

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA TEXTILNÍ

Katedra: Textilních materiálů

Obor studia: 31 – 06 – T Textilní materiálové inženýrství

ANALÝZA BIKOMPONENTNÍCH VLÁKEN
ANALYSIS OF BICOMPONENT FIBERS

Bc. Pavla Hřebcová
KTM 469

Vedoucí diplomové práce: Ing. Vladimír Kovačič
Konzultant:

Rozsah práce a příloh:

Počet stran: 70

Počet obrázků: 34

Počet tabulek: 5

Počet grafů: 10

Počet příloh: 5

V Liberci, dne: 14. 5. 2007

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že předložená diplomová práce je původní a zpracoval/a jsem ji samostatně. Prohlašuji, že citace použitých pramenů je úplná, že jsem v práci neporušil/a autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb. O právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

Souhlasím s umístěním diplomové práce v Univerzitní knihovně TUL.

Byl/a jsem seznámen/a s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé diplomové práce a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé diplomové práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom toho, že užít své diplomové práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

V Liberci, dne 14. 5. 2007

.....

Podpis

PODĚKOVÁNÍ

Ráda bych poděkovala vedoucímu své diplomové práce, panu Ing. Vladimíru Kovačičovi za odborné vedení, vstřícný přístup a cenné rady a připomínky, které přispěly k vytvoření této diplomové práce. Dále děkuji členům katedry textilních materiálů za pomoc při vypracování této práce.

Mé poděkování patří také všem přátelům a především rodině za morální a materiální podporu, kterou mi poskytovali po celou dobu studia.

ANOTACE

Diplomová práce se zabývá analýzou bikomponentních vláken. Cílem práce je zhodnocení vlivu vlákenných komponent na vlastnosti vláken.

U předložených vláken jsou měřeny geometrické, mechanické a termické vlastnosti. Vzájemným porovnáváním naměřených hodnot v grafech jsou zkoumány souvislosti mezi jednotlivými parametry. Současně je provedeno porovnání zkoumaných vlastností u čtyř vzorků bikomponentních vláken. Největší důraz byl kladen na jemnost a měrnou hmotnost vláken.

Klíčová slova: bikomponentní vlákna, vlákenné komponenty, jemnost, měrná hmotnost, pevnost, teplota tání.

ANNOTATION

The thesis deals with the analysis of bicomponent fibers. The aim is to assess the impact of fiber components on their characteristics.

There are measured geometrical, mechanical and thermic qualities by given fibers. Coming out from comparison of the outcomes in the charts, connections between every single parameter are then examined. At the same time qualities by four samples of bicomponent fibers are compared as well. The biggest stress was laid on fineness and density of the fibers.

Key words: bicomponent fibers, fibers components, fineness, density, tenacity, melting temperature.

SEZNAM SYMBOLŮ

A	[-]	opravný koeficient (konstanta závislá na materiálu vlákna)
C _p	[J/kg/K]	specifické teplo, měrná tepelná kapacita
d	[m]	průměr
E	[Pa]	modul elasticity
f	[Hz]	rezonanční frekvence
f	[N/tex]	relativní síla
F	[N]	napětí (předpětí), absolutní síla
g	[m/s ²]	gravitační zrychlení
H	[J]	entalpie
K	[-]	konstanta pro přepočet jednotek (v tomto případě K = 10 ⁶)
l	[m]	délka
l ₀	[m]	počáteční délka
m	[kg]	hmotnost
P	[N]	pevnost
P	[N]	předpětí
p	[Pa]	tlak
Q	[J/kg]	teplo
Q	[W]	kompenzační tepelný tok
q	[W]	spontánní tepelný tok
r	[m]	poloměr
S	[m ²]	plocha průřezu
S ₀	[m ²]	počáteční plocha
t	[°C, K]	teplota
T	[tex]	jemnost, délková hmotnost
T _g	[°C]	teplota zesklenní
T _m	[°C]	teplota tání
U	[J]	vnitřní energie systému
v	[%]	hmotnostní podíl
V	[m ³]	objem
x _c	[%]	krystalinika
α	[mol/s]	rychlost přeměny
Δl	[m]	změna délky
ε	[%]	tažnost
λ	[W/m/K]	tepelná vodivost
π	[-]	Ludolfovo číslo
ρ	[kg/m ³]	hustota, měrná hmotnost
σ	[Pa]	napětí do přetrhu
Φ	[K/s]	konstantní rychlost ohřevu

OBSAH

ÚVOD	9
1 LITERÁRNÍ PRŮZKUM	10
1.1 POJIVÁ VLÁKNA	10
1.1.1 Monokomponentní vlákna	11
1.1.2 Bikomponentní vlákna	12
1.1.1.1 Základní typy bikomponentních vláken	13
1.1.1.2 Výroba bikomponentních vláken	16
1.2 VYUŽITÍ OBRAZOVÉ ANALÝZY PRO ZKOUMÁNÍ PRŮŘEZŮ BIKOMONENTNÍCH VLÁKEN	18
1.2.1 Obrazová analýza	19
1.2.2 Obrazový analyzátor LUCIA™ G	21
1.3 ZJIŠŤOVÁNÍ JEMNOSTI A PEVNOSTI VLÁKEN	22
1.3.1 Jemnost vláken	22
1.3.2 Pevnost vláken	24
1.4 TERMICKÁ ANALÝZA BIKOMONENTNÍCH VLÁKEN	27
1.4.1 Diferenční kompenzační kalorimetrie – DSC	28
1.1.1.3 Princip DSC	28
1.1.1.4 Teorie DSC	31
1.1.1.5 Využití DSC	32
1.4.2 Termická mechanická analýza – TMA	32
1.4.3 Popis termoanalytických křivek	34
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	36
2.1 PŘÍPRAVA PŘÍČNÝCH ŘEZŮ VLÁKEN	36
2.2 VYUŽITÍ OBRAZOVÉ ANALÝZY	40
2.2.1 Měření příčných řezů vláken	40
2.2.2 Stanovení jemnosti vláken	42
2.3 VYUŽITÍ PŘÍSTROJŮ VIBROSKOP A VIBRODYN	43
2.4 TERMICKÁ ANALÝZA	46
2.4.1 Termická analýza DSC	46
2.4.2 Termomechanická analýza TMA	52
3 ZHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ A DISKUZE	55
3.1 TVAR PŘÍČNÉHO ŘEZU	55
3.2 JEMNOST VLÁKEN	55
3.2.1 Srovnání jemnosti vláken s mechanickými vlastnostmi	58

3.3	TERMICKÉ VLASTNOSTI	59
3.4	VLIV JEDNOTLIVÝCH KOMPONENT NA VLASTNOSTI VLÁKEN	60
ZÁVĚR		63
SEZNAM LITERATURY		64
SEZNAM OBRÁZKŮ		66
SEZNAM TABULEK		68
SEZNAM GRAFŮ		69
SEZNAM PŘÍLOH.....		70

ÚVOD

Cílem této práce je provedení analýzy bikomponentních vláken a zhodnocení vlivu jednotlivých komponent na vlastnosti těchto vláken.

Bikomponentní vlákna jsou obvykle spojována s netkanými textiliemi, kde plní funkci pojiva. V souvislosti s technologií teplovzdušného pojení bývají označována dokonce jako nejpoužívanější forma pojiva. Využití také nachází při výrobě tkanin nebo pletenin.

Zpravidla se rozeznávají tři, případně čtyři základní typy bikomponentních vláken. Ve skutečnosti však existuje nespočetně mnoho modifikací těchto druhů. Výrobci v současné době jsou totiž schopni vyrobit vlákna nejrůznějších tvarů a průřezů, či jemností a délek. Ačkoli jsou tato vlákna poměrně drahá, jejich vývoj a výroba neupadají, ale naopak se neustále rozvíjí. Důležitými podněty jsou nízká spotřeba energie a s tím související ekologická nezávadnost výroby. Vysvětlením je fakt, že se jedná o faktory, na něž je v současné době kladen z důvodu omezování emisí velký důraz. Bikomponentní vlákna jsou dále ceněna pro vlastnosti, které vkládají netkaným textiliím, jako na příklad hygienickou nezávadnost výrobků.

Práce je rozdělena do tří hlavních kapitol. První kapitolou je literární průzkum, jehož účelem je poskytnutí teoretických informací vztahujících se k praktické části. Pozornost je zde věnována charakteristice bikomponentních vláken, přičemž je uvedeno několik základních typů. Dále jsou popsány metody a přístroje, které byly použity pro měření vlastností vláken. V následující experimentální části je uvedeno konkrétní využití těchto metod, přičemž jednotlivá měření jsou doplněna tabulkami a grafy s výslednými hodnotami. Vyhodnocení experimentu a formulaci výsledků je následně věnována poslední kapitola.

1 LITERÁRNÍ PRŮZKUM

1.1 Pojivá vlákna

Bikomponentní pojivá vlákna se obvykle využívají k výrobě netkaných textilií. Pojivá vlákna představují nejpoužívanější formu pojiva pro technologii teplovzdušného pojení.

Tato vlákna musí splňovat následující vlastnosti:

- vhodnou teplotu tání vzhledem k tepelné odolnosti základních vláken a k požadavkům na tepelnou odolnost výrobků,
- odolnost vůči tepelné a tepelně-oxidační degradaci při teplotě pojení,
- nízkou srážlivost za tepla (vysoká srážlivost vede k zužování výrobku a k vzniku nerovnoměrností,
- nízkou viskozitu taveniny (vysoká viskozita brání přeformování taveniny do pojících míst)
- dobrou adhezi k základním vláknům
- nízký obsah a vhodný typ povrchové preparace (preparace snižuje adhezi).

Většina využívaných bikomponentních vláken má teplotu tání pojivé složky v rozmezí od 100°C do 200°C. Bylo zjištěno, že s klesající viskozitou taveniny a s rostoucí jemností vláken pojící schopnost stoupá. Při výběru pojivého vlákna je nutné zvážit jeho vhodnost vůči vláknu základnímu. Použitelnost jednotlivých druhů vláken v netkaných textiliích je určována způsobem zpracování v jednotlivých výrobních technologiích. [7]

VÝHODY POJIVÝCH VLÁKEN:

- vyšší rychlost ohřevu
- nižší spotřeba energie
- propojení textilie v celé ploše
- ekologicky šetrnější výroba (vzhledem k chemické technologii)
- jednodušší strojní zařízení [7]

NEVÝHODY POJIVÝCH VLÁKEN:

- vlákna jsou považována za nejušlechtlejší formu pojiva
- vyšší náročnost mísení vláken s pojivem
- nižší plocha styku vlákno-pojivo
- pojivo ve formě vláken musí být promíseno se základními vlákny a následně společně zpracováno na mykacím nebo pneumatickém rounotvořiči (se zvyšujícím se podílem pojivých vláken se úměrně snižuje výkon linky, který je závislý na produkci rounotvořiče).
- vyšší cena [7], [14]

Zpravidla se rozlišují dvě formy pojivých vláken, a sice vlákna monokomponentní a bikomponentní. V současné době už jsou však známá také vlákna vícekomponentní.

1.1.1 Monokomponentní vlákna

Monokomponentní vlákna jsou po chemické stránce níže tající polymery, např. polypropylen nebo polyethylen. Tato vlákna se působením tepla roztaví tak, že ztratí podobu vláken a vzniklá tavenina se soustředí v místech překřížení vláken. Tím také dochází na rozdíl od bikomponentních vláken ke srážení textilie. V tomto případě se vytváří tzv. *aglomerační struktura*. [18], [24]

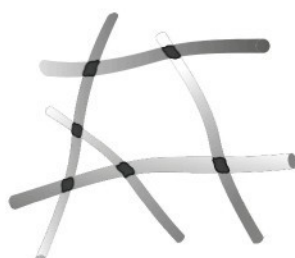


Obr. 1 Aglomerační struktura

1.1.2 Bikomponentní vlákna

Bikomponentní vlákna, jsou tvořena dvěma složkami, z nichž jedna je vždy nížko tající a druhá výše tající. „Biko“ vlákna se vyskytují v mnoha rozličných druzích. Pro pojení se však využívají pouze dva typy, a sice vlákna typu S/S (strana ke straně) a C/S (jádro – plášť), resp. C/C.

U vlákna typu jádro – plášť, který je používán čteněji, je pro plášť volen níže tající polymer a jádro je tvořeno výše tající složkou, polymerem. Při odpovídající teplotě se plášť stává termoplastickým. Roztavením pláště však nedochází k změnám jádra, které si dál zachovává svůj tvar. Jádro je nositelem veškerých mechanických vlastností (pevnost, tažnost, elasticita apod.). Plášť zajišťuje vlastnosti adhezní, rovněž zvýšení chemické stálosti, nesmáčivosti, snížení nebo zvýšení koeficientu tření apod. Výsledné vlákno si zachovává svoji identitu a výrobky získávají vyšší objemovost. Adhezní spoje se vytváří v místech dotyku vláken a vytváří se tzv. *bodová struktura*. Větší část vláken pak mezi spoji vytváří poměrně pohyblivé úseky. [7]



Obr. 2 Bodová struktura

U bikomponentních vláken jsou vzhledem k malým rozměrům pojících míst kladeny vyšší nároky na vzájemnou adhezi zúčastněných polymerů. Obecně platí, že adheze mezi různými polymery je tím vyšší, čím jsou si tyto polymery po chemické stránce podobnější.

Pozn.: Kromě již zmíněných dvou struktur pojení – aglomerační a bodové, se rozlišuje ještě segmentová struktura. Bližší informace se lze dočíst např. v literatuře [7].

1.1.1.1 Základní typy bikomponentních vláken

Z hlediska struktury „biko“ vláken se rozlišují následující typy: [22]

- Dvouvrstvá struktura
 - **typ S/S** (side by side) – „strana ke straně“, dva polymery jsou ve vlákne uspořádány vedle sebe
 - **typ C/S** (core – sheat) – „jádro-plášť“, jeden polymer vytváří jádro vlákna a druhý plášť
- Vícevrstvá struktura
 - **typ M/F** (matrix – fibril) – fibrily vzniklé z jednoho polymeru jsou rozptýleny v matrici z druhého polymeru
 - **typy MS/S** (multiple side by side)

MR (multiple radial) MC (multi core)	}	Polymery vytváří jednotlivé oddělené vrstvy
---	---	---

Dvouvrstvá vlákna

Vlákna typu S/S – vznikají spojením dvou polymerů, které jsou ve formě taveniny současně přiváděny ke zvláknovací trysce. Ve vlákne jsou uspořádány do tvaru půlkruhů, výsledné vlákno má kruhový průřez. Tento typ vyvolává u vláken trvalé zkadeření. Dosahuje se použitím jedné složky, která vykazuje vyšší kontrakci po prodloužení a způsobuje tak zobloučkování vlákna. Využití našly jak o výplňkový nebo tepelně izolační materiál, dále ve výrobě elastických tkanin nebo pletenin.



Obr. 3 Vlákno typu S/S

Vlákna typu C/S – postup výroby je podobný jako u typu S/S, v tomto případě se však používá speciální tryska, jež umožňuje vytváření z jednoho polymeru jádro a z druhého pláště. Působením tepla a tlaku dochází k natavování nízko tavného pláště, jádro zůstává nedotčeno. Jejich využití je spojeno s výrobou antistatických nebo nehořlavých vláken, významné je jejich použití pro pojení netkaných textilií. Modifikací tohoto typu bikomponentních vláken je **typ C/C** (centric – covercore), u něhož je jádro mírně odchýleno od středu vlákna.



Obr. 4 Vlákno typu C/S



Obr. 5 Vlákno typu C/C

Vlákna typu S/S a C/S (C/C) se označují jako konjugovaná.

Vícevrstvá vlákna

Vlákna typu M/F – jsou to vlákna, kde tavenina jednoho polymeru vytváří matrici, v níž jsou nahodile uspořádány fibrily vzniklé z druhé taveniny polymeru. Touto technologií se vyrábí mikrovlákna, používaná např. při výrobě syntetických semišů a jiných broušených povrchů, nebo vlákna dutá. Rovněž se používají ke zhotovení pneumatikových kordů.



Obr. 6 Vlákno typu M/F

Tato vlákna se nazývají bikonstituentní.

Vlákna typů MS/S, MR, MC – jsou tvořena vzájemně oddělenými vrstvami jednotlivých polymerů. Tento typ se používá na výrobu mikrovláken. Uspořádání těchto vrstev může být axiální, radiální nebo segmentové.



Obr. 7 Vlákna typu MS/S, MR, MC

FAMILY	BICOMPONENT FIBERS				
	VARIANTS				
CORE & SHEATH	50/50	20/80	ECCENTRIC	TRILOBAL	CONDUCTIVE
SIDE BY SIDE	50/50	20/80	MIXED VISCOSITY	ABA MIXED VISCOSITIES	TRILOBAL OR OTHERS CONDUCTIVE
TIPPED	TRILOBAL	CROSS			
MICRO-DENIER	SEGMENTED PIE	ISLANDS-IN-A-SEA	STRIPED		
MIXED FIBERS	COLORS	DENIERS, COMPONENTS	CROSS-SECTIONS	BICOMPONENT/HOMOFILAMENT	

Obr. 8 Souhrnná tabulka modifikací uvedených typů vláken [34]

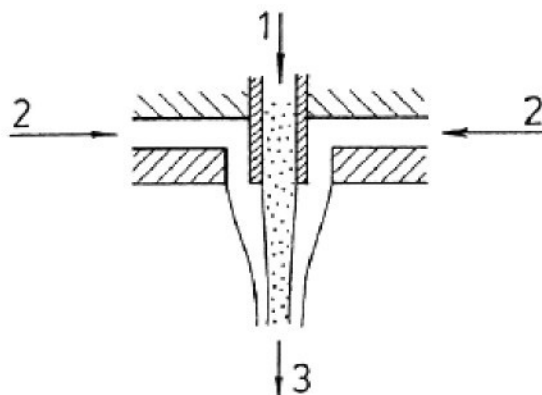
Bicomponent fibers – bikomponentní vlákna, variants – varianty, family – druh, core & sheath – jádro & plášť, eccentric – výstředný, trilobal – trilobální vlákna, conductive – vodivá vlákna, side by side – strana ke straně, mixed viscosity – vlákna s různou viskozitou, tipped – vlákna s hroty, cross – křížová vlákna, microdenier – mikrovlákna, segmented pie – článkovaný koláč, islands in a sea – ostrovy v moři, striped – pruhy, mixed fibers – směs vláken, colors – barvy, deniers – jemnost, components – materiály, cross-sections – příčné řezy, homofilament – jednosložková vlákna.

1.1.1.2 Výroba bikomponentních vláken

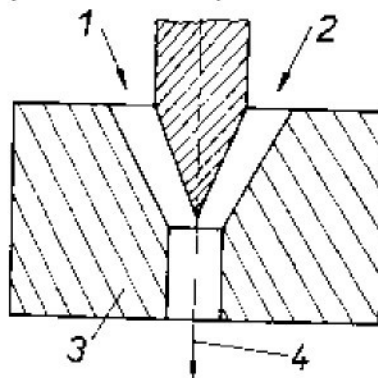
Bikomponentní vlákna jsou chemická vlákna tvořená dvěma složkami v podobě tavných polymerů. Vyrábějí se společným protlačováním obou polymerů jedním otvorem trysky. Tyto dva polymery mají odlišné chemické a fyzikální vlastnosti. Jejich uspořádání v bikomponentním vlákne je paralelní s délkou tohoto vlákna.

V odborné literatuře často najdeme informace o bikomponentních vláknech typu S/S (strana ke straně) v souvislosti s tvarováním vláken. Jsou uváděny jako druhy tvarovaného hedvábí, přičemž k vytvarování dochází v důsledku různého smrštění obou složek při působení tepla. Následně se vlákno stočí do šroubovice. Počet závitů je pak tím větší a poloměr tím menší, čím větší je rozdíl ve smrštění obou složek.

Při výrobě bikomponentních vláken je velice podstatné dosáhnout co možná nejlepšího spojení obou složek vlákna.



Obr. 9 Výroba bikomponentních vláken typu jadu – plást. 1,2 – přívod dvou různých polymerů, 3 – bikomponentní vlákno

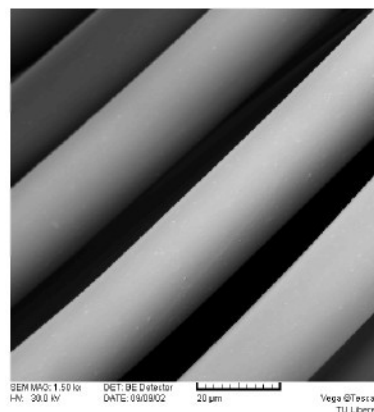


Obr. 10 Výroba bikomponentních vláken typu strana ke straně: 1,2 – oddělený přívod dvou různých polymerů, 3 – společné těleso trysky, 4 – bikomponentní vlákno

K výrobě vláken typu „jádro – plášť“ se zpravidla používají tři druhy vláken, a sice *polyester* nebo *polypropylen*, které mají vyšší teplotu tání – tvoří jádro a níže tající *polyetylen* utvářející vnější vrstvu vlákna – plášť.

Polyester (PES)

Polyesterová vlákna (PES) jsou vzhledem ke snadnému zpracování nejčastěji používaným syntetickým vláknem v textilním průmyslu. Mezi hlavní výhody těchto vláken patří: dobré mechanické vlastnosti, odolnost vůči oděru, termoplasticita, dobrá termická odolnost (200 °C), rychlé schnutí a snadná údržba. Vlákná jsou dostatečně pevná a odolná i vůči vyšším teplotám. Nevýhodami jsou: žmolovitost, nízká navlhavost, o něco horší jsou i jejich tepelné vlastnosti a hmotnost, která je 2x vyšší než hmotnost polypropylenů. Polyester má dosti silný kladný elektrický náboj, který může přivodit náchylným jedincům kožní alergie. [4], [33]



Obr. 11 Polyesterové vlákno

Polyester se nejčastěji používá ve směsi s vlnou, bavlnou, nebo viskózou.

- Mechanické vlastnosti: závisí na přípravě vláken, obecně jsou však velmi dobré. Modul pružnosti je vysoký: 1300 cN/tex (tuhý omak), pevnost: 3,8 – 7,2 cN/tex, tažnost až 50%, elastické zotavení: 85 – 90% (PES má rychlé zotavení).
- Termické vlastnosti: teplota měknutí: 230 °C, nízká tepelná vodivost a specifické teplo, hořlavost LOI = 0.206, 120 – 130 °C – pevnost beze změny, 180 °C – pevnost klesá na 50% (za několik dní), teplota tání: 256 °C, teplota zesklenní: 67 °C (pro amorfni strukturu) [22]

Polypropylen (POP)

Polypropylen rovněž patří mezi nejpoužívanější textilní vlákna, průřez vláken je většinou kruhový. POP nabízí následující výhody: odolnost vůči oděru, trvanlivost, nízká měrná hmotnost, snadná formovatelnost, nízká úroveň elektrostatického náboje, výborná odolnost vůči chemikáliím (kromě HNO₃ a silné alkálie). Nevýhody POP spočívají v: nižší schopnosti zotavení po deformaci, nízké navlhavosti, nízké tepelné odolnosti, vlákna mají nepříjemný (voskový) omak, nelze je povrchově barvit a mají nízkou odolnost vůči UV záření. [7], [22]

Polyetylen (POE)

Polyetylenová vlákna, která spolu s POP patří do skupiny polyolefinů, se nepoužívají přímo na výrobu textilií, ale převážně v technickém sektoru. Uplatnění nacházejí jako vláknenné pojivo pro netkané textilie.

Polyetylen se vyznačuje poměrně vysokou odolností vůči kyselinám, zásadám a většině polárních rozpouštědel. Je částečně krystalický, přičemž se stupněm krystalizace roste hustota a mechanická a chemická odolnost. Má nízkou měrnou hmotnost, vysokou pevnost a nízký koeficient tření. Polyetylen je odolný vůči vodě, charakteristická je nízká bobtnavost vláken ve vodě (méně než 0,1 %), díky nízké hustotě ve vodě plave ($\rho < 0,89\text{--}0,965 \text{ g/cm}^3$). Odolný je také v polárních rozpouštědlech, v nichž se prakticky nerozpouští. Pro vodní páru je nepropustný, ale kyslík, oxid uhličitý a aromatické sloučeniny propouští. Nevýhodou polyetylenu je, že jej lze použít jen do teploty 80 °C. Nebarvený je mléčně zakalený a matný, na dotyk voskovitý a velmi snadno se poškrábe. Důležitá je jeho dobrá odolnost proti únavě opakovaným namáháním, díky které se polyetylen využívá jako výztuž do kompozitních materiálů. [7], [26], [33]

1.2 Využití obrazové analýzy pro zkoumání průřezů bikomponentních vláken

Obrazová analýza představuje programový systém vyvinutý pro pořizování a ukládání obrazů, interaktivní měření geometrických vlastností vláken, přízí a plošných textilií, případně jiných netextilních materiálů. Systém umožňuje archivování rozsáhlých obrazových sekvencí a jejich zpracování. Také se sledují korelace s jinými neobrazovými údaji, např. využití statistiky. [31]

Metoda obrazové analýzy byla vyvinuta pro vojenské účely jako prostředek pro vyhodnocení krajiny a prostředí a využívána byla také v metalografii (analýza velikosti zrn) a v biologii (podrobnější zkoumání buněk). Obrazová analýza se postupně rozšířila do mnoha oblastí lidské činnosti a představuje tak klasický interdisciplinární obor. Systém obrazové analýzy umožňuje vyhodnocovat snímané obrazy získané nejen

světelnou a elektronovou mikroskopií, ale i rentgenograficky, tomograficky a fotograficky, a to jak na jak na úrovni mikroskopické, tak i makroskopické. [10]

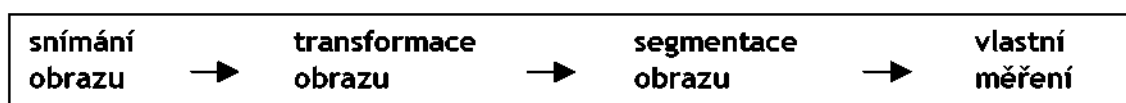
V textilním průmyslu existují následující možnosti zpracování obrazu:

- velikosti ploch – průměry, plochy řezu vláken,
- analýza velikosti částic – suspenze,
- analýza difrakčního snímku,
- zralost bavlny,
- jemnost vláken z řezu,
- velikosti ploch různých probarvení vlákna, různých barev (design),
- migrace vláken v přízi,
- rozmístění vláken ve spojeném místě. [31]

1.2.1 Obrazová analýza

Proces tvorby obrazové analýzy představuje snímání obrazu a převedení do číslcové formy, transformaci obrazu, dále identifikaci objektů (proces segmentace) a kvantifikaci do omezeného množství dat, probíhající při vlastním měření. Účelem takového zpracování obrazu je získání reprodukovatelných a reprezentativních dat a výsledků, které jsou typické pro studovanou strukturu a mají význam pro daný obor pozorování. [10]

Pro názornost lze proces vlastní analýzy obrazu zobrazit následovně:



Pomocí světelného mikroskopu je možné zaostřit preparát do hloubky, takto získat představu o třetím rozměru a dokonale tak analyzovat strukturu zkoumaného objektu. Obraz v počítači je však pouze dvourozměrný, což způsobuje degradaci informací jednoho rozměru. Obrazová informace je tedy degradovanou dvourozměrnou (2D) informací o třírozměrném (3D) světě. Další degradaci v měření způsobuje nehomogenita osvětlení materiálu vznikající v důsledku členitosti struktury. Takto vznikají různé šумы a zastíněná místa, která pak nelze definovat. Vzhledem k tomu, že se tyto degradace vyskytují u všech obrazových analýz, je proto velmi důležité dbát na

správnou přípravu vzorku a omezit tak vliv degradace na kvalitu a přesnost získaných údajů. Šumy vznikající při digitalizaci a přenosu obrazu lze odstranit operací předzpracování obrazu. [6], [10]

Snímání obrazu

Snímáním rozumíme přeměnu optické veličiny na elektrickou. Nejpoužívanější zařízení pro snímání optického obrazu jsou scanner a kamera. Snímací zařízení, uspořádání scény i příslušného obrazového čidla a vhodné osvětlení mají na další zpracování rozhodující vliv. Snímání obrazu je prováděno barevnou nebo černobílou kamerou napojenou na světelný mikroskop s přídavným regulátorem osvětlení snímaného preparátu. [10], [17]

Transformace obrazu

Transformace obrazu umožňuje zlepšit obraz pro další zpracování. Jde o tzv. předzpracování obrazu, jehož cílem je potlačit šum vzniklý při digitalizaci a přenosu obrazu, odstranit zkreslení dané vlastnostmi snímacího zařízení nebo potlačit či zvýraznit jiné rysy obrazu důležité z hlediska dalšího zpracování. [5]

Z hlediska algoritmů transformace se rozlišuje transformace bodová, lokální, vyššího stupně a transformace globální. Podrobnější informace viz literatura [5].

Segmentace obrazu

Segmentace obrazu je speciální transformace, která dává obrazu novou kvalitu. Obrazové pole se dělí do dvou nebo více fází, např. na pozadí a studované objekty. Jde o proces, který člení číselně vyjádřený obraz do nespojitých a nepřekrývajících se oblastí. [17]

Měření obrazu

K měření obrazu můžeme přistupovat dvěma způsoby. Pojetí obrazu jako funkce se nazývá densitometrie. Pojetím jako bodové množiny se nazývá morfologie. Densitometrie je založena na vztahu množství intenzity světla dopadající na absorbující hmotu a na množství světla hmotou pohlceného. Morfologie je založena na kvantifikaci obrazových struktur a vypovídá o geometrických rozměrech jako je délka nebo plocha. [10]

1.2.2 Obrazový analyzátor LUCIA™ G

Lucia G je systém firmy Laboratory Imaging, který je určen ke zpracovávání a analyzování barevného obrazu na základě matematické morfologie. Princip této matematické disciplíny a její aplikace v programu Lucia G je pojetí analyzovaného objektu jako množiny bodů. Program Lucia G používá na zobrazení obrazu 1232 x 972 pixelů, což je vlastně i maximální efektivní rozlišení systému. Lucia G rozeznává dva základní typy obrazů binární a barevný, šedý obraz je obrazem odvozeným. [21]

Binární obrazy

Binární obraz je soubor pixelů, jejichž hodnota je buď 0 pro pozadí (černé oblasti), nebo 1 (až 255) pro objekty a struktury (bílé oblasti). Tvoří se funkcí *Prahování* (*Threshold*) a mluví se o nich jako o segmentovaných obrazech, zejména pak v souvislosti s jejich vazbou na původní barevný obraz, z něhož vznikly segmentací. Binární obrazy se používají pro měření tvaru a velikosti.

Barevné obrazy

V systému LUCIA jsou barevné obrazy tvořeny třemi složkami RGB (= red, green, blue), které představují intenzitu červené, zelené a modré složky. Každá složka má hodnoty pixelů v rozmezí 0 až 255 (8 bitů). Pro systém Lucia G je to nejpřirozenější typ obrazu, převedený digitalizační kartou. Barevný obraz se používá např. pro měření intenzity nebo typického odstínu barevného obrazu.

Šedé obrazy

Šedé obrazy jsou obrazy odvozené. Jejich obrazové body mohou nabývat hodnot 0 až 255 (8 bitů). Tyto hodnoty jsou však pro všechny tři složky v každém obrazovém bodu stejné. Šedé obrazy nejsou systému LUCIA vlastní, ale vytváří se několika transformacemi, např. vytažením složek z RGB reprezentace. [17], [21]

1.3 Zjišťování jemnosti a pevnosti vláken

1.3.1 Jemnost vláken

Jemnost vláken je definována jako hmotnost vlákna určité délky. Jde tedy o poměr mezi hmotností a délkou vlákna vyjadřovanou v [g/km].

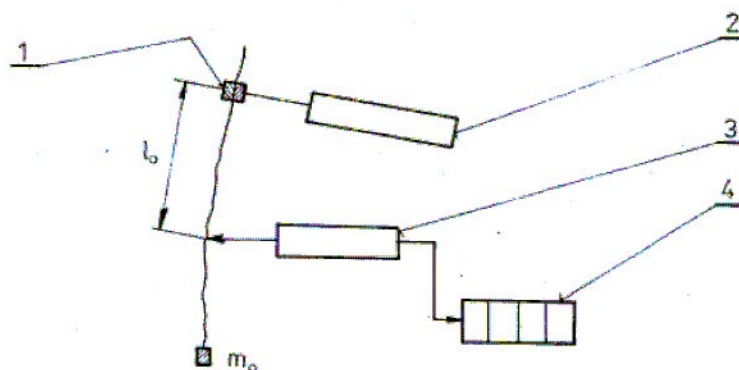
$$T = \frac{m[g]}{l[km]} \quad [\text{tex}] \quad (1.3.1.1)$$

Výpočet jemnosti z průměru vlákna:

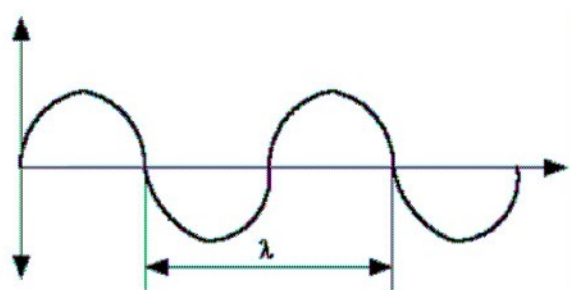
$$T = \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \cdot \rho_{vk} \cdot K \quad [\text{tex}], \quad (1.3.1.2)$$

kde d je průměr vlákna v [μm] přepočítaný na [m], ρ_{vk} je hustota vláken udávaná v [kg/m^3] a K je konstanta pro přepočet jednotek (v našem případě $K = 10^6$). [11]

Měření jemnosti vláken pomocí Vibroskopu patří mezi nejznámější rezonanční metody a zároveň také mezi nejvíce používané. Vlastní měření na Vibroskopu spočívá v upnutí vlákna do horní čelisti. Toto vlákno je na druhém konci opatřeno předpětím. Spodní čelist přístroje je spojena se snímačem kmitů a jejím posunem se hledá uzlový bod kmitajícího vlákna. Jedním z principů vibroskopů je hledání uzlového bodu. Tento princip je znázorněn na následujících dvou obrázcích.



Obr. 12 Schéma přístroje Vibroskop: 1 – horní čelist, 2 – generátor kmitů, 3 – snímač kmitů, 4 – vyhodnocovací člen s displejem, který udává jemnost vláken v dtex



Obr. 13 Kmitající struna
(vlákno)

Rezonanční metody jsou založeny na stanovení frekvence, popřípadě délky vlny kmitající struny. Tato frekvence závisí na délce kmitající struny (vlákna), její hmotnosti a předpětí podle vztahu:

$$f = \frac{1}{2l} \cdot \sqrt{\frac{F}{m \cdot g}} \cdot A, \quad [\text{Hz}] \quad (1.3.1.3)$$

kde f je rezonanční frekvence [Hz], l je délka kmitající struny (vlákna) [m], F je napětí (předpětí) struny (vlákna) [N], m je hmotnost [kg], g je gravitační zrychlení [m/s^2], A je opravný koeficient (konstanta závislá na materiálu vlákna).

Pro vyjádření jemnosti lze využít vztah (1.3.1.1), jehož dosazením se získá následující vztah pro stanovení jemnosti:

$$T = \frac{F \cdot A^2}{g \cdot 4l^3 \cdot f^2} \quad (1.3.1.4)$$

Vztah pro výpočet opravného koeficientu:

$$A = \left(1 + r^2/l\right) \cdot \sqrt{E \cdot \pi / p} \quad (1.3.1.5)$$

kde r je poloměr průřezu struny (vlákna) [m], E je modul elasticity [Pa], P je předpětí. [11]

Upínací délka l je rovna

$$l = \frac{\lambda}{2} \quad [\text{m}] \quad (1.3.1.6)$$

Hlavní výhody této metody spočívají zejména ve snadné obsluze a rovněž že výsledek měření je udáván přímo v dtex. Navíc je tato metoda nedestruktivní, což dovoluje zjistit u daného vlákna další parametry, např. pevnost zjišťovanou pomocí přístroje Vibrodyn. [11], [23]

1.3.2 Pevnost vláken

Pevnost je nejčastěji zjišťovanou mechanickou vlastností vláken. Tyto vlastnosti představují odezvu na mechanické působení vnějších sil, které vyvolávají namáhání jednoosé (na tah a tlak) nebo víceosé (na krut a ohyb). V případě pevnosti se jedná o namáhání tahové a vzhledem k tomu, že je to namáhání do přetrhu, hovoří se o pevnosti jako o ultimativní charakteristice.

Pevnost se definuje dvěma možnými způsoby, a sice jako relativní síla (síla do přetrhu) f [N/tex] nebo napětí do přetrhu (pevnost v tahu) σ [Pa].

Pro textilie se místo absolutní síly F používá pro vyjádření napětí relativní síla (pevnost) f , která je definována jako síla na jednotku jemnosti:

$$f = \frac{F}{T} = \frac{F}{S \cdot \rho} \quad [\text{N/tex}], \quad (1.3.2.1)$$

Napětí do přetrhu je vyjádřeno jako síla na jednotku plochy příčného řezu podle následujícího vztahu:

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad [\text{N/m}^2] = [\text{Pa}] \quad (1.3.2.2)$$

Pomocí výpočtu jemnosti vláken z plochy příčného řezu vyplývají následující rovnosti:

$$T = \frac{\pi}{4} \cdot d^2 \cdot \rho \cdot 10^6 = S \cdot \rho \cdot 10^6 \quad \Rightarrow \quad S = \frac{T}{\rho} \quad (1.3.2.3)$$

$$[\text{m}^2] = [\text{tex} / \text{kg/m}^3]$$

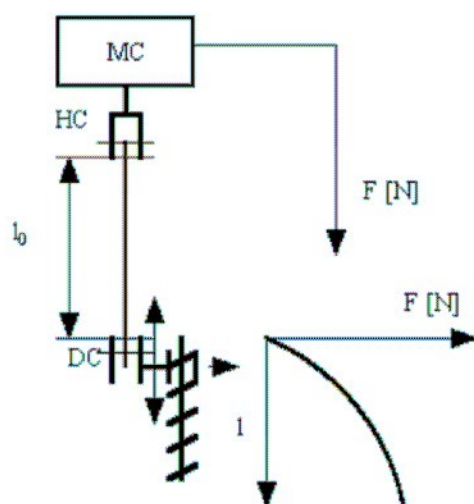
$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{T/\rho} \quad \Rightarrow \quad \sigma = f \cdot \rho \quad \Rightarrow \quad f = \frac{\sigma}{\rho} \quad (1.3.2.4)$$

$$[\text{Pa}] = [\text{N/tex}] \cdot [\text{kg/m}^3] \quad [\text{N/tex}] = [\text{Pa}] / [\text{kg/m}^3]$$

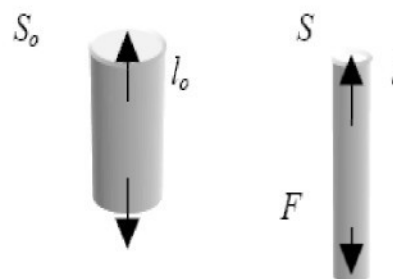
Je tedy zřejmé, že pro vlákna s vyšší hustotou vyjde při stejné relativní síle napětí vyšší, zatímco při stejném napětí vyjde pro vlákna s vyšší hustotou relativní síla menší.

Jak bylo uvedeno výše, jedná se o jednoosé namáhání (deformaci) v tahu a odezva materiálu se nazývá pevnost v tahu. Zkouší se na přístroji Vibrodyn, kterému se zjednodušeně říká trhačka.

Vzorek je upnut mezi dvě vertikálně uložené čelisti. Dolní čelist DC je spojena s pohybovým šroubem, který svým otáčením posouvá spodní čelist dolu nebo nahoru, a tím vzorek buď napíná, anebo povoluje. Napětí resp. síla, která ve vzorku vzniká natahováním, je měřena měřícím členem MC. Natažení a jemu odpovídající síla je vykreslována do grafu závislosti pevnost – tažnost, který je rovněž nazýván tahovou či pracovní křivkou, neboť je obrazem práce, kterou bylo nutné na napětí vzorku vynaložit.



Obr. 14 Princip měření pevnosti



Obr. 15 Vliv tahové deformace na vlákno

U vlákna o původní délce l_0 a plochou průřezu S_0 došlo působením síly F k prodloužení na délku l a zúžení plochy příčného řezu S .

Natahováním vlákna dochází k jeho prodloužení, neboli deformaci. Absolutní deformace je vyjadřována v absolutních jednotkách Δl [mm]. Aby mohla být deformace různých materiálů srovnávána, převádí se, podobně jako napětí, na relativní jednotky [%]. Relativní deformace se nazývá *tažnost*.

Absolutní deformace je rovna

$$\Delta l = l - l_0 \quad [\text{mm}] \quad (1.3.2.5)$$

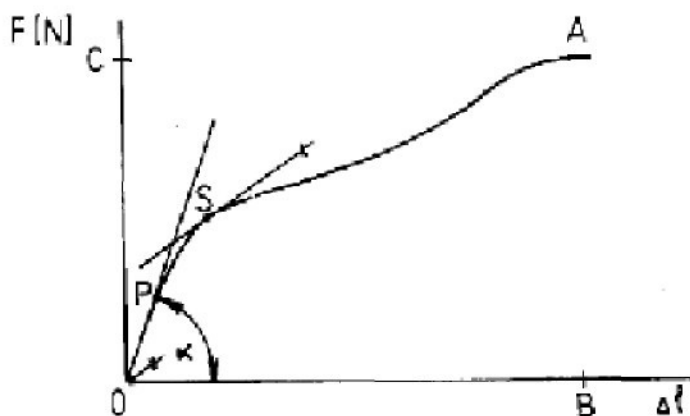
Relativní deformace je rovna

$$\varepsilon = \frac{\Delta l [\text{mm}]}{l_0 [\text{mm}]} = \frac{l - l_0}{l_0} \cdot 10^2 \quad [\%] \quad (1.3.2.6)$$

[11]

Při zkoušení mechanických vlastností jde většinou o zjištění meze pevnosti. Vlákno je při těchto zkouškách zatěžováno až do destrukce – přetrhu vzorku. Výsledkem jsou ukazatele ultimativních pevnostních charakteristik. Aby se vyrovnalo např. obloučkování vláken, zatěžují se vlákna před vlastní zkouškou malou základní silou F_0 , nazývanou předpětí.

Charakteristické body deformační křivky, na níž je zachycen průběh závislosti síly [N] na deformaci [mm], tj. funkce $F = f(\Delta l)$, popisuje následující obrázek.



Obr. 16 Deformační křivka

0: počátek

0 – P: oblast pružných (elastických) deformací. Deformace se po uvolnění napětí vrátí.

P: mez pružnosti. Nad tímto bodem se začínají projevovat plastické (nevratné) deformace.

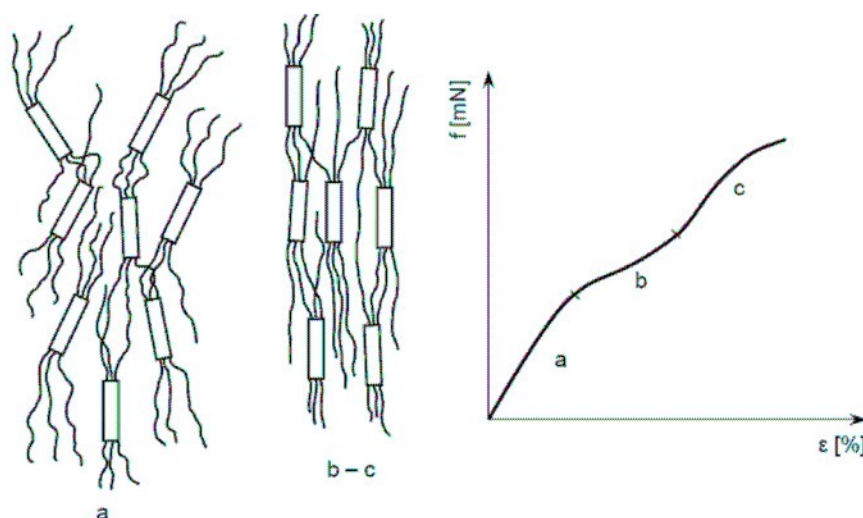
S: mez kluzu

A: maximální síla (síla odpovídající destrukci vláken)

B: *maximální protažení při přetrhu (destrukci)*

Počáteční fáze křivky pevnosti (úsek „a“) zaznamenává pevnost vazeb v amorfní oblasti, přičemž dochází k rozrušování a napřimování amorfních segmentů. Následkem je uvolňování struktury. V úseku „b“ pak dochází k dalšímu napřimování segmentů makromolekul, respektive k jejich prokluzu ve směru tahové síly. V důsledku toho se struktura zpevňuje novými vazbami na základě těsnějšího seskupení, což vyvolává zvýšení konečné pevnosti vlákna (úsek „c“).

K vlastnímu přetrhu dochází pokud je mechanická síla větší než nejslabší chemické a fyzikální vazby ve vlákne, které působí převážně ve směru osy vlákna.



Obr. 17 Průběh namáhání textilního vlákna

1.4 Termická analýza bikomponentních vláken

Termická analýza je soubor metod, které umožňují sledovat změny stavu zkoumané látky (v našem případě polymeru) na základě měření její určité fyzikální vlastnosti v závislosti na čase a na teplotě, při jejich ohřevu. Změny sledované fyzikální vlastnosti zkoumané látky jsou přirozeně vyvolané různými fyzikálními a chemickými ději probíhajícími při změně teploty.

Jinými slovy, při termofyzikálním měření se sleduje teplotní průběh vybrané fyzikální veličiny jako odezva na experimentální podmínky. (Při měření vzorek přichází do styku s definovanou atmosférou – plynem reaktivním nebo inertním).

Rozdělení nejdůležitějších termoanalytických metod:

- metody spojené se změnou hmotnosti zkoumané látky (TG, DTG)
- metody spojené se změnou tepelných vlastností látky (DSC, DTA)
- metody spojené se změnou jiných fyzikálních vlastností látky (TMA)

1.4.1 Diferenční kompenzační kalorimetrie – DSC

1.1.1.3 Princip DSC

Diferenční kompenzační kalorimetrie (DSC) je termoanalytická metoda, u níž je měřenou veličinou difference kompenzačních tepelných toků, které udržují vzorky ve zvoleném teplotním programu. K tomu dochází měřením jejich teplotního rozdílu ΔT . V ideálním případě má při měření zůstat tento rozdíl nulový. Jinými slovy, měří se rozdíl příkonů (tj. dodané energie za jednotku času) potřebných na ohřev vzorku a referenční látky v závislosti na teplotě nebo času. [30]

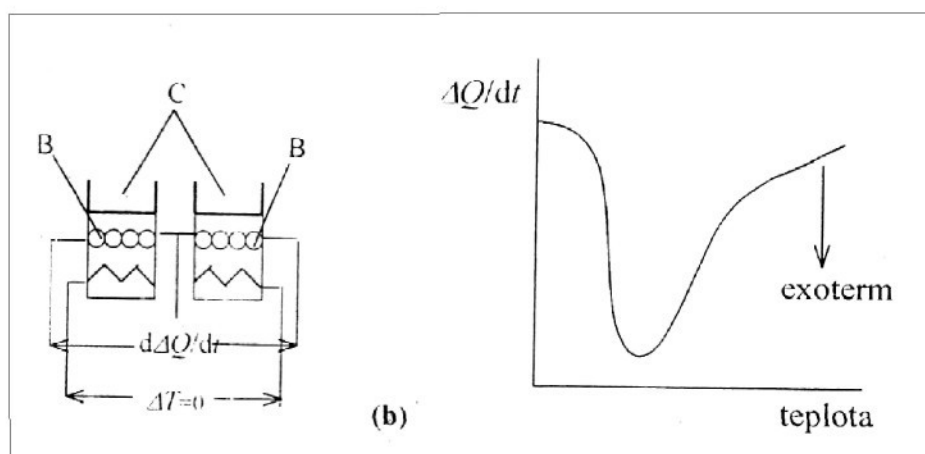
Změna fyzikálního stavu materiálu jako je např. změna jedné krystalické modifikace na jinou, nebo průběh chemické reakce, jsou spojené s uvolňováním nebo pohlcováním tepla. Tím dochází k samovolnému ohřevu anebo chlazení vzorku. Chceme-li udržet stejnou teplotu vzorku a referenční látky, na ohřev vzorku je potřebné ohřívací příkon snížit, resp. zvýšit, zatímco u referenční látky je tento příkon konstantní. Takovýmto způsobem vznikají na DSC záznamech píky. [21]

Systém se skládá z mističky s měřeným vzorkem (označení S) a mističky naplněné referenčním materiálem (označení R). Dohromady tvoří tyto dvě mističky kalorimetrickou hlavu. Předpokládá se, že jejich tepelný stav je charakterizován průměrnou teplotou T_S a T_R . [27], [28], [29]

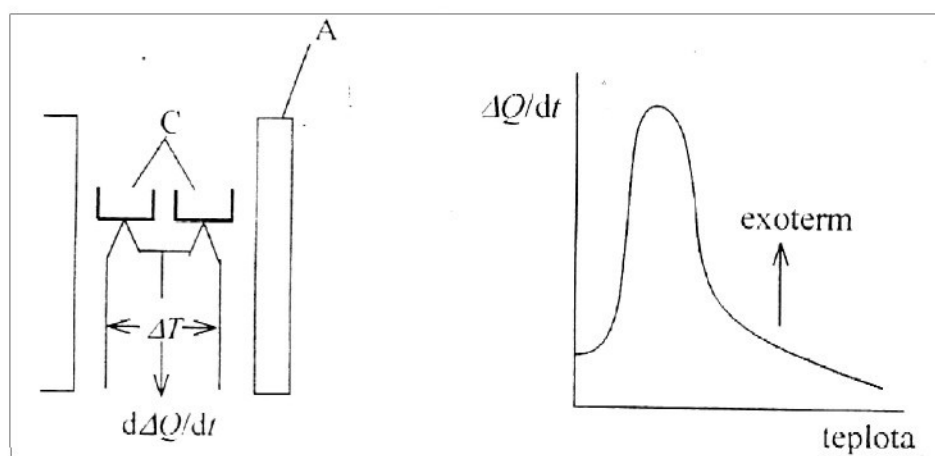
Při této metodě se vzorek podrobuje lineárnímu ohřevu a plynule se měří rychlost tepelného toku ve vzorku, přičemž tato rychlost je úměrná okamžitému měrnému teplu. DSC cela je konstruována tak, že referenční i měrné místo má vlastní zdroj tepla. Přístroj je opatřen dvěma regulačními obvody. První obsahuje odporový teploměr a

topný člen zabudovaný v nosiči vzorku, slouží pro kontrolu průměrné teploty cely a zajišťuje její požadovanou teplotu. To znamená, že do vzorku i reference dodává stejné množství tepla. Druhý regulační obvod snímá teploty v obou měrných místech a dodává (za využití individuálních vyhřívacích elementů) tepelnou energii do měřeného či referenčního vzorku tak, aby korigoval rozdíl mezi teplotami. (Tento rozdíl má být nulový.) Teplota vzorku je tedy udržována izotermní se vzorkem srovnávacím (referenčním). Množství tepla potřebného k udržení izotermních podmínek je zapisováno v závislosti na čase nebo teplotě, přičemž se měří elektrický příkon potřebný k udržení těchto izotermních podmínek. Použití malých vzorků (miligramová množství) snižuje tepelný spád na minimum. Malá tepelná kapacita celého systému dovoluje použít velké rychlosti ohřevu (desítky K/min) a zajišťuje velkou rozlišovací schopnost. Množství uvolněného (pohlceného) tepla je úměrné množství elektrické energie spotřebované na zahřátí vzorku (standardu). Jedná se o kalorimetrickou metodu. [8], [15]

Při diferenční kompenzační kalorimetrii se používají dva typy kalorimetrů, a to DSC s tepelným tokem a DSC s kompenzací výkonu. U DSC s tepelným tokem se neměří přímo rozdíl příkonů, ale tato veličina je odvozená z teplotního rozdílu mezi vzorkem a referenční látkou. Komerčně prodávané kalorimetry jsou většinou tohoto typu (Mettler-Toledo, Shimadzu). U DSC s kompenzací výkonu se měří přímo rozdíl příkonů za podmínek udržení stejné teploty vzorku a referenční látky. Kalorimetry tohoto typu jsou komerčně dostupné pouze u firmy Perkin-Elmer. Rozdílný princip měření u obou typů kalorimetrů vede k rozdílné orientaci píků. [12]



Obr. 18 DSC s kompenzací výkonu (B – oddělené elektrické ohříváče pro vzorek a referenční látku, C – misky pro vzorek a referenční látku)



Obr. 19 DSC s tepelným tokem (A – společná pec pro vzorek a referenční látku, C – misky pro vzorek a referenční látku)

Základní stavovou funkcí kalorimetrických měření je tepelná kapacita C , což představuje teplo Q absorbované uzavřeným systémem při zvýšení teploty o 1K.

Tepelná kapacita vláken se nejčastěji vyjadřuje specifickým teplem (měrným teplem). Specifické teplo je teplo potřebné na ohřátí jednotkového látkového množství o 1 stupeň Kelvina. Specifické teplo vláken při konstantním tlaku je určeno vztahem

$$C_p = \left(\frac{\partial Q}{\partial T} \right)_p \quad [\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}] \quad (1.4.1.1.1)$$

Zavedením stavové funkce entalpie H platí pro děje probíhající za konstantního tlaku:

$$C_p = \frac{1}{m} \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p, \quad (1.4.1.1.2)$$

kde m je hmotnost vzorku a H je entalpie.

Entalpie H [J] je stavová funkce je definovaná vztahem:

$$H = U + pV, \quad (1.4.1.1.3)$$

jako součet vnitřní energie systému a jeho entalpie tlakové. V případě stálého tlaku plynu (izobarický děj), dostaneme pro změnu entalpie

$$dH = dU + p \cdot dV, \quad (1.4.1.1.4)$$

z 1. věty termodynamické současně plyne

$$dQ = dU + p \cdot dV . \quad (1.4.1.1.5)$$

Odtud

$$dQ = dH \quad (\text{a tedy } Q = H_2 - H_1), \quad (1.4.1.1.6)$$

když $p = \text{konst.}$ Ohřívá-li se látka při stálém tlaku (izobaricky), rovná se přijaté teplo přírůstku entalpie. [8], [15]

1.1.1.4 Teorie DSC

Při termoanalytických měřeních je nutné najít vztah mezi veličinou zjišťovanou (ΔH , C_p) a veličinou měřenou, což je difference teplot ΔT , spontánní tepelný tok $\dot{\Phi}$ a kompenzační tepelný tok $\dot{Q}$. Z hlediska tepelných bilancí lze metodu charakterizovat vedle měřené veličiny také základními tepelnými toky:

- mezi vzorkem a okolím $\dot{\Phi}_S = \lambda_S (T_S - T_J)$ (1.4.1.2.1)

- mezi referencí a okolím $\dot{\Phi}_R = \lambda_R (T_R - T_J)$ (1.4.1.2.2)

- mezi vzorkem a referencí $\dot{\Phi}_\Delta = \lambda_\Delta (T_S - T_R)$ (1.4.1.2.3)

Pro změnu entalpie vzorku pak platí $\Delta H_S^{\dot{\Phi}} = \dot{\Phi}_S + \dot{\Phi}_\Delta + \dot{Q}_S$ (1.4.1.2.4)

a pro referenci $\Delta H_R^{\dot{\Phi}} = \dot{\Phi}_R - \dot{\Phi}_\Delta + \dot{Q}_R$, (1.4.1.2.5)

kde index J označuje okolí, S vzorek, R referenci, λ tepelné vodivosti a $\dot{\Phi}_\Delta$ tepelný tok mezi R a S , $\Delta H_S^{\dot{\Phi}}$ je změna entalpie vzorku, $\Delta H_R^{\dot{\Phi}}$ je změna entalpie reference.

Při odvození tepelných bilancí se uvažuje, že

$$\Delta H^{\dot{\Phi}} = \Delta H \cdot \dot{\alpha} , \quad (1.4.1.2.6)$$

kde $\dot{\alpha}$ je rychlost přeměny, ΔH je teplo přeměny.

Vzorek a reference mají tepelnou kapacitu C_{pR} a C_{pS} a vyhřívají se rychlostí

$$\dot{T}_R^{\phi} = \dot{T}_J^{\phi} = \phi = \dot{T}_S^{\phi} + \Delta \dot{T}^{\phi}, \quad (1.4.1.2.7)$$

$$\Delta \lambda = \lambda_S - \lambda_R, \quad (1.4.1.2.8)$$

kde ϕ [$K.s^{-1}$] je konstantní rychlost ohřevu.

Pro kvantitativní práci s DSC je nutné mít přesně definovány veličiny – teplotu (teplotní osu) a energii (tepelný tok). Teplota vyžaduje přesné izotermní měření a korekci za zpoždění systému. Při kalibraci energetického toku se posunuje měrný cyklus plné (se vzorkem) a prázdné mističky, měřený ve stejném teplotním intervalu. [28]

1.1.1.5 Využití DSC

Diferenční snímací kalorimetrie je metoda, která umožňuje stanovení významných termodynamických parametrů zkoumaných materiálů. Aplikace DSC zahrnují například:

- určení teploty tání T_m , tepla tání ΔH , stability krystalitů,
- určení krystalinity x_c , tepla krystalizace ΔH_c a rychlosti krystalizace v_c ,
- stanovení teploty skelného přechodu T_g ,
- určení měrného tepla C_p ,
- určení termodynamických parametrů, entalpie H jednotlivých fyzikálních přechodů
- stanovení kinetiky krystalizace, studium síťování nebo vytvrzování
- sledování kinetiky termické či oxidační degradace materiálu.

1.4.2 Termická mechanická analýza – TMA

Termomechanická analýza TMA se používá k měření deformace při statickém nebo dynamickém zatížení v závislosti na času nebo teplotě. Touto metodou je také možné stanovit rozměrové změny (dilatace) vzorků při ohřevu. Toto měření se provádí při zanedbatelném zatížení a je zapotřebí, aby bylo prováděno velmi citlivě. Jedná se o dilatometrii.

Při této metodě je vzorek podroben konstantnímu zatížení. Kromě sledování expanze vzorku v závislosti na teplotě (dilatometrie), lze rovněž sledovat např. penetraci jehly do kompaktního vzorku, která umožní sledovat měknutí vzorku. U vláken může být sledována změna napětí při konstantní délce.

Účelem dilatometrických měření je zjišťování změn geometrie zkoumaných materiálů. Tyto metody umožňují sledovat proces krystalizace i stanovení krystalického podílu, teplotu tání, objemovou a lineární roztažnost.

Termomechanická analýza slouží k charakterizaci pevných látek, která je založena na měření změny výšky studovaného vzorku (expanze, kontrakce) v závislosti na teplotě, času a vložené síle.

Podle použité metody měření lze analýzou naměřených dat zjistit:

- koeficient tepelné roztažnosti v daném teplotním intervalu
- průběh koeficientu tepelné roztažnosti v závislosti na teplotě
- bod měknutí a tání materiálu
- teplotu skelného přechodu
- viskozitu tuhých látek
- objemovou relaxaci nekystalických materiálů (smrštění)
- moduly pružnosti
- změnu viskoelastických vlastností látek
- změnu rozměru vzorku v závislosti na stupni dehydratace, bobtnání v rozpouštědle apod.
- zbytkové pnutí v materiálu

Při sledování termomechanických vlastností pomocí TMA lze za vnější faktory působící na materiál považovat zvolenou sílu a teplotu. Sílu je možné měnit podle zvoleného režimu působení a to na statickou nebo dynamickou. Zatímco u statického podnětu se jeho velikost v čase nemění, u dynamického se velikost mění, a sice periodicky nebo neperiodicky.

Statické a dynamické vlastnosti materiálu se číselně liší jak z termodynamických důvodů, tak i v důsledku viskoelastického chování polymerního materiálu.

Příkladem dynamického působení je opakovaný kríp. Krípvá funkce udává časovou závislost krípvé poddajnosti. Specifický pro krípvou funkci je poločas dilatace, který je charakterizován nárůstem deformace z počátku na jednu polovinu konečné deformace. Retardační doba krípu je doba, kdy deformace naroste z počáteční hodnoty na dvě třetiny hodnoty maximální.

Při měření je vzorek umístěn v ochranném křemíkovém obalu – křemenné destičky, mističky, podle použité metodiky. Tento obal zajišťuje ochranu proti slepení vzorku a měřicího zařízení – pece. Pec bývá zpravidla vyrobena z korundové keramiky. Teplotní program je zajišťován pomocí čidla a termočlánu umístěného v bezprostřední blízkosti vzorku.

Při měření je možné buď sledovat změnu výšky na teplotě při konstantní rychlosti ohřevu, anebo změnu výšky v závislosti na čase při konstantní teplotě. [19], [23]

1.4.3 Popis termoanalytických křivek

Termoanalytické křivky se registrují a publikují mezinárodně sjednoceným způsobem tak, že vzrůst teploty se zaznamenává zleva doprava, endotermické píky od základní čáry směrem nahoru a exotermické píky od základní čáry směrem dolů.

Základní čára (baseline) – ta část křivky, kde je registrovaná teplotní difference blízko nule nebo konstantní. Odpovídá časovým úsekům v kterých jsou změny stavu vzorku zkoumané látky zanedbatelně malé.

Pík – představuje tu část křivky, která se odkloňuje a opět vrací k základní čáře. Charakterizuje ho začátek píku, přední inflexní bod, maximum, zadní inflexní bod a konec píku.

Endotermický pík – teplota vzorku zkoumané látky je nižší, než je teplota vzorku referenčního materiálu.

Exotermický pík – teplota vzorku zkoumané látky je vyšší, než je teplota vzorku referenčního vzorku.

Extrapolovaný začátek píku T_e (onset) – průsečík extrapolované přední části základní čáry s tečnou k píku, vedenou předním inflexním bodem. Odpovídající teplota se nazývá teplota extrapolovaného začátku.

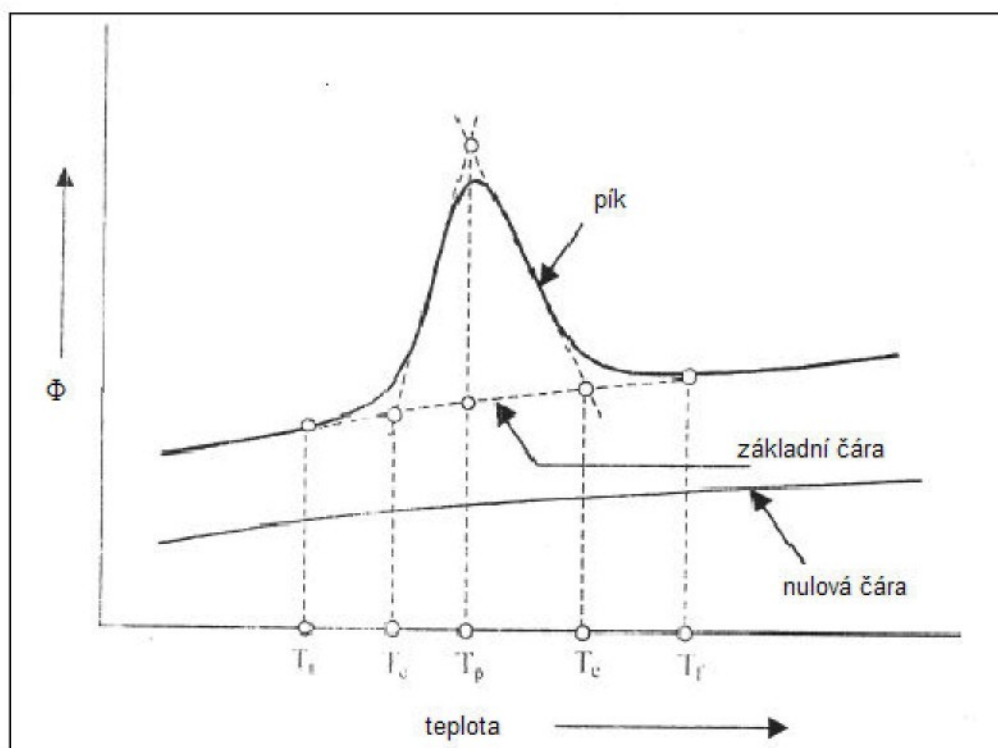
Extrapolovaný konec píku T_e (endset) – průsečík extrapolované zadní části základní čáry s tečnou k píku, vedenou zadním inflexním bodem.

Maximum píku – je bodem tečny rovnoběžné s lineární interpolovanou základní čarou s píkem.

Výška píku – představuje rozdíl mezi hodnotou měřené veličiny v maximu píku a současnou hodnotou této veličiny na lineárně interpolované základní čáře.

Šířka píku – představuje buď časový anebo teplotní interval mezi začátkem a koncem píku.

Plocha píku – je plocha vymezená píkem a lineární interpolovanou základní čarou. [12]



Obr. 20 Popis termoanalytické křivky

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Předmětem zkoumání v praktické části byly čtyři typy bikomponentních pojivých vláken s následujícím označením:

- Vzorek 1: Bicofaser 4d/32mm
- Vzorek 2: Altex
- Vzorek 3: Francie
- Vzorek 4: Bicofaser 4d/51mm

Vlákna byla odebrána z výroby bez bližší specifikace.

U všech uvedených vláken byly provedeny následující úkoly:

- zjištění typu bikomponentních vláken
- materiálové složení bikomponentních vláken prostřednictvím teploty tání na přístroji DSC
- zjištění jemnosti vláken výpočtem a měřením na obrazové analýze LUCIA a na Vibroskopu
- měření pevnosti na Vibrodynu
- termická analýza na termomechanickém analyzátoru TMA CX 03 R

2.1 Příprava příčných řezů vláken

Prvním krokem praktické části bylo určení o jaký druh bikomponentních vláken se jedná. Jak je uvedeno v teoretické části, existuje několik základních typů bikomponentních vláken (kapitola 1.1.2.1). Pro jejich zjištění byly připravovány příčné řezy.

Ze svazku vláken byla oddělena malá část a vlákna co nejlépe urovňována. Úkolem bylo vytvořit tenký snopek, v němž by vlákna byla napřímená a navzájem rovnoběžná. Pro zafixování snopků bylo použito lepidlo mírně rozředěné vodou. Aby lepidlo proniklo

hlouběji do snopku a fixace byla účinnější, nanášelo se několik vrstev. Poté byly snopky zavěšeny na stojan, kde docházelo k postupnému zasychání lepidla. Vzhledem k tomu, že lepidlo prostupovalo celý snopek, bylo zapotřebí pro úplné zaschnutí minimálně 24 hodin.

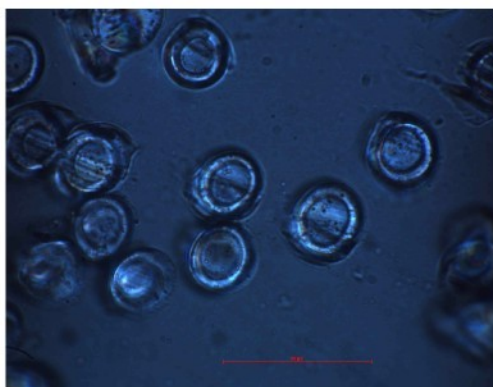
K tvorbě příčných řezů byl použit ruční mikrotom. Do úzké štěrbiny byl vložen snopek tenčím koncem napřed tak, aby byl uložen pevně a nemohlo dojít k jeho vypadnutí. Oba vyčnívající konce byly následně odstraněny pomocí skalpelu. Otočný šroub opatřený měřítkem (v μm) umožňoval vysouvání snopku vždy o určitou délku, která byla odříznuta a uložena do preparátu jako řez. Tloušťka řezů byla 20 μm .

Na základě studia vzorků pomocí mikroskopu lze označit všechna předložená bikomponentní vlákna jako vlákna dvouvrstvá typu C/S, tedy „*jádro – plášť*“. Na základě teploty tání pak bylo zjištěno, že jádro vláken je tvořeno polyesterem a plášť polyetylenem (viz kapitola 2.4.1). Přiložené snímky byly pořízeny v obrazové analýze Lucia postupem popsáním v následující kapitole.

Kromě příčných řezů byly rovněž zhotovovány preparáty pro podélné pohledy vláken.

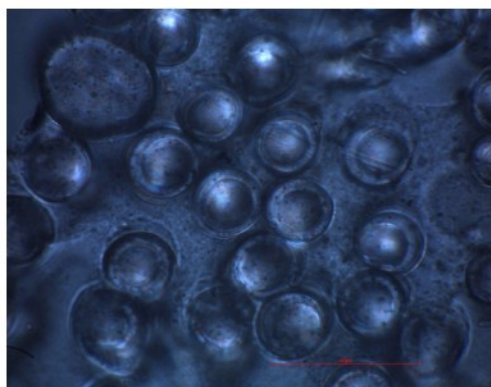
Příčné řezy vláken

Vzorek 1



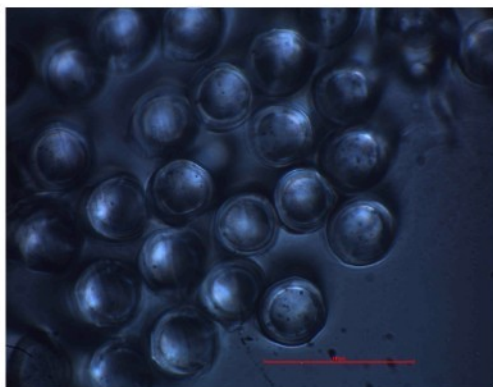
a.

Vzorek 2



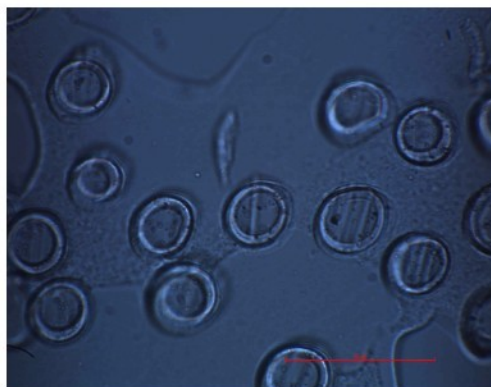
b.

Vzorek 3



c.

Vzorek 4

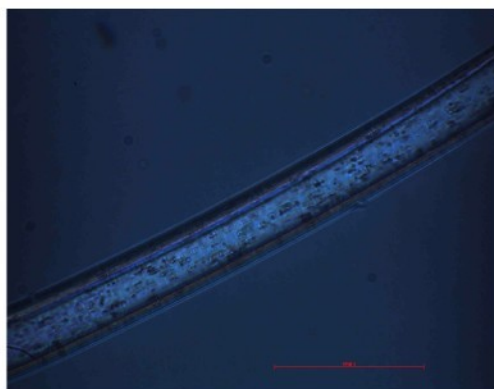


d.

Obr. 21 a. – d. Příčné řezy bikomponentních vláken. Typ „jádro-plášť“, materiálové složení polyester – polyetylen, a. – vzorek 1, b. – vzorek 2, c. – vzorek 3, d. – vzorek 4. Měřítka v obrazech označuje 50 μm .

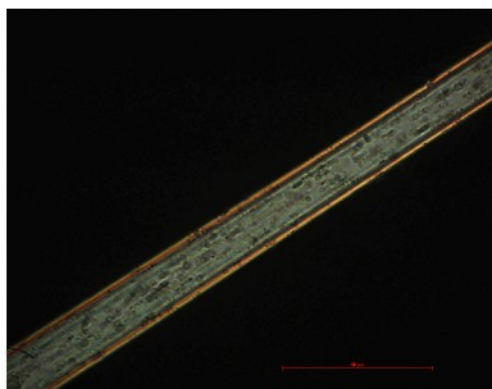
Podélné pohledy

Vzorek 1



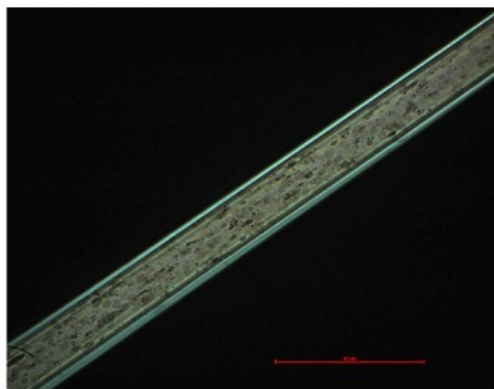
a.

Vzorek 2



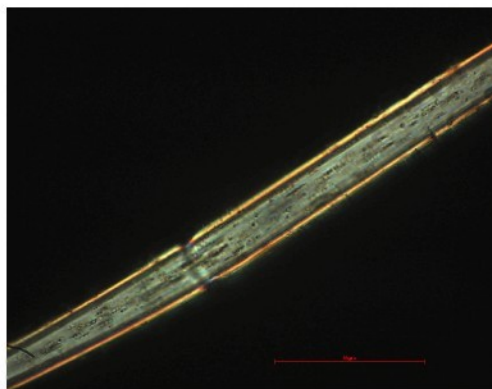
b.

Vzorek 3



c.

Vzorek 4



d.

Obr. 22 a. – d. Podélné pohledy bikomponentních vláken. Typ „jádro-plášť“, materiálové složení polyester – polyetylen, a. – vzorek 1, b. – vzorek 2, c. – vzorek 3, d. – vzorek 4. Měřítka v obrazech označuje 50 μm .

2.2 Využití obrazové analýzy

2.2.1 Měření příčných řezů vláken

Preparáty připravené podle předcházející kapitoly byly dále využity k měření příčných řezů vláken za pomoci obrazové analýzy. Získaná data pak umožnila stanovení jemnosti vláken na základě výpočtu z průměrů vláken.

Mikroskop, jímž byly preparáty zkoumány, byl opatřen kamerou sloužící ke snímání obrazu pod čočkou mikroskopu. Propojení kamery s počítačem umožnilo zobrazit preparát na obrazovce monitoru. Ke snímání obrazu a měření byl využit program obrazové analýzy Lucia G.

Snímání obrazu probíhalo podle obvyklého schématu. V hlavním menu byla zvolena položka *Obraz*. Příkazem *F11 – Nastavení vstupů* se na monitoru ukázal živý obraz, tedy aktuálně snímaná část preparátu. V tomto bodě byly prováděny úpravy obrazu, jako např. posouvání preparátu nebo zaostřování obrazu, obojí regulované na mikroskopu. Další příkaz *F9 – Snímání obrazu*, který lze rovněž nalézt v položce *Obraz*, se využívá k sejmutí obrazu. Tlačítko Sejmout obraz zobrazí první snímek exponovaný po stisknutí tohoto tlačítka. Kamera nejdříve dokončí expozici snímku, který právě snímá, a teprve následující snímek zachytí a zobrazí na obrazovce. Sejmутý obraz byl ukládán pomocí příkazu *F12 – Uložit jako* ve formátu jpg (viz snímky v předcházející kapitole). [17]

V obrazové analýze se dále provádělo měření příčných řezů. Nejdříve byla v menu *Měření* provedena kalibrace a zapsán typ používaného objektivu mikroskopu, v tomto případě Jenapol 50 5:1. Pro měření příčných řezů vláken byla opět v menu *Měření* vybrána položka *Délka*. Označením krajních bodů vláken se získaly délky průměrů v μm a tyto hodnoty se zároveň zapisovaly do tabulky měření. Vzhledem k tomu, že byla měřena bikomponentní vlákna, byla nejprve proměřována délka průměru vláken a posléze jen délka stěny vláken. V obou případech bylo získáno 100 hodnot.

Naměřená data byla zpracována v programu Excel, v němž byly zjištěny následující údaje základní statistiky: součet, průměr, medián, modus, rozptyl, směrodatná odchylka, variační koeficient a interval spolehlivosti.

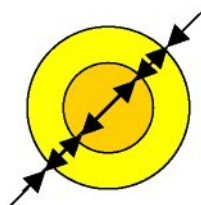
Účelem dvojího měření vláken, tedy délky průměru a délky stěny, bylo využití těchto hodnot k odvození poměru jádra a pláště ve zkoumaných vláknech. Řez

bikomponentním vláknem typu „jádro – plášť“ si lze představit jako kruh obsahující v sobě další vnitřní kruh. V obrazové analýze byla získána délka průměru základního kruhu (celé vlákno) a délka mezikruží (délka pláště vlákna). Pro stanovení průměru vnitřního kruhu (průměr jádra vlákna) byla od hodnoty celkového průměru odečtena dvojnásobná hodnota délky mezikruží. Z průměrů obou kruhů pak byla vypočtena jejich plocha podle následujícího vztahu:

$$S = \pi \cdot \frac{d^2}{4} \quad [\mu\text{m}^2], \quad (2.2.1.1)$$

kde d je průměr kruhu (vlákna). Podělením plochy vnitřního kruhu a základního kruhu a následným vynásobením hodnotou 10^2 byl určen procentuální podíl vnitřního kruhu, tedy jádra vlákna. Označíme-li celou plochu vlákna jako 100%, pak po odečtení procentuálního zastoupení jádra vlákna od této hodnoty, získáme podíl mezikruží, vláknenného pláště.

Je třeba zmínit, že všechny uvedené výpočty byly prováděny s průměrnými hodnotami.



Obr. 23 Řez bikomponentním vláknem

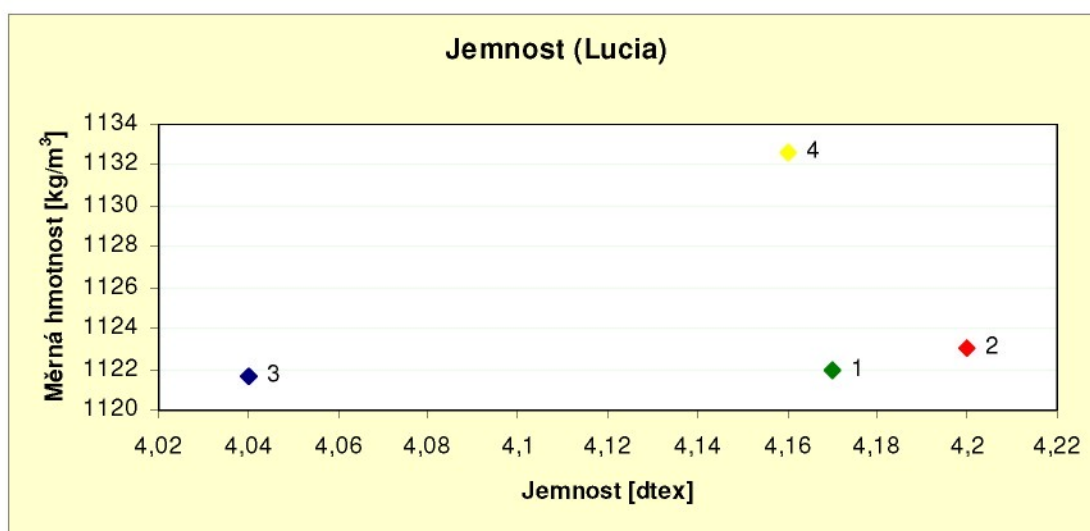
Na základě těchto výpočtů bylo zjištěno, že u tří zkoumaných typů vláken převažuje podíl polyetylenového pláště a pouze u jednoho typu tvoří větší podíl jádro z polyesteru. Rozdíly mezi hodnotami však nejsou výrazné, maximálně činí 3,28% u vzorku 3. Naopak nejmenší rozdíl v poměru obou složek je patrný u vzorku 4, který má hodnotu 1,66% a jako jediný obsahuje větší podíl jádra.

Tab. 1 Poměry jádro – plášť v jednotlivých vláknech

	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 3	Vzorek 4
PES - jádro	48,42%	48,68%	48,36%	50,83%
POE - plášť	51,58%	51,32%	51,64%	49,17%

2.2.2 Stanovení jemnosti vláken

Jak již bylo uvedeno v předcházející kapitole, z hodnot příčných řezů (průměrů) vláken pořízených pomocí obrazové analýzy Lucia, byly následně vypočteny jemnosti pro jednotlivá vlákna. Vzorec pro vypočtení jemnosti vláken z příčných řezů je uveden v kapitole 1.3.1. Zpracováním těchto údajů v programu Excel byly získány průměrné hodnoty jemností pro všechna změřená vlákna vzorků 1 - 4.



Graf 1 Jemnost vláken zjištěná na základě příčných řezů z obrazové analýzy Lucia

Díky grafickému znázornění naměřených dat je vidět, že rozdíly mezi jemnostmi jsou nevýrazné, činí přibližně 0,2 μm . Nejmenší jemnost a zároveň i měrnou hmotnost má vzorek 3.

Kromě výše popsaného postupu byla průměrná jemnost vláken získána ještě druhým způsobem. Znalost procentuálního zastoupení obou složek ve zkoumaných bikomponentních vláknech umožnila zjištění jejich celkové hustoty podle vztahu:

$$\frac{1}{\rho_{\text{celk}}} = \left(\frac{v_1}{\rho_1} + \frac{v_2}{\rho_2} \right) \cdot 10^2 \quad [\text{kg/m}^3], \quad (2.2.2.1)$$

kde ρ_{celk} je celková měrná hmotnost vlákna, ρ_1 je měrná hmotnost jádra vlákna (1390 kg/m^3), ρ_2 je měrná hmotnost pláště vlákna (950 kg/m^3), v_1 je hmotnostní podíl jádra vlákna a v_2 je hmotnostní podíl pláště vlákna [%]. Dosazením celkové hustoty do vzorečku pro výpočet jemnosti z průměrů vláken, byla získána celková jemnost daného vlákna.

Porovnání obou jemností s uvedením měrné hmotnosti vláken nabízí následující tabulka, z níž je patrné, že vypočítané hodnoty jemností jsou v obou případech velice podobné.

Tab. 2 Porovnání jemností vláken a jejich celková měrná hmotnost

	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 3	Vzorek 4
Jemnost (Lucia) [dtex]	4,17	4,20	4,04	4,16
Jemnost (ρ_{celk}) [dtex]	3,96	4,0	3,84	4,0
Měrná hmotnost [kg/m³]	1121,97	1123,06	1121,71	1132,67

2.3 Využití přístrojů Vibroskop a Vibrodyn

V kapitole 2.2.2 byly uvedeny dva postupy stanovení jemnosti na základě výpočtu z průřezu vláken naměřených v obrazové analýze Lucia. K zjištění jemnosti byla dále použita ještě metoda měření vláken na Vibroskopu, která byla spojena s měřením pevnosti vláken pomocí přístroje Vibrodyn. Oba přístroje byly popsány v kapitole 1.3.



a.

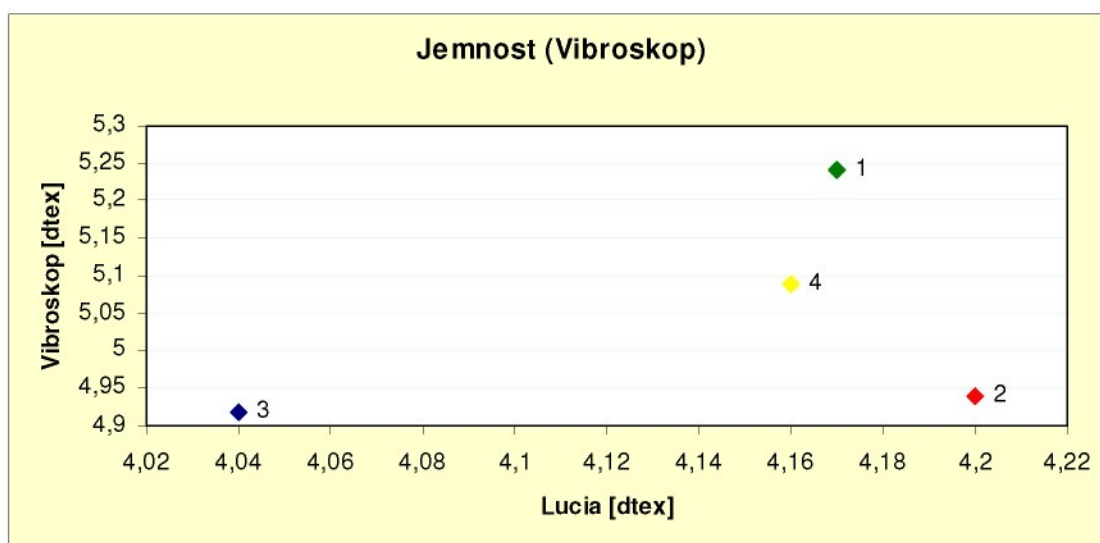


b.

Obr. 24 a, b Přístroje Vibrodyn 400 (a.) a Vibroskop 400 (b.)

V dané kapitole bylo rovněž zmíněno, že měření jemnosti pomocí Vibroskopu představuje rezonanční metodu. Princip stanovení jemnosti touto metodou spočívá ve sledování kmitů vlákna, které vyvolává generátor kmitů a zachycuje snímač kmitů. Vláknem je při měření upnuto jedním koncem do čelisti, která je spojena s generátorem kmitů. Druhý konec vlákna zůstává volný, avšak je opatřen předpětím, jehož hmotnost je určována na základě tabulky přiložené u Vibroskopu. V tomto případě mělo předpětí hmotnost 300 mg. Po ukončení měření se čelisti samovolně otevřely a vlákno se uvolnilo. Tímto způsobem byla změřena jemnost u 50 vláken od každého vzorku.

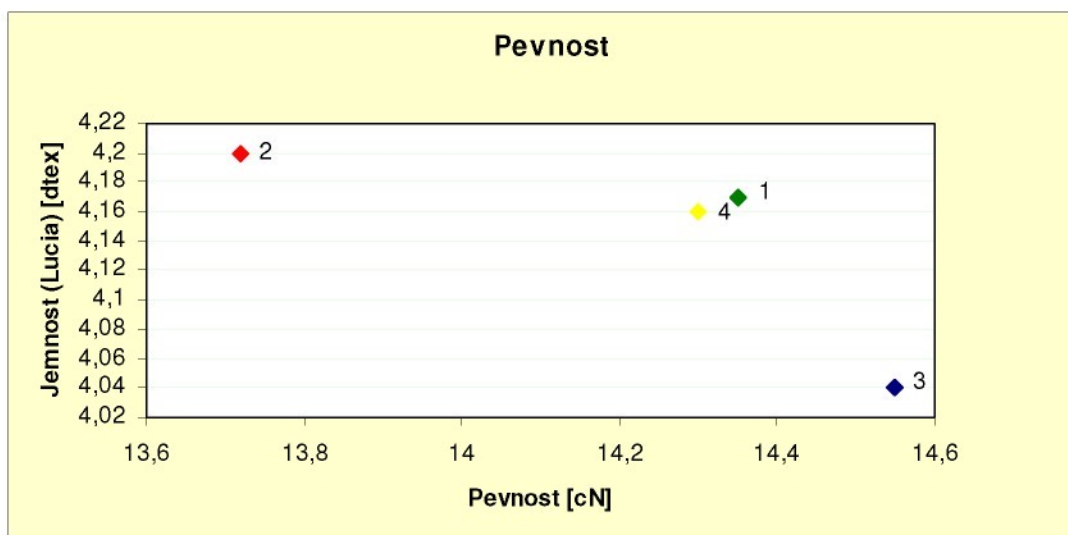
Zjištěné hodnoty jemností nabízí následující graf.



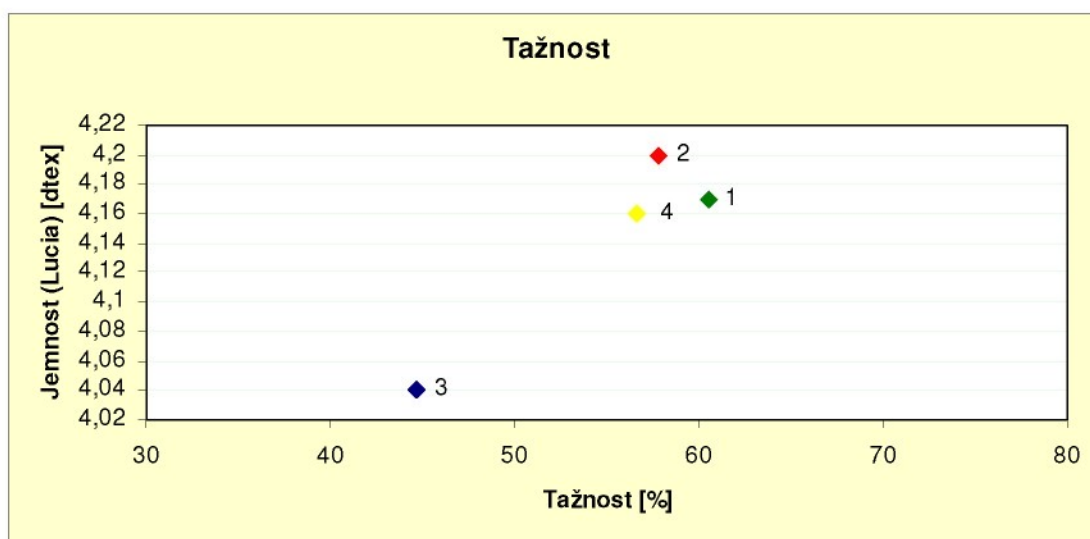
Graf 2 Jemnost vláken naměřená pomocí přístroje Vibroskop

Po změření jemnosti byla u téhož vlákna zjišťována pevnost pomocí přístroje Vibrodyn. Vláknem bylo při měření upnuto mezi horní a spodní čelist. Posouváním spodní čelisti směrem dolů bylo vlákno natahováno až do přetrhu. Podobně jako v případě jemnosti bylo proměřeno 50 vláken.

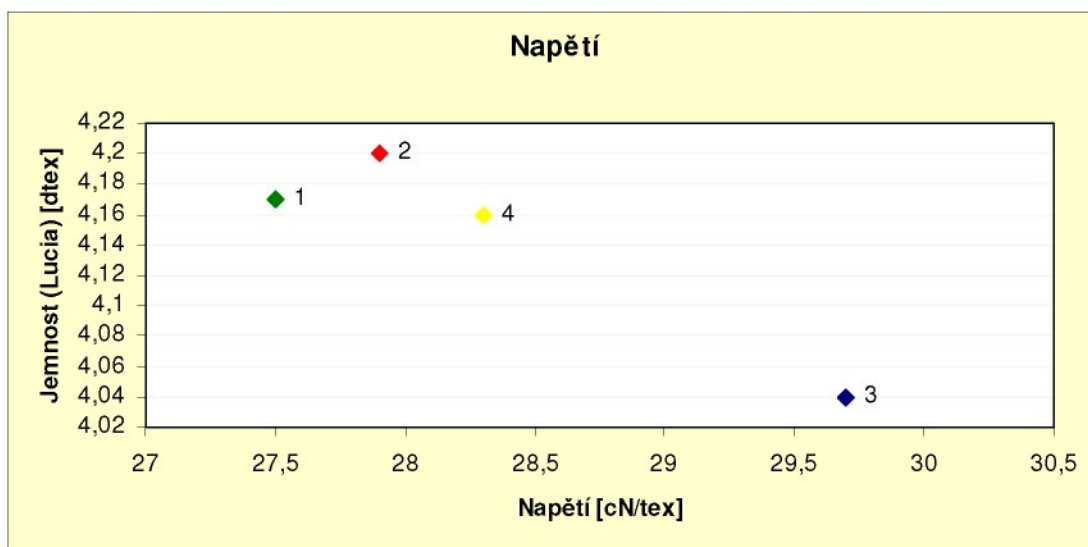
Pevnost materiálu je definována jako největší (mezní) napětí, které způsobí rozdělení materiálu na dvě části. Při této zkoušce je vlákno napínáno a dochází k jeho prodlužování. Délka, o kterou se vlákno prodlouží než se přetrhne, vyjadřuje tažnost. Naměřeným hodnotám pevnosti, tažnosti a napětí jsou věnovány samostatné grafy.



Graf 3 Pevnost vláken naměřená pomocí přístroje Vibroskop



Graf 4 Tažnost vláken naměřená pomocí přístroje Vibroskop



Graf 5 Napětí vláken naměřené pomocí přístroje Vibroskop

2.4 Termická analýza

2.4.1 Termická analýza DSC

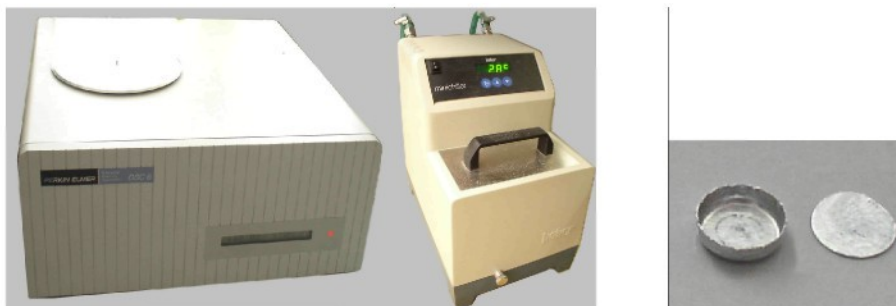
U každého vlákna je velice podstatnou informací jeho materiálové složení. V předkládané práci byla za tímto účelem použita metoda termické analýzy, konkrétně diferenční kompenzační kalorimetrie – DSC.

Mezi fyzikální procesy, které je možné touto metodou studovat, lze zařadit modifikační změny, krystalizaci, var, sublimaci, skelný přechod a tání. Z chemických dějů jsou to reakce v tuhé fázi, reakce tavenin, termický a termooxidační rozklad a oxidace.

Principem metody DSC je křivka, která je tvořena základní čarou, kde nedochází ke změně, nejsou registrovány žádné teplotní difference. V místech, kde tyto změny nastávají, se vytváří píky. Velikost píky, jeho šířku či symetrii, ovlivňuje např. rychlost ohřevu nebo velikost a hmotnost vzorku. [12]

Vzorek vláken o hmotnosti přibližně 10 mg byl umístěn do hliníkové mističky a vložen do tavicí komory přístroje. Dále byl nastaven přívod inertního plynu, v tomto případě dusíku. Po zapsání údaje o hmotnosti vzorku a nastavení programu bylo

spuštěno měření, které trvalo zhruba 60 minut. Pro zahřívání vzorku byly zvoleny dvě úrovně rychlostí, a sice $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ a $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. U první zmíněné rychlosti ($20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$) byl vzorek zahříván na $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, v případě druhé rychlosti ($30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$) na $260\text{ }^{\circ}\text{C}$. Po zahřátí vzorků na stanovenou teplotu probíhalo postupné ochlazování.

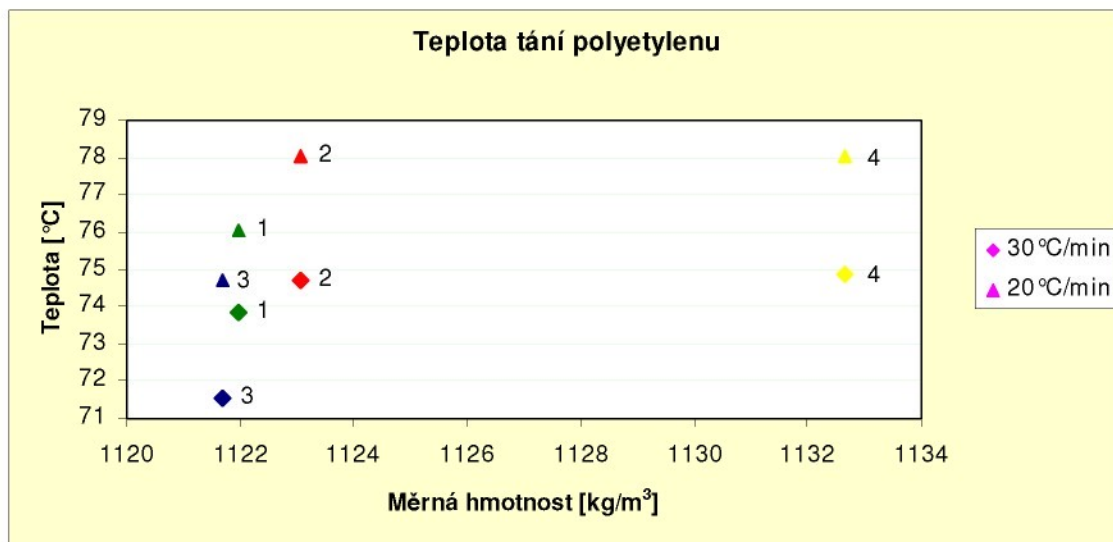


a.

b.

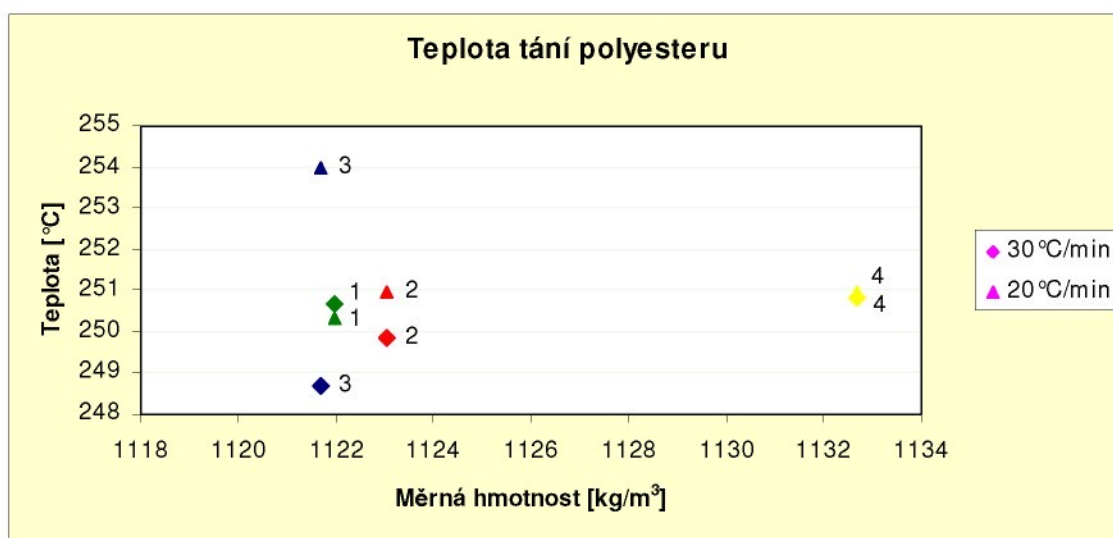
Obr. 25 a, b Přístroj DSC (a.), hliníková miska (b.)

Jak již bylo zmíněno, termickou analýzou je možné zjistit teplotu tání, na základě které bude stanoveno materiálové složení vláken. Jak je patrné již z názvu bikomponentních vláken, tvoří je dvě komponenty, neboli složky, z nichž jedna je níže tající a druhá výše tající. Z tohoto důvodu jsou na křivce zobrazeny dva píky. První se nachází v oblasti v $70 - 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a charakterizuje teplotu tání níže tající složky, tedy pláště vlákna. Druhý pík nabývá vrchol na úrovni $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ a popisuje teplotu tání druhé komponenty, jádra. Uvedené hodnoty jsou typické pro teplotu tání polyetyleny jako níže tající složky, a polyesteru zastupujícím jádro vlákna. Rovněž bylo zjištěno, že získané hodnoty teplot tání jednotlivých typů bikomponentních vláken jsou velmi podobné a lze tedy konstatovat, že materiálové složení zkoumaných vláken je stejné. Dokladem jsou následující grafy.



Graf 6 Porovnání teplot tání polyetylenového pláště

Přestože naměřené hodnoty jsou velmi podobné (71 °C – 78 °C), byly zachyceny jisté rozdíly. Z grafu teploty tání polyetylenové složky je patrné, že teploty tání u nižší rychlosti ohřevu nabývají vyšších hodnot a naopak. Nejnížší hodnoty byly u obou rychlostí zaznamenány u vzorku 3.

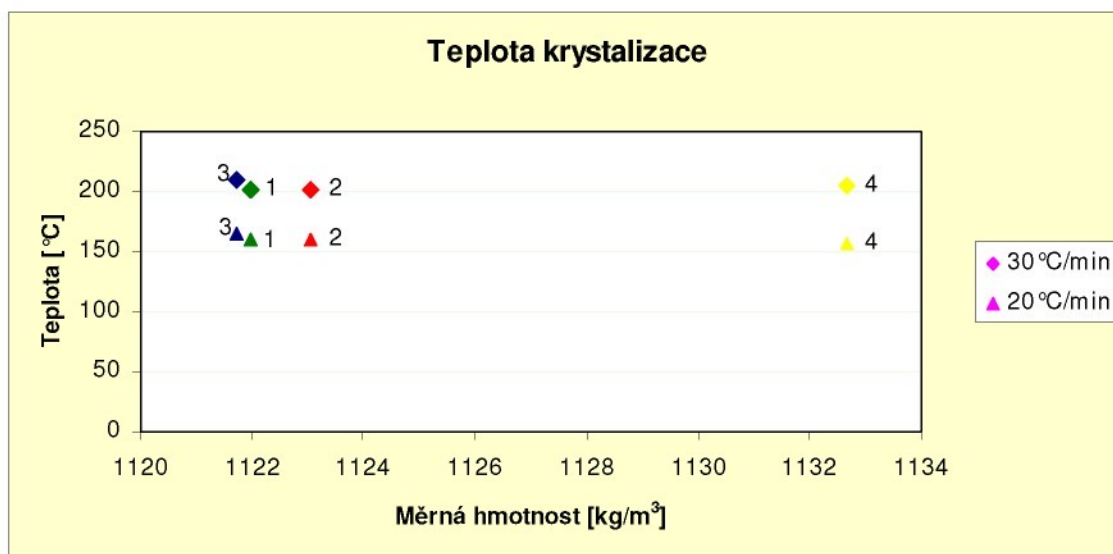


Graf 7 Porovnání teplot tání polyesterového jádra

V případě teploty tání polyesterového jádra nebyl podobný trend zachycen. Zde je možné odkázat na Tab. 1 popisující poměrové zastoupení obou složek ve vláknech. V této souvislosti bylo uvedeno, že u vzorku 3 je rozdíl v podílech polyesteru a polypropylenu ve vláknech největší a naopak u vzorku 4 nejmenší. Podle grafu popisujícího teplotu tání polyesteru při obou rychlostech lze vysledovat v rozdílech teplot určitou podobnost. U vzorku 3 je rozdíl největší a v případě vzorku 4 nejmenší. Na základě naměřených údajů je možné se domnívat, že podíl jednotlivých složek ve vláknech ovlivňuje spolu s rychlostí ohřevu hodnoty teplot tání daných vláken.

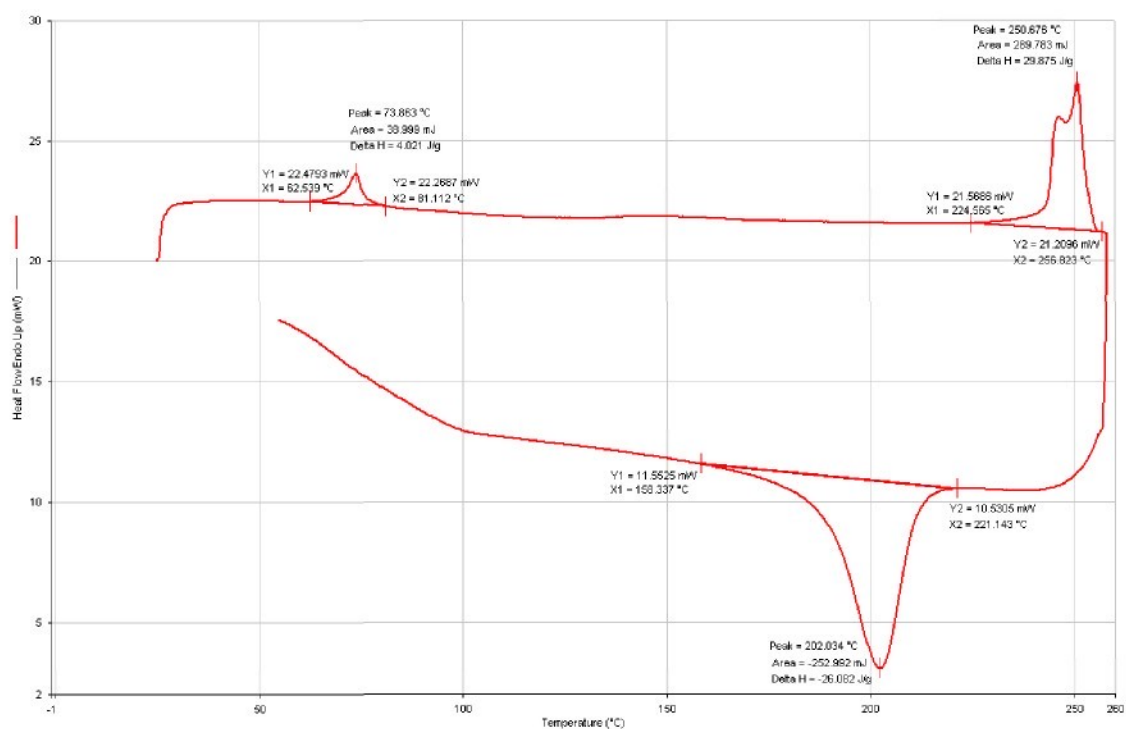
Zahříváním vlákna se postupně mění jeho vnitřní struktura z amorfně krystalické na amorfní. K této změně dochází v okamžiku, kdy se vlákno roztaví, to znamená dosáhne své teploty tání. Následným pozvolným ochlazováním pak vlákno opět získává krystalickou strukturu, která je v grafu termické analýzy popsána samostatným píkem.

Z grafu popisujícího teploty krystalizace vzorků je patrný podobný trend jako v případě teploty tání polyetylenového pláště. Zde je možné si povšimnout podstatného rozdílu. Zatímco u obou grafů teplot tání byly zaznamenány vyšší hodnoty při rychlosti ohřevu 20 °C/min, v tomto případě nastala situace opačná. Teploty krystalizace nabyly vyšších hodnot při rychlosti ohřevu 30 °C/min. Také zde jsou sledované křivky z hlediska porovnání tvarů bez znatelných výkyvů. Pozornost opět upoutá vzorek 3, neboť hodnoty teploty krystalizace jsou u obou křivek nejvyšší.

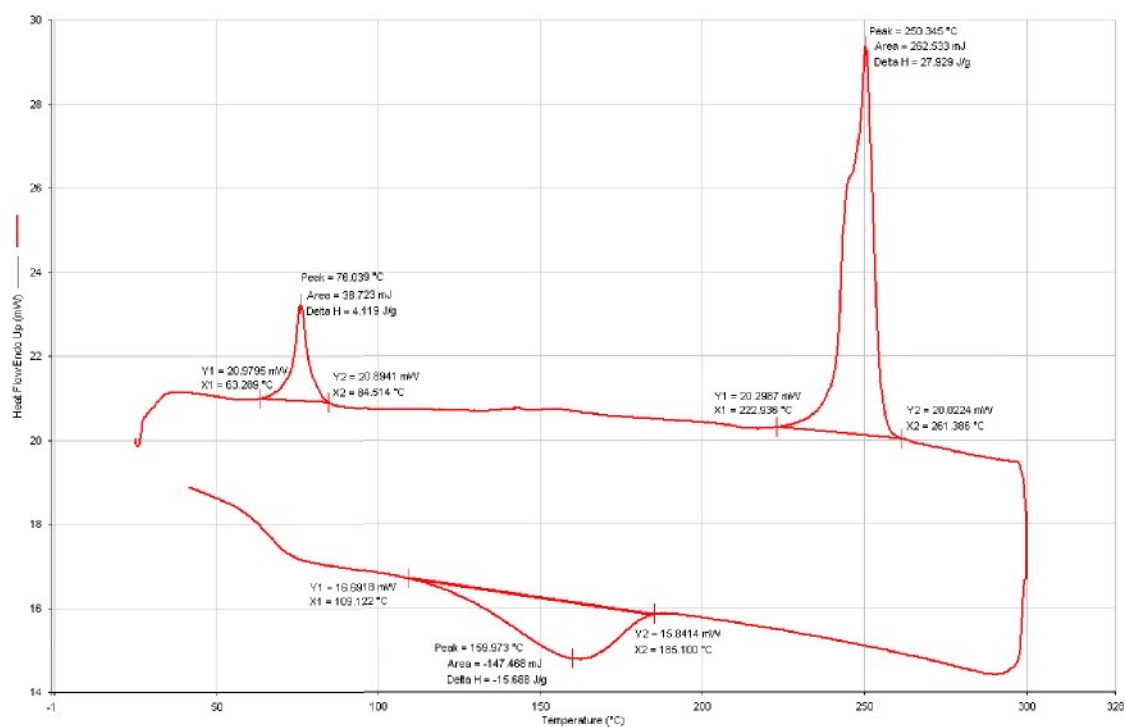


Graf 8 Porovnání teplot krystalizace

Na základě uvedených údajů je zřejmé, že vliv rychlosti ohřevu, případně ochlazování vzorku je velmi významný. Nyní byly zmíněny rozdílné hodnoty teplot, avšak při pohledu na křivky popisující průběh termické analýzy lze vypožorovat odlišnosti týkající se zejména velikosti a tvaru píků. Při rychlosti 30 °C/min jsou píky tání nízké a píky krystalizace vysoké. U rychlosti 20 °C/min je situace opačná, píky tání jsou vysoké a mají ostré vrcholy, zatímco píky krystalizace jsou nízké a jejich vrcholy jsou zaoblené. Vzhledem k velikosti a počtu obsahuje tato kapitola pro ilustraci pouze křivky vzorku 1. Pro úplnost byly všechny křivky umístěny do příloh.



Obr. 26 Průběh křivky termické analýzy DSC pro vzorek 1 při rychlosti ohřevu 30 °C/min



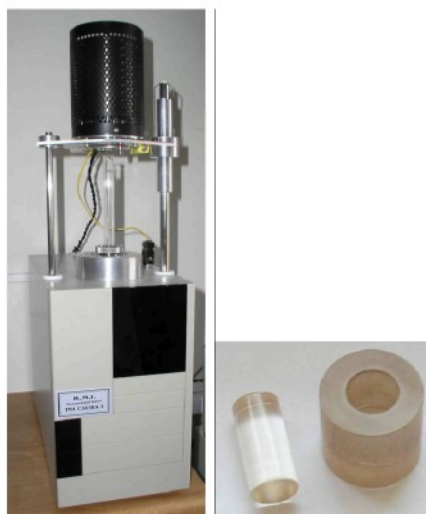
Obr. 27 Průběh křivky termické analýzy DSC pro vzorek 1 při rychlosti ohřevu 20 °C/min

2.4.2 Termomechanická analýza TMA

V předcházející kapitole byla metodou diferenční kompenzační kalorimetrie zkoumána teplota tání vzorku. Nyní bude pozornost zaměřena na termomechanickou analýzu, jejímž prostřednictvím byla zjišťována teplota zesklenní.

Teplota zesklenní je střední hodnota teplotního intervalu, který se nazývá skelný přechod a v němž polymer přechází ze stavu kaučukovitého do stavu sklovitého.

Měření probíhalo na přístroji TMA CX 03 R. Měřicí přípravek přístroje se skládá z vnější části přípravku, držáku vzorku a pomocných součástí, kterými jsou ochranné destičky vyrobené z křemenného skla. Mezi tyto destičky se vkládají vlákna, jejichž délka má dosahovat maximálně 2 mm. Obě části měřicího přípravku, vnější část a držák vzorku, jsou vyrobeny z křemenného skla a oceli.



a.

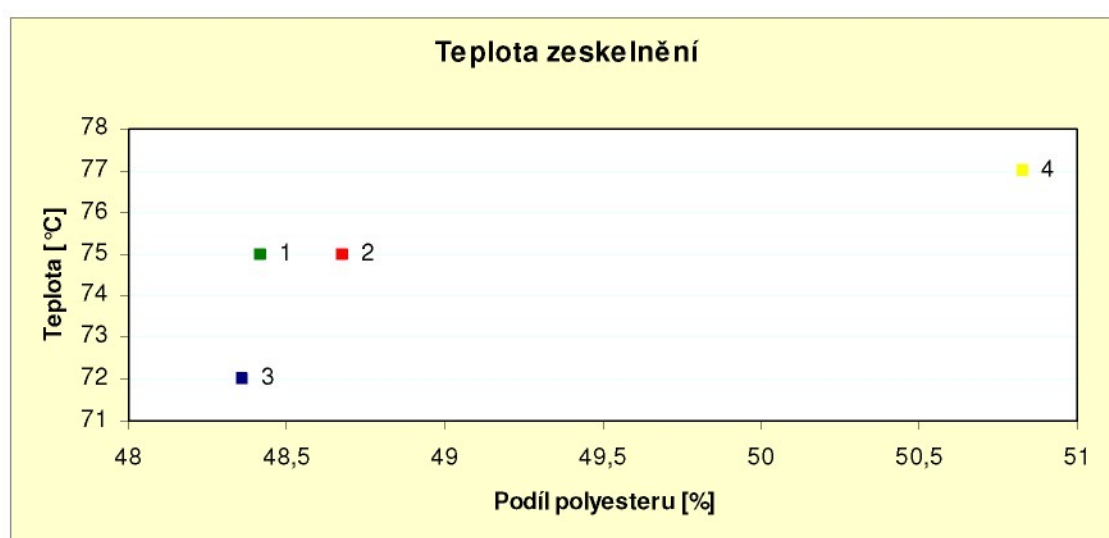
b.

Obr. 28 a, b Termomechanický analyzátor (a.), křemíkové destičky (b.)

Před každým měřením byla provedena kalibrace přístroje označením možnosti *Calibration* v hlavním menu. Dále byla v menu označena položka *Measurement* a z nabízených možností nejprve vybrána položka *Sample*, která slouží k vložení nebo vyjmutí vzorku z měřicího přípravku. K vložení vzorku slouží funkce *Sample Initial*, jejímž prostřednictvím se měří výška vzorku. Pokud je výška vzorku vyhovující, volí se v menu položka *Program*, do níž se ukládají informace o cílové teplotě ohřevu, rychlosti ohřevu či ochlazování a síle působící na vzorek. V tomto případě byla zvolena konečná teplota 100°C, rychlost ohřevu a chlazení 3°C/min a síla působící na vzorek 500 mN. Vlastní měření se spouští pomocí položky *Program Measurement*, do níž se

zadáva název souboru, v němž budou data uložena, dále je možné vložit komentář, volí se typ grafu (v tomto případě teplota/výška), rychlost ukládání dat a způsob vykreslování jednotlivých křivek grafu (v tomto případě byly všechny křivky – ohřev, izoterma a chlazení, zakreslovány do jednoho grafu). Na závěr tohoto nastavení bylo spuštěno měření. Po ukončení programu byl vzorek vyjmut pomocí funkce *Sample Delete*.

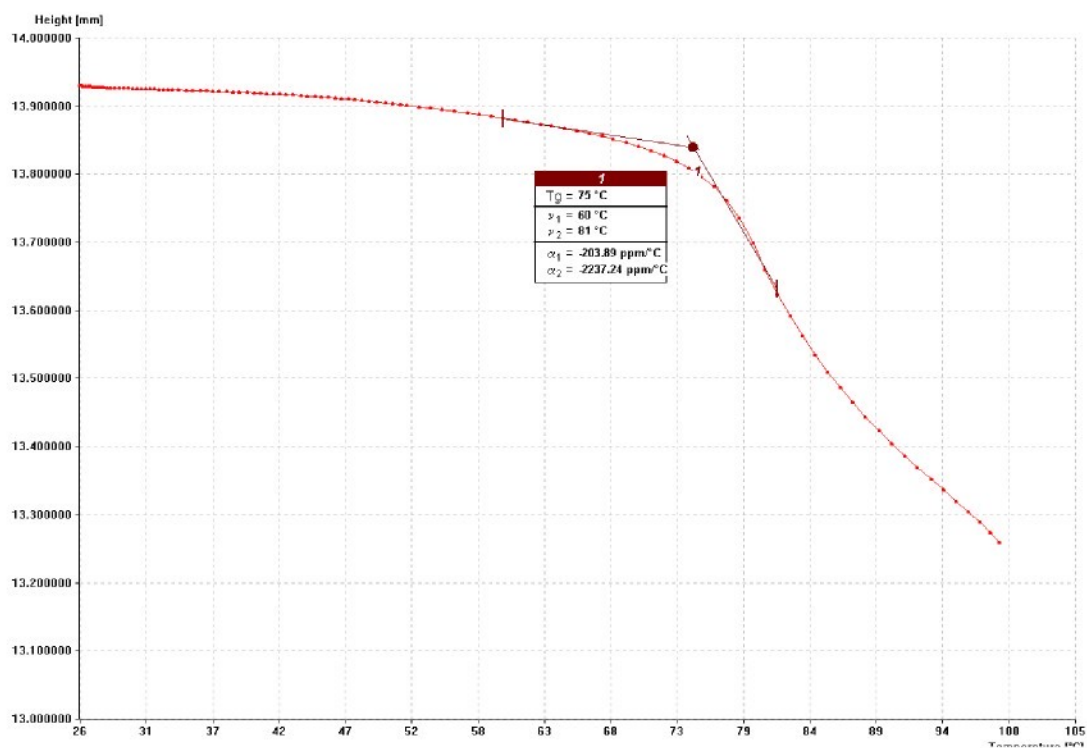
Celý proces měření včetně ochlazování vzorku probíhal po dobu přibližně 2,5 hodin.



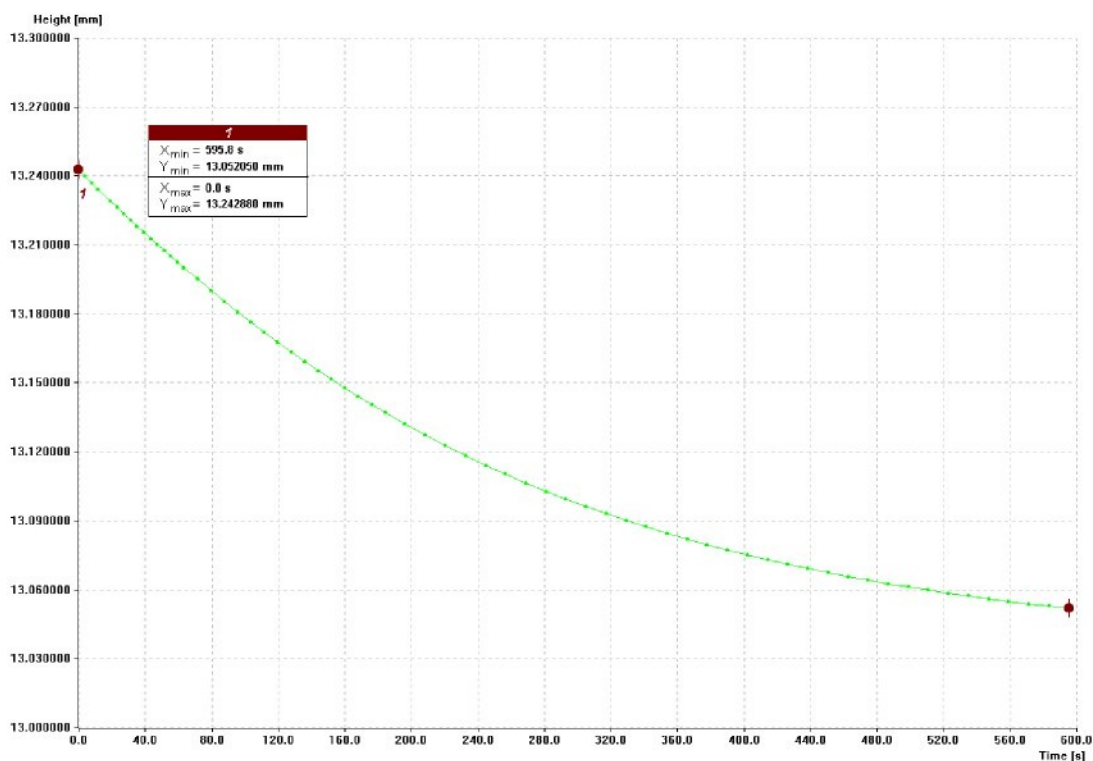
Graf 9 Porovnání teplot zeskelnění

Výsledná křivka grafu se skládá ze tří částí, z nichž první znázorňuje průběh ohřívání, druhá představuje izotermu a třetí popisuje postupné ochlazování vzorku. Zde budou zmíněny křivka ohřevu a izoterma, které byly samostatně zpracovávány v programu TMA Grapher. V případě první křivky je patrná změna výšky vzorku v závislosti na rostoucí teplotě, při níž dochází k natavování vláken a jejich spojování, což vyvolává snížení výšky vzorku. Další pokles je zaznamenán i v případě izotermu, při níž po dobu 10 minut byla udržována konstantní teplota 100 °C. Vzhledem k rozsáhlosti zde byly opět zařazeny pouze křivky vzorku 1. V přílohách jsou pak umístěny křivky všech čtyř vzorků.

Naměřené hodnoty teplot zeskelnění představuje Graf 9. Tyto hodnoty odpovídají teplotě zeskelnění polyesteru.



Obr. 29 Průběh křivky termické analýzy TMA pro vzorek 1. Změna výšky vzorku při ohřevu na 100 °C



Obr. 30 Průběh křivky termické analýzy TMA pro vzorek 1 – izoterma. Změna výšky vzorku při působení konstantní teploty 100 °C po dobu 10 minut

3 ZHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ A DISKUZE

Předmětem této části je diskuze metodiky měření a získaných výsledků.

3.1 Tvar příčného řezu

U předložených bikomponentních vláken bylo zjištěno pomocí obrazové analýzy, že se jedná o vlákna s kruhovým průřezem. Rovněž se ukázalo, že z hlediska typu jde o bikomponentní vlákna se strukturou „jádro – plášť“, přičemž jádro je tvořeno polyesterem a plášť polyetylenem. (Materiálové složení bylo zjištěno termickou analýzou.) Proměření průměru vláken a délky jejich stěn umožnilo určení procentuálního zastoupení obou komponent ve vláknech, které se ukázalo velmi podobné.

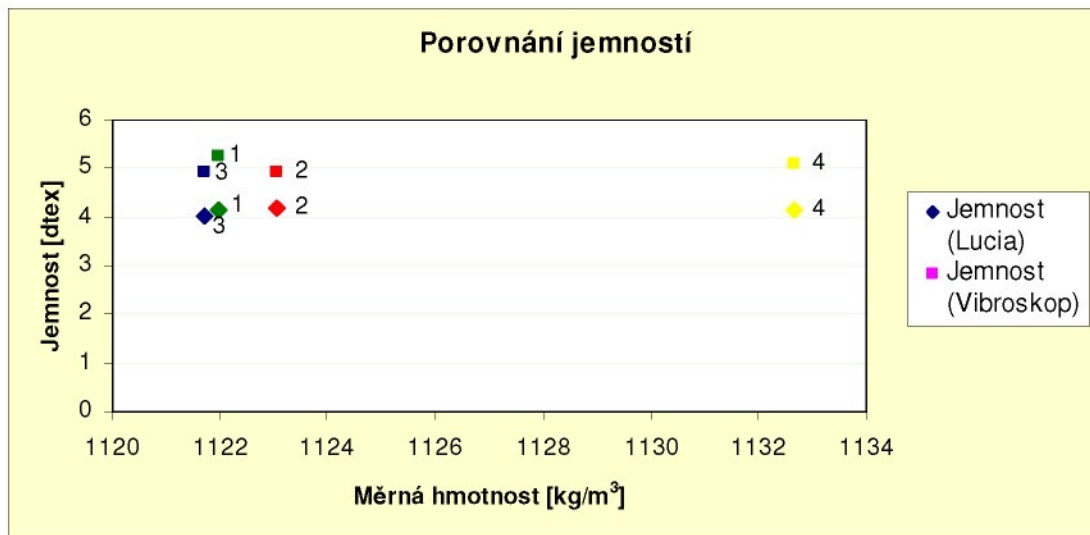
3.2 Jemnost vláken

Pro zjištění jemnosti vláken byla prováděna dvě měření. Pomocí obrazové analýzy Lucia byly hodnoty vypočteny použitím vzorečku pro výpočet jemnosti z příčných řezů. Pro stanovení průměrné jemnosti vláken od každého vzorku byly uvedeny dva postupy (viz kapitola 2.2.2). Ukázalo se, že hodnoty jsou si velmi podobné a lze je tedy považovat za správné.

Druhé měření probíhalo na přístroji Vibroskop. V tomto případě nebyly prováděny žádné výpočty. Mezi průměrnými hodnotami jemností však byly zjištěny určité rozdíly. Z přiloženého grafu je patrné, že jemnosti naměřené na Vibroskopu vykazují oproti jemnostem z obrazové analýzy Lucia vyšší hodnoty s rozdílem téměř 1 dtex.

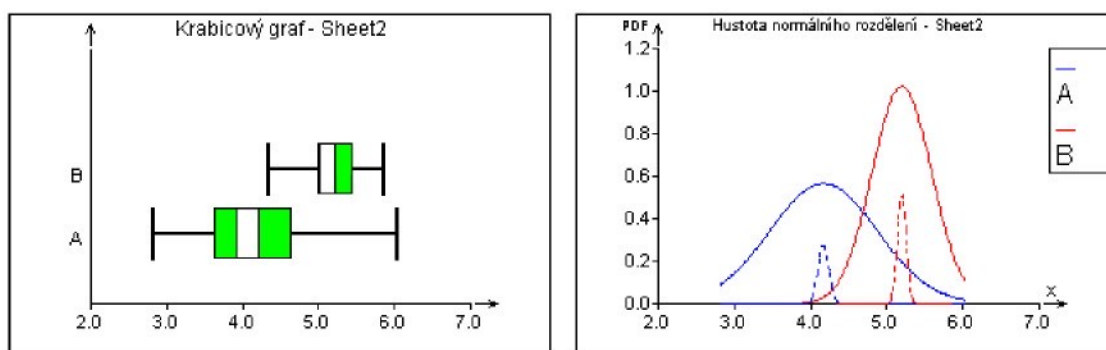
Následným zpracováním obou jemností v programu QC Expert se ukázalo, že rozdělení obou měření jsou rozdílná a proto není možné stanovit žádný koeficient pro přepočet. Na základě tohoto zjištění lze označit jako směrodatný postup využívající obrazovou analýzu a s tím související převod naměřených dat na hodnoty jemností pomocí známého vzorečku. Důvodem je předpoklad, že data naměřená na obrazové analýze jsou správná a přesná, neboť při měření jemnosti pomocí Vibroskopu působí faktory, které mohou ovlivnit výsledky měření. V případě zkoumaných bikomponentních

vláken může být významným faktorem odlišná měrná hmotnost (hustota) jednotlivých složek vlákna.

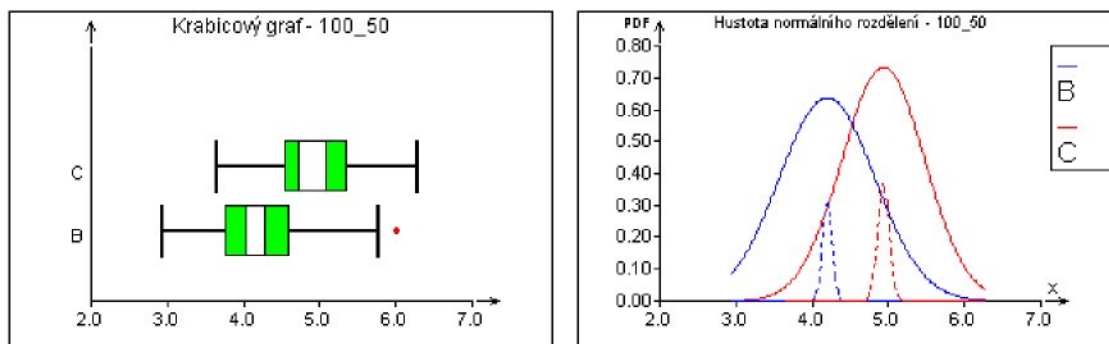


Graf 10 Porovnání průměrných hodnot jemností vláken

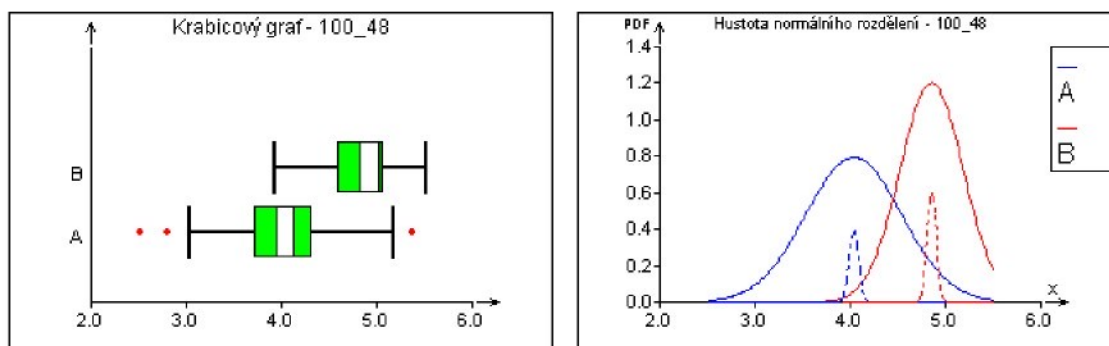
Dokladem neshody rozdělení obou souborů dat u jednotlivých vzorků jsou krabicové grafy a grafy hustoty normálního rozdělení pořizené v programu QC Expert. Uvedené grafy byly zhotovovány pro každý vzorek zvlášť za předpokladu, že u všech souborů dat byla přijata homogenita. U většiny souborů obsahujících data naměřená na Vibroskopu však bylo nutné odstranit vybočující hodnoty tak, aby byl splněn požadavek homogenity dat.



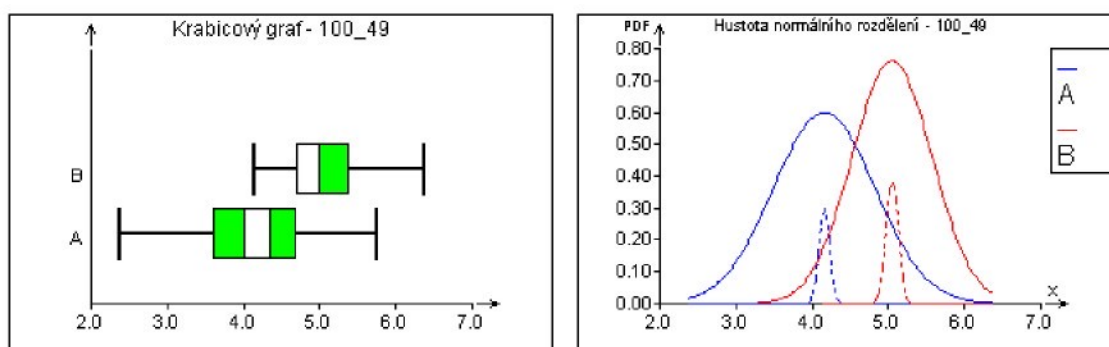
Obr. 31 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku 1, A – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, B – hodnoty jemnosti z Vibroskopu



Obr. 32 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku 2, B – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, C – hodnoty jemnosti z Vibroskopu



Obr. 33 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku 3, A – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, B – hodnoty jemnosti z Vibroskopu



Obr. 34 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku 4, A – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, B – hodnoty jemnosti z Vibroskopu

3.2.1 Srovnání jemnosti vláken s mechanickými vlastnostmi

V této kapitole bude v souvislosti s jemností hovořeno pouze o hodnotách zjišťovaných pomocí obrazové analýzy Lucia. Jednotlivé údaje budou podrobeny srovnání s hodnotami zkoumaných vlastností. Rovněž bude sledováno, zda mezi nimi lze zaznamenat nějaký trend.

Následující tabulka a grafy popisují mechanické vlastnosti bikomponentních vláken studovaných v experimentální části.

Tab. 3 Přehled hodnot jemnosti a sledovaných mechanických vlastností

	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 3	Vzorek 4
Jemnost (Lucia) [dtex]	4,17	4,2	4,04	4,16
Pevnost [cN]	14,35	13,72	14,55	14,3
Tažnost [%]	60,5	57,8	44,7	56,6
Napětí [cN/tex]	27,5	27,9	29,7	28,3

Tab. 4 Vzestupné uspořádání hodnot jednotlivých vzorků podle jemnosti

	Vzorek 3	Vzorek 4	Vzorek 1	Vzorek 2
Jemnost (Lucia) [dtex]	4,04	4,16	4,17	4,2
Pevnost [cN]	14,55	14,3	14,35	13,72
Tažnost [%]	44,7	56,6	60,5	57,8
Napětí [cN/tex]	29,7	28,3	27,5	27,9

Pevnost byla měřena na Vibrodynu, který rovněž poskytl informace o dalších parametrech – tažnosti a napětí. Na základě získaných hodnot lze říci, že mezi jemností a ostatními parametry neplatí vždy vztah přímé úměry. To znamená, že s rostoucí jemností vláken nevzrůstají stejnou měrou také hodnoty ostatních vlastností.

V případě srovnávání jemností a pevností uvedených vzorků bylo možné povšimnout si spíše opačného trendu, kdy s klesajícími hodnotami jemností vzrůstaly hodnoty pevností. U bikomponentních vláken tedy neplatí závislost, že s rostoucí jemností nabývají vlákna vyšší pevnosti. Přesto jsou však data obou souborů velmi vyrovnaná.

Při srovnání výsledků jemností vláken s jejich tažností je téměř u všech vláken patrná již zmiňovaná přímá úměra. Výjimku tvoří vzorek 2, jehož hodnota tažnosti by měla být nejvyšší. Mezi tažnostmi však nejvíce vyniká hodnota, která náleží vzorku 3 a v porovnání s ostatními je výrazně nižší. Vysvětlením může být vyšší hodnota pevnosti a rovněž skutečnost, že tento vzorek obsahuje nejvíce polyethylenu, jehož tažnost je obecně velmi nízká.

V případě napětí lze vysledovat určitou podobnost s grafem porovnávajícím jemnost s pevností. Také zde dochází k situaci, kdy vzorku s nejnižší jemností náleží nejvyšší hodnota napětí.

Při srovnání tažnosti s pevností je patrné, že vlákna s nízkou tažností mají vysokou pevnost a naopak. Pro bikomponentní vlákna tedy platí pravidlo, podle něhož s rostoucí pevností vláken klesá jejich tažnost.

3.3 Termické vlastnosti

Termickou analýzou bylo u předložených vláken zkoumáno materiálové složení. Na základě teplot tání bylo zjištěno, že všechny čtyři vzorky bikomponentních vláken jsou tvořeny polyesterovým jádrem a polyetylenovým pláštěm. Měření, které probíhalo při dvou rychlostech ohřevu ukázalo, že při pomalejším ohřevu (20 °C/min) nabývají teploty tání vyšších hodnot. U teploty krystalizace jsou naopak vyšší hodnoty zaznamenány u rychlejšího ohřevu (30 °C/min).

U píků náležejících teplotě tání polyesterové složky byly zaznamenány nevýrazné druhotné píky, jež označují vlákennou příměs. Tyto příměsi však nebyly nalezeny ani při zvětšeném pohledu pomocí mikroskopu a proto jim nebyla věnována pozornost.

Při pohledu na teploty tání polyesterové složky lze poukázat na vzorek 3, jehož hodnoty se oproti ostatním hodnotám znatelně odlišují. Souvislost je možné spatřovat ve složení tohoto vlákna. Obdobná je situace u vzorku 4. U obou těchto vláken nabývá procentuální zastoupení jednotlivých složek krajních hodnot porovnání s ostatními vzorky.

Bylo zjištěno, že teplotu tání ovlivňuje nejen rychlost ohřevu, ale v případě bikomponentních vláken rovněž procentuální zastoupení jednotlivých složek ve

vláknech. Přitom platí, že čím větší je rozdíl v podílech vláknenných komponent, tím výraznější je vliv rychlosti ohřevu na výslednou teplotu tání jádra.

3.4 Vliv jednotlivých komponent na vlastnosti vláken

V předcházejících kapitolách byly zhodnoceny vzájemné souvislosti mezi měřenými parametry, to znamená geometrickými, mechanickými a termickými vlastnostmi. Je však třeba porovnat je s vlastnostmi materiálů, z nichž jsou složeny jednotlivé komponenty.

U bikomponentních vláken, jak bylo uvedeno v literárním průzkumu, je jádro vlákna nositelem mechanických vlastností. U předložených vláken bylo jádro tvořeno polyesterem. Proto lze usuzovat, že naměřené hodnoty náleží vlastnostem jádra. Toto tvrzení se však vztahuje na bikomponentní vlákna, ze kterých již byla vyrobena netkaná textilie, přičemž plášť byl roztaven a zůstalo jen jádro. Zde ovšem bylo pracováno s neporušenými vlákny a proto bude zohledněn také vliv polyetylenového pláště.

Hodnoty naměřené u zkoumaných bikomponentních vláken, které byly uvedeny v kapitole (3.2.1), budou nyní srovnány s hodnotami náležejícími polyesteru a polyetylenu podle [2].

Pevnost bikomponentních vláken byla v této práci naměřena přibližně 14 cN/dtex. Pevnost polyesteru či polyetylenu je však podle uvedené publikace výrazně nižší (maximálně činí 6 cN/dtex). Jako vysvětlení se nabízí fakt, že se jedná o vysoce pevná polyesterová vlákna. Tato vlákna totiž dosahují pevnosti až 25 cN/dtex [22] a je tedy pravděpodobné, že se jedná právě o tato vlákna.

S pevností vláken souvisí tažnost. V tomto případě byly naměřeny hodnoty v rozmezí 45 % - 60 %. Uvedené hodnoty jsou poměrně vysoké a vlastnostem polyesteru odpovídají jen částečně. Proto je možné se domnívat, že zde má jistý vliv polyetylen, který dosahuje vyšší tažnosti než polyester.

Na mechanické vlastnosti bikomponentních vláken v tomto případě působí nejen jádro, ale také plášť. Přičemž jádro určuje hodnotu pevnosti vláken a polyetylen přispívá k vyšší tažnosti. Zda na mechanické vlastnosti vláken působí také zastoupení jednotlivých komponent ve vláknech, nebylo možné s úplností dokázat, neboť

poměrové zastoupení bylo pro všechny zkoumané vzorky velice podobné. K dokázání či vyvrácení vlivu by bylo potřeba porovnat vlákna s odlišnými poměry složek ve vláknech (např. 50/50 a 20/80), mezi nimiž by mohly být zaznamenány znatelnější rozdíly.

Podle Tab. 5 je vliv poměrů složek ve vláknech zřejmý. Jak je možné si povšimnout u vzorku 3, u něhož byl zachycen největší rozdíl mezi poměry komponent, byly u všech parametrů naměřeny oproti ostatním vzorkům minimální nebo naopak maximální hodnoty.

Vliv zastoupení jednotlivých komponent však byl prokázán také při zkoumání termických vlastností. Konkrétně se jednalo o teplotu tání polyesterového jádra, kde tento parametr vyvolal viditelné rozdíly mezi teplotami tání měřenými při dvou různých rychlostech.

Tab. 5 Souhrnná tabulka hodnot všech zkoumaných parametrů

	Vzorek 1	Vzorek 2	Vzorek 3	Vzorek 4
Podíl jádra ve vláknech [%]	48,42	48,68	48,36	50,83
Podíl pláště ve vláknech [%]	51,58	51,32	51,64	49,17
Měrná hmotnost [kg/m ³]	1121,97	1123,06	1121,71	1132,67
Jemnost (Lucia) [dtex]	4,17	4,2	4,04	4,16
Jemnost (Vibroskop) [dtex]	5,24	4,94	4,92	5,09
Pevnost [cN]	14,35	13,72	14,55	14,3
Tažnost [%]	60,5	57,8	44,7	56,6
Napětí [cN/tex]	27,5	27,9	29,7	28,3
Teplota tání PE [°C]: 20 °C/min	76,039	78,032	74,707	78,029
Teplota tání PE [°C]: 30 °C/min	73,863	74,703	71,528	74,867
Teplota tání PES [°C]: 20 °C/min	250,345	250,973	253,957	250,965
Teplota tání PES [°C]: 30 °C/min	250,676	249,862	248,694	250,841
Teplota krystalizace [°C]: 20 °C/min	159,973	159,659	164,665	156,331
Teplota krystalizace [°C]: 30 °C/min	202,034	201,511	209,522	204,509
Teplota zesklnění [°C]	75	75	72	77

maximální hodnota

minimální hodnota

ZÁVĚR

Předmětem této diplomové práce bylo provedení analýzy předložených bikomponentních vláken. U čtyř různých vzorků byly zkoumány geometrické, mechanické a termické vlastnosti a vliv jednotlivých komponent na vlastnosti vláken.

Bylo zjištěno, že všechna zkoumaná vlákna jsou téhož druhu („jádro – plášť“), přičemž u vzorků 1, 2, 3 mírně převažuje plášť a u vzorku 4 naopak jádro. Poměry obou složek se ukázaly jako velmi vyrovnané, největší rozdíl byl zaznamenán u vzorku 3 a nejmenší u vzorku 4. Na základě těchto hodnot se jedná o vlákna s poměrem 50/50 (viz Obr. 8). Zjištěnému poměrovému zastoupení jednotlivých složek ve vláknech odpovídají hodnoty měrné hmotnosti. U vzorku 3 je měrná hmotnost nejnižší, u vzorku 4 naopak nejvyšší. Další podobnost s poměrovým zastoupením komponent ve vláknech byla zjištěna u teploty tání polyesterové složky. V tomto případě bylo zjištěno, že čím větší je rozdíl v podílech vlákenných složek, tím výraznější je vliv rychlosti ohřevu na výslednou teplotu tání. U ostatních parametrů zjišťovaných pomocí termické analýzy nebyl podobný trend zachycen, prokázán byl pouze vliv rychlosti ohřevu.

Pomocí termické analýzy bylo dále zjištěno materiálové složení těchto vláken, které rovněž bylo pro všechna vlákna stejné – jádro tvoří polyester, plášť polyetylen. Ukázalo se, že mechanické vlastnosti bikomponentních vláken jsou v tomto případě určovány nejen mechanickými vlastnostmi jádra, ale také pláště. Bylo zde zjištěno, že jádro ovlivňuje pevnost vláken a vnější vrstva – plášť působí na tažnost. Zda má na mechanické vlastnosti vliv také poměr jednotlivých komponent, nebylo možné vzhledem k velmi vyrovnaným hodnotám prokázat. V tomto případě by bylo potřeba prostudovat a porovnat naměřené údaje s hodnotami vláken s odlišným poměrem komponent ve vláknech.

V případě mechanických vlastností bylo u zkoumaných bikomponentních vláken zjištěno, že téměř ve všech případech měla vlákna s nízkou hodnotou jemnosti vyšší pevnost a naopak. Podobný trend byl rovněž zachycen u hodnot napětí. Při srovnání jemnosti a tažnosti byla zaznamenána vzrůstající tendence u obou parametrů, tedy s rostoucí jemností vzrůstala také tažnost vláken. Dále bylo potvrzeno, že u bikomponentních vláken je s vyšší pevností spojena nízká tažnost.

SEZNAM LITERATURY

- [1] BIROŠ, O. A KOL. *Vybrané experimentální metody studia polymerů*. Praha: ČSAV, 1973.
- [2] BOBETH, W. *Textile Faserstoffe. Beschaffenheit und Eigenschaften*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1993. ISBN 3-540-55697-4.
- [3] FILIPI, J. *Vlákna z přírodních a syntetických polymerů*. Pardubice: Dům techniky ČVTS, 1970.
- [4] HES, L. URSÍNY, P. *Stroje a technologie tvarování chemických nití*. Praha: SNTL, 1990. ISBN 80-03-00371-7.
- [5] HLAVÁČ, V. ŠONKA, M. *Počítačové vidění*. Praha: GRADA, 1992. ISBN 80-85424-67-3
- [6] HOMUTA, L. JIKESŠ. SVOBODA, M. *Analýza obrazu počítačem*. Praha: PTČSVTS, 1989.
- [7] JIRSÁK, O. KALINOVÁ, K. *Netkané textilie*. Liberec: TU, 2003. ISBN 80-7083-249-5.
- [8] KHEILOVÁ, M. *Termodynamika*. Brno: VUT, 1998.
- [9] KOL. AUTORŮ. *Příručka textilního odborníka, 1. část*. Praha: SNTL, 1981.
- [10] KONOPKOVÁ, K. *Využití obrazové analýzy pro hodnocení zralosti bavlny*. Liberec: TU, DP 2007.
- [11] KOVAČIČ, V. *Textilní zkušebnictví, 1.díl*. Liberec: TU, 2004. ISBN 80-7083-824-8.
- [12] KOVÁŘ, J. *Využití termoanalytických metod při studiu lignických a huminových látek*. BRNO: VUT, DP 2003.
- [13] KRČMA, R. *Technologie II – 1.část (Netkané textilie)*. Liberec: 1989.
- [14] KRŠKOVÁ, K. *Vliv pojící teploty na strukturu a vlastnosti kolmo kladených textilií*. Liberec: TU, DP 2000.
- [15] KUBÍN, M. A KOL. *Struktura polymerů a metody jejího studia*. Praha: Edice Macro, 1992.

- [16] LOPOUROVÁ, Z. *Vliv koncentrace pojivých vláken na strukturní parametry pojených textilií*. Liberec: TU, DP, 1997.
- [17] LUCIA 4.6: *Uživatelská příručka*. 2005.
- [18] MACUROVÁ, K. *Monokomponentní a bikomponentní pojivá vlákna v objemných termicky pojených netkaných textiliích*. Liberec: TU, DP, 2002.
- [19] MANUÁL PRO TERMOMECHANICKÝ ANALYZÁTOR TMA CX. *Manuál pro software verze 16.01*. 1991 – 1996.
- [20] MAZALOVÁ, J. *Využití metody DSC pro porovnání struktury syntetických vláken po izotermní krystalizaci (fixaci)*. Liberec: DP, 2004.
- [21] MILITKÝ, J. MARŠÁLKOVÁ, M. *Vlastnosti vláken. (Návody na cvičení)*. Liberec: TU, 2003.
- [22] MILITKÝ, J. *Textilní vlákna*. Liberec: TU, 2002. ISBN 80-7083-644-X.
- [23] MILITKÝ, J. VANÍČEK, J. *Vlastnosti vláken*. Liberec: TU.
- [24] ROZMILEROVÁ, L. *Pojivé vlastnosti nových typů bikomponentních vláken*. Liberec: TU, DP, 2002.
- [25] STANĚK, J. HYČINCOVÁ, J. KOVAČIČ, V. *Nauka o textilních materiálech, Díl I., Část 2. – Struktura, získávání a výroba vláken*. Liberec: 1986.
- [26] STANĚK, J. *Textilní zbožíznalství 1*. Liberec: TU, 2001. ISBN 80-7083-555-9.
- [27] ŠESTÁK, J. *Thermophysical properties of solids*. Pratur: Academia, 1984.
- [28] VONDRÁČEK, P. *Metody studia a charakterizace struktury polymerů*. Praha: VŠCHT, 1991.
- [29] <http://www.ksp.vslib.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/Intech/Morfologie.pdf> [cit. 26.3.2007]
- [30] <http://w1.vscht.cz/met/schranky/vyuka/labev/labor/fm-termi/index.htm> [cit. 26.3.2007]
- [31] http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/files/20060106/zvt_p_4.pdf [cit. 26.3.2007]
- [32] <http://www.holan.cz/Dictionary.asp?key=P> [cit. 5.4.2007]
- [33] <http://sk.wikipedia.org/wiki/Polyetyl%C3%A9n> [cit. 5.4.2007]
- [34] <http://www.hillsinc.net/brochures/Bicomponent-Fibers-Chart.pdf> [cit. 12.4.2007]

SEZNAM OBRÁZKŮ

- Obr. 1 Aglomerační struktura
- Obr. 2 Bodová struktura
- Obr. 3 Vláknó typu S/S
- Obr. 4 Vláknó typu C/S
- Obr. 5 Vláknó typu C/C
- Obr. 6 Vláknó typu M/F
- Obr. 7 Vlákná typu MS/S, MR, MC
- Obr. 8 Souhrnná tabulka různé modifikace uvedených typů vláken
- Obr. 9 Výroba bikomponentních vláken typu jádro – plášť: 1,2 – přívod dvou různých polymerů, 3 – bikomponentní vláknó
- Obr. 10 Výroba bikomponentních vláken typu strana ke straně: 1,2 – oddělený přívod dvou různých polymerů, 3 – společné těleso trysky, 4 – bikomponentní vláknó
- Obr. 11 Polyesterové vláknó
- Obr. 12 Schéma přístroje Vibroskop: 1 – horní čelist, 2 – generátor kmitů, 3 – snímač kmitů, 4 – vyhodnocovací člen s displejem, který udává jemnost vláken v dtex
- Obr. 13 Kmitající struna (vláknó)
- Obr. 14 Princip měření pevnosti
- Obr. 15 Vliv tahové deformace na vláknó
- Obr. 16 Deformační křivka
- Obr. 17 Průběh namáhání textilního vlákná v tahu
- Obr. 18 DSC s kompenzací výkonu (B – oddělené elektrické ohříváče pro vzorek a referenční látku, C – misky pro vzorek a referenční látku)
- Obr. 19 DSC s tepelným tokem (A – společná pec pro vzorek a referenční látku, C – misky pro vzorek a referenční látku)
- Obr. 20 Popis termoanalytické křivky
- Obr. 21 a. – d. Příčné řezy bikomponentních vláken. Typ „jádro-plášť“, materiálové složení polyester – polyetylen, a. - Bicofaser 4d/32mm, b. – Altex, c. – Francie, d. – Bicofaser 4d/51mm. Měřítka v obrazech označuje 50 μm .
- Obr. 22 a. – d. Podélné pohledy bikomponentních vláken. Typ „jádro-plášť“, materiálové složení polyester – polyetylen, a. - Bicofaser 4d/32mm, b. –

Altex, c. – Francie, d. – Bicofaser 4d/51mm. Měřítka v obrazech označují 50 μm .

Obr. 23 Řez bikomponentním vláknem

Obr. 24 a, b Přístroje Vibrodyn 400 (a.) a Vibroskop 400 (b.)

Obr. 25 a, b Přístroj DSC (a.), hliníková miska (b.)

Obr. 26 Průběh křivky termické analýzy DSC pro vzorek 1 při rychlosti ohřevu 30 °C/min

Obr. 27 Průběh křivky termické analýzy DSC pro vzorek 1 při rychlosti ohřevu 20 °C/min

Obr. 28 a, b Termomechanický analyzátor (a.), křemíkové destičky (b.)

Obr. 29 Průběh křivky termické analýzy TMA pro vzorek 1. Změna výšky vzorku při ohřevu na 100 °C

Obr. 30 Průběh křivky termické analýzy TMA pro vzorek 1 – izoterma. Změna výšky vzorku při působení konstantní teploty 100 °C po dobu 10 minut

Obr. 31 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku Bicofaser 4d/32mm, A – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, B – hodnoty jemnosti z Vibroskopu

Obr. 32 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku Altex, B – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, C – hodnoty jemnosti z Vibroskopu

Obr. 33 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku Francie, A – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, B – hodnoty jemnosti z Vibroskopu

Obr. 34 Krabicový graf a hustota normálního rozdělení pro jemnosti vzorku Francie, A – hodnoty jemnosti z obrazové analýzy Lucia, B – hodnoty jemnosti z Vibroskopu

SEZNAM TABULEK

- Tab. 1 Poměry jádro – plášť v jednotlivých vláknech
- Tab. 2 Porovnání jemností vláken a jejich celková měrná hmotnost
- Tab. 3 Přehled hodnot jemnosti a sledovaných mechanických vlastností
- Tab. 4 Vzestupné uspořádání hodnot jednotlivých vzorků podle jemnosti
- Tab. 5 Souhrnná tabulka hodnot všech zkoumaných parametrů

SEZNAM GRAFŮ

- Graf 1 Jemnost vláken zjištěná na základě příčných řezů z obrazové analýzy Lucia
- Graf 2 Jemnost vláken naměřená pomocí přístroje Vibroskop
- Graf 3 Pevnost vláken naměřená pomocí přístroje Vibroskop
- Graf 4 Tažnost vláken naměřená pomocí přístroje Vibroskop
- Graf 5 Napětí vláken naměřené pomocí přístroje Vibroskop
- Graf 6 Porovnání teplot tání polyetylenového pláště
- Graf 7 Porovnání teplot tání polyesterového jádra
- Graf 8 Porovnání teplot krystalizace
- Graf 9 Porovnání teplot zesílnění
- Graf 10 Porovnání průměrných hodnot jemností vláken

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1: Hodnoty získané z obrazové analýzy LUCIA

Příloha 2: Hodnoty naměřené na přístrojích Vibroskop a Vibrodyn

Příloha 3: Zpracování hodnot jemností z obrazové analýzy a vibroskopu v programu QC Expert

Příloha 4: Průběhy křivek termické analýzy DSC

Příloha 5: Průběhy křivek termické analýzy TMA

PŘÍLOHA 1

Vzorek 1	Délka příčného řezu [μm]	Délka stěn [μm]	Jemnost (Lucia) [dtex]
1	19,53	3,92	3,52
2	19,19	4,01	3,39
3	18,49	4,03	3,15
4	21,51	3,81	4,26
5	24,34	3,82	5,46
6	18,98	2,91	3,32
7	18,79	2,82	3,25
8	25,27	3,74	5,89
9	23,33	2,57	5,02
10	22,24	2,6	4,56
11	20,28	2,47	3,79
12	20,8	3,02	3,99
13	24,11	2,79	5,36
14	20,87	3,28	4,01
15	21	3,65	4,07
16	19,99	3,65	3,68
17	18,76	3,45	3,24
18	21,18	2,68	4,14
19	23,78	2,4	5,21
20	23,54	3,39	5,11
21	23,24	3,83	4,98
22	20,32	2,91	3,81
23	20,72	3,22	3,96
24	22,11	3,57	4,51
25	20,34	3,54	3,81
26	21,65	3,1	4,32
27	22,62	4,01	4,72
28	21,95	3,31	4,44
29	18,45	3,08	3,14
30	22,58	3,64	4,70
31	18,63	3,27	3,20
32	22,62	3,1	4,72
33	21,52	3,49	4,27
34	20,26	3,69	3,78
35	20,32	3,39	3,81
36	20	3,86	3,69
37	18,36	3,45	3,11
38	22,59	3,35	4,70
39	20,86	3,97	4,01
40	19,49	3,4	3,50
41	21,24	3,09	4,16
42	21,36	2,91	4,21
43	19,97	3,68	3,68
44	19,36	3,26	3,45
45	22,09	3,82	4,50
46	22,47	3,04	4,65
47	21,02	3	4,07
48	21,5	3,05	4,26
49	18,46	2,67	3,14
50	19,05	3,6	3,35
51	17,5	3,03	2,82
52	23,61	3,25	5,14

53	23,29	2,97	5,00
54	24,73	2,36	5,64
55	25,6	3,09	6,04
56	19,85	2,44	3,63
57	22,87	2,6	4,82
58	20,72	2,65	3,96
59	20,75	2,98	3,97
60	20,51	3,41	3,88
61	19,37	4,43	3,46
62	19,59	2,53	3,54
63	21,07	3,93	4,09
64	19,28	3,54	3,43
65	18,55	3,08	3,17
66	20,26	2,28	3,78
67	21,45	3,68	4,24
68	23,97	2,87	5,30
69	24,08	4,01	5,34
70	20,45	3,69	3,85
71	19,74	3,51	3,59
72	22,5	2,44	4,67
73	24,25	2,11	5,42
74	23,03	3,33	4,89
75	21,31	3,78	4,19
76	21,42	3,23	4,23
77	21,62	3,17	4,31
78	23,41	3,17	5,05
79	22,13	2,7	4,51
80	22,62	3,27	4,72
81	21,84	2,79	4,40
82	20,68	2,86	3,94
83	21,31	2,44	4,19
84	19,88	2,47	3,64
85	20	2,94	3,69
86	18,71	3,35	3,23
87	22,02	2,94	4,47
88	23,72	3,16	5,19
89	19,86	3,16	3,64
90	20,52	2,6	3,88
91	21,49	3,04	4,26
92	19,39	3,48	3,47
93	20,97	2,81	4,05
94	21,69	3,76	4,34
95	19,66	3,41	3,56
96	19,33	3,3	3,44
97	24,34	3,81	5,46
98	22,35	3,12	4,60
99	21,91	3,25	4,43
100	19,06	3,75	3,35
součet [μm]	2119,39	322,28	416,95
průměr [μm]	21,19	3,2228	4,17
medián [μm]	21,05	3,24	4,08
modus [μm]	22,62	4,01	4,72
rozptyl [μm]	3,15	0,23	0,49
směrodatná odchylka [μm]	1,77	0,48	0,70
variční koeficient [%]	8,37	14,86	16,85
interval spolehlivosti - dolní mez [μm]	20,85	3,13	4,03
interval spolehlivosti horní mez [μm]	21,54	3,32	4,31

Vzorek 2	Délka příčného řezu [μm]	Délka stěn [μm]	Jemnost (Lucia) [dtex]
1	24,13	2,99	5,37
2	22,4	3,67	4,63
3	22,05	2,73	4,48
4	21,45	2,15	4,24
5	21,09	2,11	4,10
6	23,67	3,36	5,16
7	23,53	2,91	5,10
8	20,31	3,76	3,80
9	21,71	2,46	4,34
10	19,44	2,75	3,48
11	21,28	2,73	4,17
12	17,85	3,28	2,94
13	22,88	2,61	4,83
14	22,3	3,02	4,58
15	19,38	2,95	3,46
16	19,58	2,36	3,53
17	18,93	2,70	3,30
18	18,72	2,05	3,23
19	22,59	3,40	4,70
20	20,25	3,54	3,78
21	19,99	3,88	3,68
22	19,09	4,03	3,36
23	19,48	2,80	3,50
24	21,34	4,21	4,20
25	19,81	2,92	3,62
26	20,29	3,07	3,79
27	19,04	3,25	3,34
28	23,4	3,39	5,05
29	23,37	4,03	5,03
30	22,66	2,98	4,73
31	22,58	3,28	4,70
32	23,42	2,67	5,06
33	24,43	3,21	5,50
34	21,87	4,23	4,41
35	21,77	4,30	4,37
36	19,04	3,33	3,34
37	20,38	3,34	3,83
38	21,13	3,78	4,12
39	18,24	4,37	3,07
40	22,53	2,94	4,68
41	20,99	3,75	4,06
42	21,76	4,55	4,36
43	18,91	4,04	3,30
44	20,2	2,39	3,76
45	19,01	3,28	3,33
46	21,08	3,62	4,10
47	20,69	2,25	3,95
48	21,58	2,57	4,29
49	20	3,06	3,69
50	20,33	2,62	3,81
51	20,84	3,76	4,00
52	20,84	3,26	4,00
53	21,59	3,08	4,30
54	22,06	2,80	4,49
55	20,52	3,15	3,88
56	21,24	2,57	4,16

57	20	2,70	3,69
58	21,66	3,22	4,32
59	23,13	2,62	4,93
60	22,2	2,82	4,54
61	20,3	4,01	3,80
62	20,75	4,32	3,97
63	21,1	2,90	4,10
64	20,13	3,28	3,74
65	20,71	2,91	3,95
66	22,55	2,99	4,69
67	25,01	3,23	5,77
68	19,4	4,41	3,47
69	22,78	3,10	4,78
70	20,69	2,73	3,95
71	21,16	1,39	4,13
72	19,7	3,21	3,58
73	22,39	3,68	4,62
74	22,36	4,19	4,61
75	22,6	3,63	4,71
76	21,33	1,90	4,19
77	21,77	2,43	4,37
78	20,56	2,90	3,90
79	21,63	3,30	4,31
80	23,04	3,39	4,89
81	21,49	4,35	4,26
82	19,02	3,53	3,33
83	18,08	3,26	3,01
84	20,16	3,10	3,75
85	20,99	3,29	4,06
86	20,09	3,34	3,72
87	21,29	2,71	4,18
88	21,88	3,02	4,41
89	18,2	3,46	3,05
90	22,36	3,74	4,61
91	21,03	3,35	4,08
92	21,98	3,51	4,45
93	23,64	2,81	5,15
94	25,53	4,20	6,01
95	22,28	3,56	4,58
96	23,61	3,64	5,14
97	23,2	4,15	4,96
98	22,9	3,39	4,83
99	22,3	2,54	4,58
100	22,37	3,18	4,61
součet [μm]	2128,39	321,68	419,88
průměr [μm]	21,28	3,22	4,20
medián [μm]	21,29	3,23	4,18
modus [μm]	22,30	3,28	4,58
rozptyl [μm]	2,51	0,38	0,39
směrodatná odchylka [μm]	1,58	0,61	0,62
variační koeficient [%]	7,44	19,05	14,85
interval spolehlivosti - dolní mez [μm]	20,97	3,10	4,08
interval spolehlivosti horní mez [μm]	21,59	3,34	4,32

Vzorek 3	Délka příčného řezu [μm]	Délka stěn [μm]	Jemnost (Lucia) [dtex]
1	19,67	3,40	3,57
2	20,69	3,98	3,95
3	21,12	3,51	4,11
4	18,45	3,17	3,14
5	19,13	2,68	3,37
6	18,57	2,62	3,18
7	22,20	2,91	4,54
8	20,57	2,83	3,90
9	19,93	1,94	3,66
10	20,94	3,03	4,04
11	21,46	3,88	4,25
12	20,47	3,23	3,86
13	21,57	3,26	4,29
14	19,76	3,51	3,60
15	21,73	3,42	4,35
16	22,72	4,15	4,76
17	20,94	2,98	4,04
18	23,05	2,56	4,90
19	21,19	1,96	4,14
20	21,54	2,41	4,28
21	20,51	3,26	3,88
22	21,77	3,17	4,37
23	20,85	3,15	4,01
24	21,97	2,63	4,45
25	19,78	3,27	3,61
26	20,38	2,89	3,83
27	21,13	2,48	4,12
28	22,21	2,76	4,55
29	22,17	3,10	4,53
30	21,03	3,42	4,08
31	23,69	3,63	5,17
32	21,31	2,72	4,19
33	22,94	2,72	4,85
34	20,93	2,87	4,04
35	21,32	2,52	4,19
36	21,94	3,13	4,44
37	21,39	3,36	4,22
38	19,98	3,20	3,68
39	21,40	3,51	4,22
40	20,61	3,45	3,92
41	21,30	3,12	4,18
42	20,76	3,71	3,97
43	20,32	3,45	3,81
44	18,56	3,23	3,18
45	20,14	3,39	3,74
46	23,37	2,63	5,03
47	20,57	2,58	3,90
48	20,69	3,00	3,95
49	21,93	3,08	4,43
50	22,88	3,21	4,83
51	19,71	3,39	3,58
52	23,10	3,67	4,92
53	19,73	4,43	3,59
54	21,26	3,75	4,17
55	20,99	3,63	4,06

56	19,19	3,16	3,39
57	24,14	3,54	5,37
58	21,04	4,19	4,08
59	22,74	2,94	4,77
60	20,76	3,85	3,97
61	21,09	3,16	4,10
62	20,96	3,76	4,05
63	19,39	3,54	3,47
64	21,86	3,64	4,40
65	21,34	3,36	4,20
66	20,73	3,95	3,96
67	20,05	3,97	3,71
68	21,25	4,66	4,16
69	18,18	2,44	3,05
70	21,32	1,89	4,19
71	22,52	3,86	4,67
72	20,55	3,34	3,89
73	21,46	2,98	4,25
74	20,47	4,16	3,86
75	21,90	2,62	4,42
76	19,76	2,68	3,60
77	21,45	2,61	4,24
78	20,79	2,45	3,98
79	19,22	2,14	3,41
80	20,10	2,58	3,72
81	22,11	3,69	4,51
82	16,53	2,52	2,52
83	18,14	3,76	3,03
84	19,58	2,55	3,53
85	19,63	4,28	3,55
86	17,42	2,80	2,80
87	21,84	2,68	4,40
88	21,37	3,39	4,21
89	21,61	3,28	4,30
90	20,16	3,74	3,75
91	22,08	4,04	4,49
92	23,02	2,98	4,88
93	20,05	2,36	3,71
94	20,09	2,57	3,72
95	19,97	2,56	3,68
96	19,68	3,35	3,57
97	20,78	2,95	3,98
98	20,75	2,98	3,97
99	21,28	3,71	4,17
100	22,06	3,47	4,49
součet [μm]	2088,73	318,07	403,75
průměr [μm]	20,89	3,18	4,04
medián [μm]	20,95	3,19	4,05
modus [μm]	20,69	2,98	3,95
rozptyl [μm]	1,73	0,32	0,25
směrodatná odchylka [μm]	1,31	0,56	0,50
variační koeficient [%]	6,29	17,69	12,40
interval spolehlivosti - dolní mez [μm]	20,63	3,07	3,94
interval spolehlivosti horní mez [μm]	21,14	3,76	4,14

Vzorek 4	Délka příčného řezu [μm]	Délka stěn [μm]	Jemnost (Lucia) [dtex]
1	21,50	2,40	4,26
2	22,77	2,75	4,78
3	21,52	5,27	4,27
4	24,93	3,19	5,73
5	21,81	4,03	4,38
6	23,48	2,24	5,08
7	22,23	3,13	4,56
8	22,71	3,81	4,75
9	22,78	2,89	4,78
10	24,97	3,50	5,75
11	22,37	2,60	4,61
12	19,61	2,32	3,54
13	19,85	2,80	3,63
14	20,77	3,82	3,98
15	21,41	2,52	4,23
16	18,96	2,52	3,31
17	19,74	2,62	3,59
18	18,12	2,31	3,03
19	17,41	2,57	2,79
20	22,59	2,67	4,70
21	19,33	2,54	3,44
22	19,26	2,28	3,42
23	18,62	3,13	3,20
24	22,86	2,86	4,82
25	21,20	2,04	4,14
26	18,52	3,08	3,16
27	20,16	3,73	3,75
28	20,33	2,29	3,81
29	23,47	2,46	5,08
30	16,11	2,91	2,39
31	19,74	3,29	3,59
32	20,66	1,96	3,93
33	21,61	2,57	4,30
34	21,24	2,94	4,16
35	20,33	2,95	3,81
36	22,64	3,25	4,72
37	22,26	3,10	4,57
38	21,91	2,87	4,43
39	23,42	2,88	5,06
40	22,21	3,18	4,55
41	21,55	2,97	4,28
42	23,58	2,95	5,13
43	21,99	2,99	4,46
44	21,37	2,37	4,21
45	19,79	3,27	3,61
46	23,49	2,87	5,09
47	22,33	2,98	4,60
48	19,68	2,65	3,57
49	21,29	2,61	4,18
50	21,27	2,83	4,17
51	22,99	2,70	4,87
52	18,82	3,88	3,26
53	20,65	3,17	3,93
54	21,17	2,89	4,13
55	19,51	3,76	3,51

56	20,49	3,37	3,87
57	22,74	2,41	4,77
58	19,43	3,10	3,48
59	21,16	3,48	4,13
60	22,65	2,98	4,73
61	19,93	3,01	3,66
62	18,82	3,28	3,26
63	19,11	2,61	3,37
64	20,43	3,54	3,85
65	20,20	3,04	3,76
66	22,51	2,55	4,67
67	21,17	3,64	4,13
68	20,33	2,71	3,81
69	22,62	2,61	4,72
70	18,71	3,01	3,23
71	22,00	3,50	4,46
72	20,40	3,81	3,84
73	19,37	2,22	3,46
74	19,48	3,67	3,50
75	21,58	2,95	4,29
76	21,49	3,46	4,26
77	23,75	2,80	5,20
78	22,76	3,59	4,78
79	23,23	2,98	4,97
80	21,78	4,07	4,37
81	18,80	3,88	3,26
82	19,46	3,82	3,49
83	21,15	3,08	4,12
84	21,33	3,76	4,19
85	23,68	4,22	5,17
86	21,53	3,91	4,27
87	18,78	3,67	3,25
88	19,82	2,54	3,62
89	23,05	2,99	4,90
90	24,36	3,45	5,47
91	22,89	2,89	4,83
92	22,16	3,01	4,53
93	21,60	2,74	4,30
94	18,86	3,13	3,28
95	19,63	3,17	3,55
96	21,27	2,54	4,17
97	23,34	2,74	5,02
98	21,71	3,18	4,34
99	20,25	2,46	3,78
100	23,18	3,24	4,95
součet [μm]	2117,88	303,97	416,14
průměr [μm]	21,18	3,04	4,16
medián [μm]	21,31	2,98	4,19
modus [μm]	20,33	3,13	3,81
rozptyl [μm]	2,91	0,29	0,44
směrodatná odchylka [μm]	1,71	0,54	0,66
variační koeficient [%]	8,06	17,82	15,91
interval spolehlivosti - dolní mez [μm]	20,84	2,93	4,03
interval spolehlivosti horní mez [μm]	25,16	3,15	4,29

PŘÍLOHA 2

PŘÍLOHA 3

Vzorek 1

průměr = 100

jemnost (Lucia) = 100

jemnost (Vibroskop) = 50

Základní analýza dat

Název úlohy : 100_100_50

Řád trendu : 4

Testovaná hodnota : 0

Vyhlazení hustoty : 0,5

Hladina významnosti : 0,05

Název sloupce :	A – průměr vlákna 100	B – jemnost (Lucia) 100	C – jemnost (Vibroskop) 50
-----------------	--------------------------	----------------------------	-------------------------------

Klasické parametry :

Název sloupce :	A	B	C
Průměr :	21,1939	4,1698	5,2414
Spodní mez :	20,84018058	4,029603848	5,09342479
Horní mez :	21,54761942	4,309996152	5,38937521
Rozptyl :	3,177894737	0,4992221818	0,2711061633
Směr. odchylka :	1,782665066	0,7065565666	0,5206785604
Šikmost	0,3051718342	0,4682027225	0,8473244348
Odchylka od 0 :	Nevýznamná	Nevýznamná	Významná
Špičatost :	2,412172827	2,571378449	5,173139849
Odchylka od 3 :	Nevýznamná	Nevýznamná	Významná
Polosuma	21,55	4,43	5,62
Modus :	20,75309703	3,903956436	4,945152941

t-test

Testovaná hodnota :	0	0	0
Rozdíl :	Významný	Významný	Významný
Vypočtený :	118,8888502	59,01579855	71,18075843
Teoretický :	1,984216952	1,984216952	2,009575237
Pravděpodobnost :	0	0	1,982590546E-051
Konfidenční interval levý:	20,89790787	4,052483973	5,117947061
Konfidenční interval pravý:	21,48989213	4,287116027	5,364852939

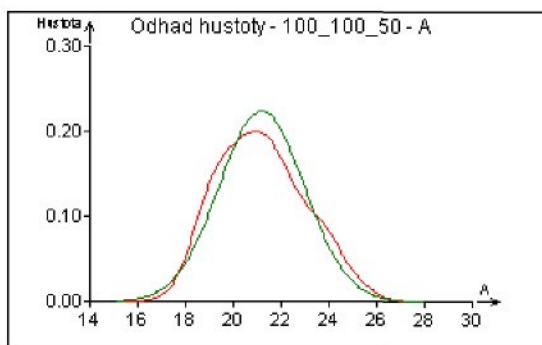
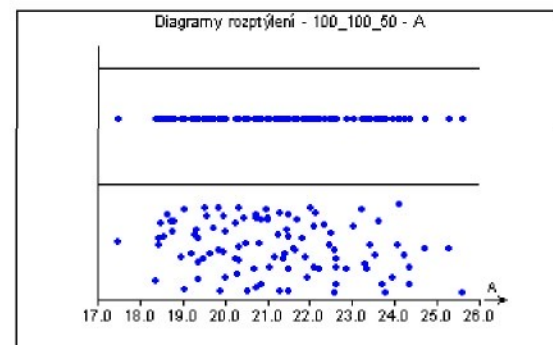
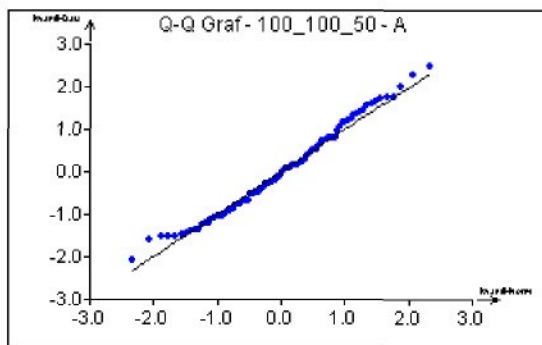
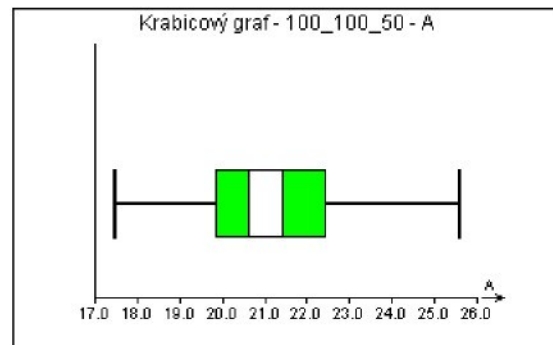
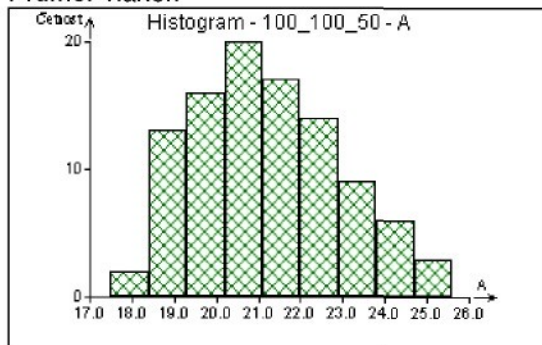
Test normality :

Název sloupce :	A	B	C
Průměr :	21,1939	4,1698	5,2414
Rozptyl :	3,177894737	0,4992221818	0,2711061633
Šikmost	0,3051718342	0,4682027225	0,8473244348
Špičatost :	2,412172827	2,571378449	5,173139849
Normalita :	Přijata	Přijata	Přijata
Vypočtený :	1,918205913	3,747110221	5,426224159
Teoretický :	5,991464547	5,991464547	5,991464547
Pravděpodobnost :	0,3832365116	0,153576708	0,06633006075

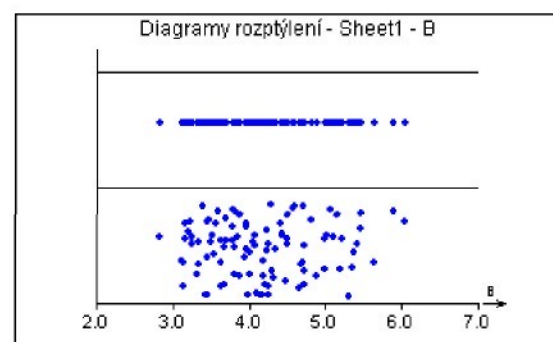
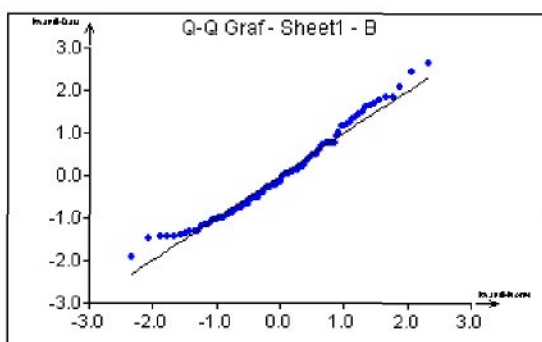
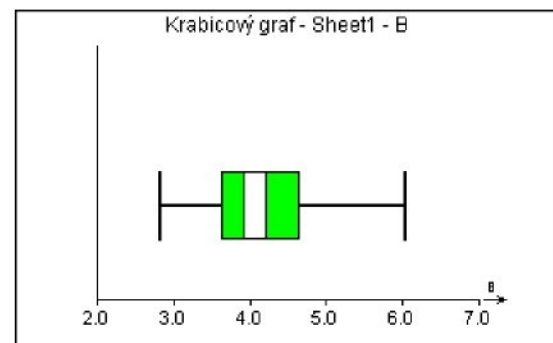
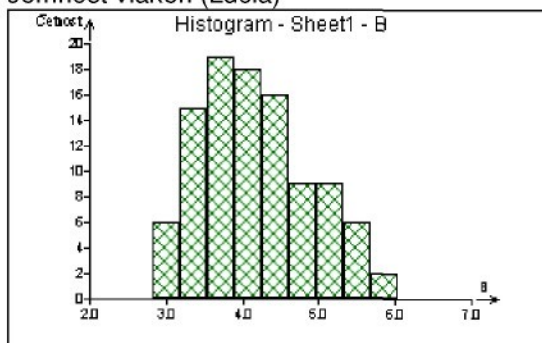
Vybočující body :

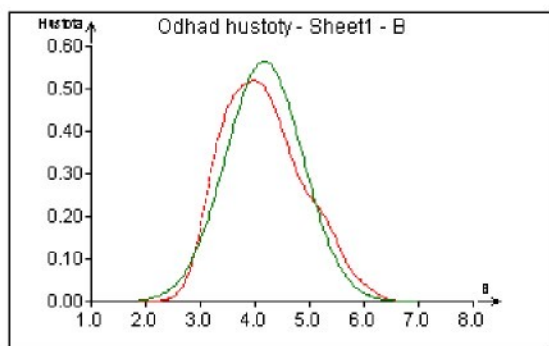
Název sloupce :	A	B	C
Homogenita :	Přijata	Přijata	Zamítnuta
Počet vybočujících bodů :	0	0	1
Spodní mez :	14,04932	1,37172	3,84922
Horní mez :	28,27068	6,90828	6,58078

Průměr vláken

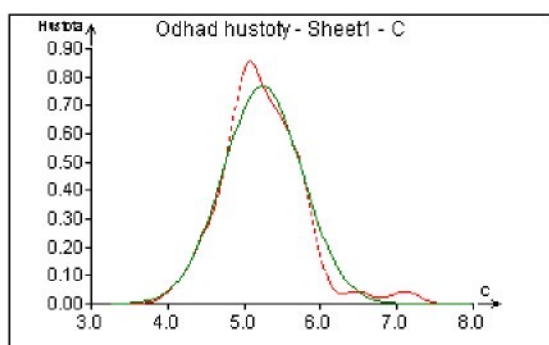
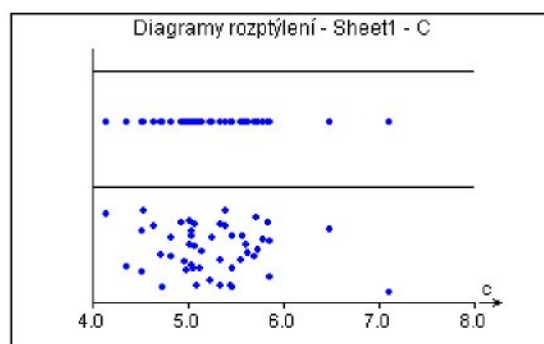
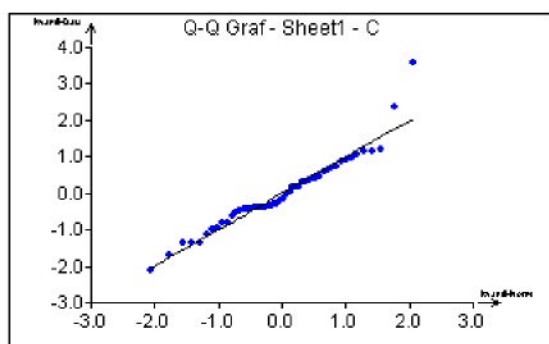
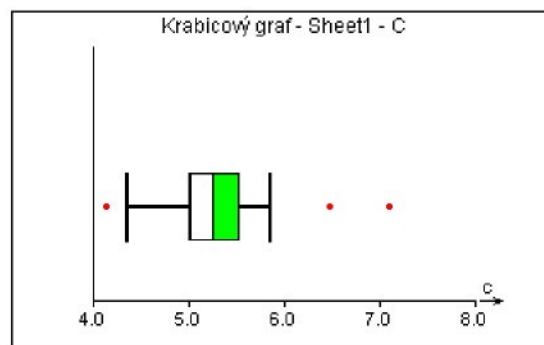
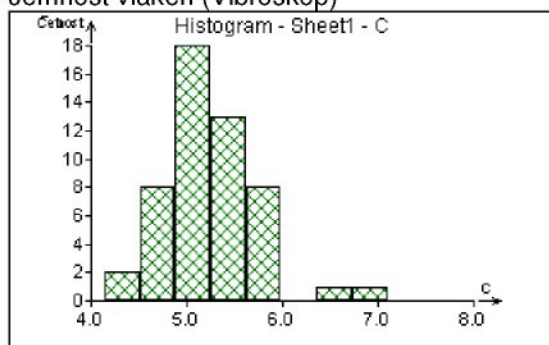


Jemnost vláken (Lucia)





Jemnost vláken (Vibroskop)



jemnost (Lucia) = 100
jemnost (Vibroskop) = 47

Porovnání dvou výběrů

Název úlohy : 100_47

Hladina významnosti : 0,05

Porovnávané sloupce :

A – jemnost (Lucia) B – jemnost (Vibroskop)

Počet dat :	100	47
Průměr :	4,1698	5,19893617
Směr. odchylka :	0,7065565666	0,3900347479
Rozptyl :	0,4992221818	0,1521271045

Test shody rozptylů

Poměr rozptylů :

3,281612329

Počet stupňů volnosti :

99

46

Kritická hodnota :

1,531748189

Závěr :

Rozptyly jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

9,470209655E-006

Test shody průměrů

pro ROZDÍLNÉ rozptyly

t-statistika :

11,34488601

Redukované stupně volnosti :

141

Kritická hodnota :

1,976931489

Závěr :

Průměry jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

1,336746865E-021

Test dobré shody rozdělení

dvouvýběrový K-S test

Difference DF :

0,6987234043

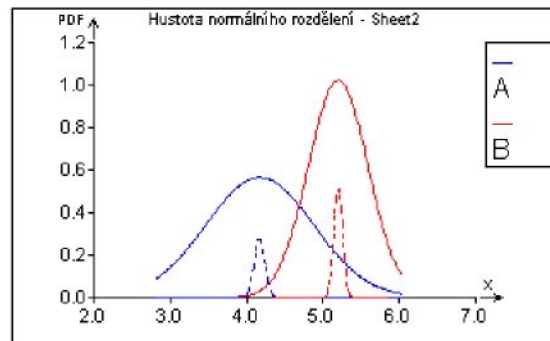
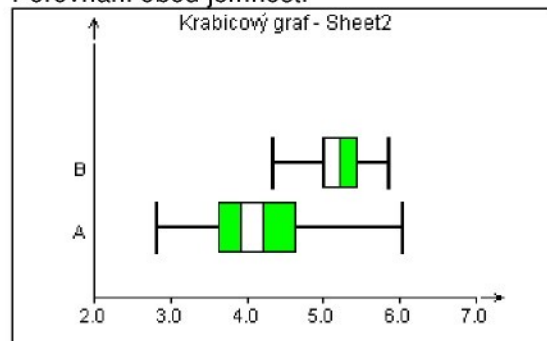
Kritická hodnota :

0,2401828381

Závěr :

Rozdělení jsou ROZDÍLNÁ

Porovnání obou jemností



Vzorek 2

průměr = 100

jemnost (lucia) = 100

jemnost (vibroskop) = 50

Základní analýza dat

Název úlohy : 100_100_50

Řád trendu : 4

Testovaná hodnota : 0

Vyhlazení hustoty : 0,5

Hladina významnosti : 0,05

Název sloupce :

Počet platných dat :

A – průměr vláken

100

B – jemnost (Lucia)

100

C – jemnost (Vibroskop)

50

Klasické parametry :

Název sloupce :

A

B

C

Průměr :

21,2839

4,1986

4,9352

Spodní mez :

20,96819776

4,074235264

4,780569278

Horní mez :

21,59960224

4,322964736

5,089830722

Rozptyl :

2,531494737

0,3928404444

0,2960417959

Směr. odchylka :

1,591067169

0,6267698497

0,5440972302

Šikmost

0,07387099748

0,2638624569

-0,09197963598

Odchylka od 0 :

Nevýznamná

Nevýznamná

Nevýznamná

Špičatost :

2,681094365

2,849123917

2,943999575

Odchylka od 3 :

Nevýznamná

Nevýznamná

Nevýznamná

Polosuma

21,69

4,475

4,97

Modus :

21,28715644

4,128734653

4,861576471

t-test

Testovaná hodnota :

0

0

0

Rozdíl :

Významný

Významný

Významný

Vypočtený :

133,7712223

66,98790636

64,13767968

Teoretický :

1,984216952

1,984216952

2,009575237

Pravděpodobnost :

0

0

3,099762071E-049

Konfidenční interval levý:

21,01972061

4,094531688

4,806194492

Konfidenční interval pravý:

21,54807939

4,302668312

5,064205508

Test normality :

Název sloupce :

A

B

C

Průměr :

21,2839

4,1986

4,9352

Rozptyl :

2,531494737

0,3928404444

0,2960417959

Šikmost

0,07387099748

0,2638624569

-0,09197963598

Špičatost :

2,681094365

2,849123917

2,943999575

Normalita :

Přijata

Přijata

Přijata

Vypočtený :

0,1664497926

1,502145545

0,1622720784

Teoretický :

5,991464547

5,991464547

5,991464547

Pravděpodobnost :

0,9201441869

0,4718600826

0,9220682455

Vybočující body :

Název sloupce :

A

B

C

Homogenita :

Přijata

Přijata

Přijata

Počet vybočujících bodů :

0

0

0

Spodní mez :

15,26706

1,84596

2,69048

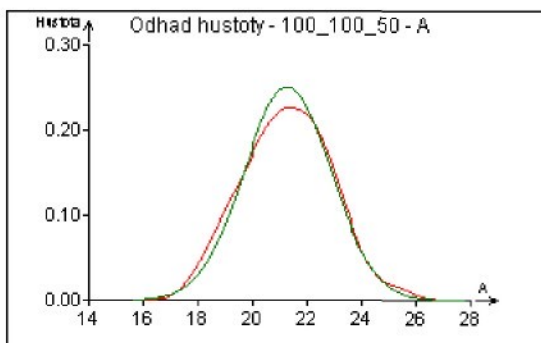
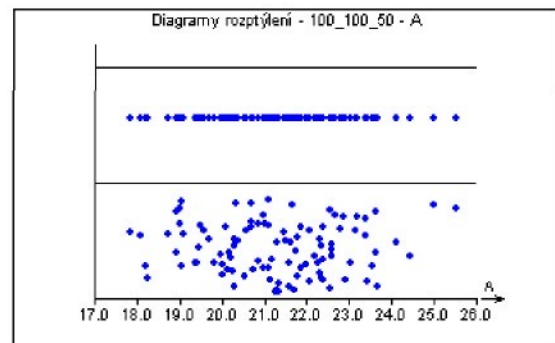
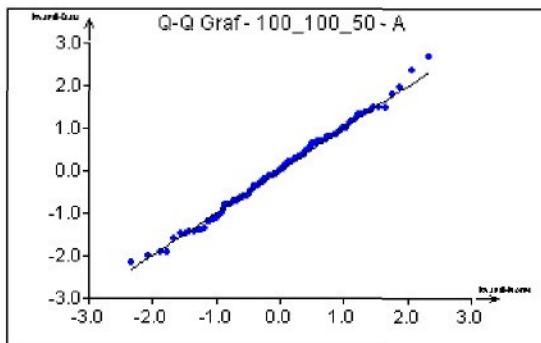
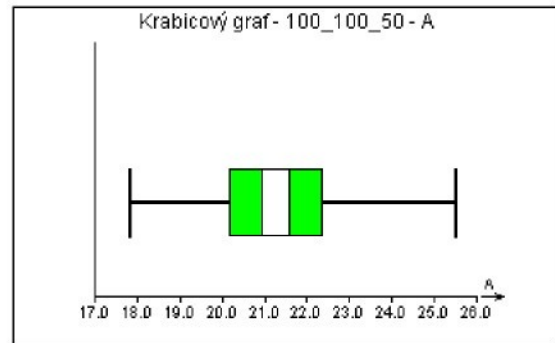
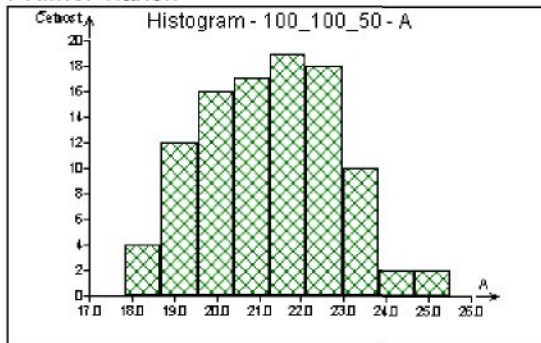
Horní mez :

27,26294

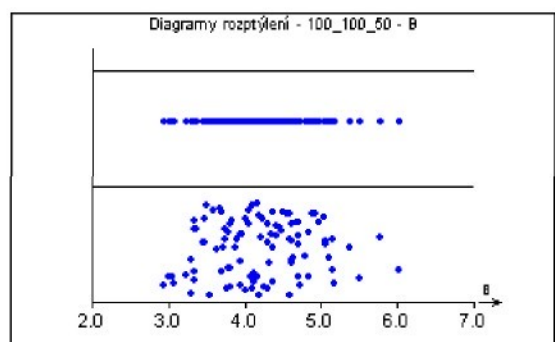
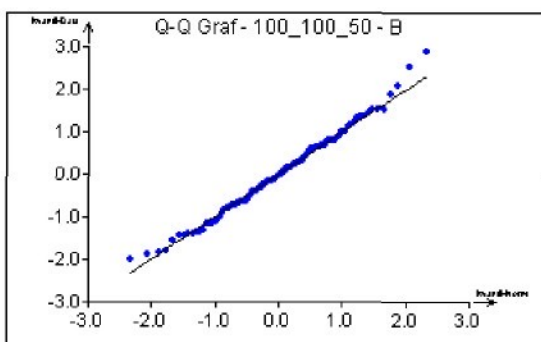
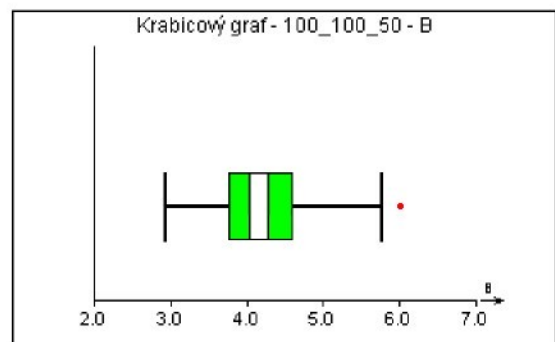
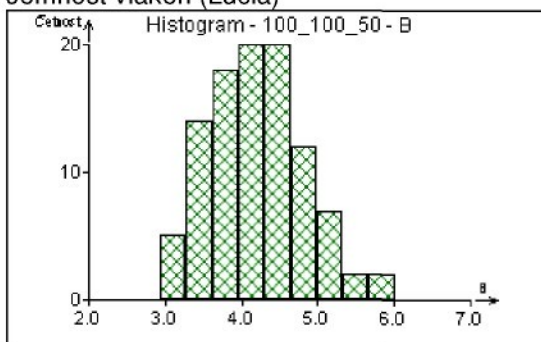
6,51404

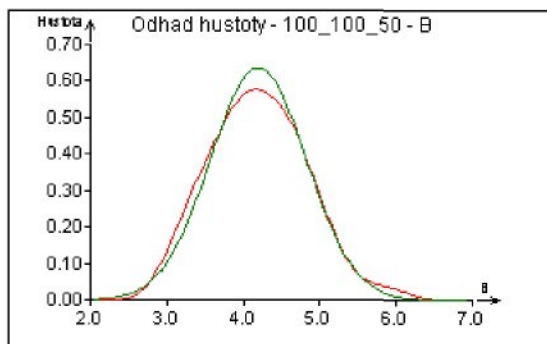
7,18952

Průměr vláken

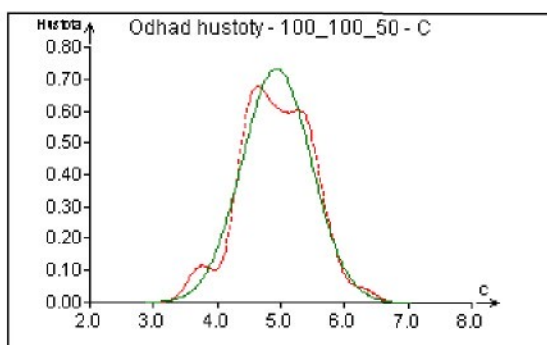
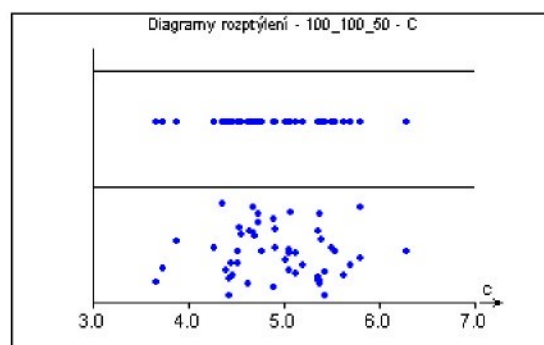
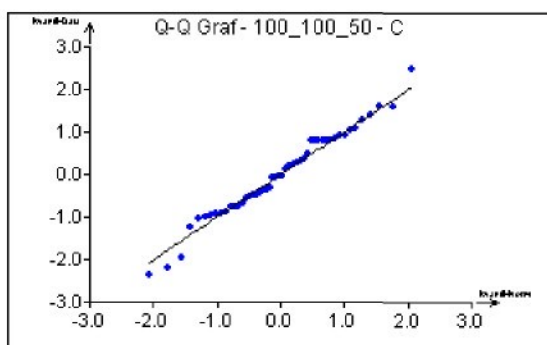
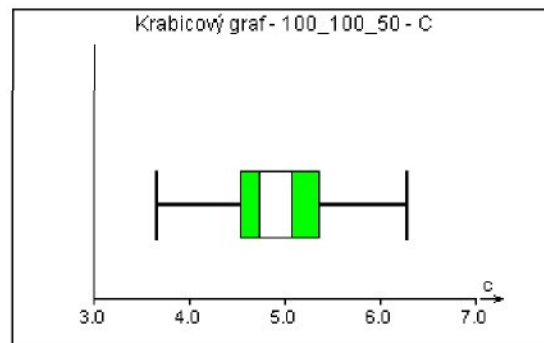
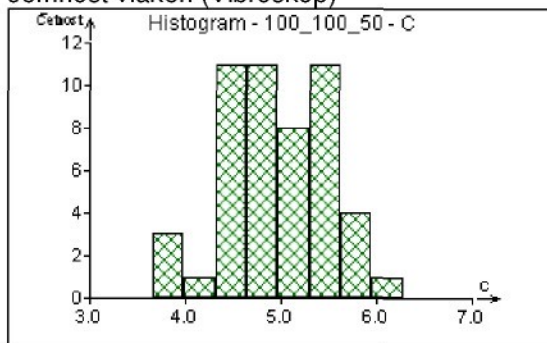


Jemnost vláken (Lucia)





Jemnost vláken (Vibroskop)



jemnost (lucia) = 100
jemnost (vibroskop) = 50

Porovnání dvou výběrů

Název úlohy : 100_50

Hladina významnosti : 0,05

Porovnávané sloupce :

B – jemnost (Lucia)

C – jemnost (Vibroskop)

Počet dat :

100

50

Průměr :

4,1986

4,9352

Směr. odchylka :

0,6267698497

0,5440972302

Rozptyl :

0,3928404444

0,2960417959

Test shody rozptylů

Poměr rozptylů :

1,326976291

Počet stupňů volnosti :

99

49

Kritická hodnota :

1,515179251

Závěr :

Rozptyly jsou SHODNÉ

Pravděpodobnost :

0,1263387235

Test shody průměrů

pro SHODNÉ rozptyly

t-statistika :

7,080150529

Počet stupňů volnosti :

148

Kritická hodnota :

1,976122494

Závěr :

Průměry jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

5,39045453E-011

Test dobré shody rozdělení

dvouvýběrový K-S test

Diference DF :

0,53

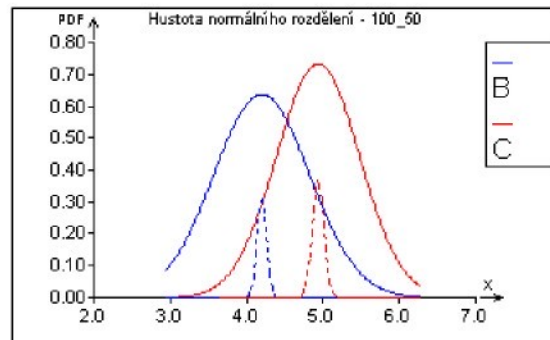
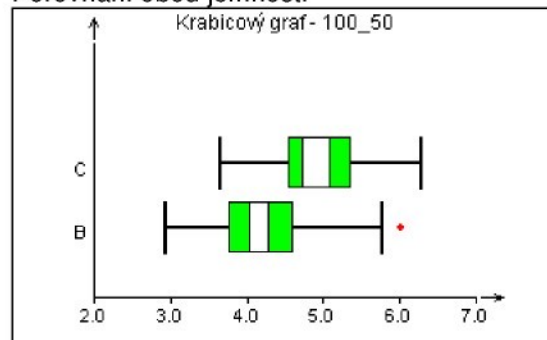
Kritická hodnota :

0,2352300827

Závěr :

Rozdělení jsou ROZDÍLNÁ

Porovnání obou jemností



Vzorek 3

průměr = 100

jemnost (Lucia) = 100

jemnost (Vibroskop) = 50

Základní analýza dat

Název úlohy : 100_100_50

Řád trendu : 4

Testovaná hodnota : 0

Vyhlazení hustoty : 0,5

Hladina významnosti : 0,05

Název sloupce :

Počet platných dat :

A – průměr vláken

100

B – jemnost (Lucia)

100

C – jemnost (Vibroskop)

50

Klasické parametry :

Název sloupce :

Průměr :

Spodní mez :

Horní mez :

Rozptyl :

Směr. odchylka :

Šikmost

Odchylka od 0 :

Špičatost :

Odchylka od 3 :

Polosuma

Modus :

A

20,8873

20,62530581

21,14929419

1,74343203

1,320390863

-0,3801429737

Nevýznamná

3,788609311

Nevýznamná

20,335

21,07291683

B

4,0379

3,938178461

4,137621539

0,2525803939

0,5025737696

-0,1329114784

Nevýznamná

3,520557238

Nevýznamná

3,945

4,058918812

C

4,9152

4,789609845

5,040790155

0,1952866939

0,441912541

1,066023863

Významná

6,103981664

Významná

5,215

4,973047059

t-test

Testovaná hodnota :

Rozdíl :

Vypočtený :

Teoretický :

Pravděpodobnost :

Konfidenční interval levý:

Konfidenční interval pravý:

0

Významný

158,1902798

1,984216952

0

20,66806347

21,10653653

0

Významný

80,34442392

1,984216952

0

3,954453096

4,121346904

0

Významný

78,64839597

2,009575237

1,556992796E-053

4,810422492

5,019977508

Test normality :

Název sloupce :

Průměr :

Rozptyl :

Šikmost

Špičatost :

Normalita :

Vypočtený :

Teoretický :

Pravděpodobnost :

A

20,8873

1,74343203

-0,3801429737

3,788609311

Přijata

2,733164164

5,991464547

0,2549769623

B

4,0379

0,2525803939

-0,1329114784

3,520557238

Přijata

0,4488152661

5,991464547

0,7989893735

C

4,9152

0,1952866939

1,066023863

6,103981664

Zamítnuta

7,153935417

5,991464547

0,02796035378

Vybočující body :

Název sloupce :

Homogenita :

Počet vybočujících bodů :

Spodní mez :

Horní mez :

A

Zamítnuta

1

16,59616

25,06384

B

Přijata

0

2,40374

5,60626

C

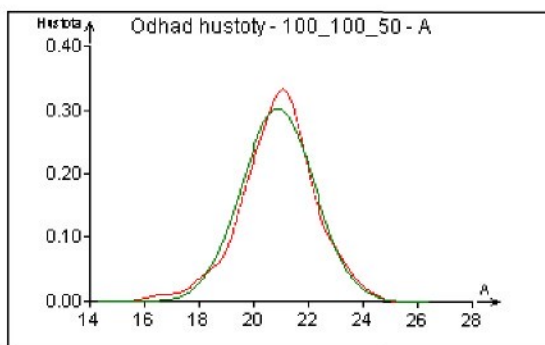
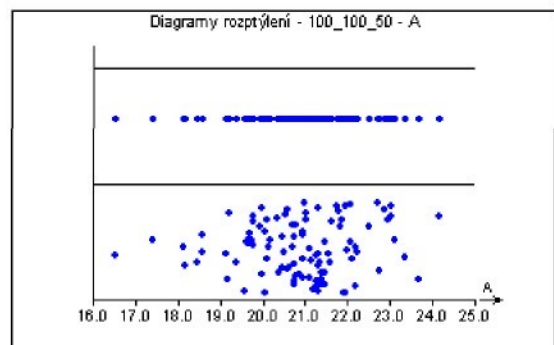
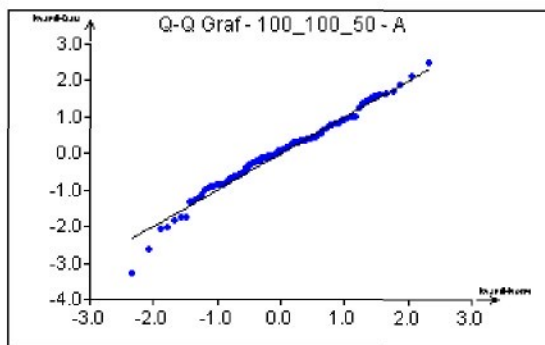
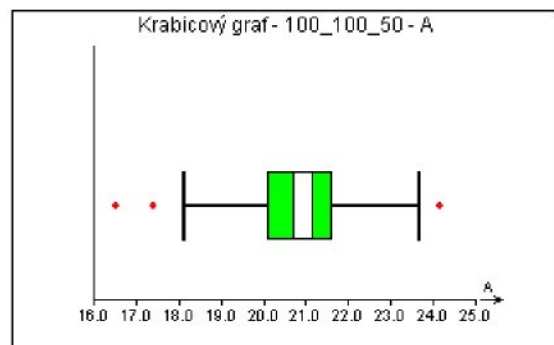
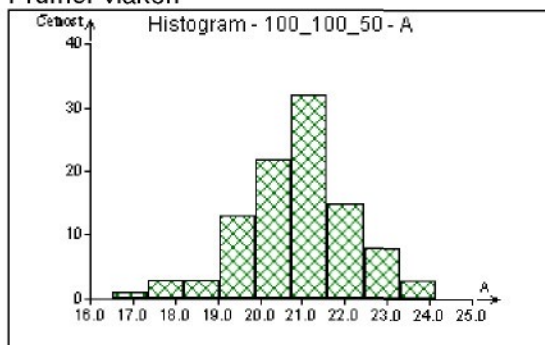
Zamítnuta

2

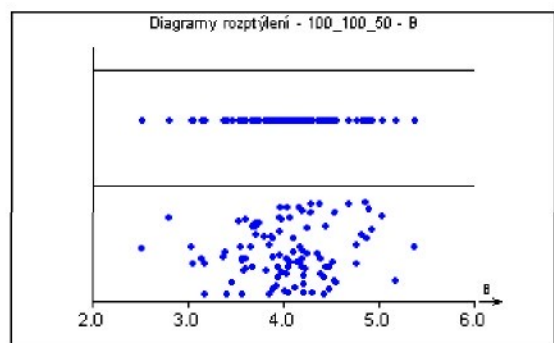
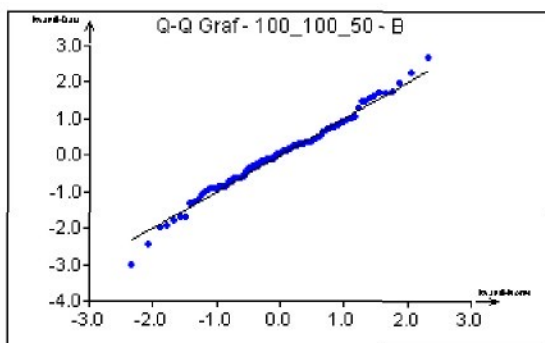
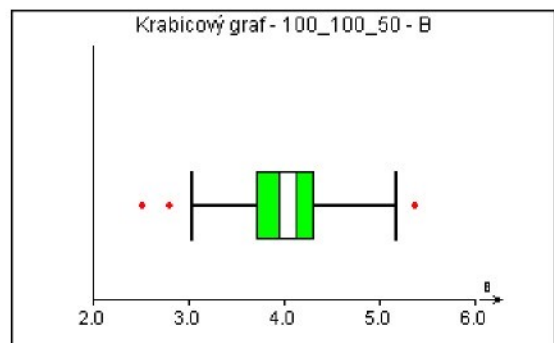
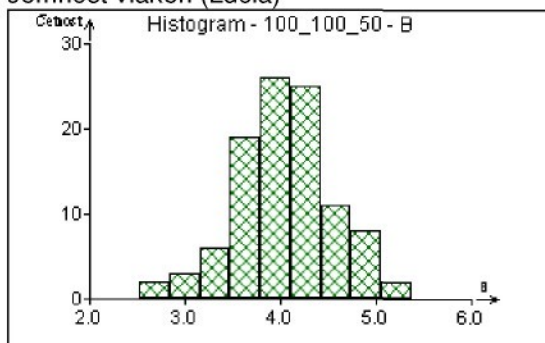
3,44922

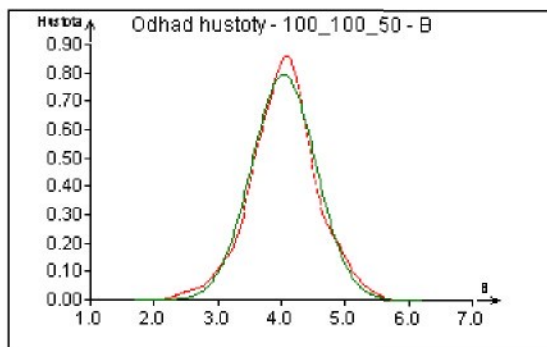
6,18078

Průměr vláken

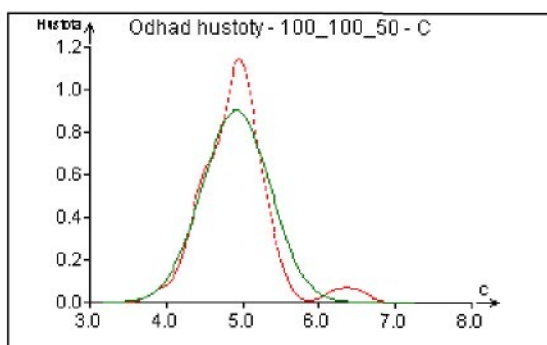
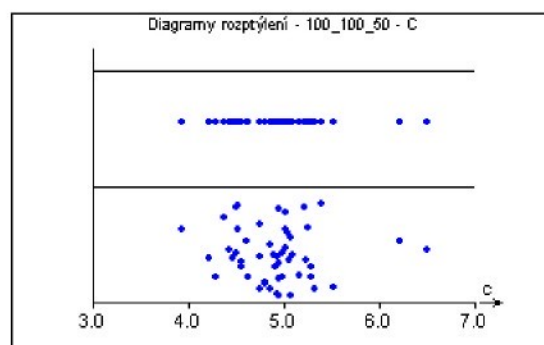
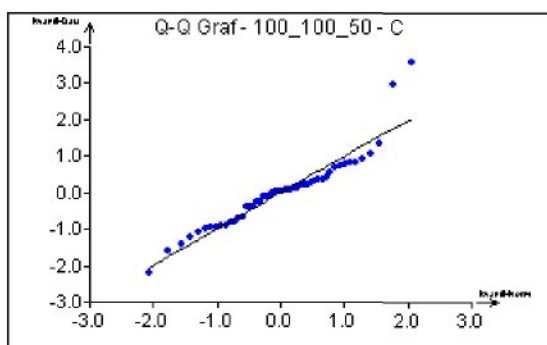
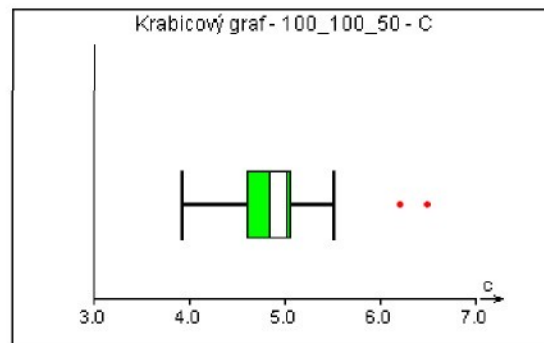
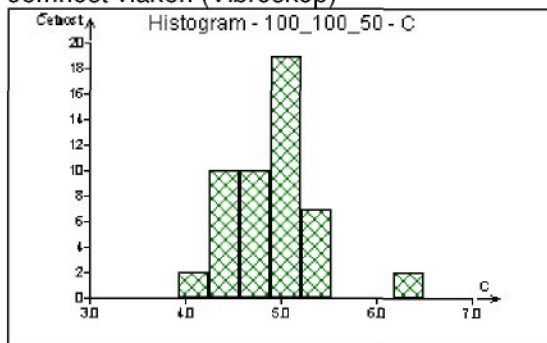


Jemnost vláken (Lucia)





Jemnost vláken (Vibroskop)



průměr = 97

Základní analýza dat

Název úlohy : 100

Řád trendu : 4

Testovaná hodnota : 0

Vyhlazení hustoty : 0,5

Hladina významnosti : 0,05

Název sloupce :

A – průměr vláken

Počet platných dat :

97

Klasické parametry :

Název sloupce :

A

Průměr :

20,93443299

Spodní mez :

20,69918127

Horní mez :

21,16968471

Rozptyl :

1,362458269

Směr. odchylka :

1,167243877

Šikmost

-0,0968245654

Odchylka od 0 :

Nevýznamná

Špičatost :

2,907236691

Odchylka od 3 :

Nevýznamná

Polosuma

20,915

Modus :

21,01009047

t-test

Testovaná hodnota :

0

Rozdíl :

Významný

Vypočtený :

176,6385395

Teoretický :

1,984984312

Pravděpodobnost :

0

Konfidenční interval levý:

20,73759253

Konfidenční interval pravý:

21,13127345

Test normality :

Název sloupce :

A

Průměr :

20,93443299

Rozptyl :

1,362458269

Šikmost

-0,0968245654

Špičatost :

2,907236691

Normalita :

Přijata

Vypočtený :

0,2536968249

Teoretický :

5,991464547

Pravděpodobnost :

0,880867191

Vybočující body :

Název sloupce :

A

Homogenita :

Přijata

Počet vybočujících bodů :

0

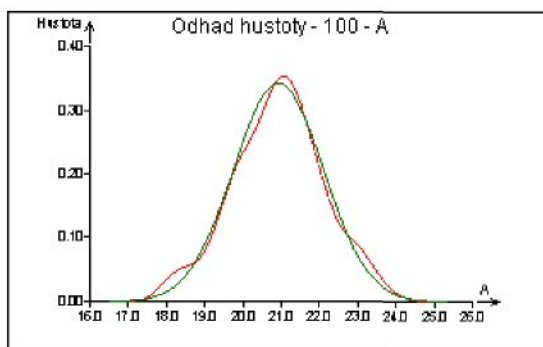
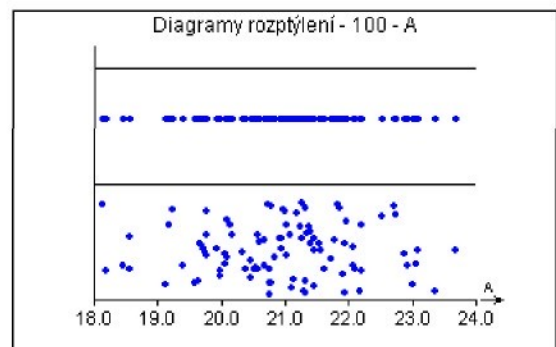
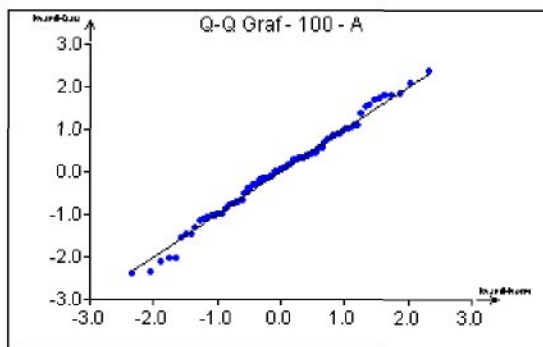
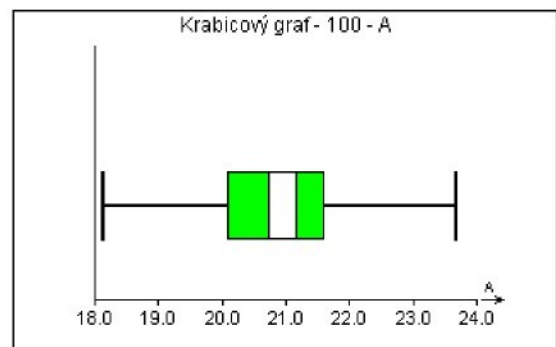
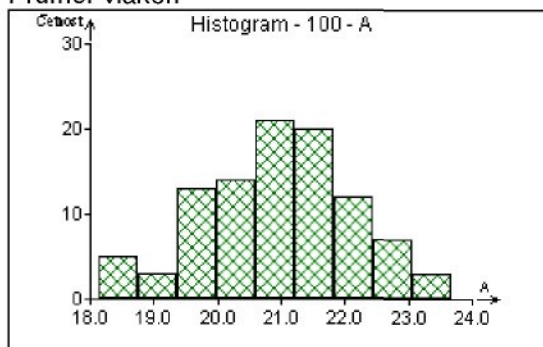
Spodní mez :

16,81492784

Horní mez :

24,84507216

Průměr vláken



jemnost (lucia) = 100
jemnost (vibroskop) = 48

Porovnání dvou výběrů

Název úlohy : 100_48

Hladina významnosti : 0,05

Porovnávané sloupce :

A – jemnost (Lucia)

B – jemnost (Vibroskop)

Počet dat :

100

48

Průměr :

4,0379

4,855

Směr. odchylka :

0,5025737696

0,332015124

Rozptyl :

0,2525803939

0,1102340426

Test shody rozptylů

Poměr rozptylů :

2,291310271

Počet stupňů volnosti :

99

47

Kritická hodnota :

1,525999104

Závěr :

Rozptyly jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

0,0009533334927

Test shody průměrů

pro ROZDÍLNÉ rozptyly

t-statistika :

11,76646493

Redukované stupně volnosti :

132

Kritická hodnota :

1,978098842

Závěr :

Průměry jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

2,650699957E-022

Test dobré shody rozdělení

dvouvýběrový K-S test

Diference DF :

0,7258333333

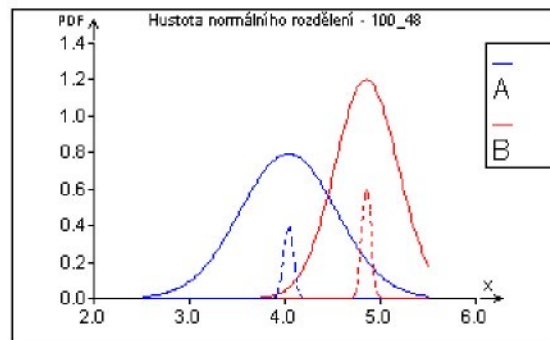
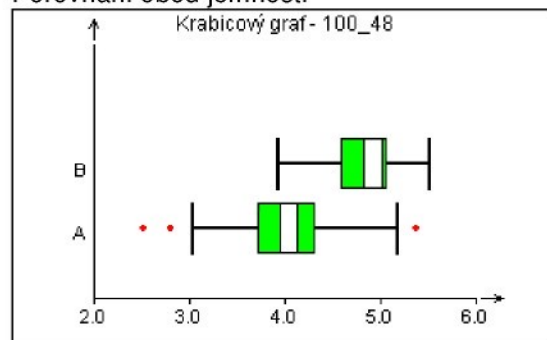
Kritická hodnota :

0,2384747889

Závěr :

Rozdělení jsou ROZDÍLNÁ

Porovnání obou jemností



Vzorek 4

průměr = 100

jemnost (Lucia) = 100

jemnost (vibrooskop) = 50

Základní analýza dat

Název úlohy : 100_100_50

Řád trendu : 4

Testovaná hodnota : 0

Vyhlazení hustoty : 0,5

Hladina významnosti : 0,05

Název sloupce :

Počet platných dat :

A – průměr vláken

100

B – jemnost (Lucia)

100

C – jemnost (Vibrooskop)

50

Klasické parametry :

Název sloupce :

Průměr :

Spodní mez :

Horní mez :

Rozptyl :

Směr. odchylka :

Šikmost

Odchylka od 0 :

Špičatost :

Odchylka od 3 :

Polosuma

Modus :

A B

21,1788

20,83854713

21,51905287

2,940527838

1,714796734

-0,1885585914

Nevýznamná

2,691054724

Nevýznamná

20,54 4,07

21,56720396

C

4,1614 5,09

4,029284921

4,293515079

0,4433293333

0,6658298081

0,009694122463

Nevýznamná

2,565979901

Nevýznamná

5,61

4,231265347

4,921691478

5,258308522

0,3507306122

0,5922251365

1,10605811

Významná

4,106975603

Nevýznamná

4,418039216

t-test

Testovaná hodnota :

Rozdíl :

Vypočtený :

Teoretický :

Pravděpodobnost :

Konfidenční interval levý:

Konfidenční interval pravý:

0 0

Významný

123,5061835

1,984216952

0 0

20,89407667

21,46352333

0

Významný

62,49945481

1,984216952

4,205669278E-048

4,050846208

4,271953792

Významný

60,7737378

2,009575237

4,94958336

5,23041664

Test normality :

Název sloupce :

Průměr :

Rozptyl :

Šikmost

Špičatost :

Normalita :

Vypočtený :

Teoretický :

Pravděpodobnost :

A B

21,1788

2,940527838

-0,1885585914

2,691054724

Přijata

0,83585762

5,991464547

0,6584090989

C

4,1614 5,09

0,4433293333

0,009694122463

2,565979901

Přijata Zamítnuta

0,03715804881

5,991464547

0,9815925018

0,3507306122

1,10605811

4,106975603

7,460063021

5,991464547

0,02399207982

Vybočující body :

Název sloupce :

Homogenita :

Počet vybočujících bodů :

Spodní mez :

Horní mez :

A B

Přijata

0 0

13,4301

28,8999

C

Přijata Zamítnuta

1

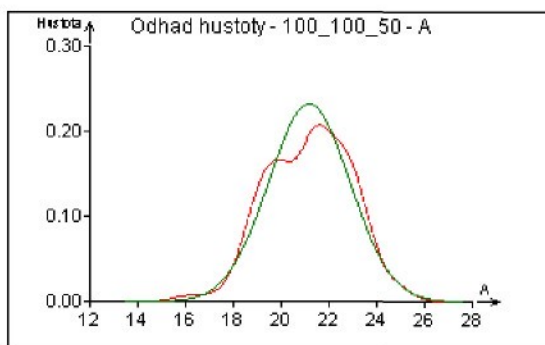
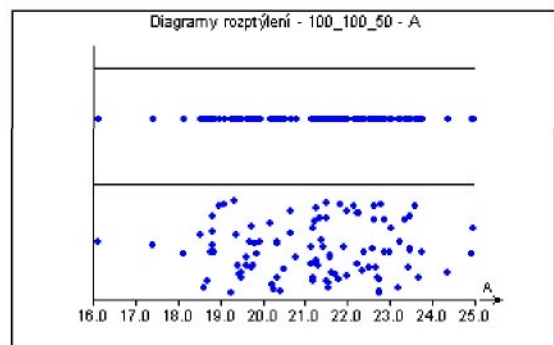
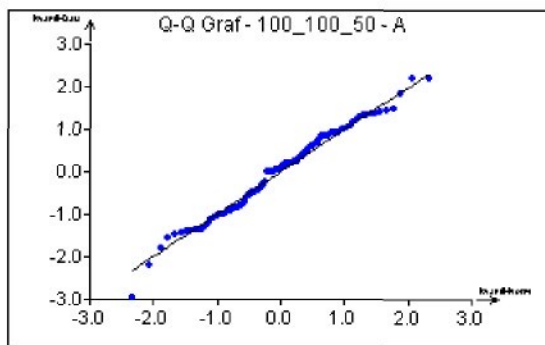
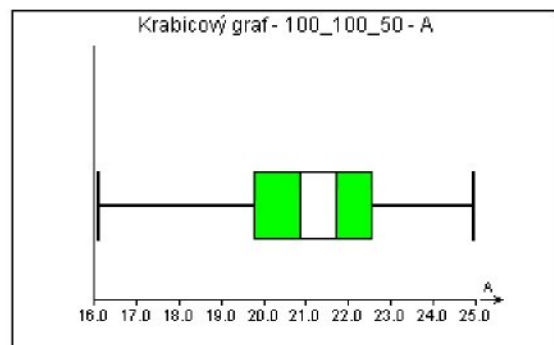
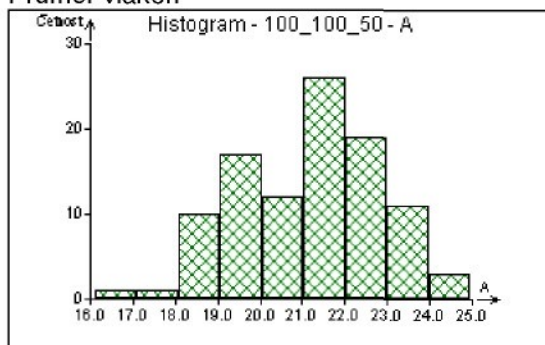
1,13246

7,15754

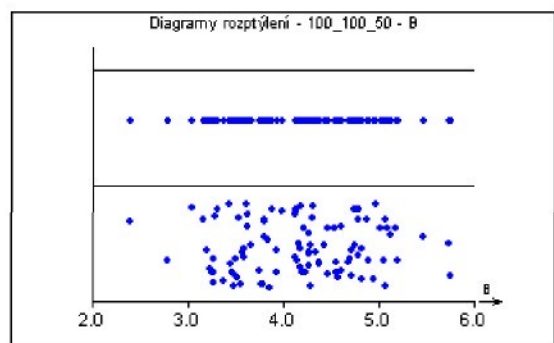
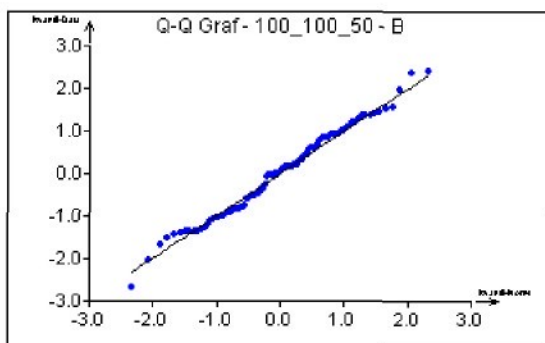
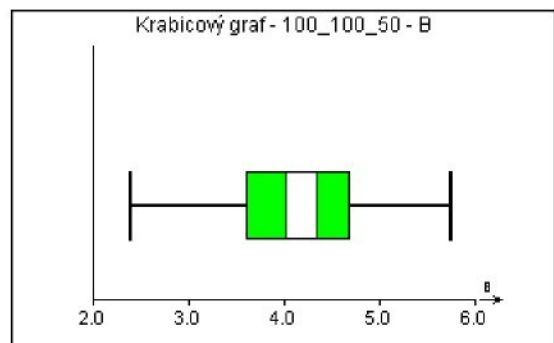
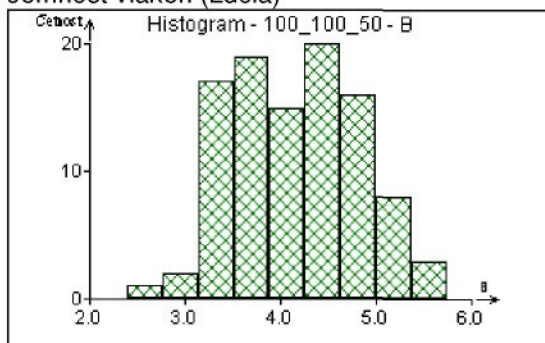
3,03828

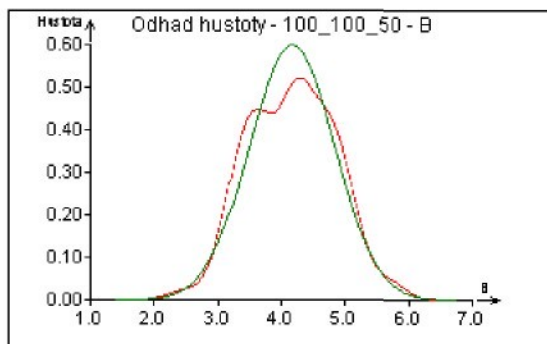
7,00172

Průměr vláken

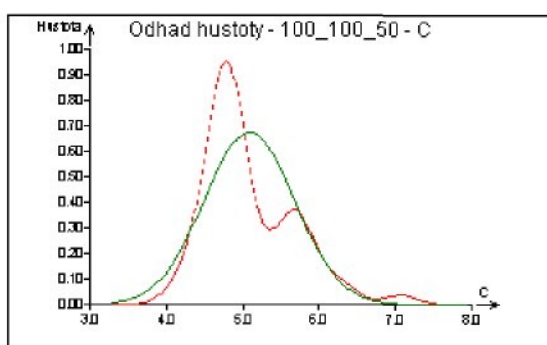
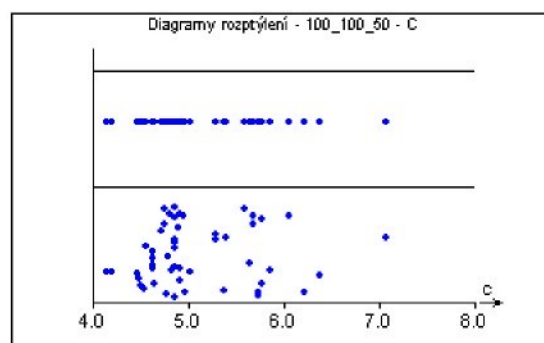
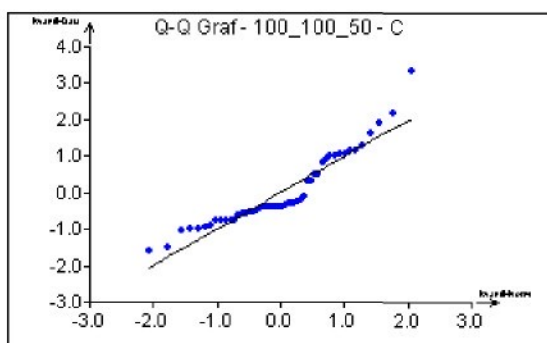
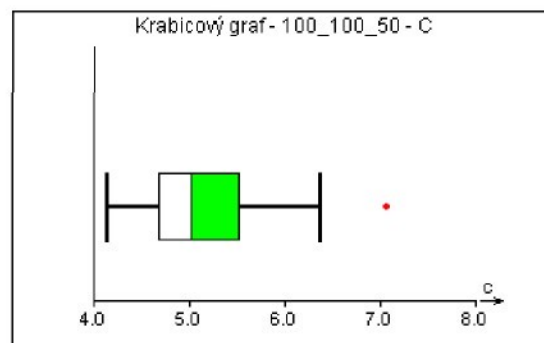
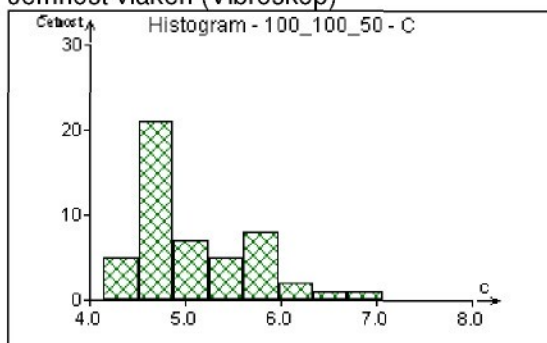


Jemnost vláken (Lucia)





Jemnost vláken (Vibroskop)



jemnost (lucia) = 100
jemnost (vibroskop) = 49

Porovnání dvou výběrů

Název úlohy : 100_49

Hladina významnosti : 0,05

Porovnávané sloupce :

A – jemnost (Lucia)

B – jemnost (Vibroskop)

Počet dat :

100

49

Průměr :

4,1614

5,049591837

Směr. odchylka :

0,6658298081

0,5241141701

Rozptyl :

0,4433293333

0,2746956633

Test shody rozptylů

Poměr rozptylů :

1,613892728

Počet stupňů volnosti :

99

48

Kritická hodnota :

1,520480783

Závěr :

Rozptyly jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

0,03101510419

Test shody průměrů

pro ROZDÍLNÉ rozptyly

t-statistika :

8,86450463

Redukované stupně volnosti :

118

Kritická hodnota :

1,980272249

Závěr :

Průměry jsou ROZDÍLNÉ

Pravděpodobnost :

9,576503021E-015

Test dobré shody rozdělení

dvouvýběrový K-S test

Diference DF :

0,6291836735

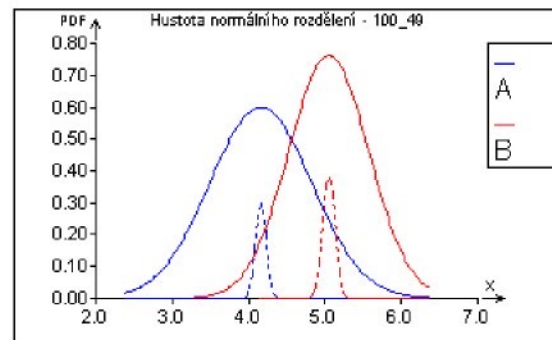
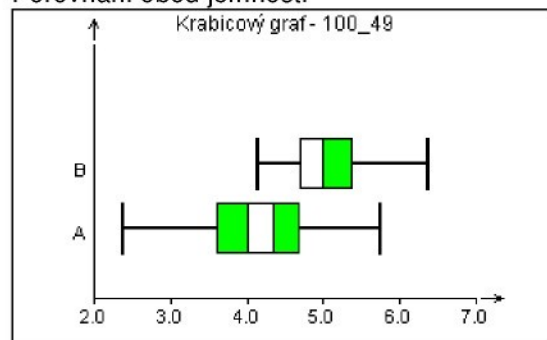
Kritická hodnota :

0,2368248812

Závěr :

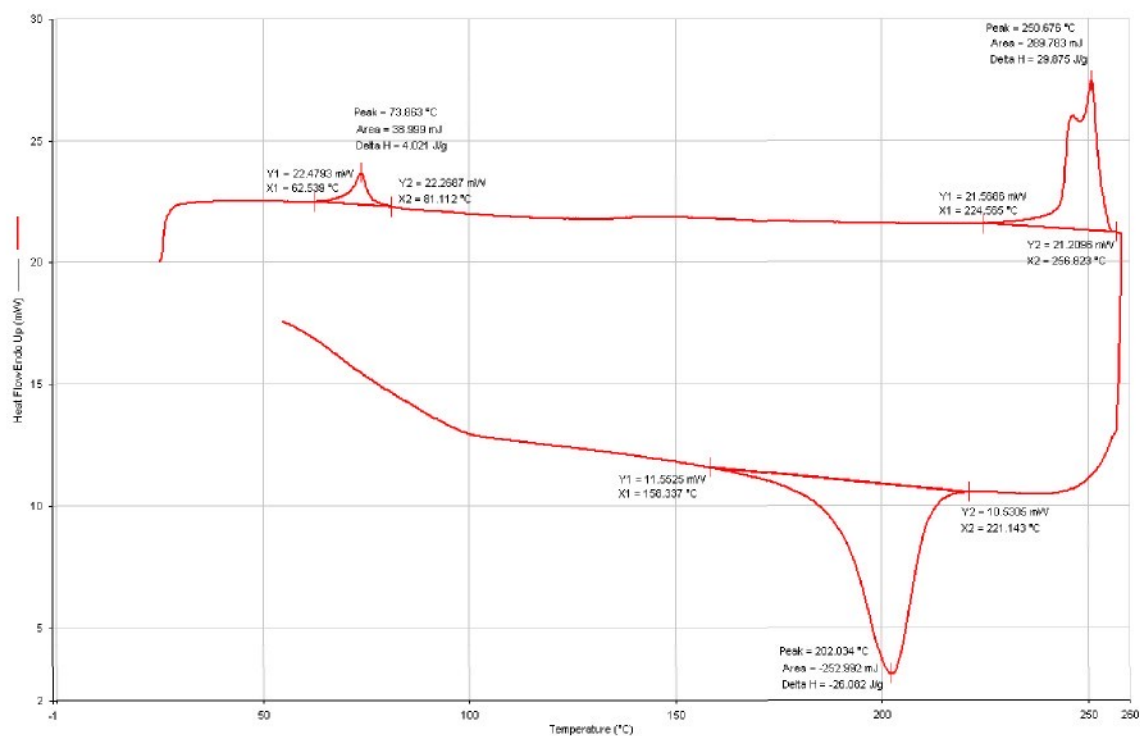
Rozdělení jsou ROZDÍLNÁ

Porovnání obou jemností

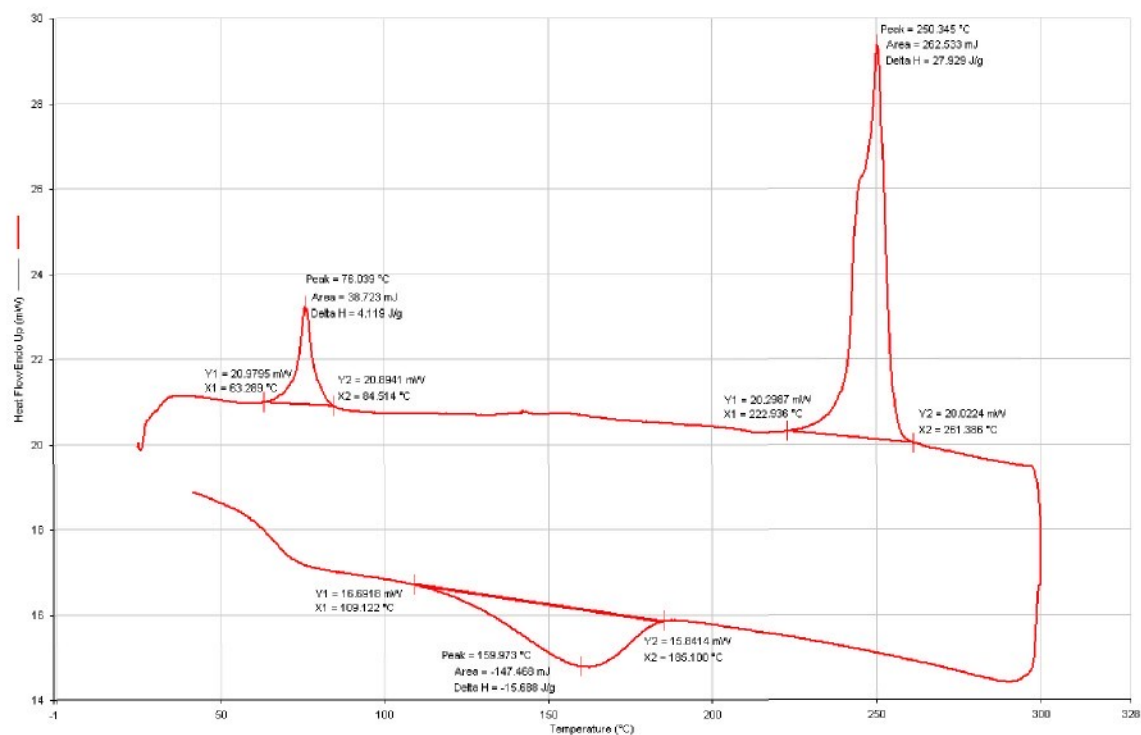


PŘÍLOHA 4

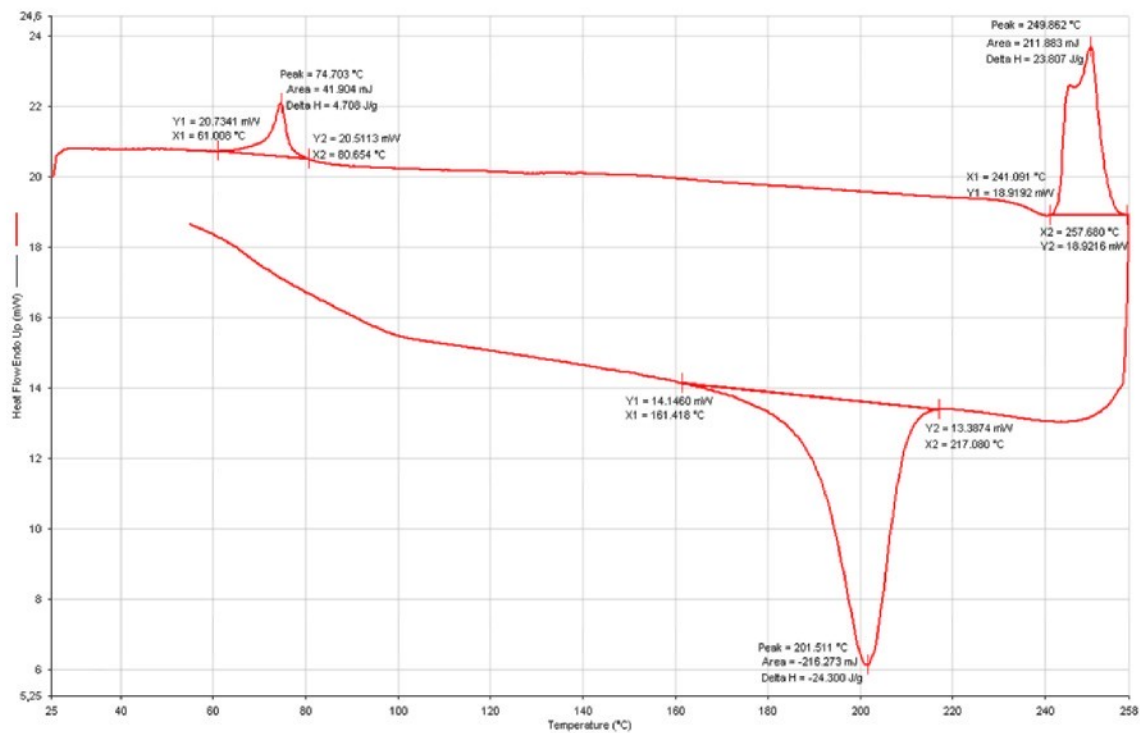
Vzorek 1 – rychlost ohřevu: 30 °C/min



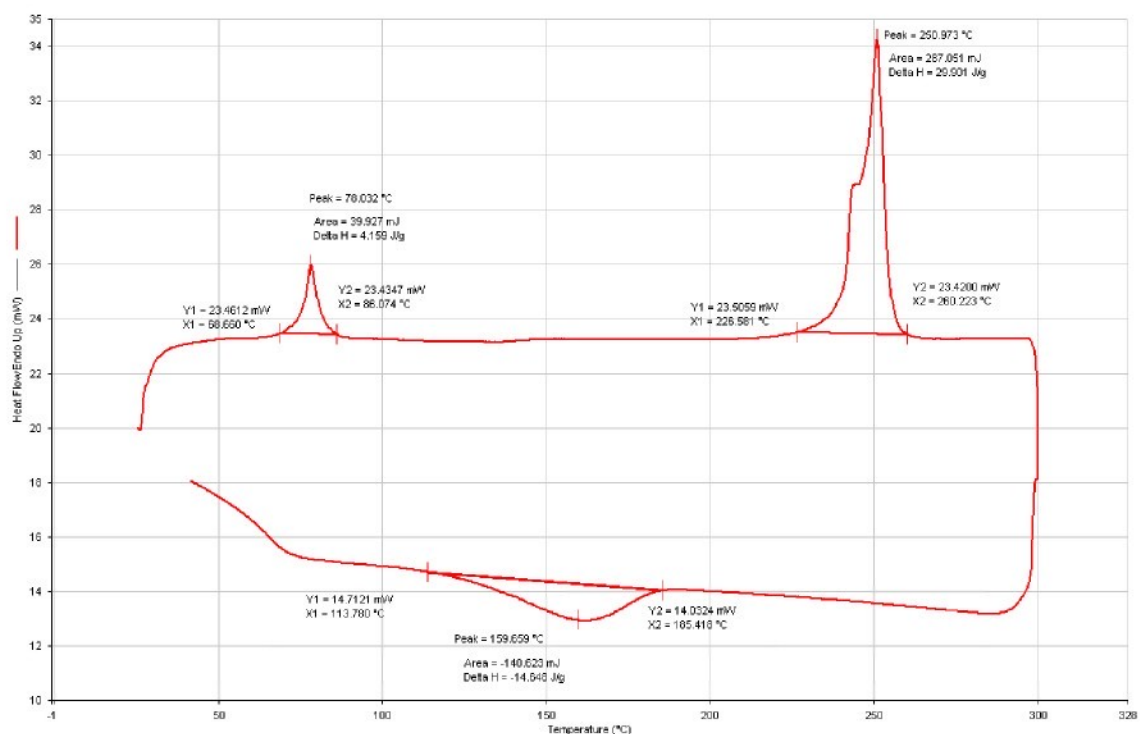
Vzorek 1 – rychlost ohřevu: 20 °C/min



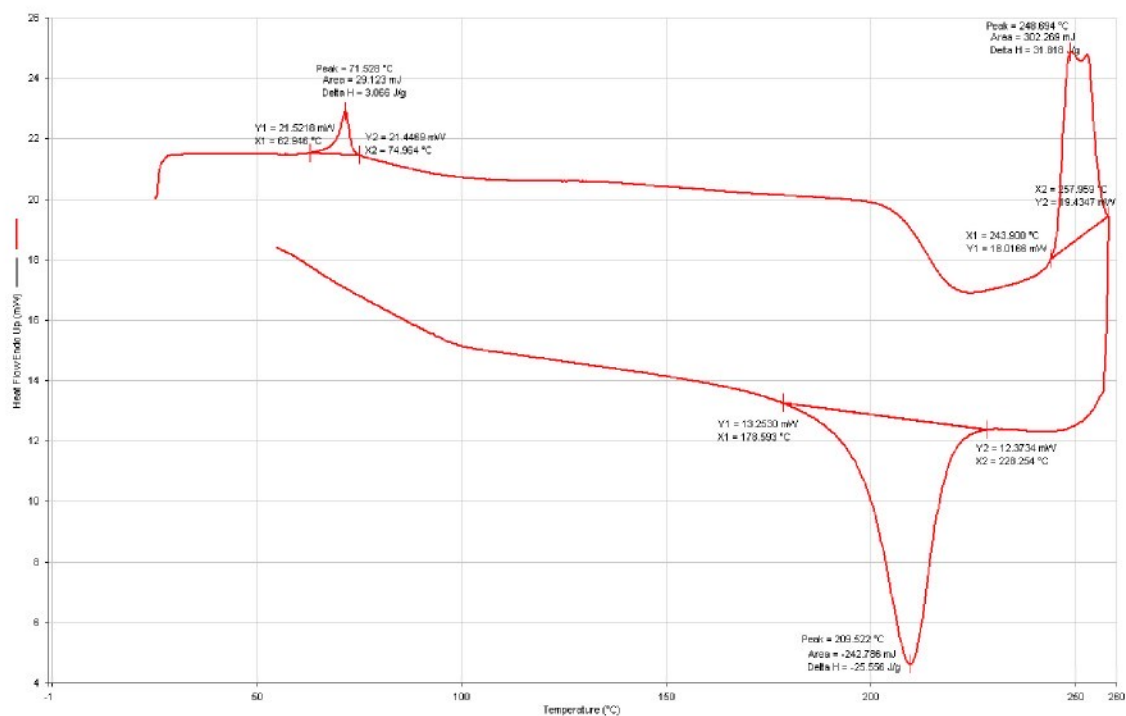
Vzorek 2 – rychlost ohřevu: 30°C/min



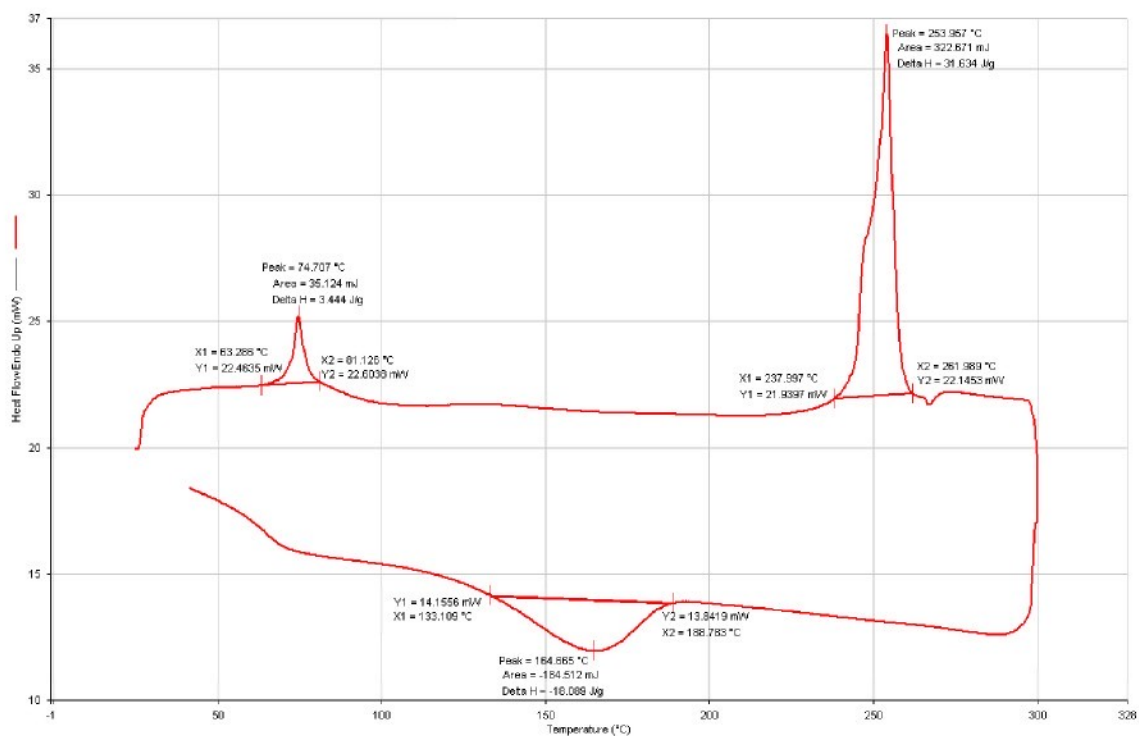
Vzorek 2 – rychlost ohřevu: 20°C/min



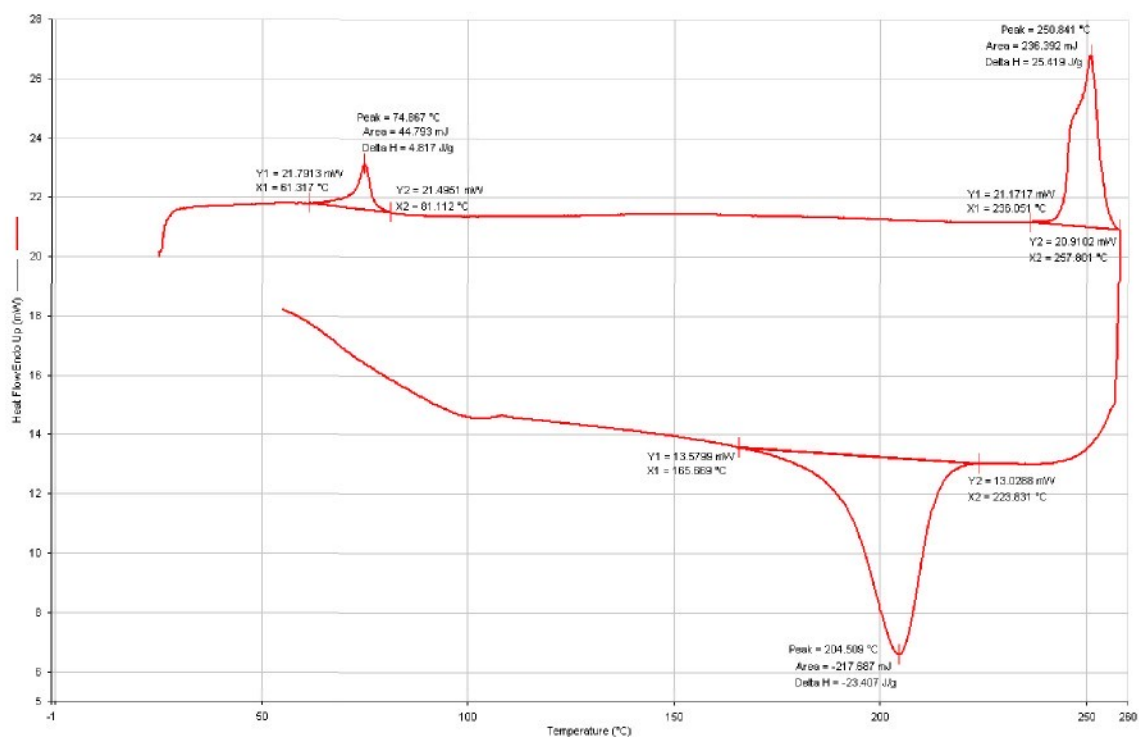
Vzorek 3 – rychlost ohřevu: 30 °C/min



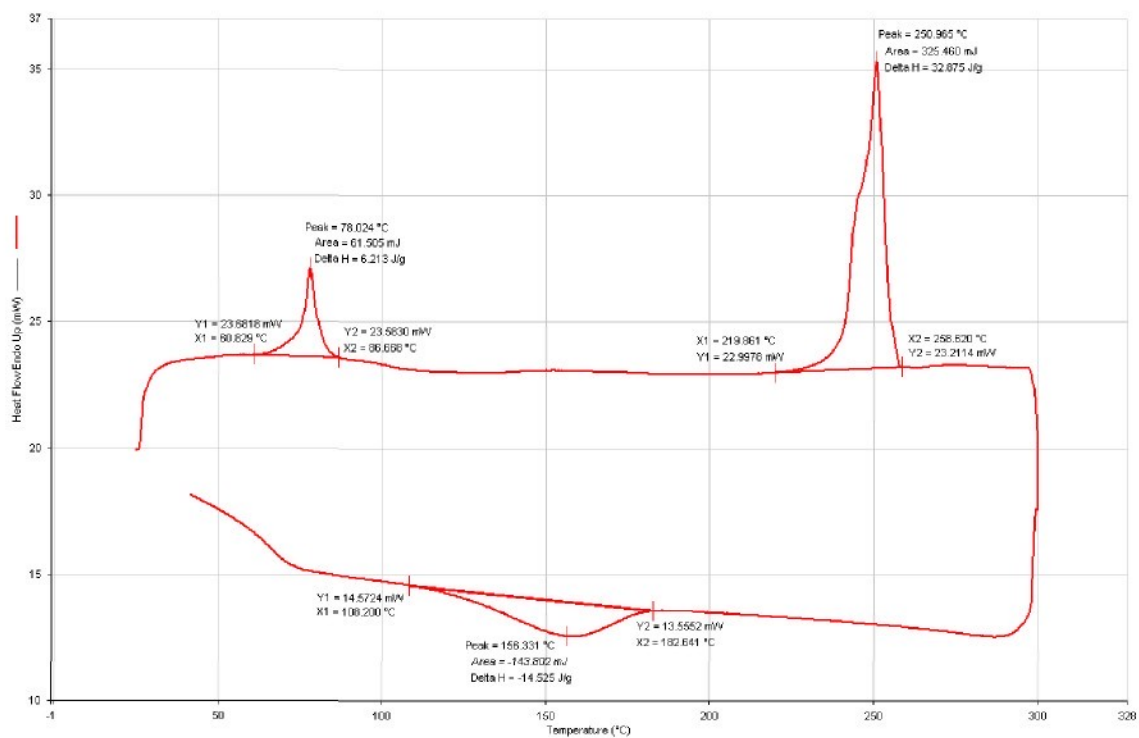
Vzorek 3 – rychlost ohřevu: 20 °C/min



Vzorek 4 – rychlost ohřevu: 30 °C/min

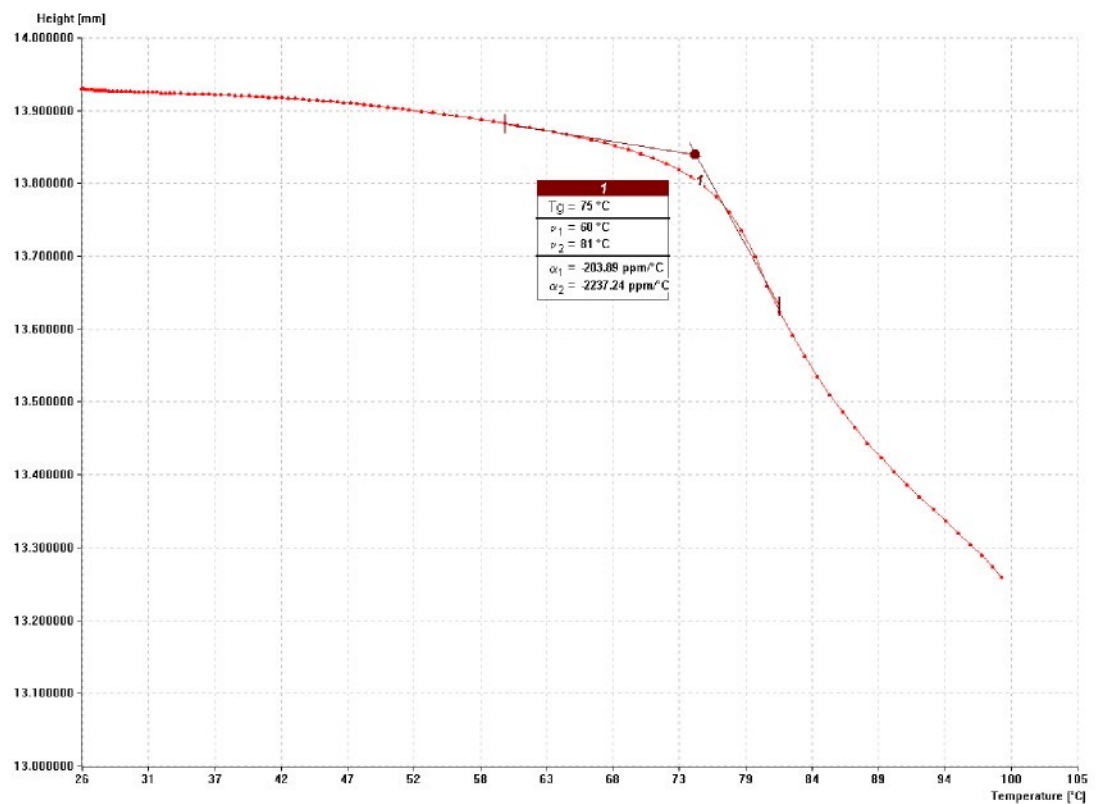


Vzorek 4 – rychlost ohřevu: 20 °C/min

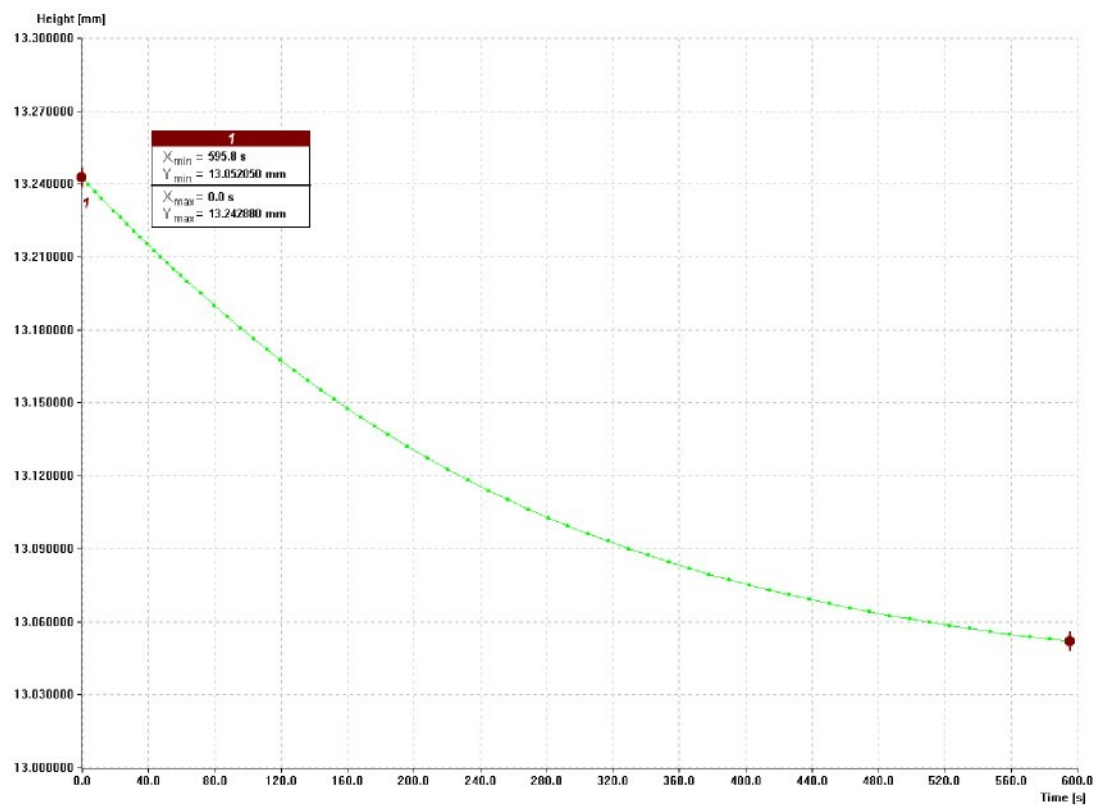


PŘÍLOHA 5

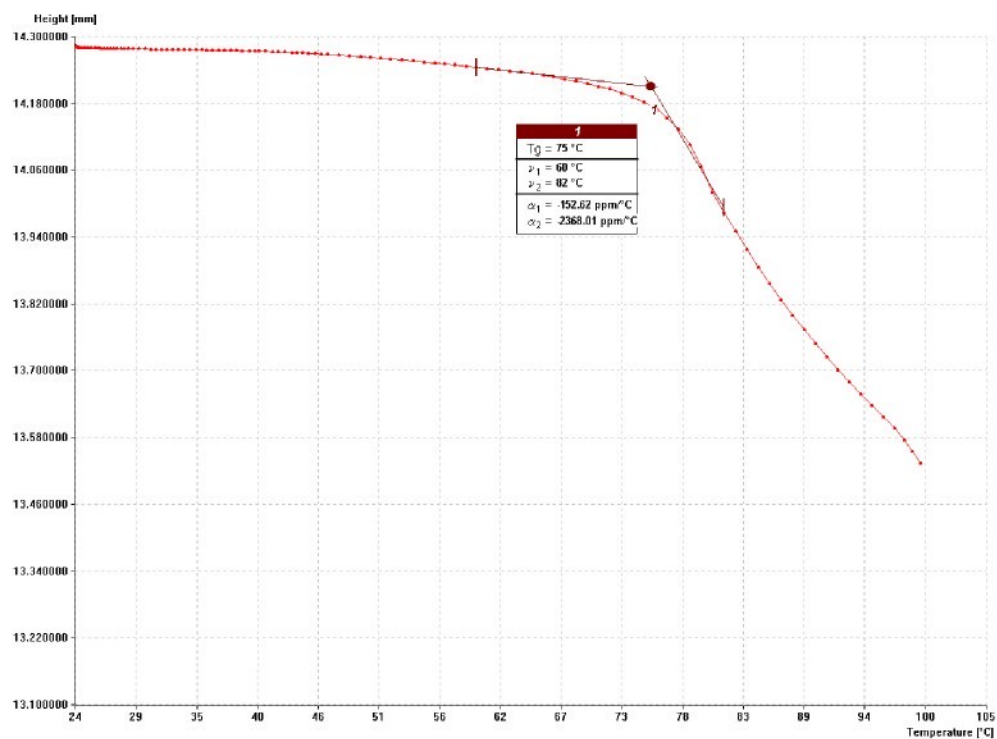
Vzorek 1 – ohřev vzorku na 100 °C



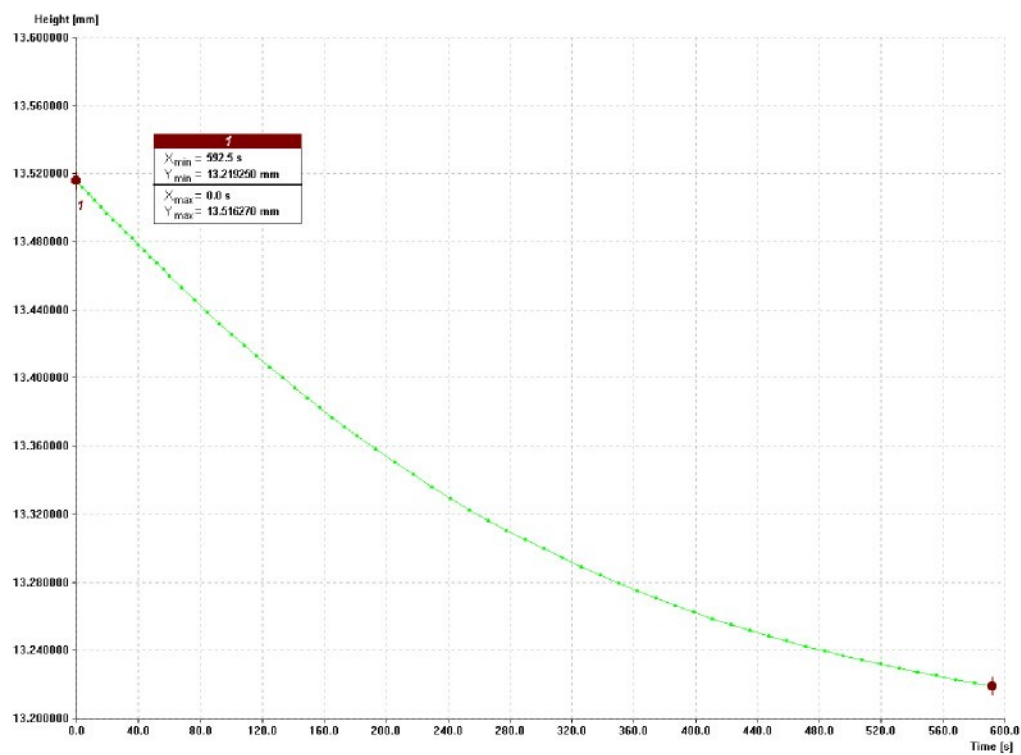
Vzorek 1 - izoterma



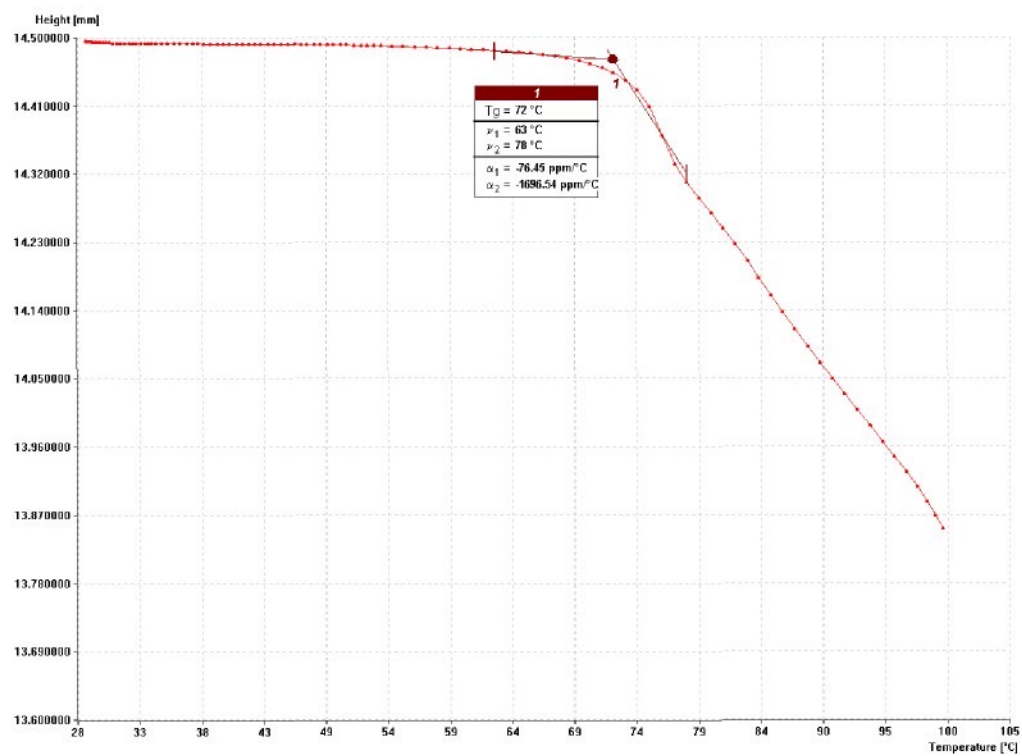
Vzorek 2 – ohřev vzorku na 100 °C



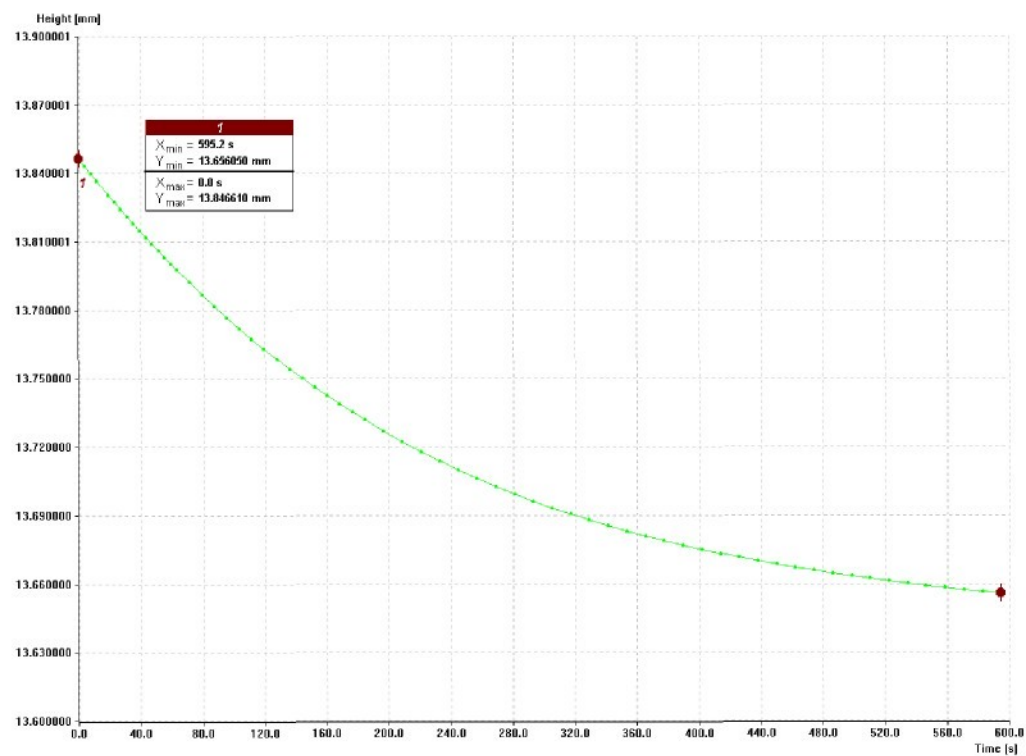
Vzorek 2 - izoterma



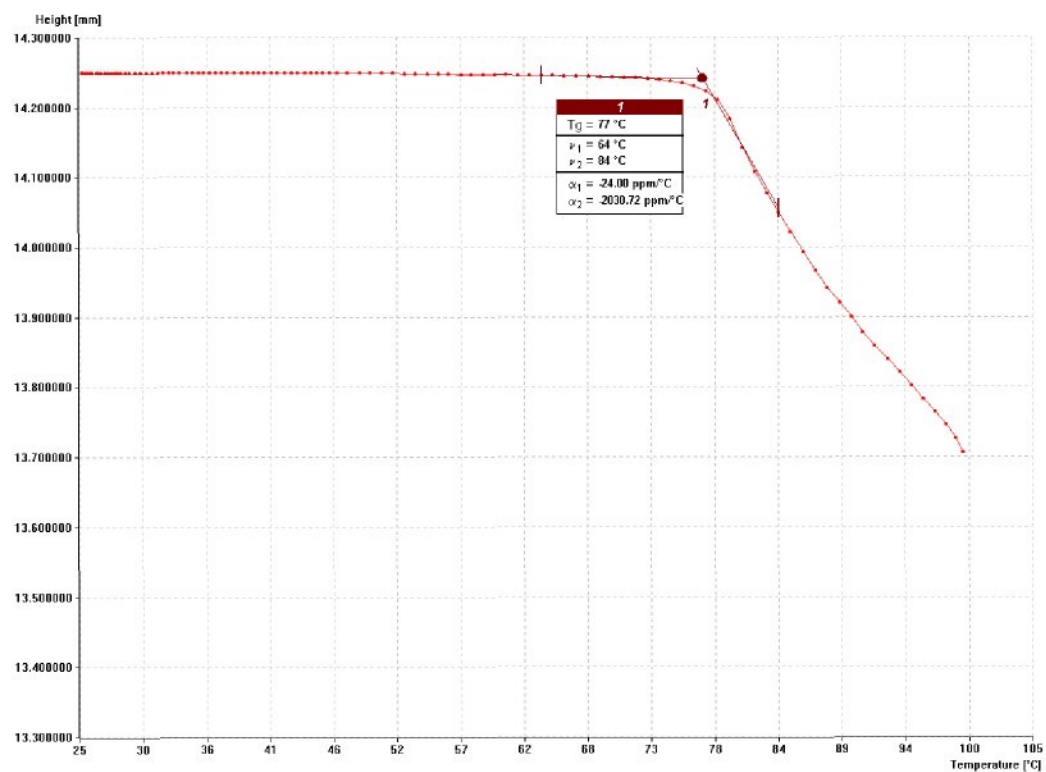
Vzorek 3 – ohřev vzorku na 100 °C



Vzorek 3 - izoterma



Vzorek 4 – ohřev vzorku na 100 °C



Vzorek 4 - izoterma

