

# Vliv vnějších polí na proces fázové transformace

Pavel Gargoš

---

Bakalářská práce  
2021

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

Akademický rok: 2020/2021

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení:	<b>Pavel Gargoš</b>
Osobní číslo:	<b>T18429</b>
Studijní program:	<b>B3909 Procesní inženýrství</b>
Studijní obor:	<b>Technologická zařízení</b>
Forma studia:	<b>Prezenční</b>
Téma práce:	<b>Vliv vnějších polí na proces fázové transformace</b>

### Zásady pro vypracování

1. Připravte vzorky isotaktického PB1 a vystavte je vlivu vybraných vnějších polí
2. Stanovte rychlost fázového přechodu na vybraných vzorcích
3. Vyhodnoťte a porovnejte výsledky

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

**Seznam doporučené literatury:**

ALEXANDER, L. E. X-ray diffraction methods in polymer science. New York: Wiley-Interscience, 1969. ISBN 04-710-2183-0.

Kaszonyiova, M, Rybnikar F., a Geil P.H. Crystallization and Transformation of Polybuten-1, Journal of Macromolecular Science: Part B – Physics, 2004, 43(5), 1095-1114

Kaszonyiova, M, Rybnikar F., a Geil P.H. Polymorphism of Isotactic Poly(Butene-1), Journal of Macromolecular Science: Part B – Physics, 2005, 44(3), 377-396

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. Martina Hřibová, Ph.D.**  
Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání bakalářské práce: **5. ledna 2021**

Termín odevzdání bakalářské práce: **21. května 2021**

L.S.

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

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

## **PROHLÁŠENÍ AUTORA BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

Beru na vědomí, že:

- bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému a dostupná k nahlédnutí;
- na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3;
- podle § 60 odst. 1 autorského zákona má Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užit své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- pokud bylo k vypracování bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tj. k nekomerčnímu využití), nelze výsledky bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- pokud je výstupem bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

### **Prohlašuji,**

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

Ve Zlíně, dne: 19.05.2021

Jméno a příjmení studenta: Pavel Gargoš

.....  
podpis studenta

## **ABSTRAKT**

Tato bakalářská práce se zabývá vlivem elektromagnetického pole na fázovou přeměnu II → I, jak u čistého isotaktického polybutenu – 1, tak na isotaktický polybuten – 1 obsahující příměsi.

V rámci experimentu byly připraveny vzorky s příměsí sazí, grafitu, uhlíkových nanotubic, oxidu železitého, oxidu titaničitého, železa, zinku a hydroxidu hlinitého. Dále byla získána data o jejich krystalinitě pomocí RTG difrakce. Tyto data byla následně vyhodnocena a převedena do tabulek.

Ve většině případů došlo vlivem elektromagnetického pole ke zpomalení fázové přeměny II → I. Významné urychlení fázové přeměny II → I bylo zaznamenáno u vzorku obsahujícím 0,5% (m/m) oxidu železa, při vystavení elektromagnetickému poli po dobu deseti minut. Urychlení bylo vůči referenčním vzorkům čistého isotaktického polybutenu - 1 nevystaveného působení elektromagnetického pole o 354%.

Klíčová slova: isotaktický polybuten – 1, fázová přeměny, elektromagnetické pole, vliv vnějších polí

## **ABSTRACT**

This Bachelor's thesis deals with the influence of the electromagnetic field on the phase transition II → I both for pure isotactic polybutene - 1 and for isotactic polybutene - 1 containing additives.

In the experiment, samples with additives of carbon black, graphite, carbon nanotubes, iron oxide, titanium dioxide, iron, zinc and aluminum hydroxide were prepared. Furthermore, data on their crystallinity were obtained by X-ray diffraction. This data were then evaluated and converted into tables.

In most cases, the electromagnetic field slowed down the phase transformation II → I of isotactic polybutene - 1. A significant acceleration of the phase transformation II → I was observed in a sample containing 0.5% (w/w) iron oxide exposed to an electromagnetic field for ten minutes. This acceleration was in excess of 354% compared to the reference samples - pure isotactic polybutene -1, not exposed to the electromagnetic fields.

Keywords: isotactic polybutene – 1, phase transition, electromagnetic fields, effect of external fields

Poděkování:

Děkuji vedoucí své bakalářské práce doc. Ing. Martině Hříbové, Ph.D. za ochotu, trpělivost, odborné rady i kritické připomínky při řešení předkládané bakalářské práce.

Děkuji také všem kantorům, které jsem v průběhu let strávených na Univerzitě Tomáše Bati ve Zlíně poznal, za jejich ochotu, rady a vlídnost.

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

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>9</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>10</b>
<b>1 SYNTETICKÉ POLYMERY</b> .....	<b>11</b>
1.1 STRUKTURA POLYMERU .....	11
1.2 KONFORMACE .....	15
1.3 MORFOLOGIE POLYMERU .....	17
1.3.1 Amorfnní polymery.....	17
1.3.2 Semikrystalické polymery.....	18
1.3.3 Polymorfie.....	18
<b>2 POLYBUTEN – 1</b> .....	<b>19</b>
2.1 HISTORIE.....	19
2.2 PRODUKCE MONOMERU.....	19
2.3 ISOTAKTICKÝ POLYBUTEN – 1 .....	20
2.4 KRYSTALICKÁ STRUKTURA IPB-1 .....	21
2.5 FÁZOVÉ PŘEMĚNY IPB-1 .....	22
2.5.1 Fázová přeměna II → I .....	23
2.6 VYUŽITÍ IPB-1 .....	26
<b>3 MAGNETISMUS</b> .....	<b>27</b>
3.1 HISTORIE.....	27
3.2 ELEKTROMAGNETICKÉ POLE .....	28
3.2.1 Pole časově neproměnné .....	28
3.2.2 Pole časově proměnné.....	28
<b>4 CHOVÁNÍ POLYMERŮ VE VNĚJŠÍCH POLÍCH</b> .....	<b>29</b>
4.1 CHOVÁNÍ POLYMERŮ V ELEKTRICKÝCH POLÍCH .....	29
4.2 CHOVÁNÍ POLYMERŮ V MAGNETICKÝCH POLÍCH.....	29
4.2.1 Chování krystalických polymerů v magnetických polích.....	30
<b>5 METODY MĚŘENÍ KRYSTALINITY</b> .....	<b>31</b>
5.1 RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ.....	31
5.2 RENTGENKA .....	32
5.3 RTG DIFRAKCE .....	33
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>35</b>
<b>6 CÍLE PRÁCE</b> .....	<b>36</b>
<b>7 PŘÍPRAVA VZORKŮ</b> .....	<b>37</b>
7.1 PŘÍMĚSI.....	37
7.1.1 Saze VULCAN 3.....	37

7.1.2	Saze VULCAN XC-72.....	38
7.1.3	Saze VULCAN 6.....	39
7.1.4	Uhlíkové nanotrubicce .....	40
7.1.5	Grafit .....	41
7.1.6	Oxid železitý .....	42
7.1.7	Oxid titaničitý.....	43
7.1.8	Železný prášek .....	44
7.1.9	Zinek práškový.....	45
7.2	LISOVÁNÍ VZORKŮ .....	46
7.3	VYSTAVENÍ VZORKŮ ELEKTROMAGNETICKÉMU POLI .....	46
<b>8</b>	<b>ANALÝZA RTG.....</b>	<b>47</b>
8.1	VYHODNOCENÍ DAT.....	48
<b>9</b>	<b>VÝSLEDKY A DISKUSE .....</b>	<b>50</b>
9.1	REFERENČNÍ VZOREK .....	50
9.2	POSOUZENÍ VLIVU OKOLNÍCH POLÍ NA PROCES FÁZOVÉ TRANSFORMACE .....	51
9.3	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY ČISTÉHO PB 0110M.....	52
9.4	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ SAZE .....	55
9.5	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ UHLÍKOVÉ NANOTRUBICE .....	57
9.6	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ GRAFIT .....	58
9.7	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ OXID ŽELEZITÝ .....	59
9.8	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ OXID TITANIČITÝ .....	60
9.9	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ ŽELEZNÝ PRÁŠEK.....	61
9.10	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ PRÁŠKOVÝ ZINEK .....	62
9.11	VLIV ELEKTROMAGNETICKÉHO POLE NA VZORKY OBSAHUJÍCÍ HYDROXID HLINITÝ .....	63
9.12	CELKOVÁ KRYSTALINITA VZORKŮ .....	64
9.13	POROVNÁNÍ VÝSLEDKŮ S JINÝMI PRACEMI.....	65
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>67</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>69</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>76</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>78</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>79</b>
	<b>SEZNAM GRAFŮ .....</b>	<b>80</b>



## ÚVOD

Syntetické polymerní materiály a jejich význam pro lidstvo vykazují, od jejich objevení, rok od roku značný nárůst. Žijeme v době, kdy jsou tyto materiály součástí našeho každodenního života a z toho důvodu je třeba věnovat výzkumu a inovaci tohoto odvětví značnou pozornost. V současné době již objem výroby polymerních materiálů konkuruje materiálům, jako například ocel, které měly zásadní vliv na vývoj lidstva jako takového. Jedním z hlavních důvodů masového využití těchto materiálů je menší energetická náročnost výroby, což vede i k levnějším a dostupnějším výrobkům.

Mezi velmi významně používané polymerní materiály lze uvést skupinu polyolefinů. Tato skupina se vyznačuje cenovou dostupností, ale také mechanickými a optickými vlastnostmi, které jsou ve většině případů žádoucí u konečného produktu.

Jedním ze zástupců skupiny polyolefinů je isotaktický polybuten -1. Jeho využití v průmyslovém odvětví není tak rozšířené, a to zejména protože se jedná o mladší materiál. Další komplikací jeho masové aplikace je skutečnost, že po ztuhnutí z taveniny prochází fázovou přeměnou, která vede ke změně jeho mechanických vlastností, ale také i objemu.

V této bakalářské práci bude zkoumán vliv elektromagnetického pole na fázový přechod isotaktického polybutenu – 1, ale také vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující příměsi, které by interakcí s elektromagnetickým polem mohly fázový přechod urychlit či zpomalit.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

# 1 SYNTETICKÉ POLYMERY

## 1.1 Struktura polymeru

Vlastnosti neplněných polymerů jsou v základním měřítku odrazem jejich chemické struktury, molekulové struktury (tvaru a délky makromolekul i velikosti sil, které mezi nimi působí) a nadmolekulární struktury, která souvisí s uspořádáním makromolekul vůči sobě navzájem. [1]

Makromolekula je vybudována z velkého počtu malých, poměrně jednoduchých monomerních jednotek. Hlavní řetězec makromolekul zvaný také páteř řetězce je většinou tvořen atomy uhlíku, mohou se v něm však vyskytovat i jiné prvky jako kyslík, dusík, křemík, a další. Na atomy, které tvoří páteř řetězce, se váží další atomy uhlíku, vodíku, kyslíku, dusíku, chloru, fluoru apod. Chemická struktura makromolekul určuje všechny základní vlastnosti polymerů: mechanické, tepelné, chemické, elektrické, ale také hořlavost, míru navlhavosti, a jiné. [1]

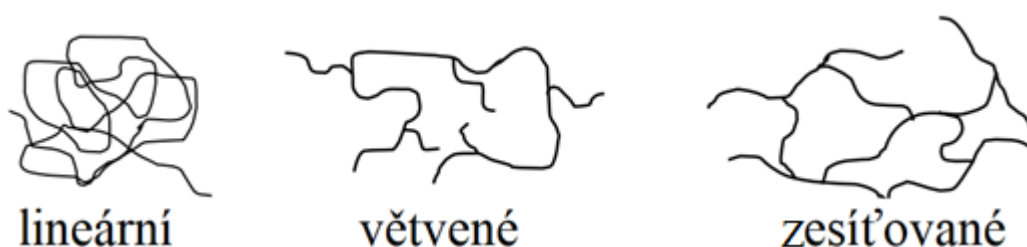
### 1.1.1 Konstituce

Při spojování molekul dochází k tvorbě několika druhů makromolekul. Tyto makromolekuly můžeme rozdělit na tři druhy, a to podle maximálního počtu spojení, které mohou monomerní jednotky, ze kterých je makromolekula tvořena, zaujmout (funkčnost).

**Lineární** –Lineární jsou makromolekuly v tom smyslu, že každá monomerní jednotka je spojena pouze se dvěma sousedními jednotkami. Neznamená to tedy, že je lineární ve smyslu napřímená. V důsledku otáčivosti atomů kolem jednoduchých vazeb mohou makromolekuly zaujímat různé konformace. Energeticky nejvýhodnější, a tudíž nejpravděpodobnější, je výskyt makromolekul ve tvaru klubka. [2]

**Větvené** –Vznikají polyreakcí troj nebo vícefunkčních monomerů, mohou však vznikat i v důsledku vedlejších reakcí při polyreakci monomeru dvojfunkčního. Za rozvětvené se nepovažují makromolekuly s dlouhým substituentem v monomerní jednotce. Větvenou makromolekulu plně charakterizuje polymerizační stupeň, počet a délka postranních řetězců. [2]

**Zesíťované** –Při vzniku větvených makromolekul roste i šance jejich vzájemného spojení. Spojí-li se vzájemně všechny řetězce v trojrozměrném prostoru, dojde k vzniku zesíťovaného polymeru. Je logické, že pojem molární hmotnost nebo polymerizační stupeň ztrácí u takového polymeru smysl. Je charakterizován hustotou sítě a délkou řetězců mezi místy zesíťování. Trojrozměrná polymerní síť může vznikat nejen polyreakcí troj- a vícefunkčních monomerů, ale i spojováním lineárních, nebo větvených makromolekul, jako např. při vulkanizaci kaučuku. [2]

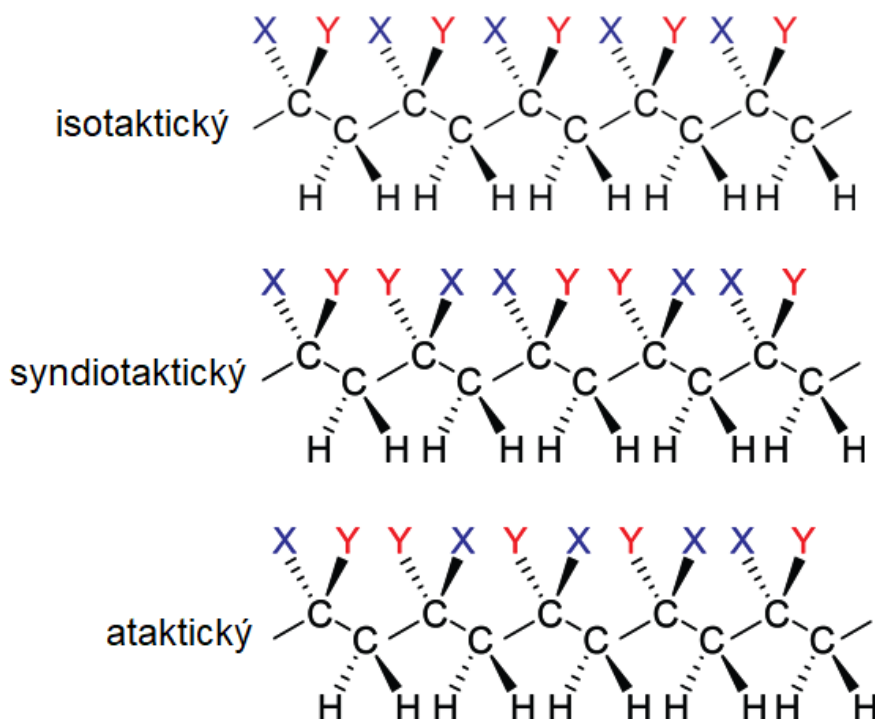


Obrázek 1 Konstituce makromolekul [2]

### 1.1.2 Konfigurace

Konfigurace definuje vzájemné prostorové uspořádání atomů a substituentů v makromolekulách. Toto uspořádání je z chemického hlediska trvalé a nelze je změnit bez porušení chemické vazby. Stejně látky, tedy látky, které obsahují stejné atomy a ve stejném počtu, ovšem, které se od sebe liší rozdílnou konfigurací atomů v makromolekule, se nazývají isomery. [2]

Vlastnosti polymeru tedy nezávisí jen na typu monomeru (monomerů), které tvoří polymer, ale také na stereochemickém uspořádání atomů. V lineárním polymerním řetězci mohou být boční substituenty buď uspořádány pravidelně nad či pod rovinou hlavního řetězce, nebo zcela nahodilé (Obr. 2). Sterický řád se nazývá takticita. Tato takticita polymerního řetězce má zásadní vliv na jeho vlastnosti. Například ataktické polymery, díky geometrické nepravidelnosti řetězce, nemohou krystalizovat. Takticitu lze ovlivnit použitím Ziegler-Nattových katalyzátorů. [3][4]



Obrázek 2 Možnosti takticity polymerů [5]

### ***1.1.2.1 Isotaktická konfigurace***

Dle definice IUPAC (Mezinárodní unie pro čistou a užitou chemii) jsou isotaktické polymery takové polymery, které se skládají z isotaktických makromolekul. V isotaktických makromolekulách jsou všechny substituenty umístěny na stejné straně hlavního makromolekulárního řetězce. Isotaktické polymery jsou obvykle semikrystalické a často tvoří konfiguraci šroubovice. [6][7]

Isotaktický polymer má vyšší teplotu tání než polymery s ostatními konfiguracemi, vysokou mechanickou pevnost a důsledkem krystalinity i dobrou zpracovatelnost. Tyto vlastnosti z něj činí komerčně nejzajímavější formu. [8]

### ***1.1.2.2 Syndiotaktická konfigurace***

V syndiotaktických makromolekulách mají substituenty, podlé řetězce, pravidelně alternující polohy nad a pod rovinou hlavního makromolekulárního řetězce. [8]

### ***1.1.2.3 Ataktická konfigurace***

Ataktické polymery mají uspořádání bočních substituentů nahodilé podél hlavního řetězce polymeru. [8]

## 1.2 Konformace

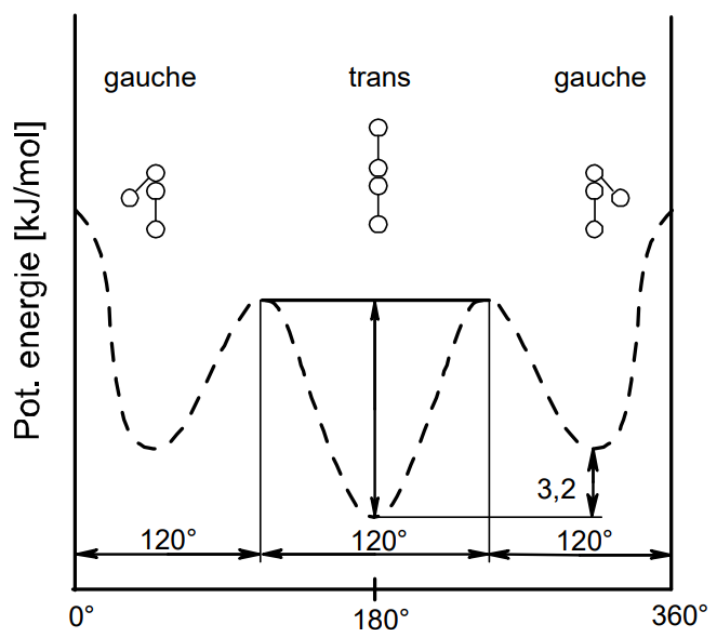
Makromolekulární řetězec se při stejném složení a stejné konfiguraci může ještě dále měnit své rozložení v prostoru díky natočení řetězců vůči sobě kolem jednoduché primární vazby. Při valenčních úhlech jiných než  $180^\circ$ , jako je například vazba C-C, kde je toto natočení  $109^\circ$ , může řetězec zaujímat různá prostorová uspořádání. Uspořádání se označuje konformace a řetězec může zaujmout mnoho různých konformací. [9]

### 1.2.1 Konformace amorfních polymerů

Množství konfigurací závisí na dvou hlavních faktorech a to: energetických nárocích rotace kolem jednoduchých vazeb a na intenzitě mezimolekulárních sil, které musí být překonány. [9]

Volnost otáčení a možnost dosahování velkého počtu konformací se nazývá ohebnost řetězce (příp. molekulární ohebnost). Čím nižší jsou energetické nároky na změnu konformace, tím je ohebnost řetězce větší. [9]

Předpokládá se, že energetická náročnost rotace je analogická s energetickou náročností nízkomolekulárních sloučenin, tedy ze třech minim je jedno nejnižší (trans), a tedy i nejpravděpodobnější. Energetická maxima mezi nimi pak představují hodnotu energetických bariér, které musí být při rotaci překonány. [9]



Obrázek 3 Úhel pootočení n-butan [9]

### 1.2.2 Konformace v krystalickém stavu

Do krystalického stavu mohou přecházet jen ty konformace, které umožňují pravidelné ukládání alespoň části řetězců vedle sebe, a zároveň musí mít v tomto stavu minimální vnitřní energii. [9]

Rozhodující jsou tyto současně působící faktory: geometrický tvar (viz. kapitola 2.1.2), rotace kolem vazeb umožňující přechod do požadované konformace, interakce ve směru podél řetězce i ve směru napříč řetězcem. [9]

Řetězce v krystalických oblastech mají vždy napřímený tvar, bez ohledu na jejich detailní konformaci. Jedině tak se totiž mohou uložit do trojrozměrného uspořádání, kterým je krystalický stav. Vlastní uložení v bočním směru závisí na profilu průřezu řetězce a mezimolekulárních silách, uplatňujících se mezi úseky řetězců. Při malých úrovních mezimolekulárních sil a jejich rovnoměrném podélném rozložení závisí boční rozložení jen na průřezu řetězců. Řetězce s kruhovým průřezem a všechny šroubovicové řetězce mají tendenci vytvářet tyčinkové svazky ukládané v průřezu hexagonální mřížky. [9]



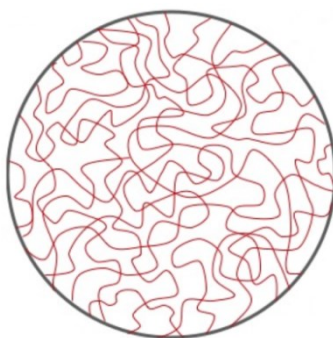
### 1.3 Morfologie polymeru

Polymerní morfologie zahrnuje charakterizaci velikosti, tvaru a interakce makromolekulárních struktur, například krystalů v krystalických polymerech. Pro polymery či pryskyřice, které vznikly polymeračním procesem, jsou fyzikální vlastnosti primárně závislé na morfologii polymeru, která je při zpracování ovlivněna tepelnými a mechanickými jevy. [10]

V tavenině jsou makromolekuly vzájemně neuspořádané (jedná se tedy o amorfní stav). Při ochlazování může u některých typů makromolekul (například krystalech krystalických polymerů, domén blokových kopolymerů a uspořádaných oblastí, pokud existují u amorfní polymerů) docházet k více či méně pravidelnému uspořádání. [1]

#### 1.3.1 Amorfní polymery

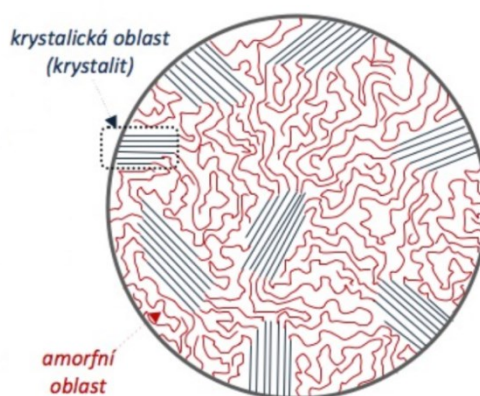
Amorfní polymery mají zcela neuspořádanou makromolekulární strukturu, tento stav lze přirovnat k chomáčku vaty. Amorfní polymer svou nepravidelnou strukturou makromolekul a objemnými substituenty na polymerním řetězci zabraňuje tvorbě krystalické mřížky, proto i po vychladnutí zůstává polymer v amorfním stavu. [1][2]



Obrázek 4 Struktura amorfních polymerů [1]

### 1.3.2 Semikrystalické polymery

Předpokladem pro krystalizaci polymeru je pravidelná struktura makromolekul a dostatečně silné sekundární vazby, které působí mezi segmenty řetězců uložených v krystalické mřížce. Semikrystalické polymery mají oblasti s uspořádanou strukturou makromolekul (krystalické), které jsou obklopeny oblastmi s neuspořádanou strukturou makromolekul (amorfní). Krystalické oblasti vznikají ze zárodků (nukleí), které se buď samovolně vytváří v čistém materiálu při splnění termodynamických podmínek pro nukleaci, nebo na nepatrných částicích cizích nerozpustných těles. Další fází krystalizace je růst zárodků. Podíl krystalického obsahu ve struktuře polymeru se nazývá stupeň krystalinity. Ovšem u polymerů není možno docílit stoprocentní krystalizace, např. vzhledem ke koncovým skupinám řetězců a dalším faktorům. [1][2]



Obrázek 5 Struktura semikrystalických polymerů [1]

### 1.3.3 Polymorfie

Mnohé krystalické látky, včetně polymerů, jsou polymorfní – mohou existovat ve více krystalograficky odlišných strukturách v závislosti na podmínkách přípravy (teplotě, tlaku, počtu a druhu zárodků, napětí, přítomnosti rozpouštědla), což určí jejich vlastnosti.[11][12]

Fázové přechody polymorfů se projeví například změnou objemu a teploty tání, například u isotaktického polybutenu – 1 (iPB-1) při přechodu z nestabilní fáze II na stabilní fázi I, ke kterému dochází samovolně během několika dní za běžného tlaku a teploty, dojde ke ztrátě zhruba 4% objemu a k navýšení teploty tání o asi 10 °C. Fázový přechod doprovází také změna mechanických, tepelných a fyzikálních vlastností. [11][12]

## 2 POLYBUTEN – 1

### 2.1 HISTORIE

Isotaktický polybuten-1 (dále jen iPB-1) byl poprvé syntetizován roku 1954 za použití polymerizace 1-butenu výzkumným týmem profesora Natty. K polymerizaci byly použity stereo specifické katalyzátory a tím byl vytvořen vysoce isotaktický polymer. Navzdory velmi dobrým mechanickým vlastnostem a výborné chemické odolnosti po mnoho desítek let po jeho objevení nedošlo k průmyslové výrobě isotaktického polybutenu-1, jako tomu bylo u polyethylenu a polypropylenu. Je to zejména jako důsledek špatné dostupnosti monomeru a jeho vyšší ceny oproti ethylenu a propylenu. [11][13]

První průmyslovou výrobu iPB-1 začala roku 1960 německá firma Huls, ovšem z důvodu výrobních problémů velmi brzy skončila. Roku 1963 začala firma Petro-Tex Corporation (USA) vyrábět iPB-1. Výroba skončila roku 1966. Společnost Mobil Chemical Co. (USA) otevřela závod na výrobu polybutenu-1 v Texasu. Poté poskytla licenci ke svým technologiím společnosti Witco Chemical Corporation (USA) v roce 1972. Výrobní závod, který společnost Witco postavila v Louisianě, byl na konci roku 1977 prodán společnosti Shell (Velká Británie). Společnost Werke Huels v letech 1971 až 1975 vyráběla disperzním procesem v západním Německu zhruba 12 tisíc tun isotaktického polybutenu-1 ročně. [11][13][14]

### 2.2 PRODUKCE MONOMERU

Velmi čistý 1-buten lze vyrobit následujícími způsoby:

- Oddělením isobutenu od ostatních butenů při výrobě metyl-terc-butyléter (MTBE), vysoce oktanové příměsi pro automobilový benzín. Po odstranění isobutenu lze 1-buten snadno oddělit pomocí destilace. [11]
- Separací 1-butenu ze surových C<sub>4</sub> plynů adsorpčními procesy, například UOP (Universal Oil processes).
- Dehydrogenerace butanů.
- Dimerizace ethylenu. [11]

### 2.3 ISOTAKTICKÝ POLYBUTEN – 1

iPB-1 se vyrábí polymerací 1-butenu s použitím Ziegler-Nattových katalyzátorů, jak bude diskutováno podrobněji níže. iPB-1 má velkou molekulární hmotnost, je to isotaktický a semikrystalický polymer. iPB-1 kombinuje vlastnosti typické pro konvenční polyolefiny s vlastnostmi určitých technických polymerů. V praxi může nahradit materiály jako kov, pryž a technické polymery. Používá se také jako příměs pro úpravu vlastností jiných polyolefinů, zejména polypropylenu a polyethylenu. Díky svým specifickým vlastnostem je využíván hlavně v tlakových potrubích, ohřívačích vody, míchaných a tavných lepidlech. [15]

iPB-1 se komerčně syntetizuje s použitím dvou typů heterogenních Ziegler-Nattových katalyzátorů. Ty se skládají ze soli přechodného kovu (vlastní katalyzátor, např. chlorid titanitý ( $\text{TiCl}_3$ ) či chlorid titaničitý ( $\text{TiCl}_4$ )) a roztoku organokovové sloučeniny prvku III. hlavní skupiny (ko-katalyzátoru), jako je chlordiethylhliník ( $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{Cl}$ ) či triethylhliník ( $\text{Al}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$ ).



Obrázek 6 Ziegler-Nattovy katalyzátory [16]

Povrchové atomy titanu mají tendenci podlehnout reakci s ko-katalyzátorem. Ačkoliv je hliník v následném útvaru vázán pouze koordinačními vazbami, je toto spojení velice stálé. Titanu zůstane jeden volný d-orbital, který může využít na tvorbu koordinační vazby s dvojnou vazbou alkenu. Výsledkem je, že se buten stane součástí rostoucího řetězce, přičemž se obnoví prázdný d-orbital titanu. Může tak vzniknout komplex s novým butenem, čímž řetězec roste a methylové skupiny jsou v isotaktickém uspořádání.

Mnohé katalyzátory také obsahují speciální modifikátory, organické sloučeniny ze třídy esterů a etherů. Dvě největší technologické výhody podpurných katalyzátorů jsou vysoká produktivita a vysoký podíl krystalického isotaktického polymeru, vyrobeného při 70 - 80° C za standardních polymeračních podmínek. [15][16]

## 2.4 Krystalická struktura iPB-1

Polymorfní chování isotaktického poly-1-butenu bylo zkoumána řadou vědců. [4] [5] [15] [28] Bylo zmapováno pět různých krystalických fází poly-1-butenu a to: I, II, III, I' a II'. Z praktického hlediska nejdůležitější z nich jsou fáze I a II. Poly-1-buten krystalizuje z taveniny do tetragonální (čtverečné) krystalické fáze II, která se vyznačuje konformací šroubovice 11/3 a teplotou tání v rozmezí 128 - 131° C. Krystalická forma II se pomalu, samovolně transformuje na trigonální (klencovou) krystalickou fází I, která se vyznačuje konformací šroubovice 3/1 a teplotou tání 121 - 141 °C. Během přechodu z fáze II na fázi I dochází k narovnání makromolekul a tedy k protažení makromolekul asi o 14% a zmenšení průřezu o 10%. [11][12]

Orthorhombickou (kosočtverečnou) krystalickou fází III s konformací šroubovice 4/1 a teplotou tání okolo 96° C lze vytvořit krystalizací z různých rozpouštědel, nebo krystalizací při teplotách do 100° C. Fáze III je při pokojových teplotách stabilní, ale při teplotách blízkých se teplotě tání dochází k transformaci na fázi II, která poté přechází ve fázi I. [11]

Čtvrtá krystalická fáze I' vzniká během krystalizace za vysokého tlaku a krystalizací z vhodného rozpouštědla. Od fáze I se liší krystalickou strukturou, která je nezdvojená hexagonální (šesterečná) a nižší teplotou tání (95 - 100° C). Pátou krystalickou fází, tedy II', lze vytvořit vysokotlakou krystalizací za pečlivě kontrolovaných podmínek. [11]

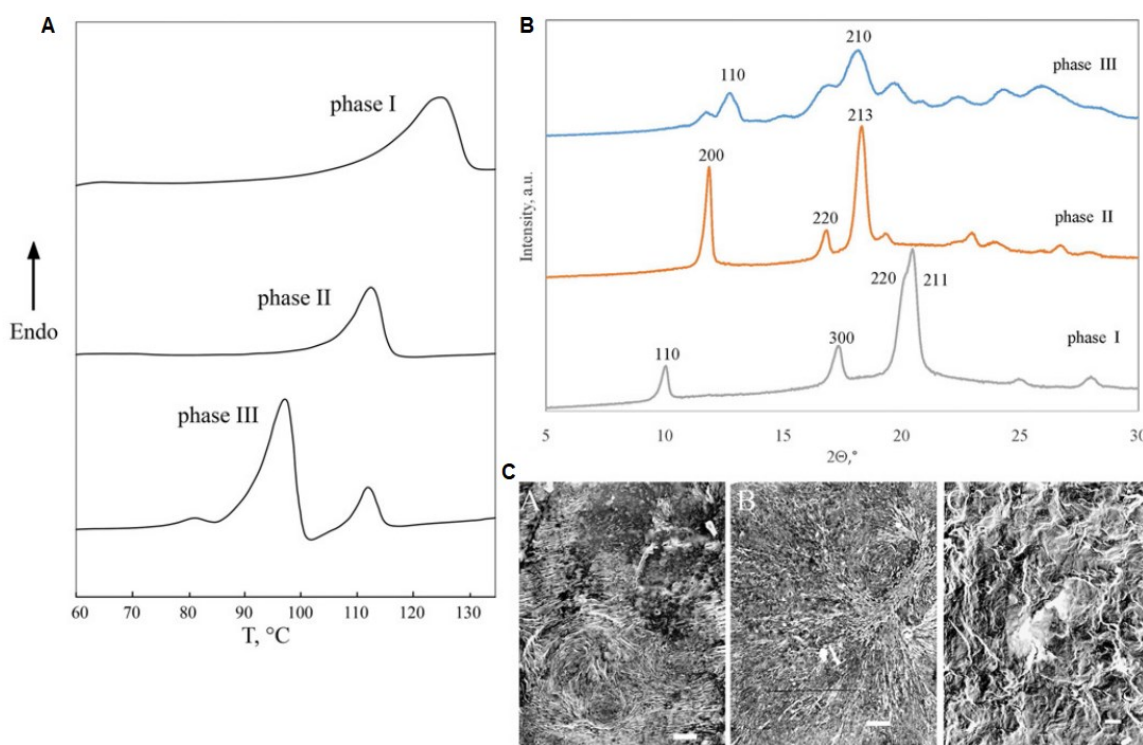
Krystalické fáze II a III jsou v celém rozsahu teplot méně stabilní než fáze I. Je to důsledkem vyšší polohové energie částic polymerního řetězce. [11]

Tabulka 1 Krystalické formy iPB-1 [12]

Forma	Krystalická mřížka	Šroubovice	T <sub>m</sub> [°C]	Hustota [g/m <sup>3</sup> ]
I	hexagonální, trigonální	3/1	121-141	0,915-0,95
I'	hexagonální, trigonální	3/1	95-100	0,915-0,95
II	tetragonální	11/3	128-131	0,907
III	orthorhombická	4/1	96-100	0,897

## 2.5 Fázové přeměny iPB-1

Isotaktický polybuten-1 je polymer s dobrými mechanickými vlastnostmi a vynikající elastickou pružností, dobrou chemickou odolností a dobře snáší tepelné zatížení. Bohužel jeho průmyslové využití je ovlivněno relativně pomalým přechodem z krystalické fáze II do fyzikálně stabilní, a mechanicky lepší krystalické fáze I. Nestabilní tetragonální fáze II se tvoří během krystalizace z taveniny a následně spontánně transformuje do stabilní formy I. Nejběžnějšími fázemi jsou fáze I, II a III, jež mají rozdílné teploty tání (Obr. 7A), entalpie [17][18] a RTG difrakčního spektra (Obr. 7B). Obrázek 7C byl pořízen pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). [19]



Obrázek 7 Teploty tání fází I, II a III iPB-1 získané pomocí diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) (7A); RTG difrakční spektra tří základních fází (7B) a snímky jednotlivých fází pořízené pomocí TEM (7C) [19]

Na grafu 7A lze vidět, že fáze I je stabilnější v rozsahu všech teplot než ostatní krystalické fáze. Snímek z transmisní elektronové mikroskopie (Obr 7C) ukazuje typické lamelové sférolické struktury fází I, II a III.

### 2.5.1 Fázová přeměna II $\rightarrow$ I

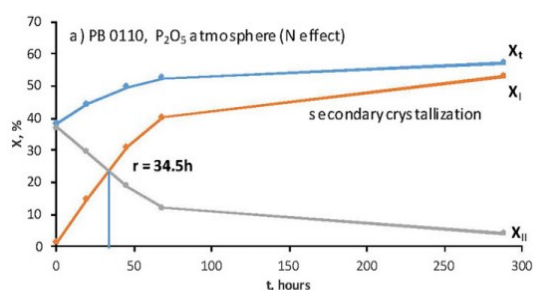
Z praktického hlediska nejdůležitějším a nejvíce zkoumaným fázovým přechodem je fázová přeměna II  $\rightarrow$  I.

Transformace z fáze II na fázi I začíná pohybem postranních řetězců polymeru. Polymorfní přechod fází II  $\rightarrow$  I má dvě části, kdy v první části probíhá pomalá nukleace a rychlý růst. Ve druhé části dochází k extrémně pomalé sekundární nukleaci a růstu. Rychlostí růstu krystalických fází se ve svém výzkumu zabýval Yamashita a Takahashi [28], kteří zjistili, že při teplotě 75°C je rychlost růstu krystalů fáze I asi jedna setina oproti krystalům fáze II. Lze tedy říct, že původně měly všechny krystaly fázi II. [19][20]

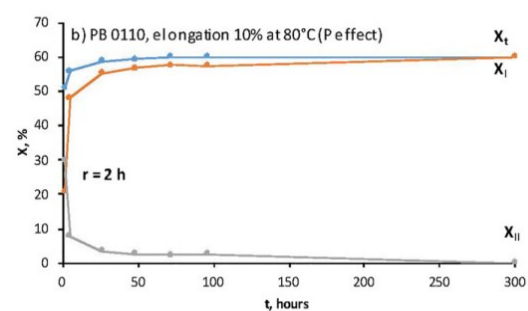
S přechodem z fáze II na fázi I je spojeno zvýšení hustoty, zmenšení objemu krystalické fáze a segmentální prostorová reorganizace. U krystalů fáze I tedy dochází k zmenšení jejich objemu o asi 4% oproti krystalům fáze II. Snížení objemu krystalové fáze zvyšuje napětí na spojených segmentech amorfního řetězce na rozhraní amorfního krystalu. [19]

Jsou popsány tři druhy fázové přeměny II  $\rightarrow$  I, které se vyskytují v závislosti na formě transformačního zárodku. [19]

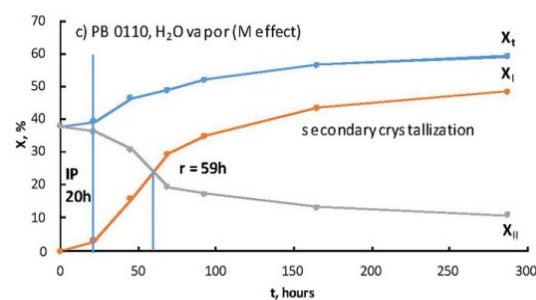
P (plus) – rychlejší než standardní transformace fází II  $\rightarrow$  I



N (neutral) – standardní transformace fází II  $\rightarrow$  I



M (minus) – transformace fází II  $\rightarrow$  I jež obsahuje tzv. indukční periodu, která zpomaluje začátek fázového přechodu a proto je tento typ fázové transformace pomalejší než předchozí typy [19]



Obrázek 8 Typy fázové přeměny II  $\rightarrow$  I [19]

### ***2.5.1.1 Vliv molekulové hmotnosti na fázovou přeměnu II → I***

Velká pozornost byla věnována vlivu molární hmotnosti na rychlost fázové přeměny II → I. Z výzkumů Foglia [21] a Chaua et al. [22] plyne, že rychlost fázové transformace je rostoucí s klesající délkou řetězce. Vzorky s kratší molekulovou hmotností řetězce obsahují relativně vyšší množství pohyblivých koncových skupin na jednotku objemu, které podporují nukleaci a růstové procesy vývojové fáze. [19][21][22]

### ***2.5.1.2 Vliv kopolymerace na fázovou přeměnu II → I***

Dle výzkumu Koppa a kol. [20] je proces fázové transformace II → I urychlen kopolymerací s např. ethylenem a propylenem. [19][20]

Výzkumy Stoltera a kol. [23][24] ukázaly, že ethylenové ko-jednotky v kopolymerech buten-1/ethylen jsou většinou vyloučeny z krystalizace fáze II a během fázové přeměny II → I jsou tyto ethylenové jednotky přesunuty do amorfnní fáze. Liu a kol. [25] potvrdil, že ethylenové kopolymery potlačily krystalizaci a změkčili amorfnní fázi, a proto urychlily fázový přechod II → I. Výrazné zrychlení bylo pozorováno u vzorků s obsahem frakcí ethylenu 4,3% a více. Toto zrychlení bylo přičteno heterogenitě segmentové mobility, který usnadňuje růst krystalů a vadám akumulujícím se na povrchu přehybu, které způsobují vnitřní napětí pro urychlení tvorby nukleí. [19][23][24][25]

### ***2.5.1.3 Vliv rychlosti chlazení taveniny na fázovou přeměnu II → I***

Studie M. Kaszonyiové a F. Rybníkáře [19], zabývající se vlivem rychlosti chlazení během krystalizace roztavených vzorků ukázala, že rychlé zchlazení taveniny zvýšilo rychlost fázové přeměny II → I. Rychle chlazené vzorky (bezprostředně po tavení zakryty separační folií a položeny do vody o pokojové teplotě), měly poločas fázového přechodu 37h (transformační typ N). Vzorky volně chlazené při pokojové teplotě měly poločas fázového přechodu 59h (transformační typ M) [19]



#### 2.5.1.4 *Vliv přísad na fázovou přeměnu II → I*

Ve většině případů rekrystalizace zahrnuje heterogenní nukleaci, z toho důvodu se několik studií [19][26] zabývalo vlivem nukleačních činidel na fázovou přeměnu II → I. V zásadě by měl existovat krystalografický vztah mezi krystalickou strukturou polymeru a přísadami obsahujícími nukleační jádra. Rubin [26] ve svém výzkumu zjistil, že chlornaften a difenylether zrychlili fázovou přeměnu II → I, naproti tomu glycerin a saze neměly na fázovou přeměnu žádný vliv. Ve své studii Kaszonyiová a Rybníkář [19] uvedli, že chlorid draselný urychlil fázovou přeměnu II → I z původních 36 hodin na 24 hodin. [19][26]

Přísady na bázi krystalů lze použít jako plniva pro zlepšení mechanických vlastností iPB-1. Bylo zjištěno, že montmorillonit narušuje morfologické uspořádání iPB-1 a tím zapříčiňuje zrychlení fázové přeměny II → I, jak ve svých studiích uvedli Causin s kol. [27] a Wanjal s Jogem [28]. Causin a kol. [29] ve své další studii uvedli montmorillonit jako účinnou přísadu pro zlepšení mechanických a tepelných vlastností iPB-1. [19][27][28][29]

Wanjal a Jog [30] zaznamenali, že přidáním vícestěnných uhlíkových nanotrubic (MWCNT) došlo k urychlení fázové přeměny II → I, přičemž zrychlení přisoudili snížení obsahu amorfni části a také zvýšené nukleaci fáze I v důsledku neuspořádané morfologie krystalů. [19][30]

Zhang a kol. [25] studovali účinek křemičitanu hlinitého a křemičitanu hořečnatého na fázovou přeměnu II → I. V obou případech k zrychlení fázové přeměny II → I. V případě křemičitanu hořečnatého je tento efekt přičten jeho mřížkové shodě s krystalickou strukturou fáze I, zatímco u křemičitanu hlinitého nedošlo k tak výraznému urychlení, a to vlivem absence mřížkové shody. [19][25]

## 2.6 Využití iPB-1

Isotaktický polybuten-1 se nejčastěji využívá v podmínkách, kde dochází k trvalému zatížení při středních a vysokých teplotách. V Evropě a Asii je polybuten-1 využíván zejména pro výrobu potrubí, a to například pro podlahové vytápění či dálkové vytápění. Jako příklad lze uvést Vídeňský geotermální projekt z roku 1974, kde se kompletně nahradily kovové trubky, pro jejich rychlou korozi. Toto potrubí bez jediného problému fungovalo až do roku 2010, kdy byl systém vyměněn za modernější a rozšířený. Potrubní systém z iPB-1 dokázal odolat nepřetržitý tlak 10 barů a teplotu 54°C po 36 let bez jediné závady. V Severní Americe se například používá na výrobu elektrických ohřívačů pro domácnost, kde se z něj formují nádrže o hmotnosti 15 - 20 kilogramů. Mezi jeho další využití patří hasící přístroje, pouzdra vodních filtrů, nádrže, hadice, lahve na stlačený plyn a mnoho dalších.[13][31]

### 3 MAGNETISMUS

Magnetismus je fyzikální jev, zprostředkovaný magnetickými poli, projevující se silovým působením na nositele elektrického náboje (nabitě částice), ale také na tělesa nenabitá (např. na feromagnetické látky). Magnetismus je jedním z aspektů kombinovaného jevu – elektromagnetismu. Feromagnetické látky (např. Fe, Co, Ni, Gd) jsou magnetickými poli přitahovány nejvíce a při vystavení magnetickému poli je lze magnetizovat tak, že se z nich stanou permanentní magnety, které poté samy vytváří magnetická pole. [32]

#### 3.1 Historie

Objev magnetismu se datuje do starověké Číny (už 3. tisíciletí před Kr.) a Řecka (1. polovina 1. tisíciletí před Kr.), kdy vlivem těžby železné rudy byl objeven materiál magnetit (přírodní magnet). V Číně tento materiál sloužil k tvorbě kompasů, zatímco v Řecku byl zdrojem mnoha filozofických teorií. [33]

V Evropě došlo k většímu zájmu o magnetismus koncem 12. století, v době, kdy se do Evropy dostalo poznání kompasu. V druhé polovině 13. století se francouzský fyzik Pierre Pélerin de Maricourt zasloužil o objev magnetických siločar (s tím spojený objev pólů magnetu). Další významné poznatky o magnetismu v Evropě přineslo období renesance, kdy došlo k detailnějšímu popsání siločar a pólů a též byly sepsány publikace revolučních úvah (například William Gilbert se zabýval myšlenkou, zda elektřina a magnetismus souvisí). [33]

V 2. polovině 17. století došlo díky Newtonovy a dalším k převratným změnám, zejména v mechanice, ale také v matematice, což mělo významný vliv na pozdější objevy v magnetismu a elektrodynamice. Stejně tak nové poznatky o elektřině v následujícím století vedly k objevu Hanse C. Oersteda, který prokázal, že existuje souvislost mezi magnetismem a elektřinou (přesněji elektrodynamikou) a ukázal, že elektrický proud může být zdrojem magnetického pole. Toto zjištění vedlo k celé řadě objevů, zejména André Maria Ampère díky zjištění Oersteda formuloval mnohé matematické zákony. Michael Faraday objevil mimo jiné také elektromagnetickou indukci. [33]

V 19. století položil James Clerk Maxwell základy nové teorie elektromagnetismu, tj. teorii elektromagnetického pole. Ačkoliv se v době Faradaye a Maxwella nepodařilo uspokojivě vysvětlit fyzikální podstatu elektromagnetického pole, bylo zřejmé, že elektromagnetické pole reálně existuje a že není pouhým prázdným prostorem. Další poznatky, a to především speciální teorie relativity formulovaná v r. 1905 A. Einsteinem ukázaly, že elektromagnetické pole má vlastnosti hmoty. [33][34]

### **3.2 Elektromagnetické pole**

Elektromagnetické pole je rozloženo v prostoru a může se měnit s časem. Veličiny, které toto pole popisují, jsou tedy obecně funkcí času a tří geometrických souřadnic. Podle časového průběhu rozlišujeme: [34]

#### **3.2.1 Pole časově neproměnné**

Jsou-li náboje v klidu, jedná se o pole statické. Jsou-li v rovnoměrném pohybu (tj. tvoří-li stejnosměrný proud), jde o pole stacionární. [34][35]

#### **3.2.2 Pole časově proměnné**

Jestliže se elektromagnetické pole mění s časem periodicky, tak je takové pole v ustáleném stavu. Speciálním případem ustáleného stavu může být tzv. harmonický ustálený stav (pole se s časem mění podle sinové, nebo kosinové funkce). [34][35]

## 4 CHOVÁNÍ POLYMERŮ VE VNĚJŠÍCH POLÍCH

### 4.1 Chování polymerů v elektrických polích

Látky se podle své odezvy na působení elektrického pole dělí na dva mezní případy, a to na látky, u kterých vlivem působení elektrického pole dochází k nevratnému, časově závislému transportu elektricky nabitých částic, které jsou v látce přítomné. Takové látky se nazývají vodiče. Dielektrikum či izolant je název pro látky u kterých působením elektrického pole dochází k polarizaci indukovaných dipólů či orientací dipólů již v látce přítomných. Tento jev je doprovázen akumulací energie. Toto posunutí je vratné a po odstranění pole mizí. Ovšem absolutním nevodičem je pouze vakuum. [36]

Běžné polymery jsou dielektrika, avšak jak bylo řečeno výše, absolutní nevodič je pouze vakuum, tudíž vodivost polymerů není úplně nulová. Přidáním některých přísad do polymerních tavenin, či syntézou polymerů se speciální strukturou lze získat polovodivé polymerní systémy. [36]

### 4.2 Chování polymerů v magnetických polích

Magnetické účinky na diamagnetické materiály byly známé již od věku Faradaye, ale až ve velmi nedávné době byla věnována pozornost na využití těchto účinků při zpracování diamagnetických materiálů včetně anorganických a organických polymerních materiálů. Tato skutečnost je také částečně způsobena vývojem supravodivé technologie, která umožňuje používat vysoké intenzity magnetického pole (více než 10T) na úrovni menších laboratoří. Použitím supravodivého magnetu o výkonu 10T lze dosáhnout za 15 minut stejného výsledku, jako použitím elektromagnetu o výkonu 1T za 25 hodin, a to z důvodu, že magnetický účinek je úměrný druhé mocnině intenzity magnetického pole. [37]

Diamagnetické chování látek je způsobeno indukovaným pohybem elektronů vystavených magnetickému poli. Některé látky se mohou v magnetickém poli chovat anizotropně, což vede k rotaci. Původ této anizotropie sahá k chemickým vazbám, kdy například vazba C-C (uhlík-uhlík) má větší diamagnetickou citlivost ve směru vazby ( $//$ ), než kolmo na vazbu ( $\perp$ ). Proto se vazby C-C mají tendenci zarovnávat ve směru kolmém na aplikované pole. Ve svém článku Kimura [48] dokázal, že použitím časově proměnných polí lze dosáhnout zarovnání, které by bylo s použitím statického pole velmi obtížné či dokonce nemožné. [37]

#### 4.2.1 Chování krystalických polymerů v magnetických polích

V minulosti bylo uvažováno, že zarovnání krystalických polymerů v magnetickém poli není možné, neboť například oproti kapalným krystalickým polymerům jim chybí tekutá část, nezbytná k odezvě na aplikované pole. V tavenině se také krystalický polymer nemůže uspořádat, protože v tavenině se polymer chová izotropně. V pevném skupenství (sklovité a semikrystalické stavy), má zase příliš vysokou viskozitu, než aby mohlo dojít k uspořádání. Nicméně bylo publikováno mnoho článků popisující magnetické uspořádání za vhodných podmínek, a to například u poly(etylen-2,6-naftanu) [38][39], isotaktického polystyrenu [40], isotaktického polypropylenu [41], polyethyltereftalátu [42], polyurethanu [43] a polykarbonátu [44]. [37][38][39][40][41][42][43][44]

K splnění podmínek k zarovnání dochází jak během přechodu mezi pevným a kapalným stavem, tak při krystalizaci z taveniny, ale i při tavení z krystalu. Je nutné, aby se struktura s anizotropní diamagnetickou náchylností vyskytovala v prostředí s relativně malou viskozitou, aby mohlo docházet k magnetickému zarovnání, které můžeme označit jako magnetickou strukturu. [37]

## 5 METODY MĚŘENÍ KRYSTALINITY

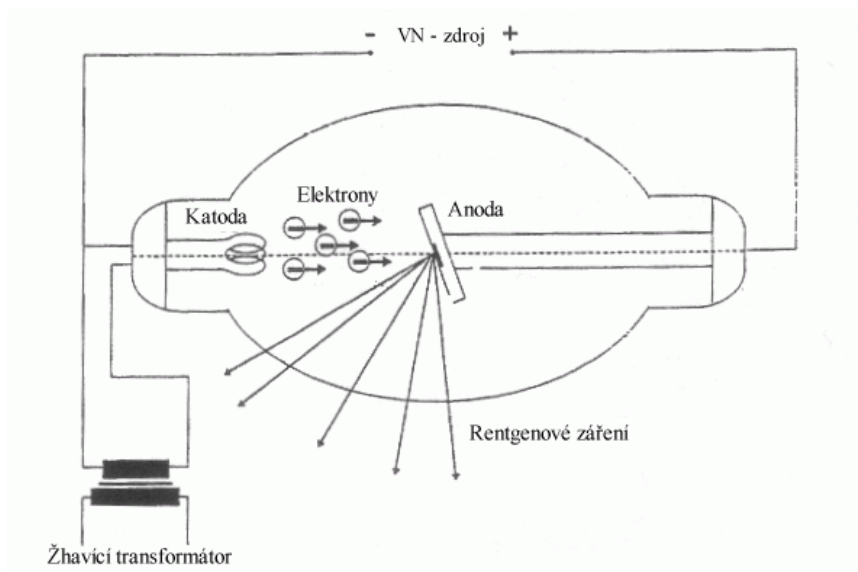
Mezi nejčastěji používané analytické metody výzkumu se řadí rentgenová difraktometrie (XRD), diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC), transmisní elektronová mikroskopie (TEM), infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací (FTIR) a měření hustoty.

### 5.1 Rentgenové záření

Rentgenové paprsky jsou svazek elektromagnetického záření, které má mnohem větší energii a mnohem menší vlnovou délku, než ultrafialové paprsky. Vlnová délka rentgenových paprsků se pohybuje v rozmezí 0,03 - 3 nanometrů. Vzniká při přeměně energie rychle se pohybujících elektronů, které dopadají na povrch kovové elektrody, na energii elektromagnetického záření. Přírodními zdroji rentgenového záření jsou hlavně hvězdy, uměle se získává v rentgence nebo v betatronu. [45][46][47][48]

## 5.2 Rentgenka

Obvykle se jedná o vakuově těsnou skleněnou baňku s katodou a anodou. Katoda je obvykle tvořena žhaveným wolframovým vláknem, které emituje elektrony. Vlákně katody je vystředěno do otvoru tzv. Wehneltova válce, který má záporné předpětí a díky jehož působení se okolo emitujícího hrotu katody vytvoří mrak elektronů. Mezi zápornou katodou a kladnou anodou je vysoké napětí (několik desítek až stovek kV). Elektrony jsou vysokým napětím urychlovány a velkou rychlostí dopadají na wolframovou anodu. Při dopadu se jejich kinetická energie mění na teplo (více než 99 %) a jen nepatrná část se mění na energii fotonů rentgenového záření, vystupujícího z anody. Proto musí být anoda intenzivně chlazená. Většinou se ke chlazení používá voda ve vnitřním okruhu. Intenzita rentgenového záření závisí na počtu elektronů, dopadajících na anodu a lze ji regulovat změnou proudu, kterým se žhaví vlákno katody. [48][49]



Obrázek 9 Schéma vzniku Röntgenového záření [50]



### 5.3 RTG difrakce

Údaje o krystalové struktuře polymerů lze prakticky získat pouze z rozptylu rentgenových paprsků. Trojrozměrnou krystalovou mřížkou lze proložit nekonečný počet rovnoběžných ekvidistantních rovin. Tyto osnovy rovin se navzájem liší orientací a vzdáleností. Aby na osnově rovin nastal odraz monochromatického rentgenového paprsku musí úhel, pod kterým paprsek dopadá na rovinu osnovy, splňovat Braggovu podmínku. [51]

Rovnice 1 Braggova rovnice

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \Theta}$$

kde:

$d$  – vzdálenost osnovy rovin

$\lambda$  – vlnová délka monochromatického rentgenového paprsku

$\Theta$  – úhel, pod kterým paprsek odpadá na rovinu osnovy

Pokud by svazek paprsků monochromatického rentgenového záření dopadal na jediný krystal, nenastal by odraz rentgenových paprsků, neboť by nebyla splněna Braggova podmínka. Ovšem, pokud máme veliké množství krystalů, jež jsou vzájemně zcela náhodně orientovány, najde se vždy určitý počet krystalů, jež jsou vzhledem k dopadajícímu svazku paprsků orientovány tak, že je pro ně splněna Braggova podmínka a tím pádem dojde k jejich odrazu. Při velkém počtu náhodně orientovaných krystalů budou odrazy pro všechny možné osnovy atomových rovin, pokud tedy je jejich vzdálenost větší, než poloviny vlnové délky monochromatického rentgenového záření. Pro vyhodnocování odrazů polykrystalických látek je třeba používat monochromatické záření, při určování struktury polymerů přichází v úvahu mezirovinná vzdálenost 1-20 Å (Ångström). Tato mezirovinná vzdálenost nám také určuje potřebnou vlnovou délku rentgenového záření. Záření s delší vlnovou délkou, než 2 Å je ve vzduchu silně pohlcováno, proto se v praxi používá vlnová délka kratší, než jsou 2 Å. Tato vlnová délka rentgenového záření je charakteristická pro záření kovů jako je Ag, Mo, Cu, Fe, Cr. [51]

Jednotlivé osnovy rovin dají vzniknout soustavě kuželů odražených paprsků, souosých s primárním svazkem. Pokud se tyto kužely zachytí na rovinný fotografický film, vznikají ohybové diagramy (nazývané difrakční obrazce) ve formě kružnic. Vyhodnocování reflexního úhlu pro výpočet hodnot mezirovinných vzdáleností  $d$  (z Braggovy rovnice) a určování intenzity jednotlivých odrazů se provádí z radiálních fotometrických záznamů intenzity zčernání rentgenového snímku. Při přímé registraci rozptýleného záření odpadá fotografická registrace a fotomerování. [51]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 6 CÍLE PRÁCE

Cílem této práce je příprava vzorků PB-1 a jejich následné vystavení vnějším polím ve snaze urychlit fázovou přeměnu  $II \rightarrow I$ , jejíž časová náročnost komplikuje využití tohoto materiálu v průmyslové výrobě. Jako vnější pole je zvoleno elektromagnetické pole, které jednak může reagovat s diamagnetickými materiály, jako jsou polymery, ale také může reagovat s příměsí, která byla do vzorku přidána. Jako příměsi jsou zvoleny zejména prvky a sloučeniny reagující s elektromagnetickým polem.

Jako materiál pro přípravu vzorků je zvolen PB 0110M. Budou použity vzorky jak čistého PB 0110M, tak také vzorky s 0,5% (m/m) a 5% (m/m) příměsí. Pro každou koncentraci příměsí budou vytvořeny tři vzorky. Jeden z těchto vzorků nebude vystaven elektromagnetickému poli vůbec, protože většina příměsí může ovlivnit rychlost fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , a protože cílem je zjistit vliv vnějších polí na fázovou přeměnu  $II \rightarrow I$  bude třeba zjistit, jak příměs ovlivnila fázovou přeměnu. Při následném porovnání dat vzorků, které nebudou vystaveny poli se vzorky, které budou vystaveny elektromagnetickému poli po dobu jedné a deseti minut, lze určit, jak vnější pole ovlivnilo fázovou přeměnu  $II \rightarrow I$ .

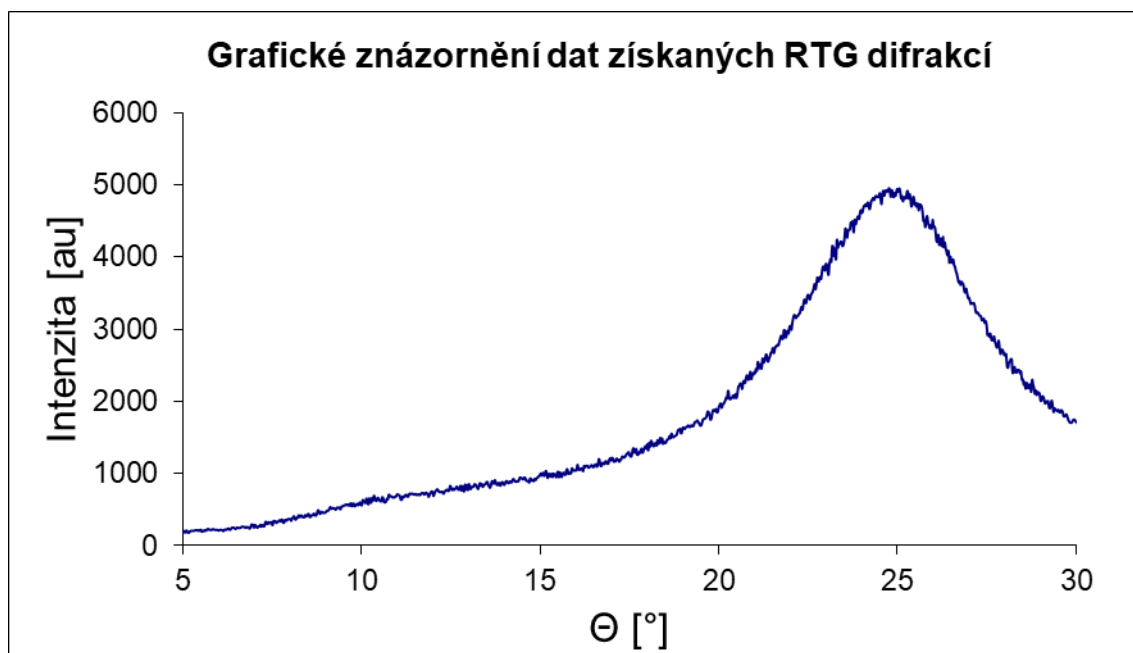
## 7 PŘÍPRAVA VZORKŮ

Jako materiál pro přípravu vzorků byl zvolen PB 0110M, který ve formě granulátů vyrábí firma LyondellBasell (Nizozemsko). Jedná se o semikrystalický homopolymer, který vytváří dvoufázovou strukturu, je využíván zejména tam, kde je třeba odolnost vůči vzniku trhlin a zvýšené teplotě. Díky své podobné molekulární struktuře je vysoce kompatibilní s polypropylenem, a lze jej u polypropylenu použít pro zlepšení mechanických vlastností při zvýšených teplotách. [52]

### 7.1 Příměsi

#### 7.1.1 Saze VULCAN 3

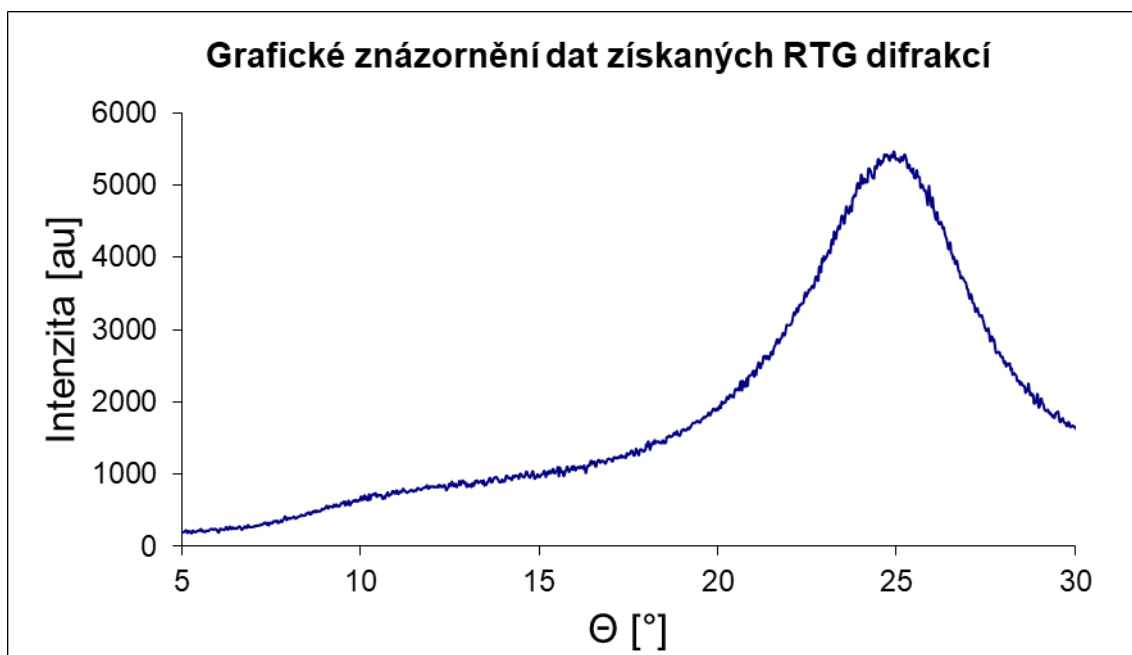
Použité saze VULCAN 3 vyrábí firma Cabot Corporation (USA). Tyto saze mají vynikající vytlačovací vlastnosti. Jejich využití je zejména ve výrobě pneumatik, ale také tam, kde je třeba vyšší odolnost vůči oděru, jako například dopravníkových pásů. [53]



Graf 1 RTG difrakční spektra sazí VULCAN 3

### 7.1.2 Saze VULCAN XC-72

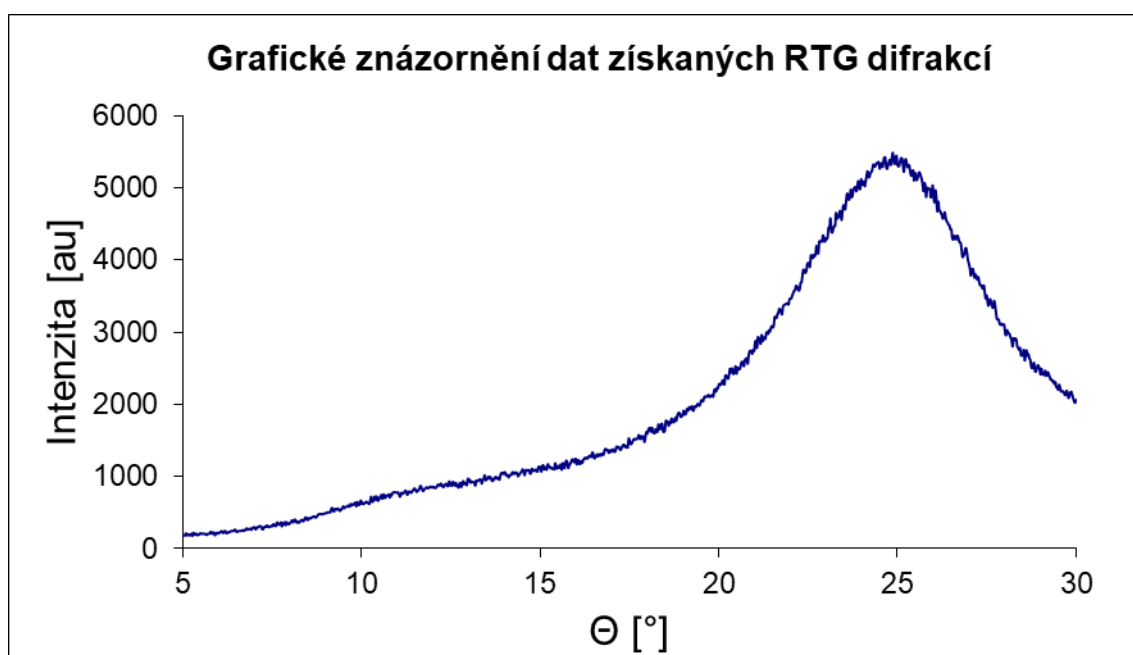
Saze VULCAN XC-72 vyrábí firma Cabot Corporation (USA). Vyznačují se velmi malým obsahem popela a síry, jejich využití v průmyslovém odvětví je zejména při výrobě izolačních štítů v kabelech, a to jak pro jejich velkou životnost (výrobce udává 30 let), tak pro jejich schopnost změnit elektrické vlastnosti polymerního výrobku (např. z izolačního na vodivý, antistatický, nebo disipativní). [54]



Graf 2 RTG difrakční spektra sazí VULCAN XC-72

### 7.1.3 Saze VULCAN 6

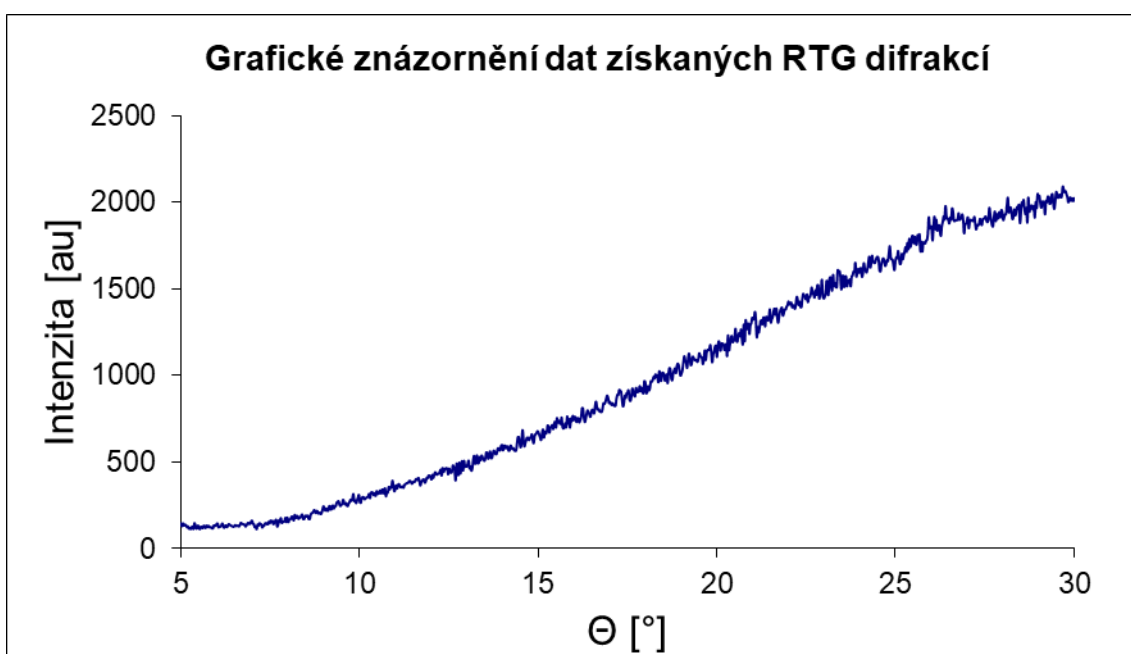
Saze VULCAN 6 vyrábí firma Cabot Corporation (USA). Využití v průmyslu tam, kde je třeba dosáhnout vyšší odolnost proti oděru a protržení. Tyto saze mají vynikající vytlačovací vlastnosti a díky jejich snadné dispergaci se hojně využívají v průmyslovém odvětví. [55]



Graf 3 RTG difrakční spektra sazí VULCAN 6

### 7.1.4 Uhlíkové nanotrubičky

Použité nanotrubičky vyrábí firma OCSiAl (Lucembursko). Grafenové nanotrubičky, či uhlíkové nanotrubičky, lze popsat jako grafenový list o tloušťce jednoho atomu stočený v trubici o délce více než 5  $\mu\text{m}$ . Díky jejich vlastnostem se jedná o univerzální přísadu, která může vylepšit nebo vytvořit sadu nových charakteristik výsledného materiálu. V průmyslové výrobě se zejména využívají ke zlepšení mechanických a chemických vlastností betonu, lepidel, kompozitu, polymerů, ale také v například v elektrotechnickém průmyslu. [56]

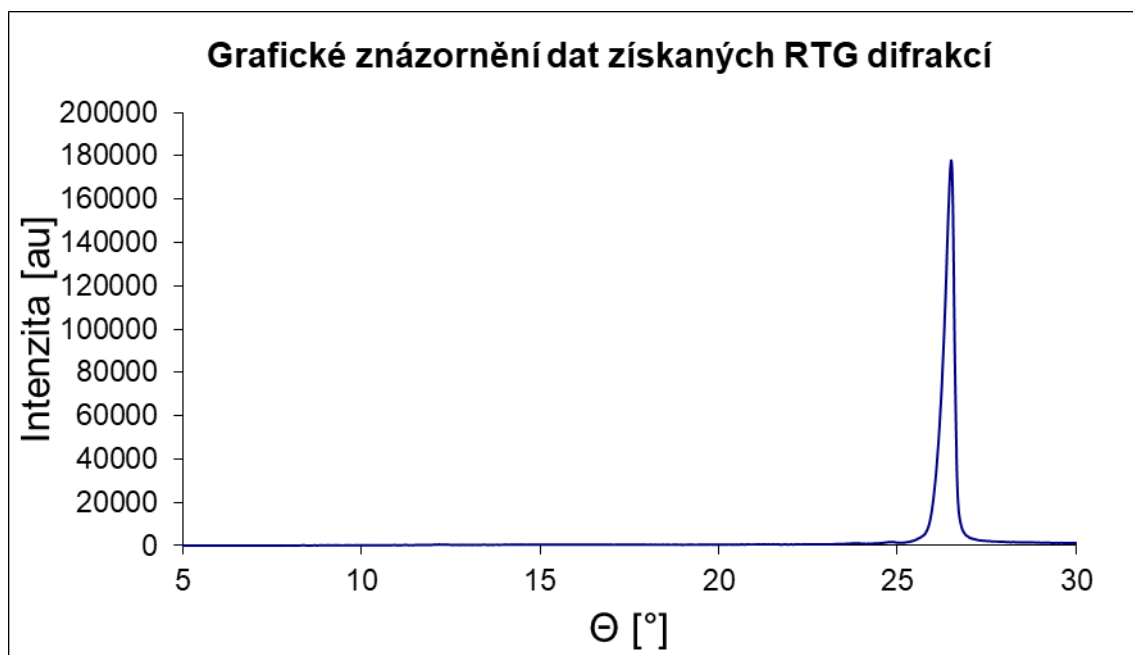


Graf 4 RTG difrakční spektra uhlíkových nanotrubic



### 7.1.5 Grafit

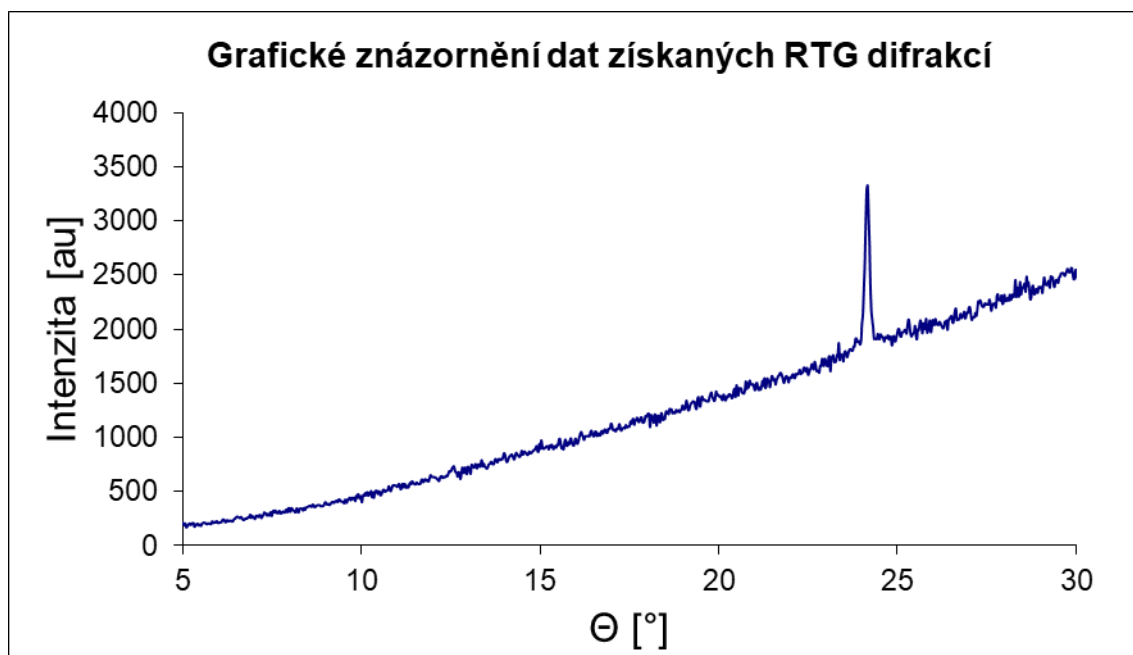
Použitý grafit vyrábí firma Fichema (Česká republika). Jedná se o grafit o čistotě 99,5%, se zrnitostí pod 7 mikrometrů. Grafit (tuha) je přírodní modifikace uhlíku, vytváří dva polymorfy a to hexagonální a trigonální. U obou těchto typů se jedná o vícevrstvou strukturní mřížku, v jednotlivých vrstvách jsou atomy uhlíku pevně vázány kovalentními vazbami, naproti tomu vrstvy jsou spojeny jen sekundárními vazbami, a proto tento materiál vyniká výtečnou štěpivostí. Jedná se o velmi dobrý vodič tepla a elektřiny. [57][58]



Graf 5 RTG difrakční spektra grafitu

### 7.1.6 Oxid železitý

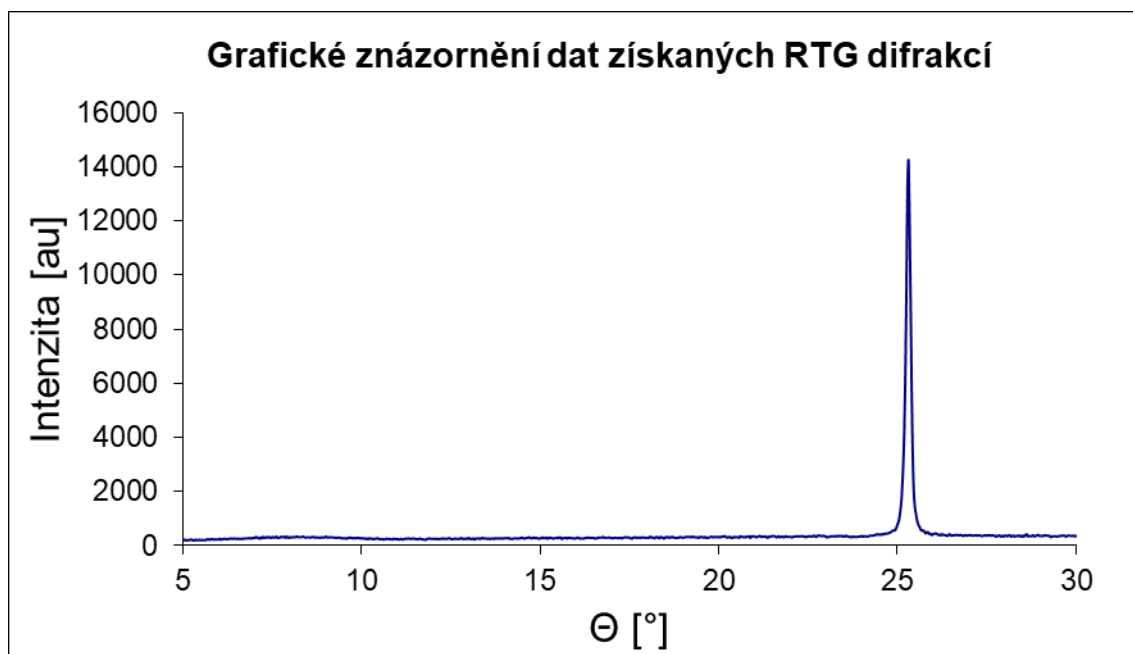
Použitý oxid železitý vyrábí firma Unimagnet s.r.o. (Česká republika). Výrobce uvádí čistotu oxidu železa nejméně 98%. Oxid železitý ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) je sloučenina trojmocného železa s kyslíkem. Vyskytuje se nejčastěji v  $\alpha$  krystalické modifikaci jako hnědočervený prášek. V této modifikaci má romboedrickou strukturu a antiferomagnetické vlastnosti. [59][60]



Graf 6 RTG difrakční spektra oxidu železitého

### 7.1.7 Oxid titaničitý

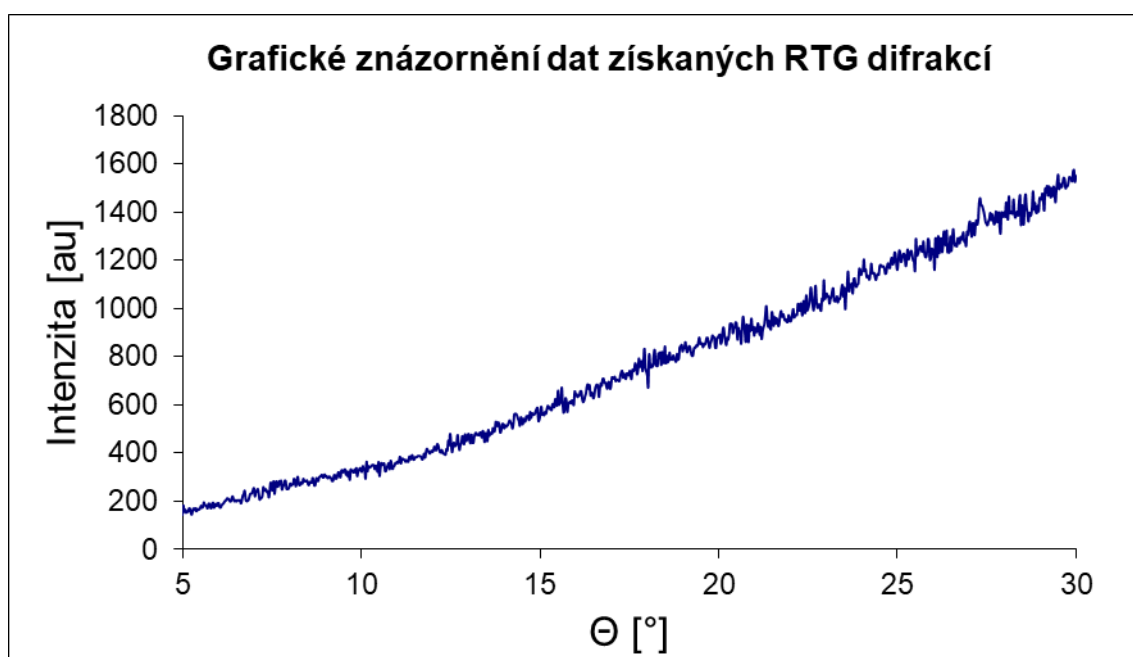
Oxid titaničitý je sloučenina titanu a kyslíku, jeho využití je zejména pigment, barvivo, ale také například jako polovodič. V práškové formě je hydrofobní, má vysoký index lomu. [57]



Graf 7 RTG difrakční spektra oxidu titaničitého

### 7.1.8 Železný prášek

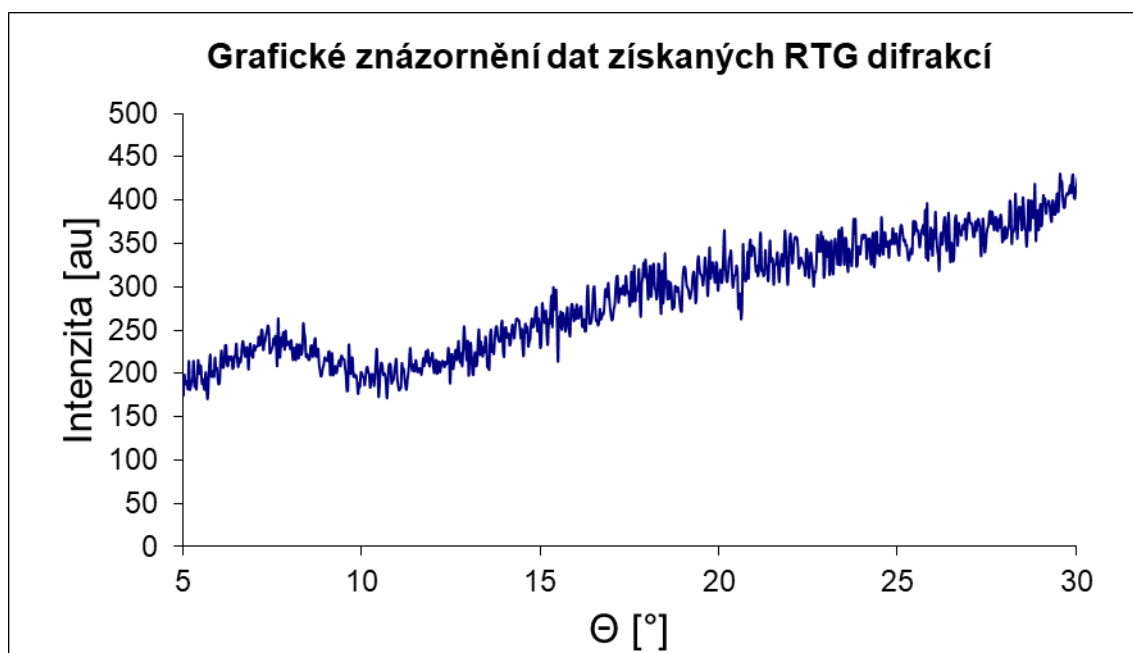
Použitý železný prášek je od firmy Unimagnet s.r.o. (Česká republika). Jedná se o železný prášek s obsahem křemíku (14-16%), díky kterému je prášek korozivzdorný. Díky svým feromagnetickým vlastnostem se využívá na zobrazení siločar magnetů. [61] Výrobce neuvádí velikost zrn. [61]



Graf 8 RTG difrakční spektra železného prášku

### 7.1.9 Zinek práškový

Použitý práškový zinek je od firmy Unimagnet s.r.o. (Česká republika). Zinek je modrobílý kovový prvek se silným leskem, který však na vlhkém vzduchu ztrácí. Mřížka zinku krystaluje v hexagonálním těsném uspořádání. [62] Výrobce neuvádí velikost zrn. [62]



Graf 9 RTG difrakční spektra zinkového prášku

## 7.2 Lisování vzorků

Granulát PB 0110M byl navážen na analytických vahách na hmotnost 5 gramů, v případě, že se jednalo o vzorky čistého PB 0110M. U vzorků s příměsí byla vypočtena a následně navážena taková hmotnost, aby výsledný vzorek, po přidání příměsí, měl 5 gramů a bylo splněno hmotností procento příměsí (tedy pro vzorky s 5% příměsí se jednalo o 4,75 gramu PB 0110M a pro vzorky s příměsí 0,5% se jednalo o 4,975 gramu PB 0110M).

Příměsí byly rovněž naváženy na analytických vahách, příměs byla vysypána na hliníkovou váženku, aby docházelo k co nejmenším ztrátám příměsí, která by se eventuálně mohla přichytit na nádobu, ve které byla příměs vážena, a bylo tak dosaženo co nejobjektivnějšího provedení experimentu.

Granulát byl taven na teplotním lisu a to za teploty 160 °C, po dobu 5 minut, byl oddělen od lisu separační folií, lisován pomocí rámečku, umístěném mezi čelistmi lisu, na tloušťku 1 milimetru, po 5ti minutách byl vzorek vytažen z lisu a nechán volně zchladnout na pokojovou teplotu.

Vzorky obsahující příměsí byly lisovány rovněž za teploty 160 °C, celkově také po dobu 5 minut, odděleny od lisu separační folií, příměs byla na separační folii ještě před tavením lehce promíchána s granulátem PB 0110M. Po dvou minutách byl vzorek vytažen, rozstřížen nůžkami na několik částí. Tyto části byly následně navrstveny na sebe a znovu vráceny do lisu, na dvě minuty. Tento proces se opakoval ještě jednou po dalších dvou minutut, aby došlo k co nejrovnoměrnějšímu promíchání příměsí ve vzorku, poté byl vzorek na jednu minutu nechán v lisu, následně byl vytažen a nechal se volně zchladnout na pokojovou teplotu.

U vzorků, které měly být vystaveny působení elektromagnetického pole, bylo nutné, kvůli velikosti štěrbin, ve které elektromagnetické pole působí, ustříhnout menší část z celkového vzorku (jednalo se zhruba o 20x5 milimetrů). Tato část vzorku byla následně tavena za teploty 160 °C, po dobu 5 minut, díky čemuž došlo k smazání tepelné historie, která by přerušovaným tavením vzorků mohla být ovlivněna.

## 7.3 Vystavení vzorků elektromagnetickému poli

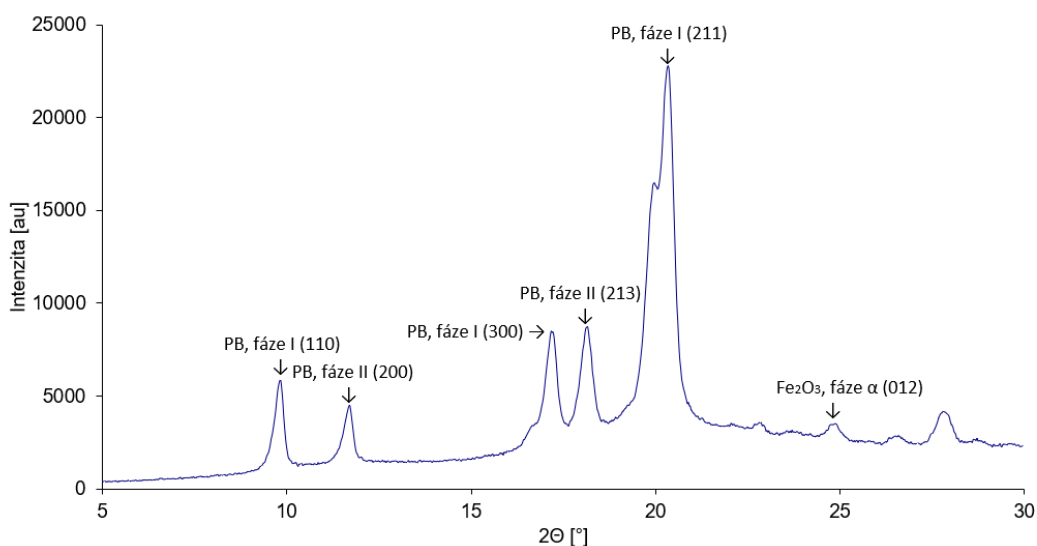
Vzorky byly po vylisování a následném zchladnutí neprodleně vloženy do štěrbin, ve které, po zapnutí zařízení, na vzorky působilo elektromagnetické pole o intenzitě cca 0,4T a frekvenci 50Hz po zvolený čas.

## 8 ANALÝZA RTG

Hodnoty procentuálního zastoupení amorfní části, fáze I a fáze II u vzorků byly měřeny metodou rentgenové difraktometrie, a to každých 24 hodin od vylisování vzorku, po dobu pěti dní, a poté po jednom měsíci.

Měření se provádělo na přístroji X'Pert Pro, který vyrábí firma Malvern Panalytical Ltd. (Velká Británie), jako zdroj rentgenových paprsků byla použita rentgenka  $\text{CuK}_\alpha$  s Ni filtrem, Bragg-Bretanova konfigurace na přístroji byla nastavena na napětí 40kV a proud 30mA.

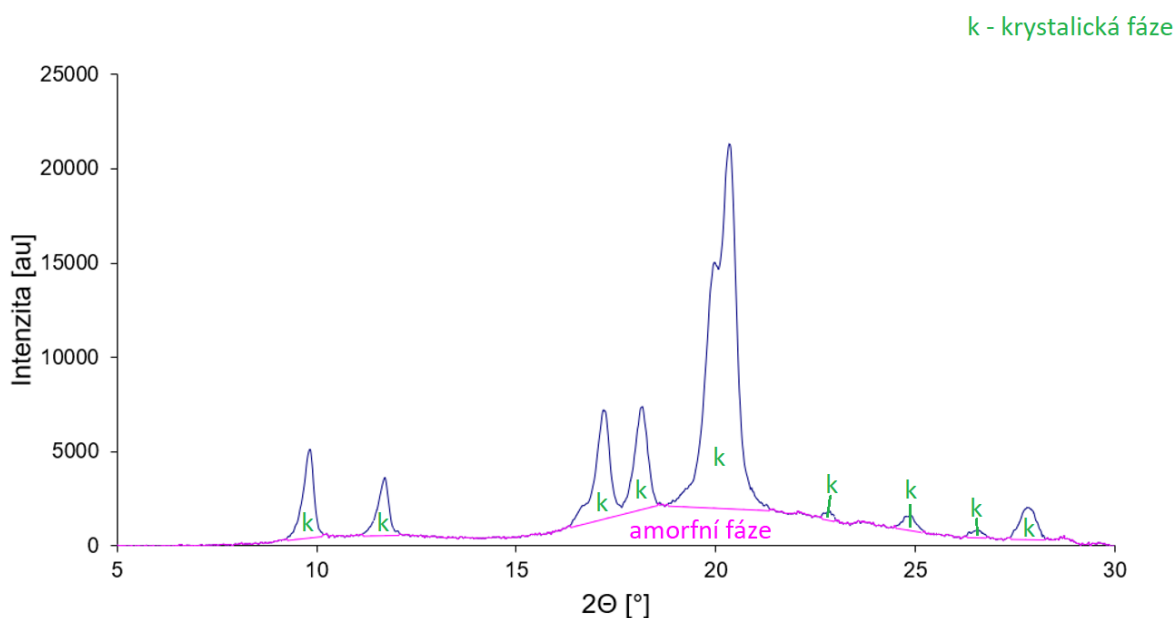
Měření vzorků bylo provedeno v rozsahu  $2\Theta = 5-30^\circ$ . Zvolený rozsah umožnil získání hodnot peaků pro obě fáze iPB-1, ale také pozorovat některé peaky u příměsí. Příklad typického záznamu získaného z RTG analýzy je znázorněn v Grafu 10, přičemž jsou patrné peaky obou fází iPB-1 i peak fáze  $\alpha$  oxidu železitého. RTG záznam byl doplněn o Millerovy indexy, které definují roviny atomů v krystalu, dle průsečíku s krystalografickými osami.



Graf 10 Difrakční záznam vzorku S29 (PB 0110M +5%(m/m)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

## 8.1 Vyhodnocení dat

Data byla vyhodnocena v programu Excel, aby toto vyhodnocení bylo možné, bylo třeba data nejprve převést z formátu XRDML (formát souboru PANAnalytical) na obecný formát ASC. Pro další analýzu byl použit specializovaný výpočetní soubor v programu MS Excel, který v rámci své Diplomové práce vytvořil Zdeněk Kramoliš. Výpočetní soubor odfiltruje rušivé pozadí (vzduch), poté vyhodnotí plochu pod křivkou mimo peaků, tím dojde k určení zastoupení amorfnní fáze ve vzorku. Plochy pod křivkou u peaků (110, 200, 300, 213, 211) určí procento celkové krystalinity, a dle toho, který reflex roviny krystalu byla zaznamenán, dojde k určení, zda se jedná o krystalickou fázi I (110, 300, 211), či krystalickou fázi II (200, ).



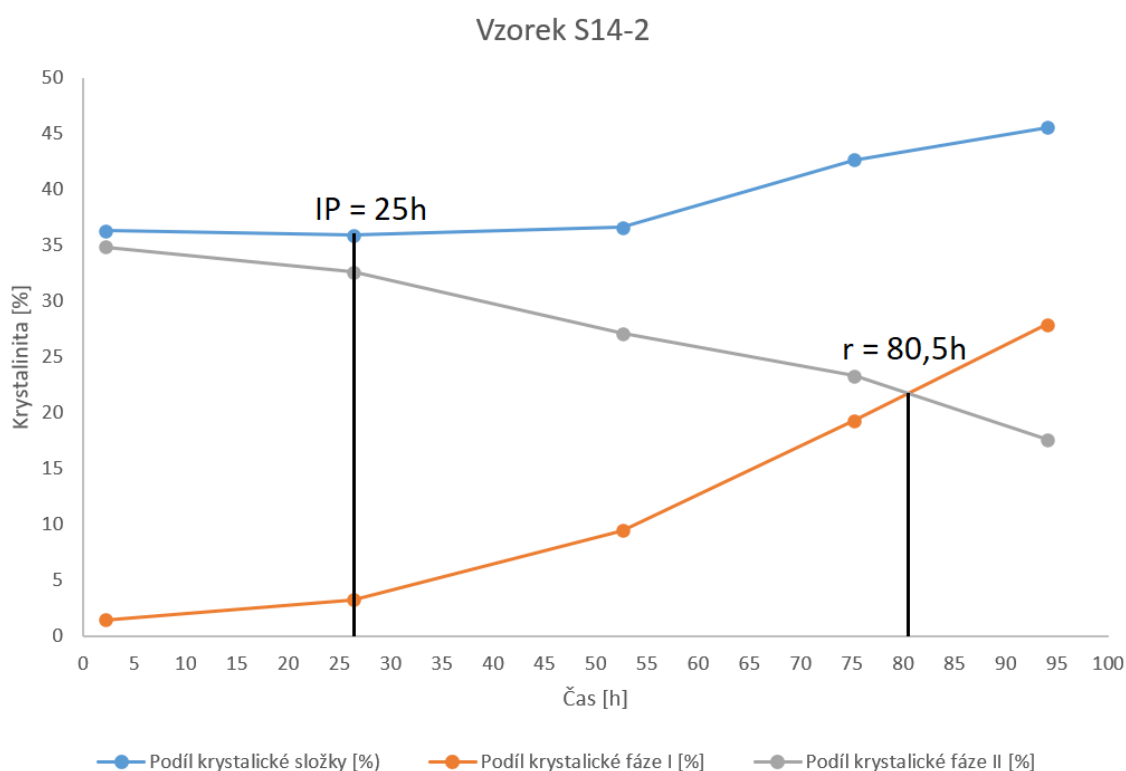
Graf 11 Určení zastoupení amorfnního a krystalického podílu

Výpočtem tedy bylo zjištěno poměrové zastoupení amorfnních a krystalických oblastí vzorku, dále také poměr fáze I a II, a to jako podíl celkové plochy pod peaky (110, 300, 211) s celkovou plochou pod všemi peaky. Opakovaným měřením (u všech vzorků bylo toto měření prováděno po 24 hodinách) došlo k získání dat o amorfnním podílu, a procentuálním zastoupení fáze I a fáze II v průběhu času. Podle typu fázového přechodu se měření opakovalo po dobu 3-5 dní, a poté ještě po 30ti dnech. Měření po 30ti dnech bylo provedeno pro určení celkové krystalinity na konci měření (Xc). Některé vzorky vykazovaly stagnující krystalizaci a fázovou přeměnu II  $\rightarrow$  I po dobu prvních několika



hodin popř. desítek hodin. Takové období je typické pro typ fázové přeměny M a jedná se o takzvanou indukční periodu (IP, h).

Vytvořením grafu ze získaných dat bylo možné získat údaje o časovém vývoji zastoupení amorfnní a krystalické oblasti, ale také o fázovém přechodu II  $\rightarrow$  I. Z grafu lze určit, kdy došlo k poločas transformace ( $r$ , h), tedy kdy byl stejný podíl krystalické fáze I a II (Graf 12).

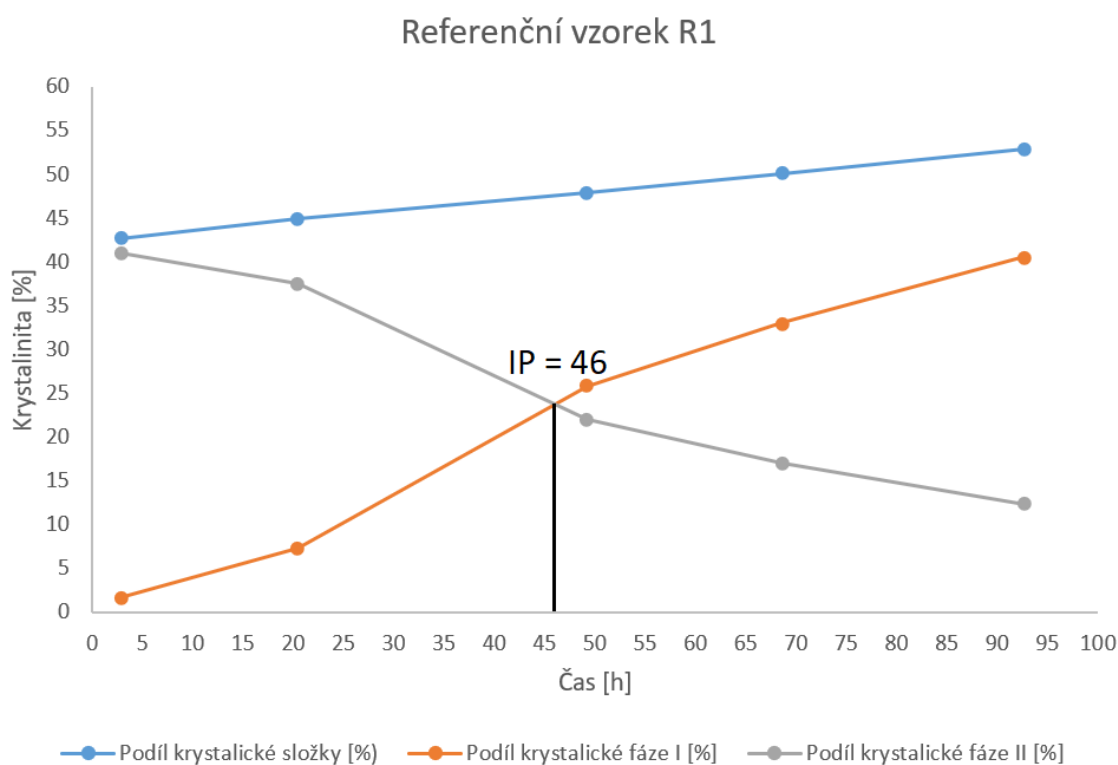


Graf 12 Změna podílu krystalických fází I a II, celkové krystalinity pro vzorek S14-2 v čase.

## 9 VÝSLEDKY A DISKUSE

### 9.1 Referenční vzorek

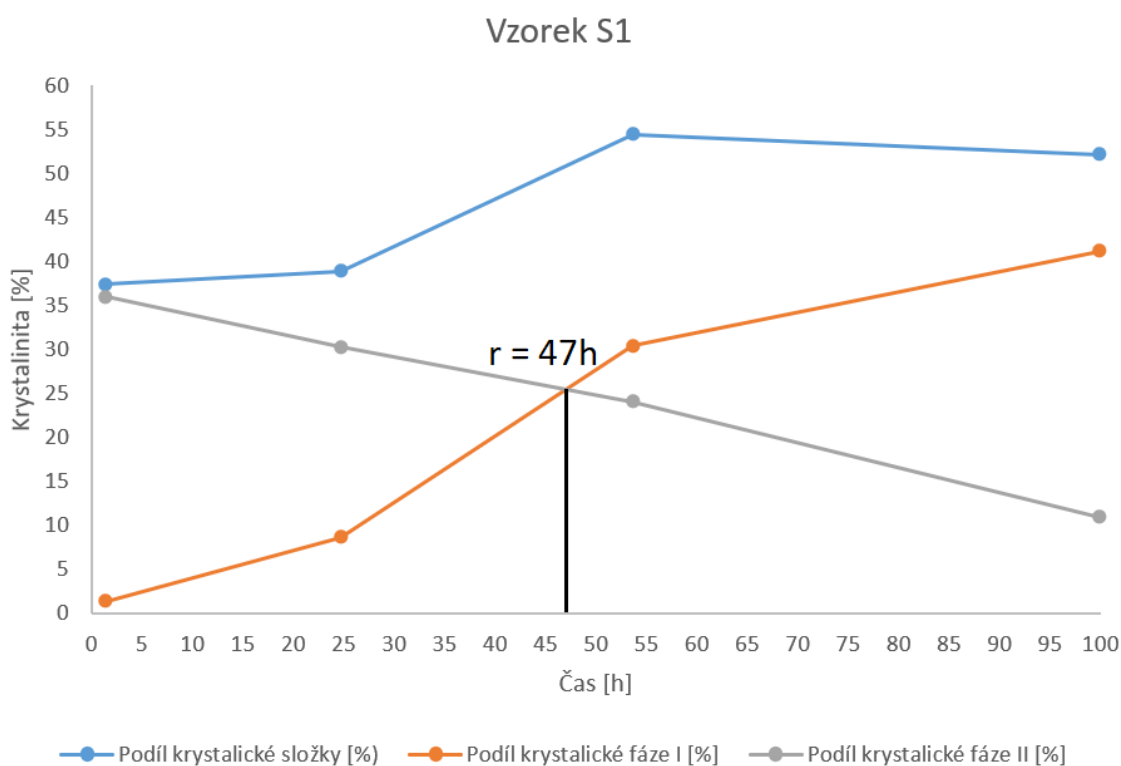
Referenční vzorek byl zvolen vzorek R1, přičemž se jedná o čistý PB 0110M, který byl ihned po roztavení umístěn do Faradayovy klece, aby došlo k vyloučení vlivu rušivých okolních polí. U tohoto vzorku byl poločas fázové přeměny II → I 46 hodin a jednalo se o transformaci typu N (neutral).



Graf 13 Referenční vzorek R1, PB 0100M ve Faradayově kleci

## 9.2 Posouzení vlivu okolních polí na proces fázové transformace

U vzorku S1 se rovněž jednalo o čistý PB 0110M, který nebyl vystaven působení elektromagnetického pole, ovšem byl ponechán volně při pokojové teplotě, laboratorní vzdušné vlhkosti a atmosférickém tlaku. U vzorku S1 byl poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I roven 47 hodin, typ transformace N. Při porovnání vzorku R se vzorkem S1 lze takřka vyloučit vliv rušivých vnějších polí (například vliv mobilních sítí, WiFi atp.) na proces fázové transformace čistého PB 0110M, tedy i vzorek, který nebyl uložen ve Faradayově kleci, lze považovat za referenční.



Graf 14 Vzorek S1, PB 0100M při běžných laboratorních podmínkách

### 9.3 Vliv elektromagnetického pole na vzorky čistého PB 0110M

V tabulce č. 2 jsou uvedeny vzorky, které byly připraveny bez příměsí, jedná se tedy o vzorky čistého PB 0110M vystavené vlivu magnetického pole po zvolené době. Jako referenční vzorky lze považovat jak vzorek S1, který byl ponechán volně při pokojové teplotě, laboratorní vzdušné vlhkosti a atmosférickém tlaku za možného působení vnějších polí, které se mohou vyskytovat v laboratorní místnosti, tak vzorek R1, který byl v průběhu provádění pozorování umístěn ve Faradayově kleci, neboť jejich typ fázové přeměny i poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$  byl takřka identický.

Tabulka 2 Vzorky PB 0110M bez příměsí

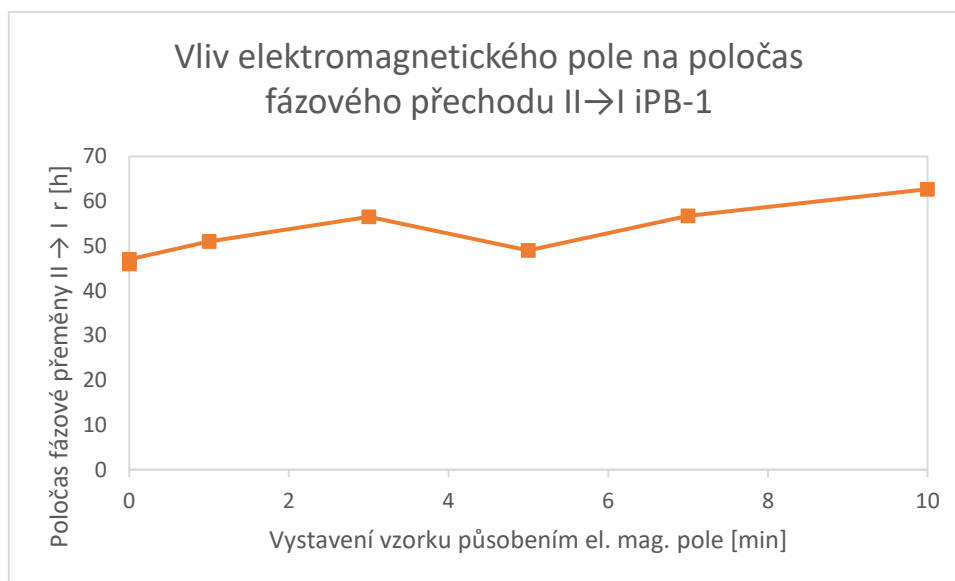
vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vystavení poli [min]	typ přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
R1	-	-	FARAD	N	46	-	x
S1	-	-	-	N	47	-	51,4
S2	-	-	1	M	51	25	56,4
S3	-	-	3	N	56,5	-	49,0
S4	-	-	5	M	49	25	55,8
S5	-	-	7	M	56,7	25	52,3
S6	-	-	10	M	62,7	25	50,9
S8-0	-	-	-	N	57	x	58,5
S8-1	-	-	1	M	67,7	29	51,5
S8-2	-	-	10	M	66,5	30	52,9

FARAD vzorek byl uschován po celou dobu experimentu ve Faradayově kleci

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

x měření nebylo provedeno

Porovnáním dat R1-S6 je patrné, že vliv elektromagnetického pole na čistý PB 0110M má vliv na proces fázové přeměny  $II \rightarrow I$ . Nárůst v poločase fázové přeměny  $II \rightarrow I$  mezi vzorkem S6, který byl připraven za stejných podmínek jako vzorek S1, ovšem byl vystaven působení elektromagnetického pole po dobu 10ti minut je 15,7 hodin. Oproti tomu u vzorku S2, který byl elektromagnetickému poli vystaven pouze po dobu jedné minuty se doba poločasu fázové přeměny  $II \rightarrow I$  prodloužila pouze o 4 hodiny. Je tedy patrné, že vliv elektromagnetického pole má negativní vliv na poločas fázové transformace, jakožto i na typ fázové transformace. Typ fázové transformace byl u všech vzorků, které byly vystaveny působení elektromagnetického pole, M (minus) s výjimkou vzorku S3. Vzorky, které působením elektromagnetického pole vystaveny nebyly, měly typ fázové přeměny N (neutral).



Graf 15 Závislost poločasu fázového přechodu II → I na době působení elektromagnetického pole

V grafu 15 lze vidět, že doba vystavení vzorků elektromagnetickému poli má takřka lineární vliv na prodloužení poločasu fázové přeměny II → I. Výjimkou je vzorek S4, jehož odchýlená hodnota může být zapříčiněna nežádoucím miniaturním prohnutím vzorku, které by mohlo vést k urychlení fázové přeměny II → I, jakožto i vlivem nečistot, které se do vzorku mohly dostat během výroby, či samotné přípravy vzorku.

Vliv elektromagnetického pole na prodloužení poločasu fázové přeměny II → I by mohl být způsoben tím, že elektromagnetické pole svým diamagnetickým působením na vzorek narušuje a znesnadňuje samovolné segmentální uspořádání makromolekulárních řetězců. Toto chování je ovšem v rozporu s pozorováním Kimury, který ve svém článku [37] uvádí, že elektromagnetické pole nemá vliv na čistý polymer v sklovitém či semikrystalickém stavu, vlivem jeho vysoké viskozity.

Vzorky S8-0, S8-1 a S8-2 byly vytvořeny ze stárnutého PB 0110M. Tyto vzorky ve své BP [63] připravil Hoferek v roce 2019, Tyto vzorky, vyjma celkově vyššího poločasu fázové přeměny II → I vykazují podobné chování, jako vzorky, které nebyly stárnuté. Asi desetihodinový nárůst hodnot lze vysvětlit faktem, že při stárnutí polymerů dochází k zmenšení hybnosti segmentů řetězců, což zpomaluje fázovou přeměnu, viz. studie Kaszonyiová a kol. [64]. Nicméně trend, který lze pozorovat u vzorků nestárnutého PB 0110M lze rovněž pozorovat u vzorků S8-0 až S8-2. Vliv stárnutí polymeru tedy nemá zásadní vliv na to, jak se vzorky vystavené elektromagnetickému poli budou chovat.

Elektromagnetické pole tedy má vliv na proces fázové transformace. Tato skutečnost a rovněž rozdíl mezi pozorováním této práci a práci Kimury může být zapříčiněna řadou faktorů. Nejpravděpodobnější z nich je, že příměsi, zřejmě katalyzátory PB 0110M, mohly ovlivnit, jakým způsobem a také do jaké míry bude elektromagnetické pole působit na fázovou přeměnu  $II \rightarrow I$ . Ve své práci Kaszonyiová a Rybníkář [19] uvedli, že po spálení 100 gramů PB, za teploty  $450^{\circ}\text{C}$  byla objevena anorganická rezidua neznámého složení, přidaná výrobcem. Anorganická rezidua by mohly zapříčinit interakci elektromagnetického pole se vzorkem, které by mohla vést k prodloužení poločasu fázové přeměny  $II \rightarrow I$ .

## 9.4 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující saze

Tabulka 3 Vzorky obsahující příměs sazí

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S9-0	C. VULCAN 3	0,5	-	M	69,5	27	55,7
S9-1	C. VULCAN 3	0,5	1	N	53	x	51,9
S9-2	C. VULCAN 3	0,5	10	M	65	26	58,2
S10-0	C. VULCAN 3	5	-	M	56,5	26	51,7
S10-1	C. VULCAN 3	5	1	M	67	26	44,7
S10-2	C. VULCAN 3	5	10	M	68,5	27	54,4
S11-0	C. VULCAN XC-72	0,5	-	N	48	x	59,8
S11-1	C. VULCAN XC-72	0,5	1	M	67,5	27	53,0
S11-2	C. VULCAN XC-72	0,5	10	M	62	25	55,6
S12-0	C. VULCAN XC-72	5	-	N	54	x	51,5
S12-1	C. VULCAN XC-72	5	1	M	72	26	50,6
S12-2	C. VULCAN XC-72	5	10	M	78	25	49,5
S13-0	C. VULCAN 6	0,5	-	M	61	27	54,0
S13-1	C. VULCAN 6	0,5	1	M	68	26	52,5
S13-2	C. VULCAN 6	0,5	10	M	67,3	27	54,5
S14-0	C. VULCAN 6	5	-	M	67,5	27	54,8
S14-1	C. VULCAN 6	5	1	M	52	25	50,1
S14-2	C. VULCAN 6	5	10	M	80,5	25	53,1

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

Všechny použité vzorky obsahující příměsi sazí použité v této práci byly stárnuté, což zajisté ovlivnilo poločas fázového přechodu II  $\rightarrow$  I, ovšem jak již bylo popsáno výše, samotný vliv stárnutí pouze prodlouží poločas fázového přechodu II  $\rightarrow$  I o konstantní hodnotu, nemá vliv na typ fázové přeměny, či na působení elektromagnetického pole.

U většiny vzorků došlo k prodloužení fázového přechodu, stejně, jako tomu bylo u vzorků, které žádnou příměs neobsahovaly. K urychlení fázového přechodu II  $\rightarrow$  I u vzorků, které byly vystaveny působení elektromagnetického pole, vůči vzorkům se stejnou příměsí a stejným hmotnostním procentem příměsi, došlo u vzorků obsahující 0,5% (m/m) sazí VULCAN 3, a to jak při vystavení po dobu jedné, tak i deseti minut k urychlení. Rovněž došlo ke zkrácení poločasu fázového přechodu u vzorku obsahující 5% (m/m) sazí VULCAN 6, který byl poli vystaven po dobu jedné minuty.

Zajímavé zjištění je, že u vzorků obsahující 0,5% (m/m) sazí VULCAN 3, u kterých došlo k výraznějším zrychlení poločasu fázové přeměny II → I při působení elektromagnetického pole po dobu jedné minuty. Avšak naproti tomu výrazně menší zrychlení poločasu fázové přeměny II → I nastalo, když elektromagnetické pole působilo po dobu desíti minut. Ekvivalentní chování lze pozorovat u vzorků obsahující 5% (m/m) sazí VULCAN 6, kdy došlo k zrychlení po působení elektromagnetického pole po dobu jedné minuty, ale při působení po dobu deseti minut došlo k zpomalení poločasu fázové přeměny II → I.

Celkově u tří sad vzorků došlo k změně typu fázového přechodu.

Sada vzorků S9, ve které vzorek S9-0, který nebyl vystaven působení elektromagnetického pole, vykazoval typ fázové přeměny M, zatímco vzorek S9-1, vystavený působení elektromagnetického pole po dobu jedné minuty vykazoval typ fázové přeměny N. U vzorku S9-2 došlo k fázové přeměně charakteru M, tudíž vykazoval stejný typ fázové přeměny, jako vzorek S9-0, který elektromagnetickému poli vystaven nebyl.

Sada vzorků S10 vykazovala u všech vzorků typ fázové přeměny M, typ fázové přeměny tedy nebyl elektromagnetickým polem u těchto vzorků ovlivněn.

Sada vzorků S11, kdy vzorek S11-0 nevystavený působení elektromagnetického pole, vykazoval typ fázové přeměny N, zatímco vzorek S11-1, který byl vystaven působení elektromagnetického pole po dobu jedné minuty, měl typ fázové přeměny M. Vzorek S11-2, který byl vystaven působení elektromagnetického pole po dobu desíti minut, rovněž vykazoval typ fázové přeměny M.

Typ fázové přeměny u sady vzorků S12 se choval analogicky s chováním sady vzorků S11. U obou vzorků vystavených elektromagnetickému poli došlo k typu fázové přeměny M, naproti tomu vzorek, který elektromagnetickému poli vystaven nebyl, vykazoval typ N.

Sady vzorků S10, S13 a S14 vykazovaly u všech vzorků typ fázové přeměny M, typ fázové přeměny tedy nebyl elektromagnetickým polem u vzorků těchto sad nikterak ovlivněn.



## 9.5 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující uhlíkové nanotrubic

Tabulka 4 Vzorky obsahující příměs uhlíkových nanotrubic

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S15	TUBALL SINGLE WALL	0,5	-	N	44,5	-	59,5
S16	TUBALL SINGLE WALL	0,5	1	N	51	-	54,6
S17	TUBALL SINGLE WALL	0,5	10	N	52	-	52,6
S18	TUBALL SINGLE WALL	2	-	N	39,7	-	55,3
S19	TUBALL SINGLE WALL	2	1	N	50	-	54,5
S20	TUBALL SINGLE WALL	2	10	N	40	-	54,6

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

U vzorků obsahující uhlíkové nanotrubic, které nebyly vystaveny působení elektromagnetického pole, došlo k urychlení poločasu fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , vůči referenčním vzorkům. Tento jev lze vysvětlit možností, že uhlíkové nanotrubic fungovaly jako nukleační činidlo, což urychlilo poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$ .

Vzorky obsahující příměs uhlíkových nanotrubic, které byly vystaveny působení elektromagnetickému pole, vykazovaly zpomalený poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$  a to jak při porovnání s vzorky, které poli vystaveny nebyly, tak s referenčními vzorky. Zajímavé pozorování je, že u vzorku S20, který byl vystaven působení elektromagnetického pole po dobu desíti minut, sice došlo k zpomalení vůči vzorku S18, který poli vystaven nebyl, ale toto zpomalení bylo výrazně nižší, než u vzorku, který byl elektromagnetickému poli vystaven po dobu jedné minuty. Při vyšší koncentraci a delší době působení tedy zpomalení, způsobené elektromagnetickým polem, bylo téměř rovno nule. V dalším výzkumu by bylo jistě zajímavé věnovat této skutečnosti pozornost. Na základě dostupných dat totiž nelze vyloučit, že působením elektromagnetického pole v řádech desítek minut na vzorky obsahující 2% (m/m) by došlo k urychlení fázové přeměny  $II \rightarrow I$ .

Typ fázové přeměny nebyl u žádného vzorku ovlivněn, neproběhla tedy indukční perioda, která je charakteristická pro typ fázové přeměny M. IP i po krátkém působení elektromagnetického pole byla totiž u většiny vzorků, u kterých došlo k výraznému zpomalení poločasu fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , poměrně charakteristická. Toto pozorování rovněž podporuje výše zmíněnou teorii, že u vzorků s vyšší koncentrací by další působení elektromagnetického pole mohlo urychlit poločas fázové transformace.

## 9.6 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující grafit

Tabulka 5 Vzorky obsahující příměs grafitu

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S21	GRAFIT	0,5	-	N	39	-	61,1
S22	GRAFIT	0,5	1	N	44	-	60,9
S23	GRAFIT	0,5	10	N	45	-	57,9
S24	GRAFIT	5	-	N	43	-	65,2
S25	GRAFIT	5	1	N	43,5	-	69,0
S26	GRAFIT	5	10	N	46,5	-	66,1

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

Vzorky obsahující příměs grafitu, které nebyly vystaveny působení elektromagnetického pole, vykazovaly kratší poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , než referenční vzorky. Vlivem působení elektromagnetického pole došlo k zpomalení fázové přeměny, nicméně pořád byl poločas fázové transformace urychlen vůči referenčním vzorkům.

Z dostupných dat lze usoudit, že procento příměsi mělo velmi malý vliv na poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , jak u vzorků, které byly vystaveny působení elektromagnetického pole, tak i u vzorků, které elektromagnetickému poli vystaveny nebyly.

Typ fázové přeměny zůstal u všech vzorků obsahující příměs grafitu nepozměněn, bez ohledu na to, zda vzorky byly či nebyly elektromagnetickému poli vystaveny.

## 9.7 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující oxid železitý

Tabulka 6 Vzorky obsahující příměs oxidu železitého

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S30	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5	-	P	20,7	-	59,6
S31	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5	1	P	23,5	-	58,4
S32	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5	10	P	13	-	61,9
S27	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	-	P	20	-	56,5
S28	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	1	P	20	-	56,5
S29	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	10	P	19,5	-	59,0

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

Poločas fázové přeměny II → I se u vzorků obsahující příměs oxidu železitého podařilo výrazně urychlit. Vzorky vykazovaly více než dvojnásobně rychlejší poločas fázové přeměny, vůči referenčním vzorkům.

Vystavením vzorků, obsahující příměs oxidu železitého, působení elektromagnetického pole došlo k urychlení poločasu fázové přeměny II → I, vůči vzorkům, které poli vystaveny nebyly. U vzorku S32 byl poločas fázové přeměny 13 hodin, což je o více než 50% rychlejší, než u vzorku S30, který elektromagnetickému poli vystaven nebyl.

Všechny vzorky vykazovaly typ fázové přeměny P (plus). Tento typ fázové přeměny je charakteristický nejrychlejším poločasem fázové přeměny II → I, v porovnání s ostatními typy. Jedná se tedy z pohledu průmyslového zpracování nejžádanější, nicméně sytě rudá barva vzorků, která je zapříčiněna přidáním oxidu železa do vzorků, by mohla být nežádoucí.

## 9.8 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující oxid titaničitý

Tabulka 7 Vzorky obsahující příměs oxidu titaničitého

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S36	TiO <sub>2</sub>	0,5	-	M	52,5	22	52,7
S37	TiO <sub>2</sub>	0,5	1	N	47,3	-	51,6
S38	TiO <sub>2</sub>	0,5	10	N	51	-	52,9
S33	TiO <sub>2</sub>	5	-	N	47,5	-	56,2
S34	TiO <sub>2</sub>	5	1	M	53	24	x
S35	TiO <sub>2</sub>	5	10	N	49,5	-	x

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole  
x měření nebylo provedeno

Dostupné hodnoty z měření vzorků s příměsí oxidu titaničitého, nedávají příliš jasnou představu o tom, jaký vliv má oxid titaničitý na rychlost poločasu fázové přeměny II → I, ani na to, jak ovlivňuje typ fázové přeměny. Patrné je pouze to, že u všech vzorků s touto příměsí došlo k zpomalení poločasu fázové přeměny vůči vzorkům referenčním.

Při koncentraci 0,5% (m/m) došlo působením elektromagnetického pole k urychlení poločasu fázové přeměny, rovněž došlo k odstranění IP, tudíž vzorky vystavené elektromagnetickému poli vykazovaly typ fázové přeměny N. Naproti tomu, u vzorků s 5% (m/m) došlo vlivem působení elektromagnetického pole ke zpomalení poločasu fázové přeměny II → I. Vzorek obsahující 5% (m/m), který byl elektromagnetickému poli vystaven jednu minutu, vykazoval nejpomalejší poločas fázové přeměny II → I, a typ fázové přeměny M, což je protichůdné pozorování vůči vzorkům s 0,5%(m/m), kdy při působení po dobu jedné minuty došlo k nejvýraznějšímu urychlení.

Závratné rozdíly, v datech, které jsou z tabulky 7 patrné, by pravděpodobně šlo odstranit velkým počtem vzorků. Možné výkyvy hodnot můžou mít svůj původ v nehomogenním zastoupení příměsi či nežádoucím ovlivnění vzorku například nepatrným ohnutím vzorku. V případě dalšího výzkumu by bylo vhodné, aby bylo vyzkoušeno více variací jak koncentrace příměsi, tak i doby vystavení elektromagnetickému poli.

## 9.9 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující železný prášek

Tabulka 8 Vzorky obsahující příměs železného prášku

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S42	Fe	0,5	-	M	53	27	53,2
S43	Fe	0,5	1	M	39,7	28,5	55,4
S44	Fe	0,5	10	N	53	-	53,7
S39	Fe	5	-	N	43	-	65,7
S40	Fe	5	1	N	39,5	-	53,1
S41	Fe	5	10	M	50	29	53,5

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

Vzorek S42 s příměsí 0,5% (m/m) měl zpomalený poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I v porovnání s referenčními vzorky, rovněž vykazoval typ fázové přeměny M. Působením elektromagnetického pole došlo u vzorku S43 k urychlení poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I, jak v porovnání s vzorkem S42, tak v porovnání s referenčními vzorky, nicméně vzorek také vykazoval typ fázové přeměny M. Vzorek S 43 poté vykazoval typ fázové přeměny N, ale poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I byl shodný se vzorkem S42, který elektromagnetickému poli vystaven nebyl.

U vzorku S39 obsahující 5% (m/m), který působení elektromagnetického pole vystaven nebyl, došlo k zrychlení poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I v porovnání s referenčními vzorky. Vzorek S40, který byl poli vystaven jednu minutu, vykazoval jisté urychlení poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I, nicméně u vzorku S41, který byl elektromagnetickému poli vystaven po dobu deseti minut, došlo ke zpomalení poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I a byla přítomna indukční perioda, tudíž u toho vzorku šlo o typ fázové přeměny M.

Zajímavé zjištění je, že vzorky obsahující příměs železa, které byly vystaveny působení elektromagnetického pole, nevykazovaly téměř žádné zrychlení poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I. Tato příměs byla zvolena proto, že působením elektromagnetického pole se začnou jednotlivé částice železa orientovat dle siločar, které jsou neustále proměnné, neboť se jedná o nestacionární elektromagnetické pole. Dochází tím tedy k určitému pohybu částic železa, které by měly tímto pohybem narážet do okolních řetězců PB 0110M. Tato teorie se ovšem dle dostupných dat jeví jako, přinejmenším částečně, mylná. Nicméně při krátkém působení došlo k urychlení poločasu fázové transformace. Je tedy možné, že při krátkém působení tato mechanická energie pomáhá urychlit fázovou přeměnu II  $\rightarrow$  I, což může být zapříčiněno tím, že energie působící na řetězce PB 0110M

vede ke zvýšení potenciální energie řetězců, což vede k rychlejšímu startu tvorby nukleačních zárodků. Ovšem při delším působení může tato energie narušovat tvorbu nově vzniklých nukleí.

## 9.10 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující práškový zinek

Tabulka 9 Vzorky obsahující příměs práškového zinku

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S48	Zn	0,5	-	M	59	27	51,9
S49	Zn	0,5	1	M	53,7	28	53,8
S50	Zn	0,5	10	N	53	-	49,8
S45	Zn	5	-	M	49	29	53,7
S46	Zn	5	1	N	49	-	51,1
S47	Zn	5	10	N	44	-	53,9

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

Vzorky, které obsahovaly jak 0,5% (m/m) tak 5% (m/m), a nebyly vystaveny působení elektromagnetického pole, vykazovaly zpomalení poločasu fázové přeměny II → I v porovnání s referenčními vzorky. Rovněž se u vzorků vyskytovala indukční perioda, tedy typ fázové přeměny M.

Vystavením vzorků působení elektromagnetického pole došlo u obou koncentrací příměsi k urychlení poločasu fázového přechodu II → I. Ve většině případů nebyla pozorována indukční perioda, která byla patrná pouze o vzorku obsahující nižší koncentraci zinku, ale také krátké působení elektromagnetického pole. Lze tedy předpokládat, že vyšší koncentrace a delší působení elektromagnetického pole, než bylo provedeno v tomto experimentu, povede k výraznějšímu urychlení poločasu fázové přeměny II → I.

Zjištění, že elektromagnetické pole kladně působí na vzorky obsahující příměs zinku je velmi zajímavé, neboť zinek, jako jediná příměs v této práci, má šesterečnou mřížku. Pro budoucí práci by tedy bylo vhodné zahrnout více příměsí, které mají šesterečnou mřížku a jsou schopny reagovat na elektromagnetické pole, což by mohlo do značné míry poodhalit, jaký vliv má tento faktor na poločas fázové přeměny II → I.

## 9.11 Vliv elektromagnetického pole na vzorky obsahující hydroxid hlinitý

Tabulka 10 Vzorky obsahující příměs hydroxidu hlinitého

vzorek	příměs	příměs [% (m/m)]	vyst. poli [min]	typ f. přeměny	r [h]	IP [hod]	Xc [%]
S54	Al(OH) <sub>3</sub>	0,5	-	N	54	-	51,1
S55	Al(OH) <sub>3</sub>	0,5	1	M	54	26	57,6
S56	Al(OH) <sub>3</sub>	0,5	10	M	64	25,5	51,6
S51	Al(OH) <sub>3</sub>	5	-	N	54	-	56,9
S52	Al(OH) <sub>3</sub>	5	1	N	54,5	-	54,7
S53	Al(OH) <sub>3</sub>	5	10	N	58,5	-	52,1

- žádná příměs/nevystaveno působení elektromagnetického pole

Vzorky S54 a S51, které nebyly vystaveny působení elektromagnetického pole vykazovaly shodné hodnoty poločasu fázové přeměny II → I, i typ fázové přeměny. Lze tedy v rámci dostupných dat usuzovat, že koncentrace hydroxidu hlinitého má velmi malý či naprosto žádný vliv na poločas fázové přeměny II → I, jakožto i na typ fázové přeměny.

Vzorky, které byly vystaveny působení elektromagnetického pole, vykazovaly zpomalení poločasu fázové přeměny II → I, s rostoucí dobou vystavení vlivu elektromagnetického pole docházelo k zásadnějším zpomalení poločasu fázového přechodu.

Vzorky S54 a S55 měly stejný poločas fázové přeměny II → I, ovšem u vzorku S55, který byl vystaven působení elektromagnetického pole vykazoval indukční periodu 26 hodin a jednalo se tedy o typ fázové přeměny M. Lze předpokládat, že poločas fázové přeměny nebyl u vzorku S55 působením elektromagnetického pole ovlivněn z důvodu nízké koncentrace příměsi a krátkému působení pole. Tento předpoklad podporuje fakt, že vzorek S56, který byl vystaven elektromagnetickému poli po dobu deseti minut vykazoval značně pomalejší poločas fázové přeměny II → I. Analogické chování lze pozorovat i u vzorků s 5% (m/m), kdy vzorky S51 a S52 měly takřka identický poločas fázové přeměny II → I, a vzorek S53, který byl vystaven elektromagnetickému poli po dobu deseti minut vykazoval značně vyšší poločas fázové přeměny II → I.

Typ fázové přeměny byl ovlivněn pouze u vzorků obsahující 0,5% (m/m), které byly vystaveny působení elektromagnetického pole. Všechny vzorky obsahující 5% (m/m) vykazovaly typ fázové přeměny N, bez ohledu na to zda, či na jakou dobu, byly vystaveny elektromagnetickému poli. Toto chování lze, z pohledu dat získaných v průběhu této práce, označit za nestandardní.

## 9.12 Celková krystalinita vzorků

Kimura ve svém článku [37] uvádí, že elektromagnetické pole by mohlo příznivě ovlivnit celkovou krystalinitu krystalických polymerů, ale také kvalitu vzniklých krystalů, což by mohlo vést k vyšší teplotě tání. Porovnání celkové krystalinity z dat této práce je komplikované, neboť hodnoty napříč vzorky ne vždy vykazují lineární posloupnost, proto byl vytvořen aritmetický průměr z dat celkové krystalinity všech vzorků obsahujících příměs. Tímto řešením lze lépe a objektivněji porovnat, jaký má vliv elektromagnetické pole na celkovou krystalinitu, neboť se jedná o větší soubor dat, než by tomu bylo při porovnání vzorků jedné příměsi mezi sebou.

Tabulka 11 Průměrná celková krystalinita vzorků s příměsí v závislosti na době vystavení elektromagnetickému poli

Působení el. mag. pole na vzorek [min]	Průměrná Xc [%]
-	53,5
1	54,4
10	55,0

- nevystaveno působení elektromagnetického pole

V Tab. 11 lze vidět, že působení elektromagnetického pole mělo pozitivní účinek na hodnotu celkové krystalinity, s tím, že výraznější nárůst lze pozorovat při působení elektromagnetického pole po dobu jedné minuty.

Data o celkové krystalinitě, které byly v průběhu práce získány, korespondují s tvrzením, které Kimura ve svém článku uvádí, tedy, že elektromagnetické pole zvyšuje hodnotu celkové krystalinity krystalických polymerů.



### 9.13 Porovnání výsledků s jinými pracemi

Porovnání dat této práce komplikuje skutečnost, že se nepodařilo dohledat žádnou práci, která by se zabývala vystavením vzorků s příměsemi v iPB-1 elektromagnetickému poli. Lze proto porovnávat pouze vzorky, které elektromagnetickému poli vystaveny nebyly.

Hoferek ve své práci [63] rovněž připravoval vzorky s příměsí sazí VULCAN 3 a VULCAN XC72, grafitu, uhlíkových nanotrubic, oxidu titaničitého a hydroxidu hlinitého. Hoferek u vzorků s příměsí 0,5%(m/m) sazí VULCAN 3 uvedl, že poločas fázové přeměny byl 44 hodin, typ fázové přeměny M a indukční perioda 21,5 hodin. V této práci byly naměřeny následující hodnoty: poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I 69,5 hodin, typ fázové přeměny M, indukční perioda 27 hodin. Typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I se shoduje.

U vzorků s příměsí 0,5%(m/m) sazí VULCAN XC72 se v obou pracích shodoval typ fázové přeměny, s menší odchylkou v hodnotě indukční periody, kdy Hoferek uvedl 21,5 hodin, a v této práci byla indukční perioda 27 hodin. Hoferek naměřil poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I 38,5 hodin, v této práci byl naměřen 48 hodin.

U vzorky obsahující uhlíkové nanotrubičky o koncentraci 0,5% (m/m), Hoferek [63] publikoval zprůměrované hodnoty ze 3 sad vzorků:  $r = 53,5$  hodin, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I M, IP = 23 hodin. V této práci byly naměřeny hodnoty:  $r = 54$ h, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I N.

Pro vzorky s příměsí 5% (m/m) grafitu Hoferek určil hodnoty:  $r = 47,6$ h, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I M, IP = 26 hodin. V této práci byly určeny hodnoty:  $r = 43$  hodin, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I N.

Hoferek dále napsal, že poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I pro vzorky obsahující 5% (m/m) hydroxidu hlinitého byl 59 hodin, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I M s indukční periodou 20 hodin. V této práci byly naměřeny hodnoty:  $r = 54$ h, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I N.

U vzorků obsahující 5% (m/m) oxidu titaničitého, byl v práci Hoferka poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I 50 hodin, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I M s indukční periodou 23 hodin. V této práci byly naměřeny hodnoty:  $r = 47,5$  h, typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I N.

Rozdíly v hodnotách poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I, v obou pracích nejsou ve většině případů nikterak veliké. Rozdíly v rámci několika hodin byl nejpravděpodobněji

způsobeny buď možným rozdílem homogenity příměsi ve vzorku, nebo menšími odchylkami v pravidelnosti měření v obou pracích. U větších rozdílů hodnot poločasu fázové přeměny II  $\rightarrow$  I (například u vzorků obsahujících 0,5% (m/m) sazí VULCAN 3 se jedná o 25,5h) ovšem nelze vyloučit, že v průběhu manipulace se vzorky došlo v některé z prací k mikroskopickému ohybu, což by mohlo vést k urychlení fázové přeměny II  $\rightarrow$  I. Další faktor, který by mohl zapříčinit vznik velkých rozdílů v datech, vzniká při samotném měření, kde u vzorků menších rozměrů může docházet k chybě měření.

Rozdílně určené typy fázového přechodu II  $\rightarrow$  I mohou být do jisté míry zapříčiněny subjektivním vyhodnocováním typu fázového přechodu II  $\rightarrow$  I, kdy není žádné závazné pravidlo (například úhel, který přímka svírá atd.), pro určení typu fázového přechodu, proto se do jisté míry jedná o subjektivní názor, který se může v určitých případech lišit dle toho, kdo typ fázové přeměny II  $\rightarrow$  I určoval.

Hodnota indukční periody je z velké míry ovlivněna, po kolika hodinách bylo měření provedeno, rozdíly v rámci pár hodin tedy mohou být ovlivněny rozdílnými časy měření, provedeného následující den, po přípravě vzorku.

Mezi další faktory, které mohly ovlivnit některé odchylky v obou pracích a to zejména poločas fázové přeměny II  $\rightarrow$  I, je určitý rozdíl ve stáří použitého PB 0110M. Pokud by bylo třeba docílit co nejpřesnějších hodnot, musel by být PB 0110M naprosto stejně starý v době experimentu, tedy nejspíše by bylo třeba polymerizovat vlastní PB 0110M, což je ovšem s dostupnými prostředky takřka nemožné.

Navzdory určitým rozdílům v hodnotách lze říci, že obě práce dospěly k stejnému závěru, co se týče prodloužení či zkrácení vzorků obsahující danou příměs, vůči referenčním vzorkům čistého PB 0110M, které byly jak připraveny v obou pracích, tak porovnány s literaturou.

## ZÁVĚR

V bakalářské práci byl zkoumán vliv elektromagnetického pole na fázovou přeměnu  $II \rightarrow I$  jak čistého isotaktického polybutenu – 1, tak isotaktického polybutenu - 1 s obsahem příměsí. K experimentu byl vybrán PB 0110M, který vyrábí firma LyondellBasell (Nizozemsko). Příměsi byly pečlivě zvoleny dle jejich možné interakce s elektromagnetickým polem.

Na začátku experimentu byly vytvořeny dva vzorky, které sloužily jako referenční. Jeden z těchto vzorků byl po celou dobu výzkumu uchován ve Faradayově kleci, druhý vzorek byl ponechán v běžných laboratorních podmínkách. U vzorků neobsahující příměs bylo připraveno 5 exemplářů, pro které bylo zvoleno více variací doby působení elektromagnetického pole. Jako součást experimentu se vzorky čistého PB 0110M byly také připraveny 3 přirozeně stárnuté vzorky, aby bylo možné posoudit vliv elektromagnetického pole na stárnuté vzorky. Vzorky s obsahem každé příměsi, a také každé koncentrace, byly připraveny vždy po třech kusech, přičemž jeden z těchto vzorků nebyl vystaven elektromagnetickému poli, další vzorek byl vystaven elektromagnetickému poli po dobu jedné minuty a poslední vzorek byl vystaven elektromagnetickému poli po dobu deseti minut. Elektromagnetické pole ve štěrbině, do které byly vkládány vzorky, vykazovalo intenzitu 0,4T a frekvenci 50Hz.

U každého vzorku byla každý den měřena přeměna z nestabilní krystalické fáze II na stabilní krystalickou fázi I po dobu pěti dní. Poté byla po třiceti dnech od přípravy vzorku měřena celková krystalinita a podíl jednotlivých fází. Měření probíhalo přístroji X'Pert Pro, který vyrábí firma Malvern Panalytical Ltd. (Velká Británie). Data získaná z rentgenového difraktometru byla poté zpracována v programu MS Excel. Ze zpracovaných dat z průběhu dní byl v programu MS Excel vytvořen graf, ze kterého lze odečíst časovou závislost fázové přeměny  $II \rightarrow I$  a určit tedy poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , typ fázové přeměny a případně i indukční periodu.

Vzorky čistého PB 0110M vystavené působení elektromagnetického pole vykazovaly delší poločas fázové přeměny  $II \rightarrow I$ , než jaký vykazovaly referenční vzorky. Rovněž u vzorků vystavených působení elektromagnetického pole došlo k změně typu fázové přeměny z N (neutral) na M (minus). Vysvětlení pro obě skutečnosti je možnost, že elektromagnetické pole má snahu narušovat segmentální uspořádání makromolekulárních řetězců, ke kterému samovolně dochází při fázové přeměně  $II \rightarrow I$ . Zjištění této práce

ovšem rozporuje zjištění Kimury [37], který uvádí, že elektromagnetické pole není schopno ovlivnit rychlost fázové přeměny u polymerních materiálů v pevném stavu, a to vlivem jejich vysoké viskozity.

K výraznému urychlení poločasu fázové přeměny  $II \rightarrow I$  došlo pouze u vzorků obsahující příměs oxidu železitého. Jak pro koncentraci 0,5% (m/m), tak i pro koncentraci 5% (m/m) došlo takřka k identickému urychlení poločasu fázové přeměny  $II \rightarrow I$  u vzorků, které nebyly vystaveny elektromagnetickému poli. Při vystavení vzorků elektromagnetickému poli po dobu jedné minuty nedošlo k takřka žádným změnám. Naproti tomu při vystavení elektromagnetickému poli po dobu deseti minut došlo u vzorku obsahující 0,5% (m/m) k významnému urychlení vůči vzorku, který elektromagnetickému poli vystaven nebyl.

U vzorků obsahující příměs oxidu titaničitého, zinku a uhlíkových nanotrubic lze dle získaných dat předpokládat, že by vyšší koncentrací příměsí, ale také podstatně vyšší intenzitou elektromagnetického pole bylo možné dosáhnout urychlení poločasu fázového přechodu, ale také docílit typu fázové přeměny P. Nicméně v průmyslovém odvětví by bylo technicky i ekonomicky velmi náročné vystavovat výrobky působení silnějšího elektromagnetického pole, než které bylo využito v průběhu tohoto experimentu. Získané poznatky tedy mohou zejména sloužit k následnému akademickému výzkumu, než k aplikaci v průmyslovém odvětví.

Vzorky obsahující ostatní příměsí vykazovaly značný nárůst v poločase fázového přechodu, jejich aplikace by tedy měla smysl pouze v případě, že by zpomalení fázové přeměny  $II \rightarrow I$  byla žádoucí.

V průběhu experimentu byla také porovnání celková krystalinita vzorků. Z dat je patrné, že elektromagnetické pole příznivě ovlivňuje celkovou krystalinitu isotaktického polybutenu – 1. Zvýšením celkové krystalinity lze docílit lepších mechanických vlastností, což je samozřejmě pro aplikaci v průmyslovém odvětví žádoucí.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] Struktura polymerů a její vliv na vlastnosti. *Publi.cz* [online]. Brno [cit. 2020-8-11]. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/03.html>.
- [2] PROKOPOVÁ, Irena. *Makromolekulární chemie*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2007. ISBN 978-80-7080-662-3.
- [3] KREVELEN, Van D.W. *Properties of polymers: Their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive group contributions*. 3rd rev.Ed. Amsterdam: Elsevier, 1997. ISBN 978-0-44-482877-4.
- [4] *SCC: Chem 400: General Chemistry I* [online]. [cit. 2020-09-18]. Dostupné z: [https://chem.libretexts.org/Courses/Sacramento\\_City\\_College/SCC%3A\\_Chem\\_400\\_-\\_General\\_Chemistry\\_I](https://chem.libretexts.org/Courses/Sacramento_City_College/SCC%3A_Chem_400_-_General_Chemistry_I).
- [5] ZARZA, Lauren. *Introduction to Polymer Materials: Tacticity* [online]. Pennsylvania: The College of Earth and Mineral Sciences [cit. 2021-1-18]. Dostupné z: <https://www.e-education.psu.edu/matse202/node/719>.
- [6] JENKINS, A. D., P. KRATOCHVÍL, R. F. T. STEPTO a U. W. SUTER. Glossary of basic terms in polymer science (IUPAC Recommendations 1996). *Pure and Applied Chemistry* [online]. 1996, **68**(12), 2287-2311 [cit. 2021-2-21]. ISSN 1365-3075. Dostupné z: doi:10.1351/pac199668122287.
- [7] STEVENS, Malcom P. *Polymer chemistry: An introduction*. 3rd Ed. Oxford: Oxford University Press, 1999. ISBN 978-0-19-512444-6.
- [8] HAGEN, Henk, Jaap BOERSMA a Gerard VAN KOTEN. Homogeneous vanadium-based catalysts for the Ziegler–Natta polymerization of  $\alpha$ -olefins. *Chem. Soc. Rev* [online]. 2002, **31**(6), 357-364 [cit. 2021-2-21]. ISSN 0306-0012. Dostupné z: doi:10.1039/B205238E.
- [9] STOKLASA, Karel. *Makromolekulární chemie I*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně-Fakulta technologická, 2005
- [10] GEIL, PH. *The morphology of crystalline polymers* *Journal of Chemical Education*. 58: 879.

- [11] LUCIANI, L., J. SEPPÄLÄ a B. LÖFGREN. Poly-1-butene: Its preparation, properties and challenges. *Progress in Polymer Science* [online]. 1988, **13**(1), 37-62 [cit. 2020-11-8]. ISSN 00796700. Dostupné z: doi:10.1016/0079-6700(88)90010-X
- [12] HŘIBOVÁ, Martina. *Krystalizace vybraných polymerů - strukturní a morfologické studie: Crystallization of chosen polymers - structural and morphological studies : teze habilitační práce*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2014. ISBN 978-80-7454-416-3
- [13] *Polybutene Piping Systems Association*. Polybutene history [online]. Switzerland: Haka Gerodur, 2013 [cit. 2021-01-02]. Dostupné z: <http://www.pbpsa.com/history>
- [14] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 3., přeprac. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2011. ISBN 978-80-7080-788-0.
- [15] Polybutylene. *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2020-11-3]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Polybutylene>
- [16] LEDERER, Jaromír. Polymery II [online]. Ústí nad Labem: Přírodovědecká fakulta, 2016 [cit. 2020-11-3]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/7775110-Polymery-i-doc-ing-jaromir-lederer-csc.html>
- [17] ALFONSO, G. C., F. AZZURRI a M. CASTELLANO. Analysis of Calorimetric Curves Detected During the Polymorphic Transformation of Isotactic Polybutene-1. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* [online]. **66**(1), 197-207 [cit. 2021-2-27]. ISSN 14182874. Dostupné z: doi:10.1023/A:1012499918018
- [18] DE ROSA, Claudio, Finizia AURIEMMA, Anna MALAFRONTI a Miriam SCOTI. Crystal structures and polymorphism of polymers: Influence of defects and disorder. *POLYMER CRYSTALLIZATION* [online]. 2018, **1**(4) [cit. 2021-2-29]. ISSN 2573-7619. Dostupné z: doi:10.1002/pcr2.10015
- [19] KASZONYIOVÁ, M. a F. RYBNIKÁŘ. The Effect of Some Physical Factors on the II → I Phase Transition of Isotactic Polybutene-1. *Journal of Macromolecular Science, Part B* [online]. 2019, **58**(8), 689-721 [cit. 2020-11-5]. ISSN 0022-2348. Dostupné z: doi:10.1080/00222348.2019.1642549.

- [20] YAMASHITA, Motoi a Takuya TAKAHASHI. Melt Crystallization of isotactic Polybutene-1 Trigonal Form: the Effect of Side Chain Entropy on Crystal Growth Kinetics. *Polymer Journal* [online]. 2008, **40**(10), 996-1004 [cit. 2021-2-21]. ISSN 0032-3896. Dostupné z: doi:10.1295/polymj.PJ2007196.
- [21] FOGLIA, A. J. *Appl. Polym. Symp.* 1969, 11, 1.
- [22] CHAU, K. W. a P. H. GEIL. Solution history effect in isotactic polybutene-1. *Journal of Macromolecular Science, Part B* [online]. 2006, **22**(4), 543-551 [cit. 2021-2-24]. ISSN 0022-2348. Dostupné z: doi:10.1080/00222348308224775.
- [23] DI LORENZO, Maria Laura, René ANDROSCH a Isabell STOLTE. Tailoring the rigid amorphous fraction of isotactic polybutene-1 by ethylene chain defects. *Polymer* [online]. 2014, **55**(23), 6132-6139 [cit. 2021-03-01]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2014.09.040.
- [24] STOLTE, Isabell a René ANDROSCH. Kinetics of the melt – Form II phase transition in isotactic random butene-1/ethylene copolymers. *Polymer* [online]. 2013, **54**(26), 7033-7040 [cit. 2021-03-01]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2013.10.057
- [25] LIU, Chang, Zhijie ZHANG, Shaoyong HUANG a Quan CHEN. Form II to I transformation of polybutene-1 and copolymer of butene-1 and ethylene: A role of amorphous phase. *Polymer* [online]. 2018, **149**, 146-153 [cit. 2021-03-01]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2018.06.071.
- [26] RUBIN, I. D. Effect of some additives on the crystalline transformations of polybutene-1. *Journal of Polymer Science Part A: General Papers* [online]. **3**(11), 3803-3813 [cit. 2021-03-03]. ISSN 04492951. Dostupné z: doi:10.1002/pol.1965.100031111.
- [27] MAREGA, Carla, Valerio CAUSIN, Antonio MARIGO, Roberta SAINI a Giuseppe FERRARA. Crystallization of a (1-butene)-Ethylene Copolymer in Phase I Directly from the Melt in Nanocomposites with Montmorillonite. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* [online]. 2010, **10**(5), 3078-3084 [cit. 2021-03-09]. ISSN 15334880. Dostupné z: doi:10.1166/jnn.2010.2184.
- [28] WANJALE, Santosh D. a J. P. JOG. Poly(1-butene)/clay nanocomposites: Preparation and properties. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* [online]. **41**(10), 1014-1021 [cit. 2021-03-11]. ISSN 08876266. Dostupné z: doi:10.1002/polb.10418

- [29] CAUSIN, Valerio, Carla MAREGA, Antonio MARIGO, Giuseppe FERRARA, Gulnaz IDIYATULLINA a Fabiana FANTINEL. Morphology, structure and properties of a poly(1-butene)/montmorillonite nanocomposite. *Polymer* [online]. 2006, **47**(13), 4773-4780 [cit. 2021-03-07]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2006.04.035.
- [30] WANJALE, Santosh D. a Jyoti P. JOG. Crystallization and phase transformation kinetics of poly(1-butene)/MWCNT nanocomposites. *Polymer* [online]. 2006, **47**(18), 6414-6421 [cit. 2021-03-13]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2006.07.011.
- [31] *British Plastics Federation*. Polybutene-1 (PB-1) [online]. London: BPF House, 2020 [cit. 2021-01-11]. Dostupné z: <http://www.bpf.co.uk/Plastipedia/Polymers/Polybutene1.aspx>
- [32] JILES, David. *Introduction to magnetism and magnetic materials*. Third edition. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, [2016]. ISBN 978-1-4822-3887-7..
- [33] KRUPIČKA, Svatopluk. *Fyzikální ústav AV ČR Magnetismus: Historie a současnost*, 2007
- [34] MAYER, Daniel. *Teorie elektromagnetického pole*, 1. díl. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2004. ISBN 80-7082-826-9.
- [35] MAYER, Daniel. *Teorie elektromagnetického pole*, 2. díl. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2004. ISBN 80-7082-826-9.
- [36] MEISSNER, Bohumil a Václav ZILVAR. *Fyzika polymerů: Struktura a vlastnosti polymerních materiálu*. Praha, 1987.
- [37] KIMURA, Tsunehisa. Study on the Effect of Magnetic Fields on Polymeric Materials and Its Application. *Polymer Journal* [online]. 2003, **35**(11), 823-843 [cit. 2021-5-21]. ISSN 0032-3896. Dostupné z: doi:10.1295/polymj.35.823
- [38] SATA, H., T. KIMURA, S. OGAWA, M. YAMATO a E. ITO. Magnetic orientation of poly(ethylene-2,6-naphthalate). *Polymer* [online]. 1996, **37**(10), 1879-1882 [cit. 2021-02-20]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/0032-3861(96)87304-6
- [39] SATA, Hiroaki, Tsunehisa KIMURA, Shintaro OGAWA a Eiko ITO. Magnetic orientation of poly(ethylene-2,6-naphthalate) during crystallization from melt. *Polymer* [online]. 1998, **39**(25), 6325-6330 [cit. 2021-02-20]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-3861(97)10073-8



- [40] EZURE, Hidetoshi, Tsunehisa KIMURA, Shintaro OGAWA a Eiko ITO. Magnetic Orientation of Isotactic Polystyrene. *Macromolecules* [online]. 1997, **30**(12), 3600-3605 [cit. 2021-02-20]. ISSN 0024-9297. Dostupné z: doi:10.1021/ma970077g
- [41] KAWAI, T., a T. KIMURA. Magnetic orientation of isotactic polypropylene. *Polymer* [online]. 2000, **41**(1), 155-159 [cit. 2021-02-20]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-3861(99)00150-0
- [42] KIMURA, T., T. KAWAI a Y. SAKAMOTO. Magnetic orientation of poly(ethylene terephthalate). *Polymer* [online]. 2000, **41**(2), 809-812 [cit. 2021-01-24]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/S0032-3861(99)00451-6
- [43] YAMATO, M., KIMURA, T., *Trans. MRS-J*, 27, 117 (2002)
- [44] AOKI, Hisashi, Masafumi YAMATO a Tsunehisa KIMURA. Magnetic Alignment of Poly(carbonate). *Chemistry Letters* [online]. 2001, **30**(11), 1140-1141 [cit. 2021-01-17]. ISSN 0366-7022. Dostupné z: doi:10.1246/cl.2001.1140
- [45] *National Aeronautics and Space Administration: Share the science*. Tour of the Electromagnetic Spectrum: X-Rays [online]. [cit. 2020-10-1]. Dostupné z: [https://science.nasa.gov/ems/11\\_xrays](https://science.nasa.gov/ems/11_xrays)
- [46] *Thermo AR*. BASICS OF X-RAY DIFFRACTION [online]. [cit. 202-01-10]. Dostupné z: <https://old.vscht.cz/clab/RTG/dokumenty/thermo/xrd/Introduction%20to%20powder%20diffraction.pdf>
- [47] REICHL, Jaroslav, VŠETIČKA, Martin. *Encyklopedie fyziky* [online]. Praha, 2006 [cit. 2021-01-16]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/540-rentgenove-zareni>.
- [48] VZNIK RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ. *Fyzikální principy* [online]. ČEZ [cit. 2021-10-8]. Dostupné z: <https://www.cez.cz/edee/content/microsites/rtg/k21.htm>.
- [49] NEBESÁŘOVÁ, Jana, VANCOVÁ, Marie. Elektronová mikroskopie pro biology [online]. České Budějovice, 2001 [cit. 2021-01-18]. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/3.1.html#5>.
- [50] Rentgenové záření: Fyzika v moderním lékařství. *Fyzikální principy* [online]. [cit. 2021-1-8]. Dostupné z: <http://cz7asm.wz.cz/fyz/index.php?page=renzar>.

- [51] RYBNÍKÁŘ, František: *Analýza a zkoušení plastických hmot*, Státní nakladatelství technické literatury, Praha 1965, 1. vyd.
- [52] *Topyyl PB 0110M* [online]. LyondellBasell Industries Holdings B.V [cit. 2021-04-10]. Dostupné z: <https://www.lyondellbasell.com/en/polymers/p/Topyyl-PB-0110M/233fe77c-aff4-4b05-bff5-b44e00d965b8>
- [53] *Datasheet: VULCAN 3* [online]. Cabot Corporation [cit. 2021-5-10]. Dostupné z: <https://www.cabotcorp.com/-/media/files/msds/cb/aghs/en/v3-aghs-en.pdf?la=en&rev=695990f9d9904d78882cce3b2fc57c21&hash=36E639FA22D1927F1B8769FD142A22C6>
- [54] *Datasheet: VULCAN XC72* [online]. Cabot Corporation [cit. 2021-04-10]. Dostupné z: [http://thenanoholding.com/data/goodsImages/GOODS1\\_1400498834.pdf](http://thenanoholding.com/data/goodsImages/GOODS1_1400498834.pdf)
- [55] *Datasheet: VULCAN 6* [online]. Cabot Corporation [cit. 2021-04-10]. Dostupné z: <https://www.cabotcorp.com/-/media/files/product-datasheets/datasheet-vulcan-6pdf.pdf?la=en&rev=0555998e55fb4da2bc932e4a02ca5697>
- [56] *TUBALL: Graphene nanotubes* [online]. OCSiAI 2021 [cit. 2021-4-10]. Dostupné z: <https://tuball.com/about-tuball>
- [57] *Grafit pudrový 7 mikro, 99,5% 125 g* [online]. Fichema [cit. [cit. 2021-5-10]. Dostupné z: <https://fichema.cz/grafit-pudrovy-7-mikro-995/771-grafit-pudrovy-7-mikro-995-125-g-8592861246045.html>
- [58] BAJER, Aleš, Jiří MATYÁŠEK, Klement REJŠEK a Miloslav SUK. *Petrologie* [online]. 1. vyd. Brno: Masarykova univerzita, 2006 [cit. 2021-04-22]. Elportál. Dostupné z: <http://is.muni.cz/elportal/?id=703496>. ISSN 1802-128X.
- [59] *Oxid železitý (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) - práškový - 100 g* [online]. Unimagnet [cit. 2021-05-10]. Dostupné z: [https://www.unimagnet.cz/oxid-zelezity-fe2o3-praskovy-100-g\\_z720/](https://www.unimagnet.cz/oxid-zelezity-fe2o3-praskovy-100-g_z720/)
- [60] VOHLÍDAL, Jiří a Karel ŠTULÍK. *Chemické a analytické tabulky*. Praha: Grada, 1999. ISBN 80-7169-855-5.
- [61] *Železný prach - 100 gramů* [online]. Unimagnet [cit. 2021-05-10]. Dostupné z: [https://www.unimagnet.cz/zelezny-prach-100-gramu\\_z48/](https://www.unimagnet.cz/zelezny-prach-100-gramu_z48/)
- [62] *Zinek práškový, 99%* [online]. Unimagnet [cit. 2021-05-10]. Dostupné z: [https://www.unimagnet.cz/zinek-praskovy-99-100-g\\_z721/](https://www.unimagnet.cz/zinek-praskovy-99-100-g_z721/)

[63] HOFEREK, Jakub. Vliv příměsí na fázový přechod II – I isotaktického polybutenu – 1. Zlín, 2020. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Technologická fakulta, Ústav výrobního inženýrství. Vedoucí práce doc. Ing. Martina HRIBOVÁ, Ph.D.

[64] KASZONYIOVÁ, M., F. RYBNIKÁŘ, L. LAPČÍK a J. VILČÁKOVÁ. The effect of long-term natural aging on the iPB-1 structure and the II – I phase transformation rate. *Polymer Degradation and Stability* [online]. 2021, **183** [cit. 2021-01-15]. ISSN 01413910. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymdegradstab.2020.109437

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

iPB-1	Isotaktický polybuten - 1
%(m/m)	Hmotnostní procento
IUPAC	Mezinárodní unie pro čistou a užitou chemii
UOP	Universal Oil processes
RTG	Rentgen
XRD	Rentgenová difraktometrie
TEM	Transmisní elektronové mikroskopie
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetrie
FTIR	Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací
MTBE	Metyl-terc-butyléter
C	Uhlík
TiCl <sub>3</sub>	Chlorid titanitý
TiCl <sub>4</sub>	Chlorid titaničitý
Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> Cl	Chlor diethyl hliník
Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	Triethylhliník
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Oxid železitý
TiO <sub>2</sub>	Oxid titaničitý
Al(OH) <sub>3</sub>	Hydroxid hlinitý
Ag	Stříbro
Mo	Molybden
Cu	Měď
Fe	Železo
Cr	Chrom
MWCNT	Uhlíkové nanotrubičky
USA	Spojené státy americké

$\Theta$	Difrakční úhel
P	Plus
N	Neutral
M	Minus
IP	Indukční perioda
Xc	Celková krystalinita

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

Obrázek 1 Konstituce makromolekul [2].....	12
Obrázek 2 Možnosti takticity polymerů [5].....	13
Obrázek 3 Úhel pootočení n-butan [9] .....	15
Obrázek 4 Struktura amorfních polymerů [1].....	17
Obrázek 5 Struktura semikrystalických polymerů [1].....	18
Obrázek 6 Ziegler-Nattovy katalyzátory [16].....	20
Obrázek 7 Teploty tání fází I, II a III iPB-1 získané pomocí diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) (7A); RTG difrakční spektra tří základních fází (7B) a snímky jednotlivých fází pořízené pomocí TEM (7C) [19] .....	22
Obrázek 8 Typy fázové přeměny II → I [19] .....	23
Obrázek 9 Schéma vzniku Röntgenového záření [50].....	32

**SEZNAM TABULEK**

Tabulka 1 Krystalické formy iPB-1 [12] .....	21
Tabulka 2 Vzorky PB 0110M bez příměsí .....	52
Tabulka 3 Vzorky obsahující příměs sazí.....	55
Tabulka 4 Vzorky obsahující příměs uhlíkových nanotrubic .....	57
Tabulka 5 Vzorky obsahující příměs grafitu .....	58
Tabulka 6 Vzorky obsahující příměs oxidu železitého.....	59
Tabulka 7 Vzorky obsahující příměs oxidu titaničitého .....	60
Tabulka 8 Vzorky obsahující příměs železného prášku .....	61
Tabulka 9 Vzorky obsahující příměs práškového zinku.....	62
Tabulka 10 Vzorky obsahující příměs hydroxidu hlinitého .....	63
Tabulka 11 Průměrná celková krystalinita vzorků s příměsí v závislosti na době vystavení elektromagnetickému poli.....	64

**SEZNAM GRAFŮ**

Graf 1 RTG difrakční spektra sazí VULCAN 3 .....	37
Graf 2 RTG difrakční spektra sazí VULCAN XC-72 .....	38
Graf 3 RTG difrakční spektra sazí VULCAN 6 .....	39
Graf 4 RTG difrakční spektra uhlíkových nanotrubic .....	40
Graf 5 RTG difrakční spektra grafitu .....	41
Graf 6 RTG difrakční spektra oxidu železitého .....	42
Graf 7 RTG difrakční spektra oxidu titaničitého .....	43
Graf 8 RTG difrakční spektra železného prášku .....	44
Graf 9 RTG difrakční spektra zinkového prášku .....	45
Graf 10 Difrakční záznam vzorku S29 (PB 0110M +5%(m/m) Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	47
Graf 11 Určení zastoupení amorfního a krystalického podílu .....	48
Graf 12 Změna podílu krystalických fází I a II, celkové krystalinity pro vzorek S14-2 v čase.....	49
Graf 13 Referenční vzorek R1, PB 0100M ve Faradayově kleci .....	50
Graf 14 Vzorek S1, PB 0100M při běžných laboratorních podmínkách.....	51
Graf 15 Závislost poločasu fázového přechodu II → I na době působení elektromagnetického pole .....	53