

Vlastnosti specificky nukleovaného polypropylénu

Petr Jurča

Bakalářská práce
2005



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Vložit oficiální zadání diplomové/bakalářské práce

Děkuji tímto svému vedoucímu Ing. Martinu Obadalovi, Ph.D za vedení bakalářské práce. A to nejen za pomoc při experimentu, ale také za věcné připomínky při psaní této práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Veronice Habrové za pomoc při experimentu a vyhodnocení tokových křivek. Velký dík patří také моým rodičům. Bez jejich podpory by tato práce nemohla vůbec vzniknout. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat svým kamarádům, jmenovitě Veronice Kačírkové a Petru Navrátilovi.

Prohlašuji, že jsem na celé bakalářské práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval.

Ve Zlíně, 31. 05. 2005

.....

jméno diplomanta

ABSTRAKT

Abstrakt

Práce se zabývá vztahy mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi specificky nukleovaného polypropylénu. Výchozími materiály jsou tři typy komerčně dostupného izotaktického polypropylenu. Tyto materiály jsou použity jednak ve formě běžně dodávané výrobcem a jednak ve formě nukleované. Nukleace probíhá pomocí specifického nukleačního činidla. Studium struktury je prováděno rentgenografickou analýzou a světelnou mikroskopií. Mechanické vlastnosti jsou zastoupeny instrumentovanou rázovou zkouškou dle Charpyho.

Abstract

The work deals with a study of the interrelations between structure and mechanical properties of specifically nucleated isotactic polypropylene. Three different types of commercially available polypropylenes were used. From these materials in both forms – neat and nucleated, the specimens for mechanical testing were prepared. Structure and consequent properties were studied using wide-angle X-ray scattering, light microscopy and instrumented Charpy impact testing.

OBSAH

ÚVOD.....	6
1 TEORETICKÁ ČÁST.....	7
1.1 MORFOLOGIE POLYMERŮ	7
1.1.1 Krystalizace z taveniny.....	8
1.1.2 Nukleační činidla.....	8
1.2 POLYPROPYLEN	9
1.3 KONFIGURACE POLYPROPYLENU	9
1.4 POLYMORFIE IZOTAKTICKÉHO POLYPROPYLENU.....	10
1.4.1 α -fáze	10
1.4.2 β -fáze	10
1.4.3 γ -fáze	10
1.5 STRUKTURA VSTŘIKOVANÉHO POLYPROPYLENU	11
1.6 VSTŘIKOVÁNÍ.....	12
1.6.1 Šnekový vstřikovací stroj	13
1.7 METODY STUDIA VLASTNOSTÍ POLYMERŮ	14
1.7.1 Reologická měření.....	14
1.7.2 Mikroskopie.....	17
1.7.3 Rentgenografie	18
1.7.4 Metody studia mechanických vlastností.....	21
1.7.5 Tahová zkouška	21
1.7.6 Hodnocení houževnatosti	23
1.7.7 Vrubová houževnatost Charpy	23
1.7.8 Instrumentovaná rázová zkouška.....	24
2 SHRUTÍ LITERÁRNÍCH POZNATKŮ A STANOVENÍ CÍLŮ	27
3 PRAKTICKÁ ČÁST.....	28
3.1 POUŽITÉ MATERIÁLY	28
3.1.1 iPP Mosten 58412.....	28
3.1.2 iPP Mosten FK 003	29
3.1.3 iPP Mosten GB 003	29
3.1.4 Nukleační činidlo NJ Star NU100	30
3.1.5 Nukleační činidlo Millad 3988	30
3.2 TECHNOLOGIE PŘÍPRAVY ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ.....	30
3.2.1 Míchání směsí.....	30
3.2.2 Vstřikování	31
3.2.3 Tokové křivky	32
3.2.4 Rentgenografie	33
3.2.5 Vrubová houževnatost	33
3.2.6 Mikroskopie.....	34
3.3 VÝSLEDKY A DISKUZE.....	35
3.3.1 Tokové křivky	35
3.3.2 Rentgenografie	36
3.3.3 Rázová zkouška	41
3.3.4 Mikroskopie.....	42
ZÁVĚR.....	46
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	48
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	50
SEZNAM OBRÁZKŮ.....	52
SEZNAM TABULEK	53

SEZNAM PŘÍLOH.....	54
---------------------------	-----------

ÚVOD

V plastikářském průmyslu patří polypropylén svojí spotřebou k nejdynamičtěji se rozvíjejícím polymerním materiálům. Snaha o co možná nejefektivnější využití polypropylénu klade požadavky na jeho všestranné použití. Z toho plyne požadavek na využití polypropylénu nejen jako klasického představitele komoditních plastů, ale i jako konstrukčního materiálu. Možnost úpravy nadmolekulární struktury polypropylénu (*např. změnou teploty formy pro vstřikování nebo přidáním speciálního nukleačního činidla*) umožňuje, do jisté míry, těchto požadavků na mechanické vlastnosti dosáhnout.

Polypropylén je klasickým představitelem komoditních plastů. Už od svého objevu koncem padesátých let je trvale předmětem zájmu vědy i průmyslu. Z hlediska polymerní fyziky je zvláště zajímavý svou polymorfií a ní vyplývající nadmolekulární strukturou. Ta závisí jednak na pravidelnosti molekulární struktury jednak na přítomnosti aditiv a nukleačních činidel a také na termodynamických podmínkách při krystalizaci z taveniny. Všechny tyto aspekty rozhodují o výsledných užitných vlastnostech výrobků z polypropylénu.

Jelikož v dnešní době existuje spousta typů polypropylénu, nabízí se řada otázek, jako například - mají opravdu materiály s podobnými deklarovanými charakteristikami i stejné užitné vlastnosti? Funguje specifický nukleant stejně účinně u všech polypropylénů? Cílem této práce je tedy studium struktury a mechanických vlastností tří různých komerčně dostupných polypropylénů. Toto vyhodnocení je sledováno u čistého i β -nukleovaného polypropylénu. Srovnání bude provedeno na základě reologického a morfologického měření a zkoušek mechanických vlastností, jmenovitě pak vrubové houževnatosti.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Morfologie polymerů

Morfologie se zabývá studiem uspořádání, tvaru a struktury polymerních molekul v krystalických a amorfních oblastech. V přeneseném významu se pak morfologií látky rozumí její uspořádanost na nadmolekulární úrovni [1].

Semikrystalické (*částečně krystalické*) polymery obsahují určité procento krystalické i amorfní fáze. Stejně jako u ostatních krystalických látek, tak i u polypropylénu, lze za příznivých podmínek při růstu krystalů pozorovat určité zákonitosti v uspořádání krystalické plochy [2].

Základní informace o struktuře semikrystalických polymerů lze získat studiem polymerních monokrystalů [3]. Monokrystaly polymerů lze připravit krystalizací ze zředěných roztoků zpravidla ve tvaru destiček a lamel, které mohou být pyramidálně prohnuté. Rozměr, tvar a pravidelnost monokrystalů závisí na typu rozpouštědla, na teplotě krystalizace, rychlosti růstu i na jiných faktorech. Protože jsou polymerní řetězce mnohonásobně delší než zjištěná tloušťka lamel musí polymerní řetězce na povrchu lamely tvořit ohyb, načež se antiparalelně vrací do lamely, což se mnohokrát opakuje [4].

Je-li krystalizační roztok koncentrovanější, je růst rychlejší v oblastech s větším zakřivením (*např. v rozích monokrystalu*). Důsledkem je pak vznik stromkovitě rozvětvených útvarů zvaných dendrity [4].

Je-li roztok při krystalizaci vystaven smykovému namáhání, nevznikají útvary destičkové (*lamelární*), ale vláknité či jehlicovité (*fibrilární*). Polymerní řetězce jsou pak orientovány ve směru fibril [5].

1.1.1 Krystalizace z taveniny

Při krystalizaci z taveniny nebo z koncentrovaných roztoků nejsou podmínky pro vznik monokrystalických lamel příznivé. K růstovým plochám tu přistupují molekuly, které jsou propleteny s jinými molekulami, což je nepříznivé pro vznik pravidelné struktury [4]. I přesto však řetězce při krystalizaci z podchlazené taveniny tvoří polykrystalické lamelární útvary. Nejtypičtějším příkladem takto vzniklých lamelárních útvarů jsou tzv. *sférolity*.

Sférolity jsou kulovité agregáty krystalických substruktur [6]. V těchto útvarech se lamely rozrůstají radiálním směrem ze středu sférolitu (*nukleačního zárodku*) do okolí. Růst sférolitu končí dotykem se sousedním sférolitem. Rozměry sférolitů se pohybují od několika mikrometrů až do makroskopických velikostí několika milimetrů. Právě rozměry, dokonalost a početnost sférolitů ovlivňují jak optické tak i mechanické vlastnosti polymerního materiálu. Velikost sférolitů může být ovlivňována jak podmínkami krystalizace (*rychlost chlazení, krystalizační teplota, atd.*), tak i přidavkem speciálních látek – nukleačních činidel [7].

1.1.2 Nukleační činidla

Krystalizace semikrystalických polymerů má obecně heterogenní charakter. Heterogenními centry, na kterých začíná růst krystalů, jsou buď prach a katalické zbytky (*tehdy mluvíme o pasivní nukleaci*) nebo jsou do polymeru začleňovány uměle a mluvíme o řízené nukleaci. Jako nukleační činidla pro řízenou nukleaci lze použít buďto jemných disperzních anorganických látek (*tyto látky v tavenině netají, ale svou přítomností zvyšují počet krystalizačních zárodků*) nebo organických látek. Ty přecházejí do taveniny, ale při ochlazení krystalizují při podstatně vyšší teplotě než polymer a stávají se nukleačními centry polymerní matrice. Výhodou syntetických (*organických*) nukleačních činidel je jejich účinnost a dále pak odstraňují nežádoucí průvodní jevy (*např. úzké rozmezí zpracovatelských teplot*) [8].

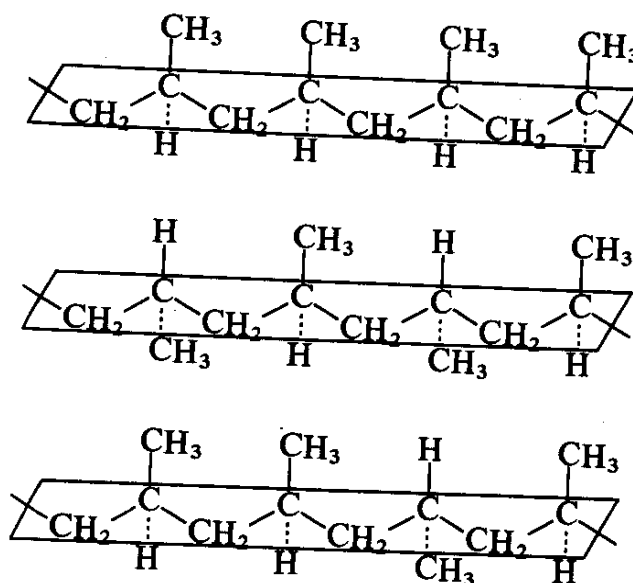
1.2 Polypropylén

Moderní historie polypropylénu začíná až v padesátých letech minulého století (1954). Tehdy G. Natta zjistil, že některé katalyzátory Zieglerova typu jsou schopny polymerovat propylén na vysokomolekulární polymery s pravidelnou strukturou, vysokým bodem tání a dobrými mechanickými vlastnostmi [9].

1.3 Konfigurace polypropylénu

Polypropylén se připravuje polymerací propylénu, vedlejšího produktu ropných rafinérií, v přítomnosti katalyzátorů při pečlivé kontrole tlaku a teploty.

Stereochemickou strukturu polypropylénu můžeme znázornit pomocí tzv. planárního modelu, kdy atomy řetězce leží v rovině proložené základním řetězcem. Izotaktický polypropylén (*nejčastěji průmyslově používaný*) má všechny metylové skupiny na stejné straně této roviny, zatímco syndiotaktický polypropylén je má střídavě nad a pod touto rovinou. Mají-li metylové skupiny polypropylénu statistické rozložení, pak se tento označuje jako ataktický (*viz. obr. 1.*) [9]. Díky pravidelné molekulární struktuře izotaktický a syndiotaktický polypropylén velmi dobře krystalizují, zatímco ataktický nekystalizuje nikdy.



Obr. 1. Stereoizomery polypropylénu – nahoře izotaktický, uprostřed syndiotaktický a dole ataktický řetězec [9]

1.4 Polymorfie izotaktického polypropylénu

Izotaktický polypropylén je polymorfní materiál, jehož výskyt v různém polymorfním uspořádání závisí na takticitě a podmínkách krystalizace (*např. tlak, teplota, míra ochlazování, přítomnost nukleačních činidel atd.*) [10]. V teplotním intervalu mezi teplotami (T_g) a (T_m) může izotaktický polypropylén krystalizovat ve třech různých krystalografických modifikacích: α (*monoklinické*), β (*trigonální*) a γ (*orthorhombické*) [11].

1.4.1 α -fáze

Monoklinická α -fáze je termodynamicky nejstabilnější modifikací izotaktického polypropylénu a vyskytuje se nejčastěji [12]. Je to krystalická forma izotaktického polypropylénu, která vzniká krystalizací z taveniny [13] i z roztoku při atmosférickém tlaku. Vzniká při teplotě krystalizace 130 °C nebo pomalým ochlazováním [3].

1.4.2 β -fáze

Trigonální β -fáze se za běžných krystalizačních a zpracovatelských podmínek objevuje jen ve velmi malém množství v přítomnosti α -fáze. Množství β -fáze lze zvýšit speciálními podmínkami při krystalizaci, např. použitím metody tepelného gradientu nebo přítomností specifických β -nukleačních činidel [14]. Právě použití specifických nukleačních činidel je nejúčinnější metodou přípravy β -fáze.

1.4.3 γ -fáze

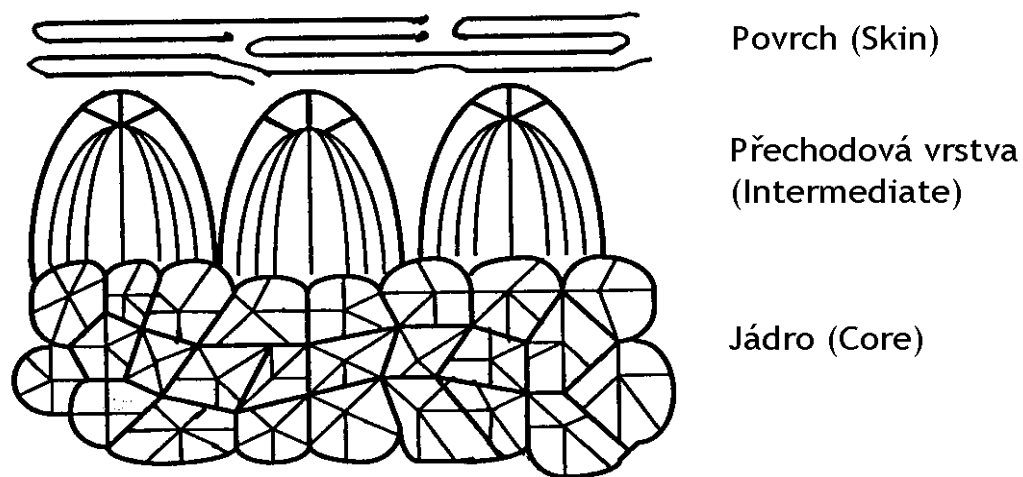
Orthorhombická γ -fáze doprovázená proměnlivým množstvím α -fáze byla pozorována v nízkomolekulárních nebo stereoblokových frakcích izotaktického polypropylénu krystalizovaného z taveniny a roztoku [12, 14].

1.5 Struktura vstřikovaného polypropylénu

Během vstřikování působí na tuhnoucí taveninu ve formě několik významných faktorů, díky kterým vykazuje konečný výrobek anizotropii ve struktuře a tudíž i v konečných vlastnostech [15].

Smyková napětí vznikající při toku taveniny dutinou formy mají své maximum u stěny formy. Ve směru kolmém na tok se zvětšující a se vzdáleností od stěny formy klesají [16].

Morfologie konečného výstřiku je pak tvořena několika oblastmi (*viz. obr. 2.*). U povrchu se nalézá vysoce orientovaná (*tzv. skin*) vrstva, jejíž tloušťka a míra orientace roste se snižující se teplotou vstřikování (*teplota na trysce*) a snižující se teplotou formy. Jádro (*core*) výstřiku je u semikrystalických polymerů tvořeno typickou sférolitickou strukturou, přičemž velikost sférolitů je úměrná rychlosti chladnutí. U polypropylénu a některých semikrystalických polymerů může být dále identifikována třetí, přechodová oblast (*intermediate*), která je tvořena kónickými sférolity vzniklými vlivem teplotních gradientů [17].



Obr. 2. Schéma struktury vstřikovaného iPP [15]

1.6 Vstřikování

Vstřikování je jednou z hlavních operací zpracování plastů. Umožňuje ekonomicky produkovat kvalitní a dostatečně přesné výrobky [18]. Vstřikováním lze zpracovávat téměř všechny druhy termoplastů. V omezené míře se vstřikují i některé reaktoplasty a kaučukové směsi. K nejčastěji vstřikovaným termoplastům patří polyolefiny (*polyetylény a polypropylén*), styrenové plasty (*standardní polystyrén, houževnatý polystyrén, kopolymer styren-akrylonitril a terpolymer akrylonitril-butadién-styrén*) a dále polyamidy, polykarbonáty, polyoxymetylen, polyetyléntereftalát a další [19].

Vstřikování v jedné operaci mění polymer (*většinou ve formě granulí*) v hotový výrobek. Představuje takový způsob tváření, při kterém je přesně určená dávka roztavené hmoty vstříknuta velkou rychlostí z pracovní tlakové komory do uzavřené tvarové dutiny kovové formy, kde hmota ochlazením ztuhne ve finální výrobek. Poté se forma v dělicí rovině otevře, výrobek se vyjme a celý proces se po zavření formy opakuje. Vstřikování je proces přetržitý a cyklický. Tlaková komora je součástí vstřikovacího stroje a zásoba hmoty se v ní stále doplňuje. Zatímco tlaková komora má univerzální použití, účel vstřikovací formy je úzce specifický [20].

Vstřikování má několik dalších výhod. Lze dosáhnout poměrně dobré rozměrové přesnosti [19]. Vtokové zbytky lze v případě termoplastů rozemlít a znovu zpracovat, čímž se ztráty polymeru zmenšují na minimum [18].

První vstřikovací stroje, které byly použity pro vstřikování plastů již na počátku 20. století, byly stroje s pístovou plastikací. Jejich princip byl převzat z lití roztavených kovů pod tlakem. Udržely se až do poloviny 20. století, kdy byly téměř zcela vytlačeny stroji šnekovými [21].

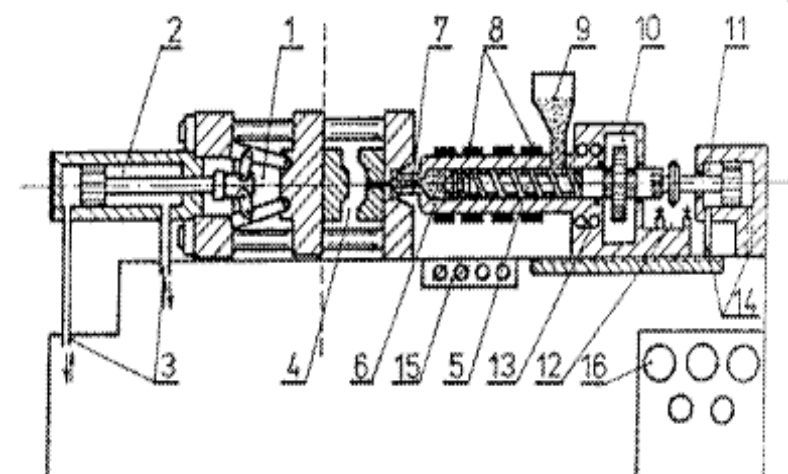
Rozdíl obou typů strojů je dán konstrukcí tavicí komory. Úkolem tavicí komory je převést do plastického stavu v co nejkratší době co největší množství hmoty a zajistit maximální teplotní homogenitu taveniny. Přitom nesmí dojít k degradaci taveniny. Pohyb plastu v komoře je u pístových strojů zajišťován pístem, u šnekových šnekem [22].

1.6.1 Šnekový vstřikovací stroj

Neustálá snaha zvyšovat produktivitu práce a zvyšovat kvalitu výstřiků zmenšováním rozptylu jejich vlastností byla jednou z hlavních příčin rychlého rozšíření šnekových vstřikovacích strojů [19].

Od poloviny 20. století se velice rychle začaly prosazovat stroje, u nichž byly vstřikovací jednotce přisouzeny dva hlavní úkoly, a to přeměnit požadovanou dávku granulátu na homogenní taveninu určité viskozity a potom ji pod vysokým tlakem a velkou rychlostí vstříknout do tvarové dutiny uzavřené formy [20].

Činnost šnekového stroje (viz. obr. 3.) je následující. Při plastikaci se šnek otáčí a v hrdle násypky nabírá granulovaný plast, který stlačuje a dopravuje jej do vytápěných částí tavicí komory [23]. Tam granulát taje a jako tavenina se hromadí před čelem šneku. Aby bylo pro taveninu před čelem šneku dostatek prostoru, šnek během otáčení koná axiální pohyb a ustupuje dozadu. Objem takto vzniklého zásobního prostoru lze nastavovat podle velikosti výstřiku až k určitému maximu danému velikostí plastikační jednotky. Po zplastikování potřebného množství materiálu se otáčivý pohyb šneku zastaví [18]. Když je z formy vyjmut výstřik z předcházejícího cyklu a forma je prázdná, zavře se a šnek se bez otáčení pohybuje dopředu a vstřikuje taveninu do dutiny formy [24].



Obr. 3. Schéma vstřikovacího stroje se šnekovou plastikací

1-kloubový uzavírací mechanismus, 2-hydraulický válec s pístem ovládající kloubový mechanismus, 3-přívod a odvod kapaliny od čerpadla, 4-vstřikovací forma, 5-šnek, 6-tavicí komora, 7-tryska tavicí komory, 8-odporové topení, 9-násypka, 10-hydraulický motor, 11-hydraulický válec s pístem pro axiální pohyb šneku, 12-koncové spínače, 13-chladič

kanály, 14-přívod hydraulické kapaliny, 15-ovládací panel, 16-regulace hydraulického systému stroje [20]

1.7 Metody studia vlastností polymerů

1.7.1 Reologická měření

Reologická měření odpovídají na otázku, jakým způsobem reaguje za daných podmínek zkoušený materiál, je-li vystaven působení vnějších sil. Deformaci, kterou působení vnějších sil vyvolá můžeme rozdělit na tři složky [2]:

- *Elastickou* - Tato deformace spočívá ve vratném prodlužování vazeb a deformaci vazebných úhlů hlavního řetězce polymeru.
- *Viskoelastickou* - Tato deformace je způsobována vratnou deformací konfigurace řetězců polymerů.
- *Viskózní tok* - Jde o deformaci způsobenou nevratným vzájemným posouváním řetězců.

Tokové vlastnosti polymerů

Podle tokových vlastností rozdělujeme látky na [2]:

- Newtonské - Pro tyto látky platí přímá úměra mezi smykovým napětím a rychlosti toku.

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}, \text{ kde } \dot{\gamma} = dy / dt \quad (1)$$

η - Dynamická viskozita

$\dot{\gamma}$ - Rychlost smykové deformace

τ - Smykové napětí

- Neneutonské - Roztoky polymerů a taveniny polymerů se často odchyľují od chování newtonských kapalin. Jejich viskozita je závislá na smykovém napětí a proto ji nelze tak dobře definovat.

$$\tau = f\left(\frac{dy}{dt}\right) \quad (2)$$

- Binghamské - Tyto látky vykazují při velmi malém smykovém napětí pouze elastickou deformaci. Teprve nad určitou hodnotou smykového napětí (*tzv. mezní hodnota smykového napětí*) začínají téci.

Zařizování pro reologická měření

Zařizování pro tento typ měření se nazývají reometry nebo také viskozimetry. Reometry vhodné pro reologická měření musí mít tyto vlastnosti [2]:

- Jednoduchou konstrukci a obsluhu
- Možnost měření v širokém rozmezí viskozit
- Potřeba pouze malého množství vzorku pro měření
- Možnost temperace v širokém rozmezí teplot
- Schopnost práce v inertním prostředí a velkém rozmezí smykového napětí a smykové rychlosti
- Možnost současně měřit elastickou i plastickou složku deformace

Reometry pro běžné kapaliny s malou viskozitou můžeme rozdělit do dvou skupin [3]:

- *Přístroje kapilárního typu* - kde se materiál vytlačuje kapilárou nebo štěrbinou za měnitelných podmínek. K tomuto typu přístrojů patří výtlačné plastometry, normované pro hodnocení molekulové hmoty (*indexu toku*) řady polymerů (*polypropylén, polyetylén, atd.*)
- *Přístroje rotační* - kde se otáčí buď válec, kužel, kotouč nebo koule v prostředí roztaveného polymeru

Kapilární viskozimetr

Měřicí princip spočívá v průtoku kapaliny působením hydrostatického tlaku vlastní tíhy nebo vnějšího tlaku kapilárou o poloměru R a délce L . Měřitelné veličiny při tomto postupu jsou:

- průtoková rychlost, která se zjistí změřením množství kapaliny, proteklé kapilárou za čas
- tlakový spád v kapiláře, daný rozdílem tlaků na vtokové a výtokové straně kapiláry, vztažený na jednotkovou délku kapiláry

Vztah mezi smykovým napětím a tlakovým spádem v kapiláře vyplývá z rovnováhy sil, působících na váleček kapaliny o délce L a poloměru R na jehož čelní plochu působí tlakový rozdíl Δp :

$$\tau_r = \frac{\Delta p r}{2L} \quad (3)$$

kde τ_r = smykové napětí působící ve vzdálenosti r od podélné osy kapiláry.

Smyková rychlost se získá ze vztahu:

$$D_r = \frac{d\gamma_r}{dt} = -\frac{d^2x}{dtdr} = -\left(\frac{dv}{dr}\right)_r \quad (4)$$

kde $\gamma_r = -(dx/dr)$ = smyková deformace ve vzdálenosti r od osy kapiláry pro posunutí dx ve směru toku.

$v_r = (dx/dt)_r$ = postupná rychlost toku

Běžně se měří a srovnávají hodnoty τ a D na stěně kapiláry, tedy ve vzdálenosti od osy $r = R$. Tyto hodnoty se označují indexem w , jako τ_w a D_w . Platí, že:

$$\tau_w = \Delta p R / 2L \quad (5)$$

Zdroje chyb při kapilární reometrii a jejich korekce

U kapilárních reometrů je celkem 11 zdrojů chyb měření (*turbulence, stlačitelnost, povrchové napětí, tepelné ztráty, skluz na stěnách, elastická energie, ztráty tlaku před kapilárou, kinetická energie, koncové efekty, časově proměnné vlastnosti*). Některé zdroje chyb lze eliminovat konstrukcí kapilárních viskozimetrů, některé odstranit nelze a je třeba zavádět různé korekce [1].

Na měřené veličiny má vliv poměr L/R kapiláry. Při malých hodnotách poměru L/R (*krátké kapiláry*) je vliv koncových efektů a vliv ztráty tlakové energie před kapilárou významný a ovlivňuje měřené hodnoty viskozity. U kratších kapilár s malým poměrem L/R se koriguje vliv koncových efektů pomocí efektivní délky kapiláry $(L + zR)$, která je větší než skutečná délka kapiláry L . Efektivní smykové napětí na stěně kapiláry se pak počítá podle vztahu:

$$\tau_w = \Delta p R / 2(L + zR) \quad (6)$$

Pro konstantní smykovou rychlost je tlakový spád Δp lineární funkcí poměru L/R . Toho využívá postup stanovení efektivní délky kapiláry, resp. tlakového spádu při nulové délce kapiláry, navržený Bagleyem. Při konstrukci tzv. Bagleyových přímek (*Bagleyova diagramu*) se vynáší tlakový spád jako funkce poměru L/R a experimentální hodnoty se extrapolují na hodnotu $\Delta p = 0$, čímž se určí hodnota koeficientu z a tak i efektivní délka kapiláry. Extrapolací na hodnotu $L/R = 0$ lze určit velikost tlakového spádu pro nulovou délku kapiláry, což je hodnota tlakového spádu Δp_0 potřebná pro dotečení kapaliny k ústí kapiláry a pro překonání koncových efektů při dané smykové rychlosti.

1.7.2 Mikroskopie

Mikroskopie je nejpoužívanější metodou pro hodnocení morfologie polymerů. Mikroskopické metody umožňují přímé zobrazení a analýzu struktury polymerů. Základním nástrojem pro hodnocení morfologie krystalizujících polymerů je světelný polarizační mikroskop pracující v procházejícím nebo odraženém světle [6].

Polarizační mikroskopie

Polarizační mikroskopie je jedna z metod světelné mikroskopie, která se s výhodou používá ke studiu krystalických polymerů.

Krystaly jsou anizotropní útvary, paprsek polarizovaného světla se v nich štěpí na řádný a mimořádný, které kmitají v rovinách na sebe kolmých. Kmitová rovina se při průchodu krystalem stáčí do specifických krystalografických směrů s různým indexem lomu, takže dochází k dráhovému zpoždění mezi řádným a mimořádným paprskem. Po průchodu analyzátozem a uvedení na společnou kmitovou rovinu paprsky interferují a ze vzniklých barevných efektů lze vypočítat dvojlom, rozdíl indexů lomu v daných dvou směrech [1].

Výhodou polarizační mikroskopie je to, že poskytuje při pozorování mezi zkříženými polarizátory velice kontrastní obraz, v němž se krystaly různě tlusté a různě prostorově orientované odlišují jasně a barvou, proto vzniká v obrazu sférolitů temný maltézský kříž. Ke zhasnutí světla dochází v místech, kde jsou krystaly rovnoběžné s kmitoměry obou polarizátorů [1].

Polarizační mikroskopie poskytuje vedle údajů indexu lomu a dvojlomu informace o stupni orientace, o sférolitické struktuře a způsobu, jakým jsou krystaly ve sférolitech uloženy, umožňuje sledovat kinetiku vzniku a růstu sférolitů [1].

1.7.3 Rentgenografie

Mezi hojně využívané způsoby studia struktury látek patří i metody využívající principu interakce elektromagnetického záření s hmotou. Velikost struktury, jenž je ta která metoda schopna identifikovat a popsat přitom úzce souvisí s vlnovou délkou použitého záření. Tak například rentgenografie, která užívá záření o vlnové délce 0,1 až 0,3 nm může přinést v závislosti na typu metody (*WAXS* nebo *SAXS*) informace o strukturních útvarech velikosti 0,1 až desítek nanometrů [25].

Vzhledem k velikosti krystalických útvarů v materiálech, polymerní materiály nevyjímaje, je tudíž širokoúhlá (*WAXS*) a malouhlová (*SAXS*) rentgenografická difrakce nezbytnou metodou pro hodnocení nadmolekulární struktury polymerů.

Základem obou metod je rozptyl RTG záření na atomu zkoumané látky. Samotný atom rozptyluje záření do všech směrů. Je-li však větší počet atomů uspořádan na přesně definovaná a v prostoru periodicky se opakující místa, dochází k interferenci a tudíž k zesílení rozptýlených paprsků do prostoru pod přesně definovanými úhly [25].

Širokoúhlá rentgenografie

K základnímu vyhodnocení záznamů (tzv. *rentgenogramů*) z *WAXS* slouží Braggova podmínka, která říká, že k zesílení intenzity odražených paprsků dojde pouze tehdy, je-li splněna následující rovnice:

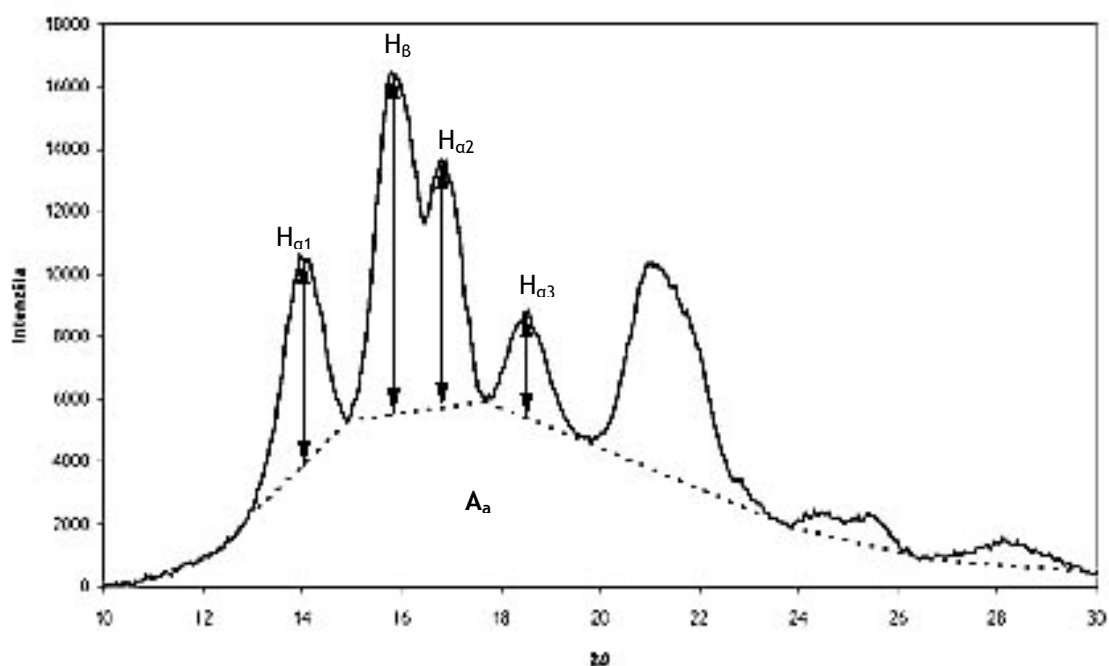
$$n\lambda = 2d \sin \theta [\text{nm}] \quad (7)$$

kde λ je vlnová délka použitého záření, d je mezirovinná vzdálenost v krystalické mřížce, θ je úhel dopadu RTG záření a n je tzv. řád reflexe. Každé krystalické mřížce přitom odpovídá specifická kombinace tzv. charakteristických reflexí, což umožňuje jejich přesnou identifikaci [1].

V polymerní vědě slouží *WAXS* jako zdroj informací o [1]:

- obsahu krystalického podílu (*z intenzity krystalických a amorfních reflexí*)
- rozměrech a typu krystalické mřížky (*z poloh reflexních stop*)
- hustotě krystalické fáze (*z rozměrů základní krystalické buňky*)
- velikosti krystalitů (*z rozšíření reflexních čar*)
- stupni orientace polymerní struktury (*ze způsobu rozložení intenzity rozptýleného záření po obvodu reflexních kruhů*)

V této práci byla užita *WAXS* k určení krystalinity vzorků a zastoupení β -modifikace ve výsledných výstřicích. Typický rentgenogram je na obr. 4.



Obr. 4. Rentgenogram izotaktického polypropylénu a způsob jeho vyhodnocení [31]

Lokální minima mezi jednotlivými píky byla nejprve pospojována úsečkami, čímž byla oddělena plocha odpovídající krystalickému podílu A_c od plochy odpovídající amorfnímu podílu A_a ve vzorku. Z poměru krystalické plochy ku celkové ploše byla pak určena krystalinita vzorku X_c [1]:

$$X_c = A_c \cdot 100 / (A_c + A_a) [\%] \quad (8)$$

Pro charakterizaci zastoupení β -modifikace ve vstříkovaných vzorcích byla použita tzv. *k-hodnota*, kterou ve své práci poprvé použil Turner-Jones [26] a postupem času se stala standardem.

$$k = H_\beta / (H_\beta + H_{\alpha1} + H_{\alpha2} + H_{\alpha3}) [-] \quad (9)$$

kde H_β je výška reflexe nad amorfni plochou odpovídající rovině 300 β -modifikace a $H_{\alpha1}$, $H_{\alpha2}$ a $H_{\alpha3}$ jsou výšky reflexí nad amorfni plochou odpovídajícím rovinám 110, 040 a 130 α -modifikace iPP.

1.7.4 Metody studia mechanických vlastností

Účelem mechanických zkoušek je pokud možno kvantitativně stanovit vlastnosti plastů a poskytnout tak technikům potřebné konstrukční podklady. V praxi se obecně vyžaduje od výrobků velká trvanlivost. Laboratorní zkoušky zaměřené k určení životnosti za podmínek užívaných v praxi by trvaly značně dlouho. Proto se provádějí materiálové zkoušky.

Zkušební metody ke zjišťování mechanických vlastností lze rozdělit na:

- Statické zkoušky, při nichž je materiál namáhán pomalu se měnícími silami relativně krátkou dobu.
- dynamické zkoušky, při nichž působí rychle se měnící síly rázem nebo periodicky v extrémně krátké době (v této práci rázová houževnatost Charpy) [27].

1.7.5 Tahová zkouška

Je to jedna z nejdůležitějších zkoušek mechanických vlastností, protože se v praxi vyskytuje namáhání tahem nejčastěji a protože se z tahové zkoušky získávají důležité fyzikální konstanty materiálů [28]. Při zkoušce tahem je materiál deformován jednosměrným tahem, až dojde k jeho porušení [27]. Pevnost v tahu byla vyjadřována silou, vztaženou na jednotkový (*původní*) průřez - tedy napětím potřebným k přetržení hmoty [29]. Při přetrhávání vzorků z polypropylénu je situace složitější, protože dloužení neprobíhá homogenně. Při protažení kolem 10 % vznikne na některém místě protahovaného tělesa zúžené místo - *krček*. Odtud pak dloužení se zmenšením průřezu a bez růstu síly pokračuje přes celé těleso.

Poněvadž průřez tělesa se při zkoušce neustále mění, je zjišťování skutečného napětí značně obtížné. V praxi se tedy obvykle pracuje s tzv. *smluvním napětím*, což je síla vztažena na počáteční průřez zkušebního vzorku [28].

Deformace tahem může být znázorněna na hranolu v pravoúhlých souřadnicích, jehož původní průřez A_0 je dán součinem šířky b_0 a výšky h_0 .

$$A_0 = b_0 \cdot h_0 \quad [\text{mm}^2] \quad (10)$$

Působí-li na plochu A_0 jednosměrný tah silou F , vzniká tahové napětí σ a hranol se začne deformovat a tím i měnit původní rozměry.

$$\sigma = F / A_0 \text{ [MPa]} \quad (11)$$

S prodlužováním tělesa se mění jeho původní délka l_0 na l a tato změna bývá vyjadřována jako poměrné nebo relativní prodloužení (*deformace v tahu*).

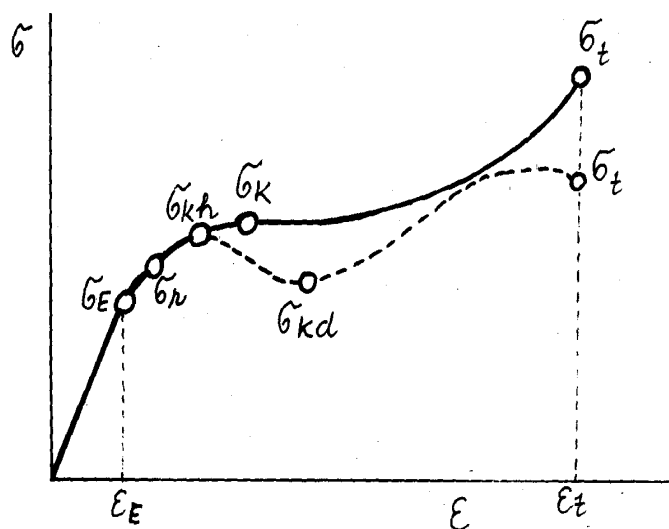
$$\varepsilon = \frac{(l - l_0) \cdot 100}{l_0} = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100 \text{ [%]} \quad (12)$$

Pro zkoušky v tahu platí v počáteční části křivky Hookův zákon, který říká, že deformace je úměrná použité síle [28].

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \text{ [MPa]} \quad (13)$$

Konstanta E se nazývá Youngův modul pružnosti a je důležitou materiálovou konstantou nezávislou na geometrii průřezu.

Na obr. 5. je znázorněna obecná tahová křivka polymeru se všemi napěťovými a deformačními mezemi.



Obr. 5. Obecná tahová křivka polymerů [21]

Bod na křivce, kde končí hookovské chování se nazývá mez úměrnosti σ_E a vyjadřuje se smluvním napětím.

Zakřivení, které vzniká v dalším průběhu křivky již zahrnuje časově závislou elastickou a plastickou deformaci. Místo, kde je ještě tato deformace vratná, se definuje jako mez pružnosti σ_r .

Při dalším pokračování tahové zkoušky se křivka dostane do bodu, kde $d\sigma/d\varepsilon = 0$ a tento bývá nazýván mezí kluzu σ_K , resp. horní mezí kluzu σ_{Kh} nebo pokud se za tímto bodem objeví snížení smluvního napětí na tzv. dolní mez kluzu σ_{Kd} .

Tahová zkouška končí přetržením zkoušeného vzorku. Poměrné prodloužení, při kterém dojde k přetržení se nazývá tažnost ε_t a σ_t je pak napětí při přetržení [29].

1.7.6 Hodnocení houževnatosti

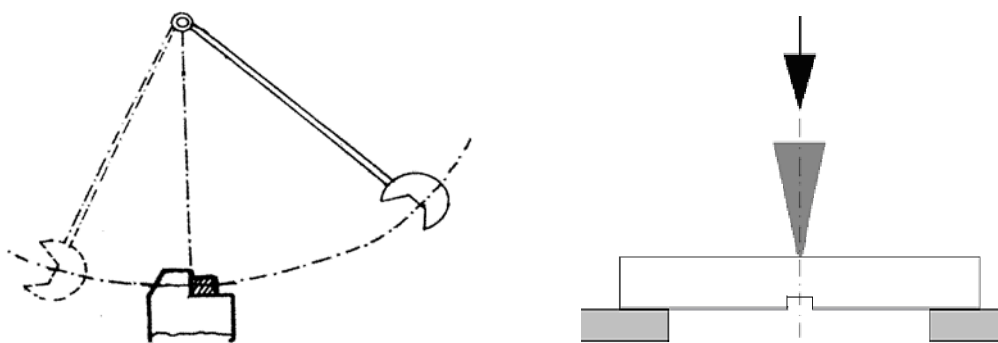
Uplatnění plastů, tudíž i polypropylénu, v technicky náročných výrobcích vyžaduje nové přístupy k hodnocení fyzikálně mechanických vlastností materiálu. To samozřejmě platí i pro houževnatost výrobku, jejíž stanovení nám ukazuje hodnotu odolnosti materiálu proti porušení [30].

Standardní zkouška stanoví smluvní hodnotu houževnatosti vztaženou na rozměr zkušebního tělíska. Tato hodnota však není materiálovou konstantou. Nové přístupy hodnocení houževnatosti proto vycházejí z pohledu lomové mechaniky [30].

Standardní zkoušky hodnocení houževnatosti mají význam pouze na vzájemné porovnání materiálů, nicméně díky svému relativně snadnému provedení se významně uplatňují v průmyslové praxi.

1.7.7 Vrubová houževnatost Charpy

Metoda Charpy pracuje s tělískem obdélníkového průřezu, které je umístěno na dvou podpěrách a přeráženo otáčivým kladivem uprostřed, jak je patrné z obr. 6. Tělíska jsou opatřena vrubem a jedná se tedy o vrubovou rázovou houževnatost [31].



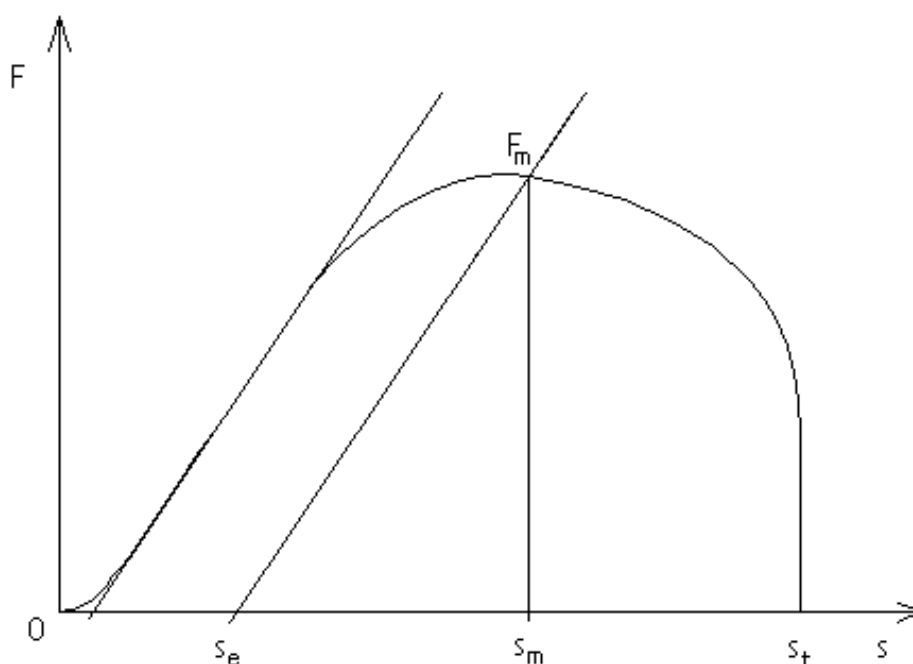
Obr. 6. Charpyho kladivo (vlevo) a poloha tělíska při testu (vpravo) [28]

Veličina, která se rázovou zkouškou měří, se nazývá rázová houževnatost. Nejjednodušeji ji lze definovat jako práci potřebnou k přeražení tělesa jednotkového průřezu.

$$a = W / (b h) \left[\frac{KJ}{m^2} \right] \quad (14)$$

1.7.8 Instrumentovaná rázová zkouška

Instrumentovaná rázová zkouška se provádí na zkušebním zařízení, které umožňuje záznam celého procesu přelomení tělíska. V nose kladiva se nachází snímač, který dokáže zaznamenat okamžitou hodnotu síly a ta je pak vynášena do záznamu proti okamžité poloze kladiva (viz. obr. 7.). Plocha pod křivkou odpovídá práci potřebné k přeražení tělíska [28].



Obr. 7. Graf instrumentované rázové zkoušky

Celá plocha (a tím i práce) může být rozdělena na několik oblastí:

- Celková práce W – plocha ohraničená křivkou $0 - F_m - S_t$ – která slouží k výpočtu rázové houževnatosti.
- Iniciační práce W_i - plocha ohraničená křivkou $0 - F_m - S_m$ – která představuje energii potřebnou k iniciaci trhliny.
- Práce iniciační elastická W_e - plocha ohraničená křivkou $S_e - F_m - S_m$ – jejíž velikost je úměrná energii k iniciaci trhliny u tělesa, ve kterém neprobíhají plastické deformace.
- Práce propagační W_p - plocha ohraničená křivkou $S_m - F_m - S_t$ – odpovídající energii k propagaci tvárného lomu.

Karger-Kocsis a kol. ve své práci k určení povahy lomového chování použil tzv. index tvárnosti DI.

$$DI = W_p / W \text{ [-]} \quad (15)$$

Tento index nám určuje míru sklonu materiálu k tvárnému lomu [32].

2 SHRUTÍ LITERÁRNÍCH POZNATKŮ A STANOVENÍ CÍLŮ

Izotaktický polypropylén je polymorfní materiál - může krystalizovat do několika různých krystalografických modifikací - α , β , γ . Jednotlivé struktury je možno připravovat různými postupy. Při vstřikování je strukturní situace dále komplikována výraznou heterogenitou vyplývající z napěťových a teplotních polí v tuhnoucí polymerní tavenině. Následně dochází ke vzniku nerovnoměrné struktury nazývané morfologie slupka-jádro (*skin-core*).

Nejúčinnější metodou přípravy většinového zastoupení β -modifikace je použití speciálních nukleačních činidel. Je známo, že β -nukleovaný polypropylén vykazuje vylepšení některých mechanických vlastností, zvláště pak houževnatosti a tažnosti. Cílem této práce je tedy ověření účinku specifického β -nukleantu na strukturu a z ní plynoucí vlastnosti, jmenovitě rázovou houževnatost, u tří komerčně dostupných polypropylénů Mosten (*FK 003*, *58412*, *GB 003*). Je nutno poznamenat, že polypropylén Mosten 58412 modifikovaný specifickým nukleantem vykazoval výrazné zvýšení houževnatosti. Je tedy otázkou, zda nalezený efekt může být generalizován pro jakýkoli běžně dostupný polypropylén. Odpověď na tuto otázku je významným cílem této práce.

Etapy práce vedoucí k dosažení navrženého cíle:

1. Hodnocení reologických vlastností
2. Příprava směsí
3. Příprava zkušebních vzorků
4. Hodnocení struktury
5. Hodnocení mechanických vlastností
6. Diskuze výsledku a vyvození závěrů

3 PRAKTICKÁ ČÁST

3.1 Použité materiály

Při experimentu byly použity následující komerční typy izotaktického polypropylénu: Mosten 58412 Mosten FK 003 a Mosten GB 003, vyrobené v Chemopetrolu Litvínov a.s. Jejich vlastnosti a použití jsou uvedeny v následných podkapitolách.

Všechny materiály odpovídají českým hygienickým předpisům pro styk s potravinami a splňují rovněž obdobné předpisy Evropské unie (*Směrnice Rady*), SRN (*BfR*) a USA (*FDA*). Uvedené výrobky nejsou ve smyslu zákona č. 356/2003 Sb. klasifikovány jako nebezpečné látky [33].

3.1.1 iPP Mosten 58412

Tento homopolymer je určen pro výrobu monoaxiálně orientovaných pásků a vláken. Je zdravotně nezávadný a vhodný pro všeobecné použití. Lze zpracovávat všemi běžně užívanými technologiemi [33].

Tab. 1. Základní fyzikálně-mechanické vlastnosti iPP Mosten 58412 [33]

Vlastnost	Jednotka	Typická hodnota	Zkušební metoda
Index toku taveniny (230°C; 21,2 N)	g/10 min	3,2	ISO 1133
Hustota	kg/m ³	909	ISO 1183
Napětí na mezi kluzu	MPa	34	ISO 527
Tažnost na mezi kluzu	%	9	ISO 527
Ohybový modul	MPa	1400	ISO 178
Vrubová houževnatost Charpy 23°C	kJ/m ²	5,2	ISO 179
Teplota měknutí dle Vicata	°C	157	ISO 306
Tvrdost Shore D	-	66	ISO 868

3.1.2 iPP Mosten FK 003

Polypropylén Mosten FK 003 je homopolymer určený pro výrobu vysoce transparentních fólií s antistatickou úpravou pro následné tvarování. Typickou oblastí použití je tvarování rozličných obalů především potravinářského průmyslu jako jsou jogurtové kelímky, obaly tuků, margarínů, nápojové jednorázové kelímky, apod. [33].

Tab. 2. Základní fyzikálně-mechanické vlastnosti iPP Mosten FK 003 [33]

Vlastnost	Jednotka	Typická hodnota	Zkušební metoda
Index toku taveniny (230/ 2,16)	g/10 min	3,4	ISO 1133
Hustota	kg/m ³	910	ISO 1183
Napětí na mezi kluzu	MPa	38	ISO 527
Celková tažnost	%	30	ISO 527
Ohybový modul	MPa	1900	ISO 178
Vrubová houževnatost Charpy 23°C	kJ/m ²	3	ISO 179
Teplota měknutí dle Vicata	°C	158	ISO 306
Tvrdost Shore D	-	68	ISO 868

3.1.3 iPP Mosten GB 003

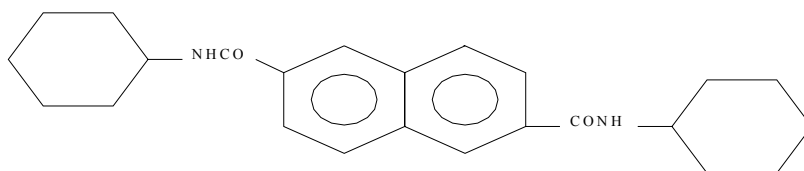
Polypropylén Mosten GB 003 je homopolymer pro víceúčelové použití. Je vhodný pro vstřikování, pro výrobu tkacích pásků, provazů, motouzů, na výrobu fólií pro následné tvarování. Je vhodný též pro vstřikování technických dílů, hraček a sortimentu domácích potřeb [33].

Tab. 3. Základní fyzikálně-mechanické vlastnosti iPP Mosten GB 003 [33]

Vlastnost	Jednotka	Typická hodnota	Zkušební metoda
Index toku taveniny (230/ 2,16)	g/10 min	3,2	ISO 1133
Hustota	kg/m ³	907	ISO 1183
Napětí na mezi kluzu	MPa	35	ISO 527
Celková tažnost	%	-100	ISO 527
Ohybový modul	MPa	1650	ISO 178
Vrubová houževnatost Charpy 23°C	kJ/m ²	5	ISO 179
Teplota měknutí dle Vicata	°C	158	ISO 306
Tvrdost Shore D	-	66	ISO 868

3.1.4 Nukleační činidlo NJ Star NU100

Za účelem přípravy vzorků s vysokým podílem β -modifikace bylo použito nukleační činidlo NJ Star NU100, které dodává RVI- International, Velká Británie. Chemický název je N,N' dicyklohexyl-2,6-naftalendikarboxamid (viz obr. 8.).



Obr. 8. Chemický vzorec nukleačního činidla NJ Star NU100

3.1.5 Nukleační činidlo Millad 3988

Součástí iPP Mosten FK 003 je i zjasňující činidlo Millad 3988. Toto činidlo vyrábí společnost Milliken Chemicals Speciality Elastomers, Manchester, Lancashire, UK. Chemická struktura tohoto činidla je obchodním tajemstvím této firmy [33].

3.2 Technologie přípravy zkušebních vzorků

3.2.1 Míchání směsí

Zlomová koncentrace nukleačního činidla NJ Star NU100, tj. koncentrace, kdy další přidávání nukleačního činidla už nevede k navýšení obsahu β -modifikace v iPP, je 0,03 hm.% [31]. Proto byla za účelem dalších experimentů nejprve připravena směs iPP Mosten 58412 s 0,03 hm.% nukleačního činidla NJ Star NU100. Stejná koncentrace nukleačního činidla NJ Star NU100 byla použita i k modifikaci materiálů Mosten FK 003 a Mosten GB 003.

Vysušené nukleační činidlo bylo nejprve za pomoci parafinového oleje (0,30 hm.%)

v nádobě s míchadlem rozdispergováno mezi granule polymeru. Poté byla tato směs

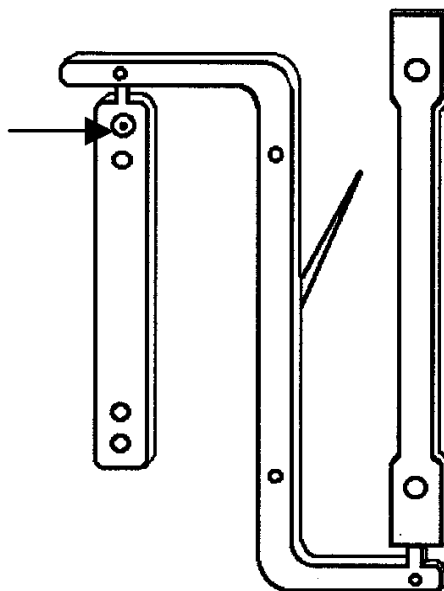
zhomogenizována a přegranulována na dvoušnekovém vytlačovacím stroji Brabender DSK 42/6D. Podmínky při míchání jsou uvedeny v tab. 4.

Tab. 4. Podmínky při míchání

Teplota jednotlivých pásem (°C)			Otáčky dvoušneku (ot./min)
Pásmo 1	Pásmo 2	Pásmo 3	
190	200	210	72

3.2.2 Vstřikování

Z granulátu čistých polypropylénů a jejich směsí s 0,03 hm.% nukleačního činidla NJ Star NU100 byla vyrobena na vstřikovacím stroji DEMAG NC 4 zkušební tělíska (viz. obr. 9.), jejichž rozměry odpovídají požadavkům norem ČSN EN ISO 527 (*Tahová zkouška*) a ČSN EN ISO 179 (*Rázová houževnatost Charpy*). Pro účely této práce byla použita pouze zkušební tělíska typu lopatka.



Obr. 9. Výstřik se zkušebními tělíska [31]

Parametry vstřikovacího stroje při vstřikování jsou přehledně zpracovány v Tab. 5.

Tab. 5. Vstřikovací parametry

Parametr vstřikování	Jednotka	Hodnota
Teplota pod násypkou	°C	50
Vstupní pásmo	°C	190
Přechodové pásmo	°C	220
Výstupní pásmo	°C	230
Teplota na trysce	°C	240
Teplota taveniny	°C	250
Vstřikovací rychlost	mm / s	30
Dotlak	Bar	50
Doba dotlaku	s	25

3.2.3 Tokové křivky

Pro srovnání tokového chování polymerní taveniny jednotlivých typů iPP je nezbytně nutné stanovit jejich tokové křivky. Zkoušenými materiály byly nenukleované typy jednotlivých iPP. Zkouška byla provedena na přístroji Reofliker SWO, vyrobeného firmou Thermohaake.

Před vlastním měřením bylo nutné nejprve vytemperovat kapilární viskozimetr na teplotu 190 °C. Následovalo nasypání materiálu do válce viskozimetru a nasazení pístu a tlakového čidla napojeného na počítač. Pomocí počítačového programu byly nastaveny různé smykové rychlosti. Při vlastním měření byl při těchto rychlostech snímán rozdíl tlaků Δp . Po ukončení měření bylo nutné důkladně vyčistit všechny části viskozimetru, které přišli do styku s taveninou. Celý postup se pak opakoval nejen pro různé materiály, ale i pro různé délky kapilár. Průměr kapiláry byl u všech měření 1 mm a délky kapilár byly 10, 20 a 30 mm. Vyhodnocení takto získaných parametrů bylo provedeno dle odstavce 1.7.1.

3.2.4 Rentgenografie

Vzorky pro rentgenografické zkoušky byly připraveny na talířové brusce se smirkovým papírem o hrubší a jemnější zrnitosti. Vydrolené brusivo spolu s částčkami zbroušeného iPP byly odplavovány proudem vody. Vzorky bylo nutné zbrousit z jedné strany na poloviční tloušťku z celkové tloušťky 4 mm. Příprava vzorků by se dala rozdělit do tří částí.

1. Ze středu zkušebních tělísek typu lopatka byly připraveny hranolky o délce 3 cm. Tyto hranolky byly odřezány pomocí pilky.
2. Na kotouči s hrubším smirkovým papíru o zrnitosti 200 zrn na cm^2 byly vzorky zbroušeny na tloušťku 2,15 mm. Poté byly vzorky zbroušeny na kotouči s jemnějším smirkovým papírem o zrnitosti 400 zrn na cm^2 na tloušťku 2,05 mm. Vzorky byly průběžně přeměřovány pomocí digitálního posuvného měřidla. V průběhu broušení bylo nutné kontrolovat nejen tloušťku broušených hranolků, ale také rovinnost broušené plochy vůči ploše základní (*nebroušené*).
3. V posledním kroku se pouze doleštila broušená plocha pomocí extra jemného smirkového papíru o zrnitosti 800 zrn na cm^2 na tloušťku 2,00 mm.

Vlastní rentgenografické měření je provedeno na rentgenografu URD 6, pracujícím na principu metody Bragg-Brentano, širokoúhlou (*WAXS*) difrakcí. Ze vzniklých rentgenogramů byly zjištěny, pomocí postupu uvedeného v části 1.7.3, hodnoty krystalinity (X_c) a obsahu β – fáze (*k-hodnoty*) pro jednotlivé materiály.

3.2.5 Vrubová houževnatost

Vzorky pro rázovou zkoušku byly připraveny z vstřikovaných vzorků typu lopatka dle ČSN EN ISO 179 (*Rázová houževnatost Charpy*). Pro zjištění chování výstřiku při namáhání rázem bylo použito instrumentované rázové kladivo Zwick 5113. Během zkoušky došlo vždy k přeražení tělísek. Teplota okolí při zkoušce byla 20 °C.

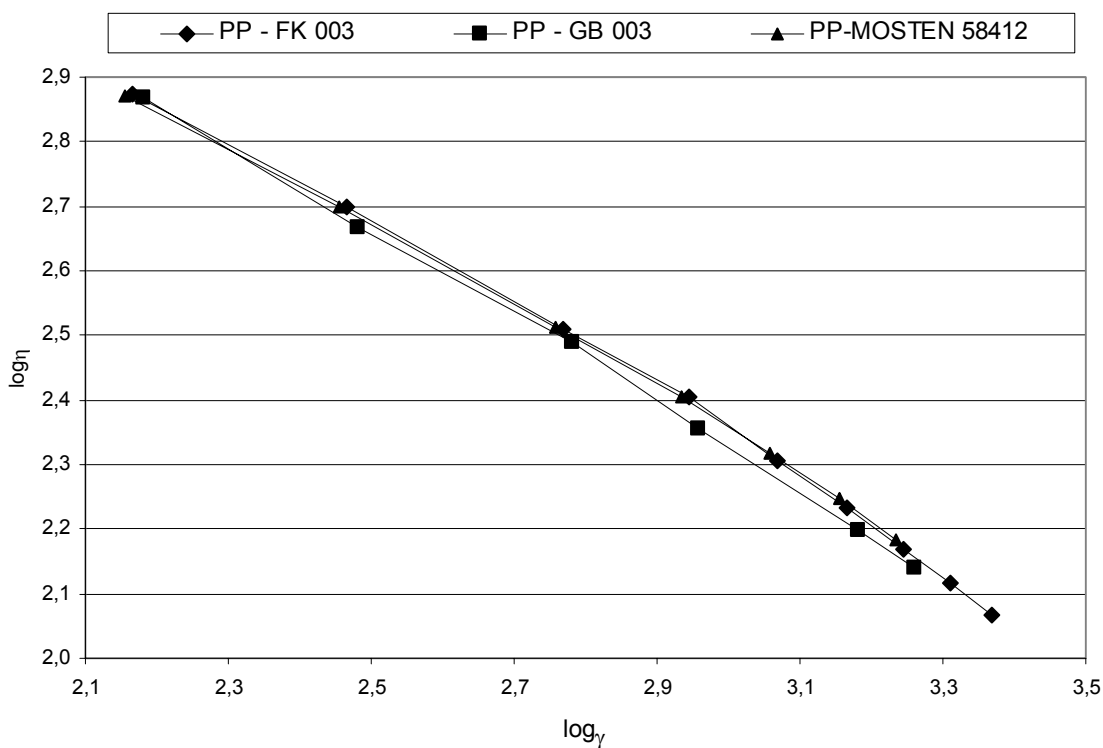
3.2.6 Mikroskopie

Vzorky pro mikroskopii byly připraveny z přelomených trámků. Nejprve byla pilkou opatrně odříznuta vrstva, v obou lomových plochách, o tloušťce cca 3 mm. Tloušťku takto upraveného řezu zkušebního vzorku bylo nutné vyrovnat. Tato plocha se vyrovnala pomocí smirkového papíru o zrnitosti 600 zrn na 1 cm². Pro zvýraznění kontur byly lomové plochy povlakovány vrstvičkou grafitu použitím vakuové napařovačky. Takto připravené vzorky byly prozkoumány stereomikroskopem Zeiss. Fotografovány byly části z kraje, středu a z oblasti vrubu zkušebního vzorku. K tomuto účelu byl použit digitální fotoaparát Sony F-717. Výsledné digitální fotografie byly ještě zpracovány pomocí grafického programu.

3.3 Výsledky a diskuze

3.3.1 Tokové křivky

Na obr. 10. je v logaritmických souřadnicích vynesena korigovaná závislost viskozity na rychlosti smykové deformace jednotlivých typů iPP. Průběh těchto křivek nevykazuje výrazné rozdíly. Z toho by se dalo usuzovat, že dané materiály budou mít podobné tokové vlastnosti. Mírná odlišnost je ale patrná v oblasti smykových rychlostí 600 s^{-1} až 1000 s^{-1} . Právě tato oblast ovšem nejlépe charakterizuje reálné poměry při vstřikování iPP. V této oblasti se od zbývajících dvou materiálů mírně odlišuje iPP Mosten GB 003, který vykazuje při hodnotě rychlosti smykové deformace 900 s^{-1} dynamickou viskozitu o cca $27 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ menší oproti ostatním materiálům.

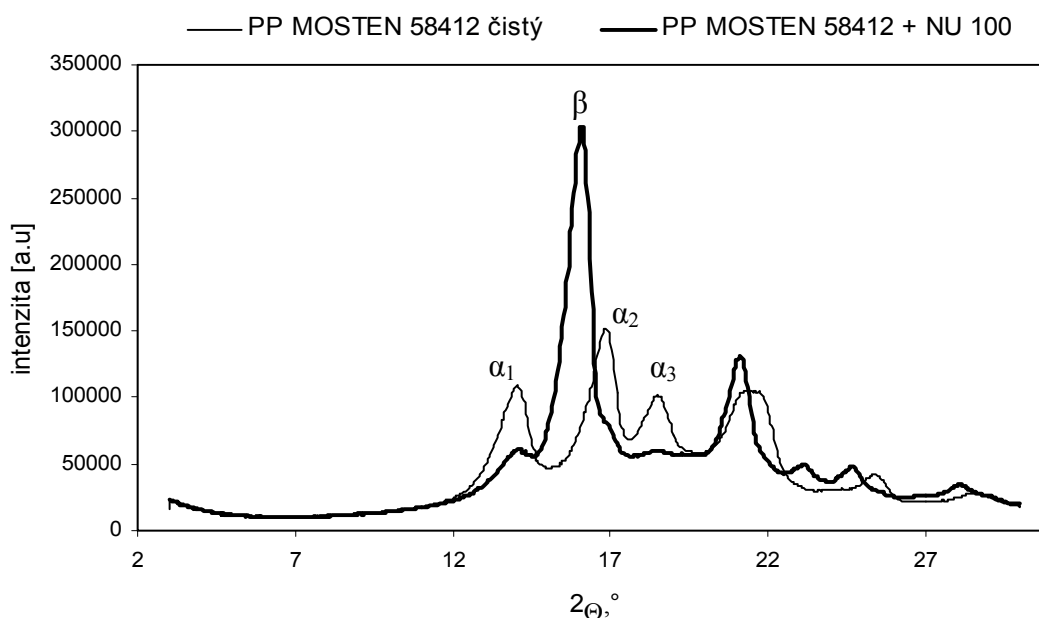


Obr. 10. Korigované tokové křivky polypropylénů

3.3.2 Rentgenografie

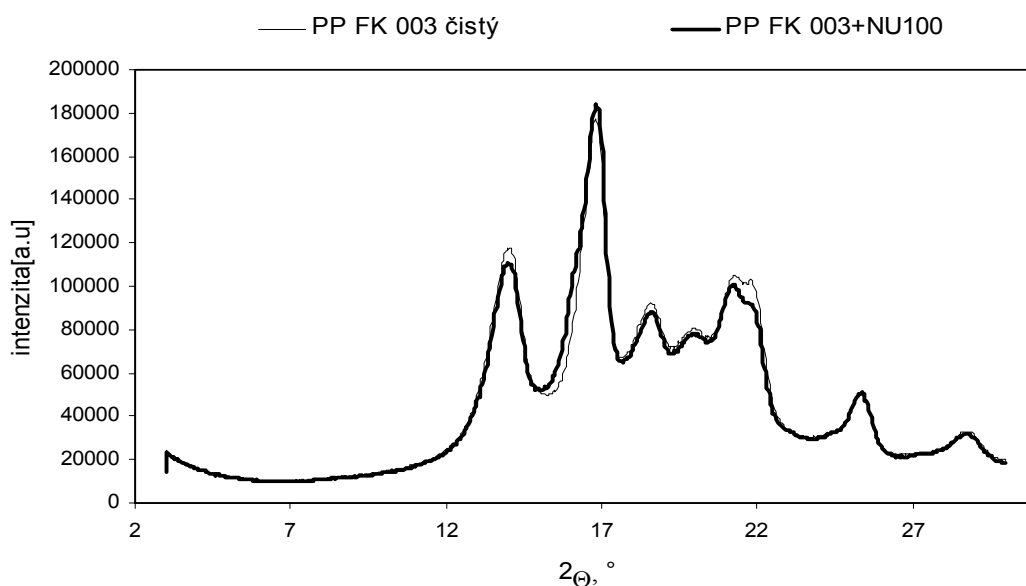
Následující obr. 11.-13. znázorňují rentgenografická spektra jader (*core vrstev*) jednotlivých materiálů.

Úvodní difraktogram (viz Obr. 11.) zachycuje spektrum čistého i nukleovaného materiálu Mosten 58412. Na obrázku jsou jasně vidět rozdíly v krystalickém složení čistého a β -nukleovaného iPP. Zatímco čistý iPP obsahuje pouze píky, které jsou charakteristické pro α -fázi (viz. píky α_1 α_2 α_3), nukleovaný iPP má dominantní pík, charakteristický pro β -fázi (viz. pík β). Růst tohoto píku je velmi intenzivní, což potvrzuje efektivitu specifického β -nukleantu.



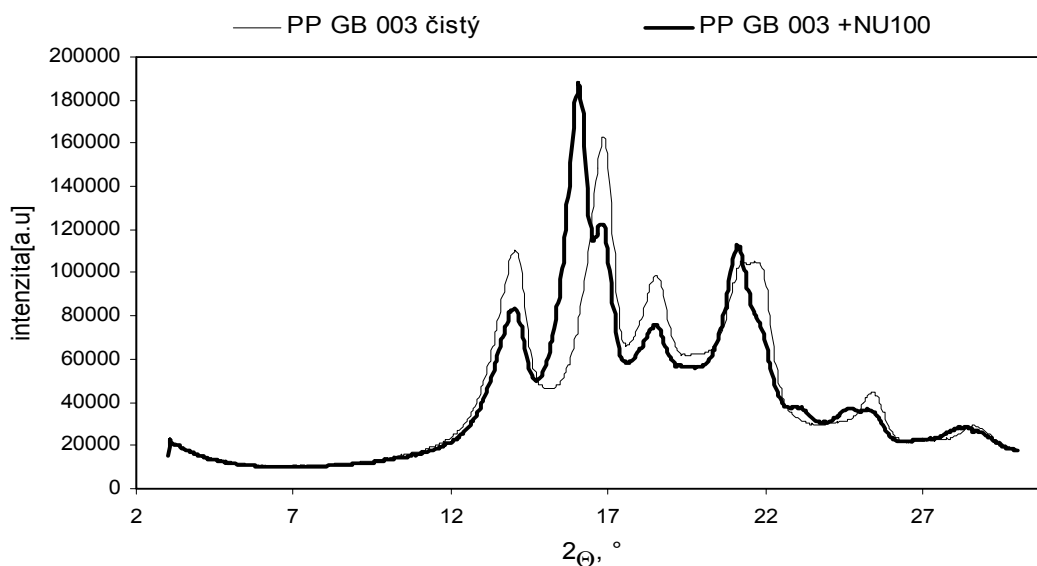
Obr. 11. Difrakční spektra jádra (*core vrstvy*) čistého i β -nukleovaného iPP Mosten 58412

Difrakční spektra *core* vrstev vzorků vstříkovaných z materiálu FK 003 jsou vynesena v obr. 12. Na obrázku jsou zřetelně vidět jak u čistého tak i u nukleovaného iPP pouze píky charakterizující α fázi. Difraktogram slupky nukleovaného vzorku vykazuje pouze náznak přítomnosti β -píku naznačující jen velmi malou účinnost β -nukleantu. To je nejspíš způsobeno obsahem nukleačního činidla Millad 3988 v původním iPP, který se chová jako α -nukleant a má na daný materiál dominantní vliv. Pro tento typ iPP se tedy β -nukleační činidlo NJ Star NU100 neprokázalo být efektivním.



Obr. 12. Difrakční spektra jádra (core vrstvy) čistého i β -nukleovaného iPP FK 003

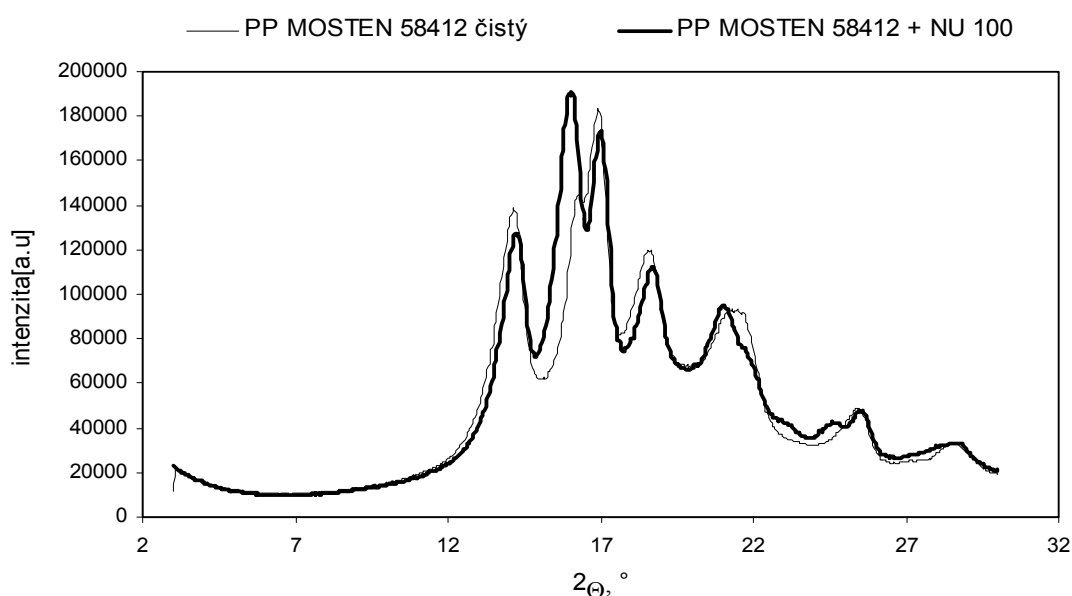
Difrakční spektra core vrstev vzorků vstřikovaných z materiálu GB 003 jsou vynesena v obr. 13. Obdobně jak je tomu u iPP Mosten 58412 je i na tomto obrázku vidět dominantní pík β -fáze u nukleovaného iPP, zatímco u čistého iPP jsou pouze píky α -fáze. Oproti iPP Mosten 58412 však není tento nárůst tak výrazný. Pro daný typ iPP je tedy dané nukleační činidlo vhodné pro řízenou β -nukleaci, ale jeho efektivnost není překvapivě stejná či srovnatelná s účinky ve velmi podobném materiálu 58412.



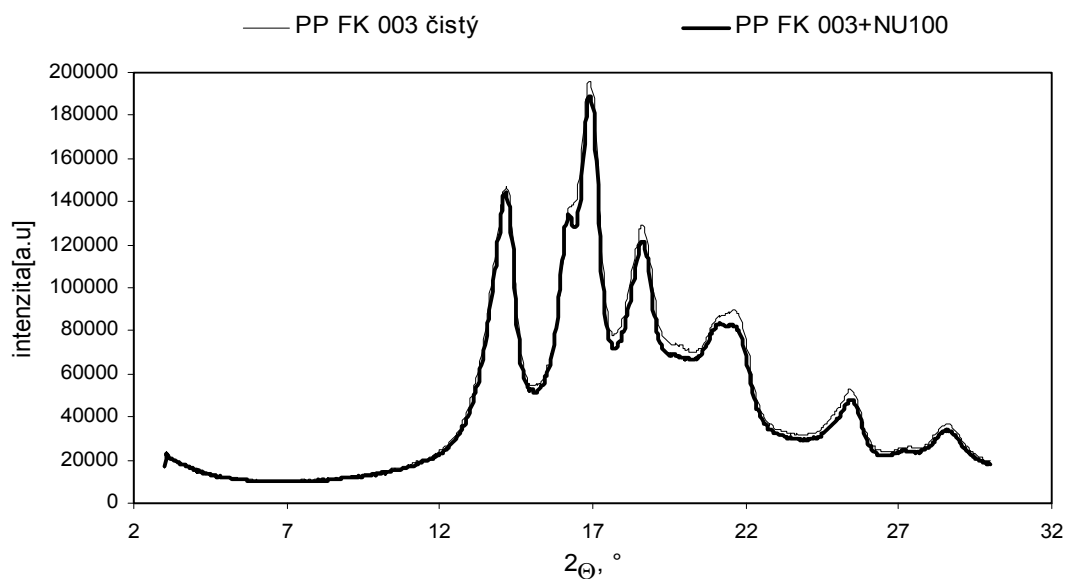
Obr. 13. Difrakční spektra jádra (core vrstvy) čistého i β -nukleovaného iPP GB 003

Obr. 14.-16. znázorňují rentgenografická spektra slupky (*skin vrstev*) jednotlivých materiálů.

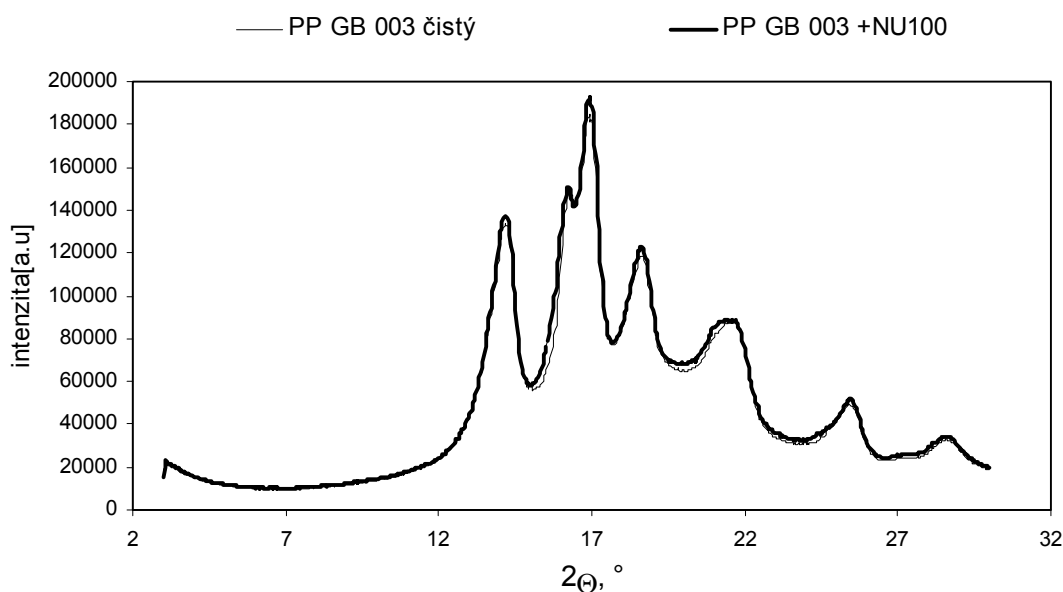
Výrazný vliv β -nukleačního činidla NJ Star NU100 na obsah β -fáze ve skin vrstvě jednotlivých materiálů se z následujících obrázků neprokázal. Rozdíly mezi nukleovanými a čistými vzorky jsou jen minimální. Pouze u materiálu Mosten 58412 je patrný rozdíl mezi čistým a β -nukleovaným iPP, ve kterém je možno pozorovat výraznější β -pík. β -nukleační činidlo zjevně není efektivním nástrojem pro zvýšení obsahu β -fáze ve skin vrstvách těchto materiálů, což je jev z literatury známý. Hlavní vliv na krystalizaci do β -fáze budou mít smykové rychlosti na stěnách formy a proces chlazení.



Obr. 14. Difrakční spektra slupky (*skin vrstvy*) čistého i β -nukleovaného iPP Mosten 58412



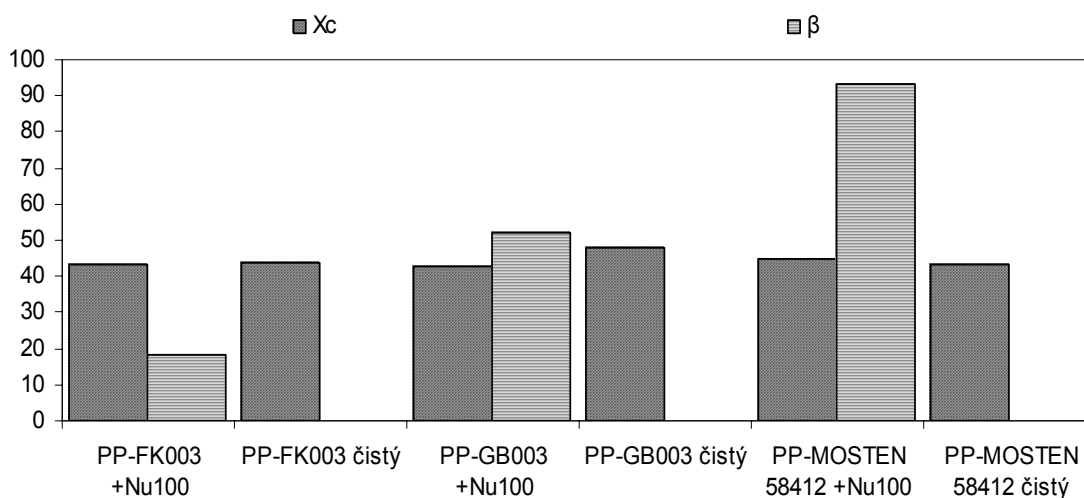
Obr. 15. Difrakční spektra slupky (skin vrstvy) čistého i β -nukleovaného iPP FK 003



Obr. 16. Difrakční spektra slupky (skin vrstvy) čistého i β -nukleovaného iPP GB 003

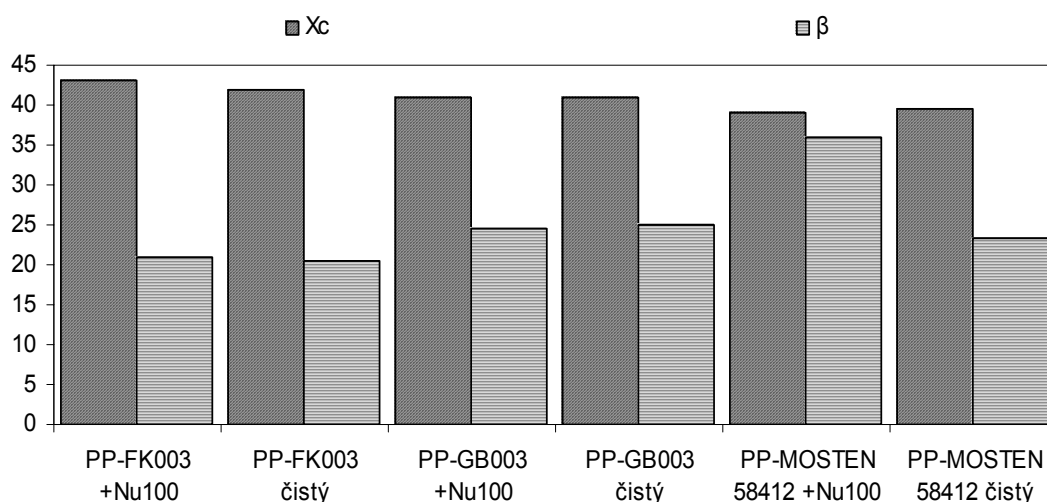
V následujícím obr. 17. jsou ukázány rozdíly v krystalinitě (X_c) a obsahu β -fáze v *core* vrstvě jednotlivých typů iPP. Z obrázku jsou vidět jen nepatrné rozdíly v obsahu krystalické fáze, zatímco obsah β -fáze se u jednotlivých materiálech výrazně liší. Jednoznačně největší množství β -fáze vykazuje iPP Mosten 58412 a to cca. 90 %.

Množství β -fáze u iPP Mosten GB 003 je zhruba poloviční oproti iPP Mosten 58412. Pouze u iPP Mosten FK 003 způsobila nukleace jen velmi malé zvýšení obsahu β -fáze. Tento fakt lze vysvětlit tím, že materiál je již od výrobce nukleován speciálním zjasňujícím činidlem Milad 3988. To má zřejmě pozitivní vliv na krystalizaci do α -fáze. Na rozdíl od iPP Mosten 58412 a iPP GB 003 se však u tohoto materiálu rentgenografickou analýzou prokázalo i cca 20% γ -fáze, což je informace velmi zajímavá, protože specifický heterogenní nukleant pro γ -fázi nebyl dosud nalezen.



Obr. 17. Krystalinita (X_c) a obsah β -fáze v jádře (core vrstvě) jednotlivých typů iPP

Obr.18. ukazuje rozdíly v krystalinitě (X_c) a obsahu β -fáze ve skin vrstvě jednotlivých typů iPP. Je zřejmé že zatímco největší podíl β -fáze má iPP Mosten 58412, podíl krystalické fáze má největší iPP FK 003. Zatímco krystalinita jednotlivých materiálů vykazuje jen velmi malé rozdíly, obsah β -fáze se liší výrazněji. Nejvíce β -fáze bylo dosaženo ve vzorku vyrobeném z Mostenu 58412, a to cca. 35 %. Ostatní materiály, jak nukleované tak i čisté, obsahovaly malé množství β -fáze okolo 20 %. Tato β -fáze vzniká na základě smykových polí v tuhnoucí tavenině. Je zajímavé, že přítomnost nukleantu v iPP GB003 a FK003 nepodpořila vznik vyššího množství β -fáze. Příčiny lze zřejmě hledat na molekulární úrovni, zvláště pak v distribuci molekulárních hmotností a indexu izotakticity. Tomu také napovídá mírně nižší krystalinita všech vzorků z Mostenu 58412. U iPP Mosten FK 003 lze nižší obsah β -fáze vysvětlit právě zmiňovanou přítomností nukleačního činidla Millad 3988.

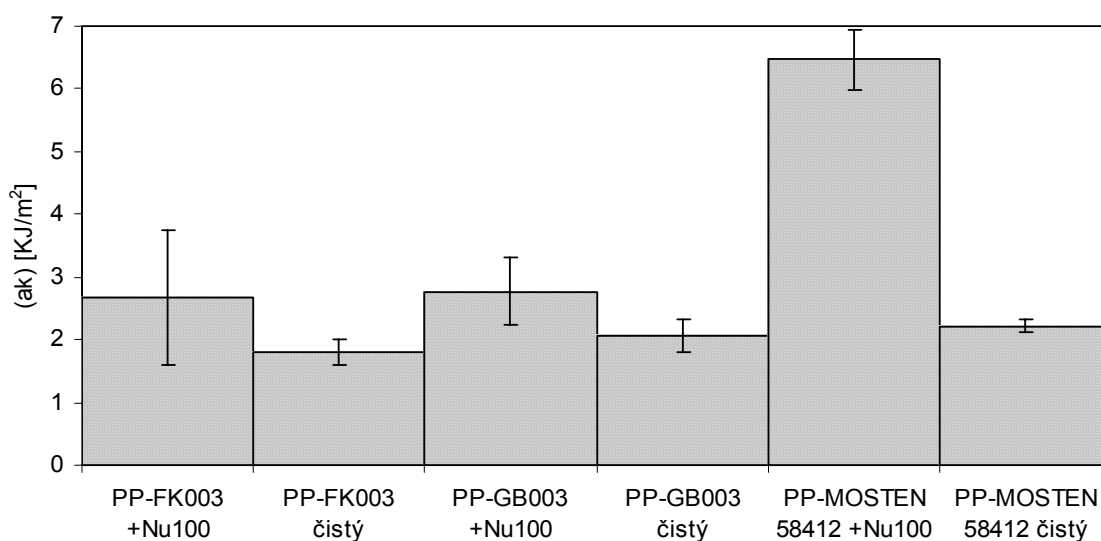


Obr. 18. Krystalinita (X_c) a obsah β -fáze ve slupce (skin vrstvě) jednotlivých typů iPP

Hodnoty krystalinity (X_c) a obsahu β -fáze ve *skin* a *core* vrstvě iPP uvedené v předchozích grafech jsou přehledně seřazeny v příloze P VIII.

3.3.3 Rázová zkouška

Na následujícím obr. 18. jsou přehledně znázorněny hodnoty vrubové houževnatosti (ak) pro jednotlivé materiály. Jediným materiálem u kterého se β -specifická nukleace projevila výrazným zvýšením hodnoty vrubové houževnatosti je iPP Mosten 58412. Rozdíl mezi nukleovaným a nenukleovaným typem činí bezmála 300 %. V porovnání s iPP Mosten 58412 je zvýšená hodnota vrubové houževnatosti u ostatních materiálů zanedbatelná. Nicméně, dané materiály obsahující NU100 mají mírně vyšší hodnoty rázové houževnatosti v porovnání s jejich nenukleovanou formou. Je tedy víc než zřejmé, že je to právě obsah β -fáze, která výrazně ovlivňuje hodnotu vrubové houževnatosti iPP. Minimální rozdíly v krystalinitě jednotlivých materiálů v *core* i *skin* vrstvě, jak je popsáno v odstavci 3.3.2, tento závěr podporují. Proto právě β -nukleačního činidla NJ Star NU 100 má velký význam pro zlepšování mechanických vlastností iPP Mosten 58412 ovlivňováním nadmolekulární struktury. Je dále zřejmé, že k dosažení vylepšených vlastností je nutno zaměřit pozornost, nejen na krystalizační (*procesní*) podmínky a volbu nukleantu, ale také na výběr vhodného typu polypropylénu.

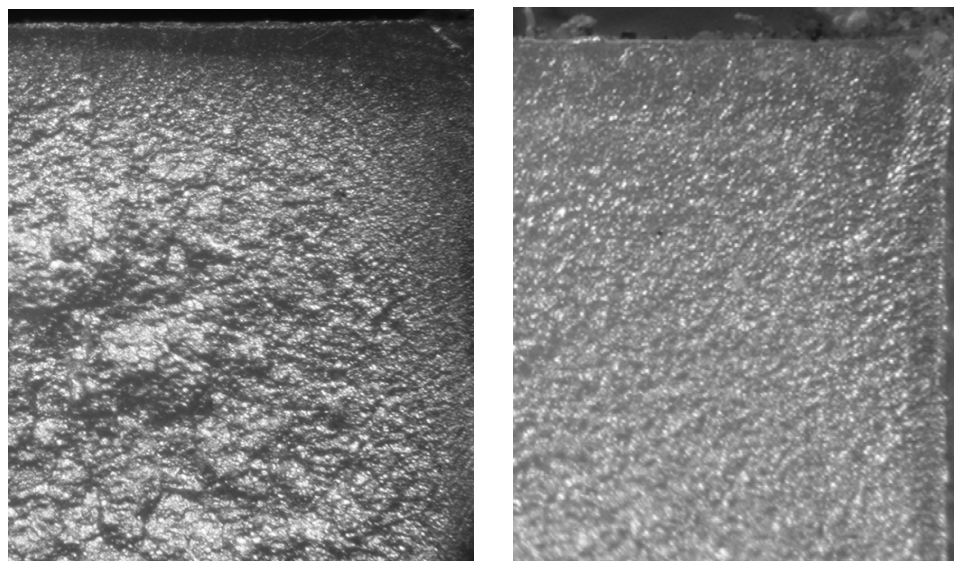


Obr. 19. Hodnoty vrubové houževnatosti pro různé typy iPP

3.3.4 Mikroskopie

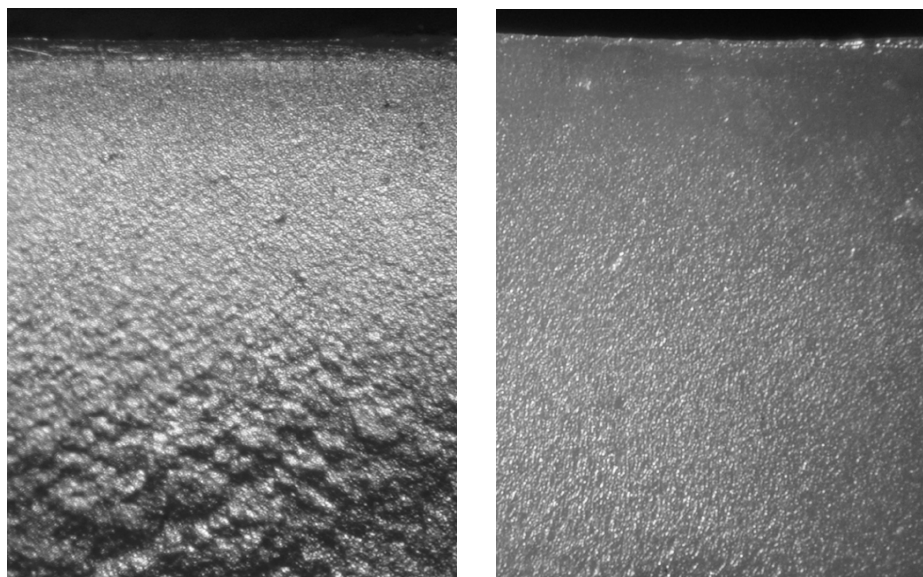
V obr. 20. - 22. jsou znázorněny mikroskopické snímky lomových ploch materiálu Mosten FK 003, Mosten 58412 a Mosten GB 003, vzniklých po rázové zkoušce vrubové houževnatosti. Tyto snímky nám ukazují rozdíly charakteru lomu jak u čistých tak i u β -nukleovaných vzorků. Mikroskopické snímky jsou pořízeny se zvětšením 25-ti násobným.

Na obr. 20. jsou znázorněny vzorky materiálu Mosten 58412. Je na první pohled zřejmé, že nukleovaný vzorek má oproti nenuklovanému vzorku výrazně odlišnou strukturu lomu. Lomová plocha nenuklovaného vzorku je spíše hladká a velmi jemně zrnitá, což svědčí o křehkém lomu materiálu. Naproti tomu nukleovaný vzorek má strukturu jakoby přetavenou, napovídající o velkých smykových deformacích a výrazně tvárném lomu. U vzorků lze také zřetelně rozpoznat jejich *skin core* strukturu. Makroskopicky se tyto poznatky projevují zvýšenou houževnatostí. NJ Star NU 100 se tedy ukazuje jako vynikající β -nukleační činidlo pro tento materiál.



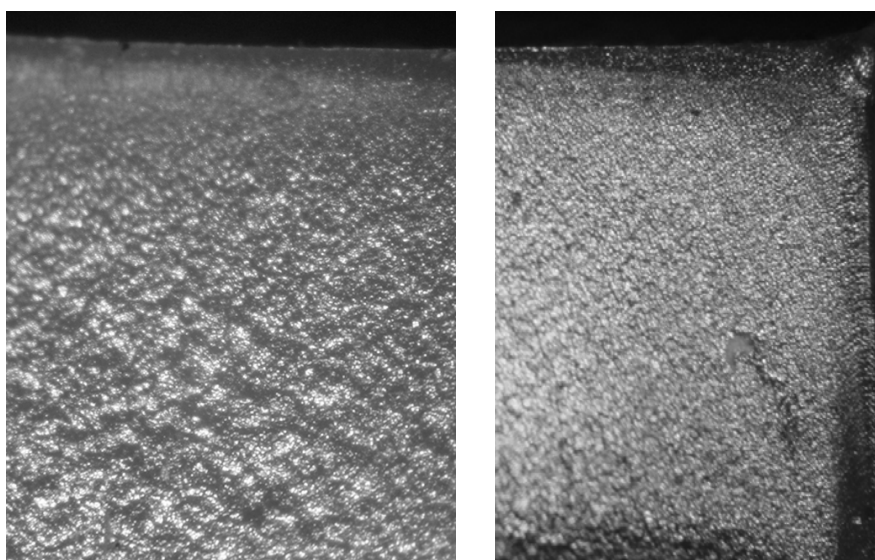
Obr. 20. Mikroskopické snímky lomových ploch materiálu Mosten 58412, zvětšené 25x. Vlevo nukleovaný, vpravo čistý

Na obr. 21. jsou jednotlivé snímky materiálu Mosten FK 003. Na rozdíl od předešlého snímku není u těchto vidět rozdílný povrch lomové plochy mezi nukleovaným a nenuklovaným vzorkem. Obě lomové plochy mají víceméně hladký charakter. Vyšší drsnost povrchu je patrná pouze v úplném středu nukleovaného vzorky - zde bylo RTG analýzou detekováno zvýšené množství β -fáze. U obou snímků je zřetelně vidět *skin core* struktura těchto vzorků. Tyto snímky nám jen potvrzují, že nukleační činidlo NJ Star NU100 nemá výrazný vliv na výslednou strukturu tohoto materiálu. Naopak, dominantní činidlo mající vliv na výsledné rozložení jednotlivých krystalických fází v materiálu je činidlo Millad 3988.



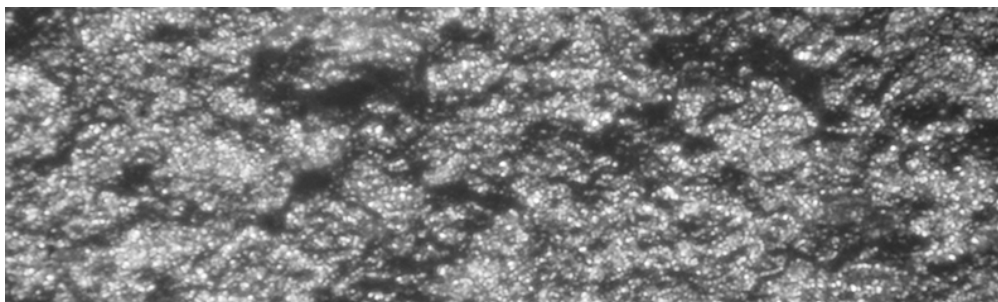
Obr. 21. Mikroskopické snímky lomových ploch materiálu FK 003, zvětšené 25x. Vlevo nukleovaný, vpravo čistý

Na obr. 22. jsou jednotlivé snímky materiálu Mosten GB 003. I na těchto snímcích lze pozorovat odlišnosti mezi málo zrnitou strukturou nenukleovaného vzorku a plasticky zdeformovanou strukturou vzorku nukleovaného. Tento rozdíl ovšem není tak zřetelný jako u materiálu Mosten 58412. Menší obsah β -fáze se logicky také projeví na lomovém chování β -nukleovaného vzorku při rázové zkoušce. Dále je možné na obrázcích pozorovat přechod mezi *skin* a *core* vrstvou jednotlivých vzorků.

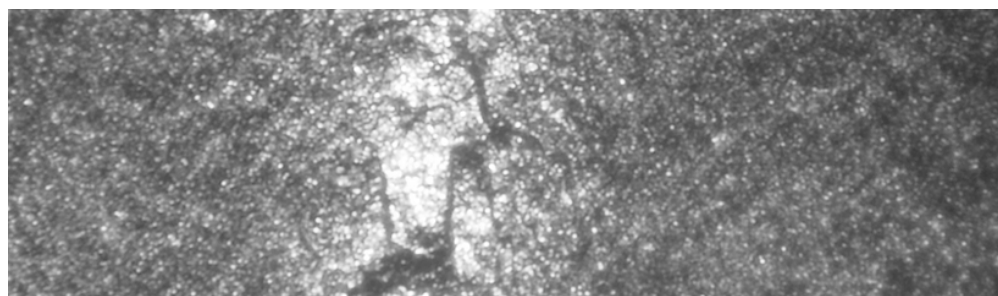


Obr. 22. Mikroskopické snímky lomových ploch materiálu GB 003, zvětšené 25x. Vlevo nukleovaný, vpravo čistý

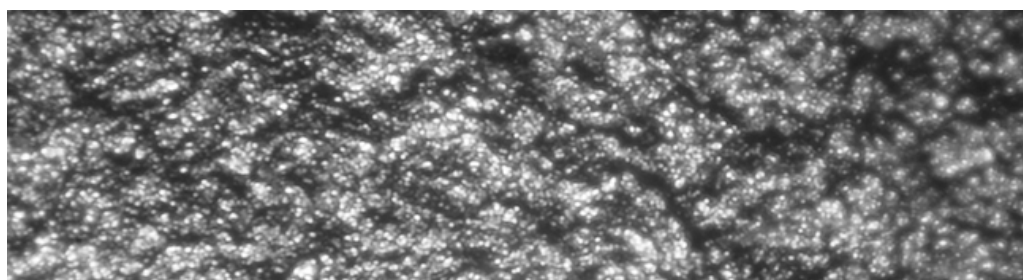
Na obr. 23. jsou pro porovnání ukázány struktury lomových ploch nukleovaných vzorků jednotlivých materiálů. Tyto snímky byly pořízeny při zvětšení 50-ti násobném. Lomová plocha materiálu Mosten FK 003 má jen ojedinělá centra plasticky deformovaná (*jen ve středu vzorku*). Naproti tomu lomová plocha vzorku Mosten GB 003 a zejména pak lomová plocha materiálu Mosten 58412 má výrazně plastickou strukturu lomu.



Mosten 58412 + NU100



Mosten FK 003 + NU100



Mosten GB 003 + NU100

Obr. 23. Lomové plochy nukleovaných vzorků, 50x zvětšené

ZÁVĚR

Tato práce se zabývá studiem a vzájemným porovnáním třech komerčně dostupných typů iPP (*Mosten 58412, FK 003 a GB 003*). Pro získání srovnávacích parametrů byly provedeny reologické zkoušky a rentgenografická měření. Tyto měření byly doplněny instrumentovanou zkouškou vrubové houževnatosti a mikroskopickými snímky lomových ploch ukazující rozdíly mezi strukturou jednotlivých vzorků. Hlavní poznatky zjištěné při experimentu lze shrnout do následujících bodů:

1. Materiál GB 003 se jen mírně odlišuje v tokových vlastnostech taveniny (*tokových křivkách*). Ostatní dva materiály nevykazují rozdíly v tokovém chování.
2. Materiál Mosten 58412 vykazuje výrazné odlišnosti jak z mikroskopického tak i makroskopického hlediska. Nejvíce je tento rozdíl patrný v porovnání s materiálem FK 003.
3. Schopnost nukleace a s ní spojený nárůst množství β -fáze ve vzorcích se nejvíce projevil u materiálu Mosten 58412. Množství β -fáze se v nukleovaných vzorcích z tohoto materiálu v *core* vrstvě prakticky zdvojnásobilo a ve *skin* vrstvě se zvětšilo asi o polovinu. Podobných výsledku nebylo dosaženo u žádného ze zkoumaných iPP. Materiál FK 003 vykazuje po nukleaci jen minimum β -fáze, která se tvoří v malém množství jen v jádru vzorků. Nárůst β -fáze v jádrech vzorků z materiálu GB-003 není oproti nukleovanému iPP Mosten 58412 ani poloviční.
4. U materiálu FK 003 bylo rentgenografickou analýzou prokázáno i cca 20% γ -fáze, což je informace velmi zajímavá, protože specifický heterogenní nukleant pro γ -fázi nebyl dosud nalezen.

5. Zvýšené množství β -fáze má zásadní vliv na mechanické vlastnosti polypropylénu. Trojnásobné hodnoty houževnatosti β -nukleovaných vzorků iPP Mosten 58412 oproti nenukleovaným jsou toho důkazem.
6. Nukleační činidlo NJ Star NU100 je vhodný β -nukleant pro izotaktický polypropylén. Z hlediska aplikačního je velmi důležitá informace jeho rozdílného účinku v různých polypropylénech. To bude také předmětem dalšího studia, jak z hlediska základního, tak i aplikovaného výzkumu.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] MEISSNER, B. a ZILVAR, V. *Fyzika polymerů*. Praha: SNTL Alfa, 1987, 41.
- [2] RYBNIKÁŘ, F. *Analýza a zkoušení plastických hmot*. Praha: SNTL, 1965.
- [3] OBADAL, M. *Řízení nadmolekulárních struktur polypropylénu*. Zlín : VUT Brno, Fakulta technologická Zlín, 1999. Diplomová práce.
- [4] MEISSNER, B. a ZILVAR, V. *Fyzika polymerů*. 1.vyd. Praha: 1997.
- [5] SLIŽOVÁ, M., RAAB, M a SOVA, M. *Plasty a kaučuk*. 30, 1993, s.322.
- [6] VONDRÁČEK, P. *Metody studia a charakteristika struktury polymerů*. 1. vyd. Praha: 1998.
- [7] KOTEK, J., RAAB, M. a SOVA, M. *Plasty a kaučuk*. 35, 12, 1998.
- [8] PECKOVÁ, D. *Příprava a vlastnosti transparentního polypropylenu*. Brno: 1998, celostátní konference s mezinárodní účastí PLASTBO.
- [9] MLEZIVA, J. *Polymery-struktura, vlastnosti a použití*. 1.vyd. Praha: 1993.
- [10] MAIER, C. *Polypropylene-The definitive user's guide and databook*. New York: Teresa Calafut Plastics Design Library, 1998, s.12.
- [11] VARGA, J. *J Macromol Sci Phys..* 2002, 41:1121-1171.
- [12] VARGA, J. *J.Material Sci..* 27, 1992, s.2557.
- [13] NATTA, G. and CORRADINI, P. *Atti Accad. Nazl.Lincei*: 21, 1956, s.365.
- [14] WLOCOWICY, A. a MAREK, E. *Polymer*. 25, 1984, s.1268.
- [15] WOODWARD, A. E. *Understanding the polymer morphology*. Munich: Carl Henser Verleag, 1995.
- [16] SAWYER, L. C. and GRUBB, D. T. *Polymer Microscopy*. London: Chapman & Hall, 1987.
- [17] LOVINGER, A. J and GRYTE, C. C. *Macromolecules*. 1976, 319, 187.
- [18] ŠTĚPEK, J., ZELINGER, J. a KUTA, A. *Technologie zpracování a vlastnosti plastů*. Praha: SNTL ALFA, 1989.

- [19] KOLOUCH, J. *Strojírenské výrobky z plastu vyráběné vstřikováním*. Praha: SNTL, 1986.
- [20] HENEMANN, A. and POGRZEBA, G. *Taschenbuch Plastverarbeitung*. Leipzig: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1981.
- [21] NOUVERTNE, W. *Thermoplast in der Praxi*. München: Verlag Dashöfer, 1990.
- [22] TOMIS, F. a RULÍK, F. *Gumárenské a plastikářské stroje II*. Praha: SNTL, 1981.
- [23] ČERNÝ, F. a HAGEN, V. *Technologie zpracování kaučuku a plastických hmot*. Praha: SNTL, 1964.
- [24] TOMIS, F. *Základy gumárenské a plastikářské technologie*. Brno: FT VUT v Brně, 1975.
- [25] CAMPBELL, D. and WHITE, J. R. *Polymer characterization*. London: Chapman & Hall, 1989.
- [26] TURNER-JONES, A.; Aizlenwood, J.M.; Beckett, D.R. *Makrom. Chem.*, 75, 134, 1964
- [27] HOLZMÜLLER, W. a ALTENBURG, K. *Fyzika polymerů*. Praha: SNTL, 1966.
- [28] JARUŠEK, J. *Metody zkoumání polymerů*. Pardubice: Vysoká škola chemicko-technologická v Pardubicích, 1984.
- [29] SCHÄTZ, M. a VONDRÁČEK, P. *Zkoušení polymerů*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 1988.
- [30] NEZBEDOVÁ, E. a KUČERA, J. *Současné přístupy k hodnocení houževnatosti plastů*. Brno: 1998, celostátní konference s mezinárodní účastí PLASTBO.
- [31] HRBÁČEK, J. *Vstřikovaný polypropylén: Struktura a vlastnosti vs. teploty formy*. Zlín: 2003, UTB Zlín - fakulta technologická, Diplomová práce.
- [32] KARGER-KOCSIS, J., VARGA, J. and EHRENSTEIN, G. W. *J. Appl. Polym. Sci.*, 1997, 64, 2057.
- [33] WWW.CHEMOPETROL.CZ

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

α	Monoklinická krystalická modifikace polypropylénu
β	Trigonální krystalická modifikace polypropylénu.
γ	Orthorhombická krystalická modifikace polypropylénu
PP	Polypropylén
iPP	Izotaktický polypropylén
SAXS	Maloúhlá rentgenová difrakce
WAXS	Širokoúhlá rentgenová difrakce
T	Teplota
T_g	Teplota skelného přechodu
T_m	Teplota tání
RTG	Rentgenové záření
τ	Smyková deformace
η	Dynamická viskozita
$\dot{\gamma}$	Rychlost smykové deformace
σ	Napětí
σ_E	Napětí na mezi úměrnosti
σ_R	Napětí na mezi pružnosti
σ_k	Napětí na mezi kluzu
σ_{kh}	Napětí na horní mezi kluzu
σ_{ka}	Napětí na dolní mezi kluzu
A_0	Průřez zkušebního tělíska před deformací
F	Zatěžující síla

F_E	Zatěžující síla na mezi úměrnosti
F_R	Zatěžující síla na mezi pružnosti
F_K	Zatěžující síla na mezi kluzu
F_{Kh}	Zatěžující síla na horní mezi kluzu
F_{Kd}	Zatěžující síla na dolní mezi kluzu
b_0	Šířka zkušebního tělíska před deformací
h_0	Výška zkušebního tělíska před deformací
l_0	Délka zkušebního tělíska před deformací
l	Délka zkušebního tělíska po deformaci
E	Youngův modul pružnosti
ε	Prodloužení zkušebního tělíska
$S(m)$	Maximální výchylka
$V(m)$	Maximální rychlost
W	Práce
$W \text{ (celk.)}$	Celková práce
(a_k)	Vrubová houževnatost
$(b \cdot h)$	Jednotkový průřez

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Stereoizomery polypropylénu – nahoře izotaktický, uprostřed izotaktický a dole ataktický.....	9
Obr. 2. Schéma struktury vstřikovaného iPP	11
Obr. 3. Schéma vstřikovacího stroje se šnekovou plastikací.....	13
Obr. 4. Rentgenogram izotaktického polypropylénu a způsob jeho vyhodnocení	20
Obr. 5. Obecná tahová křivka polymerů	22
Obr. 6. Charpyho kladivo (<i>vlevo</i>) a poloha tělíska při testu (<i>vpravo</i>)	24
Obr. 7. Graf instrumentované rázové zkoušky	25
Obr. 8. Chemický vzorec nukleačního činidla NJ Star NU100	30
Obr. 9. Výstřik se zkušebními tělísky.....	31
Obr. 10. Korigované tokové křivky polypropylénů.....	35
Obr. 11. Difrakční spektra jádra (core vrstvy) čistého i β nukleovaného iPP Mosten 58412	36
Obr. 12. Difrakční spektra jádra (<i>core vrstvy</i>) čistého i β nukleovaného iPP FK 003	37
Obr. 13. Difrakční spektra jádra (<i>core vrstvy</i>) čistého i β nukleovaného iPP GB 003	37
Obr. 14. Difrakční spektra slupky (<i>skin vrstvy</i>) čistého i β nukleovaného iPP Mosten 58412	38
Obr. 15. Difrakční spektra slupky (<i>skin vrstvy</i>) čistého i β nukleovaného iPP FK 003	39
Obr. 16. Difrakční spektra slupky (<i>skin vrstvy</i>) čistého i β nukleovaného iPP GB 003	39
Obr. 17. Krystalinita a obsah β fáze v jádře (<i>core vrstvě</i>) jednotlivých typů iPP	40
Obr. 18. Krystalinita a obsah β fáze ve slupce (<i>skin vrstvě</i>) jednotlivých typů iPP	41
Obr. 19. Hodnoty vrubové houževnatosti pro různé typy iPP	42
Obr. 20. Mikroskopické snímky lomových ploch materiálu Mosten 58412, zvětšené 25x. Vlevo nukleovaný, vpravo čistý.	43
Obr. 21. Mikroskopické snímky lomových ploch materiálu FK 003, zvětšené 25x. Vlevo nukleovaný, vpravo čistý	44
Obr. 22. Mikroskopické snímky lomových ploch materiálu GB 003, zvětšené 25x. Vlevo nukleovaný, vpravo čistý	44
Obr. 23. Lomové plochy nukleovaných vzorků, 50x zvětšené.....	45

SEZNAM TABULEK

Tab. 1. Základní fyzikálně-mechanické vlastnosti iPP Mosten 58412 [33].	28
Tab. 2. Základní fyzikálně-mechanické vlastnosti iPP Mosten FK 003 [33].	29
Tab. 3. Základní fyzikálně-mechanické vlastnosti iPP Mosten GB 003 [33].	29
Tab. 4. Podmínky při míchání	31
Tab. 5. Vstřikovací parametry	32

SEZNAM PŘÍLOH

- P I Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-FK003 + Nu100
- P II Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-FK003 čistý
- P III Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-GB003+Nu100
- P IV Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-GB003 čistý
- P V Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-Mosten 58412 + Nu100
- P VI Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-Mosten 58412 čistý
- P VII Hodnoty celkové práce pro různé typy iPP
- P VIII Hodnoty krystalinity a obsahu β - fáze v *skin* a *core* vrstvě iPP

P I Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-FK003 + Nu100

PP-FK003 +Nu100		F(m)	S(m)	V(m)	W (celk.)	(ak)
		kN	mm	m/s	J	KJ / m ²
Pořadí měření	1	0,281	0,073	2,922	0,055	1,730
	2	0,292	0,073	2,922	0,060	1,870
	3	0,319	0,324	2,907	0,114	3,580
	4	0,313	0,536	2,895	0,140	4,350
	5	0,286	0,088	2,922	0,059	1,860
Průměr		0,298	0,219	2,914	0,086	2,678
Směrodatná odchylka		0,015	0,185	0,011	0,035	1,080

P II Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-FK003 čistý

PP-FK003 čistý		F(m)	S(m)	V(m)	W(celk.)	(ak)
		KN	mm	m/s	J	KJ / m ²
Pořadí měření	1	0,249	0,543	2,907	0,068	2,110
	2	0,297	0,073	2,923	0,051	1,630
	3	0,302	0,082	2,922	0,053	1,660
	4	0,408	0,304	2,910	0,063	1,990
	5	0,286	0,088	2,922	0,052	1,660
Průměr		0,308	0,218	2,917	0,057	1,810
Směrodatná odchylka		0,053	0,184	0,007	0,007	0,200

P III Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-GB003+Nu100

PP-GB003+Nu100		F(m)	S(m)	V(m)	W(celk.)	(ak)
		KN	mm	m/s	J	KJ / m ²
Pořadí měření	1	0,328	0,312	2,907	0,085	2,660
	2	0,312	0,333	2,906	0,083	2,610
	3	0,318	0,318	2,906	0,096	2,970
	4	0,376	0,333	2,909	0,117	3,610
	5	0,286	0,079	2,922	0,062	1,960
Průměr		0,324	0,275	2,910	0,089	2,762
Směrodatná odchylka		0,029	0,098	0,006	0,018	0,536

P IV Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-GB003 čistý

PP-GB003 čistý		F(m)	S(m)	V(m)	W (celk.)	(ak)
		KN	mm	m/s	J	KJ / m ²
Pořadí měření	1	0,323	0,312	2,907	0,078	2,440
	2	0,323	0,076	2,922	0,066	2,040
	3	0,318	0,094	2,921	0,071	2,240
	4	0,244	0,298	2,911	0,059	1,820
	5	0,255	0,085	2,923	0,056	1,740
Průměr		0,293	0,173	2,917	0,066	2,056
Směrodatná odchylka		0,035	0,108	0,007	0,008	0,260

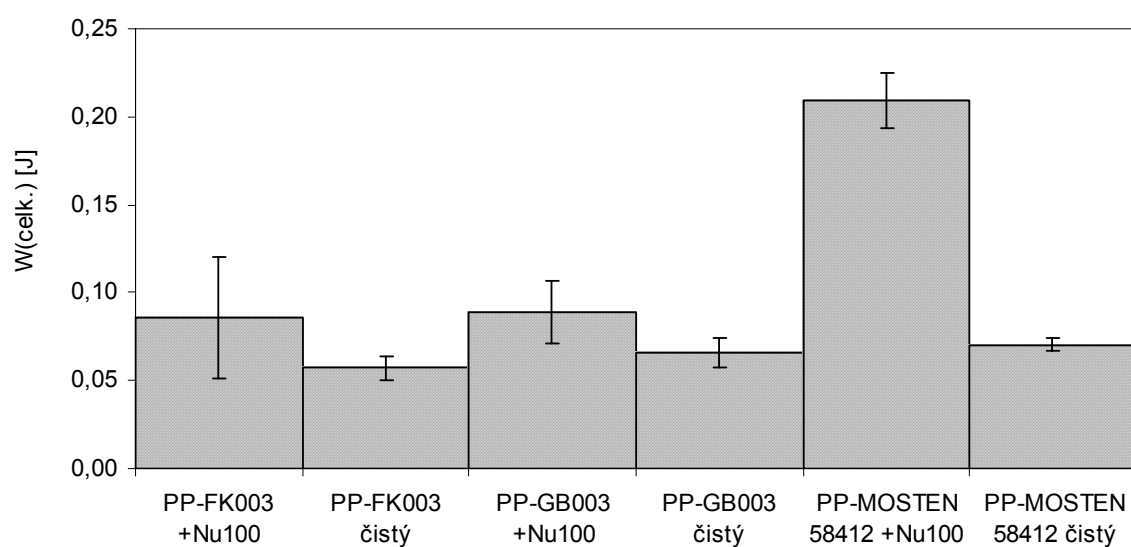
P V Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-Mosten 58412 + Nu100

PP-MOSTEN 58412 +Nu100		F(m)	S(m)	V(m)	W(celk.)	(ak)
		KN	mm	m/s	J	KJ / m ²
Pořadí měření	1	0,323	0,773	2,879	0,212	6,570
	2	0,349	0,758	2,874	0,213	6,540
	3	0,344	0,746	2,874	0,200	6,260
	4	0,349	0,339	2,91	0,234	7,220
	5	0,334	0,324	2,91	0,186	5,760
Průměr		0,340	0,588	2,889	0,209	6,470
Směrodatná odchylka		0,010	0,210	0,017	0,016	0,474

P VI Data získaná zkouškou vrubové houževnatosti u materiálu
iPP-Mosten 58412 čistý

PP-MOSTEN 58412 čistý		F(m)	S(m)	V(m)	W(celk.)	(ak)
		KN	mm	m/s	J	KJ / m ²
Pořadí měření	1	0,318	0,321	2,907	0,072	2,230
	2	0,275	0,347	2,909	0,070	2,220
	3	0,286	0,312	2,908	0,068	2,180
	4	0,297	0,321	2,908	0,076	2,400
	5	0,265	0,303	2,909	0,065	2,060
Průměr		0,288	0,321	2,908	0,070	2,218
Směrodatná odchylka		0,018	0,015	0,001	0,004	0,109

P VII Hodnoty celkové práce pro různé typy iPP



P VIII Hodnoty krystalinity a obsahu β – fáze v skin a core vrstvě iPP

Materiál	skin vrstva		core vrstva	
	Xc	β	Xc	β
PP-FK003 +Nu100	43	21	43	18
PP-FK003 čistý	42	20,5	44	0
PP-GB003 +Nu100	41	24,5	42,5	52
PP-GB003 čistý	41	25	48	0
PP-MOSTEN 58412 +Nu100	39	36	45	93
PP-MOSTEN 58412 čistý	39,5	23,4	43	0