

# Křípové chování lehčených struktur v tlaku

Bc. Natálie Horáková

---

Diplomová práce  
2020



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

Akademický rok: 2019/2020

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení:	Bc. Natálie Horáková
Osobní číslo:	T18244
Studijní program:	N2808 Chemie a technologie materiálů
Studijní obor:	Inženýrství polymerů
Forma studia:	Prezenční
Téma práce:	Křipové chování lehčených struktur v tlaku

### Zásady pro vypracování

Diplomová práce je zaměřena na dlouhodobé mechanické zatěžování vyrobených lehčených struktur v tlaku. Zkušební vzorky budou vyrobeny z navržených polymerních směsí na bázi polyolefinu. Teoretická část práce bude zaměřena na křipové vlastnosti polymerů a na možnosti přípravy lehčených struktur. V experimentální části práce bude zkoumán vliv teploty na dlouhodobé mechanické zatížení vzorků a bude posuzována zpracovatelnost připravených směsí na základě reologických vlastností.

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

**Seznam doporučené literatury:**

GUEDES, Rui Miranda. *Creep and fatigue in polymer matrix composites*. Philadelphia, PA: Woodhead Publishing, 2011. Woodhead Publishing in materials. ISBN 1845696565.

*Handbook of Polymer Testing: Physical Methods*. Editor Roger BROWN. New Yourk: Marcel Dekker, 1999. ISBN 0-8247-0171-2.

MALKIN, Aleksandr Jakovlevič a Avraam I. ISAYEV. *Rheology: concepts, methods, and applications*. 2nd ed. Toronto: ChemTec Publishing, 2012. ISBN 978-1-895198-49-2.

EAVES, David. *Handbook of polymer foams*. Shawbury, Shrewsbury, Shropshire, U.K.: Rapra Technology, 2004. ISBN 1859573886.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Roman Kolařík, Ph.D.**  
Centrum polymerních systémů

Datum zadání diplomové práce: **2. ledna 2020**

Termín odevzdání diplomové práce: **15. května 2020**

L.S.

---

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

---

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

Ve Zlíně dne 17. února 2020

## **PROHLÁŠENÍ AUTORA DIPLOMOVÉ PRÁCE**

Beru na vědomí, že:

- diplomová práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému a dostupná k nahlédnutí;
- na moji diplomovou 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;
- podle § 60 odst. 1 autorského zákona má Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užít své dílo – diplomovou 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);
- pokud bylo k vypracování diplomové práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tj. k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové práce využít ke komerčním účelům; pokud je výstupem diplomové 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.

### **Prohlašuji,**

- že jsem diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.
- že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou obsahově totožné.

Ve Zlíně dne:

Jméno a příjmení studenta:

.....  
podpis studenta

## **ABSTRAKT**

Příprava lehčených struktur spočívá v disperzi plynu v polymerní tavenině. Jejich velkou výhodou je nízká hmotnost související s nízkou spotřebou polymerního materiálu, a také vynikající tepelné a izolační vlastnosti. Z tohoto důvodu jsou využívány v každodenním životě, především ve stavebnictví či automobilovém průmyslu. Lehčené polymerní struktury jsou nejčastěji připravovány chemicky, endotermní či exotermní chemickou reakcí nadouvadla s ostatními aditivami v polymerní matrici při jejím zahřátí, či fyzikálně, pod tlakem vstříkovaného plynu v kapalně fázi do polymerní taveniny.

V teoretické části diplomové práce jsou shrnuty poznatky o složení struktury a formování polymerních pěn připravovaných různými technologiemi výroby a o možnostech testování jejich vlastností. Praktická část práce je zaměřena na optimalizaci přípravy chemicky lehčených struktur na bázi polyethylenu s odolností vůči dlouhodobému mechanickému zatížení v tlaku, určené pro stavební průmysl v podobě podkladu pro plovoucí podlahu. Pozornost byla také věnována k vytvoření metodiky charakterizace připravených lehčených struktur, především z pohledu mechanických vlastností v podobě křípu neboli toku za studena a následného elastického zotavení, relaxace a cyklického namáhání připravených lehčených struktur v tlaku.

Klíčová slova: polymerní pěny, nízkohustotní polyethylen, chemické lehčení, kříp, relaxace, tlakové zatížení, porozita, nadouvadlo

## **ABSTRACT**

Expanded polymer structure preparation consists in gas dispersion in a polymer melt. The great advantages of expanded structures are the low weight associated with the low consumption of polymeric material as well as excellent thermal and insulating properties. For this reason, expanded structures are used in everyday life, especially in the construction or automotive industries. Expanded polymer structures are most often prepared chemically, by endothermic or exothermic chemical reaction of the blowing agent with other additives in the polymer matrix when it is heated, or physically, under the pressure of the injected gas in the liquid phase into the polymer melt.

The theoretical part of the thesis summarizes the knowledge about structure composition and formation of polymer foams prepared by various technologies and about the possibilities of testing their properties. The practical part of the work is focused on optimizing the preparation of chemically expanded structures based on polyethylene with resistance to long-term mechanical load under pressure, intended for the construction industry in the form of a base for a floating floor. The work was also focused on the creation of a methodology for the characterization of prepared expanded structures, especially in terms of mechanical properties in the form of creep or cold flow and subsequent elastic recovery, relaxation and cyclic stress of prepared expanded structures in compression.

Keywords: polymer foams, low density polyethylene, chemical foaming, creep, relaxation, compressive load, porosity, blowing agent

Chtěla bych poděkovat Ing. Romanu Kolaříkovi, Ph.D., vedoucímu mé bakalářské práce, za odborné vedení, cenné rady a vynaložený čas, který mi věnoval při vzniku této práce.

Dále děkuji Centru polymerních systémů (registrační číslo CZ.1.05/2.1.00/03.0111) a projektu Centra kompetence „Centrum pokročilých polymerních a kompozitních materiálů“ (registrační číslo TE01020216) za možnost využití infrastruktury, materiální podpory a možnosti zde pracovat po dobu svého studia po boku zkušených vědeckých pracovníků. Poděkování patří také firmě SPUR a.s. za poskytnutí výrobních zařízení a prostředků pro tvorbu praktické části.

Velké díky patří také mé rodině, příteli a přátelům za podporu a trpělivost věnovanou během celého mého studia.

Natálie Horáková

*„Tady je moje tajemství. Je jednoduché. Správně vidíme jedině srdcem; to nejdůležitější je očím neviditelné.“*

Antoine De Saint-Exupery, Malý princ

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>11</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>12</b>
<b>1 POLYMERNÍ PĚNY</b> .....	<b>13</b>
1.1 HISTORIE PĚN .....	13
1.2 VYUŽITÍ PĚN.....	14
<b>2 STRUKTURA POLYMERNÍCH PĚN</b> .....	<b>15</b>
2.1 OTEVŘENÉ A UZAVŘENÉ PĚNY.....	15
2.1.1 Otevřené pěny .....	16
2.1.2 Uzavřené pěny.....	16
2.2 TVAR BUNĚK .....	17
2.3 VELIKOST BUNĚK .....	18
2.4 POČET BUNĚK.....	18
<b>3 FORMOVÁNÍ POLYMERNÍCH PĚN</b> .....	<b>19</b>
3.1 FORMOVÁNÍ BUNĚK – NUKLEACE .....	19
3.2 RŮST BUNĚK.....	21
3.3 STABILIZACE BUNĚK .....	22
3.3.1 Stabilizace dvousložkovým systémem.....	22
3.3.2 Stabilizace změnou teploty .....	22
3.3.3 Stabilizace pomocí síťovadel .....	23
<b>4 TECHNOLOGIE VÝROBY POLYMERNÍCH PĚN</b> .....	<b>24</b>
4.1 FYZIKÁLNÍ LEHČENÍ .....	24
4.2 CHEMICKÉ LEHČENÍ .....	25
4.3 MECHANICKÉ LEHČENÍ.....	25
<b>5 VLASTNOSTI POLYMERNÍCH PĚN</b> .....	<b>26</b>
5.1 HUSTOTA POLYMERNÍCH PĚN .....	26
5.2 MECHANICKÉ VLASTNOSTI.....	27
5.3 ANIZOTROPIE .....	28
5.4 POROZITA.....	28
5.5 TEPelná VODIVOST .....	28
5.6 AKUSTIKA .....	29
<b>6 ADITIVA</b> .....	<b>30</b>
6.1 NADOUVADLA.....	30
6.1.1 Fyzikální nadouvadla .....	30
6.1.2 Chemická nadouvadla .....	31
6.2 SÍŤOVADLA .....	31
6.3 AKTIVÁTORY.....	32
6.4 OSTATNÍ ADITIVA.....	33
<b>7 TESTOVÁNÍ POLYMERNÍCH PĚN</b> .....	<b>34</b>



7.1	KRÍP .....	34
7.2	RELAXACE .....	36
7.3	TRVALÁ DEFORMACE .....	37
7.4	TVRDOST .....	38
7.5	PRUŽNOST .....	38
7.6	ÚNAVA .....	38
<b>II</b>	<b>PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>	<b>40</b>
<b>8</b>	<b>CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE .....</b>	<b>41</b>
<b>9</b>	<b>PŘÍPRAVA LEHČENÝCH STRUKTUR .....</b>	<b>42</b>
9.1	POUŽITÉ MATERIÁLY A ADITIVA .....	42
9.1.1	Analýza tokových vlastností použitých materiálů .....	43
9.1.1.1	Smyková viskozita .....	43
9.1.1.2	Elongační viskozita .....	44
9.1.2	Analýza teploty rozkladu použitých aditiv .....	45
9.2	PŘÍPRAVA FYZIKÁLNĚ LEHČENÝCH STRUKTUR .....	46
9.3	PŘÍPRAVA CHEMICKY LEHČENÝCH STRUKTUR .....	47
9.3.1	Míchání směsí .....	47
9.3.2	Napěňování připravených směsí .....	48
9.3.3	Optimalizace přípravy vzorků .....	48
<b>10</b>	<b>METODIKA CHARAKTERIZACE VLASTNOSTÍ LEHČENÝCH STRUKTUR .....</b>	<b>52</b>
10.1	STANOVENÍ HUSTOTY LEHČENÝCH STRUKTUR .....	52
10.1.1	Přímá metoda .....	52
10.1.2	Hydrostatická metoda .....	52
10.1.3	Plynový pyknometr .....	52
10.2	ANALÝZA STRUKTURY LEHČENÝCH VZORKŮ .....	53
10.2.1	CT analýza .....	53
10.2.2	SEM analýza .....	53
10.3	MECHANICKÉ VLASTNOSTI LEHČENÝCH STRUKTUR .....	53
10.3.1	Kríp a elastické zotavení .....	53
10.3.2	Relaxace .....	54
10.3.3	Cyklické zatěžování .....	54
<b>11</b>	<b>VÝSLEDKY A VYHODNOCENÍ .....</b>	<b>55</b>
11.1	HUSTOTA PŘIPRAVENÝCH LEHČENÝCH STRUKTUR .....	55
11.2	ANALÝZA LEHČENÝCH STRUKTUR .....	56
11.2.1	Mikroskopická analýza .....	56
11.2.2	CT analýza .....	59
11.3	ANALÝZA MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ .....	62
11.3.1	Kríp a elastické zotavení při různých teplotách .....	62
11.3.2	Relaxace při různých teplotách .....	67
11.3.3	Cyklické namáhání .....	72
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>CHYBA! ZÁLOŽKA NENÍ DEFINOVÁNA.</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....</b>	<b>79</b>

<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>83</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>85</b>
<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>88</b>

## ÚVOD

Technologie výroby lehčených struktur vytváří tisíce buněk obsahujících plyn, který je uzavřený v polymerní struktuře. Soubor těchto malých buněk v konečném útvaru lehčené struktury dokáže splňovat i ty nejnáročnější požadavky a poskytovat rozmanité vlastnosti. Při nahlédnutí do dávné historie najdeme v přírodě podobné porézní materiály v podobě korku, pemzy či mořských hub. Ačkoliv polymerní pěny existují necelé století, vědecká poznání pro jednoduché zpracování pěny jsou k dispozici teprve krátkou dobu. [1, 2]

Tato velmi lehká struktura dokáže nabídnout jedinečné vlastnosti pro použití v mnoha průmyslových odvětvích jako je stavebnictví, nábytkářství, obalový či dopravní průmysl. Velká atraktivita polymerních pěn spočívá v jejich lehkosti a vynikajícím poměru mezi pevností a hmotností. Dalšími důvody jejich neustálého rozvoje jsou vynikající izolační schopnosti, výborná absorpce energie a komfortnost. [1, 3]

V již zmíněném nábytkářském průmyslu hraje důležitou roli právě dlouhodobá životnost pěny. Při cíleném umístění pěny pod plovoucí podlahu se od ní očekává určitá funkčnost a pevnost, se kterou je spojen velmi důležitý parametr, kríp, neboli tok za studena. [4] Pro krípkové chování lze nasimulovat osobu stojící na podlaze při krátkodobých testech či nábytek na podlaze při dlouhodobých testech, a sledovat tak změny při působení vnějších sil. V současné době je k ohřevu místností čím dál častěji využíváno podlahové topení, a proto jsou při testování lehčených struktur charakterizovány jejich vlastnosti i při zvýšené teplotě.

Tato práce je soustředěna na strukturu a formování polymerních pěn připravovaných fyzikálním či chemickým lehčením. Příprava polymerní směsi je zásadním faktorem k získání homogenní lehčené struktury. Z tohoto důvodu je tato práce zaměřena na optimalizaci přípravy chemicky lehčených struktur charakterizovaných dle navržené metodiky charakterizace finálních vlastností lehčených polymerních pěn.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 POLYMERNÍ PĚNY

*Polymerní pěny vznikají disperzí plynu v polymerních materiálech a skládají se tedy z pevné a plynné fáze, kde pevná fáze je dána polymerní maticí a plynná fáze daným typem nadouvadla. [5]*

Lehčené polymerní struktury neboli polymerní pěny jsou stále více využívány v mnoha průmyslových odvětvích po celém světě. Každý z nás se dennodenně setkává s lehčenými výrobky v různých formách, ať už v případě různých obalových materiálů, či jako součásti nábytků, automobilů, ledniček, izolací nebo jiných běžných aplikací. [1] Důvodem jejich velké atraktivity ve zmíněných aplikacích a neustálým vývojem a inovacemi jsou jejich vlastnosti, především nízká hmotnost související s nízkou spotřebou polymerního materiálu, vynikající poměr mezi pevností a hmotností, dobrá absorpce energie (včetně nárazů, vibrací a zvuků), dobrá tepelná a zvuková izolace a komfortnost polymerních pěn. [1, 5, 6]

Výběr polymerů vhodných pro průmyslové pěnové aplikace závisí na jejich vlastnostech a také na snadnosti výroby. Klasifikací polymerních pěn je několik. Nejčastěji jsou pěny klasifikovány dle stupně tvrdosti, a to na:

- ohebné,
- polopružné (s hustotou 32-320 kg/m<sup>3</sup>) [7]
- tuhé

Pěny jsou klasifikovány také dle typu matrice na:

- termoplastické
- polyuretanové
- pryžové

Polymerní pěny mohou být klasifikovány také z hlediska struktury buněk, a to na uzavřené či otevřené pěny, dle typu nadouvadla na chemické či fyzikální anebo dle velikosti a hustoty buněk. [1, 3] Tato práce je především zaměřena na chemicky lehčené termoplastické pěny s uzavřenou strukturou na bázi polyethylenu.

### 1.1 Historie pěn

Rozvoj polymerních pěn začal ve 30. letech 20. století, kdy byla patentována první „polystyrenová pěna“ společností Dow Chemical. Byla vyrobena makrocelulární polystyrenová pěna s velikostí buněk nad 100 μm, za jejímž vznikem stáli v roce 1931 švédští vynálezci C. G. Munsters a J. G. Tandberg. [8] Vlastnosti polymerní pěny byly

s výhodou použity už během druhé světové války, např. v podobě flotačních plováků pro armádní vybavení využívaných především díky své nízké hustotě, která byla i hlavním motivem stojícím za vynálezem a vývojem pěn. Cílem bylo také snížit náklady, aniž by u výsledného produktu došlo ke zhoršení vlastností. [1] Ačkoliv běžně se vyskytující polymerní pěny jsou známy již dlouhou dobu (např. houba na mytí nádobí, korek), většina pěn ze syntetických polymerů byla na trh uvedena teprve v druhé polovině 20. století. [3]

První termoplastická pěna z polyethylenu byla představena firmou Dow Chemical v roce 1958, kterou následovalo uvedení pěny ze síťovaného polyethylenu na japonských trzích v polovině 60. let. Nové technologie dále vznikaly mezi lety 1950-1970, přičemž v následujících letech našly pěny uplatnění v mnoha aplikacích. Pokroky v technologii zpracování pěny od konce 80. do konce 90. let vedly k vývoji pěn klasifikovaných jako:

- pěny s jemnými buňkami (velikost buněk 10  $\mu\text{m}$  až 100  $\mu\text{m}$ )
- pěny mikrocelulární s buňkami menšími než 10  $\mu\text{m}$  a hustotou 109 buněk/ $\text{cm}^3$ . [8]

## 1.2 Využití pěn

Jak již bylo zmíněno, pěny mohou být vyrobeny s otevřenými či uzavřenými buňkami, kdy uzavřené jsou nejvhodnější pro tepelnou izolaci a bývají tuhé, oproti tomu pěny s otevřenými buňkami jsou vhodné pro akustickou izolaci a jsou obecně více flexibilní. [6]. Pěny se tedy využívají v široké škále, zejména v nábytkářství (polstrování židlí, izolace do podlah, koberecové podložky, ozdobné lišty), dopravě, stavebnictví (těsnění, izolace, zvukové bariéry), v obalovém průmyslu (izolace trubek, přepravní obaly, nádoby na potraviny a nápoje), sportovních aplikacích (podrážky bot, plovací vesty), v aplikacích tlumící nárazy a zvuky (např. vložky do obuvi). Variabilita použití je dána mimo jiné možnostmi nastavení mechanické pevnosti polymerních pěn, která je obecně úměrná hustotě pěny. Pěny s nízkou hustotou se používají v obalových aplikacích a tepelných izolacích, zatímco pěny s vyšší hustotou se používají pro nosné konstrukční aplikace nebo tam, kde se využívá absorpce energie. [1, 9]

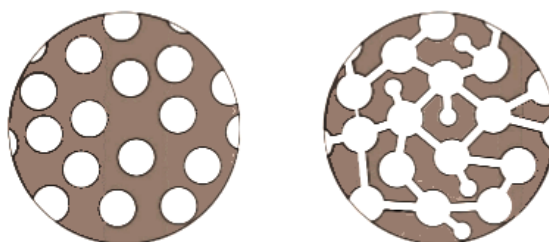
## 2 STRUKTURA POLYMERNÍCH PĚN

Pro vyhodnocení vztahu mezi morfologií a vlastnostmi lehčených polymerních struktur je důležité stanovit makrostrukturální parametry, mezi které patří relativní počet otevřených a uzavřených buněk, zdánlivá hustota, velikost a tvary buněk v daném objemu a měrná povrchová plocha v pěně. [10]

### 2.1 Otevřené a uzavřené pěny

Plynem nadouvané polymery mohou obsahovat jak izolované (uzavřené), tak otevřené strukturální elementy (nad 90 %) a dělíme je tedy dle jejich podílu na uzavřené nebo otevřené pěny, které zobrazuje schéma (Obrázek 1). Vzájemný poměr otevřených a uzavřených buněk určuje rozdíly ve fyzikální struktuře pěny, a tedy i její výsledné vlastnosti. Otevřené i uzavřené pěny jsou si geometricky podobné, avšak jsou i geometricky anizotropní, což vede k rozdílům v mechanických vlastnostech pěn v různých směrech, tzv. mechanická anizotropie. [8, 9]

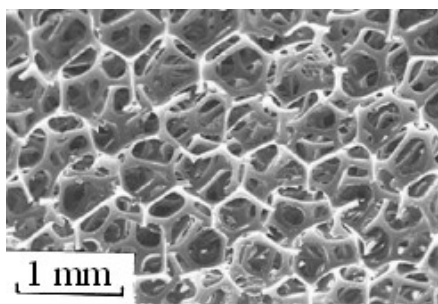
Plyn uzavřený v buňkách způsobuje zvýšenou odolnost v tlaku a snižuje tak tlumicí vlastnosti např. v případě matrací. U těchto aplikací je potřeba dosáhnout nejlépe 100 %-tního podílu otevřených buněk. Této struktury lze dosáhnout například úpravou parametrů syntézy, kde však hrozí kolaps pěn. Častějším způsobem je mechanická cesta úpravy, a to propichováním či protahováním mezi válci. Další z mnoha možností je např. použití cell-opening činidel, jako jsou práškové soli nasycených mastných kyselin s dvojmocnými kovovými kationty, nejčastěji stearát zinečnatý, hořečnatý či vápenatý. [10]



**Obrázek 1.** Schématické zobrazení struktury polymerních pěn s uzavřenými (vlevo) a otevřenými (vpravo) buňkami. [11]

### 2.1.1 Otevřené pěny

Pěny s otevřenými buňkami obsahují snížené množství buněčných stěn, jejichž počet může být zanedbán, protože výrazně neovlivňují mechanické vlastnosti lehčené struktury. Lehčená struktura s otevřenými buňkami může být považována za řadu buněk složených ze vzpěr, představujících průsečíky sbíhajících se stěn (Obrázek 2). [12] Ve strukturách s otevřenými buňkami je plynnou fází vzduch. Jelikož kapalina nebo plyn mohou ve vznikající struktuře snadno proudit skrz propojené otevřené buňky, mají otevřené pěny v porovnání s pěny s uzavřenými buňkami vyšší absorpční kapacity pro vodu a vlhkost, vyšší propustnost pro plyny a páry a lepší schopnost absorbovat a tlumit zvuk, na druhou stranu neposkytují tak účinné izolační schopnosti. Pěny s otevřenou strukturou se tedy využívají u zvukových izolací budov, ochranných obalů či aplikacích v interiéru. [5, 10]

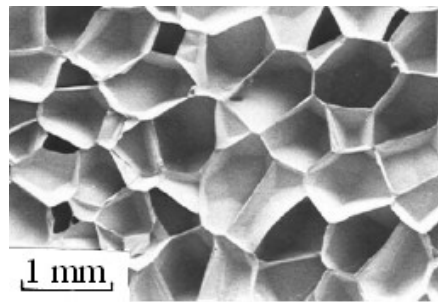


**Obrázek 2.** Pěna s otevřenými buňkami [13]

### 2.1.2 Uzavřené pěny

V porovnání s otevřenými pěny obsahujícími vzduch, uzavřené pěny obsahují plyny, jako je dusík, oxid uhličitý či těkavé kapaliny např. izobutan. Složení plynné fáze může mít značný vliv na vlastnosti pěn, jako je tepelná a elektrická vodivost, nebo tvarová stabilita. Uzavřené pěny mají na rozdíl od otevřených pěn také odlišné vlastnosti a uplatnění. Jelikož jsou výbornými tepelnými izolátory, využívají se ve stavebnictví, jako izolace a těsnění pro výstavbu, v letectví, kosmonautice či v dopravě. Za zlepšené mechanické vlastnosti u těchto pěn zodpovídají membrány (buněčné stěny, Obrázek 3), které uzavírají v buňkách plyn. [14] Na mechanických vlastnostech se úzce podílí polymerní struktura, membrány buněk a také geometrie – velikost a tvar buněk. [15] Příkladem lehčené struktury, která pohlcuje energii hlavně plastickou deformací buněk, jsou polyethylenové pěny s uzavřenými buňkami v podobě pěnového podkladu pod plovoucí podlahu či dilatačních pásek mezi podlahou a zdí. [3]

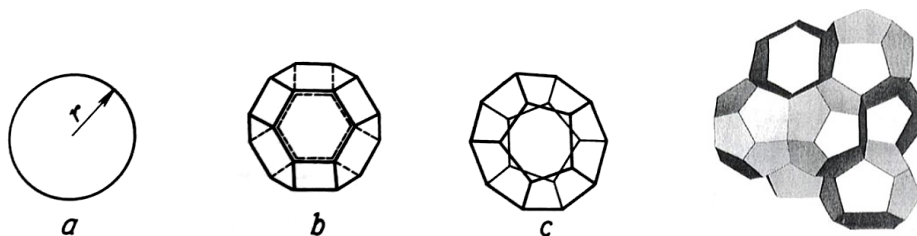




**Obrázek 3.** Pěna s uzavřenými buňkami [13]

## 2.2 Tvar buněk

K určení mechanických vlastností struktur jsou využívány různé matematické simulace využívající idealizované tvary struktur, jako jsou monodisperzní koule, sféroidy, krychle, šestiúhelníky, kosočtverečné dodekahedrony, podlouhlé pětiúhelníkové dodekahedrony, komplexní polyhedrony a další. V reálné lehčené struktuře se nachází buňky různých tvarů. [10] Mnohé teorie říkají, že tavenina polymerní pěny je nejstabilnější, pokud jsou buňky striktně kulovitého tvaru, kde povrch stěn a tlak na ně působící dosahuje svého minima. U monodisperzní sférické buněčné struktury je dosaženo „nejtěsnějšího“ uspořádání, když se každá kulovitá buňka dotkne dalších dvanácti buněk a objem plynu je 74 %. Sférický tvar je pozorován u vysoko-hustotních polymerních pěn, kde plynná fáze tvoří méně než 74 % celkového objemu. Při vyšším objemu plynné fáze mají kulovité buňky tendenci stát se polygony, v ideálním případě dodekahedrony s pětiúhelníkovými plochami. K vytvoření ideální lehčené struktury blízké geometrii pravidelné koule je geometrie 14 ti- hedronu mnohem vhodnější než geometrie 12 ti-hedronu, viz Obrázek 4. [3, 10]



**Obrázek 4.** Geometrie buněk různých tvarů **a)** sférický **b)** 14-ti hedron (povrch složený z 6 čtverců a 8 šestiúhelníků **c)** 12-ti hedron (povrch složený pouze z pětiúhelníků) [10] **d)** jednotka buněk skládající se ze šesti 14ti hedronů a dvou 12-ti hedronů [13]

### 2.3 Velikost buněk

Velikost buněk může být měřena z průřezu pěny. Metoda určující velikost buněk je popsána v americké normě ASTM D3576 [16], ve které se spočítá počet buněk protnutých úsečkou o definované délce. Průměrná délka tětiny,  $t$ , je stanovena a průměrná hodnota průměru buňky,  $d$  je určena z rovnice:

$$d = \frac{t}{0,616} \quad (1)$$

V průběhu přípravy lehčených struktur vznikají buňky různých velikostí a pro jejich popis se v praxi používá distribuce velikostí buněk, která je někdy i velmi široká. Většina výrobců pěn proto u svých výrobků uvádí buď průměrnou velikost buněk, nebo rozsah velikostí buněk. Produkce buněk různých velikostí je způsobena částečně tím, že buňky jsou náhodně nukleovány v prostoru a čase a částečně prostřednictvím velkých buněk rostoucích difúzí plynu z malých buněk. [3, 17]

Průměrná hodnota velikosti průměru buněk a jejich distribuce ovlivňuje pak významným způsobem mechanické vlastnosti. S menší velikostí buněk roste u rigidních tak i flexibilních pěn Youngův modul a dále se i zlepšují izolační vlastnosti v důsledku lepší kapacity absorbování energie. [10]

### 2.4 Počet buněk

Počet buněk se stanovuje pomocí měřicího optického zařízení, dle normy BS 4443-1, kdy se spočítá počet buněk na délce 25 mm.

### 3 FORMOVÁNÍ POLYMERNÍCH PĚN

Proces přípravy lehčených struktur se skládá ze tří následujících kroků:

- formování buněk
- růst buněk
- stabilizace buněk

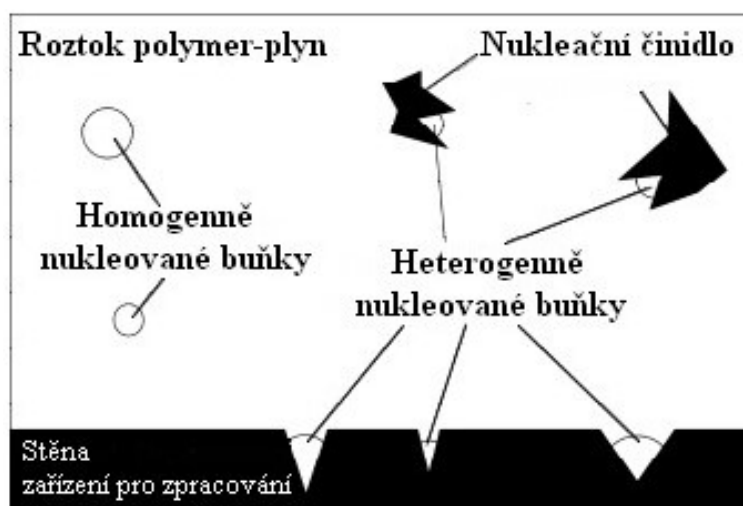
Většina polymerních pěn je vyráběna disperzí plynu v polymerní tavenině. V systému dochází k expanzi díky změně stavových veličin, buňky narůstají a po dosažení finálního tvaru jsou lehčené struktury stabilizovány. Příkladem disperzního procesu je výroba fyzikálně lehčených termoplastů.

V průběhu procesu dochází k roztavení polymerního granulátu, do kterého je pod tlakem vstřikován kapalný plyn (nejčastěji dusík, oxid uhličitý či izobutan) a následně je celý tento systém ochlazován za účelem stabilizace procesu zpěňování. U termosetických systémů jsou reaktanty zpěňovány tím způsobem, že částečně reagují, jsou stále kapalné, přičemž následuje vytvrzování a stabilizace do pevného stavu. [18]

#### 3.1 Formování buněk – nukleace

Buněčná nukleace se obecně používá k označení procesu vedoucího k tvorbě buněk v polymerní matici. [19] Je to fázový přechod prvního řádu, ve kterém je látka transformována ze semistabilního stavu do stavu stabilního. [8] V průběhu sycení polymerní taveniny nadouvadlem se systém stává přesyceným a rozpustnost nadouvadla se snižuje zvýšením teploty nebo snížením tlaku. [19]

Existují dva typy nukleace, a to homogenní a heterogenní. (Obrázek 5) K homogenní nukleaci dochází v počáteční jednofázové směsi a k heterogenní nukleaci dochází v přítomnosti druhé fáze, která snižuje energii nukleace, zatímco rychlost nukleace vzrůstá. Tvorba probíhá nukleačním procesem s pevnou fází v roli nukleačního činidla. [20]



**Obrázek 5.** Heterogenní a homogenní nukleace v roztoku polymer-plyn [19]

V mnoha procesech bez pevných nukleačních činidel kapalná fáze ve skutečnosti obsahuje mnoho mikrobublinek vzduchu sloužících jako místa pro růst buněk, tudíž tvorba nových buněk není nutná. Vytvoření bublin v kapalině vyžaduje zvýšení volné energie systému,  $\Delta F$ , popsané rovnicí 2, kde  $\gamma$  je povrchové napětí kapaliny a  $A$  je celková plocha rozhraní,

$$\Delta F = \gamma \cdot A \quad (2)$$

Z uvedené rovnice plyne, že pro daný objem pěny bude systém stabilnější v případě menšího počtu větších buněk, a proto je výhodná kombinace koalescence buněk. Pro usnadnění vytvoření buněk je potřeba snížit povrchového napětí v místě tvorby, čehož dosáhneme přidáním emulgátorů, smáčedel, nebo silikonových olejů. Snížení povrchového napětí na rozhraní mezi kapalinou a pevnou částicí mohou účinně snížit i nukleační činidla. [18, 21]

Mechanismy buněčné nukleace a růstu v polymerních pěnách pak popisuje nejčastěji klasická teorie nukleace. U této teorie je předpoklad, že buňka je sférickou kapičkou s výraznou ostrou hranicí. Všechna jádra mají stejné fyzikální vlastnosti jako v celém objemu. Zohledňuje se také účinek poklesu tlaku na nukleaci buněk a nebere se v úvahu vliv rychlosti poklesu tlaku. Předpokládá se také, že za okamžitým poklesem tlaku následuje okamžitá nukleace, což není pravdou, protože k poklesu tlaku dochází v průběhu času. [8]

### 3.2 Růst buněk

Poté co se vytvoří buňky, je tlak plynu uvnitř buňky nepřímo úměrný poloměru buňky, tudíž platí, že čím je buňka menší, tím větší je tlak uvnitř buňky. Když se dvě buňky různých velikostí nachází blízko sebe, plyn proniká z malé buňky do větší a následně se spojí. V důsledku nukleace roste počet buněk a roste i jejich průměr. [21]

Další důležitý vztah udává, že tlak ve sférické buňce je větší než tlak v okolní kapalině, jak je dáno rovnicí 3, kde je  $r$  poloměr buňky,  $\gamma$  je povrchové napětí kapaliny a  $\Delta p$  je změna tlaku.

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

Rovnice 4 vyjadřuje rozdíl tlaku  $\Delta p_1^2$  mezi dvěma buňkami s poloměry  $r_1$  a  $r_2$ , z níž vyplývá, že tlak plynu v malé buňce je větší než ve velké.

$$\Delta p_1^2 = 2\gamma \left( \frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right) \quad (4)$$

Plyn tak bude mít tendenci difundovat z menší buňky do větší. Oba faktory, které jsou vyjádřeny rovnicemi 3 a 4, upřednostňují ztrátu jemných buněk a zvětšení velikosti větších buněk s ohledem na dostatečný čas. V počátečních stádiích pěny s malým objemem jsou buňky sférického tvaru, který ale není udržitelný při rostoucím množství buněk, a tak buňky dále nabývají mnohostěnných tvarů. [18]

Na počátku tvoří buňky jen malou část celkového objemu směsi, jsou daleko od sebe a zůstávají kulovité. Rostoucí buňky dále přicházejí do styku a musí se deformovat. Oblasti, kde se dvě bubliny sbíhají, se nazývají stěny nebo membrány, zatímco průsečíky tří nebo více buněk se nazývají vzpěry.

Pěna narůstá díky zachycení vznikajících plynů uvnitř uzavřených buněk. Tlak uvnitř buněk se rovná vnějšímu tlaku a přetlaku potřebnému k udržení růstu buněk proti gravitačním silám, tření, povrchovému napětí, viskozitě a pružnosti. Tlak uvnitř extrudéru a hlavy se postupně směrem k výstupu z hlavy snižuje a těsně před výstupem z hlavy dochází k nukleaci a tvorbě buněk, což je představováno procesem narůstání za hlavou do výsledné podoby lehčeného produktu. [3]

### 3.3 Stabilizace buněk

Na základě tvorby a růstu velkého počtu buněk, plochy povrchu a narůstajícího objemu se stěna buňky stává tenčí, načež se systém stává nestabilním. Buňky jsou obvykle stabilizovány ochlazením, síťovadly nebo přidáním povrchově aktivních látek. [21, 22]

#### 3.3.1 Stabilizace dvousložkovým systémem

Pro vytvoření relativně stabilní pěny musí systém obsahovat alespoň dvě složky v kapalině, kdy jedna je přednostně adsorbována na povrchu. Z rovnice 5 vyplývá, že polymerní pěny jsou ve stavu taveniny termodynamicky nestabilní, kdy ke kolapsu přispívá také gravitace. Povrchové napětí je řízeno typem a koncentrací této adsorbované rozpuštěné látky (Gibbsův teorém),

$$d\gamma = -\sum \Gamma d\mu \quad (5)$$

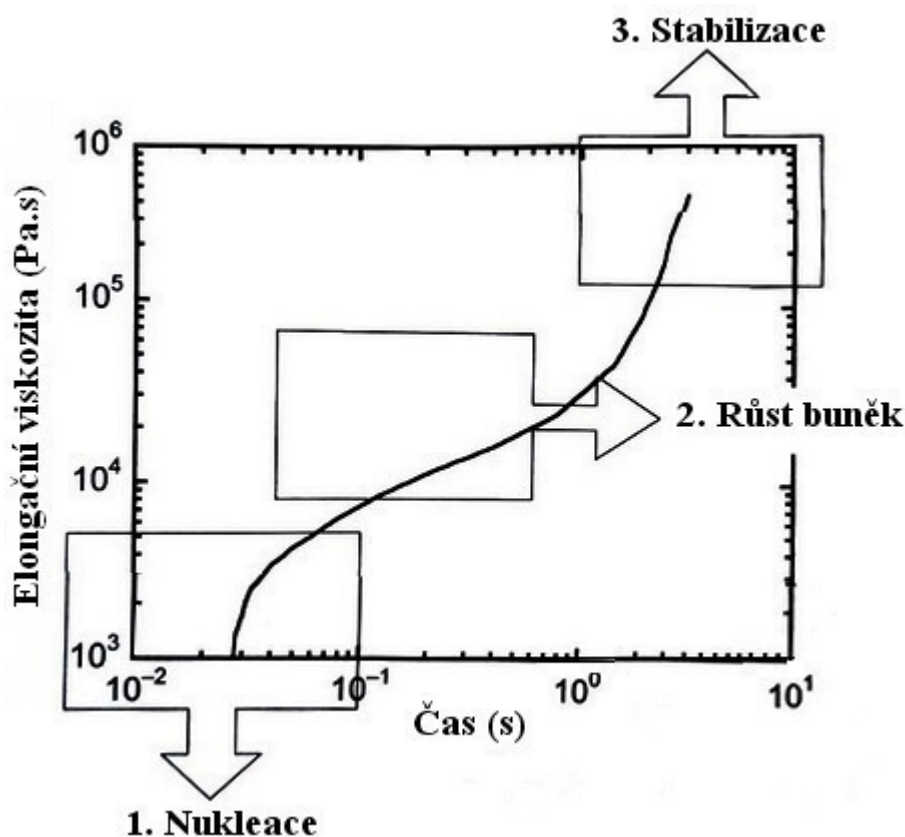
kde  $\Gamma$  je povrchový přebytek adsorbované složky s chemickým potenciálem  $\mu$ . Při přítomnosti omezeného množství rozpuštěné látky se při zvětšující se ploše povrchu snižuje  $\Gamma$  a zvyšuje  $\gamma$ , a tak působí proti jakémukoli dalšímu rozšíření povrchu. Tento efekt zabraňuje nadměrnému ztenčení buněčných membrán a patří mezi stabilizační faktory. Když se buňka rozšiřuje, koncentrace adsorbované složky se snižuje. Jeden z procesů obnovení této koncentrace je Marangioho efekt [nějakou referenci], kdy povrchová vrstva může proudit z oblastí s nízkým povrchovým napětím do oblastí s vysokým povrchovým napětím (nízká koncentrace), za cílem obnovení tloušťky stěn buněk a i jejich pružnosti a odolnosti. U druhého procesu (Gibbsův efekt) se sice doplňuje koncentrace povrchově aktivní látky na povrchu, ale není již schopna obnovy stěny buněk, protože nemá samoregenerační schopnost. [18]

#### 3.3.2 Stabilizace změnou teploty

Dalším z faktorů ovlivňujících stabilitu pěn je teplota. Zvýšením teploty snížíme jak viskozitu, tak povrchové napětí, membrány se ztenčují a může docházet k jejich prasknutí. Zvýšením teploty také zvýšíme reakční rychlost, což může být naopak příznivé u pěn, kde konečná stabilizace závisí na další polymeraci. Jedním z hlavních a velmi důležitých stabilizačních účinků je rychlý nárůst viskozity. U termosetů probíhá polymerace současně s napěňováním, termoplasty se zase ochlazují ihned po napěnění, aby se zajistilo nezbytné zvýšení viskozity. [18]

### 3.3.3 Stabilizace pomocí síťovadel

Procesy s expanzí pěn prováděných zahříváním, vyžadují stabilizaci zesíťováním polymeru. Uplatňuje se zejména při použití chemických nadouadel, které se exotermicky rozkládají. Síťovadla stabilizují expandující buňky rychlým zvýšením viskozity polymeru, čímž předchází rozpadu buněčných stěn. Vyžadována jsou také u procesů využívající fyzikální nadouadla, ve kterých je expanze dosahována spíše zahříváním než dekompresí. [23] Síťování často zlepšuje také mechanické vlastnosti a chemickou odolnost. Polyolefiny mohou být zesíťovány vysokoenergetickým zářením, peroxidy, nebo organofunkčními silany. [6] V Obrázku 6 můžeme vidět závislosti viskozity na čase v průběhu třech fází vzniku lehčených struktur.



Obrázek 6. Závislost viskozity na čase v průběhu tří fází procesu napěňování [2]

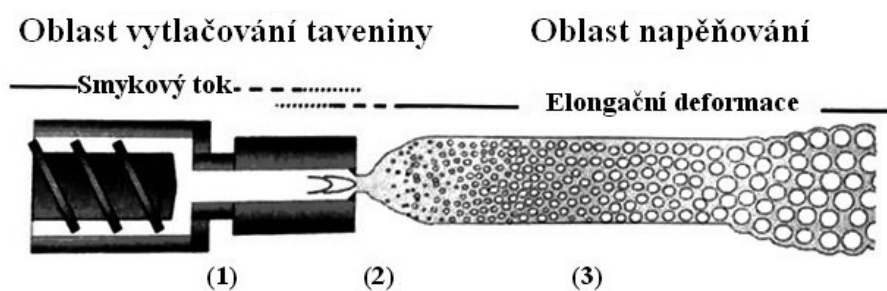
## 4 TECHNOLOGIE VÝROBY POLYMERNÍCH PĚN

Příprava lehčených polymerních struktur může být prováděna buď fyzikálně, chemicky nebo mechanicky. [1]

### 4.1 Fyzikální lehčení

Vytváření polymerních pěn pomocí fyzikálního nadouvadla spočívá v nasycení polymeru plynem při určitém tlaku a teplotě. To znamená, že v porovnání s typickou extruzí polymerů, kde se vyžaduje extrudát bez vzduchových bublin, se v případě výroby polymerních pěn řízeně zavádí plyn do polymerní matrice, a to za účelem vytvoření plynových dutin zvyšujících například flexibilitu výrobku.

Proces vytlačování fyzikálně lehčené pěny je rozdělen do tří hlavních oblastí (Obrázek 7). V první oblasti je polymerní tavenina již nasycená plynem a směřuje k výstupní štěrbině vytlačovací hlavy. Ve druhé oblasti je směs vystavena náhlým termodynamickým změnám (velký tlakový spád), díky čemuž dochází k nukleaci. Ve třetí oblasti dochází k formování lehčené struktury, která je následně stabilizována vnějším chlazením. [2] Tímto procesem lze tedy připravit tuhé pěny s uzavřenými buňkami (s neporušenými membránami buněk) nebo pružné pěny s otevřenými buňkami (s protrženými membránami buněk). [2, 14]



**Obrázek 7.** Proces vytlačování fyzikálně lehčené pěny popsáný do tří oblastí, (1) smykový tok, (2) nukleace, (3) stabilizace lehčené struktury. [2]

Nejčastěji používané plyny pro fyzikální lehčení jsou dusík, kyslík, oxid uhličitý, isobutan, butan, pentan, izopentan, hexan, cyklopentan a mnoho dalších. [1] Mezi hlavní výhody této technologie patří nízká cena výrobku a dobré tepelně izolační vlastnosti. [24]



## 4.2 Chemické lehčení

Při chemickém lehčení, dochází za určitých podmínek k rozkladu chemického činidla, kdy se v důsledku chemické přeměny generuje plynná fáze. [25] V průběhu procesu je nadouvadlo smícháno s polymerem, tato směs se zahřívá a udržuje pod tlakem. Polymer se po zahřátí roztaví a způsobuje uvolňování plynu chemickou reakcí, načež dochází k expanzi polymerní taveniny za současné tvorby buněk. Po následném ztuhnutí je získána stabilní lehčená struktura. Různá pěnící činidla uvolňují plyn při různých teplotách, přičemž výběr vhodného nadouvadla závisí na podmínkách zpracování, typu polymeru a požadované velikosti buněk. Chemická nadouvadla mají oproti fyzikálním nadouvadlům výhodu v tom, že mohou být přidána k polymeru ještě před zahřátím a k výrobě chemicky lehčených pěn si vystačí s běžně využívanými vytlačovacími stroji [26] Naopak, fyzikálním lehčením můžeme získat pěny nižší hustoty (snížení hustoty až 80%). [8]

Chemická nadouvadla jsou obecně rozdělena na exotermní a endotermní. Exotermní nadouvadla se vyznačují uvolňováním tepelné energie při rozkladu, naproti tomu u endotermních je energie pohlcována. Hlavní účinek generování tepla u exotermní reakce závisí na rychlosti reakce a teplotě rozkladu, která by měla být ve stejném rozmezí jako teplota taveniny zpracovávaného polymeru s cílem zabránit předčasnému rozkladu. Jakmile začne tato exotermní reakce, je velmi obtížné ji zastavit, a proto zde dochází k rychlejšímu rozkladu v úzkém teplotním rozmezí. Na druhou stranu endotermická nadouvadla pohlcující další teplo, vyžadují delší čas a širší teplotní rozsah, aby podpořily jejich pokračující rozklad. Příkladem exotermních nadouvadla je azodikarbonamid či sulfonyl hydrazid, endotermní nadouvadla jsou např. hydrogen-uhlícitan sodný (neboli jedlá soda) a kyselina citronová. [27]

## 4.3 Mechanické lehčení

Při mechanickém lehčení se do polymerních tavenin přivádí vzduch pomocí mechanického míchání, přičemž vznikne napěněná struktura. Jednou z výhod je, že se nemusí přidávat další zpěňovací činidlo, tím i není tolik zatěžováno životní prostředí. Dalšími přednostmi jsou: snadná ovladatelnost, nízká cena a vysoká účinnost. Nevýhodou jsou velké požadavky na vybavení. [21] Příkladem využití mechanického lehčení je latex, který se mechanicky míchá a šlehá v přítomnosti mýdla či želatiny, které napomáhají procesu napěnění. [3]

## 5 VLASTNOSTI POLYMERNÍCH PĚN

Polymerní pěny poskytují jedinečné fyzikální, mechanické a tepelné vlastnosti, které jsou dány polymerní maticí, buněčnou strukturou, jejich hustotou a složením plynu. Polymerní pěny mohou vykazovat jak nízký, tak i vysoký elastický modul či různou pevnost. Velmi často jsou výsledné vlastnosti pěn dány množstvím plynné fáze při její výrobě, což například ovlivňuje schopnost absorpce energie u polyethylenových pěn s nízkou hustotou. Veškeré vlastnosti, včetně dalších absorpčních, akustických či tlumících, tvoří základ pro produkty každodenního využití. [28]

### 5.1 Hustota polymerních pěn

Mezi základní morfologické vlastnosti polymerních pěn patří jejich hustota, na které závisí všechny fyzikální vlastnosti, mechanické, elektrické či termofyzikální. Klasifikace pěn na základě hustoty je následující:

- Velmi lehké ( $\rho = 3-50 \text{ kg/m}^3$ )
- Lehké ( $\rho = 50-200 \text{ kg/m}^3$ )
- Středně těžké ( $\rho = 200-500 \text{ kg/m}^3$ )
- Těžké ( $\rho = 500-700 \text{ kg/m}^3$ )
- Supertěžké ( $\rho > 700 \text{ kg/m}^3$ ) [10]

Hustota  $\rho$  se určuje podílem hmotnosti  $m$  a objemu  $V_0$  a je obvykle definována v kilogramech na metr krychlový ( $\text{kg/m}^3$ ).

$$\rho = \frac{m}{V_0} \quad (6)$$

Obecně se hustota stanovuje ze skutečné hustoty polymerní a plynné fáze:

$$\rho = \rho_p (1 - G) + \rho_g \quad (7)$$

kde  $\rho_p$  je skutečná hustota polymerní fáze,  $\rho_g$  je hustota plynu v buňkách a  $G$  je volný prostor (porozita). [10] Pěny s nižší hustotou obecně vykazují lepší pružnost a měkkost, mají také lepší absorpci energie a schopnost tepelné izolace. [28]

Polymerní pěny poskytují jedinečné fyzikální, mechanické a tepelné vlastnosti, které jsou dány polymerní maticí, buněčnou strukturou, jejich hustotou či složením plynu.

Polymerní pěny mohou vykazovat jak nízký, tak i vysoký elastický modul či různou pevnost. Velmi často jsou výsledné vlastnosti pěn dány množstvím plynné fáze při její výrobě, což například ovlivňuje schopnost absorpce energie u polyethylenových pěn s nízkou hustotou. Veškeré vlastnosti, včetně dalších absorpčních, akustických či tlumících, tvoří základ pro produkty každodenního využití. [28]

## 5.2 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti polymerních pěn jsou závislé především na hustotě, velikosti a tvaru buněk. Existuje mnoho matematických modelů, které předpovídají mechanické chování otevřených i uzavřených pěn. Převažující přístup používaný k pochopení mechanických vlastností pěn je založen na práci Gibsona a Ashbyho [13], kteří zkoumali mechanické vlastnosti pěn a jejich hustotu s cílem výběru vhodného materiálu pro danou aplikaci.

Polymerní pěny jsou obecně charakterizovány pomocí různých konvenčních metod mechanického testování. Mezi nejčastější metody patří kríp (tok za studena), elastické zotavení, relaxace, rázová houževnatost, ohybové zkoušky či dynamické tlumení rázů.

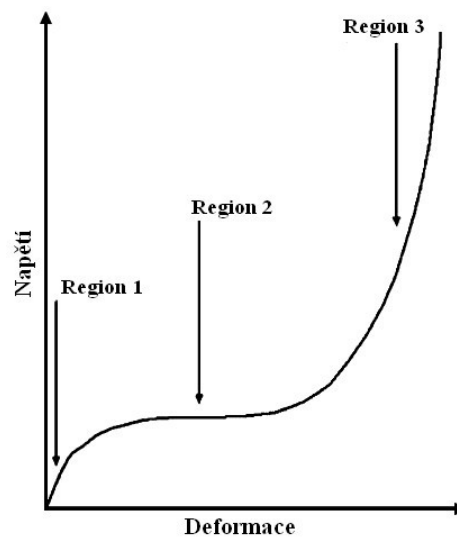
Z hlediska absorpce energie mají otevřené pěny menší schopnost pohltivosti, a tudíž i horší mechanické vlastnosti oproti pěnám s uzavřenými buňkami. [2]

Všechny polymerní pěny jsou do určité míry viskoelastické. [29] Dokonale elastický materiál má velmi malou hysterezi, a je tedy vhodný pro opakované použití. Dobrým příkladem mohou být polyuretanové pěny pro využití výplně sedáků nebo síťované polyolefinové pěny na podrážky bot. [28]

Všechny pěny vykazují křivku závislosti napětí-deformace (Obrázek 8), kterou je možné rozdělit do tří oblastí:

- Oblast 1 - lineární „Hookova“ oblast
- Oblast 2 – plato (kolaps buněk pěny)
- Oblast 3 – zhušťování pěny [3]

Při zvyšování hustoty pěny zatěžováním dochází v Oblasti 1 k růstu Youngova modulu, kdy napětí a deformace rostou až do oblasti 2, postupně dochází ke kolapsu pěny a tedy k zhušťování její struktury doprovázené poklesem velikosti deformace. Distribuce hustoty a tloušťek stěn jsou zvláště důležité při určování ohybových vlastností, Youngova modulu a krípevého chování. [3]



**Obrázek 8.** Schematická křivka závislosti napětí-deformace při zatížení pěn v tlaku [3]

### 5.3 Anizotropie

Polymerní pěny díky mechanismu lehčení vykazují anizotropii, tudíž se vlastnosti pěn mění v různých směrech. Důvodem je růst buněk ve směru nejmenšího odporu (napětí). [10] V závislosti na aplikaci je za účelem popisu vlastností pěn nutné znát distribuci velikosti buněk, průměrný poměr stran a orientaci ve třech ortogonálních směrech, tj. ve směru zpracování (podélný), v normálovém směru a ve směru kolmém k tloušťce výrobku. [2]

### 5.4 Porozita

Porozitu neboli pórovitost můžeme definovat jako poměr objemu pórů k celému objemu porézního tělesa, přičemž je vyjadřována v procentech nebo bezrozměrně. Patří mezi klíčové faktory při určování fyzikálních a mechanických vlastností. Celková porozita je počítána ze součtu otevřených a uzavřených buněk v závislosti na jejich druhu. Porozita může být určována také relativní hustotou, která vyjadřuje hustotu pěny k hustotě pevné látky. [30, 31]

### 5.5 Tepelná vodivost

Polymerní pěny jsou využívány jako izolační materiál s nízkou tepelnou vodivostí v oblastech stavebnictví, dopravy či u spotřebičů. Existují čtyři faktory, kterými se řídí

tepelná vodivost pěny, a to vedení tepla tuhým polymerem, vedení tepla plynem, proudění tepla skrz buňky a záření skrz buněčné stěny a póry. [3]

Nízká tepelná vodivost pěn je dána slabou tepelnou vodivostí pevné polymerní fáze, která je současně redukována disperzí sekundární plynné fáze taktéž s nízkou vodivostí. Parametry ovlivňující tepelnou vodivost zahrnují opět velikost buňky, hustotu pěny, tloušťku buněčné stěny a průměr vzpěr. [32]

Tepelnou vodivost polyolefinových pěn lze také ovlivnit samotnou strukturou pěny. Bylo zjištěno, že při nízkých teplotách mají pěny s otevřenou strukturou vyšší tepelnou vodivost než v případě uzavřené struktury. [28]

## 5.6 Akustika

Akustické vlastnosti lehčených polymerů se mění v závislosti na buněčné struktuře. Pěnové struktury s otevřenými buňkami jsou v tomto směru zvláště účinné. Zvukové vlny se pohybují přes otevřenou buněčnou strukturu a jsou zpomalovány odrazem od vnitřního povrchu otevřených buněk. Schopnost tlumení zvuku se pak odvíjí od účinné absorpce většinou krátkých vlnových délek a vysokých frekvencí. Vynikající akustika v kombinaci s dalšími vhodnými fyzikálními vlastnostmi vedlo k využívání polymerních pěn pro zvukové izolace. [1]

## 6 ADITIVA

Aditiva používaná při procesu lehčení zahrnují mnoho skupin. Mohou být rozděleny na aditiva, která ovlivňují rozklad pěnicího činidla, ovlivňující chemické vlastnosti polymeru a podílející se na fyzikální modifikaci polymeru zpracovávaného procesem zpěňování. Aditiva zahrnují nadouvadla, aktivátory zahajující proces tvorby plynu, urychlovače, tepelné stabilizátory, katalyzátory či síťovadla. [33] Důležité je kontrolovat množství aditiv, protože relativně vysoké množství, může ovlivnit integritu buněčné stěny. Z důvodu nekompatibility s polymerem může doprovodná separace fází při vysokých expanzních poměrech oslabit vlastnosti pěny. [28, 34]

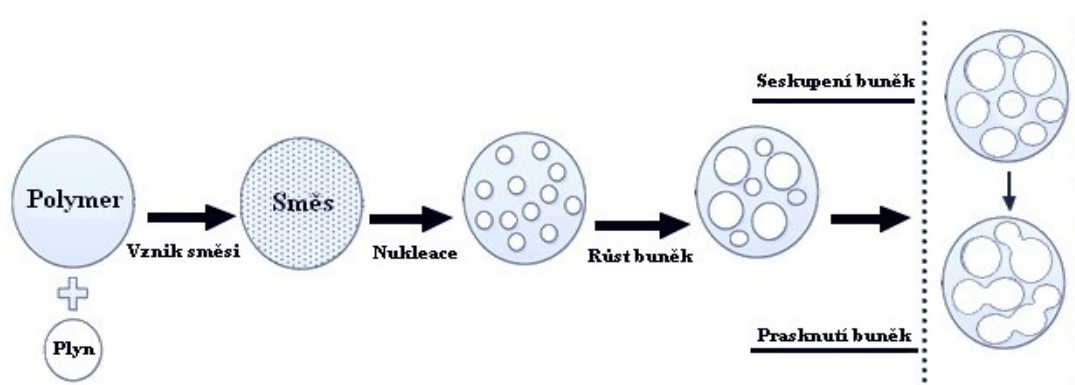
### 6.1 Nadouvadla

Nadouvadlo je definováno jako látka, která má schopnost vytvářet buněčnou strukturu procesem napěňování v různých materiálech, které podléhají zpevnění nebo fázovému přechodu. [35] Motivací pro rozvoj dalších alternativ nadouvadla byly ekonomické a environmentální tlaky, které mají za úkol zabránit narušování ozonové vrstvy. [3] Zákaz látek poškozujících ozonovou vrstvu zejména chlorfluoruhlovdíků (CFCs) a hydrochlorfluorovodíků (HCFCs), omezení produktů spojených s používáním organických rozpouštědel jako nadouvadla, vedly k použití  $\text{CO}_2$  a  $\text{N}_2$  plynů k vytvoření chemicky lehčených výrobků. [2] Nadouvadla existují ve třech formách, jako pevná látka, kapalina nebo plyn a můžeme je dělit na chemická a fyzikální. [36]

#### 6.1.1 Fyzikální nadouvadla

Fyzikální nadouvadla obvykle sestávají z těkavých nízkovroucích kapalin, jako jsou aromatické, cyklické, alifatické nebo halogenové uhlovdíky, ethery, ketony a alkoholy, které se při extruzi při daných podmínkách mění na plyn. Fyzikální nadouvadla jsou vpravována do polymerní taveniny. Jsou to téměř jediné typy nadouvadla, které se používají k výrobě pěn s hustotou nižší než  $50 \text{ kg/m}^3$ . [3, 26] Jako fyzikální nadouvadla mohou být použity také permanentní plyny, přičemž mezi nejčastější patří dusík a oxid uhličitý. [2] Oproti chemickým nadouvadlům, fyzikální nadouvadla nemění chemické složení směsi, což má pro určení mechanických vlastností lehčené struktury velký význam. [12]

Na Obrázku 9 lze vidět schéma napěňování polymerní taveniny v jednotlivých stádiích.



Obrázek 9. Schéma napěňování polymerní taveniny plynem. [37]

### 6.1.2 Chemická nadouvadla

Chemická nadouvadla představují jednotlivé sloučeniny nebo směsi sloučenin, které zahřátím na určitou teplotu uvolňují plyn, jako je dusík či oxid uhličitý. Jsou to obecně anorganické nebo organické sloučeniny s nízkou molekulovou hmotností, obvykle dodávané ve formě prášku nebo polymerních pelet. Příklady anorganických chemických nadouvaladel zahrnují hydrogenuhličitan sodný, uhličitan amonný, hydrogenuhličitan amonný či azid vápenatý. Mezi zástupce organických nadouvaladel patří azodikarbonamid, hydrazokarbonamid, benzensulfonyl hydrazid, dinitrosopentamethylentetramin, toluensulfonyl hydrazid, p, p'-oxybis (benzensulfonylhydrazid), azobisisobutyronitril a azodikarboxylát barnatý. [26]

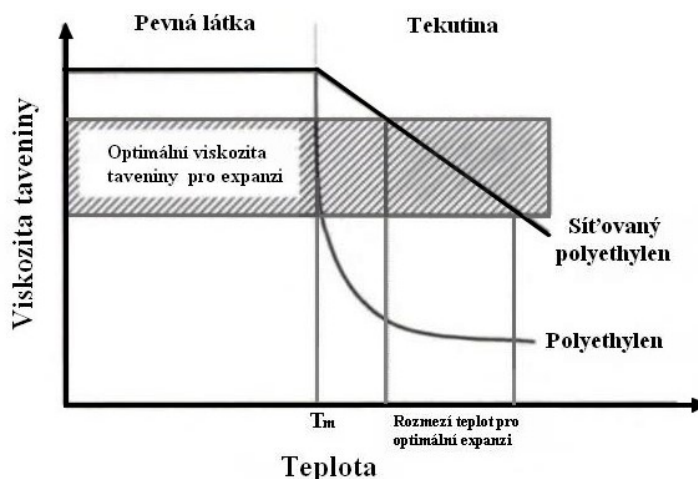
## 6.2 Síťovadla

Existují tři možnosti síťování polyolefinů, a to síťování peroxidy, zářením a síťování silanovými sloučeninami. Při zvýšené teplotě klesá viskozita polymeru, díky čemuž může docházet k nestabilitě taveniny a k následnému prasknutí buněčných stěn. V procesech, kde dochází k expanzi zahříváním je nutno stabilizovat buňky zesíťováním polymeru. Síťovadla stabilizují buňky během expanze, chrání před možným kolapsem, oddalují pokles smykové viskozity polymerní taveniny a rozšiřují zpracovatelské okno výroby pěn. [23]

Síťování peroxidy se využívají ve značné míře např. v aplikacích na potrubí pro vodu a plyn či kabelové izolace, avšak výroba klade vysoké nároky a proces musí být přísně kontrolován. Na druhou stranu síťování pomocí záření probíhá při pokojové teplotě, vyšší rychlostí a až po zpracovatelském procesu, tedy na hotovém výrobku. Ačkoliv zde dochází

ke zlepšení mnoha vlastností (zvýšení pevnosti a tvrdosti, snížení tažnosti, potlačení krípu, zlepšení zotavení materiálu po zatížení), není tento způsob síťování tolik využíván kvůli vysokým nákladům. [23, 38]

Další způsob síťování se provádí pomocí silanu, kde je možné použít běžné výrobní zařízení a nadouvadla, zpracovatelnost je poměrně snadná, a i řízení procesu síťování je poměrně jednoduché v porovnání s chemickým. Silanové skupiny se roubojí na polymer během míchání a k zesíťování dochází až po vystavení vlhkosti (nebo páry). [3] U tohoto procesu není potřeba vyšších teplot, ale pouze vyšší vlhkosti, kdy je možné připravit lehčené výrobky z různých materiálů a v širším zpracovatelském okně. Závislost viskozity taveniny na teplotě je zobrazena na Obrázku 10. Je zřejmé, že při použití síťovadla zůstává viskozita taveniny v optimálním rozmezí pro expanzi oproti viskozitě taveniny samotného polyethylenu.



Obrázek 10. Viskozita taveniny polymeru po síťování. [38]

### 6.3 Aktivátory

Použití aktivátorů v polymerních pěnách má podstatný vliv na reologii, rozměrovou stabilitu a fyzikální vlastnosti zahrnujících sloučeniny titanu, terciální aminy či kvarterní amoniové soli. [3] Rozklad je řízen použitím aktivátorů, jako je oxid zinečnatý nebo organozinkový komplex, které mohou být zabudovány do dodaného materiálu nebo smíchány později, jako součást směsi. Další aktivátory zahrnují stearát zinečnatý, močovinu, alkoholické aminy a některé organické kyseliny, jako je kyselina stearová. [3]



## 6.4 Ostatní aditiva

Mezi další aditiva patří povrchově aktivní látky, které řídí velikost buněk a umožňují mísitelnosti směsí nekompatibilních činidel. Mohou stabilizovat počáteční disperzi kapalina-vzduch (řízení počtu buněk), mohou emulgovat a stabilizovat směs nekompatibilních činidel. Stabilizátory zabraňují tepelné degradaci, kde např. azodicarbonamid může fungovat jako stabilizátor a také jako aktivátor. [3] Mezi hlavní stabilizátory polyolefinových pěn patří glycerol monostearát. [39] Přidávány jsou také retardéry hoření, pro vytvoření ohnivzdorných pěn, přičemž nejúčinnější jsou systémy oxidu antimonitého / halogenu. [3]

## 7 TESTOVÁNÍ POLYMERNÍCH PĚN

Mechanické testování polymerních pěn lze rozdělit dle různých hledisek, a to zejména dle časového na

- krátkodobé
- dlouhodobé

dle charakteru působící síly na

- statické
- dynamické

a dle způsobu namáhání nejčastěji na

- tahové
- tlakové
- ohybové

V případě lehčených struktur je deformační chování složité a celková deformace bývá tedy navíc časově závislá. Při krátkodobém zatěžování se pěny chovají jako tuhý a pevný materiál, zatímco při dlouhodobém zatěžování je jejich deformace větší a chovají se jako poddajný až plastický materiál.

Viskoelastické materiály vykazují jevy jako je kríp (tok za studena), kdy při konstantním napětí dochází ke změně deformace v závislosti na čase a relaxaci, kdy nastává změna napětí při konstantní deformaci v čase.

### 7.1 Kríp

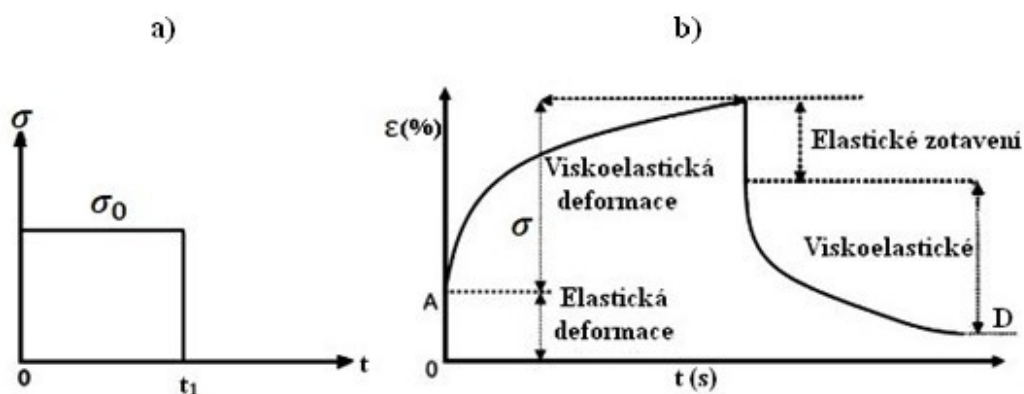
Kríp (tok za studena) neboli odolnost proti dlouhodobému tlakovému zatížení je pomalá, nepřetržitá deformace materiálu za stálého napětí. Přestane-li po určité době působit na těleso napětí, snaží se zdeformované těleso vrátit do původního nedeformovaného stavu. Tomuto následnému ději se říká elastické zotavení neboli zpětný kríp. Na rozdíl od kovů, polymery podléhají tečení i při pokojové teplotě. Odezva tečení na konstantní napětí působící v čase  $t = 0$  je znázorněna na Obrázku 10a. Po aplikaci napětí je pozorována okamžitá deformace  $\varepsilon_0$ , které je úměrná aplikovanému napětí a dále pak následuje postupné zvyšování napětí, jak je znázorněno na Obrázku 10b. V rovnici 8 je celková deformace  $\varepsilon(t)$  představována jako součet okamžité elastické deformace  $\varepsilon_0$  a deformace při tečení  $\varepsilon_c$  v kterémkoli okamžiku tj. [4]

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \varepsilon_c \quad (8)$$

Poměr celkové deformace na použité konstantní napětí  $\sigma_0$  se nazývá kríp D (poddajnost), uvedený v rovnici 9.

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} \quad (9)$$

Výsledkem kríповé zkoušky je tedy závislost velikosti protažení vzorku (deformace) na čase při konstantním zatížení. (Obrázek 11) Obecně lze kríp popsat ve třech fázích: primární, sekundární a terciární. V první fázi materiál podléhá rychlému a náhlému nárůstu protažení, tvořeným elastickou a plastickou deformací, sekundární oblast je charakterizována konstantní rychlostí a konstantním přírůstkem protažení v čase, ve třetím stádiu se rychlost deformace zvyšuje a na konci nastává zlom či destrukce zkušebního materiálu.

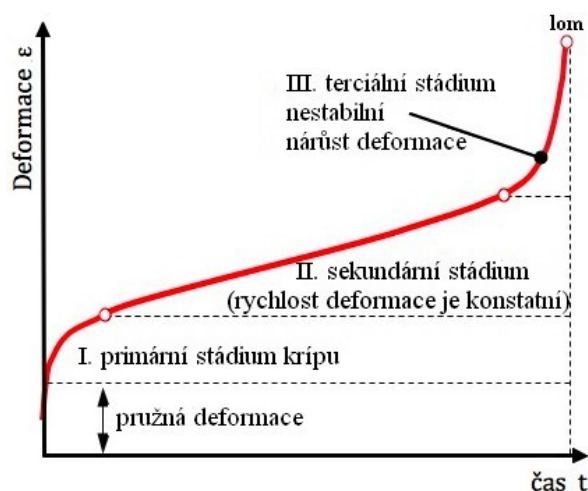


**Obrázek 11.** Kríp a) Průběh zatěžujícího napětí v čase. b) Průběh deformace od zatěžujícího napětí v čase (kríp) a po uvolnění napětí (elastické zotavení). [4]

Porozumění chování materiálu při tečení je důležité při navrhování a výrobě, aby nedocházelo k rozměrové nestabilitě konečného produktu, či selhání při aplikovaném konstantním napětí, které je výrazně nižší než konečná pevnost v tahu. Reologický aspekt jako je kríp, lze pozorovat v mnoha inženýrských materiálech, jako jsou kovy, polymery, keramika, beton, zeminy, horniny, led atd. Kríp viskoelastické nebo viskoplastické deformace a zlomy při tečení v technických strukturách jsou výsledkem času a teploty při vystavení určité zátěži. Zejména v prostředí s vysokou teplotou má kríp významný dopad na strukturální nebo komponentní odezvu. Například kríповé chování kompozitů vyztužených

vlákný závisí na faktorech jako je chování matrice při tečení, elastické a lomové chování vláken, geometrie a uspořádání vláken a mezifázové vlastnosti vlákno-matrice.

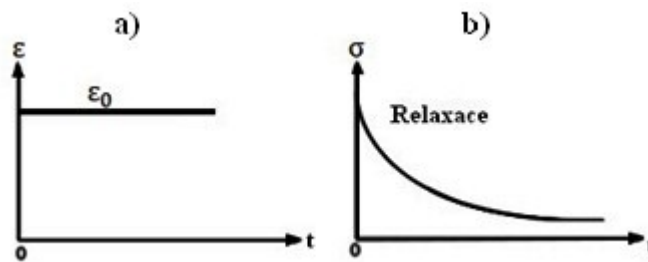
Křípové křivky (Obrázek 12) jsou stanovovány experimentálně po dobu několika týdnů či měsíců a následně jsou výsledky predikovány na základě matematických výpočtů. Z křípových křivek lze odečtením deformace v daném čase pro různé hodnoty napětí sestavit tzv. izochronní křivku (napětí vs. deformace). S její pomocí je možné odhadnout deformaci pěny po určité době namáhání, resp. lze pro maximálně přípustnou deformaci a požadovanou dobu namáhání (životnost) odhadnout maximálně přípustné zatížení. [4]



Obrázek 12. Křípová křivka a její stádia [40]

## 7.2 Relaxace

U polymerních pěn lze sledovat také jejich relaxaci. Při konstantní deformaci (obvykle 25 % tloušťky vzorku) je zde v čase sledován pokles napětí ve zkušebním vzorku. (Obrázek 13) Tedy, vzorek je stlačen na stanovenou hodnotu deformace, která uvnitř vzorku vyvine jisté napětí. V čase je poté sledováno uvolňování napětí ze vzorku. Proces zodpovědný za uvolňování napětí může být chemického nebo fyzikálního charakteru. Při běžných podmínkách se oba typy procesu objevují současně. Nicméně při nízkých nebo normálních teplotách a/nebo krátkém čase dominuje relaxační zátěž fyzikálními procesy, zatímco v dlouhodobém časovém období nebo vysokých teplotách dominují chemické procesy. Klíčovým faktorem při dosažení dobré reprodukovatelnosti při provádění testu relaxace je zajištění konstantní teploty a stlačení v průběhu všech měření. [41]

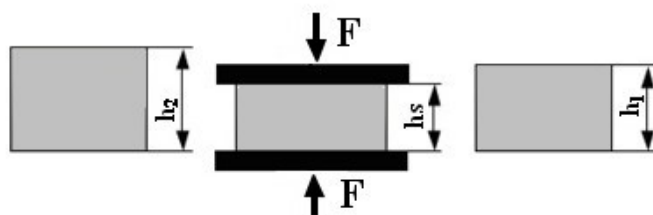


**Obrázek 13.** Relaxace a) Průběh při aplikaci konstantní b) Průběh relaxace v čase po definované deformaci [4]

### 7.3 Trvalá deformace

Kríp v elastomerech a pěnách lze hodnotit pomocí testů, které měří trvalou deformaci v tlaku při standardní, zvýšené nebo snížené teplotě. Trvalá deformace v tlaku umožňuje testovat zbytkovou deformaci pružných pěn a elastomerů, které byly předtím vystaveny konstantnímu zatížení po určitou dobu. Zkouška spočívá ve stlačení vzorku pěny se standardními rozměry až do 50, 75 a 90 % jeho původní tloušťky nebo 22 h při teplotě 70 °C. Poté se zátěž odstraní a vzorek se nechá po určitou dobu odpočívat při 23 °C a opět se změří jeho tloušťka. Trvalá deformace je vyjádřena procentem ztráty tloušťky ve srovnání s původní velikostí. Kompresní zařízení se skládá ze dvou tuhých plochých kovových desek a sady rozpěr, které umožňují udržovat desky rovnoběžné v předem stanovených vzdálenostech. [41] Na základě výšky kovové vložky ( $h_s$ ) způsobující stlačení tělesa (předepsanou deformaci), z výšky tělesa před ( $h_0$ ) a po zkoušce ( $h_1$ ) se vypočítá hodnota trvalé deformace, která charakterizuje schopnost zotavení elastomeru po deformaci a u pryží je také indikátorem dosažené vulkanizace, viz rovnice 10 a Obrázek 14.

$$\frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_s} \cdot 100[\%] \quad (10)$$



**Obrázek 14.** Stanovení trvalé deformace vzorku. [40]

## 7.4 Tvrdość

Ve většině aplikací polymerních pěn se využívá nějakého typu tlumení, a proto je důležité znát parametr tvrdosti, abychom zjistili, jak velkou sílu můžeme vyvinout, či jak velkou váhu je daný produkt schopen unést. Při měření tvrdosti v praxi je uplatňována fyzikální vlastnost označována jako odpor proti vtláčení neboli indentation force deflection (IFD). Měřicí kruhové tělísko má obvykle daný rozměr plochy  $A = 323 \text{ cm}^2$ , která tlačí na vzorek pěny tvaru čtverce, obvykle o tloušťce 100 mm a ploše  $2500 \text{ cm}^2$  (ASTM D 3574) [42] podepřené na plochém stole. [43] U vysoko hustotních pěn lze použít ruční tvrdoměr (durometr), na kterém se měří síla potřebná k stlačení tělíska do pěny o definované hloubce. Kromě odporu proti vtláčení se používá u větších vzorků ještě metoda odpor proti stlačení-compression force deflection (CFD), kde má tělísko sice stejný rozměr, jako u metody IFD, ale velikost vzorku je oproti metody IFD menší než měřicí tělísko. Pěny jsou obvykle pro nábytkářský průmysl testovány a stlačovány na 25 % a 65% stlačení, proto také hodnoty 25 % IFD a 65 % IFD pro specifikaci oblasti použití s hodnotami IFD a hustotou. V Evropě jsou určovány hodnoty IFD v N, po přepočítání síly. Pro příklad, super měkký materiál nejnižší kategorie IFD je srovnatelný s polštáři vyplněnými polyesterovými vlákny. [43]

## 7.5 Pružnosť

Dalším testovaným parametrem je pružnosť, která je nejčastěji měřena padající ocelovou kuličkou na vzorek pěny. Jedná se o zkoušku odrazem zkušebního tělesa, kdy se zjišťuje výška jeho odskoku od měřené plochy. Zkouška odskoku kuličky je odlišná od zkoušky tvrdosti, jelikož indikuje stav pěny. Pěny s malou pružností, označovány také jako viskoelastické, jsou energii absorbující pěny s charakteristicky nízkou hodnotou při zkoušce odskoku kuličky. Struktura s uzavřenými buňkami je více schopná odolávat vnějším poruchám, kdy tedy významnou roli hraje pružnosť struktury. Dostatečně elastická polymerní pěna absorbuje energii deformováním buňky a rozptýlí tak náraz, čehož se dá využít u specifických aplikací, jako jsou sedáky, ochrana proti nárazu a tlumení nárazů. [28]

## 7.6 Únava

Od mnoha druhů pěn používaných například v kobercových výstelkách a sedacích aplikacích, se očekává, že budou poskytovat vynikající tlumící vlastnosti v nepřetržitém dlouhodobém používání. Odolnosť proti únavě je velmi důležitá jak u výsterek koberců nebo

čalouněného nábytku, tak i v případě sedáků v automobilech, přičemž tloušťka pěny, stlačovací síla a smýkavý pohyb jsou pro zmíněné aplikace zcela odlišné. V průběhu let byly vyvinuty doslova desítky metod testování únavy, které se snaží napodobit konkrétní vlastnosti pěn v závislosti na konečném použití. Všechny dynamické únavové testy podrobují vzorky pěn tisícům cyklů stlačení, přičemž měří měkkost a ztrátu tloušťky. Norma ASTM D3574 [42] uvádí tři základní metody testování únavy. Jednou z nich jsou statické zkoušky, které měří ztrátu statické únavy při konstantní odchylce. Vzorek je zde stlačován na 75 % jeho tloušťky po dobu 22 hodin s následným měřením výsledné hodnoty IFD a ztráty tloušťky 60 minut od skončení testu únavy. U trvalejší únavy by měření mělo proběhnout až po 24 hodinách. Dalšími dvěma metodami jsou dynamické zkoušky únavy, které používají stlačení konstantní silou nebo stlačování za konstantní síly s válcovou součástí. Obecně platí, že pěny s vyšší hustotou fungují lépe v dynamických testech únavy.

[3]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**



## 8 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem této práce je připravit homogenní chemicky lehčené struktury se zvýšenou odolností vůči dlouhodobému mechanickému zatížení (krípu) v tlaku při pokojové a zvýšené teplotě.

Pozornost byla nejprve věnována optimalizaci postupu přípravy směsi určené k chemickému lehčení s následným vypracováním metodiky charakterizace vlastností lehčených struktur s důrazem kladeným na dlouhodobé mechanické zkoušky. Připravené chemicky lehčené struktury jsou následně porovnávány jak mezi sebou, tak i s komerčními fyzikálně lehčenými strukturami.

K přípravě chemicky lehčených struktur byly použity nízko-hustotní polyethyleny LDPE FB 2-17 a LDPE LD 150 a vysoko-hustotní polyethyleny HDPE HYA 800 a HDPE FB 29 spolu s danými typy nadouvadeců v podobě azodikarbonamidu a jedlé sody (hydrogenuhličitan sodný), aktivátory reakce v podobě oxidu zinečnatého a kyseliny citronové a síťovadlem v podobě dicumyl peroxidu.

## 9 PŘÍPRAVA LEHČENÝCH STRUKTUR

K přípravě lehčených struktur byly využity dvě technologie lehčení, a to chemické a fyzikální. Chemické lehčení bylo provedeno lisováním za tepla v laboratořích UTB ve Zlíně, fyzikální lehčení extruzí, ve společnosti SPUR a.s. Detailní popis provedených experimentů přípravy vzorků je uveden v následujících podkapitolách.

### 9.1 Použité materiály a aditiva

Vzorky lehčených struktur byly připraveny ze dvou typů polymerních matric na bázi nízkohustotního polyethylenu. Jedna z nich je typu BRALEN LDPE FB 2-17 (dále označována jako „LDPE 1“) o hustotě  $919 \text{ kg/m}^3$ . Tekutost taveniny tohoto polymeru je vyjádřena hodnotou indexu toku taveniny, ITT ( $190 \text{ }^\circ\text{C}/2,16 \text{ kg}$ ) =  $2 \text{ g}/10 \text{ min}$ . Doporučené teploty zpracování tohoto polymeru jsou od  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  do  $165 \text{ }^\circ\text{C}$ . Druhou matricí je polymer typu LDPE LD 150 AC (dále označována jako „LDPE 2“ o hustotě  $923 \text{ kg/m}^3$ , s hodnotou ITT ( $190 \text{ }^\circ\text{C}/2,16 \text{ kg}$ ) =  $0,75 \text{ g}/10 \text{ min}$ .

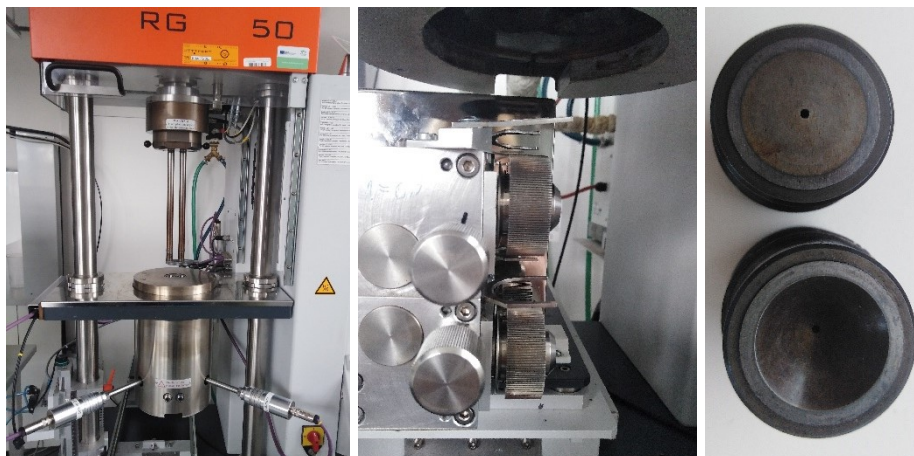
Další vzorky lehčených struktur byly připraveny smícháním polymerní matrice typu 1 s dvěma typy vysokohustotního polyethylenu, a to typu HDPE HYA 800 (dále označován jako „HDPE 1“) ve 2 a 5 hmot.% s hustotou  $961 \text{ kg/m}^3$  a trojnásobně nižší hodnotou ITT ( $190 \text{ }^\circ\text{C}/2, 16 \text{ kg}$ ) =  $0,7 \text{ g}/10 \text{ min}$  a typu Liten HDPE FB 29 (dále označován jako „HDPE 2“) ve 2 a 5 hmot.%, s hustotou  $952 \text{ kg/m}^3$  a třináctinásobně nižší hodnotou ITT ( $190 \text{ }^\circ\text{C}/2,16 \text{ kg}$ ) =  $0,15 \text{ g}/10 \text{ min}$ .

K přípravě chemicky lehčených struktur byly použity aditiva v podobě exotermního typu nadouvadla azodikarbonamidu (97 %-tní) od firmy Sigma Aldrich, (USA) a endotermního typu v podobě jedlé sody. Aktivátory reakce byly použity oxid zinečnatý o čistotě 99,8 % s hustotou  $5,6 \text{ g/cm}^3$  a kyselina citronová. Síťovadlem reakce byl použit 98 %-tní dikumyl peroxid (1-methyl-1-phenylethyl) s molekulovou hmotností  $M_w = 270,37 \text{ g/mol}$  od firmy Sigma Aldrich (USA).

Při fyzikálním lehčení byl jako nadouvadlo použit pod tlakem vstříkovaný kapalný plyn, izobutan, talek jako nukleační činidlo a glycerol monostearát jako stabilizátor.

### 9.1.1 Analýza tokových vlastností použitých materiálů

K určení tokových vlastností polymerů byl použit vysokotlaký kapilární viskozimetr Göttfert RG 25-50 doplněný systémem Rheotens k měření elongační viskozity. (Obrázek 15)

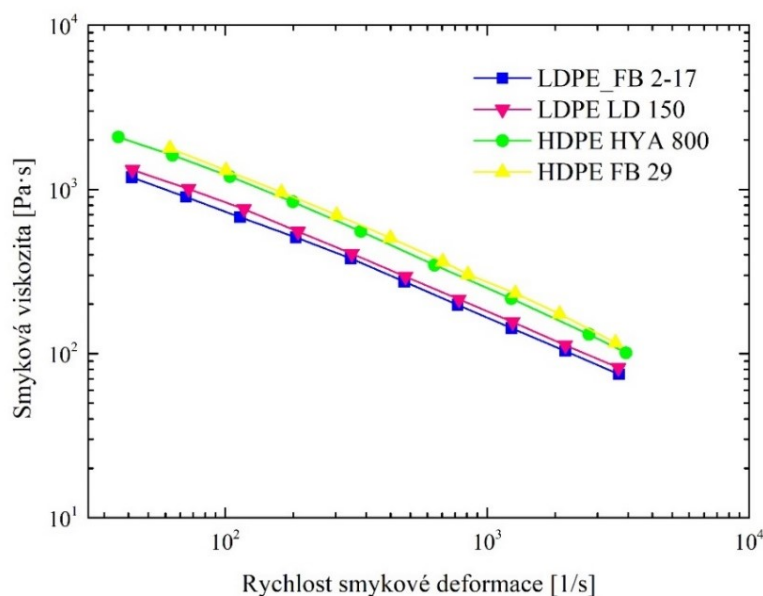


**Obrázek 15.** Kapilární reometr (vlevo), systém dvou ozubených válečků Rheotens (uprostřed), kapiláry o průměru 1 mm a délkách 20 a 0 mm (napravo).

#### 9.1.1.1 Smyková viskozita

K určení smykové viskozity je nutné znát tlakový spád měřený před vstupem do kapilár definovaných rozměrů, skrz které je pístem protlačována polymerní tavenina při dané teplotě a rychlosti pístu. K získání skutečných (korigovaných) experimentálních dat smykové viskozity je nutné provést korekce na koncové jevy v kapiláře, tedy korekce smykového napětí (Bagley korekce) a korekce rychlosti smykové deformace (Rabinowitsch korekce).

Ke stanovení smykové viskozity byly použity kapiláry o průměru 1 mm a délkách 0 mm a 20 mm. Smyková viskozita byla měřena při teplotě 180 °C, v rozmezí zdánlivých rychlostí smykových deformací od 35 do 2000 s<sup>-1</sup> vygenerovaných pohybem pístu o průměru 15 mm.



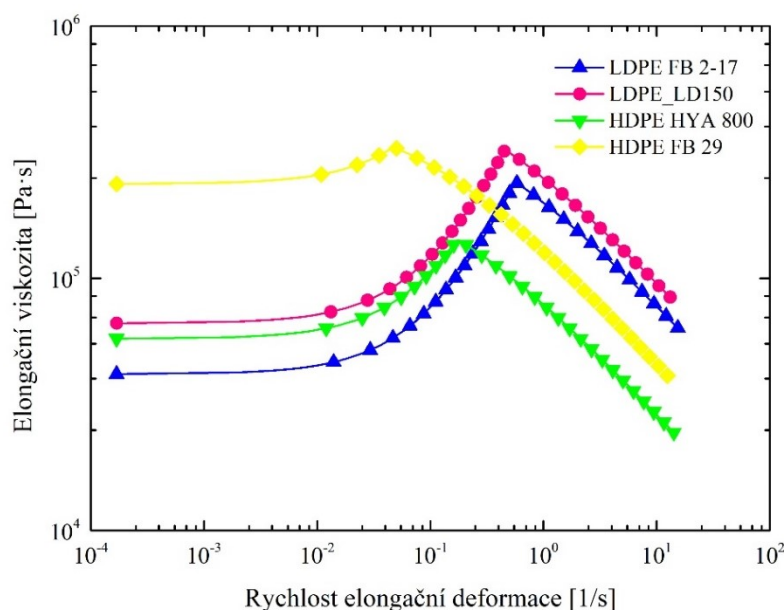
**Obrázek 16.** Závislost smykové viskozity na rychlosti smykové deformace.

Z vyhodnocených tokových křivek polymerů (Obrázek 16) je zřejmé, že LDPE polymery se při svém zpracování chovají velmi podobně. Stejně tak je to i v případě obou HDPE materiálů. Je zřejmé, že HDPE polymery jsou více viskózními než LDPE polymery. Avšak, z pohledu zpracování mají všechny zmíněné polymery podobné tokové vlastnosti. Navíc, všechny křivky mají podobné směrnice (index neneutonského chování), což je z pohledu záměny jednoho materiálu druhým či změně rychlosti zpracování výhodné, protože změna smykové viskozity bude přibližně stejná.

### 9.1.1.2 Elongační viskozita

Elongační viskozitu lze stanovit pomocí zařízení Rheotens umístěného pod výstupem z kapiláry reometru. Jedná se o sestavu dvojic rotujících ozubených válečků umístěných na velmi citlivé váze. Polymerní tavenina v podobě struny je pístem protlačována konstantní rychlostí skrz definovanou kapiláru a je vedena mezi zrychlující se válečky, díky čemuž je na váze zaznamenávána síla potřebná k protažení polymerní struny a z ní následně vyhodnocena elongační viskozita určující pevnost taveniny.

Stanovení elongační viskozity bylo provedeno při teplotě 180 °C využitím kapiláry o délce 20 mm s co největším průměrem (2 mm), k zajištění co nejvyšší zaznamenané síly na vahách. Rychlost pístu (0,3 mm/s) odpovídala rychlosti smykové deformace 67,5 s<sup>-1</sup>. Zrychlení válečků (5 mm/s<sup>2</sup>) na vahách mělo exponenciální charakter, a to od 16,9 mm/s až po utržení polymerní struny.



**Obrázek 17.** Elongační viskozita materiálů v závislosti na rychlosti elongační deformace.

Z vyhodnocených elongačních křivek polymerů (Obrázek 17) je zřejmé, že polymer HDPE HYA 800 (neboli „HDPE 1“) dosahuje nejnižší pevnosti taveniny. Naopak, polymer HDPE FB29 (neboli „HDPE 2“) dosahuje nejvyšší pevnost taveniny při nízkých hodnotách rychlostí elongační deformace. Je zřejmé, že velkého zpevnění, tzv. strain hardening, je dosaženo v případě polymeru LDPE FB2-17 (neboli „LDPE 1“) dosahujícího navíc nejvyšší pevnosti v oblasti vyšších rychlostí elongační deformace, blízké procesu napěňování. Největší pevnost taveniny je dosažena v případě polymeru LDPE LD150 (neboli „LDPE 2“).

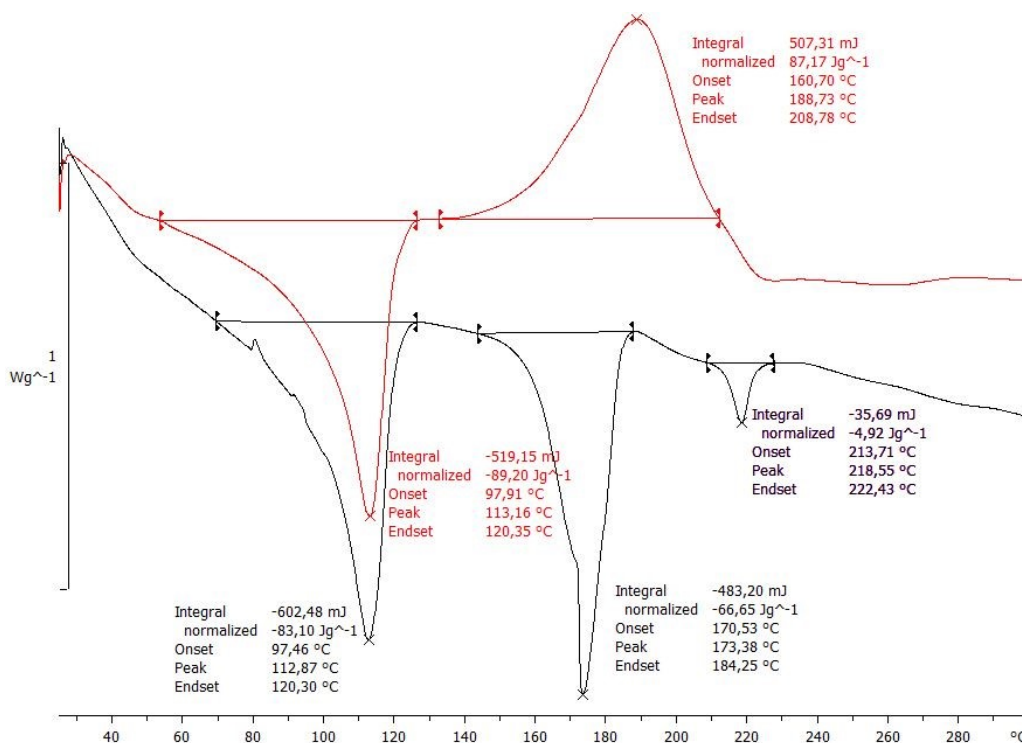
Srovnáním smykových a elongačních viskozit materiálů lze vidět, že přestože je rozdíl v tokových vlastnostech HDPE polymerů podobný, v případě elongace dosahují naprosto odlišných vlastností. V případě LDPE polymerů rozdíl není tak významný.

### 9.1.2 Analýza teploty rozkladu použitých aditiv

Testy diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) byly prováděny na přístroji Mettler DSC-1, Mettler, Toledo, (Switzerland) v atmosféře dusíku při rychlosti zahřívání 10 °C / min za účelem zkoumání tepelných vlastností směsí pomocí analyzátoru NETZSCH DSC204 F1 (NETZSCH, Selb, Německo). Vzorky byly zahřívány z teploty 25 °C na 300 °C. Výsledky byly dále vyhodnocovány pomocí software Star System (Mettler Toledo).

Testovány byly dvě směsi pro chemické lehčení jedna s azodikarbonamidem a druhá se sodou a byly zjišťovány teploty tání jednotlivých složek. Obě tato nadouvadla fungovala odlišně s jinými teplotami tání, a proto měla vliv na expanzi dané pěny.

Na obrázku 18 můžeme vidět křivky DSC směsi s nadouvadlem azodikarbonamidem a jedlou sodou. Teplota tání pro LDPE byla u obou případů 112 °C. Směs s jedlou sodou podléhala při zahřívání endotermní reakci, teplota tání sody je zde 174,5°C. Reakce začíná až od 150 °C, na rozdíl od směsi s azodikarbonamidem, kde byl použit aktivátor a reakce začíná už kolem 130-140°C. Tato reakce je naopak exotermní. Teplota tání azodikarbonamidu je zde ve směsi 188,9°C. Použití aktivátoru oxidu zinečnatého způsobilo zahájení reakce při nižších teplotách, proto ponechání směsi v hnětiči déle způsobilo částečné napěnění, a tudíž i špatnou schopnost pěnění v průběhu lisování v hydraulickém lise za zvýšené teploty.



**Obrázek 18.** Vyhodnocení DSC analýzy směsí před zpěněním s nadouvadly azodikarbonamid (červená křivka) a jedlá soda (černá křivka).

## 9.2 Příprava fyzikálně lehčených struktur

Komerční fyzikálně lehčená struktura byla vyrobena na poloprovozní lince ve společnosti SPUR a.s. procesem extruze. V průběhu procesu byl do polymerní taveniny pod

tlakem vstřikován kapalným plynem, izobutanem. Následovala homogenizace plynu s polymerní směsí. Tato směs byla poté ochlazována na teplotu napěňování a dále vytlačována přes výstupní hubici vytlačovací hlavy. Za hubicí docházelo k expanzi polymerní směsi do výsledného tvaru, chlazení a následnému zrání ve skladu po stanovenou dobu. Takto připravené lehčené směsi jsou využívány především ve stavebnictví, jako zvukové a izolační vrstvy. Díky modifikaci základních směsí lze dosáhnout lepších mechanických vlastností, za účelem využití např. v nábytkářství, v podobě podkladů pro plovoucí podlahy.

Připravené směsi byly tedy vytlačovány za běžných zpracovatelských podmínek na laboratorním extruzním stroji ve společnosti SPUR a.s. Nejprve byly připraveny vzorky ze standardní směsi (reference) s označením „směs 1“. Ačkoliv byly připraveny také vzorky ze „směsí 2 a 3“ obsahující přísadku HDPE HYA 800 v množství 2 a 5 hm.%, pro další testování lehčených struktur byla využita pouze referenční směs na bázi nízkohustotního polyethylenu. Lehčené vzorky připravené ze všech zmíněných směsí byly po nalehčení odtahovány stejnou rychlostí a sekány na stejné rozměry. Hustota vyrobených fyzikálně lehčených struktur se pohybovala v rozmezí 21 až 25 kg/m<sup>3</sup>.

### 9.3 Příprava chemicky lehčených struktur

K přípravě chemicky lehčených struktur byly využity výše zmíněné nízkohustotní polyethyleny LDPE FB 2-17 (LDPE 1) a LDPE LD 150 (LDPE 2), vysokohustotní polyethyleny HDPE HYA 800 (HDPE 1) a HDPE FB 29 (HDPE 2) a k nim přidána aditiva v podobě nadouvadla typu azodikarbonamidu a jedlé sody, aktivátory reakce v podobě oxidu zinečnatého a kyseliny citronové a síťovadlo v podobě dikumyl peroxidu.

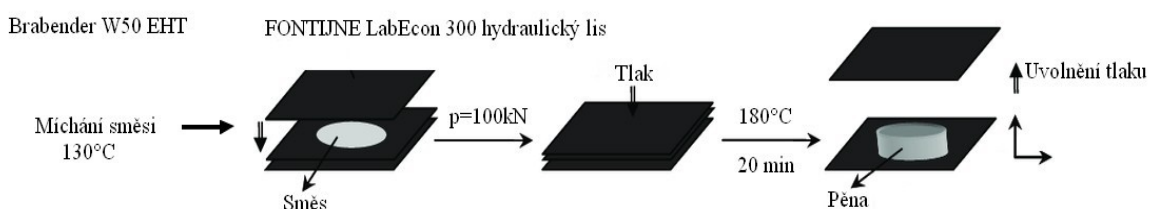
#### 9.3.1 Míchání směsí

K míchání výše zmíněných polymerů a aditiv byla využita temperovaná hnětací komůrka Brabender W50 EHT o objemu 50 cm<sup>3</sup>.

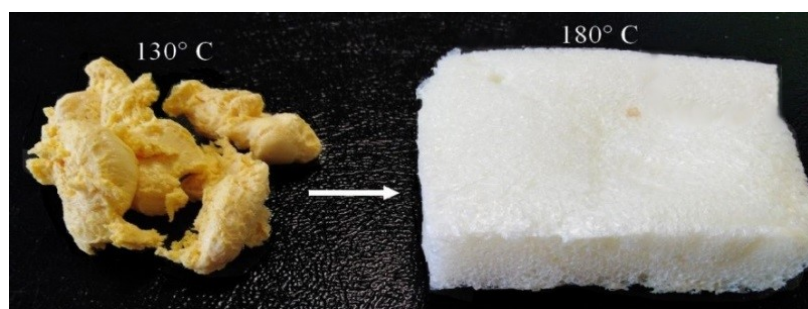
Příprava homogenní polymerní směsi spočívala vždy nejprve v naplnění hnětací komůrky polymerem tvořícím matici směsi (40 g, 100 % polymerní matrice) s následným přidáváním aditiv v daných časových intervalech v pořadí nadouvadlo, aktivátor, síťovadlo. Množství aditiv je ve směsi definováno v jednotkách php (dílů na sto dílů polymeru – „parts per hundred parts of polymer“). Jejich množství bylo nutno optimalizovat za účelem dosažení homogenní lehčené struktury o dané tloušťce a hustotě. Detailněji popsáno v následujících podkapitolách.

### 9.3.2 Napěňování připravených směsí

Lehčené struktury byly připraveny lisováním v hydraulickém lise FONTIJNE LabEcon 300 při teplotě 180 °C a tlaku 100 kN po dobu 20 minut. (Obrázek 19) Teplota rozkladu azodikarbonamidu, exotermního typu nadouvadla, se pohybuje mezi 190 a 240 °C. [44] Jelikož tato teplota může být příliš vysoká z hlediska teploty tání polyethylenu (110 °C), používá se ke snížení teploty rozkladu azodikarbonamidu různých typů iniciátorů [45], v našem případě oxidu zinečnatého. Při zahřátí se azodikarbonamid rozkládá hlavně za uvolňování plynného dusíku a malého množství amoniaku. [46] Po otevření lisu po 20-ti minutách, dochází k uvolnění tlaku a okamžité expanzi směsi. Výsledná lehčená struktura (Obrázek 20) byla poté přirozeně ochlazována na teplotu okolí. Obdobným způsobem se postupovalo v případě směsi, ve které bylo nadouvadlo zastoupeno jedlou sodou.



**Obrázek 19.** Schéma postupu procesu míchání a lisování lehčených struktur.

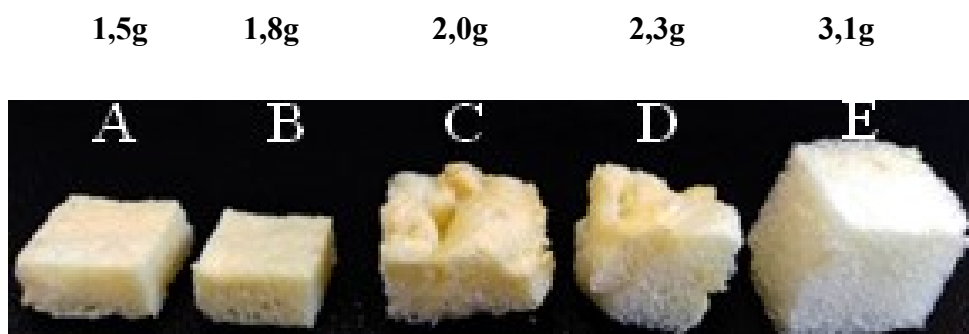


**Obrázek 20.** Lehčená pěna vyrobená lisováním připravené směsi.

### 9.3.3 Optimalizace přípravy vzorků

K dosažení homogenní lehčené struktury o dané tloušťce (15 mm) s nízkou hustotou bylo nejprve nutné provést optimalizaci množství směsi určené k napěňování v lisovací formě. Vývoj přípravy lehčené struktury lze pozorovat na Obrázku 21. Se zvyšujícím se množstvím materiálu byla získávána kompaktnější lehčená struktura s větším množstvím vzduchových cel.





Obrázek 21. Množství směsi napěňované v lisovací formě o objemu 8,5 cm<sup>3</sup>.

Optimální množství směsi při definovaném objemu lisovací formy bylo stanoveno u vzorku s označením „E“ (3,1 g/8,5 cm<sup>3</sup>), dosahujícího požadované tloušťky 15 mm. Z tohoto množství se následně vycházelo při přípravě dalších vzorků lehčených struktur s cílem snížení jejich hustoty.

Z důvodů navýšení zisku množství vzorků po jednom cyklu lisování, byla navýšena navážka polymerní směsi z 8,5 cm<sup>3</sup> na 28,8 cm<sup>3</sup> s přepočtením hmotností jednotlivých složek směsi.

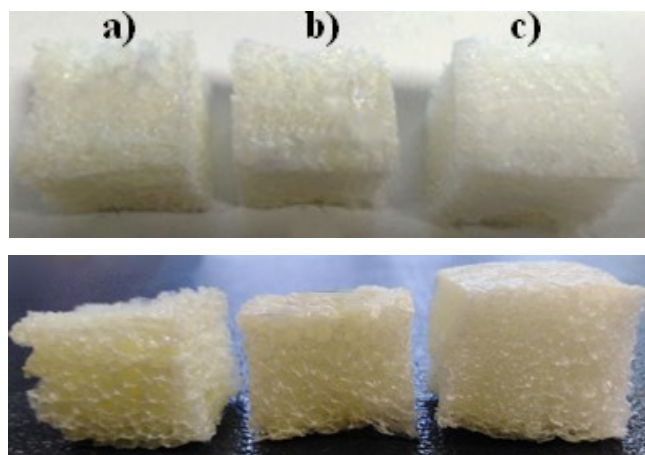
Bylo zjištěno, že od určitého množství materiálu ve formě se již hustota začíná opět zvyšovat, což nebylo v tomto případě žádané. Množství směsi je tedy důležité pro dostatečnou expanzi a získání co nejvíce homogenní směsi.

Pro finální přípravu lehčených vzorků, byl velmi důležitým faktorem vliv množství nadouvadla na výslednou hustotu struktury (Tabulka 1).

**Tabulka 1.** Vliv zvyšovaného množství nadouvadla na výslednou hustotu struktury

Série	ACA [php]	ZnO [php]	DP [php]	Hustota struktury [kg/m <sup>3</sup> ]
a)	10	4	1	40,7
b)	12	4	1	34,5
c)	14	4	1	24,5

Na Obrázku 22 můžeme vidět připravené série lehčených struktur, kdy bylo zvyšováno množství nadouvadla ve směsi a následně byla směs lisována v hydraulickém lisu. Se zvyšujícím se množstvím nadouvadla byla získávána lehčená struktura s větším množstvím vzduchových cel. Struktura byla také jemnější a při použití 14 php nadouvadla byla získána hustota 24,5 kg/m<sup>3</sup>. Další zvyšování nadouvadla již nevedlo ke snížení hustoty, a tak bylo množství 14 php ACA použito ve všech finálních směsích (Tabulka 2).



**Obrázek 22.** Přípravené lehčené struktury se zvyšujícím se množstvím nadouvadla. a) 10 php, b) 12 php, c) 14 php.

**Tabulka 2.** Množství a typ aditiv finálních směsí k přípravě lehčené struktury.

Označení směsi	Nadouvadlo [php]	Aktivátor [php]	Sít'ovadlo [php]
Směs č. 1	Azodikarbonamid 14	Oxid zinečnatý 4	Dikumyl peroxid 1
Směs č. 2	Jedlá soda 14	Kyselina. citronová 2	Dikumyl peroxid 1

V tabulce 3 jsou uvedeny poměry aditiv ve směsích pro vzorky, na kterých již bylo prováděno veškeré testování. Takto připravené směsi jsou nachystány na chemické lehčení vyjma vzorků 9 a 10, které jsou připravovány přímo extruzí a aditiva se zde smíchají již v extrudéru

**Tabulka 3.** Složení polymerní směsi k přípravě chemicky lehčených struktur, složených z přísad azodikarbonamidu (ACA), oxidu zinečnatého (ZnO) a z dikumyl peroxidu (DP).

Označení směsi	Matrice	Přídavek HDPE	Nadouvadlo [php]	Aktivátor [php]	Sít'ovadlo [php]
LDPE 1 +izobutan	LDPE FB 2-17		izobutan		
LDPE 1 +ACA	LDPE FB 2-17		ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]
LDPE1 +HDPE 1_2 % +ACA	LDPE FB 2-17	HDPE HYA 800 (2 %)	ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]
LDPE 1 +HDPE 1_5 % +ACA	LDPE FB 2-17	HDPE HYA 800 (5 %)	ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]
LDPE 1 +HDPE 2_2 % +ACA	LDPE FB 2-17	HDPE FB 29 (2 %)	ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]
LDPE 1 +SODA	LDPE FB 2-17		SODA [14]	kys. citronová [2]	DP [1]
LDPE 1 + HDPE 1_2 % +SODA	LDPE FB 2-17	HDPE HYA 800 (2 %)	SODA [14]	kys. citronová [2]	DP [1]
LDPE 1 +HDPE 2_2 % +SODA	LDPE FB 2-17	HDPE FB 29 (2 %)	SODA [14]	kys. citronová [2]	DP [1]
LDPE 1 +HDPE 1_5 % +SODA	LDPE FB 2-17	HDPE HYA 800 (5 %)	SODA [14]	kys. citronová [2]	DP [1]
LDPE 2 +ACA	LDPE LD 150 AC		ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]
LDPE 2 +HDPE 1_2 % +ACA	LDPE LD 150 AC	HDPE HYA 800 (2 %)	ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]
LDPE 2 +HDPE 2_2 % +ACA	LDPE LD 150 AC	HDPE FB 29 (2 %)	ACA [14]	ZnO [4]	DP [1]

## 10 METODIKA CHARAKTERIZACE VLASTNOSTÍ LEHČENÝCH STRUKTUR

Vlastnosti připravených lehčených vzorků z různých polymerních směsí byly poté analyzovány na základě připravené metodiky charakterizace lehčených struktur.

### 10.1 Stanovení hustoty lehčených struktur

Hustota připravených lehčených struktur byla charakterizována třemi metodami, a to přímou metodou, hydrostatickou metodou a pomocí plynového pyknometru s metodou Ultrafoam.

#### 10.1.1 Přímá metoda

Určení hustoty lehčené struktury přímou metodou spočívá ve zvážení vzorku na vzduchu a změření jeho rozměrů s následným podílem hmotnosti a objemu vzorku.

#### 10.1.2 Hydrostatická metoda

Měření hustoty hydrostatickou metodou bylo provedeno zvážením lehčeného vzorku na vzduchu a jeho následným ponořením do odměrného válce s definovaným objemem destilované vody o známé hustotě. Dle Archimedova zákona „*Těleso ponořené do tekutiny, která je v klidu, je nadlehčováno silou rovnající se tíze tekutiny stejného objemu, jako je ponořená část tělesa.*“ vytlačí vzorek jistý objem kapaliny. Tedy, podílem hmotnosti vzorku hodnotou změny objemu je získána hustota lehčené struktury.

#### 10.1.3 Plynový pyknometr

Hustota lehčených vzorků byla také měřena pomocí plynového pyknometru Ultrafoam 1200e, kde do měřicí komory definovaného objemu byl vložen zvážený a změřený vzorek. Měřicí komora byla poté natlakována dusíkem v plynném stavu pod tlakem 40kPa. Výsledná hustota byla následně vypočtena na základě znalosti objemu měřicí komory, rozměrů vzorku, jeho hmotnosti a množství přivedeného plynu. Metoda Ultrafoam obsahuje také možnost korekce, kdy je analyzovaný vzorek nejprve měřen vcelku a následně rozřezán na 8 dílů a znovu analyzován. Rozřezáním vzorku na více dílů se zvyšuje přesnost skutečného objemu porézní struktury.

## 10.2 Analýza struktury lehčených vzorků

Vzhled vnitřní struktury připravených polymerních pěn byl analyzován pomocí rentgenového tomografu a elektronového mikroskopu.

### 10.2.1 CT analýza

Rentgenový tomograf pracuje na základě rozdílu hustot a je výhodný při hledání defektů ve vzorku v podobě nečistot či vzduchových bublin. Tedy, pomocí rentgenového tomografu X-Ray Microtomograf byly skenovány vzorky lehčených struktur s cílem získání informací o vzhledu struktury uvnitř vzorku a počtu uzavřených/otevřených cel.

Takto provedené snímání vzorku je následně upraveno a vyhodnoceno pomocí příslušných softwarů.

Vyhodnocení bylo provedeno pomocí software NRecon, ve kterém se určila oblast vyhodnocování a provedly se korekce a odstranění případného šumu kolem vzorku. V softwaru CTVox byly vyhotoveny modely pěn z jednotlivých skenů tomografu a vytvořena videa. V posledním softwaru CTAN byla provedena 3D analýza lehčené pěny, určen počet uzavřených/otevřených cel a celková porozita.

### 10.2.2 SEM analýza

Pro vyhodnocení morfologie lehčených struktur a zjištění velikosti buněk připravených lehčených struktur byl použit elektronový rastrovací mikroskop TECSAN Vega II LMU. Velikost zvětšení byla volena tak, aby bylo ve struktuře vidět několik cel a mohly tak být porovnány jednotlivé sturuktury mezi sebou.

## 10.3 Mechanické vlastnosti lehčených struktur

### 10.3.1 Kríp a elastické zotavení

Připravené vzorky lehčených struktur o definovaném rozměru byly namáhány staticky na tah pomocí přístroje Testometric MT350-5CT s teplotní komorou. Testy provedené krátkodobě (doba zatěžování v minutách) charakterizují osobu stojící na plovoucí podlaze. Vzorky mohou být testovány také dlouhodobě (v hodinách až dnech) a představují zatížení od stojícího nábytku.

Jelikož je navrhovaná polymerní směs určena k výrobě lehčených struktur používaných v podlahách, jako podklad plovoucí podlahy tlumící krokový hluk a izolující teplo, byly

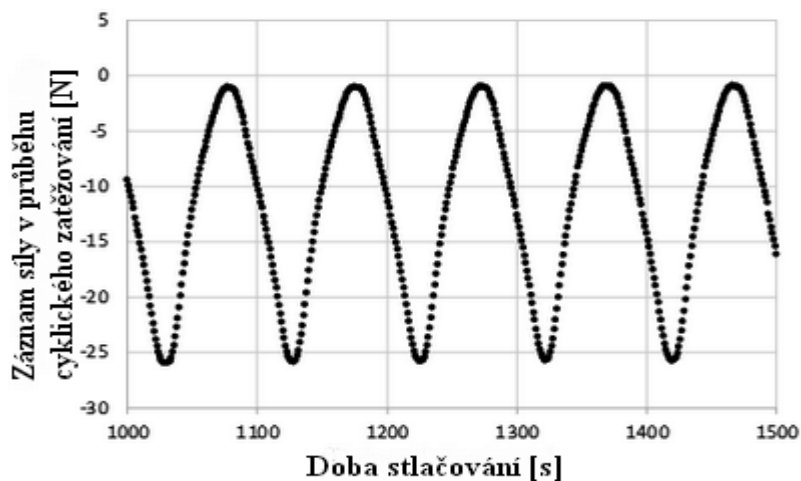
krípkové vlastnosti zkoumány při tlakovém zatížení při pokojové i zvýšené teplotě, charakterizující teplo dodané z podlahového vytápění. K umocnění účinku zvýšené teploty na dlouhodobé mechanické vlastnosti pěny, byly experimenty provedeny při teplotě 60 °C ve vyhřívané temperační komoře.

### 10.3.2 Relaxace

Připravené lehčené vzorky byly dále testovány z pohledu relaxace napětí ve vzorku, a to pomocí přístroje Testometric MT350-5CT s teplotní komorou. K tomuto testování byla využita norma ISO 3384-1 „*Rubber vulcanized or thermoplastic – Determination of stress relaxation in compression – Part 1: Testing at constant temperature*“. Vzorek se zatíží takovou tlakovou silou, aby bylo dosaženo požadované konstantní deformace vzorku (doporučeno 25% tloušťky vzorku), což v našem případě odpovídá 4 mm tloušťky testovaných vzorků. V časových intervalech byl poté sledován pokles napětí (tlakové síly) ve zkušební vzorku při jeho stále konstantní deformaci. Testy relaxace jsou prováděny jak při pokojové teplotě 25 °C, tak při zvýšené teplotě 60 °C.

### 10.3.3 Cyklické zatěžování

Připravené lehčené vzorky byly také zatěžovány cyklicky, zatížením v tlaku, na přístroji Instron Testometric MT3505CT. Tento test charakterizuje skákání osoby na daném místě plovoucí podlahy po stanovenou dobu. Průběh cyklického zatěžování probíhá dle definované funkce cyklování se známou amplitudou a frekvencí. V průběhu experimentu je zaznamenávána maximální (dolní úvrať cyklu) a minimální zatěžující síla (horní úvrať cyklu) v závislosti na počtu cyklů, či době stlačování. (Obrázek 23)



Obrázek 23. Tvar funkce cyklického namáhání s definovanou frekvencí a amplitudou.

## 11 VÝSLEDKY A VYHODNOCENÍ

Procesem lisování za tepla byly připraveny vzorky lehčených struktur, a to na základě provedené optimalizace množství materiálových složek ve směsi a optimalizace procesních podmínek (teplota, čas, tlak). Následně byly charakterizovány vlastnosti těchto chemicky a fyzikálně připravených lehčených struktur z polymerních směsí na bázi polyethylenu. Charakterizace připravených polymerních pěn byly prováděny dle navržené metodiky na vzorcích o ploše přibližně 20x20 mm a tloušťce 15 mm.

### 11.1 Hustota připravených lehčených struktur

Hustota připravených lehčených vzorků byla měřena přímou a hydrostatickou metodou a také pomocí plynového pyknometru. V případě plynového pyknometru se ale ukázalo, že ani s využitím metody Ultrafoam neposkytuje dostatečně přesné výsledky. Hodnoty byly mnohem nižší a nereálné v porovnání s hodnotami naměřenými dalšími použitými metodami. Problém nejspíš nastal v průběhu plnění měřicí komory tlakovým plynem, kdy docházelo k následnému praskání stěn struktury vzorku. Výsledné hodnoty hustot připravených 10-ti vzorků v každé sérii jsou shrnuty v Tabulce 4.

**Tabulka 4.** Hustota připravených lehčených vzorků určená přímou a hydrostatickou metodou.

Vzorek a složení	Přímá metoda [kg/m <sup>3</sup> ]	Hydrostatická metoda [kg/m <sup>3</sup> ]
LDPE 1+izobutan	21,96 ± 0,6	21,32 ± 0,4
LDPE 1+ ACA	22,18 ± 0,9	22,48 ± 0,5
LDPE1+HDPE 1_2 %+ACA	23,70 ± 0,3	21,22 ± 0,4
LDPE 1+HDPE 1_5 %+ACA	25,65 ± 0,5	24,69 ± 0,6
LDPE 1+HDPE 2_2 %+ACA	24,07 ± 0,4	22,22 ± 0,3
LDPE 1+SODA	96,39 ± 0,6	92,49 ± 0,7
LDPE 1+HDPE 1_2 %+SODA	91,93 ± 0,5	95,65 ± 0,3
LDPE 1+HDPE 2_2 %+SODA	107,62 ± 0,4	112,44 ± 0,4
LDPE 1+HDPE 1_5 %+SODA	118,47 ± 0,5	113,87 ± 0,3
LDPE 2+ ACA	24,78 ± 0,7	24,97 ± 0,7
LDPE 2+HDPE 1_2 %+ACA	30,59 ± 0,4	27,95 ± 0,5
LDPE 2+HDPE 2_2 %+ACA	33,27 ± 0,6	34,77 ± 0,5

Z Tabulky 4 je zřejmé, že obě metody lze využít k charakterizaci hustoty lehčených struktur. Hydrostatická metoda by měla být přesnější, jelikož zde vycházíme z naměřené hmotnosti vzorku a vytlačeného objemu kapaliny, narozdíl od metody přímé, kde vstupuje proměnná v podobě určení tří rozměrů vzorku.

V průběhu přípravy chemicky lehčených vzorků bylo snahou se přiblížit k hustotě komerčního fyzikálně lehčeného vzorku, tedy k hustotě  $20 \text{ kg/m}^3$ . V případě vzorků chemicky lehčených azodikarbonamidem se optimalizací přípravy podařilo připravit vzorky LDPE 1 s hustotou v rozmezí  $25\text{-}35 \text{ kg/m}^3$ , v případě LDPE 2 s hustotou v rozmezí  $25\text{-}35 \text{ kg/m}^3$ , což může být způsobeno třikrát nižším indexem toku taveniny společně s vyšší pevností taveniny. V případě série vzorků lehčených jedlou sodou dosahovaly vzorky hustot  $75\text{-}120 \text{ kg/m}^3$ .

Jak již bylo zmíněno v teoretické části, existuje několik rozdělení pěn. Klasifikace dle stupně tvrdosti, která je vyznačována určitým rozmezím hustot, stanovuje tyto vyrobené pěny jako ohebné až po polopružné (s hustotou  $32\text{-}320 \text{ kg/m}^3$ ) [7], pěny s menší hustotou potom jako ohebné.

## 11.2 Analýza lehčených struktur

### 11.2.1 Mikroskopická analýza

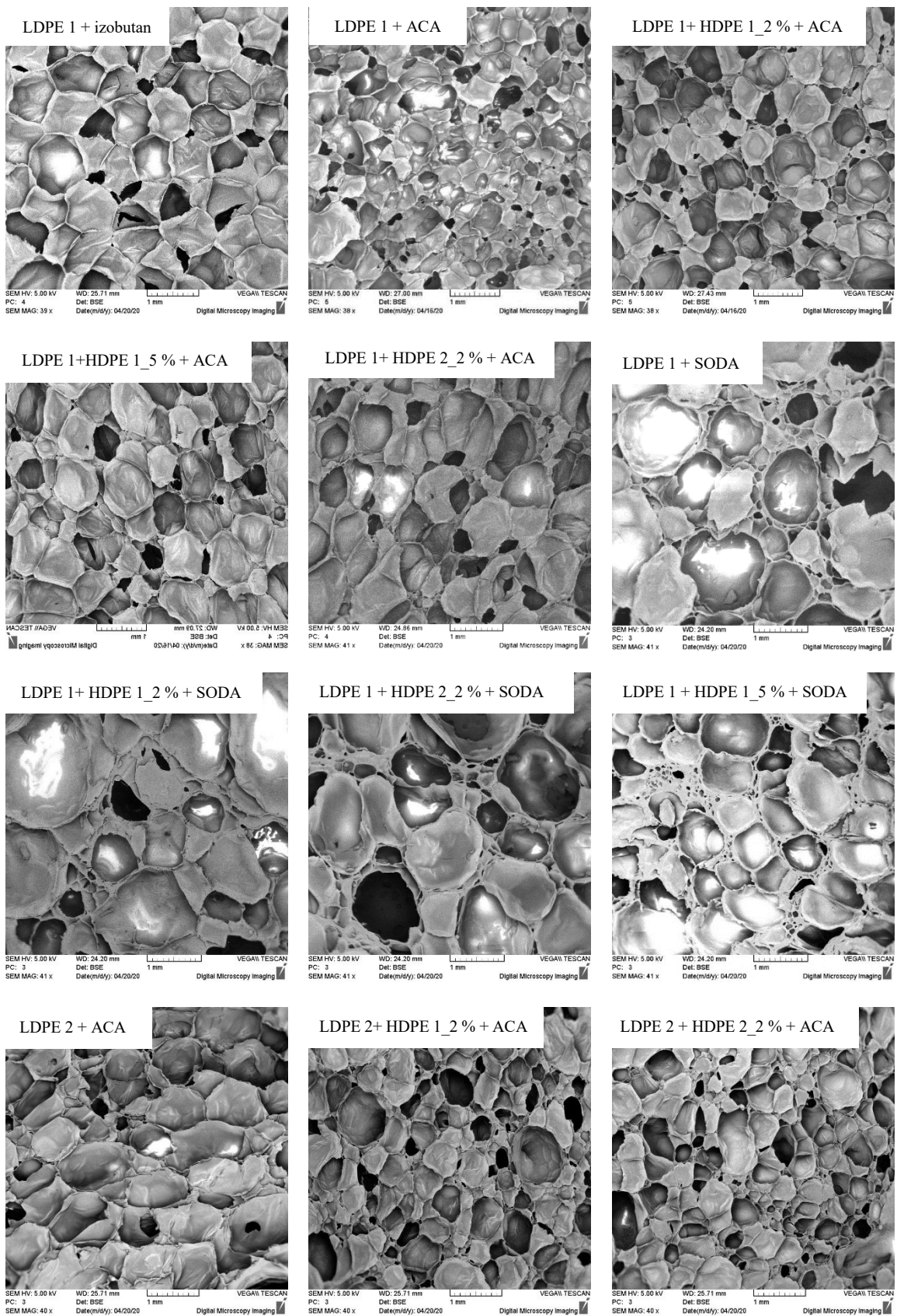
Snímky struktur z jednotlivých polymerních směsí byly pořízeny pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu s detektorem zpětně odražených elektronů BSE, při urychlovacím napětí  $5 \text{ kV}$ . Vzorky pro snadnější pozorování a lepší odvod elektrostatického náboje byly naprášeny vrstvičkou kovu Au/Pd.

Na Obrázku 24 lze pozorovat struktury připravených pěn. Je zřejmé, že mezi strukturami jsou viditelné rozdíly v důsledku použití různých matric, typů nadouadel, použitých technologií při přípravě vzorků lehčených struktur a přidavku jiných druhů vysokohustotního polyethylenu. Všechny tyto změny v recepturách byly optimalizovány za cílem zlepšení mechanických vlastností.

Je zřejmé, že lehčené struktury nadouvané sodou obsahují větší buňky než struktury lehčené azodikarbonamidem, a to v důsledku potřebné delší doby stabilizace procesu.

Z Obrázku 23 dále vyplývá, že přidavek HDPE 1 a 2 do LDPE 2 zmenšuje velikost buněk z důvodu zpevnění stěn buněk a zabránění tak jejich protržení. Je zřejmé, že přidavek HDPE 2 zvyšuje počet uzavřených buněk díky jeho vyšší pevnosti v tavenině. Obdobně je tomu tak i v případě nadouvání jedlou sodou. Směs LDPE2+HDPE2\_2 % +ACA má velmi podobnou strukturu se strukturou fyzikálně nadouvaného komerčního lehčeného produktu (LDPE 1 + izobutan).





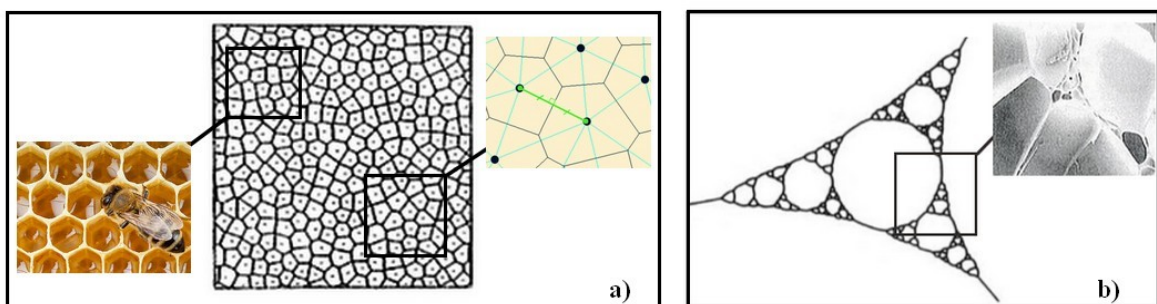
Obrázek 24. Vzhled připravených lehčených struktur z jednotlivých polymerních směsí pomocí SEM analýzy.

Rozdělení pěn může být provedeno také podle distribuce velikosti buněk, a to na pěny s úzkou a s širokou distribucí velikostí buněk, přičemž největší buňky dosahují stokrát větších rozměrů než ty nejmenší.

Pokud všechny buňky rostou se stejnou rychlostí, pak je počáteční struktura označována jako Voronoiho. Charakteristickou buňku této struktury tvoří polyhedron (buňka se středem v bodě nukleace), kdy tento bod je stejně vzdálen od všech jeho stěn (Obrázek 25 a).

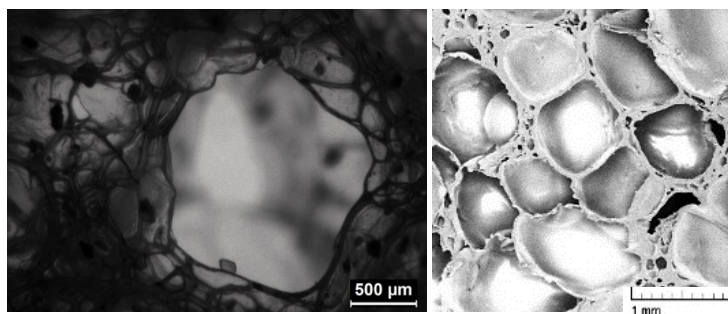
Právě jednoduchost Voronoiho pěny přiměla teoretiky, vymyslet zobecnění tak, aby byla zahrnuta náhodnost tvorby buněk jak v čase, tak v prostoru (buňky se neobjevují najednou, ale postupně nukleací). Taková lehčená struktura je vytvořena fyzikálním lehčením (viz Obrázek 27). Velmi podobné struktury nalezneme v přírodě v podobě buněčných pevných látek vytvořených mořskými tvory a hmyzem: korály a některé houby; hnízda vos a mravenců; a samozřejmě včelí plástev. [13, 47]

Naopak struktura výrazně lišící se od Voronoiho struktury, je charakteristická širokou distribucí velikostí buněk (Obrázek 25 b). Jelikož nukleace buněk zde neprobíhá stejnou rychlostí, tvoří buněčné stěny větších buněk jakýsi „ochranný obal“ a společně budují hierarchický systém lehčeného materiálu. [13]



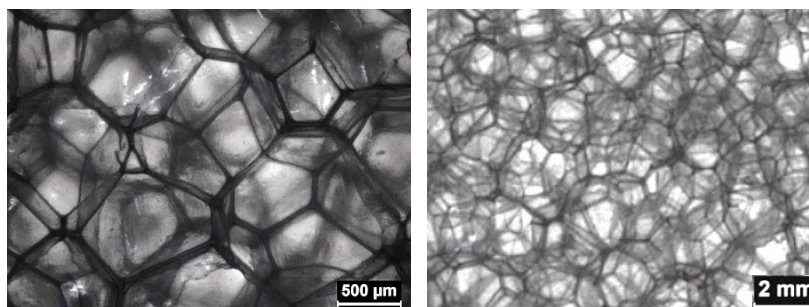
**Obrázek 25.** Srovnání typů lehčené struktury **a)** Voronoiho struktura s úzkou distribucí buněk **b)** hierarchický systém se širokou distribucí velikostí buněk. [13]

Na Obrázku 26 lze vidět mikroskopicky zvětšený vzorek chemicky připravené pěny, který byl lehčený jedlou sodou. Je zřejmé, že se jedná o typický hierarchický systém se širokou distribucí velikostí buněk. Tyto buněčné stěny tvořené malými buňkami poskytující obal větším buňkám, zde mohou logicky tvořit bariéru a tím i zpevnění zabraňující větší buňce prasknout a tím tedy i zabraňující zborcení celé lehčené struktury.



**Obrázek 26.** Vzorek chemicky připravené pěny lehčený jedlou sodou, 250 x zvětšený optickým mikroskopem (vlevo) a 40 x zvětšený elektronovým mikroskopem (vpravo).

Na druhou stranu Obrázek 27 zobrazuje mikroskopickou strukturu pěny připravené fyzikálním lehčením, kdy je při přípravě zkapalněný izobutan kontinuálně dávkován do taveniny a na výstupu z trysky vzniká v podstatě pravidelná struktura podobná struktuře Voroiniho.



**Obrázek 27.** Vzorek pěny připravené fyzikálním lehčením při zvětšení 250 x (vlevo) a 40 x (vpravo).

Můžeme tedy říci, že fyzikální lehčení výše popsaným způsobem a způsobem, kterým byly vzorky připraveny poskytuje pravidelnou lehčenou strukturu typu Voroini. Chemické lehčení zase naproti tomu poskytuje nepravidelnou lehčenou strukturou s velmi širokou distribucí velikostí buněk, které odpovídají systému s hierarchickým uspořádáním. Fyzikálním lehčením prováděným procesem vytlačování tak můžeme nukleaci řídit lépe než v případě chemického lehčení prováděným lisováním za tepla.

### 11.2.2 CT analýza

Vnitřní struktura lehčených struktur byla charakterizována pomocí rentgenového tomografu pomocí software SkyScan 1174. Vzorky o rozměrech 20x20 mm a tloušťce 15

mm byly skenovány 360° v kroku 0,3° při výkonu lampy 16 W, napětí 33 kV, proudu 479  $\mu$ A, rozlišení 1304x1304 a expozičním čase 6000 ms.

Výsledky skenování vzorků jsou shrnuty v Tabulce 5. Je zřejmé, že v porovnání s výsledky měření hustot (kapitola 11.1), jsou hodnoty hustot z CT analýzy srovnatelné.

Porozita je jednou z mnoha vlastností, která je ovlivňována buněčnou strukturou, přičemž z výsledků CT analýzy lze pozorovat, že porozita vzorků lehčených jedlou sodou je vyšší než v případě azodikarbonamidu. Důvodem vyšší porozity u sodou lehčených vzorků může být delší čas, který je vyžadován pro endotermickou reakci, kdy je přijímáno teplo oproti opačnému případu s azodikarbonamidem (exotermní reakce), kdy je teplo uvolňováno a reakce je daleko kratší. Dalším důvodem může být také fakt, že mnohem větší pozornost byla věnována optimalizaci chemicky lehčených směsí za pomoci azodikarbonamidu, u kterých se podařilo snížit hustotu na co nejnižší hodnotu. Přídavek zvoleného finálního množství azodikarbonamidu tak poskytoval jemnou strukturu a nízkou hustotu finálního produktu. [48, 49]

Shodná nejnižší porozita je pozorována v případě vzorků z LDPE 1 a LDPE 2 lehčených přídavkem ACA. Tedy, při napěňování vzniká spousta menších buněk, kterým brání k expanzi vysoká pevnost polymerní taveniny. Srovnáním porozity a počtu uzavřených buněk v případě vzorků z matrice LDPE 2 lze pozorovat, že použitím HDPE 1, charakteristického nízkou pevností v tavenině, dochází k velkému nárůstu porozity a poklesu počtu uzavřených buněk – pravděpodobně dochází k protržení jejich stěn. Avšak, použitím HDPE 2, charakteristického vysokou pevností, dochází k poklesu porozity a zvýšení počtu uzavřených buněk při zachování stejné hustoty. Tedy, tento vzorek by měl mít lepší mechanické vlastnosti.

Tabulka 5. Řezy, 3D modely, morfologie a zjištěné parametry vzorků pomocí software.

Vzorek číslo-složení	Řez ve 3D	3D model	Morfologie	Objem zkoumané oblasti [cm <sup>3</sup> ]	Hustota [kg/m <sup>3</sup> ]	Počet uzavřených buněk [-]	Porozita [%]
LDPE 1 +izobutan				2,64	22	404	79,43
LDPE 1 + ACA				1,58	25	182	52,39
LDPE1 +HDPE 1_2 % +ACA				1,43	23	96	68,56
LDPE 1 +HDPE 1_5 % +ACA				1,68	22	243	59,74
LDPE 1 +HDPE 2_2 % +ACA				1,59	27	151	69,85
LDPE 1 +SODA				1,54	122	55	78,28
LDPE 1 + HDPE 1_2 % +SODA				0,84	94	60	86,03
LDPE 1 +HDPE 2_2 % +SODA				0,91	94	32	78,25
LDPE 1 +HDPE 1_5 % +SODA				0,80	105	91	71,40
LDPE 2 + ACA				3,66	47	1412	55,46
LDPE 2 +HDPE 1_2 % +ACA				1,28	32	96	75,13
LDPE 2 +HDPE 2_2 % +ACA				1,46	34	302	63,01

## 11.3 Analýza mechanických vlastností

Jelikož připravené vzorky nemají shodné hustoty, jsou níže uvedené výsledky mechanických vlastností vztaženy na jednotku hustoty.

### 11.3.1 Kríp a elastické zotavení při různých teplotách

Podstatou zkoušky kríповého chování (toku za studena) bylo zatížení připravených lehčených vzorků o ploše 4 cm<sup>2</sup> silou 10 N po dobu 10-ti minut s následným elastickým zotavením po dobu 10-ti minut při teplotách 20 °C a 60 °C.

Touto zkouškou je charakterizováno zatížení od stojící dospělé osoby o dvojnásobné hmotnosti na plovoucí podlaze s následným odlehčením.

Nejlepšího výsledku je dosaženo v případě nejmenšího stlačení vzorku v průběhu zatížení silou 10 N po 10 minut a dosažení nejnižší hodnoty stlačení po odlehčení napětí.

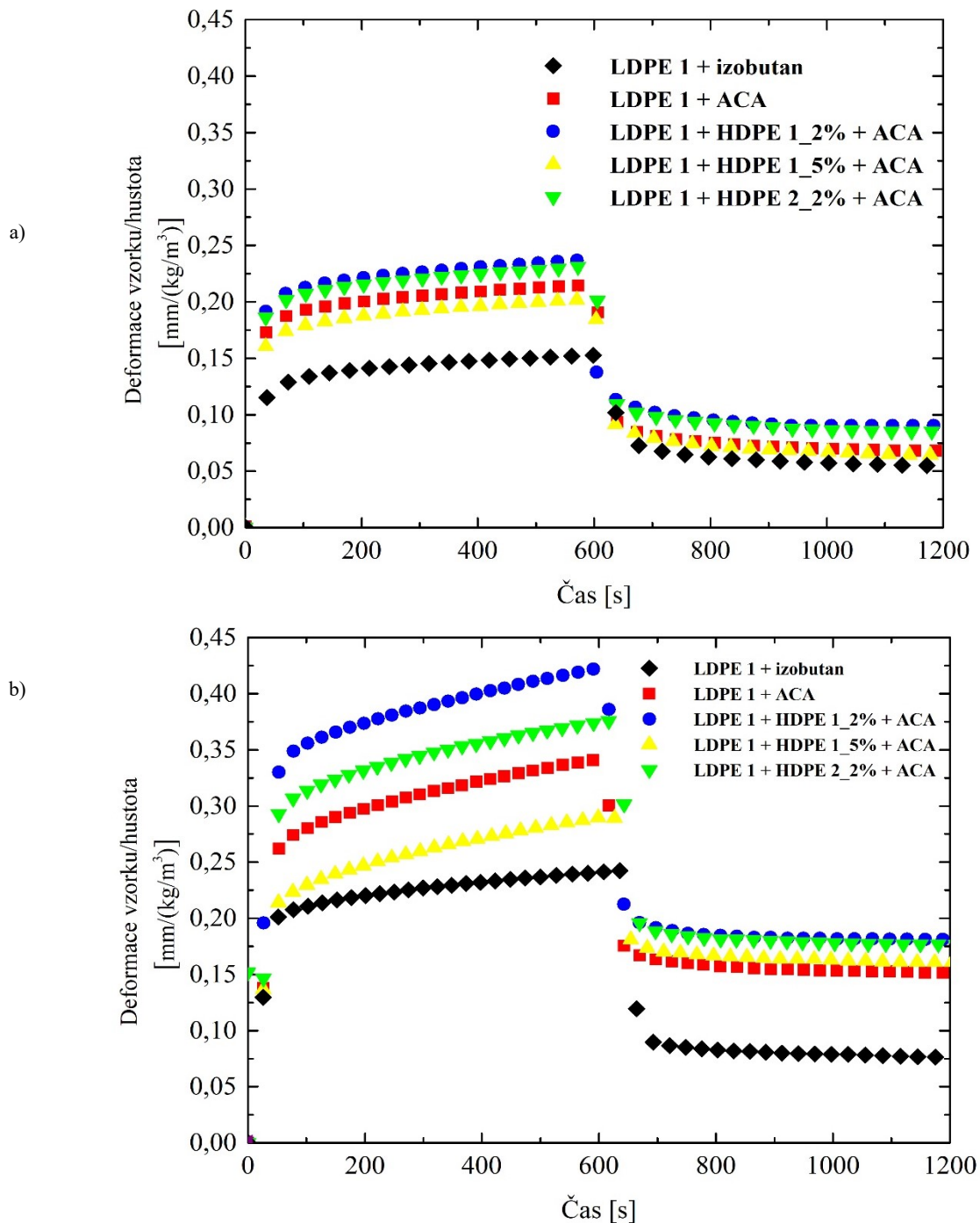
Průběh kríповého chování vzorků LDPE 1 lehčených azodikarbonamidem je zobrazen na Obrázku 28a. Je zřejmé, že fyzikálně lehčený vzorek z LDPE 1 dosahuje nejvyšší pevnosti při obou teplotách, neboť je stlačen o nejmenší hodnotu. Lze také pozorovat, že přídavek 5 hmot.% HPDE 1 má lepší účinek než v případě přídávku 2 hmot.% HDPE 1 či než při použití přídávku HDPE 2 s vyšší pevností v tavenině. Nejméně vhodnou směsí k eliminaci kríповého chování je použití LDPE 1 s přídávkem 2 hmot.% HDPE 1. Obdobné trendy lze pozorovat i při zvýšené teplotě (Obrázek 28b), díky níž jsou hodnoty stlačení vzorku větší. Z pohledu elastického zotavení vzorků je zřejmé, že se všechny chemicky lehčené vzorky vrací do přibližně stejné velikosti stlačení.

V tabulce 6 jsou shrnuty hodnoty maximálního stlačení na konci zkoušky krípu v čase 600 s a na konci elastického zotavení v čase 1200 s. Při tomto testu byla při konstantním napětí sledována změna deformace v čase, přičemž hodnoty v tabulce nejsou přepočítávány na jednotku hustoty, tak jako jsou přepočítány výsledky v grafech za cílem objektivního srovnání vzorků. Lze zde tedy vidět skutečné naměřené hodnoty při kríповém chování a následném elastickém zotavení na testovaných vzorcích lehčených struktur. Je tedy důležité poznamenat, že hustota vzorků lehčených jedlou sodou je čtyřnásobná v porovnání s ostatními vzorky, viz Tabulka 4.

**Tabulka 6.** Shrnutí hodnot maximálního stlačení vzorků na konci zkoušky krípu v čase 600 s a na konci elastického zotavení v čase 1200 s. Původní tloušťka vzorku byla 15 mm.

Vzorek	Maximální stlačení v čase 600 s [mm]		Elastické zotavení v čase 1200 s [mm]		Celkové zotavení tloušťky vzorku [%]	
	T = 20 °C	T = 60 °C	T = 20 °C	T = 60 °C	T = 20 °C	T = 60 °C
<b>LDPE 1+izobutan</b>	3,5	6,5	1,2	2,0	14,9	29,7
<b>LDPE 1+ ACA</b>	5,1	8,5	1,6	3,8	23,1	31,1
<b>LDPE1+HDPE 1_2 % +ACA</b>	5,3	7,5	1,9	3,2	22,1	29,0
<b>LDPE 1+HDPE 1_5 % +ACA</b>	4,5	7,3	1,4	4,1	20,2	21,7
<b>LDPE 1+HDPE 2_2 % +ACA</b>	5,1	9,0	1,7	4,2	23,1	31,5
<b>LDPE 1+SODA</b>	0,9	2,8	0,3	0,4	4,1	15,4
<b>LDPE 1+HDPE 1_2 % +SODA</b>	0,8	3,4	0,2	0,8	3,8	17,5
<b>LDPE 1+HDPE 2_2 % +SODA</b>	1,5	3,5	0,6	1,9	6,0	10,6
<b>LDPE 1+HDPE 1_5 % +SODA</b>	1,3	2,4	0,3	0,9	6,7	9,8
<b>LDPE 2+ ACA</b>	4,1	6,1	2,0	2,8	13,6	22,3
<b>LDPE 2+HDPE 1_2 % +ACA</b>	5,7	6,9	2,5	3,4	21,0	23,9
<b>LDPE 2+HDPE 2_2 % +ACA</b>	2,7	7,1	1,3	3,7	8,8	23,1

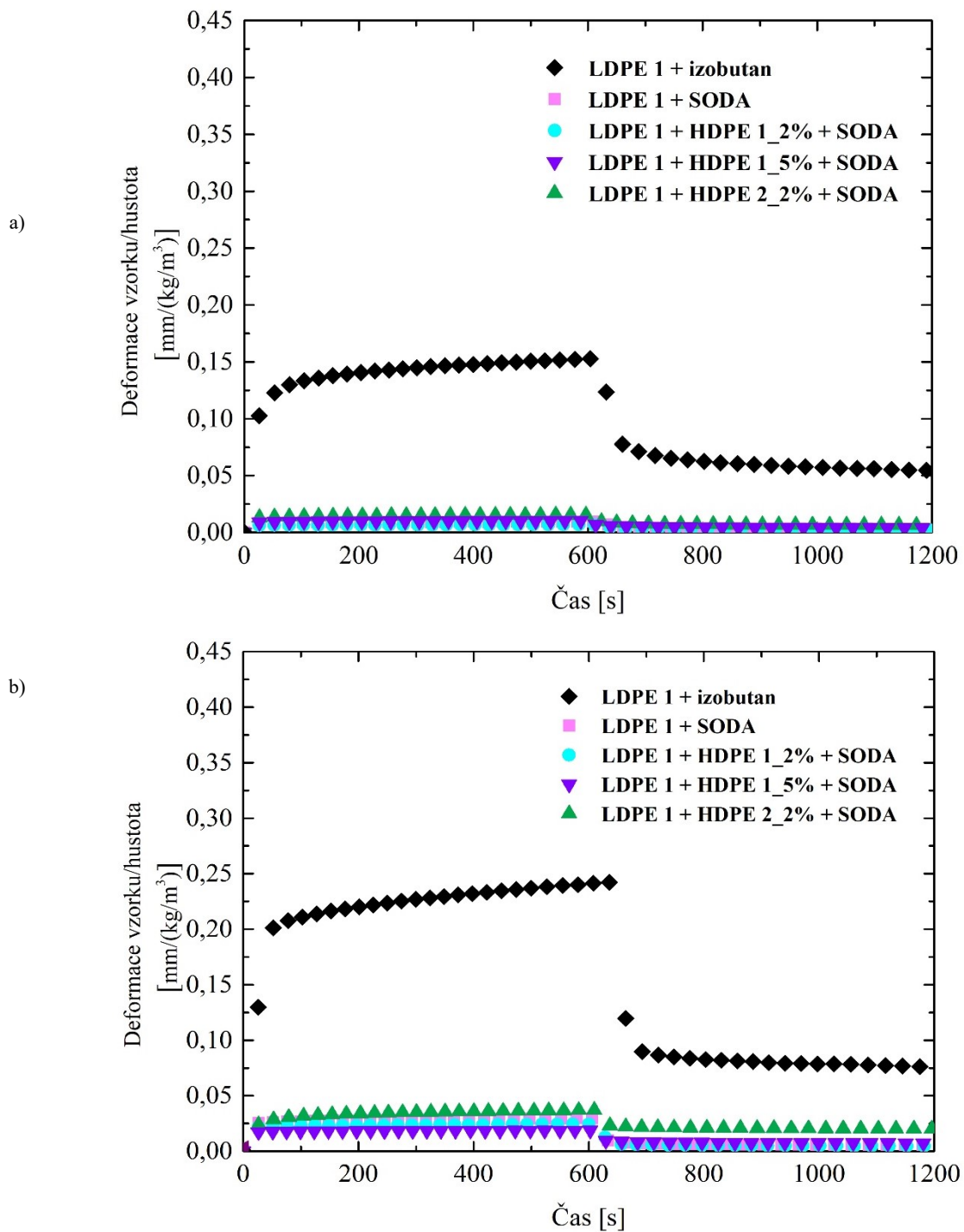
Z Tabulky 6 je zřejmé, že největšího elastického zotavení vzorků při teplotě 20 °C je dosaženo u LDPE 1 lehčených struktur azodikarbonamidem a u vzorku s přídavkem HDPE 2 ve 2 hmot.% v LDPE 2, a to okolo 21 % změny tloušťky. Naopak, nejnižší hodnoty jsou dosahovány u vzorků lehčených jedlou sodou, a to okolo 6 % změny tloušťky. V případě zvýšené teploty je trend obdobný, avšak s vyšší procentem změny tloušťky.



**Obrázek 28.** Kríповé chování (stlačení silou 10 N po dobu 0-600 s) a elastické zotavení (uvolnění zatížení po dobu 600-1200 s) azodikarbonamidem lehčených LDPE 1 struktur při a) teplotě 20 °C b) teplotě 60 °C.

Průběh kríповého chování vzorků LDPE 1 lehčených jedlou sodou je zobrazen na Obrázku 29ab. Je zřejmé, že vzorky lehčené jedlou sodou mají několikanásobně větší pevnost než vzorek fyzikálně lehčený, stejně tak i v porovnání se vzorky lehčenými azodikarbonamidem (Obrázek 28). Rozdíl kríповého chování a elastického zotavení mezi vzorky lehčenými jedlou sodou není nijak významný.

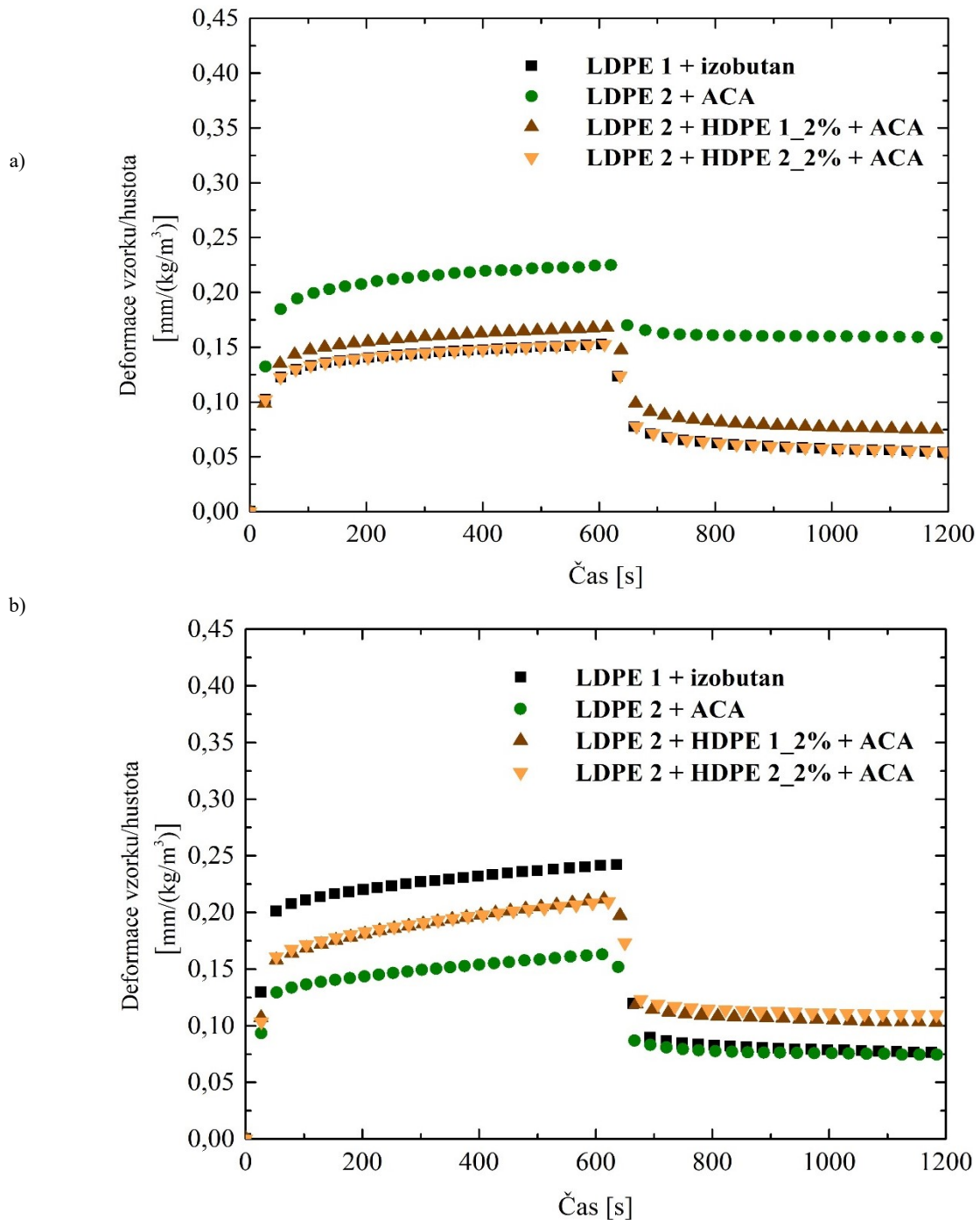




**Obrázek 29.** Kríповé chování (stlačení silou 10 N po dobu 0-600 s) a elastické zotavení (uvolnění zatížení po dobu 600-1200 s) jedlou sodou lehčených LDPE 1 struktur při a) teplotě 20 °C b) teplotě 60 °C.

Průběh kríповého chování vzorků LDPE 2 lehčených azodikarbonamidem při teplotě 20 °C je zobrazen na Obrázku 30a. Je zřejmé, že přidavek HDPE 1 i HDPE 2 do matrice LDPE 2 způsobuje významné zlepšení kríповého chování lehčených vzorků. Navíc, použitím přídavku HDPE 2 do LDPE 2 ve 2 hmot.% jsou kríповé vlastnosti i elastické zotavení

srovnatelné s fyzikálně lehčenou strukturou. Je zřejmé, že samotné LDPE 2 dosahuje nejhorších vlastností při zatížení i odlehčení. V případě kríповého chování za zvýšené teploty (Obrázek 30b) mají všechny azodikarbonamidem lehčené vzorky lepší vlastnosti než komerční fyzikálně lehčený vzorek. Při teplotě 60 °C dosáhl vzorek LDPE 2 dokonce lepších vlastností než při 20 °C a významně lepšího výsledku než komerční vzorek.



**Obrázek 30.** Kríповé chování (stlačení silou 10 N po dobu 0-600 s) a elastické zotavení (uvolnění zatížení po dobu 600-1200 s) azodikarbonamidem lehčených LDPE 2 struktur při a) teplotě 20 °C b) teplotě 60 °C.

Z těchto krátkodobých statických zkoušek kríповého chování (10 minut) a elastického zotavení (10 minut) při pokojové teplotě vyplývá, že azodikarbonamidem lehčený vzorek LDPE 2 s přídatkem HDPE 2 ve 2 hmot.% vykazuje nejlepší kríповé chování při tlakovém zatížení. Výsledky kríповého chování jsou v souladu s mikroskopickou analýzou (Obrázek 24), ze které je patrné, že chemicky lehčená struktura LDPE 2 s přídatkem HDPE 2 ve 2 hmot.% se velmi podobá struktuře komerčního fyzikálně lehčeného vzorku, a navíc je mnohem jemnější.

### 11.3.2 Relaxace při různých teplotách

Relaxace připravených lehčených struktur byla provedena jejich stlačením o 4 mm, přibližně tedy o 25 % jejich původní tloušťky. Vzniklé napětí ve vzorku je v níže uvedených grafech vyjádřenou hodnotou síly.

Nejlepší vzorky by měly vykazovat nejnižší síly, či nejstrmější pokles síly v čase, aby docházelo k relaxaci napětí ze vzorků co nejrychleji či bylo dosaženo konstantní síly (rovnovážného stavu) co nejdříve, za účelem eliminace vnitřních pnutí ve vzorku. Relaxace napětí může být tedy celková (napětí rovno nule) anebo k rovnovážné hodnotě napětí.

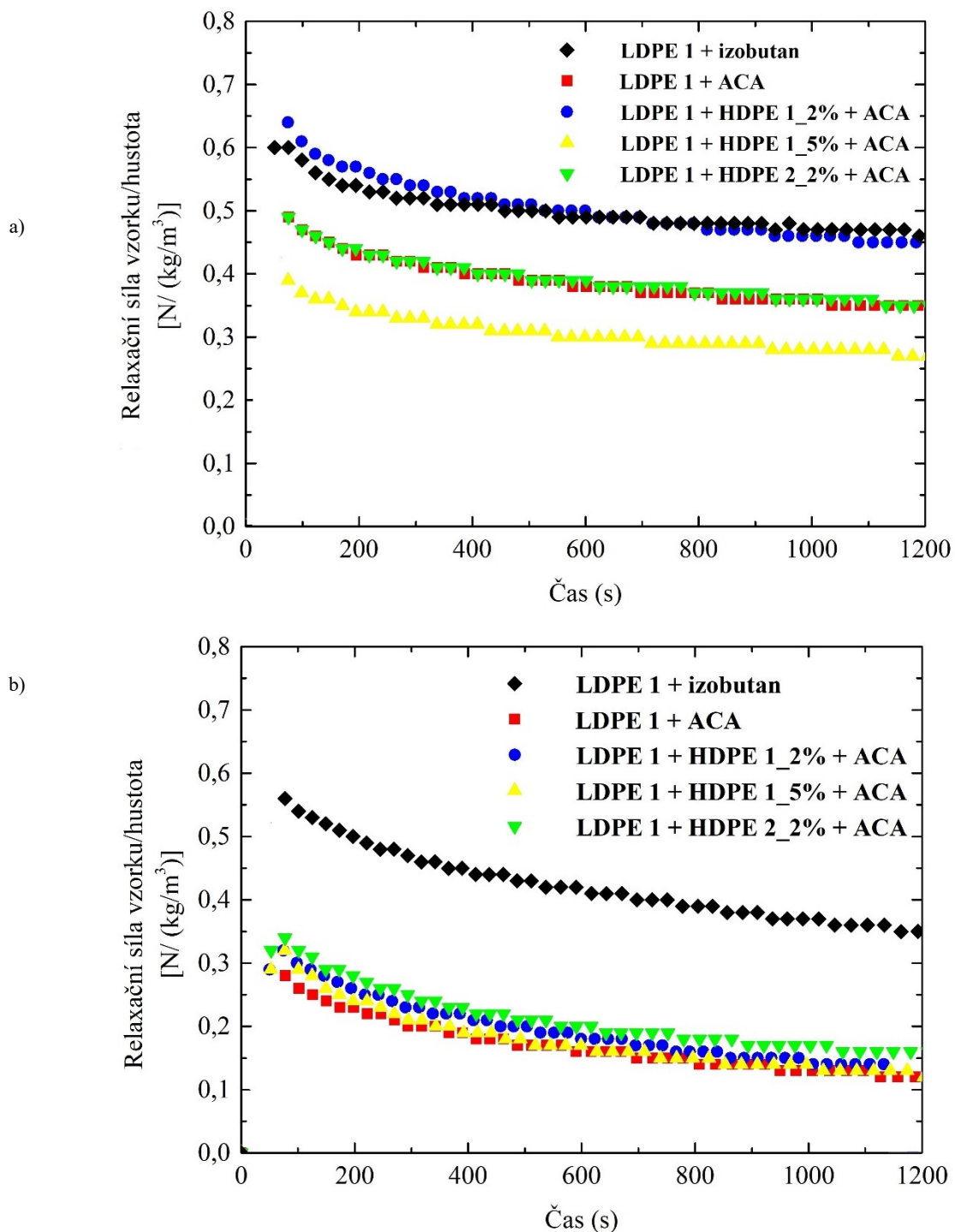
Z Obrázku 31a je zřejmé, že nejlepších výsledků relaxace napětí je dosaženo v případě vzorku LDPE 1 s přídatkem 5 hmot.% HDPE 1. Nejrychlejší ustalování napětí (síly) ve vzorku je zřejmé u fyzikálně lehčeného vzorku. V případě relaxace napětí při zvýšené teplotě (Obrázek 31b) se chemicky lehčené vzorky od sebe nijak významně neliší. Na základě tvaru křivek relaxace napětí, je rychlost ustalování relaxace napětí u všech vzorků podobná. Porovnáním Obrázků 31a-b je zřejmé, že při zvýšené teplotě probíhá relaxace napětí při nižších hodnotách a je rychlejší.

V tabulce 7 je zobrazen přehled maximální síly na začátku relaxace při dosažení konstantní deformace a na konci relaxace v čase 1200 s, přičemž hodnoty v tabulce nejsou přepočítávány na jednotnou hustotu, tak jako jsou výsledky v grafech za cílem objektivního srovnání vzorků. Lze zde tedy vidět skutečné naměřené hodnoty při relaxaci na testovaných vzorcích lehčených struktur. Je tedy důležité poznamenat, že hustota vzorků lehčených jedlou sodou je čtyřnásobná v porovnání s ostatními vzorky, viz Tabulka 4.

**Tabulka 7.** Shrnutí hodnot maximální relaxační síly na počátku stlačení vzorků a v čase 1200 s.

Vzorek	Maximální relaxační síla na počátku [N]		Maximální relaxační síla v čase 1200 s [N]		Vyrelaxovaná síla [%]	
	T = 20 °C	T = 60 °C	T = 20 °C	T = 60 °C	T = 20 °C	T = 60 °C
<b>LDPE 1+izobutan</b>	15,2	13,1	10,4	7,8	31,2	41,0
<b>LDPE 1+ ACA</b>	13,1	7,6	8,4	3,1	35,9	59,4
<b>LDPE1+HDPE 1_2 % +ACA</b>	14,0	8,3	9,2	3,3	34,5	60,8
<b>LDPE 1+HDPE 1 5 % +ACA</b>	10,6	8,4	6,7	3,0	36,8	63,8
<b>LDPE 1+HDPE 2 2 % +ACA</b>	12,1	8,8	8,0	3,6	34,3	58,6
<b>LDPE 1+SODA</b>	59,1	22,9	39,2	15,5	33,6	32,3
<b>LDPE 1+HDPE 1 2 % +SODA</b>	65,7	48,6	32,8	33,0	41,9	32,2
<b>LDPE 1+HDPE 2 2 % +SODA</b>	101,0	25,0	39,8	17,1	60,6	31,7
<b>LDPE 1+HDPE 1 5 % +SODA</b>	81,1	35,1	46,4	17,8	42,8	49,1
<b>LDPE 2+ ACA</b>	16,3	9,3	10,1	4,3	38,1	54,1
<b>LDPE 2+HDPE 1 2 % +ACA</b>	11,7	9,1	6,3	3,8	45,9	58,7
<b>LDPE 2+HDPE 2_2 % +ACA</b>	13,1	7,9	8,2	4,3	37,3	45,8

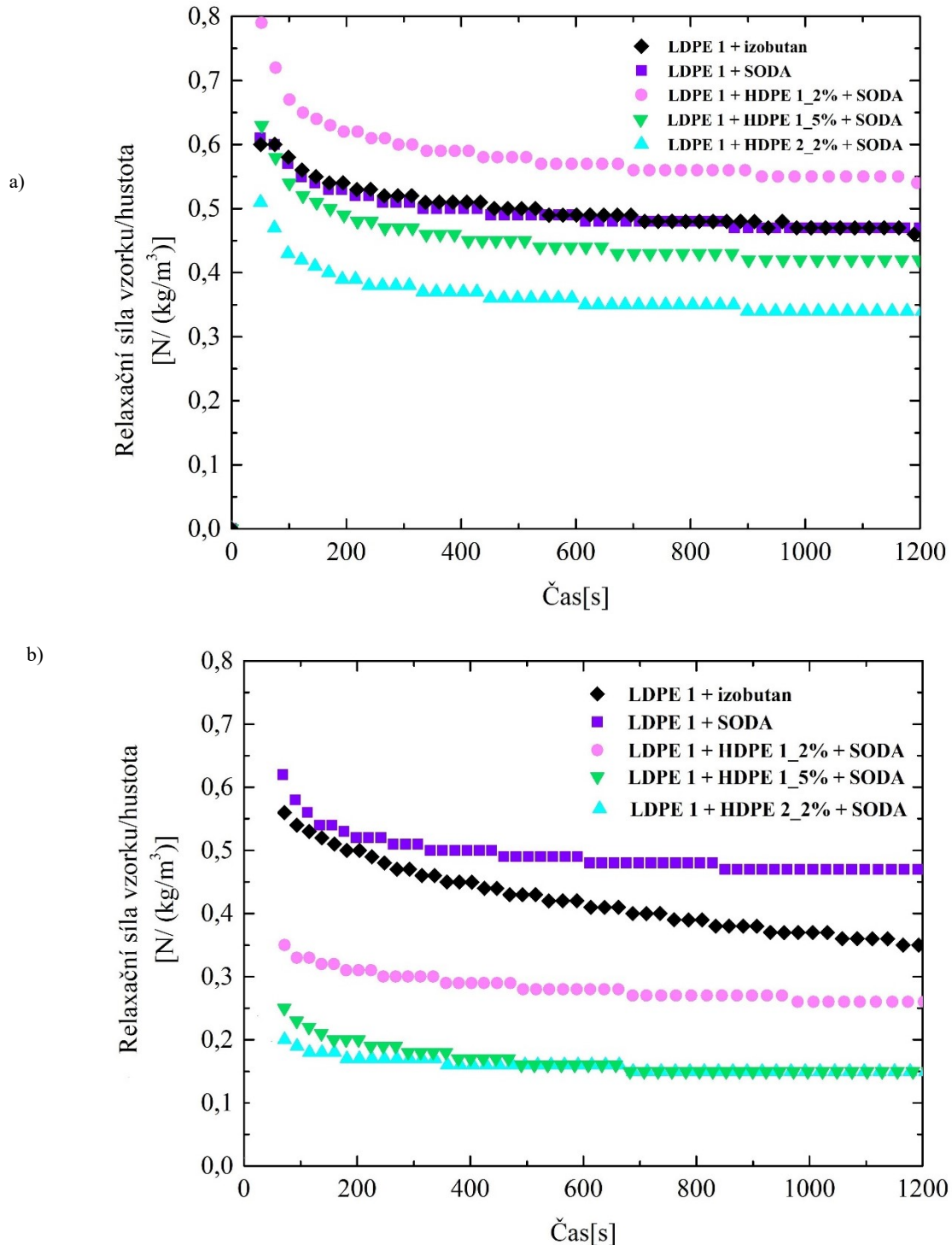
Z Tabulky 7 je zřejmé, že při teplotě 20 °C je téměř u většiny vzorků dosaženo vyrelaxovaného napětí od 30 do 40 %, s výjimkou u vzorku LDPE 1 s přídavkem HDPE 1 lehčeného jedlou sodou, kde došlo k vyrelaxování napětí (síly) dokonce až o 60 %. Naopak, v případě zvýšené teploty jsou hodnoty u vzorků lehčených jedlou sodou nejnižší, okolo 30 % a nejvyšší u obou LDPE vzorků lehčených azodikarbonamidem.



**Obrázek 31.** Relaxace napětí v azodikarbonamidem lehčených LDPE 1 strukturách stlačených o 4 mm při a) teplotě 20 °C b) teplotě 60 °C.

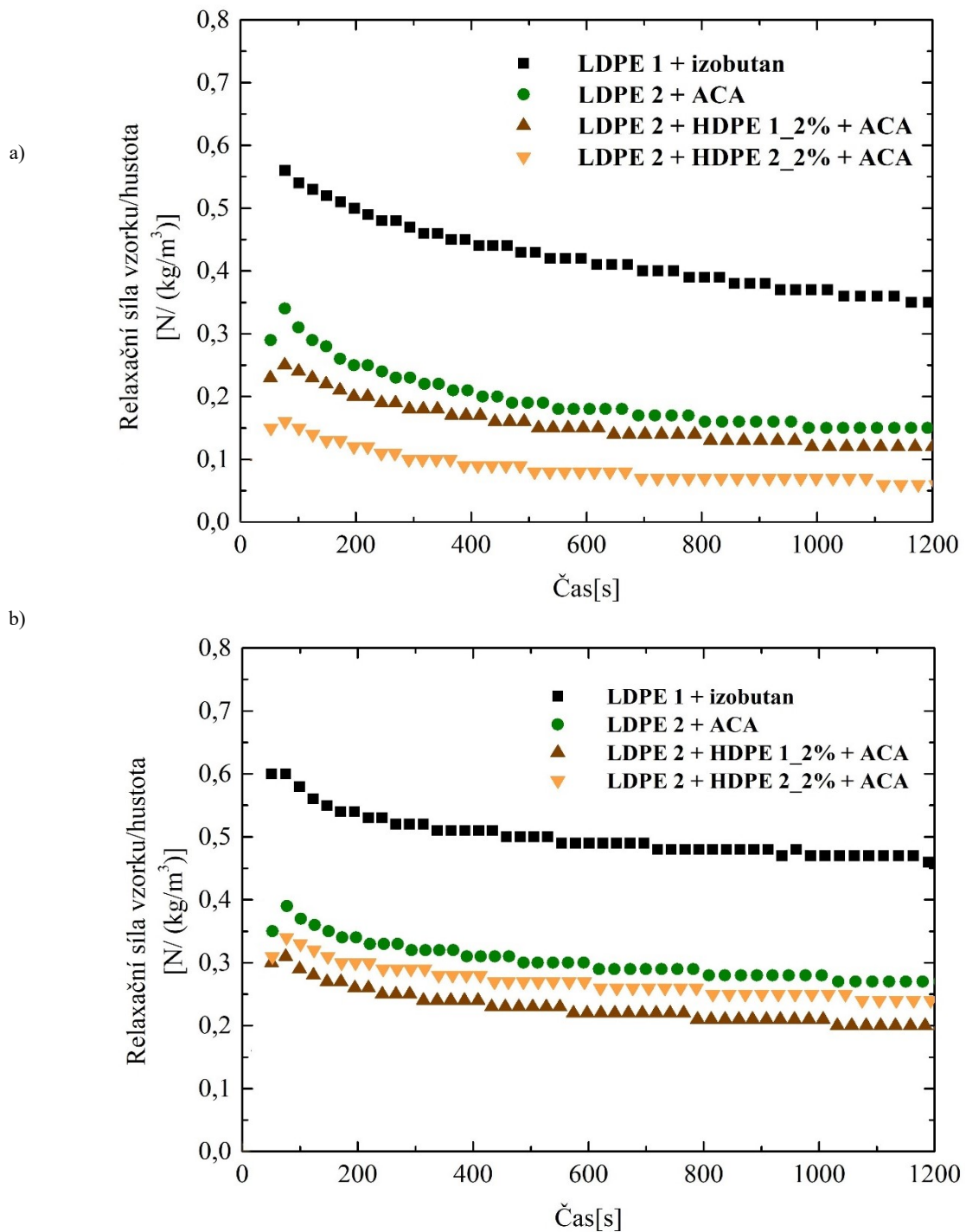
Z Obrázku 32a je zřejmé, že nejlepších výsledků relaxace napětí je dosaženo v případě vzorku LDPE 1 s přídavkem 2 hmot.% HDPE 2. Rychlost ustalování napětí (síly) je podobná u všech vzorků. V případě relaxace napětí při zvýšené teplotě (Obrázek 32b) je zřejmé, že největší pokles vyrelaxovaného napětí je v případě fyzikálně lehčeného vzorku. Nejrychleji

ustálená relaxace napětí je v případě vzorků s přísadou HDPE 1 i HDPE 2. Obecně lze říci, že rychlost ustalování vzorků chemicky lehčených sodou je mnohem vyšší než v případě použití azodikarbonamidu.



**Obrázek 32.** Relaxace napětí v jedlou sodou lehčených LDPE 1 strukturách stlačených o 4 mm při a) teplotě 20 °C b) teplotě 60 °C.

Z Obrázku 33ab je zřejmé, že z hlediska relaxace napětí je komerční fyzikálně lehčený vzorek horší jak při pokojové teplotě (20 °C), tak i zvýšené (60 °C). Lze pozorovat, že přidáním HDPE 1 i HDPE 2 do LDPE 2 vede ke zlepšení relaxace napětí ve vzorku. Podobně jako v případě křívového chování, tak i v případě relaxace napětí, chemicky lehčené struktury azodikarbonamidem z LDPE 2 prokazují nejlepších výsledků.

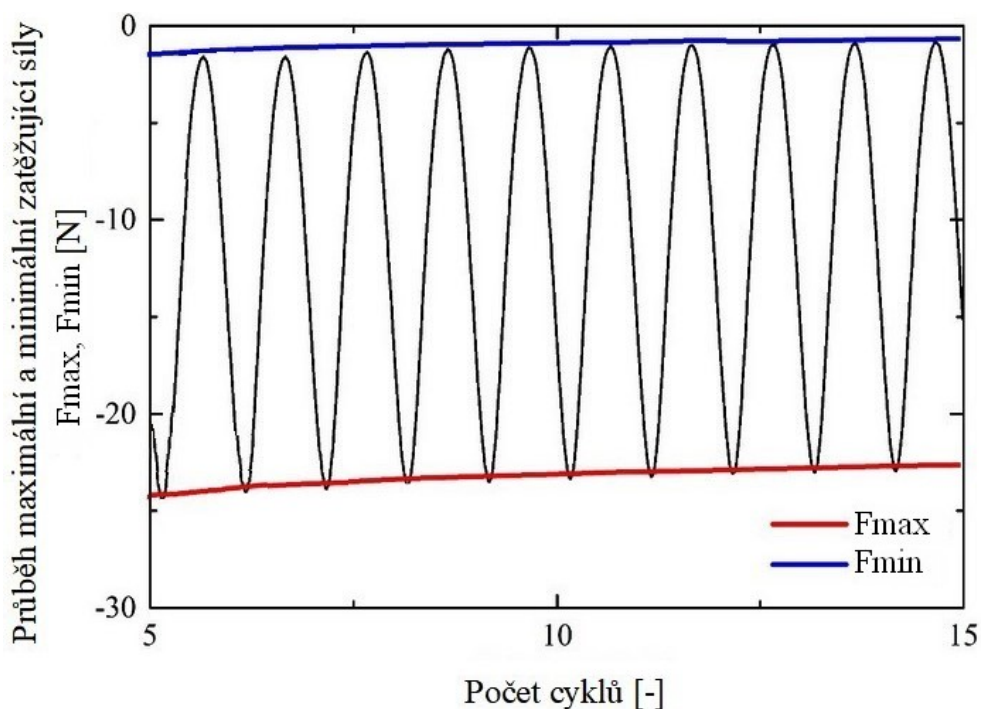


**Obrázek 33.** Relaxace napětí v azodikarbonamidem lehčených LDPE 2 strukturách stlačených o 4 mm při a) teplotě 20 °C b) teplotě 60 °C.

### 11.3.3 Cyklické namáhání

K provedení tohoto experimentu byly použity opět zkušební vzorky o ploše 20x20 mm a tloušťce 15 mm. Na začátku experimentu byly vzorky nejprve stlačeny o 2 mm, a poté následovalo stlačování o 4 mm (25% tloušťky vzorku) a to dle nastavené funkce cyklického namáhání ve tvaru sinusoidy frekvencí 1,17Hz (Obrázek 23). Z toho plyne, že namáhání vzorků 2300 cykly trvalo přibližně 2000 s, což představuje přibližně 0,5h skákání dospělé osoby na podlaze. Na rozdíl od předchozích kapitol, zde je tlaková síla vyjádřena v záporných hodnotách.

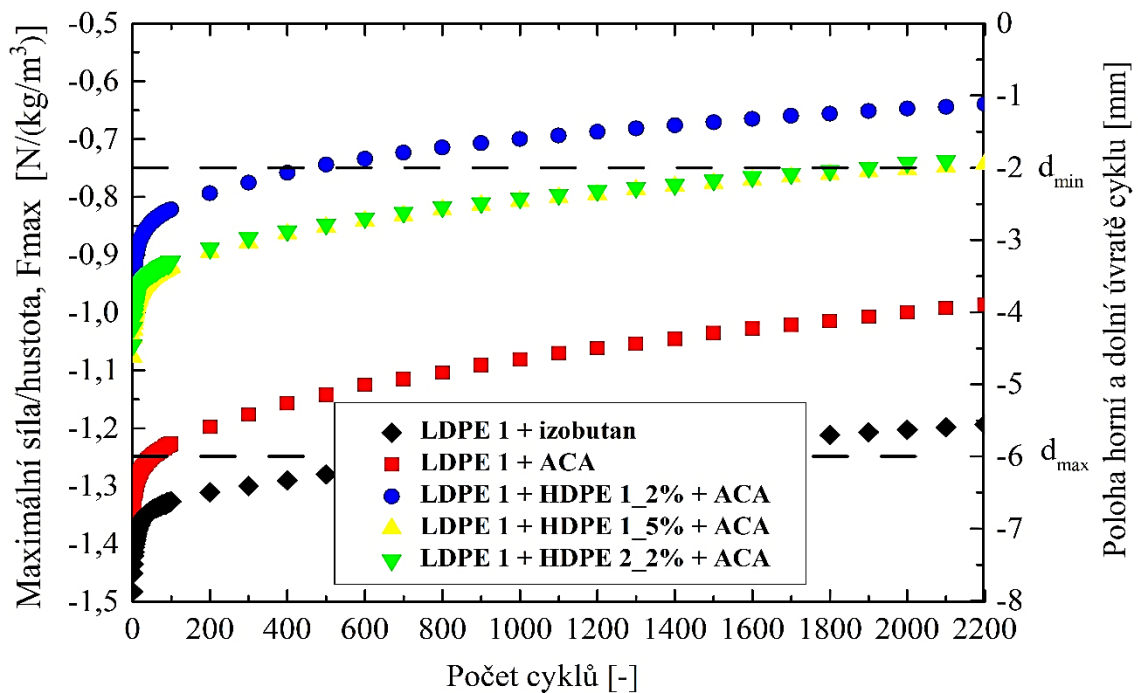
Na Obrázku 34 lze vidět průběh cyklů v čase o dané frekvenci. Horní úvrať cyklu definuje sílu při minimálním stlačení vzorku,  $F_{min}$ , a dolní úvrať cyklu definuje sílu při maximálním stlačení vzorku,  $F_{max}$ .



**Obrázek 34.** Tvar a průběh cyklů o dané frekvenci v čase generující maximální a minimální zatížení vzorku.

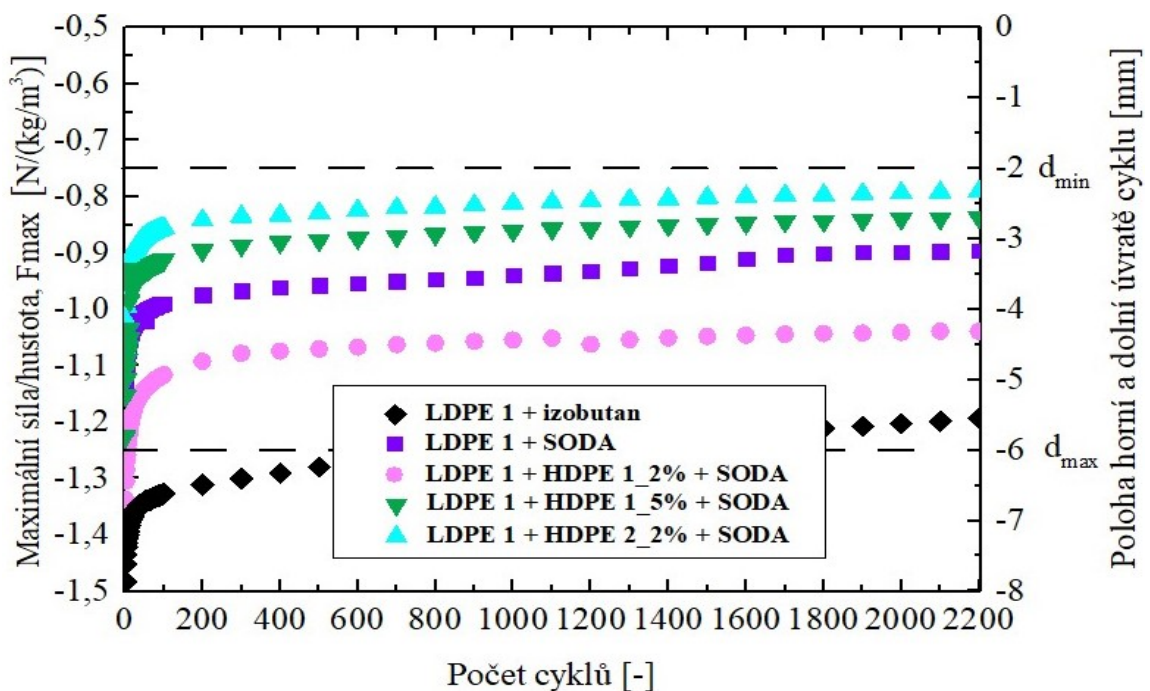
Průběh zaznamenávané síly při maximálním stlačení vzorků LDPE 1 lehčených azodikarbonamidem lze vidět na Obrázku 35. Je zřejmé, že nejvyšší tuhost si v průběhu cyklického zatěžování udržuje komerční fyzikálně lehčený vzorek.





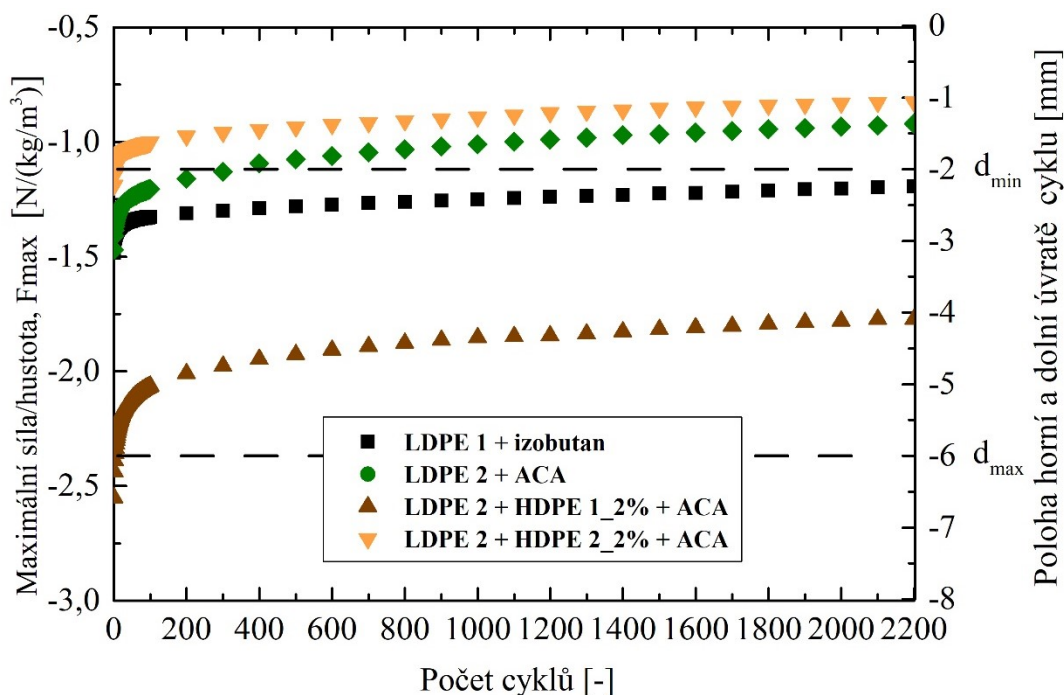
**Obrázek 35.** Síla při maximálním stlačení azodikarbonamidem lehčených vzorků LDPE 1 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz.

Průběh zaznamenávané síly při maximálním stlačení  $F_{max}$  vzorků LDPE 1 lehčených jedlou sodou lze vidět na Obrázku 36. Nejlepší výsledek ve smyslu odolávání cyklického zatěžování vykazoval opět komerční fyzikálně lehčený vzorek.



**Obrázek 36.** Síla při maximálním stlačení jedlou sodou lehčených vzorků LDPE 1 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz.

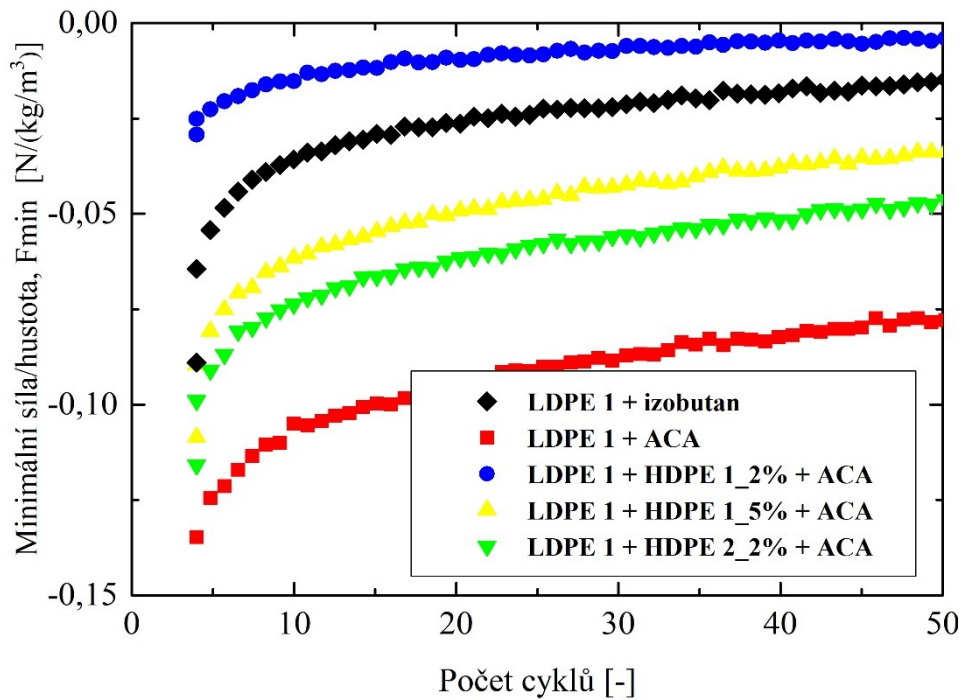
Průběh zaznamenávané síly při maximálním stlačení vzorků LDPE 2 lehčených azodikarbonamidem lze vidět na Obrázku 37.



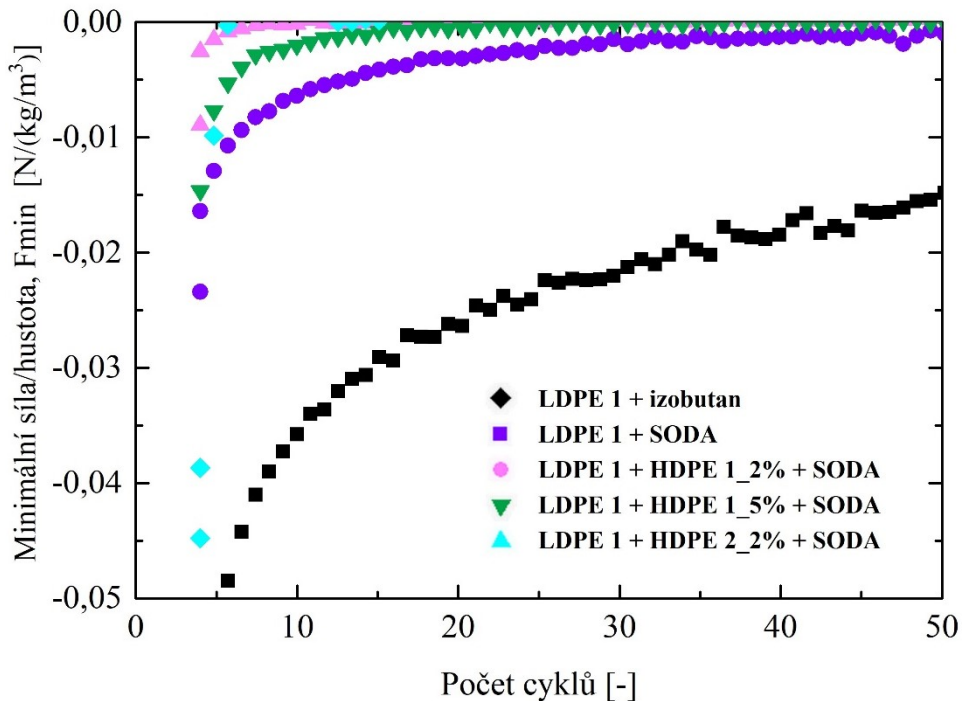
**Obrázek 37.** Síla při maximálním stlačení azodikarbonamidem lehčených vzorků LDPE 2 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz.

Z Obrázku 37 je zřejmé, že z hlediska cyklického zatěžování vykazoval nejlepší výsledky vzorek azodikarbonamidem chemicky lehčený z LDPE 2 s přídavkem 2 hmotn. % HDPE 1. Při tomto zatěžování vykazoval vzorek skoro o polovinu lepší výsledek než fyzikálně lehčený vzorek.

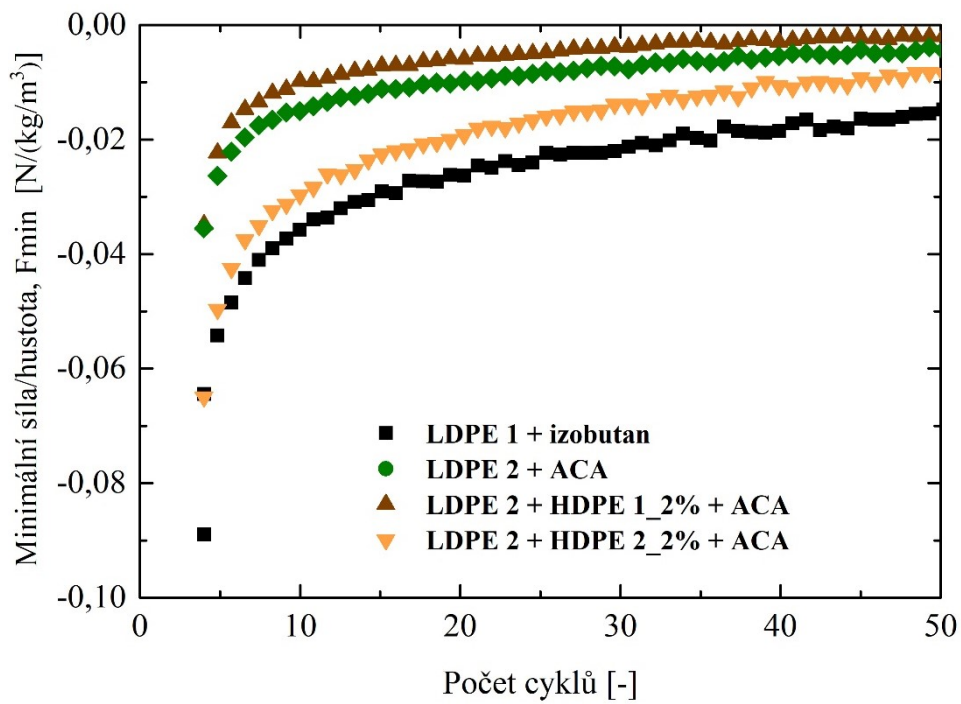
Na Obrázku 38 – 40 lze pozorovat průběh minimální zatěžující síly během prvních 50-ti cyklů. Z grafů je zřejmá pružnost daných vzorků v začátcích cyklického namáhání tlakem. Přesněji, kdy se vzorek již nezvládal vracet („narůstá“) do své původní tloušťky při horní úvratě cyklu. Z Obrázku 39 je zřejmé, že v případě vzorků lehčených jedlou sodou byla tzv. pružnost vzorku velmi malá. Lze říci, že vzorky LDPE 1 lehčené azodikarbonamidem byly schopny se v průběhu prvních 50-ti cyklů vracet do své původní tloušťky.



**Obrázek 38.** Síla při minimálním stlačení azodikarbonamidem lehčených vzorků LDPE 1 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz.



**Obrázek 39.** Síla při minimálním stlačení jedlou sodou lehčených vzorků LDPE 1 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz.



**Obrázek 40.** Síla při minimálním stlačení azodikarbonamidem lehčených vzorků LDPE2 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz.

## ZÁVĚR

Tato práce je zaměřena na kríповé chování chemicky lehčených struktur. V teoretické části je popsán princip přípravy lehčených struktur, průběh tvorby buněk, formování a jejich stabilizace a dále také dlouhodobé mechanické zkoušky a možnosti testování lehčených struktur využívaných hlavně ve stavebnictví.

V experimentální části byla nejprve pozornost zaměřena na optimalizaci přípravy vzorků lehčených struktur chemickou cestou. Následně byla vytvořena metodika k charakterizaci připravených lehčených struktur, a to z pohledu jejich struktury a z pohledu jejich mechanických vlastností.

Z výsledků optimalizace složení směsi vyplývá, že s cílem získat velmi nízkou hustotu chemicky lehčené struktury, blízkou fyzikálně lehčené struktury, je nutno do 100 dílů polymerní matrice zamíchat v definovaném čase a pořadí 14 dílů nadouvadla, 4 díly aktivátoru reakce a 1 díl síťovadla.

Z takto navržené směsi byly připraveny tři série vzorků, a to vzorky lehčené azodikarbonamidem (matrice z nízkohustotního polyethylenu s nižší (LDPE 1) a vyšší pevností taveniny (LDPE 2)) s podobnými hustotami jako u připravených komerčních fyzikálně lehčených struktur a vzorky lehčené jedlou sodou s hustotami čtyřikrát vyššími.

Pomocí mikroskopických analýz bylo zjištěno, že strukturu velmi podobnou komerčnímu fyzikálně lehčenému vzorku měly vzorky připravené z matrice LDPE 2 s přídavkem dvou typů HDPE. Fyzikálně lehčené vzorky vykazovaly charakteristickou pravidelnou Voroiniho strukturu, naopak jedlou sodou lehčené vzorky měly odlišný hierarchický systém uspořádání buněk s ochrannou vrstvou větších buněk vytvořenou z buněk menších. Pomocí CT analýzy byla zkoumána porozita za pomoci modelů a 3D analýzy, přičemž bylo zjištěno, že nejnižší porozity dosáhly vzorky LDPE 1 a LDPE 2 lehčených přídavkem azodikarbonamidu, z důvodu vysoké pevnosti polymerní taveniny bránící rozsáhlejší expanzi. V případě přídavku HDPE 2, charakteristického vysokou pevností, dochází k poklesu porozity a zvýšení počtu uzavřených buněk při zachování stejné hustoty.

Připravené vzorky lehčených struktur byly také analyzovány z pohledu mechanických vlastností, kdy byly prováděny zkoušky kríповého chování (toky za studena), sledována relaxace a změny v průběhu cyklického zatížení.

Z výsledků provedených krípvých zkoušek bylo zjištěno, že nejlepších vlastností, jak z hlediska krípu, tak elastického zotavení při 20 °C dosahují azodikarbonamidem lehčené struktury z LDPE 1 a u vzorku z LDPE 2 s přídavkem HDPE 2 ve 2 hmot.%, kdy bylo dosaženo největšího elastického zotavení. Naopak, nejnižší hodnoty elastického zotavení byly dosahovány u vzorků lehčených jedlou sodou, i přesto, že vykazovaly výbornou pevnost. V případě zvýšené teploty byly výsledky podobné, avšak s vyšším procentem změny tloušťky.

Nejlepšího výsledku relaxace při teplotě 20 °C bylo dosaženo u azodikarbonamidem lehčeného LDPE 1 s přídavkem HDPE 1 v 5 hmot. %, kdy tento vzorek vykazoval nejnižší sílu dosaženou při relaxaci a dostatečnou schopnost vyrelaxování. U vzorku LDPE 2 s přídavkem HDPE 2 ve 2 hmot.% byla nejnižší síla jen o něco málo vyšší a vyrelaxování síly zde bylo o pětinu lepší. V případě zvýšené teploty vykazoval nejnižší sílu vzorek z čistého LDPE 1 chemicky lehčeného azodikarbonamidem a síla vyrelaxovala o tři pětiny. Jelikož schopnost vyrelaxování síly při zvýšené teplotě téměř u všech vzorků stoupla (vyjma lehčených jedlou sodou), mohou být tyto lehčené struktury použity s výhodou u aplikací za zvýšené teploty – pěny pod podlahy v místnostech, kde je využíváno podlahové topení, kdy tato pěna po daném zatížení bude mít velmi dobrou schopnost se vrátit zpět do své původní polohy.

Výsledky cyklického zatěžování ukázaly, že nejlepším vzorkem z hlediska maximální síly byl azodikarbonamidem chemicky lehčený LDPE 2 s přídavkem 2 hmot. % HDPE 1, kdy tato lehčená struktura vykazovala skoro o polovinu lepší hodnoty než komerční fyzikálně lehčená struktura. S ohledem na minimální sílu v průběhu cyklického zatěžování lze říci, že vzorky LDPE 1 lehčené azodikarbonamidem byly schopny se v průběhu prvních 50- ti cyklů vracet do své původní tloušťky, což znamená, že jsou dostatečně pružné.

Na základě výše zmíněných zjištění se jako „nejlepší“ lehčená struktura jeví materiál LDPE 2 s 2 hmot.% HDPE 2. Jedná se o vhodnou lehčenou strukturu uspokojující požadavky jak z hlediska krípu na určitou pevnost, tak i zároveň na elastickou složku ve smyslu zotavení.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] Klempler D., V. S., Polymeric foams and foam technology, 2 nd ed, Munich: Hanser Publishers, 2004, ISBN 3446218319
- [2] Lee S. T. , Gendron R., Thermoplastic foam processing, principles and development: CRC Press, 2005, ISBN 0849317010
- [3] Eaves D., Handbook of polymer foams, Shrewsbury, U.K.: Rapra Technology Ltd., 2004, ISBN 1847350542
- [4] Guedes R. M., Creep and fatigue in polymer matrix composites, Philadelphia: Woodhead Publishing, 2011, ISBN 1845696565
- [5] Visser C. W., Amato D. N., Mueller J., Lewis J. A., Architected polymer foams via direct bubble writing, *Advanced Materials*, 2019, 8
- [6] Ghaffari M., Ziaie F., Effect of additives on thermal properties of electron beam irradiated LDPE foam, *Nukleonika*, 2007, 52, 35-38
- [7] Szycher M., Szycher's handbook of polyurethanes, 2nd Edition: CRC Press, 2017, 1144, ISBN 9781138075733
- [8] Okolieocha C., Raps D., Subramaniam K., Altstädt V., Microcellular to nanocellular polymer foams: Progress (2004–2015) and future directions – A review, *European Polymer Journal*, 2015, 73, 500-519
- [9] Biron M., Biobricks: The breakthrough of drop-in solutions, M. Biron, *Industrial Applications of Renewable Plastics: William Andrew Publishing*, 2017, 155-369, ISBN 9780323480659
- [10] Shutov F. A., Cellular structure and properties of foamed polymers, D. Klempler, *Polymeric Foams and Foam Technology*, 2nd ed, Munich: Hanser Publishers, 2004, ISBN 3446218319
- [11] Altan M., Thermoplastic foams: Processing, manufacturing, and characterization, 2018, ISBN 9789535137467
- [12] Shulmeister V., Modelling of the mechanical properties of low-density foams, Shaker Publishing: B.V.:Delft, 1997, ISBN 9042300256
- [13] Gibson L. J., Ashby M. F., Cellular solids: Structure and properties, 2, Cambridge: Cambridge University Press, 1997, 9780521499118
- [14] Ashby M. F., Plastic deformation of cellular materials, A. Bonfanti, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Oxford: Elsevier, 2016, ISBN 9780128035818
- [15] Mills N. J., Micromechanics of closed-cell foams, *Polymer Foams Handbook*, Oxford: Butterworth-Heinemann, 2007, 251-279, ISBN 9780750680691

- [16] ASTM D3576-98. Standard test method for cell size of rigid cellular plastics, 1998.
- [17] Khan I., Adrian D., Costeux S., A model to predict the cell density and cell size distribution in nano-cellular foams, *Chemical Engineering Science*, 2015, 138, 634-645
- [18] Saunders J. H., Klemmner D., *Fundamentals of foam formation*, D. Klemmner, *Polymeric foams and foam technology*, 2 nd ed, Munich: Hanser Publishers, 2004, 3-15, ISBN 3446218319
- [19] Leung S. N. S. *Mechanisms of cell nucleation, growth, and coarsening in plastic foaming: Theory, simulation, and experiment*. [PhD Thesis]. Toronto: University of Toronto; 2009.
- [20] Mokhtari M., Famili N., Golbang A., A review on the application of nucleation theories in thermoplastic foams, *Plastic and Polymer Thechnology*, 2016, 4, 11
- [21] Jin F.-L., Zhao M., Park M., Park S.-J., Recent trends of foaming in polymer processing: A review, *Polymers*, 2019, 11(6), 953
- [22] Barmouz M., Behraves A. H., The role of foaming process on shape memory behavior of polylactic acid-thermoplastic polyurethane-nano cellulose bio-nanocomposites, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2018, 91
- [23] Park C. P., *Polyolefin foams*, D. Klemmner, *Polymeric foams and foam technology*, 2 nd ed, Munich: Hanser Publishers, 2004, 233-299, ISBN 3446218319
- [24] Mills N. M., *Polyolefin foams*: Rapra Technology Limited, 2003, ISBN 9781859574348
- [25] Kmetty Á., Litauszki K., Réti D., Characterization of different chemical blowing agents and their applicability to produce poly(lactic acid) foams by extrusion, *Applied Sciences*, 2018, 8, 1960
- [26] Niaounakis M., *Foaming and foamed products*, M. Niaounakis, *Biopolymers: Processing and Products*, Oxford: William Andrew Publishing, 2015, 327-359, ISBN 9780323266987
- [27] Lee S. T., Park C. B., *Foam extrusion : principles and practice*, 2014,
- [28] Shau-Tarng Lee, Chul B. Park, Ramesh N. S., *Polymeric foams: Science and technology*: Boca Raton: CRC Press, 2007, ISBN 9780429128646
- [29] Mills N. J., *Simple mechanical tests*, N. J. Mills, *Polymer Foams Handbook*, 5, Oxford: Butterworth-Heinemann, 2007, 85-114, ISBN 9780750680691



- [30] Liu P. S., Chen G. F., Characterization methods: Basic factors, P. S. Liu, Chen G. F., editors., *Porous Materials*, 7, Boston: Butterworth-Heinemann, 2014, 411-492, ISBN 9780124077881
- [31] Istrate O. M., Chen B., Relative modulus–relative density relationships in low density polymer–clay nanocomposite foams, *Soft Matter*, 2011, 7(5), 1840-1848
- [32] Rezgar H., Taher A., Ali D., Richard E. L., Thermal conductivity of low density polyethylene foams part I: Comprehensive study of theoretical models, *Journal of Thermal Science*, 2019, 28(4), 745-754
- [33] Wypych G., Additives, G. Wypych, *Handbook of Foaming and Blowing Agents*, 7: ChemTec Publishing, 2017, 179-194, ISBN 9781895198997
- [34] Bruyako M., Grigoreva L., Lvov S., Influence of chemical additives on the properties of polymer foams, *MATEC Web of Conferences*, 2018, 251
- [35] Dutta A. S., Polyurethane foam chemistry, S. Thomas, Rane A. V., Kanny K., V.K A., Thomas M. G., editors., *Recycling of Polyurethane Foams*: William Andrew Publishing, 2018, 17-27, ISBN 9780323511339
- [36] Wagner J. R., Mount E. M., Giles H. F., Foam extrusion, J. R. Wagner, Mount E. M., Giles H. F., editors., *Extrusion (Second Edition)*, Oxford: William Andrew Publishing, 2014, 603-607, ISBN 9781437734812
- [37] Hu G.-h., Yue W., *Microcellular foam injection molding process*, 2012, ISBN 9789535102977
- [38] Abe A., Dušek K., Kobayashi S., *Crosslinking in materials science*: Springer, 2005, ISBN 9783540258315
- [39] Throne J. L., *Thermoplastic foam extrusion: An introduction*: Hanser Publications, 2004, 139, ISBN 9781569903605
- [40] Běhálek L., *Polymery, Mechanické vlastnosti polymerů – statické namáhání*, 2014,[5.1.2020] Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/09.html>
- [41] Gonçalves M. C., Margarido F., *Materials for construction and civil engineering : science, processing, and design*: Springer, 2015, ISBN 9783319082363
- [42] ASTM D3574. *Standard test methods for flexible cellular materials-slab, bonded, and molded urethane foams*,2005.
- [43] Mills N. J., Seating case study, N. J. Mills, *Polymer Foams Handbook*, 9, Oxford: Butterworth-Heinemann, 2007, 205-233, ISBN 9780750680691

- [44] Fyodor A. Shutov, Donald P. Visco J., Blowing agents for polymeric foams, D. Klempler, Polymeric foams and foam technology, 2 nd ed, Munich: Hanser Publishers, 2004, 505-547, ISBN 3446218319
- [45] Zimmermann M. V. G., Brambilla V. C., Brandalise R. N., Zattera A. J., Observations of the effects of different chemical blowing agents on the degradation of poly(lactic acid) foams in simulated soil, Materials Research, 2013, 16, 1266-1273
- [46] Krutko I., Danylo I., Kaulin V., Kinetics of azodicarbonamide decomposition in the presence of an initiator for obtaining solid foams, Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii, 2019, 26-34
- [47] Barbier C., Michaud P.-M., Baillis D., Randrianalisoa J., Combescure A., New laws for the tension/compression properties of Voronoi closed-cell polymer foams in relation to their microstructure, European Journal of Mechanics - A/Solids, 2014, 45, 110-122
- [48] Pérez-Tamarit S., Solórzano E., Hilger A., Manke I., Rodríguez-Pérez M. A., Multi-scale tomographic analysis of polymeric foams: A detailed study of the cellular structure, European Polymer Journal, 2018, 109, 169-178
- [49] Uneyama T., Yamazaki T., Igarashi T., Nitta K., Effect of pore size distribution on compressive behavior of moderately expanded low-density polyethylene foams, Polymer Engineering and Science, 2019, 59(3), 510-518

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

LDPE	nízkohustotní polyethylen
HDPE	vysokohustotní polyethylen
$t$	průměrná délka tětiny
$d$	průměrná hodnota průměru buňky
$\Delta F$	volná energie systému
$\gamma$	povrchové napětí kapaliny
$A$	celková plocha rozhraní
$r$	poloměr buňky
$\Delta p$	změna tlaku
$\Delta p_1^2$	rozdíl tlaku mezi dvěma buňkami
$\Gamma$	povrchový přebytek adsorbované složky
$\mu$	chemickým potenciálem
$\rho$	hustota
$V_0$	objem
$\rho_p$	skutečná hustota polymerní fáze
$\rho_g$	hustota plynu v buňkách
$G$	volný objem (porozita)
$\varepsilon(t)$	celková deformace
$\varepsilon_0$	okamžitá elastická deformace
$\varepsilon_c$	deformace při tečení
$\sigma_0$	konstantní napětí
$D$	kríp (poddajnost)
$h_s$	výška vložky
$h_0$	výška tělesa před zkouškou

---

$h_1$	výška tělesa po zkoušce
IFD	odpor proti vtlačení (indentation force deflection)
CFD	odpor proti stlačení (compression force deflection)
DSC	diferenční skenovací kalorimetrie
ACA	azodikarbonamid
ZnO	oxid zinečnatý
DP	dikumyl peroxid

## SEZNAM OBRÁZKŮ

<b>Obrázek 1.</b> Schématické zobrazení struktury polymerních pěn s uzavřenými (vlevo) a otevřenými (vpravo) buňkami. [11].....	15
<b>Obrázek 2.</b> Pěna s otevřenými buňkami [13] .....	16
<b>Obrázek 3.</b> Pěna s uzavřenými buňkami [13].....	17
<b>Obrázek 4.</b> Geometrie buněk různých tvarů <b>a)</b> sférický <b>b)</b> 14-ti hedron (povrch složený z 6 čtverců a 8 šestiúhelníků <b>c)</b> 12-ti hedron (povrch složený pouze z pětiúhelníků) [10] <b>d)</b> jednotka buněk skládající se ze šesti 14ti hedronů a dvou 12-ti hedronů [13] .....	17
<b>Obrázek 5.</b> Heterogenní a homogenní nukleace v roztoku polymer-plyn [19] .....	20
<b>Obrázek 6.</b> Závislost viskozity na čase v průběhu tří fází procesu napěňování [2] ..	23
<b>Obrázek 7.</b> Proces vytlačování fyzikálně lehčené pěny popsany do tří oblastí, (1) smykový tok, (2) nukleace, (3) stabilizace lehčené struktury. [2].....	24
<b>Obrázek 8.</b> Schematická křivka závislosti.....	28
<b>Obrázek 9.</b> Schéma napěňování polymerní taveniny plynem. [36].....	31
<b>Obrázek 10.</b> Viskozita taveniny polymeru po síťování. [37] .....	32
<b>Obrázek 11.</b> Kríp <b>a)</b> Průběh zatěžujícího napětí v čase. <b>b)</b> Průběh deformace od zatěžujícího napětí v čase (kríp) a po uvolnění napětí (elastické zotavení). [4] .....	35
<b>Obrázek 12.</b> Kríповá křivka a její stádia [39] .....	36
<b>Obrázek 13.</b> Relaxace <b>a)</b> Průběh při aplikaci konstatní <b>b)</b> Průběh relaxace v čase po definované deformaci [4].....	37
<b>Obrázek 14.</b> Stanovení trvalé deformace vzorku. [39].....	37
<b>Obrázek 15.</b> Kapilární reometr (vlevo), systém dvou ozubených válečků Rheotens (uprostřed), kapiláry o průměru 1 mm a délkách 20 a 0 mm (napravo). .....	43
<b>Obrázek 16.</b> Závislost smykové viskozity na rychlosti smykové deformace.....	44
<b>Obrázek 17.</b> Elongační viskozita materiálů v závislosti na rychlosti elongační deformace. ....	45
<b>Obrázek 18.</b> Vyhodnocení DSC analýzy směsí před zpěněním s nadouvadly azodikarbonamid (červená křivka) a jedlá soda (černá křivka).....	46
<b>Obrázek 19.</b> Schéma postupu procesu míchání a lisování lehčených struktur.....	48
<b>Obrázek 20.</b> Lehčená pěna vyrobená lisováním připravené směsi.....	48

- Obrázek 21.** Množství směsi napěňované v lisovací formě o objemu  $8,5 \text{ cm}^3$ .....49
- Obrázek 22.** Připravené lehčené struktury se zvyšujícím se množstvím nadouvadla. a) 10 php, b) 12 php, c) 14 php.....50
- Obrázek 23.** Tvar funkce cyklického namáhání s definovanou frekvencí a amplitudou. ....54
- Obrázek 24.** Vzhled připravených lehčených struktur z jednolivých polymerních směsí pomocí SEM analýzy. ....57
- Obrázek 25.** Srovnání typů lehčené struktury a) Voronoiho struktura s úzkou distribucí buněk b) hierarchický systém se širokou distribucí velikostí buněk. [13].....58
- Obrázek 26.** Vzorek chemicky připravené pěny lehčený jedlou sodou, 250 x zvětšený optickým mikroskopem (vlevo) a 40 x zvětšený elektronovým mikroskopem (vpravo). ....59
- Obrázek 27.** Vzorek pěny připravené fyzikálním lehčením při zvětšení 250 x (vlevo) a 40 x (vpravo).....59
- Obrázek 28.** Kríповé chování (stlačení silou 10 N po dobu 0-600 s) a elastické zotavení (uvolnění zatížení po dobu 600-1200 s) azodikarbonamidem lehčených LDPE 1 struktur při a) teplotě  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  b) teplotě  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ . ....64
- Obrázek 29.** Kríповé chování (stlačení silou 10 N po dobu 0-600 s) a elastické zotavení (uvolnění zatížení po dobu 600-1200 s) jedlou sodou lehčených LDPE 1 struktur při a) teplotě  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  b) teplotě  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ .....65
- Obrázek 30.** Kríповé chování (stlačení silou 10 N po dobu 0-600 s) a elastické zotavení (uvolnění zatížení po dobu 600-1200 s) azodikarbonamidem lehčených LDPE 2 struktur při a) teplotě  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  b) teplotě  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ . ....66
- Obrázek 31.** Relaxace napětí v azodikarbonamidem lehčených LDPE 1 strukturách stlačených o 4 mm při a) teplotě  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  b) teplotě  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ .....69
- Obrázek 32.** Relaxace napětí v jedlou sodou lehčených LDPE 1 strukturách stlačených o 4 mm při a) teplotě  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  b) teplotě  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ .....70
- Obrázek 33.** Relaxace napětí v azodikarbonamidem lehčených LDPE 2 strukturách stlačených o 4 mm při a) teplotě  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  b) teplotě  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ .....71
- Obrázek 34.** Tvar a průběh cyklů o dané frekvenci v čase generující maximální a minimální zatížení vzorku. ....72

- Obrázek 35.** Síla při maximálním stlačení azodikarbonamidem lehčených vzorků LDPE 1 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz. ....73
- Obrázek 36.** Síla při maximálním stlačení jedlou sodou lehčených vzorků LDPE 1 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz. ....73
- Obrázek 37.** Síla při maximálním stlačení azodikarbonamidem lehčených vzorků LDPE 2 v průběhu každého z 2300 cyklů o frekvenci 1,17Hz. ....74
- Obrázek 38.** Síla při minimálním stlačení azodikarbonamidem lehčených .....75
- Obrázek 39.** Síla při minimálním stlačení jedlou sodou lehčených vzorků .....75
- Obrázek 40.** Síla při minimálním stlačení azodikarbonamidem lehčených .....76

**SEZNAM TABULEK**

<b>Tabulka 1.</b> Vliv zvyšovaného množství nadouvadla na výslednou hustotu struktury .....	49
<b>Tabulka 2.</b> Množství a typ aditiv finálních směsí k přípravě lehčené struktury.....	50
<b>Tabulka 3.</b> Složení polymerní směsi k přípravě chemicky lehčených struktur, složených z přísad azodikarbonamidu (ACA), oxidu zinečnatého (ZnO) a z dikumyl peroxidu (DP).....	51
<b>Tabulka 4.</b> Hustota připravených lehčených vzorků určená přímou a hydrostatickou metodou.....	55
<b>Tabulka 5.</b> Řezy, 3D modely, morfologie a zjištěné parametry vzorků pomocí software.....	61
<b>Tabulka 6.</b> Shrnutí hodnot maximálního stlačení vzorků na konci zkoušky krípu v čase 600 s a na konci elastického zotavení v čase 1200 s. Původní tloušťka vzorku byla 15 mm. ....	63
<b>Tabulka 7.</b> Shrnutí hodnot maximální relaxační síly na počátku stlačení vzorků a v čase 1200 s. ....	68