

# **Srovnání struktury a vlastností alfa a beta nukleovaného polypropylenu**

Mgr. Jan Spáčil

---

Diplomová práce  
2015



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2014/2015

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Mgr. Jan Spáčil**

Osobní číslo: **T13633**

Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**

Studijní obor: **Výrobní inženýrství**

Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Srovnání struktury a vlastností alfa a beta nukleovaného polypropylenu**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte literární rešerši na dané téma
2. Připravte vzorky odlišné nukleovaného PP
3. Změřte vzorky pomocí RTG, DSC a SEM
4. Analyzujte naměřené výsledky

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

1. Menczel: Thermal analysis of polymers
2. Lednický: Mikroskopie a morfologie polymerů
3. Vůjtek: Nanoskopie
4. Karian: Handbook of polypropylene and polypropylene composites
5. Šňupárek: MAkromolekulární chemie: úvod do chemie a technologie polymerů
6. Ducháček: Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití

Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Martina Hřibová, Ph.D.**  
Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce: **30. ledna 2015**

Termín odevzdání diplomové práce: **13. května 2015**

Ve Zlíně dne 30. ledna 2015

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



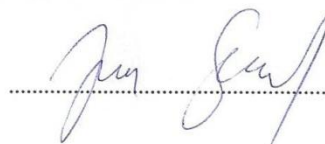
  
prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

## 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 ke 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 29.4.2015



<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 nevydělečně 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, užíje-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 výdělků 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**

Cílem diplomové práce bylo zjistit faktory, které ovlivnili fázovou strukturu zkoumaných vzorků izotaktického polypropylenu. Jaký vliv měla nukleační činidla a jaký vliv měla teplota při přípravě vzorku.

Teoretická část popisuje strukturní vlastnosti polypropylenu s důrazem na izotaktickou formu. Seznamuje s měřicími metodami a zařízeními rentgenové difrakce, diferenciální skenovací kalorimetrie a skenovací elektronové mikroskopie.

Praktická část analyzuje výsledky měření vzorků izotaktického polypropylenu metodami RTG difrakční analýzy, diferenciální skenovací kalorimetrie a skenovací elektronové mikroskopie.

Klíčová slova: izotaktický polypropylen, RTG, DSC, SEM, krystalinita

## **ABSTRACT**

The goal of this master's thesis was to ascertain the factors which affected phase structure of analysed isotactic polypropylene samples. What effect caused nucleating agents and what effect caused the sample's thermal preparation.

Theoretical part describes structure properties of polypropylene aiming at isotactic form. Introduces the methods of measurement and measuring instruments: X-ray diffraction, differential scanning calorimetry, scanning electron microscopy.

Analytical part analyses the measuring results of isotactic polypropylene samples, measured with X-ray diffraction, DSC and SEM.

Keywords: isotactic polypropylene, X-ray, DSC, SEM, crystallinity

Děkuji doc. Ing. Martině Hřibové Ph.D. za odborné vedení diplomové práce, cenné rady a připomínky. Děkuji RNDr. Jaroslavu Kučerovi CSc. z Polymer institute Brno spol. s r.o. za poskytnutí naměřených dat, konzultací a ukázkou výroby granulátu. Děkuji prof. Ing. Františku Rybníkářovi CSc. za věcné připomínky ke zpracovaným datům.

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

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>11</b>
<b>1 POLYPROPYLEN</b> .....	<b>12</b>
1.1 VÝROBA POLYPROPYLENU .....	14
1.2 MORFOLOGIE IZOTAKTICKÉHO POLYPROPYLENU .....	15
1.2.1 $\alpha$ nukleovaný polypropylen.....	15
1.2.2 $\beta$ nukleovaný polypropylen.....	16
1.2.3 $\gamma$ nukleovaný polypropylen.....	17
<b>2 RENTGENOVÁ DIFRAKCE</b> .....	<b>19</b>
2.1 RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ.....	19
2.2 DIFRAKCE RTG PAPRSKŮ.....	19
2.3 RTG DIFRAKTOMETR .....	21
<b>3 DIFERENCIÁLNÍ SKENOVACÍ KALORIMETRIE</b> .....	<b>23</b>
3.1 DSC – METODA TEPELNÉHO TOKU .....	23
3.2 DSC – METODA KOMPENZACE PŘÍKONU .....	25
<b>4 SKENOVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE</b> .....	<b>26</b>
4.1 SKENOVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP .....	26
4.1.1 Mechanismus interakce elektronového svazku s materiálem .....	26
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>28</b>
<b>5 MĚŘENÉ VZORKY A MĚŘICÍ ZAŘÍZENÍ</b> .....	<b>29</b>
5.1 MĚŘENÉ VZORKY .....	29
5.2 MĚŘICÍ ZAŘÍZENÍ.....	30
5.3 HOMOPOLYMERY .....	31
5.3.1 Vzorek č. 1 velmi pomalu chlazená folie bez nukleačního činidla.....	31
5.3.2 Vzorek č. 2 15 °C/min chlazená folie bez nukleačního činidla .....	33
5.3.3 Vzorek č. 3 velmi rychle chlazená folie bez nukleačního činidla.....	34
5.3.4 Vzorek č. 4 velmi pomalu chlazená deska bez nukleačního činidla .....	36
5.3.5 Vzorek č. 5 15 °C/min chlazená deska bez nukleačního činidla.....	37
5.3.6 Vzorek č. 6 velmi rychle chlazená deska bez nukleačního činidla .....	38
5.3.7 Vzorek č. 7 velmi pomalu chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem.....	39
5.3.8 Vzorek č. 8 15 °C/min chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem .....	41
5.3.9 Vzorek č. 9 velmi rychle chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem.....	43
5.3.10 Vzorek č. 10 velmi pomalu chlazená deska s $\beta$ nukleačním činidlem.....	45
5.3.11 Vzorek č. 11 15 °C/min chlazená deska s $\beta$ nukleačním činidlem .....	46
5.3.12 Vzorek č. 12 velmi rychle chlazená deska s $\beta$ nukleačním činidlem.....	47
5.3.13 Vzorek č. 13 velmi pomalu chlazená folie s $\alpha$ nukleačním činidlem .....	48
5.3.14 Vzorek č. 14 15 °C/min chlazená folie s $\alpha$ nukleačním činidlem .....	49
5.3.15 Vzorek č. 15 velmi rychle chlazená folie s $\alpha$ nukleačním činidlem.....	50
5.3.16 Vzorek č. 16 velmi pomalu chlazená deska s $\alpha$ nukleačním činidlem.....	52
5.3.17 Vzorek č. 17 15 °C/min chlazená deska s $\alpha$ nukleačním činidlem .....	53
5.3.18 Vzorek č. 18 velmi rychle chlazená deska s $\alpha$ nukleačním činidlem.....	54
5.4 KOPOLYMERY .....	55
5.4.1 Vzorek č. 19 velmi pomalu chlazená deska bez nukleačního činidla.....	55



5.4.2	Vzorek č. 20 15 °C/min chlazená deska bez nukleačního činidla.....	56
5.4.3	Vzorek č. 21 velmi rychle chlazená deska bez nukleačního činidla .....	57
5.4.4	Vzorek č. 22 velmi pomalu chlazená folie bez nukleačního činidla.....	58
5.4.5	Vzorek č. 23 15 °C/min chlazená folie bez nukleačního činidla .....	60
5.4.6	Vzorek č. 24 velmi rychle chlazená folie bez nukleačního činidla.....	61
5.4.7	Vzorek č. 25 velmi pomalu chlazená deska s $\beta$ nukleačním činidlem.....	63
5.4.8	Vzorek č. 26 15 °C/min chlazená deska s $\beta$ nukleačním činidlem .....	64
5.4.9	Vzorek č. 27 velmi rychle chlazená deska s $\beta$ nukleačním činidlem.....	65
5.4.10	Vzorek č. 28 velmi pomalu chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem.....	66
5.4.11	Vzorek č. 29 15 °C/min chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem .....	68
5.4.12	Vzorek č. 30 velmi rychle chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem.....	69
5.4.13	Vzorek č. 31 velmi pomalu chlazená deska s $\alpha$ nukleačním činidlem.....	71
5.4.14	Vzorek č. 32 15 °C/min chlazená deska s $\alpha$ nukleačním činidlem .....	72
5.4.15	Vzorek č. 33 velmi rychle chlazená deska s $\alpha$ nukleačním činidlem.....	73
5.4.16	Vzorek č. 34 velmi pomalu chlazená folie s $\alpha$ nukleačním činidlem .....	74
5.4.17	Vzorek č. 35 15 °C/min chlazená folie s $\alpha$ nukleačním činidlem .....	76
5.4.18	Vzorek č. 36 velmi rychle chlazená folie s $\beta$ nukleačním činidlem.....	77
<b>6</b>	<b>SUMARIZACE NAMĚŘENÝCH HODNOT A INTERPRETACE</b>	
	<b>VÝSLEDKŮ .....</b>	<b>79</b>
6.1	HOMOPOLYMERY .....	79
6.2	KOPOLYMERY .....	81
6.3	VYHODNOCENÍ MĚŘENÍ .....	83
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>87</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>88</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>90</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>91</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>96</b>

## ÚVOD

Polypropylen – termoplast ze skupiny polyolefinů – patří mezi nejběžnější používané plasty. Zpracovává se hlavně vstřikováním, vytlačováním, lisováním a vyfukováním na výrobky z odvětví jako je automobilový a spotřební průmysl, uplatnění nachází vzhledem k odolnosti ke sterilizačním teplotám i ve zdravotnictví. V roce 1954 Gulio Natta objevil, že v přítomnosti katalyzátorů Zieglerova typu vzniká z propylenu vysoce krystalický izotaktický polypropylen.

Rentgenová difrakce - metoda využívající rentgenového záření pro zkoumání struktury látky vychází z prací Laueho, otce a syna Braggových z počátku dvacátého století. S rozvojem polymerních materiálů našla uplatnění i v této oblasti.

DSC, která patří mezi termální analýzy, slouží ke zkoumání struktury látky pomocí tepla předaného zkoumanému vzorku.

SEM – skenovací elektronová mikroskopie, první mikroskop zkonstruován Zworykinem 1942, umožňuje zkoumat strukturu látky s vysokým rozlišením, které se uplatní i při zkoumání polymerních materiálů.

Diplomová práce ve své teoretické části uvádí základní poznatky ze struktury polypropylenu, rentgenové (RTG) difrakce, diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) a skenovací elektronové mikroskopie (SEM). Praktická část prezentuje výsledky měření jednotlivých metod na zkoumaných vzorcích a vyhodnocuje faktory ovlivňující jejich fázovou strukturu.

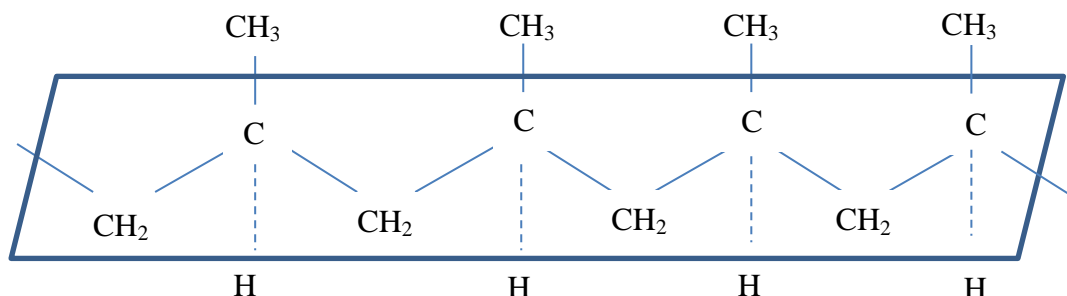
## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 POLYPROPYLEN

Je termoplast – polymer, který lze za působení zvýšené teploty převést ze stavu tuhého do stavu plastického, přičemž je tato přeměna vratná. Polypropylen patří do skupiny polyolefinů. Jako polyolefiny označujeme homopolymery a kopolymery olefinů (alkenů). Alkeny jsou uhlovodíky obsahující jednu dvojnou vazbu. Kromě polypropyleny patří do této skupiny také např. polyetylen. [1, 12]

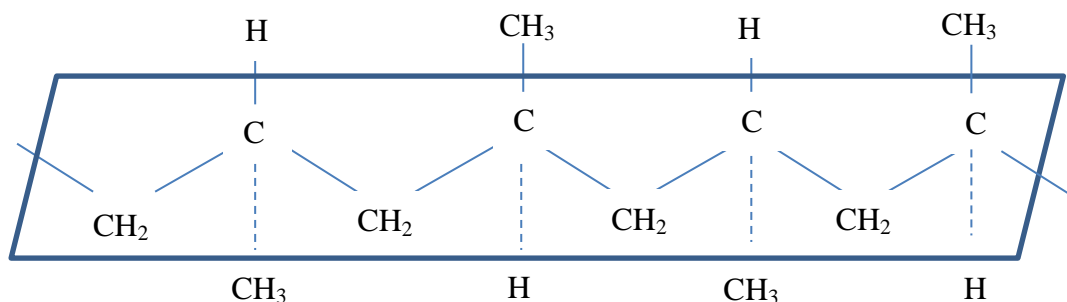
„Radikálovou nebo kationovou polymerací propyleny se získávají jen nízkomolekulární produkty, sestávající z rozvětvených, ataktických molekul.“ [7 s. 43] V roce 1954 Giulio Natta – italský chemik, nositel Nobelovy ceny za chemii (1963) – přišel na možnost ovlivnit polymeraci pomocí katalyzátorů Zieglerova typu. Při použití těchto katalyzátorů je propylen schopen polymerace na polypropylen, který má pravidelnou strukturu, dobré mechanické vlastnosti a vysoký bod tání. Rozdíly mezi vlastnostmi různých polypropylenů zdůvodnil Natta různým prostorovým uspořádáním substituentů. Stereochemická struktura polypropyleny, kterou lze znázornit planární rovinou trans je:

a) izotaktická – nejčastější a nejvíce žádoucí forma PP – všechny metylové skupiny leží na jedné straně roviny



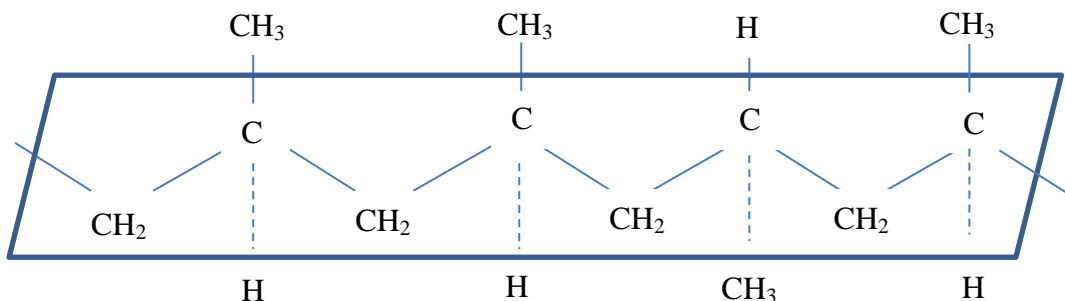
Obr. č. 1 izotaktický PP [1]

b) syndiotaktická – horší vlastnosti než izotaktická a náročná syntéza - metylové skupiny leží střídavě na obou stranách roviny



Obr. č. 2 syndiotaktický PP [1]

c) ataktická – nežádoucí – při výrobě se odstraňuje vyplachováním



Obr. č. 3 ataktický PP [1]

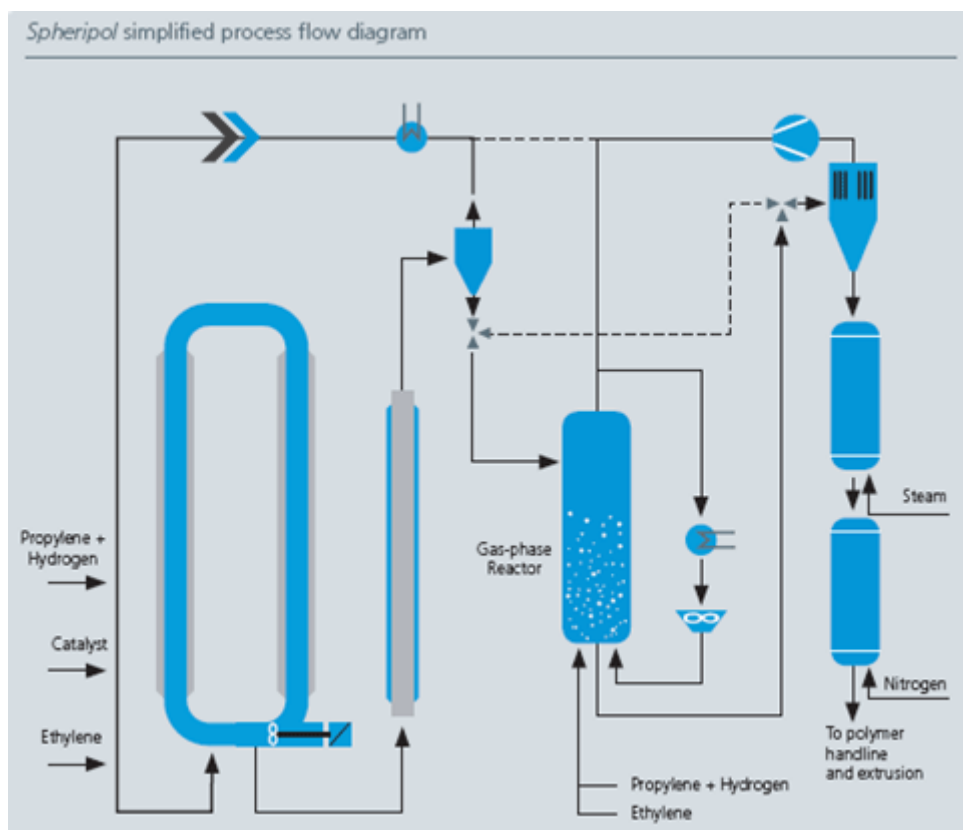
Polypropylen je krystalický polymer, přičemž stupeň krystalinity je v rozmezí 60 až 75 %. Z důvodu této vysoké krystalinity je polypropylen neprůhledný. Bod tání je u čistého izotaktického polypropylenu 176 °C. Je lehčí než voda – hustota se pohybuje od 0,9 po 0,92 g.cm<sup>-3</sup>. Má nepolární strukturu a podobně jako polyetylen je výborný elektrický izolant. Chemická odolnost je podobná rovněž s vlastnostmi polyetyleny: botná v ketonech, esterech a uhlovodících. Při 90°C je rozpustný v chlorovaných a aromatických uhlovodících. Odolává dlouhodobě teplotám 100°C, krátkodobě do 135°C. Je křehký pod 0°C. [7]

Fyzikální vlastnost	Hodnota
Hustota [g.cm <sup>-3</sup> ]	900 až 910
Pevnost v tahu [MPa]	22 až 32
Tažnost [%]	120 až 700
Houževnatost [kJ.m <sup>-2</sup> ]	10 až 15
Navlhavost [%]	0,1

Tab. č. 1 Fyzikální vlastnosti polypropylenu [7]

## 1.1 Výroba polypropylenu

Rozvojem nových katalyzátorů došlo k zefektivnění výroby polypropylenu. V současné době se používá čtvrtá generace katalyzátorů  $\text{TiCl}_4/\text{ED}/\text{MgCl}_2/\text{AlR}_3$ . Při použití tohoto katalyzátoru je dosahován index izotakticity 98 % a účinnost  $> 1000 \text{ kg PP/g Ti}$ . Z morfoloického hlediska je dosahováno sférických částic s řízenou velikostí a distribucí velikostí. Proces je bez odstraňování zbytku katalyzátoru a ataktického podílu. Tento proces je licencován firmou Montell Polyolefins pod názvem Spheripol.



Obr. č. 4 Schéma výrobního procesu Spheripol [3]

Je založen na „recirkulaci kapalného propenu ve smyčkovém reaktoru, což umožňuje snadný odvod reakčního tepla a vysokou produktivitu výroby. Katalyzátory čtvrté generace jsou připravovány depozicí  $\text{TiCl}_4$  v množství 1 – 3 % Ti na kulovité částice aktivní formy  $\text{MgCl}_2$ . Kokatalyzátorem je nejčastěji  $\text{AlEt}_3$ “. [7, s.46] Jako vnitřní donory elektronů (ED), které mají vliv na stereoselektivitu a výtěžnost katalyzátorů., jsou používány estery kyseliny ftalové nebo benzoové, jako vnější donory slouží alkoxyxilany. [7]

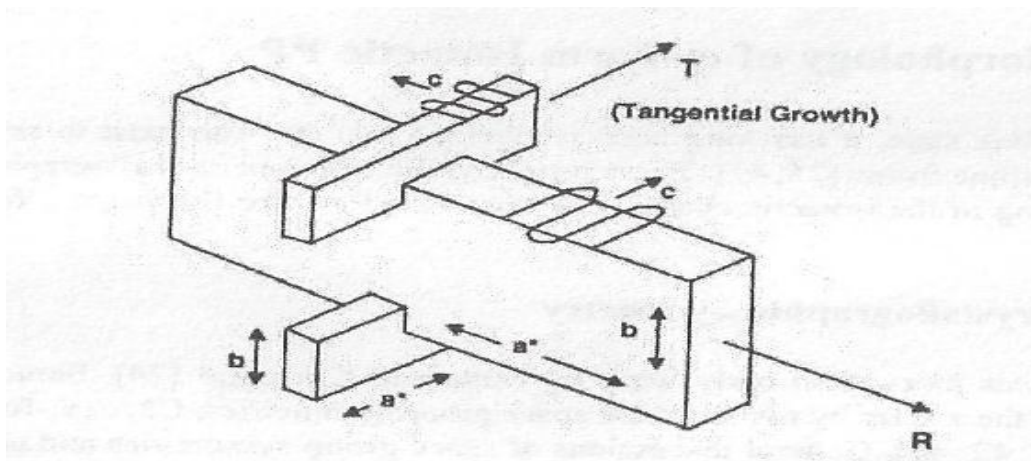
## 1.2 Morfologie izotaktického polypropylenu

Izotaktický polypropylen se vyskytuje v krystalické formě  $\alpha$ ,  $\beta$  a  $\gamma$  – je polymorfní. Polymorfie je schopnost látek krystalovat ve více krystalových strukturách. U izotaktického polypropylenu je nejčastější krystalická fáze  $\alpha$ , u komerčně dostupných iPP se setkáváme s  $\beta$  krystalovou fází. Zatímco fáze  $\gamma$  je vzácná.

### 1.2.1 $\alpha$ nukleovaný polypropylen

Dominantní formou, ve které se vyskytuje izotaktický polypropylen, je  $\alpha$  PP. Jeho výskyt zaregistrovali již Natta a Corradini a je tvořen monoklinickými elementárními buňkami. Lamelární morfologie izotaktického polypropylenu bývá používána pro popis optické klasifikace  $\alpha$  formy sférolitů, indikující pevnou vazbu mezi lamelární a sférolitickou morfologií. Je obecně přijímáno, že tvar krystalu semikrystalických homopolymerů krystalizujících z taveniny nabývá podobu skládaného řetězce lamel. Tloušťka lamel se pohybuje v rozmezí 50 Å do 200 Å.  $\alpha$  forma izotaktického polypropylenu se projevuje sklonem k tvorbě lamel, které se skládají v na sebe téměř kolmých směrech. Sférolity  $\alpha$  formy izotaktického polypropylenu byly rozděleny do dvou druhů Typ I a Typ II se zřetelně odlišnými optickými vlastnostmi při působení křížově polarizovaného světla. Různé optické vlastnosti sférolitů jsou spojovány s lamelární strukturou konkrétně se zastoupením radiální nebo tangenciální složky složených lamel. Bod tání  $\alpha$  formy izotaktického polypropylenu je závislý na různých faktorech [1]:

- molekulární hmotnost
- distribuce složek, které nejsou schopny krystalizace v makromolekulárním řetězci
- specifických termodynamických interakcí v polymerní směsi
- efektech zředění
- orientaci
- různé morfologické účinky

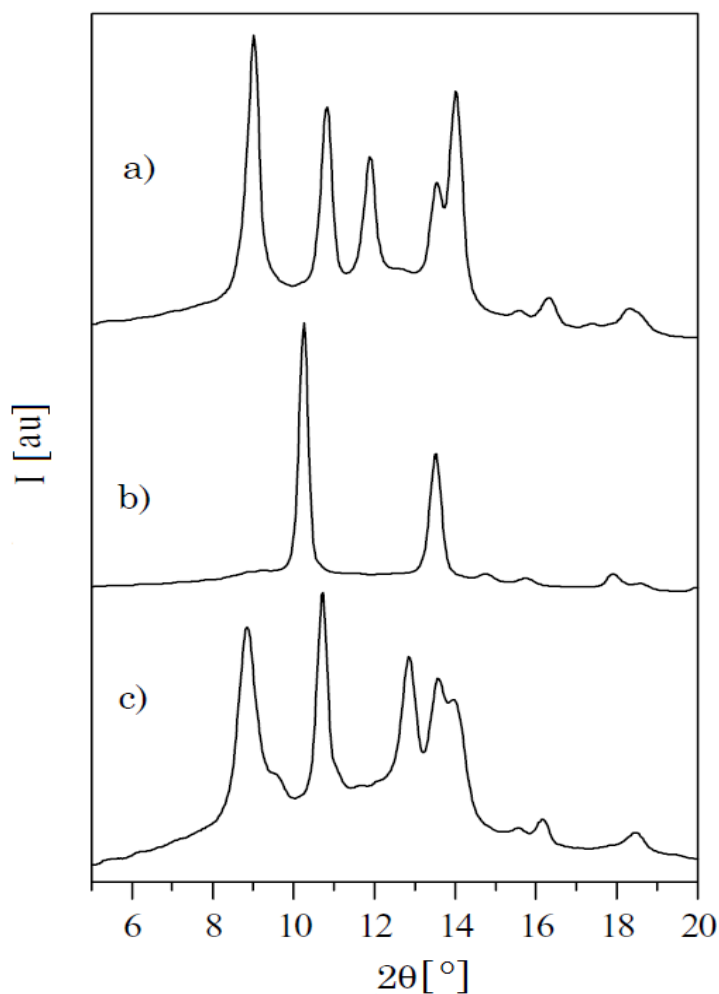


Obr. č. 5 vrstvení lamel  $\alpha$  formy izotaktického PP [1]

### 1.2.2 $\beta$ nukleovaný polypropylen

Existence této krystalické formy je známa již dlouho, ale stále zůstávají velké nejasnosti ohledně této krystalické struktury – Keith označil tuto fázi jako hexagonální, Varga jako trigonální. [14] Tato forma krystalického uspořádání se projevuje v materiálu jeho nižší hustotou, vyšší krystalinitou, nižším bodem tání a metastabilitou. Vnitřní struktura  $\beta$  formy izotaktického polypropylenu se vyznačuje nižším uspořádáním krystalické fáze než  $\alpha$  forma. Lamelární struktura  $\beta$  propylenu je složena z radiálního uspořádání paralelně skládaných lamel. Z tohoto důvodu vykazuje mikroskopická lamelární struktura  $\beta$  polypropylenu podobnost s konvenční mikrostrukturou semikrystalických homopolymerů než vykazuje  $\alpha$  forma izotaktického polypropylenu, která je typická křížovým uspořádáním lamel. Podobně jako u  $\alpha$  formy izotaktického polypropylenu jsou i u  $\beta$  formy evidovány dva typy sférolitů označovaných jako  $\beta_{III}$  a  $\beta_{IV}$ . Tvorba  $\beta_{III}$  sférolitů začíná pod  $142^{\circ}\text{C}$  a mezi teplotami  $126^{\circ}\text{C}$  až  $132^{\circ}\text{C}$ . Pro přeměnu  $\beta$  formy na  $\alpha$  formu je vyžadována rekrytalizace. Během žhání na zvýšenou teplotu je sledován úbytek  $\beta$  krystalické fáze. [1]



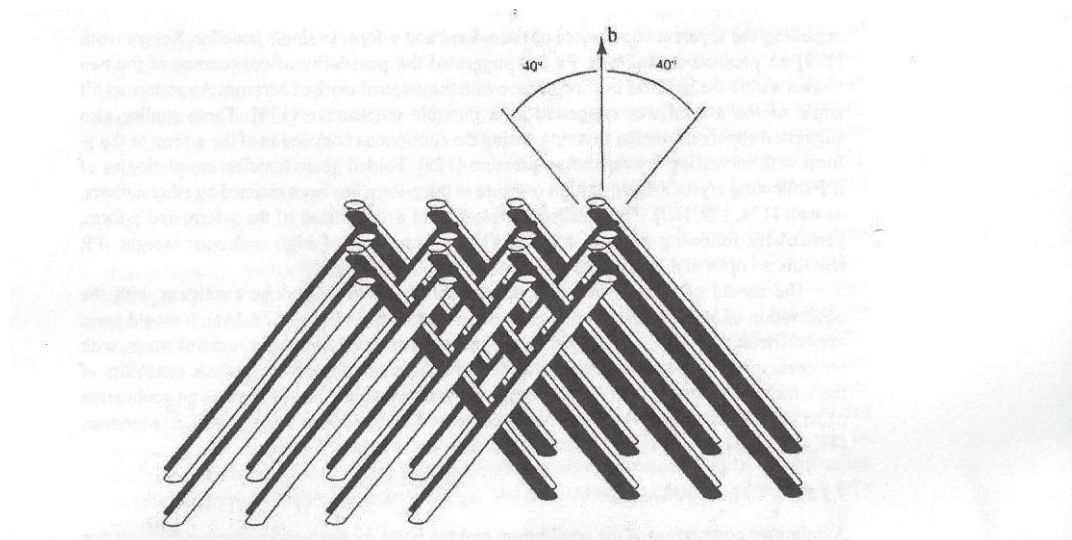


Obr. č. 6 srovnání RTG difraktogramů iPP a) fáze  $\alpha$ , b) fáze  $\beta$ , c) fáze  $\gamma$  [7]

### 1.2.3 $\gamma$ nukleovaný polypropylen

Přítomnost  $\gamma$  formy izotaktického polypropylenu je velice vzácná u komerčně dostupných vzorků izotaktického polypropylenu. Z důvodu speciálních podmínek pro krystalizaci této formy, je tato krystalická fáze nejméně prozkoumaná. Krystalická mřížka je ortorombická. [14]

Orientace řetězce, lamelární uspořádání, stejně jako uspořádání samotných lamel jsou málo probádané. Křížové uspořádání lamel typické pro  $\alpha$  formu nebylo pozorováno. Pozorování pomocí elektronové difrakce u polymerů s nízkou molekulární hmotností nabízí vysvětlení, že lamely  $\gamma$  formy krystalizují v rovině 010 rodičovské krystalu  $\alpha$  formy do podoby tenkých filmů. [1]



Obr. č. 7 schéma lamel  $\alpha$  formy s filmem  $\gamma$  formy iPP [1]

## 2 RENTGENOVÁ DIFRAKCE

### 2.1 Rentgenové záření

Objeveno W.C.Röntgenem v roce 1896 při pokusech s výbojovými trubicemi. Sám Röntgen jej označoval jako paprsky X a tento název je dodnes používán v anglosaské literatuře. Za objev rentgenového záření byla Röntgenovi udělena vůbec první Nobelova cena za fyziku (1901). Rentgenové záření je zářením elektromagnetickým o vlnových délkách 0,1 nm až 100 pm, přičemž svojí vlnovou délkou leží mezi ultrafialovým a gama zářením. Jeho vznik je spojen s brzděním rychle se pohybujících elektronů v hmotě. Toto brzdění nastává ve dvou případech:

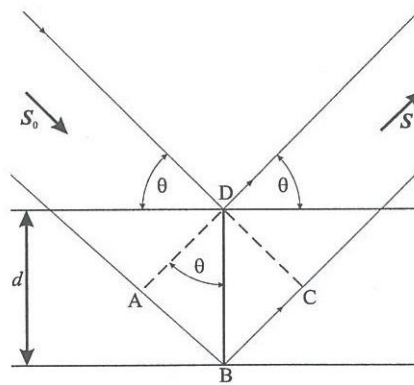
- Vyražení elektronu zářením zasaženého atomu
- Elektrickým působením jádra atomu

V obou případech je brzděn elektron s vysokou energií, tím že narazí na kovovou anodu (Cu, Mo, Fe). [9,10]

### 2.2 Difrakce RTG paprsků

Difrakce je jev, při kterém se díky periodičnosti krystalové mřížky po svém dopadu RTG záření odráží a poté interferuje. Tento jev u RTG záření objasnil Max von Laue – nositel Nobelovy ceny za fyziku (1914). V jeho teorii hovoříme o RTG difrakci jako interakci RTG záření s uzlovými body krystalové mřížky. Dalšími vědci, kteří se zabývali využitím RTG záření v krystalografii byly W.H. Bragg se svým synem W.L. Braggem. Oba nositelé Nobelových cen za fyziku (1915) za výzkum týkající se analýzy krystalových struktur pomocí rentgenových paprsků. W.L. Bragg formuloval tzv. Braggovu rovnici:

$$2d\sin\theta = n\lambda$$



Obr. č. 8 odvození Braggovy rovnice [9]

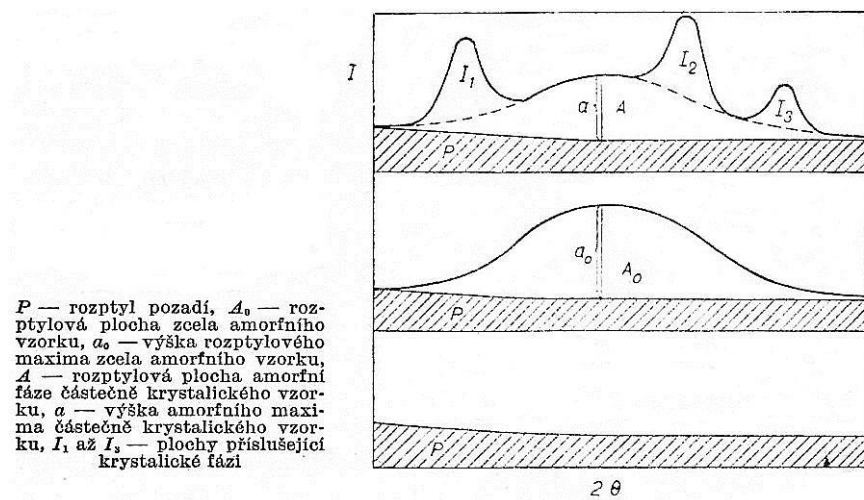
Kde:  $d$  - mezivzrostlá vzdálenost,  $\theta$  - úhel dopadajícího paprsku a množinou mřížkových rovin,  $\lambda$  - vlnová délka záření,  $n$  - celé číslo

Z difrakční metody lze vypočítat pomocí Scherrerovy rovnice délku krystalitu  $D$  [15]

$$B = \frac{K\lambda}{D \cos \theta}$$

$B$  - je šířka reflexe v poloviční výšce peaku,  $K$  - konstanta závislá na tvaru krystalitů (pro odhad se používá hodnota = 1),  $\theta$  - úhel dopadajícího paprsku,  $\lambda$  - vlnová délka záření

Při studiu polymerů pomocí RTG difrakce je nutné vždy oddělovat difúzní záření, které vzniká amorfní složkou vzorku, od odrazů krystalických fází. [11]

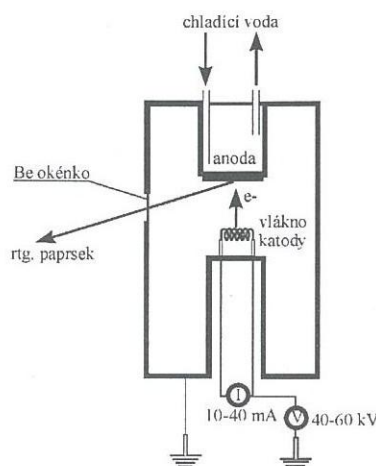


$P$  - rozptyl pozadí,  $A_0$  - rozptylová plocha zcela amorfního vzorku,  $a_0$  - výška rozptylového maxima zcela amorfního vzorku,  $A$  - rozptylová plocha amorfní fáze částečně krystalického vzorku,  $a$  - výška amorfního maxima částečně krystalického vzorku,  $I_1$  až  $I_3$  - plochy příslušející krystalické fázi

Obr. č. 9 RTG difraktogram [11]

### 2.3 RTG difraktometr

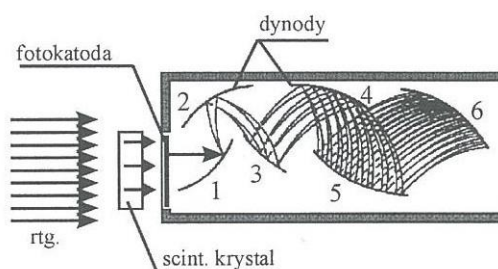
Rtg difraktometr se skládá ze zdroje RTG záření, usměrňovacích prvků RTG paprsku a detektorů RTG záření. Zdrojem pro RTG záření je rentgenová trubice, v níž pomocí vysoké napětí dochází k urychlení elektronů, které následně dopadají na kovovou katodu. Srážkou urychlených elektronů s atomy katody dochází k jejich brždění, při kterém dochází k emisi fotonů rentgenového záření.



Obr. č. 10 zdroj RTG záření [9]

V současnosti se používají tzv. Coolidgeovy lampy se žhavenou katodou. Žhavením wolframové katody (termoemise) z ní vylétávají elektrony, které jsou dále urychlovány elektrickým napětím (20 až 50 kV) mezi katodou a anodou. Vše se děje ve vakuu z důvodu správné funkčnosti. Na anodu je potřeba posílat rentgenový paprsek fokusovaný, k čemuž slouží tzv. fokusační kloboučky. Je potřeba říci, že tento proces je značně energeticky neúčinný neboť pouhá 2% z přivedené energie jsou využita pro emisi elektronů zbývající energie je přeměna na teplo. Zmíněné teplo je nutné odvádět pomocí chladicího okruhu pryč. Jako chladivo se používá voda, jež protéká anodou vyrobenou ze stříbra případně mědi. Na této anodě je umístěna destička charakteristického kovu – většinou vyrobená z mědi. Jako zdroj velmi kvalitního RTG záření lze použít i synchrotrony, ale pro jejich velkou nákladovost jsou jimi vybavena jen špičková pracoviště. Pro usměrnění RTG paprsku na měřený vzorek slouží kolimátory, které slouží k zajištění rovnoběžnosti záření. Dalším prvkem k usměrnění paprsku jsou zrcadla, která slouží jednak k fokusaci paprsku

vystupujícího z kolimátoru, ale mohou také odstraňovat nežádoucí vlnové délky RTG záření, tím že jej neodrazí. Detektory RTG záření používané v krystalografii slouží pro detekci nebo měření intenzity dopadajícího RTG záření, při kterém dochází k absorpci (úplně) RTG fotonu v hmotě detektoru. V krystalografii jsou jako detektory RTG záření používány fotografické filmy, plynem plněné detektory, scintilační detektory, detektory s amplitudou analýzou pulzních signálů a pozičně citlivé detektory. V současnosti se nejvíce používají scintilační detektory. [9]



Obr. č. 11 detektor RTG záření [9]

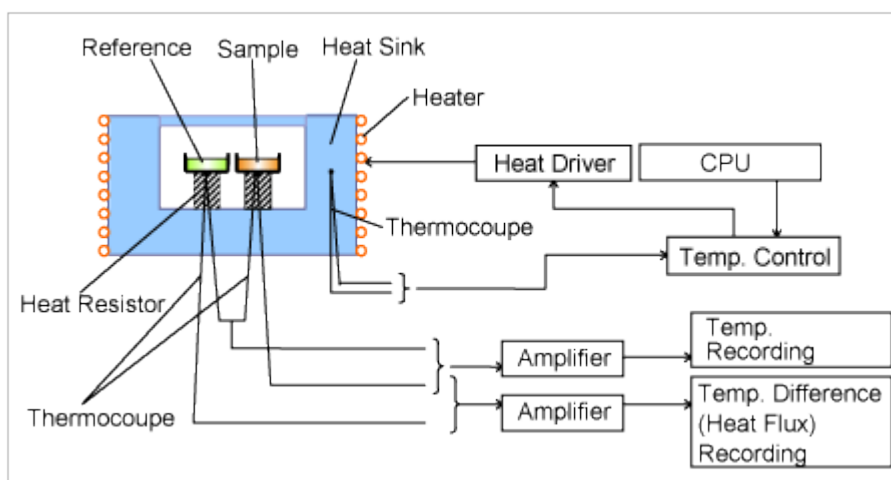
Fungují na principu ionizace, způsobené absorbovaným RTG fotonem ve fluorescenčním krystalu, který uvolní rychlý elektron. Ten uvede svým pohybem desítky iontů do excitovaného stavu. Při následném přechodu iontů do základního stavu dojde k emisi fotonů, které dopadají na světlocitlivou katodu fotonásobiče. Fotonásobič následkem této události uvolní n fotoelektronů, které putují po nasměrování do sekvence anod (dynod – parabolických elektrod). Na nich se po dopadu fotoelektronů emituje R sekundárních elektronů. Scintilační detektory jsou schopné pracovat s  $10^6 \text{ s}^{-1}$  pulzů. [9]

### 3 DIFERENCIÁLNÍ SKANOVACÍ KALORIMETRIE

Diferenciální skanovací kalorimetrie (DSC) je metoda, která kombinuje snadnost měření křivek ohřevu a chladnutí s kvantitativními charakteristikami kalorimetrie. Teplota je měřena kontinuálně a diferenciální technika se používá pro vyhodnocení tepelného toku do vzorku a pro vyrovnání náhodných teplotních přírůstků nebo ztrát mezi kontrolním vzorkem a vzorkem měřeným. H.L. Le Chatelier – francouzský chemik – byl první, kdo zaznamenal teplotu jako funkci času v křivkách ohřevu. V DSC se sleduje entalpie a tepelný tok dodávaný do referenční látky tak, aby teplotní rozdíl mezi vzorkem a standardem byl nulový. Přesnost měření tepla metodou DSC se pohybuje řádově od 10% do 0,1 %. Teplota může být měřena s přesností  $\pm 0,1$  K. Typická rychlost zahřívání je 0,1 do 200 K.min<sup>-1</sup>. Testované vzorky mohou mít hmotnost 0,05 až 100 mg. Vzorky s větší hmotností jsou vhodné pro studium tepelné kapacity a teplotu skelného přechodu. [8]

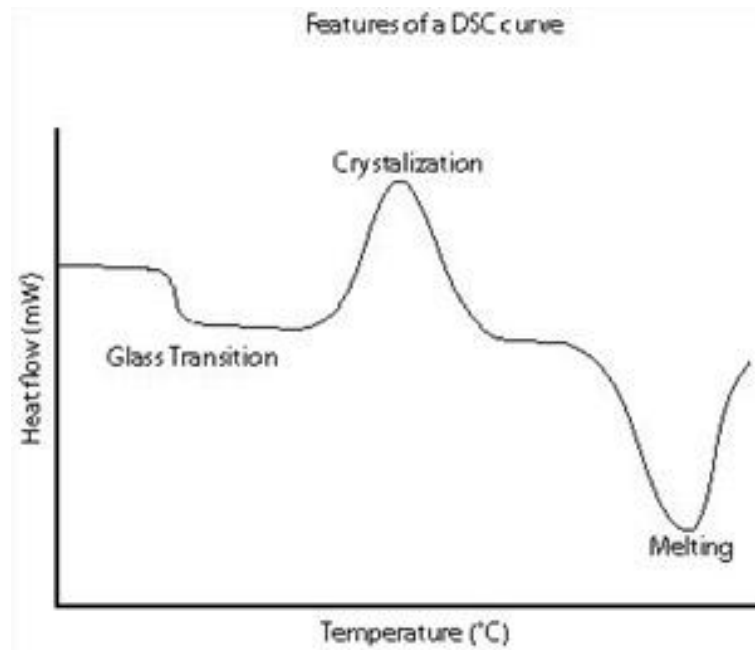
#### 3.1 DSC – metoda tepelného toku

Zařízení DSC s tepelným tokem je uspořádáno tak, že jsou oba vzorky umístěny v jedné kalorimetrické nádobě na samostatných teplotních senzorech propojené tepelným mostem. Měří se rozdíl teplot zkoumaného a referenčního vzorku, který je zaznamenán jako tepelný tok z/do vzorku a považuje se úměrný rozdílu teplot. Přístroj se skládá z měřicí hlavy se stolem pro oba vzorky, pece, termostatu, zdroje plynů a napětí, regulátoru teploty a záznamového zařízení.



Obr. č. 12 schéma DSC – metoda tepelného toku [8]

Výsledkem měření DSC je diagram – termogram - závislosti tepelného toku na teplotě u metody tepelného toku

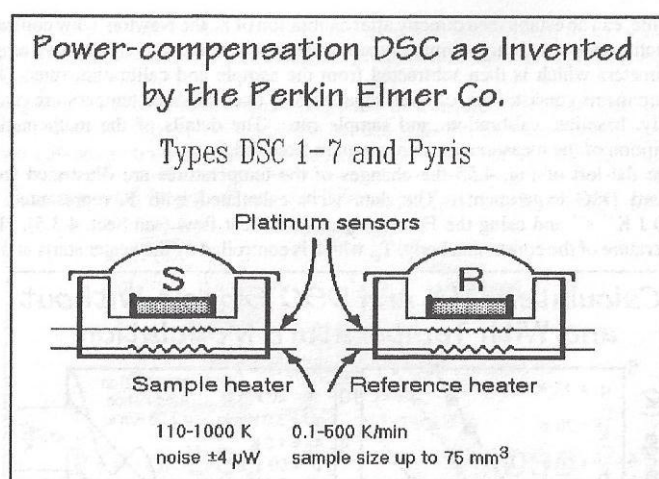


Obr. č. 13 DSC křivka polymeru [8]



### 3.2 DSC – metoda kompenzace příkonu

Další metodou používanou v DSC je metoda kompenzace příkonu. Využívá separátního ohřívání referenčního materiálu a vzorku. Tzn. jeden kalorimetr slouží pro referenční materiál a druhý pro měřený vzorek. Oba vzorky jsou zahřívány stejnou rychlostí a stejná teplota obou vzorků je udržována kompenzací příkonu. Při endotermní reakci zkoumaného vzorku je dodána energie do měřeného vzorku, při exotermní reakci je energie dodána do vzorku referenčního tak, aby byly teploty stále vyrovnány. Měřená veličina je elektrický příkon potřebný pro zachování konstantní teploty obou vzorků. Přístroj pro tuto metodu se skládá z kontrolního obvodu – vyrovnává automaticky tepelný výkon, řídicího obvodu – zaznamenává – rozdíly teplot mezi vzorky a kompenzuje teplotní rozdíly[8]



Obr. č. 14 schéma DSC – metoda Power compensation [8]

Pro praktickou část naší práce byla použita DSC metoda tepelného toku.

## 4 SKENOVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Tato metoda se v anglosaské literatuře nazývá jako skenovací elektronová mikroskopie, uváděná pod zkratkou SEM. V německy psané literatuře je označována jako rastrovací elektronová mikroskopie se zkratkou REM. Český ekvivalent je řádkovací elektronová mikroskopie, kde se zkratka nepoužívá. Metoda je založena na principu detekce signálů vznikajících při dopadu soustředěného elektronového paprsku na zkoumaný vzorek. Snímaný signál, je získáván bod po bodu zkoumaného vzorku a výsledný obraz vzniká uspořádáním těchto signálů. [4]

### 4.1 Skenovací elektronový mikroskop

Má dvě hlavní části: zdroj elektronového záření a optickou část. Zdrojem elektronového svazku je elektronová tryska, z níž dochází k emisi elektronů. Ty jsou následně urychlovány elektrickým napětím mezi katodou a uzemněnou anodou. Hodnoty napětí se u SEM pohybují mezi 10kV - 40kV.

K usměrnění elektronů slouží Wehneltův válec, což je dutý kovový válec, jehož dutinou jsou elektrony usměrňovány, díky předpětí. Anoda je také válcovitá nádoba, v jejímž dně je malý otvor, kterým vystupují urychlené elektrony do optické soustavy mikroskopu. [4]

#### 4.1.1 Mechanismus interakce elektronového svazku s materiálem

Při interakci mezi elektronovým svazkem a materiálem tzn. po dopadu svazku na materiál dochází ke změně drah elektronů a ke změně jejich energie. Pohybem urychlených elektronů v silových polích atomů materiálu vzorku dochází k jejich ovlivnění (srážkám), které můžeme označit jako pružné nebo nepružné. „Pružné srážky vznikají interakcí dopadajících primárních elektronů s atomovými jádry“. [4, s. 32] Tento druh srážky je provázen změnou dráhy elektronu a jen malou změnou jeho energie. Detekované elektrony po pružné srážce nazýváme zpětně odražené elektrony - BSE (backscattered electrons). „Nepružné srážky elektronů vznikají při interakci elektronů s elektronovým obalem atomů materiálu vzorku“. [4, s. 32] Při nepružné srážce dochází k excitaci elektronů z elektronového obalu a ty jsou detekovány jako sekundární elektrony – SE (secondary electrons). Primární elektrony ztrácejí při srážce část své energie a sekundární elektrony v rámci rekombinace způsobují vznik dalších signálů: charakteristické a spojitě záření X a katodoluminiscence.

Míra vniknutí elektronů do materiálu vzorku je ovlivněna jejich energií - urychlovacím napětím a strukturou vzorku na jeho atomární úrovni. Hloubka průniku elektronového svazku v závislosti na hustotě materiálu vzorku a urychlovacím napětí je uvedena v následující tabulce:

hloubka průniku [ $\mu\text{m}$ ]	hustota [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	urychlovací napětí [kV]					
		1	5	10	20	30	40
polymery	1	0,1	0,7	2,2	7,3	14,6	23,8
těžké kovy	20	0,01	0,07	0,15	0,5	1,0	1,6

Tab. č. 2 Urychlovací napětí v závislosti na hustotě materiálu vzorku [4]

Přítomnost elektronů po pružné a nepružné srážce způsobují ve vzorku nárůst negativního elektrického náboje tzv. nabíjení vzorku. To je příčinou, že další elektrony jsou odpuzovány. Je proto nutné u nekovových vzorků v našem případě polymerů tento negativní efekt odstranit, což se dělá pokovením povrchu vzorku. Pro pokovení se používá zlato nebo platina případně uhlík.

Pro tvorbu obrazu je možno využít všechny signály, které lze detekovat. Nejčastěji se používají sekundární nebo zpětně odražené elektrony. V případě, že zjišťujeme i prvkové složení detekujeme charakteristické záření X. Nejlepší rozlišení, které pomocí SEM lze v současné době dosáhnout se pohybuje v jednotkách nanometrů. [4]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 5 MĚŘENÉ VZORKY A MEŘICÍ ZAŘÍZENÍ

### 5.1 Měření vzorky

Zkoumané vzorky byly poskytnuty firmou Polymer institute Brno s.r.o.. Jednalo se o izotaktický polypropylen. Ve zkoumané sadě bylo 18 vzorků homopolymeru a 18 vzorků kopolymeru iPP, celkem 36 vzorků. Kopolymery obsahovaly přibližně 3% etylenu.

V 18 vzorcích v každé z variant byla třetina tj. 6 ks bez nukleačního činidla, dalších 6 ks byla s  $\alpha$  nukleačním činidlem ADK STAB NA – 21 od francouzské firmy Adeka Palmarole a posledních 6 kusů s  $\beta$  nukleačním činidlem NJ Star NU-100 od japonské firmy New Japan Chemical Company Ltd.

Vzorky byly připraveny z polymerního prášku za přidání  $\alpha$  nebo  $\beta$  nebo žádného nukleačního činidla extruzí do strun, které byly nasekány na granulát. Tento granulát byl následně slisován.

Polovina každé varianty tj. 9 ks byla ve formě desky o tloušťce 4 mm a druhá polovina ve formě folie o tloušťce 0,4 mm. Pro lisování desky byla užita uzavřená forma, pro folii forma otevřená.

Desky i fólie byly lisovány ve třech krystalizačních módech:

- a) velmi pomalu 1 °C/min
- b) 15 °C/min
- c) velmi rychle – 10<sup>2</sup> °C (z 210 °C teplý lis do 20° C studený lis)

homopolymer iPP				kopolymer iPP			
vzorek č.	deska/folie	nukleační činidlo	typ chlazení	vzorek č.	deska/folie	nukleační činidlo	typ chlazení
1	folie	0	velmi pomalu	19	deska	0	velmi pomalu
2	folie	0	15 °C/min	20	deska	0	15 °C/min
3	folie	0	velmi rychle	21	deska	0	velmi rychle
4	deska	0	velmi pomalu	22	folie	0	velmi pomalu
5	deska	0	15 °C/min	23	folie	0	15 °C/min
6	deska	0	velmi rychle	24	folie	0	velmi rychle
7	folie	$\beta$	velmi pomalu	25	deska	$\beta$	velmi pomalu
8	folie	$\beta$	15 °C/min	26	deska	$\beta$	15 °C/min
9	folie	$\beta$	velmi rychle	27	deska	$\beta$	velmi rychle
10	deska	$\beta$	velmi pomalu	28	folie	$\beta$	velmi pomalu
11	deska	$\beta$	15 °C/min	29	folie	$\beta$	15 °C/min
12	deska	$\beta$	velmi rychle	30	folie	$\beta$	velmi rychle
13	folie	$\alpha$	velmi pomalu	31	deska	$\alpha$	velmi pomalu
14	folie	$\alpha$	15 °C/min	32	deska	$\alpha$	15 °C/min
15	folie	$\alpha$	velmi rychle	33	deska	$\alpha$	velmi rychle
16	deska	$\alpha$	velmi pomalu	34	folie	$\alpha$	velmi pomalu
17	deska	$\alpha$	15 °C/min	35	folie	$\alpha$	15 °C/min
18	deska	$\alpha$	velmi rychle	36	folie	$\alpha$	velmi rychle

Tab. č. 3 Značení vzorků pro měření

## 5.2 Měřicí zařízení

Pro RTG difrakční analýzu bylo použito laboratorní zařízení X'Pert od nizozemské firmy PANalytical na FT UTB ve Zlíně. Měření probíhalo za laboratorní teploty při použití budičeho napětí 40 kV a proudu 30mA. V tomto měřicím přístroji je charakteristickým kovem CU  $K_{\alpha}$ , který je následně  $N_i$  filtrován. Naměřená data byla zpracována programem X'Pert Data Collector (PANalytical, Nizozemí) a následně vyhodnocena v programu X'Pert HighScore Software od téže firmy.

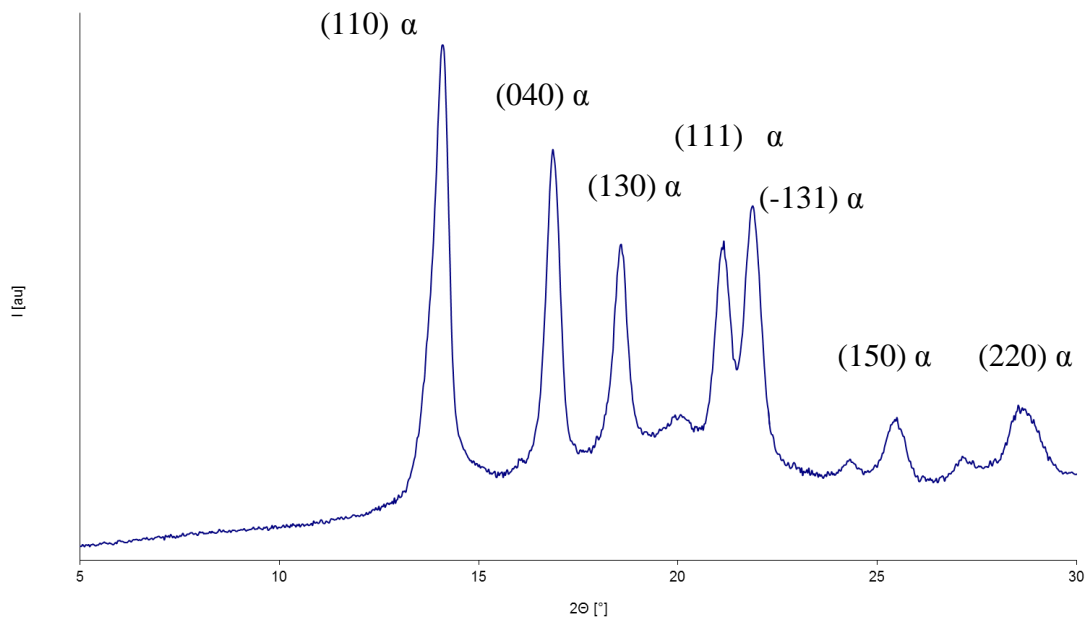
DSC analýzu prováděl dodavatel vzorků – Polymer institute Brno s.r.o. – na kalorimetru Q100 od americké firmy TA Instruments. Pro zjištění vlivu tepelné přípravy vzorků na jednotlivé fáze byl měřen pouze jeden ohřev. Teplota ohřevu byla 10°C/min. Naměřená data byla poskytnuta ve formě souborů MS Excel.

SEM analýza byla prováděna na vybraných vzorcích v Centru polymerních materiálů FT UTB na elektronovém mikroskopu Vega české společnosti Tescan a.s.. Pro měření vzorků byl použit detektor SE, při napětích 5kV a zvětšení 1000x až 10000x. Vzorek byl připraven selektivním leptáním v 1 % roztoku  $KMnO_4$  s 85 %  $H_3PO_4$  po dobu 10 minut. Tímto bylo odleptána amorfnní fáze pro zvýraznění fáze krystalické. Následně byl vzorek pokoven tenkou vrstvou zlata. Pro mikroskopické pozorování byly vybrány vzorky pomalu a velmi rychle chlazené.

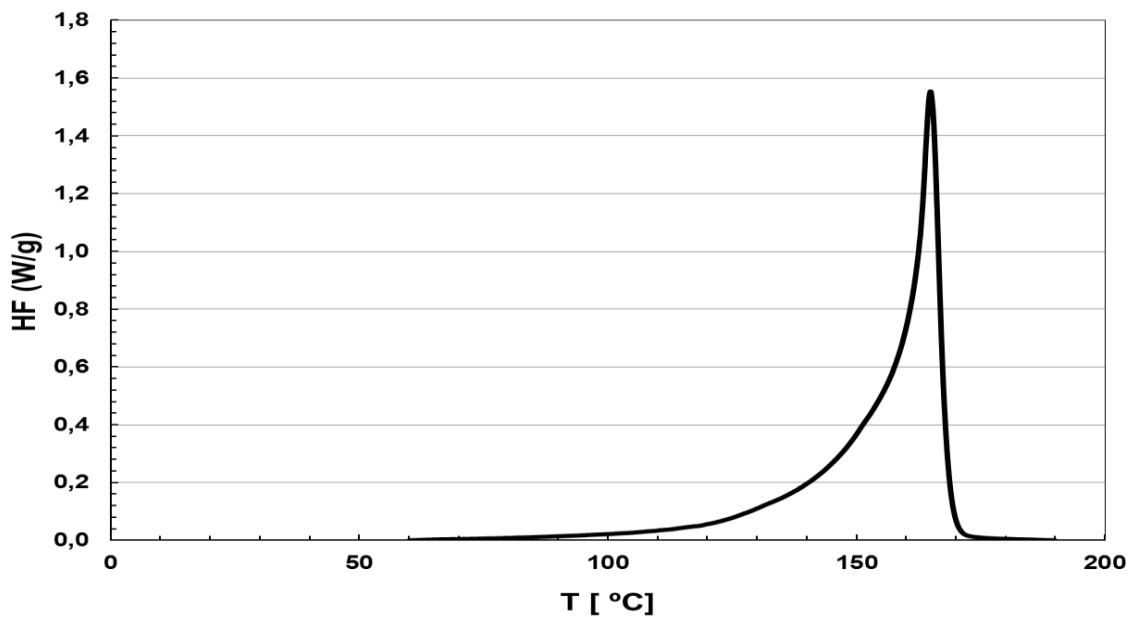
### 5.3 Homopolymery

Grafické výstupy z měření homopolymerů na RTG difraktometru, DSC a SEM.

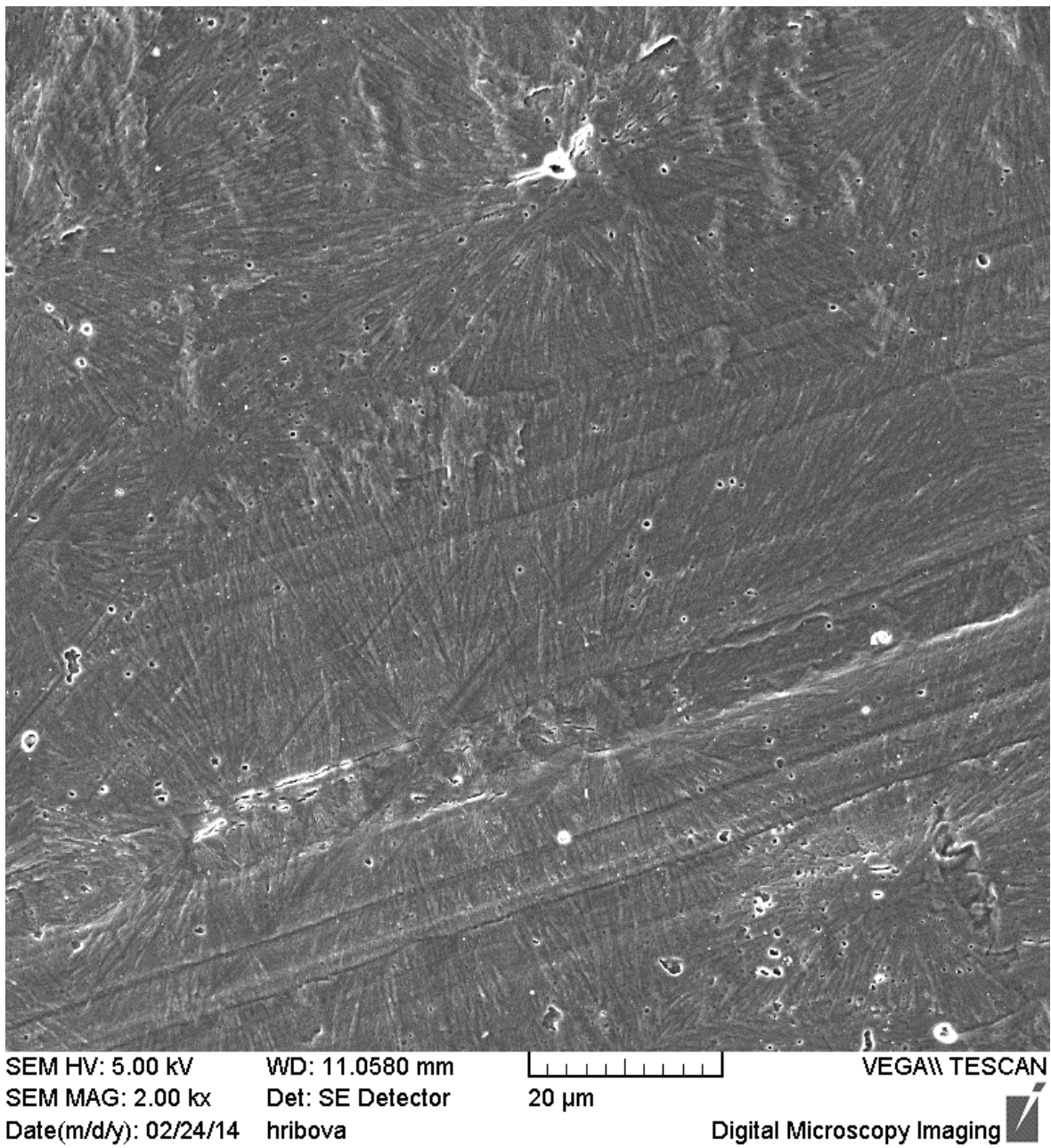
#### 5.3.1 Vzorek č. 1 velmi pomalu chlazená folie bez nukleačního činidla



Obr. č. 15 RTG difraktogram vzorku č. 1, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



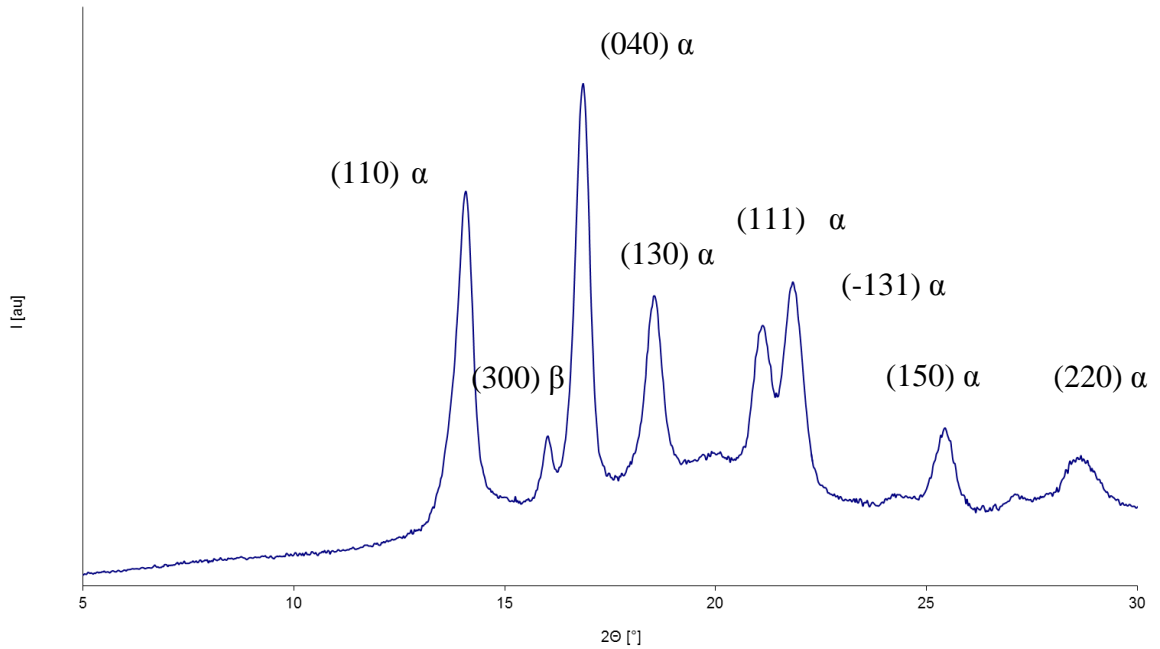
Obr. č. 16 DSC termogram vzorku č. 1  $T_m$  165,1 [°C],  $\Delta H$  118,2 [J/g]



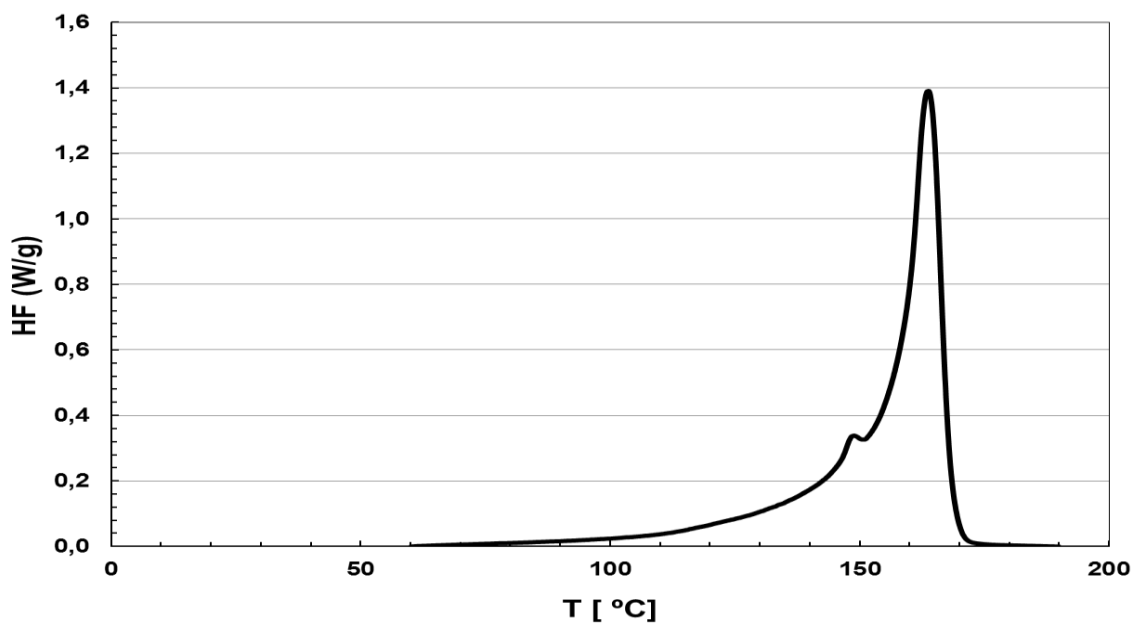
Obr. č. 17 SEM zobrazení vzorku č. 1



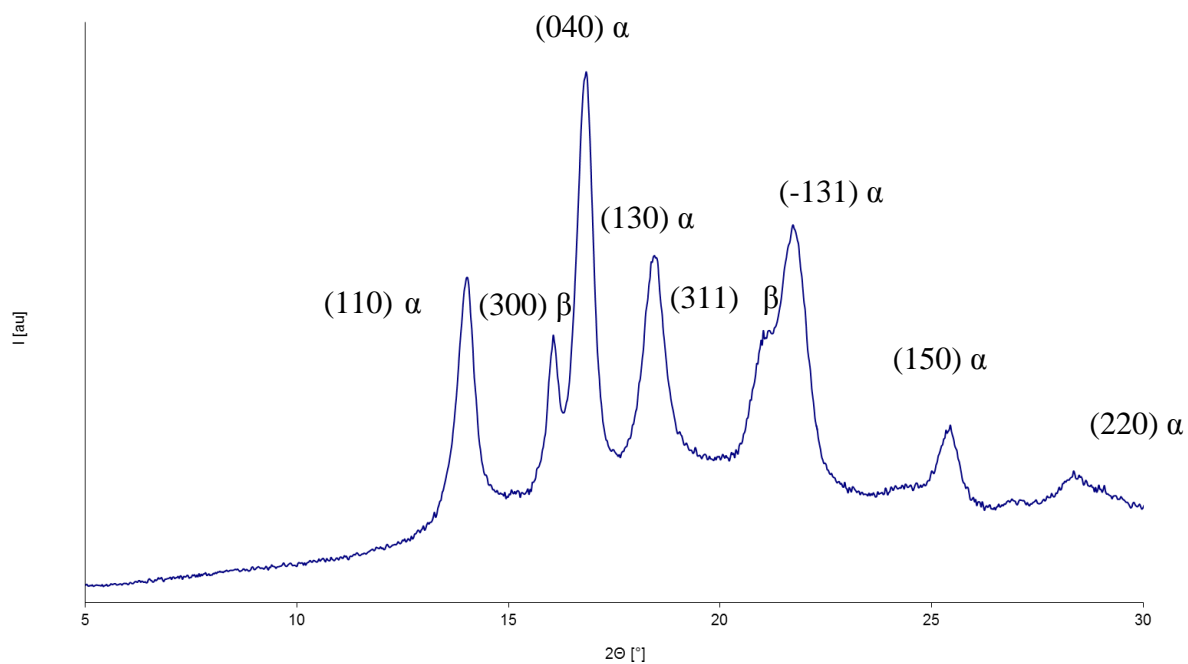
## 5.3.2 Vzorek č. 2 15 °C/min chlazená folie bez nukleačního činidla



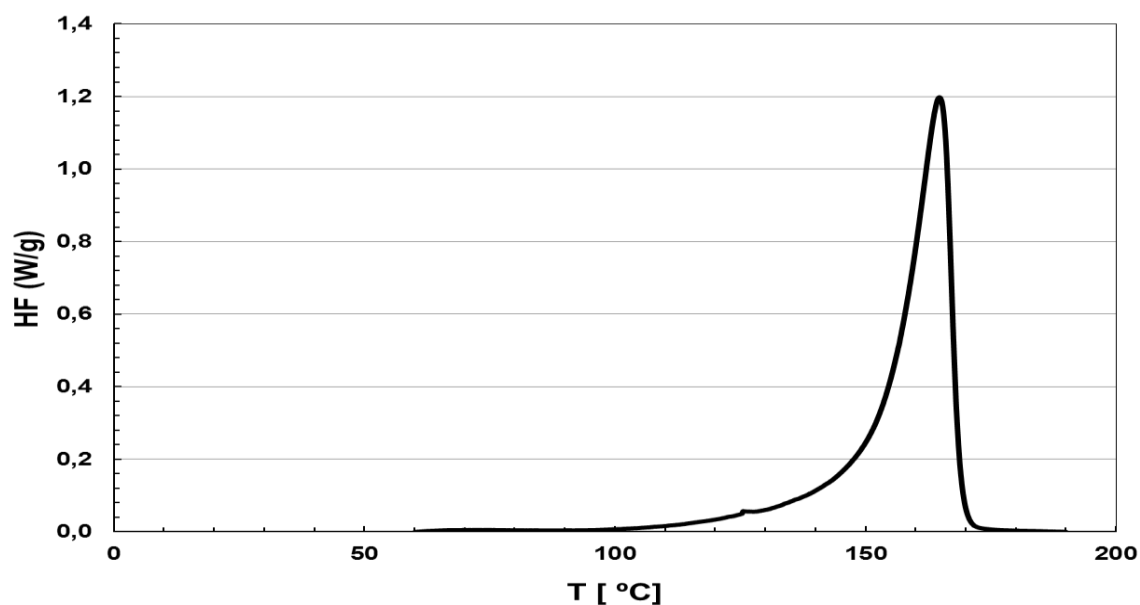
Obr. č. 18 RTG difraktogram vzorku č. 2, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 19 DSC termogram vzorku č. 2  $T_m 164,0$  [°C],  $\Delta H 110,8$  [J/g]

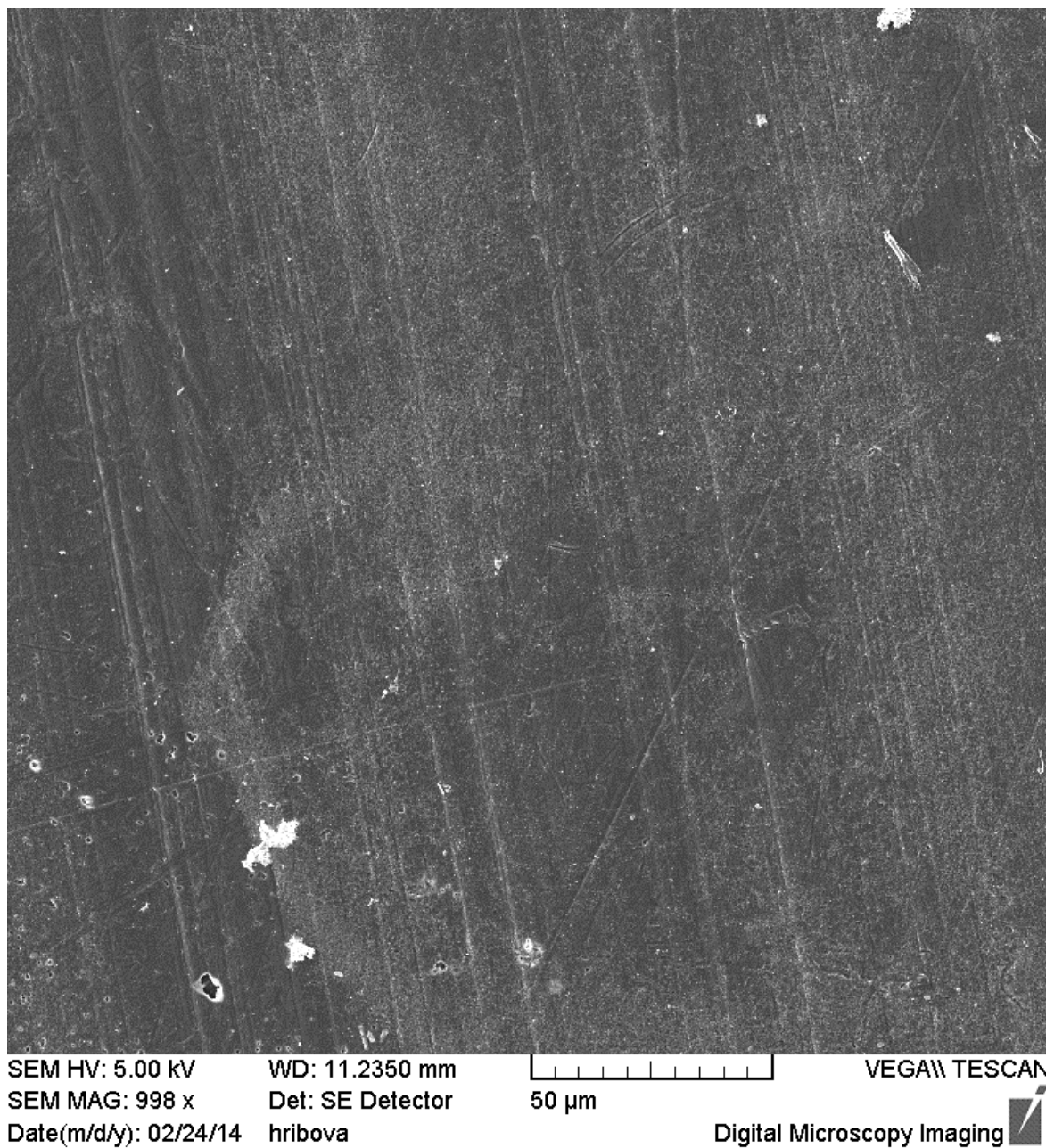
## 5.3.3 Vzorek č. 3 velmi rychle chlazená folie bez nukleačního činidla



Obr. č. 20 RTG difraktogram vzorku č. 3, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

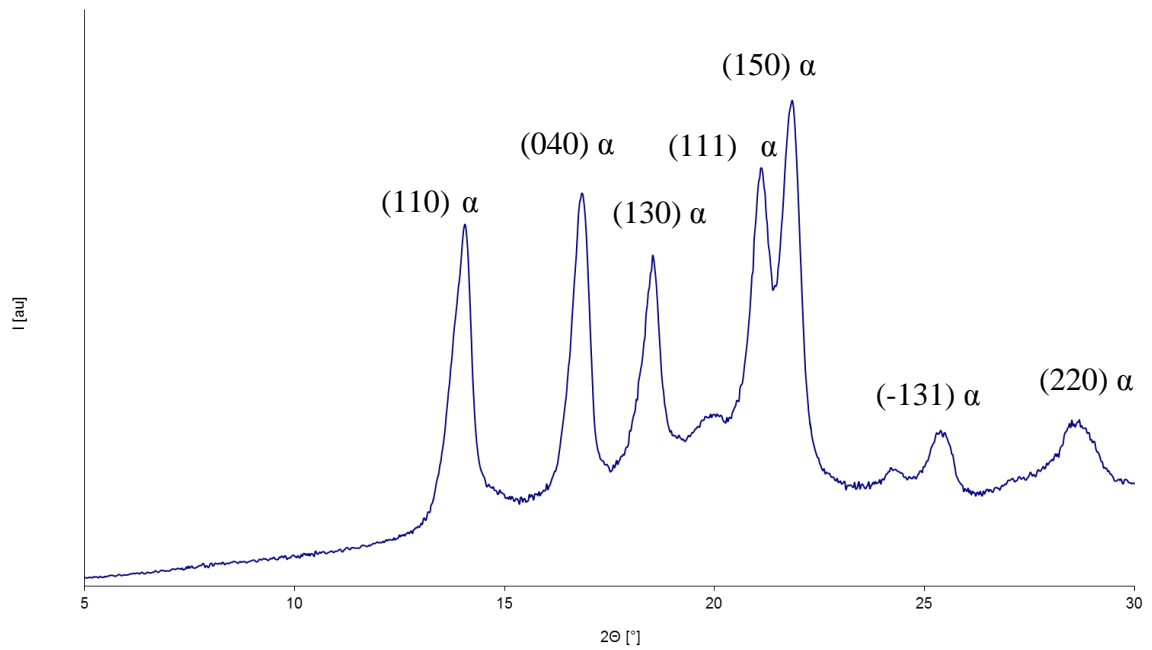


Obr. č. 21 DSC termogram vzorku č. 3  $T_m$  164,8 [°C],  $\Delta H$  95,5 [J/g]

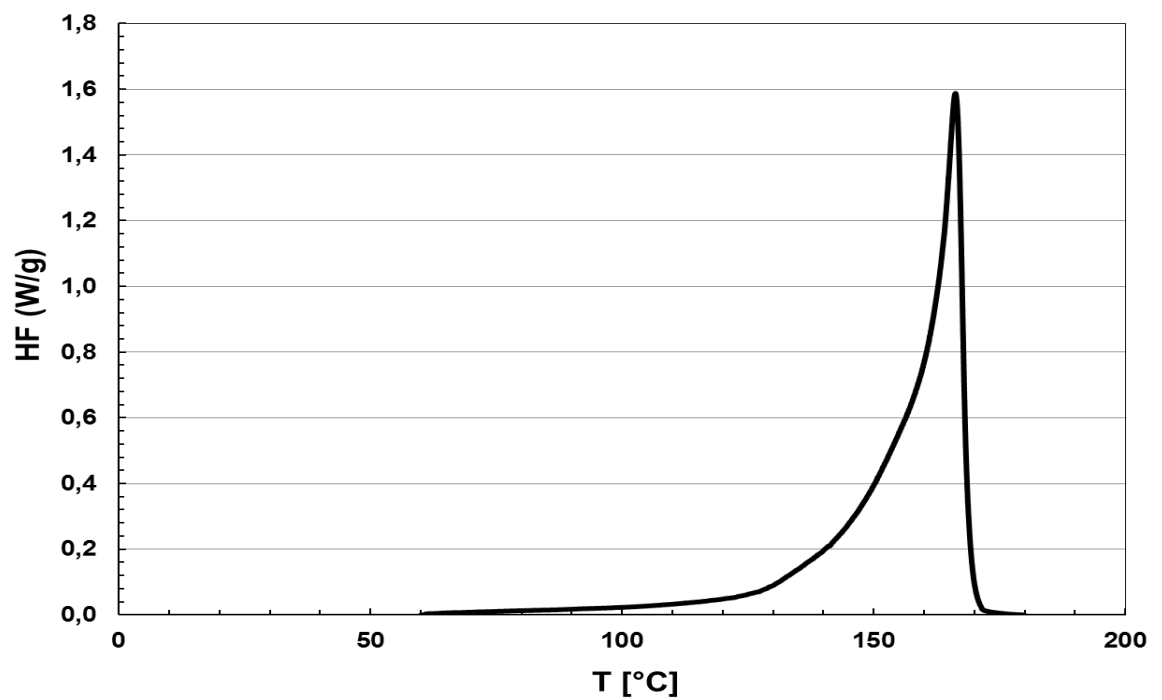


Obr. č. 22 SEM zobrazení vzorku č. 3

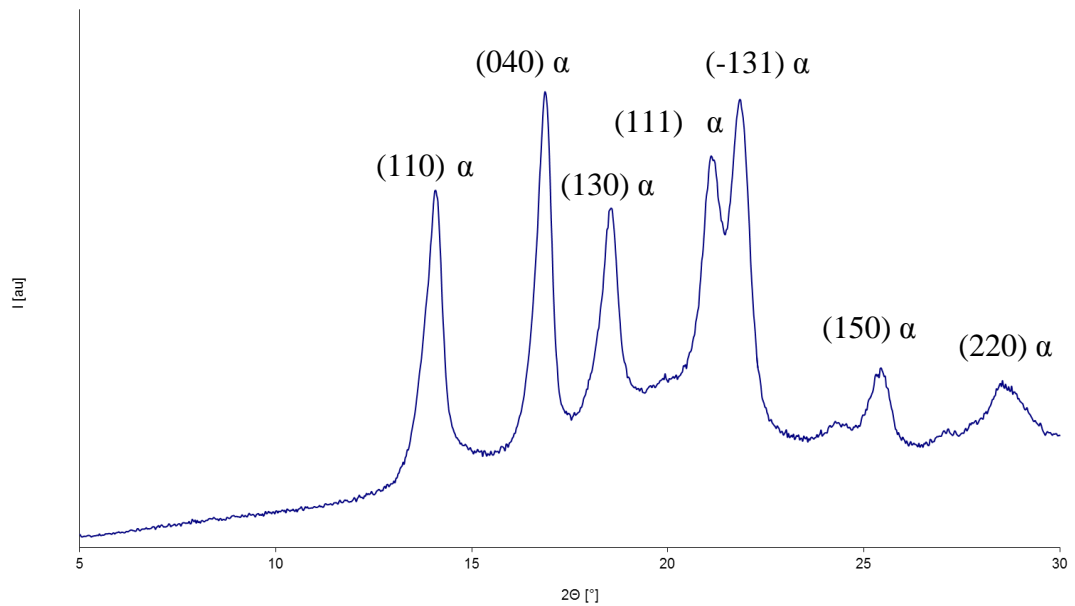
## 5.3.4 Vzorek č. 4 velmi pomalu chlazená deska bez nukleačního činidla



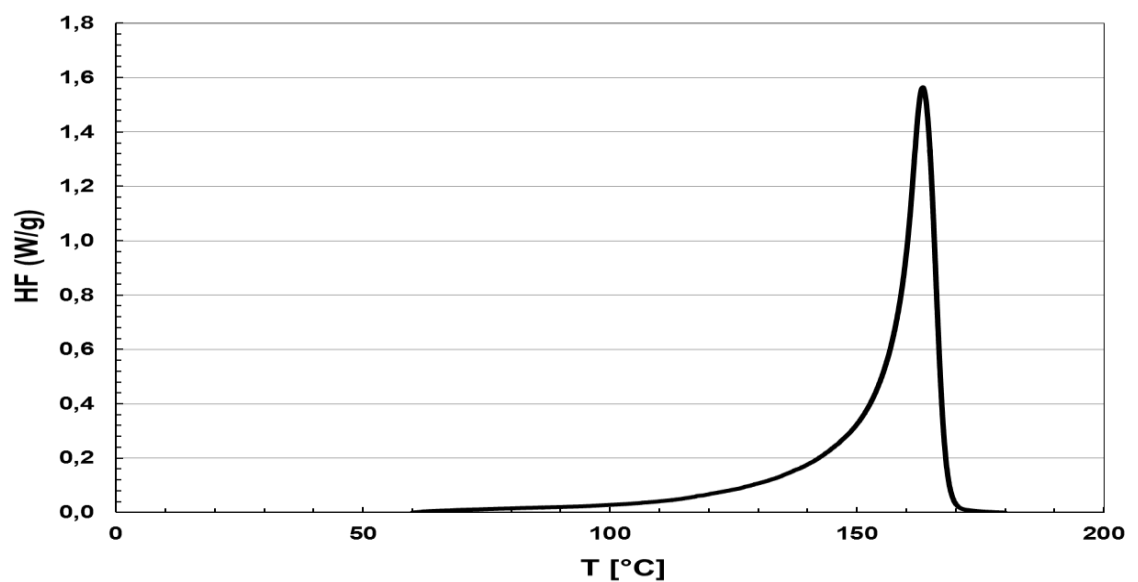
Obr. č. 23 RTG difraktogram vzorku č. 4, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 24 DSC termogram vzorku č. 4  $T_m$  166,3 [°C],  $\Delta H$  125,8 [J/g]

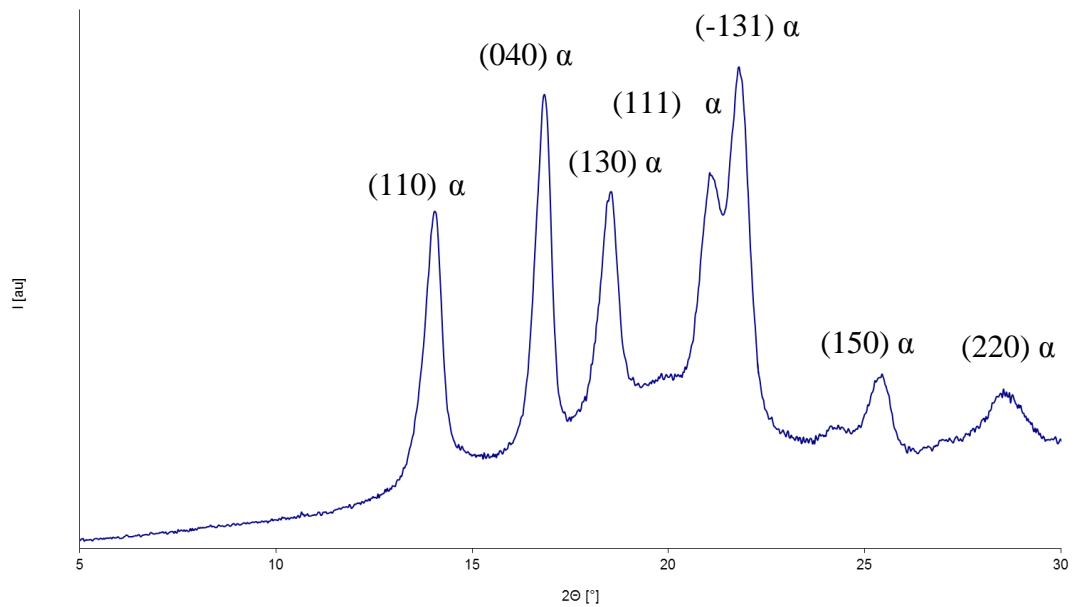
## 5.3.5 Vzorek č. 5 15 °C/min chlazená deska bez nukleačního činidla



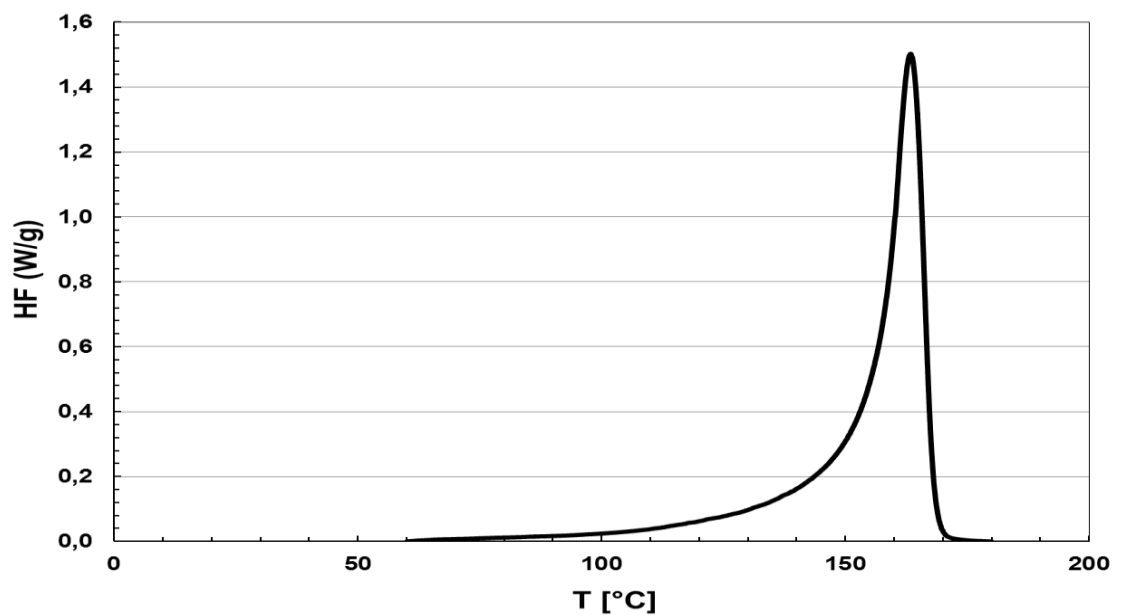
Obr. č. 25 RTG difraktogram vzorku č. 5, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

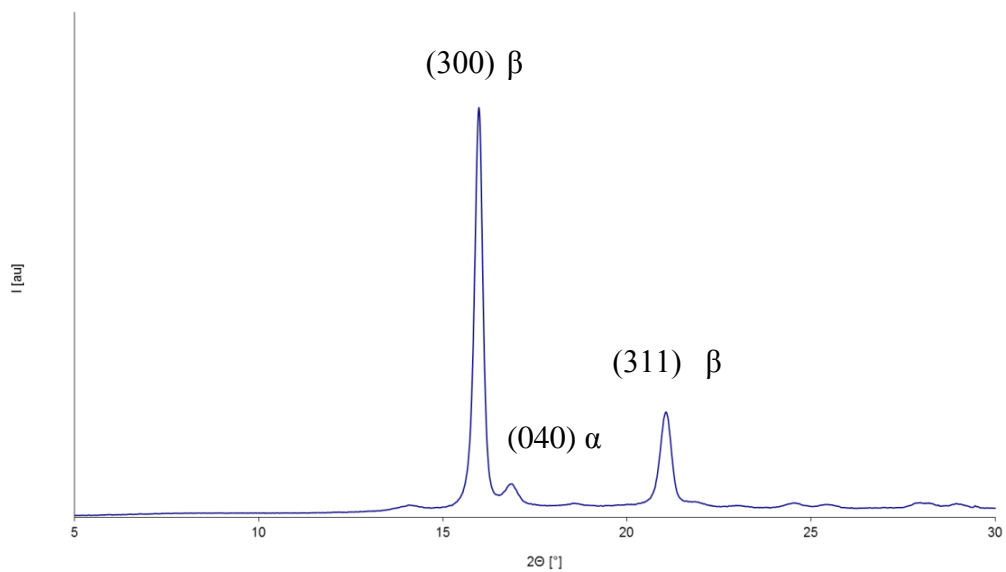
Obr. č. 26 DSC termogram vzorku č. 5  $T_m$  163,7 [°C],  $\Delta H$  120,1 [J/g]

## 5.3.6 Vzorek č. 6 velmi rychle chlazená deska bez nukleačního činidla

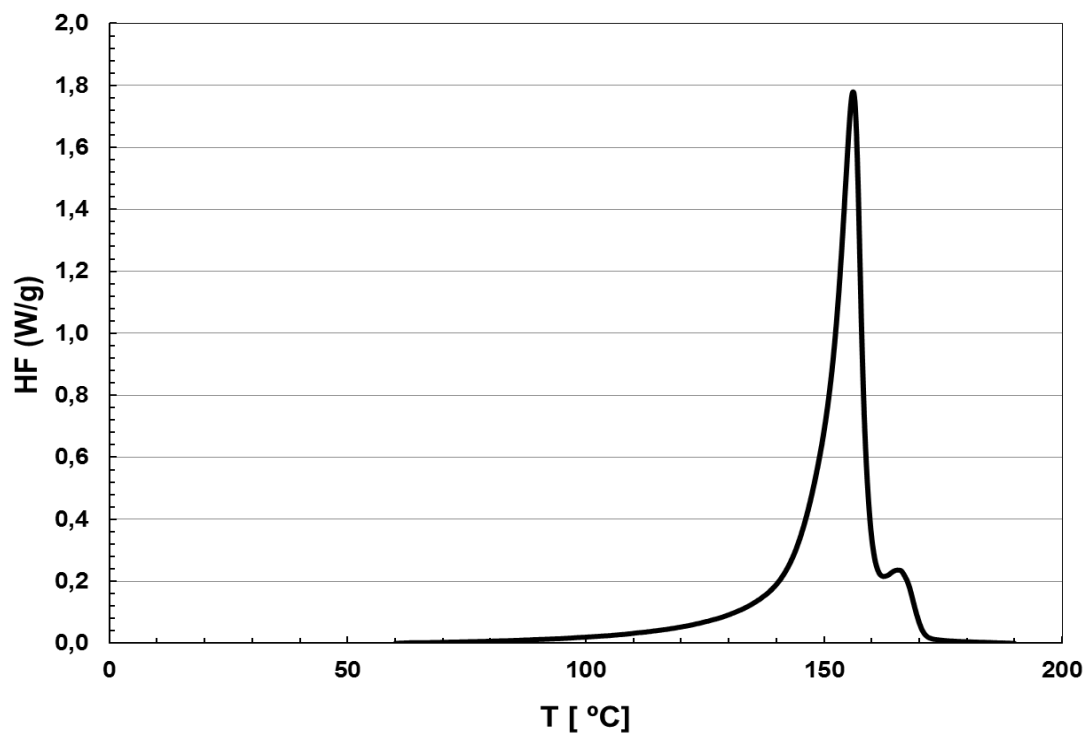


Obr. č. 27 RTG difraktogram vzorku č. 6, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

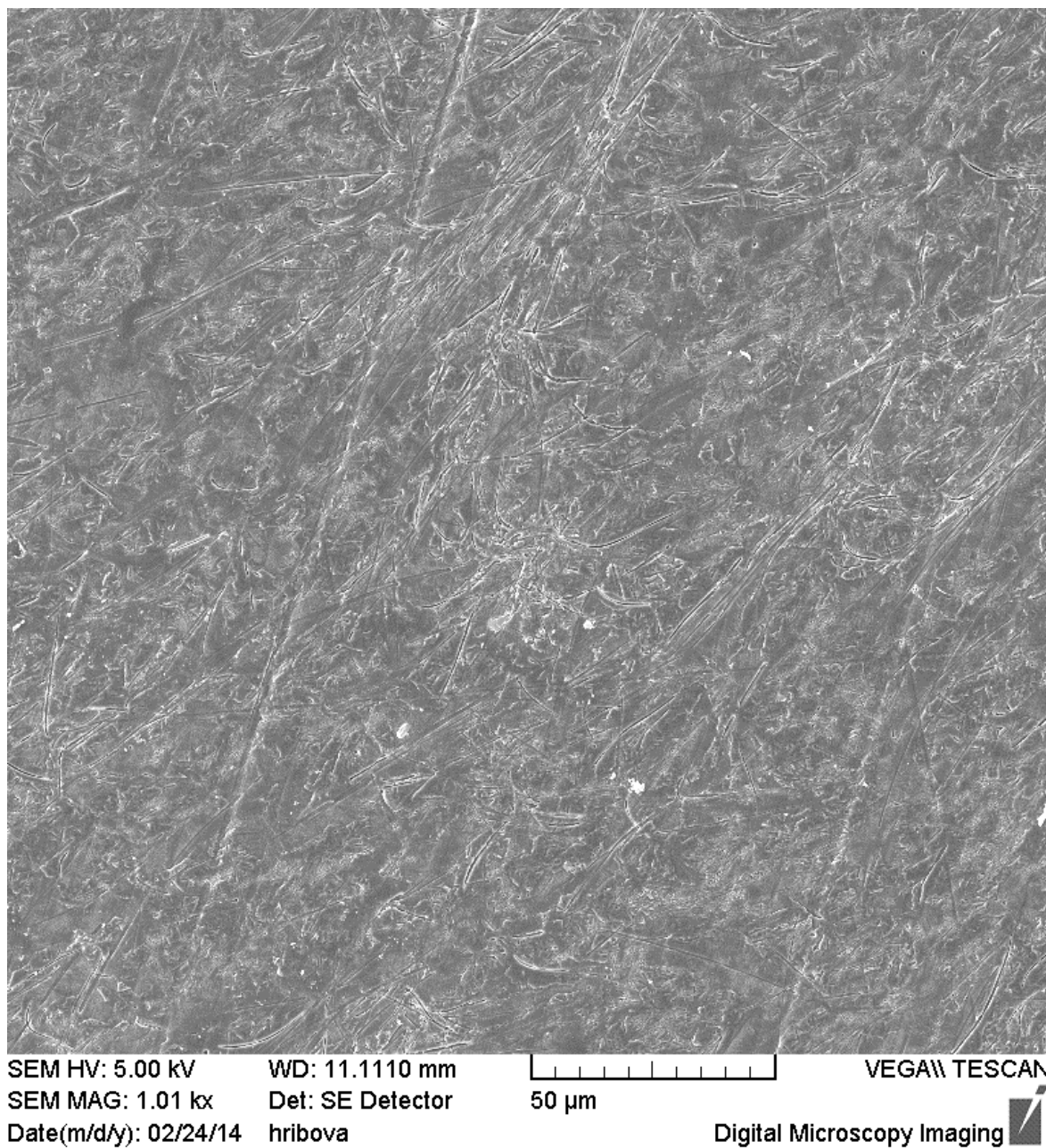
Obr. č. 28 DSC termogram vzorku č. 6  $T_m$  163,7 [°C],  $\Delta H$  117,0 [J/g]

5.3.7 Vzorek č. 7 velmi pomalu chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 29 RTG difraktogram vzorku č. 7, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

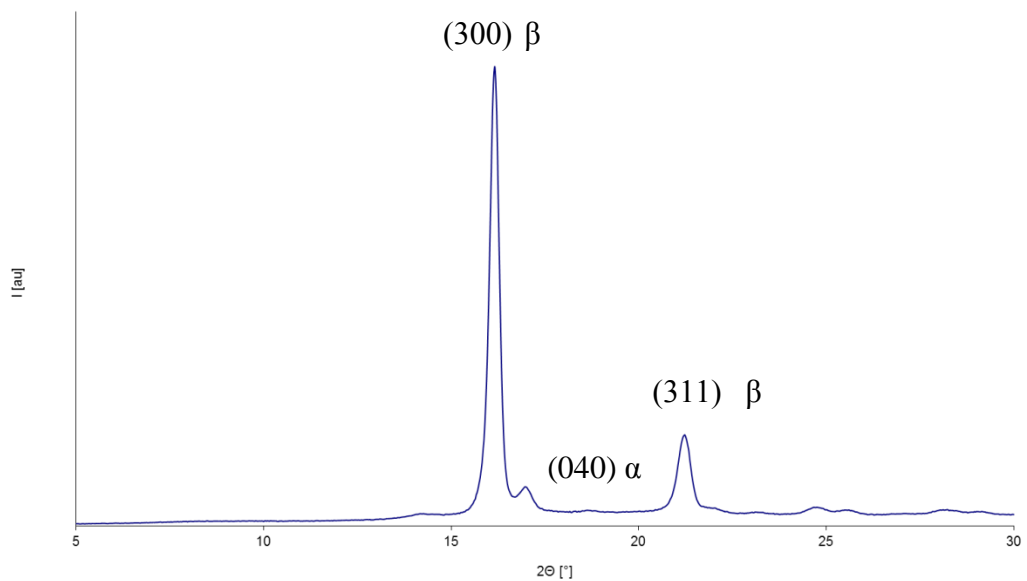


Obr. č. 30 DSC termogram vzorku č. 7  $T_m$  165,9 [°C],  $\Delta H$  11,2 [J/g],  $T_m$  156,7 [°C],  $\Delta H$  106,8 [J/g]

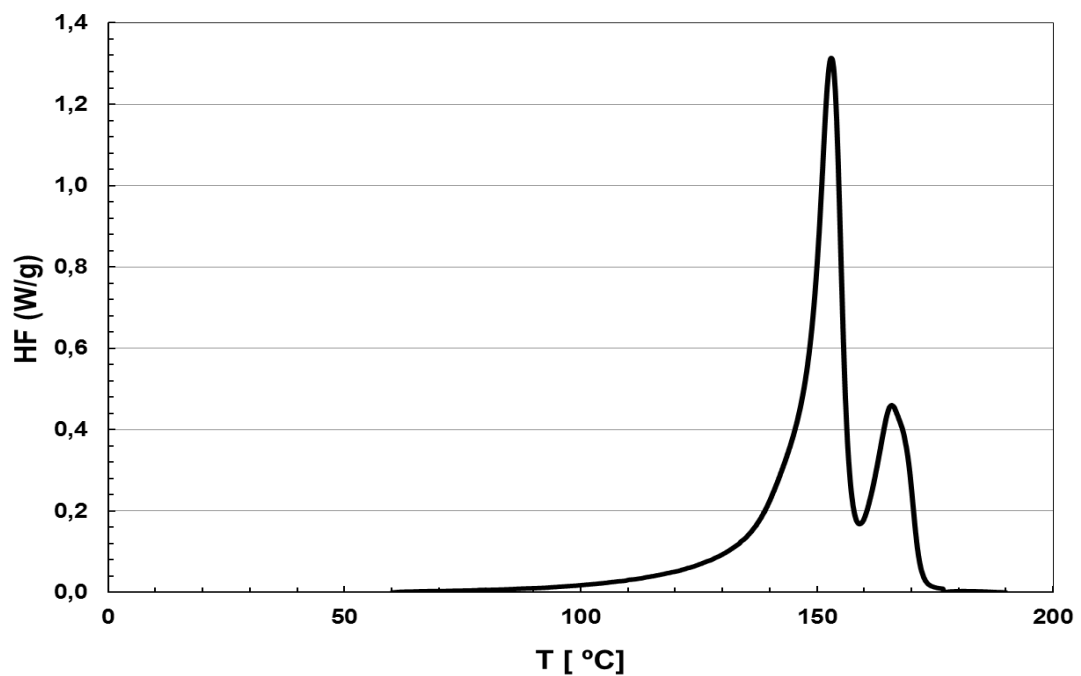


Obr. č. 31 SEM zobrazení vzorku č. 7

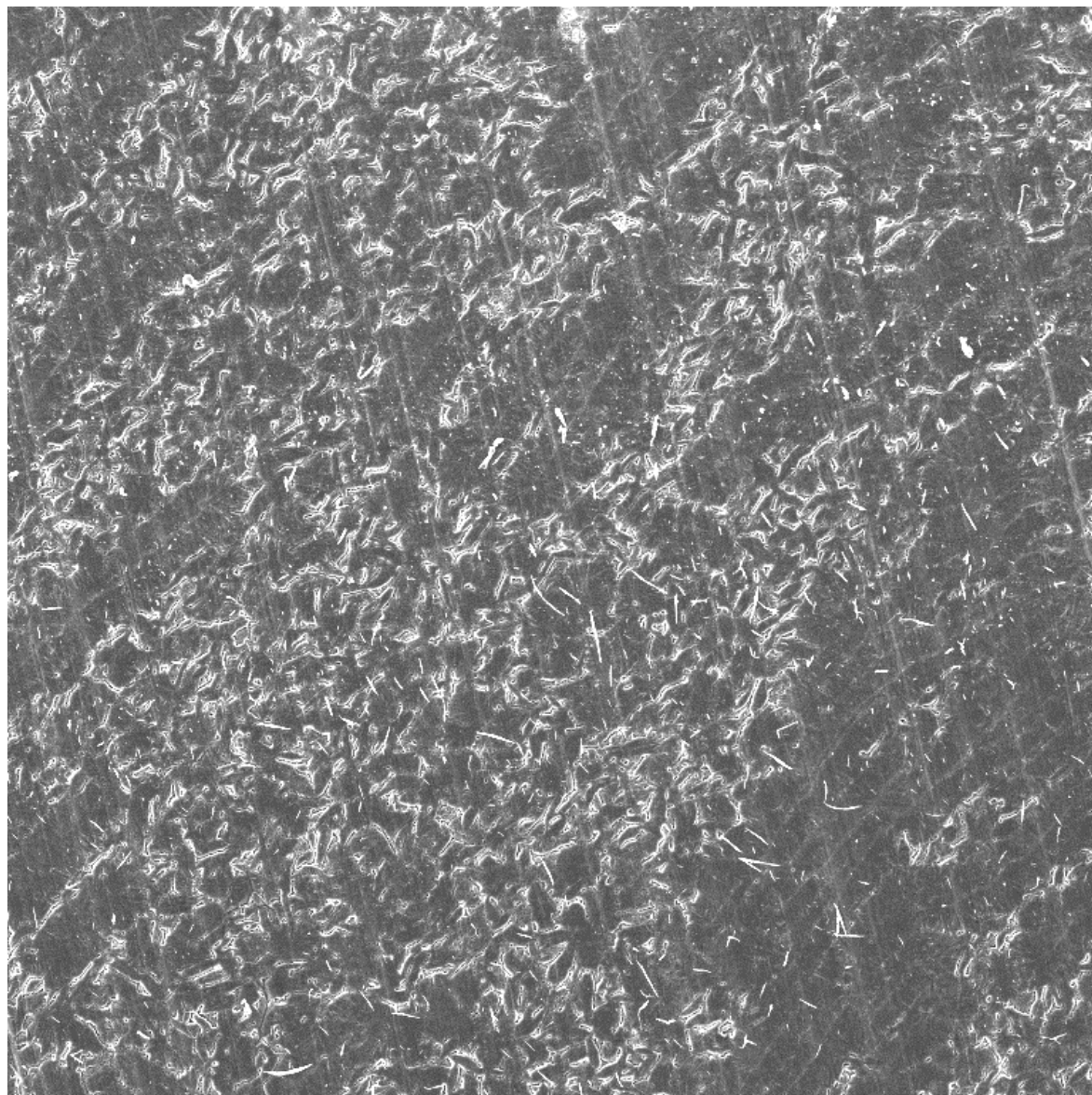


5.3.8 Vzorek č. 8 15 °C/min chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 32 RTG difraktogram vzorku č. 8, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



Obr. č. 33 DSC termogram vzorku č. 8  $T_m$  166,4 [°C],  $\Delta H$  25,7 [J/g],  $T_m$  153,0 [°C],  $\Delta H$  82,7 [J/g]



SEM HV: 5.00 kV

WD: 11.1840 mm

SEM MAG: 1.00 kx

Det: SE Detector

Date(m/d/y): 02/24/14

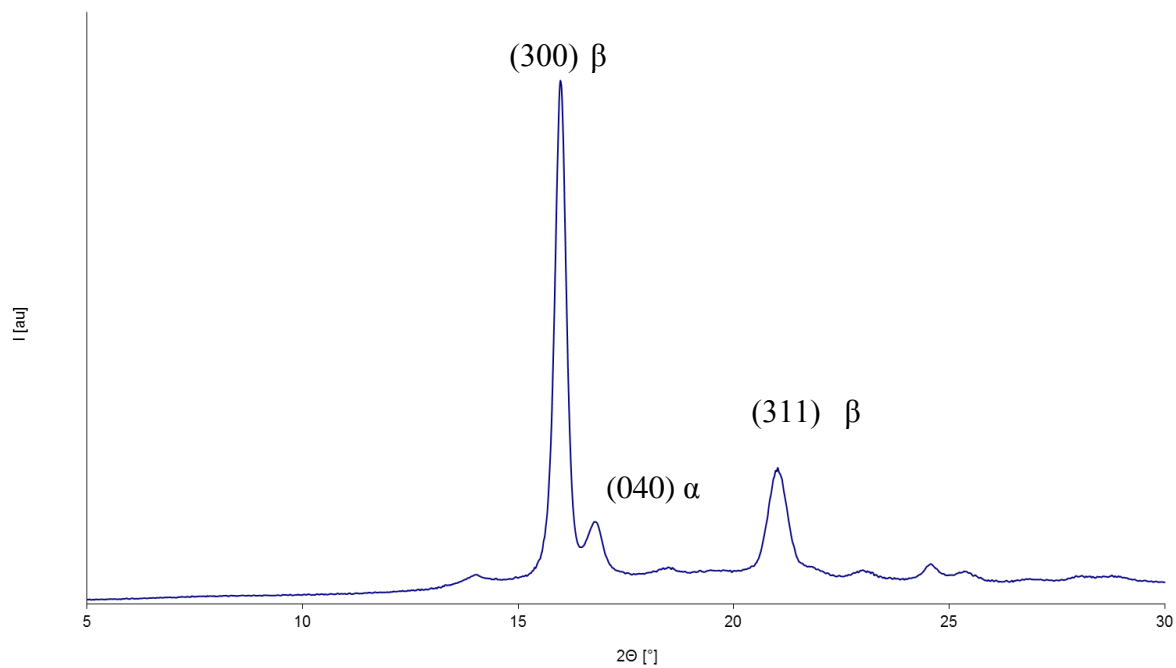
hribova

50 µm

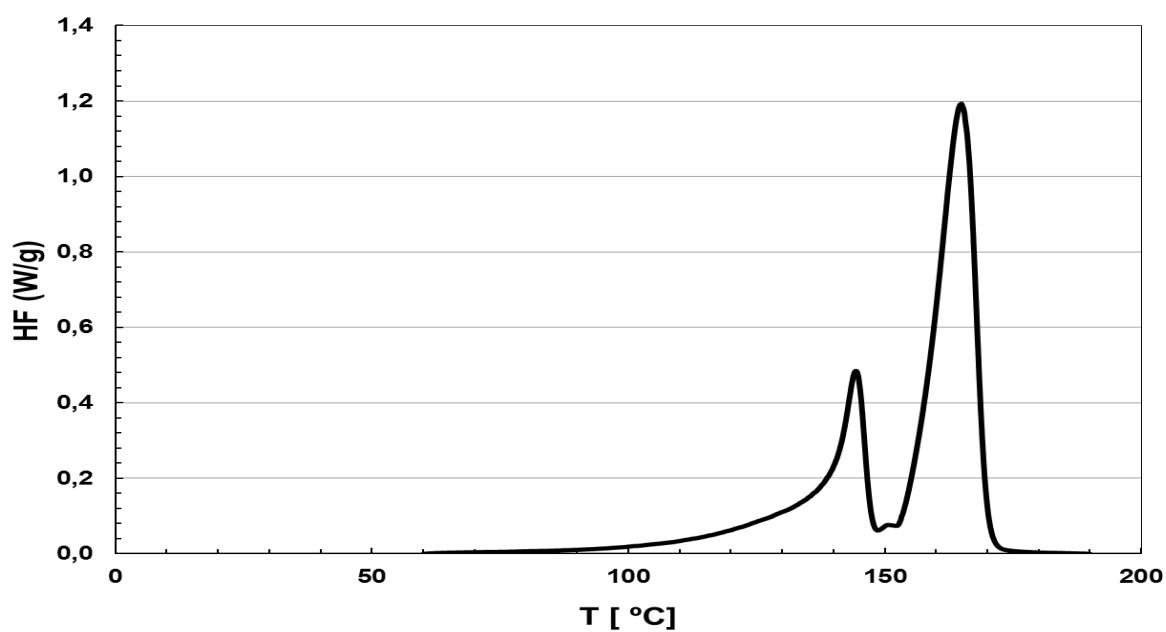
VEGA\\ TESCAN

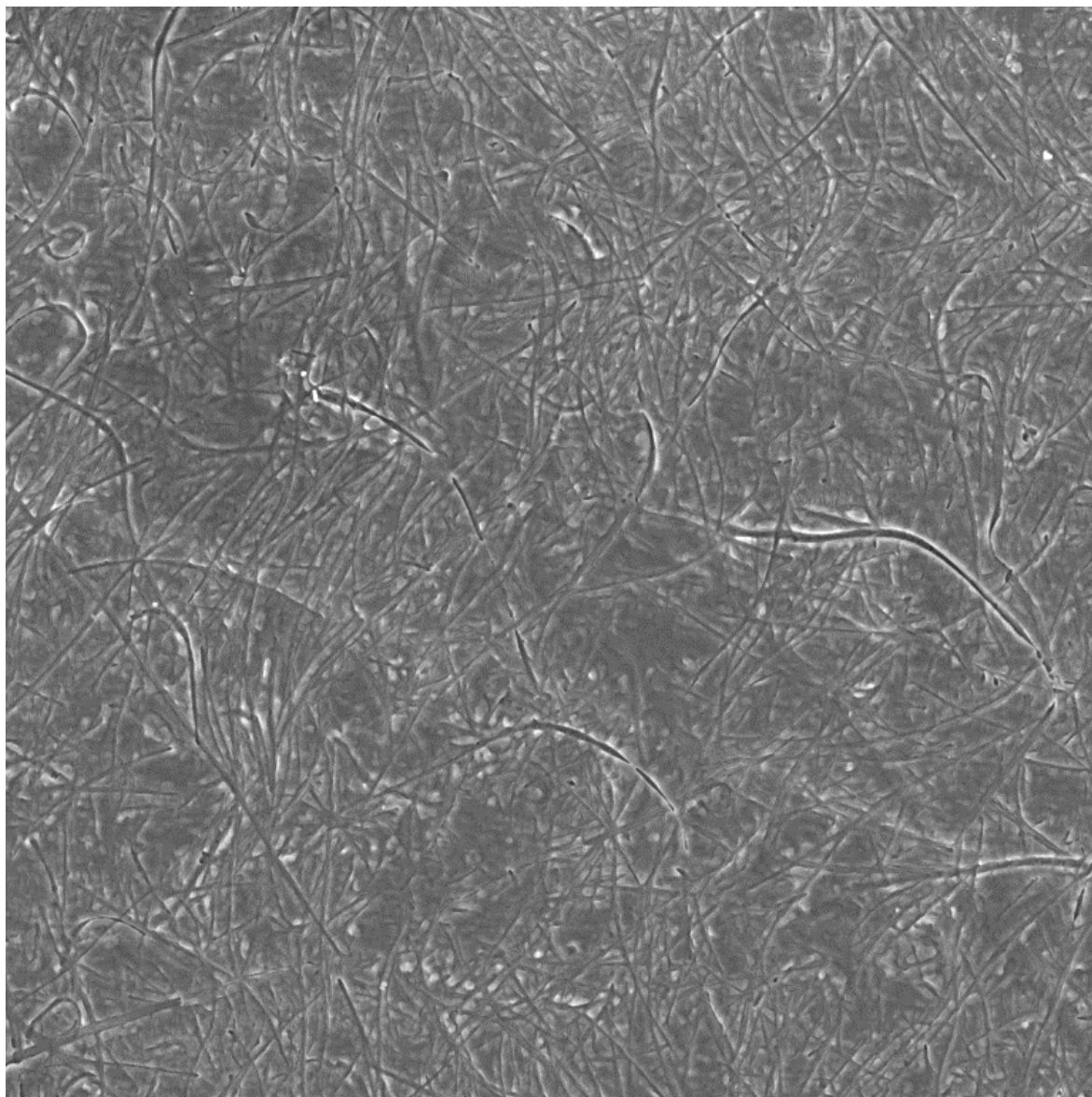
Digital Microscopy Imaging

Obr. č. 34 SEM zobrazení vzorku č. 8

5.3.9 Vzorek č. 9 velmi rychle chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 35 RTG difraktogram vzorku č. 9, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 36 DSC termogram vzorku č. 9  $T_m$  164,7 [°C],  $\Delta H$  80,8 [J/g],  $T_m$  144,5 [°C],  $\Delta H$  19,5 [J/g]



SEM HV: 5.00 kV

WD: 10.9350 mm

SEM MAG: 3.00 kx

Det: SE Detector

Date(m/d/y): 02/24/14

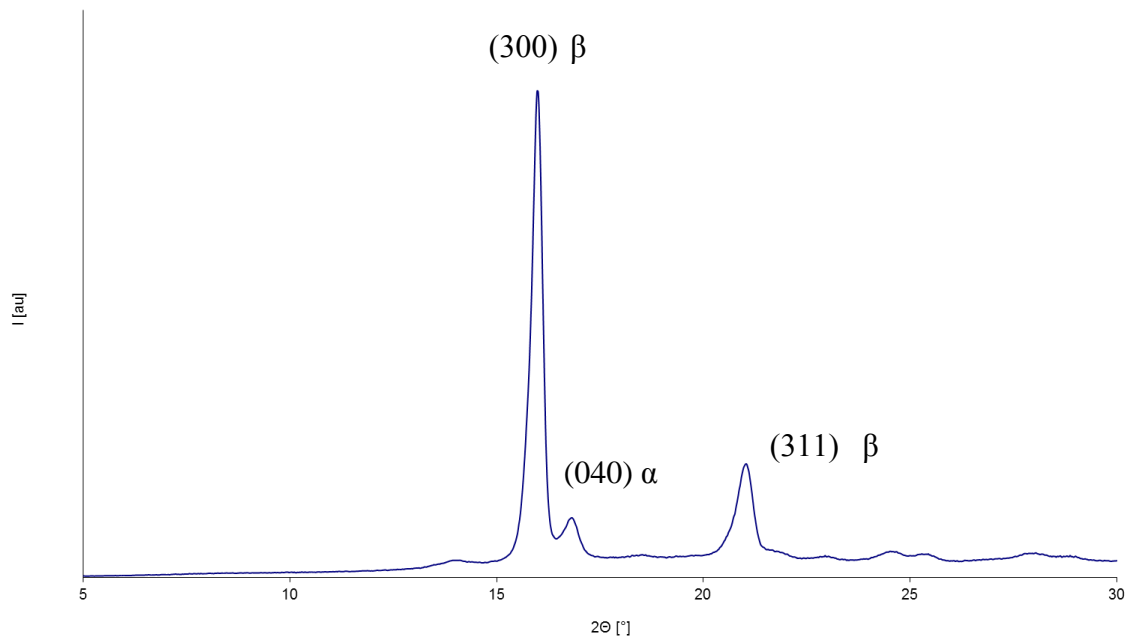
hribova

20 µm

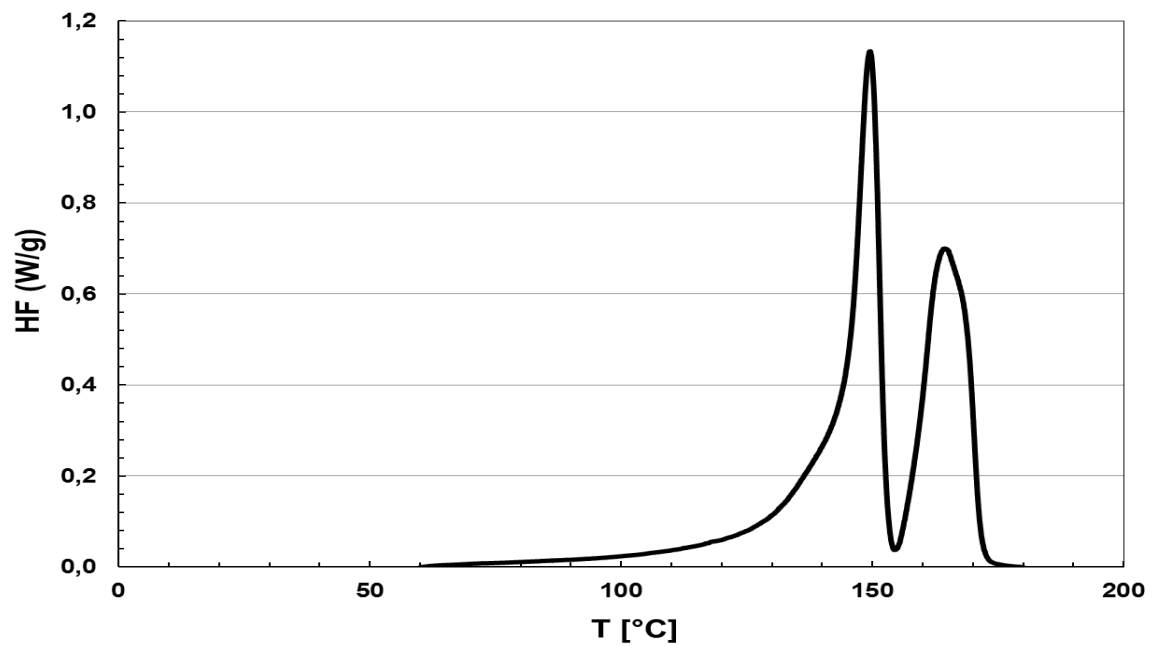
VEGA\\ TESCAN

Digital Microscopy Imaging

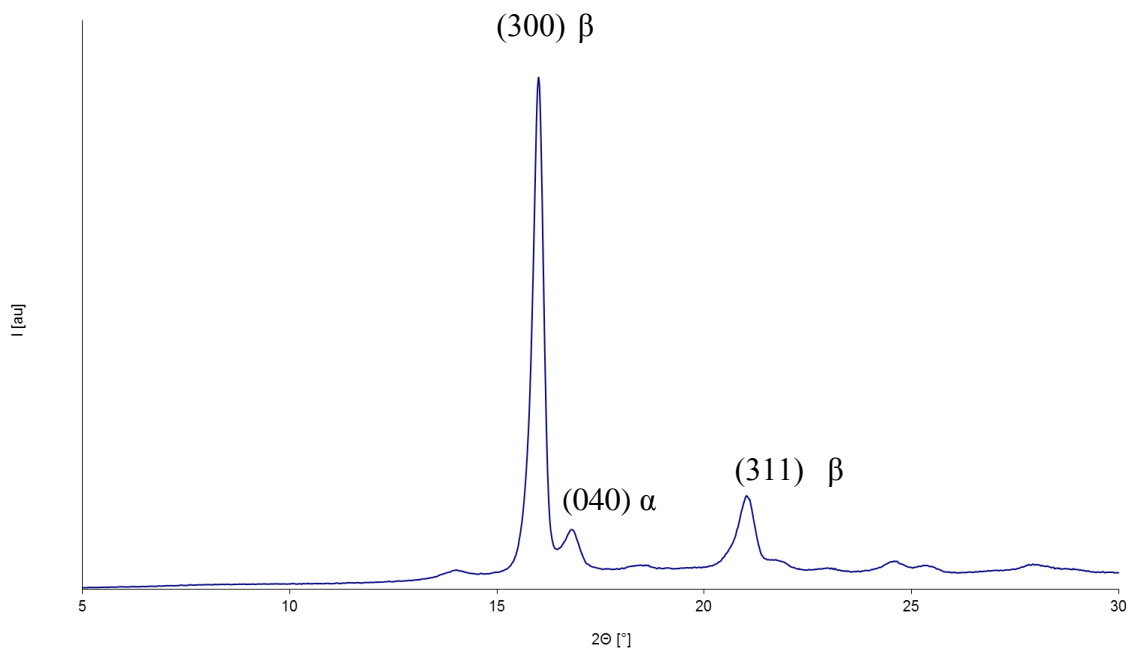
Obr. č. 37 SEM zobrazení vzorku č. 9

5.3.10 Vzorek č. 10 velmi pomalu chlazená deska s  $\beta$  nukleačním činidlem

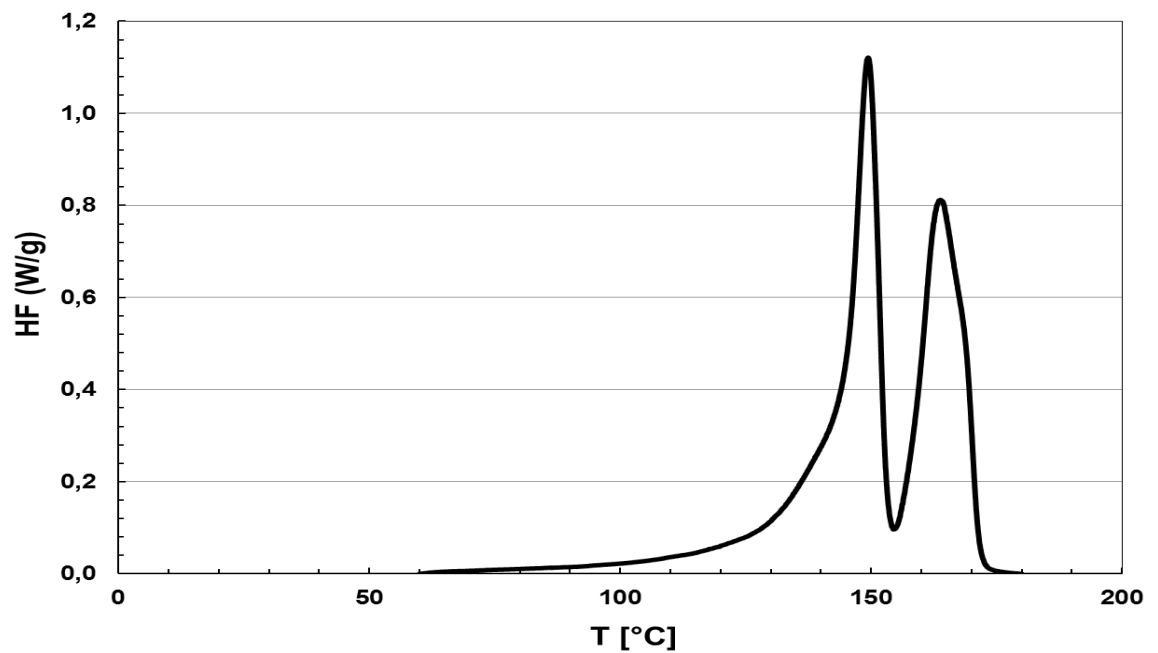
Obr. č. 38 RTG difraktogram vzorku č. 10, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

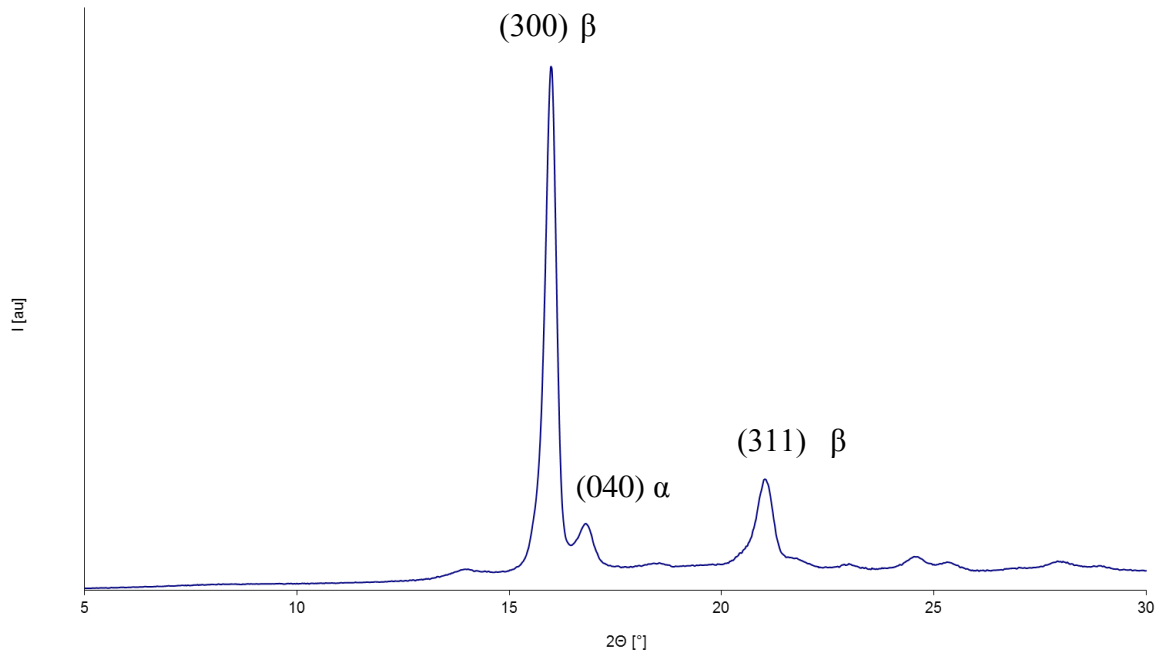


Obr. č. 39 DSC termogram vzorku č. 10  $T_m$  165,0 [°C],  $\Delta H$  40,4 [J/g],  $T_m$  150,4 [°C],  $\Delta H$  79,8 [J/g]

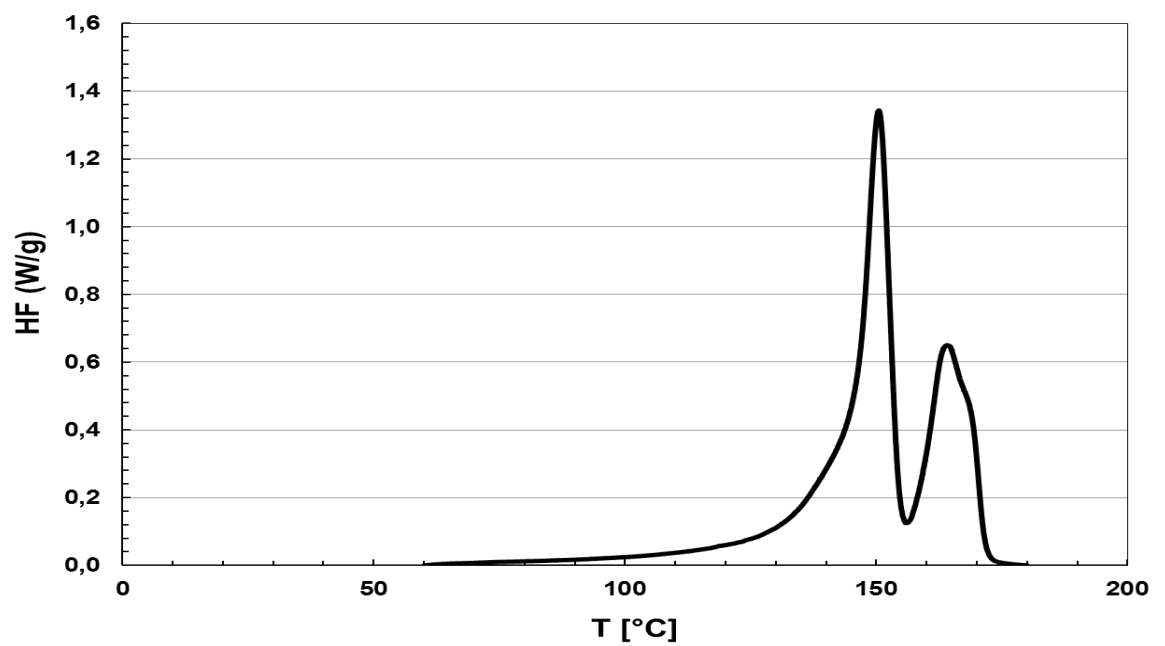
5.3.11 Vzorek č. 11 15 °C/min chlazená deska s  $\beta$  nukleačním činidlem

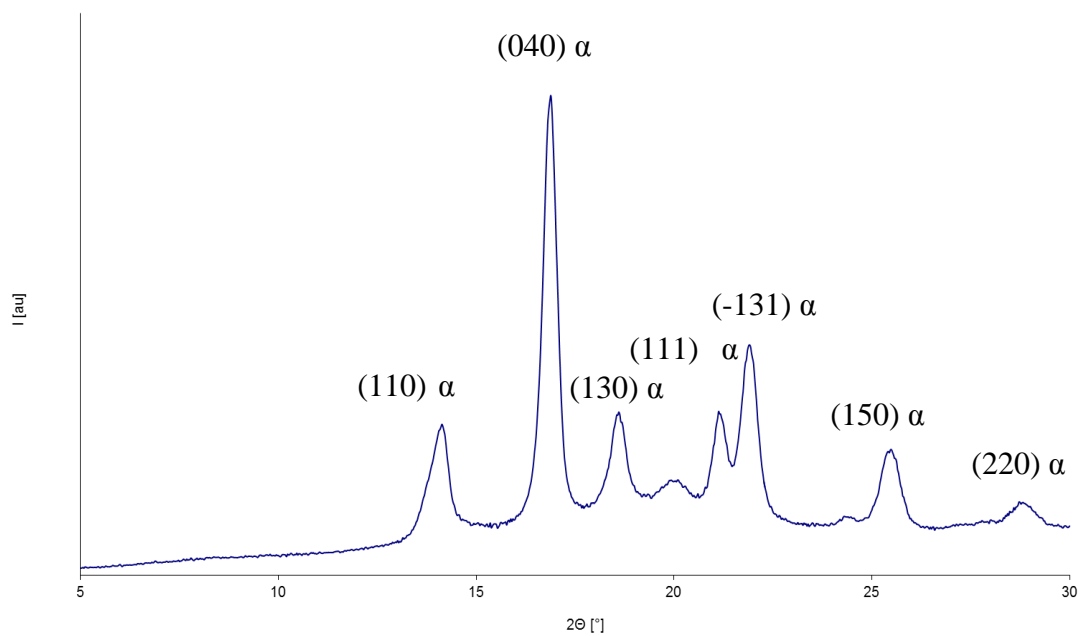
Obr. č. 40 RTG difraktogram vzorku č. 11, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 41 DSC termogram vzorku č. 11  $T_m$  165,1 [°C],  $\Delta H$  44,7 [J/g],  $T_m$  149,6 [°C],  $\Delta H$  66,3 [J/g]

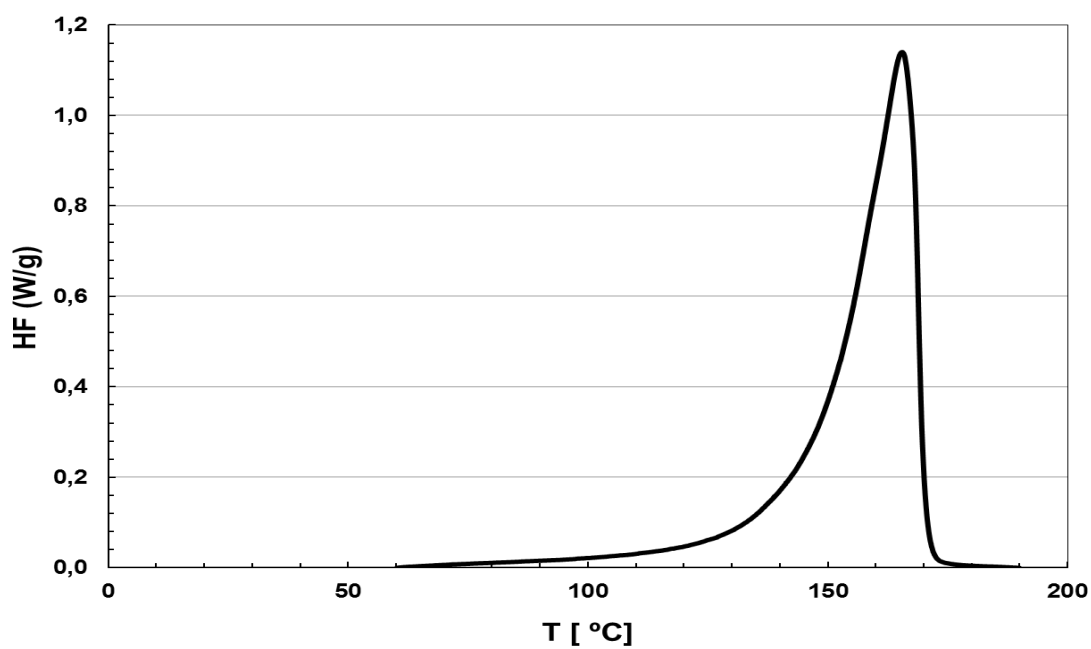
5.3.12 Vzorek č. 12 velmi rychle chlazená deska s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 42 RTG difraktogram vzorku č. 12, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 43 DSC termogram vzorku č. 12  $T_m$  164,5  $^\circ\text{C}$ ,  $\Delta H$  50,2  $[\text{J/g}]$ ,  $T_m$  149,4  $^\circ\text{C}$ ,  $\Delta H$  68,0  $[\text{J/g}]$

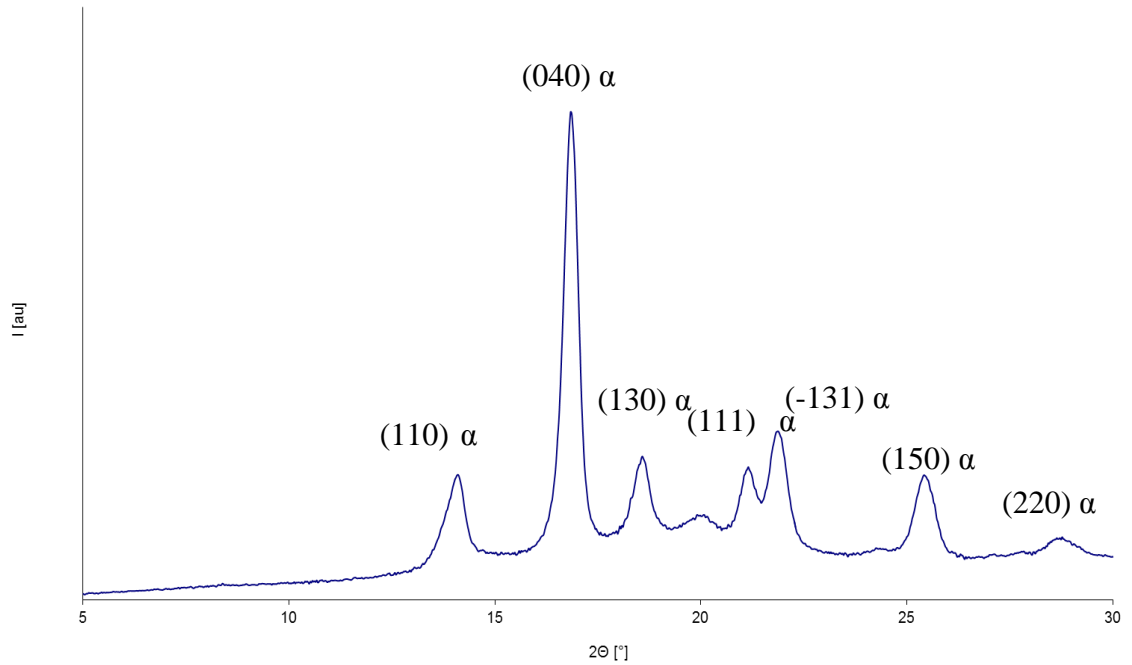
5.3.13 Vzorek č. 13 velmi pomalu chlazená folie s  $\alpha$  nukleačním činidlem

Obr. č. 44 RTG difraktogram vzorku č. 13, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

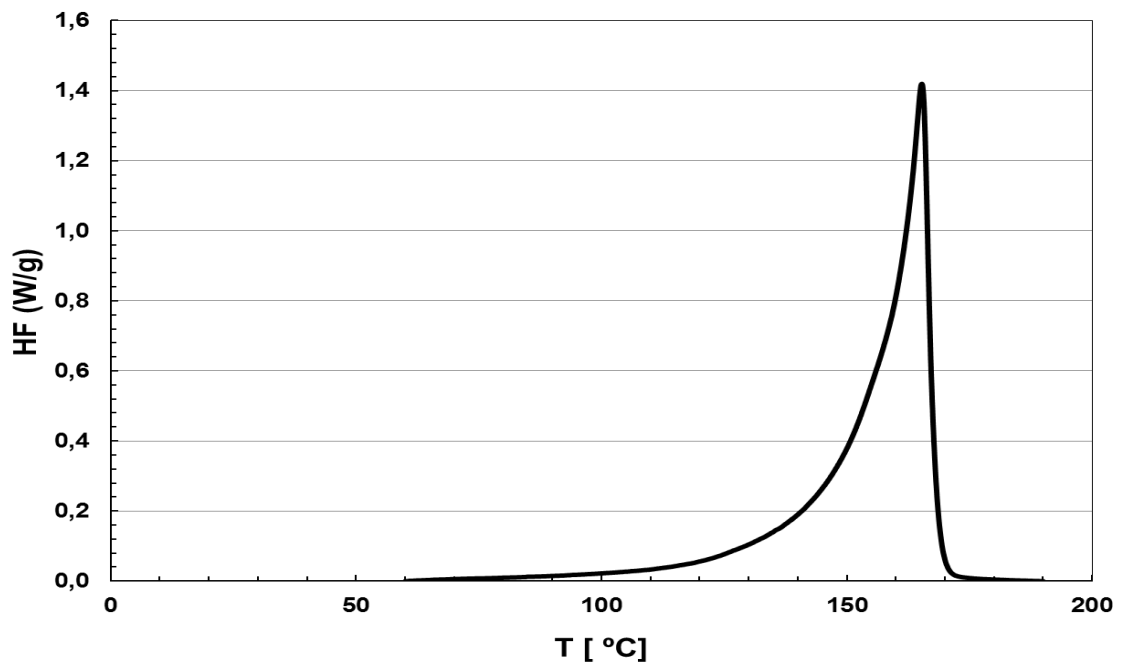


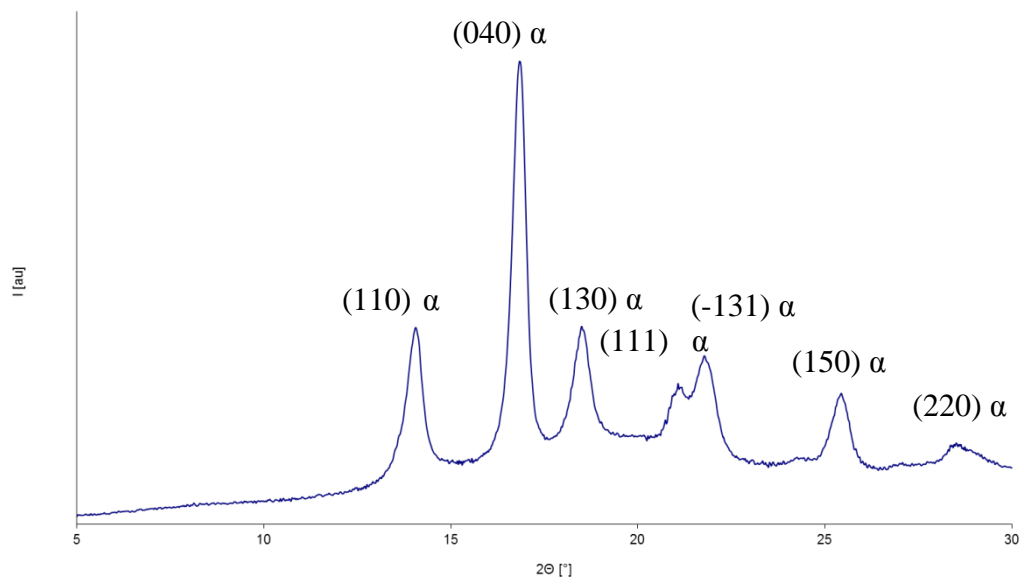
Obr. č. 45 DSC termogram vzorku č. 13  $T_m$  166,8 [°C],  $\Delta H$  120,9 [J/g]



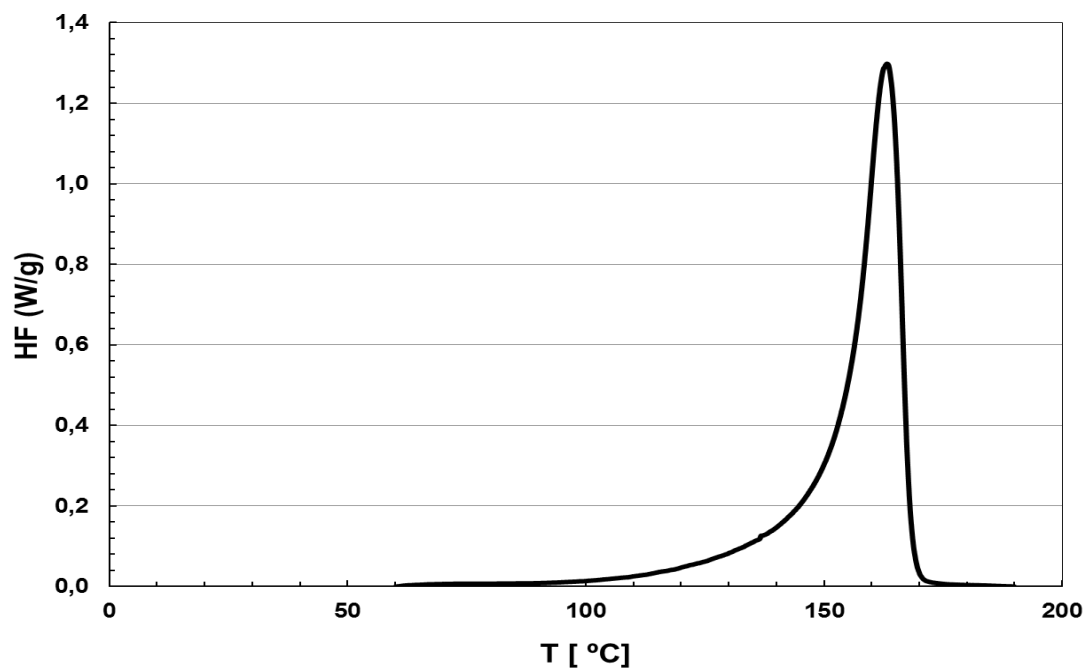
5.3.14 Vzorek č. 14 15 °C/min chlazená folie s  $\alpha$  nukleačním činidlem

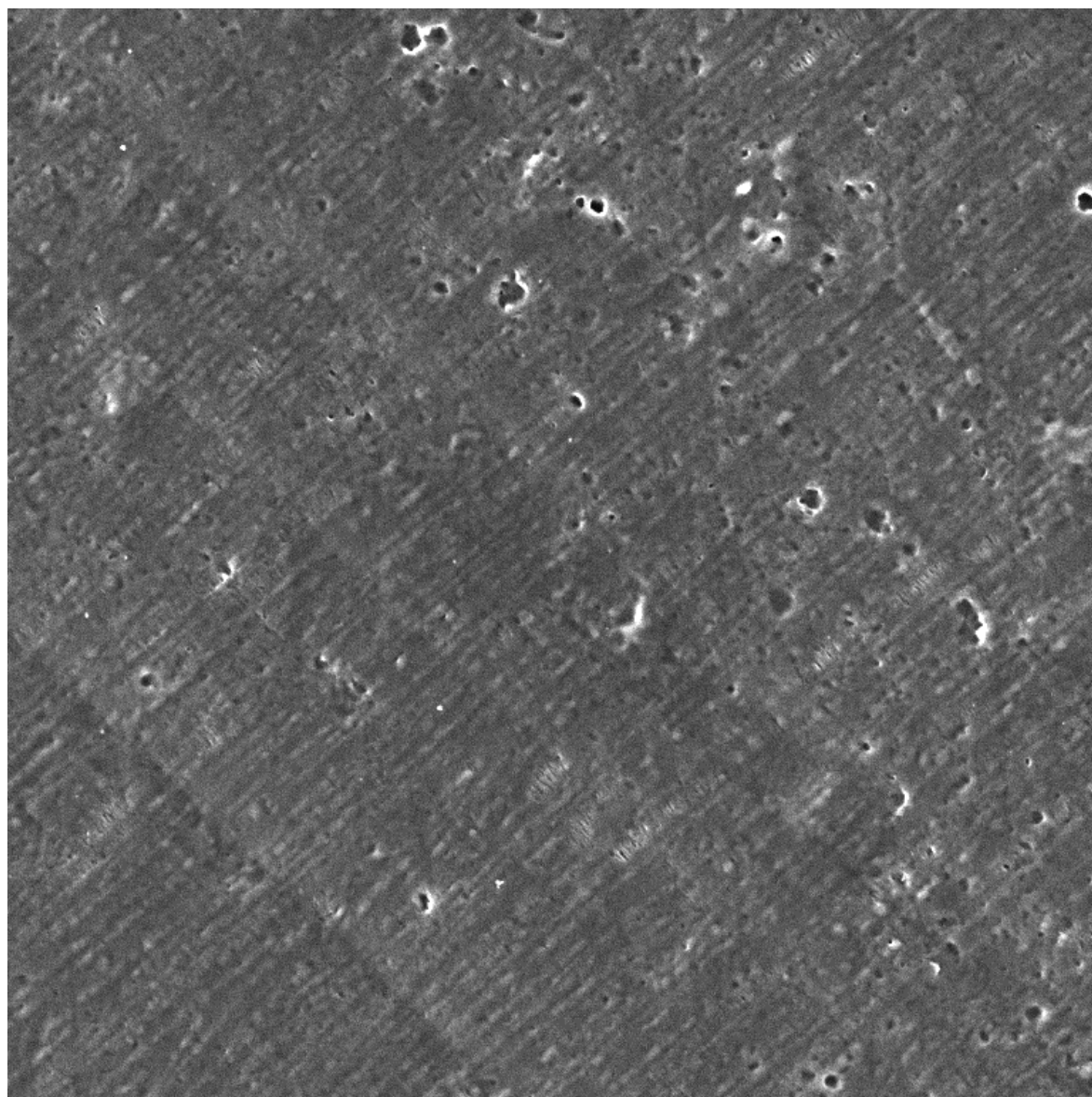
Obr. č. 46 RTG difraktogram vzorku č. 14, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 47 DSC termogram vzorku č. 14  $T_m$  165,4 [°C],  $\Delta H$  119,1 [J/g]

5.3.15 Vzorek č. 15 velmi rychle chlazená folie s  $\alpha$  nukleačním činidlem

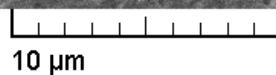
Obr. č. 48 RTG difraktogram vzorku č. 15, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 49 DSC termogram vzorku č. 15  $T_m 163,3^\circ\text{C}$ ,  $\Delta H 107,8 \text{ J/g}$




SEM HV: 5.00 kV  
SEM MAG: 5.00 kx  
Date(m/d/y): 02/24/14

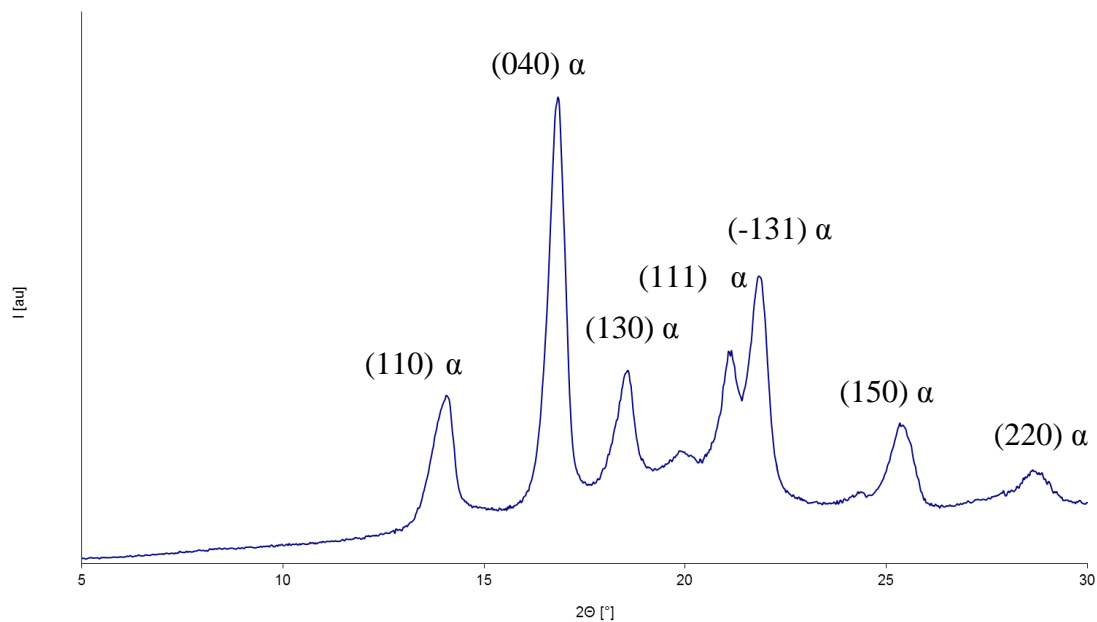
WD: 11.1970 mm  
Det: SE Detector  
hribova



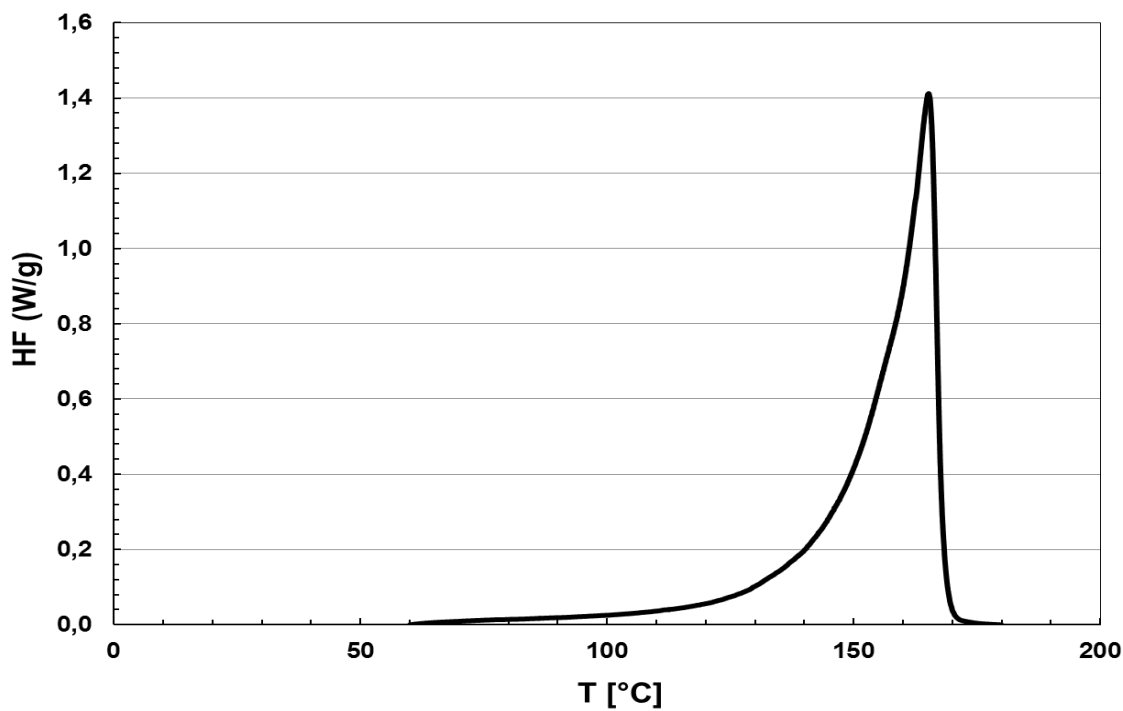
VEGA\\ TESCAN

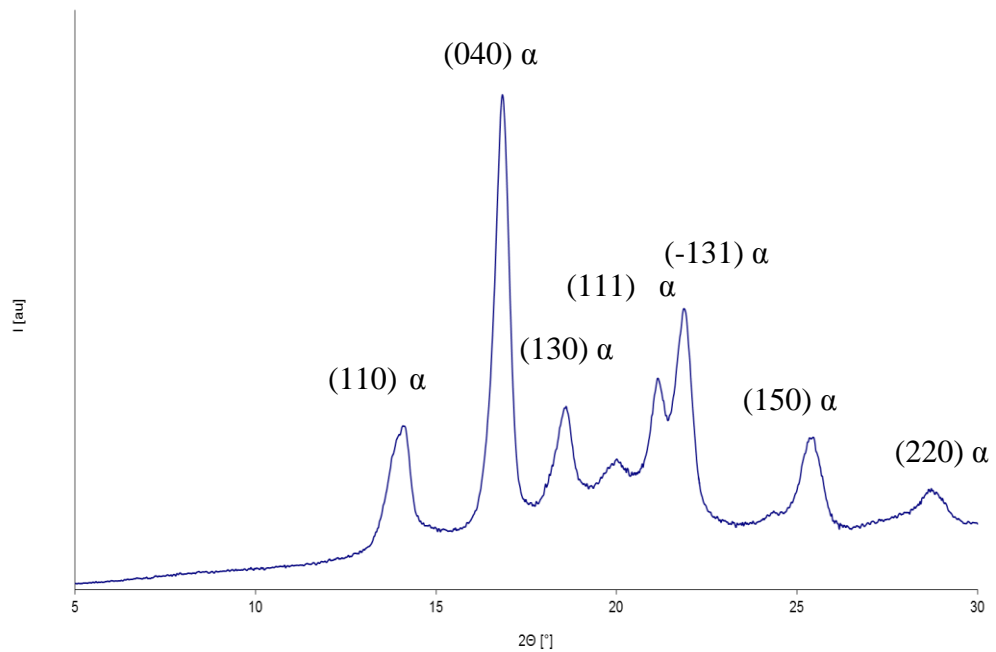
Digital Microscopy Imaging 

Obr. č. 50 SEM zobrazení vzorku č. 15

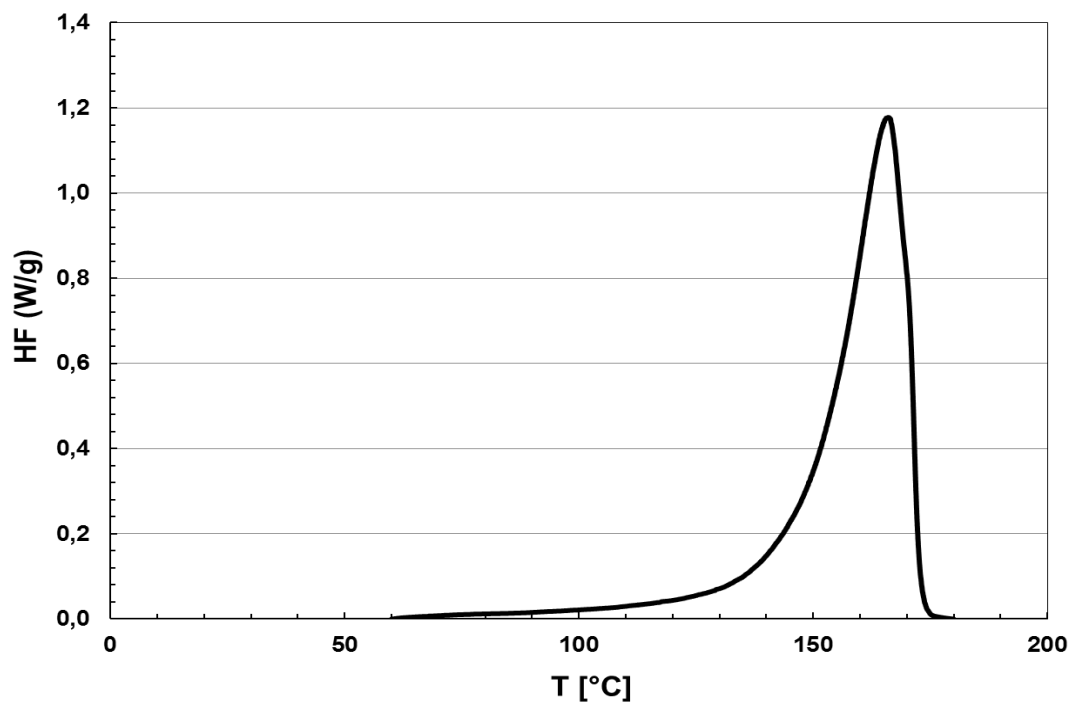
5.3.16 Vzorek č. 16 velmi pomalu chlazená deska s  $\alpha$  nukleačním činidlem

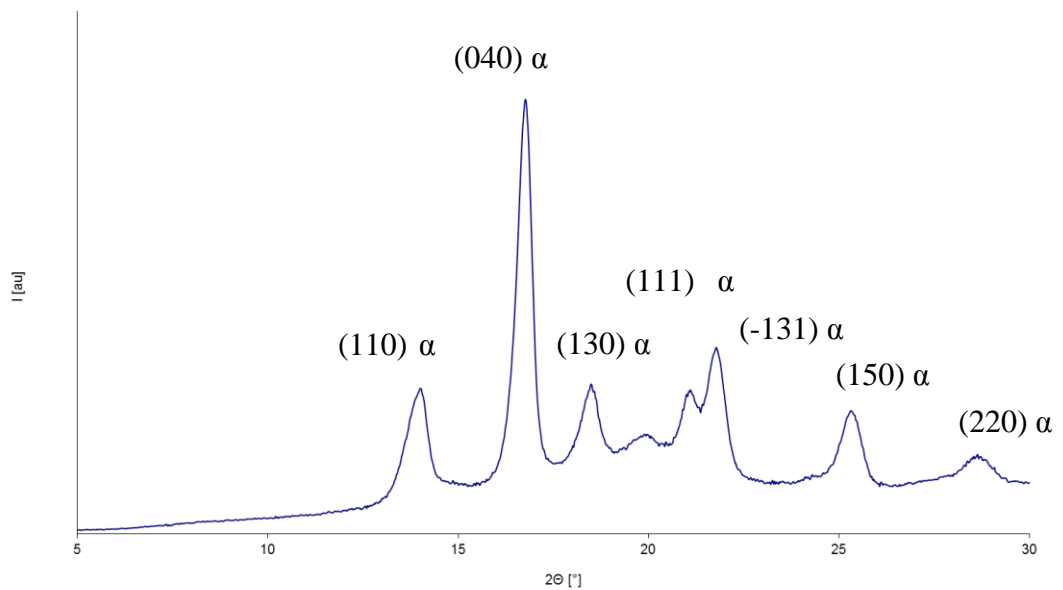
Obr. č. 51 RTG difraktogram vzorku č. 16, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 52 DSC termogram vzorku č. 16  $T_m 170,8 [^\circ\text{C}]$ ,  $\Delta H 165,7 [\text{J/g}]$

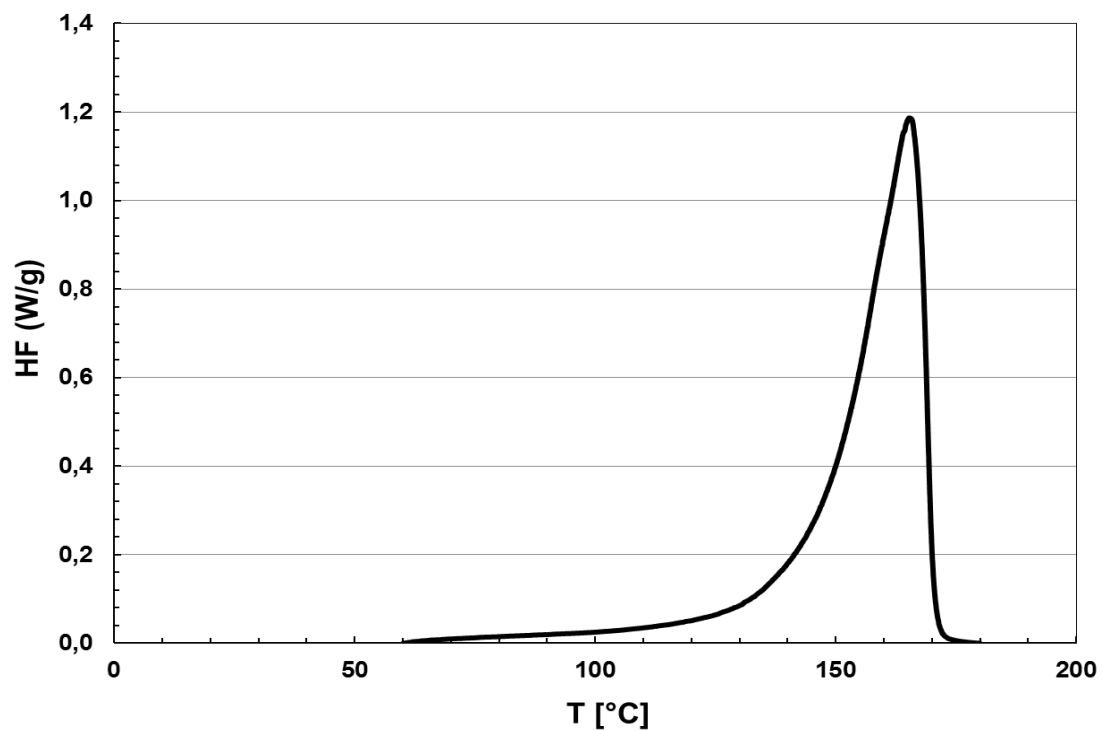
5.3.17 Vzorek č. 17 15 °C/min chlazená deska s  $\alpha$  nukleačním činidlem

Obr. č. 53 RTG difraktogram vzorku č. 17, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 54 DSC termogram vzorku č. 17  $T_m$  166,7 [°C],  $\Delta H$  129,8 [J/g]

5.3.18 Vzorek č. 18 velmi rychle chlazená deska s  $\alpha$  nukleačním činidlem

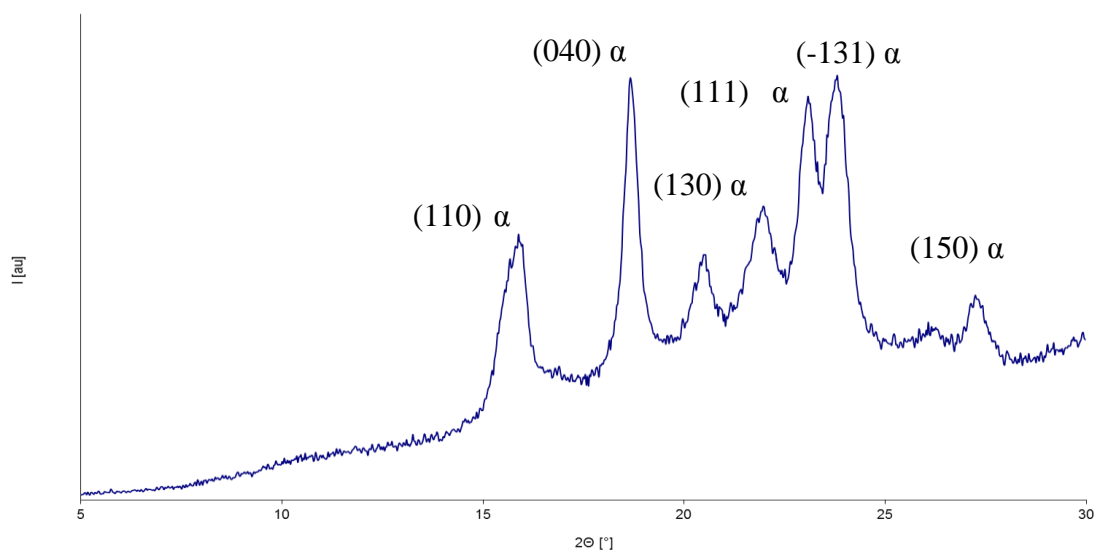
Obr. č. 55 RTG difraktogram vzorku č. 18, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 56 DSC termogram vzorku č. 18  $T_m$  165,4 [°C],  $\Delta H$  126,8 [J/g]

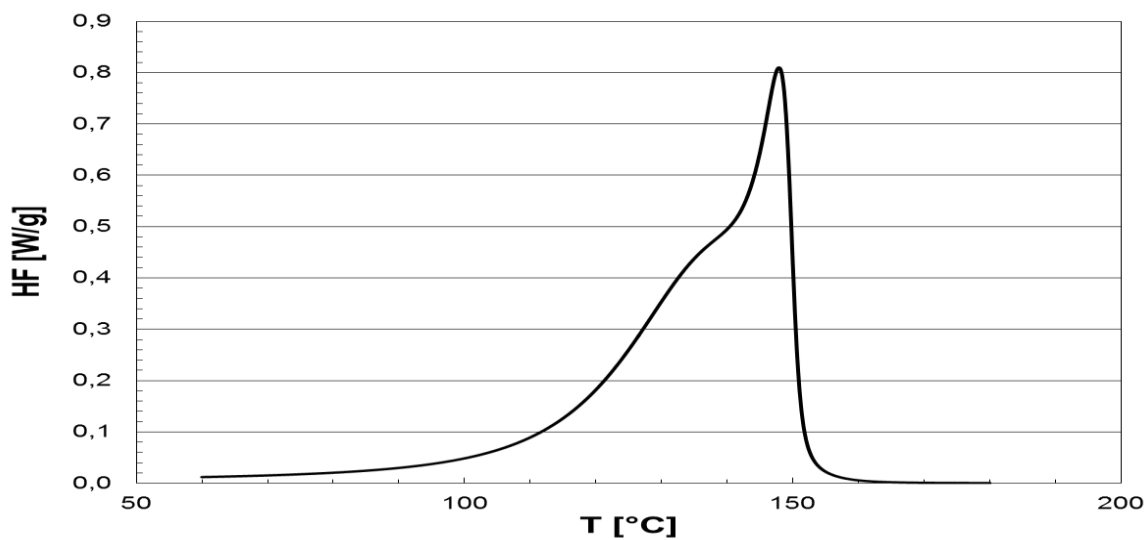
## 5.4 Kopolymery

Grafické výstupy z měření kopolymerů na RTG difraktometru, DSC a SEM.

### 5.4.1 Vzorek č. 19 velmi pomalu chlazená deska bez nukleačního činidla

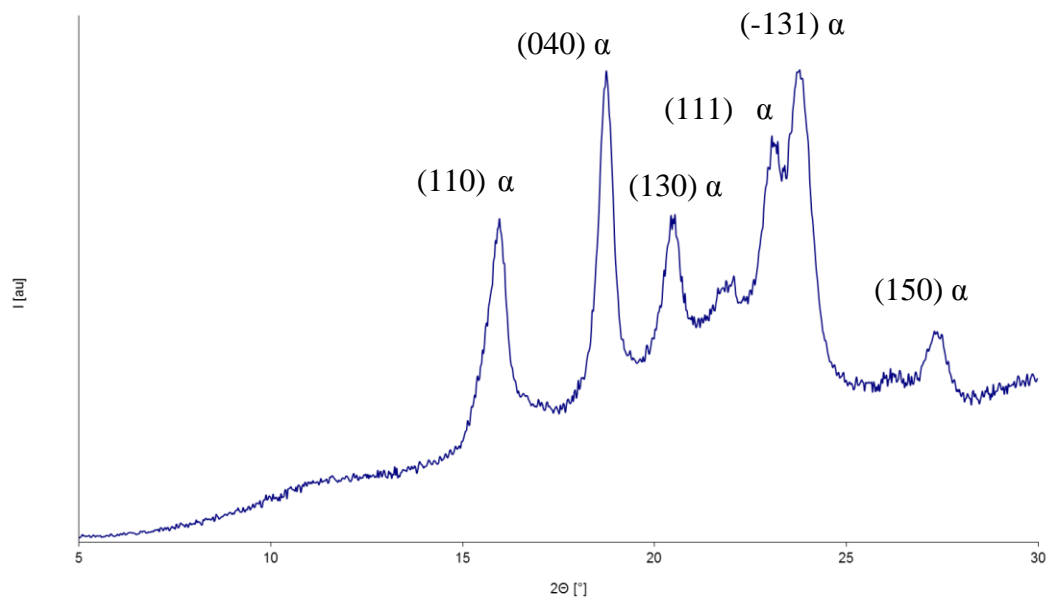


Obr. č. 57 RTG difraktogram vzorku č. 19, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

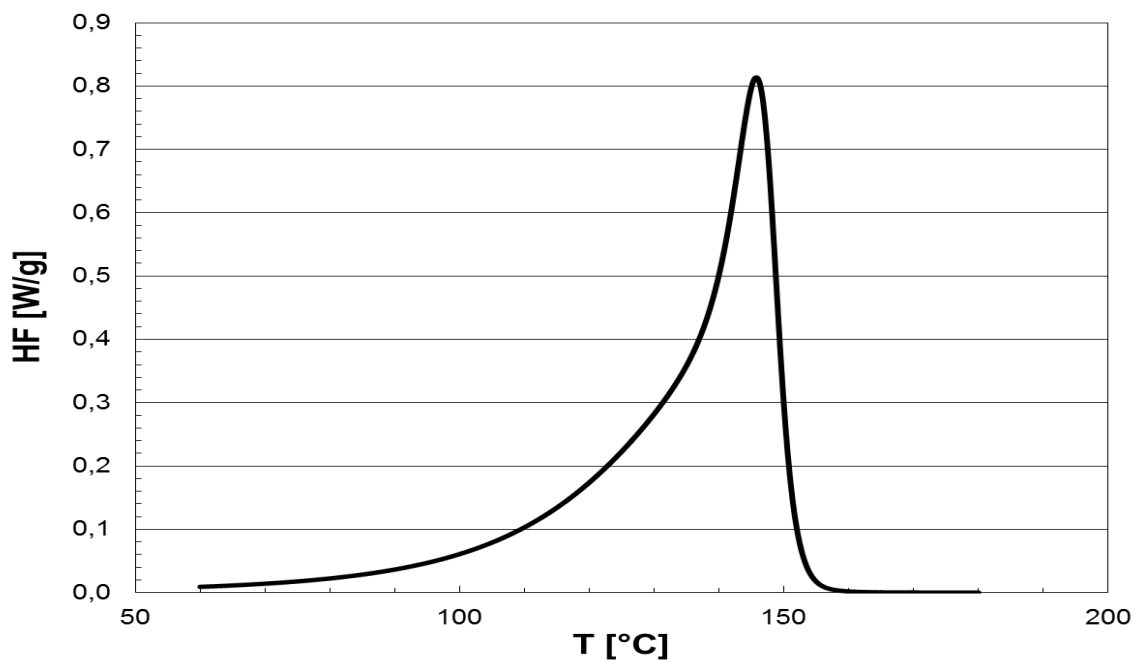


Obr. č. 58 DSC termogram vzorku č. 19  $T_m$  148,0 [°C],  $\Delta H$  55,0 [J/g],  $T_m$  135,0 [°C],  $\Delta H$  45,9 [J/g]

## 5.4.2 Vzorek č. 20 15 °C/min chlazená deska bez nukleačního činidla



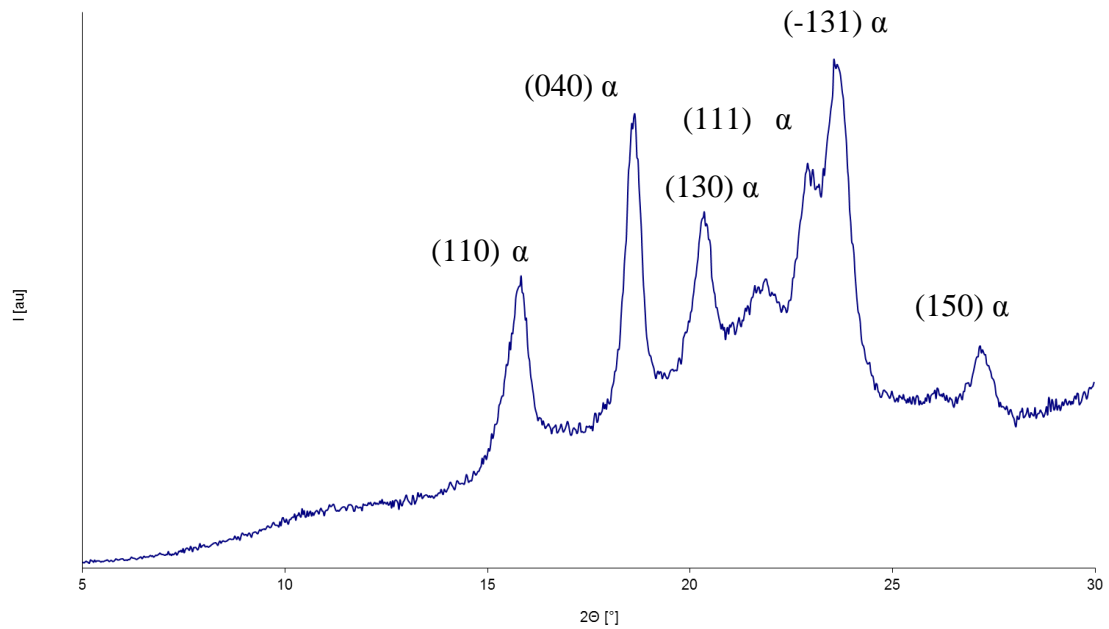
Obr. č. 59 RTG difraktogram vzorku č. 20, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



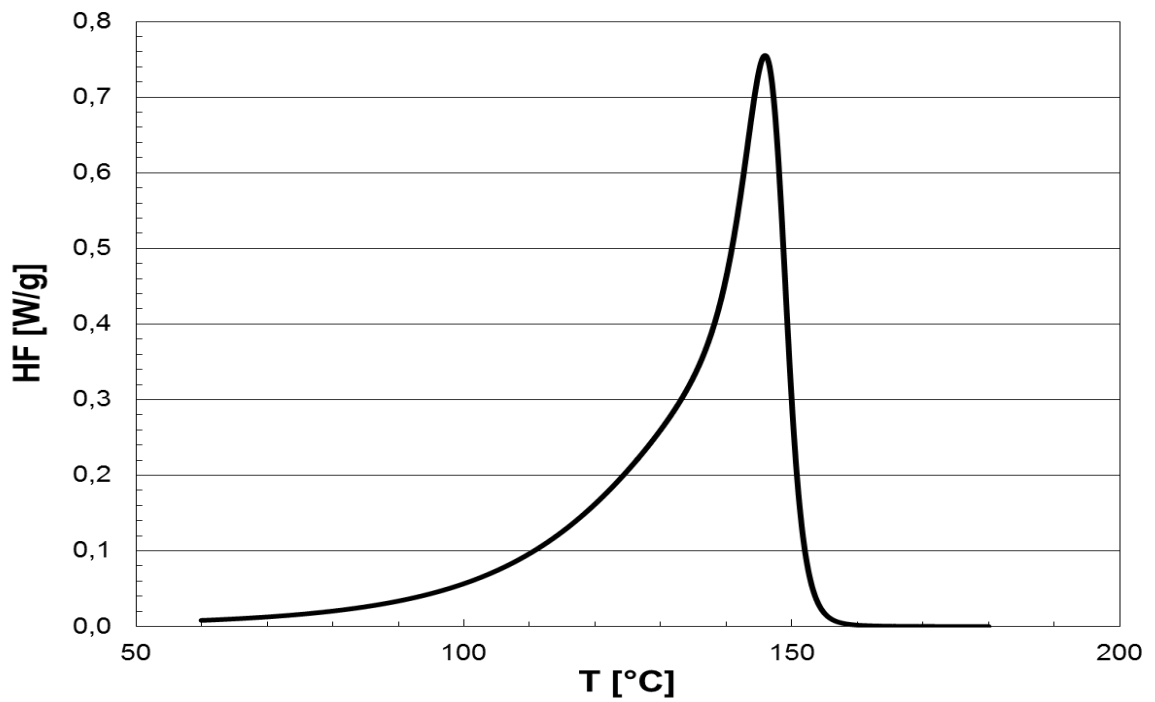
Obr. č. 60 DSC termogram vzorku č. 20  $T_m$  146,1 [°C],  $\Delta H$  96,9 [J/g]



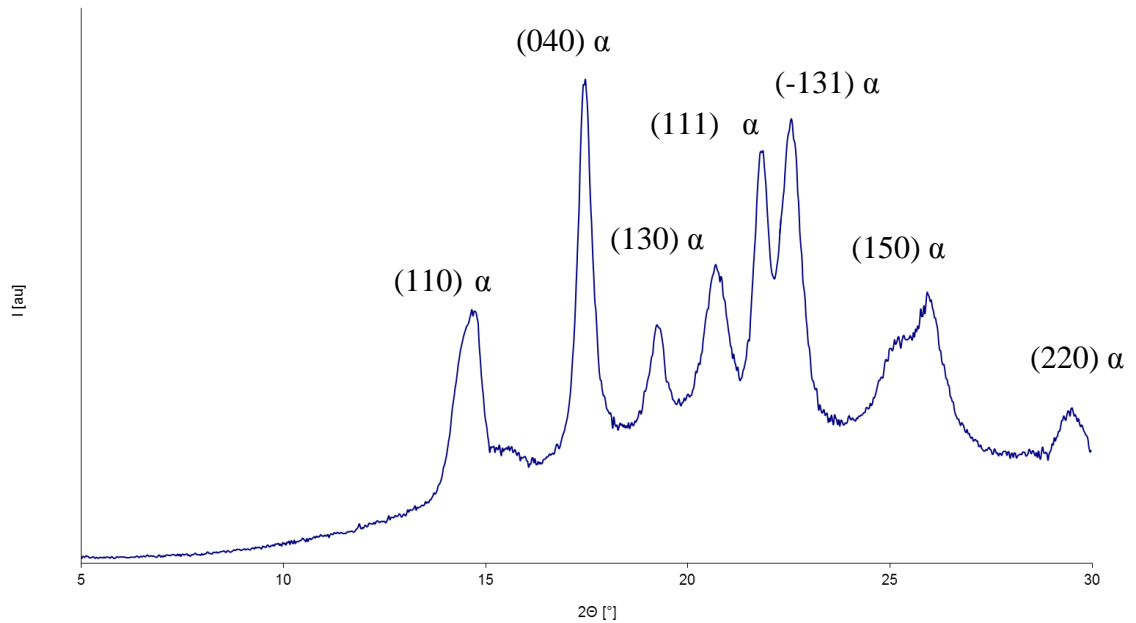
## 5.4.3 Vzorek č. 21 velmi rychle chlazená deska bez nukleačního činidla



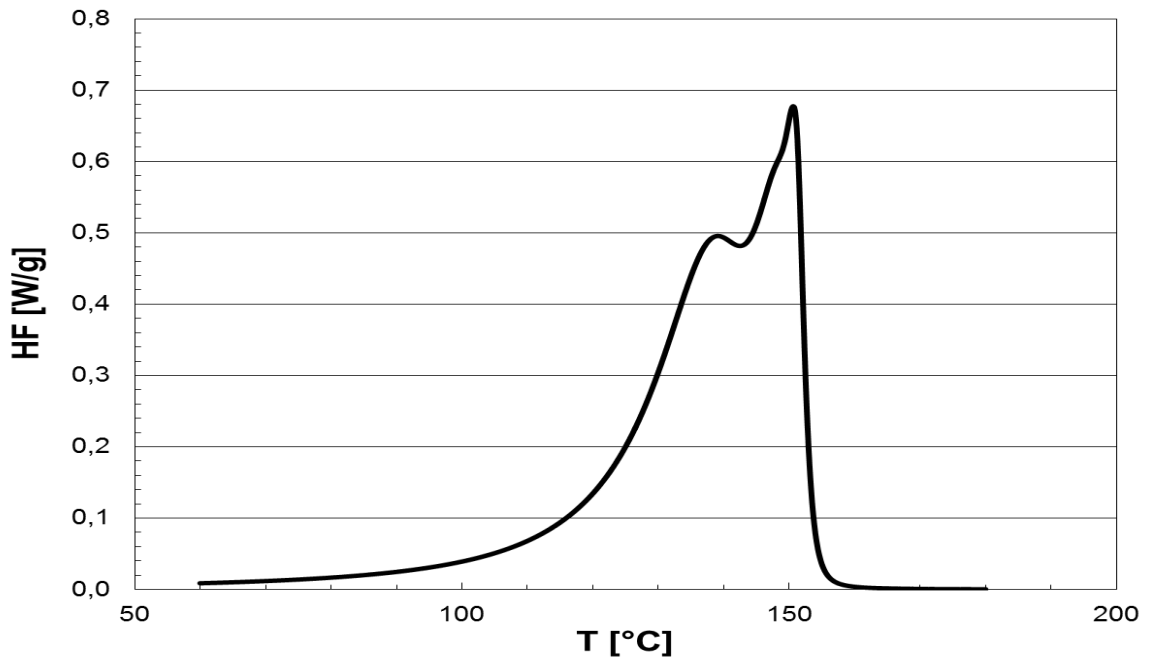
Obr. č. 61 RTG difraktogram vzorku č. 21, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 62 DSC termogram vzorku č. 21  $T_m 146,2$  [°C],  $\Delta H 90,3$  [J/g]

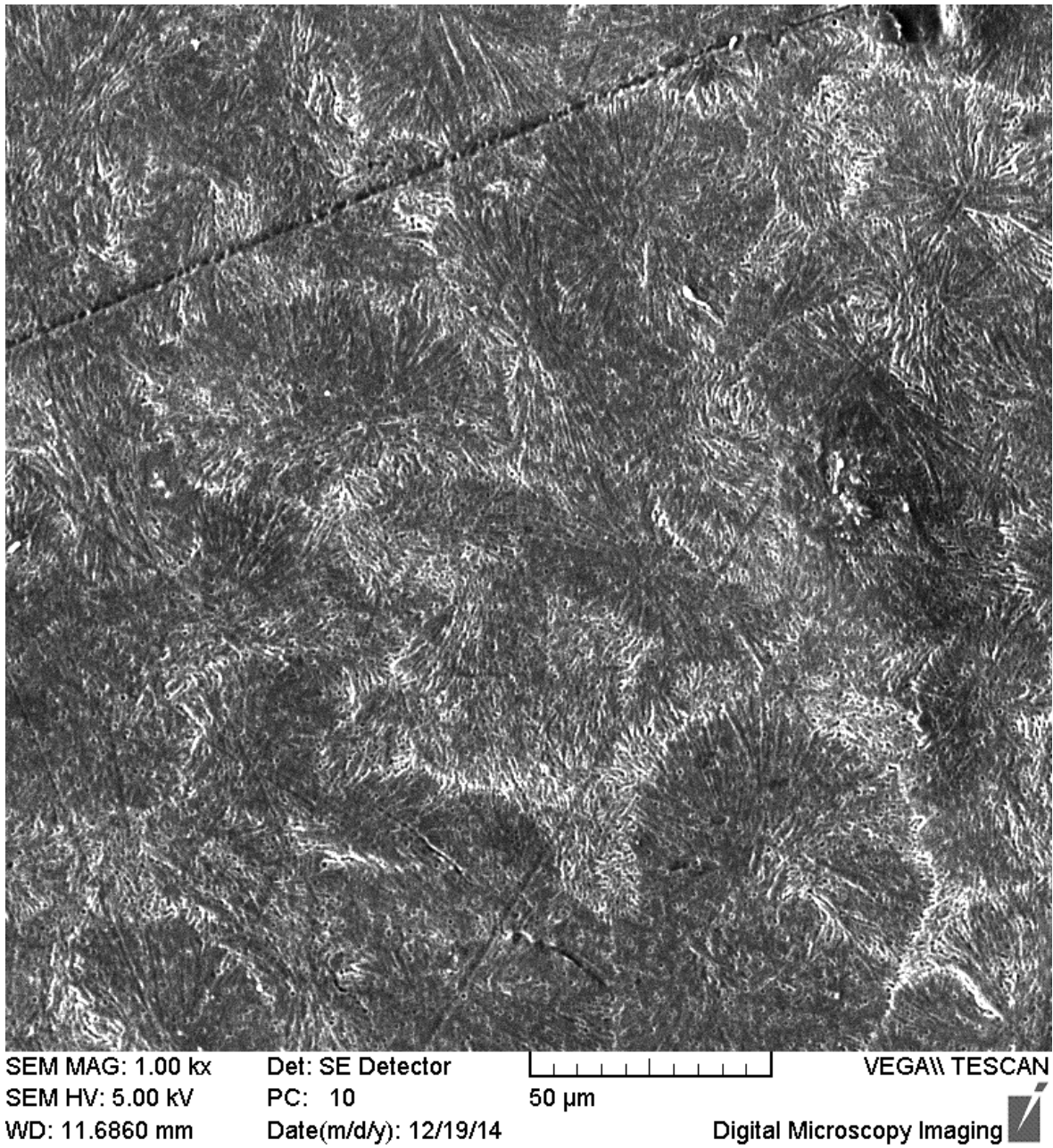
## 5.4.4 Vzorek č. 22 velmi pomalu chlazená folie bez nukleačního činidla



Obr. č. 63 RTG difraktogram vzorku č. 22, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

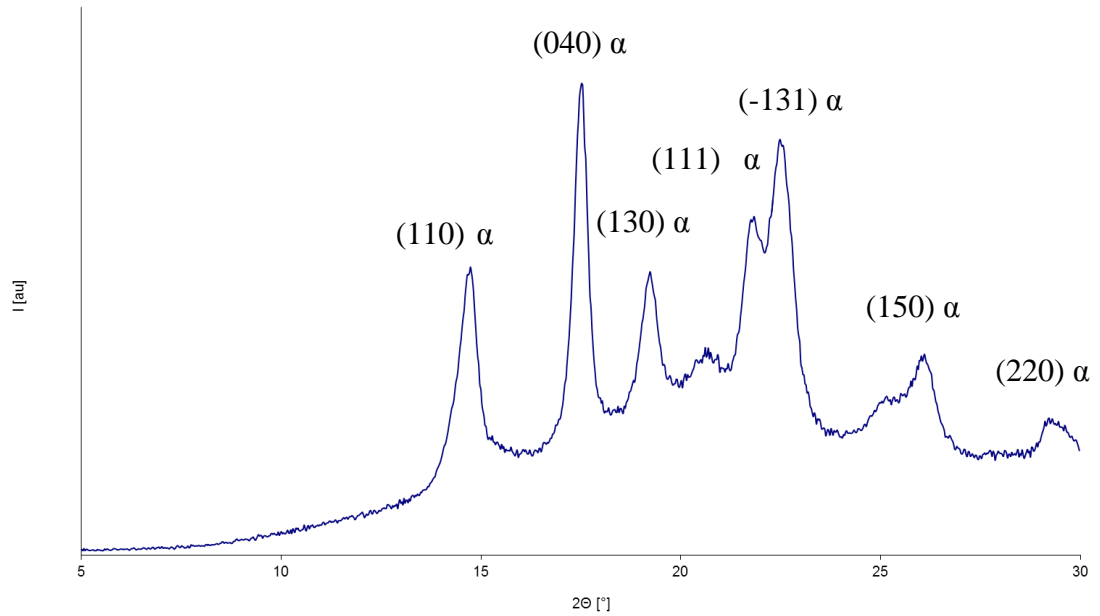


Obr. č. 64 DSC termogram vzorku č. 22  $T_m$  150,9 [°C],  $\Delta H$  36,0 [J/g],  $T_m$  147,0 [°C],  $\Delta H$  13,3 [J/g],  $T_m$  136,8 [°C],  $\Delta H$  45,0 [J/g]

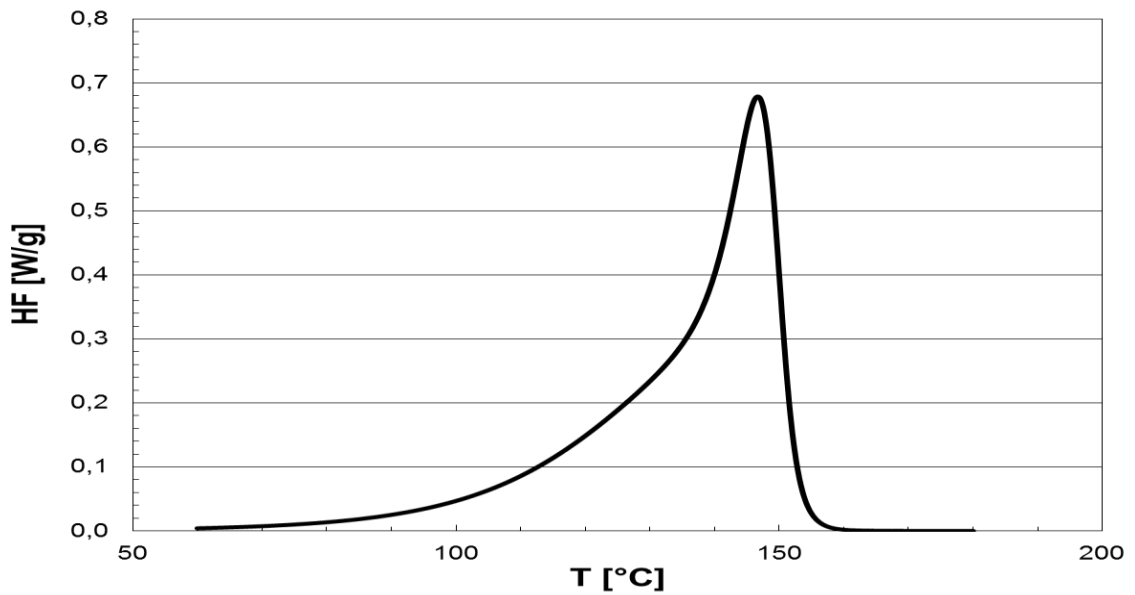


Obr. č. 65 SEM zobrazení vzorku č. 22

## 5.4.5 Vzorek č. 23 15 °C/min chlazená folie bez nukleačního činidla

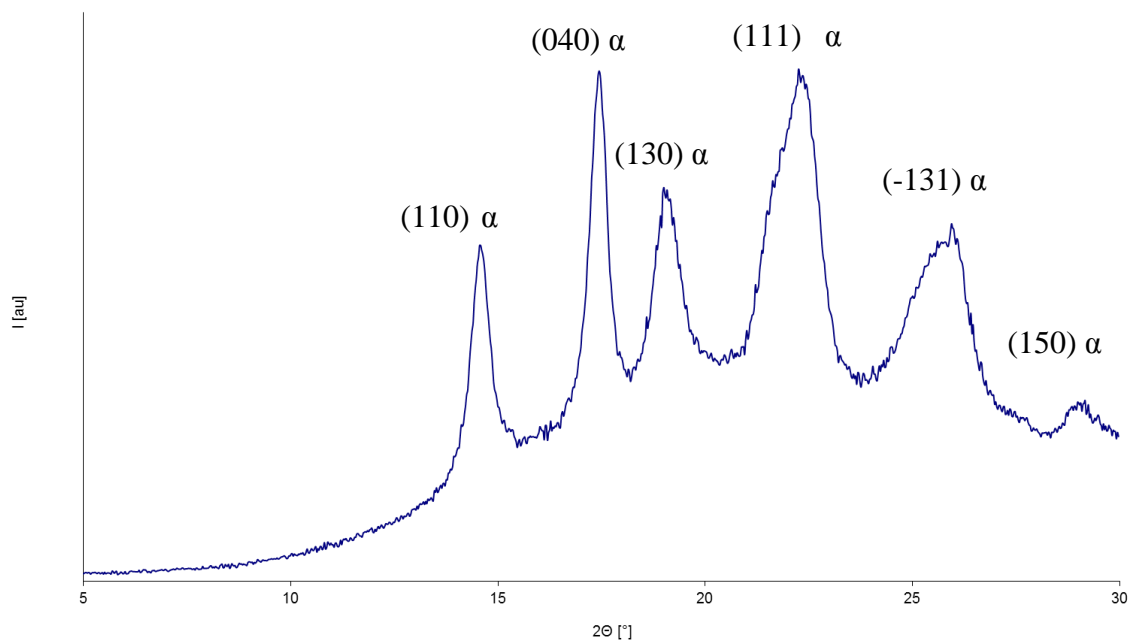


Obr. č. 66 RTG difraktogram vzorku č. 23, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

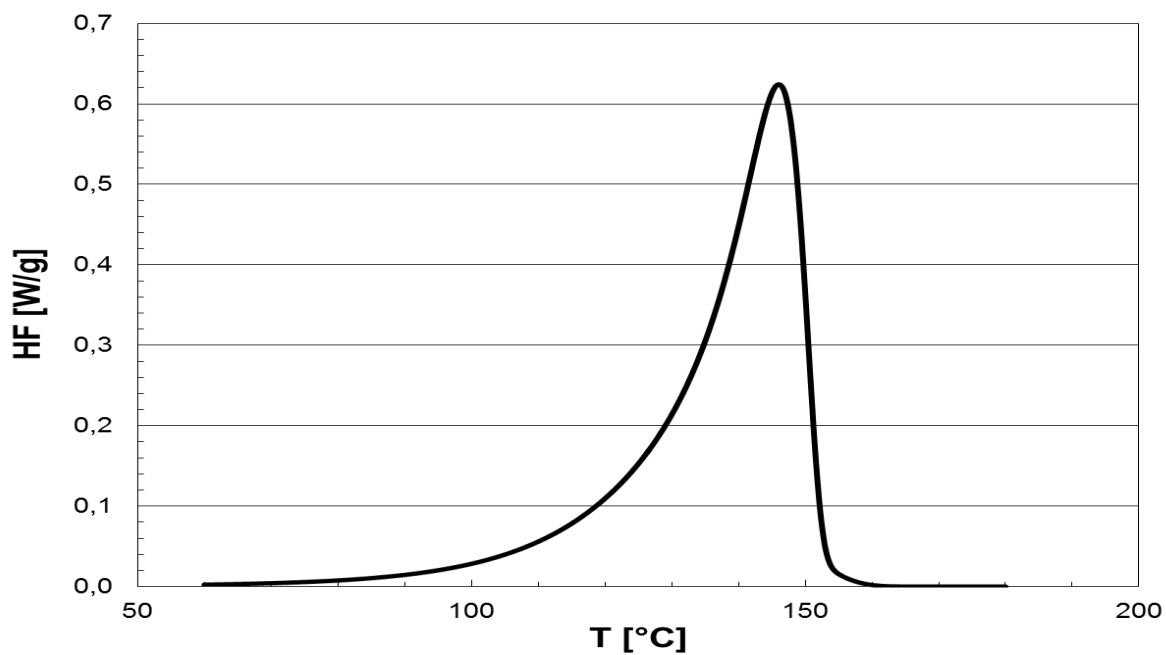


Obr. č. 67 DSC termogram vzorku č. 23  $T_m$  147,3 [°C],  $\Delta H$  43,0 [J/g],  $T_m$  133,0 [°C],  $\Delta H$  39,7 [J/g]

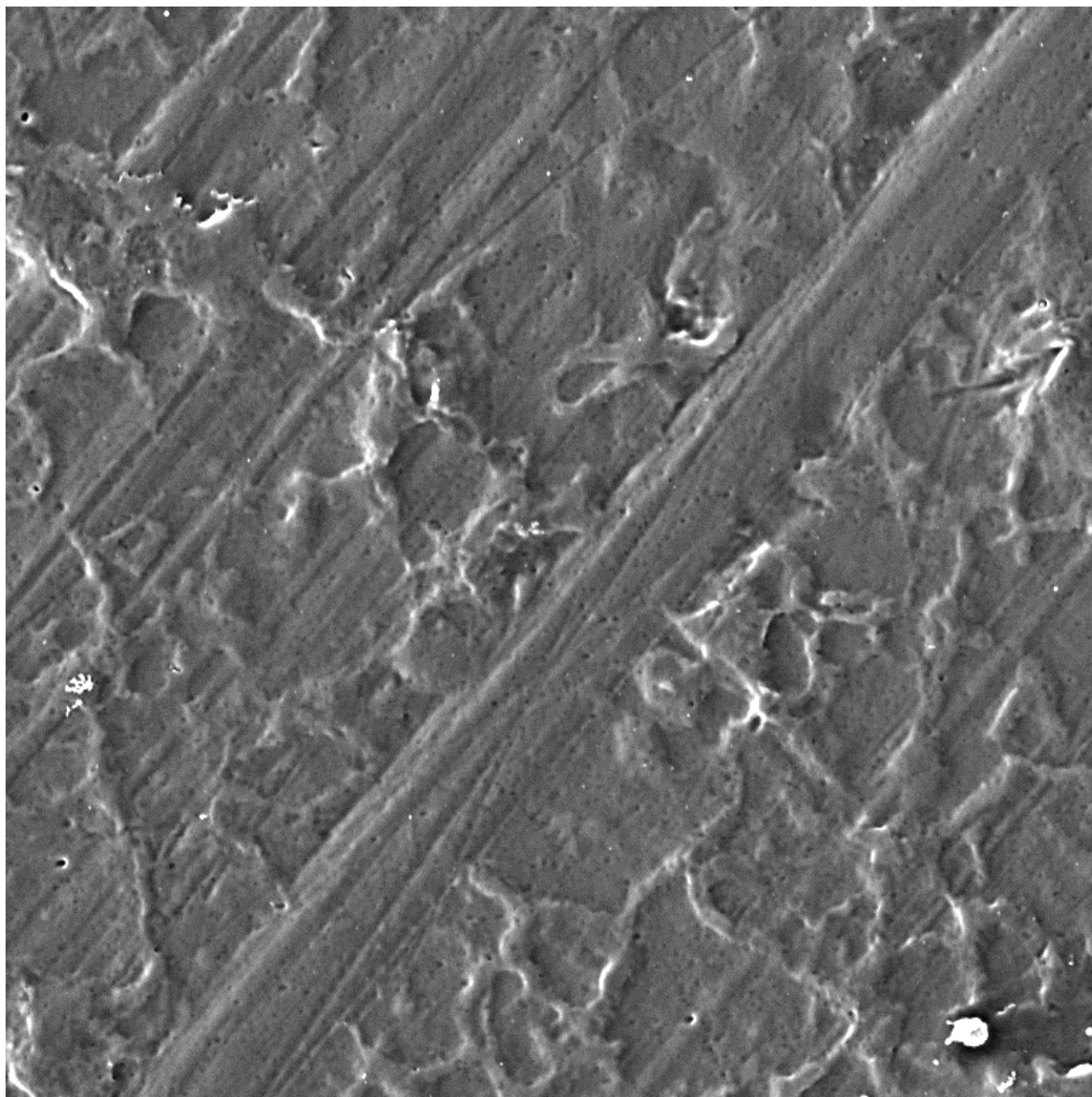
## 5.4.6 Vzorek č. 24 velmi rychle chlazená folie bez nukleačního činidla



Obr. č. 68 RTG difraktogram vzorku č. 24, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



Obr. č. 69 DSC termogram vzorku č. 24  $T_m$  146,3 [°C],  $\Delta H$  50,3 [J/g],  $T_m$  136,1 [°C],  $\Delta H$  24,0 [J/g]



SEM MAG: 3.00 kx  
SEM HV: 5.00 kV  
WD: 11.5050 mm

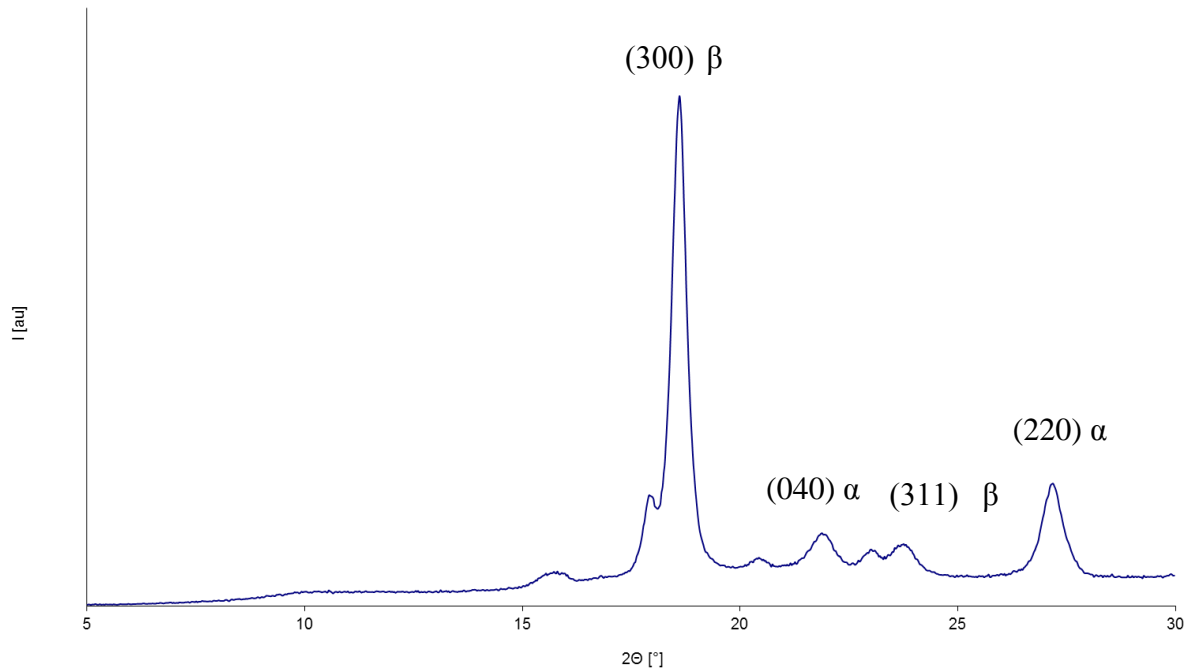
Det: SE Detector  
PC: 11  
Date(m/d/y): 12/19/14

20 µm

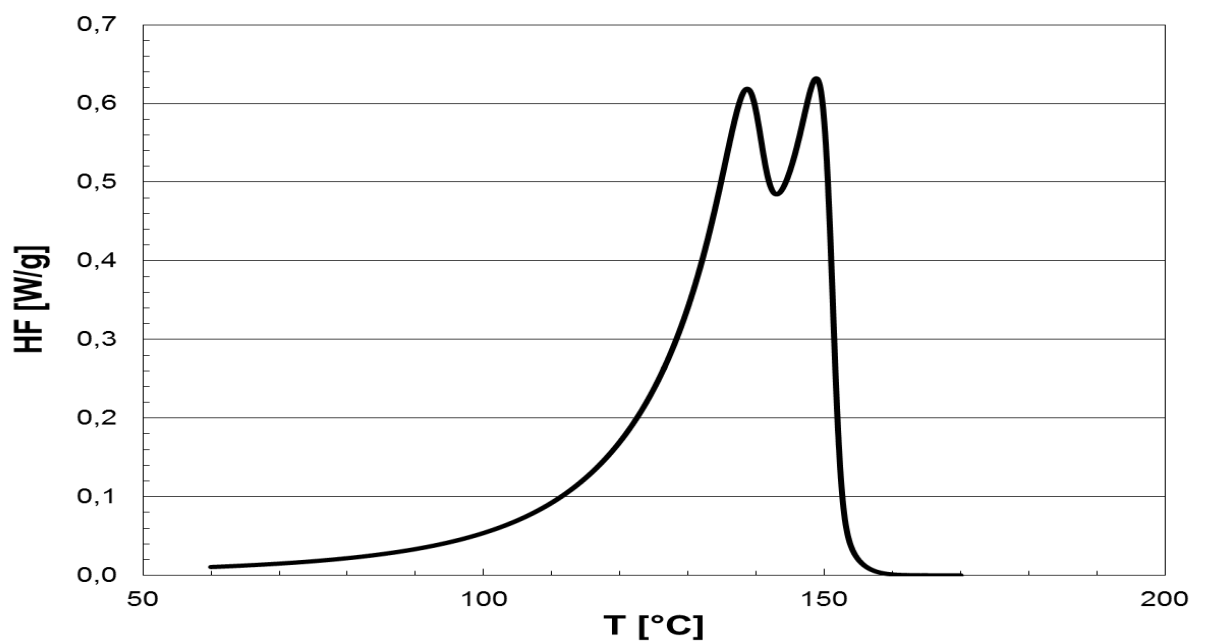
VEGA\\ TESCAN

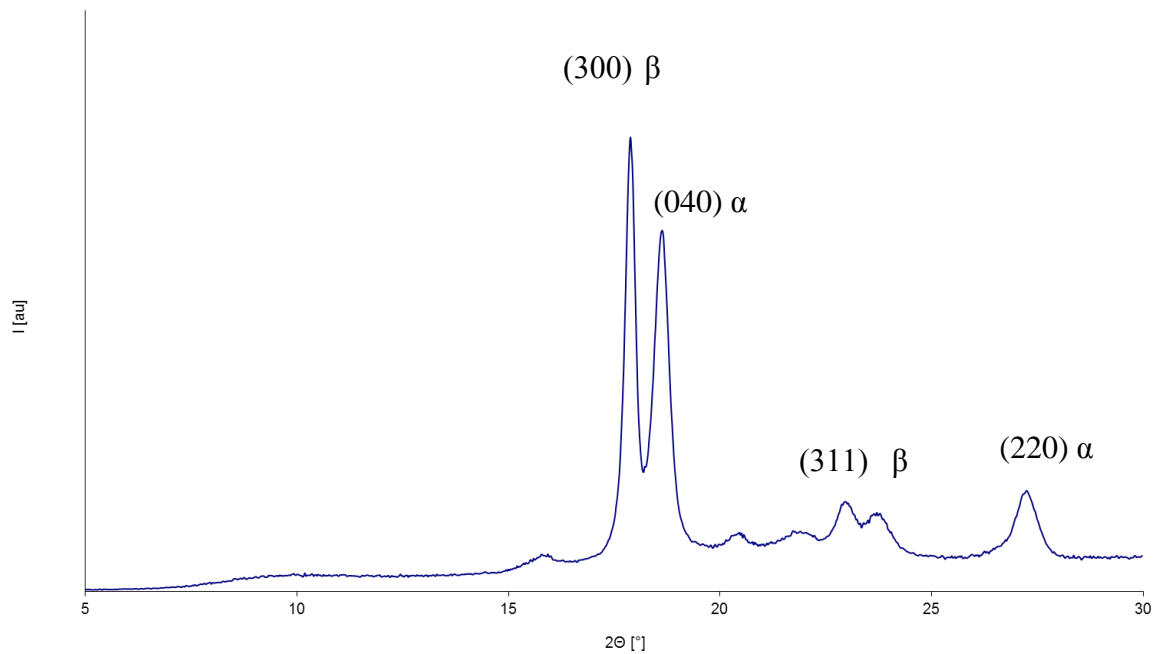
Digital Microscopy Imaging

Obr. č. 70 SEM zobrazení vzorku č. 24

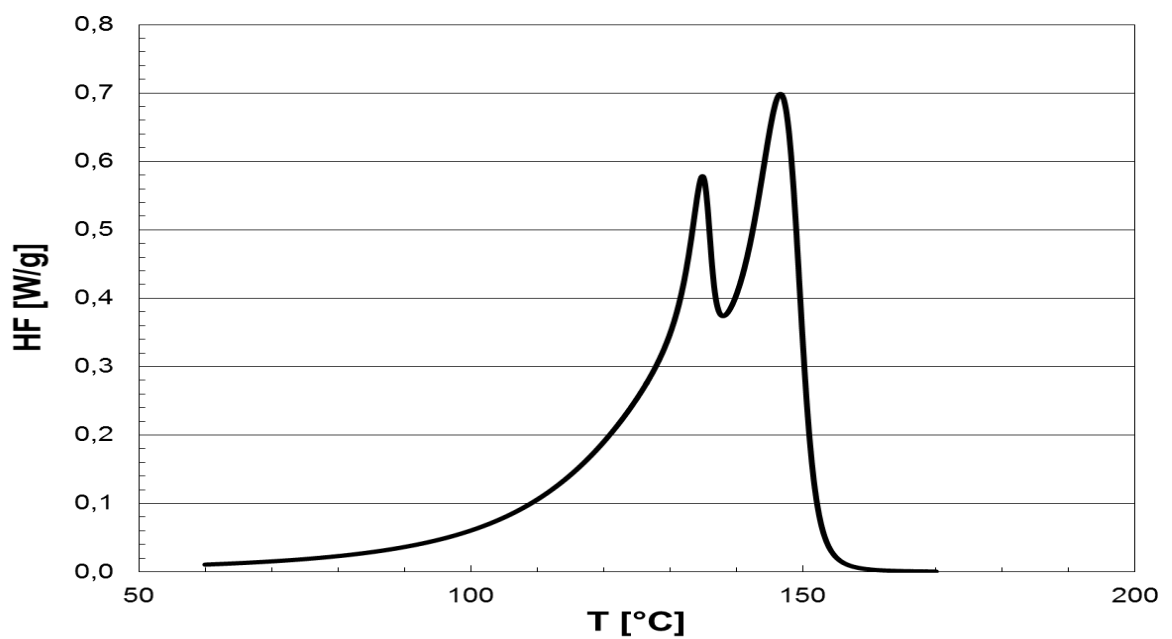
5.4.7 Vzorek č. 25 velmi pomalu chlazená deska s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 71 RTG difraktogram vzorku č. 25, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

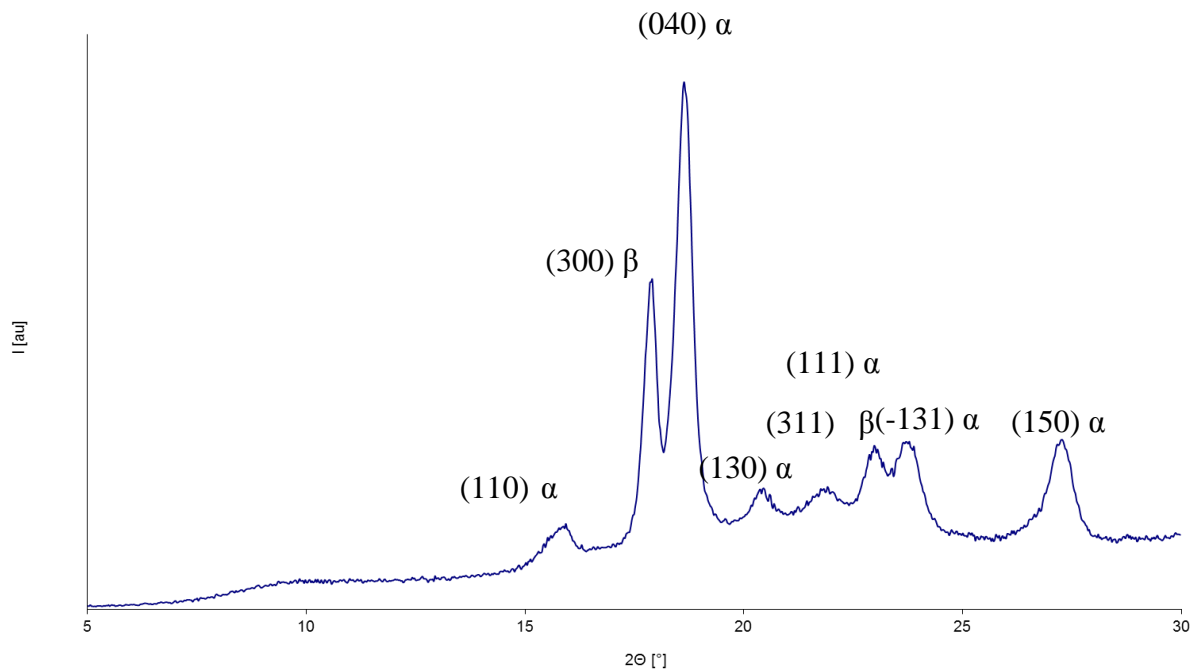
Obr. č. 72 DSC termogram vzorku č. 25  $T_m$  149,2 [°C],  $\Delta H$  30,8 [J/g],  $T_m$  138,1 [°C],  $\Delta H$  70,8 [J/g]

5.4.8 Vzorek č. 26 15 °C/min chlazená deska s  $\beta$  nukleačním činidlem

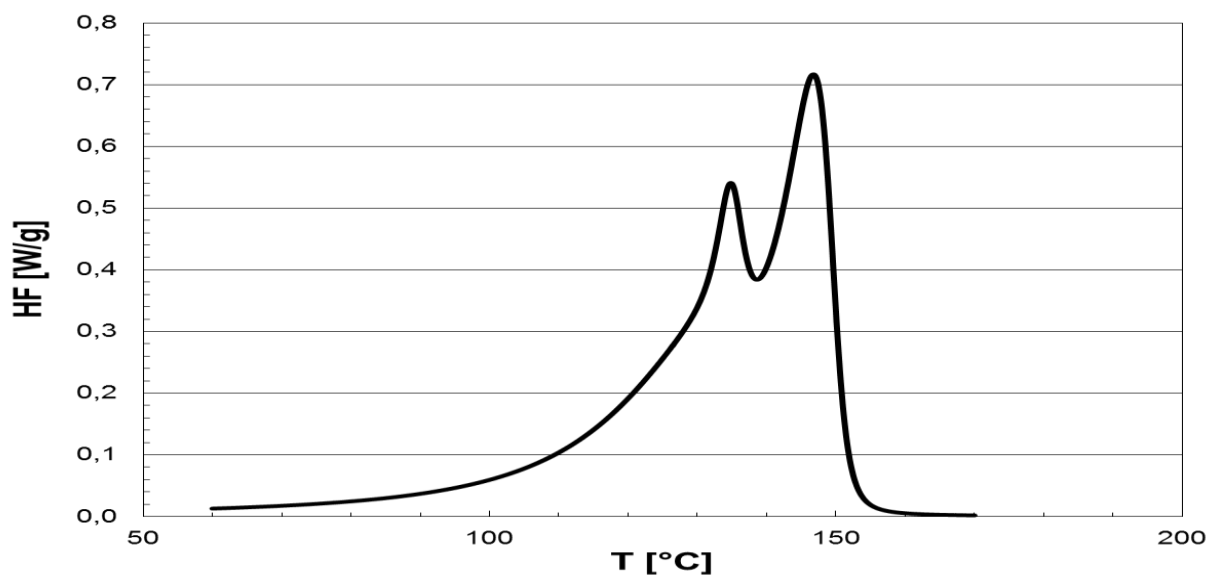
Obr. č. 73 RTG difraktogram vzorku č. 26, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 74 DSC termogram vzorku č. 26  $T_m$  146,7 [°C],  $\Delta H$  52,7 [J/g],  $T_m$  134,8 [°C],  $\Delta H$  46,4 [J/g]

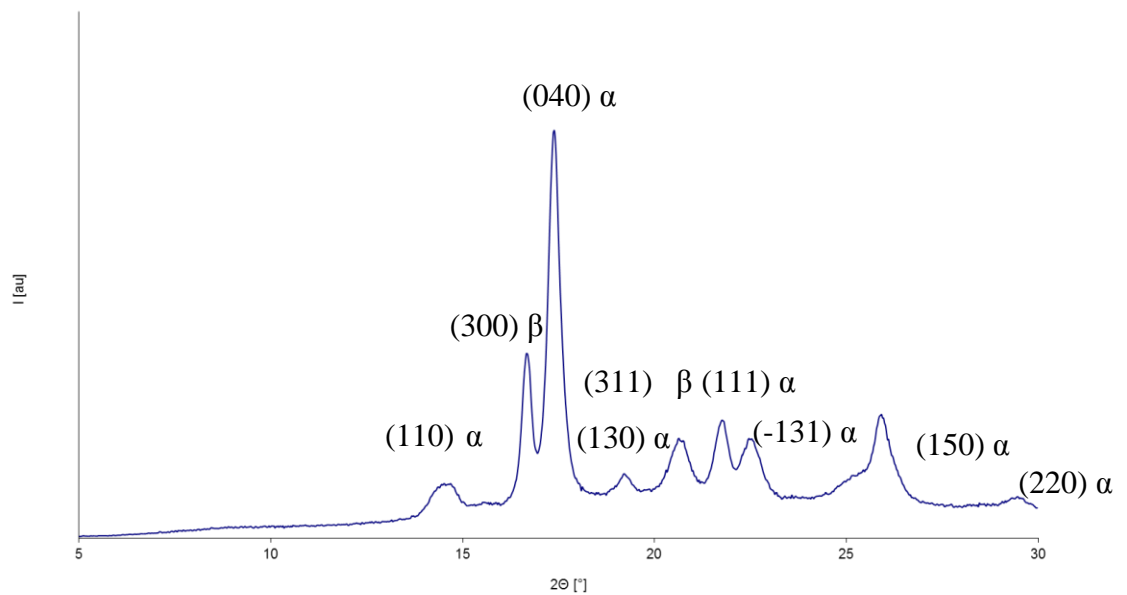


5.4.9 Vzorek č. 27 velmi rychle chlazená deska s  $\beta$  nukleačním činidlem

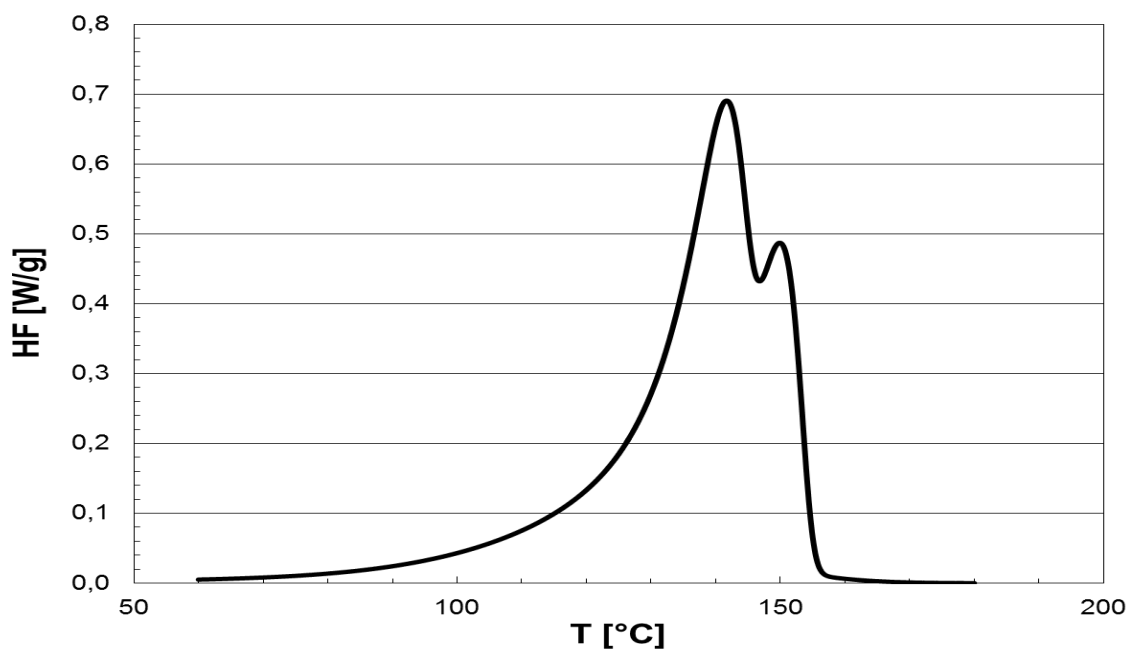
Obr. č. 75 RTG difraktogram vzorku č. 27, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



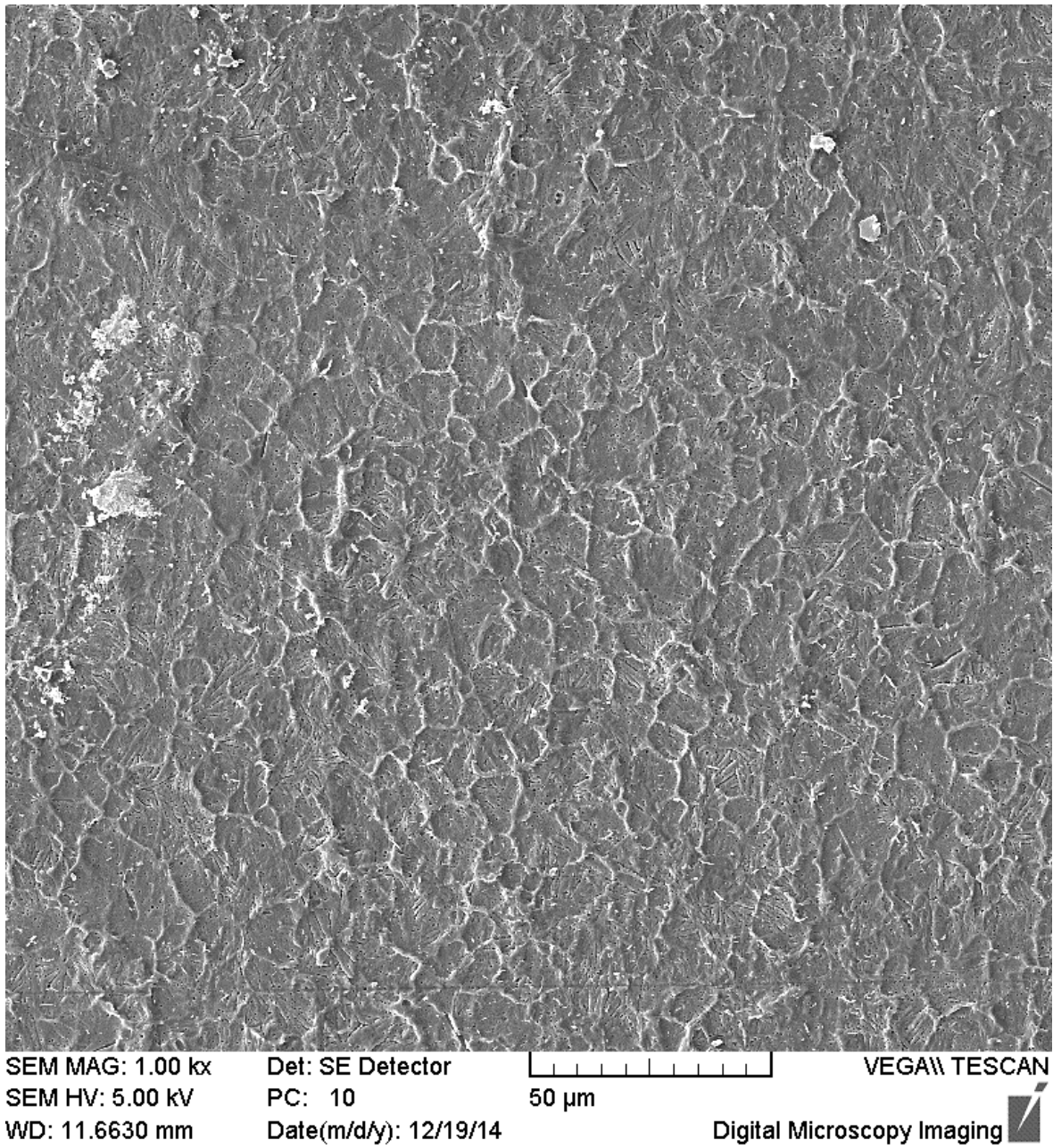
Obr. č. 76 DSC termogram vzorku č. 27  $T_m$  146,8 [°C],  $\Delta H$  63,8 [J/g],  $T_m$  134,8 [°C],  $\Delta H$  35,5 [J/g]

5.4.10 Vzorek č. 28 velmi pomalu chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

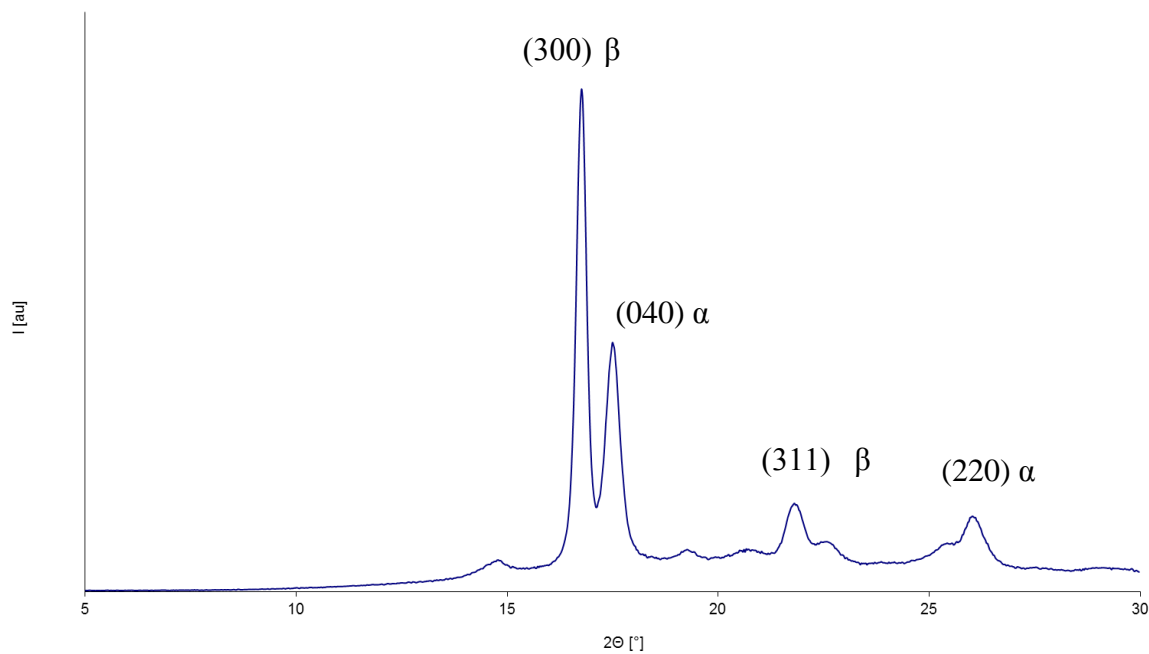
Obr. č. 77 RTG difraktogram vzorku č. 28, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



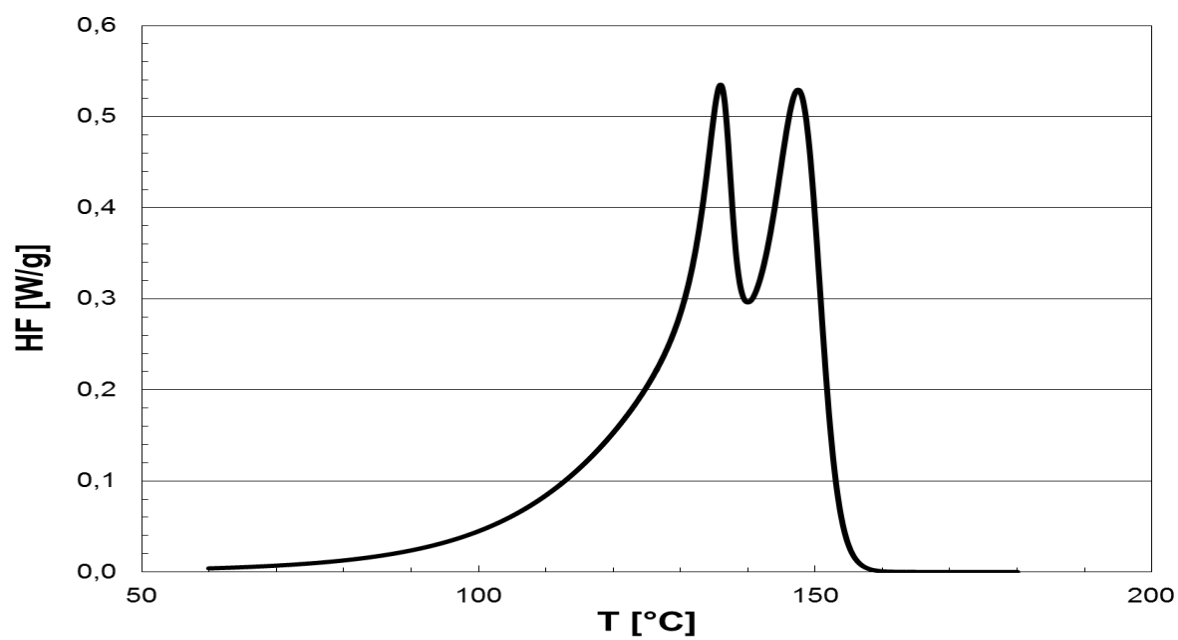
Obr. č. 78 DSC termogram vzorku č. 28  $T_m$  150,0 [°C],  $\Delta H$  39,5 [J/g],  $T_m$  140,9 [°C],  $\Delta H$  55,5 [J/g]

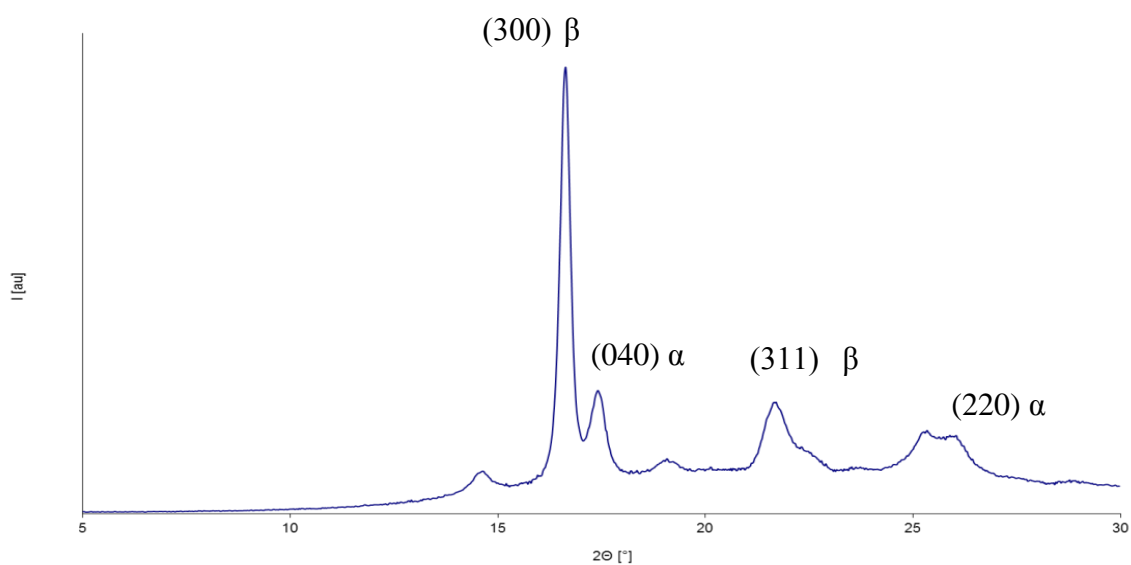


Obr. č. 79 SEM zobrazení vzorku č. 28

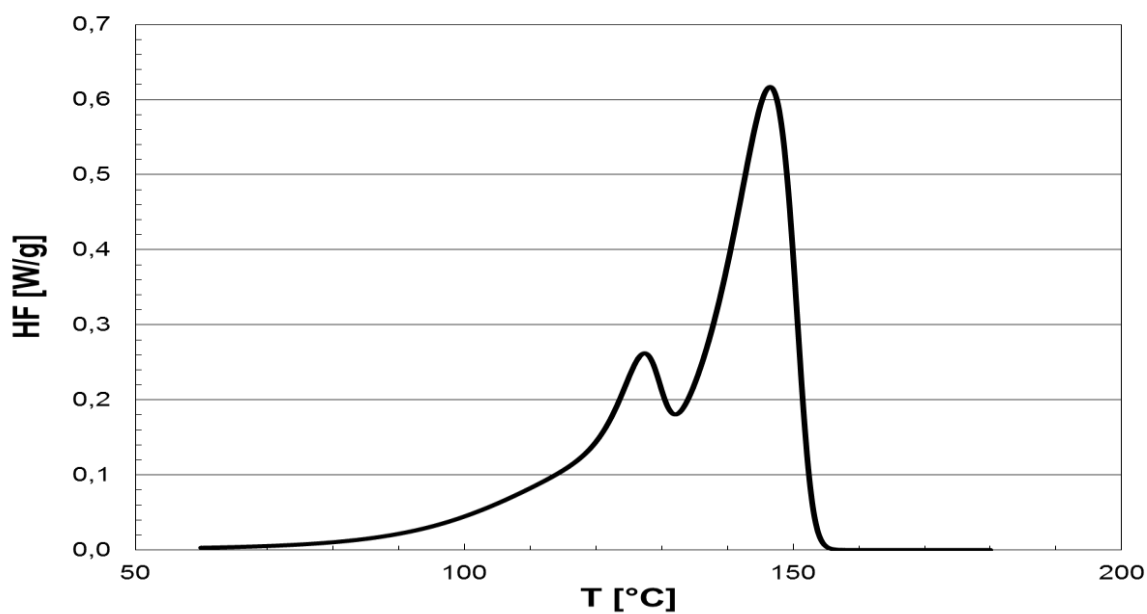
5.4.11 Vzorek č. 29 15 °C/min chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 80 RTG difraktogram vzorku č. 29, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

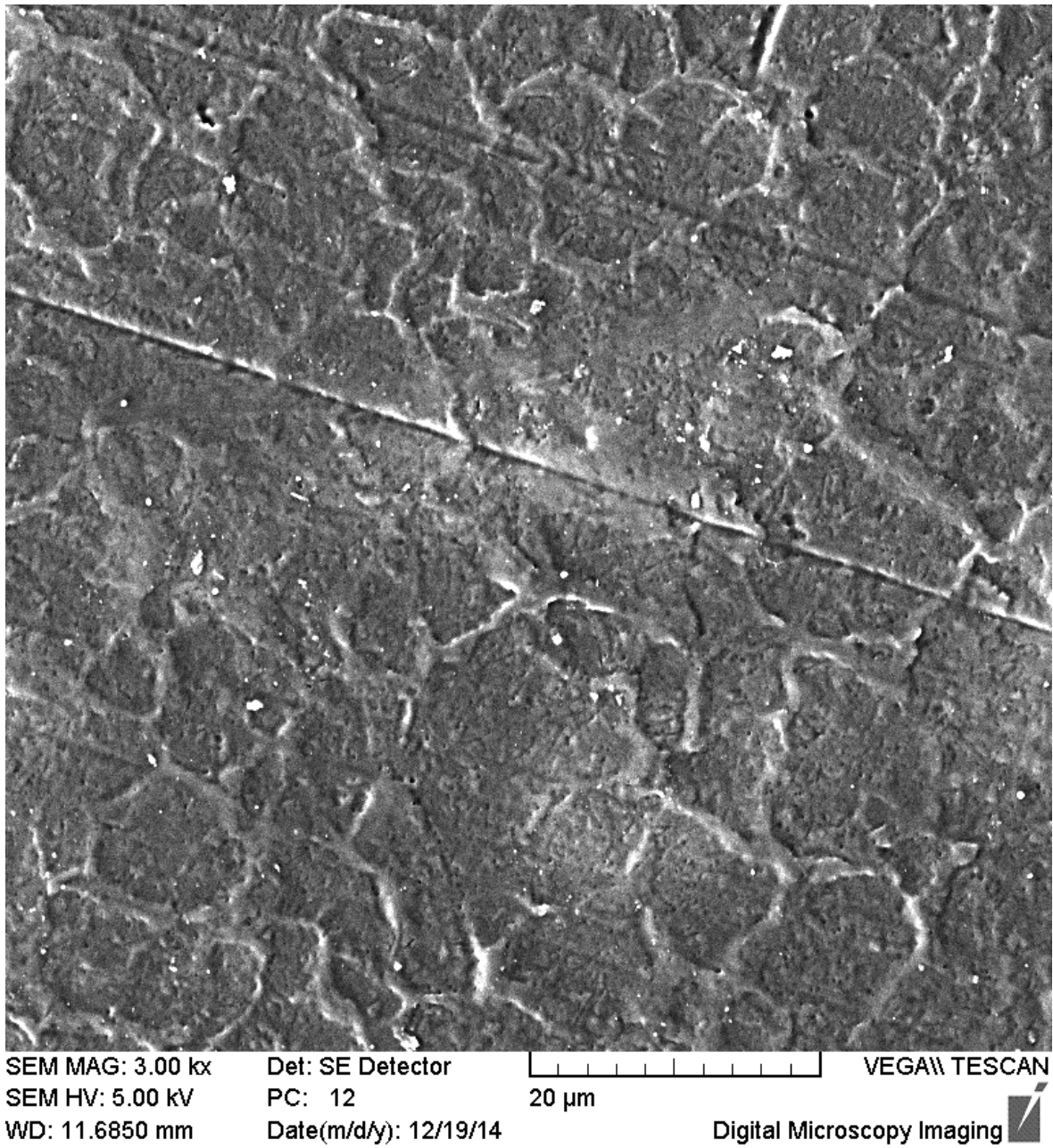
Obr. č. 81 DSC termogram vzorku č. 29  $T_m$  147,8 [°C],  $\Delta H$  23,8 [J/g],  $T_m$  135,9 [°C],  $\Delta H$  57,6 [J/g]

5.4.12 Vzorek č. 30 velmi rychle chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

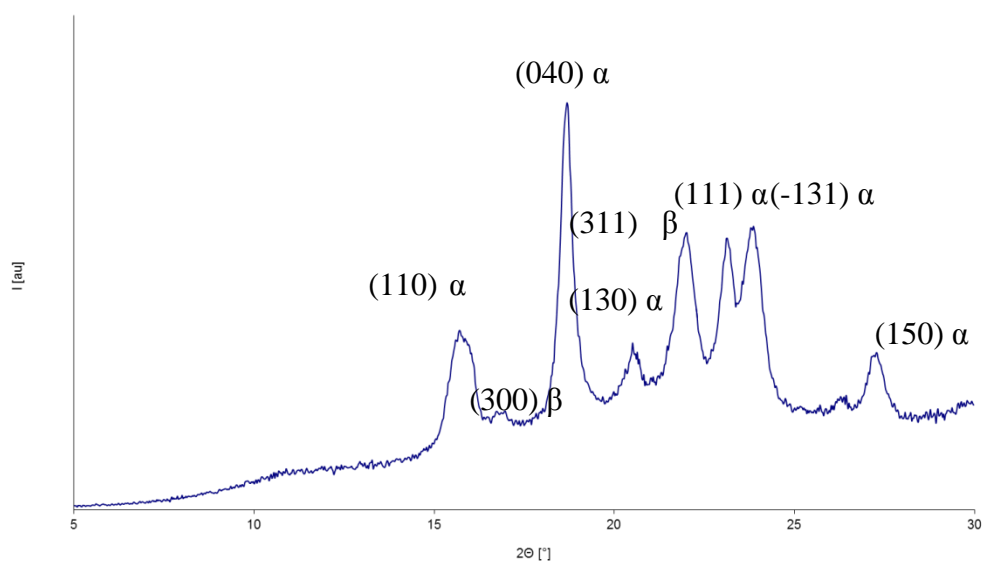
Obr. č. 82 RTG difraktogram vzorku č. 30, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi



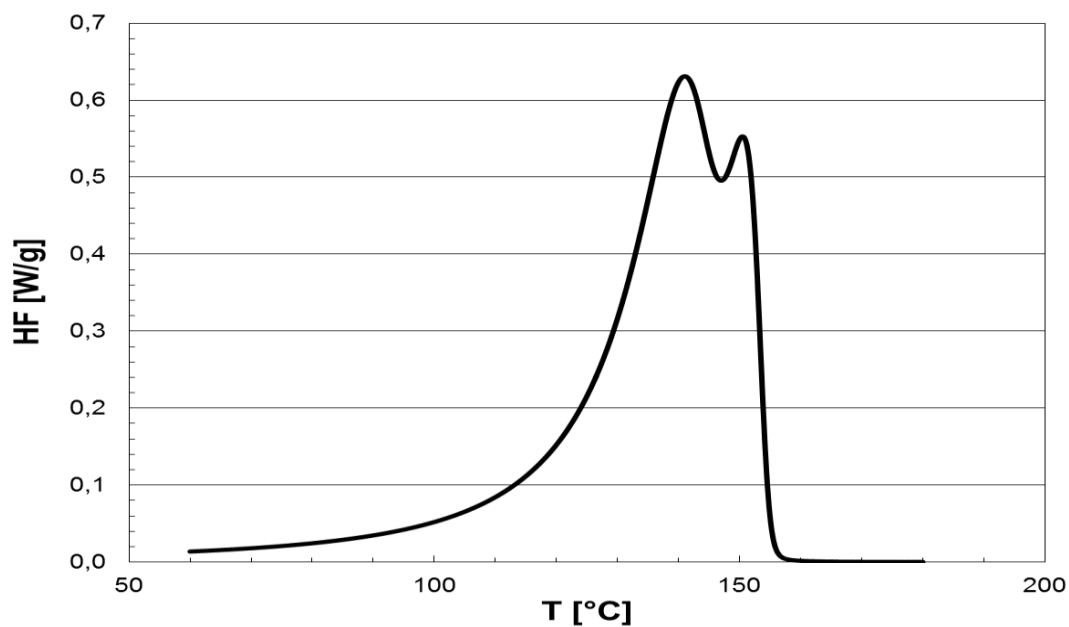
Obr. č. 83 DSC termogram vzorku č. 30  $T_m$  146,5 [°C],  $\Delta H$  59,1 [J/g],  $T_m$  127,1 [°C],  $\Delta H$  17,7 [J/g]

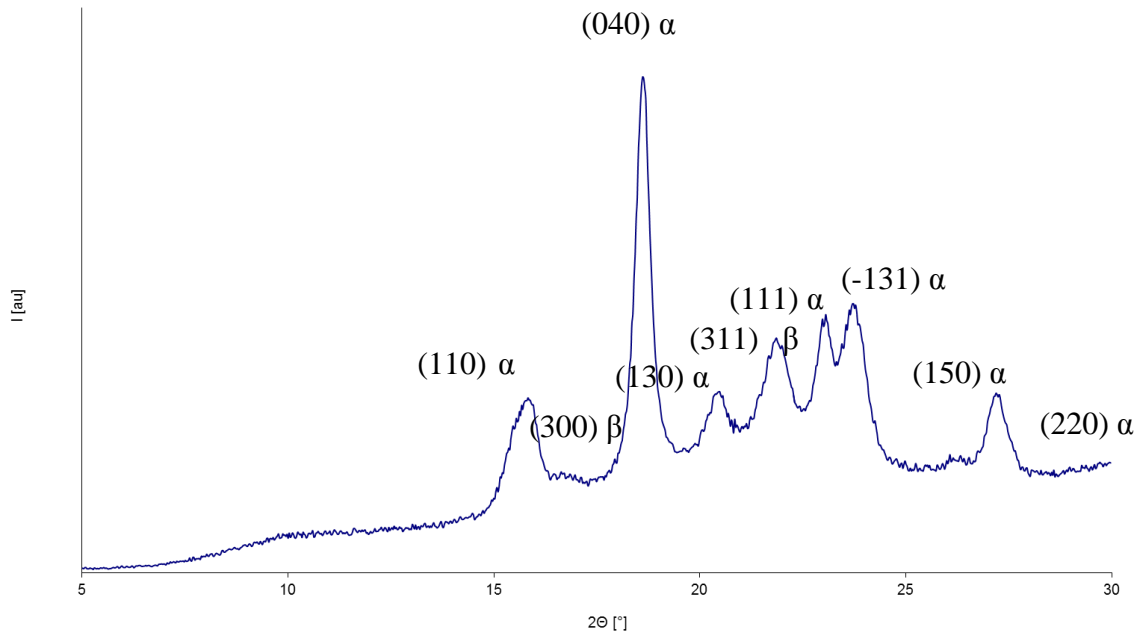


Obr. č. 84 SEM zobrazení vzorku č. 30

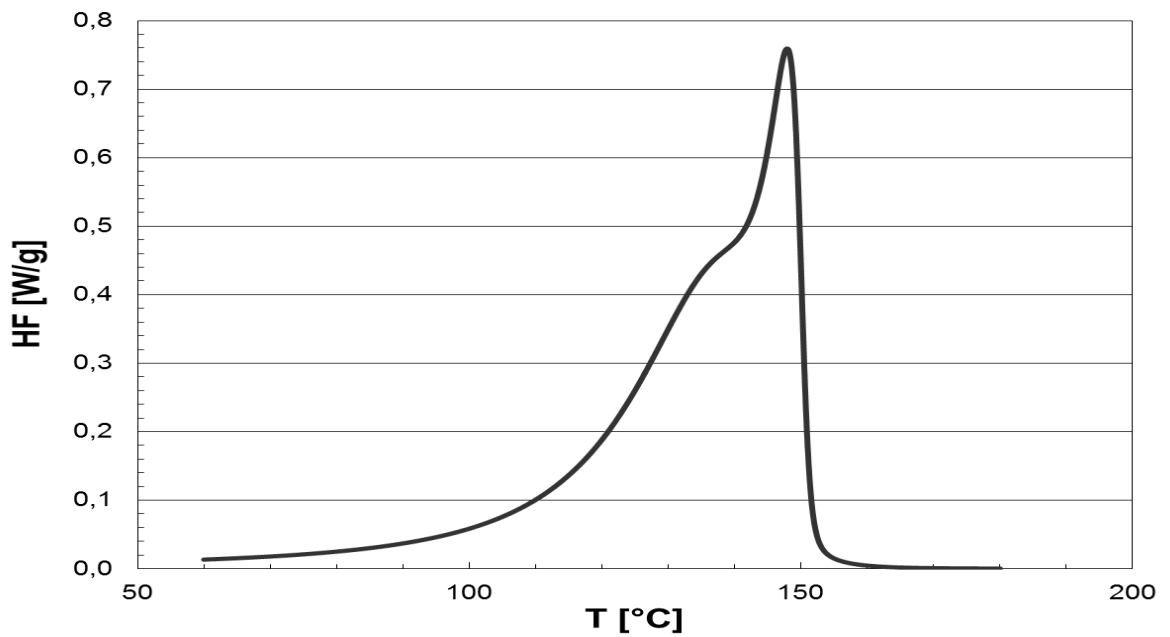
5.4.13 Vzorek č. 31 velmi pomalu chlazená deska s  $\alpha$  nukleačním činidlem

Obr. č. 85 RTG difraktogram vzorku č. 31, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

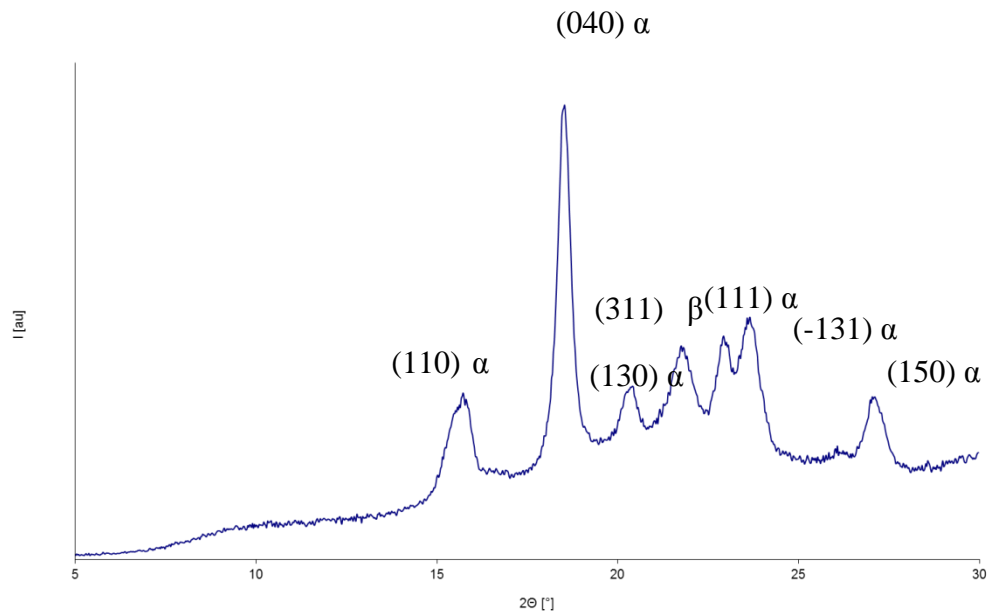
Obr. č. 86 DSC termogram vzorku č. 31  $T_m$  150,7 [°C],  $\Delta H$  40,7 [J/g],  $T_m$  139,8 [°C],  $\Delta H$  63,3 [J/g]

5.4.14 Vzorek č. 32 15 °C/min chlazená deska s  $\alpha$  nukleačním činidlem

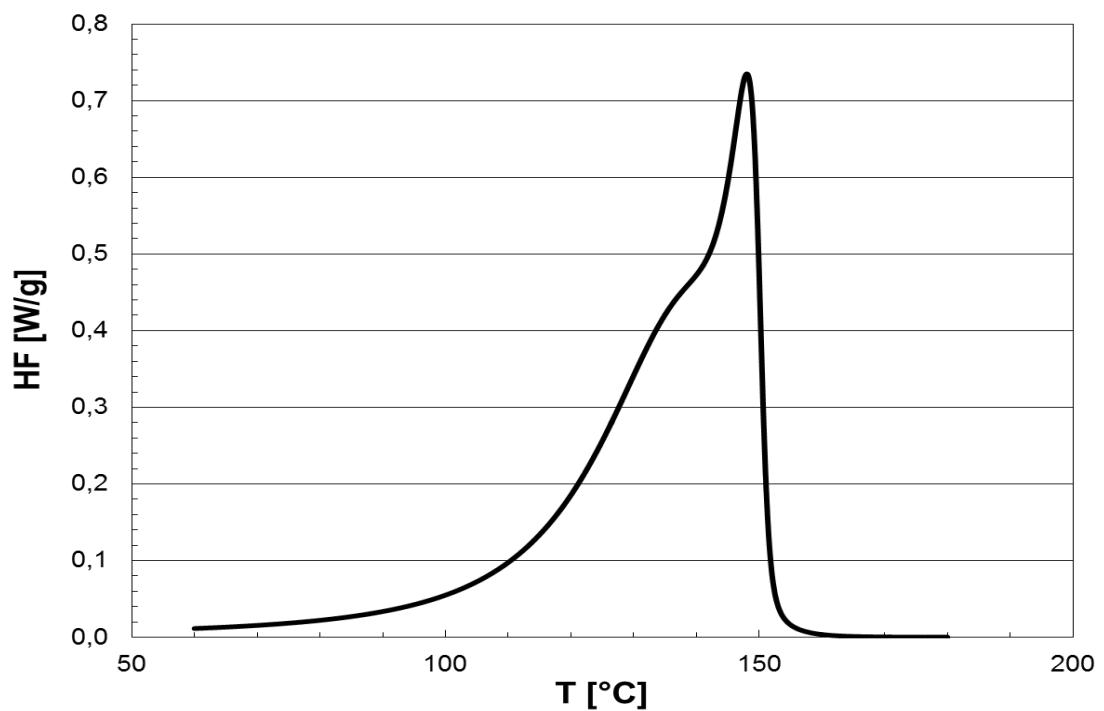
Obr. č. 87 RTG difraktogram vzorku č. 32, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

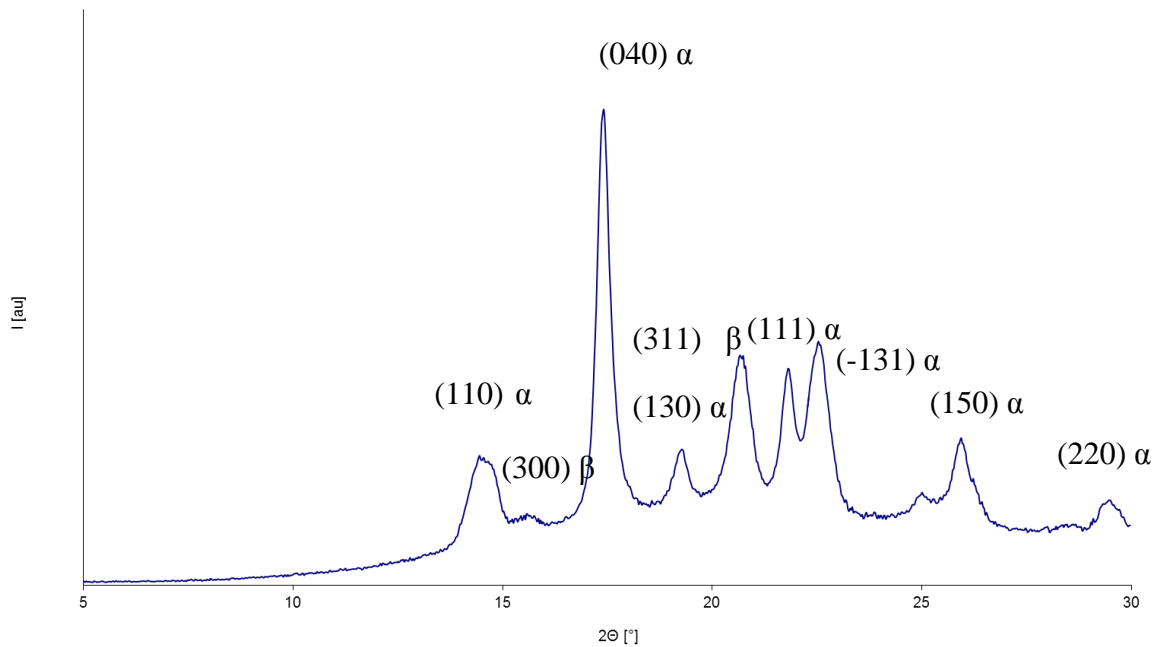
Obr. č. 88 DSC termogram vzorku č. 32  $T_m$  148,0 [°C],  $\Delta H$  51,7 [J/g],  $T_m$  134,6 [°C],  $\Delta H$  48,9 [J/g]



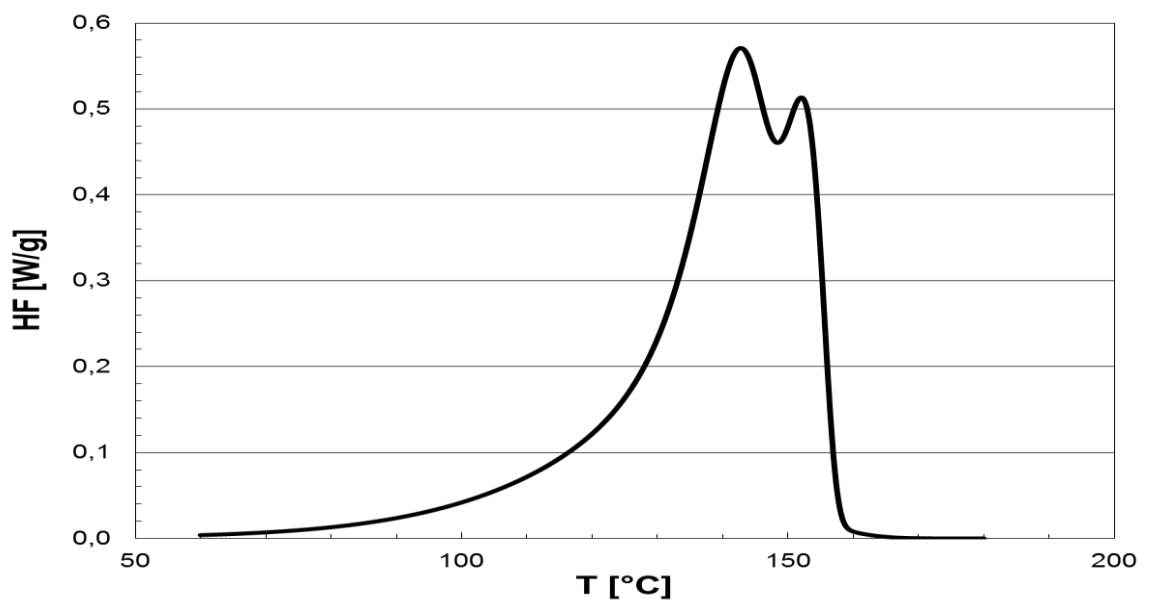
5.4.15 Vzorek č. 33 velmi rychle chlazená deska s  $\alpha$  nukleačním činidlem

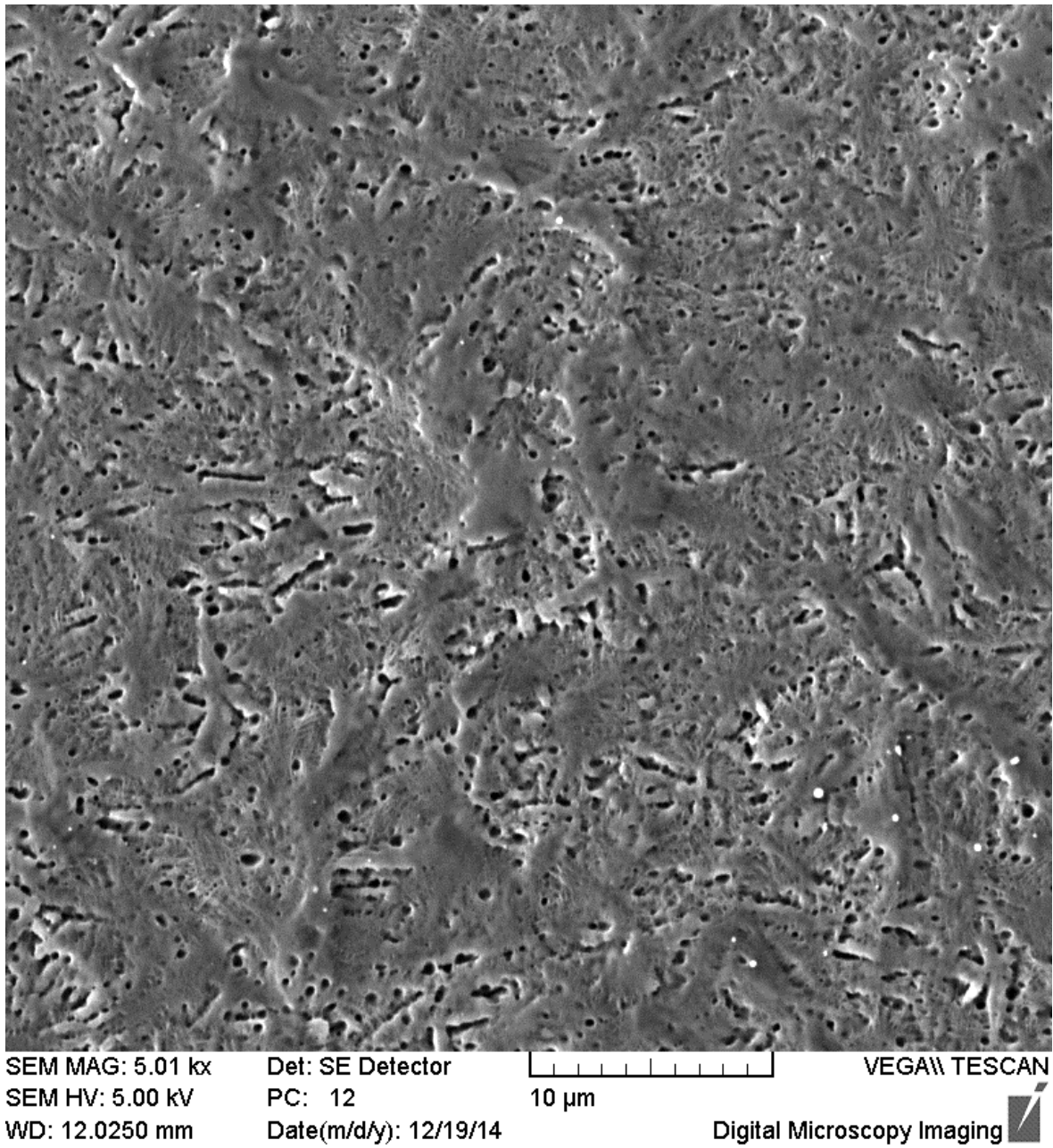
Obr. č. 89 RTG difraktogram vzorku č. 33, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 90 DSC termogram vzorku č. 33  $T_m$  148,0 [°C],  $\Delta H$  51,7 [J/g],  $T_m$  134,6 [°C],  $\Delta H$  48,9 [J/g]

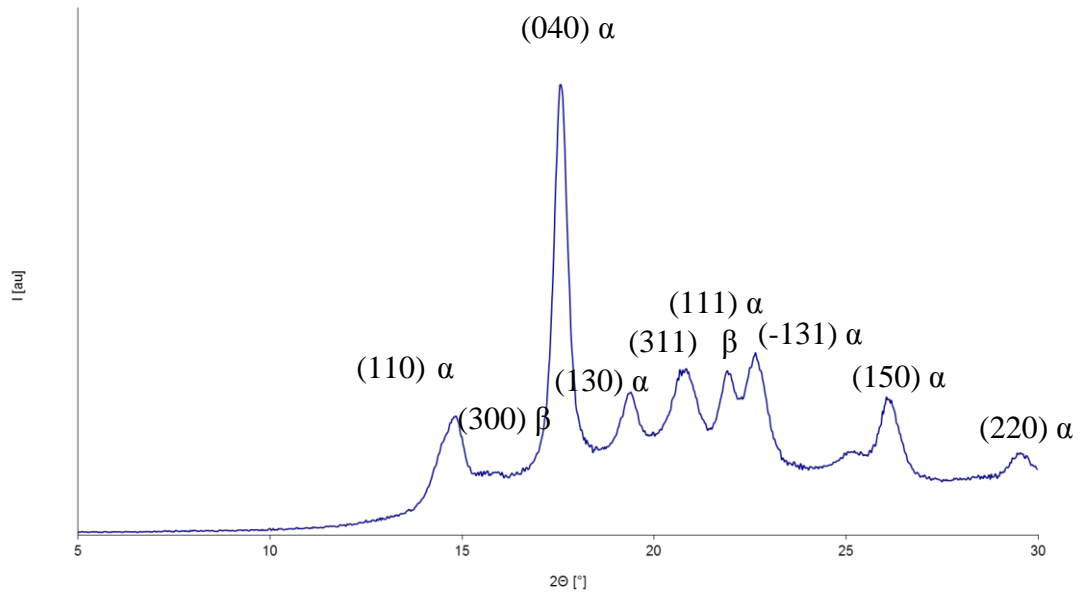
5.4.16 Vzorek č. 34 velmi pomalu chlazená folie s  $\alpha$  nukleačním činidlem

Obr. č. 91 RTG difraktogram vzorku č. 34, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

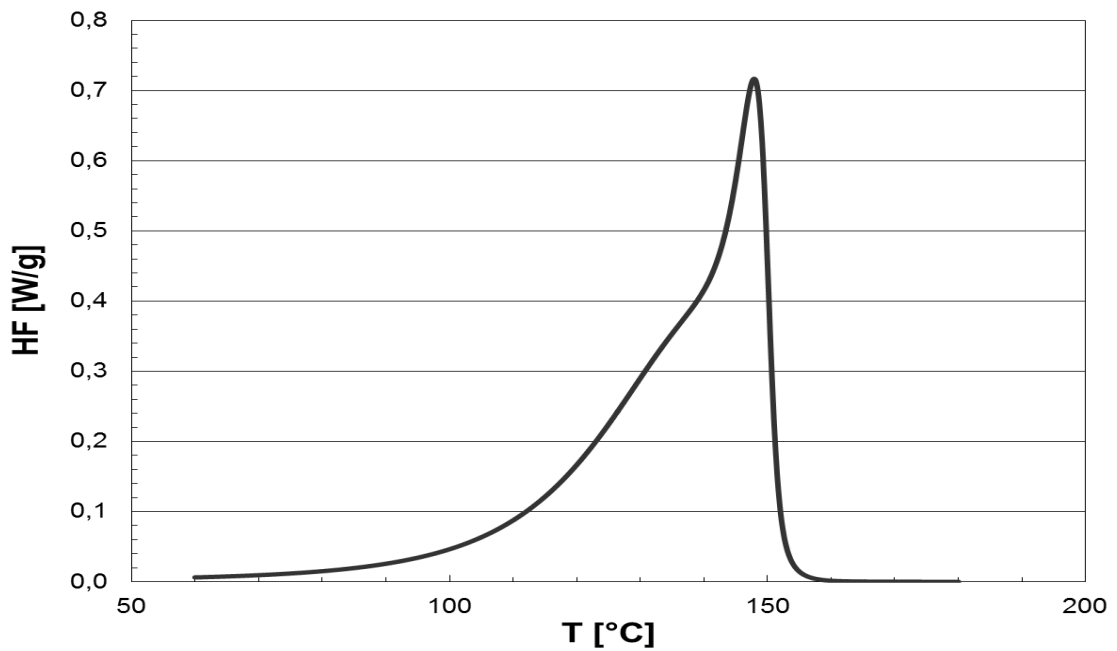
Obr. č. 92 DSC termogram vzorku č. 34  $T_m$  152,4 [°C],  $\Delta H$  29,4 [J/g],  $T_m$  141,7 [°C],  $\Delta H$  63,9 [J/g]



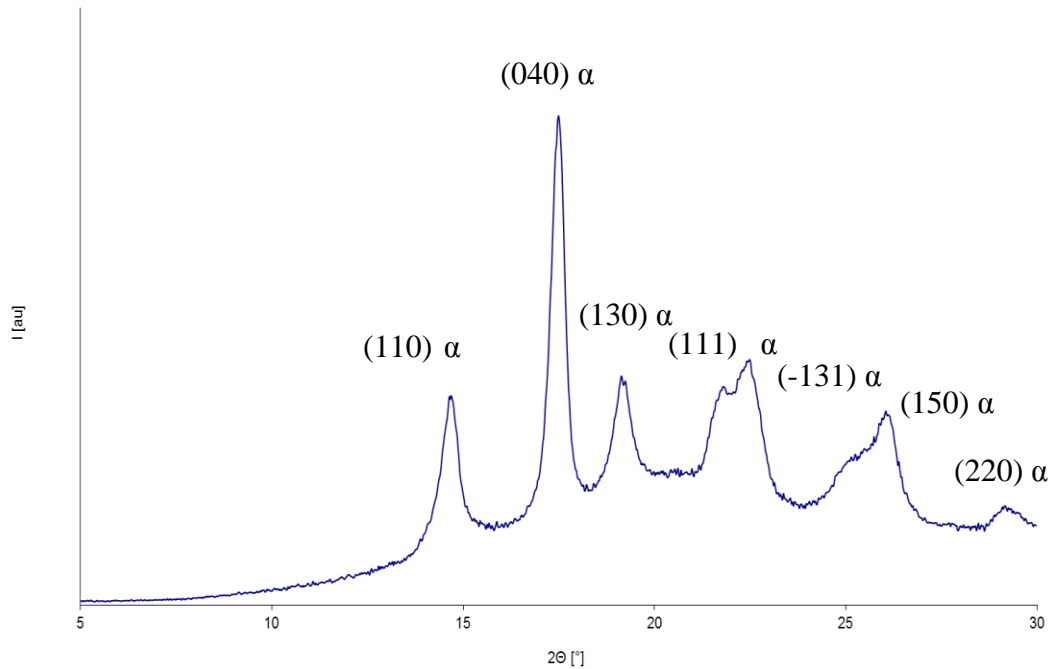
Obr. č. 93 SEM zobrazení vzorku č. 34

5.4.17 Vzorek č. 35 15 °C/min chlazená folie s  $\alpha$  nukleačním činidlem

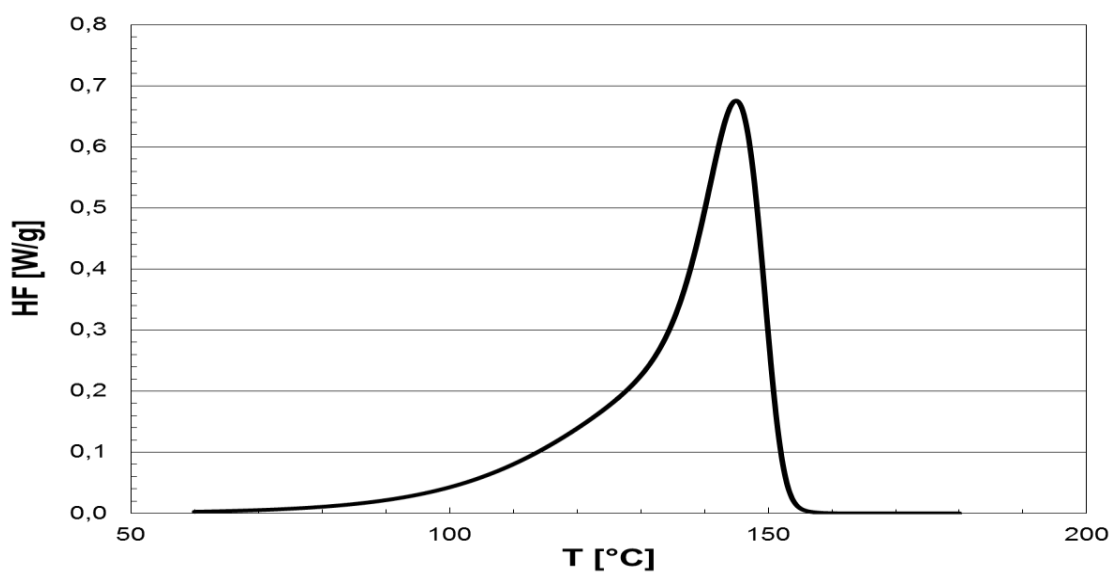
Obr. č. 94 RTG difraktogram vzorku č. 35, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

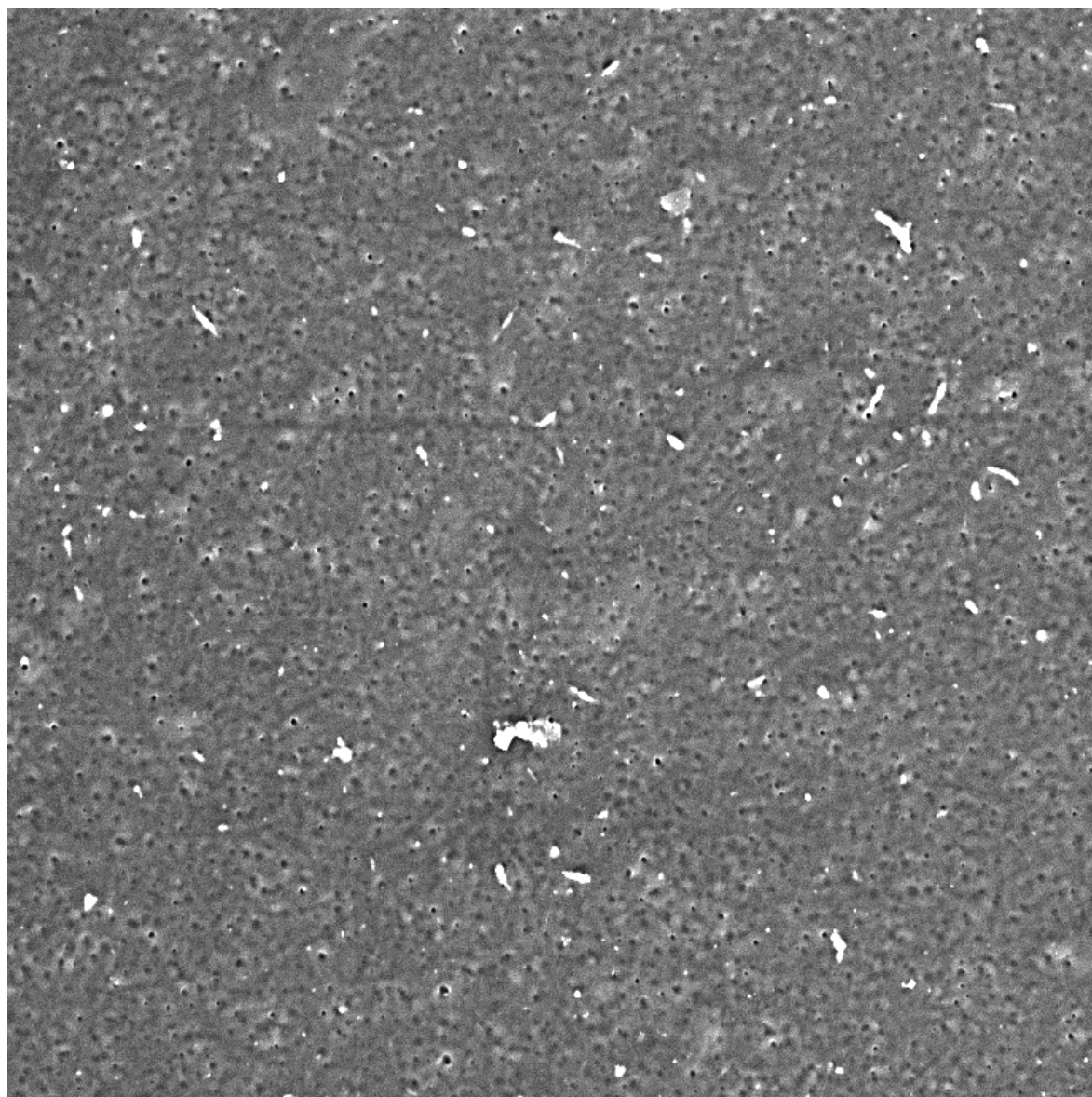


Obr. č. 95 DSC termogram vzorku č. 35  $T_m$  148,1 [°C],  $\Delta H$  41,6 [J/g],  $T_m$  135,1 [°C],  $\Delta H$  46,5 [J/g]

5.4.18 Vzorek č. 36 velmi rychle chlazená folie s  $\beta$  nukleačním činidlem

Obr. č. 96 RTG difraktogram vzorku č. 36, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi

Obr. č. 97 DSC termogram vzorku č. 36  $T_m$  145,3 [°C],  $\Delta H$  44,3 [J/g],  $T_m$  131,2 [°C],  $\Delta H$  37,0 [J/g]




SEM MAG: 5.00 kx  
SEM HV: 5.00 kV  
WD: 11.9240 mm

Det: SE Detector  
PC: 12  
Date(m/d/y): 12/19/14

10  $\mu$ m

VEGA\\ TESCAN

Digital Microscopy Imaging 

Obr. č. 98 SEM zobrazení vzorku č. 36

## 6 SUMARIZACE NAMĚŘENÝCH HODNOT A INTERPRETACE VÝSLEDKŮ

Naměřené hodnoty z RTG difrakce a DSC jsou přehledně uvedeny v tabulkách a grafech uvedených v této kapitole. SEM fotografie vyhodnoceny nejsou – sloužili jen pro ilustraci případných krystalických struktur.

### 6.1 Homopolymery

Naměřené hodnoty RTG analýzy jsou uvedeny v tabulce níže, kde X je celková krystalinita, A je amorfní část,  $\alpha$  – podíl fáze  $\alpha$ ,  $\beta$  – podíl fáze  $\beta$ , Or - orientace,  $L_{110}$  a  $L_{300}$  délka krystalitu v dané rovině.

č. vzorku	deska /folie	Nukleační činidlo	Rychlost chlazení	X [%]	A [%]	$\alpha$ [%]	$\beta$ [%]	Or (040/110)	$L_{110}$ [Å]	$L_{300}$ [Å]
1	folie	0	velmi pomalu	62,5	37,5	62,5	0,0	0,70	313,0	
2	folie	0	15°C/min	60,4	39,6	57,0	2,0	1,24	313,0	
3	folie	0	velmi rychle	61,1	38,9	55,2	5,0	1,70	277,0	
4	deska	0	velmi pomalu	83,7	17,0	83,0	0,0	0,90	454,0	
5	deska	0	15°C/min	71,6	28,4	71,6	0,0	1,23	343,0	
6	deska	0	velmi rychle	70,6	29,4	70,6	0,0	1,31	220,0	
7	folie	$\beta$	velmi pomalu	70,4	29,7	18,0	52,5	0,05	277,0	455,0
8	folie	$\beta$	15°C/min	68,4	31,6	14,5	54,0	11,70	567,0	402,0
9	folie	$\beta$	velmi rychle	60,8	39,2	17,4	43,2	7,00	401,0	313,0
10	deska	$\beta$	velmi pomalu	73,0	27,0	11,7	64,4	11,50	257,0	402,0
11	deska	$\beta$	15°C/min	70,6	29,4	16,0	54,0	15,70		402,0
12	deska	$\beta$	velmi rychle	69,7	30,3	17,0	53,5	9,20	187,0	343,0
13	folie	$\alpha$	velmi pomalu	59,5	40,5	59,5	0,0	3,80	277,0	
14	folie	$\alpha$	15°C/min	56,9	43,1	56,9	0,0	5,00	343,0	
15	folie	$\alpha$	velmi rychle	54,3	45,7	54,3	0,0	2,70	313,0	
16	deska	$\alpha$	velmi pomalu	69,3	30,7	69,3	0,0	3,30	401,0	
17	deska	$\alpha$	15°C/min	63,2	36,8	61,0	0,0	3,70	454,0	
18	deska	$\alpha$	velmi rychle	60,4	39,6	58,6	0,0	3,60	567,0	

Tab. č. 4 Naměřené a vypočtené hodnoty RTG difrakční analýzy homopolymerů  
Maximální krystalinita (83,7 %) byla naměřena u vzorku č. 4. Největší podíl fáze  $\alpha$  (83%) byl naměřen také u vzorku č. 4. Největší podíl fáze  $\beta$  (64,4%) byl naměřen u vzorku č. 10. U vzorků č. 2 a 3 byla zjištěna fáze  $\beta$  – jedná se o jediný případ výskytu této fáze, kde nebylo použito  $\beta$  nukleační činidlo. Míra orientace Or stejně jako délky  $L_{110}$  a  $L_{300}$  jsou uvedeny jen jako doplnění výsledků měření krystalinity. Pro jejich výpočet bylo použito Scherrerovy rovnice. Pro šířku standartu byla použita kyselina ftalová.

Naměřené hodnoty DSC analýzy jsou uvedeny níže, kde X – celková krystalinita,  $\alpha$  – podíl fáze  $\alpha$ ,  $\beta$  – podíl fáze  $\beta$ , T<sub>m</sub> – teplota tavení,  $\Delta H$  – změna entalpie.

č. vzorku	deska/ folie	Nukleační činidlo	Rychlost chlazení	T <sub>m</sub> [°C]	$\Delta H$ [J/g]	T <sub>m</sub> [°C]	$\Delta H$ [J/g]	$\Sigma \Delta H$ [J/g]	X [%]	$\alpha$ [%]	$\beta$ [%]
1	folie	0	velmi pomalu	165,1	118,2			118,2	56,6	56,60	0,0
2	folie	0	15°C/min	164,0	110,8			110,8	53,0	53,00	0,0
3	folie	0	velmi rychle	164,8	95,5			95,5	45,7	45,70	0,0
4	deska	0	velmi pomalu	166,3	125,8			125,8	60,2	60,20	0,0
5	deska	0	15°C/min	163,7	120,1			120,1	57,5	57,50	0,0
6	deska	0	velmi rychle	163,7	117,0			117,0	56,0	56,00	0,0
7	folie	$\beta$	velmi pomalu	165,9	11,2	56,7	106,8	118,0	56,5	5,40	51,1
8	folie	$\beta$	15°C/min	166,4	25,7	153,0	82,7	108,4	51,9	12,20	39,6
9	folie	$\beta$	velmi rychle	164,7	80,8	144,5	19,5	100,3	48,0	38,60	9,3
10	deska	$\beta$	velmi pomalu	165,0	40,4	150,4	79,8	120,2	57,5	19,30	38,2
11	deska	$\beta$	15°C/min	165,1	44,7	149,6	66,3	111,0	53,1	21,40	31,7
12	deska	$\beta$	velmi rychle	164,5	50,2	149,4	68,0	118,2	56,6	24,00	32,5
13	folie	$\alpha$	velmi pomalu	166,8	120,9			120,9	57,8	57,80	0,0
14	folie	$\alpha$	15°C/min	165,4	119,1			119,1	57,0	57,00	0,0
15	folie	$\alpha$	velmi rychle	163,3	107,8			107,8	51,6	51,60	0,0
16	deska	$\alpha$	velmi pomalu	170,8	165,7			132,2	63,2	63,20	0,0
17	deska	$\alpha$	15°C/min	166,7	129,8			129,8	62,1	62,10	0,0
18	deska	$\alpha$	velmi rychle	165,4	126,8			126,8	60,7	60,70	0,0

Tab. č. 5 Naměřené a vypočtené hodnoty DSC analýzy homopolymerů

Maximální krystalinita (63,2 %) byla naměřena u vzorku č. 16. Největší podíl fáze  $\alpha$  (63,2%) byl naměřen také u vzorku č. 16. Největší podíl fáze  $\beta$  (51,1%) byl naměřen u vzorku č. 7. Na rozdíl od měření RTG difrakce nebyla zjištěna fáze  $\beta$  u jiných vzorků, než které byly ovlivněny  $\beta$  nukleačním činidlem.



## 6.2 Kopolyмеры

Naměřené hodnoty RTG analýzy jsou uvedeny níže, kde X je celková krystalinita, A je amorfní část,  $\alpha$  – podíl fáze  $\alpha$ ,  $\beta$  – podíl fáze  $\beta$ , Or - orientace,  $L_{110}$  a  $L_{300}$  délka krystalitu v dané rovině.

č. vzorku	deska/ folie	Nukleační činidlo	Rychlost chlazení	X [%]	A [%]	$\alpha$ [%]	$\beta$ [%]	Or (040/110)	$L_{110}$ [Å]	$L_{300}$ [Å]
19	deska	0	velmi pomalu	71,3	28,7	71,3	0	1,8	454	
20	deska	0	15°C/min	69	31	69	0	1,45	454	
21	deska	0	velmi rychle	62,8	37,2	26,8	0	1,7	566	
22	folie	0	velmi pomalu	58,8	41,2	58,8	0	2,1	401	
23	folie	0	15°C/min	61,3	38,7	61,3	0	1,7	379	
24	folie	0	velmi rychle	56,6	43,4	56,6	0	1,49	343	
25	deska	$\beta$	velmi pomalu	63,7	38,5	56,6	7,1	49,5		455
26	deska	$\beta$	15°C/min	61,2	38,8	44,9	14,8	36,8	249	568
27	deska	$\beta$	velmi rychle	59,7	40,3	43,6	16,1	16,1	379	343
28	folie	$\beta$	velmi pomalu	55,4	44,6	45,8	9,6	15,3	379	455
29	folie	$\beta$	15°C/min	59,7	40,3	25,9	33,8	19,5		380
30	folie	$\beta$	velmi rychle	53	47	20,2	32,8	4,5	313	455
31	deska	$\alpha$	velmi pomalu	69,6	30,4	64,7	4,8	2,86	167	343
32	deska	$\alpha$	15°C/min	63,2	36,8	59,2	4	4,06	116	167
33	deska	$\alpha$	velmi rychle	62,4	37,6	59,4	3	3,8	116	167
34	folie	$\alpha$	velmi pomalu	60,4	39,6	49,1	3,6	5,1	167	379
35	folie	$\alpha$	15°C/min	59,3	40,7	55,3	2	8,1	220	
36	folie	$\alpha$	velmi rychle	54,8	45,2	54,8	0	2,7	682	

Tab. č. 6 Naměřené a vypočtené hodnoty RTG difrakční analýzy kopolymerů

Maximální krystalinita (71,3 %) byla naměřena u vzorku č. 19. Největší podíl fáze  $\alpha$  (71,3%) byl naměřen také u vzorku č. 19. Největší podíl fáze  $\beta$  (33,8%) byl naměřen u vzorku č. 29. Míra orientace Or stejně jako délky  $L_{110}$  a  $L_{300}$  jsou uvedeny jen jako doplňné výsledky měření krystalinity. Pro jejich výpočet bylo použito Scherrerovy rovnice. Pro šířku standartu byla použita kyselina ftalová.

Naměřené hodnoty DSC analýzy jsou uvedeny níže, kde X – celková krystalinita,  $\alpha$  – podíl fáze  $\alpha$ ,  $\beta$  – podíl fáze  $\beta$ , Tm – teplota tavení,  $\Delta H$  – změna entalpie

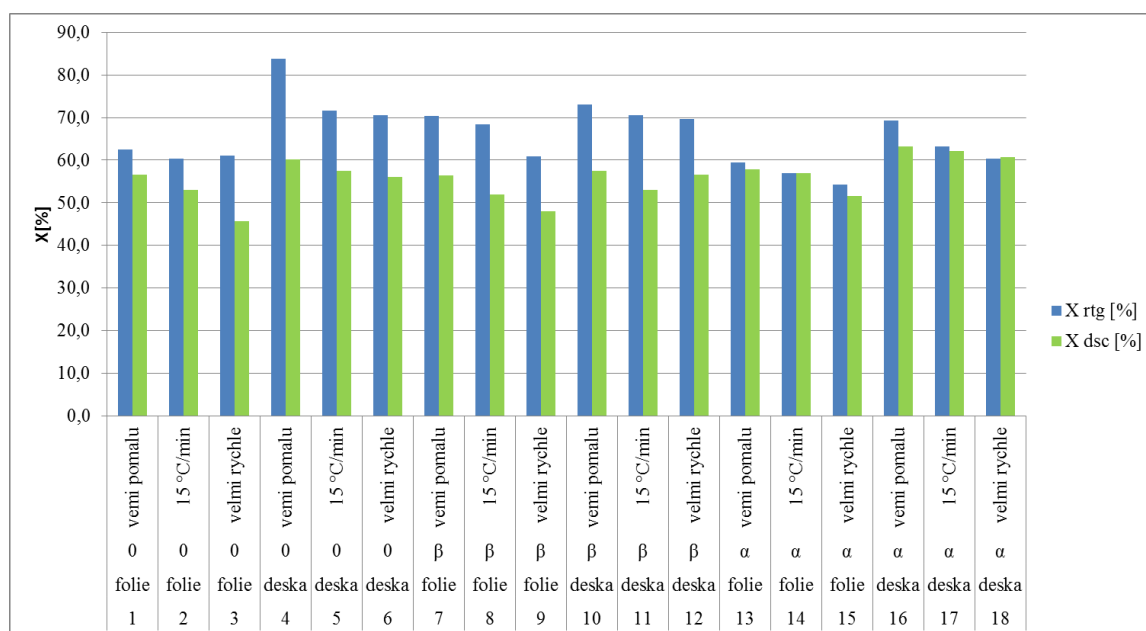
č. vzorku	deska/folie	Nukleační činidlo	Rychlost chlazení	Tm [°C]	$\Delta H$ [J/g]	Tm [°C]	$\Delta H$ [J/g]	Tm [°C]	$\Delta H$ [J/g]	$\Sigma \Delta H$ [J/g]	X [%]	$\alpha$ [%]	$\beta$ [%]
19	deska	0	velmi pomalu	148	55	135	45,9			100,9	48,3	26,3	0
20	deska	0	15°C/min	146,1	96,9					96,9	46,4	46,4	0
21	deska	0	velmi rychle	146,2	90,3					90,3	43,2	43,2	0
22	folie	0	velmi pomalu	150,9	36	147,3	13,3	137	45	94,3	45,1	45,1	0
23	folie	0	15°C/min	147,3	43	133	39,7			82,7	39,6	41,6	0
24	folie	0	velmi rychle	146,3	50,3	136,1	24			74,4	35,6	35,6	0
25	deska	$\beta$	velmi pomalu	149,2	30,8	138,1	70,8			101,6	48,6	14,7	33,8
26	deska	$\beta$	15°C/min	146,7	52,7	134,8	46,4			99,1	47,4	25,2	22,2
27	deska	$\beta$	velmi rychle	146,8	63,8	134,8	35,5			99,4	47,6	30,5	17
28	folie	$\beta$	velmi pomalu	150	39,5	140,9	55,5			95	45,5	19	26,6
29	folie	$\beta$	15°C/min	147,8	23,8	135,9	57,6			81,4	38,9	11,4	27,6
30	folie	$\beta$	velmi rychle	146,5	59,1	127,1	17,7			76,7	36,7	28,3	8,5
31	deska	$\alpha$	velmi pomalu	150,7	40,7	139,8	63,3			104	49,8	49,8	0
32	deska	$\alpha$	15°C/min	148	51,7	134,6	48,9			100,6	48,1	48,1	0
33	deska	$\alpha$	velmi rychle	148	51,7	134,6	48,9			98,6	47,2	47,2	0
34	folie	$\alpha$	velmi pomalu	152,4	29,4	141,7	63,9			93,3	44,6	44,6	0
35	folie	$\alpha$	15°C/min	148,1	41,6	135,1	46,5			88,1	42,2	42,2	0
36	folie	$\alpha$	velmi rychle	145,3	44,3	131,2	37			81,4	38,9	38,2	0

Tab. č. 7 Naměřené a vypočtené hodnoty DSC analýzy kopolymerů

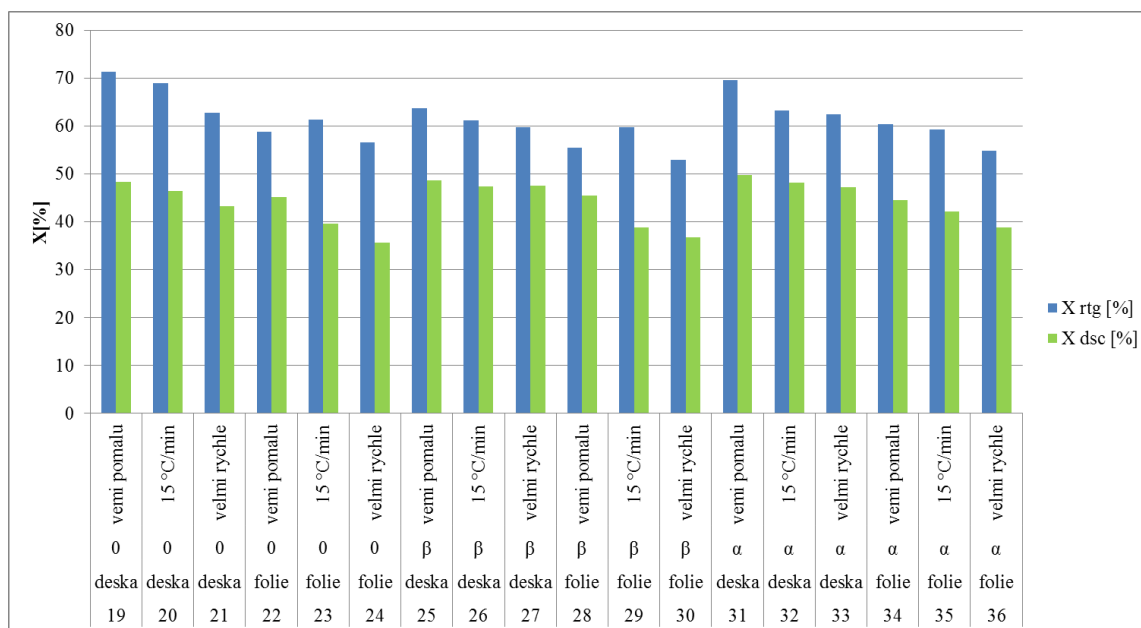
Maximální krystalinita (49,8 %) byla naměřena u vzorku č. 31. Největší podíl fáze  $\alpha$  (49,8%) byl naměřen také u vzorku č. 31. Největší podíl fáze  $\beta$  (33,8%) byl naměřen u vzorku č. 25.

### 6.3 Vyhodnocení měření

Celková krystalinita se u homopolymerů pohybovala v rozmezí 54-83 %. Vyšší krystalinita byla jednak u vzorků chlazených pomalu a také u vzorku o větší tloušťce – desek. Pomalejší ochlazování stejně jako větší tloušťka vzorku umožnila snazší vznik krystalů, který se projevil vyšší mírou krystalinity. Rozdíl mezi vyšší krystalinity u homopolymerů a kopolymerů ve prospěch homopolymerů je dán vyšší geometrickou pravidelností makromolekulárního řetězce homopolymeru, která vede k jeho pravidelnému skládání a tudíž k jeho vyšší krystalinitě. Celková krystalinita se u kopolymerů pohybovala v rozmezí 53-71 %. Měření DSC víceméně potvrdilo výsledky RTG analýzy. Celková krystalinita měla obdobný trend jako u RTG difrakce. Opět se potvrdilo, že pomaleji chlazený vzorek o větší tloušťce má vyšší krystalinitu než ostatní vzorky.



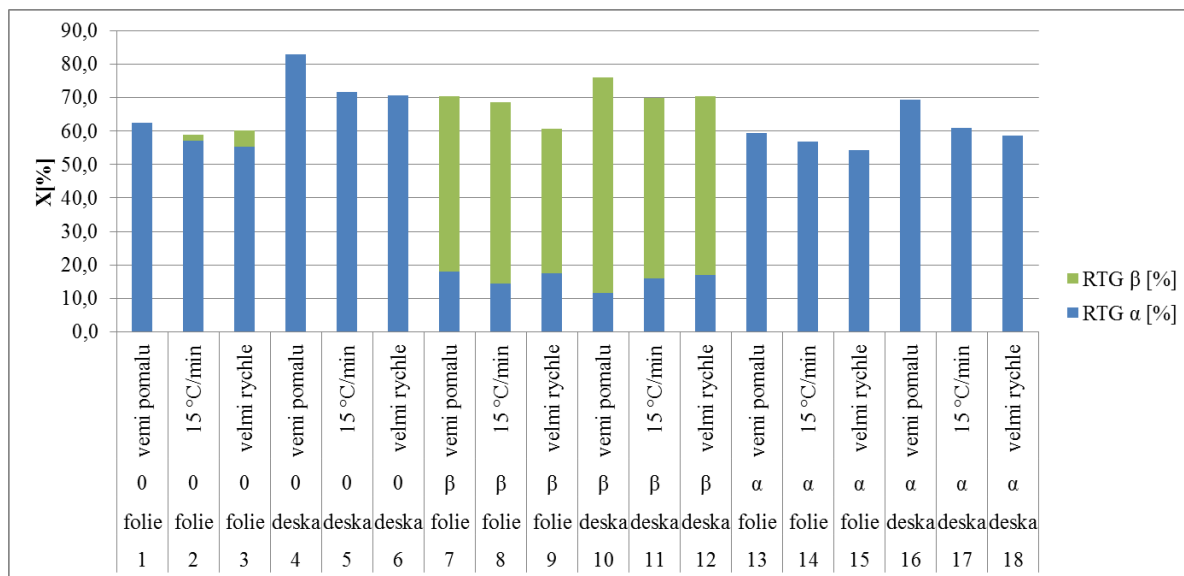
Obr. č. 99 Výsledné krystalinity vzorků homopolymeru



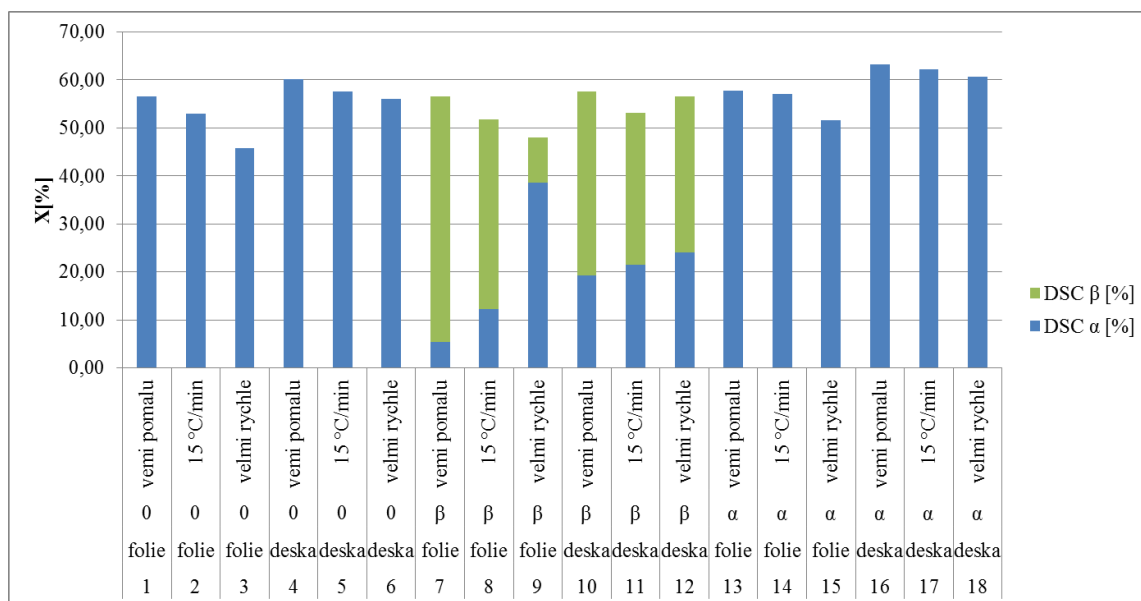
Obr. č. 100 Výsledné krystalinity vzorků kopolymeru

Výskyt fáze  $\beta$  závisel především na přítomnosti  $\beta$  nukleačního činidla. U vzorků, kde toto nukleační činidlo bylo přidáno se fáze  $\beta$  u homopolymerů vyskytovala dominantně na úkor fáze  $\alpha$ . Výskyt  $\beta$  fáze u homopolymerů byl zaznamenán i u vzorků bez nukleačního činidla, ale jen při RTG difrakci. U DSC toto potvrzeno nebylo. Zastoupení fáze  $\beta$  u kopolymerů nebylo tak dominantní jako u homopolymerů. Dokonce ani u vzorků s  $\beta$  nukleačním činidlem, kde se vliv na fázovou strukturu projevil, ale ne v takové míře jako u homopolymerů. Vznik  $\beta$  fáze byl naopak zaznamenán u RTG difrakce kopolymerů v případě, kdy bylo použito nukleační činidlo  $\alpha$ , ale opět to DSC analýza toto nepotvrdila.

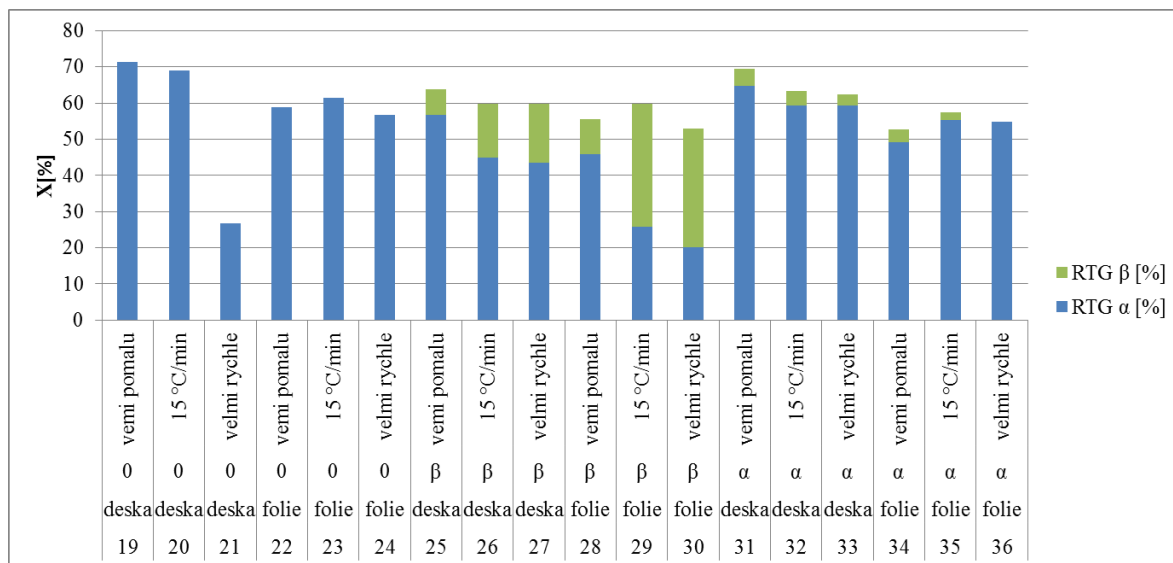
Míra celkové krystalinity při porovnání výsledků z RTG difrakce a DSC byla rozdílná – u RTG difrakce vyšší. To lze vysvětlit jednak tím, že u RTG difrakce nedochází v podstatě k ovlivnění struktury vzorku, kdežto u DSC dochází k nevratné změně struktury a výsledná hodnota je také ovlivněna rychlostí měření – při vyšší rychlosti měření dochází k vyšším teplotám tání a také k vyšším hodnotám krystalinity. Další vliv na hodnotu výsledné míry krystalinity u DSC je přepočítání hodnot  $\Delta H$  na krystalinitu daného vzorku, která je vztahována k hodnotě ideálního 100% krystalického vzorku. Pro naše potřeby byla užitá hodnota  $\Delta H = 209 \text{ J/g}$  pro obě fáze.



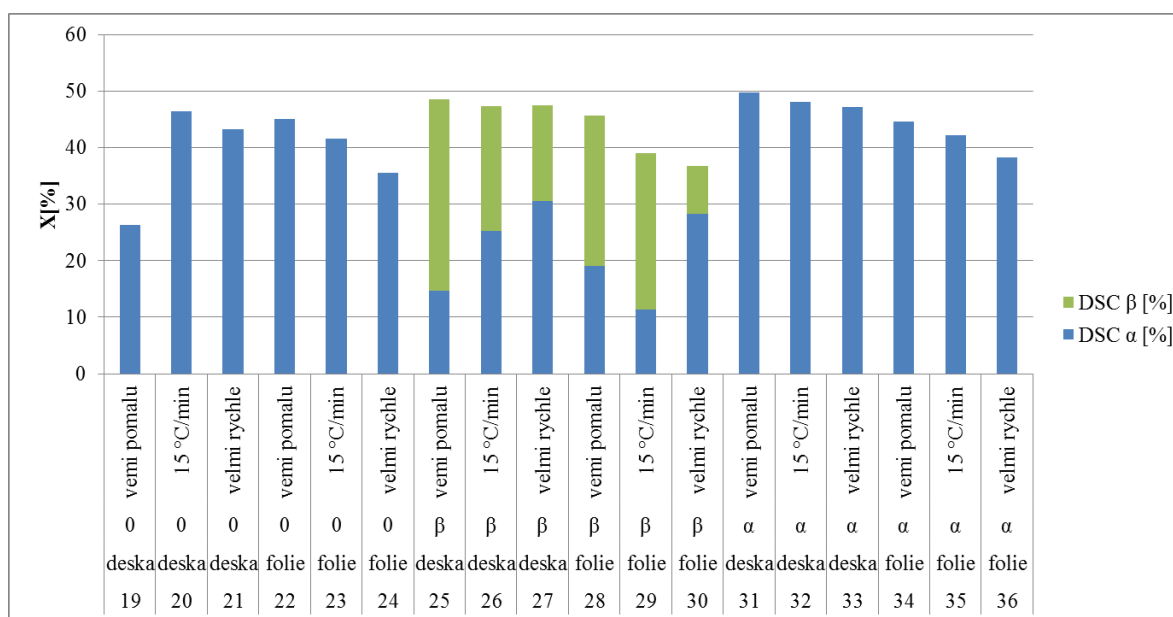
Obr. č. 101 Zastoupení jednotlivých fází vzorků homopolymeru dle RTG difrakce



Obr. č. 102 Zastoupení jednotlivých fází vzorků homopolymeru dle DSC



Obr. č. 103 Zastoupení jednotlivých fází vzorků kopolymeru dle RTG difrakce



Obr. č. 104 Zastoupení jednotlivých fází vzorků kopolymeru dle DSC

## ZÁVĚR

V teoretické části jsme uvedli poznatky o fázové struktuře polypropylenu, jeho výrobě a fyzikálních vlastnostech. Dále jsme se zabývali metodami zkoumání struktury polymerů – RTG difrakce, diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) a skenovací elektronová mikroskopie (SEM), které jsme následně použili pro měření vzorků.

V praktické části uvádíme výsledky provedených měření na vzorcích izotaktického polypropylenu. Jednak ve formě RTG difraktogramů, DSC termogramů a SEM fotografií. Provedli jsme vyhodnocení naměřených hodnot u RTG difrakce a DSC analýzy a vyvodili závěry dopadu tepelného zpracování vzorků a nukleačních činidel na krystalinitu a fázovou strukturu zkoumaných vzorků, kde krystalická struktura vzorků izotaktického polypropylenu je nejvíce ovlivněna přísadou  $\beta$  nukleačního činidla v závislosti na způsobu chlazení. Přísada nukleačního činidla  $\alpha$  neměla prakticky vliv na větší zastoupení fáze  $\alpha$  v porovnání se vzorky, které byly bez nukleačního činidla. Tloušťka vzorků a tím i rychlost chlazení vzorků umožnilo u silnějších vzorků – desek - vznik větší krystalické fáze.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] MOORE, Edward P. *Polypropylene handbook: polymerization, characterization, properties, processing, applications*. Cincinnati: Hanser/Gardner Publications, c1996, xix, 419 p. ISBN 3-446-18176-8.
- [2] TRIPATHI, D. *Practical guide to polypropylene*. Shrewsbury: RAPRA Technology, 2001. ISBN 18-595-7282-0.
- [3] KARIAN, Harutun G. *Handbook of polypropylene and polypropylene composites*. New York: Marcel Dekker, c2003, xiii, 741 p. *Plastics engineering* (Marcel Dekker, Inc.), 51. ISBN 08-247-4064-5
- [4] LEDNICKÝ, František. *Mikroskopie a morfologie polymerů: Díl 1. Mikroskopie Polymerů a preparační techniky*. Vyd. 1. Liberec: Technická univerzita, 2009, 71 s. ISBN 978-80-7372-486-3.
- [5] LEDNICKÝ, František. *Mikroskopie a morfologie polymerů: Díl 2. Morfologie polymerů*. Vyd. 1. Liberec: Technická univerzita, 2009, 97 s. ISBN 978-80-7372-487-0.
- [6] VŮJTEK, Milan, Roman KUBÍNEK a Miroslav MAŠLÁŇ. *Nanoskopie*. 1. vyd. V Olomouci: Univerzita Palackého, 2012. ISBN 978-80-244-3102-4.
- [7] MEER, Douwe-Wiebe van der. 2003. *Structure-property relationships in isotactic polypropylene: the influence of chain architecture and nucleation on crystallization, morphology and mechanical properties*. Enschede: Twente University Press. ISBN 90-365-1914-4.
- [8] MLEZIVA, Josef. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přepr. vyd. Praha: Sobotáles, 2000, 537 s. ISBN 80-859-2072-7.
- [9] WUNDERLICH, Bernhard. *Thermal analysis of polymeric materials*. Berlin: Springer, 2005, 894 s. ISBN 35-402-3629-5.
- [10] MAREK, Jaromír a Zdeněk TRÁVNÍČEK. *Monokrystalová rentgenová strukturní analýza*. 1. vyd. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2002, 169 s. ISBN 80-244-0551-2.
- [11] Žák, Zdirad. *Rentgenová difrakce a studium struktury látek*. 1. vyd. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1982, 214 s.



- [12] Rybníkař, František. *Analýza a zkoušení plastických hmot*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1965, 418 s.
- [13] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 3., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2011, 276 s. ISBN 978-807-0807-880.
- [14] KARGER-KOCSIS, edited by J. 1999. *Polypropylene an A-Z reference*. Dordrecht: Kluwer. ISBN 04-128-0200-7.
- [15] ČÁPKOVÁ, Pavla. *RTG difrakce v materiálovém výzkumu* [online]. [cit. 2015-04-20]. Dostupné z:  
[http://www.ktm.tul.cz/edu/podklady\\_kmt\\_magistri/MSS/Vyukove\\_texty\\_XRD.pdf](http://www.ktm.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/MSS/Vyukove_texty_XRD.pdf)

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

A	amorfní podíl ve vzorku
DSC	diferenciální skenovací kalorimetrie
HF	tepelný tok
iPP	izotaktický polypropylen
RTG	rentgen
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
T <sub>m</sub>	teplota tavení
X	celková krystalinita
α	alfa fáze iPP
β	beta fáze iPP
γ	gama fáze iPP
ΔH	změna entalpie

## SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. č. 1 izotaktický PP [1].....	12
Obr. č. 2 syndiotaktický PP [1].....	12
Obr. č. 3 ataktický PP [1].....	13
Obr. č. 4 Schéma výrobního procesu Spheripol [3].....	14
Obr. č. 5 vrstvení lamel $\alpha$ formy izotaktického PP [1] .....	16
Obr. č. 6 srovnání RTG difraktogramů iPP a) fáze $\alpha$ , b) fáze $\beta$ , c) fáze $\gamma$ [7] .....	17
Obr. č. 7 schéma lamel $\alpha$ formy s filmem $\gamma$ formy iPP [1].....	18
Obr. č. 8 odvození Braggovy rovnice [9] .....	20
Obr. č. 9 RTG difraktogram [11] .....	20
Obr. č. 10 zdroj RTG záření [9].....	21
Obr. č. 11 detektor RTG záření [9].....	22
Obr. č. 12 schéma DSC – metoda tepelného toku [8].....	23
Obr. č. 13 DSC křivka polymeru [8] .....	24
Obr. č. 14 schéma DSC – metoda Power compensation [8].....	25
Obr. č. 15 RTG difraktogram vzorku č. 1, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	31
Obr. č. 16 DSC termogram vzorku č. 1 $T_m$ 165,1 [°C], $\Delta H$ 118,2 [J/g] .....	31
Obr. č. 17 SEM zobrazení vzorku č. 1 .....	32
Obr. č. 18 RTG difraktogram vzorku č. 2, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	33
Obr. č. 19 DSC termogram vzorku č. 2 $T_m$ 164,0 [°C], $\Delta H$ 110,8 [J/g] .....	33
Obr. č. 20 RTG difraktogram vzorku č. 3, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	34
Obr. č. 21 DSC termogram vzorku č. 3 $T_m$ 164,8 [°C], $\Delta H$ 95,5 [J/g] .....	34
Obr. č. 22 SEM zobrazení vzorku č. 3 .....	35
Obr. č. 23 RTG difraktogram vzorku č. 4, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	36
Obr. č. 24 DSC termogram vzorku č. 4 $T_m$ 166,3 [°C], $\Delta H$ 125,8 [J/g] .....	36
Obr. č. 25 RTG difraktogram vzorku č. 5, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	37
Obr. č. 26 DSC termogram vzorku č. 5 $T_m$ 163,7 [°C], $\Delta H$ 120,1 [J/g] .....	37

Obr. č. 27 RTG difraktogram vzorku č. 6, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	38
Obr. č. 28 DSC termogram vzorku č. 6 Tm 163,7 [°C], ΔH 117,0 [J/g] .....	38
Obr. č. 29 RTG difraktogram vzorku č. 7, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	39
Obr. č. 30 DSC termogram vzorku č. 7 Tm 165,9 [°C], ΔH 11,2 [J/g], Tm 156,7 [°C], ΔH 106,8 [J/g] .....	39
Obr. č. 31 SEM zobrazení vzorku č. 7 .....	40
Obr. č. 32 RTG difraktogram vzorku č. 8, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	41
Obr. č. 33 DSC termogram vzorku č. 8 Tm 166,4 [°C], ΔH 25,7 [J/g], Tm 153,0 [°C], ΔH 82,7 [J/g] .....	41
Obr. č. 34 SEM zobrazení vzorku č. 8 .....	42
Obr. č. 35 RTG difraktogram vzorku č. 9, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	43
Obr. č. 36 DSC termogram vzorku č. 9 Tm 164,7 [°C], ΔH 80,8 [J/g], Tm 144,5 [°C], ΔH 19,5 [J/g] .....	43
Obr. č. 37 SEM zobrazení vzorku č. 9 .....	44
Obr. č. 38 RTG difraktogram vzorku č. 10, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	45
Obr. č. 39 DSC termogram vzorku č. 10 Tm 165,0 [°C], ΔH 40,4 [J/g], Tm 150,4 [°C], ΔH 79,8 [J/g] .....	45
Obr. č. 40 RTG difraktogram vzorku č. 11, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	46
Obr. č. 41 DSC termogram vzorku č. 11 Tm 165,1 [°C], ΔH 44,7 [J/g], Tm 149,6 [°C], ΔH 66,3 [J/g] .....	46
Obr. č. 42 RTG difraktogram vzorku č. 12, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	47
Obr. č. 43 DSC termogram vzorku č. 12 Tm 164,5 [°C], ΔH 50,2 [J/g], Tm 149,4 [°C], ΔH 68,0 [J/g] .....	47
Obr. č. 44 RTG difraktogram vzorku č. 13, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	48
Obr. č. 45 DSC termogram vzorku č. 13 Tm 166,8 [°C], ΔH 120,9 [J/g] .....	48

Obr. č. 46 RTG difraktogram vzorku č. 14, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	49
Obr. č. 47 DSC termogram vzorku č. 14 Tm 165,4 [°C], ΔH 119,1 [J/g] .....	49
Obr. č. 48 RTG difraktogram vzorku č. 15, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	50
Obr. č. 49 DSC termogram vzorku č. 15 Tm 163,3 [°C], ΔH 107,8 [J/g] .....	50
Obr. č. 50 SEM zobrazení vzorku č. 15 .....	51
Obr. č. 51 RTG difraktogram vzorku č. 16, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	52
Obr. č. 52 DSC termogram vzorku č. 16 Tm 170,8 [°C], ΔH 165,7 [J/g] .....	52
Obr. č. 53 RTG difraktogram vzorku č. 17, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	53
Obr. č. 54 DSC termogram vzorku č. 17 Tm 166,7 [°C], ΔH 129,8 [J/g] .....	53
Obr. č. 55 RTG difraktogram vzorku č. 18, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	54
Obr. č. 56 DSC termogram vzorku č. 18 Tm 165,4 [°C], ΔH 126,8 [J/g] .....	54
Obr. č. 57 RTG difraktogram vzorku č. 19, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	55
Obr. č. 58 DSC termogram vzorku č. 19 Tm 148,0 [°C], ΔH 55,0 [J/g], Tm 135,0 [°C], ΔH 45,9 [J/g].....	55
Obr. č. 59 RTG difraktogram vzorku č. 20, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	56
Obr. č. 60 DSC termogram vzorku č. 20 Tm 146,1 [°C], ΔH 96,9 [J/g] .....	56
Obr. č. 61 RTG difraktogram vzorku č. 21, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	57
Obr. č. 62 DSC termogram vzorku č. 21 Tm 146,2 [°C], ΔH 90,3 [J/g] .....	57
Obr. č. 63 RTG difraktogram vzorku č. 22, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	58
Obr. č. 64 DSC termogram vzorku č. 22 Tm 150,9 [°C], ΔH 36,0 [J/g], Tm 147,0 [°C], ΔH 13,3 [J/g], Tm 136,8 [°C], ΔH 45,0 [J/g].....	58
Obr. č. 65 SEM zobrazení vzorku č. 22.....	59
Obr. č. 66 RTG difraktogram vzorku č. 23, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	60

Obr. č. 67 DSC termogram vzorku č. 23 Tm 147,3 [°C], ΔH 43,0 [J/g], Tm 133,0 [°C], ΔH 39,7 [J/g].....	60
Obr. č. 68 RTG difraktogram vzorku č. 24, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	61
Obr. č. 69 DSC termogram vzorku č. 24 Tm 146,3 [°C], ΔH 50,3 [J/g], Tm 136,1 [°C], ΔH 24,0 [J/g].....	61
Obr. č. 70 SEM zobrazení vzorku č. 24.....	62
Obr. č. 71 RTG difraktogram vzorku č. 25, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	63
Obr. č. 72 DSC termogram vzorku č. 25 Tm 149,2 [°C], ΔH 30,8 [J/g], Tm 138,1 [°C], ΔH 70,8 [J/g].....	63
Obr. č. 73 RTG difraktogram vzorku č. 26, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	64
Obr. č. 74 DSC termogram vzorku č. 26 Tm 146,7 [°C], ΔH 52,7 [J/g], Tm 134,8 [°C], ΔH 46,4 [J/g].....	64
Obr. č. 75 RTG difraktogram vzorku č. 27, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	65
Obr. č. 76 DSC termogram vzorku č. 27 Tm 146,8 [°C], ΔH 63,8 [J/g], Tm 134,8 [°C], ΔH 35,5 [J/g].....	65
Obr. č. 77 RTG difraktogram vzorku č. 28, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	66
Obr. č. 78 DSC termogram vzorku č. 28 Tm 150,0 [°C], ΔH 39,5 [J/g], Tm 140,9 [°C], ΔH 55,5 [J/g].....	66
Obr. č. 79 SEM zobrazení vzorku č. 28.....	67
Obr. č. 80 RTG difraktogram vzorku č. 29, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	68
Obr. č. 81 DSC termogram vzorku č. 29 Tm 147,8 [°C], ΔH 23,8 [J/g], Tm 135,9 [°C], ΔH 57,6 [J/g].....	68
Obr. č. 82 RTG difraktogram vzorku č. 30, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	69
Obr. č. 83 DSC termogram vzorku č. 30 Tm 146,5 [°C], ΔH 59,1 [J/g], Tm 127,1 [°C], ΔH 17,7 [J/g].....	69
Obr. č. 84 SEM zobrazení vzorku č. 30.....	70

Obr. č. 85 RTG difraktogram vzorku č. 31, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	71
Obr. č. 86 DSC termogram vzorku č. 31 Tm 150,7 [°C], ΔH 40,7 [J/g], Tm 139,8 [°C], ΔH 63,3 [J/g].....	71
Obr. č. 87 RTG difraktogram vzorku č. 32, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	72
Obr. č. 88 DSC termogram vzorku č. 32 Tm 148,0 [°C], ΔH 51,7 [J/g], Tm 134,6 [°C], ΔH 48,9 [J/g].....	72
Obr. č. 89 RTG difraktogram vzorku č. 33, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	73
Obr. č. 90 DSC termogram vzorku č. 33 Tm 148,0 [°C], ΔH 51,7 [J/g], Tm 134,6 [°C], ΔH 48,9 [J/g].....	73
Obr. č. 91 RTG difraktogram vzorku č. 34, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	74
Obr. č. 92 DSC termogram vzorku č. 34 Tm 152,4 [°C], ΔH 29,4 [J/g], Tm 141,7 [°C], ΔH 63,9 [J/g].....	74
Obr. č. 93 SEM zobrazení vzorku č. 34.....	75
Obr. č. 94 RTG difraktogram vzorku č. 35, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	76
Obr. č. 95 DSC termogram vzorku č. 35 Tm 148,1 [°C], ΔH 41,6 [J/g], Tm 135,1 [°C], ΔH 46,5 [J/g].....	76
Obr. č. 96 RTG difraktogram vzorku č. 36, X'PERT Highscore doplněný o Millerovy indexy a fázi .....	77
Obr. č. 97 DSC termogram vzorku č. 36 Tm 145,3 [°C], ΔH 44,3 [J/g], Tm 131,2 [°C], ΔH 37,0 [J/g].....	77
Obr. č. 98 SEM zobrazení vzorku č. 36.....	78
Obr. č. 99 Výsledné krystalinity vzorků homopolymeru.....	83
Obr. č. 100 Výsledné krystalinity vzorků kopolymeru.....	84
Obr. č. 101 Zastoupení jednotlivých fází vzorků homopolymeru dle RTG difrakce .....	85
Obr. č. 102 Zastoupení jednotlivých fází vzorků homopolymeru dle DSC .....	85
Obr. č. 103 Zastoupení jednotlivých fází vzorků kopolymeru dle RTG difrakce .....	86
Obr. č. 104 Zastoupení jednotlivých fází vzorků kopolymeru dle DSC.....	86

**SEZNAM TABULEK**

Tab. č. 1 Fyzikální vlastnosti polypropylenu [7] .....	13
Tab. č. 2 Urychlovací napětí v závislosti na hustotě materiálu vzorku .....	27
Tab. č. 3 Značení vzorků pro měření .....	30
Tab. č. 4 Naměřené a vypočtené hodnoty RTG difrakční analýzy homopolymerů .....	79
Tab. č. 5 Naměřené a vypočtené hodnoty DSC analýzy homopolymerů .....	80
Tab. č. 6 Naměřené a vypočtené hodnoty RTG difrakční analýzy kopolymerů .....	81
Tab. č. 7 Naměřené a vypočtené hodnoty DSC analýzy kopolymerů .....	82