



Adhezní vlastnosti polypyrolem upravených textilií

Diplomová práce

Studijní program: N3957 – Průmyslové inženýrství
Studijní obor: 3901T073 – Produktové inženýrství

Autor práce: **Bc. Eva Pokorná**
Vedoucí práce: Ing. Veronika Tunáková, Ph.D.



Adhesive properties of polypyrrole modified textiles

Diploma thesis

Study programme: N3957 – Industrial Engineering

Study branch: 3901T073 – Product Engineering

Author: **Bc. Eva Pokorná**

Supervisor: Ing. Veronika Tunáková, Ph.D.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Eva Pokorná**
Osobní číslo: **T14000062**
Studijní program: **N3957 Průmyslové inženýrství**
Studijní obor: **Produktové inženýrství**
Název tématu: **Adhezní vlastnosti polypyrolem upravených textilií**
Zadávající katedra: **Katedra hodnocení textilií**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Vypracujte literární rešerši na téma: a) textilní materiály se zvýšenou elektrickou vodivostí; b) nanášení vodivých polymerů (zejména polypyrolu) na textilie metody, postupy, parametry procesu; c) hodnocení elektrické vodivosti a dalších užitečných vlastností povrstvených textilií; d) možnosti zvýšení adheze mezi substrátem a elektricky vodivým nánosem.
2. Připravte elektricky vodivé vzorky nanášením polypyrolu na nevodivou textilií pomocí ověřeného postupu a analyzujte základní vlastnosti vytvořených textilních struktur (analýza povrchu, funkční a užité vlastnosti).
3. Vyhodnoňte navržený experiment porovnejte vlastnosti textilního substrátu se vzorkem upraveným pomocí vodivého polymeru, zhodnoňte užité vlastnosti a životnost úpravy.
4. Navrhněte a realizujte experiment aktivace povrchu substrátu, popř. úpravy postupu a receptury nanášení vodivého polymeru s cílem zlepšit vybrané vlastnosti textilií získaných pomocí tradičního postupu aplikace vodivého polymeru.
5. Vyhodnoňte navržený experiment zhodnoňte existenci či neexistenci vlivu aktivace povrchu substrátu, popř. úpravy postupu receptury nanášení na sledované veličiny.
6. Získané výsledky vhodně interpretujte.

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy: 50 - 60 stran

Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

1. Smith W.C. Smart Textile Coatings and Laminates. Vyd. 1. Cambridge: Woodhead Publishing, 2010, 320 s. ISBN 978-1-84569-379-4.
2. Cucchi I., et al. Bio-based conductive composites: Preparation and properties of polypyrrole (PPy)-coated silk fabrics. Synthetic Metals 2009, 159(3-4), pp. 246-253.
3. Mehmood T., et. al. Study of oxygen plasma pre-treatment of polyester fabric for improved polypyrrole adhesion. Material Chemistry and Physics 2014, 143, pp. 668-675.
4. Tavanai H., Kaynak A. Effect of weight reduction pre-treatment on the electrical and thermal properties of polypyrrole coated woven polyester fabrics. Synthetic Metals 2007, 157, pp. 764-769.
5. Tabaciarova J, et. al. Study of polypyrrole aging by XPS, FTIR and conductivity measurements. Polymer Degradation and Stability 2015, 120, 392-401.
6. Mosnackova K. et. al. Polyamide grafted with polypyrrole: formation, properties, and stability. Chemical Papers 2013, 67(8), pp. 979-994.

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Veronika Tunáková, Ph.D.

Katedra materiálového inženýrství

Konzultant diplomové práce:

prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D.

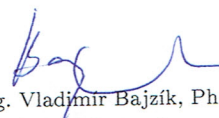
Katedra materiálového inženýrství

Datum zadání diplomové práce: 27. března 2015

Termín odevzdání diplomové práce: 13. května 2016



Ing. Jana Drašarová, Ph.D.
děkanka



doc. Ing. Vladimír Bajzík, Ph.D.
vedoucí katedry

V Liberci dne 7. prosince 2015

Prohlášení

Byla jsem seznámena s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Obsah

Úvod	9
1. Přehled současného stavu problematiky.....	11
2. Textilní materiály se zvýšenou elektrickou vodivostí	16
2.1. Způsoby výroby elektricky vodivých textilií.....	17
2.2. Elektricky vodivá vlákna.....	18
2.2.1. Kovová vlákna.....	18
2.2.2. Uhlíková vlákna.....	19
3. Úprava textilního substrátu pomocí vodivých polymerů.....	19
3.1. Vodivé polymery	22
3.1.1. Polyanilin.....	24
3.1.2. Polypyrol	24
3.1.3. Polyacetylen	25
3.2. Metody tvorby textilních struktur pomocí vodivých polymerů.....	25
3.3. Zvýšení adheze mezi vodivým polymerem a substrátem	26
4. Hodnocení elektrické vodivosti a elektromagnetické stínící schopnosti textilií.....	27
4.1. Povrchová a objemová rezistivita.....	28
4.2. Elektromagnetické stínění	30
5. Experimentální část	32
5.1. Parametry použitého textilního substrátu	32
5.2. Použité chemické látky	33
5.3. Použité metody	35
5.4. Experiment A.....	36
5.5. Experiment B.....	39
5.5.1. Hodnocení vlivu vodivé vrstvy na vlastnosti polyesterové tkaniny	40
5.5.2. Shrnutí vlastností polypyrolem upravených vzorků	56
5.6. Experimentální část C.....	58
5.6.1. Úprava povrchu polyesterové tkaniny ozonem	59
5.6.2. Úprava povrchu polyesterové tkaniny alkalickou hydrolýzou hydroxidem sodným	61
5.6.3. Nanášení vodivého polymeru na upravenou polyesterovou tkaninu	64
5.6.1. Hodnocení funkčních vlastností vzorků po povrchové úpravě.....	64
5.6.2. Hodnocení funkčních vlastností vzorků po praní	67
6. Závěr.....	70
7. Seznam použité literatury	72

PODĚKOVÁNÍ

Chtěla bych především poděkovat své vedoucí diplomové práce Ing. Veronice Tunákové, Ph.D. za profesionální přístup, odborné vedení, cenné připomínky a čas, který mi byl věnován. Dále bych chtěla poděkovat konzultantu prof. Ing. Jakubu Wienerovi, Ph.D. za nápady a připomínky k této práci. Dále bych chtěla poděkovat paní Ing. Janě Grabmüllerové za tvorbu snímků z elektronové mikroskopie a paní Ing. Miroslavě Pechočiakové, Ph.D. za konzultace a pomoc při zhotovení termické analýzy.

ANOTACE

Dnešní společnost stále více závisí na všude přítomné elektronice, přičemž budoucnost se jeví v elektronických systémech, které budou velmi nenápadně začleněny do každodenního oděvu. Tohoto je možné docílit pomocí elektricky vodivých textilních struktur při zachování komfortních vlastností typických pro oděvy určené ke každodennímu nošení. Při pohlednutí na tuto problematiku z druhé strany, současná doba s sebou přináší nevídaný nárůst umělých zdrojů elektromagnetického pole vedoucí k potřebě vývoje flexibilních stínících krytů vynikajících nízkou hmotností a vysokou propustností pro vzduch i vodní páry. Tato diplomová práce se zabývá přípravou a testováním elektricky vodivých plošných textilií pomocí nanášení vodivého polymeru na nevodivý substrát. Vodivý polymer polypyrol byl aplikován chemickou polymerizací *in-situ*. Jako substrát byla zvolena polyesterová textilie plátňové vazby. Cílem práce je porovnat vlastnosti textilního substrátu a textilie upravené pomocí vodivého polymeru s důrazem na funkčnost zastoupenou hodnocením elektrické vodivosti a elektromagnetické stínící účinnosti a životnost vodivé úpravy. V rámci práce je prozkoumána také možnost předúpravy polyesterového substrátu z hlediska zvýšení adhezních vlastností mezi vodivým polymerem a textilním substrátem.

Klíčová slova: polypyrol, elektromagnetická stínící účinnost, adheze, hydrolyza.

ANNOTATION

Today's society is increasingly dependent on ubiquitous electronics. The future seems to be in electronic systems, which are very discreetly integrated into everyday garments. This can be achieved using electrically conductive textile structures while maintaining comfort properties typical for clothing for everyday wear. While looking at this issue from the other side, the current time brings along an unprecedented increase in man-made sources of electromagnetic fields leading to the need for the development of flexible shield cover outstanding by low weight and high permeability to air and water vapor. This thesis deals with the preparation and testing of electrically conductive fabrics using a conductive polymer coating onto a nonconductive substrate. Polypyrrole conductive polymer was applied by chemical *in-situ* polymerization. As a substrate a polyester plain weave fabric was chosen. The aim of this work is to compare the properties of the textile substrate and the textile coated by a conductive polymer while functionality represented by evaluating the electrical conductivity and electromagnetic shielding effectiveness and durability of the conductive treatment is emphasized. The possibility of pre-treatment of the polyester substrate in terms of increasing the adhesion properties between the conductive polymer and textile substrate is also explored in this work.

Key words: polypyrrole, electromagnetic shielding efficiency, adhesion, hydrolysis.

Úvod

K dnešní době neodmyslitelně patří různá elektronická zařízení, která se stala součástí každodenního života, každého z nás. Dnešní společnost je obklopena mnoha elektronickými zařízeními, jako jsou mobilní telefony, notebooky a přehrávače. Použitím elektricky vodivých textilních struktur může být docíleno elektronických systémů, které budou součástí oděvů. Další významnou možností použití elektricky vodivých textilií, jak vyplývá z literární rešerše, představuje oblast elektromagnetického stínění. Z obecného hlediska jsou klasické textilní materiály elektrické izolanty, nemají tedy schopnost vést elektrický proud. Kovy se zdají být díky své vysoké elektrické vodivosti vhodnou komponentou pro tvorbu elektricky vodivých textilních struktur. Kovy však často podléhají korozi a oxidaci, mají vysokou ohybovou tuhost, vysokou hustotu a jsou cenově méně dostupné než polymerní materiály. Z těchto důvodů se vhodnou variantou pro tvorbu vodivých textilií zdá být použití elektricky vodivých polymerů. Textilní materiály vyrobené pomocí vodivých polymerů mají spoustu výhod jako je především nízká hmotnost, ohebnost, propustnost pro vzduch a vodní páry a také cenová dostupnost v porovnání s textiliemi kde je elektrická vodivost zvyšována pomocí kovů.

Cílem této práce je připravit a důkladně analyzovat elektricky vodivé plošné textilní útvary pomocí aplikace vodivých polymerů, dále pak navrhnout a realizovat experiment aktivace povrchu substrátu s cílem zlepšit vybrané vlastnosti textilií získaných pomocí tradičního postupu aplikace vodivého polymeru. Tato práce se bude využívat vodivý polymer polypyrolu. Téma diplomové práce bylo zvoleno z důvodu návaznosti na předchozí diplomovou práci slečny Pospíšilové, která byla obhájena v roce 2015. Diplomová práce nazvaná „Příprava a charakterizace textilií upravených pomocí polypyrolu za účelem odstínění elektromagnetického pole“ byla zaměřena na přípravu elektricky vodivých textilií s určitým stupněm elektromagnetického stínícího účinku v rozmezí 10 - 20 dB pro frekvenci 600 MHz až 1,5 GHz bez další důkladné charakterizace vytvořených vzorků.

Dílním cílem této diplomové práce je v první řadě ověření metodiky popsané v již obhájené diplomové práci a vytvoření kompozitních vzorků z polyesterové tkaniny s nánosem vodivého polymeru polypyrolu pomocí chemické polymerizace *in-situ*. Dalším dílním cílem práce je porovnat vlastnosti textilního substrátu a textilie upravené pomocí vodivého polymeru, a proto bude v diplomové práci provedena rozsáhlá analýza vytvořených elektricky vodivých textilií zejména s ohledem na funkčnost reprezentovanou hodnocením elektrické vodivosti a elektromagnetické stínící schopnosti, studiem dalších užitečných vlastností a životností úpravy. Analyzován tedy bude

povrch upraveného vzorku za využití elektronového mikroskopu za účelem stanovení přítomnosti povrstvení jednotlivých vláken, tloušťka nánosu a hmotnost nánosu na textilních vzorcích. Dále budou prozkoumány přenosové vlastnosti charakterizované tepelnými vlastnostmi a propustností pro vzduch. V rámci mechanického namáhání bude testován otěr za sucha i mokra na přístroji Crocmeter a odolnost v oděru na přístroji Martindale. Z hlediska údržby budou textilní vzorky podrobeny praní a bude sledována stálost funkčních vlastností. Navíc bude prostudována hořlavost a termické vlastnosti, zejména teplota tání. V první části práce tedy budou komplexně prozkoumány funkční, povrchové a adhezní vlastnosti polypyrolem upravených textilií pomocí postupu z předchozí diplomové práce.

Z literární rešerše vyplývá a v experimentální části této práce bylo potvrzeno, že adhezní vlastnosti polypyrolového nánosu budou velmi nízké. Dalším cílem diplomové práce tedy je navrhnout inovovanou metodiku, která by zlepšila adhezní vlastnosti polypyrolového nánosu na substrát a přitom negativně neovlivnila zvýšenou elektrickou vodivost kompozitu polyesteru a polypyrolu. Narušení hladkého povrchu polyesterového vlákna s cílem zvýšit hydrofilitu a adsorpci vodivého polymeru na vlákno je možno dosáhnout několika způsoby. První možností je úprava samotného textilního substrátu. Druhý směr představuje modifikaci metodiky nanášení. Z literární rešerše se jako nejvhodnější využitelné metody jeví úpravy substrátu plasmou, ozonem, hydrolýzou (hydroxidem sodným) a začleněním silanizace při *in-situ* chemickém nanášení polypyrolu na textilní substrát. V této části diplomové práce bude aplikována hydrolytická předúprava a úprava povrchu substrátu ozonem a prozkoumán bude vliv úpravy na strukturu vlákna a hydrofilitu polyesterové tkaniny. Následně bude chemickou polymerizací aplikován vodivý polymer polypyrol, ověřeny funkční vlastnosti vytvořeného kompozitu a otestován vliv předúpravy na životnost vodivé úpravy vzorku.

1. Přehled současného stavu problematiky

Textilní vlákna jsou elektrické izolanty. Vytvoření vodivých textilií přinese nové oblasti využití zejména ve zdravotnictví nebo v oblastech elektromagnetického stínění. Je několik možností tvorby elektricky vodivých textilií a to například pomocí kovů nebo polymerů. Jedna možnost využívá povrchové úpravy s tekutými inkousty s vysokým obsahem kovů. Například to mohou být inkousty s obsahem niklu, mědi, stříbra nebo uhlíku. Další možností je využití vodivých vláken a přízí, které jsou vytvořené buď přidáním kovových vláken, nebo vodivých polymerů, jako jsou například polypyrol, polyanilin nebo polyethyleny. Mezi výhody použití vodivých polymerů patří například, že mají nízkou hmotnost, vysokou trvanlivost, jsou ohebné a cenově dostupné. Použitím kovových vláken pro zvýšení vodivosti se zvýší také hmotnost a tloušťka textilie. Proto se vhodnou variantou pro tvorbu vodivých textilií jeví materiály, které jsou potažené vodivými polymery. Hlavní použití elektricky vodivých textilií je v oblasti elektromagnetického stínění a vedení proudu. Tyto materiály mají vynikající stínící účinnost elektromagnetického záření a jeho interferenci a také mají antistatické účinky. Mohou být použity do sportovních oděvů, jako ohřev oděvů do extrémně chladných podnebních podmínek. Lze je použít ke konstrukci antén a využívá se tak jejich schopnost zachytit elektromagnetické vlny. Další možností je využít tyto textilie jako zdroj elektrické energie pro elektronická zařízení, která jsou umístěna v textiliích. Příkladem je inteligentní podprsenka, která využívá povlaků z vodivých polymerů. Výrobek tak může měnit svou pružnost podle vyvíjeného tlaku. Inteligentní podprsenka se dokáže okamžitě napnout či uvolnit své pásky nebo zpevnit košíčky, když dojde k nadměrnému pohybu. Elektricky vodivé textilie mohou být vhodné i pro ochranu lidí díky schopnosti odstínění elektromagnetického pole, kteří mají implantovaný kardiostimulátor. Elektrické vlastnosti, které jsou typické pro kovy je v současnosti možné zajistit s využitím vodivých polymerů [1, 2].

Polypyrol může být syntetizován buď chemicky, nebo elektrochemicky současně s oxidací a polymerací pyrolu. Chemická polymerace je vhodnější pro výrobu většího množství polypyrolu a je vhodná pro průmyslové aplikace. V článku [3] je uveden popis nového procesu nanášení polypyrolu na textilie. Výhodou tohoto procesu je, že ho lze aplikovat na všechny druhy textilních materiálů, jak na přírodní, tak i na syntetické, minerální, tkané, pletené a netkané textilní materiály. Před nanesením polymeru je tkanina nejprve ošetřena praním s použitím šetrného detergentu. Po praní je tkanina propláchnuta čistou vodou. Tkanina je proložena mřížkou z umělé hmoty a vložena do válcové patrony. V práci [3] jsou uvedeny dva vodné roztoky. První roztok se skládá z pyrolu a kyseliny naftalensulfonové a druhý z pyrolu a chloridu železitého. Molární poměr kyseliny a pyrolu byl 0,3 a molární poměr chloridu železitého a pyrolu byl 2,3. Oba vodné roztoky byly uloženy

v reakčním válci za nízkého tlaku, při teplotě menší než 10 °C po dobu 6 hodin. Za těchto podmínek byla, vytvořena elektricky vodivá tkanina s povrchovým odporem 10 Ω. Dále článek uvádí možnosti použití těchto textilií. Jednou z možností je výroba vyhřívaných autosedaček, vyhřívané zimní oblečení pro zimní sporty nebo vyhřívané rukavice, které mají sloužit pro lékařské účely. Tyto rukavice mají být určeny pro lidi, kteří mají problém s krevním oběhem v rukou i nohou. Mají vést k úlevě od bolesti a zahřívát na 34 °C. Ve spolupráci s lékaři byl vyvinut prototyp těchto rukavic. Mezi hlavní výhody patří flexibilita, příjemný omak, rovnoměrné rozložení teploty, nízká hmotnost a malé rozměry materiálu. V článku [4] je popsána metoda nanášení polypyrolu na bavlněnou tkaninu, jako oxidační činidlo zde byl použit chlorid železitý (FeCl₃) a chlorid sodný (NaCl). Před zahájením nanášení polypyrolu byla tkanina nejprve očištěna praním a poté bělena. U chemické polymerizace pyrolu je důležité dodržení koncentračního poměru pyrolu, FeCl₃ a NaCl v poměru 1:2:2. Nejprve je smíchán pyrol (0,1 mol/l⁻¹) s chloridem sodným (0,2 mol/l⁻¹). Po dobu 30 minut je roztok míchán poté se přidá chlorid železitý (0,2 mol/l⁻¹) a míchání pokračuje další 2 hodiny. Poté je tkanina propláchnuta od přebytečného polymeru při teplotě vody 60 °C po dobu 15 minut. Bavlněná tkanina je pak sušena volně na vzduchu. V článku [4] je také popsána elektrochemická polymerace pyrolu. Nanášení polypyrolu na bavlněnou tkaninu elektrochemickou metodou se jeví jako vhodný způsob. Polypyrolový nános byl daleko vyšší a rovnoměrnější než u chemické polymerizace pyrolu. Jak uvádí článek [5] výroba vodivých vlněných tkanin je možná nanášením polypyrolu na vlněnou tkaninu metodou *in-situ*. Vodivé vlněné tkaniny vykazují vysokou flexibilitu a pružnost typickou pro vlnu, mají dobré tepelné a elektrické vlastnosti. Z výsledků, které jsou uvedeny v článku [5] je hodnocení úroveň vodivosti vyhovující, a to i po expozici textilních vzorků na světlo. Dále byla vlněná tkanina vystavena teplu a mechanickému namáhání. Stálost úpravy na vlněném textilním vzorku při praní byla velmi nízká, ale stálost vůči organickým rozpouštědlům byla vynikající. Nanášení polypyrolu je možné metodou *in-situ* i na hedvábné tkaniny. V práci [6] jsou uvedeny výsledky, které prokázaly vysokou afinitu polypyrolu na hedvábné tkanině. Tato vlastnost umožňuje použít nižší koncentraci monomeru a kratší dobu polymerizace při nižší teplotě lázně. Hedvábná tkanina měla vynikající vodivost. Mezi velké výhody patří, také vysoká odolnost vůči tepelné degradaci. V článku [6] bylo uvedeno, že testování povrchových a adhezních vlastností polypyrolem upravených textilií dosud neproběhlo. Možné využití vodivých hedvábných tkanin je v oblasti technických textilií nebo v biomedicině. V článku [7] se uvádí postup vytváření viskóзовých vodivých tkanin. Na viskóзовé textilní vzorky byl jako vodivý polymer použit polypyrol, jako oxidační činidlo chlorid železitý (FeCl₃) a jako aktivační přísada byl zvolen dodecylbenzensulfonát sodný (SDBS). Koncentrace polymerační lázně polypyrolu byla 0,1 mol/l, chloridu železitého 0,25 mol/l. Doba polymerace viskóзовé tkaniny byla

5 hodin při teplotě lázně 25 °C. Výsledkem byla vodivá textilie (1,5 S/cm) s velmi dobrými adhezními vlastnostmi. Textilní vzorky si udržely elektrickou vodivost i po praní. V článku [8] byl navržen jednoduchý a originální způsob nanášení polyanilinu a polypyrolu (PPY) pomocí reaktivního tisku na šest různých textilních materiálů. Elektricky vodivé tkaniny byly získány chemickou oxidací hydrochloridu anilinu nebo pyrolu pomocí persíranu amonného na polyakrylonitrilovou, bavlněnou (CO), polyesterovou (PET), CO/PET, vlněnou (WO) a CO/WO tkaninu. První roztok byl vytvořen z 1,296 g hydrochloridu anilinu, který byl rozpuštěn v 50 ml destilované vody. Poté v 50 ml destilované vody byl vytvořen druhý roztok s 2,738 g persíranu amonného. V dalším kroku byly oba roztoky smíchány a klimatizovány při pokojové teplotě po dobu 24 hodin. Druhý roztok byl vytvořen podobným způsobem, v 50 ml destilované vody bylo smícháno s 1,05 ml pyrolu. V druhé kádince byl namíchán roztok s 50 ml destilované vody a 3,42 g persíranu amonného. Opět oba roztoky byly smíchány do jednoho a byly ponechány v pokojové teplotě po dobu 24 hodin. Po uplynutí požadované doby byly polyakrylonitrilové vzorky propláchnuty a sušeny ve vakuu při 60 °C. Výsledky uvedené v článku [8] ukazují, že představená metoda využívající elektricky vodivé inkousty je velmi jednoduchá. Získaná elektricky vodivá vrstva má velmi dobrou přilnavost, nízký povrchový odpor a velmi dobrou stínící účinnost. Jediným omezením této metody je požadavek na inkoust, který musí mít vhodnou viskozitu a povrchové napětí. Inkousty používané u této metody by měly obsahovat rozpuštěné nebo rozptýlené nanočástice vodivého polymeru. Nevýhodou této techniky je časté zanesení trysek tiskací hlavičky. Při testování této metody nanášení vodivých polymerů na textilní materiály se dosáhlo uspokojivého stínícího účinku. Pro polypyrol a polyakrylonitrilovou tkaninu se dosáhlo stínícího účinku $\approx 9,3$ dB. Pro polyanilin a polyakrylonitrilovou tkaninu byla naměřena stínícího účinku až ≈ 25 dB.

Spousta vědeckých článků se zabývá zvýšením adhezních vlastností z důvodu kritické stability vodivé úpravy na povrchu textilních materiálů například z hlediska praní nebo otěru. Jednou z možností pro zvýšení adheze mezi substrátem a elektricky vodivým nánosem je využití plasmu. V poslední době vzrostl zájem o vývoj plazmových technologií pro zlepšení vlastností textilních povrchů. Úprava plasmou se ukázala jako vhodná pro zlepšení některých vlastností a zušlechťovacích procesů na textiliích. Například zlepšení barvitelnosti a potisku textilií nebo dosažení vyšší stálobarevnosti, adheze povrchu a vzlínání. Úprava plasmou může nabídnout značné úspory vody, energie, odpadních vod a tudíž šetří životní prostředí. Vodivé polymery zejména polypyrol má široký rozsah vodivosti, snadné zpracování, biokompatibilitu, ekologickou stabilitu, schopnost generovat teplo a vytvářet elektromagnetické stínění. Hlavní překážkou při aplikaci polypyrolu na

textilní substrát byla velmi špatná přilnavost nánosu na povrch vláken. Byly zkoumány vlivy plasmy na povrchové vlastnosti substrátu a také na přilnavost nátěru k substrátu. Na předupravenou vlněnou a polyesterovou tkaninu, byla za atmosférického tlaku aplikována plazma. Tyto upravené substráty vykazovaly zlepšení schopností spojení nánosu polypyrolu s textilním substrátem. V práci [10] bylo zjištěno, že k zlepšení adhezních vlastností textilního materiálu je zapotřebí zvolit při úpravě plasmou vhodné plynné prostředí. Byl použit kyslík (O_2), argon (Ar) a dusíku (N_2), jsou to plyny nízkotlakové radiové frekvence. Data ukázala po 2000 cyklech odírání, že kyslík dosáhl lepších výsledků než ve srovnání s dusíkem a argonem. Rentgenová fotoelektronová spektroskopie (XPS) ukázala zvýšení karboxylové ($O-C=O$) a etanolové skupiny ($C-O$) po ošetření plasmou. V tomto článku je také uveden široký rozsah podmínek pro ošetření plasmou. Podmínky byly zkoumány s cílem zlepšit chemickou funkcionalizaci a drsnost povrchu pro lepší přilnavost polymeru na textili. S tím souvisí i vazebná síla, měrný elektrický odpor, morfologie povrchu nánosu, rozhraní, chemické složení a smáčivost, které byly zkoumány s použitím široké škály experimentálních technik. Parametry, které ovlivňují proces modifikace, závisí převážně na době modifikace (doba působení plasmy na textilní materiál), energii a výkonu přístroje, tlaku a teplotě ve výbojové komoře, intenzitě proudění, druhu plynu, elektrickém napětí, frekvenci výbojů, teplotě modifikovaného materiálu, rozměrech komory, umístění modifikovaného výrobku v komoře, druhu a vlastnostech modifikovaného materiálu. V článku [10] byl proveden test odolnost v oděru textilních materiálů, které byly upraveny kyslíkovou plasmou. Účinnost plasmatické předúpravy na zlepšení přilnavosti mezi textilním substrátem (polyesterem) a nánosem polypyrolu, byla hodnocena pomocí mechanického odírání. Vzorky byly zpracovány kyslíkovou plasmou s různou dobou působení na textilní substrát (15, 120 a 500 sekund). Po 5000 cyklech odírání byla změna odstínu barvy vzorku evidentní pro všechny odírané vzorky. Vzorek, kde nebyla použita plasmová předpraha utrpěl nejvýraznější ztrátu polypyrolové vrstvy. Změny na vzorcích, které byly ošetřeny kyslíkovou plasmou po dobu 120 a 500 sekund byly nejmenší. Výsledky jasně ukazují, že plasmová úprava je velmi účinná pro zlepšování adheze mezi textilním substrátem, konkrétně polyesterem a vodivým polymerem polypyrolem. Z článku [10] vyplynulo, že povrchový měrný odpor pro vzorky, které nebyly upraveny plasmou, byl v rozsahu 125 Ω . Po zkoušce odolnosti v oděru vzorků, které nebyly ošetřeny plasmou, byl nános polypyrolu odstraněn. Vzorky ošetřené plasmou vykazovaly malé zvýšení povrchového měrného odporu v rozsahu 130-140 Ω . V článku [10] byly uvedeny výsledky, které ukazují, že povrchový měrný odpor se zachová i po dlouhou dobu odírání textilních vzorků. Ošetření povrchu textilní vzorků plasmou je závislé na čase. Se zvyšující se dobou působení plasmy na textilní vzorek se zvyšuje drsnost povrchu vzorku. Nízký tlak kyslíku v plazmě má za následek zlepšení adheze mezi polypyrolem a polyesterem. Chemickým rozkladem polymerních

řetězců a oxidační reakcí došlo k vytvoření dalších C-O a O-C=O skupin. Také bylo zjištěno, že dochází k zvýšení povrchové energie a drsnosti. Zvýšení doby působení plasmu mělo za následek zvýšení hydrofilnosti polyesterových vzorků tkaniny [10, 11].

Další možností modifikace povrchu polyesterové tkaniny je alkalická hydrolyza hydroxidem sodným (NaOH). Polyesterová vlákna mají velmi dobré mechanické vlastnosti, ale mezi jejich nedostatky patří jejich hydrofóbnost, která může způsobit problém při výrobě nebo i při zušlechťování polyesterových vláken. Tento problém může být vyřešen alkalickou hydrolyzou. Jak je uvedeno v práci [12], alkalická hydrolyza hydroxidem sodným se provádí z důvodu zvýšení hydrofilnosti polyesterové tkaniny. Jsou využívány další pomocné látky spolu s hydroxidem sodným, také peroxid vodíku (H_2O_2) a perboritan sodný ($NaBO_3$). Tyto látky jsou používány jako katalyzátor pro usnadnění povrchové modifikace polyesterové tkaniny. Tento článek popisuje použití oxidačních činidel, jako jsou H_2O_2 a $NaBO_3$ pro usnadnění alkalické hydrolyzy. V článku je uveden postup provedení hydrolyzy hydroxidem sodným. Nejprve je polyesterová tkanina očištěna praním, poté bělena. Byly zkoumány optimální koncentrace hydroxidu sodného a oxidačních činidel. Optimální koncentrace hydroxidu sodného byla stanovena na $1,0 \text{ g/mol}^{-1}$, peroxid vodíku měl koncentraci $7,14 \text{ g/l}$ a perboritan sodný $5,6 \text{ g/l}$. Roztok z NaOH, H_2O_2 a $NaBO_3$ byl uložen do nerezového válce do něj, byly přidány polyesterové textilní vzorky. Nádoba byla utěsněna a působila na ní teplota $100 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 1 hodiny. Vzorky byly po jedné hodině vyjmuty z lázně, propláchnuty v čisté vodě a neutralizují se roztokem kyseliny octové o 1% koncentraci. Vzorky byly sušeny při pokojové teplotě. Modifikace povrchu prostřednictvím alkalické hydrolyzy hydroxidem sodným způsobila úbytek hmotnosti polyesterové tkaniny, ale zároveň nedošlo k výraznému poklesu pevnosti pod optimální úroveň. Při zvyšování koncentrace NaOH docházelo k vyšším úbytkům hmotnosti, proto byla stanovena optimální koncentrace NaOH na $1,0 \text{ g/mol}^{-1}$. Přítomnost NaOH, H_2O_2 a $NaBO_3$ napomáhá k poškození esterových vazeb v polyesterovém řetězci. Z článku [5] vyplývá, že došlo k snížení pevnosti v tahu ve směru osnovy o 5,2 % a ve směru útku o 5 %. Testy také potvrdily, že došlo k zvýšení smáčivosti a zlepšily se i komfortní vlastnosti ošetřených polyesterových tkanin. Hydrolyzované polyesterové tkaniny vykazovaly daleko lepší afinitu k barvivům zejména ke kationovým a disperzním barvivům.

Další možnou modifikací povrchu polypyrolem opatřených textilií je silanizace. V článku [13] jsou uvedené tři možné způsoby nanášení polypyrolu na polyamidovou tkaninu. Jedna z možností zahrnuje předúpravu polyamidového povrchu pomocí silanu, který je nanesen na substrát před nanesením polypyrolu. Povrchová vodivost byla proměřena u textilií opatřených předúpravou i na neošetřených textilií. Povrchová vodivost byla proměřena před a po praní. První sada textilních

vzorků byla vytvořena metodou chemické polymerizace pyrolu *in-situ*. Vzorky byly vloženy do 120 ml destilované vody s 1 ml pyrolu. Po uplynutí požadované doby 15 minut do lázně bylo přidáno oxidační činidlo FeCl_3 (5,4 g). Doba polymerizace je uvedena na 24 hodin. Po uplynutí této doby byly vzorky vyjmuty a opláchnuty v destilované vodě a acetonu. Vysuší se při 50 °C po dobu 5 hodin. Druhá sada vzorků byla nejprve ponořena do vodného roztoku (200 ml), který obsahoval povrchově aktivní látku. Vzorky zde byly v roztoku kyseliny dodecylbenzensulfonové po dobu 4 hodin, aby došlo k odstranění mastnoty a všech nečistot. Poté vzorky byly opět opatřeny polypyrolovým nánosem, který je uveden u první sady vzorků. U poslední sady vzorků byl povrch před nanesením polypyrolu předupraven pomocí silanizace. Před zahájením modifikace povrchu byly textilní vzorky nejprve ponořeny do hexanu po dobu 2 hodin, aby došlo k odstranění špíny a mastnoty. V dalším kroku vzorky byly impregnovány v roztoku chloroformu. Po odpaření chloroformu se textilie ponořila do 5 % vodného roztoku hydroxidu amonného. Na takto upravenou polyamidovou tkaninu byl nanesen silan. V článku [13] jsou uvedené výsledky stálosti vodivé vrstvy na polyamidové tkaniny po praní. Nejhůře hodnocenou stabilitu polypyrolové vrstvy měl vzorek, který byl vytvořen metodikou chemického nanášení vodivého polymeru *in-situ* bez jakékoliv předúpravy textilního vzorku. Po procesu praní se elektrická vodivost snížila o dva až tři řády. U vzorků na které byl před nanesením polypyrolu nanesen silan, došlo k zlepšení adheze mezi polymerem a textilním substrátem. U textilních vzorků opatřených silanizací byla zachována vysoká elektrická vodivost.

2. Textilní materiály se zvýšenou elektrickou vodivostí

Materiály obecně dělíme podle elektrického měrného odporu na vodiče, polovodiče a izolanty. Většina klasických textilních materiálů patří mezi elektrické izolátory. Vyplývá to ze skutečnosti, že všechny elektrony jsou vázané k atomovým jádrům nebo jsou sdílené v kovalentních vazbách. Elektrická vodivost textilií není úplně nulová a je závislá zejména na obsahu vlhkosti. U hydrofilních polymerů postačuje jednaprocentní obsah vlhkosti a dojde k růstu vodivosti o 8 až 10 řádů [14]. V tabulce číslo 1 jsou uvedené hodnoty elektrického odporu v ohmech na metr pro vodiče, polovodiče a nevodivé. Charakteristickou vlastností polovodičů a izolantů je, že vodivost s teplotou roste. Elektrický odpor je silně ovlivňován vlhkostí. Odpor klesá s růstem vlhkosti a teploty. Pro výrobu elektricky vodivých vláken se používají různé techniky, některé z nich jsou uvedeny v následujících podkapitolách.

Tabulka 1: Dělení látek podle elektrického měrného odporu [14]

Látky	Elektrický měrný odpor [$\Omega \cdot m$]
Vodiče	$10^{-8} - 10^{-2}$
Polovodiče	$10^{-2} - 10^0$
Nevodiče	$10^0 - 10^{16}$

Tabulka 2: Rozdělení vláken podle elektrického měrného odporu [$\Omega \cdot m$] [14]

Vlákna	Elektrický měrný odpor
Antistatická	$10^6 - 10^{10}$
Elektricky vodivá	10^{-3} nebo nižší

2.1. Způsoby výroby elektricky vodivých textilií

Mezi nejlépe vodivé materiály jsou obecně považovány kovy. Kovy sice mají vysokou elektrickou vodivost, ale mají také vysokou hmotnost a jejich zakomponování do textilií je obtížné. Metody vytváření vodivých vláken jsou:

- a) Bikomponentní vlákna používá se zejména C/S typ, kdy je na povrchu polymer, který obsahuje hydrofilní prostředky. Může to být například polyalkylénglykol nebo N-alkylpolyamidy. Se zvyšující se molekulovou hmotností roste i antistatický efekt. Dochází ke snižování tepelné odolnosti. Aby bikomponentní vlákna fungovaly je zapotřebí relativní vlhkost vzduchu alespoň 40 %.
- b) Vlákna plněná vodivou látkou. Vlákna mohou být plněna kovovými prášky například stříbrem, mědí nebo niklem. Jejich nevýhodou je vysoká pořizovací cena a obtížnější dostupnost. Další možností je plnění uhlíkovými látkami, jako je uhlíková čern, grafit, uhlíková vlákna. U vláken plněných uhlíkem je nevýhodou jejich vysoká křehkost z tohoto důvodu nemohou, být vystaveny většímu mechanickému namáhání. Poté se mohou používat i oxidy kovů, jako je oxid zinečnatý, cíničitý, antimonový a anorganické částice pokryté oxidy kovů.
- c) Použití vodivých vláken, jako například uhlíková, kovová vlákna nebo polymerem potažená vodivá vlákna.
- d) Ukládání vodivých vrstev na povrchu vláken nebo těsně pod jejich povrchem. Může být využito fyzikálních tak i chemických metod. Látky vhodné pro tvorbu vodivých vrstev jsou například nikl, stříbro, sírník měďnatý nebo měď.

- e) Příprava pokovených nebo kovových vláken. Jejich výhodou je, že kovy mají vysokou elektrickou vodivost, ale zároveň jejich aplikace do textilií je obtížná, pro svou nepoddajnost a velkou hmotnost. Pro řadu aplikací je nezbytná vysoká vodivost proto se používají kovová vlákna. Kovová vlákna jsou vlákna vyrobená z kovů, kovů potažených plasty, plastů potažených kovy nebo povrchových vrstev kovů pokrývajících celá vlákna. Kovová vlákna jsou zajímavá svými mechanickými a elektrickými vlastnostmi a poměrně nízkou cenou. Mají širokou škálu použití a využívají se zejména pro technické aplikace. Nevýhodou je jejich vysoká plastická deformace. Dráty o jemnosti 100 μm je využívána technika tažení za studena nebo za tepla. U kovů, jako wolfram a molybden je teplota nad teplotou krystalizace. Pro kovy jako například ocel, měď, zlato a stříbro se používá technika tažení za studena. Tažením za studena dochází k deformačnímu zpevnění, dojde k zvýšení pevnosti a snížení kujnosti.
- f) Použití vodivých polymerů příkladem jsou polyacetylen, polypyrol, polythiofen, polyanilin, polyfenylen či poly(p-fenylenvinylem). Tyto polymery jsou tvořeny systémem konjugovaných vazeb [14].

2.2. Elektricky vodivá vlákna

Většina textilních vláken patří do skupiny elektrických izolantů. Elektrická vodivost není, však úplně nulová závisí zejména na obsahu různých aditiv a vlhkosti. V tabulce jsou uvedené hodnoty elektrické rezistivity ρ [$\Omega\cdot\text{m}$] některých textilních vláken. V tabulce 3 jsou uvedené hodnoty elektrického měrného odporu pro vybraná textilní vlákna.

Tabulka 3: Elektrická rezistivita při relativní vlhkosti vzduchu 65% a teplotě vzduchu 20°C [14]

Vlákno	CO	WO	LI	CV	SE	CA	PA6	PA6.6	PAN	PES	PP
Měrný elektrický odpor [$\Omega\cdot\text{m}$]	5,6	7,3	5,9	5,8	8,7	10,6	13	11	14	17	12,5

2.2.1. Kovová vlákna

Kovová vlákna s malým průměrem 10 μm se v současné době používají pro výrobu tkanin, pletenin i netkaných textilií. Využívají se zejména v oblasti technických textilií zejména z důvodu své vysoké elektrické vodivosti. V dnešní době se vyrábějí kovová vlákna o průměru 1 μm a je stále vyšší tendence směřovat k výrobě ještě jemnějších kovových vláken. Kovová vlákna mohou být tvořena buď z čistých kovů, slitin nebo z polokovů. Mezi nejčastěji používané kovy patří zlato, stříbro, měď, hliník. Tyto kovy mají dobré zpracovatelské vlastnosti příkladem je jejich měkkost a ohebnost. Další používané materiály při výrobě kovových vláken jsou nikl, zinek, cín, titan, železo, molybden a platina.

Mezi výhody kovových vláken patří jejich odolnost vůči vysokým teplotám, mají vysokou pevnost v tahu, vysoké prodloužení do přetrhu a vysokou ohebnost. Tyto vlákna jsou nehořlavá a odolávají účinku chemických látek.

Mezi nevýhody kovových vláken patří především jejich vysoká cena a také nákladná výroba. Negativní vlastností je také velká tuhost, která omezuje jejich zpracování do textilních struktur. Mezi nevýhody také patří jejich vysoká hmotnost a náchylnost kovů podléhat korozi. Další nevýhodou je vysoká hustota například nerezové oceli.

Výroba kovových vláken může být rozdělena na dvě metody a to na mechanickou a tepelnou. Mechanický výrobní proces zahrnuje tradiční postup výroby kovových vláken a to tažením dráhu. Drát prochází několika dlouhými kroky během, kterých se stává drát tenčím a delším. Dlouhí stupeň je rozdělen na hrubý, střední a jemný. Další způsob výroby kovových vláken mechanickým způsobem je svazkové tažení. U této metody je 1000 až 2000 tažených drátů seskupeno do jednoho pramene a obaleno tenkým kovovým válcem. Poslední metodou je řezání, kde nekonečná kovová vlákna jsou ořezávána ze svinuté folie. Druhou metodou výroby kovových vláken je tepelná metoda. K těmto metodám patří Taylorova metoda, zvláknění pomocí rotující tekutiny nebo metoda vytahování taveniny [14, 15].

2.2.2. Uhlíková vlákna

Uhlíková vlákna obsahují nejméně 90% uhlíku. Tyto vlákna existují v celé řadě modifikací od amorfního uhlíku, přes planárně uspořádaný grafit až ke krystalickému diamantu. Speciální podskupinou jsou grafitová vlákna, která vznikají tepelným zpracováním (při teplotách 2400°C). Uhlíková vlákna se vyrábí řízenou pyrolýzou vhodného prekurzoru mezi něž patří například viskózní vlákna, polyakrylonitrilová vlákna nebo vlákna na bázi smol z dehtu. Uhlíková vlákna mají své výhody, jako je vysoká pevnost, elektrická vodivost, nízká hustota a stabilita při vystavení v reaktivním okolí [14].

3. Úprava textilního substrátu pomocí vodivých polymerů

V této diplomové práci bude použita polyesterová tkanina, jako výchozí podkladová textilie, na kterou bude nanášena vrstva vodivého polymeru polypyrolu. Polyesterová tkanina, byla zvolena, také z důvodu, že již na ní byl polypyrol nanášen v předchozí diplomové práci [19]. Polyesterová vlákna se řadí mezi syntetická vlákna z lineárních polymerů. Polyesterová vlákna můžeme považovat za univerzální typ syntetických vláken. Na základě chemického složení se polyester dělí do dvou skupin. První skupina je polyethyltereftalátová vlákna, která jsou vyrobena

polykondenzací kyseliny teraftalové a etylenglykolu. Druhou skupinu tvoří vlákna z esteru kyseliny teraftalové a 1,4-bis(hydroxymethyl)-cyklohexan. Mezi nejrozšířenější polyesterová vlákna, však patří vlákna z polyethyltereftalátu. Tato vlákna se zvláknují z polymeru připraveného kondenzací teraftalové kyseliny nebo jejího derivátu dimethyltereftalátu a etylenglykolu. Vznikají esterifikací převážně aromatických dikarbonových kyselin a glykoly. Jako polyesterová vlákna se mohou označovat pouze vlákna, která se skládají nejméně z 85 % esterů obsahujících dvojmocný alkohol nejčastěji glykol a kyselinu teraftalátovou. Polyester patří mezi celosvětově nejpoužívanější vlákna. Přibližný podíl v celosvětové spotřebě je 47,5%. Polyesterová vlákna mohou být využívána, jako oděvní, bytové, technické i speciální textilie [16, 14].

U polyesteru bývá věnována velká snaha o zvýšení hydrofility. Z důvodů, že je polyester hydrofóbní přináší sebou spoustu špatných vlastností jako například nízkou smáčivost, nízkou samočisticí schopnost ve vodných roztocích, tendence k hromadění elektrostatického náboje, nízká adheze k polymerům a vysokou přilnavost. Jak je uvedené v článku [10] lze nežádoucí nízkou navlhavost a vysokou tvorbu elektrostatického náboje lze odstranit pomocí kyslíkové, dusíkové, akrylové nebo vzduchové plasmy. Zvýšením navlhavosti dojde ke zlepšení adhezních vlastností. Zároveň zvýšením navlhavosti dojde ke zvýšení schopnosti textilie přijmout barvivo nebo chemickou látku. Kyslíkovou plasmou můžeme změnit vlastnosti a zvýšit pronikání chemických roztoků do textilní struktury.

Mezi důležité vlastnosti řadíme navlhavost polyesterových vláken. Vlákna mají velmi vysokou odolnost v oděru a malou navlhavost. Navlhavost polyesterových vláken se pohybuje v rozmezí od 0,3 do 0,4 % za standardních podmínek (teplota 21 - 23 °C, relativní vlhkost vzduchu 50 ± 10 % a tlak 100 kPa). Výrobky z polyesteru se proto velmi dobře perou a rychle schnou. Nízká navlhavost těchto vláken, však má svojí negativní stránku a tou je, že se ve větší míře nabíjejí statickou elektřinou (vlákna mají nízký koeficient tření $\mu = 0,174$, jsou dobrým elektrickým izolantem). Tato negativní vlastnost se odstraňuje pomocí chemické preparace povrchu vláken nebo použitím avivážních prostředků [16, 17].

Velkou výhodou polyesterových vláken, jsou jeho termické vlastnosti. Polyesterová vlákna mají vysokou tepelnou stálost, odolávají vysokým teplotám do 150 °C, měknout začínají při 230 – 240 °C. Teplota zesknutí je mezi 77 - 80 °C. Začátek krystalizace nastává při teplotách vyšších než 90 °C. Teplota tání pro polyesterová vlákna je 256 °C. Při teplotě v rozmezí 120 – 130 °C nedochází k žádným změnám pevnosti vláken. V případě působení teploty nad 180 °C začíná polyester ztrácet svou pevnost (až o 50% i na několik dní). Polyesterová vlákna patří k vláknům

hořlavým, která se působením přímého plamene taví a hořící tavenina za vzniku sazí a aromatického zápachu odkapává [14, 17, 18].

Obecně lze říci, že polyesterová vlákna mají velmi dobré mechanické vlastnosti, které jsou závislé zejména na přípravě vláken. Pevnost vláken se pohybuje v rozmezí 3,8 – 7,2 cN/dtex. Tažnost se uvádí v intervalu 50 - 70 %. Modul pružnosti pro polyester je 1300 cN/tex, z toho vyplývá, že výrobky budou mít na omak vyšší tuhost. Výhodou PES vláken je elastické zotavení, které se pohybuje mezi 85 – 90% [14, 18].

Výhodou polyesterových vláken je jejich odolnost vůči většině minerálních kyselin, slabým louhům, alkáliím a většině organických rozpouštědel. Vlákna se mohou rozkládat při vyšších koncentracích nebo za působení vyšších teplot. Rozkládat se mohou například v chloridu měďnatoamonném nebo v koncentrované kyselině sírové. Ve zředěných kyselinách mají velmi dobrou odolnost, dobrá stálost při působení kyseliny fluorovodíkové i fosforečné. Touto vlastností se odlišuje PES od jiných syntetických vláken. Velmi dobře odolávají slunečnímu záření, mikroorganismům a hmyzu (jsou zdravotně nezávadné). Vzhledem ke své stálosti na světle se využívá PES pro výrobu bytových doplňků. PES vlákna v krystalické oblasti mají měrnou hmotnost 1515 kg/m³ a v amorfní oblasti je měrná hmotnost PES vláken 1335 kg/m³ [17].

Polyesterová vlákna je možné považovat za univerzální textilní surovinu. Použití polyesterových vláken je téměř ve všech oblastech textilní výroby. Má velmi dobré zpracovatelské vlastnosti, snadno se udržují, mají vysokou pevnost za sucha i za mokra, velkou odolnost proti oděru, nemačkavost, odolnost proti chemickým vlivům a mají příjemný a plný omak. PES vlákna se používají pro výrobu oděvních textilií, například jsou vhodné pro výrobu oblekových tkanin a pletenin, kravatovin, spodního prádla a sportovních oděvů. Další využití PES vláken je v bytových textiliích například na potahy nábytku, záclony (vynikající odolnost vůči slunečnímu záření, zejména za sklem, které absorbuje vlnové délky, které odbourávají pevnost vláken) a dekorační textilie. Polyesterová vlákna lze využít i při výrobě technických textilií například zdravotnického materiálu, šicích nití, filtrů, sít a požárních hadic [16, 17].

Mezi výhody polyesterových vláken řadíme velmi dobré mechanické vlastnosti. Odolnost vůči oděru, větší odolnost v oděru mají, už jen polyamidová vlákna. Odolnost vůči vysokým teplotám (tepelná odolnost až do 200 °C). Velkou výhodou je, také elastické zotavení PES. Další výhodou je odolnost vůči slunečnímu záření, povětrnostním vlivům i mikroorganismům. Vzhledem ke své nízké navlhavosti spočívá jejich výhoda snadné údržby a rychlém schnutí [16, 17].

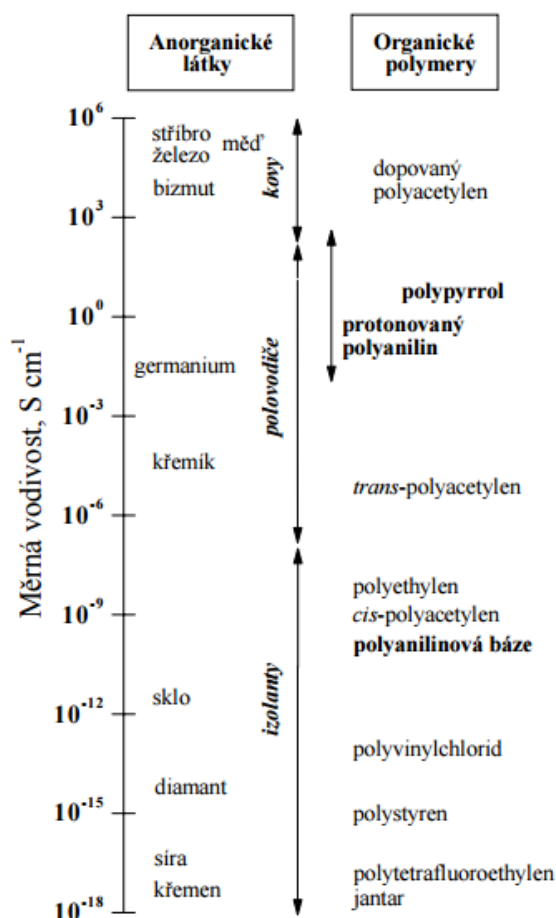
Nevýhody polyesterových vláken řadíme například sklon k žmolkovatění pokud není polyester opatřen speciální úpravou, která tomuto nežádoucímu efektu zabraňuje. Nízká navlhavost způsobuje ve větší míře vznik statického náboje. PES má poměrně vysokou měrnou hmotnost pro krystalickou oblast 1515 kg/m^3 a pro amorfni oblast 1335 kg/m^3 [16, 17].

3.1. Vodivé polymery

Klasické polymery jsou obecně známými izolanty, to znamená, že nevedou elektrický proud. Mají dobré mechanické vlastnosti a dobře se zpracovávají. Předností polymerů je jejich nízká hustota a proto se uplatňují v oborech, kde je zapotřebí nízká hmotnost materiálu [20].

Vodivé polymery vykazují elektrickou vodivost. Vodivé polymery mají chování typické pro polovodiče a materiálovými vlastnostmi, které umožňují jednoduché zpracování. Mohou měnit svojí strukturu i své fyzikální vlastnosti v závislosti na okolním prostředí. Tyto materiály mohou být nazývány také, jako inteligentní materiály. Vodivé polymery jsou tvořené systémem konjugovaných dvojných vazeb. Dochází k pravidelnému střídání jednoduchých a dvojných vazeb v molekulární struktuře. Kromě těchto vazeb je nezbytná přítomnost pohybujících se nosičů náboje, které zprostředkovávají transport po konjugovaném řetězci. Pro zajištění vodivosti textilního materiálu je potřeba provést částečnou oxidaci nebo redukci. Polymery jsou netavitelná a mají vysokou mřížkovou energii a vysoké povrchové napětí. Používají se většinou ve formě disperzí, pokud nejsou polymerizovány metodou *in-situ* na povrchu textilního materiálu. Prostřednictvím vhodného disperzního prostředí lze snížit nebo zvýšit relativní odpor. V dnešní době se vyrábí disperze o velikosti částic cca 10 nm. Nejjednodušším konjugovaným polymerem je polyacetylen. Bylo zjištěno, že tenký film polyacetyleny, který byl dopován parami jodu, jeho elektrická vodivost vzroste přibližně milionkrát. Příkladem vodivých polymerů jsou polyacetylen, polypyrol, polythiofen, polyanilin, polyfenylen či poly(p-fenylenvinylen). Většinou tyto vodivé polymery nejsou v čisté formě vodivé, ale je možné změnit jejich pásmovou strukturu a zvýšit elektrickou vodivost a úroveň anorganických polovodičů prostřednictvím dopování pomocí oxidačních, neboli redukčních látek. Lze použít například Fluorid arseničný. Výhodou polymerů je, že lze vodivost měnit protažením nebo přidáním dopantů. Vznikají procesem, který se nazývá, jako dopování. Rozlišuje se dopování organických a anorganických polovodičů. U anorganických polovodičů postačuje stopové množství dopující látky a dochází k výraznému ovlivnění elektrických vlastností. Vodivost, také závisí na teplotě. U kovů se vodivost snižuje úměrně s růstem teploty. U polovodičů naopak vodivost roste s teplotou. Prvotní představy o nahrazení kovů za vodivé polymery sešlo. Nahradila je realističtější myšlenka, že doplní paletu vodivých materiálů, které se využívají

v elektronice. V elektronice není často vysoká vodivost vyžadována [21]. Na obrázku 1 jsou vybrané hodnoty elektrické vodivosti anorganických látek a organických polymerů.



Obrázek 1: Měrná elektrická vodivost vybraných anorganických látek a organických polymerů [20]

V současnosti je nejpoužívanější způsob přípravy vodivých polymerů oxidací vhodného monomeru. Vodivé polymery jsou kationové soli silně konjugovaných polymerů. Tyto kationové soli se mohou připravovat buď elektrochemickou oxidací a elektrochemickou redukcí nebo chemickou oxidací. Je možné použít i aniontové soli, které jsou méně stabilní. Mezi nejčastěji studované polymery patří polyacetylen, polyanilin a polypyrrol. Jejich moderní historie začíná již v roce 1977, kdy Shirakawa učinil objev halogenace trans-polyacetyleny, která zvýšila jeho měrnou vodivost o několik řádů. Později Naarman popsal orientované filmy o měrné vodivosti dosahující až 10⁵ S.cm⁻¹. Od této doby se výzkum zaměřil na zkoumání dalším vodivých polymerů, jejich vlastností zejména elektrických, dielektrických a optických vlastností a na jejich potencionální využití [21].

3.1.1. Polyanilin

Od 19. století je známa anilinová čerň. Informace o její elektrické vodivosti se objevila v roce 1965 na světovém kongresu o polymerech v Praze. Polyanilin pravděpodobně patří mezi nejstarší syntetické polymery. Anilin byl produktem pyrolytické destilace indiga. Názvy jednotlivých oxidačních forem jsou leukoemeraldin, emeraldin a parnigranilin. Název emeraldin pochází z anglického jazyka a znamená smaragd. Název byl inspirován svým zeleným zbarvením, které je nejběžnější formou polyanilinu. Existuje celá řada forem polyanilinu, které se liší svým stupněm oxidace či protonace. Odebíráním nebo přidáváním elektronů chemickou nebo elektrochemickou oxidací a redukcí lze získat formy s různou chemickou strukturou, stabilitou, zbarvením a elektrickými vlastnostmi. Jednou z možností, jak ovlivnit vodivost polyanilinu je dopování neboli protonací. Při reakci polyanilinu s kyselinou zůstane, zachován počet elektronů v polymerním řetězci pouze se změní jejich rozložení. V případě použití organické nebo anorganické kyseliny, vzrůstá měrná vodivost v rozmezí osmi až deseti řádů. Zelená barva polyanilinu je vhodná pro vojenské účely. Z textilií pokrytých polyanilinem bude možné vyrábět maskovací sítě. Kromě absorpce ve viditelné oblasti polyanilin pohlcuje infračervené a mikrovlnné záření [20].

3.1.2. Polypyrol

Polypyrol je sloučenina několika monomerů pyrolu. Polypyrol je jeden ze tří organických heterocyklických sloučenin pětičlenných dvakrát nasycených kruhových struktur složených ze čtyř atomů uhlíku a jednoho atomu dusíku. Jeden z polymerů, který je využíván v oblasti textilu je polypyrol. Klíčovou látkou je pyrol. Pyrol je hnědá kapalina, která má bod varu 130 °C. Rozpustnost ve vodě činí pouhých 6 %. Pyrol je však velmi dobře rozpustný v řadě rozpouštědel. Koncentrací dopantu lze ovlivnit propustnost pro elektromagnetické vlnění. Vysoce dopovaná polypyrolová fólie má stínící efekt větší jak 40 dB pro záření od 300 MHz do 2 GHz. Pro získání textilního materiálu s vysokou tepelnou stabilitou je vhodné použít jako dopant kyselinu p-toluensulfonovou. Do 200 °C dochází pouze k malé ztrátě hmotnosti textilního materiálu. Tepelná vodivost je blízká tradičním polymerům. V závislosti na typu použitého dopantu se mění smáčivost vodivých polymerů. Například polypyrolová fólie, která obsahuje perfluorované dopanty bude hydrofobní a dopanty, které obsahují ClO₄ změní chování na hydrofilní. Změnami elektrického potenciálu lze přecházet z hydrofobního na hydrofilní chování. Kromě změny sočivosti dochází ke změnám objemu, elektrické vodivosti a barevnosti textilního materiálu. Elektrochemicky se polypyrol připravoval z roztoku monomeru v acetonitrilu nebo propylenkarbonátu s malým obsahem vody a za přítomnosti dopantu například tetramethylamoniem tetrafluoroborátu. Na platinové elektrodě vznikl film, jehož měrná vodivost byla 100 S.cm⁻¹.

V prvním kroku elektrochemické polymerizace pyrolu vzniká kation radikál pyrolu. Vytvořený kation radikál reaguje s dalším kation radikálem za vzniku dimeru při současné eliminaci dvou protonů. Propagace řetězce probíhá jako rekombinace radikálového dimeru s dalšími kation radikály při současné deprotonaci. Řídicím krokem polymerizace je pomalá dimerizace kation radikálů. Anionty dopantů i polární molekuly vody přítomné v elektrolytu snižují elektrostatické odpuzivé síly a ulehčují dimerizaci. Konjugovaný polypyrolový řetězec obsahuje v průměru jeden kladný náboj na každé třetí pyrolové jednotce, tento náboj je kompenzován aniontem dopující soli. K přípravě většího množství polypyrolu je chemická polymerizace vhodnější než elektrochemická.“ Při chemické polymerizaci pyrolu je možné použít celou řadu oxidačních činidel například peroxydvojsíran amonný, peroxid vodíku nebo různé druhy solí, které obsahují kovy přechodových iontů, jsou to například Fe^{3+} , Cu^{2+} , Cr^{6+} , Ce^{4+} , Ru^{3+} a Mn^{7+} . Ve většině případů je dávana přednost chloridu železitému a to pro svou vyšší měrnou vodivost připraveného polypyrolu [14, 20].

3.1.3. Polyacetylen

Nejjednodušším polymerem je polyacetylen. Ten má dvě formy trans a cis formu. Syntézou se získává jejich směs. Z hlediska elektrické vodivosti je zajímavá pouze trans forma polyacetyleny. Čistou formu získal poprvé až Hideki Širakawa, kterému pomohla náhoda. Pro polymeraci použil jiný druh katalyzátoru, než bylo běžné a navíc v tisícinásobné koncentraci. Přesto, že vodivost polyacetyleny je vysoká, jeho omezená stabilita vedla k přesunutí pozornosti na jiné mnohem stabilnější polymery, jako například polyanilin a polypyrol. Přesto že má polyacetylen vysokou vodivost blížíci se vodivosti kovů až $5 \cdot 10^5 \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$, není vhodný pro širší využívání z hlediska své nízké stability na vzduchu. Proto se zájem vědců obrátil v polovině osmdesátých let na další konjugované polymery [20].

3.2. *Metody tvorby textilních struktur pomocí vodivých polymerů*

Nanášení vodivého polymeru na textilie může být provedeno *in-situ* polymerizací nebo dvoustupňovým postupem.

In-situ polymerizace je vhodná pro průmyslové aplikace je možné využít klasické barvící zařízení a pomocí vodného roztoku anilinu nebo pyrolu. Proces je založen na ponoření textilie do vodného roztoku, který by měl obsahovat pyrol, chlorid železitý nebo persíran amonný a dopant většinou sulfonovaný anion. Výběr vhodného dopantu má velký vliv na povrchovou rezistivitu i tepelnou stabilitu polypyrolem upravených textilií. Povrchová rezistivita těchto povrstvených textilií může být regulována v rozmezí od $5 \text{ } \Omega/\text{m}^2$ do $10 \text{ k}\Omega/\text{m}^2$. Povrchová rezistivita je závislá na polymerizačním čase, koncentraci reaktantů v polymerizační lázni a na typu použitého dopantu.

Další možností tvorby vodivých vláken nanášením vodivého polymeru je dvoustupňový postup tvorby vodivé vrstvy na textilním substrátu. Tato metoda je výhodná z hlediska snadného převzetí do průmyslové výroby. Dvoustupňová metoda se skládá nejprve z ponoření textilního substrátu do roztoku, který obsahuje oxidační činidlo a dopující látku. Následně je textilie vystavena parám vodivého polymeru nebo polymeru rozpuštěného v alifatických rozpouštědlech z důvodu zahájení polymerizační reakce. U této metody může být postup i opačný. Nejprve textilie je vystavena parám polymeru a následně smočena ve vodném roztoku s obsahem oxidačního činidla a dopantu.

Zvláknování polymerních materiálů můžeme rozdělit na dvě metody. První metodou je zvláknování z taveniny a druhou metodou je zvláknování z roztoku. Většina vodivých polymerů nemůže být zvláknována z taveniny. Mezi tři hlavní způsoby výroby vodivých vláken z vodivých polymerů patří vytlačování stabilního, homogenního a vysoce koncentrovaného roztoku vodivého polymeru zvláknovací tryskou do koagulační lázně. Lázeň vysráží vodivý polymer do vláknenného tvaru. Tato metoda je výhodná z hlediska získání homogenních vodivých vláken, která mají velmi dobré mechanické vlastnosti a nejvyšší elektrickou vodivost. Druhá metoda spočívá ve vytvoření stabilního nehomogenního roztoku s nízkou koncentrací vodivého polymeru, který je smíchán s nevodivým polymerem. Opět dochází k vysrážení polymeru do vláknenného tvaru. Výsledkem této metody jsou směrová vlákna, která mají mechanické vlastnosti nevodivého polymeru, ale vodivost odpovídá rozsahu polovodičů. Třetí metoda spočívá v úpravě vláken nebo plošné textilie, které jsou z nevodivých vláknenných materiálů. Tyto vlákna nebo textilie jsou pokryty vodivým polymerem buď ze zředěného roztoku, nebo pomocí polymerizační techniky. Tato metoda umožňuje tvorbu vodivých kompozitních materiálů s vodivostí na úrovni polovodičů [14,15].

3.3. Zvýšení adheze mezi vodivým polymerem a substrátem

Adheze je schopnost přenosu tečných sil ve styku dvou povrchů bez zřetelného pohybu. Z chemického hlediska je adheze definována jako síla přilnavosti, mezimolekulární přitažlivé chemické a fyzikální síly na styčných plochách v nerovnostech a pórech materiálu pomocí Van der Wallsových sil. Van der Wallsovy síly jsou velmi slabé přitažlivé síly, které působí mezi nepolárními molekulami a jsou důsledkem vzniku elektrického dipólu [23]. Metody pro zlepšení adhezních vlastností textilních materiálů, které jsou upraveny vodivými polymery, může být například hydrolyza hydroxidem sodným, plasmou, silanizací nebo ozonem. Polyesterová tkanina má velmi dobré mechanické vlastnosti, ale velkým nedostatkem je její hydrofóbnost, která může způsobit problém při nanášení vodivého polymeru. Povrchové úpravy pro zvýšení adhezních vlastností jsou aplikovány především z důvodu kritické stability vodivé úpravy například z hlediska praní nebo otěru.

Alkalická hydrolýza hydroxidem sodným

Hydrolýza hydroxidem sodným (NaOH) je jednou z metod, která umožňuje modifikace povrchu polyesterových textilních materiálů. Modifikace povrchu polyesteru je důležitá z hlediska zvýšení hydrofilnosti. Více informací je uvedena v literární rešerši v kapitole 1.

Plasma

Plasma je ionizovaný plyn, který vzniká roztržením molekul nebo odtržením elektronů z elektronového obalu atomů plynu. Podle množství nabitých a nenabitých částic rozlišujeme plasmu slabě a silně ionizovanou. Nabité částice nebo, také volné nosiče náboje jsou tím nejdůležitějším, co odlišuje plasmu od plynného skupenství. Kvůli volným nosičům náboje je plasma vodivá a silně reaguje na elektrické a magnetické pole. Pro existenci plasmatu je nezbytná přítomnost volně se pohybujících částic, kterých je zapotřebí velké množství. Plasmu je možné vytvořit z plynného skupenství zahříváním, elektrickým polem nebo elektromagnetickými vlnami. Plasmatem je možné upravit povrch, tak že je schopen vazby s jinými látkami. Podstata plasmové úpravy je založena na změnách chemických i fyzikálních vlastností povrchu polymeru. Plasma vzniká pod vlivem výbojů. Výboje jsou generovány energetickým polem v plynném prostředí například v O₂, N, He, Ar, Xe, Cl, F a vzduchu. Plasma může být využita pro modifikaci povrchů a depozitních materiálů [10, 11].

Ozon (O₃)

Ozon je vysoce reaktivní plyn, který má modré zabarvení. Má svůj charakteristický zápach a má mimořádně silné oxidační účinky.

4. Hodnocení elektrické vodivosti a elektromagnetické stínící schopnosti textilií

Klasické textilní materiály nejsou elektricky vodivé, jsou označovány jako elektrické izolanty. Izolanty mají vysoký elektrický odpor $1 \cdot 10^{11} \Omega$, naopak vodivé materiály mají elektrický odpor menší než $1 \cdot 10^4 \Omega$. Elektrickou vodivost textilií můžeme hodnotit pomocí povrchové nebo objemové rezistivity. Obecně platí, čím jsou hodnoty povrchového a objemového odporu nižší tím je vyšší elektrická vodivost a naopak. K měření je využíváno koncentrických elektrod.

Elektrická vodivost

Elektrická vodivost G se vyjadřuje v jednotkách siemens [S/m]. Vodivost je schopnost materiálu vést elektrický proud. Je reciprokou neboli inverzní hodnotou elektrického odporu. Elektrická vodivost je vyjádřena pomocí elektrického odporu R , který se vyjadřuje v ohmech [Ω]. Elektrická vodivost je vyjádřena vztahem [15]:

$$G = \frac{1}{R} \quad (1)$$

Elektrický odpor

Elektrický odpor R (rezistence) vyjadřuje vztah mezi proudem I [A] a napětím U [V] mezi koncovými průřezy vodiče. Jednotkou elektrického odporu je ohm [Ω], který je definován z Ohmova zákona [22]:

$$R = \frac{U}{I} \quad (2)$$

4.1. Povrchová a objemová rezistivita

Rezistivita ρ je měrný nebo specifický elektrický odpor, který se vyjadřuje v ohmmetrech [$\Omega \cdot m$]. Rezistivita vyjadřuje odpor vodiče jednotné délky a jednotného obsahu průřezu vůči průchodu elektrického proudu. Měrný odpor charakterizuje elektrickou vodivost látky pro, kterou platí vztah [22]:

$$\rho = \frac{R \cdot A}{l} = \frac{\pi \cdot d^2 \cdot R}{4 \cdot l} \quad (3)$$

R elektrický odpor v ohmech [Ω], A je plocha průřezu vodiče [m^2] a l je délka vodiče [m].

Povrchová rezistivita ρ_s [Ω] je vztažená k ploše elektrod. Nebo může být elektrický odpor vztažen k ploše elektrod a k tloušťce měřeného materiálu a to platí v případě objemové rezistivity ρ_v [$\Omega \cdot m$]. Povrchovou rezistivitu je možno vypočíst dle vztahu:

$$\rho_s = R_s k_1 \quad (4)$$

kde ρ_s povrchová rezistivita v ohmech, R_s je naměřená hodnota povrchového odporu v ohmech, k_1 je bezrozměrná konstanta, která závisí na velikosti elektrody v tomto případě je $k_1 = 9,99$.

Povrchový elektrický odpor R_s je odpor materiálu, který je měřen mezi dvěma elektrodami umístěnými na jeho povrchu.

Pro měření povrchového odporu textilií se používá koncentrická elektroda. Podložná elektroda je na jedné straně potažena izolační vrstvou, která má tloušťku 1 mm a odporu větším než $10^{14} \Omega$. Druhou částí je izolační válec s vybráním pro uložení podložené elektrody. Přítlačná koncentrická elektroda se skládá z vnější prstencové elektrody a vnitřní kruhové elektrody, které jsou upevněny na izolační desce. Na druhé straně desky je nalepena kovová stínící deska. Na textilní vzorek se přiloží koncentrické elektrody, které se připojí k měřicímu přístroji [22].

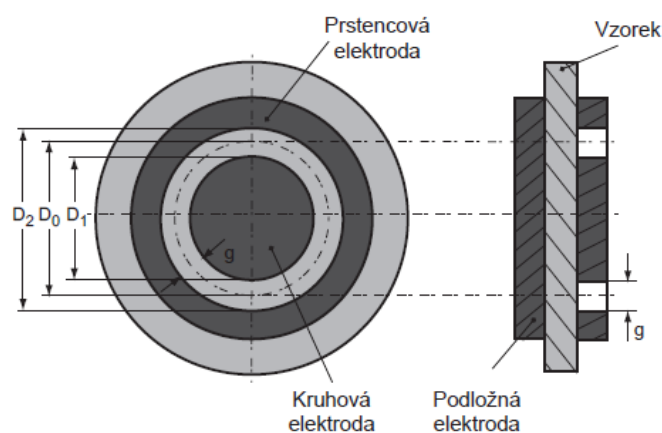
Objemovou rezistivitu je možno vypočíst dle vztahu:

$$\rho_V = \frac{k_2 R_V}{h} \quad (5)$$

ρ_V objemová rezistivita je vztažena k ploše elektrod a k tloušťce měřeného materiálu, k_2 představuje plochu elektrody, která byla stanovena na $k_2 = 19,95 \text{ cm}^2$, R_V je naměřená hodnota objemového odporu a h vyznačuje tloušťku vzorku v centimetrech [cm] [22].

Objemový elektrický odpor R_V je odpor materiálu, který je umístěn mezi dvěma elektrodami. Jedna elektroda je umístěna pod vzorkem a druhá leží na jeho povrchu.

Měření objemového odporu se provádí pomocí koncentrických elektrod. Kruhová podložená elektroda je položena na válec izolační vrstvou doprostřed. Textilní vzorek se položí na kovovou plochu a zatíží se koncentrickými elektrodami [22]. Na obrázku 2 je znázorněné schéma pro měření povrchové a objemové rezistivity.



Obrázek 2: Přípravek pro měření povrchového a objemového odporu plošných textilních materiálů skládají se z koncentrických elektrod (prstencová a kruhová) a podložné elektrody [15]

4.2. Elektromagnetické stínění

Elektromagnetické rušení může způsobovat zhoršení provozu přístroje nebo může negativně ovlivňovat organickou či anorganickou hmotu. Elektromagnetické stínění je jedním z nejdůležitějších odrušovacích prostředků. Elektromagnetické stínění umožňuje zmenšit rušivé vyzařování na straně zdroje rušivých signálů a také zvýšit elektromagnetickou odolnost na straně přijímačů rušivých signálů. Prostředkům, které zabraňují průchodu elektromagnetického záření se nazývají stínící kryty či stíněním. Používají se velmi často neohebné kovové materiály. Mnohá elektronická zařízení například mikrovlnná trouba jsou schopny vyzařovat elektromagnetické vlny, které způsobují problémy s elektromagnetickou interferencí. Materiály, které jsou určeny pro elektromagnetické stínění, mají zároveň vysokou elektrickou vodivost a vysokou permeabilitu.

Pro měření elektromagnetického stínění plošných materiálů se nejčastěji používají následující tři metody. Jedná se o metodu stíněné schránky, stíněného prostoru a koaxiálního přenosového vedení [15].

Zkušební normovaná metoda ASTM D4935-10 je založena na podélném rozdělení koaxiálního držáku, do kterého se vkládají vzorky zkoušeného materiálu. Při měření dochází k hodnocení, jak vložený materiál ovlivní kapacitní vazbu mezi vodičem a držákem. Výsledkem měření je hodnota elektromagnetické stínící efektivity (SE) v jednotce decibel [dB], která je způsobena odrazem a absorpcí. Na obrázku 3 je obrázek měřící hlavice dle normy ASTM D4935. Tato metoda měření pracuje v kmitočtovém rozsahu 30 MHz až 1,5 GHz. Na obrázku 3 se nachází přístroj ASTM D4935.



Obrázek 3: Standard ASTM D4935 [15]

5. Experimentální část

Tato část diplomové práce byla zaměřena na experimentální chemické nanášení vodivého polymeru (polypyrolu) metodikou *in-situ* na polyesterovou tkaninu. Samotný experiment byl rozdělen na tři samostatné celky.

Cílem experimentální části A je ověření stávajícího postupu převzatého z již obhájené diplomové práce sl. Pospíšilové a jeho případná modifikace s ohledem na metodologii a nastavení procesních parametrů polymerizačního procesu. Zvýšená pozornost bude věnována koncentraci monomeru pyrolu.

V experimentu B bude věnována pozornost přípravě elektricky vodivých plošných textilních struktur pomocí chemického nanášení vodivého polymeru polypyrolu dle postupu ověřeného v experimentu A. Textilie budou následně hodnoceny z hlediska funkčnosti (elektromagnetická stínící účinnost, elektrická vodivost), adhezních vlastností vč. životnosti úpravy (odolnost v praní, oděru, otěru) a dalších vlastností spojených s užitím vodivé textilie jako jsou tepelně-transportní vlastnosti, hořlavost a struktura vodivého nánosu. Dále budou vzorky podrobeny termické analýze. Porovnány budou vlastnosti samotného substrátu a substrátu upraveného vodivým polymerem.

Experimentální část C diplomové práce byla zaměřena na úpravu povrchu polyesterových textilních vzorků, aby došlo k zvýšení přilnavosti vodivého polymeru na textilní substrát a tím zvýšení životnosti úpravy. Pro tento experiment povrchové úpravy vzorků byly vybrány dvě metody, které byly aplikovány na textilní substrát. První metoda spočívala v úpravě povrchu vzorků ozonem a druhá metoda představovala aplikaci alkalické hydrolyzy hydroxidem sodným.

5.1. Parametry použitého textilního substrátu

Jako podkladová textilie byla použita 100% elektricky nevodivá polyesterová tkanina. Textilní vzorky byly odděleny laserem Flexi MarcaTex Laser System o velikosti 13,5 x 14,5 cm. Výhodou použití laseru byly docílení přesných rozměrů vzorku spolu se vznikem netřepivého okraj a vzorky bylo možné podrobit mechanickému namáhání například praní. V jiném případě by bylo zapotřebí textilní vzorek začistit obnitkovacím stehem. Základní parametry použitého textilního materiálu, jsou uvedeny v tabulce 4. Z provedené literární rešerše vyplývá, že porozita substrátu má vliv jak na nanášení vodivého polymeru, tak na elektromagnetickou stínící schopnost vzorku. Z tohoto důvodu byla hodnocena také plošná porozita použité textilie. Po nasnímání mikroskopických obrazů v procházejícím světle bylo využito obrazové analýzy a charakterizována byla plošná porozita, střední velikost a počet pórů v obraze (celková plocha snímku byla $7,95E+06 \mu\text{m}^2$), viz tabulka 5.

Pro odhad střední hodnoty a rozptylu plochy pórů byly zvoleny robustní odhady (medián \tilde{x} a $\hat{\sigma}^2 = IQR/1.349$, kde IQR je mezikvartilové rozpětí)

Tabulka 4: Základní parametry použitého textilního materiálu

Materiálové složení	100% polyester
Vazba	plátňová
Plošná hmotnost [g/m²]	175,8
Tloušťka [mm]	0,48
Dostava osnovních nití [nití/ cm]	25
Dostava útkových nití [nití/ cm]	22
Jemnost přízí [tex]	35

Tabulka 5: Porozita použitého textilního materiálu

Plocha póru A [μm²]		Počet pórů n [-]	Plošná porozita [%]
\tilde{x}	$\hat{\sigma}^2$		
118,82	494,75	160	1,88

Před nanesením polypyrolu byl každý textilní vzorek důkladně očištěn praním. Pro praní polyesterových vzorků byl zvolen šetrný program, který je vhodný pro syntetické materiály. Vzorky byly vyprány při 40 °C bez použití detergentů a jiných pracích prostředků. Před zahájením experimentu byly vzorky důkladněji očištěny v acetonu. Na textilní vzorky působil čistý aceton po dobu 15 minut. Poté vzorky byly přendány do čistého acetonu a zde ponechány znovu po dobu dalších 15 minut. V posledním kroku předpřípravy vzorků před zahájením experimentu byly vzorky usušeny volně na vzduchu při pokojové teplotě 21 °C.

5.2. Použité chemické látky

V průběhu celé experimentální části práce byly použity chemické látky jako je pyrol, chlorid železitý, kyselina paratoluensulfonová a Spolion 8.

Pyrol

Pyrol je hnědá těkavá kapalina je ze třídy organických heterocyklických aromatických sloučenin pětičlenných dvakrát nenasycených kruhových struktur složených ze čtyř atomů uhlíku a jednoho atomu dusíku. Pyrol není rozpustný ve vodě, ale rozpouští se v alkoholu, etheru a zředěných kyselinách. V tabulce číslo 6 jsou uvedené vlastnosti pyrolu.

Tabulka 6: Vlastnosti pyrolu

Chemický vzorec:	C ₄ H ₅ N
Molární hmotnost [g/mol]	67,09
Hustota [g/cm⁻³]	0,967
Bod tání [°C]	-23
Bod varu [°C]	129-131
Viskozita [Pa/s]	0,001225

Chlorid železitý

Chlorid železitý je pevná látka žlutohnědé barvy, která má slabě pronikavý zápach. Dobře se rozpouští ve vodě. Používá se jako oxidační činidlo. V tabulce 7 jsou uvedené vlastnosti chloridu železitého.

Tabulka 7: Vlastnosti chloridu železitého

Chemický vzorec:	FeCl ₃
Molární hmotnost [g/mol]	162,21
Hustota [g/cm⁻³]	2,89
Bod tání [°C]	306
Bod varu [°C]	315

Kyselina paratoluensulfonová

Kyselina paratoluensulfonová je pevná látka bílé barvy, která nemá charakteristický zápach. Dobře se rozpouští ve vodě. V tabulce číslo 8 jsou uvedené vlastnosti kyseliny paratoluensulfonové.

Tabulka 8: Vlastnosti kyseliny paratoluensulfonové

Chemický vzorec:	CH ₃ C ₆ H ₄ SO ₃ H
Molární hmotnost [g/mol]	190,22
Bod tání [°C]	103 - 106
Bod varu [°C]	140

Spolion 8

Používá se jako smáčecí prostředek. Jeho molární hmotnost je 422,57 g/mol.

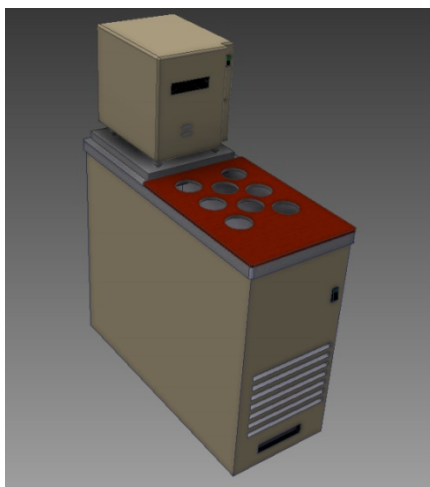
5.3. Použité metody

Pro vytvoření elektricky vodivých textilií bylo zvoleno chemické nanášení vodivého polymeru pyrolu metodou *in-situ* na polyesterové textilní vzorky. Zachována byla následující receptura polymerizační lázně obsahující monomer pyrolu, chlorid železitý (oxidační činidlo), kyselinu paratoluensulfonovou (dopant) a Spolion 8 (smáčecí prostředek). Velmi důležitým faktorem je teplota a čas polymerizační lázně.

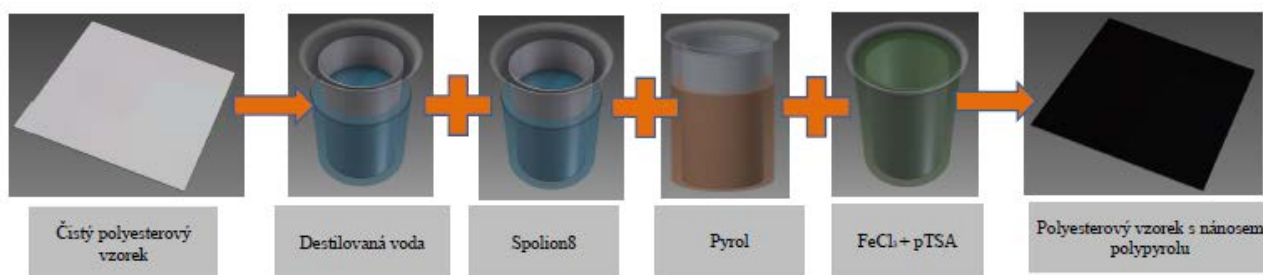
Pro nanášení polypyrolu byly použity ocelové patrony o objemu 150 ml. Ocelová patrona byla naplněna do $\frac{3}{4}$ svého objemu. Vzorky oddělené laserem, vyprané a očištěné v acetonu byly vloženy do patrony s destilovanou vodou, která byla klimatizována na 15 °C. V následujícím kroku byl přidán do patrony s destilovanou vodou a textilním vzorkem 0,1 g Spolionu 8 následně patrona byla uzavřena a směs promíchána. Spolion 8 byl využit z důvodu lepší smáčivosti a rychlejší absorpci pyrolu. V dalším kroku bylo přidáno požadované množství pyrolu, opět patrona byla uzavřena a směs promíchána. Patrona s pyrolem byla ponechána v klidu po dobu 10 minut. Do FeCl_3 a $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ byla přidána klimatizovaná destilovaná voda. Následně směs chloridu železitého a kyseliny paratoluensulfonové byla přidána do patrony s pyrolem a opět promíchána. Patrona byla až po okraj doplněna klimatizovanou destilovanou vodou. Patrona byla opatřena potravinářskou fólií, gumičkou a vložena do klimatizované lázně o teplotě 15 °C a ponechána po dobu 8 hodin, každé dvě hodiny patrona byla promíchána, aby se polypyrol neusazoval na dně patrony. Po uplynutí polymerační doby 8 hodin textilní vzorek byl vyjmut z patrony a propláchnut vodou, aby došlo k odstranění zbylé sraženiny polypyrolu, které vznikly při překročení absorpčního limitu zkušebního textilního vzorku. Poté byl textilní vzorek usušen při pokojové teplotě 22 °C. V tabulce číslo 8 jsou uvedené optimální koncentrace chemických látek.

V předcházející práci byly použity patrony o objemu 300 ml a externí systém termperace vzorků. V této práci jsou použity patrony o objemu 150 ml a využita termperace přímo v lázni přístroje pro dosažení rychlého ohřevu a chlazení. Z literární rešerše vyplynulo, že teplota polymerizace má významný vliv na výsledné vlastnosti vzniklé vodivé vrstvy. Pro klimatizaci vzorků byl použit přístroj Julabo, který umožňuje termperaci vzorků umístěných přímo v lázni. Pro zajištění stability patron v lázni byl vytvořen jednoduchý přípravek skládající se z desky s osmi kruhovými otvory. Schéma přístroje Julabo F12 je znázorněno na obrázku 4. Schéma přístroje bylo vytvořeno v softwarové aplikaci CAD Autodesk Inventor. Tento postup termperace byl navržen k předejití problémů při využití externího systému chlazení (dlouhá prodleva pro ustálení požadované teploty, náročné nastavení stability chladícího systému), který byl použit v diplomové práci sl. Pospíšilové.

Na obrázku 7 je schematické znázornění postupu nanášení vodivého polymeru pyrolu na polyesterový substrát.



Obrázek 4: Příklad přístroje Julabo F12



Obrázek 5: Schéma postupu nanášení vodivého polymeru polypyrolu na polyesterový substrát

5.4. Experiment A

Experiment A byl věnován ověření optimální koncentrace monomeru polymerační lázně a vlivu použití mřížky, která zajišťuje stabilitu vzorku v patroně při polymerizaci. Byly vytvořeny tři vzorky lišící se koncentrací monomeru a použitím stabilizační mřížky, viz tabulka 9. Pro polyesterové vzorky byl zvolen koncentrační poměr pyrolu, chloridu železitého a kyseliny paratoluensulfonové v poměru 1:5:3. Tento poměr byl zvolen z důvodu nejvyšších naměřených hodnot elektrické vodivosti a nejvyšší efektivity elektromagnetického stínícího účinku podle diplomové práce [19].

Tabulka 9: Složení polymerizační lázně pro vzorky A, B, C.

Použité chemické látky	A	B	C
Pyrol [ml]	1,8	0,9	0,9
Chlorid železitý [g]	9	4,5	4,5
pTSA [g]	5,4	2,7	2,7
Spolion [g]	0,2	0,1	0,1
Sklolaminátová mřížka	Ne	Ne	Ano

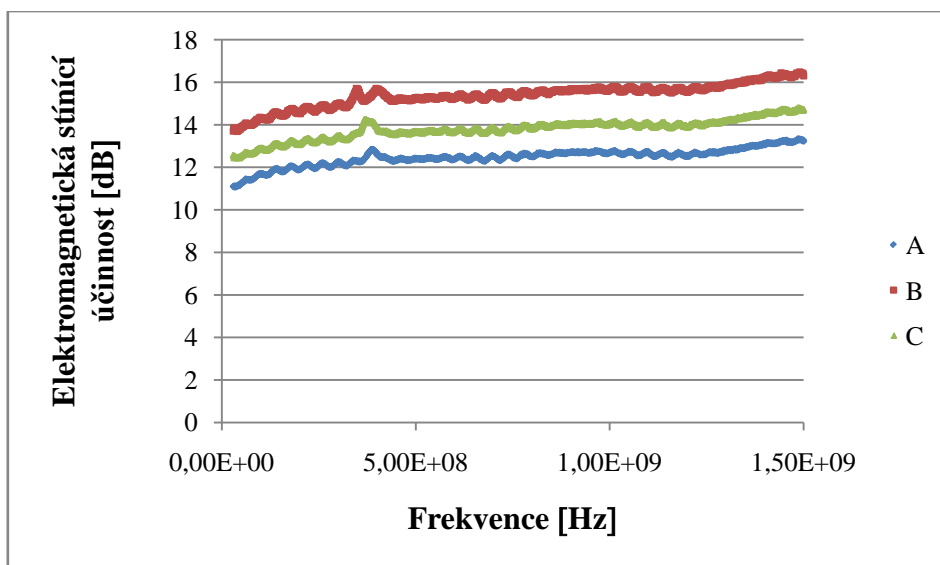
Teplota polymerační lázně byla zachována s ohledem na předchozí diplomovou práci na 15 °C a doba polymerace 8 hodin. U prvního vzorku bylo zachováno původní (převzaté z diplomové práce) množství monomeru, ale došlo k snížení objemu patrony z 300 ml na 150 ml, tedy o polovinu. Množství monomeru pyrolu bylo 1,8 ml, oxidantu chloridu železitého 9 g, dopantu pTSA 5,4 g a smáčecího prostředku Spolionu 8 v množství 0,2 g. Na druhý vzorek (B) byla použita poloviční množství monomeru pyrolu, tedy 0,9 ml, oxidantu 4,5 g, dopantu 2,7 g a smáčecího prostředku 0,1 g. Polymerizační lázeň třetího vzorku (C) měla stejné množství monomeru jako předcházející druhý vzorek, ale byla použita sklolaminátová mřížka, která zabránila nechtěným přehybům textilního vzorku v pyrolové lázni.

Vzorky byly hodnoceny pouze z hlediska elektromagnetického stínění na frekvenčním pásmu 30 MHz až 1,5 GHz, viz kapitola 6.5.1. Na obrázku 6 je zobrazena závislost elektromagnetické stínící účinnosti na celém měřeném frekvenčním pásmu. Bylo potvrzeno, že tuto závislost je možno aproximovat logaritmickou funkcí, což je v souladu s teoretickým rozбором stínící schopnosti materiálů. U všech vzorků je možno pozorovat lokální maximum elektromagnetické stínící účinnosti při frekvenci cca 400 MHz, což je pravděpodobně způsobeno systematickou chybou. Vzorek A byl vyhodnocen jako nejhorší, z hlediska elektromagnetického stínícího efektu dosáhl nejnižších naměřených hodnot cca 13 dB, viz obr. 6. Zdá se, že vysoká koncentrace pyrolu nemá významný vliv. Z obrázku 7 dále vyplývá, že druhý vzorek má nejvyšší elektromagnetickou stínící účinnost, a to až 16,4 dB při frekvenci 1,5 GHz. Nejvyšší naměřená hodnota stínící účinnosti vzorku C byla 14,74dB při frekvenci 1,5 GHz. Hodnoty byly nižší než u druhého vzorku z důvodu použití sklolaminátové mřížky, která zřejmě částečně omezila procesy polymerizace a absorpce pyrolu do struktury textilního vzorku. V tabulce číslo 10 jsou uvedené průměrné hodnoty a intervaly spolehlivosti elektromagnetické stínící efektivity při vybraných frekvencích. Na obrázku 7 je zobrazeno porovnání elektromagnetické stínící účinnosti všech vzorků spolu s 95% intervaly spolehlivosti (IS) pro vybrané frekvence. Z grafického vyhodnocení vyplývá, že nejvyšší stínící

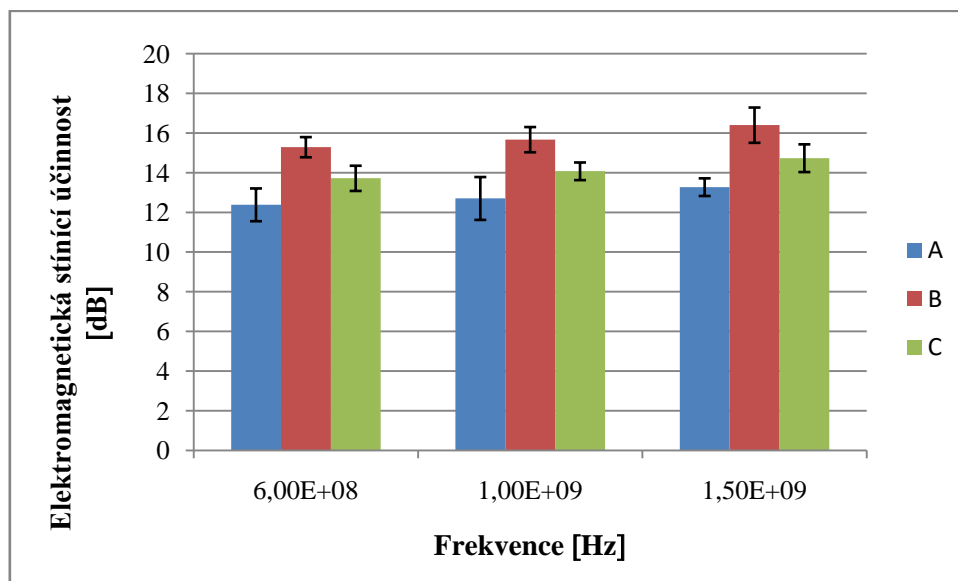
účinnost měl vzorek B, jehož průměrná stínící účinnost dosáhla 16,4 dB při frekvenci 1,5 GHz. Na tento vzorek bylo použito 0,9 ml pyrolu, 4,5 g FeCl₃, 2,7 g pTSA a 0,1 g Spolionu 8. Z důvodu dosažené nejvyšší elektromagnetické stínící účinnosti byla pro další experimentální činnost nižší koncentrace polymerační lázně při objemu patrony 150 ml bez použití podpůrné sklolaminátové mřížky.

Tabulka 10: Elektromagnetická stínící účinnost při volbě vhodné koncentrace

Frekvence [Hz]	Elektromagnetická stínící účinnost [dB]					
	A		B		C	
	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS
600 MHz	12,39	±0,83	15,29	±0,51	13,72	±0,64
1 GHz	12,71	±1,08	15,67	±0,64	14,08	±0,44
1,5 GHz	13,28	±0,44	16,4	±0,89	14,74	±0,70



Obrázek 6: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti na měřeném frekvenčním pásmu pro vzorky: A - 1,8 ml pyrolu bez mřížky, B – 0,9 ml pyrolu bez mřížky, C – 0,9 ml pyrolu s použitím mřížky



Obrázek 7: Porovnání průměrných hodnot a 95% intervalů spolehlivosti průměrné hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti vzorků: A - 1,8 ml pyrolu bez mřížky, B – 0,9 ml pyrolu bez mřížky, C – 0,9 ml pyrolu s použitím mřížky

5.5. Experiment B

Experiment B se bude věnovat přípravě elektricky vodivých plošných textilních struktur pomocí chemického nanášení vodivého polymeru polypyrolu dle postupu ověřeného v experimentu A. Textilie budou následně hodnoceny z hlediska funkčnosti (elektromagnetická stínící účinnost, elektrická vodivost), adhezních vlastností vč. životnosti úpravy (odolnost v praní, oděru, otěru) a dalších vlastností spojených s užitím vodivé textilie jako jsou tepelně-transportní vlastnosti, hořlavost a struktura vodivého nanosu. Dále byly vzorky podrobeny termické analýze.

Pro experiment B byl opět použit stejný textilní substrát, jako v předchozím experimentu A. Parametry použitého polyesterového substrátu jsou již uvedeny v kapitole 5.1. v tabulce 4. Z tabulky 11 vyplývá, jaká koncentrace chemických látek byla použita, koncentrace monomeru pyrolu byla 0,9 ml. Jako oxidační činidlo byl použit chlorid železitý (4,5 g) a jako dopant pTSA (2,7 g). Pro lepší smáčivost textilního vzorku byl použit smáčecí prostředek Spolion 8. Koncentrace lázně vycházela z poznatků diplomové práce [19] s ohledem na nejvyšší výsledné hodnoty elektrické vodivosti a efektivity elektromagnetické stínící účinnosti a modifikována pro menší objem patrony v experimentu A. Doba polymerizace byla stejná, jako v předchozím experimentu A, tedy 8 hodin a teplota polymerizační lázně 15 °C. Postup nanášení vodivého polymeru je uveden v kapitole 5.3.

Tabulka 11: Složení nanášecího roztoku

Chemické látky	Množství
Spolion 8 [g]	0,1
Pyrol [ml]	0,9
FeCl₃ [g]	4,5
CH₃C₆H₄SO₃H (pTSA)[g]	2,7

5.5.1. Hodnocení vlivu vodivé vrstvy na vlastnosti polyesterové tkaniny

V experimentu byl aplikován ověřený způsob nanášení polypyrolu na polyesterovou tkaninu. Tímto způsobem bylo vytvořeno 40 elektricky vodivých textilních vzorků. Textilie byly hodnoceny zejména z hlediska funkčnosti a stálosti vodivé úpravy na textilním substrátu. Funkčnost byla hodnocena měřením elektromagnetické stínící účinnosti dle normy ASTM 4935-10, viz kap. 4.2. Výše elektromagnetické stínící účinnosti přímo souvisí s elektrickou vodivostí vzorku, proto byly hodnoceny elektrické vlastnosti upravených vzorků, a to prostřednictvím měření povrchové a objemové rezistivity, viz kap. 4.1. Životnost úpravy byla hodnocena sledováním poklesu stínící účinnosti po aplikaci pracích cyklů a zapuštěním barvy při otěru za sucha a mokra. Prostřednictvím hodnocení odolnosti v oděru byla studována také životnost celého textilního kompozitu v porovnání s neupraveným vzorkem. Sledovány byly také další užité vlastnosti, mezi které patří: tepelně-transportní vlastnosti charakterizované tepelnou vodivostí, jímavostí a tepelným odporem, dále hořlavost, termické vlastnosti a struktura vodivého nánosů.

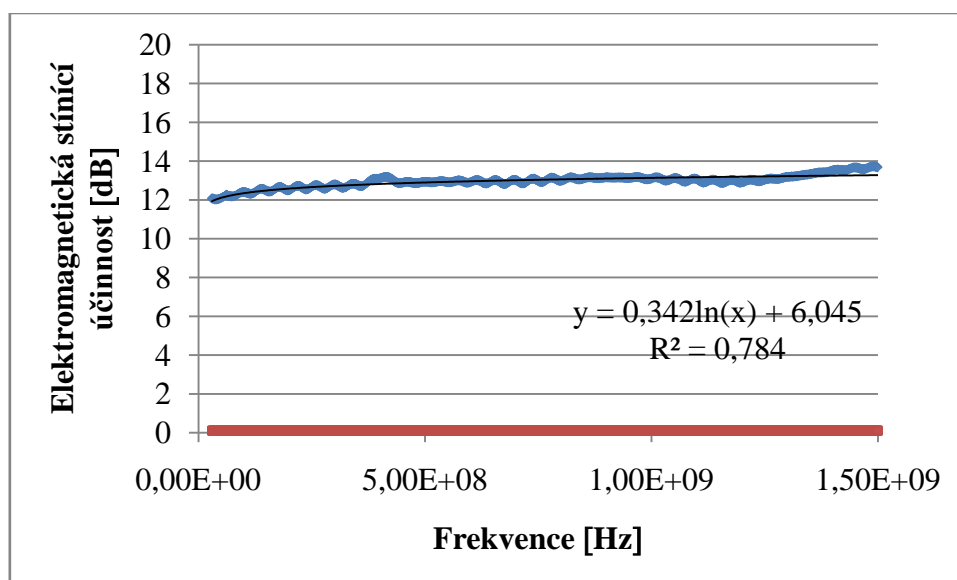
Hodnocení elektromagnetické stínící účinnosti

V rámci hodnocení elektromagnetické stínící účinnosti bylo testováno celkem 20 vzorků polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu. Pro porovnání byl proměřen také polyesterový substrát bez úpravy vodivým polymerem. Měření probíhalo při teplotě 22 °C a relativní vlhkosti vzduchu 40 %.

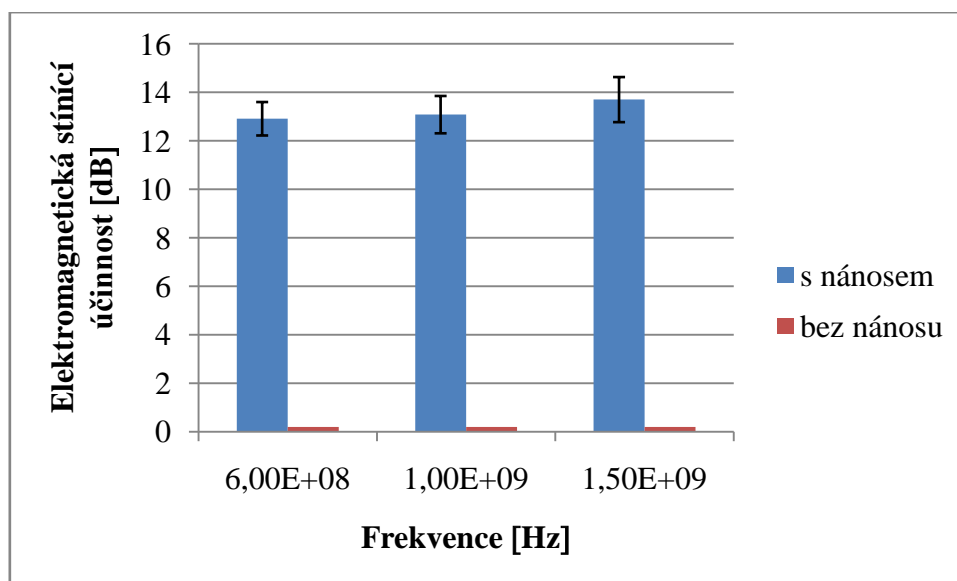
Tabulka 12: Průměrné hodnoty a 95% intervaly spolehlivosti průměrné hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti polypyrolem upraveného vzorku pro vybrané frekvence

	Elektromagnetická stínící účinnost [dB]					
	600 MHz		1 GHz		1,5 GHz	
	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS
Bez nánosu	0	-	0	-	0	-
S nánosem	12,91	±0,69	13,08	±0,77	13,70	±0,93

V tabulce číslo 12 jsou zobrazeny průměrné hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti při třech zvolených frekvencích. Na obrázku 8 je zobrazena frekvenční závislost elektromagnetické stínící účinnosti na celém měřeném frekvenčním pásmu. Tuto závislost je možno aproximovat logaritmickou funkcí. Konkrétní tvar funkce je zobrazen v obrázku 8, konstanty rovnice byly zjištěny metodou nejmenších čtverců. Dle koeficientu determinace $R^2 = 0,78$ soudíme, že model vhodně vysvětluje naměřená data. Na obrázku 9 je zobrazeno porovnání průměrných hodnot 95% intervalů průměrné hodnoty elektromagnetické stínící efektivity pro vybrané frekvence. Porovnávána je stínící účinnost vzorku upraveného a neupraveného. Průměrná stínící účinnost byla stanovena na 13,7 dB při frekvenci 1,5 GHz. Z obrázku 9 vyplývá, že hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti pro vzorky, které nebyly opatřeny polypyrolem jsou nulové. Z toho důvodu je sloupec těchto hodnot špatně viditelný.



Obrázek 8: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti na měřeném frekvenčním pásmu vzorků s nánosem a bez nánosu polypyrolem



Obrázek 9: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti na vybraných frekvencích vzorků s nánosem a bez nánosu polypyrolu

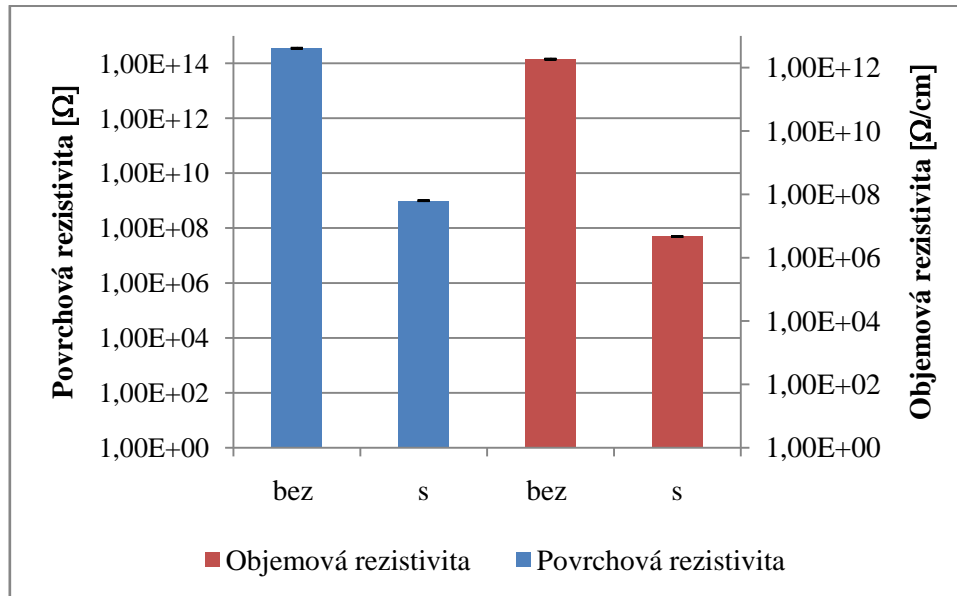
Hodnocení elektrické vodivosti

Elektrická vodivost polyesterové tkaniny byla hodnocena pomocí povrchové a objemové rezistivity, viz kapitola 4.1. Čím jsou hodnoty rezistivity menší, tím je vyšší elektrická vodivost materiálu a naopak. Povrchová a objemová rezistivita byla proměřena u 40 textilních vzorků, které byly upraveny polypyrolovým nánosem. Měření probíhalo za těchto klimatických podmínek: teplota 22 °C a vlhkost vzduchu 43 %. Tloušťka polyesterových vzorků byla měřena na digitálním tloušťkoměru a bylo proměřeno 10 vzorků s nánosem polypyrolu a 10 vzorků bez nánosu polypyrolové vrstvy. V tabulce 13 jsou zobrazeny průměrné hodnoty a 95% IS průměrné hodnoty povrchové a objemové rezistivity vzorků jak upravených, tak neupravených a také průměrná tloušťka. Veškeré naměřené hodnoty povrchové rezistivity jsou k nahlédnutí v příloze číslo 1 (a,b).

Na obrázku 10 je zobrazeno porovnání povrchové a objemové rezistivity vzorku upraveného vodivým polymerem a polyesterového substrátu. Z grafického vyhodnocení je patrné, že aplikací vodivého polymeru na nevodivý substrát došlo k statisticky významnému zvýšení elektrické vodivosti, resp. snížení jak objemového, tak povrchového odporu až o osm řádů. Tento jev potvrzuje skutečnost, že aplikací vodivého polymeru bylo docíleno určitého stupně elektromagnetické stínící účinnosti.

Tabulka 13: Hodnocení povrchové a objemové rezistivity

	ρ_s [Ω]		ρ_v [$\Omega\cdot\text{cm}$]		h [mm]
	\bar{x}	95 % IS	\bar{x}	95 % IS	\bar{x}
Bez nánosu	4,08E+12	$\pm 1,41\text{E}+12$	1,42E+14	$\pm 1,48\text{E}+13$	0,49
S nánosem	6,26E+07	$\pm 9,02\text{E}+06$	4,89E+07	$\pm 7,53\text{E}+06$	0,50



Obrázek 10: Porovnání povrchové a objemové rezistivity polyesterového substrátu (bez) a textilie upravené polypyrolem (s)

Hodnocení odolnosti úpravy po namáhání praním

V rámci diplomové práce bylo provedeno testování odolnosti polypyrolem potažených polyesterových tkanin v praní, které se řídilo dle normy ČSN EN ISO 6330. Tato norma stanovuje postupy domácího praní a sušení určené ke zkoušení textilií. Klimatické podmínky v laboratoři před zahájením experimentu byly: teplota 21,2 °C a vlhkost vzduchu 52 %. Pro praní textilních vzorků byl zvolen šetrný program, který je vhodný pro syntetické materiály. Teplota prací lázně byla 40 °C bez použití detergentu a jiných pracích prostředků. Doba celého pracího procesu byla 40 minut. Deset textilních vzorků, které byly potažené polypyrolem bylo podrobena mechanickému namáhání praním. Byl použit program pro syntetické materiály při teplotě lázně 40 °C po dobu 40 minut. Do prací lázně byl přidán šetrný detergent (40 ml) [24].

Po aplikaci opakovaného praní byla hodnocena stínící účinnost a také sledována změna tloušťky a hmotnosti vzorků. V tabulce 14 jsou uvedené průměrné hodnoty a 95% IS elektromagnetické stínící účinností při vybraných frekvencích od 600 MHz do 1,5 GHz. Stínící účinnost byla proměřena před

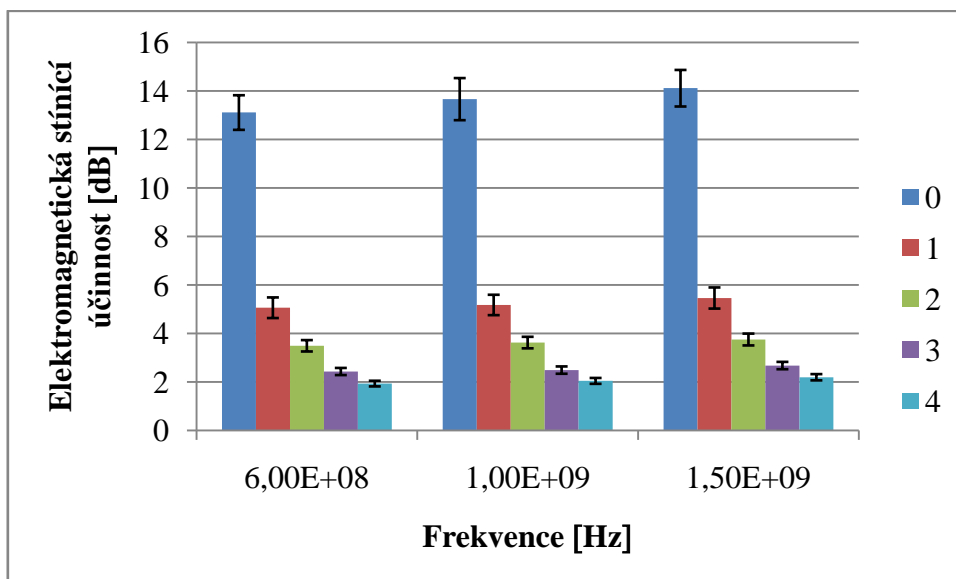
praním (0 pracích cyklů) a po každém dalším praní byla opět přeměřena. Vzorky s nánosem polypyroly byly podrobeny pracímu procesu celkem 4x. V tabulce 15 jsou zobrazeny průměrné hodnoty a 95% IS tloušťky a hmotnosti vzorků.

Na obrázku 11 je znázorněno porovnání průměrné elektromagnetické stínící účinnosti vč. 95% intervalů spolehlivosti na vybraných frekvencích. Z grafického vyhodnocení vyplývá, že nejvyšší hodnoty stínící účinnosti byly před praním polypyrolem povrstvených textilních vzorků. S každým dalším praním se hodnoty stínící efektivity snižovaly. Nejvyššího snížení elektromagnetické stínící účinnosti došlo po prvním praní, a to o cca 9 dB. Z obrázku 11 je patrný statisticky významný vliv praní na elektromagnetickou stínící účinnost.

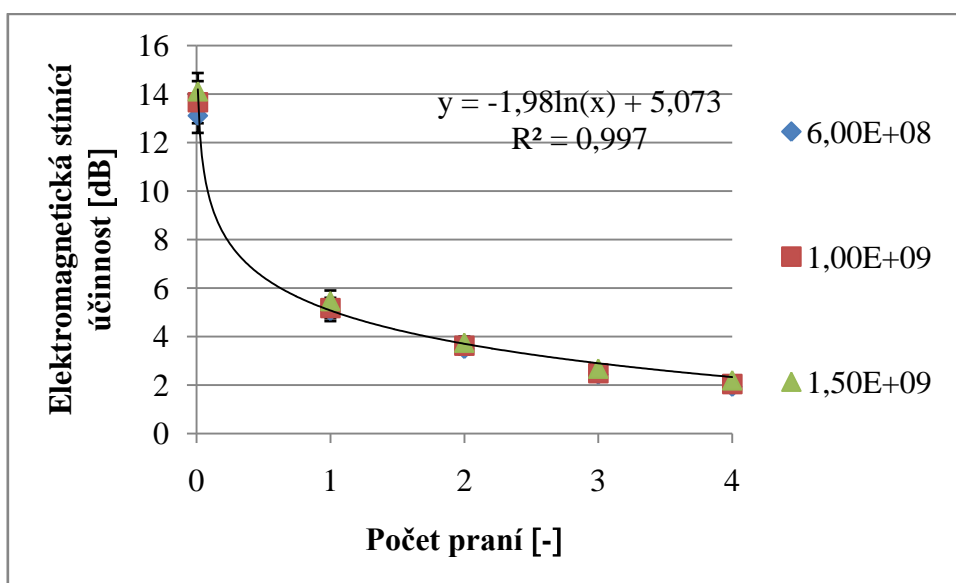
Obrázek 12 zachycuje závislost elektromagnetické stínící účinnosti na počtu pracích cyklů pro vybrané frekvence. Je zde jednoznačné, že došlo k snižování stínící účinnosti po každém cyklu praní. Závislost je možné aproximovat pomocí logaritmické funkce. Konkrétní tvar této funkce je zachycen na obrázku číslo 12. Koeficient determinace zde byl $R^2 = 0,997$. Dle koeficientu determinace lze usuzovat, že model vhodně vysvětluje naměřená data. Výsledky uvedené v tabulce číslo 15 potvrzují vliv praní díky pozorovatelným úbytkům hmotnosti i tloušťky při praní polyesterové polypyrolem upravené tkaniny. Naměřené hodnoty jsou k nahlédnutí v příloze číslo 2.

Tabulka 14: Průměrné hodnoty a 95% interval spolehlivosti elektromagnetické stínící účinnosti pro vzorky, které byly podrobeny pracímu cyklu ve vybraných frekvencích

Počet pracích cyklů [-]	Elektromagnetická stínící účinnost SE [dB]					
	600 MHz		1 GHz		1,5 GHz	
	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS
0	13,11	±0,71	13,65	±0,87	14,12	±0,75
1	5,06	±0,43	5,18	±0,42	5,46	±0,44
2	3,49	±0,23	3,62	±0,24	3,75	±0,24
3	2,43	±0,15	2,49	±0,15	2,68	±0,15
4	1,93	±0,12	2,04	±0,12	2,19	±0,13



Obrázek 11: Porovnání elektromagnetické stínící účinnosti po praní při vybraných frekvenčních oblastech vzorků namáhaných praním



Obrázek 12: Závislost průměrné elektromagnetické stínící účinnosti na počtu pracích cyklů při vybraných frekvencích vzorků, které byly podrobeny mechanickému namáhání prostřednictvím praní

Tabulka 15: Průměrné hodnoty a 95% intervaly spolehlivosti tloušťky a hmotnosti vodivých vzorků podrobených různému počtu pracích cyklů

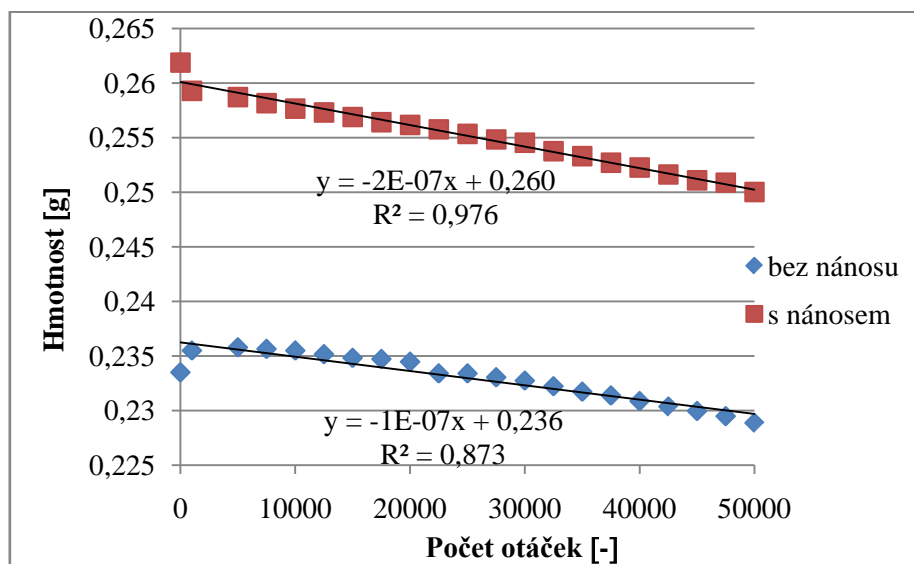
Počet pracích cyklů	Tloušťka h [mm]		Hmotnost m [g]	
	\bar{x}	95% IS	\bar{x}	95% IS
0	0,50	$\pm 0,012$	3,56	$\pm 0,011$
1	0,47	$\pm 0,003$	3,52	$\pm 0,013$
2	0,47	$\pm 6,88E-17$	3,49	$\pm 0,032$
3	0,47	$\pm 6,88E-17$	3,50	$\pm 0,012$
4	0,46	$\pm 0,003$	3,50	$\pm 0,0118$

Oděr

Dílčím cílem této zkoušky bylo zjistit, zda má vodivá úprava na polyesterové tkanině vliv na odolnost v oděru. Podle normy ISO 12947 byla provedena zkouška pro zjištění úbytku hmotnosti textilního vzorku při jeho odírání. Zkouška spočívá v upevnění kruhového vzorku o průměru 40 mm do držáku. Zkušební textilní vzorek je vystaven určitému přítlaku a tím dochází k odírání o odírací prostředek (standardní textilií) posuvným pohybem, který sleduje Lissajousův obrazec. Celková skutečná hmotnost zatížení při oděru se skládá z hmotnosti držáku a příslušného závaží. V tomto případě závaží mělo hmotnost 595 ± 7 g pro oděvní a bytové textilie kromě potahových textilií a lůžkovin. Proto pro odírání textilních vzorků odpovídá přítlak 9 kPa. Držák vzorku se volně otáčí kolem své osy, která je kolmá k ploše vzorku. Odolnost v oděru se zjišťuje pomocí úbytku hmotnosti textilních vzorků. Úbytek hmotnosti textilních vzorků se zjišťuje na vahách po provedení určitého počtu otáček.

Testování textilní vzorků proběhlo na přístroji Nu-Martindale Abrasion a Pilling Tester. Porovnávána byla odolnost v oděru neupravených a vodivých textilií, proto byly pro oděr připraveny 4 vzorky čisté polyesterové tkaniny, které nebyly opatřeny polypyrolovým nánosem a 4 vzorky, na které polypyrol byl nanesen. Nejprve byly všechny vzorky před provedením zkoušky v oděru zváženy. Po každých 2 500 otáčkách byly všechny vzorky zváženy a prohlédnuty zda nedošlo ke změnám povrchu zkoušených textilních vzorků. Například k výskytu nopků, žmolků nebo přehybů [25]. K narušení polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu došlo při 52 500 otáčkách. K narušení polyesterové tkaniny bez nánosu polypyrolu při 52 500 otáčkách nedošlo. Z hodnocení vyplývá, že vodivý vzorek byl porušen při nižším počtu otáček a můžeme tedy soudit, že úprava má vliv na mechanickou odolnost vzorku v oděru. Avšak dosažená odolnost v oděru (cca 52 000 otáček) vodivým polymerem upravených textilií je dostačující pro obecné použití např. pro

oděvní účely. Na obrázku 13 je zobrazena závislost, kterou bylo možné aproximovat pomocí lineární funkce. Pro polyesterovou tkaninu bez nánosu polypyrolu je koeficient determinace $R^2 = 0,873$ a pro substrát s nánosem polypyrolu je koeficient determinace $R^2 = 0,976$. Dle koeficientů determinace lze usuzovat, že model vhodně vysvětluje naměřená data. Jak je vidět z obrázku, k vyššímu úbytku hmotnosti (strmější směrnice regresní přímky) došlo u polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu. V příloze číslo 3 je možné najít další výsledky měření. Z obrázku 13 vyplývá, že dochází k vyššímu hmotnostnímu úbytku u polyesterové tkaniny, která má nános polypyrolu. Je to způsobené úbytkem vodivé úpravy z povrchu polyesterové tkaniny. Obrázek 14 zachycuje změnu polyesterového vzorku s nánosem vodivého polymeru po (a) 1000 a (b) 52 500 otáčkách odírání.



Obrázek 13: Závislost hmotnosti na počtu otáček při zkoušce odolnosti v oděru pro vzorek s a bez nánosu



a) Odíraná tkanina s nánosem polypyrolu po 1 000 otáčkách



b) Odíraná tkanina na konci odírání po dosažení 52 500 otáček

Obrázek 14: Tkanina v průběhu odírání

Otěr

Dílčím cílem bylo zjistit trvanlivost adheze vodivé úpravy na textilií. Za tímto účelem byla provedena zkouška stálobarevnosti v otěru. V rámci práce byla provedena zkouška stálobarevnosti v otěru podle normy ČSN EN ISO 105-X12. Princip zkoušky spočívá v mechanickém otírání vzorku o normalizovanou tkaninu. Normalizovaná tkanina je bělená bavlna bez dalších úprav. Hodnotí se množství přenesené barvy na doprovodnou tkaninu. Vzorky zkoušené textilie byly otírány o suchou otírací tkaninu a poté o mokrou otírací tkaninu. V normě jsou stanoveny dva odlišné otírací palce, jeden je pro vlasové textilie a druhý pro ostatní textilie. Byl zvolen otírací palec pro ostatní textilie. Otírací palec se skládá z válce o průměru 16 mm, který se pohybuje po lineární dráze 100 mm. Na palec působí síla 9 N. Z polypyrolem potažené polyesterové tkaniny byly odebrány vzorky o rozměrech 50 mm x 140 mm pro provedení zkoušky otěru za sucha a za mokra. Zkušební textilní vzorek byl umístěn na podložku zkušebního zařízení. Otírací palec byl opatřen nevybarvenou, bělenou bavlněnou otírací tkaninou o rozměrech 50 mm x 50 mm bez použití šlichty a jiných úprav. Následně bylo hodnoceno pouze zapouštění barviva do otírací tkaniny. V rámci práce byl proveden suchý otěr na otírací palec, byla nasazena suchá otírací tkanina. Otírání proběhlo po lineární dráze 100 mm, 10 krát sem a tam. Tímto postupem bylo vyhotoveno 5 vzorků, které následně byly hodnoceny podle šedé stupnice. Dalším způsobem zkoušky otěru je mokrý otěr. Tento postup je obdobný, jako u suchého otěru s tím rozdílem, že na zkušební vzorek působila mokrá otírací tkanina, která obsahovala 100 % vlhkost. Opět bylo hodnoceno zapouštění bavlněné otírací tkaniny podle šedé stupnice [26]. V rámci experimentu byla provedena zkouška stálobarevnosti, která byla vyhodnocována podle šedé stupnice pro hodnocení změny odstínu dle normy ČSN EN 20105-A02. Tato norma platí pro šedou stupnici k hodnocení změny odstínu textilií a k jejímu použití. Šedá stupnice se skládá z pěti párů matných destiček šedé barvy, znázorňujících barevnou odchylku, odpovídajícím stupňům stálosti 5, 4, 3, 2 a 1. Základní stupnice může být rozšířena na devítistupňovou šedou stupnici. První část každého páru představuje světlejší šedé stupně od 5 do 1, každý pár představuje vzrůstající rozdíl, nebo barevný rozdíl, který je definován kolorimetricky. U tohoto experimentu se nepřihlíží jenom k charakteru změny jednotlivě, jako je změna odstínu barvy, sytost barvy, brilance, ale základem je celkový rozdíl mezi původní textilií a testovanou textilií [27]. Výsledné hodnoty polypyrolem potažených polyesterových tkanin po otření uvedeny v tabulce číslo 16.

Tabulka 16: Hodnocení změny odstínu [27]

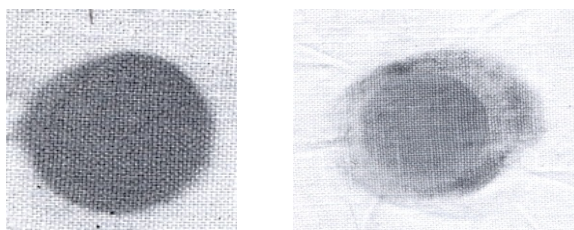
Stupeň stálosti	CIELAB barevné rozdíly	Odchylka
1	13,6	±1,0

V tabulce číslo 16 je uvedeno hodnocení změny odstínu podle šedé stupnice. Stupeň jedna v šedé stupnici znamená nejhorší možný výsledek změny odstínu testované polyesterové tkaniny potažené polypyrolem. Hodnoty se vztahují, jak na suchý tak i na mokrý otěr. Dalším bodem zkoušení stálobarevnosti textilií je hodnocení zapouštění podle šedé stupnice. Výsledné hodnoty byly hodnoceny dle normy ČSN EN 20105-A03. Výsledné hodnoty jsou uvedeny v tabulce číslo 16.

Tabulka 17: Hodnocení zapouštění textilií [28]

Stupeň stálosti	CIELAB barevné rozdíly	Odchylka
1	34,1	±2,0

V tabulce číslo 17 jsou uvedené hodnoty pro hodnocení zapouštění textilií. Naměřené hodnoty dosáhly nejhoršího možného výsledku pro zapouštění textilií. Hodnoty se vztahují, jak na suchý tak i na mokrý otěr [28]. Obrázek 15 znázorňuje (a) suchý a (b) mokrý otěr na bavlněné tkanině.



a) Suchý otěr

b) Mokrý otěr

Obrázek 15: Suchý a mokrý otěr

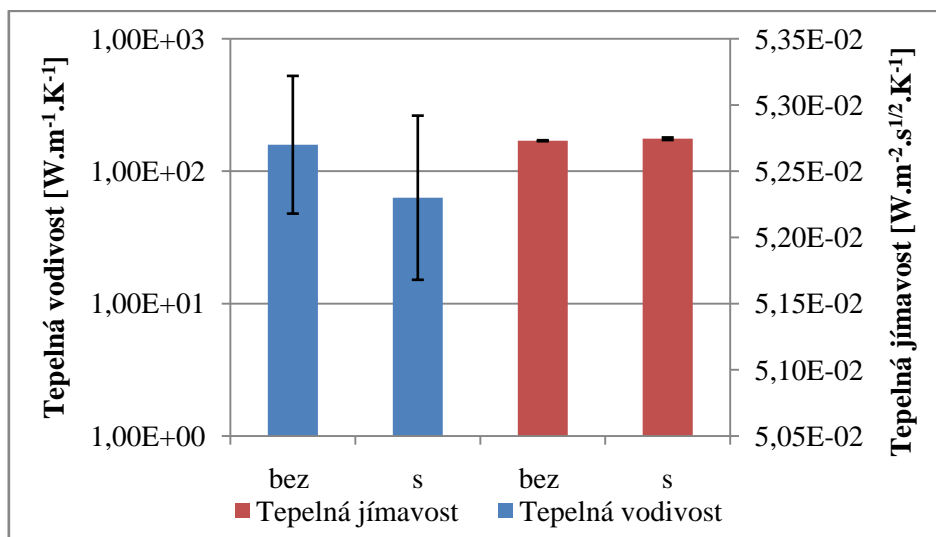
Tepelné vlastnosti

Tepelná vodivost a jímavost ovlivňují komfortní vlastnosti textilních materiálů. Cílem této podkapitoly bylo také zjistit, zda je možné pozorovat analogii mezi tepelným a elektrickým podporem. Měření tepelných vlastností zkušebních textilních vzorků bylo uskutečněno podle interní normy číslo 23-304-02/01. K hodnocení tepelných vlastností zkušební vzorků byl použit přístroj Alambeta, který naměří tepelné vlastnosti, jako například: tepelnou vodivost (λ), tepelnou jímavost (b), tepelný odpor (r), tloušťku textilie (h), teplotní vodivost (a), tepelný tok (q) a poměr

maximálního a ustáleného tepelného toku (p). Přístroj Alambeta je počítačem řízený komerční poloautomat, který vypočítá statistické parametry měření a obsahuje autodiagnostický program, který dokáže zabránit chybným operacím [29]. Klimatické podmínky v laboratoři před zahájením měření byly teplota 21,2 °C a vlhkost vzduchu 52 %. Nejprve byly připraveny zkušební textilní vzorky o rozměru 14 x 13 cm minimální velikost vzorku pro měření na přístroji Alambeta je 10 x 10 cm, maximální hranice není omezena. Metoda měření na přístroji Alambeta je nedestruktivní. Pro dosažení přesného měření bylo nutné zkušební vzorky vkládat do přístroje bez záhybů, zvlnění, nečistot a proměřovaná místa se na vzorku nesměla překrývat, aby nedocházelo k měření již zahřátých míst. Podstata zkoušky měření tepelných vlastností na přístroji Alambeta spočívá v průchodu tepelného toku q_1 a q_2 povrchu vzorku od neustáleného stavu k ustálenému. V rámci diplomové práce bylo proměřeno 20 textilních vzorků. Deset vzorků, na které nebyl nanesen polypyrol a deset textilních vzorků, které byly opatřeny nánosem polypyrolu. V tabulce 18 jsou uvedené průměrné hodnoty tepelné vodivosti a jímavosti textilních vzorků bez nánosu a s nánosem vodivé vrstvy. Na obrázku 16 je zobrazeno porovnání průměrných hodnot vč. 95% IS tepelné jímavosti a tepelné vodivosti obou vzorků. Z naměřených hodnot vyplývá, že vzorky nemají významně rozdílnou tepelnou vodivost. Polypyrolem upravený vzorek se bude v kontaktu s lidskou pokožkou jevit chladnějším omakem. V příloze číslo 4 a 5 je možné nalézt veškeré hodnoty naměřené přístrojem Alambeta.

Tabulka 18: Naměřené průměrné hodnoty a 95 % intervaly spolehlivosti tepelné vodivosti λ a tepelné jímavosti b

Měřené veličiny	Bez nánosu polypyrolu		S nánosem polypyrolu	
	λ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	b [W.m ⁻² .s ^{1/2} .K ⁻¹]	λ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	b [W.m ⁻² .s ^{1/2} .K ⁻¹]
\bar{x}	5,27E-02	1,70E+02	5,23E-02	1,76E+02
95 % IS	±5,20E-04	±1,48E+00	±6,20E-04	±3,89E+00



Obrázek 16: Porovnání tepelné vodivosti a tepelné jímavosti polyesterového substrátu (bez) a textilie upravené polypropylolem (s)

Hodnocení prodyšnosti

Hodnocení prodyšnosti textilních vzorků s nánosem a bez nánosu polypropyrolu bylo hodnoceno z důvodu zjištění, zda úprava polypropylolem ovlivňuje propustnost pro vzduch, tedy, jestli nedojde ke snížení komfortních vlastností. V rámci diplomové práce bylo provedeno měření prodyšnosti tkaniny na základě interní normy číslo 33-302-01/01. Výhodou této zkoušky je, že se jedná o nedestructivní zkoušku, která je časově nenáročná. Proměřením prodyšnosti na určitých místech lze zjistit případné nedostatky v technologických postupech výroby, které se mohou projevit nerovnoměrností textilie. Při srovnávacích experimentech je nezbytné dodržet stejné podmínky měření, jako je například hodnota tlakového spádu. Pro oděvní textilie se doporučuje tlakový rozdíl 100 Pa [30]. Pro technické textilie se doporučuje tlakový spád 200 Pa. Měření probíhalo na zkušební přístroji FX 3300. Výstupem je informace o propustnosti pro vzduch v jednotce [cm/s]. Před zahájením měření byla naměřená teplota v laboratoři 21,2 °C a vlhkost vzduchu byla 52 %. Vzorky byly před měřením ponechány po dobu 24 hodin v laboratorních podmínkách. Zkoušeno bylo 20 textilních vzorků z polyesterové tkaniny. Deset vzorků bylo opatřeno nánosem polypropyrolu a deset vzorků bylo bez nánosu polypropyrolu. Všech dvacet vzorků bylo proměřeno při tlakovém spádu 100 Pa pro běžné oděvy a při 200 Pa pro technické textilie.

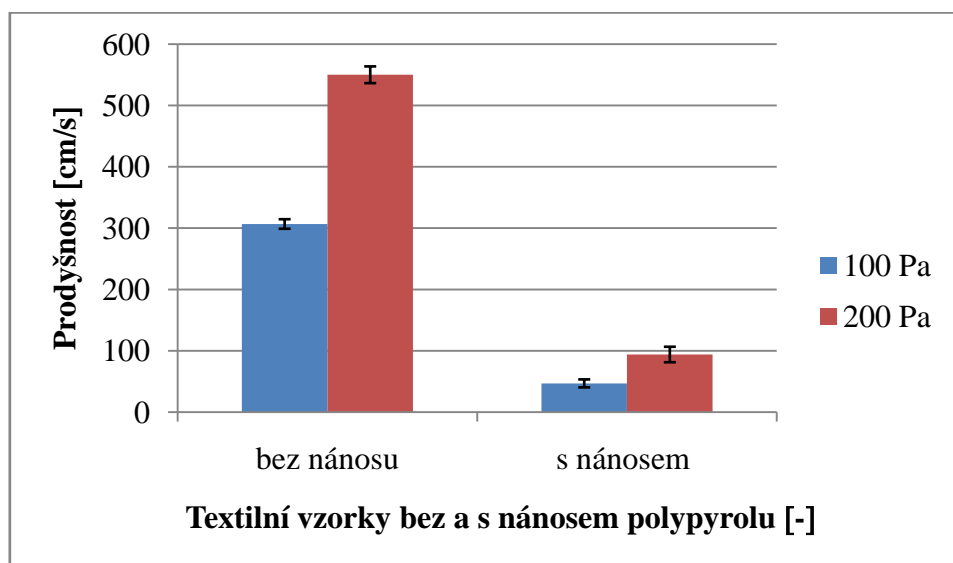
V tabulce 19 je zaznamenána prodyšnost vzorků s nánosem polypropyrolu a bez nánosu polypropyrolu při tlakovém spádu 100 a 200 Pa. Měření probíhalo při dvou vybraných tlakových spádech, a to pro oděvní textilie při 100 Pa, pro technické textilie při 200 Pa. Z tabulky 19 vyplývá, že polyesterová tkanina, která je bez nánosu polypropyrolu má větší prodyšnost než tkanina s nánosem. Prodyšnost u

vzorků, které byly opatřeny polypyrolovým nánosem se prodyšnost zhoršila přibližně 6x. V příloze číslo 6 jsou k nahlédnutí výsledky měření prodyšnosti při 100 a 200 Pa.

Na obrázku 17 je graficky znázorněna prodyšnost v centimetrech za sekundu polyesterových vzorků s nánosem a bez nánosu polypyrolu při tlakovém spádu 100 Pa a 200 Pa. Z obrázku 16 vyplývá, že polyesterové tkaniny, které jsou opatřené nánosem polypyrolu mají výrazně nižší prodyšnost než tomu je u čistých polyesterových vzorků.

Tabulka 19: Průměrné hodnoty a 95 % intervaly spolehlivosti prodyšnosti polyesterové tkaniny s nánosem a bez nánosu polypyrolu

Prodyšnost P [cm/s]	Bez nánosu polypyrolu		S nánosem polypyrolu	
	Tlakový spád			
	100 Pa	200 Pa	100 Pa	200 Pa
\bar{x}	306,7	550,1	46,71	93,83
95% IS	$\pm 7,79$	$\pm 13,64$	$\pm 6,52$	$\pm 12,62$



Obrázek 17: Prodyšnost polyesterových vzorků bez nánosu a s nánosem vodivé vrstvy při tlakovém spádu 100 Pa a 200 Pa

Zkouška hořlavosti

Dílčím cílem bylo zjistit, zda se aplikací polypyrolu změní hořlavost textilního materiálu. Zkouška hořlavosti byla provedena podle normy ČSN ISO 3795. Tato norma stanovuje metodu pro určení vodorovné rychlosti hoření materiálů, používaných v prostorách pro cestující silničních vozidel po vystavení malému plameni. Norma se používá pro posouzení jednotnosti výrobních skupin materiálů z hlediska jejich chování při hoření.

Pro testování hořlavosti byly připraveny textilní zkušební vzorky o rozměru 60 x 138 mm. Pro porovnání bylo testováno šest polyesterových vzorků bez nánosu polypyrolu a tři vzorky polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu. Vzorek byl uchycen ve vodorovné poloze v držáku, který měl tvar U a byl vystaven účinku nízko energického plamene po dobu 15 sekund ve spalovací komoře, plamen působil na volném konci vzorku. Plynový plamen byl seřízen na výšku 38 mm, přičemž přívod vzduchu k hořáku byl uzavřen. Před zahájení zkoušky byl plamen ponechán 60 s pro jeho stabilizaci. Držák vzorku byl zasunut do spalovací komory, tak aby konec vzorku byl vystaven plameni po dobu 15 sekund. Po této době byl přívod plynu uzavřen a od této chvíle započalo měření doby hoření, které skončilo, když plamen dosáhl svého posledního měřícího bodu nebo do té doby, než uhasl. Došlo také k tomu, že plamen nedosáhl posledního měřícího bodu, tak byla změřena shořelá vzdálenost do bodu, kdy plamen uhasl. Při zkoušce, také nastala situace, že zkušební vzorek nedosáhl svého prvního měřícího bodu [31]. Rychlost hoření je možno vypočíst dle následujícího vzorce:

$$B = \frac{s}{t} \times 60 \quad (6)$$

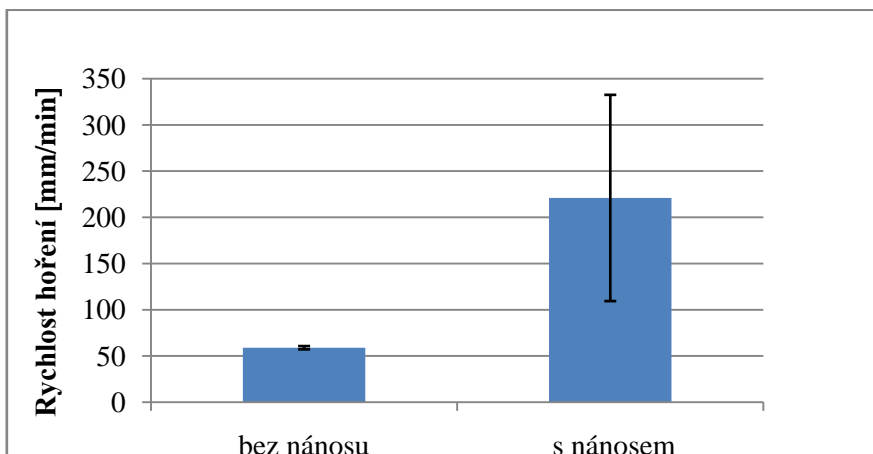
B rychlost hoření v milimetrech za sekundu [mm/s], s je shořelá vzdálenost v milimetrech [mm] a t je čas [s] potřebný pro shoření vzdálenosti v sekundách.

Při spalovací zkoušce bylo zjištěno, že polyesterová tkanina bez nánosu polypyrolu hoří rychleji. Žádný z testovaných vzorků bez nánosu neprohořel celý. Zároveň při hoření docházelo k odkapávání polyesteru, což je velmi nebezpečné, protože by se oheň mohl dále šířit. Polyesterová tkanina s nánosem polypyrolu na začátku hoření poměrně silně vylučovala černý kouř. Tkanina s nánosem hořela velmi pomalu a neměla tendenci sama uhasnout, všechny zkušební vzorky prohořely až do konce své délky.

Z této zkoušky vyplynulo, že polypyrol významně ovlivňuje hořlavost polyesterové tkaniny. Z tabulky 20 je zřetelné, že polyesterová tkanina s nánosem hoří velmi pomalu, vzorek prohoří celý a nedochází k odkapávání polyesteru. Naměřené hodnoty jsou k nahlédnutí v příloze číslo 7. Z obrázku 18 je patrné, že polyesterové textilní vzorky bez nánosu polypyrolu hořely rychleji než vzorky s nánosem polypyrolu.

Tabulka 20: Rychlost hoření polyesterové tkaniny v milimetrech za minutu

B [mm/min]	Bez nánosu	S nánosem
\bar{x}	220,92	58,92
95 % IS	±111,56	±1,77



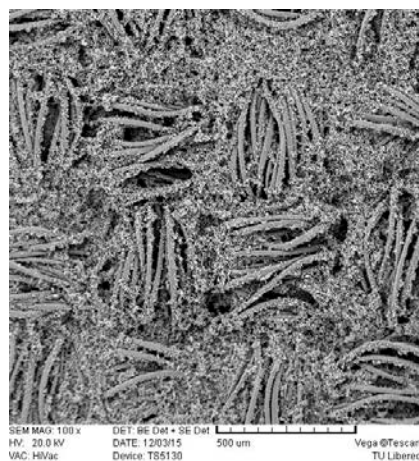
Obrázek 18: Porovnání rychlosti hoření polyesterového substrátu (bez nánosu) a textilie upravené polypyrolem (s nánosem)

Studium struktury vzorků

Na snímku 19 (a, b) je zobrazen podélný pohled na polyesterovou tkaninu. Na snímku vlevo je vidět polyesterová tkanina bez nánosu vodivého polymeru. Tato tkanina 100% polyesterová tkanina byla očištěna praním, usušena volně na vzduchu, aby byl povrch dokonale čistý, tak byla po dobu 15 minut namočená v acetonu. Na snímku vpravo je dobře viditelný nános polypyrolu na polyesterové tkanině. Takto ošetřená tkanina má zvýšenou elektrickou vodivost. Oba snímky byly zvětšeny 100x. Na snímku 19 (c, d) je zachycen příčný pohled na polyesterové tkaniny. Na snímku vlevo je polyesterová tkanina bez nánosu polypyrolu a na snímku vpravo s nánosem polypyrolu. Oba snímky byly zvětšeny 250x.



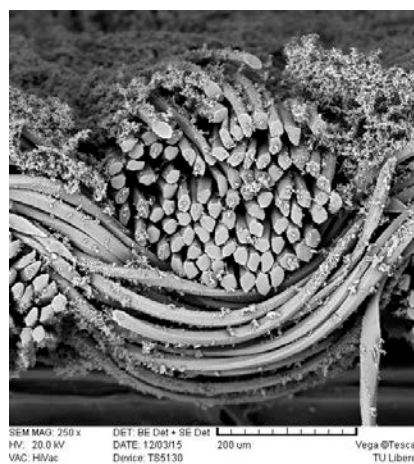
(a)



(b)



(c)



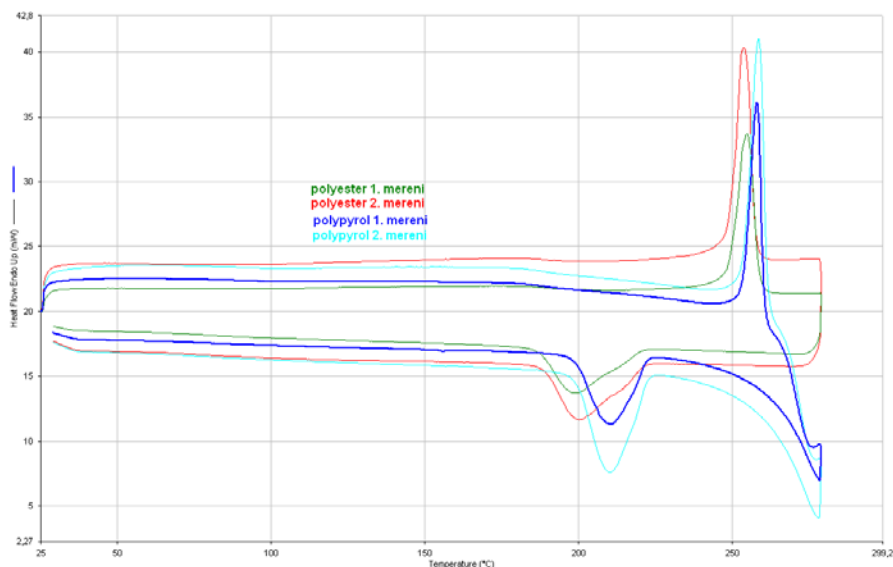
(d)

Obrázek 19: Podélný pohled na polyesterovou tkaninu (a) bez nánosů, (b) s nánosem polypyrrolu, příčný pohled na polyesterovou tkaninu (c) bez nánosů, (d) s nánosem polypyrrolu

Diferenční snímací termická analýza

Tato metoda podrobuje textilní vzorky lineárnímu ohřevu. Rychlost tepelného toku ve vzorku je úměrná okamžitému měrnému teplu. Teplota vzorku je udržována na izotermní se vzorkem, srovnávacím dodáváním tepla do vzorku srovnávacího. Měří se elektrický příkon, který je potřebný pro udržení izotermních podmínek. Udržení izotermních podmínek je závislé na čase a teplotě. Množství uvolněného tepla je úměrné množství elektrické energie spotřebované na zahřátí vzorku. Jedná se o kalorimetrickou metodu [32]. Byly testovány čtyři textilní vzorky. První dva vzorky byly ze 100% polyesterové tkaniny, která byla očištěna praním a acetonem. Druhé dva vzorky byla polyesterová tkanina potažená polypyrrolem. Vzorky byly proměřeny na přístroji DSC 6 fa Perkin-Elmer. Na tomto přístroji je možné provádět analýzu pevných látek ve formě folií, prášku, vláken, krystalů nebo granulí. Vzorky byly umístěny do hliníkové mističky, která byla uzavřena. Velikost vzorku je povolena v rozmezí 3 - 30 mg. Před spuštěním přístroje DSC 6 fa Perkin-Elmer byl otevřen přívod dusíku. Proudění dusíku je vhodné, aby nedocházelo k oxidativní degradaci. Další význam, který má dusík na testované vzorky je odvod plyných látek.

Na obrázku 20 jsou zaznamenány teploty tání u polyesterového vzorku bez nánosů polypyrrolu a s nánosem polypyrrolu. Z obrázku 20 jde vidět, že došlo k zvýšení teploty tání u polyesterové tkaniny s nánosem polypyrrolu cca o 5 °C.



Obrázek 20: Měření tepelných přechodu pomocí DSC

5.5.2. Shrnutí vlastností polypyrolem upravených vzorků

V experimentu B bylo připraveno celkem 40 elektricky vodivých vzorků pomocí chemického nanášení vodivého polymeru polypyrolu na elektricky nevodivý polyesterový substrát při konstantním nastavení polymerizačního procesu (polymerizační teplota 15 °C, čas polymerizace 8 h a množství monomeru 0,9 ml).

Porovnávány byly vlastnosti substrátu a vodivého kompozitu z hlediska následujících vlastností vzorků:

- elektrická vodivost,
- elektromagnetické stínění,
- změny elektromagnetického stínění při aplikaci pracích cyklů,
- odolnost v oděru,
- odolnost v otěru,
- tepelné vlastnosti,
- propustnost pro vzduch,
- hořlavost,
- struktura nánosu,
- termické vlastnosti.

Elektrická vodivost polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu byla hodnocena pomocí povrchové a objemové rezistivity. Bylo zjištěno, že aplikace vodivého polymeru má statisticky významný vliv

na elektrickou vodivost. U vzorků s nánosem polypyrolu došlo k snížení povrchové rezistivity o pět řádů a u objemové rezistivity až o osm řádů. Snížení povrchové a objemové rezistivity je ukazatelem zvýšení elektrické vodivosti polypyrolem upravených textilních vzorků.

Aplikací vodivého polymeru bylo docíleno určité úrovně stínící schopnosti vzorku (cca 14 dB), a to na celém měřeném frekvenčním pásmu (30 MHz – 1,5 GHz). Vzorek neupravený elektromagnetické záření zcela propouští, jeho stínící účinnost je nulová.

Dalším experimentem, který je důležitým ukazatelem při testování adhezních vlastností polypyrolem opatřených textilií je praní. V rámci diplomové práce proběhlo testování zkušebních vzorků pomocí praní. Při praní byl použit šetrný program pro syntetické materiály. Teplota prací lázně byla 40 °C a byl použit šetrný detergent. Bylo testováno deset zkušebních textilních vzorků na, které byl nanesen polypyrol. Vzorky byly měřeny před praním a následně po každém cyklu praní. Polyesterové vzorky s nánosem polypyrolu byly vyprány celkem čtyřikrát. U zkušebních vzorků byla sledována zejména elektromagnetická stínící účinnost, ale i tloušťka a hmotnost polyesterových vzorků. Z naměřených hodnot vyplynulo, že po každém cyklu praní došlo k rapidnímu snížení elektromagnetického stínícího účinku. Po prvním cyklu praní došlo ke snížení elektromagnetické stínící účinnosti cca o 9 dB při frekvenci 1,5 GHz.

Bylo zjištěno, že aplikací vodivého polymeru se snižuje odolnost v oděru textilie v porovnání s textilií neupravenou. K porušení zkušební vzorku opatřeného vodivým polymerem došlo při 52 500 otáčkách, což ukazuje na uspokojivou odolnost v oděru pro běžné účely použití.

Z hlediska zkoušky odolnosti v otěru jak za sucha, tak za mokra byly vzorky upravené vodivým polymerem hodnoceny nejhorším možným stupněm na šedé stupnici (stupeň 1), z čehož vyplývá velmi nízká odolnost elektricky vodivé úpravy v otěru.

Vodivá úprava polyesterového substrátu měla určitý vliv i na tepelné vlastnosti vzorků. Z naměřených hodnot na přístroji Alambeta vyplynulo, že zkušební vzorky bez nánosu polypyrolu mají vyšší tepelnou vodivost a při kontaktu s lidskou pokožkou mohou vyvolávat teplejší omak (nižší tepelná jímavost) v porovnání se vzorky s nánosem polypyrolu.

Je zřejmé, že úprava má vliv na propustnost textilie pro vzduch. U vzorků, které byly opatřeny polypyrolem se prodyšnost snížila přibližně 6x.

Z provedené spalovací zkoušky bylo zjištěno, že polyesterová tkanina bez nánosu polypyrolu hoří rychleji a nedochází k odkapávání polyesteru. U textilního substrátu, který byl opatřen vodivou vrstvou, byla rychlost hoření přibližně 4x pomalejší než u vzorku bez nánosu. U vzorků s nánosem

polypyrolu došlo k odkapávání polyesteru a při hoření byl vylučován černý kouř. Polyesterové vzorky s nánosem vodivého polymeru hořely velmi pomalu a neměly tendenci samovolně uhasnout.

V rámci práce byla hodnocena i struktura textilního substrátu pomocí elektronového mikroskopu. Byly vybrány snímky, které zachycují jak podélný tak příčný pohled na polyesterovou tkaninu s nánosem i bez nánosu polypyrolu. Více viz obrázky 19 (a, b, c, d).

Dále byla provedena termická analýza vzorků s nánosem a bez nánosu polypyrolu. U vzorků, které byly opatřeny nánosem vodivého polymeru polypyrolu došlo k zvýšení teploty tání o 5 °C.

V experimentální části B bylo zjištěno, že došlo k zvýšení elektrické vodivosti a elektromagnetické stínící účinnosti po úpravě plošné textilie polypyrolem. Z důvodu špatné stability vodivé úpravy na textilním substrátu, která byla dokázána z mechanického namáhání praním a otěrem bude přistoupeno k experimentální části C, která má za cíl upravit povrch textilního substrátu tak, aby úprava vodivým polymerem polypyrolem byla stabilnější.

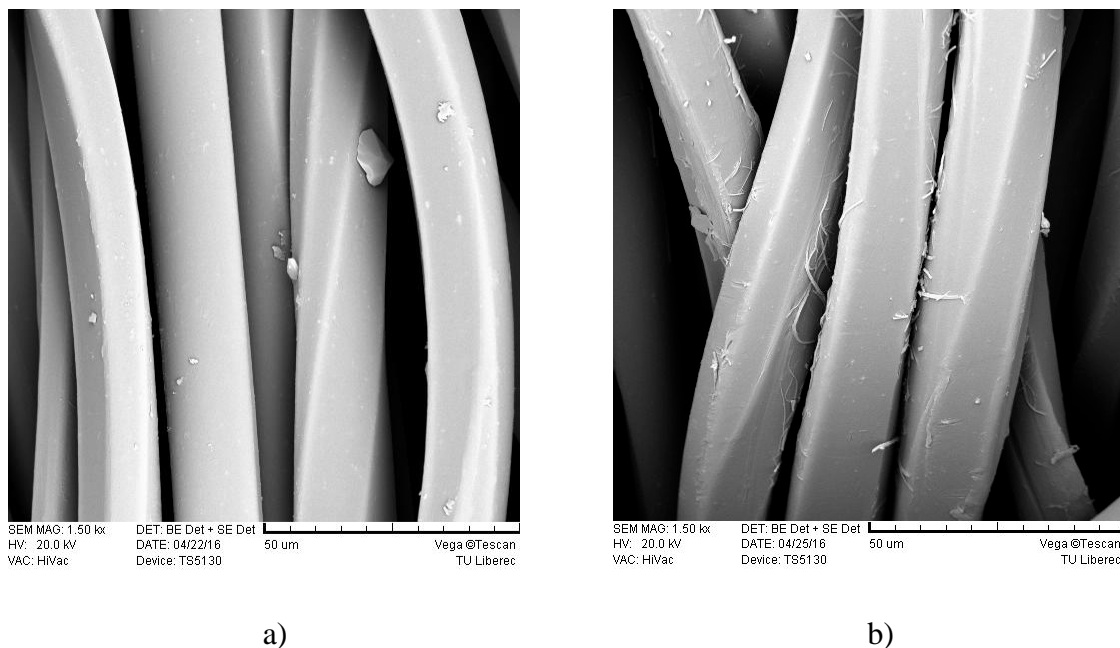
5.6. Experimentální část C

Tato část diplomové práce byla zaměřena na úpravu povrchu polyesterových textilních vzorků, aby došlo k zvýšení přilnavosti vodivého polymeru na textilní substrát. Pro tento experiment povrchové úpravy vzorků byly vybrány dvě metody, které byly aplikovány na textilní substrát. První metoda spočívala v úpravě povrchu vzorků ozonem a druhá metoda byla alkalická hydrolyza hydroxidem sodným.

Z důvodu, že polyesterová tkanina je hydrofóbní, tak přináší spoustu špatných vlastností jako je nízká smáčivost, nízká smáčecí schopnost ve vodních roztocích, tendence k hromadění elektrostatického náboje, nízká adheze k polymerům a vysoká přilnavost. Jak již bylo zmíněno v literární rešerši tyto negativní vlastnosti lze potlačit pomocí různých metod sloužících k úpravě povrchu polyesterové tkaniny. Mezi tyto metody úpravy povrchu patří například hydrolyza hydroxidem sodným, ozon, plasma nebo silanizace. Z těchto čtyř metod byly vybrány dvě, které budou aplikovány na polyesterovou tkaninu. První metoda, která byla realizována, byla úprava povrchu pomocí ozonu a druhá metoda spočívala v úpravě povrchu hydroxidem sodným. Od těchto úprav povrchu polyesterové tkaniny se očekává, že dojde ke zvýšení hydrofilnosti textilních vzorků a narušení hladkého povrchu vláken.

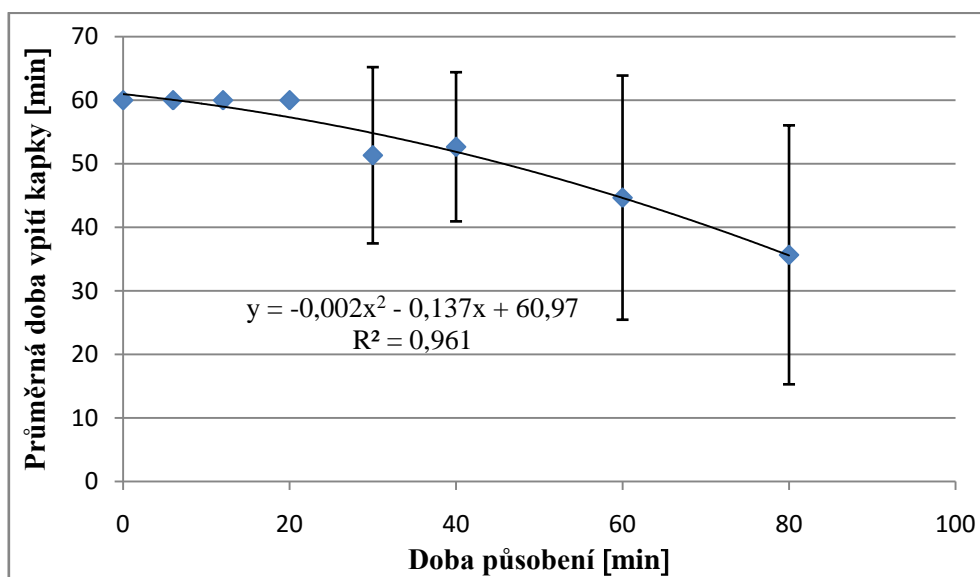
5.6.1. Úprava povrchu polyesterové tkaniny ozonem

Textilní vzorky byly před působením ozonu očištěny v acetonu, aby povrch vzorků byl dokonale čistý. Poté sedm polyesterových vzorků bylo svázáno do trubičky a to z důvodu pro lepší manipulaci se vzorky, aby jejich vyjmutí z lázně probíhalo co nejrychleji. Tato zkouška musela být provedena pod digestoří z důvodu, že ozon ve vysokých koncentracích je zdraví nebezpečný. Polyesterové vzorky byly nejprve namočeny v destilované vodě, aby došlo k jejich smočení. Poté byla nádoba naplněna jedním litrem destilované vody bez smáčecích přípravků. Všechny vzorky bylo umístěno v nádobě s destilovanou vodou a poté by do nádoby vpuštěn kyslík (3 litry za minutu). Po zapnutí kyslíku se nechá lázeň volně probublat přibližně jednu minutu a po zapnutí generátoru opět necháme volně po dobu jedné minuty. Ze vzduchu koncentrátor kyslíku vytváří čistý kyslík. Kyslík poté putuje do generátoru ozonu, kdy dochází k přeměně z kyslíku na ozon a poté ozon putuje do nádoby s vodou a polyesterovými vzorky, které byly zavazuty do ruliček. Pomocí koncentrátoru kyslíku je možné dosáhnout vyšší koncentrace ozonu. Textilní vzorky byly vystaveny působení ozonu po dobu 6, 12, 20, 30, 40, 60 a 80 minut. Vždy dvě minuty před vyjmutím vzorku z lázně byl generátor vypnut. Každý vzorek byl propláchnut v destilované vodě a usušen při pokojové teplotě. Na obrázku 21 (a) je zaznamenán pohled na polyesterovou tkaninu bez povrchové úpravy pomocí ozonu. Obrázek 21 (b) je pohled na polyesterový substrát upravený pomocí ozonu.

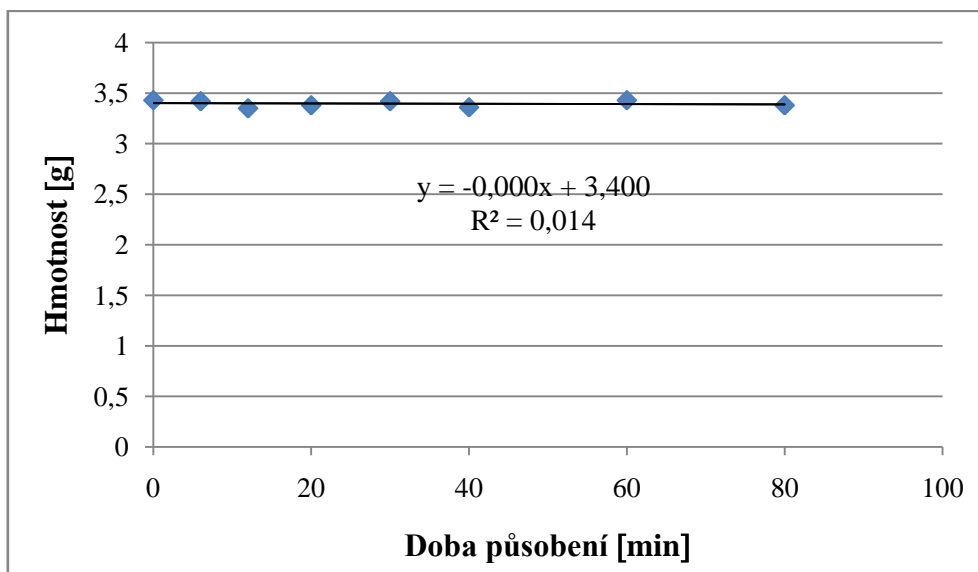


Obrázek 21: Studium struktury polyesterových vzorků (a) neupravená polyesterová tkanina (b) tkanina upravená ozonem

V rámci testování hydrofilnosti polyesterových vzorků, které prošly povrchovou úpravou pomocí ozonu, byla provedena kapková zkouška. Princip kapkové zkoušky spočívá v nanesení tří kapek pomocí injekční stříkačky na povrch textilního vzorku. Jediným omezením této zkoušky je, že musí kapka být nanášena svisle, v malé a přibližně stejné vzdálenosti od textilie. Hmotnost jedné kapky byla 0,04 g. Byl testován vzorek neošetřený žádnou povrchovou úpravou a sedm vzorků, které byly vystaveny působení ozonu. K vpití kapky do textilního materiálu došlo u vzorku, který byl vystaven ozonu po nejdelší dobu a to 80 minut. U tohoto vzorku došlo k vpití kapky po 17 minutách. Více je uvedeno v příloze 8. Na obrázku 22 lze vidět závislost rychlosti vpití kapky na době působení ozonu na polyesterový substrát. Z obrázku číslo 22 vyplývá, že se zvyšující se dobu působení ozonu na polyesterovou tkaninu dochází k snižování doby vpití kapky do textilního vzorku. Nejnižší naměřená průměrná doba vpití kapek do vzorku byla při působení ozonu po dobu 80 minut. Po provedení úpravy povrchu polyesterové tkaniny byl sledován úbytek hmotnosti na laboratorních vahách. Naměřené hmotnosti jsou uvedené v příloze číslo 10. Na obrázku 23 je graficky znázorněna závislost doby působení ozonu na úbytek hmotnosti polyesterových vzorků. Jak je vidět z obrázku 23, tak nedošlo k postupnému úbytku hmotnosti při zvyšování doby působení ozonu.



Obrázek 22: Graf závislosti vpití kapky na době působení ozonu

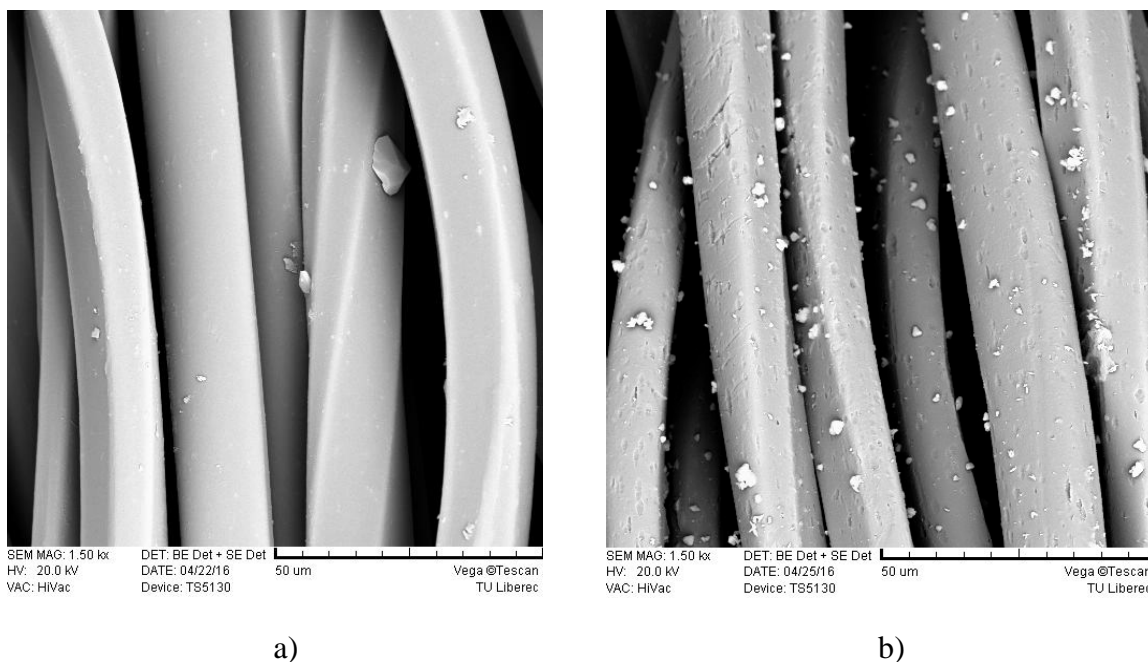


Obrázek 23: Závislost doby působení ozonu na hmotnosti polyesterového vzorku

Jak vyplývá z naměřených dat, k velkému zvýšení hydrofilnosti polyesterových textilních vzorků nedošlo, což prokázala zkouška vpití kapky do ozonem upraveného substrátu. Nejnižší průměrná doba vpití kapky byla 36 minut a to u vzorku na, který ozon působil po nejdelší čas osmdesáti minut.

5.6.2. Úprava povrchu polyesterové tkaniny alkalickou hydrolyzou hydroxidem sodným

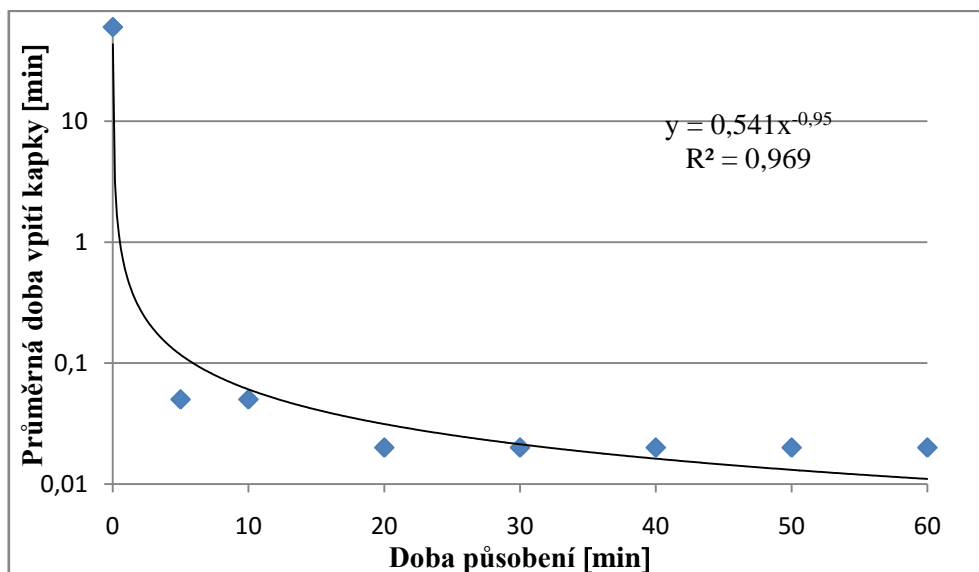
Textilní vzorky byly před působením hydroxidu sodného (NaOH) očištěny v acetonu, aby povrchu vzorků byl dokonale čistý. Připraven byl 1 litr 5% roztoku NaOH, který byl ve vodní lázni zahříván pomocí indukčního vařiče tak, aby teplota lázně měla přibližně 90 °C. Po dosažení požadované teploty bylo do horké lázně vloženo sedm polyesterových vzorků. Vzorky byly vyjmuty z lázně postupně v časových intervalech po 5, 10, 20, 30, 40, 50 a 60 minutách. V posledním kroku byly vzorky propláchnuty v destilované vodě a usušeny při pokojové teplotě. Obrázek 24 (a) zachycuje pohled na polyesterový vzorek bez povrchové úpravy hydroxidem sodným. Na obrázku 24 (b) je snímek pořízený z elektronového mikroskopu, který zachycuje polyesterový substrát s povrchovou úpravou pomocí hydrolyzy hydroxidem sodným. Z obrázků je zřejmé, že povrch povodně hladkých hydrolyzovaných vláken je narušen, což by mohlo způsobit vyšší adsorpci vodivého polymeru na povrch vlákna. Z obrázků je dále možno pozorovat malé částice ulpívající na povrchu vláken, které pravděpodobně představují zbytky hydroxidu.



Obrázek 24: Mikroskopické snímky polyesterových vzorků: (a) neupravená polyesterová tkanina (b) tkanina upravená alkalickou hydrolyzou hydroxidem sodným

Z důvodu zjištění zda došlo k zvýšení hydrofilnosti textilních vzorků byla provedena kapková zkouška, která prokázala jednoznačně zvýšení hydrofilnosti polyesterové tkaniny. Princip zkoušky je obdobný jako u kapkové zkoušky, která byla provedena po aplikaci ozonu. Došlo k porovnání polyesterové tkaniny, která nebyla opatřena žádnou povrchovou úpravou a vzorků, na které působil hydroxid sodný v různých časových intervalech.

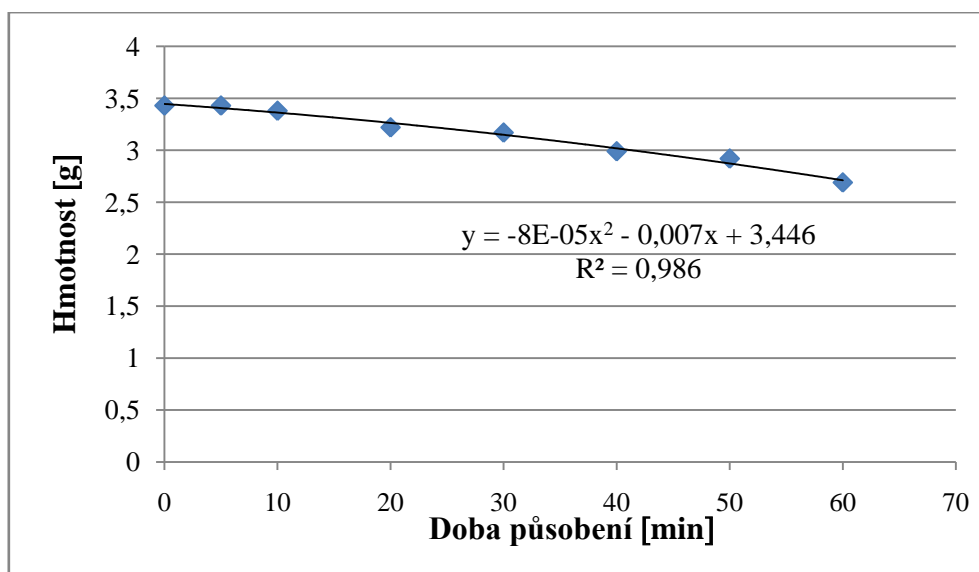
Na obrázku 25 je graficky znázorněna závislost doby vpití kapky (do upraveného textilního substrátu) na době působení hydroxidu sodného. Z obrázku číslo 25 vyplývá, že vzorek, na který nebyla aplikována povrchová úprava, měl dobu vpití kapek 60 minut, ale ani po této době nedošlo k vpití kapky do polyesterové tkaniny. U ostatních vzorků je doba vpití kapky téměř stejná, a to mezi třemi až jednou sekundou po nanesení kapek na textilní substrát. Závislost je možno aproximovat pomocí mocninné funkce. Při působení doby hydrolyzy cca do 20 minut dochází k rapidnímu snížení průměrné doby vpití kapky, a tedy zvýšení hydrofility vzorku. Zdá se, že zvyšování doby působení hydroxidu nad 20 minut nemá významný vliv na další zvýšení hydrofility.



Obrázek 25: Graf závislosti vpítí kapky na době působení NaOH

Po provedení úpravy povrchu polyesterové tkaniny byl sledován úbytek hmotnosti na laboratorních vahách. Naměřené hmotnosti jsou uvedené v příloze číslo 10. Z naměřených údajů vyplývá, že došlo ke snížení hmotnosti zejména u textilních vzorků, které byly vystaveny působení hydroxidu sodného. Při porovnání hmotnosti vzorků, které nebyly ošetřeny žádnou povrchovou úpravou pro zlepšení adhezních vlastností a vzorky na, které působil ozon, jsou stejné. Z hlediska úbytku hmotnosti došlo k výraznějšímu úbytku u vzorků na, které byla aplikována alkalická hydrolyza hydroxidu sodného. Na obrázku 26 je zobrazena závislost mezi dobou působení hydroxidu sodného na hmotnost polyesterového vzorku. Regresní rovnice má tvar: $y = -8E-05x^2 - 0,007x + 3,446$. Polynom druhého stupně dokazuje, že čím je delší doba působení hydroxidu sodného na textilní vzorek, tím větší je hmotnostní ztráta. Koeficient determinace R^2 je 0,984 což ukazuje, že model vhodně vysvětluje naměřená data.

Povrchová úprava pomocí hydroxidu sodného se jeví jako vhodný způsob úpravy povrchu polyesterové tkaniny. Po provedené kapkové zkoušce bylo zjevné, že došlo k vysokému zvýšení hydrofility polyesterového substrátu. Doba vpítí kapky byla přibližně tři sekundy.



Obrázek 26: Závislost doby působení hydroxidu sodného na hmotnost polyesterového vzorku

5.6.3. Nanášení vodivého polymeru na upravenou polyesterovou tkaninu

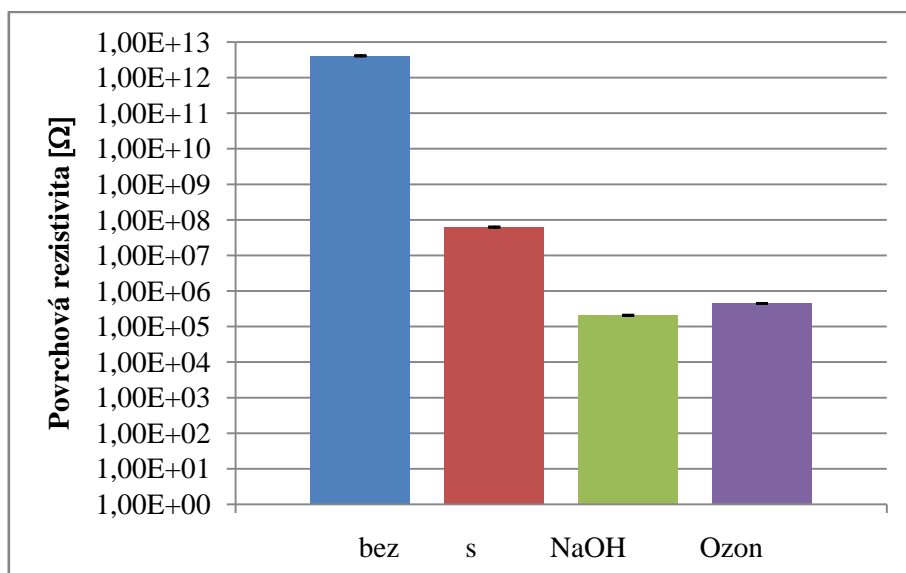
Na ozonem i hydrolyzou upravené polyesterové vzorky byl nanesen vodivý polymer polypyrol podle již popsaného postupu i dávkování jednotlivých chemických látek, které je uvedeno v kapitole číslo 5.3. Celkem bylo polypyrolem povrstveno čtrnáct textilních vzorků. Sedm vzorků, které měly upravený povrch různou dobu ozonem. Dalších sedm vzorků bylo upravenou pomocí hydroxidu sodného, taktéž s různou dobou působení. Postup a použité chemické látky pro nanášení vodivého polymeru zůstaly totožné v porovnání s předešlými experimenty. Použit byl smáčecí prostředek Spolion 8, vodivý polymer polypyrol, jako oxidační činidlo chlorid železitý a jako dopant kyselina paratoluensulfonová. Polymerizace probíhala v ocelových patronách o objemu 150 ml, teplota lázně se vzorky na 15 °C vzorků byla zajištěna pomocí přístroje Julabo F12 a polymerizační čas byl zachován na 8 hodin. Každé dvě hodiny byly vzorky promíchány. Po uplynutí 8 hodinové polymerizační doby byly vzorky vyjmuty z lázně a propláchnuty pod tekoucí vodou. Při omývání vzorků bylo patrné, že nedošlo k přebytečnému srážení polypyrolu.

5.6.1. Hodnocení funkčních vlastností vzorků po povrchové úpravě

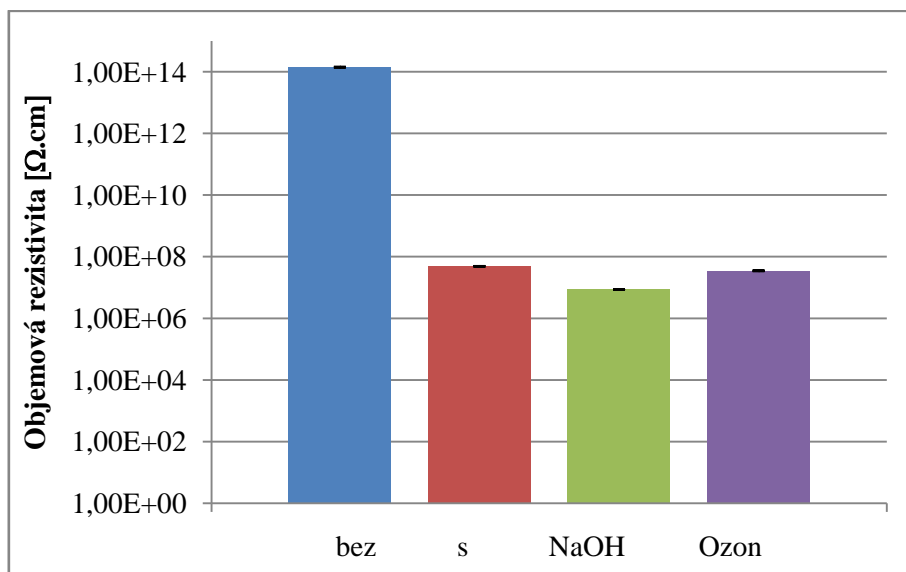
Všech čtrnáct polyesterových vzorků bylo hodnoceno z hlediska elektrické vodivosti prostřednictvím měření povrchové a objemové rezistivity. Laboratorní podmínky při měření povrchové a objemové rezistivity byly následující: teplota 22 °C a relativní vlhkost vzduchu 52 %. V příloze 11 jsou k nahlédnutí hodnoty povrchové a objemové rezistivity upravených textilních struktur ozonem a hydroxidem sodným. Bylo zjištěno, že objemová i povrchová rezistivita je téměř

neměnná při sledování různé doby působení ozonu, resp. hydroxidu sodného. Grafické vyhodnocení této závislosti je uvedeno v příloze 12. Na obrázku 27 jsou zobrazeny průměrné hodnoty povrchové rezistivity pro polyesterový substrát (označeno bez nánosu), pro polypyrolem povrstvené vzorky nepředupravené (označeno s nánosem), dále pro vzorky polypyrolem povrstvené předupravené působením ozonu (označeno ozon) a pro polypyrolem povrstvené vzorky předupravených alkalickou hydrolyzou (označeno NaOH). Pro porovnání byly vybrány předupravené povrstvené vzorky s nejdelsí dobou působení činidla (ozon, hydroxid sodný). Pro vzorky ošetřené ozonem tato doba byla 80 minut a pro vzorky ošetřené hydrolyzou tato doba byla 60 minut. Z obrázku 27 vyplývá, že vzorky předupravené ozonem a hydrolyzou dosahují nejnižších hodnot povrchové rezistivity. Celkově nejnižší povrchové rezistivity dosahuje vodivým polymerem upravený vzorek s povrchovou předúpravou provedenou hydroxidem sodným. V tomto případě došlo k poklesu povrchové rezistivity o 2 řády oproti vzorku vodivému vzorku bez předúpravy.

Na obrázku 28 je zobrazeno porovnání průměrných hodnot objemových rezistivit pro všechny vzorky (polyesterový substrát, PPy povrstvený vzorek bez předúpravy, vzorek přeupravený NaOH a povrstvený PPy, vzorek předupravený ozonem a povrstvený PPy). I v tomto případě bylo dosaženo nejnižšího objemového odporu u vzorků s povrchovou úpravou hydroxidem sodným. Rozdíl v objemové rezistivitě vzorků bez předúpravy a s předúpravou však není tak výrazný.



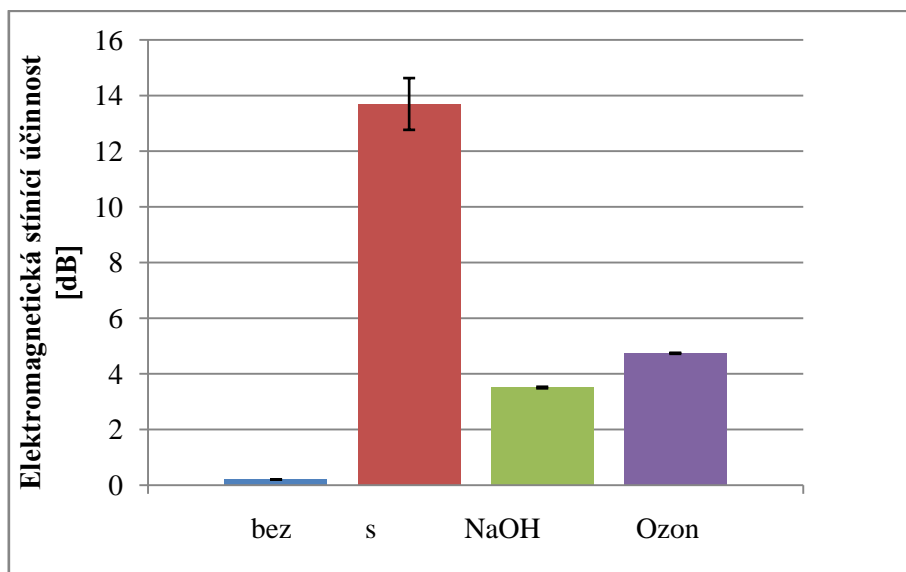
Obrázek 27: Porovnání průměrných hodnot a 95% IS povrchové rezistivity pro polyesterové vzorky bez nánosu (substrát), s nánosem polypyrolu nepředupravené a pro vzorky povrstvené s povrchovou úpravou hydroxidem sodným a ozonem



Obrázek 28: Porovnání průměrných hodnot a 95% IS objemové rezistivity pro polyesterové vzorky bez nánosu (substrát), s nánosem polypyrolu nepředupravené a pro vzorky povrstvené s povrchovou úpravou hydroxidem sodným a ozonem

Hodnocení elektromagnetické stínící účinnosti vzorků po povrchové úpravě

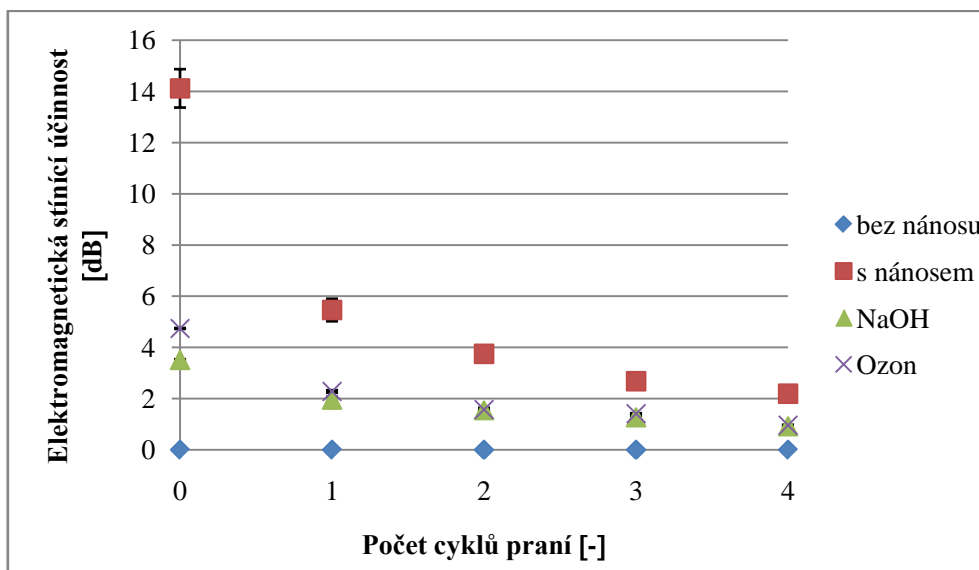
Jak již bylo zmíněno výše, na polyesterové vzorky předupravené pomocí ozonu a hydrolýzy byl následně nanesen vodivý polymer polypyrol. U všech těchto čtrnácti polyesterových vzorků byla hodnocena elektromagnetická stínící účinnost. Bylo zjištěno, že elektromagnetická stínící účinnost je téměř neměnná (konstantní) při sledování různé doby působení ozonu, resp. hydroxidu sodného. Grafické vyhodnocení této závislosti je uvedeno v příloze 13 (a,b). Obrázek 29 znázorňuje porovnání elektromagnetické stínící účinnosti při frekvenci 1,5 GHz pro všechny vzorky: polyesterový substrát (označeno bez nánosu), pro polypyrolem povrstvené vzorky nepředupravené (označeno s nánosem), dále pro polypyrolem povrstvené vzorky předupravené působením ozonu (označeno ozon) a pro polypyrolem povrstvené vzorky předupravené alkalickou hydrolýzou (označeno NaOH). Z obrázku 29 je zřejmé, že výrazně nejvyšší stínící účinnosti dosahuje vzorek bez povrchové předúpravy substrátu. Nejnižší stínící účinnost má vzorek, jenž byl předupraven hydrolýzou. Tento jev může být zapříčiněn nekompatibilitou chemické polymerizace se zbytkovými chemickými činidly po předúpravě. Dále je také pravděpodobné, že byl porušen povrch vláken natolik, že byl snížen jejich průměr a zvýšena porozita substrátu, která sice napomáhá k adsorpci polypyrolu na povrch vláken, avšak výrazně ovlivňuje elektromagnetickou stínící účinnosti.



Obrázek 29: Hodnocení elektromagnetické stínící účinnosti při frekvenci 1,5 GHz pro vzorky bez nánosu a s nánosem polypyrolu a s povrchovou úpravou hydroxidem sodným a ozonem

5.6.2. Hodnocení funkčních vlastností vzorků po praní

I v tomto experimentu bylo sledováno, jaký vliv má aplikace opakovaných pracích cyklů na výslednou stínící účinnost vzorků, jejichž substrát byl před aplikací vodivého polymeru předupraven. Cílem bylo zjistit, zda i přes nižší celkovou stínící účinnost jsou vzorky schopny účinněji odolávat praní a tedy, zda po povrchové úpravě ozonem a hydrolyzou došlo k zlepšení přilnavosti polypyrolu na textilní substrát. Postup praní byl uskutečněn totožně jako v experimentu A a je již popsán v kapitole číslo 5.5.1. Obrázek 30 znázorňuje závislost výše elektromagnetické stínící účinnosti měřené při frekvenci 1,5 GHz na počtu pracích cyklů. Je zřejmé, že i v případě předupravených vzorků není polypyrolová úprava zcela stabilní. Již po prvním praní poklesla stínící účinnost o 52 %, 44 % pro vzorek předupravený ozonem, resp. vzorek předupravený hydrolyticky. Po aplikaci čtyřech pracích cyklů dosahuje vzorek bez předúpravy 2 dB, vzorek předupravený ozonem 1 dB a vzorek předupravený NaOH 1 dB. Celkově nejvyššího stínícího účinku bylo dosaženo u vzorků, na které byl nanesen vodivý polymer polypyryrol, ale povrch tohoto vzorku nebyl nijak předupraven.



Obrázek 30: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti měření při frekvenci 1,5 GHz na počtu pracích cyklů pro: polyesterový substrát (bez nánosu), pro substrát povrstvený polypyrolem (s nánosem), pro substrát přeupravený NaOH a povrstvený polypyrolem (NaOH) a pro substrát přeupravený ozonem a povrstvený polypyrolem (ozon)

Z důvodu zjištěného velkého rozdílu elektromagnetické stínící účinnosti u vzorků, na které byl nanesen vodivý polymer bez povrchové úpravy a vzorků s povrchovou úpravou jak ozonem, tak hydrolyzou cca o 9 dB (66 %) byl proveden ověřovací experiment, který by vyvrátil domněnku o systematické chybě při nanášení vodivého polymeru, či expiraci použitých chemických látek. Protože bylo zjištěno, že hydrolytická předúprava má významný vliv na hydrofilitu, v ověřovacím experimentu bylo připraveno osm vzorků, na které byla aplikována povrchová úprava alkalickou hydrolyzou 5 % hydroxidem sodným s dobou působení 60 minut a poté byla na vzorky aplikována vodivá úprava pomocí chemického nanášení polypyrolu. Hydrolytická předúprava substrátu je popsána v kapitole 3.3. Metoda nanášení vodivého polymeru je uvedena v kapitole 5.4. Po proměření elektromagnetické stínící účinnosti připravených vzorků bylo zjištěno, že hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti jsou obdobné, tedy přibližně 5 dB. Bylo tedy potvrzeno, že i při použití nových chemikálií a revizi postupu nanášení není dosaženo stínící účinnosti vzorků, jež jsou bez předúpravy.

Shrnutí experimentální části C

V rámci experimentální části C byla provedena povrchová úprava polyesterové tkaniny z důvodu zvýšení hydrofility textilního substrátu a zvýšení adheze mezi substrátem a vodivým polymerem. Z navržených metod předúpravy povrchu, které byly uvedeny v literární rešerši, byly zvoleny dvě metody. První metodou je povrchová úprava pomocí ozonu. Textilní vzorky byly vystaveny působení ozonu s různou dobou působení, a to: 6, 12, 20, 30, 40, 60 a 80 minut. Bylo zjištěno, že

touto metodou nedošlo k výraznému zvýšení hydrofility textilních vzorků. To potvrzuje kapková zkouška, která byla na všech sedmi vzorcích provedena. U většiny vzorků nedošlo k vpití kapky ani po jedné hodině.

Jako druhá metoda byla zvolena alkalická hydrolýza 5 % hydroxidem sodným. V tomto případě na polyesterový textilní vzorek působil hydroxid sodný po dobu 5, 10, 20, 30, 40, 50 a 60 minut. U této předúpravy došlo k výrazným změnám hmotnosti. Čím déle hydroxid působil na polyesterovou tkaninu, tím došlo k většímu úbytku hmotnosti polyesterových vzorků. V rámci ověření, zda došlo k zvýšení hydrofility vzorku byla i zde provedena kapková zkouška. Kapková zkouška potvrdila, že došlo k výrazné úpravě povrchu z hydrofobní na hydrofilní polyesterovou tkaninu. Již při působení hydroxidu sodného po dobu 5 minut, došlo ke zkrácení vpití kapky na tři sekundy.

Po aplikaci vodivého polymeru na předupravený substrát byly vzorky hodnoceny jak z hlediska elektrické vodivosti, resp. elektrické rezistivity, tak z hlediska schopnosti odstínit elektromagnetické pole. Bylo zjištěno, že předúprava má vliv na elektrickou vodivost. Nejvyšší vodivosti, resp. nejnižších hodnot povrchové a objemové rezistivity dosahuje vzorek upravený vodivým polymerem při použití předúpravy hydroxidem sodným. Předupravené vzorky, na něž byl aplikován vodivý polymer, však dosahují nižších hodnot elektromagnetické stínící účinnosti v porovnání se vzorkem bez předúpravy, a to cca o 9 dB při frekvenci 1,5 GHz.

V rámci ověření, zda došlo k zlepšení adhezních vlastností po nanesení vodivého polymeru polypyrolu, byly polyesterové upravené vzorky (předupravené pomocí ozonu a hydrolýzy) podrobeny testu praní. Cílem tohoto experimentu bylo ověřit, zda dochází k vypírání polypyrolu i poté co byla na polyesterovou tkaninu aplikována povrchová úprava s pomocí ozonu nebo hydrolýzy. Bylo zjištěno, že předúprava nemá významný vliv na zvýšení adheze mezi substrátem a vodivým polymerem, a tedy zvýšení odolnosti vůči praní.

Z této experimentální části C vyplývá, že aplikací předúpravy pomocí hydroxidu sodného došlo ke zvýšení hydrofilnosti polyesterové tkaniny. Po aplikaci vodivého polymeru bylo docíleno zvýšení elektrické vodivosti vzorků předupravených jak hydrolyticky, tak ozonem, avšak elektromagnetická stínící účinnost byla nižší v porovnání s textilními vzorky, na které nebyla použita povrchová úprava.

6. Závěr

Tato diplomová práce byla zaměřena na chemické nanášení vodivého polymeru polypyrolu metodikou *in-situ* na polyesterový substrát. Samotný experiment byl rozdělen do tří částí. V experimentální část A byl ověřen stávající postup nanášení vodivého polymeru polypyrolu, který byl převzat z diplomové práce sl. Pospíšilové. Pozornost v této části byla věnována především koncentraci monomeru pyrolu.

V experimentální části B byly připraveny elektricky vodivé plošné textilní struktury pomocí chemického nanášení vodivého polymeru polypyrolu dle postupu ověřeného v experimentální části A. Textilní vzorky byly hodnoceny z hlediska funkčnosti (elektromagnetická stínící účinnost, elektrická vodivost), adhezních vlastností včetně životnosti vodivé úpravy (odolnost vodivé úpravy v praní, oděru a otěru) a dalších vlastností, které jsou spojeny s užitím vodivé textilní struktury.

Aplikací vodivého polymeru polypyrolu bylo docíleno zvýšení elektrické vodivosti polyesterových vzorků. Bylo zjištěno, že nanášení vodivého polymeru polypyrolu má významný vliv na elektrickou vodivost polyesterových vzorků. Povrchová rezistivita vykazovala snížení o pět řádů a objemová o osm řádů v porovnání se 100% polyesterovým substrátem. Snížení povrchové a objemové rezistivity je ukazatelem zvýšení elektrické vodivosti polyesterových vzorků upravených pomocí polypyrolu.

Aplikací vodivého polymeru bylo docíleno i určité stínící účinnosti polyesterových vzorků. Stínící účinnost po aplikaci polypyrolu byla přibližně 14 dB a to na celém frekvenčním pásmu (30 MHz – 1,5 GHz). Bylo potvrzeno, že polyesterový substrát zcela propouští elektromagnetické záření, stínící účinnost je nulová.

Bylo zjištěno, že životnost polypyrolem upravených vzorků je relativně nízká, což bylo potvrzeno jak aplikací pracích cyklů, tak hodnocením otěru za sucha i mokra. Po podrobení vzorků čtyřem pracím cyklům, došlo ke snížení stínící účinnosti na cca 2 dB. Dále bylo zjištěno, že úprava vzorku pomocí vodivého polymeru má vliv na odolnost vzorku v oděru, tepelné charakteristiky, propustnost pro vzduch, hořlavost a teplotu tání.

Poslední část diplomové práce byla věnována předúpravě povrchu polyesterového substrátu z důvodu zvýšení adheze vodivého polymeru na textilní substrát a tím i zvýšení životnosti vodivé úpravy. Experimentální část C byla do diplomové práce zařazena z důvodu potvrzení nízké stability vodivé úpravy na polyesterovém substrátu. Nízká životnost úpravy byla prokázána pomocí mechanického namáhání praním a otěrem. V rámci tohoto dílčího experimentu byly otestovány dvě

vybrané metody povrchové úpravy polyesterového substrátu, a to ozon a hydrolýza. Hodnoceno bylo zvýšení hydrofility předupraveného polyesterového substrátu, dále funkčnost a životnost aplikované vodivé úpravy.

Bylo zjištěno, že významný vliv na hydrofilitu polyesterového substrátu má pouze předúprava hydroxidem sodným. Dále bylo zjištěno, že předupravené vzorky po aplikaci vodivého polymeru sice vykazují významně vyšší elektrickou vodivost, ale také významně nižší elektromagnetickou stínící schopnost v porovnání se vzorky nepředupraveným. Zdá se, že tento jev může být zapříčiněn snížením průměru vláken a zvýšením porozity předupravených vzorků, což způsobuje snížení schopnosti odstínit elektromagnetické pole.

V tomto dílčím experimentu byla dále sledována životnost vodivé úpravy při aplikaci pracích cyklů. Bylo zjištěno, že předúprava hydrolýzou ani ozonem nemá významný vliv na zvýšení adheze mezi substrátem a vodivým polymerem, a tedy zvýšení odolnosti vůči praní.

Závěrem lze shrnout, že začlenění předúpravy ozonem a hydrolyticky přináší benefity v podobně zvýšení elektrické vodivosti polypyrolem upravených vzorků, avšak negativně ovlivňuje schopnost vzorku odstínit elektromagnetické pole. Volba začlenění předúpravy je tak silně závislá na znalosti konkrétních požadavků na textilii pro finální aplikaci.

Pro další experimentální činnost v oblasti zvýšení elektromagnetické stínící účinnosti a zároveň životnosti vodivé úpravy na povrchu polyesterového substrátu lze doporučit začlenění povrchové úpravy substrátu pomocí plasm, silanizace nebo modifikace celého polymerizačního procesu. Další možností je využití laminace nebo zátěrů za účelem zvýšení ochrany vodivé úpravy.

7. Seznam použité literatury

- [1] Naše univerzita vyvinula textilie chránící před elektrosmogem. *T-UNI* [online]. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2014 [cit. 2016-01-04]. Dostupné z: <http://tuni.tul.cz/rubriky/univerzita/id:65519>.
- [2] Současný stav v oboru inteligentních a interaktivních textilií. *Současný stav v oboru inteligentních a interaktivních textilií* [online]. [cit. 2016-01-04]. Dostupné z: www.mateo.ntc.zcu.cz/doc/Stav.doc.
- [3] J.P. BOUTROIS, R. JOLLY a C. PÉTRESCU. Process of polypyrrole deposit on textile. Product characteristics and applications. *Synthetic Metals*. 1997, **85**(1): 1405-1406.
- [4] F. BABU, K.R. SENTHILKUMAR a M. NOEL. Polypyrrole microstructure deposited by chemical and electrochemical methods on cotton fabrics. *Synthetic Metals*. 2009, **159**(13): 1353-1358.
- [5] A. VARESANO, L. DALL'ACQUA a C. TONIN. A study on the electrical conductivity decay of polypyrrole coated pool textiles. *Polymer Degradation and Stability*. 2005, **89**(1): 125-132.
- [6] I. CUCCHI, A. BOSCHI a C. AROSIO. Bio - based conductive composites: Preparation and properties of polypyrrole (PPy)-coated silk fabrics. *Synthetic Metals*. 2009, **159**(3-4): 246-253.
- [7] N. WANG, G. LI, Z. YU. Conductive polypyrrole/viscose fiber composites. *Carbohydrate Polymers*. 2015, **127**: 332-339.
- [8] Z. STEMPIEN, T. RYBICKI a E. RYBICKI. In-situ deposition of polyaniline and polypyrrole electroconductive layers on textile surfaces by there aktive ink-jet printing technique. *Synthetic Metals*. 2015, **202**(14): 49-62.
- [9] ČSN EN 1149-2. *Ochranné oděvy - Elektrostatické vlastnosti: Část 2: Zkušební metoda pro měření vnitřního odporu*. Praha: Český normalizační institut, 1998.
- [10] T. MEHMOOD, A. KAYNAK a X. J. DAI. Study of oxygen plasma pre-treatment of polyester fabric for improved polypyrrole adhesion. *Materials Chemistry and Physics*. 2014, **143**(2): 668-675.
- [11] F. KRČMA. *Plasma za sníženého tlaku vlastnosti a aplikace* [online]. [cit. 2015-05-27]. Dostupné z: http://www.vakspol.cz/lsvt06/krcma_lsvt06.pdf
- [12] M. GETNET a RB. CHAVAN. Catalyzation of alkalit hydrolysis of polyester by oxidizing agents for surface modification. *International Journal of Sciences: Basic and Applied Research*. 2015, **22**(2): 232-252.

- [13] K. MOSNÁČKOVÁ, M. CHEHIMI a P. FEDORKO. Polyamide grafted with polypyrole: formation, properties, and stability. *Chemical Papers*. 2013, **67**(8), 979-994.
- [14] J. MILITKÝ. *Textilní vlákna: klasická a speciální*. Vyd. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2002, 238 s. ISBN 80-708-3644-X.
- [15] *Textilie se zvýšenou odolností vůči elektromagnetickému smogu* [online]. Liberec, 2014 [cit.2016-02-03].Dostupnéz:
http://dirk.kmi.tul.cz/bulletin/statni_doktorske_zkousky_a_obhajoby/2014/teze-Safarova_2014.pdf. Disertační práce. Technická univerzita v Liberci.
- [16] V. HLADÍK. *Textilní materiály*. Druhé, doplněné vydání. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1984. ISBN 04-811-84.
- [17] B. PILLER. *Malá encyklopedie textilních materiálů*. Druhé, doplněné vydání. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1982. ISBN 04-007-82.
- [18] V. HLADÍK. *Textilní vlákna*. První vydání. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1970. ISBN 04-834-70.
- [19] A. POSPÍŠILOVÁ. *Příprava a charakterizace textilií upravených pomocí polypyrolu za účelem odstínění elektromagnetického pole*. Liberec, 2014. Diplomová práce. Technická univerzita v Liberci. Fakulta Textilní. Vedoucí práce Veronika ŠAFÁŘOVÁ.
- [20] J. PROKEŠ a J. STEJSKAL. Polyanilin a polypyrol - dva představitele vodivých polymerů. *Chemické listy*. 2001, **95**(1), 484-492.
- [21] J. PROKEŠ a S. NEŠPŮREK. Vodivé polymery: Inteligentní materiály pro nové století. *Vesmír*. 2001, **80**(1), 35-38.
- [22] INTERNÍ NORMA Č. 26-401-01/01. *Anizotropie rezistivity textilií*. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2004.
- [23] *Adheze* [online]. Liberec, 2015 [cit. 2016-05-10]. Dostupné z:
https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/1912/course/section/780/TNT_2.prednaska%20Adheze%20-%20úvod.pdf
- [24] ČSN EN ISO 6330 (800821). *Textilie - Postupy domácího praní a sušení pro zkoušení textilií*. Praha: Český normalizační institut, 2012.
- [25] ČSN EN ISO 12947-3. *Textilie - Zjišťování odolnosti plošných textilií v oděru metodou Martindale - Část 3: Zjišťování úbytku hmotnosti*. Praha: Český normalizační institut, 1999.
- [26] ČSN EN ISO 105-X12. *Textilie - Zkouška stálobarevnosti - Část X12: Stálobarevnost v otěru*. Praha: Český normalizační institut, 1996.

- [27] ČSN EN 20105-A02. *Zkouška stálobarevnosti: Část A02: Šedá stupnice pro hodnocení změny odstínu*. Dvůr Králové nad Labem: Český normalizační institut, 1995.
- [28] ČSN EN 20105-A03. *Zkouška stálobarevnosti: Část A03: Šedá stupnice pro hodnocení zapouštění*. Dvůr Králové nad Labem: Český normalizační institut, 1995.
- [29] INTERNÍ NORMA Č. 23-303-01/01. *Zajišťování stupně vlhkostní jímavosti textilií*. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2003.
- [30] INTERNÍ NORMA Č. 33-302-01/01. *Hodnocení prodyšnosti tkanin*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2003.
- [31] ČSN ISO 3795. *Silniční vozidla, traktory, zemědělské a lesnické stroje stanovení hořlavosti materiálů použitých v interiéru vozidla*. Druhé vydání. Praha: Český normalizační institut, 1989.
- [32] *Metody termické analýzy. KMI* [online]. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2011 [cit. 2016-01-06]. Dostupné z: http://www.kmi.tul.cz/studijni_materialy/data/2013-04-17/08-42-53.pdf

Seznam tabulek

Tabulka 1: Dělení látek podle elektrického měrného odporu [14]	17
Tabulka 2: Rozdělení vláken podle elektrického měrného odporu [$\Omega \cdot m$] [14]	17
Tabulka 3: Elektrická rezistivita při relativní vlhkosti vzduchu 65% a teplotě vzduchu 20°C [14]	18
Tabulka 4: Základní parametry použitého textilního materiálu	33
Tabulka 5: Porozita použitého textilního materiálů.....	33
Tabulka 6: Vlastnosti pyrolu	34
Tabulka 7: Vlastnosti chloridu železitého	34
Tabulka 8: Vlastnosti kyseliny paratoluensulfonové.....	34
Tabulka 9: Složení polymerizační lázně pro vzorky A, B, C.	37
Tabulka 10: Elektromagnetická stínící účinnost při volbě vhodné koncentrace	38
Tabulka 11: Složení nanášecího roztoku	40
Tabulka 12: Průměrné hodnoty a 95% intervaly spolehlivosti průměrné hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti polypyrolem upraveného vzorku pro vybrané frekvence.....	41
Tabulka 13: Hodnocení povrchové a objemové rezistivity	43
Tabulka 14: Průměrné hodnoty a 95% interval spolehlivosti elektromagnetické stínící účinnosti pro vzorky, které byly podrobeny pracímu cyklu ve vybraných frekvencích.....	44
Tabulka 15: Průměrné hodnoty a 95% intervaly spolehlivosti tloušťky a hmotnosti vodivých vzorků podrobených různému počtu pracích cyklů.....	46
Tabulka 16: Hodnocení změny odstínu [27]	49
Tabulka 17: Hodnocení zapouštění textilií [28]	49
Tabulka 18: Naměřené průměrné hodnoty a 95 % intervaly spolehlivosti tepelné vodivosti λ a tepelné jímavosti b	50
Tabulka 19: Průměrné hodnoty a 95 % intervaly spolehlivosti prodyšnosti polyesterové tkaniny s nánosem a bez nánosu polypyrolu.....	52
Tabulka 20: Rychlost hoření polyesterové tkaniny v milimetrech za minutu	53

Seznam obrázků

Obrázek 1: Měrná elektrická vodivost vybraných anorganických látek a organických polymerů [20]	23
Obrázek 2: Přípravek pro měření povrchového a objemového odporu plošných textilních materiálů skládající se z koncentrických elektrod (prstencová a kruhová) a podložené elektrody [15].....	30
Obrázek 3: Standard ASTM D4935 [15].....	31

Obrázek 4: Přístroj Julabo F12	36
Obrázek 5: Schéma prostupu nanášení vodivého polymeru polypyrolu na polyesterový substrát.....	36
Obrázek 6: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti na měřeném frekvenčním pásmu pro vzorky: A - 1,8 ml pyrolu bez mřížky, B – 0,9 ml pyrolu bez mřížky, C – 0,9 ml pyrolu s použitím mřížky	38
Obrázek 7: Porovnání průměrných hodnot a 95% intervalů spolehlivosti průměrné hodnoty elektromagnetické stínící účinnosti vzorků: A - 1,8 ml pyrolu bez mřížky, B – 0,9 ml pyrolu bez mřížky, C – 0,9 ml pyrolu s použitím mřížky	39
Obrázek 8: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti na měřeném frekvenčním pásmu vzorků s nánosem a bez nánosu polypyrolu	41
Obrázek 9: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti na vybraných frekvencích vzorků s nánosem a bez nánosu polypyrolu	42
Obrázek 10: Porovnání povrchové a objemové rezistivity polyesterového substrátu (bez) a textilie upravené polypyrolem (s)	43
Obrázek 11: Porovnání elektromagnetické stínící účinnosti po praní při vybraných frekvenčních oblastech vzorků namáhaných praním	45
Obrázek 12: Závislost průměrné elektromagnetické stínící účinnosti na počtu pracích cyklů při vybraných frekvencích vzorků, které byly podrobeny mechanickému namáhání prostřednictvím praní	45
Obrázek 13: Závislost hmotnosti na počtu otáček při zkoušce odolnosti v oděru pro vzorek s a bez nánosu	47
Obrázek 14: Tkanina v průběhu odírání	47
Obrázek 15: Suchý a mokrý otěr	49
Obrázek 16: Porovnání tepelné vodivosti a tepelné jímavosti polyesterového substrátu (bez) a textilie upravené polypyrolem (s).....	51
Obrázek 17: Prodyšnost polyesterových vzorků bez nánosu a s nánosem vodivé vrstvy při tlakovém spádu 100 Pa a 200 Pa	52
Obrázek 18: Porovnání rychlosti hoření polyesterového substrátu (bez nánosu) a textilie upravené polypyrolem (s nánosem)	54
Obrázek 19: Podélný pohled na polyesterovou tkaninu (a) bez nánosu, (b) s nánosem polypyrolu, příčný pohled na polyesterovou tkaninu (c) bez nánosu, (d) s nánosem polypyrolu.....	55
Obrázek 20: Měření tepelných přechodu pomocí DSC	56
Obrázek 21: Studium struktury polyesterových vzorků (a) neupravená polyesterová tkanina (b) tkanina upravená ozonem.....	59
Obrázek 22: Graf závislosti vpítí kapky na době působení ozonu	60
Obrázek 23: Závislost doby působení ozonu na hmotnosti polyesterového vzorku.....	61

Obrázek 24: Mikroskopické snímky polyesterových vzorků: (a) neupravená polyesterová tkanina (b) tkanina upravená alkalickou hydrolýzou hydroxidem sodným.....	62
Obrázek 25: Graf závislosti vpití kapky na době působení NaOH.....	63
Obrázek 26: Závislost doby působení hydroxidu sodného na hmotnost polyesterového vzorku.....	64
Obrázek 27: Porovnání průměrných hodnot a 95% IS povrchové rezistivity pro polyesterové vzorky bez nánosu (substrát), s nánosem polypyrolu nepředupravené a pro vzorky povrstvené s povrchovou úpravou hydroxidem sodným a ozonem.....	65
Obrázek 28: Porovnání průměrných hodnot a 95% IS objemové rezistivity pro polyesterové vzorky bez nánosu (substrát), s nánosem polypyrolu nepředupravené a pro vzorky povrstvené s povrchovou úpravou hydroxidem sodným a ozonem.....	66
Obrázek 29: Hodnocení elektromagnetické stínící účinnosti při frekvenci 1,5 GHz pro vzorky bez nánosu a s nánosem polypyrolu a s povrchovou úpravou hydroxidem sodným a ozonem.....	67
Obrázek 30: Závislost elektromagnetické stínící účinnosti měření při frekvenci 1,5 GHz na počtu pracích cyklů pro: polyesterový substrát (bez nánosu), pro substrát povrstvený polypyrolem (s nánosem), pro substrát přeupravený NaOH a povrstvený polypyrolem (NaOH) a pro substrát přeupravený ozonem a povrstvený polypyrolem (ozon)	68

Seznam použitých zkratk a symbolů

Symbol	Název	Jednotka
λ	Tepelná vodivost	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
A	Plocha	m^2
a	Tepelná vodivost	$\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$
b	Tepelná jímavost	$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{1/2}\cdot\text{K}^{-1}$
B	Rychlost hoření	mm/s
f	Frekvence	Hz
G	Elektrická konduktivita	S/m
h	Tloušťka	mm
I	Elektrický proud	A
m	Hmotnost	g
P	Prodyšnost	cm/s
p	Poměr maximálního a ustáleného tepelného toku	-
q	Tepelný tok	$\text{W}\cdot\text{m}^2$
R	Elektrický odpor	Ω
r	Tepelný odpor	$\text{W}^{-1}\cdot\text{K}\cdot\text{m}^2$
R_S	Povrchový odpor	Ω
R_V	Objemový odpor	Ω
s	Šořelá vzdálenost	mm
SE	Efektivita stínící účinnosti	dB
t	Čas	s
U	Elektrické napětí	V
ρ	Elektrická rezistivita	$\Omega\cdot\text{m}$
ρ_s	Plošná rezistivita	Ω
ρ_v	Objemová rezistivita	$\Omega\cdot\text{cm}$

Zkratka	Název
\bar{x}	Průměrná hodnota
$\hat{\sigma}^2$	Mezikvartilové rozpětí
Ar	Argon
$\text{C}_4\text{H}_5\text{N}$	Pyrol
CA	Acetát
CO	Bavlna
CV	Viskóza
FeCl_3	Chlorid železitý
H_2O_2	Peroxid vodíku
$\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$	Kyselina paratoluensulfonová
IS	Interval spolehlivosti
LI	Len

N ₂	Dusík
NaBO ₃	Perboritan sodný
NaOH	Hydroxid sodný
O ₂	Kyslík
O ₃	Ozon
PA 6	Polyamid 6
PA 6.6.	Polyamid 6.6.
PAN	Polyakrilonitril
PANI	Polyanilin
PET	Polyester
PP	Polypropylen
PPY	Polypyrol
pTSA	Kyselina paratoluensulfonová
SDBS	Dodecylbenzen sodný
SE	Hedvábí
WO	Vlna
XPS	Rentgenová fotoelektronová spektroskopie

Přílohy

Příloha 1 (a): Naměřené hodnoty povrchové a objemové rezistivity polypropylenem potažených textilií

n	R_s	ρ_s	n	R_v	ρ_v
	[Ω]	[$\Omega \cdot \text{cm}$]		[Ω]	[$\Omega \cdot \text{cm}$]
1.	1,90E+06	1,90E+08	1.	1,68E+02	6,72E+07
2.	1,00E+06	1,00E+08	2.	1,55E+02	6,18E+07
3.	6,98E+05	6,99E+07	3.	6,33E+01	2,53E+07
4.	9,68E+05	9,69E+07	4.	1,67E+02	6,65E+07
5.	5,65E+05	5,65E+07	5.	1,62E+02	6,45E+07
6.	6,36E+05	6,37E+07	6.	1,35E+02	5,39E+07
7.	9,62E+05	9,63E+07	7.	1,80E+02	7,18E+07
8.	2,99E+05	3,00E+07	8.	1,05E+02	4,19E+07
9.	8,20E+05	8,21E+07	9.	1,22E+02	4,85E+07
10.	5,47E+05	5,48E+07	10.	1,05E+02	4,19E+07
11.	3,86E+05	3,87E+07	11.	8,83E+01	3,52E+07
12.	4,95E+05	4,95E+07	12.	1,58E+02	6,32E+07
13.	4,09E+05	4,09E+07	13.	1,08E+02	4,32E+07
14.	6,13E+05	6,14E+07	14.	1,13E+02	4,52E+07
15.	1,08E+06	1,08E+08	15.	1,38E+02	5,52E+07
16.	5,32E+05	5,33E+07	16.	7,00E+01	2,79E+07
17.	5,91E+05	5,91E+07	17.	3,10E+02	1,24E+08
18.	4,31E+05	4,31E+07	18.	4,83E+01	1,93E+07
19.	4,28E+05	4,28E+07	19.	7,33E+01	2,93E+07
20.	5,64E+05	5,65E+07	20.	7,83E+01	3,13E+07
21.	4,37E+05	4,38E+07	21.	7,17E+01	2,86E+07
22.	4,72E+05	4,73E+07	22.	8,50E+01	3,39E+07
23.	1,09E+06	1,09E+08	23.	8,33E+01	3,33E+07
24.	4,90E+05	4,91E+07	24.	3,50E+02	1,40E+08
25.	5,88E+05	5,88E+07	25.	8,50E+01	3,39E+07
26.	4,53E+05	4,53E+07	26.	7,17E+01	2,86E+07
27.	4,98E+05	4,98E+07	27.	7,33E+01	2,93E+07
28.	5,59E+05	5,60E+07	28.	6,67E+01	2,66E+07
29.	8,69E+05	8,70E+07	29.	8,33E+01	3,33E+07
30.	3,10E+05	3,10E+07	30.	6,67E+01	2,66E+07
31.	5,70E+05	5,71E+07	31.	1,40E+02	5,59E+07
32.	5,40E+05	5,41E+07	32.	1,17E+02	4,66E+07
33.	4,85E+05	4,86E+07	33.	1,55E+02	6,18E+07
34.	4,32E+05	4,33E+07	34.	2,15E+02	8,58E+07
35.	5,58E+05	5,59E+07	35.	1,20E+02	4,79E+07
36.	3,03E+05	3,04E+07	36.	1,23E+02	4,92E+07
37.	4,85E+05	4,85E+07	37.	7,83E+01	3,13E+07
38.	4,85E+05	4,85E+07	38.	1,20E+02	4,79E+07
39.	5,43E+05	5,43E+07	39.	1,30E+02	5,19E+07
40.	9,14E+05	9,15E+07	40.	1,18E+02	4,72E+07
\bar{X}	6,25E+05	6,26E+07	\bar{X}	1,23E+02	4,89E+07
IS	9,01E+04	9,02E+06	IS	1,89E+01	7,53E+06

Příloha 1 (b): Naměřené hodnoty povrchové a objemové rezistivity polyesterových tkanin bez nánosu polypyrolu

n	R_s	ρ_s	n	R_v	R_v
	[Ω]	[$\Omega.cm$]		[Ω]	[$\Omega.cm$]
1.	5,99E+08	5,98E+09	1.	1,42E+06	5,77E+08
2.	6,12E+08	6,11E+09	2.	5,23E+05	2,13E+08
3.	6,68E+08	6,67E+09	3.	4,25E+05	1,73E+08
4.	5,81E+08	5,80E+09	4.	4,02E+05	1,63E+08
5.	5,81E+08	5,81E+09	5.	3,56E+05	1,45E+08
6.	6,36E+08	6,35E+09	6.	3,53E+05	1,44E+08
7.	6,91E+08	6,90E+09	7.	3,32E+05	1,35E+08
8.	6,79E+08	6,78E+09	8.	8,87E+05	3,61E+08
9.	6,12E+08	6,11E+09	9.	6,94E+05	2,83E+08
10.	6,20E+08	6,19E+09	10.	8,22E+05	3,35E+08
\bar{X}	6,28E+08	6,27E+09	\bar{X}	6,21E+05	2,53E+08
IS	2,32E+07	2,32E+08	IS	2,03E+05	8,26E+07

Příloha 2: Hodnocení úbytku hmotnosti při praní

Před praním		
n	tloušťka (mm)	hmotnost (g)
1	0,49	3,58
2	0,5	3,58
3	0,49	3,55
4	0,49	3,58
5	0,48	3,56
6	0,49	3,56
7	0,49	3,58
8	0,55	3,53
9	0,51	3,56
10	0,49	3,53
\bar{x}	0,498	3,56
95 % IS	±0,012	±0,011

1 cyklus praní		
n	tloušťka (mm)	hmotnost (g)
1	0,48	3,55
2	0,47	3,53
3	0,47	3,51
4	0,47	3,52
5	0,47	3,52
6	0,48	3,49
7	0,47	3,56
8	0,47	3,52
9	0,48	3,49
10	0,48	3,53
\bar{x}	0,47	3,52
95 % IS	±0,003	±0,013

2 cyklus praní		
n	tloušťka (mm)	hmotnost (g)
1	0,47	3,35
2	0,47	3,49
3	0,47	3,52
4	0,47	3,48
5	0,47	3,50
6	0,47	3,54
7	0,47	3,51
8	0,47	3,55
9	0,47	3,51
10	0,47	3,51
\bar{x}	0,47	3,49
95 % IS	±6,88E-17	±0,032

3 cyklus praní		
n	tloušťka (mm)	hmotnost (g)
1	0,47	3,50
2	0,47	3,51
3	0,47	3,53
4	0,47	3,49
5	0,47	3,48
6	0,47	3,50
7	0,47	3,53
8	0,47	3,47
9	0,47	3,50
10	0,47	3,47
\bar{x}	0,47	3,50
95 % IS	±6,88E-17	±0,012

4 cyklus praní		
n	tloušťka (mm)	hmotnost (g)
1	0,46	3,50
2	0,47	3,47
3	0,46	3,50
4	0,47	3,54
5	0,47	3,50
6	0,47	3,48
7	0,46	3,49
8	0,46	3,51
9	0,46	3,50
10	0,46	3,53
\bar{x}	0,46	3,52
95 % IS	±0,003	±0,012

Příloha 3: Hmotnostní úbytek polyesterové tkaniny při odírání

Počet otáček	Hmotnost polyesterové tkaniny bez nánosu polypyrolu [g]	Hmotnost polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu [g]
0	2,34E-01	2,62E-01
1000	2,36E-01	2,59E-01
5000	2,36E-01	2,59E-01
7500	2,36E-01	2,58E-01
10000	2,36E-01	2,58E-01
12500	2,35E-01	2,57E-01
15000	2,35E-01	2,57E-01
17500	2,35E-01	2,56E-01
20000	2,34E-01	2,56E-01
22500	2,33E-01	2,56E-01
25000	2,33E-01	2,55E-01
27500	2,33E-01	2,55E-01
30000	2,33E-01	2,55E-01
32500	2,32E-01	2,54E-01
35000	2,32E-01	2,53E-01
37500	2,31E-01	2,53E-01
40000	2,31E-01	2,52E-01
42500	2,30E-01	2,52E-01
45000	2,30E-01	2,51E-01
47500	2,29E-01	2,51E-01
50000	2,29E-01	2,50E-01

**Příloha 4 (a): Tepelné vlastnosti naměřené na přístroji Alambeta vzorky bez nánosu
polypyrolu**

n	l	a	b	r	h	p	q
1	5,21E-02	9,30E-08	1,71E+02	8,50E-03	4,40E-01	1,29E+00	5,13E+02
2	5,47E-02	1,02E-07	1,71E+02	8,50E-03	4,60E-01	1,29E+00	5,16E+02
3	5,21E-02	9,50E-08	1,69E+02	8,60E-03	4,50E-01	1,32E+00	5,17E+02
4	5,29E-02	9,90E-08	1,69E+02	8,80E-03	4,60E-01	1,30E+00	5,06E+02
5	5,24E-02	9,50E-08	1,70E+02	8,90E-03	4,60E-01	1,32E+00	5,07E+02
6	5,24E-02	9,00E-08	1,74E+02	8,70E-03	4,60E-01	1,32E+00	5,13E+02
7	5,19E-02	9,80E-08	1,66E+02	8,60E-03	4,40E-01	1,30E+00	5,21E+02
8	5,26E-02	9,30E-08	1,72E+02	8,60E-03	4,50E-01	1,29E+00	5,16E+02
9	5,24E-02	1,00E-07	1,66E+02	9,00E-03	4,70E-01	1,32E+00	5,07E+02
10	5,39E-02	9,90E-08	1,71E+02	8,70E-03	4,70E-01	1,31E+00	5,14E+02
\bar{x}	5,27E-02	9,64E-08	1,70E+02	8,69E-03	4,56E-01	1,31E+00	5,13E+02
95% IS \pm	5,22E-04	2,22E-09	1,48E+00	9,78E-05	6,32E-03	7,94E-03	2,91E+00

Příloha 5: Tepelné vlastnosti naměřené na přístroji Alambeta vzorky s nánosem polypyrolu

n	l	a	b	r	h	p	q
1	5,22E-02	8,20E-08	1,83E+02	9,00E-03	4,70E-01	1,37E+00	5,24E+02
2	4,99E-02	8,00E-08	1,76E+02	9,20E-03	4,60E-01	1,36E+00	5,14E+02
3	5,27E-02	1,00E-07	1,67E+02	9,20E-03	4,80E-01	1,34E+00	5,07E+02
4	5,23E-02	8,30E-08	1,82E+02	9,30E-03	4,80E-01	1,37E+00	5,15E+02
5	5,35E-02	1,02E-07	1,67E+02	9,20E-03	4,90E-01	1,34E+00	5,05E+02
6	5,27E-02	9,90E-08	1,67E+02	9,50E-03	5,00E-01	1,35E+00	5,00E+02
7	5,14E-02	8,10E-08	1,80E+02	9,20E-03	4,70E-01	1,36E+00	5,14E+02
8	5,34E-02	9,20E-08	1,76E+02	9,20E-03	4,90E-01	1,39E+00	5,27E+02
9	5,29E-02	8,40E-08	1,83E+02	9,20E-03	4,80E-01	1,37E+00	5,17E+02
10	5,20E-02	8,70E-08	1,77E+02	9,10E-03	4,70E-01	1,35E+00	5,20E+02
\bar{x}	5,23E-02	8,90E-08	1,76E+02	9,21E-03	4,79E-01	1,36E+00	5,14E+02
95% IS \pm	6,20E-04	5,03E-09	3,89E+00	7,57E-05	7,04E-03	9,19E-03	4,96E+00

Příloha 6: Tabulka prodyšnosti při tlakovém spádu 100 a 200 Pa

Polyesterová tkanina bez nánosu polypyrolu			Polyesterová tkanina s nánosem polypyrolu		
	100 Pa	200 Pa		100 Pa	200 Pa
n			n		
1	307	564	1	68,5	131
2	320	566	2	50	97
3	296	539	3	54,5	107
4	295	544	4	52,5	109
5	305	558	5	33,6	66,5
6	300	548	6	41,2	83,5
7	328	594	7	47,4	89,8
8	326	505	8	31,3	65,7
9	294	536	9	38,1	75,8
10	296	547	10	50	113
\bar{x}	306,7	550,1	Průměr	46,71	93,83
95% IS	±7,79	±13,64	95% IS	±6,52	±12,62

Příloha 7: Tabulka naměřených hodnot při spalovací zkoušce

n	Rychlost hoření polyesterové tkaniny bez nánosu polypyrolu[mm/min]	Rychlost hoření polyesterové tkaniny s nánosem polypyrolu[mm/min]
1	185,5	59,57
2	420	56,76
3	X	60,43
4	155,17	-
5	369,2	-
6	195,65	-
\bar{x}	220,92	58,92
IS	±111,56	±1,77

Příloha 8: Sledování doby vpití kapky do polyesterové tkaniny po povrchové úpravě ozonem

Doba působení (NaOH)[min]	Průměrná doba vpití kapky [min]	95 % IS
0	60	±0
5	0,05	±0
10	0,05	±0
20	0,02	±0
30	0,02	±0
40	0,02	±0
50	0,02	±0
60	0,02	±0

Příloha 9: Sledování doby vpití kapky do polyesterové tkaniny po povrchové úpravě hydroxidem sodným

Doba působení (O ₃) [min]	Průměrná doba vpití kapky [min]	95 % IS
0	60	±0
6	60	±0
12	60	±0
20	60	±0
30	51,3	±13,87
40	52,7	±11,74
60	44,7	±19,21
80	35,7	±20,38

Příloha 10: Sledování úbytku hmotnosti polyesterových vzorků po povrchové úpravě

Hydrolyza (NaOH)		Ozon (O ₃)	
t [min]	m [g]	t [min]	m [g]
0	3,43	0	3,43
5	3,43	6	3,42
10	3,38	12	3,35
20	3,22	20	3,38
30	3,17	30	3,42
40	2,99	40	3,36
50	2,92	60	3,43
60	2,69	80	3,38

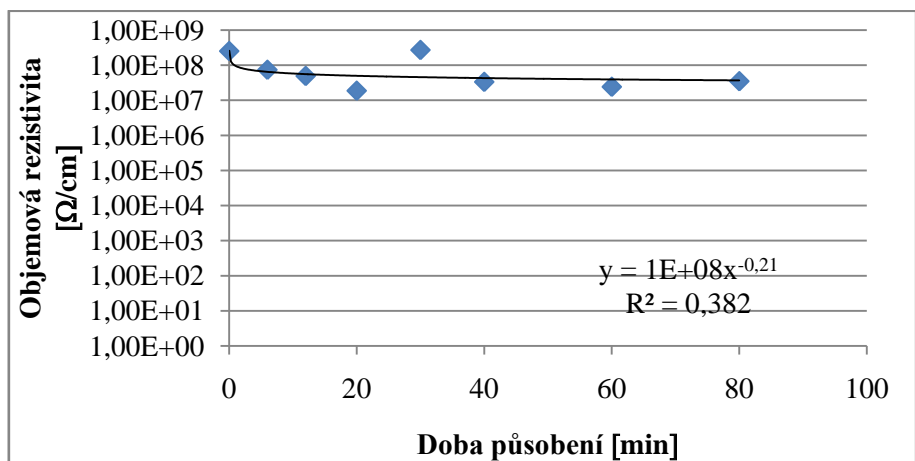
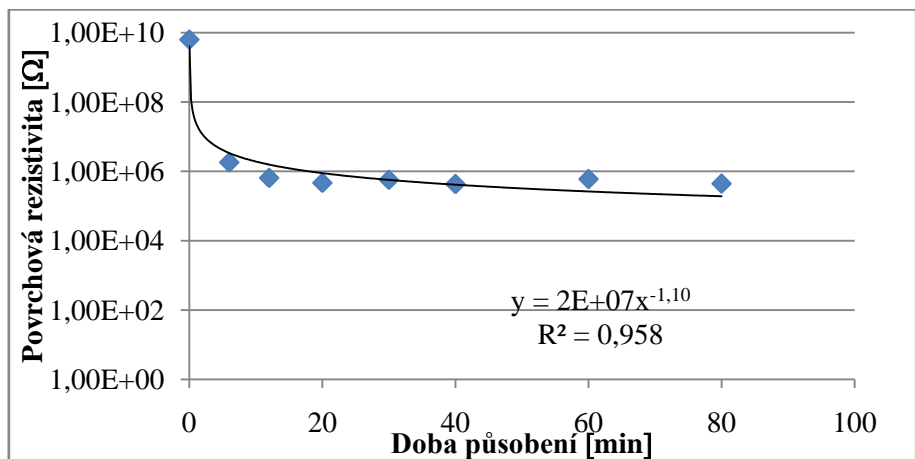
Příloha 11: Hodnocení elektrické vodivosti vzorků po povrchové úpravě

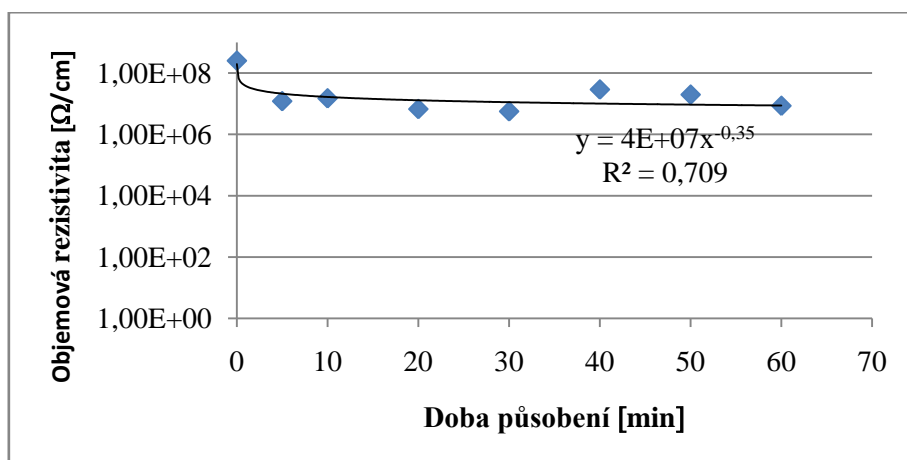
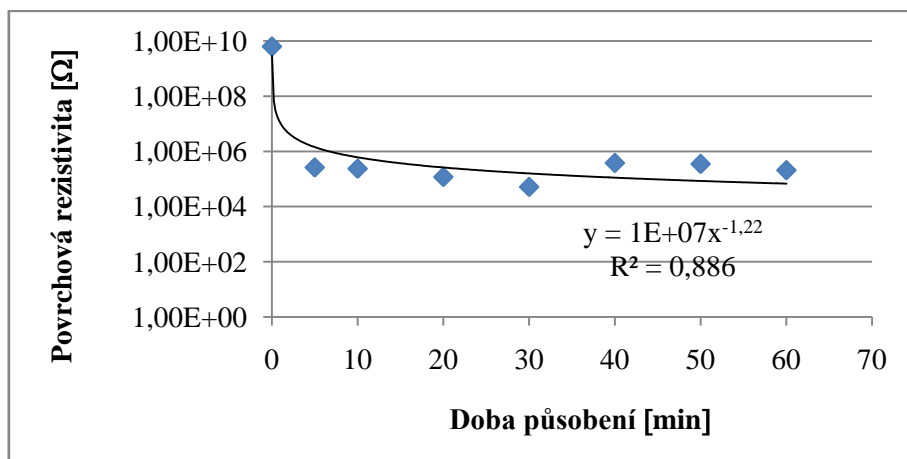
Ozon				
t [min]	ρ_s	95% IS	ρ_v	95% IS
0	6,27E+09	±2,32E+08	2,53E+08	±8,26E+07
6	1,81E+06	2,08E+01	7,40E+07	7,19E+01
12	6,44E+05	2,92E+01	4,93E+07	4,71E+00
20	4,63E+05	1,62E-01	1,87E+07	8,80E+00
30	5,67E+05	8,13E+00	2,72E+08	3,00E+01
40	4,29E+05	4,09E+00	3,34E+07	1,81E+01
60	5,97E+05	1,11E+01	2,42E+07	5,08E-01
80	4,41E+05	1,27E+01	3,49E+07	1,51E+01

Hydrolýza				
t [min]	ρ_s	95% IS	ρ_v	95% IS
0	6,27E+09	$\pm 2,32E+08$	2,53E+08	$\pm 8,26E+07$
5	2,62E+05	1,23E+01	1,21E+07	1,70E+01
10	2,36E+05	6,81E+00	1,50E+07	1,06E+00
20	1,18E+05	2,54E+00	6,69E+06	2,75E+00
30	5,16E+04	6,93E-01	5,62E+06	3,40E+00
40	3,79E+05	9,75E+00	2,91E+07	3,97E+00
50	3,51E+05	1,43E+00	1,98E+07	2,43E+00
60	2,08E+05	2,75E+00	8,54E+06	1,52E+01

Příloha 12: Povrchová a objemová rezistivita pro vzorky upravené ozonem (a) a hydroxidem sodným (b)

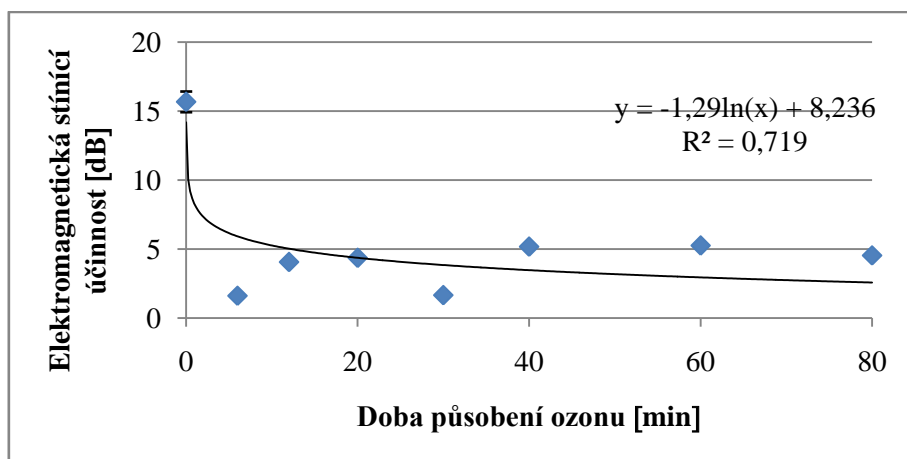
a)





Příloha 13: Elektromagnetická stínící účinnost pro vzorky upravené ozonem (a) a hydroxidem sodným (b) při frekvenci 1,5 GHz

a)



b)

