

Polymerní směsi obsahující polybutylentereftalát (PBT) – reakční směšování

Bc. Soňa Zenzingerová

Diplomová práce
2019



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

akademický rok: 2018/2019

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Soňa Zenzingerová**
Osobní číslo: **T17302**
Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**
Studijní obor: **Inženýrství polymerů**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Polymerní směsi obsahující polybutylentereftalát (PBT) – reakční směšování**

Zásady pro vypracování:

Směsi budou připraveny v tavenině. Bude sledován vliv kompatibilizátoru na morfologii. Bude vyhodnocen vliv složení na mechanické vlastnosti (pevnost, tažnost, modul) a krystalizaci. Krystalizace směsi bude vyhodnocena za pomoci diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC), širokoúhlého rozptylu rentgenového záření (WAXD) a polarizační světelné mikroskopie (POM).

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

- [1] Lee PC, Kuo WF, Chang FC. In-Situ Compatibilization of PBT/ABS Blends through Reactive Copolymers. *Polymer*. 1994;35(26):5641–5650.
- [2] Tsai CH, Chang FC. Polymer blends of PBT and PP compatibilized by ethylene-co-glycidyl methacrylate copolymers. *J Appl Polym Sci*. 1996;61(2):321–332.
- [3] Vainio T, Hu GH, Lamba M, Seppala J. Functionalization of polypropylene with oxazoline and reactive blending of PP with PBT in a corotating twin-screw extruder. *J Appl Polym Sci*. 1997;63(7):883–894.
- [4] Ahn TO, Jho JY, Han SY, Jeong HM. Compatibilizing effect of poly(styrene-co-glycidyl methacrylate) in MPPO/PBT blend: The effect of glycidyl methacrylate content in poly(styrene-co-glycidyl methacrylate). *J Polym Eng*. 1998;18(1-2):101–113.

Vedoucí diplomové práce: **prof. Ing. Petr Svoboda, Ph.D.**
Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání diplomové práce: **2. ledna 2019**

Termín odevzdání diplomové práce: **14. května 2019**

Ve Zlíně dne 18. února 2019

L.S.

doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan

doc. Ing. Tomáš Sedláček, Ph.D.
ředitel ústavu

Příjmení a jméno:

Obor:

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 ¹⁾;
- 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 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ 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 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně

.....

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

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

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení 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.

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

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

³⁾ 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). Odpirá-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 výtěžku 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 přihlédne k výši výtěžku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se věnuje procesu vytvoření polymerní směsi polypropylenu a polybutylentereftalátu pomocí reakčního směřování.

Teoretická část práce se zabývá obecně polymerními směsmi, termodynamikou vzniku polymerních směsí, kompatibilizací směsí a samotnými polymery, které byly použity do vytvořené směsi.

V praktické části práce byla u vytvořených směsí vyhodnocena morfologie pomocí metod SEM, FTIR a POM, teplotní charakteristika pomocí DSC a základní mechanické a tokové vlastnosti (pevnost v tahu, prodloužení při přetržení, tvrdost a index toku taveniny). Kompatibilizované směsi byly porovnány s nekompatibilizovanou směsí a s jednotlivými výchozími složkami. Zároveň byl vyhodnocen vliv odlišného obsahu malein anhydridu roubovaného na polypropylen na vlastnosti směsí.

Klíčová slova: polypropylen, polybutylentereftalát, polymerní směsi, reakční směřování

ABSTRACT

This diploma thesis deals with the preparation of polymer blends containing polypropylene and polybutylene terephthalate by reactive blending.

The theoretical part contains knowledge about polymer blends in general, thermodynamics of the polymer blends and compatibilization and characteristics of polymers used in the blends.

In the experimental part the effect of the compatibilization on the morphology of the blends by SEM, FTIR and POM analysis was evaluated. Thermal properties were evaluated by DSC analysis. The effect of the compatibilization on mechanical and melt-flow properties was evaluated. The effect of the different content of maleic anhydride, grafted on polypropylene, on the properties of the blends was evaluated.

Keywords: polypropylene, polybutylene terephthalate, polymer blends, reactive blending

Ráda bych touto cestou poděkovala prof. Ing. Petru Svobodovi, PhD. za trpělivost, odborné vedení a cenné připomínky, které mi poskytoval při vedení diplomové práce.

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

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POLYMERNÍ SMĚSI	12
1.1 TERMODYNAMIKA POLYMERNÍCH SMĚSÍ	13
1.2 KOMPATIBILIZACE	15
1.2.1 Aditivní kompatibilizace	17
1.2.2 Reakční kompatibilizace	17
2 POLYMERNÍ MATERIÁLY	20
2.1 POLYPROPYLEN	20
2.1.1 Výroba a vlastnosti polypropylenu	20
2.1.2 Zpracování a využití polypropylenu	24
2.2 ROUBOVANÝ POLYPROPYLEN.....	25
2.2.1 Reakční schéma roubování	25
2.2.2 Monomery využívané k roubování	27
2.2.3 PP – g – MA	28
2.3 POLYBUTYLENTEREFTALÁT	30
2.3.1 Výroba a vlastnosti polybutylentereftalátu	30
2.3.2 Zpracování a využití polybutylentereftalátu	31
2.4 VLIV KOMPATIBILIZÁTORŮ NA VLASTNOSTI A MÍŠITELNOST SMĚSÍ POLYOLEFINŮ S POLYESTERY	32
3 METODY HODNOCENÍ SMĚSÍ	35
3.1 CHARAKTERISTIKA MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ.....	35
3.1.1 Tahová zkouška.....	35
3.1.2 Index toku taveniny (Melt – flow rate)	36
3.1.3 Tvrdost Shore	36
3.2 STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKA	37
3.2.1 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM).....	37
3.2.2 Infračervená spektroskopie (IR).....	39
3.2.3 Polarizační mikroskopie (POM)	40
3.2.4 Širokoúhlá difrakce rentgenového záření (WAXD)	41
3.3 TEPLITNÍ CHARAKTERISTIKA POMOCÍ DSC	42
II PRAKTICKÁ ČÁST	43
4 PŘÍPRAVA VZORKŮ	44
4.1 POUŽITÉ MATERIÁLY	44
4.1.1 Výroba směsí.....	44
4.2 POUŽITÉ PŘÍSTROJE	44

5	DISKUZE VÝSLEDKŮ	45
5.1	PŘEDPOKLÁDANÝ REAKČNÍ CHEMISMUS	45
5.2	STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKA	46
5.2.1	SEM analýza	46
5.2.2	FTIR analýza	51
5.2.3	POM analýza	53
5.2.4	WAXD analýza	56
5.3	TEPLOTNÍ CHARAKTERISTIKA.....	59
5.4	MECHANICKÉ A TOKOVÉ VLASTNOSTI.....	70
	ZÁVĚR	76
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	77
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	83
	SEZNAM OBRÁZKŮ	84
	SEZNAM TABULEK	87

ÚVOD

Polymerní materiály patří neodmyslitelně do našeho každodenního života. Historie polymerů sahá na přelom 19. a 20. století, kdy byly syntetizováni první zástupci. V první polovině 20. století dochází díky hlubšímu porozumění materiálové chemie k velkému rozmachu, k výrobě nových materiálů a komercionalizaci polymerů. Dodnes používané komoditní polymery byly až na pár výjimek syntetizovány do roku 1950. Od roku 1950 se polymerní průmysl začal orientovat na odlišné typy polymeračních reakcí vedoucích k výrobě nových homopolymerů a kopolymerů z v té době již známých monomerů. [1]

Mezi ceněné vlastnosti polymerů patří jejich nízká hmotnost, přizpůsobitelné mechanické a tepelné vlastnosti, možná elektrická vodivost, snadná zpracovatelnost a nízká cena. Všechny tyto atributy z nich dělají alternativu nahrazující doposud konvenčně používané materiály, jakou jsou například dřevo či kovy.

S potřebou rozšiřovat aplikační spektrum se neustále zvyšují požadavky na materiálové vlastnosti. Jelikož je vývoj nových materiálů finančně náročný, je trendem vhodně kombinovat a modifikovat doposud běžně používané polymery. Vlastnosti polymerních materiálů lze upravovat přidávkem plniv, kopolymerací nebo vytvářením polymerních směsí. Avšak jedna z nevýhodných vlastností polymerů je jejich vzájemná nemísitelnost, která zabraňuje vytvoření kvalitní polymerní směsi. Procesu smíchání je tedy potřeba pomoci přidávkem látky, která sníží mezifázové napětí a zajistí dobrou dispergaci složek.

Polybutylentereftalát (zkr. PBT) je masově využíván v automobilovém a elektronickém průmyslu. Recyklace PBT odpadu může být prováděna vytvořením směsí s polyolefiny. Tato diplomová práce je zaměřena na vytvoření směsi z masově vyráběného polyolefin polypropylenu a termoplastického polyesteru polybutylentereftalátu. Potenciální výhodou vytvořené směsi oproti čistým složkám je lepší zpracovatelnost, dobrá tepelná odolnost a lepší tvarová stálost. Kvůli vzájemné nemísitelnosti těchto polymerů je přidán do směsi polypropylen roubovaný malein anhydridem ve dvou procentuálních koncentracích, zajišťující *in situ* reakci kompatibilizaci směsi. Použití kompatibilizátoru vychází z teoretických znalostí o úspěšném mísení směsí. Dobře vytvořená polymerní směs vykazuje zkombinované vlastnosti výchozích složek, což bude ověřeno v praktické části. V závěru bude provedeno hodnocení parametrů vytvořených směsí a posouzena funkce kompatibilizátoru.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYMERNÍ SMĚSI

Zatímco většina monomerů nemohou být kopolymerizovány, aby došlo k tvorbě materiálu s vhodnými vlastnostmi, polymery vyrobené z těchto monomerů mohou být jednoduše smíchány. Polymerní směsi vznikají smícháním dvou a více polymerních složek. Po smíchání dochází k vytvoření nového polymerního systému s odlišnými vlastnostmi. Polymerní složky se míchají za účelem zlepšení mechanických, fyzikálních nebo chemických vlastností konkrétních složek. Výhodou použití polymerních směsí je nižší ekonomický náklad na výrobu směsi než vývoj nových homopolymerů s potřebnými vlastnostmi. Vlastnosti směsí závisí jak na složení, tak z velké části i na fázové struktuře, která je ovlivněna přípravou a zpracováváním. [2]

Na základě mísitelnosti se polymerní směsi rozdělují na nemísitelné (heterogenní) a mísitelné (homogenní).

U homogenních mísitelných směsí jsou fáze promíchané na molekulární úrovni a dochází k synergismu vlastností složek. Mezi takové směsi patří například Noryl®, který je tvořen polystyrenem (PS) a polyfenyloxidem (PPO). Homogenní směsi se vyznačují pouze jednou teplotou skelného přechodu. [3] [4]

U heterogenních nemísitelných směsí vznikají dvě oddělené fáze. Heterogenní směsi vykazují více teplot skelného přechodu charakteristických pro každou složku směsi. K synergismu vlastností nedochází, naopak může dojít i ke zhoršení vlastností. Vlastnost směsi je dána vlastnostmi jednotlivých složek a jejich morfologií. Většina polymerů jsou vzájemně nemísitelné, jejich mísitelnost lze zvýšit obecně úpravou interakce na rozhraní jednotlivých složek např. použitím vhodných kompatibilizátorů. [3] [4]

1.1 Termodynamika polymerních směsí

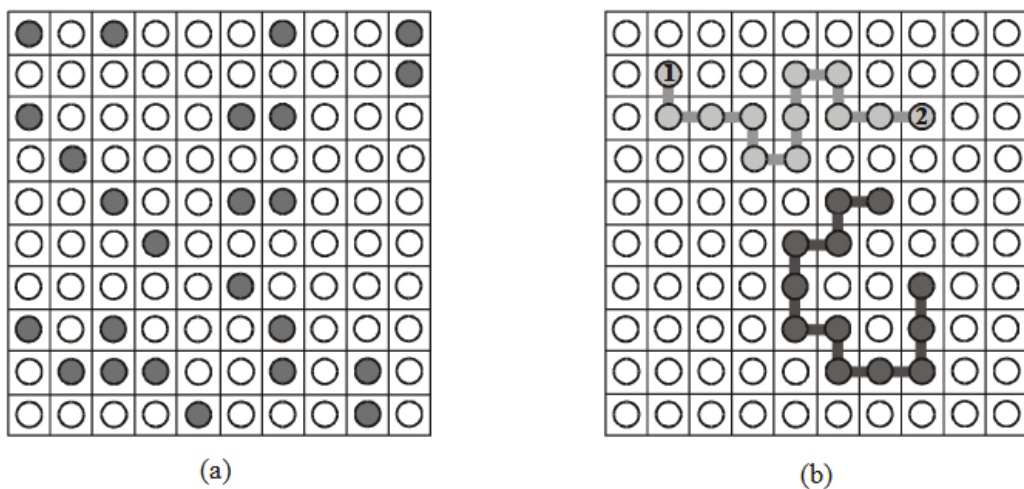
Jak bylo zmíněno výše, většina polymerních materiálů jsou vzájemně nemísitelné. Aby se dosáhlo mísitelnosti, obecně musí být splněna podmínka záporné změny Gibbsovy energie míšení ($\Delta G_{mix} < 0$). [5]

Gibbsova rovnice míšení (1) představuje základní rovnici předpovídající mísitelnost směsí.

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T \cdot \Delta S_{mix} \quad (1)$$

kde ΔG_{mix} je změna Gibbsovy energie míšení, ΔH_{mix} představuje směšovací entalpii, ΔS_{mix} směšovací entropii a T je teplota udávaná v Kelvinech.

Aby bylo dosaženo podmínky záporné změny Gibbsovy energie, entropie by měla vzrůst a vnitřní energie by se měla snížit. Vnitřní energie směsi se snižuje například při exotermním míšení, entropie vzrůstá například při míšení nepolárních látek, kdy v systému narůstá neuspořádanost a člen ($-T \cdot \Delta S_{mix}$) z rov. (1) vytváří zápornou hodnotu členu (ΔG_{mix}). Teplo je však potřeba ve většině případů do reakce dodávat, vnitřní energie smíšených molekul složek je vyšší než u oddělených, z čehož vyplývá zvýšená hodnota entalpie a vnitřní energie. Pokud hodnota ΔH_{mix} převyší člen $-T \cdot \Delta S_{mix}$, čili entropii, k míšení nedochází.



Obr. 1 Mřížkový model a) směsi dvou nízkomolekulárních látek, b) směs polymeru.

[5]

Teorie mřížkového modelu je vhodným východiskem pro určení směšovací Gibbsovy energie koncentrovaných roztoků polymerů na základě molekulárních vlastností a následné definici vlastností roztoku. Na *Obr. 1* je znázorněn mřížkový model pro a) směs dvou nízkomolekulárních látek (složka 1 prázdné kroužky, složka 2 plné kroužky) a b) směs polymeru (plné kroužky spojené do řetězců) a rozpouštědla (prázdné kroužky).

K výpočtu tzv. kombinatorické entropie lze využít Boltzmannovu rovnici

$$S = k_B \cdot W \quad (2)$$

kde k_B představuje Boltzmannovu konstantu a W počet mikrostavů.

Z jednoduchého mřížkového modelu pro nízkomolekulární látky (*Obr. 1a*) lze vypočítat počet mikrostavů W . Počet mikrostavů W je dán počtem možných způsobů obsazení mřížky molekulami složky 1 (N_1) a molekulami složky 2 (N_2), pokud je v mřížce počet volných míst k obsazení ($N = N_1 + N_2$).

Počet mikrostavů lze kombinatoricky vypočítat následovně:

$$W = \frac{N!}{N_1! \cdot N_2!} \quad (3)$$

Při míšení nízkomolekulární látky s polymerem (*Obr. 1b*) se řetězec pomyslně rozdělí na segmenty o stejné velikosti, jakou mají molekuly nízkomolekulární látky. Počet mikrostavů, ve kterých se může systém nacházet, je menší, než u míšení nízkomolekulárních látek. Po zjednodušení je kombinatorická entropie míšení polymeru s nízkomolekulární látkou dána následovným vztahem:

$$\Delta S_{mix} = -k_B \cdot (N_1 \cdot \ln \varphi_1 + N_2 \cdot \ln \varphi_2) = -R \cdot (n_1 \cdot \ln \varphi_1 + n_2 \cdot \ln \varphi_2) \quad (4)$$

kde n_1 a n_2 představují látková množství složek, φ_1 a φ_2 jsou objemové zlomky rozpouštědla a polymeru za logického předpokladu, že ($\varphi_1 + \varphi_2 = 1$).

Kombinatorická entropie ukazuje variabilitu rozmístění molekul ve směsi, která je zapříčiněna tepelným tokem. Při míšení složek kombinatorická entropie narůstá, a pokud se neuplatňuje jiný příspěvek ke změně Gibbsovy energie, je míšení samovolné.

Směšovací entalpie je dána vztahem

$$\Delta H_{mix} = R \cdot T \cdot \chi \cdot n_1 \cdot \varphi_2 \quad (5)$$

kde χ vyjadřuje tzv. interakční parametr molekuly v mřížce a je určen vztahem

$$\chi = \frac{z \cdot \Delta \varepsilon}{2 \cdot k_B \cdot T} \quad (6)$$

kde z představuje koordinační číslo mřížky a $\Delta \varepsilon$ změnu energie kontaktu mezi složkami 1 a 2. Součin ($R \cdot T \cdot \chi$) ze vztahu (5) udává interakční entalpii molu složky 1 v případě plného obklopení složky segmenty polymeru.

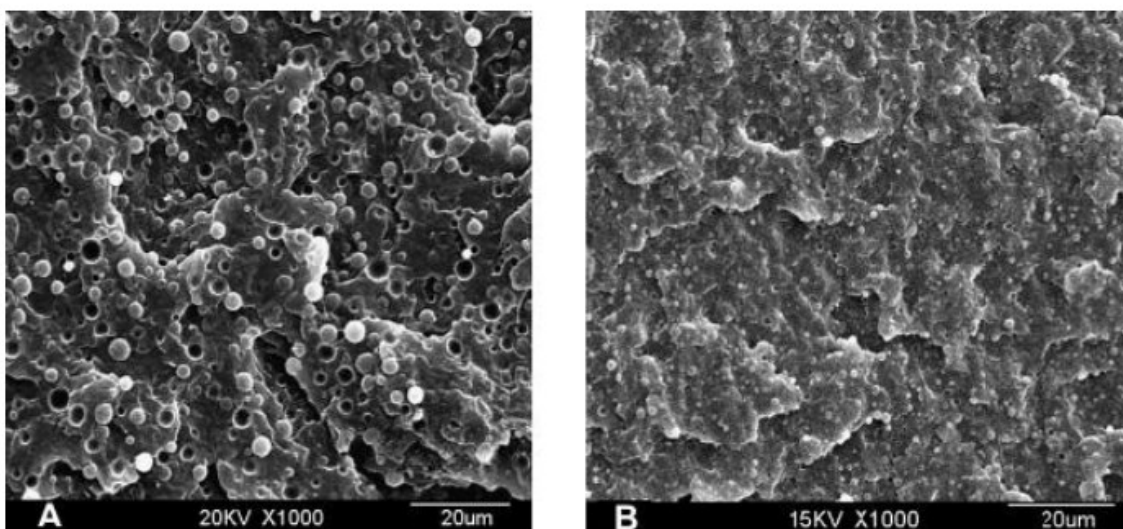
Interakční parametr molekuly v mřížce zahrnuje včetně energetického členu i entropický. Sloučením vztahů (1), (5) a (6) je získán vztah Floryho – Hugginse, který vyjadřuje změnu Gibbsovy směšovací energie následovně

$$\Delta G_{mix} = R \cdot T \cdot (n_1 \cdot \ln \varphi_1 + n_2 \cdot \ln \varphi_2 + \chi \cdot n_1 \cdot \varphi_2) \quad (7)$$

Interakční parametr molekuly v mřížce také udává kvalitu rozpouštědla daného polymeru. Pokud je interakční parametr $\chi \leq 0,35$, považuje se rozpouštědlo za dobré. Pokud parametr přesáhne hodnotu 0,5, nebo je jí roven, je rozpouštědlo špatné. [5] [6] [7]

1.2 Kompatibilizace

Dle základních termodynamických poznatků je většina typů polymerů mezi sebou vzájemně nemísitelné. Při tvorbě směsí z nemísitelných polymerů mají jednotlivé složky tendenci k tvorbě velkých fázových struktur, špatné mezifázové adhezi a z toho vyplývajících výrazně zhoršených mechanických vlastností. Zlepšení mezifázové adheze a vytvoření jemnějších fázových domén lze dosáhnout tzv. procesem kompatibilizace, kdy je ke složkám přidáván vhodný kompatibilizátor, který směs stabilizuje novými chemickými nebo fyzikálními vazbami mezi separovanými fázovými strukturami (*Obr. 2*). [7]



Obr. 2 Snímky ze SEM pro A) nekompatibilizovanou směs PP/PA6 B) aditivně kompatibilizovanou směs [8]

Látky přidávané do směsi za účelem kompatibilizace se nazývají kompatibilizátory. Kompatibilizátory mají většinou blokovou strukturu a bývají reaktivní s jednou složkou směsi a mísitelné s druhou složkou směsi. Kompatibilizátory dělíme na fyzikální a chemické. Mezi chemické kompatibilizátory patří např. PET a PA, kdy dochází k chemické reakci mezi amidovými koncovými skupinami PA a esterovými koncovými skupinami PET. Mezi fyzikální kompatibilizátory řadíme směs PP a PA, kdy je potřeba PP nejdříve naroubovat reaktivním monomerem (např. anhydridy kys. maleinové a itakonové), který je poté schopen reagovat s PA. [1]

Při aditivní fyzikální kompatibilizaci jsou blokové nebo roubované kopolymery předem připraveny a přidávány do směsi. Při reakční kompatibilizaci bývá do směsi přidáván reaktivní polymer, který svou reakcí s funkčními skupinami složek vytvoří potřebný kopolymer v mezifázi. [9]

Účinnost kompatibilizátoru závisí na koncentraci ve směsi, jeho struktuře a hmotnostním poměru míchaných složek směsi. [10]

Mezi další možnosti kompatibilizace směsí patří zesíťování jednotlivých složek směsi nebo úprava složek tak, aby mezi nimi vznikly specifické vazebné interakce, např. vodíkové můstky.

1.2.1 Aditivní kompatibilizace

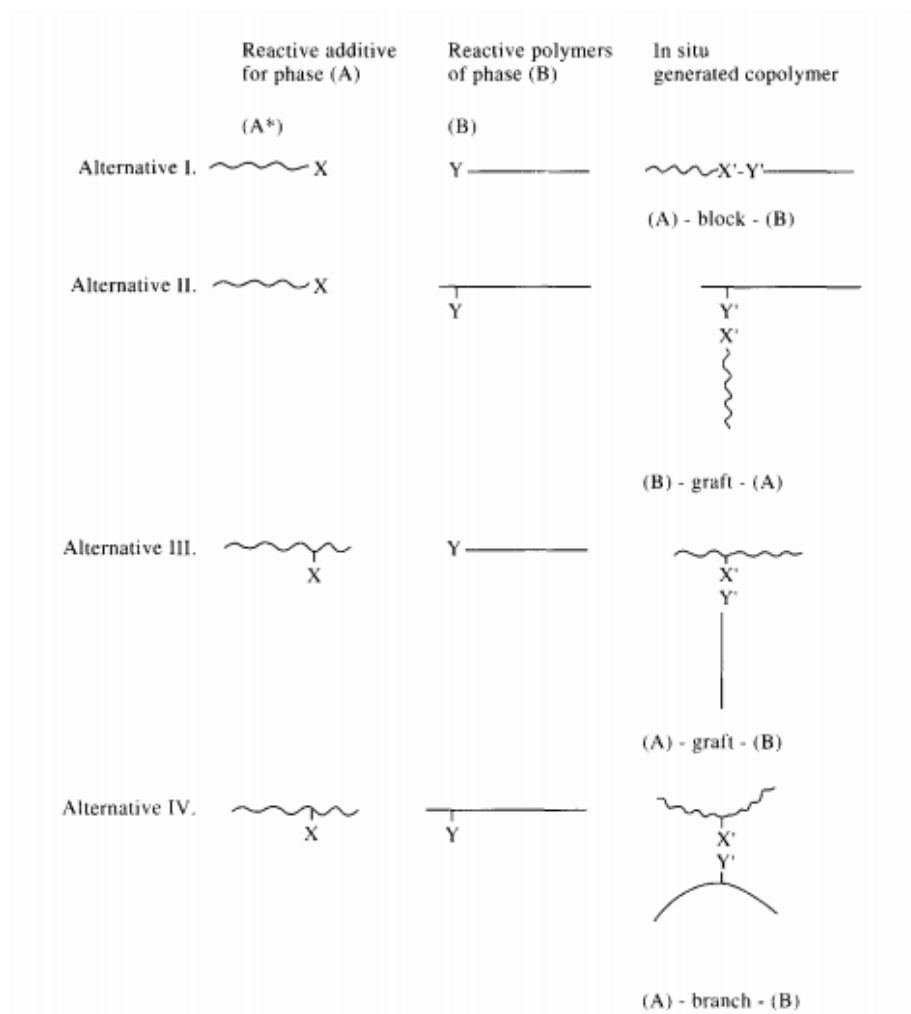
Při aditivní (fyzikální) kompatibilizaci do směsi dodáváme blokový nebo roubovaný kopolymer, který obsahuje část mísitelnou se složkami polymerní směsi. Kopolymer se vyskytuje na mezifázovém rozhraní, kde zastává funkci povrchově aktivní látky a snižuje mezifázové napětí složek, vedoucí ke tvorbě lepší disperze minoritní složky v majoritní. [6]

1.2.2 Reakční kompatibilizace

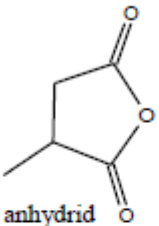
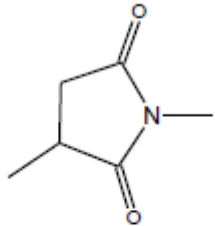
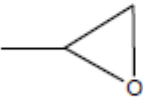
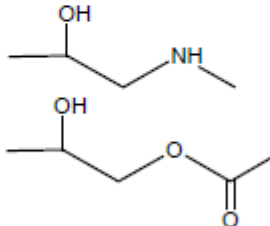
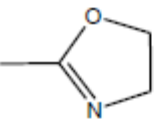
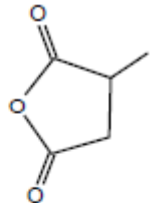
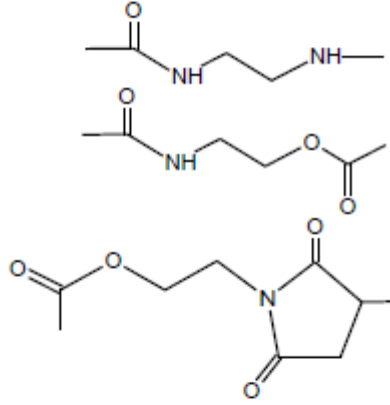
V případě reakční kompatibilizace vzniká v tavenině kopolymer reakcí reaktivního polymeru s funkčními skupinami jedné ze složek směsi, se druhou složkou směsi je tento reaktivní polymer mísitelný. Takto *in situ* vzniklý kopolymer se opět uplatňuje na mezifázovém rozhraní při snižování mezifázového napětí vedoucího ke tvorbě jemnějších fázových struktur. Výhodou reakční kompatibilizace oproti aditivní kompatibilizaci je vznik chtěného kopolymeru pouze na „potřebných místech“ mezifázového rozhraní. Tavenina reaktivního polymeru má nižší viskozitu než u předpřipravených kopolymerů v případě aditivní kompatibilizace. Polymery, mající nižší molekulovou hmotnost, budou difundovat do mezifázového rozhraní rychleji než polymery s vyšší molekulovou hmotností. Při aditivní kompatibilizaci je po přidání předem připraveného kopolymeru vyšší riziko vytvoření micel, s vyšší pravděpodobností přesáhnutí kritické micelární koncentrace. [4]

Uvažujme heterogenní směs obsahující nemísitelné složky A a B. Reaktivním polymerem může být složka A obsahující funkční skupinu X. Složka B musí obsahovat funkční skupinu Y, která bude reagovat s funkční skupinou X složky A. Pokud obsahují obě složky reaktivní funkční skupiny, reaktivní polymer nemusí být mísitelný ani s jednou z nich, ale stačí jeho reaktivita vůči funkčním skupinám obou výchozích složek. V některých směsích se naopak nevyskytuje žádná složka, která by ve svém řetězci obsahovala reaktivní funkční skupiny. Takovou směsí je například směs PP/PE. V tomto případě musí být do směsi zavedena X – funkcionalizovaná složka A a Y – funkcionalizovaná složka B. [11]

Na *Obr. 3* jsou příklady typů výchozích složek se znázorněním možných funkčních skupin a vytvořených kopolymerů. Na *Obr. 4* jsou pak znázorněny vybrané reaktivní funkční skupiny a produkty reakcí těchto skupin.



Obr. 3 Typy výchozích složek se znázorněním funkčních skupin a kopolymerů vytvořených při procesu reakční kompatibilizace [12]

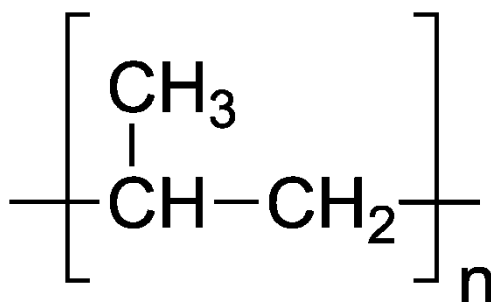
X	Y	X'-Y'
 <p>anhydrid</p>	$\text{H}_2\text{N}-$ $\text{O}=\text{C}=\text{N}-$	
 <p>epoxid</p>	$\text{H}_2\text{N}-$ $\text{HOOC}-$	
 <p>oxazolin</p>	$\text{H}_2\text{N}-$ $\text{HOOC}-$ 	
$-\text{N}=\text{C}=\text{N}-\text{R}$ <p>karbodiimid</p>	$\text{H}_2\text{N}-$ $\text{HOOC}-$	$-\text{N}=\text{C}(\text{NHR})-\text{NH}-$ $-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-$
$-\text{N}=\text{C}=\text{O}$ <p>izokyanát</p>	$\text{H}_2\text{N}-$ $\text{HOOC}-$	$-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-$ $-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-$

Obr. 4 Reaktivní skupiny a produkty jejich reakcí [12]

2 POLYMERNÍ MATERIÁLY

2.1 Polypropylen

Polypropylen (zkr. PP) se řadí mezi komerčně nepoužívanější polymerní materiály díky své nízké ceně a dobré technologické zpracovatelnosti. PP je polymer patřící do skupiny olefinických termoplastů. Na *Obr. 5* je znázorněn jeho strukturní vzorec.

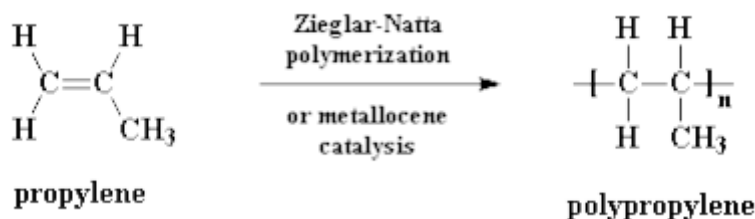


Obr. 5 Strukturní vzorec polypropylenu [13]

Polypropylen byl poprvé syntetizován v roce 1951 chemiky J. P. Hoganem a R. Banksem. O tři roky později, v roce 1954, byla G. Nattem poprvé syntetizována izotaktická a syndiotaktická forma polypropylenu. [14]

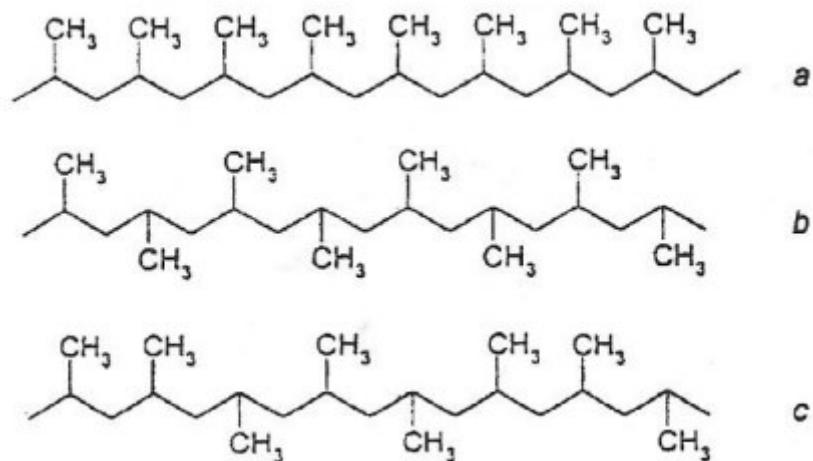
2.1.1 Výroba a vlastnosti polypropylenu

PP patří mezi lineární polymery, řetězec obsahuje 10 000 až 20 000 monomerních jednotek. Monomer propylen vzniká při tepelném zpracování ropy. PP je získáván katalytickou polymerací monomeru a použitím Ziegler – Nattových katalyzátorů (*Obr. 6*).



Obr. 6 Chemická rovnice polymerace propylenu [15]

Existují tři stereoizomery PP, izotaktický PP (iPP), syndiotaktický PP (sPP) a ataktický PP (aPP). Výsledná takticita je ovlivněna použitým druhem katalyzátoru, použitým rozpouštědlem a polymeračními podmínkami. Výsledný produkt polymerační reakce obsahuje jak izotaktický, tak ataktický podíl, jehož zvyšující se množství negativně ovlivňuje mechanické vlastnosti. Tento ataktický podíl lze snížit vypíráním alifatickými uhlovodíky (např. hexanem) nebo přítomností metallocenových komplexů při polymerační reakci. [16]



Obr. 7 Stereoizomery PP (a – izotaktický, b – syndiotaktický, c – ataktický) [17]

Na Obr. 7 jsou znázorněny struktury řetězců PP stereoizomerů:

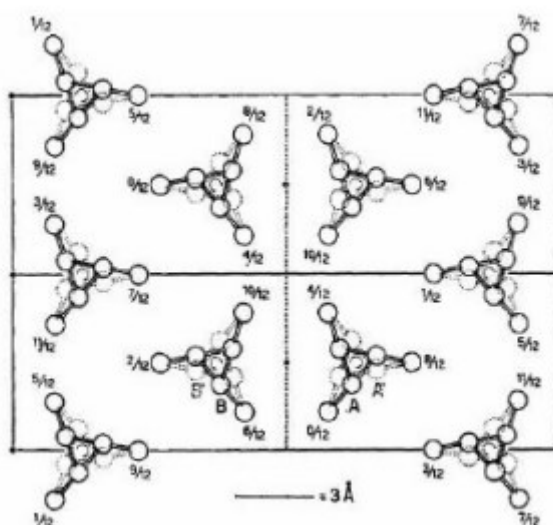
- a) Izotaktický
 - Spojení monomerních jednotek hlava – pata
 - Methylové skupiny na jedné straně řetězce
- b) Syndiotaktický
 - Spojení monomerních jednotek hlava – pata
 - Methylové skupiny střídají pravidelně strany řetězce
- c) Ataktický
 - Uspořádání methylových skupin je náhodné

Tab. 1 Vybrané vlastnosti stereoizomerů PP

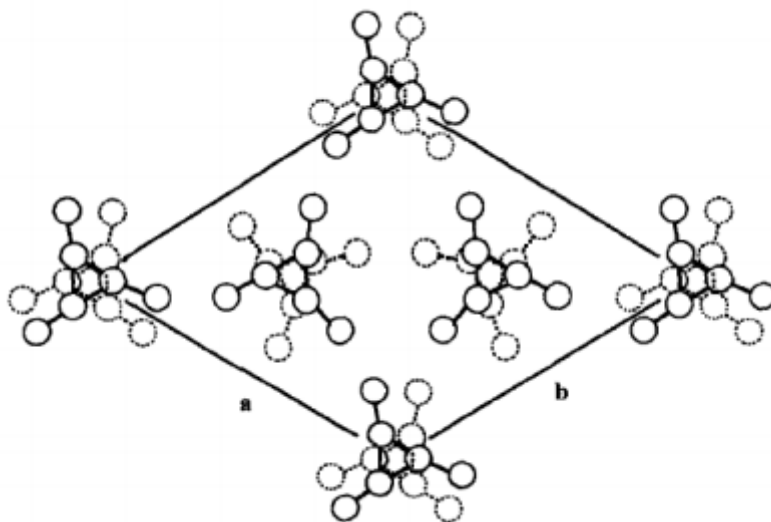
Typ stereoizomeru	Vlastnost		
	Hustota [kg/m^3]	Teplota tání [$^{\circ}\text{C}$]	Mez kluzu
Izotaktický	905 – 920	160 – 170	vysoká
Syndiotaktický	890 – 910	135	střední
Ataktický	850 – 900	–	nízká

PP je krystalický polymer, stupeň krystalinity se pohybuje v rozmezí 60 – 75 %. PP existuje ve třech krystalických strukturách, α – struktura, β – struktura a γ – struktura. Tyto struktury jsou závislé na krystalizačních podmínkách (teplota krystalizace, tlak při krystalizaci a rychlost chlazení). [18]

Monoklinická α – struktura vzniká za běžných krystalizačních podmínek, hustota se pohybuje okolo $0,94 \text{ g/cm}^3$, teplota tání kolem $170 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Na Obr. 8 lze pozorovat, že se α – struktura vyznačuje převládajícím růstem lamel v radiálním směru.

Obr. 8 Znárnění monoklinické α – struktury PP [18]

Trigonální β – struktura vzniká za teploty krystalizace 128 – 132 °C při specifických krystalizačních podmínkách (např. teplotní gradient). Hustota je nižší než u α – struktury, pohybuje se okolo 0,92 g/cm³. Teplota tání se pohybuje okolo 150 °C. Nejspolehlivější metodou tvorby β – struktury je použití β – nukleačních činidel, např. solí aromatických nebo alifatických dikarboxylových kyselin s vysokou teplotní stabilitou. [19]



Obr. 9 Znárodnění trigonální β – struktury PP [19]

Na Obr. 9 lze pozorovat trigonální β – strukturu. Rychlost sferolitického růstu je v porovnání s α – sferolity o 70 % vyšší. β – struktura je, v porovnání s α – strukturou, méně stabilní, při ohřevu nebo mechanickém namáhání může docházet k rekrystalizaci. [19]

Ortorombická γ – struktura vzniká za specifických krystalizačních podmínek, jako je vysoký tlak a přítomnost nízkomolekulární frakce (ethylen, 1 – buten). Hustota γ – struktury je přibližně stejná jako u α – struktury, teplota tání je ze všech struktur nejnižší, pohybuje se okolo 135 °C. [19]

PP je nepolární polymer, má skvělé elektroizolační vlastnosti, je houževnatý a pevný. Izotaktický PP je nerozpustný v organických rozpouštědlech, nad teplotou 90 °C se rozpouští v aromatických uhlovodících a botná v ketonech a esterech. PP je rozpustný například v xyleny a dimethylbenzenu. [20]

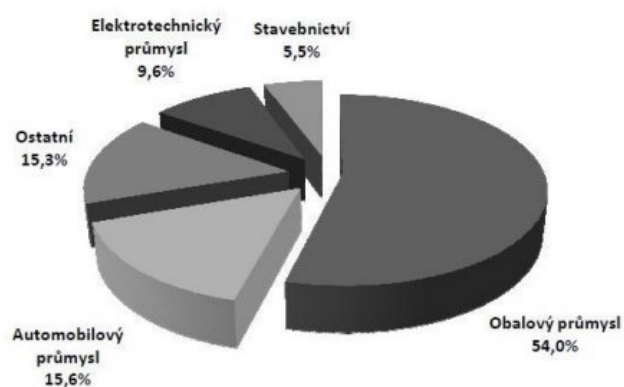
V následující tabulce (Tab. 2) jsou vybrány důležité vlastnosti PP.

Tab. 2 Vybrané fyzikální a mechanické vlastnosti PP [21]

Fyzikální vlastnosti	Teplota tání	~ 160 °C
	Teplota skelného přechodu	- 10 °C
	Maximální teplota použití	80 – 100 °C
	Minimální teplota použití	- 20 °C
	Degradační teplota	286 °C
	Tepelná vodivost	0,17 – 0,22 W/m.K
Mechanické vlastnosti	Modul pružnosti	1 – 1,50 GPa
	Mez kluzu	0,31 – 0,55 GPa
	Tvrdość (Shore D)	~ 68
	Pevnost v tahu	0,34 GPa

2.1.2 Zpracování a využití polypropylenu

PP patří vedle polyethylenu mezi nejčastěji používané polymery. PP lze zpracovávat všemi často používanými technologiemi, vstřikováním, vyfukováním, vytlačováním, tvarováním a zvlákňováním. PP se používá na výrobu potrubí, fólií, hraček, potřeb pro domácnost, plastového nábytku, netkaných textilií. Nejvyšší procento průmyslového zpracování PP je v obalovém průmyslu (54 %), jak lze pozorovat z grafického znázornění na Obr. 10. [22]



Obr. 10 Použití PP podle průmyslu [22]

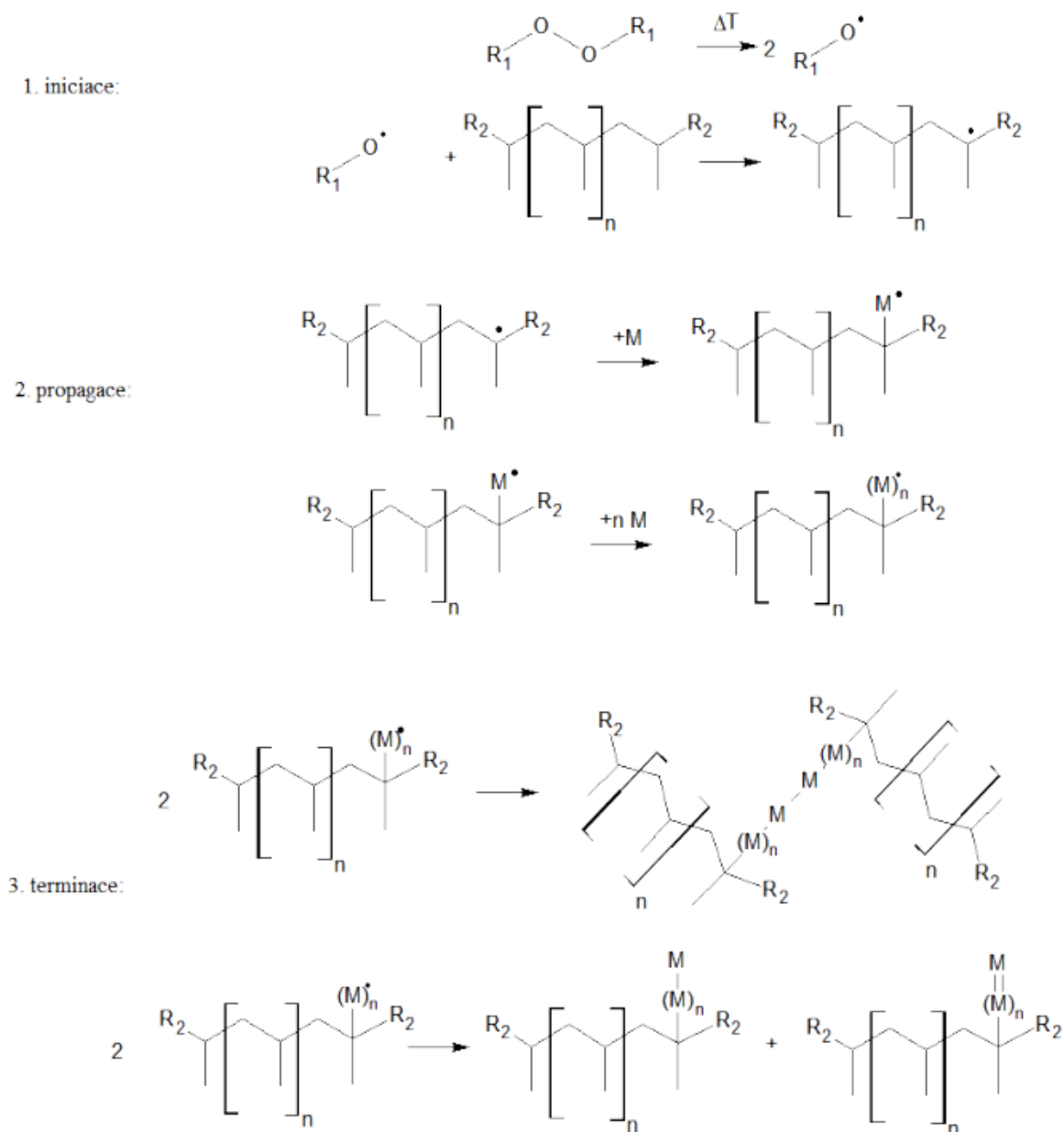
2.2 Roubovaný polypropylen

Roubovaným polymerem můžeme nazvat takový polymer, k jehož hlavnímu řetězci bývá připojen jeden nebo více bloků jako boční řetězce. Boční řetězce se vyznačují odlišnými konfiguračními nebo konstitučními vlastnostmi než mají konstituční jednotky hlavního řetězce. [23]

Polyolefiny mají dobrou zpracovatelnost, dobré mechanické a chemické vlastnosti a širokou aplikační škálu. Bohužel jsou díky nepolárnímu charakteru nekompatibilní a nemísitelné s polárními polyestery, polyamidy nebo pryskyřicemi. Díky naroubování vhodného monomeru může být jejich polarita změněna a polyolefiny mohou být smíchány s dalšími polymery, se kterými vytvoří směsi s lepšími vlastnostmi, než jsou vlastnosti samotných polymerů. [24]

2.2.1 Reakční schéma roubování

Roubování hlavního řetězce je zajišťováno radikálovým polymeračním mechanismem v tavenině (*Obr. 11*). Radikálová polymerace má tři kroky: iniciaci, propagaci a terminaci. V iniciačním stupni polymerace se používají organické peroxidy, kdy dochází k termickému štěpení jejich O – O vazby za vzniku volných radikálů napadajících polymerní řetězce. Radikály odštěpují z terciálního uhlíku atom vodíku za vzniku tzv. aktivního centra. V propagačním stupni reakce dochází k reakci aktivního centra s monomerem za vzniku tzv. roubů. V průběhu roubování může docházet k vedlejším reakcím, mezi které patří β – štěpení řetězce, síťování, větvení nebo homopolymerace monomeru. Při procesu terminace dochází k zániku aktivních center např. radikálovou rekombinací, přenosem nebo disproporcionací. [25]

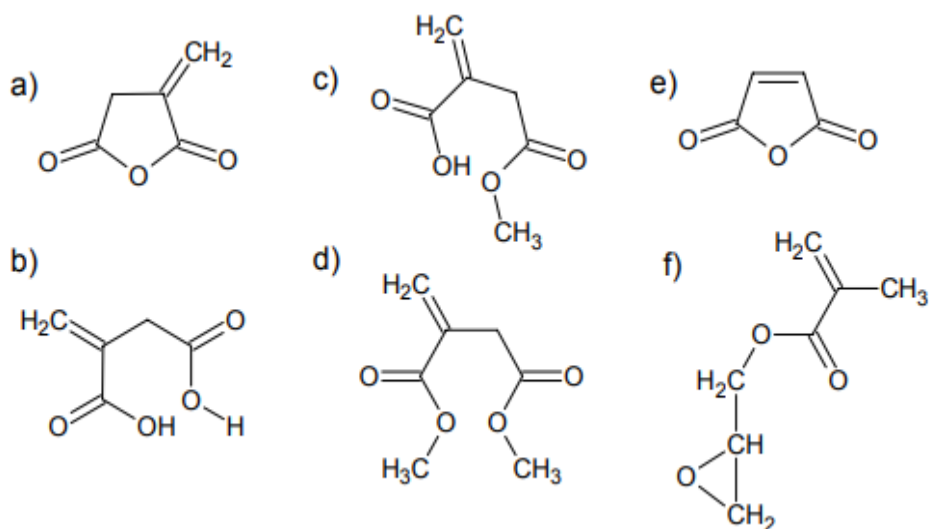


Obr. 11 Schéma radikálového mechanismu roubování [26]

Délku naroubovaných řetězců ovlivňuje např. reaktivita monomeru a polymeru, kvantita iniciátoru a teplota reakce. V případě vzniku velmi krátkých roubovaných řetězců, např. o délce jednoho monomeru, má výsledný produkt podobné výsledné mechanické vlastnosti, avšak jeho chemické vlastnosti se podstatně změnil. [25]

2.2.2 Monomery využívané k roubování

Pro roubování PP se využívají monomery nenasycených dikarboxylových kyselin, anhydridy a estery těchto kyselin nebo akrylové a vinylové sloučeniny obsahující funkční skupiny. Mezi nejčastěji používané monomery (*Obr. 12*) patří maleinanhydrid (MA), glycidyl methakrylát (GMA), monomethylester kys. itakonové (MMI), dimethylester kys. itakonové (DMI) anhydrid kys. itakonové, kys. itakonová, kys. methakrylová a akrylová . [27]

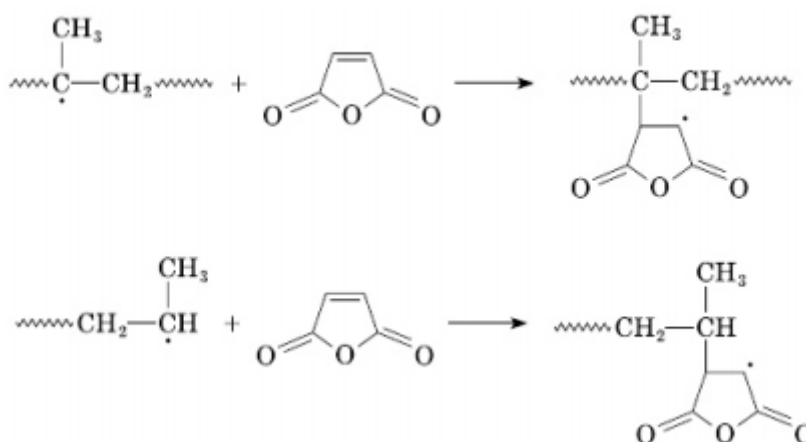


Obr. 12 Strukturální vzorce vybraných monomerů používaných k roubování

a) anhydrid kys. itakonové, b) kys. itakonová, c) MMI, d) DMI, e) MA, f) GMA. [27]

2.2.3 PP – g – MA

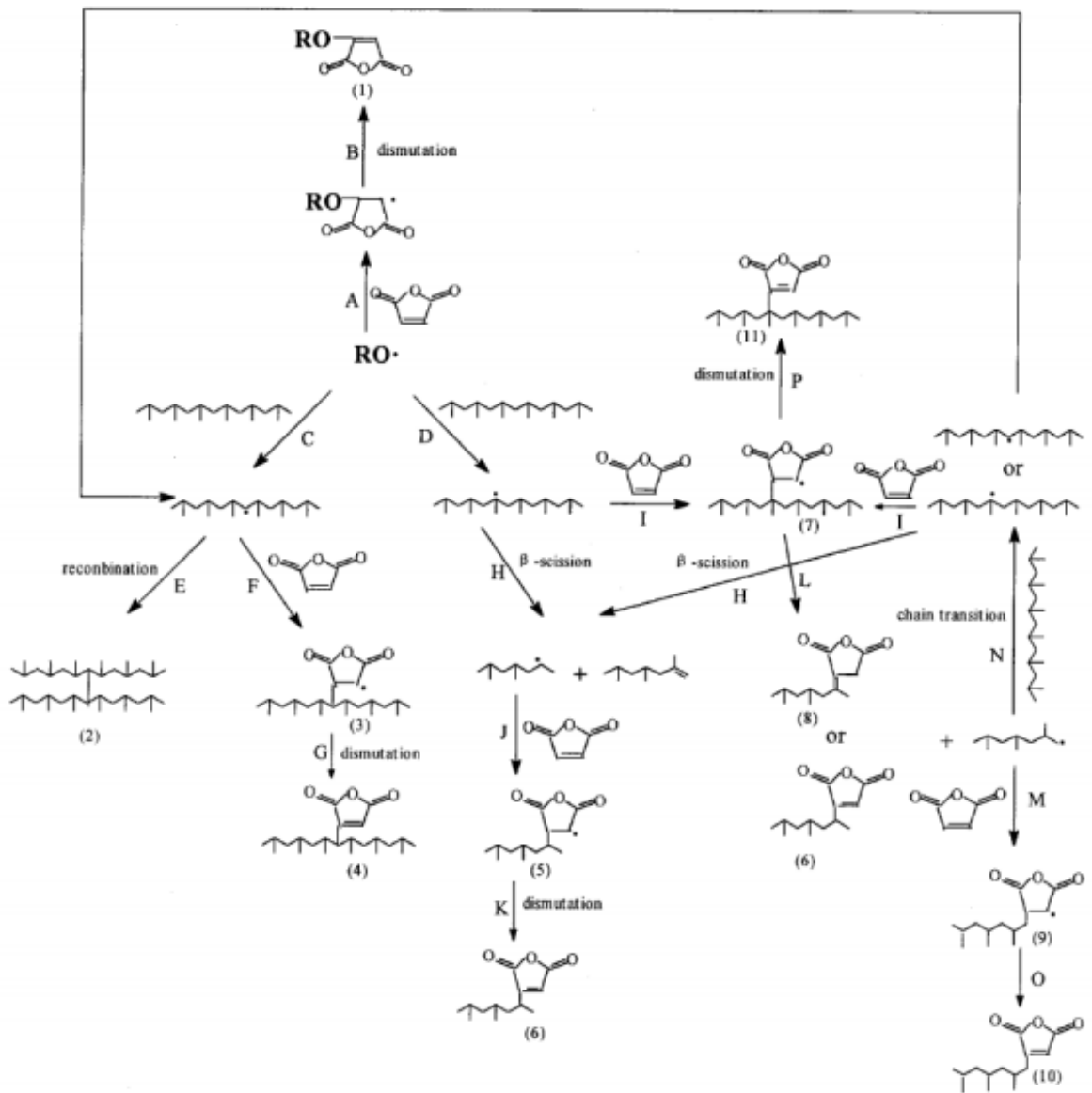
Polypropylen roubovaný maleinanhydridem (zkr. PP – g – MA) patří mezi nejznámější kompatibilizátory polyolefinických směsí. Účinnost kompatibilizátoru je dána obsahem MA v PP – g – MA. Vlastní roubovací reakce probíhá na sekundárních nebo terciárních makroradikálech hlavního řetězce PP. Na *Obr. 13* je znázorněna zjednodušená reakce makroradikálu PP s MA. V průběhu reakce dochází ke štěpení dvojné vazby MA a navázání MA na řetězec, zároveň vzniká radikál na MA uhlíku. [28] [29]



Obr. 13 Reakční schéma roubování MA na řetězec PP [27]

Na *Obr. 14* je znázorněna předpokládaná reakce roubování MA na PP v tavenině dle D. Shi a kol. Jako iniciátor byl v tomto případě použit dikumylperoxid. Ze závěru studie vyplývá následující:

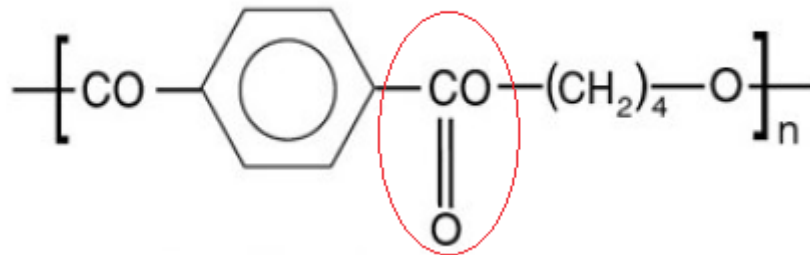
- Primární radikály vznikající štěpením dikumylperoxidu reagují jak s molekulou MA, tak s PP řetězcem.
- MA radikály terminují dismutací nebo dále fungují jak přenašeče řetězce.
- Jen některé sekundární makroradikály se účastní kombinace zvyšující molekulární hmotnost a jen některé makroradikály se účastní degradačního β – štěpení.
- Jedinou možností zvýšení rozsahu roubovací reakce je posílení reakcí I a F. Při roubování MA na PP v tavenině vznikají struktury 4, 6, 8, 10, 11 (viz. *Obr. 14*) [30]



Obr. 14 Reakční mechanismus roubování MA na PP dle D. Shi a kol. [30]

2.3 Polybutyltereftalát

Polybutyltereftalát (zkr. PBT) se řadí mezi termoplastické inženýrské polymerní materiály. PBT je polymer patřící do skupiny polyesterů. Na *Obr. 15* je strukturní vzorec PBT se zvýrazněnou esterovou vazbou v hlavním řetězci. [31]



Obr. 15 Strukturní vzorec PBT se zvýrazněnou esterovou vazbou [31]

2.3.1 Výroba a vlastnosti polybutyltereftalátu

PBT se vyrábí z dimethylesteru kys. tereftalové a butylenglykolu polykondenzační reakcí. Polykondenzační reakce je dvoukroková, v prvním kroku vzniká bis(hydroxybutyl)tereftalát s odštěpením alkoholu nebo vody, v druhém kroku vzniká PBT s odštěpením butylenglykolu. [32]

Patří mezi semikrystalické lineární polymery s krystalinitou pohybující se okolo 40 %. Krystalizuje vysokou rychlostí do triklinické mřížky.

PBT je teplotně stálý, chemicky odolný a vysoce houževnatý. Neplněný PBT se vyznačuje nízkou pevností tahu, kterou lze ovšem zvýšit přidáním plniv, avšak dochází ke snížení houževnatosti. [21] [33]

V následující tabulce (*Tab. 3*) jsou vybrány důležité vlastnosti PBT.

Tab. 3 Vybrané fyzikální a mechanické vlastnosti PBT [21]

Fyzikální vlastnosti	Teplota tání	~ 230 °C
	Teplota skelného přechodu	~ 50 °C
	Maxiální teplota použití	154 °C
	Minimální teplota použití	- 30 °C
	Degradační teplota	270 °C
	Tepelná vodivost	0,245 W/m.K
Mechanické vlastnosti	Modul pružnosti	2,30 GPa
	Mez kluzu	0,31 – 0,55 GPa
	Tvrdość (Shore D)	73,8
	Pevnost v tahu	0,60 GPa

2.3.2 Zpracování a využití polybutyltereftalátu

PBT má nižší teplotu tání než PET (PBT ~ 230 °C, PET ~ 255 °C), může být tedy zpracováván při nižších teplotách. Tato vlastnost kombinovaná s dobrými tokovými vlastnostmi taveniny a vysokou krystalizační rychlostí z něj dělají vhodný materiál pro technologii vstříkování. Bývá používán v elektronickém průmyslu k výrobě konektorů, krytů vypínačů, napájecích zástrček a dalších elektrických komponentů, v exteriéru i interiéru automobilů, ve zdravotnictví i v domácnosti. [34]

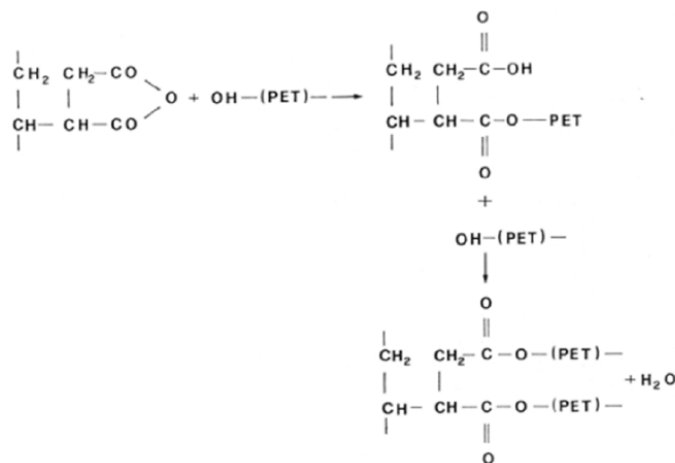
PBT bývá využíván jako matrice pro kompozity plněné skelnými vlákny a organickými a minerálními plnivými, které mohou vylepšovat jeho tepelné, mechanické a fyzikální vlastnosti. [35]

PBT bývá používán při výrobě blokových kopolymerních elastomerů v kombinaci s dalšími polyestery nebo polyethery (např. polytetramethylen ether glykol). PBT těmto blokovým kopolymerním elastomerům propůjčuje svou tuhost a termoplastické vlastnosti. [36]

2.4 Vliv kompatibilizátorů na vlastnosti a mísitelnost směsí polyolefinů s polyestery

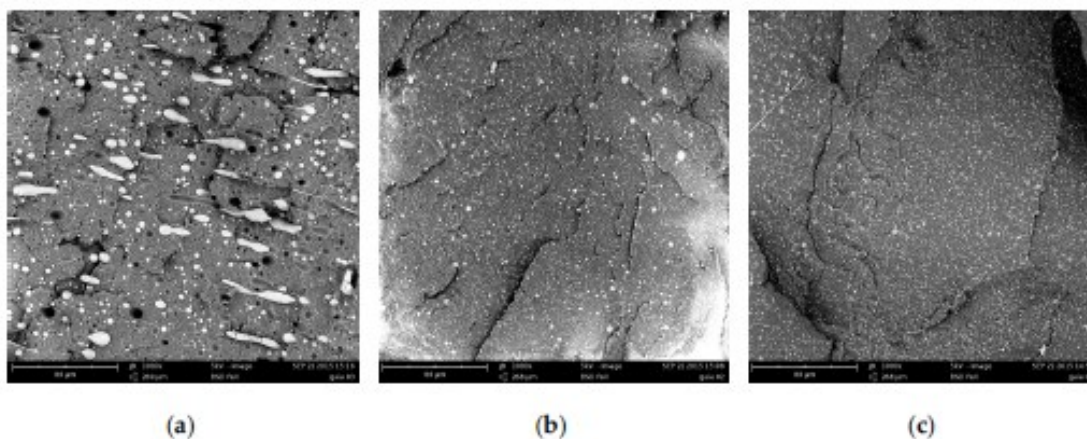
Jak bylo zmíněno výše, přidavek kompatibilizátorů činí z nemísitelných směsí mísitelné. Jak popisuje mnoho studií, kompatibilizátory mají vliv krom mísitelnosti i na fázovou strukturu a vlastnosti nových polymerních směsí.

Studie (La Mantia F. – P. et al.), ukazuje vliv kompatibilizátoru Kraton FG 1901X (tvořený styren – ethylen – butylen – styren roubovaný malein anhydridem; SEBS – *g* – MA) na směs PP/PET. Samotná kompatibilizace probíhá v tavenině dle reakce na *Obr. 16*, kdy reaguje maleinový kruh s koncovou –OH skupinou PET za vytvoření kopolymeru se dvěma estero-vými skupinami. Tento kopolymer slouží jako spojení mezi nemísitelnými složkami PET a PP, snižuje mezifázové napětí a ovlivňuje vlastnosti směsi.



Obr. 16 Reakční schéma SEBS – *g* – MA s PET [37]

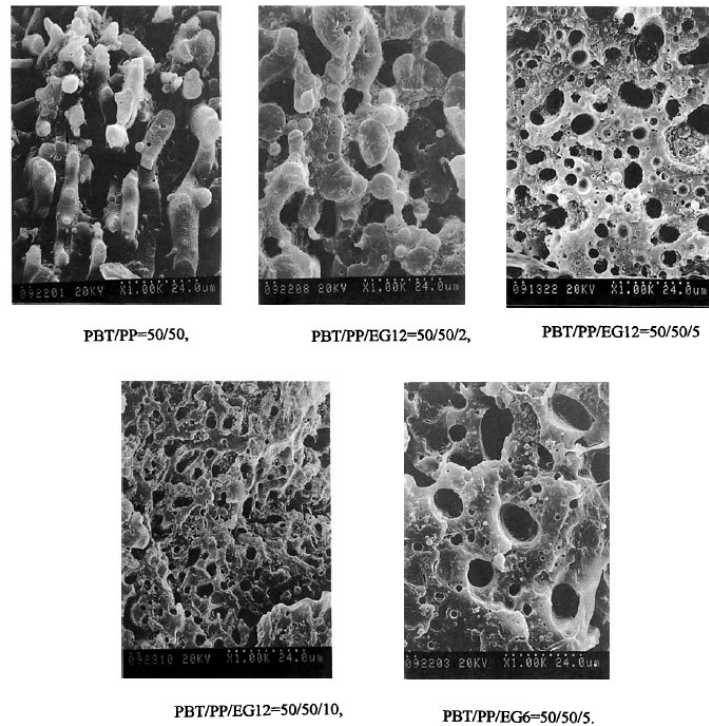
Dle SEM snímků (*Obr. 17*) se použitý kompatibilizátor jeví jako účinný i po přidání malého množství do směsi.



Obr. 17 SEM snímky směsí a) PP75/PET25; b) PP75/PET25/K2,5; c) PP75/PET25/K5. [37]

Z výsledků měření vyplývá, že kompatibilizovaná směs vykazuje lepší rheologické vlastnosti než nekomptibilizovaná směs. Díky zlepšené morfologii kompatibilizované směsi dochází k signifikantní změně mechanických vlastností. Prodloužení při přetržení se zvyšuje desetinásobně, Youngův modul a napětí se v porovnání s nekompatibilizovanou směsí snižuje díky povaze samotného kompatibilizátoru. [37]

Studie (Tsai Ch. – H. a Chang F. – Ch.) ukazuje vliv zvyšujícího se obsahu GMA (6 %, 12 %; glycidyl – methakrylát) v kompatibilizátoru EGMA (ethylen – *co* – glycidyl – methakrylát) ve směsi PP/PBT na její vlastnosti a morfologii. Jak je patrné ze SEM snímků (Obr. 18) a dle teorie, velikost fázových domén se snižuje se zvyšujícím se množstvím kompatibilizátoru. Objemová frakce PP složky ve směsi se díky zvyšujícímu se množství přidaného kompatibilizátoru také zvyšuje. U směsi, obsahující 5 phr kompatibilizátoru EG6, je průměrná velikost domén PBT vyšší než u směsi obsahující stejné množství kompatibilizátoru, ale s vyšším obsahem GMA (EG12). Vyšší obsah GMA v kompatibilizátoru a vyšší množství kompatibilizátoru ve směsi mají za následek zlepšení morfologie fázových domén, vyšší viskozitu a lepší mechanické vlastnosti. [38]



Obr. 18 SEM snímky směsí PP/PBT s přidavkem kompatibilizátoru EGMA [38]

Studie (Shieh Y. – T., Laio T. – N., Chang F. – CH.) se zaměřuje na reakční kompatibilizaci směsí PP/PBT za použití kombinace kompatibilizátorů PP – g – MA a TGDDM (tetra – glycidyl – ether difenyl – diaminomethan). PP – g – MA je plně mísitelný s PP, TGDDM reaguje s koncovými skupinami PBT a anhydridovými skupinami PP – g – MA. Touto reakcí vzniká na mezifázi kopolymer PP – g – MA – co – epoxy – co – PBT. Kompatibilita směsí byla zkoumána z pohledu změn krystalizačních teplot a exotermního krystalizačního tepla. Ze studie vyplývá, že se krystalizační tepla PP a PBT fází ve směsi snižují se zvyšujícím se obsahem epoxy skupin. Tento jev lze vysvětlit reagováním epoxy skupin jak s PP tak s PBT, kdy dochází ke snížení mezifázového napětí a následného ovlivnění jejich krystalizačních stupňů. Při chlazení dochází ke krystalizaci fáze PBT dříve než fáze PP. Se zvyšujícím se obsahem epoxy skupin se pík teploty krystalizace fáze PP zvyšuje a pík teploty krystalizace fáze PBT snižuje. Ke snížení píku teploty krystalizace PBT dochází pravděpodobně díky zvýšení obsahu kompatibilizovaných PP domén dispergovaných v PBT fázi. Na druhou stranu se chová krystalizovaná dispergovaná PBT fáze v matrici PP jako spouštěč nukleace a usnadňuje krystalizaci PP. Díky zvýšení obsahu dispergovaných částí PBT v PP a epoxy obsahu se tedy pík krystalizační teploty PP zvyšuje. [39]

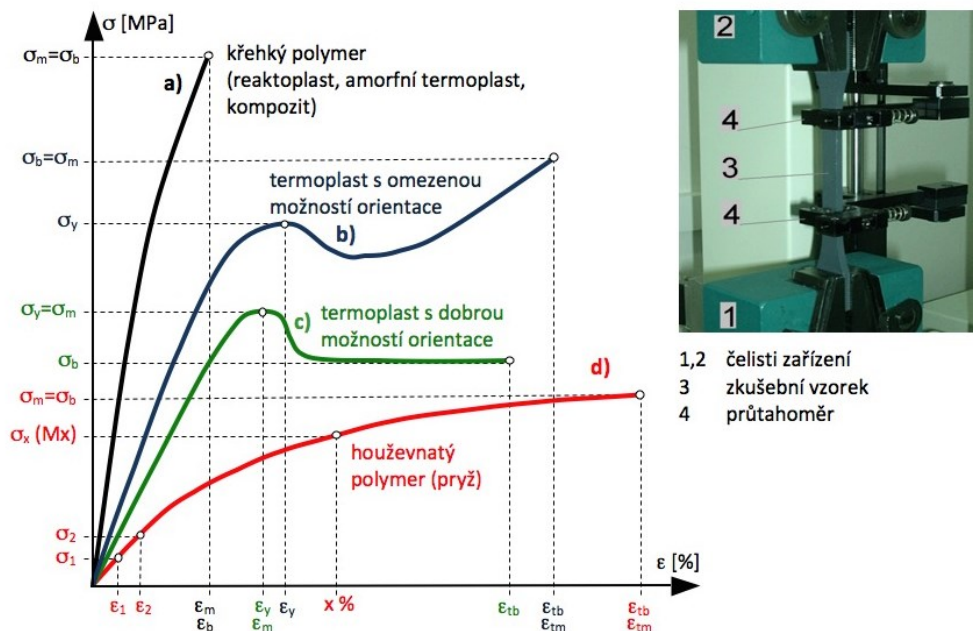
3 METODY HODNOCENÍ SMĚSÍ

3.1 Charakteristika mechanických vlastností

3.1.1 Tahová zkouška

Tahová zkouška patří do kategorie statických zkoušek. Zajišťuje komplexní přehled o základních mechanických vlastnostech testovaného materiálu. Při zkoušce tahem dochází k deformaci materiálu tažením až do jeho úplného přetrhnutí. Tahovou zkouškou lze získat informace například o tažnosti materiálu, Youngově modulu nebo pevnosti v tahu. Samotná zkouška je prováděna na trhacím stroji. K provedení tahové zkoušky u polymerních materiálů jsou potřeba tělesa speciálního tvaru určena na tahovou zkoušku tzv. dogbone. Rozměry těles jsou definovány v normách a jsou charakteristické pro každý testovaný materiál. V průběhu tahové zkoušky jsou testovaná tělesa natahována danou rychlostí, je zaznamenávána použitá deformační síla a deformace odpovídající této síle. Software přístroje poté sám vytvoří grafy a vypočítá další potřebné hodnoty. [40]

Na *Obr. 19* jsou ukázány křivky specifické pro různé druhy polymerních materiálů a ukotvení testovacího tělesa do přístroje.



Obr. 19 Průběh deformačních křivek při tahové zkoušce a ukotvení testovaného materiálu v čelistech trhacího stroje. [41]

3.1.2 Index toku taveniny (Melt – flow rate)

Index toku taveniny (Melt – flow rate, zkr. MFR) je definován jako množství materiálu, které při daném tlaku a teplotě proteče danou kapilárou za 10 minut. Tlak v indexeru je vytvořen zatížením pístu definovaný závažím, teplota při měření je zvolená dle zkoušeného materiálu. MFR je vypočítán dle vztahu:

$$MFR = \frac{m \cdot 600}{t} \quad (8)$$

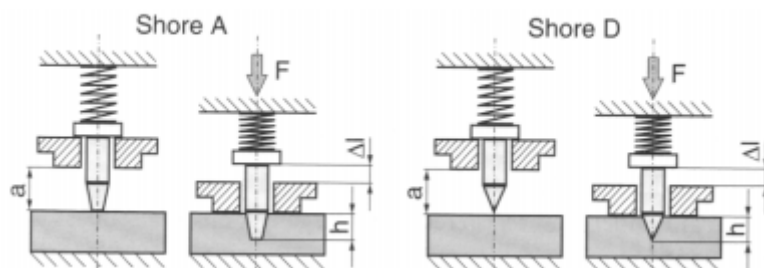
Tato zkouška slouží k určení základních tokových vlastností materiálu, v průmyslové výrobě bývá používána k určení kolísání molární hmotnosti polymeru na vstupu a k případnému zamezení zhoršení procesu výroby. [42]

3.1.3 Tvrdość Shore

Mezi parametry charakterizující povrch materiálu patří tvrdość. Tvrdość je definovaná jako odpor, který materiál klade průniku jiného tělesa. Měření tvrdości je rychlá a efektivní metoda, patří mezi nejpoužívanější metody testování materiálů. Měření patří díky nepatrné deformaci mezi metody nedestruktivní a výhodou je, že parametr tvrdości je provázán s dalšími mechanickými vlastnostmi testovaného materiálu.

Pro různé skupiny testovaných materiálů se liší metody měření dobou zatížení a použitím vtačovacího tělesa odlišných tvarů (jehlan, kulička).

Metoda Shore je jednou z nejpoužívanějších metod měření tvrdości. Pro měkké materiály se využívá tvrdości Shore A a pro tvrdší Shore D. Tyto dvě metody se liší tvarem vtačovaných hrotů (Obr. 20). Hloubka vtačení udává míru tvrdości, která se pohybuje v rozmezí 0 až 100.



Obr. 20 Zkušební hroty Shore A a Shore D [40]

Tloušťka testovaných vzorků by měla být 6 milimetrů, tvrdość se z tvrdoměru odečítá po 15 sekundách od počátku. [40]

3.2 Strukturní charakteristika

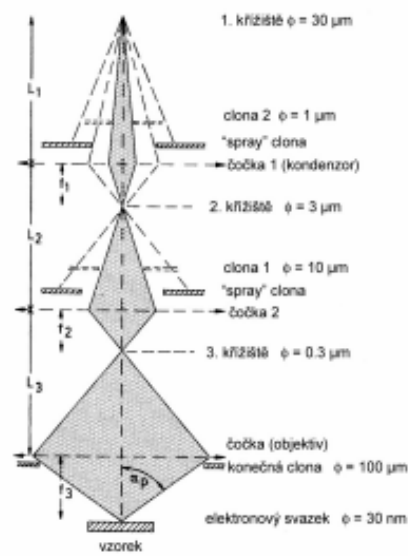
3.2.1 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

Metoda SEM umožňuje náhled na strukturu materiálu. Na materiál, resp. testovaný vzorek, dopadá elektronový paprsek, který se od vzorku odráží a je převáděn na obraz. Pozorování je prováděno v kolmém směru k povrchu. Povrch vzorku opouštějí následující druhy elektronů:

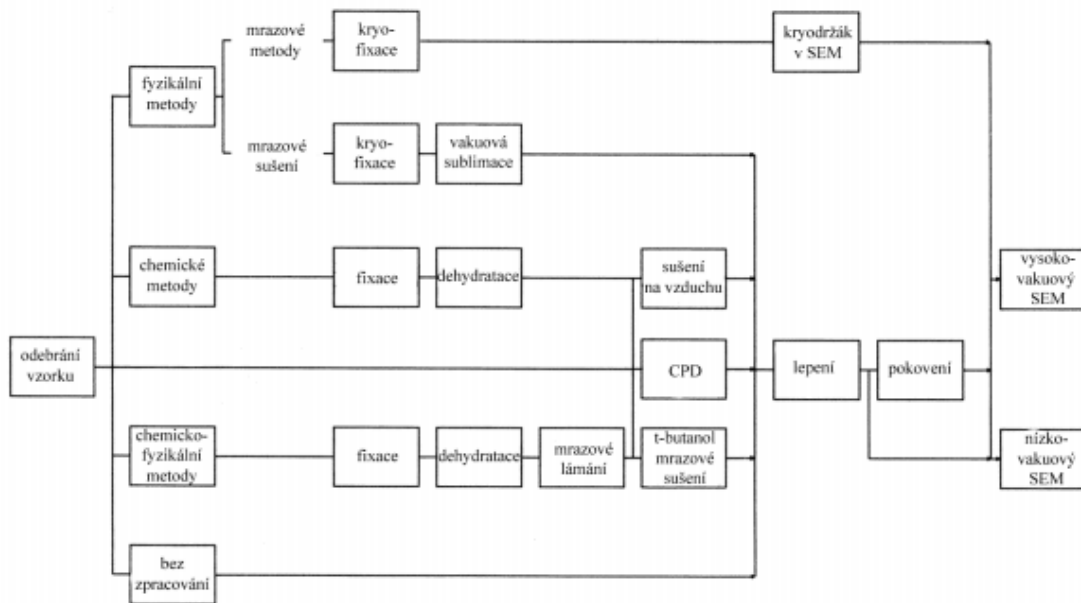
- zpětně emitované elektrony
 - informace o topografii vzorku a složení materiálu
 - rozlišení 50 – 200 nm
- primární elektrony
- sekundární elektrony
 - informace o topografii vzorku
 - rozlišení 5 – 15 nm
- Augerovy elektrony
 - vyráženy ze vzorku
 - na základě jejich energie lze provést prvková kvalitativní analýza

Rozlišovací schopnost je ovlivněna průměrem dopadajícího elektronového paprsku a energií elektronů. [43]

Na *Obr. 21* je schéma mikroskopu. Na *Obr. 22* jsou metody přípravy vzorků.



Obr. 21 Schéma SEM [44]

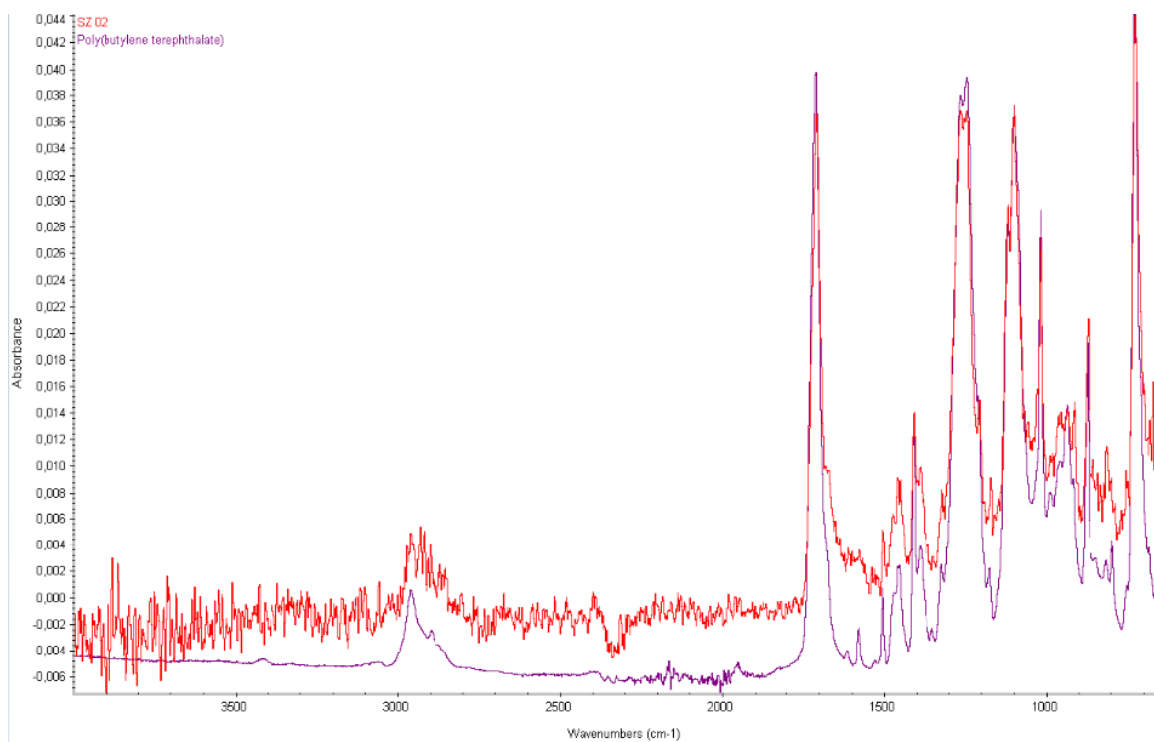


Obr. 22 Přehled metod používaných pro přípravu vzorků určených k SEM [45]

3.2.2 Infračervená spektroskopie (IR)

Infračervená spektroskopie je metoda charakterizující chemické struktury u sloučenin. IR záření se pohybuje v rozmezí vlnových délek 0,78 – 1000 mm, odpovídající vlnočtům v rozmezí 12800 – 10 cm^{-1} . Při průchodu infračerveného záření o odlišných vlnových délkách testovaným materiálem je toto záření pohlcováno, přičemž dochází k vibračně rotačním změnám energetických stavů molekul díky tvorbě a změnám dipólových momentů. Výstupem měření je IR spektrum znázorňující grafickou závislost absorbance nebo transmitance na vlnové délce IR záření, které dopadá na testovaný vzorek. Transmitancí (T) se rozumí tzv. propustnost, která je definovaná poměrem intenzity záření procházející testovaný vzorkem (I) ku intenzitě záření, které vychází ze zdroje (I_0). Absorbance (A) je dekadickým logaritmem $1/T$.

Vrcholy spekter, tzv. píky, slouží k identifikaci vibrujících molekul. Píky, nacházející se v rozmezí 4000 – 1500 cm^{-1} , slouží k rozpoznávání funkčních skupin. V rozmezí 1500 – 400 cm^{-1} se nachází oblast otisku „fingerprint region“. Podle průběhu naměřených absorbčních spekter je možné v digitalizovaných knihovnách vyhledávat a identifikovat neznámé vzorky (Obr. 23)



Obr. 23 Porovnání FTIR spektra u naměřeného vzorku čistého PBT (červená) a spektra PBT získaného z digitalizované knihovny (fialová)

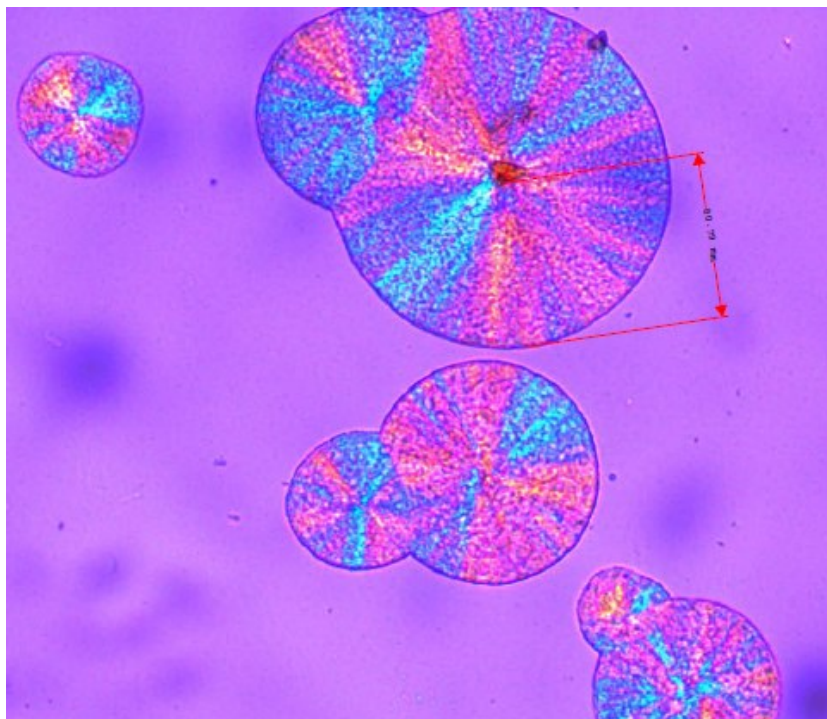
FTIR spektrometry jsou spektrometry využívající Fourierovu transformaci k získání klasického IR spektra. Při měření FTIR metodou dochází k dopadu celého svazku záření na detektor, umožňující analýzu silně pohlcujících vzorků nebo pevných a kapalných vzorků. [46]

V této práci byla použita metoda ATR využívající zeslabenou úplnou reflektanci.

3.2.3 Polarizační mikroskopie (POM)

Tato metoda je používána k pozorování vzniku sférolitů a jejich růstu při procesu krystalizace. Polarizační mikroskopie je založena na průchodu nepolarizovaného světla přes filtry. Tyto filtry nepolarizované světlo zpolarizují, světlo kmitá v jedné rovině. Metoda bývá využívána pro dvojlomné substance, kdy dochází k lomu světla na dva paprsky, jeden je tzv. řádný, druhý tzv. mimořádný. Odlišné paprsky jsou posunuté ve fázi díky šíření odlišnou rychlostí, přičemž jeden paprsek prochází do analyzátoru. Při použití této metody pro jedno-
lomné substance by nedocházelo k lomu paprsku, metoda by byla neúčinná. [47]

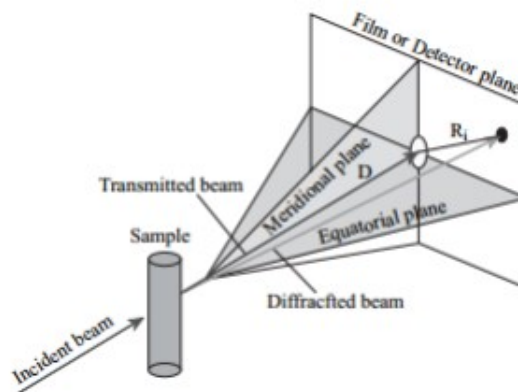
Sférolity jsou při zobrazení barevně odlišovány. Na *Obr. 24* jsou ukázány vznikající sférolity PP.



Obr. 24 Sférolity PP pořizené na POM, teplota při pořizení snímku 122,5 °C

3.2.4 Širokouhlá difrakce rentgenového záření (WAXD)

Tato metoda bývá používána k charakterizování krystalické struktury polymerních materiálů. Monochromatický RTG paprsek dopadá na testovaný vzorek, ten difraktuje světlo v úhlu 2θ od původního paprsku. Úhel difrakce je $2\theta > 5^\circ$, tedy vyšší než u metody malouhlové difrakce, kde $2\theta < 5^\circ$. Takto difraktovaný paprsek je poté snímán na detektoru jako obraz vzorku. [48] Princip je znázorněn na *Obr. 25*.

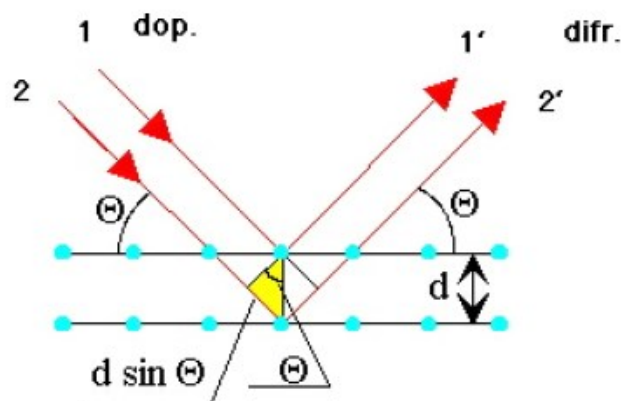


Obr. 25 Princip WAXD [48]

Aby došlo k interferenci paprsků, je nutné, aby byla splněna tzv. Braggova rovnice, vyjádřena vztahem:

$$2d \cdot \sin\theta = n \cdot \lambda \quad (9)$$

kde θ je Braggův úhel, λ vlnová délka, n řád difrakce a d mezivzrostová vzdálenost. [47] Difrakce je znázorněna na *Obr. 26*.

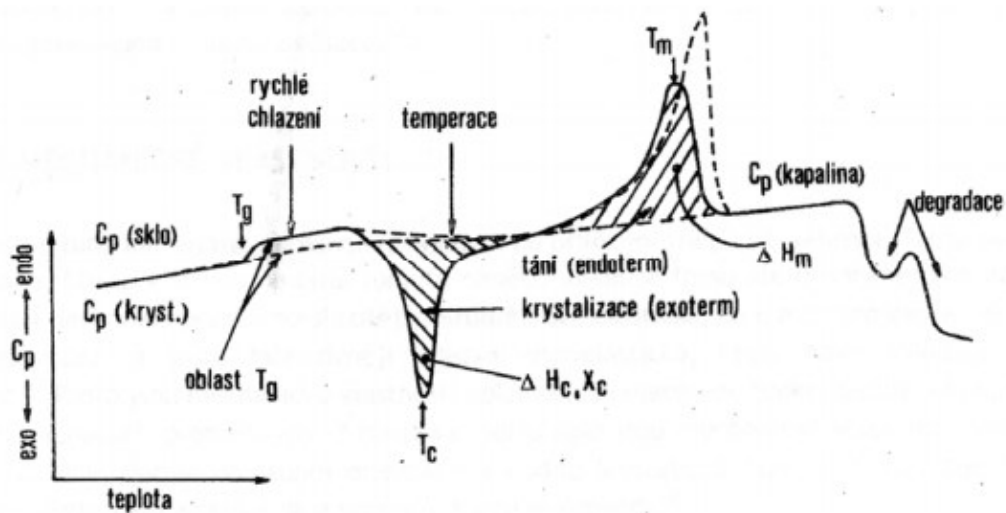


Obr. 26 Difrakce RTG záření [31]

WAXD nám poskytuje informace o obsahu krystalického podílu (díky intenzitě amorfních a krystalických odrazů), o hustotě krystalické fáze (díky porovnání s rozměry základní krystalické jednotky), o velikosti sférolitů a stupni orientace. [48]

3.3 Teplotní charakteristika pomocí DSC

Diferenciální skenovací kalorimetrie (zkr. DSC) je metodou analyzující teplotní chování testovaných vzorků. Touto metodou lze získat informace o charakteristických teplotách (teplota tání, teplota skelného přechodu), tepelném toku nebo krystalinitě. Vzorek je v průběhu testování ohříván a ochlazován lineárně, ve vzorku dochází ke změně rychlosti teplotního toku, kdy změna je úměrná aktuálnímu měrnému teplu. V přístroji je umístěn vzorek a reference. V rámci stejně rychlého ohřevu a ochlazování vzorku i reference lze sledovat množství tepla potřebného pro udržení isothermních podmínek v závislosti na čase nebo teplotě. Kvůli možné degradaci vzorku bývá komora přístroje promývána inertními plyny (např. dusíkem). Na Obr. 27 je ukázková křivka z DSC měření. [49]



Obr. 27 Ukázková křivka z DSC [49]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 PŘÍPRAVA VZORKŮ

4.1 Použité materiály

PP C766 – 03 byl získán z firmy Dow Chemicals, PBT Arnite T08 200 z firmy DSM, PP – MA s obsahem 1,30 % MA (Fusabond P353) a s obsahem 0,47 % MA (Fusabond P613) z firmy DuPont.

4.1.1 Výroba směsi

Před přípravou směsí bylo nutné materiály díky jejich navlhavosti vysušit. Materiály byly sušeny v sušárně při 80 °C po dobu 24 hodin. Následně bylo naváženo potřebné množství pro přípravy jednotlivých směsí.

Navážené složky budoucích směsí byly promíchány a vytlačeny do strun za pomoci dvoušnekového extrudéru LabtechEngineering. Teploty extrudéru byly s ohledem na vysokou teplotu tání PBT nastaveny na 220 °C, 225 °C, 230 °C, 240 °C, 245 °C, 250 °C, 255 °C, 255 °C a 250 °C, otáčky na 100 rpm. Struny byly díky své vysoké teplotě po výstupu z extrudéru taženy do vodní lázně. Následně byly struny granulovány na přístroji Brabender a granuláty umístěny do sušárny na 24 hodin při teplotě 80 °C.

Směsi byly namíchány takto:

- PP/PBT 100/0
- PP/PBT 0/100
- PP/PBT 70/30
- PP/PBT/PP – MA 1,30 70/30/5
- PP/PBT/PP – MA 0,47 70/30/5

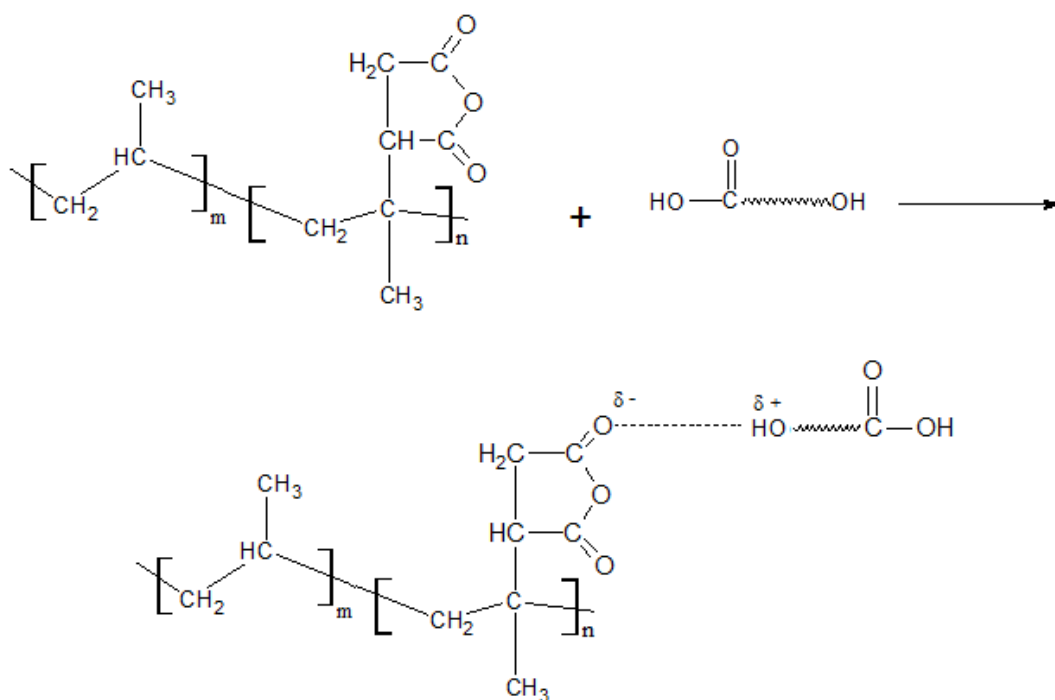
4.2 Použité přístroje

Dvoušnekový extrudér LabtechEngineering, granulační přístroj Brabender, trhací přístroj Quasar 25 Galdabini, plastoměr SVIT, tvrdoměr HHP 2001, SEM mikroskop VEGA LMU Tescan, spektrometr Avatar 320 FTIR Nicolet, polarizační optický mikroskop Olympus BX 41, diferenciální skenovací kalorimetr DSC 1 STAR^e System Mettler Toledo, Rentgen X'Pert PRO Panalytical

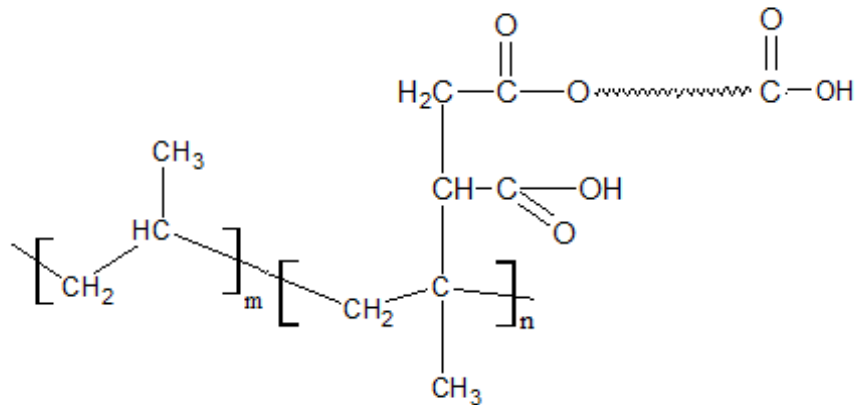
5 DISKUZE VÝSLEDKŮ

5.1 Předpokládaný reakční chemismus

PP není s PBT ani mísitelný ani kompatibilní díky velkým rozdílům v polaritě. Navíc PP neobsahuje žádné funkční skupiny, kterými by mohl s PBT reagovat. Přídavkem polymeru mísitelného s PP a reaktivního s PBT lze směs PP/PBT smísit. V případě této diplomové práce byl použit PP roubovaný malein anhydridem, který je polární a je schopen reagovat s PBT hydroxylovými skupinami za vytvoření kopolymeru PP – MA – PBT, který dále funguje jako kompatibilizátor směsi PP a PBT. Reakce PP – MA s PBT je znázorněna na *Obr. 28*, kdy dochází k vytvoření mezimolekulární vazby mezi karbonylovým kyslíkem (δ^-) MA a vodíkem v hydroxylové skupině PBT (δ^+). Na *Obr. 29* je pak znázorněno formování kopolymeru mezi PP – MA a PBT. Podobný reakční chemismus byl znázorněn ve studii Kang et. al., kde byl místo PP – MA použit ethylen – vinyl acetát roubovaný malein anhydridem (EVA – MA). [50]



Obr. 28 Intermolekulární reakce mezi PP – MA a PBT



Obr. 29 Formování kopolymeru mezi PP – MA a PBT

5.2 Strukturní charakteristika

5.2.1 SEM analýza

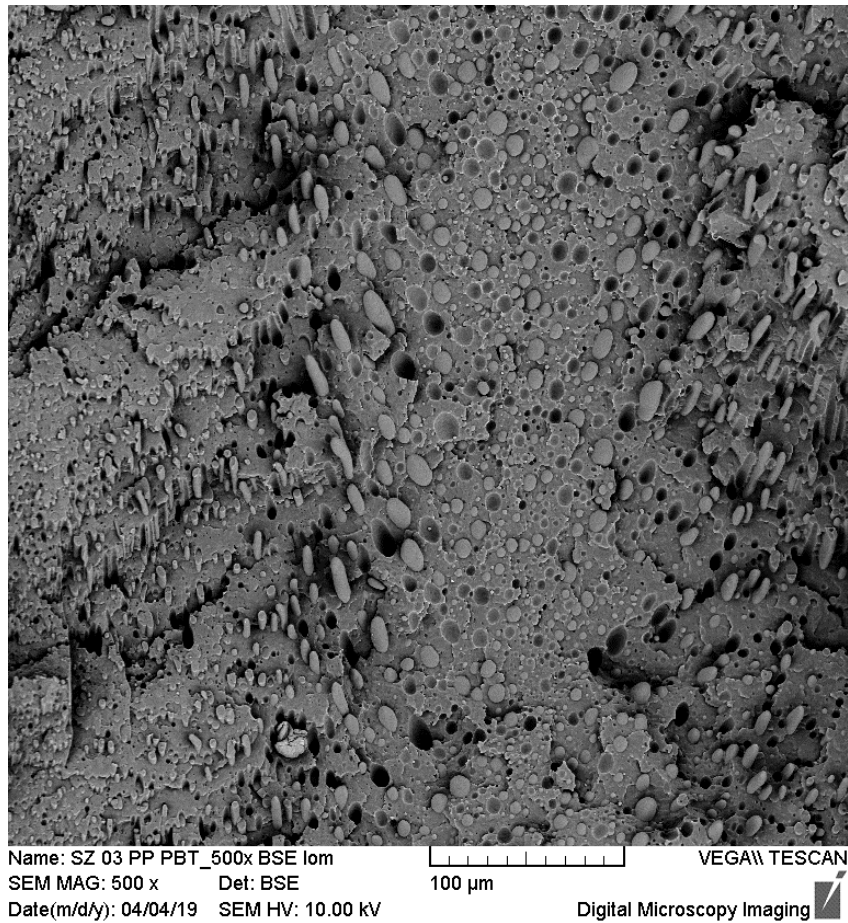
Míra smísení složek byla analyzována pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Vzorčky byly nejprve ponořeny do kapalného dusíku na několik sekund, poté byly připraveny křehkým lomem plochy, na které byla nanесena platinovo-uhlíková vrstva. Morfologie směsi byla zkoumána na rastrovém elektronovém mikroskopu SEM VEGA LMU Tescan při urychlovacím napětí 10 kV. Z hodnot velikostí částic PBT byly sestrojeny histogramy a vypočítána průměrná velikost částic a směrodatná odchylka.

Dle Paul et. al. je známo, že kontinuální fázi matrice tvoří ta složka, která má ve směsi větší podíl a vykazuje nižší viskozitu. [51]

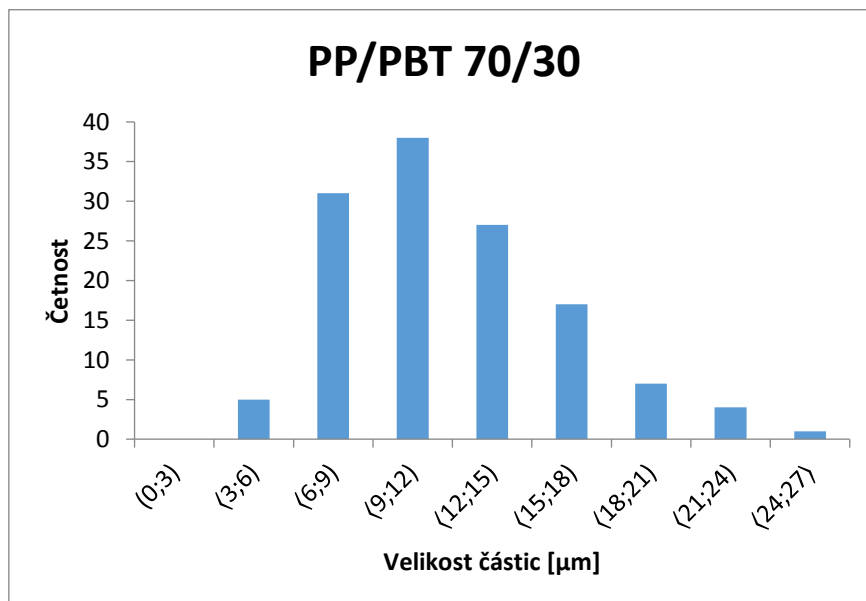
V našem případě je matrice tvořena PP a v matrici jsou rozmístěny domény PBT. Míra smísení PP s PBT byla posuzována podle morfologie PP/PBT směsi bez PP – MA v porovnání s těmi, které jej obsahovaly. Zároveň byl zkoumán vliv zvyšujícího se obsahu MA na velikost částic PBT v PP matrici.

Na *Obr. 30* lze pozorovat SEM snímek nekompatibilizované směsi PP/PBT. Na snímku jsou patrné velké částice PBT v matrici PP, které naznačují, že směs není dobře dispergovaná. Částice mají oválný tvar. Lze pozorovat i místa, kdy při křehkém lomu došlo k vytržení částic PBT z matrice. Toto vytrhávání poukazuje na nízkou mezifázovou adhezi mezi složkami. Distribuce velikostí částic (*Obr. 31*) ukazuje, že nejpočetnější skupinou jsou částice ve velikostním intervalu 9 – 12 mikrometrů, celkově jsou nejpočetnějšími skupinami ty, jež leží v intervalu 6 – 18 mikrometrů. Průměrná hodnota velikosti částic se pohybuje v rozmezí hodnoty 12 ± 5 mikrometrů.

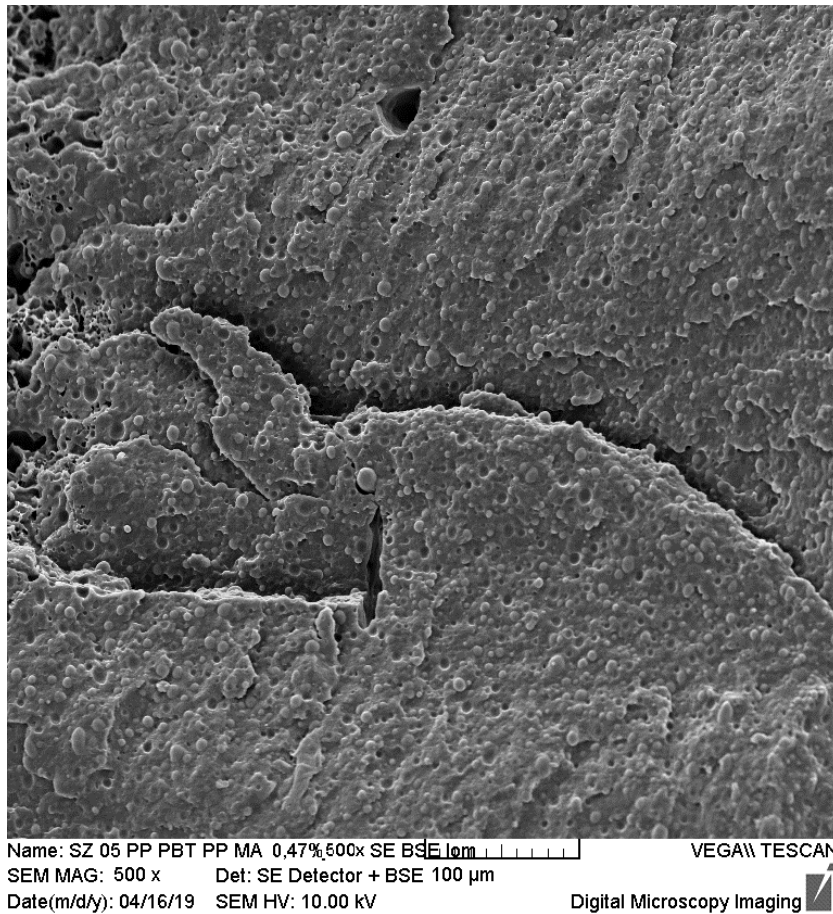
Na *Obr. 32* a *Obr. 34* jsou SEM snímky reakčně kompatibilizovaných směsí PP/PBT. Na *Obr. 33* a *Obr. 35* jsou pak znázorněny distribuce velikostí částic u těchto směsí. Směsi se mezi sebou liší obsahem MA v přidaném kompatibilizátoru. Na obou SEM snímcích je patrné, že domény PBT se výrazně zmenšily oproti nekompatibilizované směsi (*Obr. 30*), dochází k lepší dispergaci. V případě směsi s nižším obsahem MA jsou rozeznatelné sférické částice PBT v PP matrici, ale průměrná velikost částic se pohybuje v rozmezí 4 ± 2 mikrometrů, nejpočetnější skupinou jsou částice ve velikostním intervalu 3 – 6 mikrometrů. U směsi s vyšším obsahem MA jsou částice PBT v matrici stále rozeznatelné, ale jejich průměrná velikost se oproti směsi s nižším obsahem MA snížila přibližně na polovinu, 2 ± 1 mikrometrů. U obou směsí se stále objevují prázdná místa po částicích PBT vytržených při křehkém lomu, avšak u směsi s vyšším obsahem MA lze pozorovat, že při křehkém lomu dochází i k rozlomení částic (zvýrazněno na *Obr. 34*). Tyto rozlomené částice poukazují na fakt, že po reakční kompatibilizaci dochází ke zvýšení mezifázové adheze mezi jednotlivými složkami a „ukotvení“ částic v matrici. Navzdory snížení velikostí domén PBT v matrici PP po reakční kompatibilizaci lze říci, že velikost částic se stále pohybuje v mikronických hodnotách, dala by se dále snížit do submikronických hodnot zvýšením množství kompatibilizátoru nebo delší dobou reakčního směřování v extrudéru.



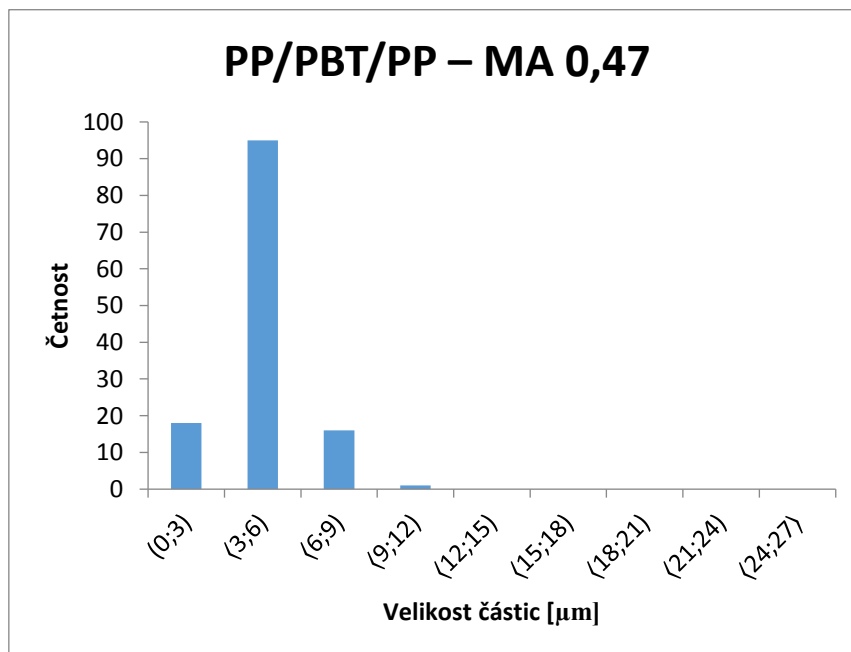
Obr. 30 SEM snímek PP/PBT 70/30



Obr. 31 Histogram distribuce velikostí částic u směsi PP/PBT 70/30

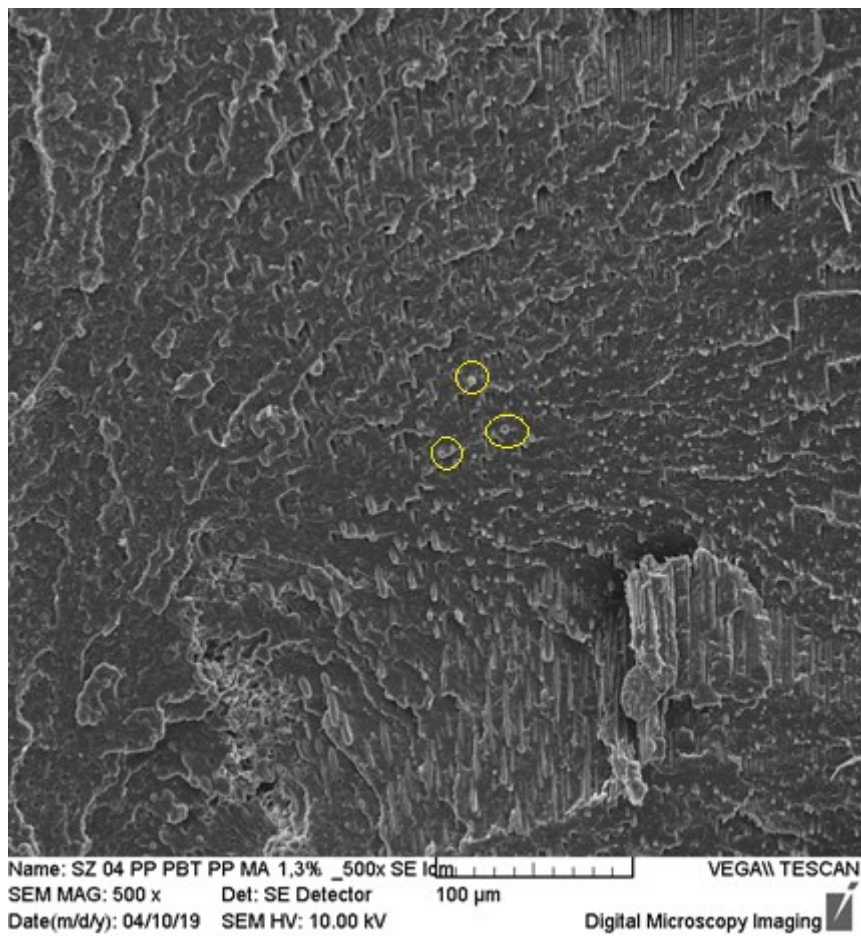


Obr. 32 SEM snímek PP/PBT/PP – MA 0,47 70/30/5

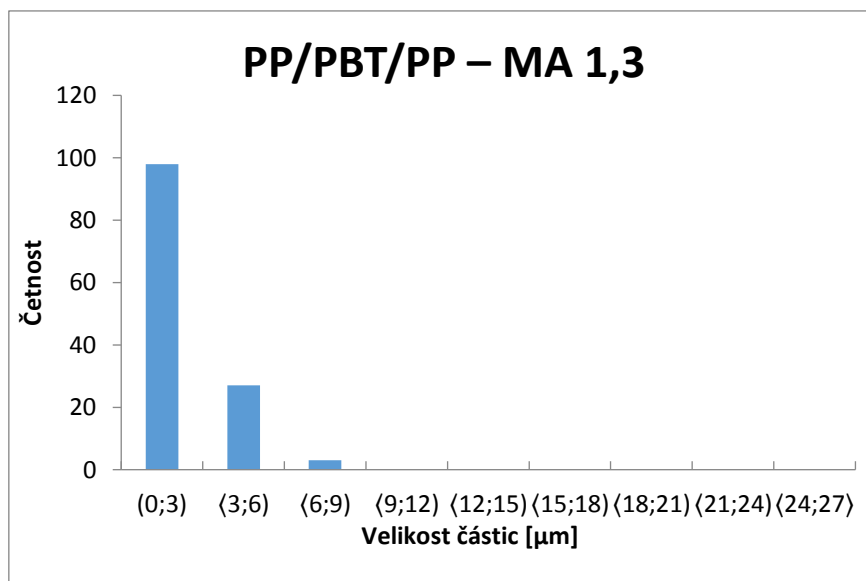


Obr. 33 Histogram distribuce velikostí částic u směsi

PP/PBT/PP – MA 0,47 70/30/5



Obr. 34 SEM snímek PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5



Obr. 35 Histogram distribuce velikostí částic u směsi

PP/PBT/PP – MA 1,3 70/30/5

5.2.2 FTIR analýza

Při reakční kompatibilizaci směsi PP/PBT dochází, dle předpokládaného reakčního chemismu, k formování kopolymeru mezi PP – MA a PBT vytvořením mezimolekulární vazby mezi karbonylovým kyslíkem (δ^-) MA a vodíkem v hydroxylové skupině PBT (δ^+). Takto formovaný kopolymer dále slouží jako kompatibilizátor směsi. Měření FTIR bylo provedeno za účelem zjištění chemické struktury vytvořených kompatibilizovaných směsí.

Analýza byla provedena na spektrometru Avatar 320 FTIR Nicolet. Měření bylo provedeno metodou ATR kvůli částečné neprůhlednosti vzorků. Bylo provedeno 32 skenů, na vzorky působilo infračervené záření o vlnočtu v rozmezí $4500 - 400 \text{ cm}^{-1}$.

Pro FTIR analýzu byly vybrány vzorky s vyšším obsahem PP – MA kvůli dobré pozorovatelnosti typických absorpčních pásů. Porovnání FTIR spekter navzájem mezi sebou je na *Obr. 36, Obr. 37 a Obr. 38*.

Při porovnání FTIR spekter PP a PP – MA (*Obr. 38*) je patrné, že se liší v absorpčním pásu s vlnočtem 1707 cm^{-1} . Tento absorpční pás je charakteristický pro C=O vazbu malein anhydridu. [52]

Při porovnání PP – MA, PP/PBT/ PP – MA a čistým PP nebo čistým PBT (*Obr. 36, Obr. 37*) je na první pohled patrné, že výrazný absorpční pás esterové vazby C=O (1706 cm^{-1}) překrývá totožnou vazbu malein anhydridu u PP – MA.

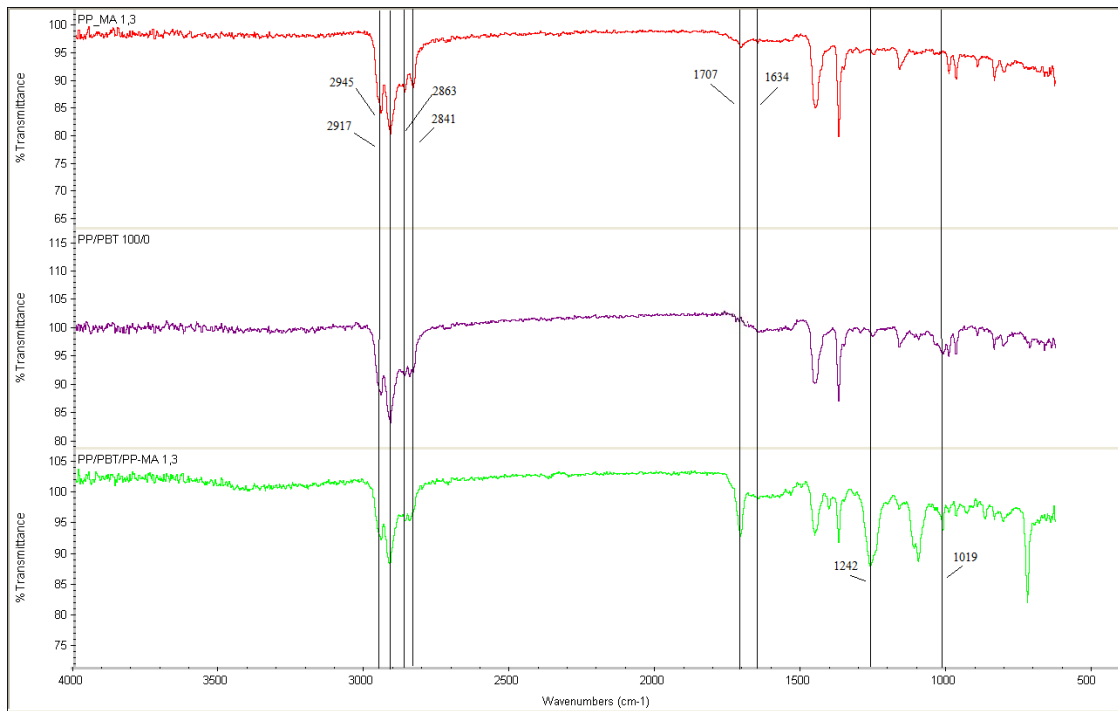
Pro ester jsou typické absorpční pásy o vlnočtech 2950 cm^{-1} (vibrace C–H vazby), 1706 cm^{-1} (vibrace C=O vazby), 1242 cm^{-1} a 1019 cm^{-1} (vibrace C–O–C vazby).

Pro polypropylen jsou typické absorpční pásy o vlnočtech 2945 cm^{-1} , 2917 cm^{-1} , 2863 cm^{-1} , 2838 cm^{-1} , 1454 cm^{-1} a 1376 cm^{-1} (vibrace C–H vazeb).

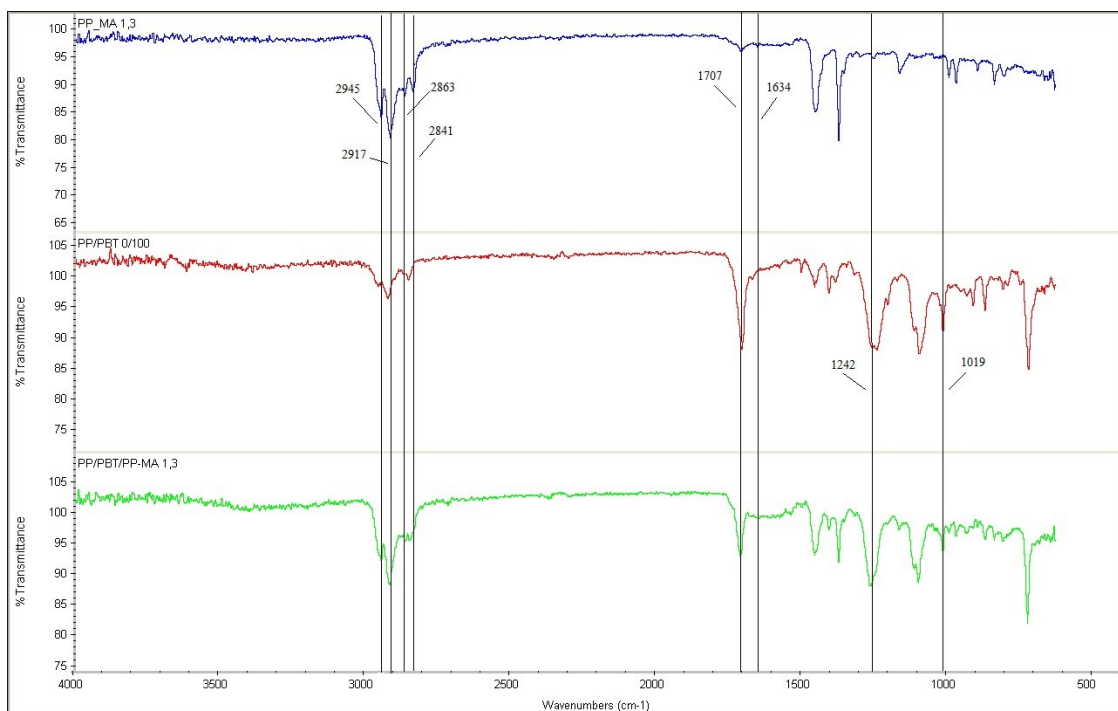
Že je polypropylen izotaktický naznačují absorpční pásy v rozmezí $1100 - 900 \text{ cm}^{-1}$. [53] [54]

Absorpční pás C=O vazby náležící k PBT zakrývá menší pás C=O vazby malein anhydridu. Avšak je možné pozorovat menší absorpční pás o vlnočtu 1634 cm^{-1} , který je pozorovatelný ve všech případech.

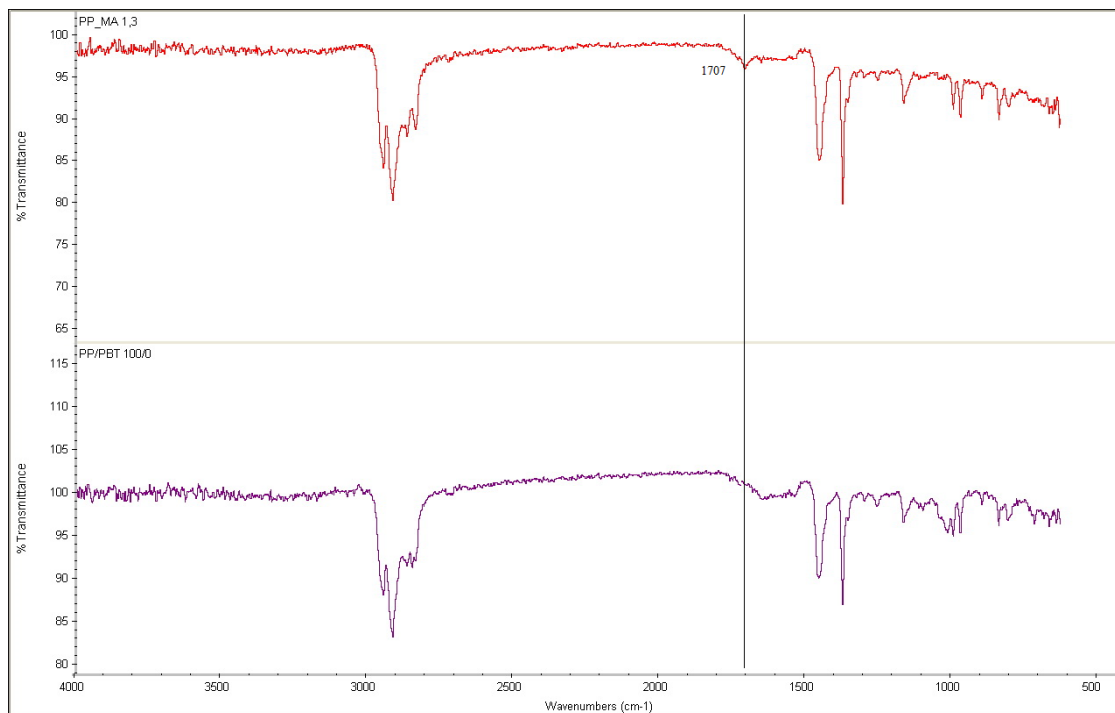
Z výsledků FTIR analýzy je tedy patrné, že v průběhu reakční kompatibilizace dochází k vytvoření kopolymeru mezi PP – MA a PBT a navrhovaný reakční chemismus je pravdivý.



Obr. 36 Průběh spektra u PP – MA v porovnání s PP/PBT/ PP – MA a čistým PP



Obr. 37 Průběh spekter u PP – MA v porovnání s PP/PBT/ PP – MA a čistým PBT

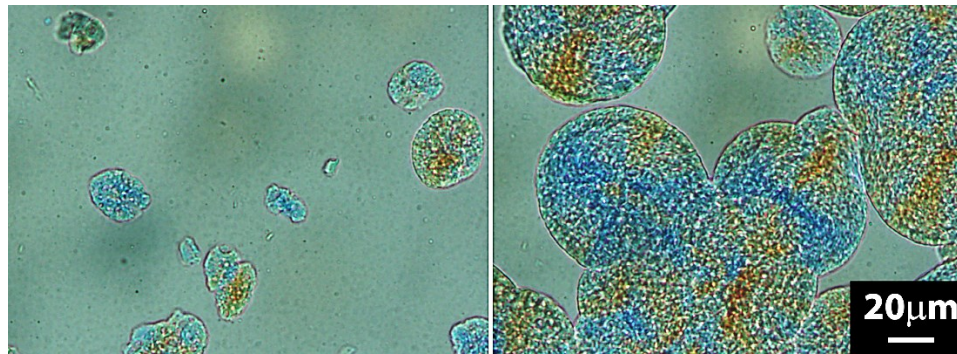


Obr. 38 Průběh spekter u PP – MA v porovnání s čistým PP

5.2.3 POM analýza

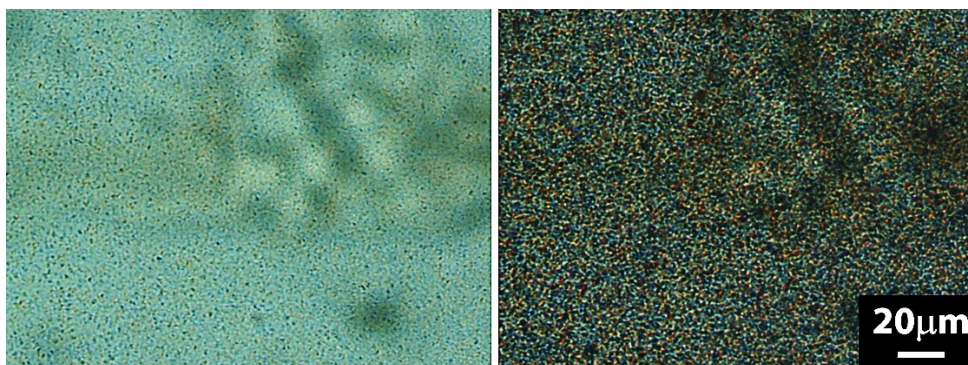
Polarizačním optickým mikroskopem byl pozorován růst sférolitů u kompatibilizovaných směsí v porovnání s nekompatibilizovanou směsí a oddělenými jednotlivými složkami.

Analýza vzorků probíhala následovně: granule určena pro analýzu byla roztavena při 250 °C systémem hot-stage a rozmáčknuta na co nejmenší tloušťku mezi dvěma krycími sklíčky. Takto připravený vzorek byl umístěn do polarizačního optického mikroskopu Olympus BX 41 na vyhřívací stolek Linkam a ohřevem na 250 °C rychlostí 50 °C/min byl roztaven. Při chlazení vzorku na 80 °C rychlostí 5 °C/min. byla pozorována teplota, při které dochází k iniciaci růstu sférolitů, průběh růstu a optická velikost vzniklých sférolitů.



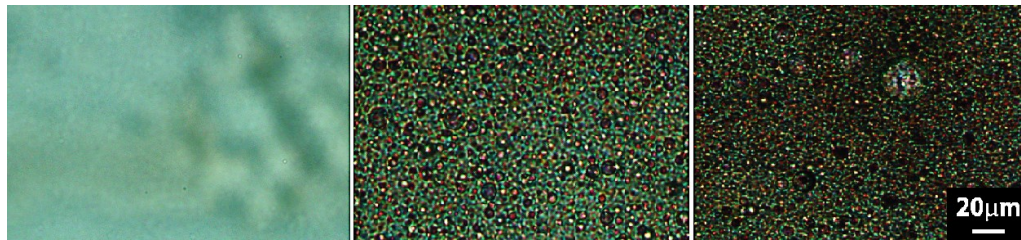
Obr. 39 Růst sférolitů vzorku PP/PBT 100/0, teplota při pořízení snímku 120,1 °C (nalevo) a 114,6 °C (napravo).

Na *Obr. 39* je znázorněn růst sférolitů u vzorku PP. Iniciace růstu byla pozorována okolo teploty 120 °C. Rostoucí sférolity čistého PP jsou dobře viditelné. V levé části dochází k růstu sférolitů z několika nukleačních zárodků, v pravé se rostoucí sférolity spojují. Po spojení sférolitů pokračuje růst směrem do volného prostoru. Zkrytalizovaný vzorek je pozorovatelný při teplotě 112 °C.



Obr. 40 Růst sférolitů vzorku PP/PBT 0/100, teplota při pořízení snímku 195,2 °C (nalevo) a 188,5 °C (napravo).

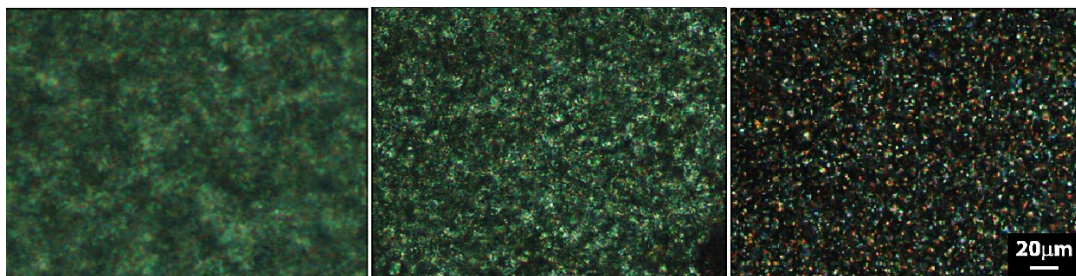
Na *Obr. 40* (nalevo) lze pozorovat, že nukleačních zárodků se při teplotě 195 °C objeví v jeden okamžik mnoho. Dochází k méně viditelnému růstu sférolitů, při teplotě 188 °C je PBT zkrytalizován, sférolity jsou na první pohled menší než u PP (*Obr. 39*).



Obr. 41 Růst sférolitů vzorku PP/PBT 70/30, teplota při pořízení snímku 232,9 °C (nalevo), 189,4 °C (uprostřed) a 120,2 °C (napravo).

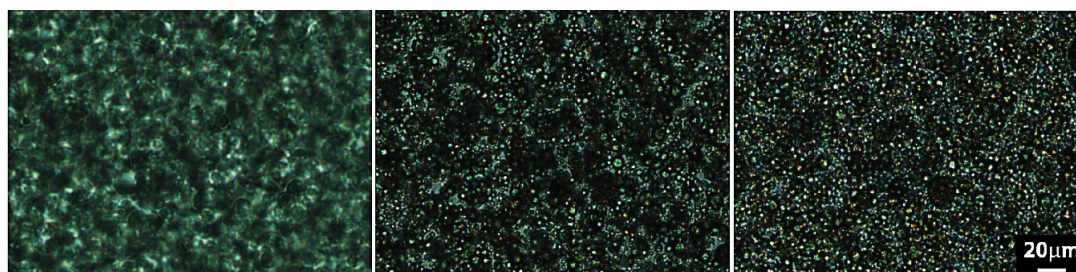
Nekompatibilizovaná směs vykazovala dvě teploty krystalizace dvou složek. K iniciaci krystalizace dochází přibližně při 200 °C růstem malých sférolitů složky PBT. Na *Obr. 41* uprostřed jsou tyto sférolity viditelné. Iniciace krystalizace matrice PP nastává při 135 °C, je méně pozorovatelná než při růstu sférolitů samotného PP. Na *Obr. 41* napravo je fáze PP zkrystalizovaná.

U následujících směsí, které obsahují kompatibilizátor, bylo velmi obtížné pozorovat růst sférolitů jednotlivých složek, avšak opticky pozorovatelné změny jsou zaznamenány na *Obr. 42* a *Obr. 43*. Dá se předpokládat, že u směsi s vyšším obsahem malein MA (*Obr. 42*) bude teplota krystalizace PBT nižší než u směsi s nižším obsahem MA (*Obr. 43*), kvůli lepší kompatibilizaci složek a přiblížení charakteristických teplotních přechodů. Na *Obr. 42* je ukázána pravděpodobná krystalizace PBT složky při 195,9 °C a při 115,5 °C dokrystalizace PP složky.



Obr. 42 Růst sférolitů vzorku PP/PBT/PP – MA 1,3 70/30/5, teplota při pořízení snímku 250,1 °C (nalevo), 189,9 °C (uprostřed) a 115,5 °C (napravo).

Na *Obr. 43* je viditelné, že sférolity PBT uprostřed jsou názornější než u předchozí směsi, právě díky nižšímu obsahu malein anhydridu a z toho plynoucí méně kvalitní kompatibilizaci. Složka PBT byla plně zkrystalizovaná při 185,3 °C a při 133,3 °C iniciace krystalizace PP složky.



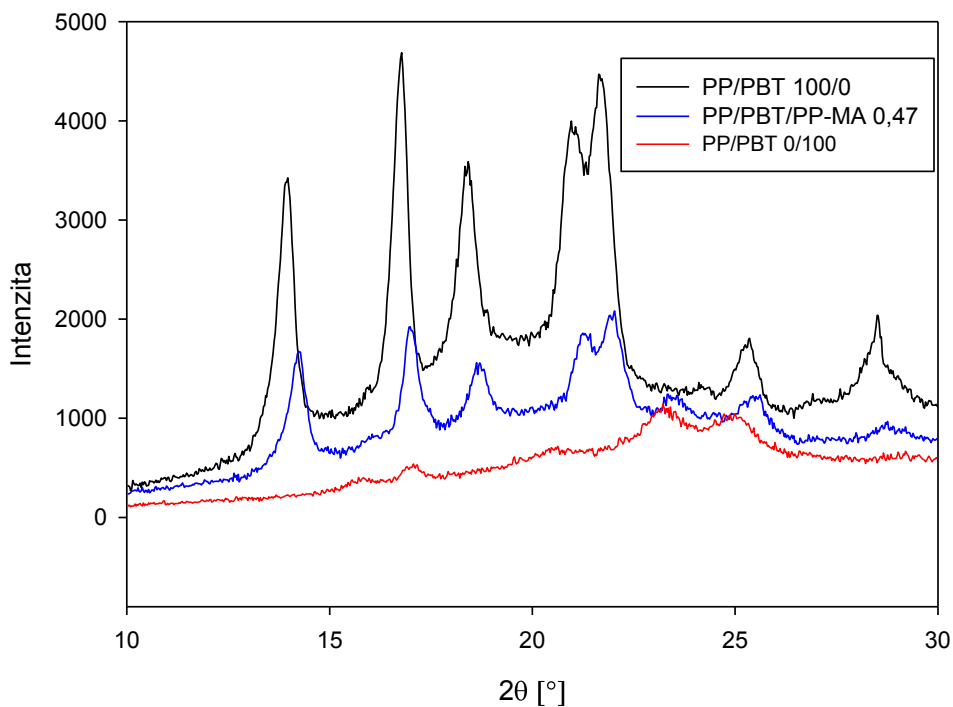
Obr. 43 Růst sférolitů vzorku PP/PBT/PP – MA 0,47 70/30/5, teplota při pořízení snímku 250,0 °C (nalevo), 185,3 °C (uprostřed) a 133,0 °C (napravo).

Z provedené analýzy je patrné, že po použití kompatibilizátoru se snížila velikost sférolitů, byly hůře pozorovatelné a charakteristické teploty jednotlivých složek se vůči sobě přiblížily. Charakteristické teploty, získané z POM analýzy, budou porovnány s výsledky získanými za pomoci diferenciální skenovací kalorimetrie.

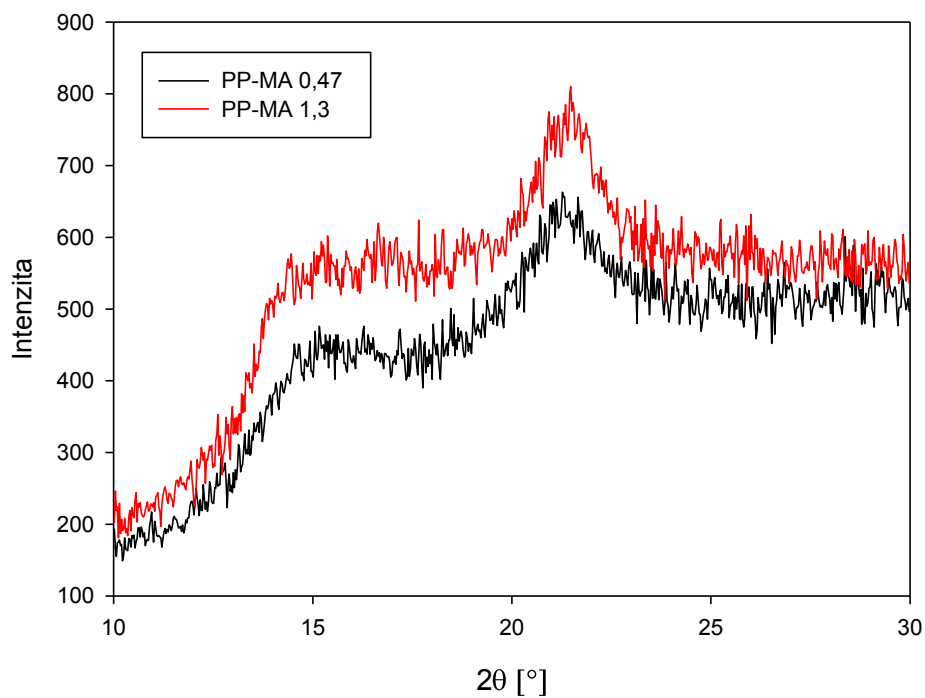
5.2.4 WAXD analýza

WAXD analýza byla provedena na rentgenu PANanalytical X'pert PRO. Ploché vzorky byly umístěny do rentgenu a reflexně ozařovány. Byl použit monochromatický paprsek anody Cu o vlnové délce $\lambda=0,154$ nm, proud $I = 30$ mA a napětí $U = 40$ kV. Měření proběhlo v difrakčních úhlech $(10-30)^\circ 2\theta$.

Na *Obr. 44* jsou křivky získané z WAXD rentgenu. V porovnání jsou čistý PP a čistý PBT s kompatibilizovanou směsí s nižším obsahem MA. Kompatibilizovaná směs s nižším obsahem MA byla zvolena kvůli větší velikosti PBT částic a lepší pozorovatelnosti změny v pí-
cích po smíchání. Analýzou byly získány hodnoty úhlů hlavních píků, mezirovinná vzdá-
lenost známá jako d-spacing a vyhodnocena krystalinita z podílu integrované plochy krys-
talické fáze ku integrované celkové ploše.



Obr. 44 Porovnání složky PP a složky PBT s kompatibilizovanou směsí



Obr. 45 Porovnání PP-MA s odlišným obsahem MA

Tab. 4 Porovnání úhlů a *d*-spacingu u všech vzorků

			PP/PBT 70/30		PP/PBT/PP-MA 1,3		PP/PBT/PP-MA 0,47	
	2 Θ [°]	d [nm]	2 Θ [°]	d [nm]	2 Θ [°]	d [nm]	2 Θ [°]	d [nm]
PP/PBT 100/0	14,06	6,29	13,75	6,44	14,14	6,26	14,30	6,19
	16,82	5,27	16,58	5,34	16,98	5,22	16,98	5,22
	18,47	4,80	18,40	4,82	18,63	4,76	18,71	4,74
	21,79	4,08	21,62	4,11	21,94	4,05	22,18	4,01
PP/PBT 0/100	23,28	3,82	23,12	3,84	23,36	3,81	23,75	3,74
	24,93	3,57	24,93	3,57				

Tab. 4 a Obr. 44 ukazují, že po smíchání složek dochází k posunu hlavních píků a snížení jejich intenzit. Z klesající intenzity píků kompatibilizované směsi lze již předem usoudit, že se snížila i krystalinita. Hodnoty mezirovinné vzdálenosti se díky kompatibilizaci snížily. WAXD křivka PP-MA (Obr. 45) ukazuje hlavní píky v úhlech $15^\circ 2\Theta$ a $21,5^\circ 2\Theta$. PP-MA je ve srovnání s čistým PP málo krystalický. Objemné MA skupiny zřejmě zhoršují schopnost krystalizace (narušují pravidelnost řetězce a uspořádávání řetězců do lamely). Pro kompatibilizovanou směs tyto píky viditelné nejsou, jsou zakryté charakteristickými píky PP složky. Křivka kompatibilizované směsi vykazuje navíc pík PBT ležící v úhlu $23^\circ 2\Theta$.

Krystalinita vzorků (Tab. 5) je nižší než by se dalo předpokládat, pravděpodobně kvůli rychlému ochlazení připravovaných vzorků a z toho vyplývajícího nedostatečného času potřebného pro adekvátní krystalizaci. Kompatibilizovaná směs vykazuje vyšší krystalinitu než nekompatibilizovaná. Směs s nižším obsahem MA vykazuje vyšší krystalinitu než směs s vyšším obsahem MA. Skupina MA, zabudovaná do řetězce PBT (dle kap. 5.1), je objemná a brání krystalizaci PBT složky.

Tab. 5 Krystalinita vyhodnocená z WAXD analýzy

	Krystalinita [%]
PP/PBT 100/0	24,49
PP/PBT 0/100	10,16
PP/PBT 70/30	17,69
PP/PBT/PP-MA 1,3	19,84
PP/PBT/PP-MA 0,47	21,69

5.3 Teplotní charakteristika

Posouzení mísitelnosti polymerních směsí bylo provedeno na základě analýzy DSC. Vzorky byly naváženy s přibližnou hodnotou 10 mg a umístěny do diferenciálního skenovacího kalorimetru Mettler Toledo. Vzorky podstoupily dva ohřevy. První ohřev z 25 °C do 250 °C rychlostí 25 °C/min, následné ochlazení rychlostí 15 °C/min na - 20 °C. Druhý ohřev z - 20 °C na 250 °C rychlostí 25 °C/min a následné ochlazení rychlostí 40 °C/min na - 80 °C. Vzorky se poté vrátily na původní teplotu 25 °C. Z prvního chlazení byla vyhodnocena Avramiho krystalizační kinetika vycházející z následujícího vztahu:

$$X = 1 - e^{-K_A t^{n_A}} \quad (9)$$

kde X je relativní krystalinita, K_A a n_A představují Avramiho parametry charakterizující nukleaci a růst krystalů. [55]

Poločas krystalizace $t_{1/2}$, neboli čas, kdy je dosaženo 50 % krystalinity, byl zjištěn z grafického znázornění závislosti relativní krystalinity na čase (*Obr. 52* a *Obr. 53*).

Avramiho rovnice byla navržena pro isothermní krystalizaci, pro neisothermní vykazuje nedostatky, kdy průběh závislosti $\log[-\ln(1-X)]$ na $\log(t)$ není lineární a získané parametry hodnotí krystalizační kinetiku nedostatečně. Proto je potřeba provést úpravu dle Nakamury, který bere v potaz sekundární krystalizaci. Nakamurův kinetický parametr je vypočítán dle vztahu:

$$Z = K_A^{1/n_A} \quad (10)$$

kde K_A a n_A zastupují Avramiho parametry. [56]

Krystalizační kinetika byla vyhodnocena i dle Kratochvíla, který přišel s novým přístupem vyhodnocení při neisothermní krystalizaci, potírající chyby předchozích dvou hodnocení díky své nezávislosti na čase krystalizace. Ze závislosti relativní krystalinity na teplotě (*Obr. 50*, *Obr. 51*) je vyhodnocena směrnice tangenty k inflexnímu bodu, která symbolizuje číselnou hodnotu rychlosti krystalizace. Na *Obr. 50* je tato tangenta vyznačena s inflexním bodem, hodnotou relativní krystalinity inflexního bodu RC_i a teplotou inflexního bodu T_i . [57]

Krystalinita směsi se s pomocí entalpie vypočítá dle vztahu:

$$X = \frac{\Delta H_m}{w\Delta H_m^0} \cdot 100 \% \quad (11)$$

kde ΔH_m je naměřená krystalizační entalpie, ΔH_m^0 krystalizační entalpie 100% složky a w hmotnostní zlomek složky ve směsi. ΔH_m^0 PBT je 142 J/g a ΔH_m^0 PP 209 J/g. [58, 59]

Tab. 6 Teplota krystalizace pro čistý PP a PBT v závislosti na různých rychlostech chlazení

	Rychlost chlazení [°C/min]	Teplota krystalizace [°C]
PP/PBT 100/0	15	112,30
	40	103,34
PP/PBT 0/100	15	175,91
	40	160,33

Tab. 7 Teploty krystalizace pro směsi v závislosti na různých rychlostech chlazení

	Rychlost chlazení [°C/min]	Teplota krystalizace [°C]	
		Složka PP	Složka PBT
PP/PBT 70/30	15	125,64	193,39
	40	118,71	185,37
PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	15	123,02	193,05
	40	115,79	183,22
PP/PBT/PP-MA 0,47 70/30/5	15	125,80	193,19
	40	118,35	185,51

Jak je viditelné z *Tab. 6* a *Tab. 7*, při rychlejší chlazení dochází ke snížení teploty krystalizace. Na počátku procesu krystalizace je nutné překonat nukleační energetické bariéry. Při nižší rychlosti chlazení dochází k dřívější iniciaci krystalizace než při rychlém chlazení. Energetické bariéry jsou při nižší rychlosti chlazení díky dostatku času překonány dříve a krystalizace nastává při vyšších teplotách. Při rychlém chlazení, kvůli nedostatku času potřebného pro překonání energetických bariér, dochází k aktivaci nukleí až při nižších teplotách.

V případě vytvořených směsí byla kompatibilizace podle prvotních výsledků z DSC analýzy nedostatečná, směsi vykazovaly nadále dvě teploty přechodu charakteristické pro každou složku směsi. Nadále byl vyhodnocen vždy pohyb píků pro jednu složku. Na *Obr. 46* a *Obr. 48* jsou znázorněny pohyby píků čistého PP, složky PP v nekompatibilizované směsi a PP složky v kompatibilizovaných směsích.

Na *Obr. 47* a *Obr. 49* jsou totožně znázorněny píky PBT. Díky relevantnosti výsledků byly vyhodnoceny charakteristické krystalizační teploty pro dané vzorky z prvního chlazení a charakteristické teploty tání z druhého ohřevu.

Při krystalizaci PP složky se, dle *Obr. 46* a *Tab. 6* a *Tab. 7*, po zamíchání do směsi krystalizační teplota posouvá oproti čistému PP k hodnotám vyšším přibližně o 10 °C. PBT v tomto případě působí jako heterogenní nukleační činidlo. Při porovnávání složky PBT dochází ke stejnému trendu, po smíchání dochází k nárůstu krystalizační teploty o 20 °C.

Tab. 8 Teplota tání pro čistý PP a PBT, porovnání dvou ohřevů rychlostí 25 °C/min

	Ohřev	Teplota tání [°C]
PP/PBT 100/0	1.	170,42
	2.	164,13
PP/PBT 0/100	1.	235,90
	2.	228,77

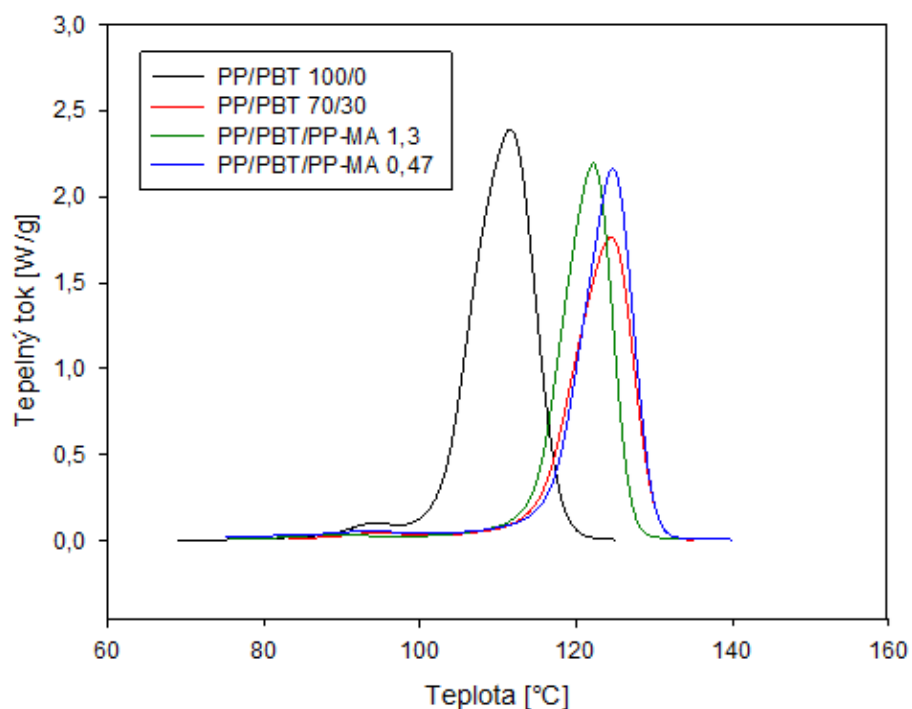
Tab. 9 Teploty tání pro směsi, porovnání dvou ohřevů rychlostí 25 °C/min

	Ohřev	Teplota tání [°C]	
		Složka PP	Složka PBT
PP/PBT 70/30	1.	171,73	228,81
	2.	163,75	221,49
PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	1.	169,78	227,34
	2.	162,69	221,67
PP/PBT/PP-MA 0,47 70/30/5	1.	171,77	228,96
	2.	163,80	222,47

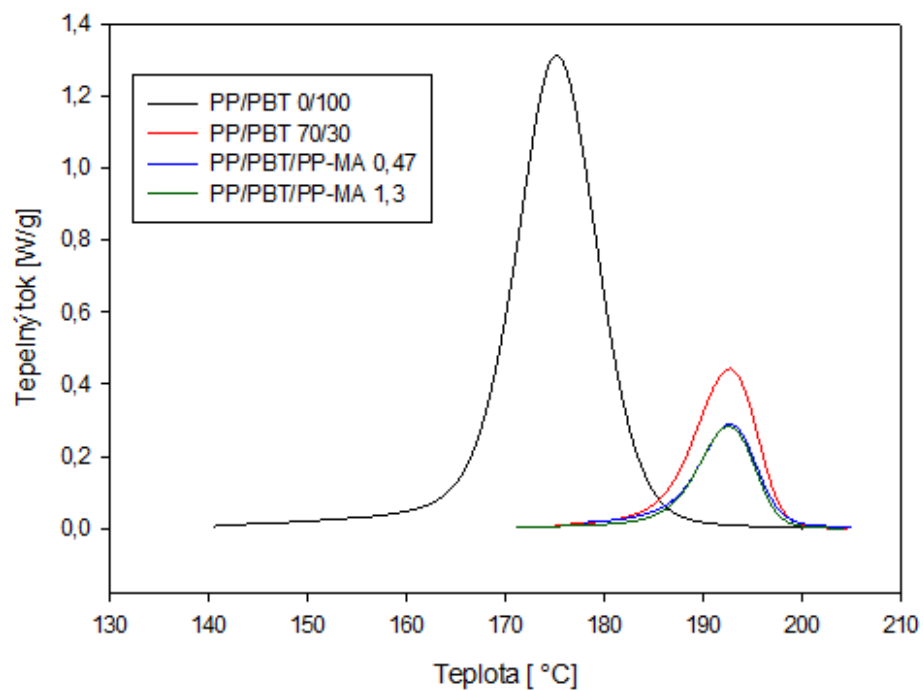
Teplota tání se u složky PP snižuje přibližně o 1 °C, tato změna je zanedbatelná (*Tab. 8*). Díky vysokému množství PP ve směsích (70 %), není složka PP ovlivněna. U PBT, kterého je v směsích 30 %, se teplota tání po zamíchání do směsi snižuje o 6 °C (*Tab. 9*).

Již pouhé smíchání složek má vliv jak na teplotu krystalizace, která se zvyšuje, tak na teplotu tání, která se snižuje. Toto je pravděpodobně zapříčiněno velikostí dispergovaných částic a samotnou disperzí PBT složky v PP matrici.

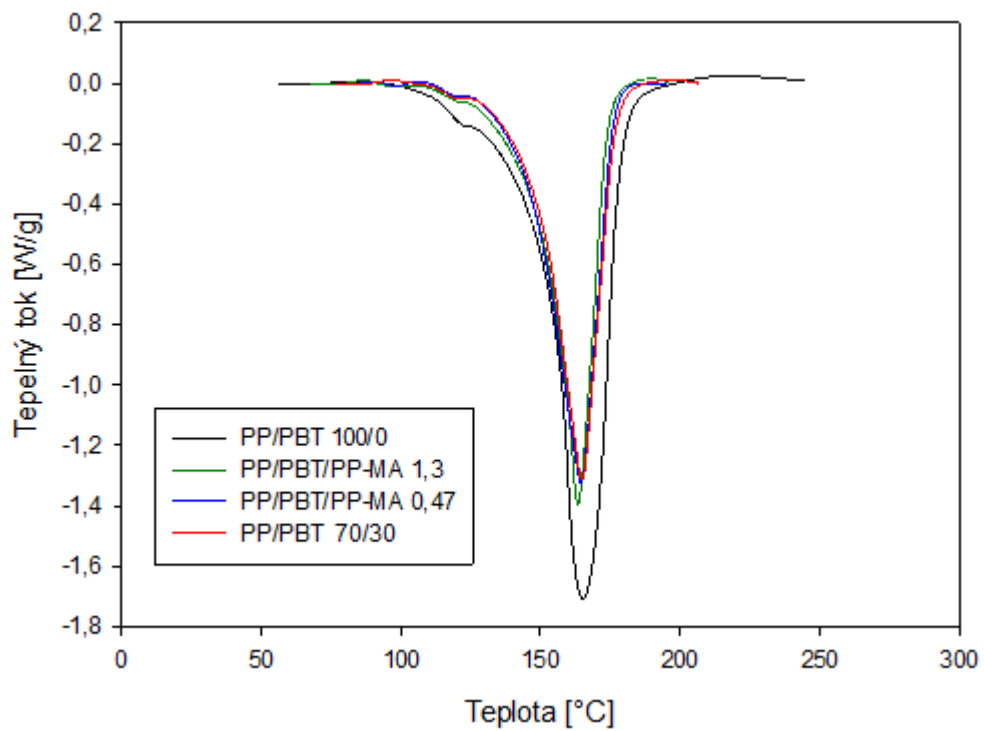
Z porovnání POM analýzy s výsledky z DSC je patrné, že teplota krystalizace, získaná z POM analýzy, odlišná. Tento jev mohl nastat díky špatné pozorovatelnosti iniciace krystalizace. Jediný výstup POM analýzy, souhlasící s DSC analýzou, je v případě čistého PP, kdy je iniciace a růst sférolitů dobře viditelný. Pro čisté PBT se teploty krystalizace liší přibližně o 13 °C, což je možná zapříčiněno faktem, že chlazení bylo při POM analýze provedeno rychlostí 5 °C/min a při DSC 15 °C/min, odpovídající teorii výše, že při rychlejším chlazení dochází ke snížení krystalizační teploty díky dostatku času na překonání energetických bariér. U směsí výstupy z obou analýz vzájemně neodpovídají, je to zapříčiněno špatnou pozorovatelností růstu krystalů jednotlivých složek.



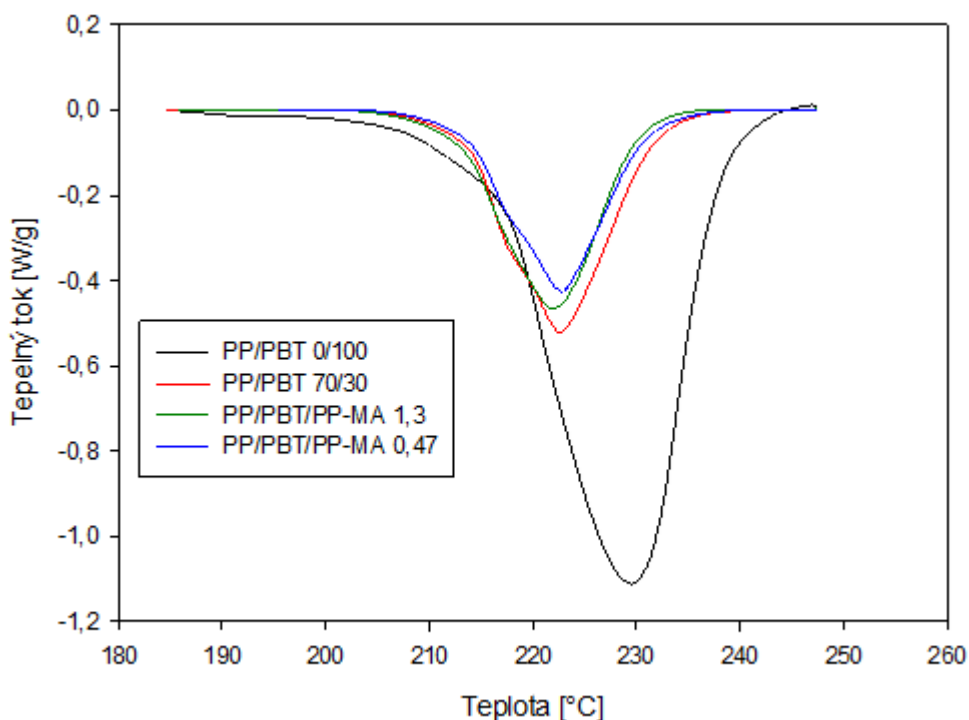
Obr. 46 DSC křivky pro směsi v porovnání s PP, 1. krystalizace, rychlost 15 °C/min



Obr. 47 DSC křivky pro směsi v porovnání s PBT, 1. krystalizace, rychlost 15 °C/min



Obr. 48 DSC křivka pro směsi v porovnání s PP, 2. ohřev, rychlost 25 °C/min

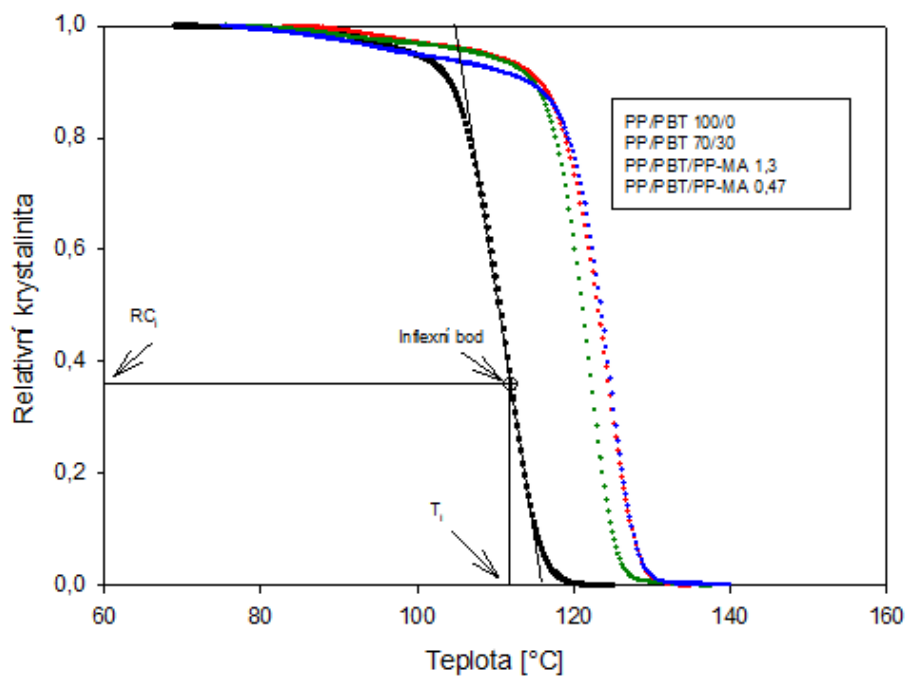


Obr. 49 DSC křivka pro směsi v porovnání s PBT, 2. ohřev, rychlost 25 °C/min

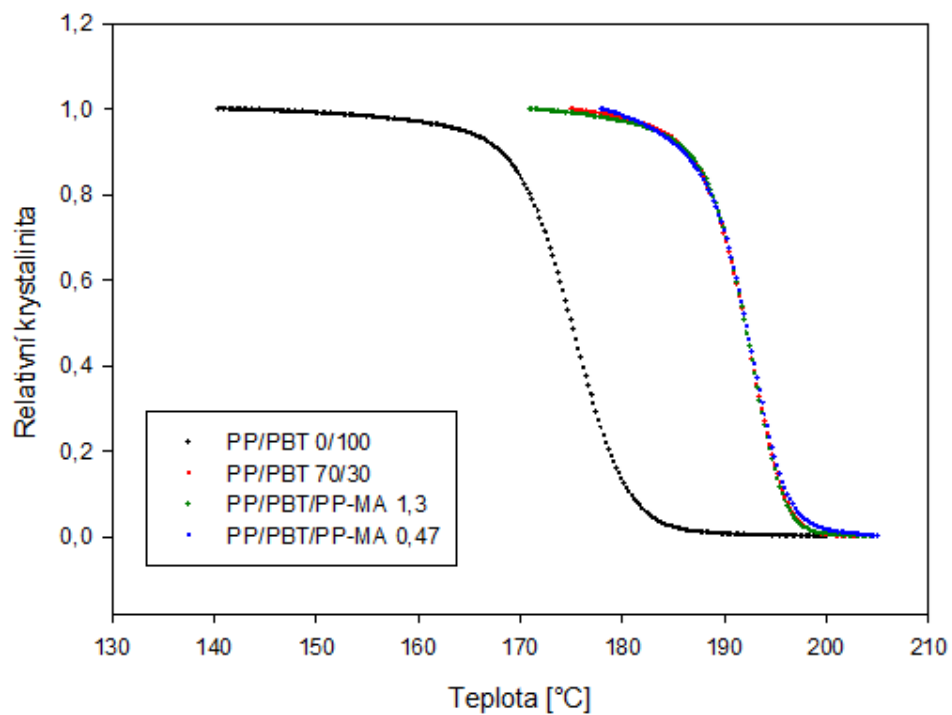
Krystalinita vzorků (Tab. 10) se oproti WAXD analýze zvýšila (kap. 5.2.4., Tab. 5) díky dostatečnému krystalizačnímu času. Při porovnání podílu krystalinity s čistými složkami a ve směsích lze vidět, že PP svou krystalinitu při smísení výrazně nemění. Pro PBT dochází po kompatibilizaci ke snížení krystalinity o 11 %. Tento trend je obdobný u výsledků krystalizace z analýzy WAXD, kdy spojení PP-MA s PBT omezuje pohyblivost PBT řetězce a brání krystalizaci PBT složky.

Tab. 10 Hodnoty krystalinity pro složky PP, PBT a jejich směsí

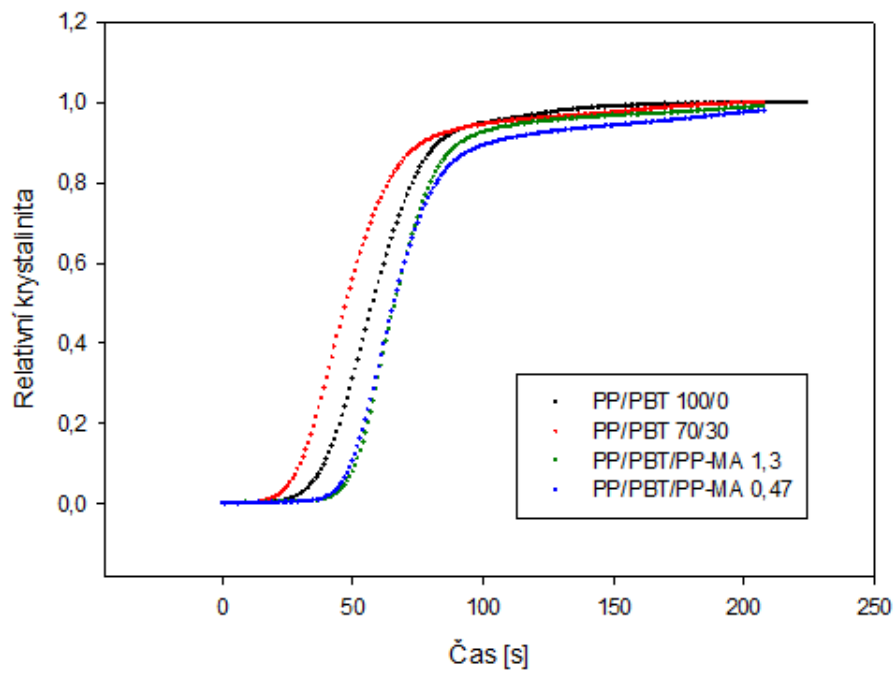
	Krystalinita [%]	
	Složka PP	Složka PBT
PP/PBT 100/0	45,05	–
PP/PBT 0/100	–	39,75
PP/PBT 70/30	46,03	32,45
PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	47,07	19,68
PP/PBT/PP-MA 0,47 70/30/5	47,82	19,93



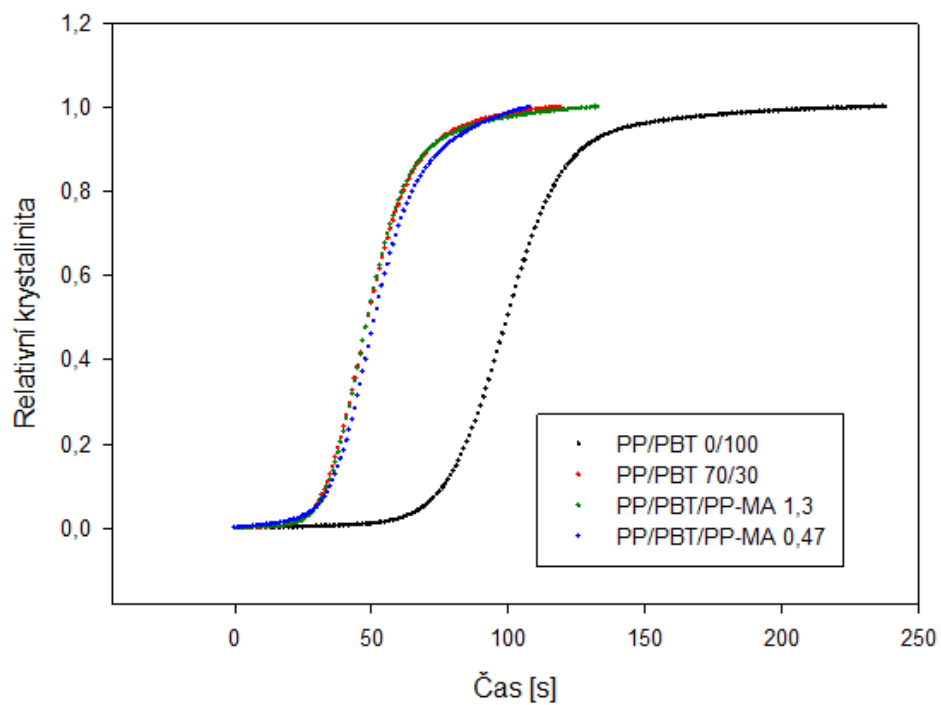
Obr. 50 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na teplotě, směsi v porovnání s PP, Kratochvílovo vyhodnocení



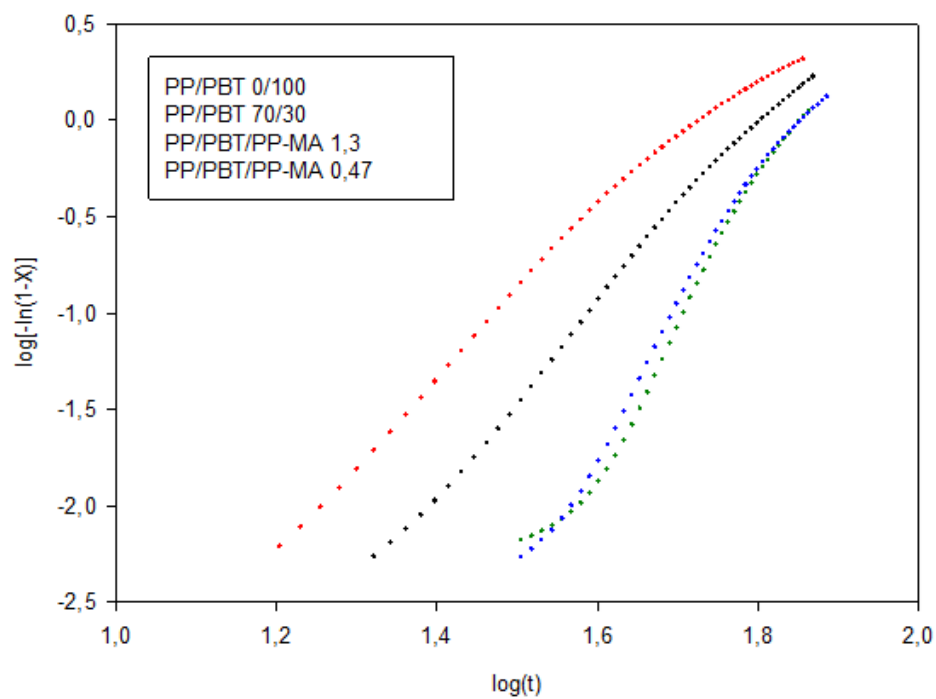
Obr. 51 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na teplotě, směsi v porovnání s PBT, Kratochvílovo vyhodnocení



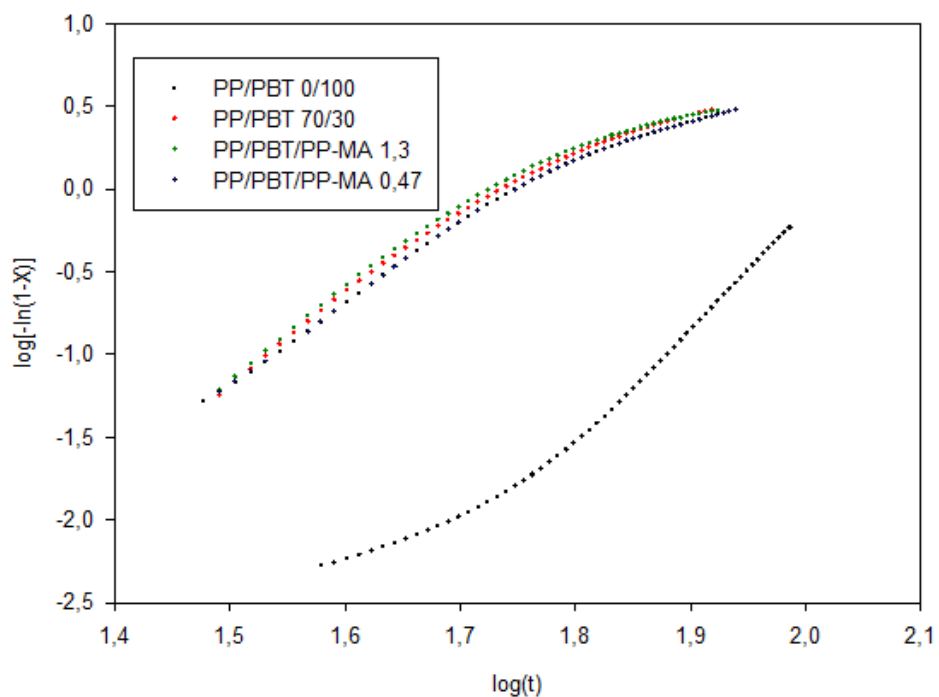
Obr. 52 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na čase, směsi v porovnání s PP



Obr. 53 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na čase, směsi v porovnání s PBT



Obr. 54 Grafické znázornění závislosti $\log [-\ln(1-X)]$ na $\log (t)$ (čas v sekundách), směsi v porovnání s PP, Avramiho vyhodnocení



Obr. 55 Grafické znázornění závislosti $\log [-\ln(1-X)]$ na $\log (t)$ (čas v sekundách), směsi v porovnání s PBT, Avramiho vyhodnocení

Tab. 11 Vypočítané hodnoty dle Kratochvíla, pro krystalizaci složky PP

	RC_i	T_i [°C]	T_1 [°C]	T_2 [°C]	s [°C ⁻¹]
PP/PBT 100/0	0,3521	112,07	115,63	105,53	-0,0990
PP/PBT 70/30	0,2579	125,53	128,00	118,42	-0,1044
PP/PBT/PP-MA 1,3	0,2875	122,96	125,32	117,13	-0,1222
PP/PBT/PP-MA 0,47	0,2023	126,19	127,91	119,41	-0,1176

Tab. 12 Vypočítané hodnoty dle Kratochvíla, pro krystalizaci složky PBT

	RC_i	T_i [°C]	T_1 [°C]	T_2 [°C]	s [°C ⁻¹]
PP/PBT 0/100	0,4768	175,33	180,62	169,53	-0,0902
PP/PBT 70/30	0,3963	192,91	196,19	187,90	-0,1206
PP/PBT/PP-MA 1,3	0,4090	192,78	195,99	188,14	-0,1274
PP/PBT/PP-MA 0,47	0,4080	192,94	196,35	187,99	-0,1196

Tab. 11 a Tab. 12 ukazuje vypočítané hodnoty kinetiky dle Kratochvíla z křivek závislosti relativní krystalinity na teplotě (Obr. 50, Obr. 51). Hodnota RC_i zastupuje relativní krystalinitu v inflexním bodě, hodnota T_i pak teplotu v inflexním bodě. Hodnota T_1 je iniciační krystalizační teplotou a hodnota T_2 koncovou krystalizační teplotou. Parametr s charakterizuje rychlost krystalizace a je získán ze směrnice tangenty k inflexnímu bodu. Nejvyšší rychlost krystalizace vykazuje kompatibilizovaná směs s vyšším obsahem MA. Oproti čistému PP se rychlost krystalizace zvýšila o 23 %, oproti čistému PBT o 41 %.

V Tab. 13 jsou vypočítány dle vztahu (9) Avramiho parametry a dle vztahu (10) Nakamurovy parametry krystalizační kinetiky. Avramiho parametry K_A a n_A charakterizující nukleaci a růst krystalů byly vyhodnoceny z lineární regrese závislosti $\log[-\ln(1-X)]$ na $\log(t)$ (Obr. 54, Obr. 55). Pro vyšší přesnost získaných parametrů bylo potřeba odstranit 5 % hodnot z počátku a konce. Linearita průběhu závislosti značí vhodnost Avramiho rovnice pro vyhodnocení krystalizační kinetiky.

Tab. 13 Porovnání hodnot $t_{1/2}$, Avramiho parametrů n_A , K_A , Nakamurova parametru Z a Kratochvílova parametru s .

	$t_{1/2}$ [s]		n_A		K_A [s^{-1}]		Z [s^{-1}]		s [$^{\circ}C^{-1}$]	
	PP	PBT	PP	PBT	PP	PBT	PP	PBT	PP	PBT
PP/PBT 100/0	58	–	0,0172	–	$1,82 \cdot 10^{-8}$	–	0,0147	–	-0,0990	–
PP/PBT 0/100	–	100	–	5,6362	–	$3,03 \cdot 10^{-12}$	–	0,0090	–	-0,0902
PP/PBT 70/30	48	50	2,7361	3,9330	$1,41 \cdot 10^{-6}$	$1,19 \cdot 10^{-7}$	0,0169	0,0173	-0,1044	-0,1206
PP/PBT/ PP-MA 1,3	66	49	5,1661	3,7692	$1,44 \cdot 10^{-10}$	$2,40 \cdot 10^{-7}$	0,0124	0,0175	-0,1222	-0,1274
PP/PBT/ PP-MA 0,47	66	51	3,5139	3,8512	$1,26 \cdot 10^{-7}$	$1,44 \cdot 10^{-7}$	0,0109	0,0167	-0,1176	-0,1196

Pro PBT se poločas krystalizace po zamíchání do směsi snížil, PP funguje jako nukleační činidlo krystalizace. Díky kratšímu poločasu krystalizace ale dochází ke snížení krystalinity PBT složky. Pro PP se v nekompatibilizované směsi poločas krystalizace snížil a po kompatibilizaci zvýšil.

Při porovnání kinetických parametrů poločasu krystalizace, Avramiho, Nakamurovy a Kratochvíla je vidět, že získaný poločas krystalizace a Avramiho hodnoty předpokládané krystalizační kinetice nevyhovují. Tomuto tvrzení odpovídá i fakt, že závislost, ze které byly tyto parametry získány, není lineární (*Obr. 54 a Obr. 55*). Vyhodnocení kinetiky dle Avramiho se více hodí pro isotermní krystalizaci, kde jsou kinetické parametry spolehlivější díky linearity průběhu a známého počátečního bodu v čase. Nakamurovy kinetické parametry jsou přímo závislé na Avramiho parametrech, dá se tedy předpokládat, že také nebudou odpovídat očekávané kinetice.

Nejvhodnější a zároveň nejjednodušší metodou vyhodnocení krystalizační kinetiky se jeví vyhodnocení dle Kratochvíla. Ze závislosti relativní krystalinity na teplotě byla sestrojena tangenta k inflexnímu bodu a vypočítána směrnice, která je přímým ukazatelem krystalizační kinetiky. Čím je směrnice vyšší, tím je vyšší krystalizační rychlost. Z tohoto faktu vyplývá, že nejrychleji krystalizuje kompatibilizovaná směs o vyšším obsahu MA.

5.4 Mechanické a tokové vlastnosti

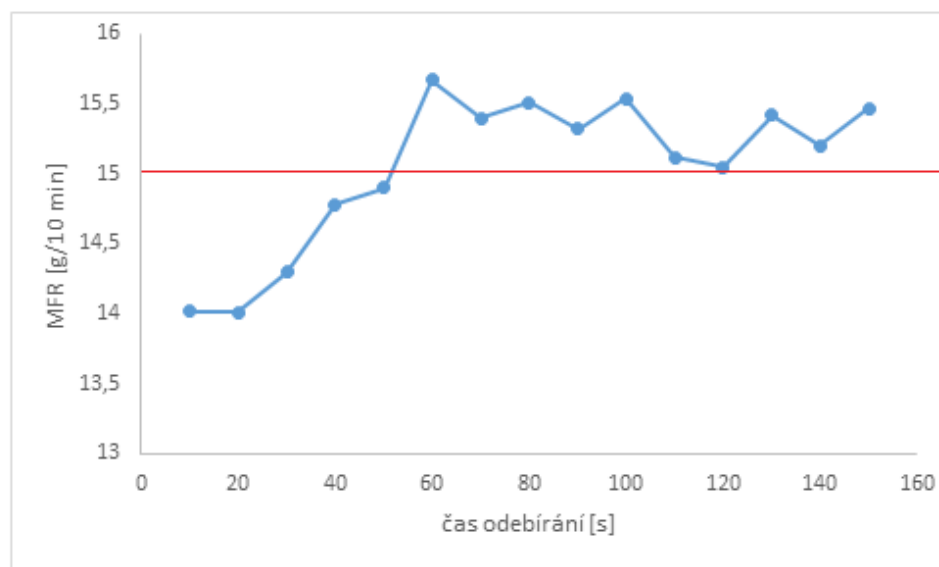
Prodloužení při přetržení a pevnost v tahu byly testovány na přístroji Quasar 25 (Galdabini) dle normy ČSN EN ISO 527 – 1 – 3:1997 při teplotě 23 °C. Vzorky byly taženy rychlostí 100 mm/min za standardní teploty.

Metoda Shore D byla testována na tvrdoměru HHP 2001 dle normy ČSN EN ISO 868 při standardní teplotě.

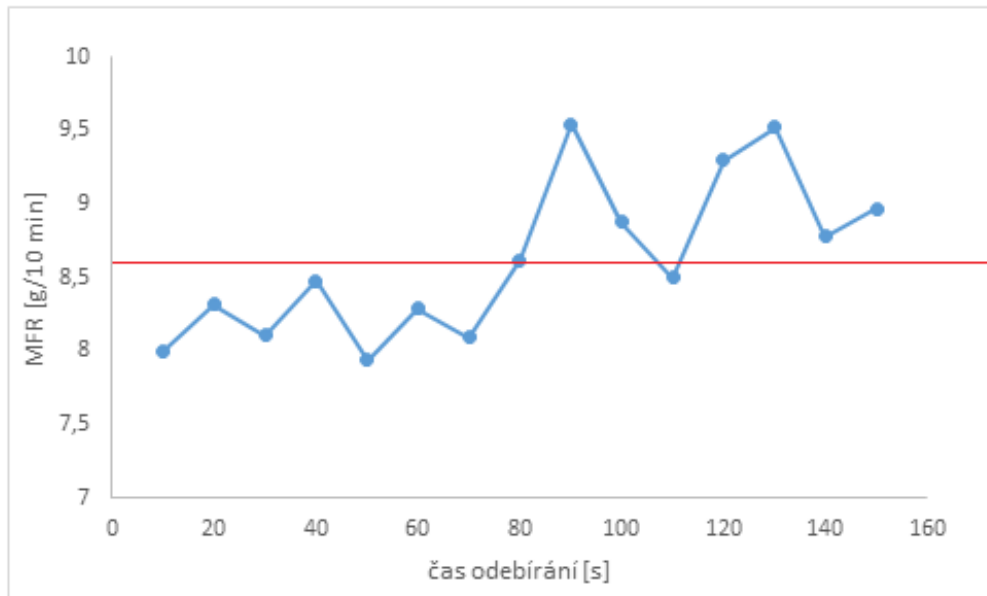
Index toku taveniny (MFR) byl testován na přístroji Plastoměr SVIT dle normy ČSN EN ISO 1133. Měřicí komora byla vyhřáta na 250 °C, do komory byly nasypány granule jednotlivých testovaných materiálů o hmotnosti 6-8 g a vytlačovány za pomoci závaží hmotnosti 2,16 kg.

Nižší MFR vykazují polymery s nižší tekutostí, tedy vyšší molekulovou hmotností. U takových polymerů můžeme očekávat nižší houževnatost, vyšší tuhost. Již z prvního pozorování se vysoký MFR projevoval únikem taveniny z přístroje ještě před zatížením.

V rámci měření MFR byla vyhodnocena křivka časové závislosti na MFR. U čistého PP (Obr. 56) se tokové vlastnosti v čase příliš nemění, přičemž se dá předpokládat užší distribuce molekulové hmotnosti v porovnání s PBT, kdy křivka vykazuje rozdílnější hodnoty a pomalejší nárůst MFR a z toho vyplývající širší distribuce molekulové hmotnosti (Obr. 57).



Obr. 56 Závislost MFR na čase odebrání taveniny v intervalu 10 s pro PP/PBT 100/0



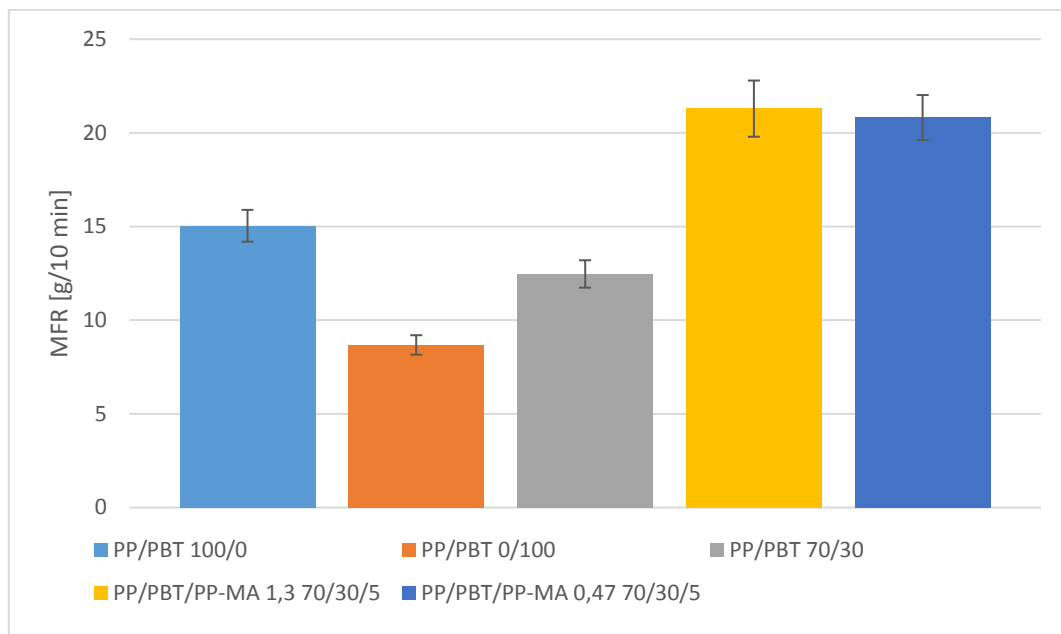
Obr. 57 Závislost MFR na čase odebrání taveniny v intervalu 10 s pro PP/PBT 0/100

Nejnižší MFR vykazuje čistý PBT, čistý PP má MFR vyšší přibližně 1,75x (Tab. 14). Vyšší MFR složky PP značí, že v ní bude složka PBT při vytváření směsí lépe zapracovatelná.

U nekompatibilizované směsi se MFR nachází někde uprostřed hodnot MFR jednotlivých složek. U směsi po kompatibilizaci se MFR zvýšil (Obr. 58, Tab. 14) oproti jednotlivým složkám a nekompatibilizované směsi. K tomuto jevu dochází pravděpodobně kvůli možnému obsahu MA, který nebyl navázán a působí ve směsi jako plastifikátor. Tato teorie by odpovídala i v porovnání kompatibilizovaných směsí mezi sebou, kdy vyšší MFR vykazuje směs s vyšším obsahem MA.

Tab. 14 Naměřené hodnoty indexu toku taveniny (MFR)

	MFR [g/10 min]
PP/PBT 100/0	15,04 ± 0,75
PP/PBT 0/100	8,68 ± 0,44
PP/PBT 70/30	12,47 ± 0,63
PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	21,29 ± 1,03
PP/PBT/PP-MA 0,47 70/30/5	20,82 ± 1,22

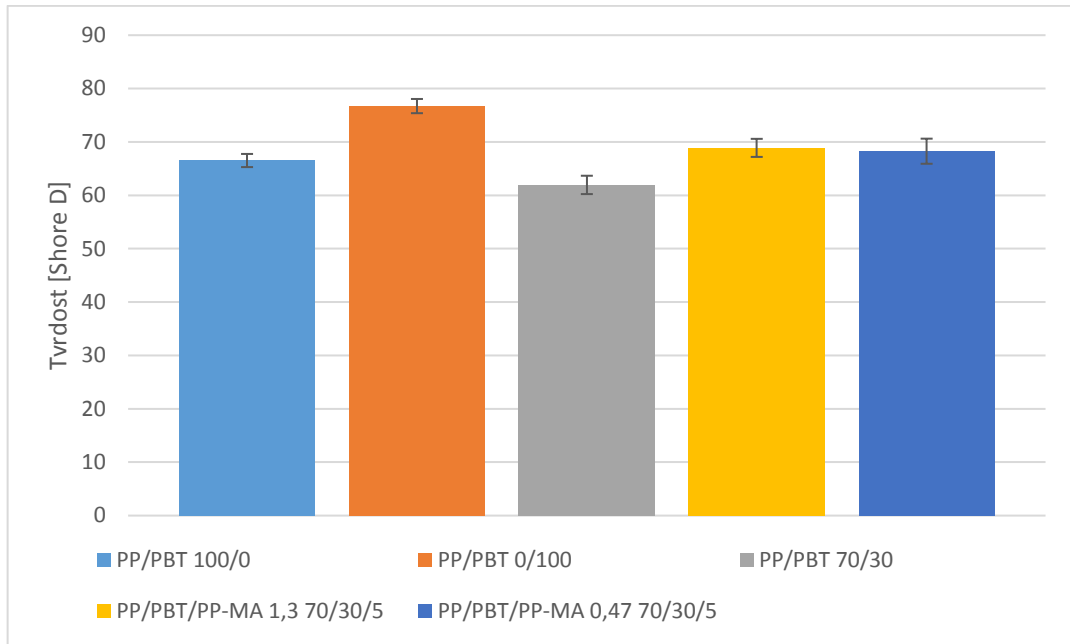


Obr. 58 Index toku taveniny (MFR) pro jednotlivé vzorky

Dle Tab. 15 a Obr. 59 je vidět, že nekompatibilizovaná směs vykazuje nižší tvrdost než její jednotlivé složky. Díky kompatibilizaci má na složku PP významnější vliv PBT a tvrdost směsi se zvyšuje. Při porovnání kompatibilizovaných směsí mezi sebou nedochází k významné změně tvrdosti.

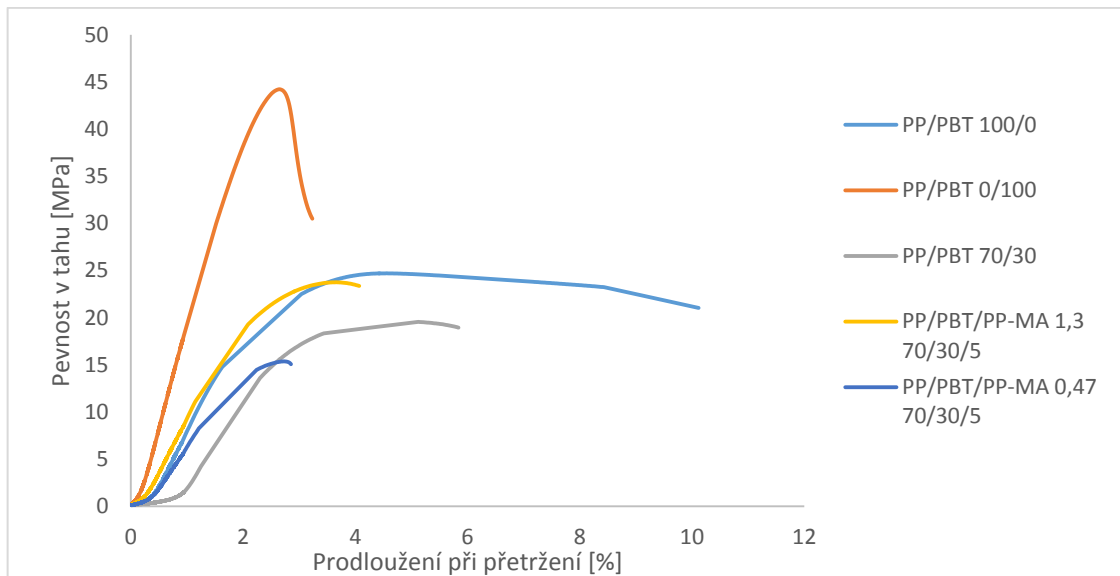
Tab. 15 Naměřené hodnoty tvrdosti pro jednotlivé vzorky

	[Shore D]
PP/PBT 100/0	$66,52 \pm 1,23$
PP/PBT 0/100	$76,72 \pm 1,33$
PP/PBT 70/30	$61,95 \pm 1,72$
PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	$68,89 \pm 1,69$
PP/PBT/PP-MA 0,47 70/30/5	$68,26 \pm 2,35$



Obr. 59 Tvrdość Shore D pro jednotlivé vzorky

Na tahové křivce (Obr. 60) pro všechny vzorky jsou dobře rozpoznatelné mechanické vlastnosti dvou výchozích složek, PP a PBT. Oproti PBT je PP více houževnatý a tažný. PBT vykazuje vyšší pevnost a nižší tažnost. Vyšší modul pružnosti značí pomyslná větší směrnice v lineárním segmentu tahové křivky. Při dokonalém smísení směsi lze očekávat, že budou mechanické vlastnosti vyrobené směsi zkombinované dle procentuálního zastoupení jednotlivých složek. Oproti čistému PP by tedy směsi měly vykazovat vyšší pevnost, naopak oproti PBT vyšší tažnost. Z tahových křivek lze pozorovat, že při porovnání kompatibilizované směsi s nekompatibilizovanou narůstá pevnost v tahu a snižuje se tažnost. Tento trend naznačuje lepší zabudování PBT do matrice PP, celkově zvyšující její pevnost v tahu. Také je pozorovatelná větší směrnice v lineárním segmentu naznačující vyšší modul pružnosti. Jak je patrné i ze SEM analýzy (kap. 5.2.1 SEM analýza), lepší zabudování PBT do matrice a z toho vyplývající kvalitnější kompatibilizaci vykazuje směs s vyšším obsahem MA, což potvrzuje i mechanické testování.

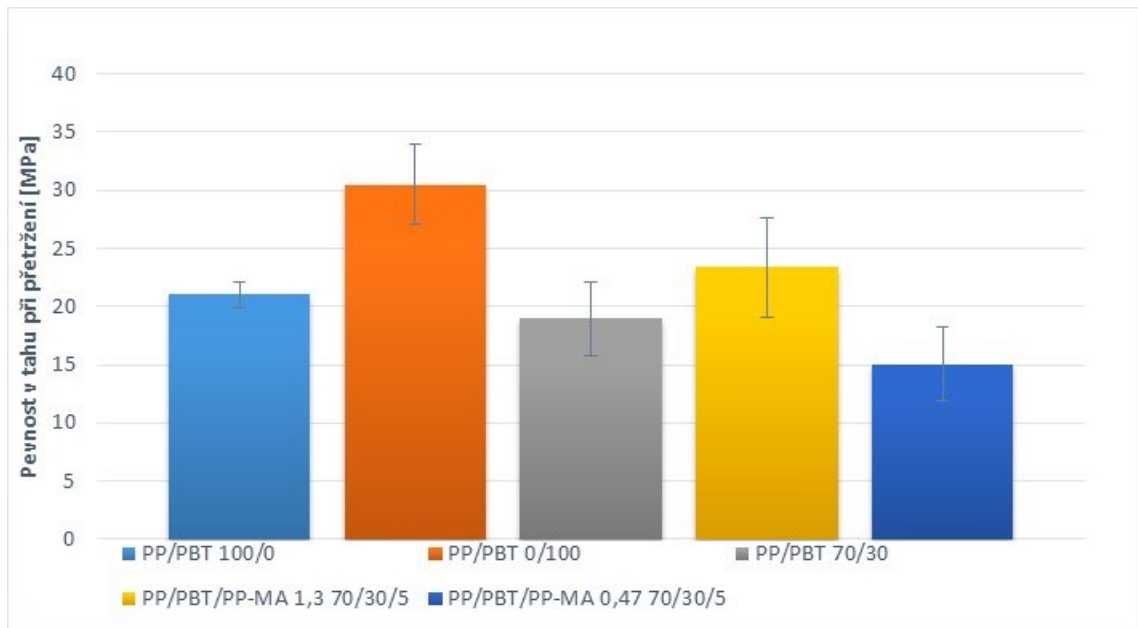


Obr. 60 Grafické znázornění závislosti pevnosti v tahu na prodloužení

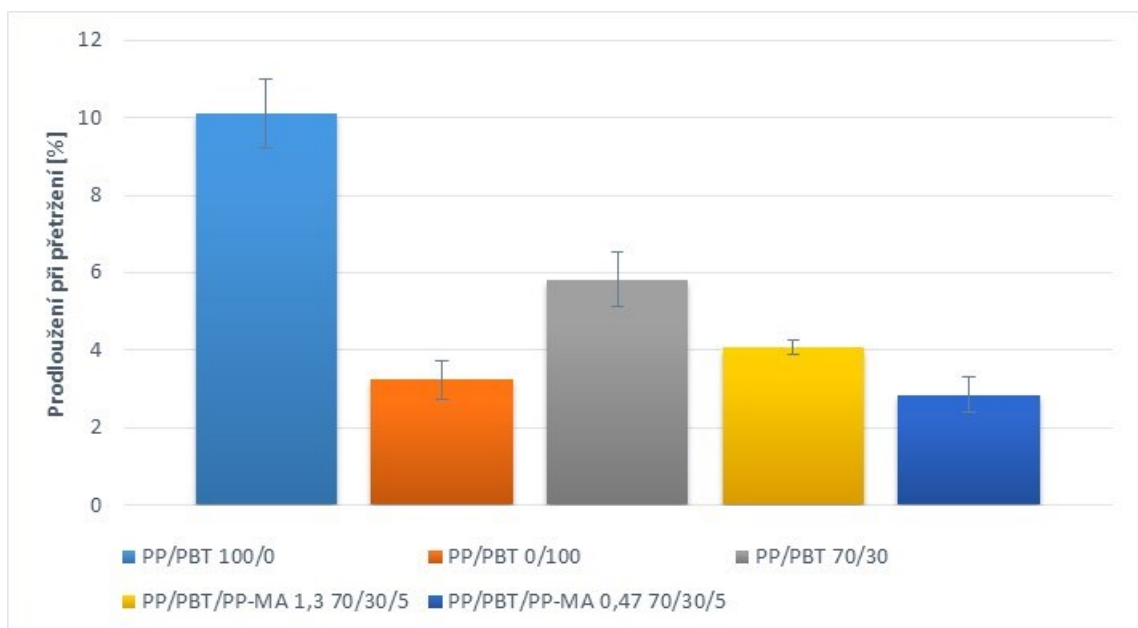
V následující tabulce (Tab. 16) jsou zaznamenány naměřené hodnoty Youngova modulu pružnosti E , maximální pevnost v tahu σ_{max} a maximální prodloužení ε_{max} . Na Obr. 61 a Obr. 62 pak grafické znázornění pevnosti v tahu a prodloužení při přetržení pro jednotlivé vzorky.

Tab. 16 Naměřené hodnoty mechanických vlastností pro jednotlivé vzorky

	E [MPa]	σ_{max} [MPa]	ε_{max} [%]
PP/PBT 100/0	$1611,90 \pm 52,82$	$24,71 \pm 0,35$	$10,12 \pm 0,14$
PP/PBT 0/100	$2227,02 \pm 37,23$	$44,22 \pm 0,72$	$3,23 \pm 0,05$
PP/PBT 70/30	$846,85 \pm 24,44$	$19,56 \pm 1,33$	$5,84 \pm 0,31$
PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	$1061,82 \pm 28,07$	$23,76 \pm 0,89$	$4,07 \pm 0,24$
PP/PBT/PP-MA 0,47 70/30/5	$976,28 \pm 33,80$	$15,37 \pm 0,74$	$2,85 \pm 0,13$



Obr. 61 Grafické znázornění pevnosti v tahu při přetržení u jednotlivých vzorků



Obr. 62 Grafické znázornění prodloužení při přetržení u jednotlivých vzorků

ZÁVĚR

Tato diplomová práce byla věnována procesu vytvoření polymerní směsi polypropylenu a polybutylentereftalátu pomocí reakčního směřování.

Dle teoretických znalostí o mísitelnosti polymerů byl použit polypropylen roubovaný malein anhydridem jako polymer, který při reakčním směřování vytváří kompatibilizátor a upravuje mísitelnost PP a PBT vytvořením kopolymeru PP – MA – PBT. Takto vytvořený kopolymer je dále snadno mísitelný s PP. Předpokládaný reakční chemismus byl potvrzen analýzou FTIR.

Důležitost použití kompatibilizátoru byla potvrzena SEM analýzou, kdy bylo jasně viditelné, že kompatibilizátor snižuje mezifázové napětí, snižuje velikost PBT částic a zlepšuje jejich disperzi v matrici.

Z POM analýzy je patrné, že po procesu kompatibilizace se snížila velikost sférolitů, byly hůře pozorovatelné a charakteristické teploty jednotlivých složek se vůči sobě přiblížily.

DSC analýza potvrdila vliv kompatibilizace na charakteristické teplotní přechody, kdy se teplota tání oproti čistým složkám snižovala a teplota krystalizace zvyšovala. Krystalinita složky PBT v kompatibilizovaných směsích se oproti čistému PBT snižovala. V rámci DSC analýzy byla vyhodnocena krystalizační kinetika dle Avramiho, Nakamury a Kratochvíla. Nejspolehlivější hodnoty dává vyhodnocení dle Kratochvíla, ze kterého vyplývá, že nejrychleji krystalizuje kompatibilizovaná směs s vyšším obsahem MA.

Oproti čistému PBT se v případě kompatibilizovaných směsí snižuje tvrdost a pevnost v tahu, ale naopak se zvyšuje tažnost. Kompatibilizovaná směs vykazuje vyšší MFR než čisté složky.

Ze všech výsledků je patrné, že vhodnější zpracovatelské, tepelné i mechanické vlastnosti vykazují směsi PP/PBT kompatibilizované PP – MA, čímž byla potvrzena pozitivní funkce kompatibilizátoru.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] UTRACKI, L.A. *Commercial polymer blends*. Appendix IV. London: Chapman and Hall, 1998. ISBN 978-0-412-81020-6.
- [2] ROBESON, L. M. *Polymer blends: a comprehensive review*. Cincinnati: Hanser, 2007. ISBN 15-699-0408-1.
- [3] WHITE, James Lindsay a Kwang-Jea KIM. *Thermoplastic and rubber compounds: Technology and physical chemistry*. Cincinnati: Hanser Gardner Pub., 2008. ISBN 978-1-56990-407-7.
- [4] BAKER, W.E., C.E. SCOTT a G.H. HU. *Reactive Polymer Blending*. Mnichov: Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2001. ISBN 978-3-446-21068-4.
- [5] POUCHLÝ, Julius. *Fyzikální chemie makromolekulárních a koloidních soustav*. Vyd. 3. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2008. ISBN 978-80-7080-674-6.
- [6] SIKORA, A., Z. HORÁK, I. FORTELNÝ a J. KOLAŘÍK. Polymerní směsi I. Termodynamika. *Plasty a kaučuk*. 2006, **43**(1-2), 15-18.
- [7] FORTELNÝ, I. Řízení fázové struktury polymerních směsí: Možnosti a problémy. *Chemické listy*. 2013, **107**(10), 791-797. ISSN 0009-2770.
- [8] WANG, Dong, Yan LI, Xu-Ming XIE a Bao-Hua GUO. Compatibilization and morphology development of immiscible ternary polymer blends. *Polymer*. 2011, **52**(1), 191-200. DOI: 10.1016/j.polymer.2010.11.019. ISSN 00323861. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032386110010013>
- [9] HARRATS, C., S. THOMAS a G. GROENINCKX. *Micro- and nanostructured multiphase polymer blend systems: Phase morphology and interfaces*. 2005.
- [10] WU, S. *Polymer Interface and Adhesion*. New York: Marcel Dekker, Inc., 1982.
- [11] ZENG, J.-B., K.-A. LI a A.-K. DU. Compatibilization strategies in poly(lactic acid)-based blends. *RSC Advances*. 2015, **5**(41), 32546-32565. DOI: 10.1039/C5RA01655J. ISSN 2046-2069. Dostupné z: <http://xlink.rsc.org/?DOI=C5RA01655J>

- [12] KONING, C. Strategies for compatibilization of polymer blends. *Progress in Polymer Science*. 1998, **23**(4), 707-757. DOI: 10.1016/S0079-6700(97)00054-3. ISSN 00796700.
Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079670097000543>
- [13] FRIED, J.R. *Polymer science and technology*. New Jersey: Prentice Hall, 2003. ISBN 0130181684.
- [14] BUDIŠ, J. a kol. *Historie chemie slovem a obrazem*. Brno: PdF MU, 1995. ISBN 80-210-1080-2
- [15] Polypropylene. *Polymer Science Learning Center* [online]. 2016 [cit. 2019-03-06]. Dostupné z: <https://pslc.ws/mactest/pp.htm>
- [16] HOZA, A. *Způsob stanovení stereoregularity polypropylenu* [online]. Brno, 2008 [cit. 2019-03-06].
Dostupné z:
https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=8631.
BAKALÁŘSKÁ PRÁCE. VUT Brno. Vedoucí práce Ing. JAN KRATOCHVÍLA, CSc.
- [17] MLEZIVA, Josef. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přepr. vyd. Praha: Sobotáles, 2000. ISBN 80-859-2072-7.
- [18] MAIER, Clive a Teresa CALAFUT. *Polypropylene: the definitive user's guide and databook*. Norwich, NY: Plastics Design Library, 1998. ISBN 18-842-0758-8.
- [19] BRUCKNER, S. a S. V. MEILLE. *Polymorphism in crystalline polypropylene*. Dordrecht: Springer-Verlag, 1999. ISBN 0-412-80200-7.
- [20] LAPČÍK, L. a M. RAAB. *Nauka o materiálech II*. Zlín: UTB ve Zlíně, 2004.
- [21] NAVRÁTILOVÁ, J. *Makromolekulární chemie II.: přednášky*. Fakulta technologická: UTB ve Zlíně, 2015.
- [22] SLÁDEČEK, M. *Vliv modifikace polypropylénu na jeho výsledné mechanické vlastnosti* [online]. Zlín, 2013 [cit. 2019-03-29].

Dostupné z:

https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/24533/sl%C3%A1de%C4%8Dek_2013_dp.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Diplomová práce. UTB Zlín.

- [23] KUČERA, M. *Vznik makromolekul*. Brno: VUTIUM, 2003. ISBN 80-214-2127-4.
- [24] ŠVESTKOVÁ, D. *Stanovení koncentrace anhydridů kyselin v roubovaných PP viskozimetrickou titrací taveniny*. Brno, 2009. Bakalářská práce. VUT Brno.
- [25] ŠIDO, J. *Radikálové roubování PE/PP kopolymeru*. Brno, 2009. Diplomová práce. VUT Brno.
- [26] XANTHOS, Marino. *Reactive extrusion: principles and practice*. 1. New York: Distributed in the USA and Canada by Oxford University Press, 1992. Polymer Processing Institute books from Hanser Publishers. ISBN 01-952-0951-6.
- [27] ZAHÁLKA, M. *Metody analýzy radikálově roubovaného polypropylenu* [online]. Brno, 2017 [cit. 2019-03-29].
Dostupné z:
https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=146685.
Bakalářská práce. VUT Brno.
- [28] BETTINI, S. H. P. a J. A. M. AGNELLI. Grafting of maleic anhydride onto polypropylene by reactive extrusion. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2002, **85**(13), 2706-2717 [cit. 2019-03-28]. DOI: 10.1002/app.10705. ISSN 0021-8995. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/app.10705>
- [29] HO, R.M., A.C. SU, C.H. WU a S.I. CHEN. Functionalization of polypropylene via melt mixing. *Polymer* [online]. 1993, **34**(15), 3264-3269 [cit. 2019-03-28]. DOI: 10.1016/0032-3861(93)90400-5. ISSN 00323861.
Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0032386193904005>
- [30] SHI, D. Functionalization of isotactic polypropylene with maleic anhydride by reactive extrusion: mechanism of melt grafting. *Polymer* [online]. 2001, **42**(13), 5549-5557 [cit. 2019-03-29].
- [31] MRHÁLEK, O. *Příprava nanokompozitů polybutylentereftalát (PBT)/organicky upravený jíl*. Zlín, 2018. Diplomová práce. UTB Zlín.

- [32] ANTIĆ, V. V. a M. V. PERGAL. Poly(butylene terephthalate) - Synthesis, Properties, Application. *Handbook of Engineering and Speciality Thermoplastics* [online]. USA, 2011, **3**, 127-180 [cit. 2019-03-29]. DOI: 10.1002/9781118104729.ch5. ISBN 9781118104729.
Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/9781118104729.ch5>
- [33] SAMPERI, F., C. PUGLISI, R. ALICATA a G. MONTAUDO. Thermal degradation of poly(butylene terephthalate) at the processing temperature. *Polymer Degradation and Stability* [online]. 2004, **83**(1), 11-17 [cit. 2019-03-29]. DOI: 10.1016/S0141-3910(03)00167-8. ISSN 01413910.
Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0141391003001678>
- [34] Polybutylene terephthalate. *Encyclopædia Britannica* [online]. Encyclopædia Britannica, inc., 2015 [cit. 2019-03-29].
Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/polybutylene-terephthalate>
- [35] HWANG, S. S., S. P. LIU a P. P. HSU. Effect of organo-clay on the mechanical/thermal properties of microcellular injection molded PBT-clay nanocomposites. *International Communications in Heat and Mass Transfer*. 2010, **37**(8), 1036-1043.
- [36] Copolyester elastomer. *Encyclopædia Britannica* [online]. Encyclopædia Britannica, inc., 2009 [cit. 2019-03-29].
Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/copolyester-elastomer>
- [37] MANTIA, F., M. CERAULO a G. GIACCHI. Effect of a Compatibilizer on the Morphology and Properties of Polypropylene/Polyethylenterephthalate Spun Fibers. *Polymers*. 2017, **9**(12). DOI: 10.3390/polym9020047. ISSN 2073-4360.
Dostupné z: <http://www.mdpi.com/2073-4360/9/2/47>
- [38] TSAI, Ch.-H. a F.-Ch. CHANG. Polymer Blends of PBT and PP Compatibilized by Ethylene-co-glycidyl Methacrylate Copolymers. *Journal of Applied Polymer Science*. 1996, **61**, 321-332.
- [39] SHIEH, Y.-T., T.-N. LIAO a F.-Ch. CHANG. Reactive Compatibilization of PP/PBT Blends by a Mixture of PP-g-MA and Epoxy Resin. *Journal of Applied Polymer Science*. 2001, **79**, 2272-2285.

- [40] Kontrolní a zkušební metody: *Statické zkoušky krátkodobé*. Fakulta technologická: UTB Zlín, [cit. 2019-04-02].
- [41] BĚHÁLEK, L. *Polymery: Mechanické vlastnosti polymerů – statické namáhání* [online]. publi.cz, 2016 [cit. 2019-04-02]. ISBN 978-80-88058-68-7.
- [42] *Kontrolní a zkušební metody: Reologie*. Fakulta technologická: UTB Zlín, [cit. 2019-04-23].
- [43] Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací. *Společná laboratoř optiky Univerzity Palackého v Olomouci a Fyzikálního ústavu Akademie věd ČR* [online]. [cit. 2019-04-03].
Dostupné z: http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/EI_mikr/EI_mikr.html
- [44] MÜLLEROVÁ, I. *Základy rastrovací elektronové mikroskopie pomalými a velmi pomalými elektrony: přednášky*. Brno: Ústav přístrojové techniky AV ČR, 2009.
- [45] BĚTÍK, M. *Metody studia morfologie nanokompozitů polymer/jíl*. Zlín, 2006. Bakalářská práce. UTB Zlín.
- [46] PELIKÁN, P. *Fyzikální chemie: struktura hmoty*. Brno: VUTIUM, 2000. ISBN 80-214-1583-5.
- [47] KALEDOVÁ, A. *Aplikovaná makromolekulární chemie: přednášky*. Fakulta technologická: UTB ve Zlíně, 2016.
- [48] LENG, Y. *Materials characterization: introduction to microscopic and spectroscopic methods*. Hoboken, NJ: J. Wiley, 2008. ISBN 04-708-2298-8.
- [49] *Kontrolní a zkušební metody: Termické analýzy* [online]. Fakulta technologická: UTB Zlín, b.r. [cit. 2019-04-03].
- [50] KANG, T.-K. a Y. KIM. Properties of Poly(Butylene Terephthalate)/Functionalized Polyolefin Blends. *Polymer Engineering and Science*. 1997, **37**(3), 603-613.
- [51] PAUL, D. R. a J. W. BARLOW. Polymer Blends. *Journal of Macromolecular Science, Part C* [online]. 2007, **18**(1), 109-168 [cit. 2019-04-28]. DOI: 10.1080/00222358008080917. ISSN 1532-1797.
Dostupné z: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/00222358008080917>

- [52] SMITH, B. C. The C=O Bond, Part IV: Acid Anhydrides. *Spectroscopy* [online]. 2018, **33**(3), 16-20 [cit. 2019-04-28].
Dostupné z: <http://www.spectroscopyonline.com/co-bond-part-iv-acid-anhydrides>
- [53] DEVASAHAYAM, S., V. SAHAJWALLA a M. SNG. Investigation into Failure in Mining Wire Ropes—Effect of Crystallinity. *Open Journal of Organic Polymer Materials* [online]. 2013, **03**(02), 34-40 [cit. 2019-04-26]. DOI: 10.4236/ojopm.2013.32006. ISSN 2164-5736.
Dostupné z:
<http://www.scirp.org/journal/doi.aspx?DOI=10.4236/ojopm.2013.32006>
- [54] SMITH, B. C. The C=O Bond, Part VI: Esters and the Rule of Three. *Spectroscopy* [online]. 2018, **33**(7), 20-23 [cit. 2019-04-27]. Dostupné z:
<http://www.spectroscopyonline.com/co-bond-part-vi-esters-and-rule-three>
- [55] LIU, T., Z. MO, S. WANG a H. ZHANG. Nonisothermal melt and cold crystallization kinetics of poly(aryl ether ether ketone ketone). 1997, **37**(3), 568-575. DOI: 10.1002/pen.11700. ISSN 0032-3888.
Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1002/pen.11700>
- [56] NAKAMURA, K. Some Aspects of Nonisothermal Crystallization of Polymers. II. Consideration of the Isokinetic Condition. *Journal of Applied Polymer Science*. Japan, 1973, **17**, 1031-1041.
- [57] KRATOCHVÍL, J. a I. KELNAR. A simple method of evaluating non-isothermal crystallization kinetics in multicomponent polymer systems. *Polymer Testing*. 2015, **47**, 79-86. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2015.07.010. ISSN 01429418. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142941815001762>
- [58] HUANG, J.-W., Y.-L. WEN a Ch.-Ch. KANG. Crystallization of poly(butylene terephthalate)/poly(ethylene octene) blends: Isothermal crystallization. *Journal of Applied Polymer Science*. 2008, **109**(5), 3070-3079. DOI: 10.1002/app.27628. ISSN 00218995. Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1002/app.27628>
- [59] LI, J.X, W.L CHEUNG a D. JIA. A study on the heat of fusion of β -polypropylene. *Polymer*. 1999, **40**(5), 1219-1222. DOI: 10.1016/S0032-3861(98)00345-0. ISSN 00323861.
Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032386198003450>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PBT	Polybutylen tereftalát
PP	Polypropylen
MA	Malein anhydrid
PP-MA	Polypropylen roubovaný malein anhydridem
SEM	Rastrovací elektronová mikroskopie
IR	Infračervená spektroskopie
FTIR	Fourierova transformační infračervená spektroskopie
% T	Transmitance
POM	Polarizační optická mikroskopie
ΔH	Entalpie
MFR	Index toku taveniny
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetrie
rpm	Otáčky za minutu
μm	Mikrometr
WAXD	Širokoúhlá rentgenová difrakce
X	Krystalinita
T	Teplota

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Mřížkový model a) směsi dvou nízkomolekulárních látek, b) směs polymeru. [5]	13
Obr. 2 Snímky ze SEM pro A) nekompatibilizovanou směs PP/PA6 B) aditivně kompatibilizovanou směs [8]	16
Obr. 3 Typy výchozích složek se znázorněním funkčních skupin a kopolymerů vytvořených při procesu reakční kompatibilizace [12]	18
Obr. 4 Reaktivní skupiny a produkty jejich reakcí [12]	19
Obr. 5 Strukturní vzorec polypropylenu [13]	20
Obr. 6 Chemická rovnice polymerace propylenu [15]	20
Obr. 7 Stereoizomery PP (a – izotaktický, b – syndiotaktický, c – ataktický) [17]	21
Obr. 8 Znázornění monoklinické α – struktury PP [18]	22
Obr. 9 Znázornění trigonální β – struktury PP [19]	23
Obr. 10 Použití PP podle průmyslu [22]	24
Obr. 11 Schéma radikálového mechanismu roubování [26]	26
Obr. 12 Strukturní vzorce vybraných monomerů používaných k roubování a) anhydrid kys. itakonové, b) kys. itakonová, c) MMI, d) DMI, e) MA, f) GMA. [27]	27
Obr. 13 Reakční schéma roubování MA na řetězec PP [27]	28
Obr. 14 Reakční mechanismus roubování MA na PP dle D. Shi a kol. [30]	29
Obr. 15 Strukturní vzorec PBT se zvýrazněnou esterovou vazbou [31]	30
Obr. 16 Reakční schéma SEBS – g – MA s PET [37]	32
Obr. 17 SEM snímky směsí a) PP75/PET25; b) PP75/PET25/K2,5; c) PP75/PET25/K5. [37]	33
Obr. 18 SEM snímky směsí PP/PBT s přidavkem kompatibilizátoru EGMA [38]	34
Obr. 19 Průběh deformačních křivek při tahové zkoušce a ukotvení testovaného materiálu v čelistech trhacího stroje. [41]	35
Obr. 20 Zkušební hroty Shore A a Shore D [40]	36
Obr. 21 Schéma SEM [44]	38
Obr. 22 Přehled metod používaných pro přípravu vzorků určených k SEM [45]	38
Obr. 23 Porovnání FTIR spektra u naměřeného vzorku čistého PBT (červená) a spektra PBT získaného z digitalizované knihovny (fialová)	39
Obr. 24 Sférolity PP pořízené na POM, teplota při pořízení snímku 122,5 °C	40
Obr. 25 Princip WAXD [48]	41

Obr. 26 Difrakce RTG záření [31].....	41
Obr. 27 Ukázková křivka z DSC [49]	42
Obr. 28 Intermolekulární reakce mezi PP – MA a PBT	45
Obr. 29 Formování kopolymeru mezi PP – MA a PBT	46
Obr. 30 SEM snímek PP/PBT 70/30	48
Obr. 31 Histogram distribuce velikostí částic u směsi PP/PBT 70/30	48
Obr. 32 SEM snímek PP/PBT/PP – MA 0,47 70/30/5	49
Obr. 33 Histogram distribuce velikostí částic u směsi	49
Obr. 34 SEM snímek PP/PBT/PP-MA 1,3 70/30/5	50
Obr. 35 Histogram distribuce velikostí částic u směsi	50
Obr. 36 Průběh spektra u PP – MA v porovnání s PP/PBT/ PP – MA a čistým PP	52
Obr. 37 Průběh spekter u PP – MA v porovnání s PP/PBT/ PP – MA a čistým PBT	52
Obr. 38 Průběh spekter u PP – MA v porovnání s čistým PP	53
Obr. 39 Růst sférolitů vzorku PP/PBT 100/0, teplota při pořízení snímku 120,1 °C (nalevo) a 114,6 °C (napravo).	54
Obr. 40 Růst sférolitů vzorku PP/PBT 0/100, teplota při pořízení snímku 195,2 °C (nalevo) a 188,5 °C (napravo).	54
Obr. 41 Růst sférolitů vzorku PP/PBT 70/30, teplota při pořízení snímku 232,9°C (nalevo), 189,4°C (uprostřed) a 120,2°C (napravo).	55
Obr. 42 Růst sférolitů vzorku PP/PBT/PP – MA 1,3 70/30/5, teplota při pořízení snímku 250,1°C (nalevo), 189,9°C (uprostřed) a 115,5°C (napravo).	55
Obr. 43 Růst sférolitů vzorku PP/PBT/PP – MA 0,47 70/30/5, teplota při pořízení snímku 250,0°C (nalevo), 185,3°C (uprostřed) a 133,0°C (napravo).	56
Obr. 44 Porovnání složky PP a složky PBT s kompatibilizovanou směsí.....	57
Obr. 45 Porovnání PP-MA s odlišným obsahem MA	57
Obr. 46 DSC křivky pro směsi v porovnání s PP, 1. krystalizace,	62
Obr. 47 DSC křivky pro směsi v porovnání s PBT, 1. krystalizace,	63
Obr. 48 DSC křivka pro směsi v porovnání s PP, 2. ohřev,	63
Obr. 49 DSC křivka pro směsi v porovnání s PBT, 2. ohřev, rychlost 25 °C/min.....	64
Obr. 50 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na teplotě, směsi v porovnání s PP, Kratochvílovo vyhodnocení	65

<i>Obr. 51 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na teplotě, směsi v porovnání s PBT, Kratochvílovo vyhodnocení</i>	65
<i>Obr. 52 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na čase, směsi v porovnání s PP</i>	66
<i>Obr. 53 Grafické znázornění závislosti relativní krystalinity na čase, směsi v porovnání s PBT</i>	66
<i>Obr. 54 Grafické znázornění závislosti $\log [-\ln(1-X)]$ na $\log (t)$ (čas v sekundách), směsi v porovnání s PP, Avramiho vyhodnocení</i>	67
<i>Obr. 55 Grafické znázornění závislosti $\log [-\ln(1-X)]$ na $\log (t)$ (čas v sekundách), směsi v porovnání s PBT, Avramiho vyhodnocení</i>	67
<i>Obr. 56 Závislost MFR na čase odebrání taveniny v intervalu 10 s pro PP/PBT 100/0</i>	70
<i>Obr. 57 Závislost MFR na čase odebrání taveniny v intervalu 10 s pro PP/PBT 0/100</i>	71
<i>Obr. 58 Index toku taveniny (MFR) pro jednotlivé vzorky</i>	72
<i>Obr. 59 Tvrdost Shore D pro jednotlivé vzorky</i>	73
<i>Obr. 60 Grafické znázornění závislosti pevnosti v tahu na prodloužení</i>	74
<i>Obr. 61 Grafické znázornění pevnosti v tahu při přetržení u jednotlivých vzorků</i>	75
<i>Obr. 62 Grafické znázornění prodloužení při přetržení u jednotlivých vzorků</i>	75

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1 Vybrané vlastnosti stereoizomerů PP</i>	22
<i>Tab. 2 Vybrané fyzikální a mechanické vlastnosti PP [21]</i>	24
<i>Tab. 3 Vybrané fyzikální a mechanické vlastnosti PBT [21]</i>	31
<i>Tab. 4 Porovnání úhlů a d-spacingu u všech vzorků</i>	58
<i>Tab. 5 Krystalinita vyhodnocená z WAXD analýzy</i>	58
<i>Tab. 6 Teplota krystalizace pro čistý PP a PBT v závislosti na různých rychlostech chlazení</i>	60
<i>Tab. 7 Teploty krystalizace pro směsi v závislosti na různých rychlostech chlazení</i> ..	60
<i>Tab. 8 Teplota tání pro čistý PP a PBT, porovnání dvou ohřevů rychlostí 25 °C/min</i>	61
<i>Tab. 9 Teploty tání pro směsi, porovnání dvou ohřevů rychlostí 25 °C/min</i>	61
<i>Tab. 10 Hodnoty krystalinity pro složky PP, PBT a jejich směsí</i>	64
<i>Tab. 11 Vypočítané hodnoty dle Kratochvíla, pro krystalizaci složky PP</i>	68
<i>Tab. 12 Vypočítané hodnoty dle Kratochvíla, pro krystalizaci složky PBT</i>	68
<i>Tab. 13 Porovnání hodnot $t_{1/2}$, Avramiho parametrů n_A, K_A, Nakamurova parametru Z</i>	69
<i>Tab. 14 Naměřené hodnoty indexu toku taveniny (MFR)</i>	71
<i>Tab. 15 Naměřené hodnoty tvrdosti pro jednotlivé vzorky</i>	72
<i>Tab. 16 Naměřené hodnoty mechanických vlastností pro jednotlivé vzorky</i>	74