mikroskopické snímky vzorku 9, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>82</i>
<i>Obrázek 95: Mikroskopické snímky vzorku 10, zvětšeno 2× a 5×.....</i>	<i>83</i>



**SEZNAM TABULEK**

<i>Tabulka 1: Vlastnosti izotaktického, syndiotaktického a ataktického PP.....</i>	<i>19</i>
<i>Tabulka 2: Složení jednotlivých směsí.....</i>	<i>34</i>
<i>Tabulka 3: Mechanické vlastnosti materiálu PP HF 136 MO.....</i>	<i>35</i>
<i>Tabulka 4: Obsah krystalinity <math>X_c</math> a <math>\beta</math>-fáze ve vzorcích během ozařování.....</i>	<i>56</i>
<i>Tabulka 5: Vývoj teploty prvního tání (<math>T_{m1}</math>) vzorků v průběhu ozařování.....</i>	<i>58</i>
<i>Tabulka 6: Vývoj teploty krystalizace (<math>T_c</math>) vzorků v průběhu ozařování.....</i>	<i>65</i>
<i>Tabulka 7: Vývoj teploty druhého tání (<math>T_{m2}</math>) vzorků v průběhu ozařování.....</i>	<i>71</i>