

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

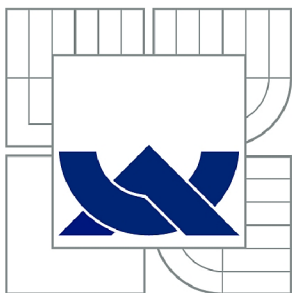
CHARAKTERIZACE OBALOVÝCH FÓLIÍ NA BÁZI POLYETYLÉNU A
POLYPROPYLÉNU

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

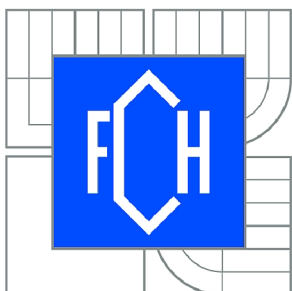
MARIE BĚLAŠKOVÁ

BRNO 2015



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

CHARAKTERIZACE OBALOVÝCH FÓLIÍ NA BÁZI POLYETYLÉNU A POLYPROPYLÉNU

CHARACTERIZATION OF WRAPPAGING FILMS BASED ON POLYETHYLENE AND
POLYPROPYLENE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

MARIE BĚLAŠKOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. RADKA BÁLKOVÁ, Ph.D.

BRNO 2015



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce: **FCH-BAK0833/2014** Akademický rok: **2014/2015**
Ústav: Ústav chemie materiálů
Student(ka): **Marie Bělašková**
Studijní program: Chemie a chemické technologie (B2801)
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)
Vedoucí práce **Ing. Radka Bálková, Ph.D.**
Konzultanti:

Název bakalářské práce:

CHARAKTERIZACE OBALOVÝCH FÓLIÍ NA BÁZI POLYETYLÉNU A POLYPROPYLÉNU

Zadání bakalářské práce:

Charakterizace jedno a vícevrstevných obalových materiálů na bázi polypropylénu (PP) a polyetylénu (PE) metodou diferenční kompenzační kalorimetrie a Fourierovi infračervené spektroskopie s cílem identifikace polymeru/ů a stupně krystalinity.

Termín odevzdání bakalářské práce: 22.5.2015

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Marie Bělašková
Student(ka)

Ing. Radka Bálková, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 30.1.2015

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

V této bakalářské práci bylo charakterizováno sedm druhů koextrudovaných a vyfukovaných obalových fólií na bázi polyetylenu a polypropylenu, které byly dodány firmou Granitol a. s. K charakterizaci byly použity tyto metody: termogravimetrická analýza, diferenční kompenzační kalorimetrie, infračervená spektroskopie Fourierovou transformací, konfokální laserová rastrovací mikroskopie (CLSM) a rastrovací elektronová mikroskopie. Díky těmto metodám bylo možné určit složení jednotlivých druhů fólií a vyhodnotit stupeň krystalinity.

ABSTRACT

By seven kinds of coextruded and blown packing polyethylene and polypropylene based films, which are supplied by Granitol were characterized in this bachelor thesis. The following methods were used for characterization: thermogravimetric analysis, differential scanning calorimetry, Fourier transform infrared spectroscopy, confocal laser scanning microscopy, and scanning electron microscopy. The methods made possible to determine the composition of the films and to evaluate the degree of crystallinity.

KLÍČOVÁ SLOVA

Polypropylén, polyetylén, obalové fólie, diferenční kompenzační kalorimetrie, termogravimetrická analýza, infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací

KEYWORDS

Polypropylene, polyethylene, packing films, differential scanning calorimetry, thermogravimetric analysis, Fourier transform infrared spectroscopy

Citace

BĚLAŠKOVÁ, M. *CHARAKTERIZACE OBALOVÝCH FÓLIÍ NA BÁZI POLYETYLÉNU A POLYPROPYLENU*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2015. 42 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Radka Bálková, Ph.D..

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FCH VUT.

.....

Podpis studenta

Poděkování

Na tomto místě bych chtěla poděkovat vedoucímu bakalářské práce Ing. Radce Bálkové, Ph.D. za ochotu, odborné vedení, cenné připomínky a za pomoc při vyhodnocování dat v experimentální části.

OBSAH

1. ÚVOD	4
2. TEORETICKÁ ČÁST.....	5
2.1. Polyolefiny	5
2.1.1 Polyetylén	6
2.1.2 Polypropylén.....	7
2.2. Biodegradabilní polymery.....	9
2.2.1. Polylaktid (kyselina polymléčná)	9
2.3. Základní charakterizační metody polymerů	9
2.3.1. Termogravimetrická analýza	10
2.3.2. Diferenční kompenzační kalorimetrie	11
2.3.3. Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací	12
2.3.4. Konfokální laserová rastrovací mikroskopie	13
2.3.5. Rastrovací elektronový mikroskop	14
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	16
3.1. Materiál	16
3.2. Metody charakterizace	16
3.2.1. Termogravimetrická analýza	17
3.2.2. Diferenční kompenzační kalorimetrie	17
3.2.3. Infračervená spektroskopie.....	17
3.2.4. Konfokální laserová rastrovací mikroskopie	17
3.2.5. Rastrovací elektronová mikroskopie	18
4. VÝSLEDKY A DISKUZE	19
4.1. Termogravimetrická analýza	19
4.2. Stanovení počtu vrstev a tloušťky fólií.....	21
4.3. Infračervená spektroskopie.....	26
4.4. Diferenční kompenzační kalorimetrie	34
5. ZÁVĚR.....	39
6. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	40
7. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK	42

1. ÚVOD

S obalovými fóliemi vyrobenými z polymerních materiálů se v běžném životě setkáváme každý den, ať už se jedná o lahve, sáčky, tašky či ochranné fólie, které jsou určeny na zakrytí ploch náchylných ke znečištění a poškození. Tyto se běžně vyrábí z polyetylénu, polypropylenu, etylenvinylacetátu, polyvinylacetátu, polystyrenu, polyetylentereftalátu a polyamidu. Díky svým užitným vlastnostem a nižšími náklady na výrobu začaly ve velké míře nahrazovat tradiční materiály především sklo a papír. Dnešní výzkum těchto materiálů se zaměřuje na vylepšení vlastností.

Místní trh nabízí velkou škálu výrobců a firem zabývajících se výzkumem na poli obalových fólií, přičemž každý se snaží najít nejvhodnější poměry mísených látek. Díky tomu dochází ke zvyšování počtu nabízených produktů, což je spojeno s dokonalováním analytických postupů a metod, které vedou ke zjištění a následné charakterizaci vlastností polymeru jako je stupeň krystalinity, teplota skelného přechodu, obsah plniv a mnoho dalších.

Obalové fólie se nejčastěji vyrábí vyfukováním, extruzí a koextruzí. Koextruze představuje spojení vysoce viskózních polymerních tavenin za pomoci dvou extrudérů ve speciální koextruzní formě. Výsledný produkt odpovídá nejvyšším kvalitativním, funkčním a optickým nárokům díky jeho individuálnímu barevnému řešení a odolnosti proti poškrábání i proti povětrnostním vlivům.

Vzhledem k tomu, že svět produkuje velké množství plastového odpadu, je velká část výzkumu obalových materiálů zaměřena na recyklaci těchto materiálů na straně jedné a na používání biologicky odbouratelných obalových materiálů na straně druhé. V praxi se tak již běžně setkáváme s oxodegradabilními a biodegradabilními fóliemi vyrobenými z polylaktidu.

V této práci bylo cílem charakterizovat složení komerčních koextrudovaných a vyfukovaných fólií na bázi polyetylénu a polypropylénu. K charakterizaci bylo použito pět metod, z nich dvě byly mikroskopické. Tyto byly použité pro určení počtu a tloušťky vrstev. K pozorování bylo použito lomových ploch.

2. TEORETICKÁ ČÁST

Teoretická část se zabývá studiem polymerních materiálů, které nalézají využití k výrobě obalových fólií. Dále jsou zde uvedeny charakterizační metody, které pomohly k určení jednotlivých složek v materiálu.

2.1. Polyolefiny

Polyolefiny představují největší skupinu synteticky vyráběných polymerů. Důvodem je poměrně levné získávání surovin z petrochemických surovin, zemního plynu a ropy. Polyolefiny jsou snadno zpracovatelné řadou technologických postupů a díky svým specifickým užitným vlastnostem mají důležité zastoupení v polymerním světě. Největším výrobcem polyolefinů je firma Basell, která neustále pracuje na vylepšení vlastností. Nejznámějšími polyolefiny jsou polyethylen (PE), polypropylen (PP), poly-1-buten, polyisobutylen a poly-4-methyl-1-penten. Schémata strukturních vzorců těchto polyolefinů jsou spolu se základními fyzikálními a mechanickými vlastnostmi uvedeny v tabulce 1 [1].

Tabulka 1: Výčet a fyzikálně-mechanické vlastnosti základních polyolefinů [1]

Polyolefin		Krystalinita %	Hustota g cm ⁻³	Teplota tání °C	Modul E MPa	Pevnost v tahu MPa
polyethylen lineární rozvětvený	[—CH ₂ —CH ₂ —] _n	65 až 95	0,954 až 0,970	125 až 136	700 až 1 400	20 až 33
		50 až 70	0,915 až 0,935	105 až 115	200 až 400	9 až 15
polypropylen izotaktický ataktický	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array} \right]_n$	60 až 70	0,905 až 0,912	160 až 176	1 100 až 1 500	34 až 38
		0	0,85 až 0,87	(T _f = -25 °C)	—	—
poly-1-buten izotaktický ataktický	$\left[\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array} \right]_n$	40 až 50	9,15	125	200 až 500	10 až 15
		0	0,880	(T _f = -3 °C)	—	—
polyisobutylen ataktický	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{C}- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]_n$	0	0,90 až 0,92	(T _f = -73 °C)	—	2 až 6
poly-4-methyl- -1-penten izotaktický	$\left[\begin{array}{c} -\text{CH}_2-\text{CH}- \\ \\ \text{CH}_2 \\ \\ \text{CH} \\ / \quad \backslash \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array} \right]_n$	40	0,83	179	1 500	27,5

2.1.1 Polyetylén

Polyetylén (PE) je světově nejvíce vyráběný polymer. Syntézu PE poprvé provedl Hansem von Peckmannem v roce 1891 a to zahříváním diazomethanu. V současné době se k výrobě PE používají Ziegler-Nattovy katalyzátory na bázi titanu, které se skládají ze dvou složek a to z $TiCl_3$ nebo $TiCl_4$ a trialkylaluminiových sloučenin.

Phillipsovy katalyzátory, které jsou založeny na oxidech chrómu, se převážně využívají pro syntézu PE se širokou distribucí molekulových hmotností. Oproti Ziegler-Nattovým katalyzátorům mají výhodu ve snadném způsobu výroby a v regenerovatelnosti.

Metalocenové katalyzátory se využívají pro syntézu PE s úzkou distribucí molekulových hmotností. Jsou založeny na dvou složkách. První složkou je metalocenový komplex zirkonia nebo titanu. Druhá složka, nazývaná jako kokatalyzátor, je speciální organická sloučenina hliníku nebo methylalumoxan [2, 3].

Polyetylén byl dříve vyráběn jako homopolymer. V dnešní době se však vyrábí jako kopolymer ethenu s α -olefiny. Polyetylén je to polymer, který vykazuje velkou rozmanitost vlastností. Ta je způsobena rozdíly v krátkém větvení polymerních řetězců a tím i obsahem krystalické fáze. Produkty s různým stupněm krystalinity se liší hustotou, která je spolu s tvarem řetězce základem pro třídění PE, které je uvedeno v tabulce 2 [1].

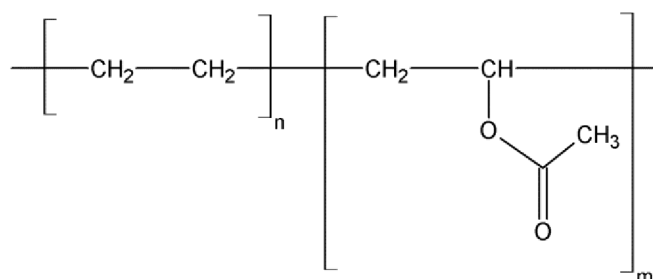
Tabulka 2: Třídění PE podle hustoty [1]

Typ	Zkratka	Hustota [g/cm^3]
PE s velmi nízkou hustotou	ULDPE (Ultra-Low Density)	0,888–0,915
PE s nízkou hustotou	LDPE (Low Density)	0,910–0,955
Lineární PE s nízkou hustotou	LLDPE (Linear Low Density)	0,918–0,955
PE se střední hustotou	MDPE (Medium Density)	0,925–0,940
PE s vysokou hustotou	HDPE (High Density)	0,941–0,954
PE s vysokou molekulovou hmotností	HMW-HDPE (high Molecular Weight HDPE)	0,944–0,954 MH = 200 000–500 000
PE s ultravysokou molekulovou hmotností	UMHW-HDPE (Ultra-High Molecular Weight HDPE)	0,955–0,957 MH = 3 300 000–6 000 000

Polyetylén je tuhá látka, která je v tenkých vrstvách ohebná, elastická a téměř průhledná s případným mléčným zákalem. Transparentnost vzrůstá s rozvětveností makromolekul a jejich molekulovou hmotností. Všechny typy PE mají vysokou krystalinitu. Polyetylén má vysokou houževnatost a tažnost; teplota tání se pohybuje v rozmezí 105 až 136 °C; PE je mrazuvzdorný a křehne až při -120 °C. Podléhá však studenému toku a má sklon k praskání pod napětím. Jeho chemická odolnost roste se zvyšující se krystalinitou. Za běžné teploty je odolný vodě, neoxidujícím chemikáliím, včetně kyselin, zásad a polárním rozpouštědlům. Za zvýšené teploty

ho však některá polární rozpouštědla rozpouští, např. ve vroucím tetrachlormethanu, toluenu a benzenu. Absorbují tuky, uhlovodíky, aminy, ethery, ketony i jiné organické sloučeniny, které jím zlehka difundují [1, 3].

Asi 5 % výroby LDPE představují kopolymery etylénu s vinylacetátem. Schéma strukturního vzorce EVA je znázorněno na obr. 1. Vlastnosti závisí na obsahu vinylacetátové složky. Kopolymery jsou průsvitné až průhledné a mají vysokou pevnost. Uplatnění nachází převážně jako smršťitelné fólie pro balení potravin. Dále se využívá jako modifikátor vlastností rozvětveného PE, PP a dalších, především křehkých termoplastů, kterým propůjčuje rázovou houževnatost [1, 3].

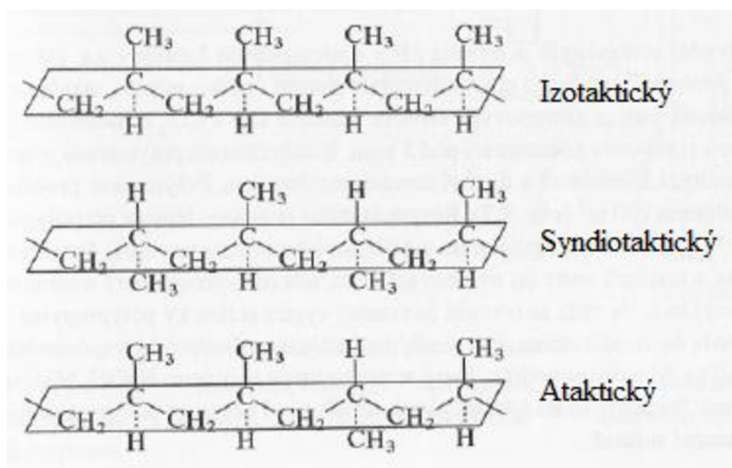


Obr. 1: Schéma strukturního vzorce EVA

2.1.2. Polypropylén

Polypropylén je semikrystalický termoplast, který se vyrábí podobně jako PE. Polymerace monomeru propylenu probíhá za použití stereospecifických Ziegler-Nattových katalyzátorů, které ovlivňují postavení bočních (methylových) skupin v každé polypropylenové jednotce. Většina komerčních PP je izotaktických, kdy jsou všechny methylové skupiny na jedné straně, kdežto syndiotaktický PP má methylové skupiny střídavě nad a pod rovinou. Ataktický PP má statistickou distribuci konfigurací (obr. 2).

Stejně jako u PE se používají katalyzátory metallocenového typu, které na rozdíl od Ziegler-Nattových katalyzátorů mají jen jeden typ aktivního centra, který umožňuje kontrolovat délku a složení polymerních řetězců. Fyzikální vlastnosti a zpracovatelné charakteristiky jsou dány molekulovou hmotností a distribucí molekulové hmotnosti [1, 4, 5].



Obr. 2: Stereochemická struktura PP [1]

a) Homopolymery polypropylenu

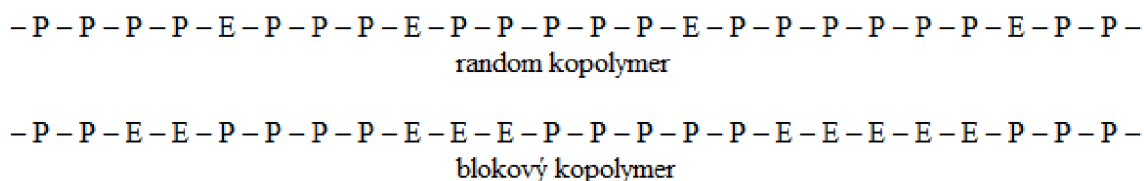
Homopolymery PP (hPP) jsou oproti kopolymerům tužší a mají lepší tepelnou odolnost vůči vysokým teplotám, avšak jejich pevnost pod bodem mrazu je omezena. Mezi typické aplikace homopolymerního polypropylenu patří nádrže na ostříkovače, ložisková tělesa pro domácí spotřebiče, jako jsou vysoušeče vlasů, žehličky, kávovary, toustovače, atd., vlákna do koberců, potahových látek, oděvů, geotextilií, jednorázových plen, zdravotní tkaniny.

b) Kopolymery polypropylenu

Vlastnosti kopolymerů PP závisí na typu a množství komonomeru. Existují dva základní typy kopolymerů: náhodný (random) kopolymer (PPR) a heterofázový nebo též blokový kopolymer (PPB). Náhodné kopolymery obsahují 1,5 - hm. % etylenu nebo vyšších alkenů (např. but-1-en) náhodně dispergovaných v polypropylenových jednotkách. Přítomnost etylénu v polymerním řetězci snižuje tendenci ke krystalizaci a má za následek zvýšenou pevnost proti nárazu, širší spektrum tepelné odolnosti a odolnost proti pomačkání. Vzhledem k nižší krystalinitě mají náhodné kopolymery nižší teplotu tání a specifickou hmotnost než homopolymer. Náhodné kopolymery se využívají jako náhrada za PVC, PS a PET jakožto obalové materiály.

Podstatný rozdíl mezi náhodným a blokovým kopolymerem je ten, že blokový kopolymer obsahuje komonomer ve formě disperzní kaučukové fáze. Obsah etylénu je mnohem vyšší, než je tomu u náhodných kopolymerů. Blokovaný kopolymer obsahuje samostatnou disperzní fázi v PP matrici. V důsledku toho je mnohem těžší než homopolymer a má odolnost i při nižších teplotách, avšak je méně transparentní a měkký. Blokované kopolymery se využívají v automobilovém průmyslu na části, kde není požadována vysoká rázová odolnost [4, 6]. Struktura náhodného a blokového kopolymeru je znázorněna na obr. 3.

Typickými aplikacemi kopolymerů PP jsou baterie, nárazníky, vnitřní obložení, okenní lišty, obaly videokazet, kancelářské židle, jednorázové obaly, krabičky a pouzdra spotřebičů [4].



Obr. 3: Schéma sledu monomerní jednotky propylenu (P) a monomerní jednotku etylénu (E) v náhodném a blokovém kopolymeru PP [4].

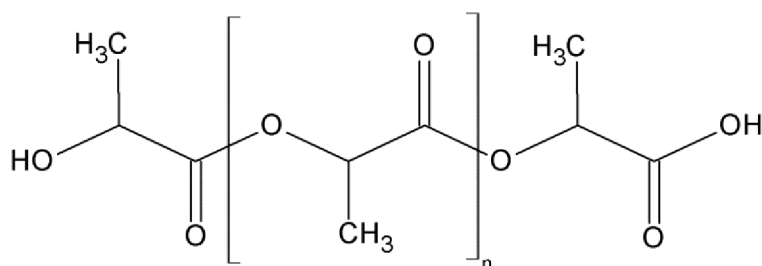
2.2. Biodegradabilní polymery

Biodegradabilní polymery jsou polymery, u kterých vlivem teploty, pH, vlhkosti apod. dochází k biologickému rozpadu díky mikroorganismům. Po rozpadu zůstane v prostředí jen H₂O a CO₂ případně i biomasa. Mezi biodegradabilní polymery vyráběné z přírodních zdrojů patří polylaktid, polyhydroxyalkanoáty, termoplastický škrob, celulóza, chitosan, bílkoviny. Biodegradabilní polymery získané z ropy jsou např. poly-ε-kaprolakton, polyvinylalkohol či polyesteramidy [25].

2.2.1. Polylaktid (kyselina polymléčná)

Polylaktid se připravuje polykondenzací nejčastěji z kukuřice nebo jiných rostlin obsahující škrob. Škrob se z rostlin vyextrahuje a rozštěpí se na základní stavební jednotky a to molekuly glukózy. Glukóza je pak bakteriemi mléčného kvašení fermentativně převedena na kyselinu mléčnou. Následuje polymerace za vzniku požadovaného polymeru [8]. Polymer je tuhý a křehký, ale po přidání plastifikátorů lze dosáhnout dobrých mechanických vlastností [7]. Výhodou PLA je průhlednost, proto se hojně využívá především u potravinových obalů, jako jsou lahve, kelímky, misky. Strukturální vzorec PLA je znázorněna na obr. 4.

Je velmi pravděpodobné, že lahve z PLA časem zcela nahradí PET lahve, které jsou špatně odbouratelné. Zatím je však limitujícím faktorem cena, která je na rozdíl od klasických PET lahví vyšší [7, 8].



Obr. 4: Schéma strukturálního vzorce PLA

2.3. Základní charakterizační metody polymerů

Metody nepřímého pozorování slouží k určení krystalové struktury a identifikaci látek. Není vhodné těchto metod využívat, pokud je potřeba znát vnitřní strukturu proměřovaných látek. Lze je využít například pro rychlé orientační srovnání materiálů z hlediska jejich relativní tepelné odolnosti. Pomáhají určit specifické vlastnosti polymerů, z nichž lze následně pouze usuzovat na strukturální stav polymeru [9].

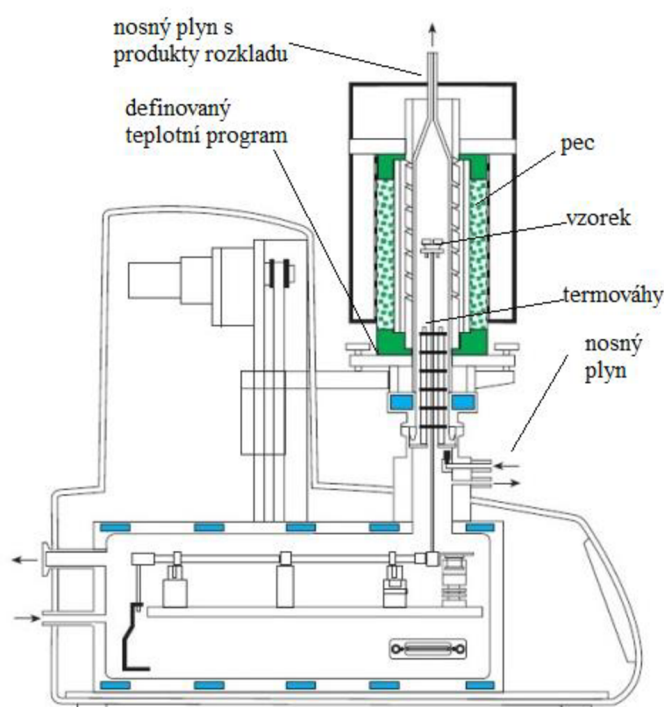
Přímých metod pozorování je využíváno k určení elektronové a molekulové struktury. Do těchto metod se ale také zařazují přímé pozorovací techniky umožňující sledovat nadmolekulární až atomovou strukturu. Získáváme tak konkrétní informaci o vnitřním rozložení, velikosti krystalitů a jejich orientaci. Řadíme zde metody jako jsou polarizační optická mikroskopie (POM), konfokální laserová rastrovací mikroskopie (CLSM), rastrovací elektronová mikroskopie (SEM), mikroskopie atomárních sil (AFM) a rastrovací tunelovací mikroskopie (STM).

Při výběru mikroskopické techniky vycházíme hned z několika parametrů. Jedním z nejdůležitějších parametrů pro mikroskop je jeho rozlišovací schopnost, která charakterizuje

užitečné zvětšení mikroskopu. To je možno vysvětlit jako nejmenší možná vzdálenost dvou bodů na pozorovaném objektu, které od sebe můžeme ještě zřetelně rozlišit. Dalším parametrem je hloubka ostrosti, která je charakterizována jako rozsah vzdáleností, uvnitř kterých jsou pozorované objekty při zobrazení v určité velikosti. [17, 24].

2.3.1. Termogravimetrická analýza

Při termogravimetrické analýze (TGA) je vzorek vystaven tepelnému namáhání a na citlivých mikrováhách je monitorována změna jeho hmotnosti na čase nebo teplotě. Ohřev vzorku je v daném prostředí programovatelný. Základem termogravimetru jsou velmi přesné váhy. Konstrukční uspořádání termovah může být v principu dvojího typu, a to buď horizontální nebo vertikální, (Obr. 5).

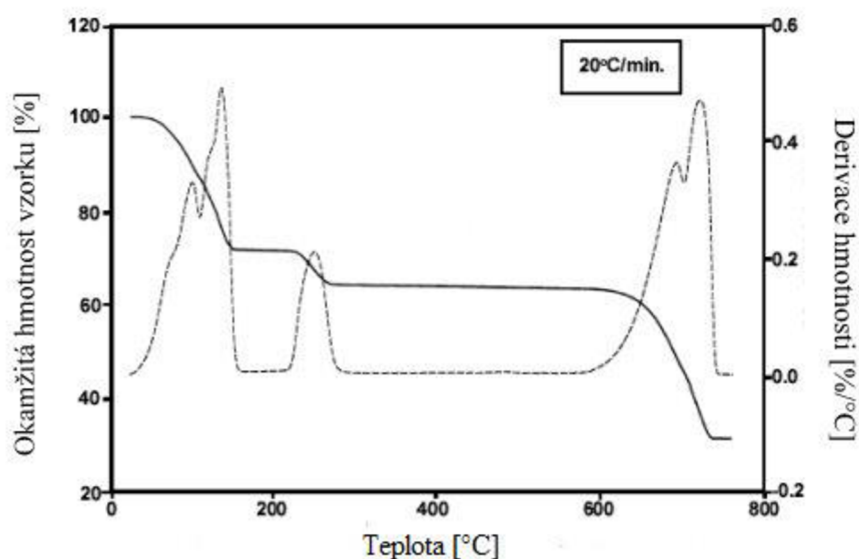


Obr. 5: Schéma vertikálního uspořádání TGA [12]

Pro měření volíme prostředí, které je inertní, například dusík nebo argon, s cílem získat informaci o teplotě a druhu rozkladných procesů. Pro prostředí může být i oxidační, kde se používá nejčastěji vzduch a kyslík, s cílem určit profil hoření. Termogravimetrická analýza velmi efektivně a snadno stanovuje tepelnou nebo tepelně-oxidační stabilitu vzorku. Na základě analýzy kroků degradace je poté možno usuzovat na složení vzorku, obsahu vlhkosti a obsahu organické či anorganické hmoty. Rozmezí teplot, při kterých analýza probíhá je široké. Ve speciálně konstruovaných pecích je umožněn rychlý ohřev a chlazení vzorku. Analýzu je možno provádět v teplotním rozmezí od -150°C až do 2000°C . Pro analýzu polymerů se používají přístroje s ohřevem do 1000°C . Velkou výhodou je možná kombinace termogravimetrické analýzy s infračervenou spektrometrií. Spojením těchto dvou technik je

možné charakterizovat látky, které se v průběhu tepelného namáhání vzorku v průběhu reakce uvolňují.

Výsledkem měření je termogravimetrická křivka (Obr. 6), která uvádí okamžitou hmotnost vzorku v závislosti na teplotě nebo čase. Tvar křivky je ovlivňován rychlostí ohřívání. Teplotní interval, ve kterém probíhá změna hmotnosti, se zužuje s rostoucí rychlostí ohřevu. Vysoká rychlost ohřevu může vést k opominutí malých změn na křivce. Diferenciální termogravimetrická křivka (DTG) představuje sled píku, jejichž plocha je úměrná celkové změně hmotnosti a jejichž maximum přísluší nejrychlejšímu úbytku vzorku.



Obr. 6: Termogravimetrická křivka (plná křivka) a její první derivace [10]

TGA analýza je běžná metoda analýzy v chemickém a farmaceutickém průmyslu a při kontrole kvality polymerních materiálů [10, 11, 12].

2.3.2. Diferenční kompenzační kalorimetrie

Diferenční kompenzační kalorimetrie (DSC) je metoda měřící míru absorbovaného nebo uvolněného tepla vzorkem při fyzikální či chemické změně. DSC je jedna z nejrozšířenějších metod termické analýzy materiálů, při níž jsou zkoumány tepelné vlastnosti vzorku vystaveného teplotnímu režimu. Vzorek je ohříván nebo chlazen definovanou rychlostí společně s vybraným referenčním vzorkem. Momentální rozdílnou teplotu vzorku a reference se přístroj snaží okamžitě kompenzovat. To poté způsobuje vygenerování signálu, který úzce souvisí s fázovou změnou ve vzorku. Měření probíhá v inertní atmosféře dusíku, přičemž rozsah teplot se liší dle použitého typu přístroje. Obvyklé teplotní rozmezí je od -100 °C do 650 °C .

Rozlišujeme hlavní dva typy kalorimetrů a to DSC s tepelným tokem, kde dochází přímo k měření tepelného toku. Dalším typem je DSC s kompenzací výkonu, kde se měří teplota vzorku a referenčního materiálu. Tepelný tok je poté možné vypočítat z rovnice (1). Pro analýzu látek citlivých na světelné záření se používá fotokalorimetr [12, 13, 14].

$$\frac{dQ}{dT} = \frac{\Delta T}{R_D}, \quad (1)$$

Kde R_D je teplotní odpor konstantového disku.

Metodou DSC může být vyhodnocena celá řada sktrukturních vlastností materiálu jako je teplota tání, teplota skelného přechodu, různé druhy krystalizací, teplota degradace a tepelná kapacita. Vzorek může být pevného či kapalného skupenství a aplikuje se do speciálních pánviček. Pro zaručení větší intenzity tepelného toku, jsou pánvičky vyrobeny z vodivého kovového materiálu, nejčastěji z hliníku. Před samotným měřením je nutné zařízení správně nakalibrovat. Výstupem měření je DSC křivka, která vyjadřuje závislost tepelného toku na teplotě nebo času [12, 14].

2.3.3. Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací

Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací (FTIR) patří mezi analytické metody, které poskytují informaci o složení organického i anorganického vzorku na základě určení charakteristických funkčních skupin a vazeb po absorpci infračerveného záření vzorkem. Pro měření se nejvíce využívá střední oblast infračerveného záření v rozsahu vlnočtů $12\,500 - 20\text{ cm}^{-1}$. Ve zkoumaném materiálu dochází k excitaci (energetické změně) rotačně vibračních stavů, jejichž lokace je v chemické vazbě, v závislosti na změnách dipólového momentu. Získané hodnoty vibračních energií tedy souvisí s pevností chemické vazby, molekulovou geometrií a hmotnostmi jader.

Analytickým výstupem je infračervené spektrum, které je grafickým zobrazením závislosti energie vyjádřené v procentech transmitance (T) nebo jednotkách absorbance (A) na vlnové délce dopadajícího záření. Transmitance (propustnost) je definována jako poměr intenzit záření, zatímco absorbance je záporně vzatý dekadický logaritmus transmitance (rovnice 2). Tato závislost je ovšem logaritmická, proto se častěji vlnová délka nahrazuje za vlnočty, který představuje její inverzní hodnotu. Výsledná závislost energie na vlnočtu je poté funkcí lineární.

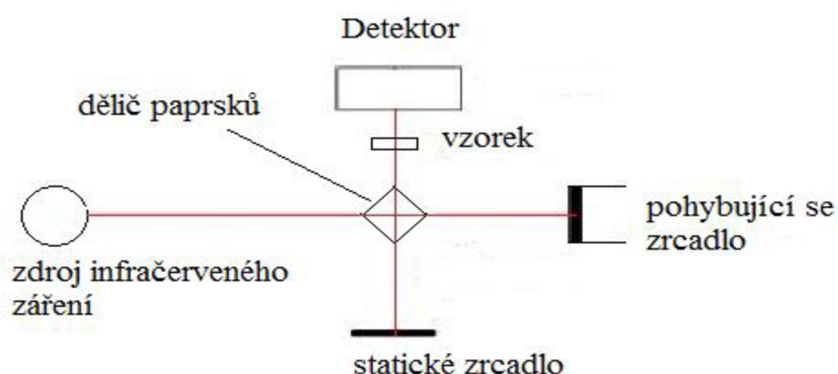
$$A = -\log T = -\log \frac{I}{I_0}, \quad (2)$$

kde A je absorbance, T je transmitance, I je intenzita zářivého toku prošlého vzorkem, I_0 je intenzita zářivého toku vycházejícího ze zdroje.

Klasické spektrometry pracující na disperzi světla neumožňovaly analýzu silně absorbujících matric. Analýza pevných látek byla omezena jen na práškové materiály ve formě tablet nebo jako suspenze prášku v lehkém alifatickém oleji. Měření bylo prováděno jen na průchod. Interferenční spektrometry pracují na principu interference světla, které na rozdíl od disperzních přístrojů měří interferogram modulovaného svazku záření po průchodu vzorkem (Obr. 7). Tyto přístroje vyžadují aplikaci matematické metody Fourierovy transformace pro získání klasického spektrálního záznamu.

Metodu FTIR je možné rozlišit dle schopnosti světelný tok odrážet (FTIR-ATR) nebo ho propouštět (FTIR-MIR). Technika odrazu je založena na principu jedno nebo násobného zeslabeného úplného odrazu (angl. attenuated total reflexion, ATR) záření na fázovém

rozhraní měřeného vzorku a měřicího krystalu z materiálu o vysokém indexu lomu. Krystal je většinou planární, ve tvaru lichoběžníkového hranolu. Svazek paprsků je přiveden do krystalu soustavou zrcadel tak, aby úhel dopadu na fázové rozhraní vyhověl podmínce totálního odrazu. Měřený vzorek je v dokonalém kontaktu s ATR krystalem a záření proniká částečně do analyzovaného materiálu. Pokud měřený vzorek absorbuje záření o určité frekvenci, pak tato složka bude v totálně odraženém světle zeslabena. Takto získané spektrum se do značné míry podobá spektru změřenému v transmittančním režimu. FTIR-ATR metoda je vhodná pro měření vzorků, které silně absorbují infračervené záření např. pryže, vodné roztoky, emulze apod.) [20, 21].

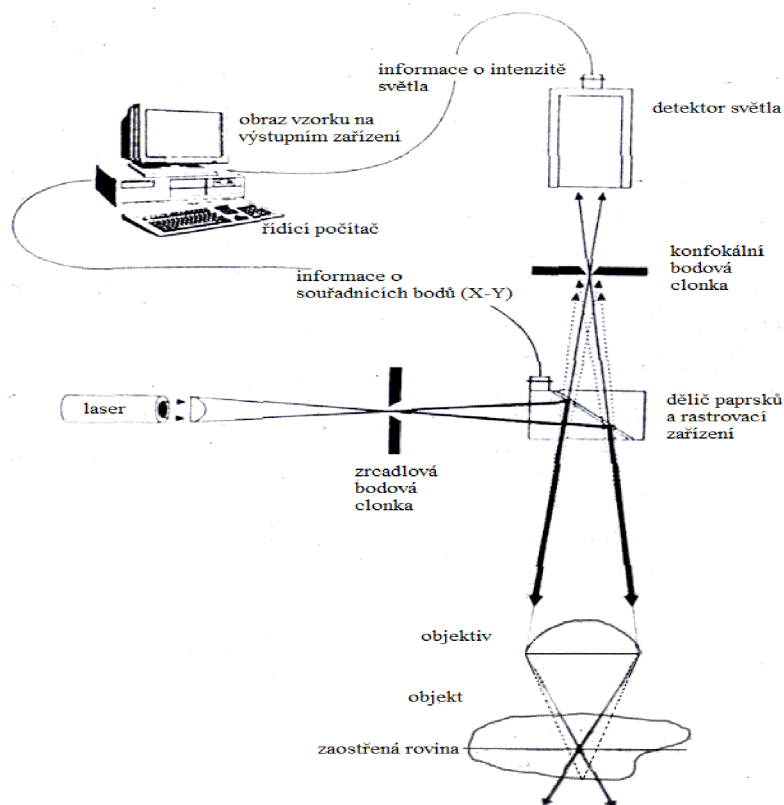


Obr. 7 Schéma interferenčního spektrometru [22]

2.3.4. Konfokální laserová rastrovací mikroskopie

Konfokální laserová rastrovací mikroskopie (CLSM) nabízí výborný kontrast, vynikající rozlišení a velký rozsah zvětšení bez nutnosti speciální úpravy vzorku. Touto technikou lze dosáhnout trojrozměrného zobrazení. K zobrazení se využívá optické soustavy čoček a bodového rastrovacího laserového paprsku. Technika je tedy kombinovaná a dovoluje rastrování ve všech prostorových souřadnicích X, X-Y a X-Y-Z. Samotné pozorování je prováděno za pokojové teploty, atmosférického tlaku a na vzorek dopadá viditelná část světla [15, 16].

Konfokální optika představuje systém, kde je v místě, které je opticky sdružené s polohou zaostření (konfokální rovina), umístěna clona se štěrbinou. Přicházející světlo z míst mimo polohu zaostření (místa mimo obrazovou rovinu objektivu) je clonou odstraněno (Obr. 8). Díky tomu se část, kde bylo světlo odstraněno, zcela zatemní a prostorový vzorek je možné rozdělit na optické řezy, tedy snímat roviny zaostřených bodů v optické ose Z. Složením optických řezů poté vznikají výškové obrazy [16, 19].

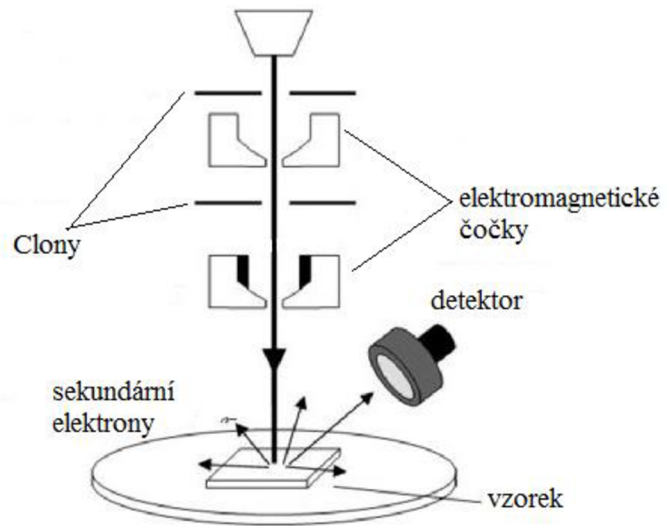


Obr. 8: Schéma konfokálního laserového rastrovacího mikroskopu [19]

2.3.5. Rastrovací elektronový mikroskop

Hlavním principem rastrovací elektronové mikroskopie (SEM) je interakce pozorovaného vzorku se svazkem elektronů o vlnové délce $3,7\text{--}1,6 \cdot 10^{-3}$ nm v prostředí vakua. Jelikož se pracuje ve vakuu, je nutné zbavit povrch vzorku vlhkosti (rozpouštědlo) a všech dalších látek, které by se ve vakuu vypařily a znehodnotily by analýzu. Vzorek musí být nadále upraven tak, aby byl vodivý, čehož dosáhneme pokovením vzorku vrstvou uhlíku nebo směsí zlato-paladium [15, 18].

Wolframové vlákno představuje elektronové dělo, ze kterého je svazek emitovaných elektronů přes elektromagnetické čočky zaměřen na vzorek. Svazek elektronů je bodový o průměru cca 0,4–5 nm. Největší rozlišovací schopnosti při pozorování topografie vzorku se dosahuje při detekci tzv. sekundárních elektronů. Tyto elektrony jsou emitovány po neelastické kolizi. Z odražených elektronů lze zase detekovat druh atomů na povrchu vzorku, jelikož dochází k elastické kolizi, a tudíž i k malé změně energie elektronů (obr. 9). Tato mikroskopie vyniká velmi dobrou hloubkou ostroty, přičemž rozlišení se pohybuje v rozmezí 1 – 20 nm [15, 17].



Obr. 9: Schéma elektronového rastrovacího mikroskopu [18]

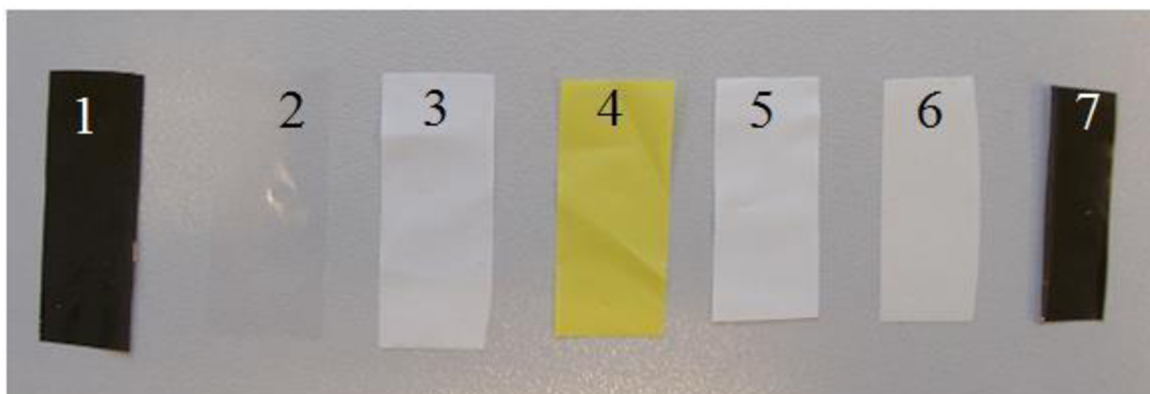
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1. Materiál

Testovány byly obalové koextrudované a vyfukované fólie na bázi PE a PP dodané firmou Granitol, a. s. Přehled jednotlivých druhů obalových fólií je shrnut v tabulce 3 s uvedením hlavních polymerních složek a vzhledu.

Tabulka 3: *Výčet a popis jednotlivých druhů testovaných obalových fólií*

Číslo vzorku	Popis	Hlavní složky uváděné dodavatelem	Barva
1	PP fólie koextrudovaná se silikonem	LDPE/LDPE, PP/LDPE (PP – náhodný kopolymer)	Černá, šedá
2	Mikroten se silikonem	HDPE	Průhledná
3	Koextrudovaná	LLDPE, EVA/LDPE, HDPE/LLDPE, EVA LLDPE – bimodální	Bílá
4	Koextrudovaná	LLDPE/LDPE, HDPE/LLDPE	Žlutá
5	Biodegradabilní	PLA	Bílá
6	Oxodegradabilní vyfukovaná	HDPE	Bílá
7	PP fólie koextrudovaná	PP, LDPE/LLDPE, LDPE/PP, LDPE	Černá, šedá



Obr. 10: *Snímek fólií obalových dodaných firmou Granitol, a. s.*

3.2. Metody charakterizace

K charakterizaci složení fólií bylo použito pět metod. TGA analýza měla za úkol stanovit změnu hmotnosti vzorku při jeho zahřívání za účelem stanovení jeho tepelné stability popřípadě obsahu plniva. FTIR byla použita za účelem identifikace funkčních skupin zastoupených ve vzorcích. SEM a CLSM sloužily k rozlišení/zobrazení jednotlivých vrstev fólií. K rozlišení jednotlivých druhů PE zastoupených ve vzorcích sloužila DSC analýza.

3.2.1. Termogravimetrická analýza

Termogravimetrická analýza vzorků byla provedena na přístroji Q 500, TA Instruments. Měření probíhalo v inertní atmosféře dusíku o průtoku 60 ml/min. Vzorky o hmotnosti 6–7 mg kruhového průřezu o průměru 6 mm byly ohřívány na platinových pánvičkách celkem třikrát. První měření probíhalo při kontinuálním ohřevu rychlostí 10 °C/min do teploty 800 °C. Pro ověření správnosti výstupu prvního měření bylo provedeno kontinuální měření ještě jednou rychlostí ohřevu 10 °C/min tentokrát však do nižších teplot dle předchozího měření takto: vzorky 1–4 do 550 °C, vzorky 5 a 6 do 700 °C a vzorek 7 do 600 °C. Po dosažení konečné teploty následovalo přepnutí z dusíkové atmosféry na vzduch. Vzorky tak byly izotermě ponechány 5 min, aby došlo k rozkladu případného pyrogenního uhlíku. Nerozložené zbytky byly dále testovány metodou FTIR-ATR.

Třetí měření probíhalo v tzv. krokovém módu, kdy se vzorky zahřívaly rychlostí ohřevu 10 °C/min do úbytku hmotnosti 1,9 %. Po jeho dosažení byl ohřev zastaven a vzorek setrval při dané izotermické teplotě, dokud nedošlo k úbytku hmotnosti menšímu jak 1,9 %. Poté došlo opět k ohřevu rychlostí 10 °C/min a celý proces se opakoval až do dosažení teploty jak tomu bylo u druhého měření. Cílem bylo oddělit rychle po sobě následující rozkladné kroky.

3.2.2. Diferenční kompenzační kalorimetrie

Kalorimetrická měření probíhala na přístroji DSC F1 204, NETZSCH. Vzorky o hmotnosti 6–8 mg kruhového průřezu o průměru 5 mm byly naváženy do hliníkových pánviček a uzavřeny víčkem. Měření probíhalo v inertní atmosféře dusíku při průtoku 70 ml/min rychlostí ohřevu 10 °C/min. Následovala izotermní výdrž po dobu 3 min. Poté byl vzorek zchlazen na teplotu 0 °C. U všech měření proběhly dva cykly ohřevu. Při prvním ohřevu dochází k odstranění tepelné historie vzorku. Při druhém ohřevu je již možné materiál charakterizovat. Měření bylo opakováno třikrát.

3.2.3. Infračervená spektroskopie

Měření infračervených spekter bylo provedeno na přístroji Tenzor 27, Bruker při rozlišení 4 cm⁻¹ a počtu skenů 32. Byly použity dvě různé techniky:

- ATR – technika úplného odrazu na fázovém rozhraní vzorku a krystalu
- MIR – technika průchodu infračerveného záření vzorkem

Při technice ATR byl použit germaniový krystal, který na rozdíl od běžně užívaného diamantového krystalu nevykazuje odezvu v měřené oblasti a to 2400–1800 cm⁻¹. Měření bylo provedeno ve spektrálním rozsahu 4000–600 cm⁻¹. Všechny fólie byly změřeny z obou stran. Touto metodou byly také změřeny nerozložené zbytky vzorků po TGA analýze.

Při technice MIR byla oblast vlnové délky 4000–400 cm⁻¹.

3.2.4. Konfokální laserová rastrovací mikroskopie

Konfokální laserový rastrovací mikroskop LEXT OLS 3000, Olympus byl použitý pro ověření tloušťky fólií změřené pomocí mikrošroubu a pro určení počtu vrstev koextrudovaných fólií, které byly pro tento účel po nastříhnutí zlomeny po zkřehnutí v kapalném dusíku (byly pozorované lomové plochy).

3.2.5. Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

Rastrovací elektronový mikroskop JSM 7600F, JEOL byl použitý pro určení počtu vrstev koextrudovaných fólií a jejich tloušťky. Pozorované byly lomové plochy získané v kapalném dusíku. Vzhledem k tomu, že se jedná o nevodivé vzorky, byla na ně nanesena vrstva zlata a paladia v přístroji Polaron (Sputter Coater). Parametry naprašování: tlak 5 Pa, proud 12 mA, urychlovací napětí 1,6 kW, čas 60 s.

4. VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1. Termogravimetrická analýza

Výsledky TGA kontinuálního ohřevu jsou shrnuty v tabulce 4. TGA křivky vzorků 1, 2 a 7 jsou zobrazeny na obr. 11. Opakovatelnost měření byla velmi dobrá, což je ukázáno na obr. 12 pro vzorek 5. Všechny vzorky se, kromě biodegradabilní fólie, rozložily v jednom rozkladném kroku. Inflexní bod tohoto kroku odpovídá teplotě největší rychlosti rozkladu (T_{max}), která je pro PE vzorky asi 440 °C, u biodegradabilní fólie asi 390 °C. Vzorek 2 se jako jediný rozložil zcela bezzbytku, u ostatních vzorků vždy zůstala malá část nerozložena.

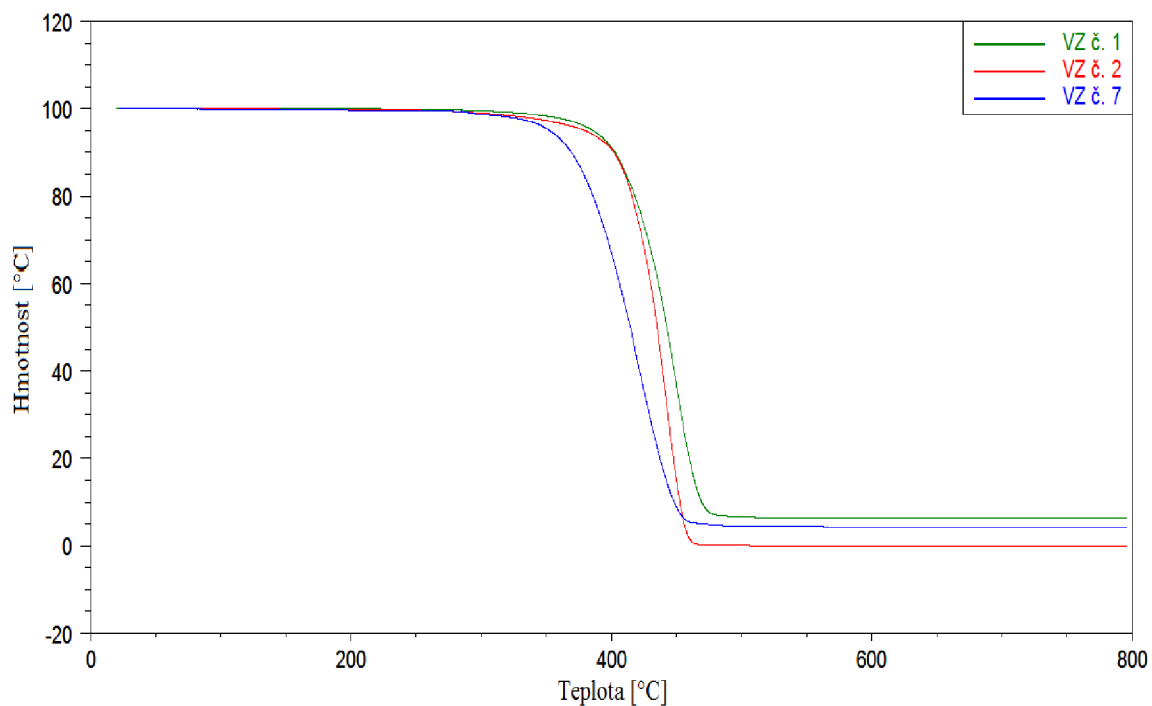
Měření po přepnutí na vzdušnou atmosféru mělo za úkol určit případný obsah pyrogenního uhlíku a u vzorků 1 a 7 pak obsah sazí, kvůli černému zbarvení. Úbytky hmotnosti byly po přepnutí na vzduch velmi malé a to 0,1–0,2 %. Vzhledem k tomu, že k těmto úbytkům došlo u všech vzorků fólií, není tento úbytek u vzorku 1 a 7 připsán rozkladu sazí. Černá barva je přisouzena jiným pigmentům.

Tabulka 4: Úbytek hmotnosti a teploty T_{max} v inertní atmosféře a po přepnutí na vzdušnou atmosféru

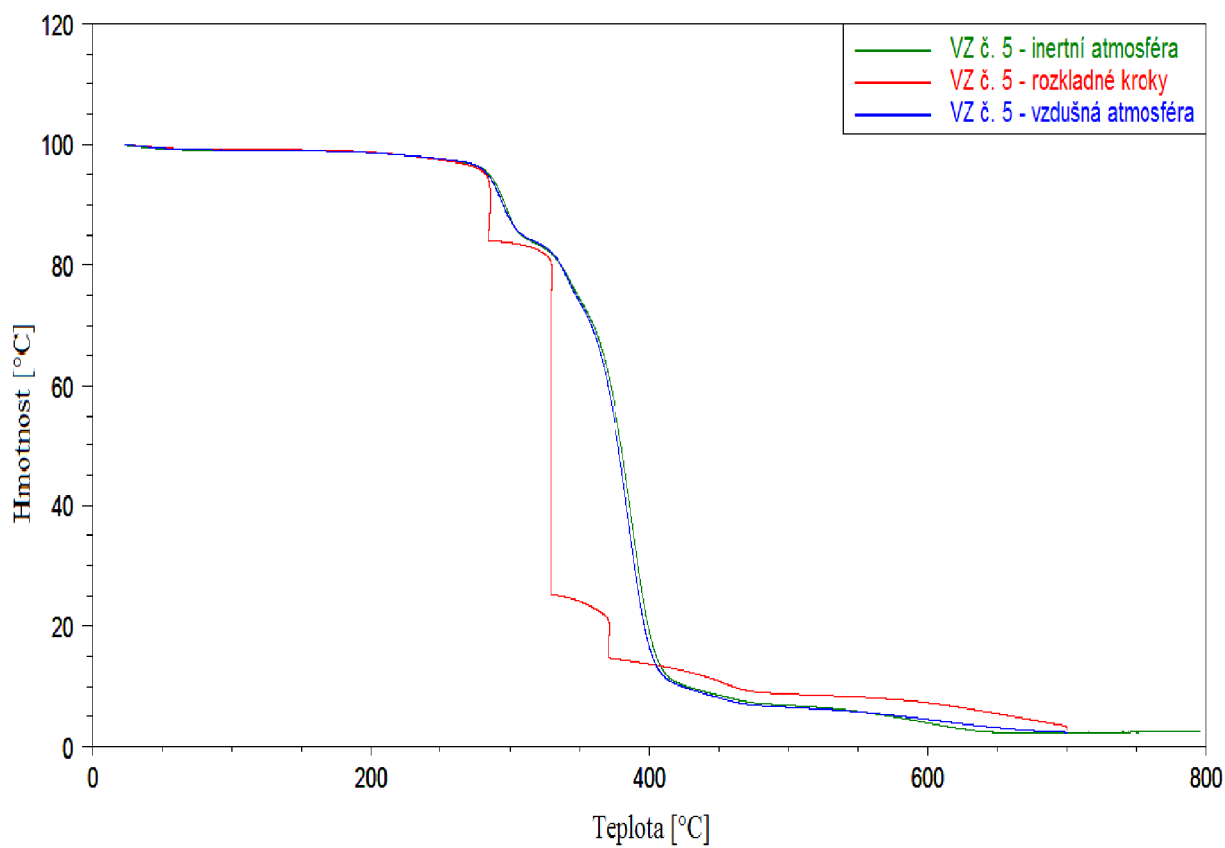
Číslo vzorku	Inertní atmosféra		Inertní a vzdušná atmosféra	
	Úbytek hmotnosti do teploty x °C [%]	T_{max} [°C]	Úbytek hmotnosti [%]	T_{max} [°C]
1	93,7	449,2	93,8	444,3
2	100,0	440,5	100,0	446,6
3	96,6	440,0	96,7	441,1
4	96,8	440,7	96,6	442,2
5	97,5	387,4	97,7	393,6
6	92,5	441,7	92,6	447,5
7	95,8	418,5	95,9	436,4

Protože testované fólie po roztavení představují polymerní směsi, byla k rozdělení hlavního rozkladného kroku použita kroková analýza, jejíž výsledky jsou shrnuty v tabulce 5. Vzorky 1 – 4 se rozložily ve dvou krocích, přičemž druhý krok pravděpodobně odpovídá rozkladu rekombinovaných látek vzniklých při hlavním rozkladném kroku a/nebo aditivům. U vzorku 1 a 2 část úbytku hmotnosti tohoto kroku připadá rozkladu silikonu.

Vzorek 5 se jako jediný rozkládal v pěti krocích, které se už projevíly při kontinuálním ohřevu a kromě největšího rozkladného kroku, který náleží polylaktidu, přísluší ostatní rozkladné kroky plnivu – kukuřičnému škrobu. TGA křivka tohoto vzorku při krokové analýze je znázorněna na obrázku 12.



Obr. 11: TGA křivky vzorků 1, 2 a 7



Obr. 12: TGA křivky vzorku 5: kontinuální ohřev v inertní atmosféře (zelená křivka), s přepnutím na vzduch (modrá křivka) a kroková analýza (červená křivka)

Tabulka 5: *Úbytky hmotnosti u krokové analýzy*

Číslo vzorku	Úbytek hmotnosti [%]					celkem
	1. krok	2. krok	3. krok	4. krok	5. krok	
1	86,5	7,0	–	–	–	93,5
2	96,0	3,7	–	–	–	99,7
3	91,0	4,6	–	–	–	95,6
4	92,6	3,5	–	–	–	96,1
5	16,0	58,9	10,6	5,6	5,9	97,0
6	75,9	10,9	5,8	–	–	92,6
7	54,2	37,8	3,1	–	–	95,1

4.2. Stanovení počtu vrstev a tloušťky fólií

Tloušťka fólií byla měřena mikrošroubem a pomocí CLSM. Její hodnoty jsou uvedené v tabulce 5. Pomocí SEM byly analyzovány pouze vzorky 1, 2, 3, 6 a 7. Jednotlivé vrstvy fólií byly určeny na základě jiného kontrastu CLSM snímků; na snímcích ze SEM bylo možné rozeznat i plnivo. U některých vzorků je tloušťka měřena mikrošroubem větší ve srovnání s CLSM. Ke ztenčení došlo pravděpodobně při lomu v dusíku; dost zdeformované byly po lomu vzorky 5 a 6. Pouze jednovrstvá byla biodegradabilní fólie; fólie na bázi PE obsahovaly 2 až 4 vrstvy.

U vzorku 1 byly určeny čtyři vrstvy. Nejtentí vrstva o tloušťce kolem 1 μm přísluší silanu, jak potvrdila FTIR-ATR analýza. Vzhledem k tomu, že je silanová vrstva u vzorku 2 transparentní, lze předpokládat, že silanová vrstva leží na černě zbarvené další vrstvě. Další tři vrstvy obsahují nějaký druh plniva, které se na SEM snímcích projevuje světlými body. Všechny vrstvy byly dobře pozorovány jak na CLSM (obr. 13) tak na SEM (obr. 14).

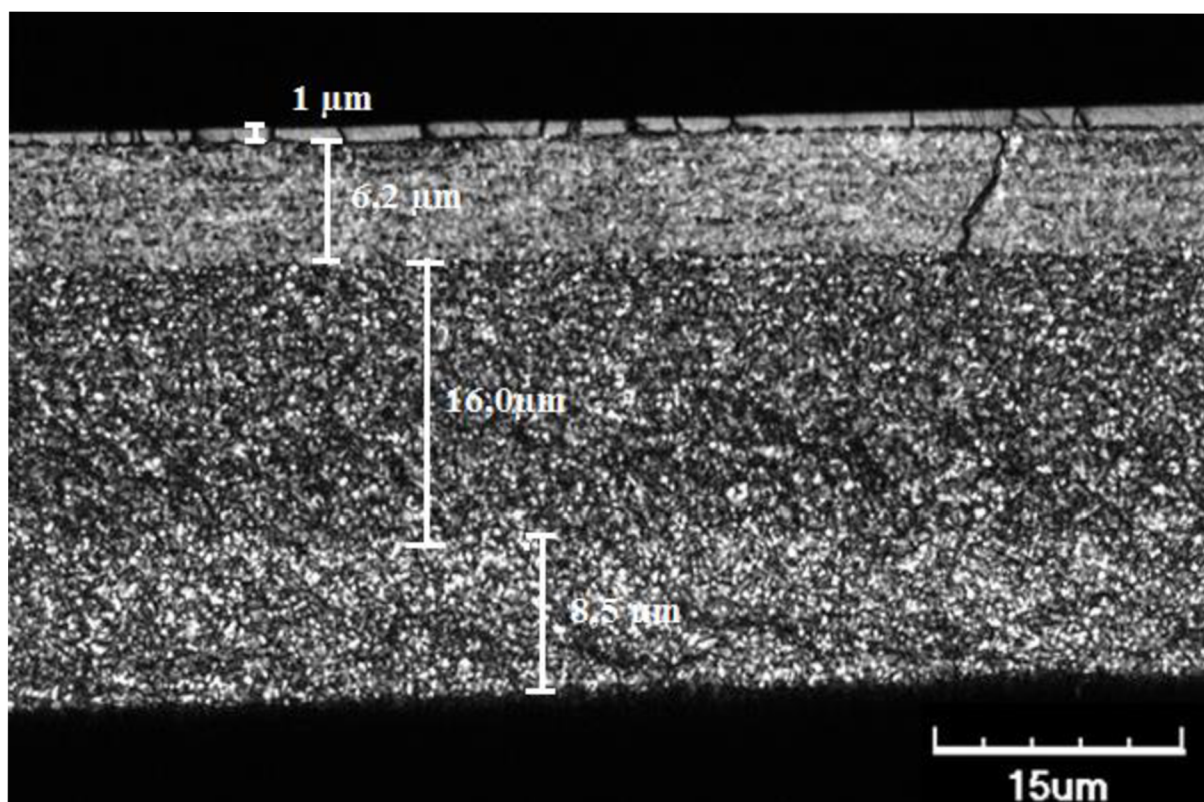
Vzorek 2 je složen ze tří vrstev. Nejtentí je vrstva silanu; dalších dvě vrstvy obsahují anorganické plnivo.

U vzorku 6 byly jednotlivé vrstvy pozorovány pouze v optickém módu, jak je zřejmé na obr. 15), protože konfokální mód tyto vrstvy nerozlišil (obr. č. 16). Na snímcích ze SEM lze pozorovat, že se jedná o plněný systém. Z tvaru plniva lze usuzovat na nějakou krystalickou látku.

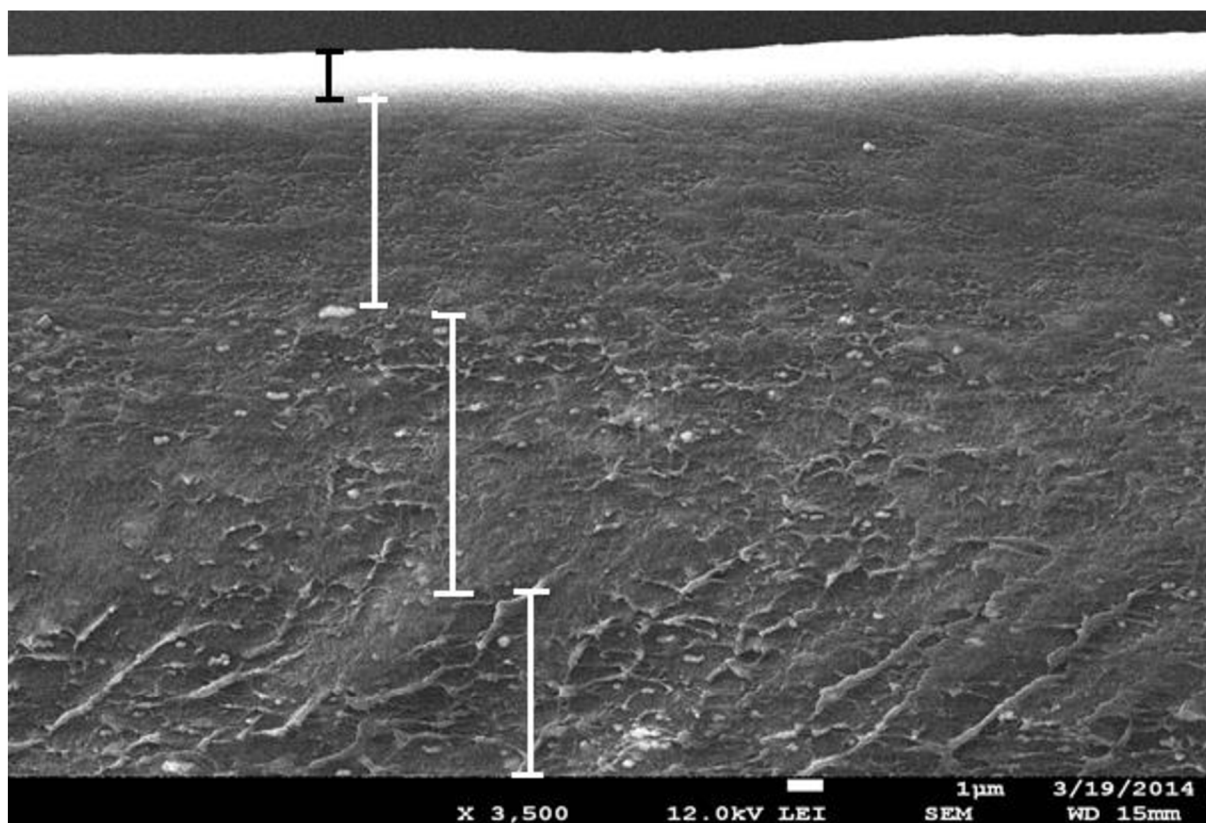
U vzorku 7 bylo na CLSM pozorováno rozhraní dvou vrstev (obr. 17). Na snímcích ze SEM lze vidět, že černá vrstva obsahuje plnivo; šedá již nikoliv (obr. 18).

Tabulka 5: *Tloušťka fólií změřená mikrošroubem a na CLSM včetně počtu jednotlivých vrstev*

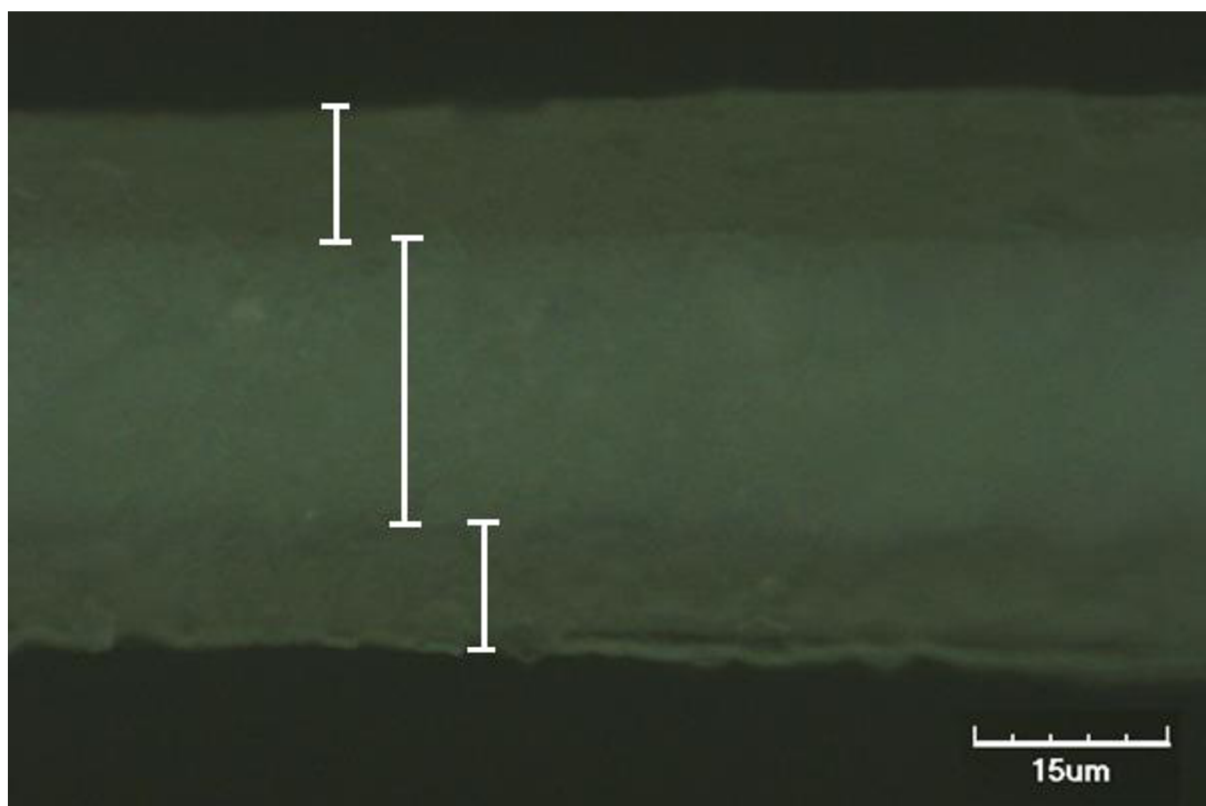
Číslo vzorku	Mikrošroub [μm]	CLSM celkem [μm]	Počet vrstev	Tloušťka jednotlivých vrstev			
				1. vrstva [μm]	2. vrstva [μm]	3. vrstva [μm]	4. vrstva [μm]
1	32,0 ± 0,5	31,1 ± 1,9	4	0,9 ± 0,2	6,2 ± 1,3	16,0 ± 0,6	8,5 ± 0,7
2	57,0 ± 0,5	53,3 ± 0,7	3	0,8 ± 0,2	2,9 ± 1,5	23,1 ± 1,7	–
3	25,0 ± 0,5	19,9 ± 1,0	3	5,7 ± 2,2	10,7 ± 2,0	3,7 ± 1,0	–
4	25,0 ± 0,5	25,7 ± 4,9	4	25,7 ± 4,9	–	–	–
5	42,0 ± 0,5	40,7 ± 0,5	1	40,7 ± 0,5	–	–	–
6	58,0 ± 0,5	49,0 ± 3,7	3	13,6 ± 2,0	23,9 ± 0,5	12,5 ± 2,1	–
7	33,0 ± 0,5	28,6 ± 1,5	2	20,7 ± 1,7	8,1 ± 0,4	–	–



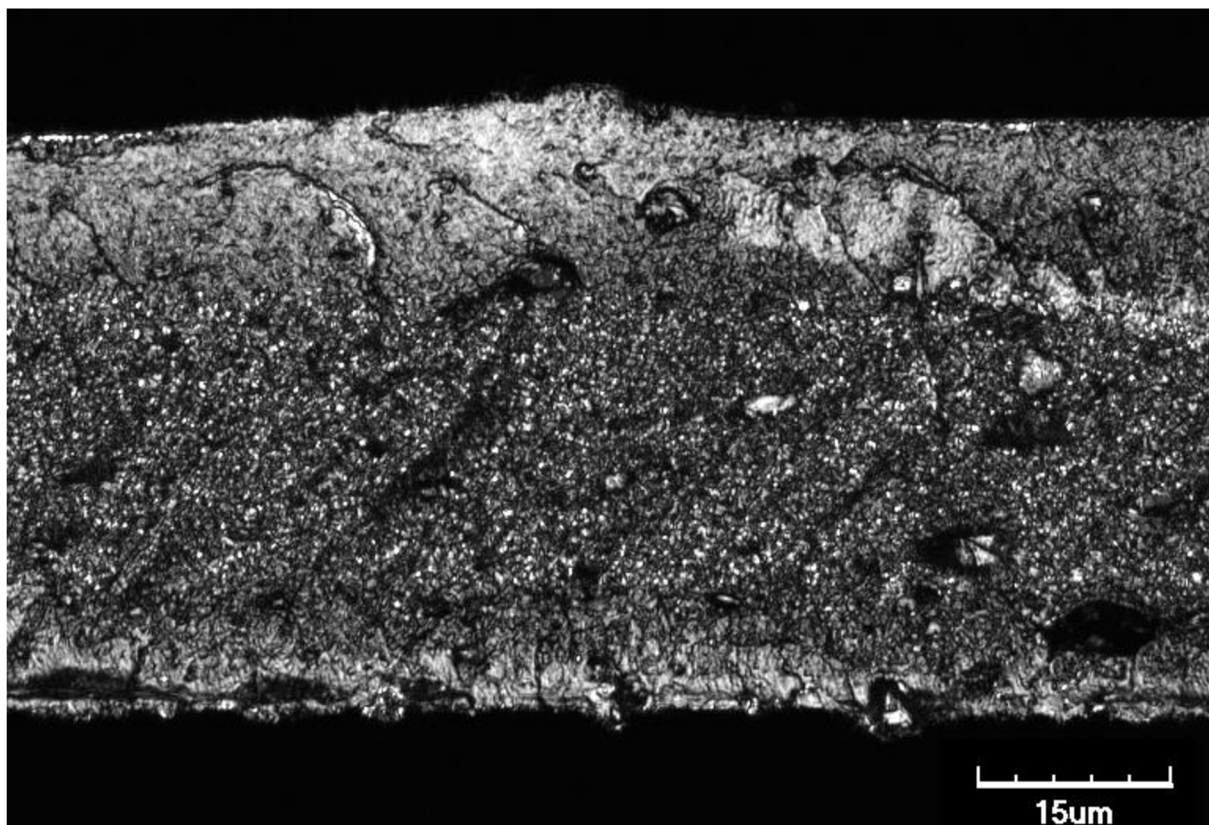
Obr. 13: *CLSM snímek lomové plochy vzorku 1*



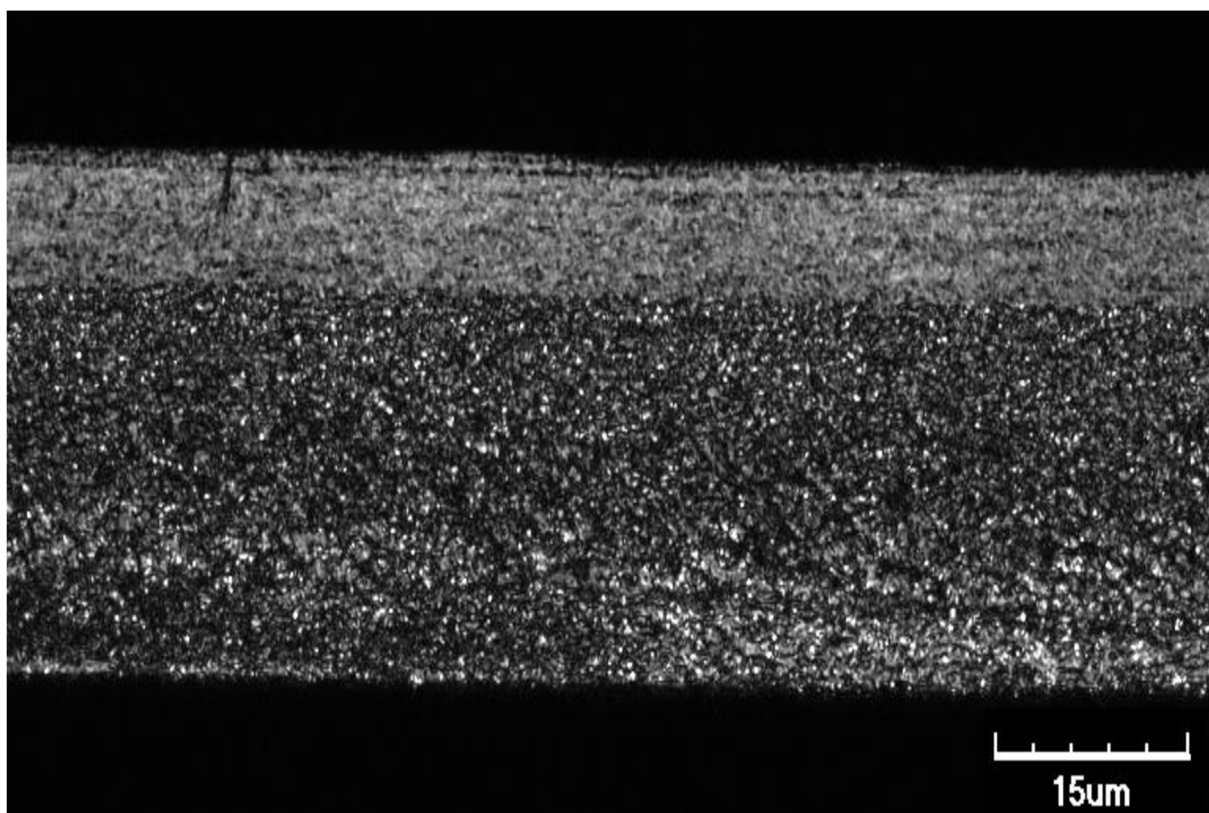
Obr. 14: SEM snímek lomové plochy vzorku 1



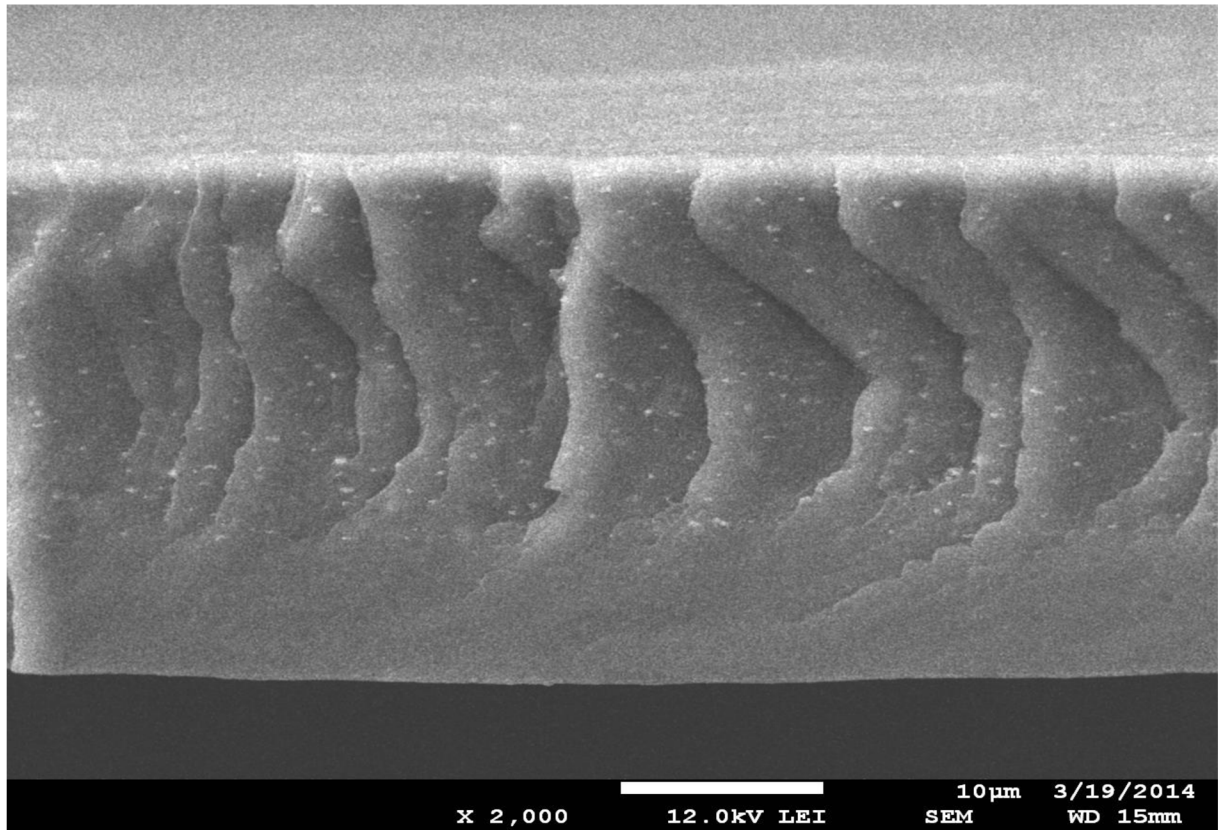
Obr. 15: Snímek lomové plochy vzorku 6 na optickém mikroskopu



Obr. 16: CLSM snímek lomové plochy vzorku 6



Obr. 17: CLSM snímek lomové plochy vzorku 7



Obr. 18: *SEM snimek lomové plochy vzorku 7*

4.3. Infračervená spektroskopie

Infračervená spektra obalových fólií 1–7 měřených na odraz jsou uvedena na obr. 19–25; infračervená spektra na průchod jsou uvedena na obr. 26.

Vzorek 1:

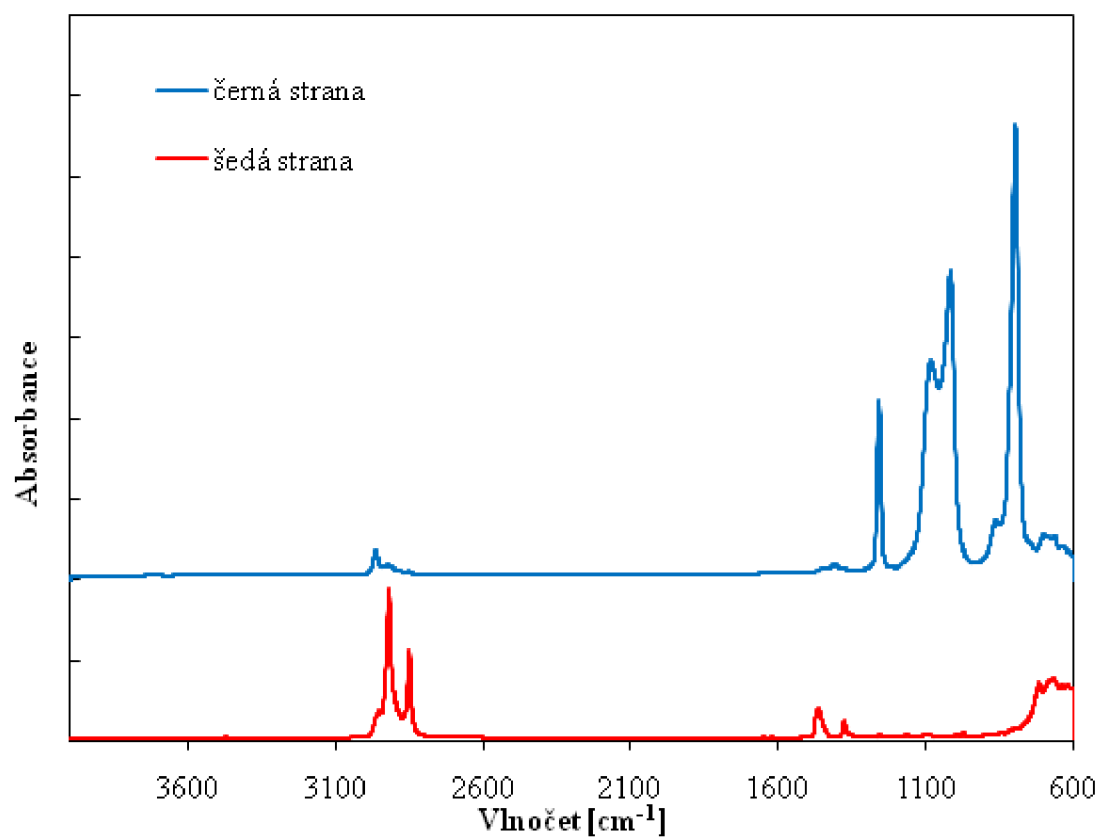
Strany fólie se od sebe liší jak na základě rozdílných barev, tak i rozdílnými spektry (obr. 19). Základem šedé strany je PE zatímco u černé strany se jedná o silikon, s velkou pravděpodobností polydimethylsiloxan. Lze také předpokládat, že černá je až vrstva pod silikonem. Spektrum na průchod (FTIR-MIR) prokázalo přítomnost obou polymerů a zvednuté pozadí pod vlnočtem 719 cm^{-1} , což prokazuje přítomnost plniva, které je obsaženo jak v šedé tak i ve střední vrstvě.

Popis spektra FTIR-ATR černá strana: Charakteristický rozštěpený pás při vlnočtu 1083 cm^{-1} 1017 cm^{-1} přísluší vazbě Si–O a pásy 1259 cm^{-1} a 800 cm^{-1} vazbě Si–CH₃, které dále přísluší také pás 863 cm^{-1} . Hlavní složkou této strany je silikon, s velkou pravděpodobností polydimethylsiloxan. Rozštěpený absorpční pás valenčních vibrací při 2963 cm^{-1} a 2921 cm^{-1} je charakteristický pro CH₃ a CH₂ skupiny a dle intenzity naznačuje také odezvu od PE. Pás 1411 cm^{-1} je přiřazený dvojně vazbě.

Popis spektra FTIR-ATR šedá strana: Charakteristický rozštěpený dvojitý pás valenčních vibrací při maximech 2918 cm^{-1} a 2850 cm^{-1} a pásy deformačních vibrací 1465 cm^{-1} a 1376 cm^{-1} přísluší CH₂ skupinám; pásy jsou charakteristické pro PE. Valenční pás 2962 cm^{-1} a deformační pás 1376 cm^{-1} náleží skupině CH₃ a značí přítomnost koncových řetězců PP. Zvednuté pozadí v oblasti vlnočtů pod 718 cm^{-1} poukazuje na přítomnost plniva.

Popis spektra na průchod (obr. 26): Vzhledem k tomu, že fólie byla příliš tlustá, byly pásy valenčních vibrací 2951 cm^{-1} až 2844 cm^{-1} , satureovány. Přítomnost CH₂ skupin je potvrzena deformačními vibracemi při 1465 cm^{-1} a 1376 cm^{-1} arRozštěpeným pásem s maximy při 729 cm^{-1} a 720 cm^{-1} , který prokazuje vysoký krystalický podíl PE. Kromě PE a polydimethylsiloxanu nebyla prokázána přítomnost další látky.

Po TGA analýze do 550 °C v inertní atmosféře zůstal ve vzorku zastoupen polydimethylsiloxan a také plniva/barviva. S přepnutím na vzdušnou atmosféru se organická část polydimethylsiloxanu rozložila a zůstalo zastoupeno jen malé množství (nízká intenzita) vazeb Si–O (široký pás v oblasti $1200\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$) a patrně anorganických plniv/barviv nebo jejich zbytků (pás nízké intenzity kolem 1580 cm^{-1}).

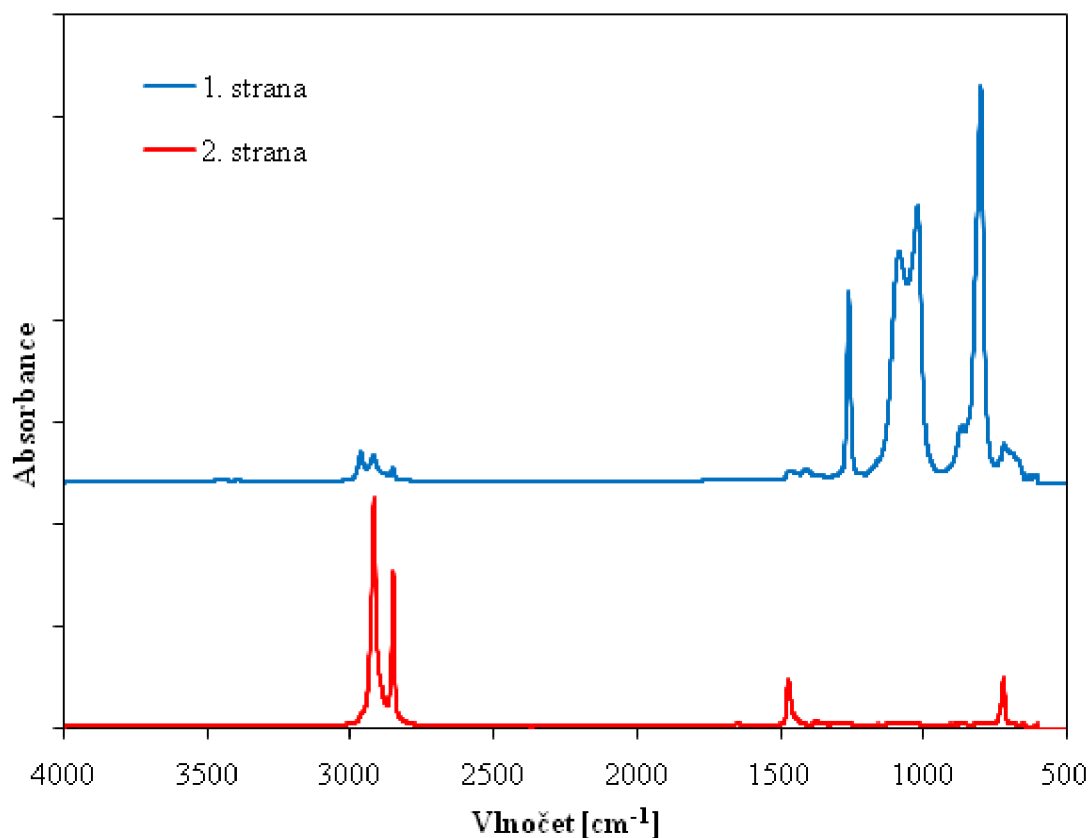


Obr. 19: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 1

Vzorek 2

Strany fólie se liší rozdílnými spektry (obr. 20), liší se tedy složení obou povrchů, i když je vzorek transparentní. Obě spektra jsou však téměř stejná se spektry vzorku 1. Je tedy zřejmé, že je jedna strana fólie tvořená silikonem a druhá strana PE. Zde ale chybí odezva PP, tedy valenční pás 2962 cm^{-1} , s čímž souvisí pás velmi nízké intenzity 1373 cm^{-1} , který přísluší skupině CH_2 . Celková slabší intenzita silikonu svědčí o jeho nižším zastoupení, což bylo potvrzeno měřením tloušťky na CLSM. Nižší tloušťka také vysvětluje silnější odezvu PE, tedy intenzivnější valenční pásy 2919 cm^{-1} a 2850 cm^{-1} . Ani jedna ze stran neprokázala odezvu na plnivo nebo spíše barvivo, jak to také potvrdilo spektrum na průchod (obr. 26), které je téměř totožné se spektrem vzorku 1. Nepřítomnost PP vysvětluje značně nižší intenzitu pásu 1373 cm^{-1} .

Po TGA analýze v inertní atmosféře do 550 °C zůstal ve vzorku zastoupen křemičitanovým zbytkem po polydimethylsiloxanu, který se s přepnutím na vzdušnou atmosféru částečně rozložil.



Obr. 20: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 2

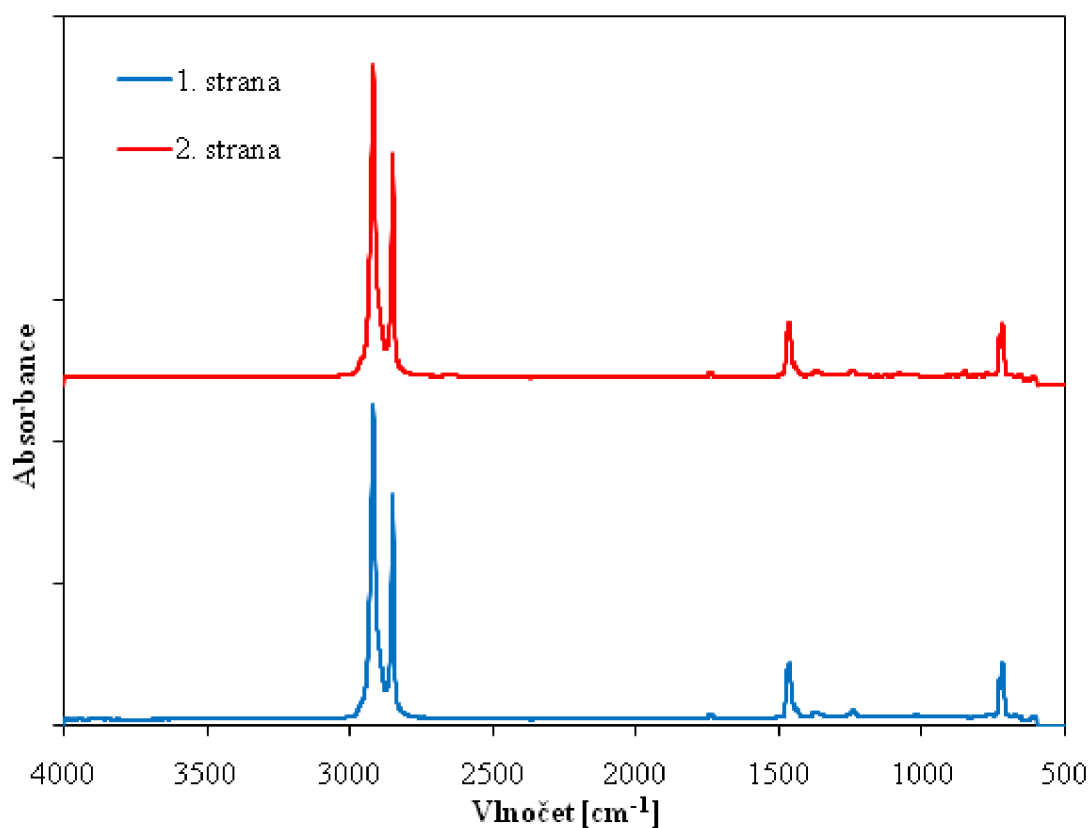
Vzorek 3:

Obě strany fólie vykazují stejnou odezvu spekter (obr. 21). Základem obou stran fólie je PE. Rozštěpený pás při vlnových délkách 2918 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} , 1464 cm^{-1} a rozštěpený pás 730 cm^{-1} a 712 cm^{-1} přísluší skupině CH_2 . Poslední pás svědčí o vysoké krystalinitě PE.

Zbylé pásy nízké intenzity přísluší polyetylénvinylacetátu (EVA), jak uváděl výrobce. Odezva při 1740 cm^{-1} přísluší $\text{C}=\text{O}$ vazbě, pásy při 1242 cm^{-1} a 1019 cm^{-1} přísluší $\text{C}-\text{O}$ vazbám.

U spektra na průchod (obr. 26) byly pásy v rozmezí 2927 cm^{-1} až 2846 cm^{-1} , saturovány, protože fólie byla příliš tlustá. Krystalický podíl PE fáze se projevil rozštěpeným pásem při 730 cm^{-1} a 712 cm^{-1} . Na rozdíl od měření FTIR-ATR se projevila i přítomnost plniv/barviv.

Po TGA analýze v interní atmosféře i po přepnutí na vzduch zůstala ve vzorku pouze plniva/jejich zbytky, což se projevilo velmi nízkou odezvou vzrostlého pozadí při vlnótu menším jak 900 cm^{-1} , což je typické pro anorganické oxidy.



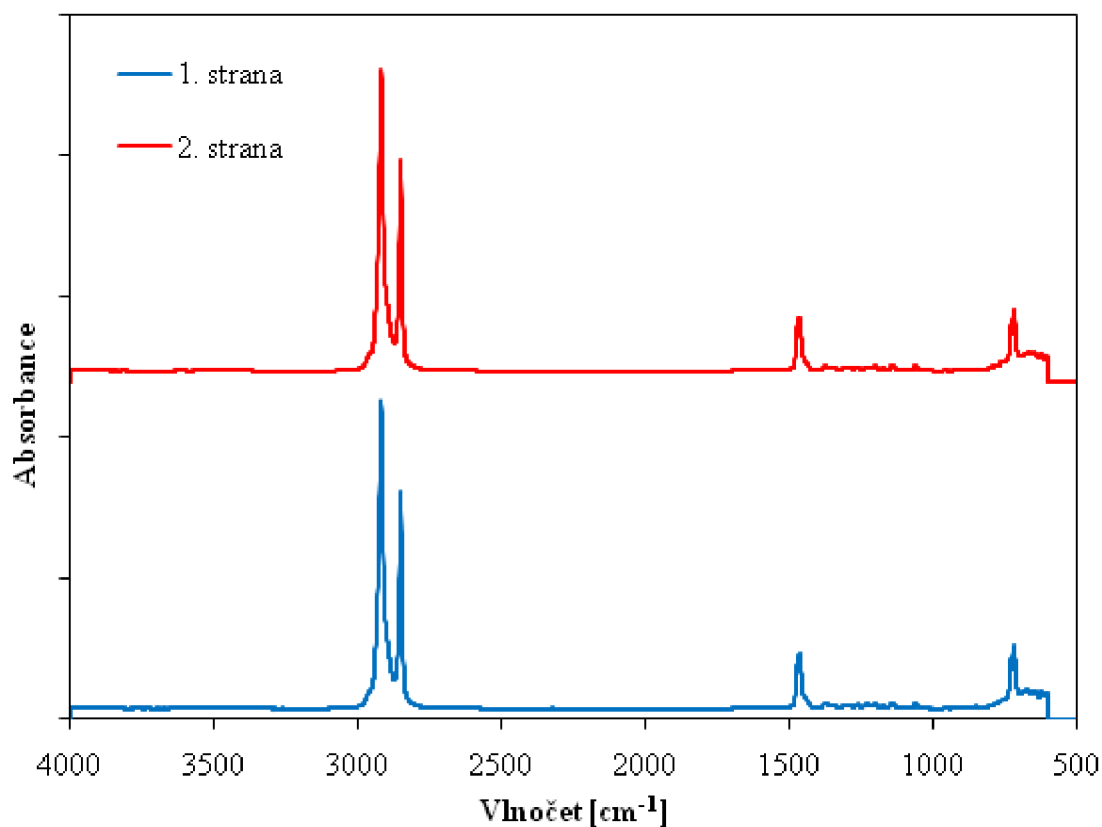
Obr. 21: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 3

Vzorek 4:

Složení obou stran fólie 4 se neliší, protože se od sebe neliší spektra (obr. 22). Obě strany jsou vyrobeny z PE, o čemž svědčí charakteristické pásy valenčních vibrací při 2918 cm^{-1} a 2850 cm^{-1} , pásy deformačních vibrací při 1464 cm^{-1} a rozštěpený pás při 730 cm^{-1} a 719 cm^{-1} , které přísluší CH_2 skupinám. Poslední pás poukázal na vysoký krystalický podíl PE.

U spektra na průřech (obr. 26) byly pásy v rozmezí 2935 cm^{-1} až 2846 cm^{-1} kvůli velké tloušťce fólie saturovány. Rozštěpeným pásem kolem 720 cm^{-1} se rovněž ve spektru projevil vysoký krystalický podíl PE. Projevila se i větší přítomnost plniva, na kterou poukazovala už spektra ATR.

Zbýlý materiál po TGA analýze v interní atmosféře i po přepnutí na vzduch vykázal pouze široký pás nízké intenzity a to v oblasti $1185\text{--}1140\text{ cm}^{-1}$, což lze připsat křemičitanovému plnivu/jeho zbytku.



Obr. 22: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 4

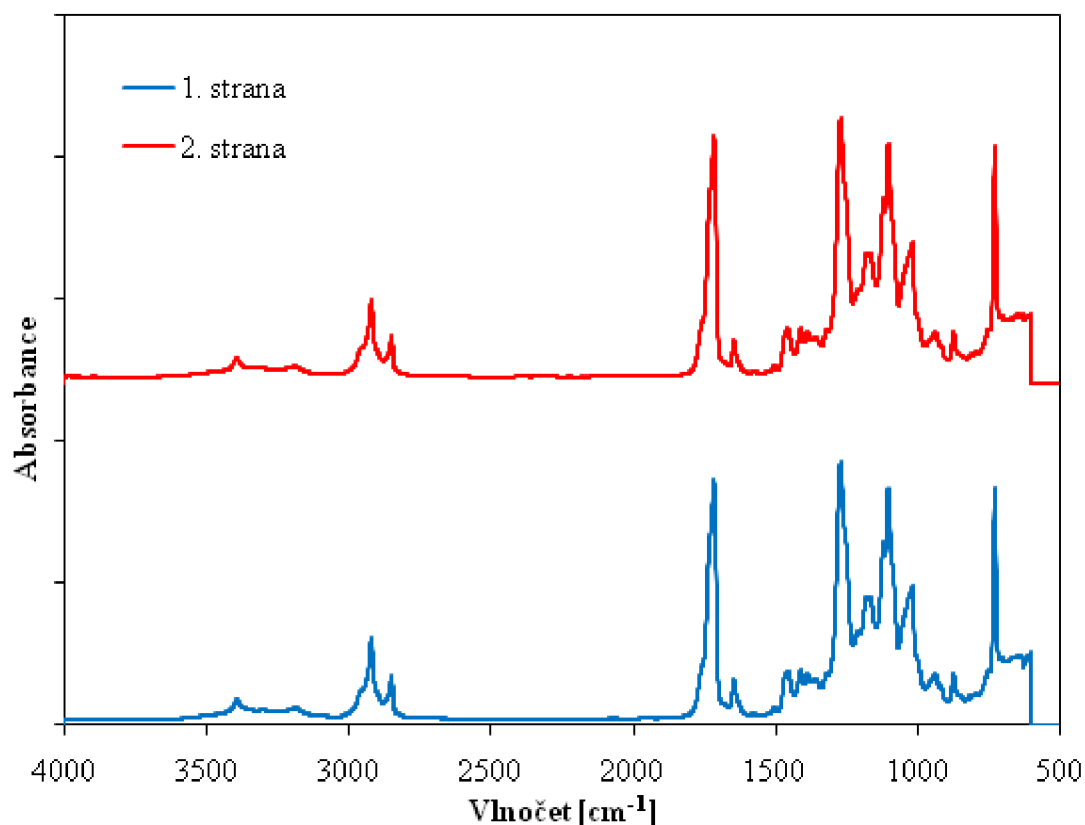
Vzorek 5:

Strany fólie se od sebe složením neliší (obr. 23). Obě strany sestávají z polyaktidu (PLA) a kukuřičného škrobu, jejichž pásy se velkou měrou překrývají. Pásky 3190 cm^{-1} a 3394 cm^{-1} přísluší OH skupinám, kterým lze dále přiřadit pásy 1019 cm^{-1} a 938 cm^{-1} . V oblasti kolem 3200 cm^{-1} však nelze vyloučit ani přítomnost nějakého amidu a to kvůli intenzivnímu pásu 1645 cm^{-1} . Kdyby se tato odezva dvojné vazby projevila i ve spektru na průchod, příslušel by pás OH skupinám od škrobu, ale není tomu tak. Valenční pásy 2921 cm^{-1} a 2850 cm^{-1} přísluší skupině CH_2 , přičemž rameno prvního pásu svědčí také o přítomnosti skupin CH_3 .

Dalším C–H vibracím přísluší pásy 1457 cm^{-1} , 1388 cm^{-1} a 873 cm^{-1} . Pásky 1717 cm^{-1} , 1271 cm^{-1} , 1180 cm^{-1} a 1103 cm^{-1} přísluší C=O a C–O–C vazbám. Vysoká intenzita pásu při 730 cm^{-1} poukazuje na přítomnost nějaké další látky, která je bohatá na CH_2 skupiny a může být svázaná s pásem dvojné vazby 1645 cm^{-1} .

U spektra na průchod (obr. 26) jsou pásy, jež přísluší C = O skupinám (1717 cm^{-1} a 1271 cm^{-1}) pro velkou tloušťku fólie saturovány a OH skupiny škrobu vykazují kolem 3362 cm^{-1} široký intenzivní pás. Z toho lze usuzovat, že je škrob přítomný ve vysokém množství také ve vnitřní vrstvě fólie. Ve srovnání s ATR spektry nepřibyly žádné nové pásy, naopak, neprojevil se pás dvojné vazby, který se vyskytuje jen v obou vnějších vrstvách.

Zbylý materiál po TGA analýze v interní atmosféře i po přepnutí na vzduch vykázal pouze široký pás nízké intenzity v oblasti $1150\text{--}1140\text{ cm}^{-1}$, což lze připsat křemičitanovému plnivu/jeho zbytku; stoupající pozadí svědčí o přítomnosti anorganických oxidů.



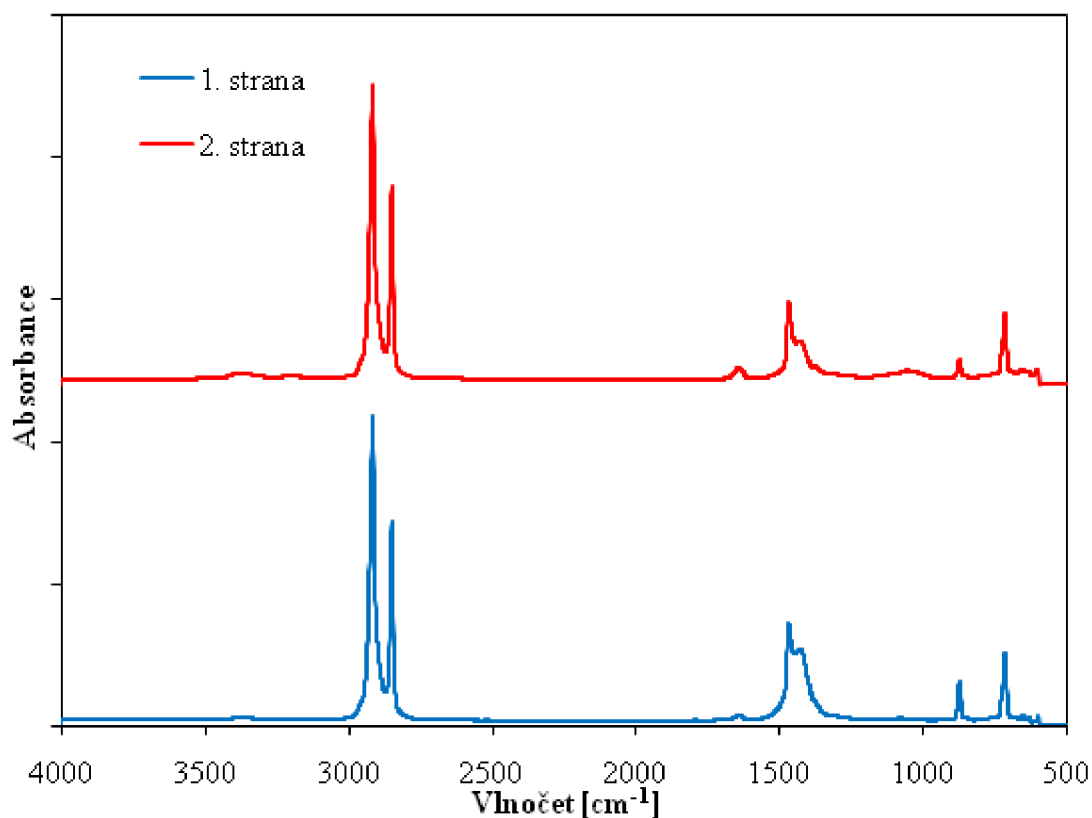
Obr. 23: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 5

Vzorek 6:

Obě strany fólie mají velice podobná spektra (obr. 24), jež se od sebe liší mírou intenzity jednotlivých pásů. Základem je opět PE, který je zde velmi pravděpodobně plněný vápencem (pásky 1430 cm^{-1} , 875 cm^{-1} a 717 cm^{-1}). Pásky při 3200 cm^{-1} , 3360 cm^{-1} a z části také pás 1646 cm^{-1} poukazují na přítomnost nějakého amidu. Fólie navíc pravděpodobně obsahuje i siliku, jež se projevila širokým pásem při 1058 cm^{-1} . Strana jedna se zdá být dle intenzity bohatší na amid a siliku, strana dva na vápenec.

Ve spektru na průřech (obr. 26) se saturovanými pásky v oblasti 2941 cm^{-1} až 2844 cm^{-1} se kromě vápence projevila přítomnost anorganického plniva a to zvednutým pozadím v oblasti pod 720 cm^{-1} . Aditivům přísluší pásky nízké intenzity, kdy pás při 3600 cm^{-1} přísluší OH skupině a pás 1796 cm^{-1} C=O vazbě. Přítomen tedy může být ester kyseliny

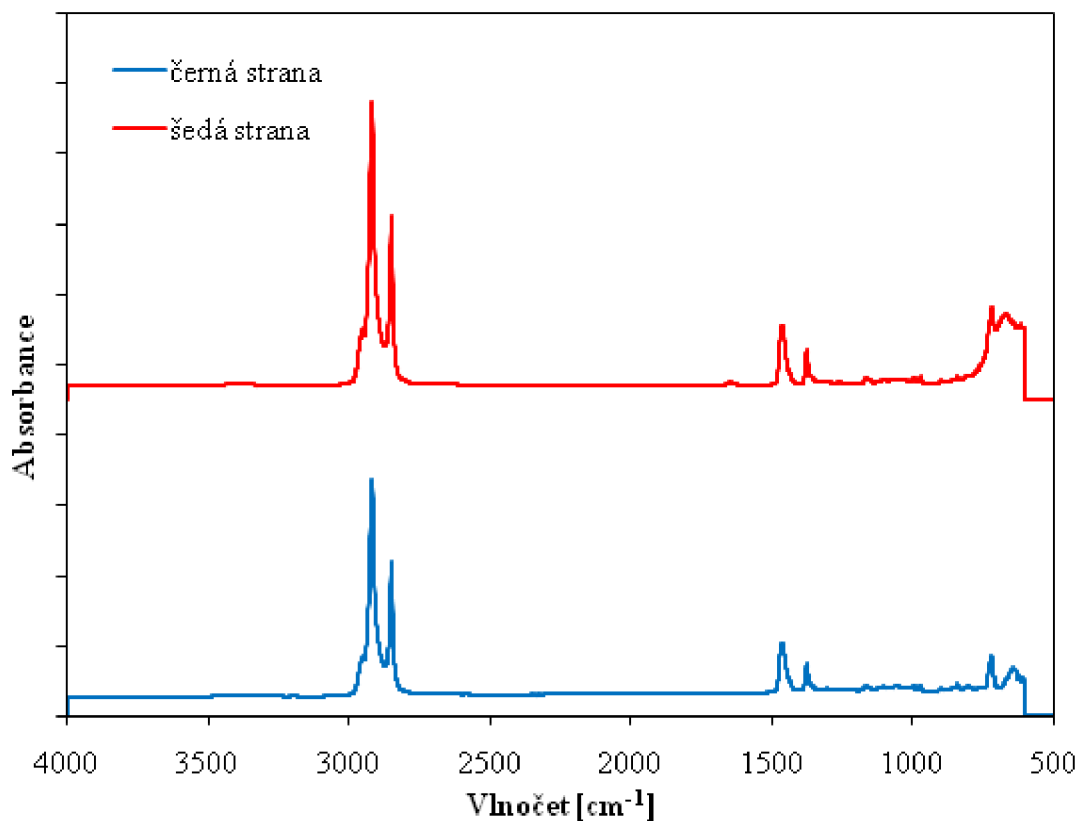
Protože byla TGA analýza provedena jen do 550 $^{\circ}\text{C}$, tvořil zbytek po analýze především vápenec, který se v atmosféře vzduchu rozložil jen částečně (nižší intenzita spektra) a dále také další anorganická plniva (zvednuté pozadí pod 850 cm^{-1}).



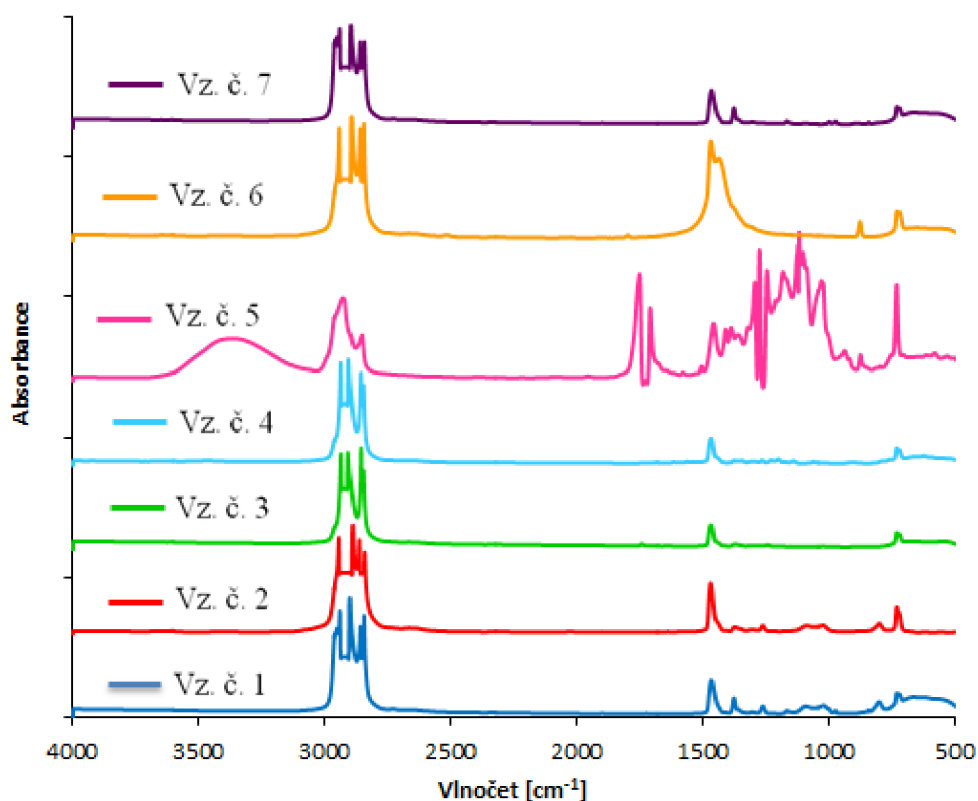
Obr. 24: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 6

Vzorek 7:

Strany fólií se od sebe liší podle barev, ale co se týče jejich spekter, liší se pouze v obsahu plniva, kdy šedá strana ho obsahuje víc než černá (obr. 25). Šedá strana vykazuje stejné spektrum jako šedá strana u vzorku 1, jedná se tedy o směs PE a PP. Plnivem může být malé množství siliky, protože zbytek po TGA vykázal pouze málo intenzivní široký pás v oblasti kolem 1100 cm^{-1} . Silika se používá jako mazivo, aby se na sebe fólie při navíjení nelepily.



Obr. 25: FTIR-ATR spektra obou stran vzorku 7



Obr. 26: FTIR-MIR spektra vzorků 1–7

4.4. Diferenční kompenzační kalorimetrie

Vyhodnocené teploty tání a stupeň krystalinity prvního a druhého ohřevu je shrnut v tabulce 7. U všech vzorků se při prvním ohřevu při teplotě cca 45 °C projevilo tzv. temperační rameno (angl. annealing shoulder), které je dobře patrné na obr. 27–30 při kterém tají malé krystalinity, které se ve fólii uspořádávaly během jejího skladování. Tento jev je pro polyolefiny typický. Identifikace polymerů byla provedena z teplot tání druhého ohřevu (T_{m2}).

U vzorků 1 a 7 byla prokázána přítomnost PPR s T_{m2} 141 °C. Pokud by nebylo sděleno, že se jedná o PPR, mohl by být polymer identifikovaný jako PP metalocenového typu [23]. Hlavní složkou obou fólií je dle LDPE s T_{m2} kolem 112 °C. Vzhledem k tomu, že PP a PE nejsou mísitelné a není znám podíl PP, nebyl u těchto vzorků proveden výpočet krystalinity. Vnitřní struktura vzorku 1 se po prvním ohřevu změnila - endotermický se rozšířil, což poukazuje na širší distribuci krystalických domén (obr. 27). U vzorku 7 tak nebylo – DSC křivky obou ohřevů jsou velmi podobné (obr. 28). Přítomnost LLDPE nebyla u vzorku 7 prokázána.

U vzorku 2 výrobce uvádí, že je vyroben z HDPE, ale už z prvního ohřevu je zřejmé, že fólie obsahuje i LDPE, tudíž se jedná o směs minimálně těchto dvou typů PE. Levé rameno píku tání prvního ohřevu s teplotou 125 °C poukazuje na přítomnost LLDPE. Rameno se při druhém ohřevu již neobjevuje, protože HDPE a LDPE jsou mísitelné.

Podle teploty tání by bylo složení vzorku 6 vyhodnoceno jako směs LDPE a LLDPE, který vykazuje tání mezi teplotou tání LDPE a HDPE, ale v tomto případě se patrně jedná pouze

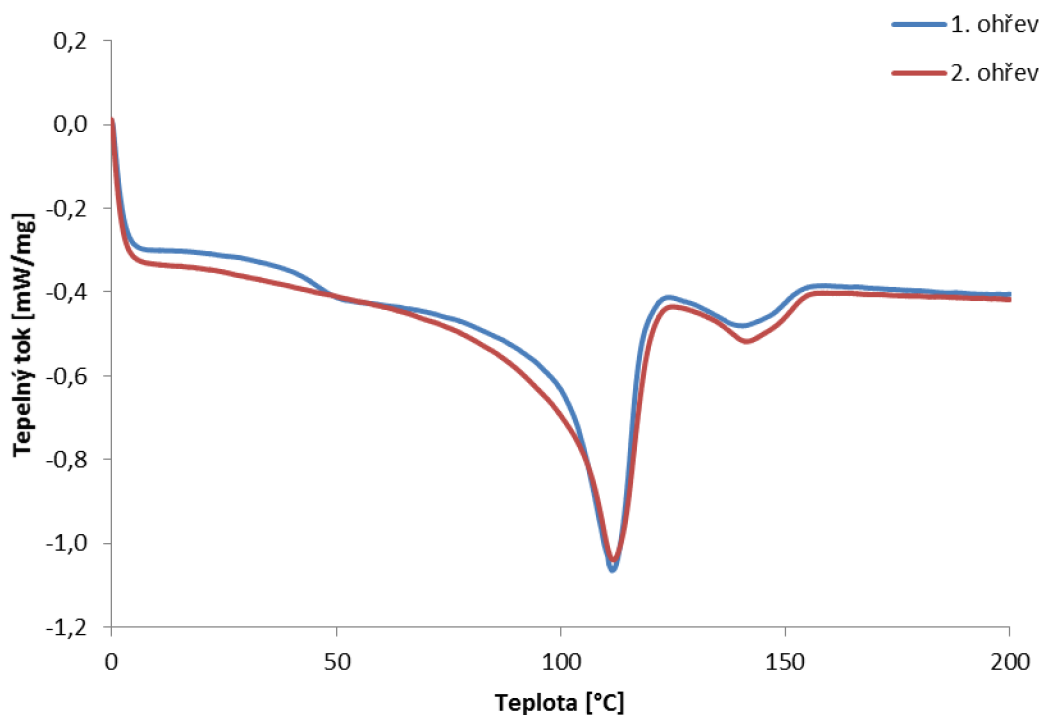
o projev tání bimodálního LLDPE, jak uvádí dodavatel. Dodavatelem uváděný HDPE nebyl prokázán. Identifikace polymerů by bez druhého ohřevu nebyla možná, jak je zřejmé z obr. 29.

Vzorek 3 je složený z HDPE a LDPE, zatímco hlavní složkou vzorku 4 je HDPE. Přítomnost LLDPE, nelze vyloučit ani u jednoho vzorku. Prokázat by ho bylo možné izotermickou krystalizací, kdy by došlo k separaci HDPE, LLDPE a LDPE. Tato však nebyla provedena a při kontinuálním chlazení rychlostí 10 °C k separaci nedošlo, jak je zřejmé z exotermických křivek uvedených na obr. 31 a 32.

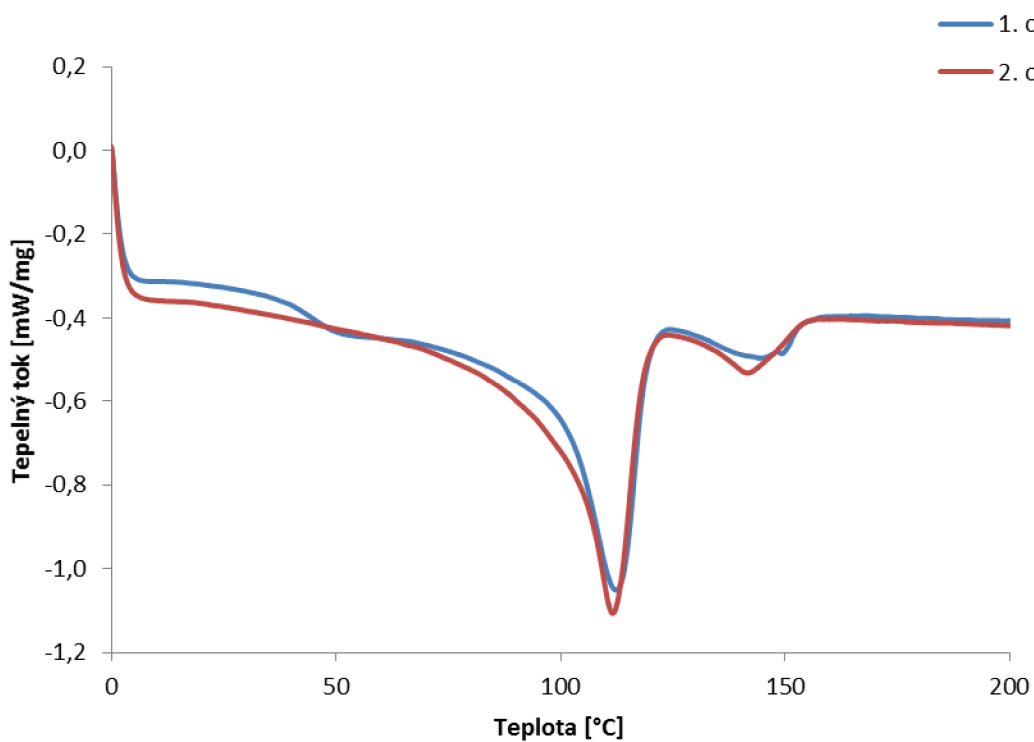
Tabulka 7: Teplota tání a stupeň krystalinity při prvním a druhém ohřevu

Číslo vzorku	1. ohřev			2. ohřev		
	T_{m1} [°C]	w_{c1} [%]		T_{m2} [°C]	w_{c2} [%]	
1	111,8 ± 1,0	140,4 ± 0,1	–	112,3 ± 0,9	141,1 ± 0,9	–
2	110,4 ± 1,4	125,1 ± 1,1	49,8 ± 1,3	111,0 ± 1,0	125,6 ± 1,3	48,5 ± 1,3
3	126,1 ± 0,9	–	54,6 ± 6,7	116,0 ± 0,8	124,0 ± 0,0	51,8 ± 3,0
4	122,5 ± 1,1	–	46,0 ± 3,2	–	124,1 ± 0,2	43,1 ± 0,3
6	114,7 ± 0,5	–	43,2 ± 5,5	110,1 ± 0,7	120,5 ± 1,3	40,4 ± 2,0
7	112,4 ± 0,4	143,7 ± 1,0	–	112,0 ± 0,4	141,7 ± 0,2	–

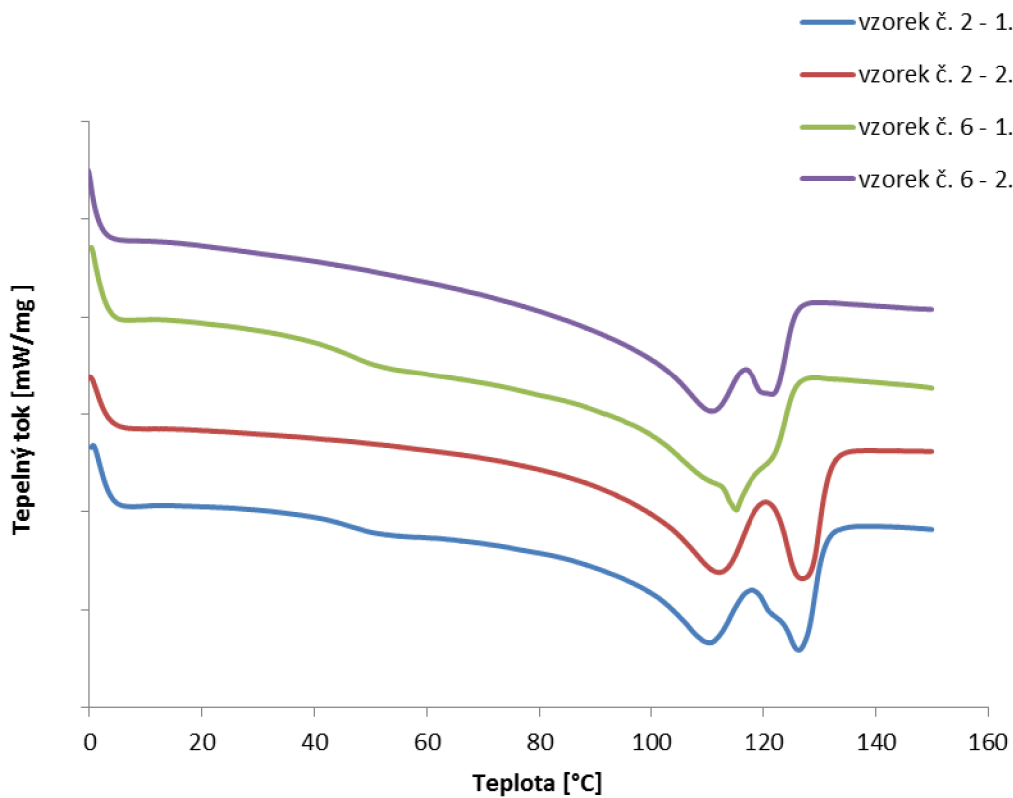
T_{m1} – Teplota tání 1. ohřevu, T_{m2} – Teplota tání 2. ohřevu, w_{c1} – krystalinita 1. ohřevu, w_{c2} – krystalinita 2. ohřevu



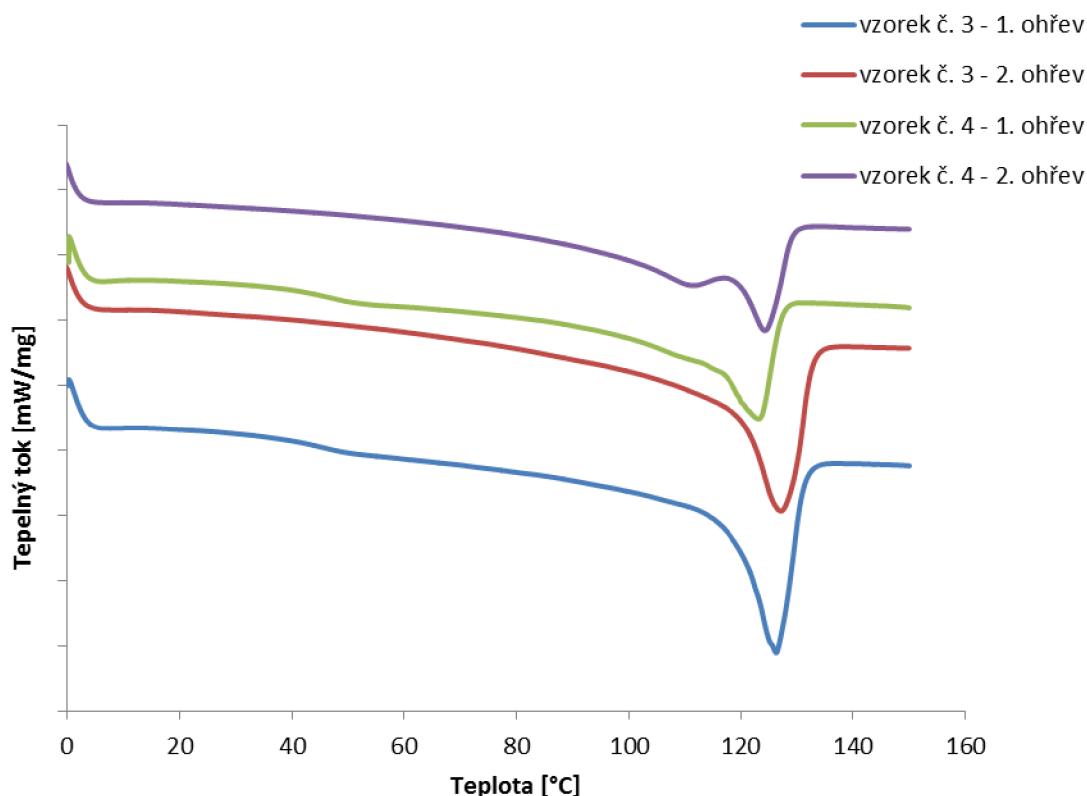
Obr. 27: DSC křivky 1. a 2. ohřevu u vzorku 1



Obr. 28: DSC křivky 1. a 2. ohřevu u vzorku 7



Obr. 29: DSC křivky 1. a 2. ohřevu u vzorků 2 a 6

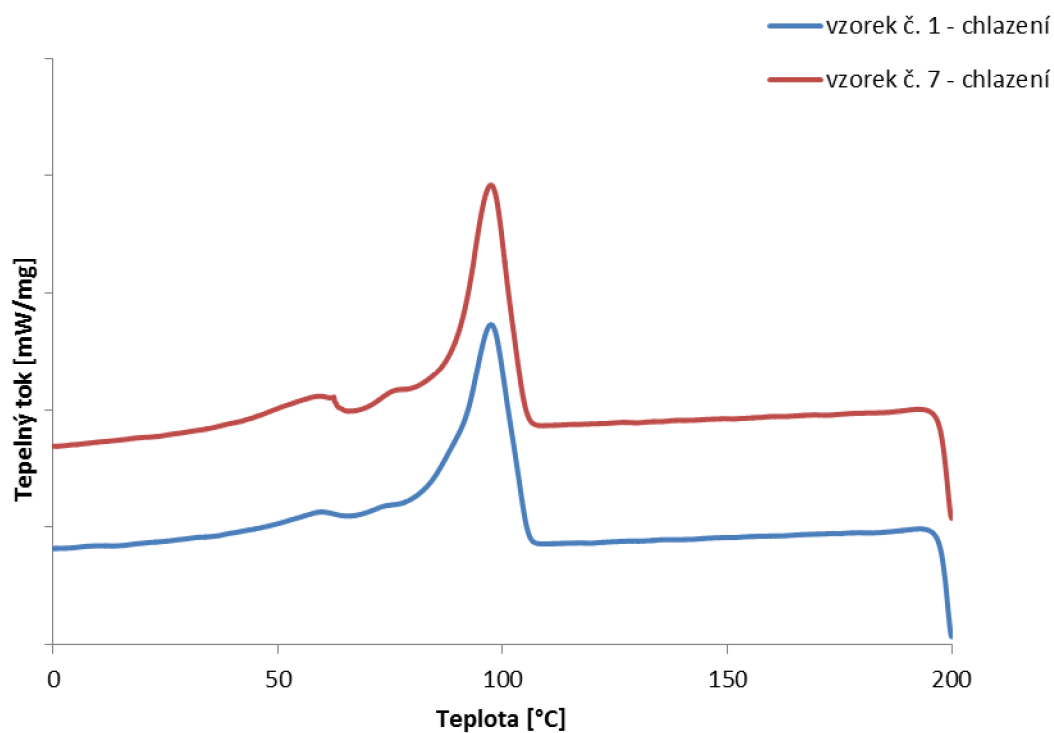


Obr. 30: DSC křivky 1. a 2. ohřevu u vzorků 3 a 4

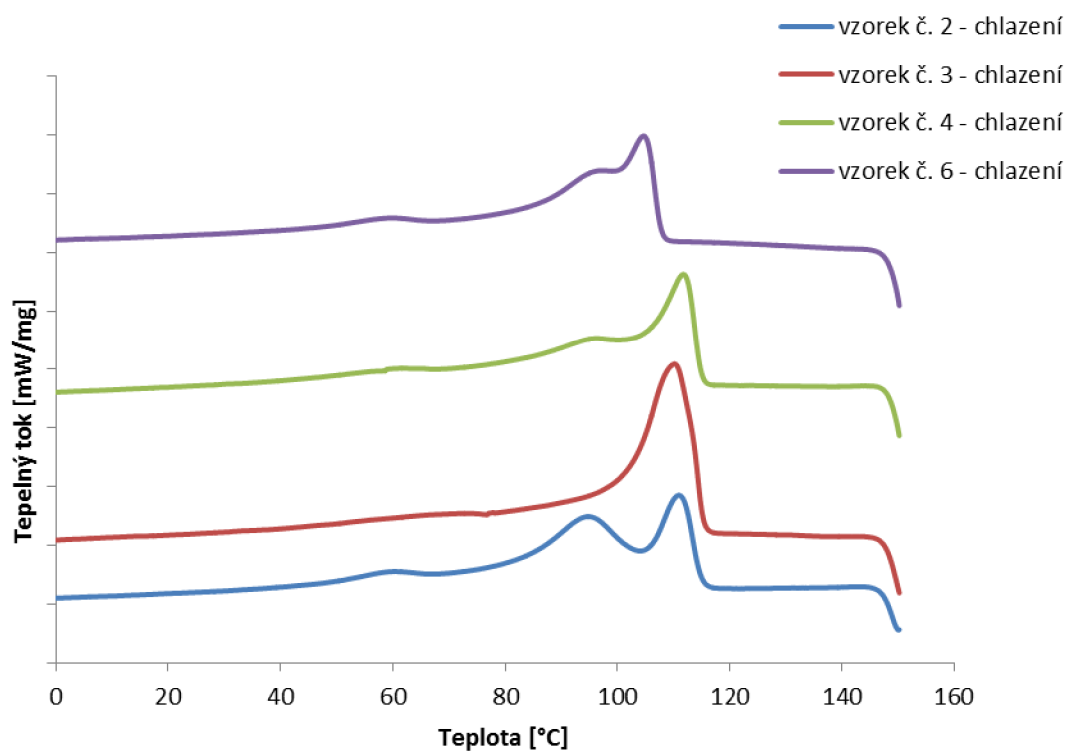
Teplota krystalizace jednotlivých druhů fólií je shrnuta v tabulce 8. Krystalizační řivky prvního i druhého chlazení byly pro jednotlivé vzorky shodné. Téměř shodné pak byly exotermické křivky vzorků 1 a 7 (obr. 31). Teplota krystalizace kolem 110 °C přísluší krystalizaci HDPE, teplota kolem 98 °C krystalizaci LDPE a/nebo LLDPE a při 60 °C krystalizují rozvětvené a krátké řetězce LDPE a LLDPE. [24].

Tabulka 7: Teplota krystalizace při chlazení

Číslo vzorku	T_c [°C]		
1	$60,4 \pm 1,2$	$97,3 \pm 0,1$	–
2	$60,7 \pm 0,6$	$95,3 \pm 0,6$	$111,2 \pm 0,4$
3	–	–	$110,4 \pm 0,2$
4	$62,9 \pm 0,6$	$96,3 \pm 0,3$	$111,0 \pm 0,8$
6	$60,3 \pm 0,2$	$98,3 \pm 0,5$	$104,4 \pm 0,1$
7	$59,0 \pm 1,4$	$97,8 \pm 0,5$	–



Obr. 31: *Krystalizační křivky 1. chlazení vzorků 1 a 7*



Obr. 32: *Krystalizační křivky 1. chlazení vzorků 2, 3, 4 a 6*

5. ZÁVĚR

V této práci byly charakterizovány koextrudované a vyfukované komerční obalové fólie na bázi PE a PP. Až na LLDPE byly identifikovány všechny typy polymerů, které uváděl výrobce. Výjimku tvořila fólie vyrobená z bimodálního LLDPE, u které nebyla prokázána přítomnost HDPE. Přítomnost jednotlivých složek byla prokázána metodou FTIR, typy PE metodou DSC. Termogravimetrie prokázala přítomnost plniv a jejich typ bylo možné určit z analýzy FTIR. Počet vrstev a jejich tloušťka byla určena metodou CLSM.

Vzorky 1 a 7 si jsou velmi podobné. U obou byla prokázána přítomnost PPR, hlavní složku tvořil LDPE. U vzorku 1 byla na rozdíl od vzorku 7 prokázána přítomnost silanové povrchové vrstvy o tloušťce cca 1 μm . Další tři vrstvy a dvě vrstvy u fólie 7 obsahují nějaký druh anorganického plniva. Černé zbarvení jedné strany fólie pravděpodobně není způsobené sazemi.

Ve vzorku 2 byl prokázán HDPE a LDPE a silanová povrchová vrstva o tloušťce asi 0,8 μm . Celkový počet vrstev byl stanovený na tři. Přítomnost LLDPE nebyla prokázána, ale nelze ji vyloučit, protože je mísitelná s HDPE. U tohoto vzorku byl pomocí SEM snímků prokázán obsah anorganických plniv obou vrstvách kromě silanové.

Vzorek 3 obsahoval malé množství kopolymeru EVA (FTIR-ATR). Kdyby nebylo známo, že je vyrobený z bimodálního LLDPE, bylo by složení dle teploty tání vyhodnoceno jako směs LDPE a LLDPE. Přítomnost HDPE nebyla prokázána. Fólie sestávala ze tří vrstev.

Hlavní složkou koextrudované fólie 4 je HDPE a malé množství LDPE a/nebo LLDPE, o čemž svědčí exotermický pík kolem 60 $^{\circ}\text{C}$, který přísluší krystalizaci rozvětvených a krátkých řetězců LDPE nebo LLDPE. Fólie sestávala ze tří vrstev.

U biodegradabilní fólie 5, která je jako jediná jednovrstvá, se při všech analýzách potvrdilo, že je složen z PLA a je plněný kukuřičným škrobem.

Oxodegradabilní fólie 6 sestávající ze tří vrstev měla být vyrobena pouze z HDPE, ale pomocí DSC se ukázalo, že je složená z LDPE a LLDPE. Jako plnivo tento vzorek obsahuje nějakou krystalickou látku, pravděpodobně vápenec, který byl pozorován i na snímcích ze SEM.

6. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MLEZIVA, Josef. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přepr. vyd. Praha: Sobotáles, 2000, 537 s. ISBN 80-859-2072-7.
- [2] KISSIN, Yury V. [online]. Munich: Hanser Publishers [cit. 2015-04-05]. ISBN 978-162-8701-005.
- [3] DUCHÁČEK, Vratislav. 2006. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 278 s. ISBN 80-708-0617-6.
- [4] TRIPATHI, by Devesh. 2002. *Practical guide to polypropylene* [online]. Rapra Technology Ltd [cit. 2015-05-05]. ISBN 978-161-3444-283.
- [5] TRIPATHI, by Devesh. 1998. *Polypropylene the Definitive User's Guide and Databook* [online]. Burlington: Elsevier [cit. 2015-04-05]. ISBN 978-081-5518-716.
- [6] MAIER, Clive a Teresa CALAFUT. 1998. *Polypropylene: the definitive user's guide and databook* [online]. Burlington: Elsevier [cit. 2015-04-05]. ISBN 978-1-884207-58-7.
- [7] KROISOVÁ, Dora. 2009. *Biodegradovatelné polymery - úvod do problematiky*. Vyd. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 78 s. ISBN 978-80-7372-468-9.
- [8] OBRUČA S., 2007: *Bioplasty - materiál budoucnosti II*. Databáze online [cit. 2013-02-22]. Dostupné na: <http://www.inovace.cz/novinky/680-bioplasty-materialbudoucnosti-ii>
- [9] LEDNICKÝ, F. *Mikroskopie a morfologie polymerů. Díl 1. Mikroskopie polymerů a preparační techniky*. 1. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2009. 71 s. ISBN 978-80-7372-486-3.
- [10] Katedra textilních materiálů, TF, TÚ, Liberec. *Metody termické analýzy: Termická gravimetrie a termická mechanická analýza* [online]. 2010, č. 6, s. 4 [cit. 2015-04-15]. Dostupné z: http://www.kmi.tul.cz/studijni_materialy/data/2013-04-17/08-43-33.pdf
- [11] ŠTARHA, P., TRÁVNÍČEK, Z. *Termická analýza*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2011.
- [12] KLOUŽKOVÁ, A., ZEMANOVÁ P., KLOUŽEK J., PABST W. *Termická analýza. Zřízení laboratoře pro praktickou výuku termické analýzy*. 2012, s. 66. Dostupné z: <http://tresen.vscht.cz/sil/sites/default/files/Termick%C3%A1%20anal%C3%BDza.pdf>
- [13] VANÍČEK, Jiří. *KATEDRA TEXTILNÍCH MATERIÁLŮ. Diferenční termická analýza (DTA) a diferenční scanovací kalorimetrie (DSC)* [online]. TF Liberec, 2014 [cit. 2015-04-15]. Dostupné z: http://www.kmi.tul.cz/studijni_materialy/data/2013-04-17/08-43-03.pdf

- [14] EHRENSTEIN, G. W.; RIEDEL, G.; TRAWIEL, P. Thermal analysis of plastics : theory and practice. Germany : Hanser Gardner Publications, 2004. 368 s. ISBN 1-56990-362-X.
- [15] CLARKE, A. R., EBERHARDT, C. N. Microscopy Techniques for Materials Science. Cambridge: Woodhead Publishing, 2002. 424 s. ISBN 1 85573 5873.
- [16] CLAXTON, N. S.; FELLERS, T. J.; DAVIDSON, M. W. Laser scanning confocal microscopy. *The Florida State University*. 37 s.
- [17] SAWYER, C. Linda, GRUBB, T. David., MEYERS, F. Gregory. Polymer Microscopy. 3. vyd. New York: Springer, 2008, 540 s. ISBN 978-0-387-72627-4.
- [18] WARWICK. *Department of physics: Scanning Electron Microscopy* [online]. 2010 [cit.2015-04-5]. Dostupné z: <http://www2.warwick.ac.uk/fac/sci/physics/current/postgraduate/regs/mpags/ex5/techniques/structural/sem3/>
- [19] *Fluorescenční mikroskopie: Konfokální mikroskop* [online]. 2012 [cit. 2015-04-30]. Dostupné z: <http://web.natur.cuni.cz/~parazit/parpages/mikroskopickatechnika/fluorescencni.htm>
- [20] KLOUDA, Pavel. *Moderní analytické metody*. 2., upr. a dopl. vyd. Ostrava: Pavel Klouda, 2003, 132 s. ISBN 80-863-6907-2.
- [21] VŠCHT. *Infračervená spektroskopie a její techniky: FTIR měření* [online]. Praha, 2010 [cit. 2015-04-30]. Dostupné z: <http://old.vscht.cz/lms/Zverze/Infrared.htm#Výběr>
- [22] OPENSTAX CNX. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy of Metal Ligand Complexes* [online]. 2015 [cit. 2015-04-30]. Dostupné z: http://cnx.org/contents/ea860b6a-2e90-4e46-a040-f24de03bbd4c@1/Fourier_Transform_Infrared_Spe
- [23] CHEREMISINOFF, Nicholas P. *Handbook of engineering polymeric materials*. New York: Marcel Dekker, c1997, xii, 881 p. [cit. 2015-01-07]. ISBN 08-247-9799-X.
- [24] Mohsen, Ali Akbar YOUSEFI a Morteza EHSANI. 2012. Study of the thermal and mechanical properties of blown films of high- and low-density polyethylene blends. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. **125**(1) [cit. 2015-05-01]. DOI: 10.1002/app.36246. ISSN 00218995.
- [25] TOKIWA, Yutaka, Buenaventurada P. CALABIA, Charles U. UGWU a Seiichi AIBA. 2009. Biodegradability of Plastics. *International Journal of Molecular Sciences* [online]. **10**(9): 3722-3742 [cit. 2015-04-06]. DOI: 10.3390/ijms10093722. ISSN 1422-0067. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/1422-0067/10/9/3722/>

7. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

AFM – mikroskopie atomárních sil

CLSM – konfokální laserová rastrovací mikroskopie

DSC – diferenční kompenzační kalorimetrie

DTG – diferenciální termogravimetrická křivka

EVA – etylenvinylacetát

FTIR – infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací

HDPE – vysokohustotní polyetylén

HMW-HDPE – polyetylén s vysokou molekulovou hmotností

hPP – homopolymery polypropylénu

LDPE – nízkohustotní polyetylén

LLDPE – lineární nízkohustotní polyetylén

MDPE – polyethylén se střední hustotou

MH – molekulová hmotnost

PE – polyetylén

PLA – polylaktid

POM – polarizační optická mikroskopie

PP – polypropylén

PPB – blokový kopolymer

PPR – náhodný (random) kopolymer

SEM – rastrovací elektronová mikroskopie

STM – rastrovací tunelovací mikroskopie

TGA – termogravimetrická analýza

UMHW-HDPE – polyetylén s ultravysokou molekulovou hmotností