

Vliv vibrací na strukturu povrchů vznikajících při fázové separaci na rozhraní pevná látka / rozpouštědlo

Tomáš Gajdošík

Bakalářská práce
2020

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav fyziky a mater. inženýrství

Akademický rok: 2019/2020

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení:	Tomáš Gajdošík
Osobní číslo:	T17041
Studijní program:	B2808 Chemie a technologie materiálů
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Forma studia:	Prezenční
Téma práce:	Vliv vibrací na strukturu povrchů vznikajících při fázové separaci na rozhraní pevná látka/rozpouštědlo

Zásady pro vypracování

1. Vypracujte literární rešerši na dané téma.
2. Popište modely kmitání lineárních soustav s jedním stupněm volnosti, a konstrukci kmitající soustavy využívané pro přípravu texturovaných polymerních povrchů.
3. Prostudujte vliv kmitání na formování texturovaných povrchů v průběhu odpařování směsných rozpouštědel.
4. Výsledky práce přehledně diskutujte a uveďte hlavní závěry.

Forma zpracování bakalářské práce: Tiská/ná/elektronická

Seznam doporučené literatury:

1. MIŠUN, V. *Vibrace a hluk*. Brno: PC-DIR spol. s r.o., 1998. ISBN 80-214-1262-3.
2. CROCKER, M. J., *Handbook of noise and vibration control*, John Wiley and Sons, 2007, ISBN 978-0-471-39599-7.
3. SMETANA, C. *Měření a hodnocení*. Praha: Sděl technika 1998, ISBN 80-901936-2-5.
4. E. Wrzecionko, A. Minařík, et al., Variations of Polymer Porous Surface Structures via the Time-Sequenced Dosing of Mixed Solvents, *ACS Applied Materials & Interfaces* 9(7)2017) 6472-6481.
5. OSTUNI, E., et al. Selective deposition of proteins and cells in arrays of microwells. *Langmuir*. 2001 [cit. 2017-03-29], 17 (9), s. 2828-2834.

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Mgr. Aleš Mráček, Ph.D.**
Ústav fyziky a mater. inženýrství

Datum zadání bakalářské práce: **2. ledna 2020**
Termín odevzdání bakalářské práce: **22. května 2020**

L.S.

prof. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan

doc. Mgr. Aleš Mráček, Ph.D.
ředitel ústavu

Ve Zlíně dne 17. února 2020

PROHLÁŠENÍ AUTORA BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Beru na vědomí, že:

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

Prohlašuji,

- že jsem na bakalářské práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.

Že odevzdání této bakalářské práce a její elektronický záznam do IS SVOU jsou obsahově totožné.

Ve Zlíně, dne:

Jméno a příjmení studenta:

.....
podpis studenta

ABSTRAKT

Text abstraktu v jazyce práce

V práci byl studován vliv simulovaných vibrací na strukturu povrchu, který vzniká procesem fázové separace pomocí leptání směsí rozpouštědel na rotujícím substrátu. Jako modelový materiál byl použit polystyren. Morfologii povrchu, která vzniká při leptání, lze ovlivnit pomocí nastavení nastavení procesních parametrů (rychlost rotace substrátu, koncentrace a poměr dobrého a špatného rozpouštědla, časové intervaly dávkování rozpouštědel během rotace, objem jedné dávky rozpouštědel atd.) Zajímavou roli při přípravě strukturovaných povrchů pomocí této metody také mohou hrát samotné vibrace substrátu během rotace. Tento procesní parametr však nebyl zatím příliš studován, a proto se tato práce soustřeďuje právě na tuto problematiku. Aplikací roztoků na rotující misku lze v kombinaci s vloženými vibracemi získat povrchové reliéfy, které se v některých případech výrazně liší od morfologie povrchů získaných za běžných podmínek. Získané povrchy byly charakterizovány pomocí skenovací elektronové mikroskopie a optické profilometrie, přičemž získané snímky byly dále zpracovávány pomocí metod obrazové analýzy.

Klíčová slova: vibrace, struktura povrchu, fázová separace, polystyren, elektronová mikroskopie, profilometrie

ABSTRACT

Text abstraktu ve světovém jazyce (angličtině)

In my work was studied the influence of simulated vibrations on the surface structure, which arises from the process of the phase separation by etching solvent mixtures on a rotating substrate. Polystyrene was used as a model material. The surface morphology, that arises during etching, can be influenced by setting the process parameters like substrate rotation speed, concentration and ratio of good and bad solvent, time intervals of dosing solvent during rotation, volume of one dose of solvents etc. The vibrations of the substrate itself during rotation can also play an interesting role in the preparation of structure surfaces with using this method. However, this process parameter has not been studied much so far, and therefore this work focuses on this issue. By applying the solutions to a rotating dish, surface reliefs can be obtained in combination with the inserted vibrations, which in some cases differ significantly from the morphology of the surfaces obtained under normal conditions.

The obtained surfaces were characterized by scanning electron microscopy and optical profilometry, while the obtained images were further processed by image analysis methods.

Keywords: vibration, surface structure, phase separation, polystyren, scanning electron microscopy, profilometry

Poděkování

Velmi rád bych zde poděkoval vedoucímu své bakalářské práce, doc. Mgr. Alešovi Mráčkovi, PhD. za cenné rady a připomínky a odborné vedení. Stejně tak patří můj dík Ing. Martinu Juříčkovi, PhD. za pomoc při počátku práce a Ing. Antonínovi Minaříkovi, PhD. A Ing. Markétě Kadlečkové za pomoc při měření a diskuzi výsledků.

OBSAH

ÚVOD.....	10
I TEORETICKÁ ČÁST.....	11
1 FÁZOVÁ SEPARACE.....	12
1.1 METODIKA	12
1.2 FYZIKÁLNÍ MECHANISMUS VPS	13
1.3 METODA BREATH FIGURES	14
1.4 FÁZOVÁ SEPARACE VYTVOŘENÁ PŮSOBENÍM SMĚSNÝCH ROZTOKŮ	16
1.5 TECHNOLOGIE SPIN-COATING.....	19
2 VIBRACE A ROTACE.....	20
2.1 HARMONICKÝ OSCILÁTOR.....	20
2.2 KOMPLEXNÍ MODUL PRUŽNOSTI	21
2.3 EFEKT TLUMENÍ	24
2.4 PŘENOSOVÝ ÚTLUM VRSTEVNATÉ SOUSTAVY	26
2.5 VIBRAČNÍ MÓDY SOUSTAVY	27
2.5.1 Odezva lineárních mechanických systémů na vibrace	27
3 POPIS THF A PS	35
3.1 TETRAHYDROFURAN	35
3.1.1 Struktura.....	35
3.1.2 Vlastnosti.....	35
3.1.3 Využití.....	35
3.2 POLYSTYREN.....	36
3.2.1 STRUKTURA	36
3.2.2 Vlastnosti.....	36
3.2.3 Využití.....	36
4 METODY CHARAKTERIZACE POVRCHU	37
4.1 SKENOVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE (SEM).....	37
4.1.1 Princip:	37
4.1.2 Detekce SE a BSE:.....	37
4.1.3 Příprava vzorku:	37
4.2 OPTICKÁ PROFILOMETRIE.....	38
4.2.1 Princip	38
4.2.2 Příprava vzorku	39
II PRAKTICKÁ ČÁST.....	40
5 POPIS PŘÍPRAVY VZORKŮ.....	41
6 ZPRACOVÁNÍ A VYHODNOCENÍ MĚŘENÍ.....	43

6.1	ROZDĚLENÍ VZORKŮ.....	43
6.1.1	Vliv podmínek na výslednou strukturu	43
6.2	SELEKCE VZORKŮ.....	43
7	NASTAVENÍ VIBRAČNÍCH MÓDŮ.....	49
7.1	MĚŘICÍ ZAŘÍZENÍ.....	49
8	STATISTICKÉ ZPRACOVÁNÍ.....	50
8.1	PROGRAM IMAGEJ.....	50
8.2	PROGRAM GWYDDION.....	51
	DISKUZE A ZÁVĚR.....	52
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	53
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	56
	SEZNAM OBRÁZKŮ.....	57
	SEZNAM TABULEK.....	58
	SEZNAM PŘÍLOH.....	59

ÚVOD

Jednou z významných možností přípravy povrchových porézních reliéfů je technika založená na procesu fázové separace. V dnešní době je této problematice věnována značná pozornost s ohledem na skutečnost, že pomocí fázové separace se dá rychle a jednoduše generovat mikro i nanostruktura na povrchu upravovaného polymerního materiálu. Tato bakalářská práce pojednává o fázové separaci (směs dobrého a špatného rozpouštědla, kombinace různých poměrů tetrahydrofuran/voda) na rotujícím povrchu, který je současně podroben vibracím o různých frekvencích. Vibrace se pohybovaly v rozmezí frekvencí 10 až 3000 Hz. Vzhledem k tomu, že tato metoda nebyla ještě literatuře popsána, jedná se o nové rozšíření aplikací metody fázové separace. Byly pozorovány unikátní povrchové struktury, které se vyznačují značnou homogenitou z pohledu orientace elipsoidních povrchových útvarů, což ve srovnání s původním postupem přináší nové možnosti v dalších aplikacích takto připravených povrchů.

Fázovou separaci lze realizovat za pomoci směsi dobrého a špatného rozpouštědla, kterou aplikujeme na polymerní materiál nebo metodou Breath Figure, které jsou detailněji popsány v teoretické části práce, kde je věnována také pozornost popisu rotačního pohybu a vibrací. Dále je zde popsána fázová separace, jenž je nástrojem pro změnu povrchového reliéfu modifikovaného materiálu.

Praktická část práce se zabývá popisem přípravy vzorků, to znamená, za jakých rotačních a vibračních podmínek byly připraveny a jaké vzorky byly vybrány pro detailní analýzu, která zahrnovala nejen SEM analýzu, ale taktéž analýzu optickou profilometrií. Diskutovanými proměnnými parametry jsou: rychlost rotace PS misky, vibrace, množství aplikované směsi rozpouštědel, doby aplikace směsi a doba jejího odpařování. Nakonec byly popsány programy ImageJ a Gwyddion, v nichž byly vzorky analyzovány.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 FÁZOVÁ SEPARACE

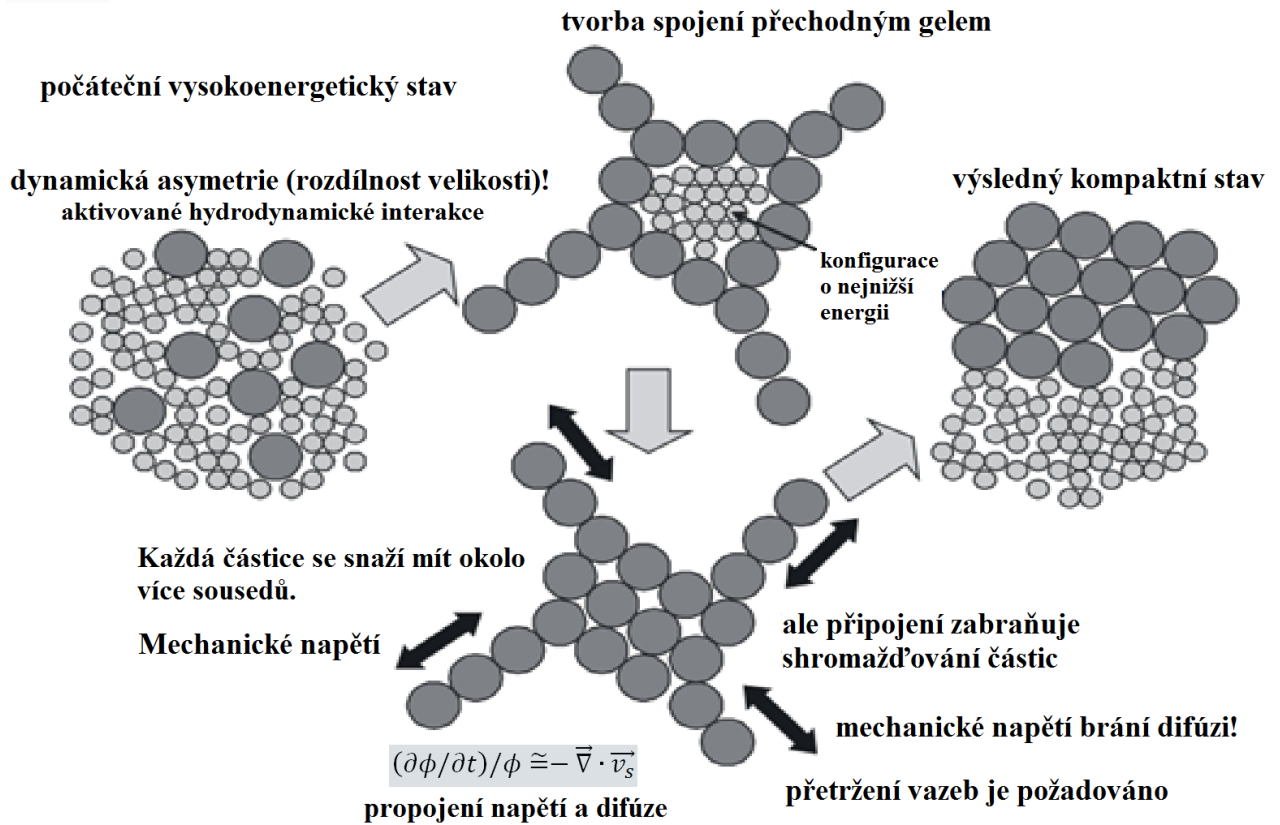
1.1 Metodika

Fázovou separací (FS) je možno připravit heterogenní struktury materiálů. Její využití lze uplatnit například u kovů, polovodičů, kapalných látek, polymerů, surfaktantů nebo emulzí. V případě vícesložkových směsí materiálů lze díky fázové separaci vytvářet specifické morfologie povrchů, které lze řídit a kontrolovat pomocí různých fyzikálně-chemických podmínek. Můžeme pomocí tohoto jevu upravovat povrchové vlastnosti materiálů, které jsou se strukturou povrchu spojené, jako například elektrické, transportní či mechanické. [1]

U tekutých materiálů lze pozorovat vytváření dvou rozdílných struktur. Tzv. bikontinuální morfologie má symetrické uspořádání. To znamená, že obě dvě fáze mají více méně stejný objem. Druhým typem struktury je tzv. kapičkovitá morfologie, která má asymetrické uspořádání separovaných fází, což znamená, že jedna fáze je objemově mnohem větší než fáze druhá. Složité roztoky nebo tekutiny mohou vytvářet mnoho různých typů struktur. [1]

U fázové separace pevných látek je transportním mechanismem difúze. U FS tekutých látek je to kombinace toku a difúze a při viskoelastické fázové separaci (VPS) je to difúze, tok a mechanické síly (tah, tlak ohyb atd.). Průběh difúze a toku je u fázové separace tekutin řízen gradientem osmotického tlaku a u VPS je hnací silou k tomu navíc gradient mechanického napětí. Rozdílnost těchto dvou mechanismů určuje průběh vývoje vzoru. [1]

Dynamická asymetrie mezi dvěma složkami směsi je nutná, aby došlo k VPS. To znamená, že relaxace malých a tedy rychleji se pohybujících molekul probíhá v řádově kratším časovém úseku než u velkých molekul. Tento jev je vyvolán také rozdílnými teplotami skelného přechodu mezi jednotlivými složkami dané směsi. Příkladem jsou řetězce polymeru v roztoku, které se kvůli své velikosti pohybují mnohem pomaleji než molekuly rozpouštědla. Pomocí VPS lze vysvětlit členění jádra pórů, kde jsou složky jader dynamicky odlišné, tím pádem stericke uspořádání makromolekul má zanedbatelnou úlohu. [2]



Obr. č. 1: Viskoelastická fázová separace (VPS) s vyznačením hnacích mechanismů a její princip [1]

Díky VPS můžou být připraveny pórovité a síťové struktury, které nelze vytvořit klasickou fázovou separací. Hlavním faktorem je propojení fází, které určují transportní procesy a následné mechanické chování vznikajících struktur. [1]

1.2 Fyzikální mechanismus VPS

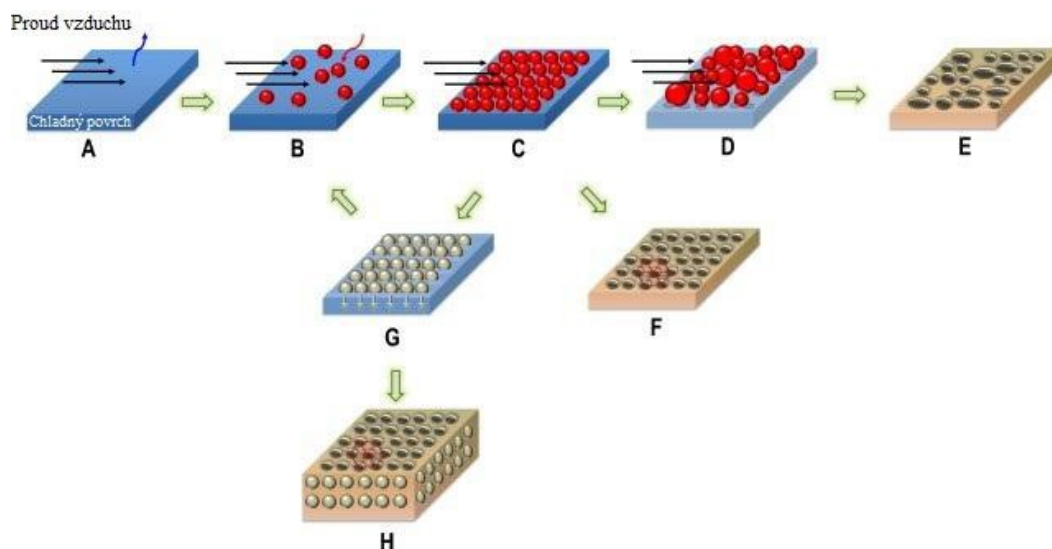
Aby došlo k VPS, je nutné, aby fáze bohatá na pomalou složku měla nižší rychlost relaxace než charakteristickou rychlost deformace vyvolanou fázovou separací a tudíž se může po určitou časovou periodu chovat jako elastická opora. Morfologie síťových struktur je řízena podmínkou rovnováhy elastických sil související se zákonem zachování hybnosti a s přítomností kapalné složky v průběhu procesu (VPS). [3]

Pro tvorbu vzoru je kritickým okamžikem vytvoření přechodného gelu, který se vytváří v důsledku různé velikosti částic. Následuje fázová separace řízená jednoduchou difuzí. Tento proces působí na následné viskoelastické vlastnosti a rychlost a rychlost relaxace. Pokud tvoří polymer v roztoku zapleteniny, dojde ke snižování dynamiky fáze bohaté na polymer. [4] Bylo zjištěno, že u vzorků z roztoku proteinu, zředěného polymeru a koloidní suspenze byly vytvořeny síťové struktury bez ohledu na původ dynamické asymetrie. Pro formování různých směsí materiálů lze využít procesu VPS. [1]

Na konci tohoto procesu systém dosahuje finálního rovnovážného stavu, tudíž ke změnám povrchu nedochází. Rychlost deformace je nižší než charakteristický deformační čas fáze bohaté na pomalou složku. Pro morfologii povrchu namísto mezifázového napětí se stává dominantní mechanické napětí, což způsobuje následnou relaxaci struktur do podoby kapek nebo bikontinuální struktury. Síťové a porézní struktury začínají být nestabilní a ve snaze dosáhnout co nejnižší energie se struktury mění. Nakonec se musí stabilizovat přechodné morfologie fázové separace, jako jsou struktury pórů nebo sítě.[1] [3]

1.3 Metoda Breath Figures

Princip BF je tvoření pórů na povrchu za pomoci kapek zkondenzované kapaliny, kdy se studený povrch dostane do kontaktu se vzdušnou vlhkostí, tak na něm začnou kondenzovat a uspořádávat se kapičky vody. Pro přípravu vysoce organizovaných porézních povrchů z polymerních roztoků je právě BF výhodná. Pokud se správně nastaví procesní parametry, tak můžou na povrchu polymerního roztoku či nabobtnalé polymerní vrstvy vznikat velmi pravidelné porézní struktury. [5]



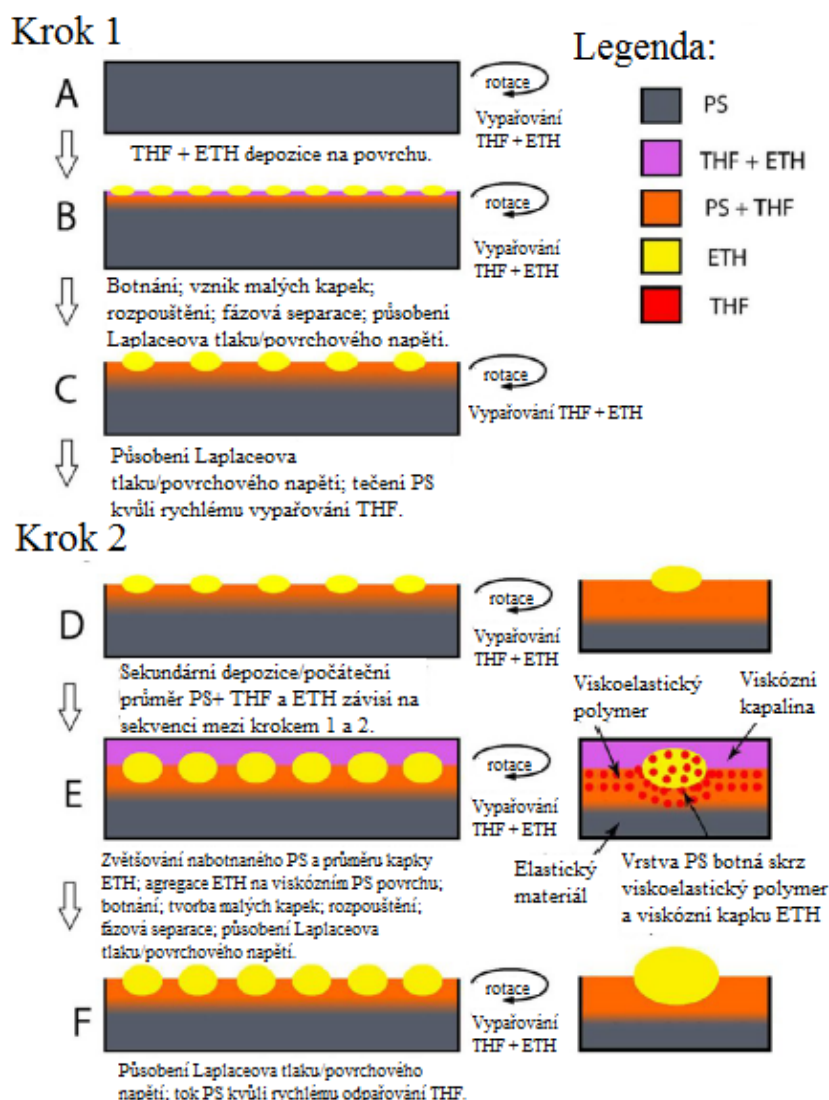
Obr. č. 2: Vznik organizovaných porézních povrchů metodou „Breath Figures“ [5]

Na Obr. č. 2 lze vidět detailní princip tvorby pórů. Na začátku procesu (A) dochází k endotermnímu vypařování rozpouštědla a tím i ke snížení teploty povrchu a to umožňuje kondenzaci vodní páry. Dále (krok B) rostou jednotlivé izolované kapičky vody na studeném povrchu. V kroku C lze vidět pravidelnou hexagonální strukturu, která vzniká tehdy, když je čas vypařování rozpouštědla dostatečně dlouhý k tomu, aby celý povrch pokryly kapičky vody. V případě, že se vypařování rozpouštědla zastaví, ještě než dojde ke slučování kapiček, je povrch tvořen jednou vrstvou pórů s podobnými velikostmi (F). Do roztoku nebo nabobtnalé vrstvy může být ponořena první vrstva z kondenzovaných kapek. Jestliže dokáže polymer kapky stabilizovat nebo zabránit koagulaci, ještě zbývá rozpouštědlo, které se může dále vypařovat (G). Na povrchu, který je pokryt rozpouštědlem může kondenzovat nová vrstva kapek vody a pokud se tento proces opakuje, tak se vytvářejí vícevrstvé póry (H). V případě, že polymer nestabilizuje kapičky vody, tak se dvě kapičky mohou kontaktem spojit a vytvořit tak jednu větší kapku, jejíž objem se rovná součtu objemů dvou spojených malých kapiček (D). V kroku E lze vidět povrch, který je výsledkem vypaření rozpouštědla a kapek vody. Tento povrch má póry o různých velikostech. [5]

Když se připravují porézní povrchy, tak důležitou roli hrají vnější podmínky. Velikost vytvořených pórů a jejich výsledný počet ovlivňuje teplota, vlhkost vzduchu a chemické vlastnosti použitého rozpouštědla a polymeru. Pokud by byly tyto podmínky změněny, může být připraveno mnoho druhů porézních povrchů. [5]

1.4 Fázová separace vytvořená působením směsných roztoků

Časově sekventované dávkování směsi dobrého a špatného rozpouštědla na rotující povrch polymeru je jednoduchý a rychlý způsob, jak lze připravit porézní polystyren (PS). V tomto případě je FS vyvolána špatným rozpouštědlem ve směsi. V článku Erika Wrzecionka, et al. je popsáno dávkování směsi dobrého rozpouštědla, což je tetrahydrofuran (THF) a špatného rozpouštědla – 2-ethoxyethanol (ETOH) na rotující PS Petriho misku. Změnou celkového objemu dávkované směsi rozpouštědel, poměrem dobrého a špatného rozpouštědla, teplotou směsi a různými změnami procesních parametrů lze připravit mnoho druhů povrchů, které mají póry o různých velikostech a tvarech. [6] [7] [8]

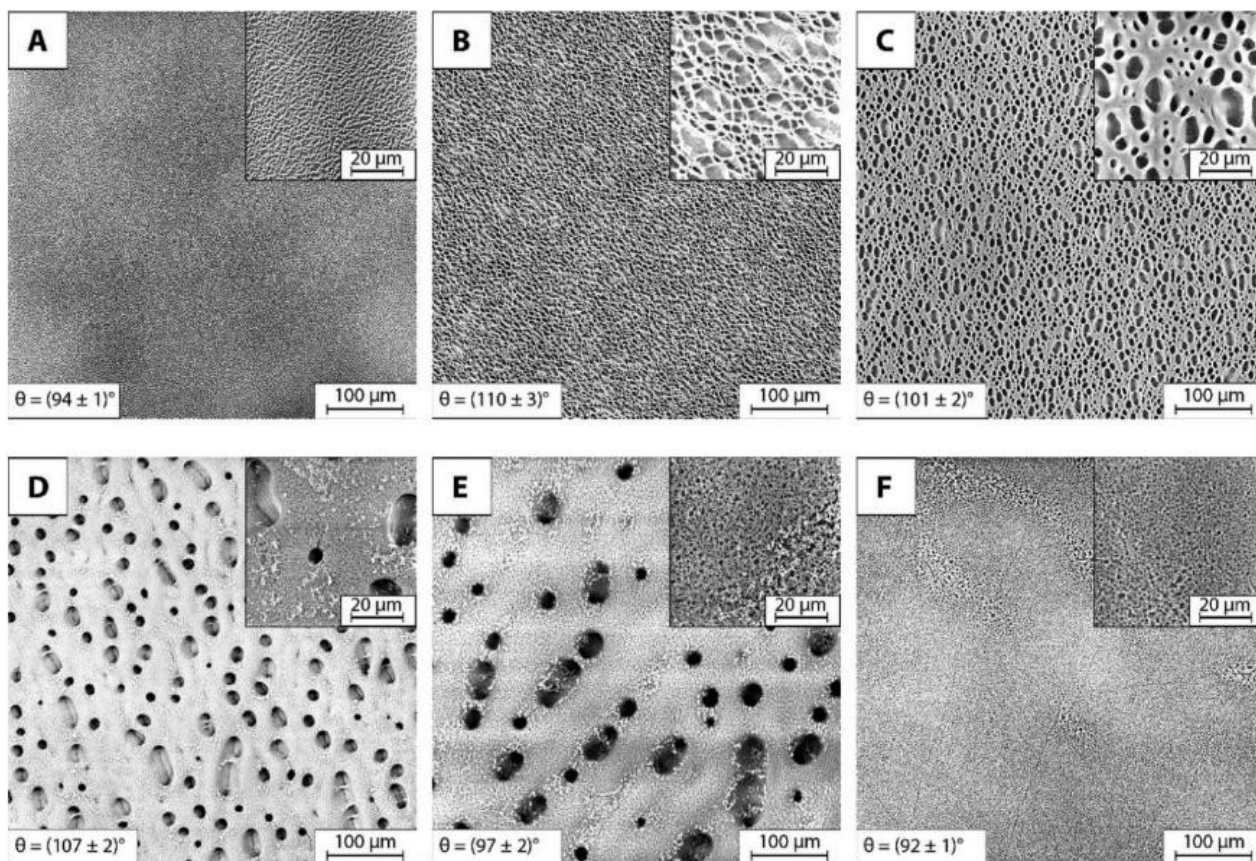


Obr. č. 3: Fázová separace vyvolaná působením směsi rozpouštědel

[6]

Na *Obr. č. 3* lze vidět schématické znázornění procesu dávkování směsi THF s ETOH na rotující polystyrenovou miskou. V kroku 1 (A) je aplikováno 200 μl modifikující směsi. Tetrahydrofuran začne okamžitě penetrovat do povrchu polystyrenu, který bobtná a dále se rozpouští při další aplikaci THF. Při vypařování THF se zároveň začíná objevovat fázová separace (mikrokapky ETOH) (B). Tyto mikrokapky se snaží minimalizovat vlastní povrchovou energii a zaujímají kulovitý tvar, díky kterému vnikají do nabotnalé vrstvy polystyrenu. V této fázi je na povrchu jen ETOH a THF je přítomen v nabotnalé vrstvě polystyrenu. Díky Laplaceovu napětí kapky ETOH dále klesají do povrchové vrstvy (C). Když opakovaně dávkujeme směsi rozpouštědel na povrch, který se skládá z nabotnalé polymerní vrstvy a mikrokapek špatného rozpouštědla (D), tak se zvětšují šířky nabotnalé vrstvy, narůstá migrace, agregace a začínají růst jednotlivé kapky ETOH (E). Agregace kapek ETOH je možná pouze s rostoucí tloušťkou nabotnalé vrstvy, která vykazuje viskózní chování na horní části a plynule přechází do viskoelastického stavu. Náznak mechanismu difúze dobrého rozpouštědla pod kapky ETOH naznačuje (D a F). [6]

Model (E) říká, že přesunem THF, jenž je způsobený difuzními procesy, se děje nejen skrz nabotnalou vrstvu, ale taktéž přes objem ETOH. Na konci procesu (krok 2) je povrch složen z nabotnalé polystyrenové vrstvy a velkých kapek ETOH, které již neobsahují THF. Když vhodně zvolíme směsi rozpouštědel, tak nám časově sekvenovaná fázová separace vyvolaná působením směsí rozpouštědel bude fungovat. Podmínkou je, že rozpouštědla musí být vzájemně mísitelná a taktéž se musí dobré rozpouštědlo odpařovat daleko rychleji, špatné rozpouštědlo. [6]



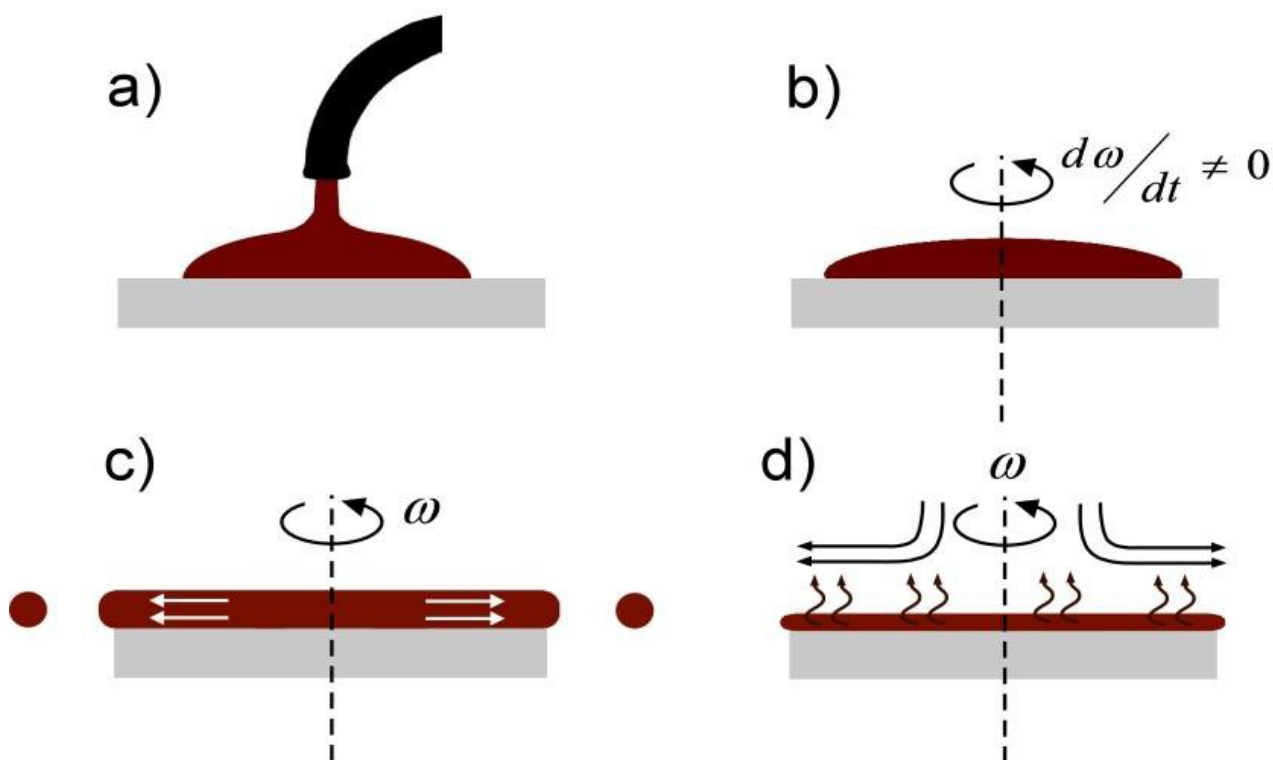
Obr. č. 4: Povrchy připravené časově sekventovanou fázovou separací, vyvolanou působením směsi rozpouštědel [6]

Na Obrázku č. 4 můžeme vidět povrchy, které byly připraveny časově sekventovanou FS. Bylo aplikováno 5x200 μl směsi v intervalu každých pět vteřin. Tyto vzorky se liší objemovým poměrem směsi rozpouštědel. Objemové poměry THF:ETOH jsou následující: A) 1:9, B) 1,5:8:5, C) 2:8, D) 3:7, E) 5:5, F) 7:3. [6]

1.5 Technologie spin-coating

Metoda spin-coating je relativně jednoduchá. Principem této technologie je nanesení malého objemu materiálu na střed vodorovně uchyceného substrátu. Působením odstředivé síly díky rotaci substrátu se rovnoměrně rozprostře po povrchu a vytvoří se tak tenký film. Po vzniku jedolité vrstvy kapaliny se produkt za stálé rotace vysuší. Tento postup je znázorněn na Obrázku č. 5.

Tímto technologickým postupem lze připravit filmy o tloušťce menší než 10 nm v závislosti na mnoha parametrech. Podle počátečního způsobu uložení materiálu se technologie dělí na statickou a dynamickou, která uvažuje nanášení na rotující substrát. [9]



Obr. č. 5: Popis technologie spin-coating [10]

Na obrázku č. 5 lze pozorovat nanesení malého objemu na substrát (a) a následnou akceleraci rotace (b). Poté se materiál rovnoměrně rozprostře po povrchu (c) a nakonec se výsledný produkt vysuší (d). [10]

2 VIBRACE A ROTACE

2.1 Harmonický oscilátor

Z pohybové rovnice $m\ddot{x} = -kx$ vidíme, že zrychlení je:

$$\ddot{x} = -kx/m = -\omega_n^2 x \quad (1),$$

kde zrychlení je úměrné okamžité výchylce, ω je vlastní úhlová frekvence harmonického oscilátoru a k je tuhost pružiny. [11] [12] Užitečné je pochopit vztah mezi posunem, rychlostí a zrychlením jednoduchým harmonickým pohybem. Řešením diferenciální rovnice [11] [12]:

$$m\ddot{x} + kx = f \quad (2)$$

je:

$$x(t) = A \sin(\omega_n t + \phi) \quad (3)$$

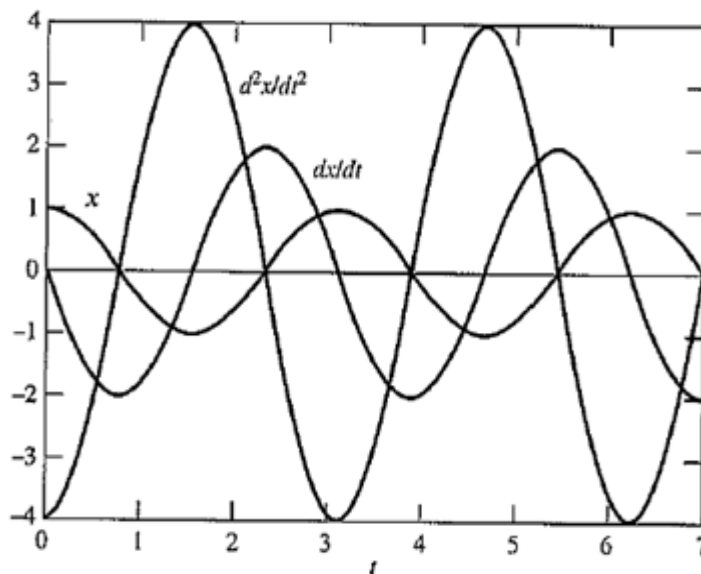
, kde:

$$\omega_n = \sqrt{k/m} \quad (4)$$

Amplituda A a fázový úhel ϕ závisí na výchozích podmínkách. Výrazy rychlosti a zrychlení se získají derivací $x(t)$ [11] [12]:

$$\dot{x} = A\omega_n \cos(\omega_n t + \phi) = A\omega_n \sin(\omega_n t + \phi + \pi/2) \quad (5)$$

$$\ddot{x} = -A\omega_n^2 \sin(\omega_n t + \phi) \quad (6)$$



Obr. č. 6: Posun, rychlost a zrychlení v závislosti na čase pro jednoduchý harmonický pohyb [11]

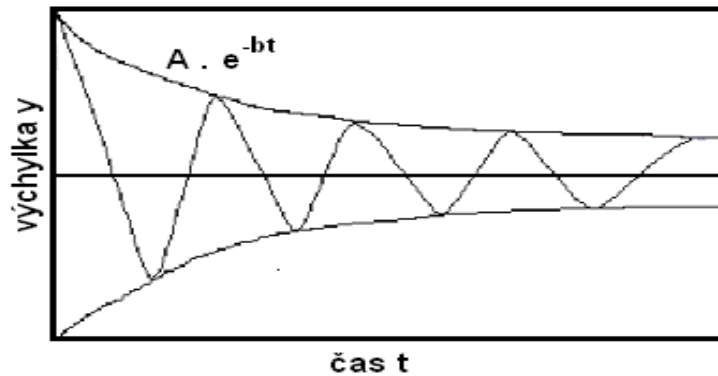
Mechanické kmitání, s nímž se běžně setkáváme, je v převážné míře způsobováno různými stroji a mechanismy. Poněvadž má vliv i na životnost a spolehlivost různých mechanismů a strojů, je nutno z tohoto hlediska sledovat. [13]

Při mechanickém kmitání jde o fyzikální jev, kdy hmotný bod nebo tuhé těleso zaujímají v čase různé polohy v prostoru tak, že se pohybují v určitém intervalu vzdáleností, který nepřekročí, kolem tzv. rovnovážné – střední polohy. Počet plných cyklů kmitavého pohybu za 1s se nazývá kmitočet. Kmitavý pohyb může být jednoduchý a obsahovat jen jednu složku s určitým kmitočtem, nebo složený s obsahem většího či menšího počtu složek s různými kmitočty. [13]

2.2 Komplexní modul pružnosti

Modul pružnosti je podle definice určen poměrem mechanického napětí k poměrné deformaci. Hodnoty statického modulu pružnosti v sobě nezahrnují ztráty působené vnitřním tlumením. Použití statického modulu pružnosti v oblasti mechanické dynamiky vede k porušení náležitých fázových vztahů mezi napětím a deformací. U materiálů

s nezanedbatelným vnitřním tlumením je nutno brát v úvahu jejich komplexní modul pružnosti. [14]



Obr. č. 7: Tlumený kmitavý pohyb [13]

V případě řešení problematiky dynamického namáhání a tlumení vibrací a rázů je nutné vzít v potaz i vnitřní tlumení materiálu. Díky němu se bude s časem měnit amplituda kmitavého pohybu, viz.

Obr. č. 6 podle závislosti:

$$y = A \cdot e^{-bt} \cdot \cos \omega_1 t \quad (7)$$

kde b je konstanta vyjadřující tlumení, $\omega_1 = \sqrt{\omega^2 - b^2}$ je úhlová frekvence tlumených kmitů a ω je úhlová frekvence netlumených kmitů. Konstanta b v sobě zahrnuje jak vnitřní tlumení přeměnou energie kmitání na teplo, tak energii vyzářené do okolí. [11] [12] [13]

Předpokládejme, že se napětí ve vzorku mění podle vztahu:

$$\sigma = \sigma_0 \cdot \cos(\omega t + \delta) \quad (8)$$

V důsledku změn velikosti napětí se mění i deformace. [12]

Část dodané energie se ale ve skutečnosti přemění na teplo a proto je průběh deformace fázově posunutý za napětím a proto platí vztah:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \cos \omega t \quad (9)$$

Aplikujeme-li na vzorek střídavé harmonické napětí, je i odezva – deformace – po dostatečně dlouhé době také harmonická, ale fázově zpožděná za napětím o úhel δ . [12] [13]

Po dosazení do rovnic a matematických úpravách lze psát:

$$\sigma = \sigma_0 \cdot \cos \delta \cos \omega t + \sigma_0 \cdot \sin \delta \cos \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (10)$$

$$E'(\omega) \varepsilon_0 \cos \omega t + E''(\omega) \cos \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (11)$$

Definujeme následně soufázový dynamický modul $E'(\omega)$ a ztrátový modul $E''(\omega)$ pomocí vztahů:

$$E'(\omega) = \frac{\sigma_0 \cos \delta}{\varepsilon_0} \quad (12)$$

$$E''(\omega) = \frac{\sigma_0 \sin \delta}{\varepsilon_0} \quad (13)$$

$$\sigma = E'(\omega) \varepsilon_0 \cos \omega t + E''(\omega) \cos \left(\omega t + \frac{\pi}{2} \right) \quad (14)$$

Komplexní modul pružnosti E pak je:

$$E^* = E'(\omega) + iE''(\omega) \quad (15)$$

E' (Youngův modul pružnosti) představuje ideálně elasticou složku odporu materiálu proti použitému dynamickému napětí za daných frekvenčních a teplotních podmínek a E'' představuje imaginární část, která je mírou mechanických ztrát v materiálu a je úměrná množství rozptýlené energie ve formě tepla v průběhu jednoho deformačního cyklu. [11] [12] [13]

Velikost mechanických ztrát se pak vyjádří jako poměr imaginární a reálné složky komplexního modulu pružnosti, což je mechanický ztrátový činitel (mechanický ztrátový úhel) [11] [12]:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\sin \delta}{\cos \delta} = \frac{\frac{\sigma_0 \sin \delta}{\varepsilon_0}}{\frac{\sigma_0 \cos \delta}{\varepsilon_0}} = \frac{E''(\omega)}{E'(\omega)} \quad (16)$$

2.3 Efekt tlumení

Dynamické odezvy a charakteristiky akustických přenosů struktur jsou určeny v podstatě třemi parametry (modálními):

- vlastními frekvencemi,
- tvary kmitů,
- modálním tlumením.

Tlumení způsobuje disipaci energie systému nebo přesněji způsobuje přeměnu mechanické energie při vibracích struktury na jiné formy energií (hlavně tepelnou). Přitom tento děj je nevratný. [11] [13] [15]

Mimo rezonance se tlumení u mechanických struktur výrazně neuplatňuje. Při buzení se budící silou dodává energie do struktury, čímž narůstá amplituda kmitavého pohybu až na

hodnotu, při které dochází k rovnováze mezi energií dodávanou a energií disipovanou (ztracenou) v důsledku tlumení. [15] [16]

Tlumení u různých materiálů se mění poměrně v širokých mezích a také se mění u dynamických odezev jednotlivých rezonančních modů. Pro většinu kovových materiálů (stejně tak pro většinu tekutin a plynů) je materiálové tlumení znatelně menší než jsou tlumení spojována s jinými mechanismy jako je tření. [15] [16]

Tlumící vlastnosti struktur se nejčastěji prezentují tzv. činitelem vnitřních ztrát η , který je funkcí frekvence kmitání a je definován vztahem:

$$\eta = \frac{E''}{E'} = \operatorname{tg} \delta \quad (17),$$

kde E'' je imaginární část modulu pružnosti a E' je reálná část modulu pružnosti. [11] [12]

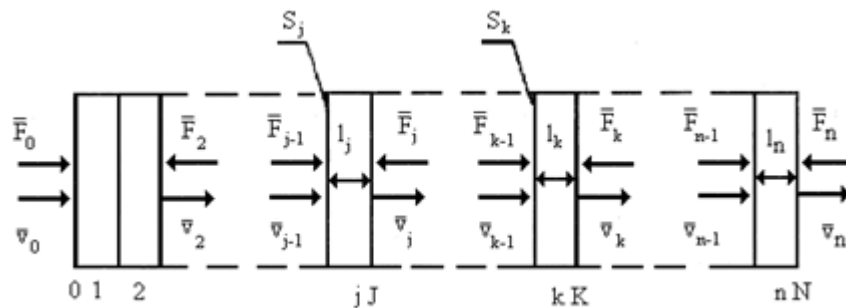
Zvýšení vnitřního tlumení materiálu má za následek:

- rychlejší zánik volných kmitů (rychlejší doznívání),
- rychlejší úbytek volně se šířících strukturálních vln v konstrukci se vzdáleností od zdroje vibrací, tím se zmenšuje plocha účinně vyzařující akustickou energii,
- snížení amplitud vibrací v rezonanci,
- snížení vyzařované akustické energie i mimo rezonance struktury,
- snížení hodnoty nárůstu vibrací a tím i hluku při přechodu rezonančních oblastí,
- snížením amplitud u samobuzených kmitů. [12] [15] [16]

2.4 Přenosový útlum vrstevnaté soustavy

Tento model umožňuje stanovit kmitočtovou závislost přenosového útlumu v kmitavé soustavě tvořené n sériově zapojenými členy, které přenášejí podélné či příčné kmity. Členy kmitavé soustavy mohou být jak spojitá prostředí, tak diskrétní prvky (hmoty, pružiny, viskózní tlumiče). [11] [12] [17] [18]

Spojitá prostředí mohou mít i lineární viskoelastické vlastnosti (např. polymery a kompozity na jejich bázi). [12]



Obr. č. 8: Schéma kmitavé soustavy [18]

Touto kmitavou soustavou je přenášena mechanická energie od „vstupu“ 0 do kmitavé soustavy, který je shodný se „vstupem“ do členu 1, směrem k „výstupu“ N kmitavé soustavy, který odpovídá „výstupu“ z posledního členu n kmitavé soustavy. [11] [18]

Přenášená mechanická energie je buzena zdrojem, jenž působí vždy na „vstupu“ do kmitavé soustavy silou F_0 resp. rychlostí kmitání v_0 obecných časových průběhů. Na „výstupu“ N z kmitavé soustavy pak působí přenesená síla F_n a rychlost kmitání v_n . [11] [18]

$$D = 20 \log \frac{|v_0|}{|v_k|} \quad (18)$$

$$D = 20 \log \frac{|F_0|}{|F_k|} \quad (19)$$

,kde v_0 je amplituda rychlosti kmitání na „vstupu“ 0 do kmitavé soustavy,

v_k je amplituda rychlosti kmitání na „výstupu“ K ze členu k kmitavé soustavy,

F_0 amplituda síly na „vstupu“ 0 do kmitavé soustavy,

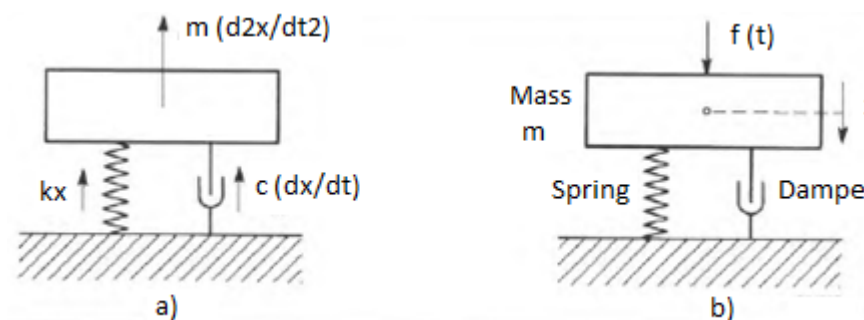
F_k amplituda síly na „výstupu“ K ze členu k kmitavé soustavy.

2.5 Vibrační módy soustavy

2.5.1 Odezva lineárních mechanických systémů na vibrace

Pohyb mechanického systému vystaveného vnějším silám je běžně nazýván odpovědí systému na konkrétní síly. Podobně jsou vnější síly působící na systém označovány jako budící síly, nebo zjednodušeně buzení. Tyto termíny jsou obecné a je nutné je blíže upřesnit, když je vyšetřováno chování konkrétního systému. [12] [19]

Je nutno vytvořit zjednodušený mechanický model a na jeho základu formulovat pohybové rovnice pro daný systém. Tento model lze následně použít jako základ pro další analýzu. [12] [19]



Obr. č. 9: Příklady modelů s jedním stupněm volnosti:

a) Volně vibrující systém

b) Nuceně vibrující systém [12]

Na Obr. č. 9 a) lze vidět jeden z nejjednodušších modelů vibračního systému a skládá se z tělesa, pružiny a tlumiče. Pokud se systém chová lineárně, je rovnice volného pohybu hmoty (bez použití externí síly) [12]:

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + kx = 0 \quad (20)$$

Nazýváme ho systém s jedním stupněm volnosti a to kvůli tomu, že se skládá z jedné hmoty, která se pohybuje podél jedné osy a její pohyb může být tudíž popsán diferenciální rovnicí druhého řádu. Jak je znázorněno na obrázku č. 9 b) je v systému zavedena vnější síly $f(t)$ a pohybová rovnice zní [12]:

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + kx = f(t) \quad (21)$$

Řešení této rovnice dává přímo odezvu posunutí $x(t)$, hmotnost m , vytvořené buzení $f(t)$. Dále odezva rychlosti nebo odezva zrychlení lze zjistit z dobře známými vztahy mezi posunem, rychlostí a zrychlením [12]:

$$v(t) = \frac{dx}{dt} \quad a(t) = \frac{d^2 x}{dt^2} \quad (22)$$

,kde $v(t)$ je rychost a $a(t)$ – zrychlení

Síla $f(t)$ může mít jakoukoli závislost na čase a po celou dobu změny hmotnosti lze popsat lineární diferenciální rovnicí. V zásadě je možné získat přesná řešení pro $x(t)$, $v(t)$ a $a(t)$. [11] [12] Velice účinným nástrojem při získávání požadovaných řešení je princip superpozice, který je aplikován na lineární diferenciální rovnice. Říká nám, že účinek současně vybuzených akcí se rovná součtu o účincích každé jednotlivé akce. [11] [12] [19]

Využitím tohoto principu lze provést zvážení funkce $f(t)$ jako sestávající z nekonečného počtu impulsů, každý s konečnou šířkou $\Delta\tau$ a výškou $f(\tau)$ a překrývání vybuzených odpovědí působením každého z těchto impulsů, viz Obr. č. 10 . [12] [19]

Aplikace principu superpozice může být matematicky napsána tímto způsobem:

$$x(t) = \int_{-\infty}^t f(\tau)h(t-\tau)d\tau \quad (23)$$

kde, $h(t-\tau)$ je odezva systému (obrázek č. 4) v čase t na jednotku impulzního buzení působící v čase τ . Jednotka impulzního buzení je charakterizována silou, která je nulová s výjimkou, když $t = \tau$. V tomto případě je síla nekonečná a obklopuje jednotku oblasti:

$$\lim_{\epsilon \rightarrow \infty} \int_{-\epsilon}^{\epsilon} \delta(\tau)d\tau = 1 \quad (24)$$

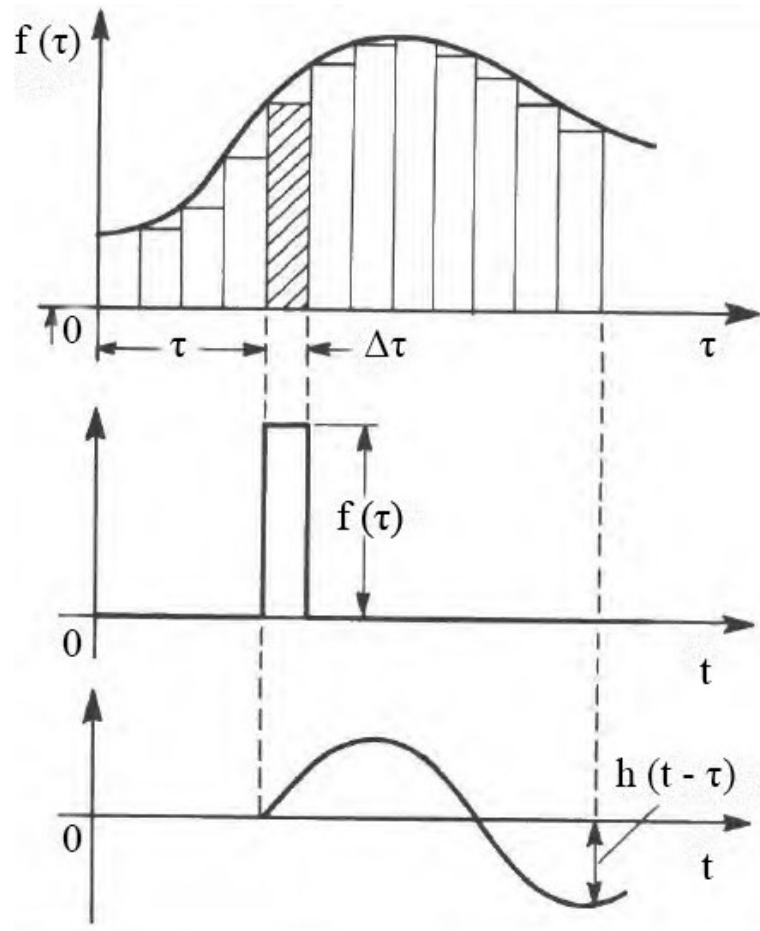
Tento vztah je odezvou $x(t)$ na excitaci $f(t)$. Tento superpoziční integrál se nazývá konvoluce. Funkce f je konvolovaná s h na produkci x . Tato operace je komulativní a změnou proměnné získáme ekvivalentní formu:

$$x(t) = \int_{-\infty}^t h(T)f(t-T)dT \quad (25)$$

,kde

$$T = t - \tau \quad (26)$$

V tomto případě je řešení postaveno na superpozici volných vibrací. [11] [12] [18] [19]



Obr. č. 10: *Ilustrace pojmů zahrnutých do superpozice časové domény [12]*

Dalším způsobem využití principu superpozice je stanovení Fourierovy transformace $F(f)$ z $f(t)$ a studium odezvy systému na každou Fourierovu složku samostatně. Funkce impulzní odezvy $h(t - \tau)$, se změní do komplexní funkce kmitočtové odezvy $H(f)$ a $x(t)$ se získá pomocí Fourierovy transformace [12] [20]:

$$X(f) = \int_{-\infty}^{\infty} x(t) e^{-j2\pi ft} dt = \int_{-\infty}^{\infty} e^{-j2\pi ft} dt \int_{-\infty}^t f(\tau) h(t - \tau) d\tau = \int_{-\infty}^{\infty} dt \int_{-\infty}^t e^{-j2\pi f(t-\tau)} h(t - \tau) e^{-j2\pi f\tau} f(\tau) d\tau$$

(27)

Zavedením $t - \tau = \xi$ a rozšířením integračních oblastí $h(t - \tau) = 0$, kde $\tau > t$, může být Fourierova transformace zapsána [12] [20]:

$$X(f) = \int_{-\infty}^{\infty} d\tau \int_{-\infty}^{\infty} e^{(-j2\pi f\xi)} h(\xi) e^{(-j2\pi f\tau)} f(\tau) d\xi = \int_{-\infty}^{\infty} h(\xi) e^{(-j2\pi f\xi)} d\xi \int_{-\infty}^{\infty} f(\tau) e^{(-j2\pi f\tau)} d\tau \quad (28)$$

Tím pádem:

$$X(f) = H(f)F(f) \quad (29)$$

Fourierova transformace funkce odezvy je výsledkem Fourierovy transformace funkce buzení a frekvence odezvy. [12] [20]

V tomto případě je řešení postaveno na superpozici reakce v ustáleném stavu na jednoduché harmocké excitaci. [20]

Složité funkce kmitočtové odezvy $H(f)$ systému znázorněná na obrázku č. 4 se nachází jednoduché řešení pohybové rovnice pro libovolnou Fourierovu složku $F_0 e^{(j2\pi ft)}$:

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + kx = F_0 e^{(j2\pi ft)} \quad (30)$$

V tomto okamžiku fyzikální význam komplexního fungování kmitočtové odezvy by měl být stanoven. Složitá funkce kmitočtové odezvy znamená odezvu, která poskytuje informace o absolutní hodnotě množství odezvy a fázovému zpoždění mezi odezvou a excitací. Obecné řešení rovnice je [12] [20]:

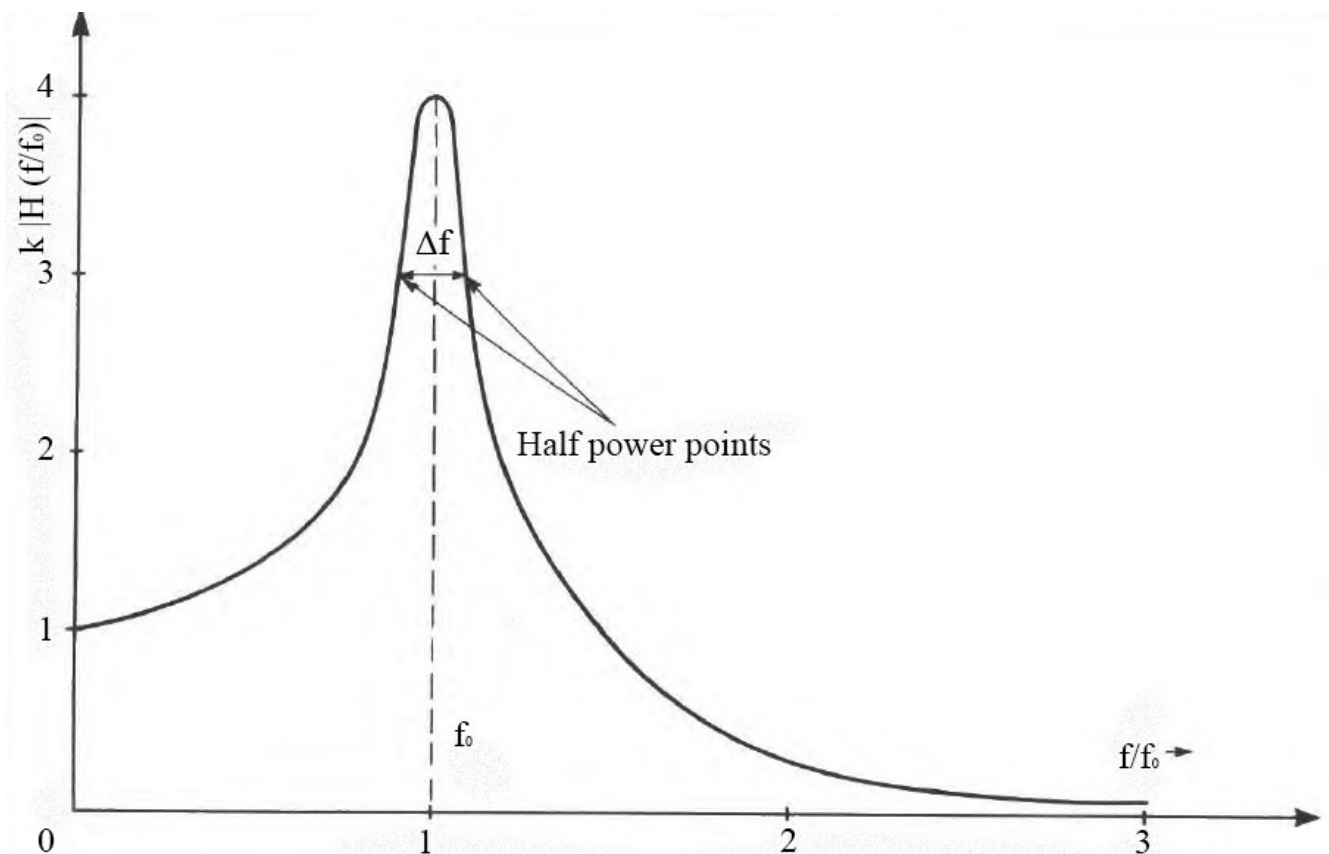
$$X(f) = H(f)F_0 e^{(j2\pi ft)} \quad (31)$$

$$H\left(\frac{f}{f_0}\right) = \frac{1/k}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + j \frac{1}{Q} \frac{f}{f_0}} \quad (32)$$

,kde $f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}$ - rezonanční frekvence mechanického systému

$Q = \frac{1}{c} \sqrt{km}$ - míra tlumení systému

Q se obvykle značí jako faktor kvality systému a čím větší je hodnota Q, tím menší je tlumení. Pro zcela netlumený systém $Q = \infty$, zatím co pro kriticky tlumený systém $Q = \frac{1}{2}$. V praxi se získá přibližná míra Q měřením šířky křivky odezvy $|H(f)|$ při polovičním výkonu. [12] [13] [21]



Obr. č. 11: Příklad rezonanční křivky s indikací polovičního výkonu [12]

$$[|H(f)| = \sqrt{1/2} |H(f_0)| = 0,707 |H(f_0)|]$$

Poloviční výkon jsou body na křivce, kde:

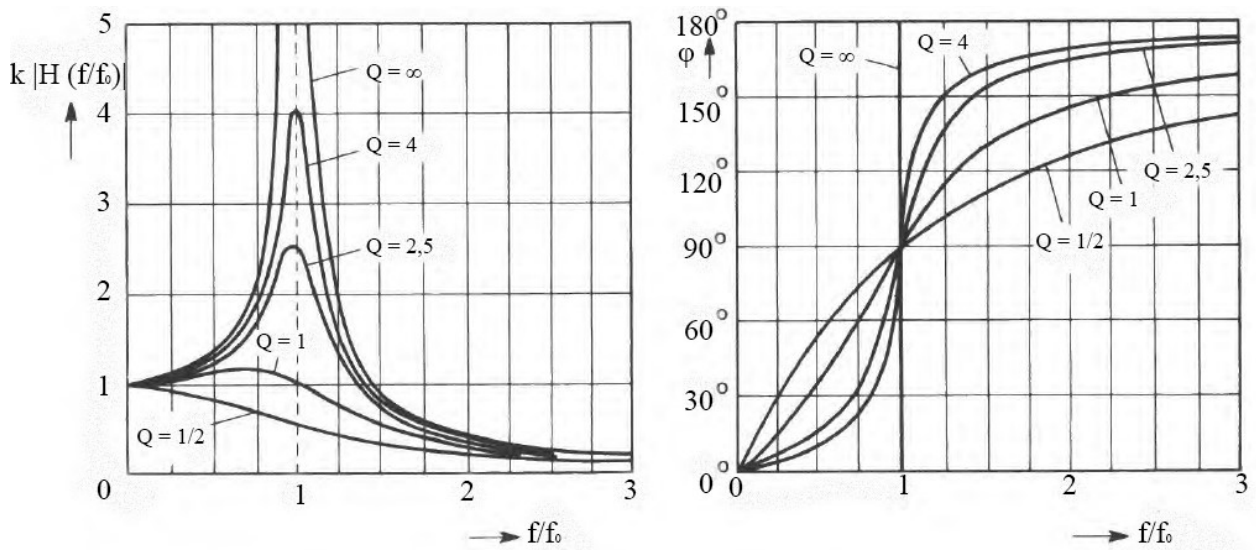
$$|H(f)|^2 = \frac{1}{2} |H(f_0)|^2 \quad (33)$$

, pokud je tato šířka Δf , tak:

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f} \quad (34)$$

Často se odkazuje na frekvenční rozdíl mezi polovičním výkonem jako šířku pásma systému. [12] [21]

Pro hodnoty Q větší než 5 je chyba spojená s aproximací menší než asi 3% (ve skutečnosti, i když je Q tak nízká jako například 2, chyba je v řádech desítek procent). Vzhledem k jeho přímému vztahu k tlumení se faktor Q stal velmi důležitou veličinou lineárních systémů s jedním stupněm volnosti. [12] [21]



Obr. č. 12: Příklady komplexních funkcí frekvenční odezvy:

a) Modul (absolutní hodnota odezvy)

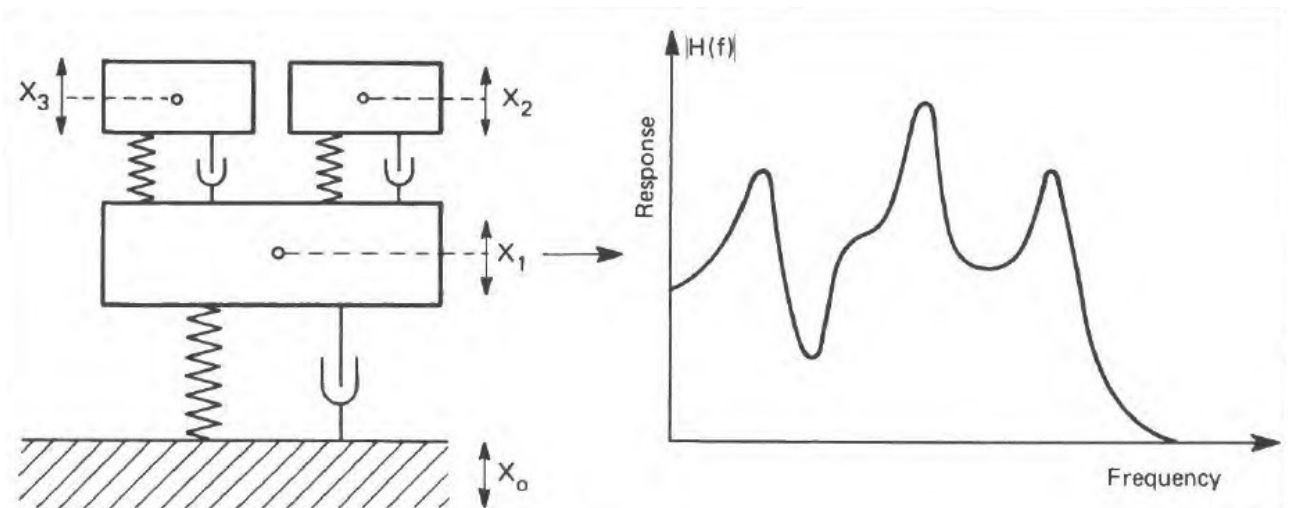
b) Fázové zpoždění odezvou a buzením odpovídající modulu [12]

Fázové zpoždění mezi odezvou a excitací je dáno výrazem:

$$\phi = \tan^{-1} \left[\frac{1}{Q \left(\frac{f}{f_0} - \frac{f_0}{f} \right)} \right] \quad (35)$$

Tato funkce je vynesena na *Obr. č. 12 b)* pro různé hodnoty Q .

Systemy, ve kterých se jedna hmota pohybuje více než jedním směrem nebo systémy, které se obvykle skládají z několika elasticky propojených hmot, tak nazýváme systém s více stupni volnosti. Lineární systém s více stupni volnosti může být matematicky popsán lineárními diferenciálními rovnicemi druhého řádu a křivka kmitočtové odezvy systému je vynesena do grafu, kde bude vykazovat jednu rezonanci „peak“ na stupeň volnosti. Systém se dvěma stupni volnosti tedy vykazuje dvojí rezonanci a systém s třemi stupni volnosti vykazuje tři rezonanční vrcholy atd.. [12] [21]



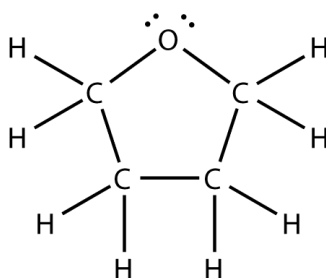
Obr. č. 13: Příklad systému s více stupni volnosti a jeho funkce frekvenční odezvy [12]

3 POPIS THF A PS

3.1 Tetrahydrofuran

3.1.1 Struktura

Organická sloučenina se sumárním vzorcem $(\text{CH}_2)_4\text{O}$. Jedná se o heterocyklickou sloučeninu, konkrétně o cyklický éter. [22]



Obr. č. 14: Struktura THF [22]

3.1.2 Vlastnosti

Bezbarvá organická kapalina s nízkou viskozitou, která je dobře mísitelná s vodou. Je to jedno z nejméně toxických rozpouštědel, ale má narkotické účinky podobné jako u diethyletheru. Způsobuje podráždění kůže a sliznic. [22] [23]

Tab. č. 1: Vlastnosti THF [22]

Molární hmotnost	72,107 g.mol ⁻¹
Hustota	887,6 kg.m ⁻³
Teplota tání	-108,4 °C
Teplota varu	66 °C
Bod vzplanutí	-14 °C
Viskozita	0,48.10 ⁻³ Pa.s

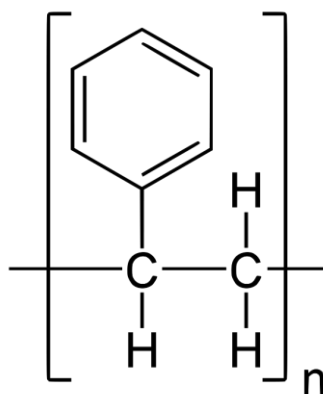
3.1.3 Využití

THF se používá hlavně jako prekurzor polymerů. Dále je THF univerzálním rozpouštědlem (polární). Jako rozpouštědlo se hojně využívá pro polyvinylchlorid (PVC), kde je také primární složkou PVC lepidel. [22] [23]

3.2 Polystyren

3.2.1 Struktura

Polymer, jenž střídá uhlíková centra s fenylovými skupinami. Jeho sumární vzorec je $(C_8H_8)_n$. Jeho finální vlastnosti určují interakce van der Waalsových sil. [24]



Obr. č. 15: Struktura PS [24]

3.2.2 Vlastnosti

Tvrký, avšak křehký polymer, který je odolný vůči kyselinám i zásadám. Nicméně není odolný vůči organickým rozpouštědlům jako například aldehydům a ketonům. Při účinku UV záření začíná částečně depolymerovat a uvolňovat toxický monomer styren. [24]

Tab. č. 2: Vlastnosti PS [24]

Teplota tání	240 °C
Hustota	960–1050 kg.m ⁻³
Tepelná vodivost	0,033 W.m ⁻¹ . K ⁻¹
Index lomu	1,6

3.2.3 Využití

Používá se například na výrobu různých čirých i neprůhledných obalů. Dále na výrobu zkumavek, Petriho misek či kyvet. [24]

4 METODY CHARAKTERIZACE POVRCHU

4.1 Skenovací elektronová mikroskopie (SEM)

4.1.1 Princip:

Princip SEM spočívá ve skenování vzorku díky fokusovaného elektronového paprsku za vysokého vakua. Změny v topografii povrchu lze detekovat pomocí sekundárně vyzařených elektronů (SE) nebo zpětně odražených elektronů (BSE). [25]

4.1.2 Detekce SE a BSE:

Nejpoužívanější detekcí je detekce sekundárně vyzářených elektronů SE. Tento detektor má velkou rozlišovací schopnost, a to 5–15 nm. Jejich dráhu lze upravit účinkem elektrického pole. Emise SE je citlivá na úhel dopadu primárního elektronového paprsku. Energie paprsku bývá řádově nižší než je energie elektronů primárního svazku (menší než 50 eV). [25]

Zpětně odražené elektrony sestávají z elektronů z primárního svazku, které byly odrazeny nebo zpětně rozptýleny z interakčního objemu vzorku. Používají se na detekci kontrastu mezi oblastmi s různým chemickým složením. [25]

4.1.3 Příprava vzorku:

Nejdříve se musí vhodně upravit velikost vzorku, aby se nám vešla do speciálního držáku na vzorky. Některé ze vzorků si žádají speciální přípravu z důvodu zvýšení elektrické vodivosti a tudíž stabilizace daného vzorku. Vzorky totiž musí vydržet podmínky hlubokého vakua a paprsky s vysokou energií elektronů.

Na držák je pevně uložen vzorek za pomoci např. vodivého lepidla.

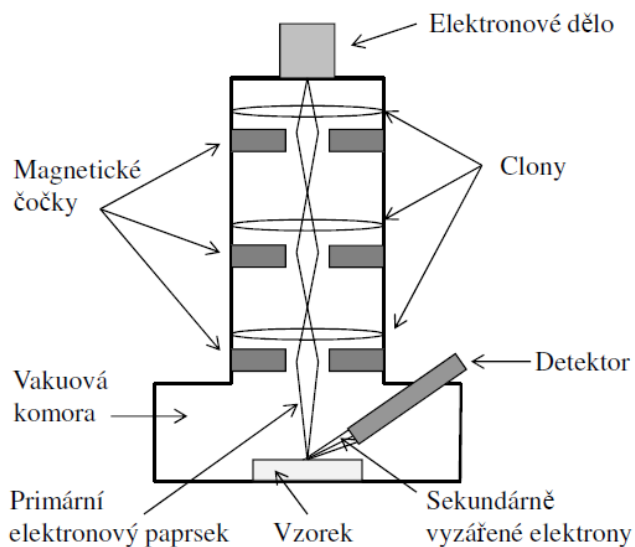
Pro běžné zobrazování musí být vzorky elektricky vodivé (alespoň na povrchu materiálu). Taktéž je nutné vzorky elektricky uzemnit, abychom zabránili hromadění elektrického náboje. Nevodivé materiály jsou potaženy velmi tenkým povlakem vodivého materiálu (pokovování magnetronovým naprašováním za nízkého tlaku).

V této bakalářské práci byl používán skenovací elektronový mikroskop značky Phenon Pro (viz Obrázek 3), který má rozsah zvětšení 80 – 150000x a je možno v něm pozorovat vzorky až do průměru 32 mm a výšky 10 mm.

V praxi se elektronový mikroskop používá k obrazové analýze povrchů různých materiálů (v našem případě analýza pórů na povrchu PS vytvořených fázovou separací).



Obr. č. 16: SEM značky Phenon Pro

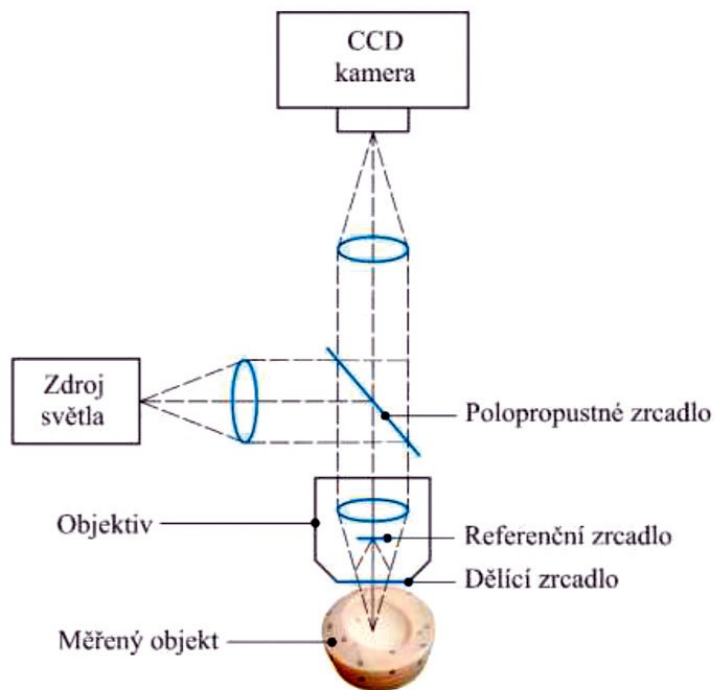


Obr. č. 17: Princip elektronového mikroskopu

4.2 Optická profilometrie

4.2.1 Princip

Drsnost povrchu pórů byla stanovena pomocí optického profilometru Contour GT-X8 od společnosti Bruker. Tento profilometr pracuje na principu interferometrie s řízenou změnou fáze. Je využíváno elektromagnetické záření z viditelné oblasti spektra pro porovnání optických drah světla mezi povrchem analyzovaným a referenčním. Vyzařovaný světelný paprsek je rozdělen, přičemž jedna část se odrazí od povrchu testovaného povrchu po průchodu objektivem a druhá část se odrazí od referenčního zrcadla. Na základě interference paprsků je možné následně vyhodnotit topografii povrchu, přičemž výsledný interferogram je snímán CCD kamerou. Tato metoda poskytuje měření topografie povrchu s rozlišením až 0,1 nm. [26]



Obr. č. 18: Shéma principu optické profilometrie [26]

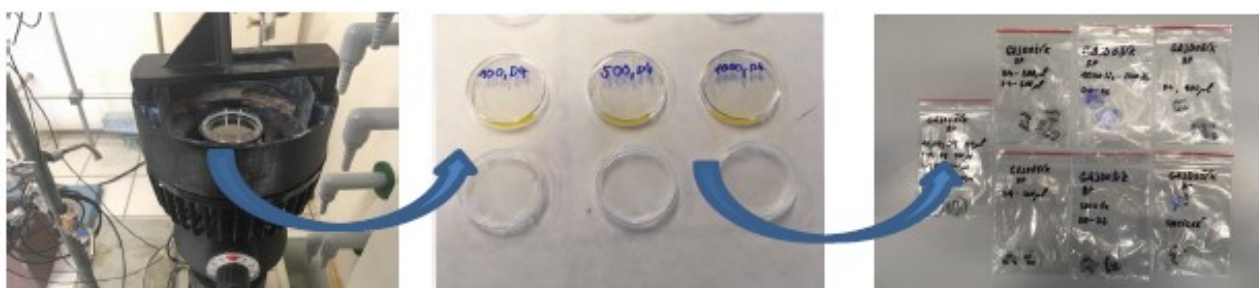
4.2.2 Příprava vzorku

Vzorky byly připraveny již z elektronové mikroskopie, tudíž byly použity vyříznuté kolečka o průměru 32 mm. Vzorek se pouze připevní na plochu, na kterou se automaticky přiblíží snímací hlavice a měření započne.

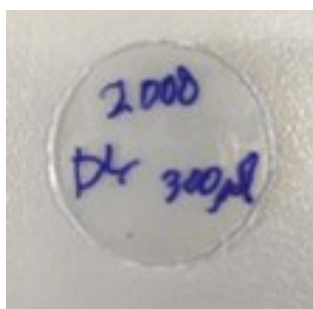
II. PRAKTICKÁ ČÁST

5 POPIS PŘÍPRAVY VZORKŮ

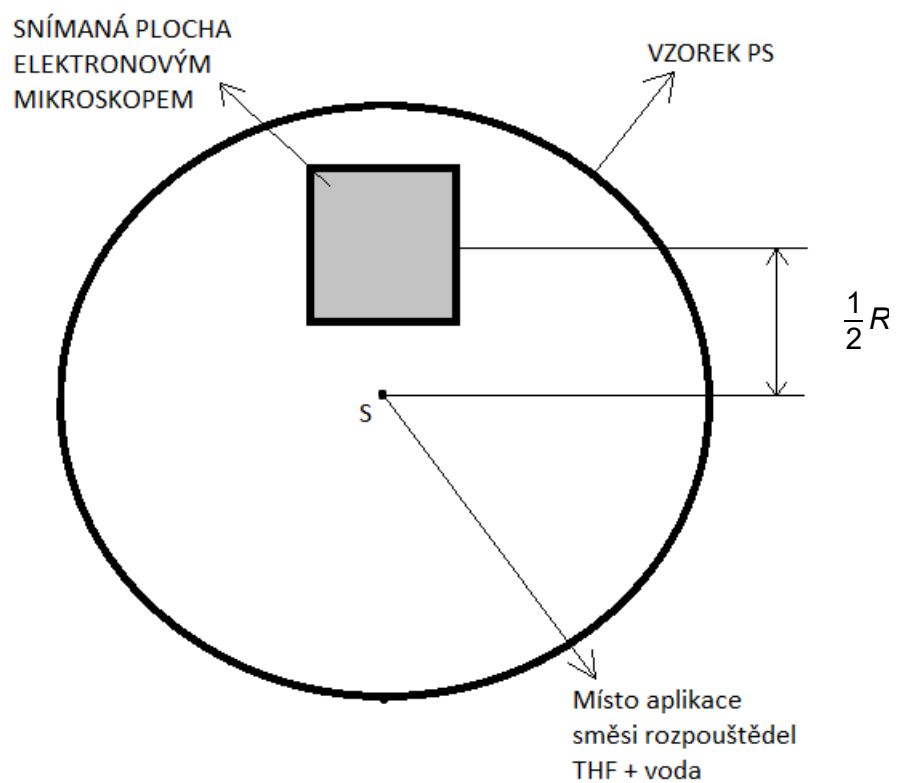
Vzorky byly připraveny tak, že do polystyrenové misky, která byla umístěna na vibrační plochu, jenž byla předem vytisknuta na 3D tiskárně (viz *Obr. č. 19*). Následně byly zapnuty požadované otáčky v rychlosti od 10 do 50 ot/s a poté byly nastaveny vibrace v programu B&K LabShop od 10 do 3000 Hz. Do mikropipety byl vložen předem připravený roztok THF v poměru 5,6 ml čistého THF a 4,4 ml destilované vody. Následně na misku byl aplikován z mikropipety roztok v rozmezí od 2 do 10 s v množství od 300 do 900 μm . Roztok v misce za působení otáčení a vibrací působil taktéž v rozmezí 30 s až 15 min. Vzorek byl poté vystřižen na požadované rozměry, aby se vešel do držáku pro SEM. Všechny vzorky byly nakonec roztrženy do jednotlivých obalů.



Obr. č. 19: Vzorky a jejich uchycení do čelistí pro měření a následné vystřižení pro analýzu v elektronovém mikroskopu



Obr. č. 20: Vystřižený vzorek PS, který byl připraven při 2000 Hz a rychlosti otáčení 20 ot/s v množství 300 μl (průměr 32 mm)



Obr. č. 21: Náčrt snímané plochy elektronovým mikroskopem a místa aplikace směsi rozpouštědel na polystyrenovou misku

6 ZPRACOVÁNÍ A VYHODNOCENÍ MĚŘENÍ

6.1 Rozdělení vzorků

Tab. č. 3: Podmínky pro přípravu porézního materiálu

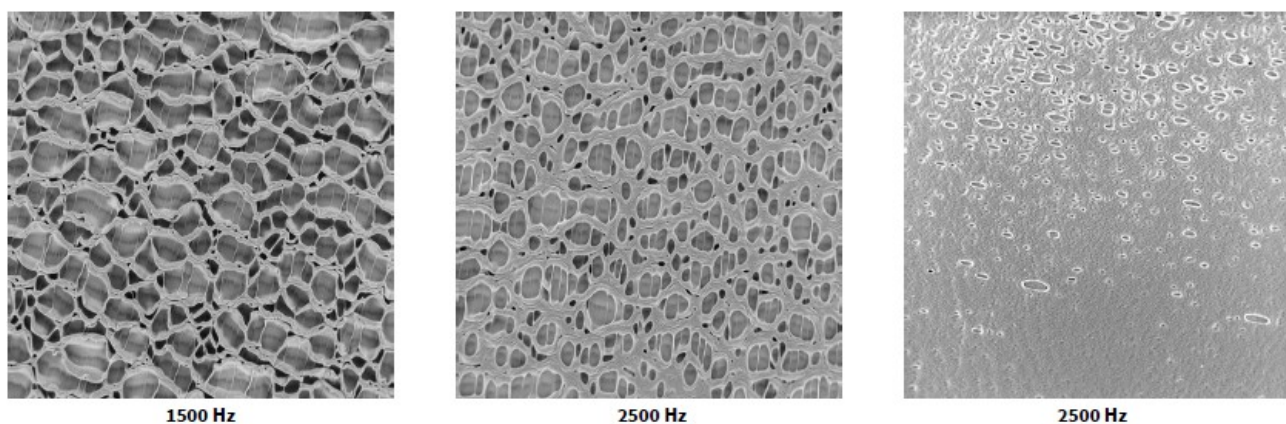
Směs rozpouštědel (5,6ml čistého THF + 4,4 ml destilované vody)	
Frekvence vibrací [Hz]	10, 20, 50, 100, 500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000
Rychlost otáčení vibrační plošiny [ot.s ⁻¹]	10, 20, 50
Množství aplikovaného vzorku [μm]	300, 600, 900
Doba zasychání vzorku [s]	15, 30, 60, 300, 600, 900
Doba aplikace vzorku na plošinu [s]	2, 4, 6, 8, 10

6.1.1 Vliv podmínek na výslednou strukturu

Největší vliv na výslednou strukturu materiálu byla zvolená rychlost otáčení misky a zvolené vibrace. Doba, po kterou byl roztok aplikován na misku byla zkoušena od 2 do 10 vteřin a nebyly na mikroskopu zaznamenány jakékoliv změny. Dále doba, po kterou roztok THF na misce „působil“ byla taktéž zkoumána v rozmezí 30 vteřin až 15 minut, kde změny taktéž nebyly zaznamenány. Množství naneseného roztoku THF mikropipetou bylo od 300 μl do 900 μl, změny opět nenastaly.

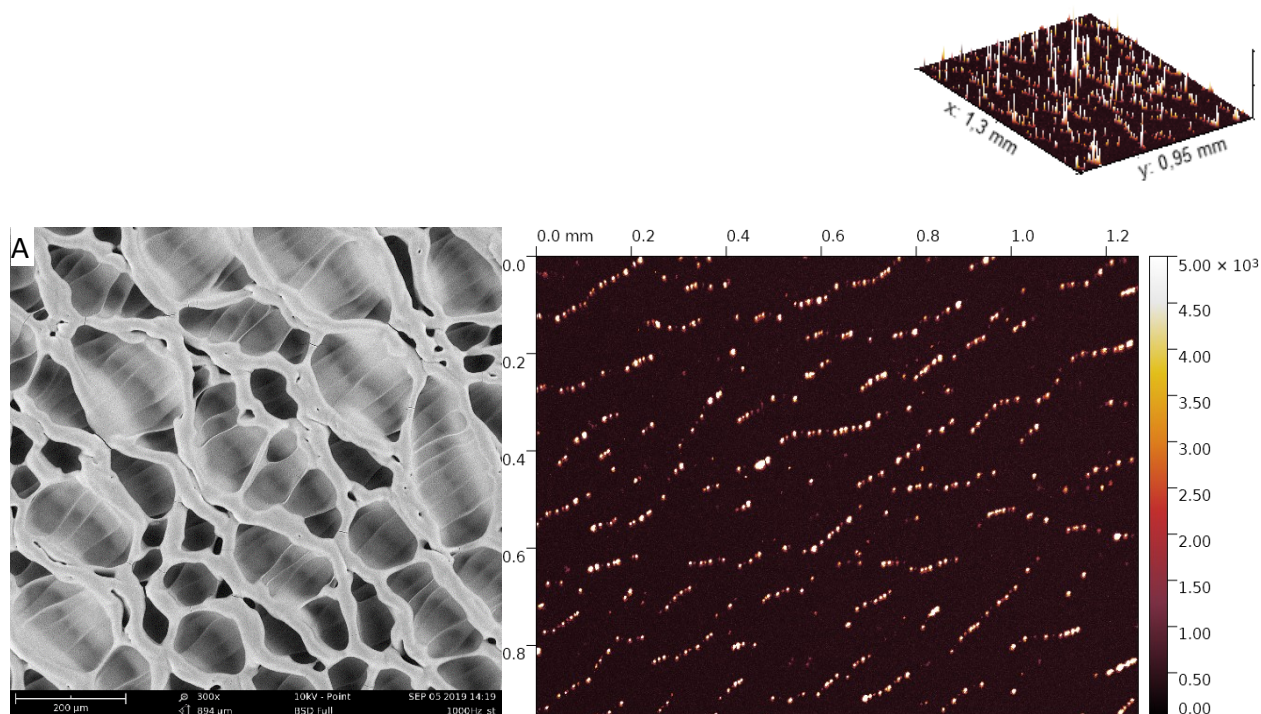
6.2 Selektce vzorků

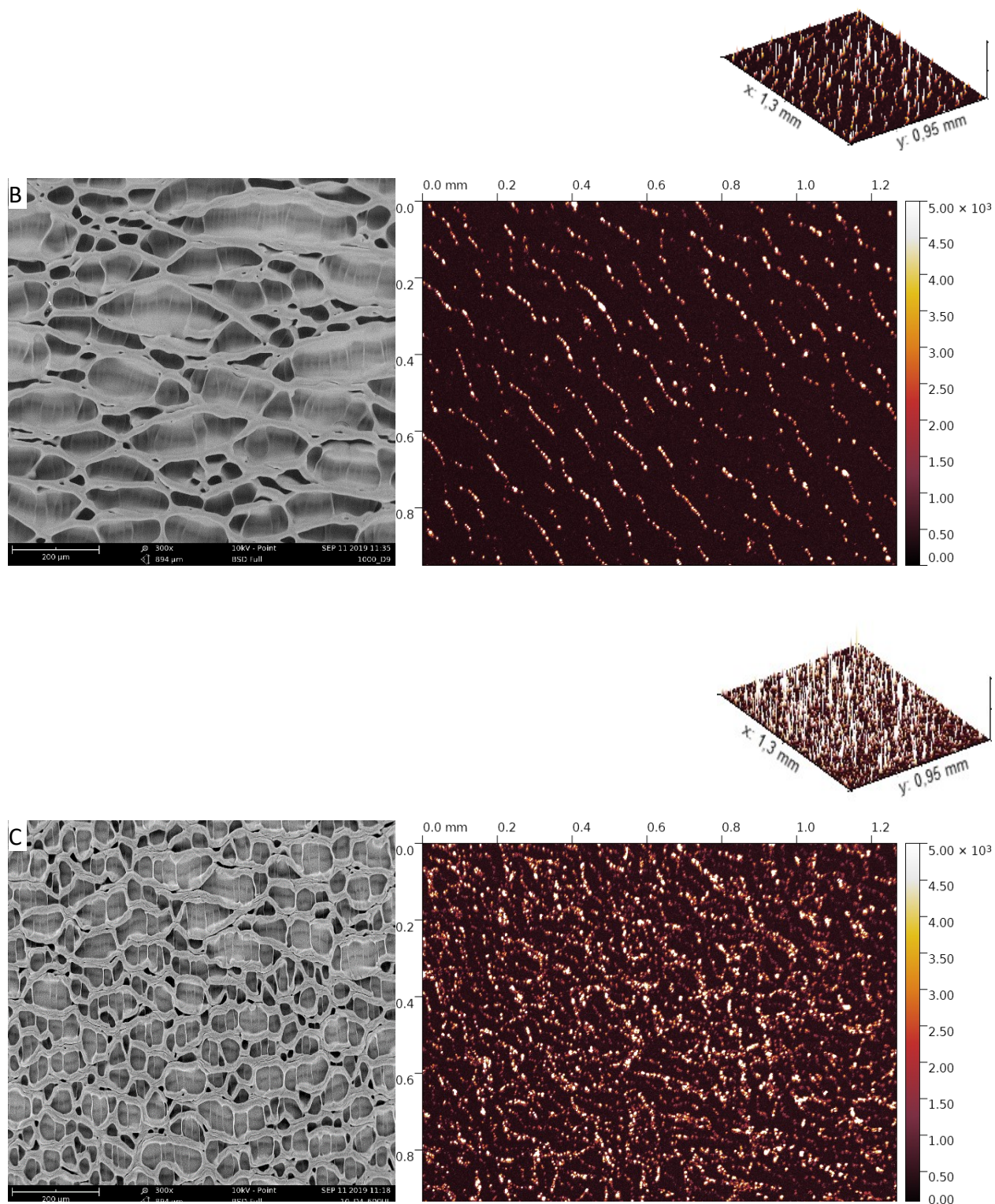
Vzorky byly vybírány na základě změn struktury a pravidelnosti pórů, které byly pozorovány v elektronovém mikroskopu. Velké změny byly zaznamenány mezi frekvencemi 1500 – 2000- 2500 Hz při rychlosti otáčení 20 ot/s, množství aplikovaného roztoku 300 μl, době zasychání 60s a době aplikace THF 6s. Ostatní výsledky povrchových struktur jsou součástí přílohy bakalářské práce (Příloha P I).



Obr. č. 22: Připravený vzorek při rychlosti otáčení 20 ot/s při 1500, 2000 a 2500 Hz

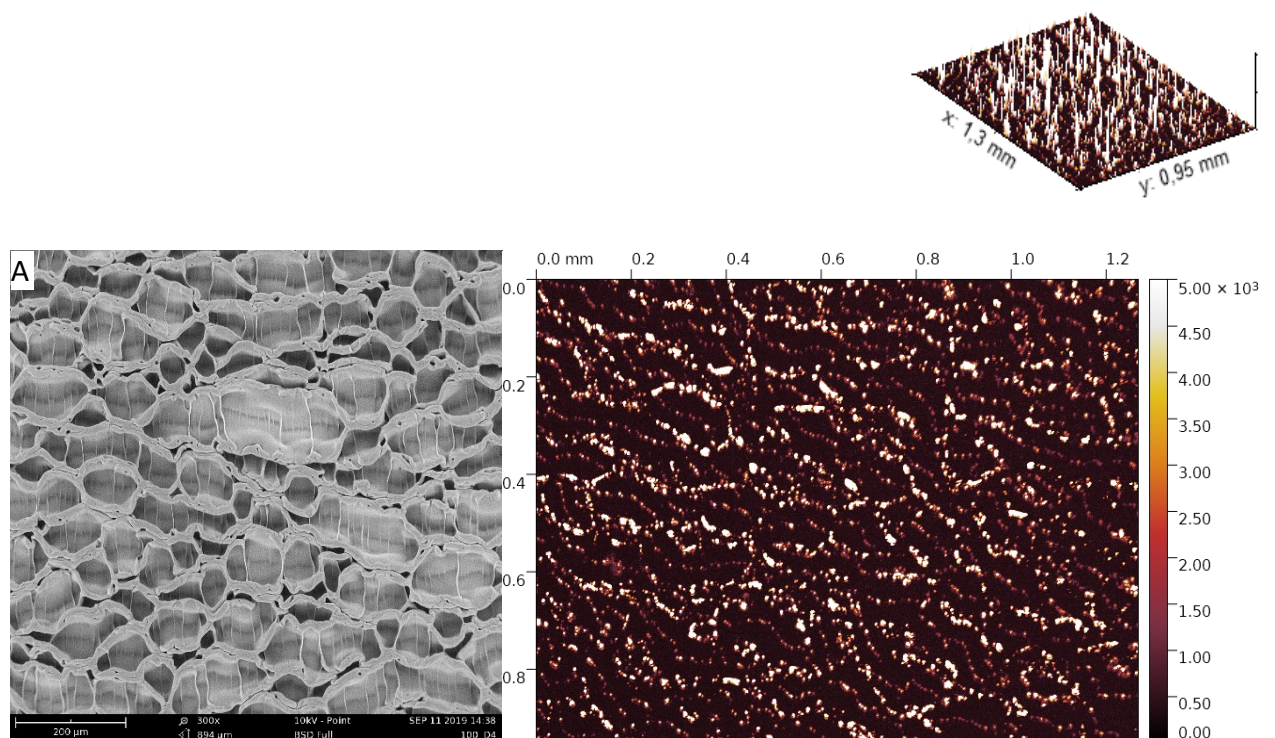
Na Obr. č. 22 je možno pozorovat výraznou změnu v pórovitosti. Při 1500 Hz mají póry tenkou stěnu a jsou velké, avšak už při 2500 lze vidět výrazné zmenšení pórů a zesílení jejich stěny. U 2500 Hz póry zanikají a vytváří se souměrný povrch bez pórů.

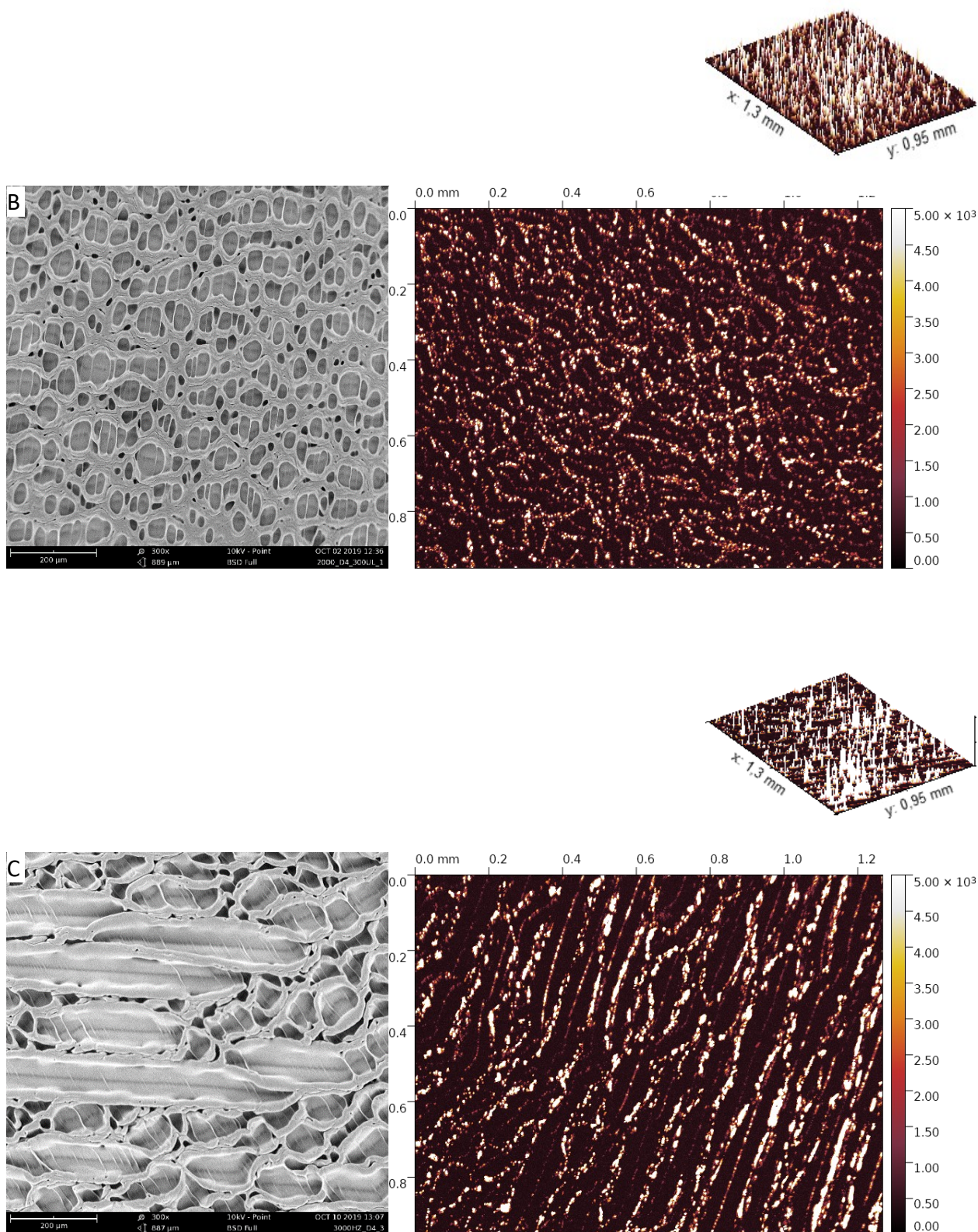




Obr. č. 23: Porovnání vzorků PS, na který byla aplikována směs rozpouštědel v množství 300 μ l při vibraci spinneru 1000 Hz při různých rychlostech otáčení

V Obr. č. 23 byly porovnány 3 vzorky, které byly připraveny při stejné vibraci, při stejném množství aplikované směsi rozpouštědel. Měnila se zde pouze rychlost otáčení. Na levé straně obrázku je snímek z elektronového mikroskopu a na straně pravé je struktura povrchu, která byla naměřena optickým profilometrem. Vzorek (A) byl připraven za statických podmínek rotace, tudíž na něj působila pouze vibrace. Póry jsou zde krátké a nejsou příliš orientované. U vzorku (B) si lze povšimnout, že jakmile dochází k pomalejší rotaci (9 ot/s), tak se póry začínají prodlužovat a jsou více symetrické. Vzorek (C) je připraven při poměrně vysoké rychlosti otáčení (20 ot/s) a zde si lze povšimnout, že póry se zde začaly velmi zkracovat a zmenšovat. Doba zasychání rozpouštědla byla u všech vzorků 60 s a doba aplikace směsi rozpouštědel byla 6 s.





Obr. č. 24: Porovnání vzorků PS, na které byla aplikována směs rozpouštědel v množství 300 μl a rychlosti otáčení 20 ot/s při různých vibracích

Na *Obr. č. 24* byly porovnávány vzorky, které byly připraveny při stejné rychlosti otáčení PS misky. Na pravé straně máme výsledek měření z optického profilometru a na levé straně je snímek z elektronového mikroskopu. Proměnným parametrem zde byla vibrace. Vzorek (A) byl připraven při vibracích nastavených na 100 Hz. Zde lze vidět, že póry jsou větších rozměrů a jejich ohraničení je poměrně tenké. Když ovšem se vibrace navýšily na 2000 Hz (B), tak lze vidět velmi výrazné zmenšení pórů a taktéž k zesílení jejich stěny. Pokud vibrace narostou až na 3000 Hz (C), tak se póry začnou rapidně rozšiřovat až do délky i 400 μm . Doba zasychání rozpouštědla byla u všech vzorků 60 s a doba aplikace směsi rozpouštědel byla 6 s.

7 NASTAVENÍ VIBRAČNÍCH MÓDŮ

7.1 Měřicí zařízení

Pro naše měření byla použita aparatura Bruel & Kjaer:

- Multi-analyzátor Pulse
- Vibrátor typ 2034
- Generátor signálu typ 2076
- Akcelerometr jednoosý typ 4933

Pro zpracování a vyhodnocení signálu byl použit software B&K LabShop.



Obr. č. 25: Měřicí aparatura a rozhraní programu B&K LabShop

8 STATISTICKÉ ZPRACOVÁNÍ

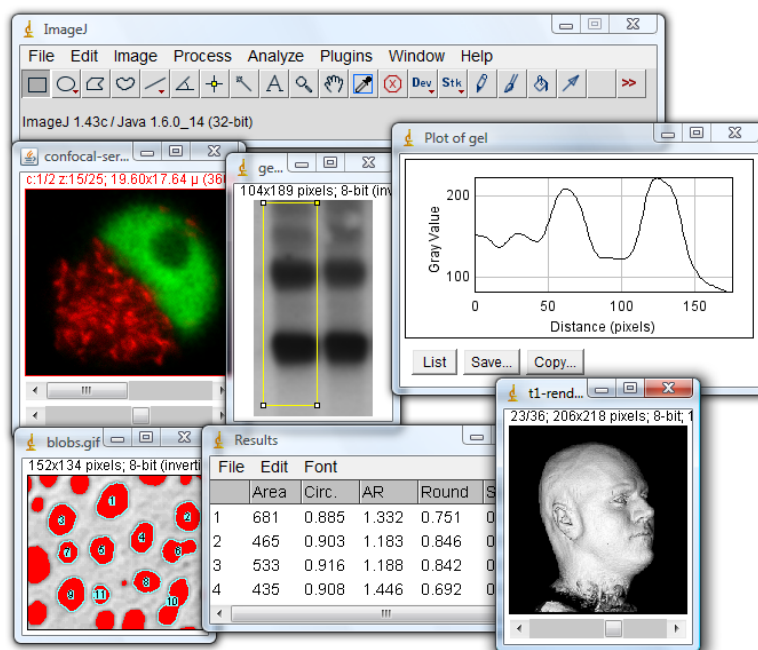
8.1 Program ImageJ

Image J je program na zpracování obrázků a je inspirován programem NIH Image pro firmu Apple. Tuto aplikaci Program ImageJ lze spustit na jakémkoli PC s podporou Java 1.4 a novější. Image J je možné stáhnout pro Windows, Mac Os i Linux. [27]

Program dokáže zobrazovat, analyzovat, upravovat, zpracovávat a ukládat 8-bitové, 16-bitové a 32-bitové obrázky. Je schopen také číst mnoho obrazových formátů, jako například TIFF, GIF, JPEG a mnoho dalších. [27]

Zdrojový kód ImageJ je volně ke stažení, tudíž kdokoli může přispět úpravou do tohoto programu, takže se stále vyvíjí a upravuje. [27]

Pro základní zpracování informací byla použita verze ImageJ k analýze obrázků z elektronového mikroskopu. Nejdříve byla provedena transformace rozměrů obrázku z pixelů na nm a poté byl obrázek upraven opticky tak, aby mohla být vytvořena distribuční funkce velikosti pórů. [27]

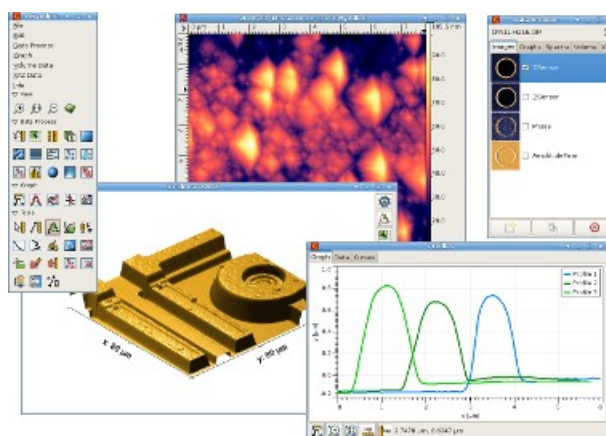


Obr. č. 26: Pracovní prostředí programu ImageJ [27]

8.2 Program Gwyddion

Gwyddion je modulární program pro vizualizaci a analýzu dat SPM. Je určen především pro analýzu výškových polí získaných technikami skenovací sondové mikroskopie, jako je AFM, STM, atd. Lze jej taktéž použít pro zpracování obrazu s obecnou výškou a pro analýzu údajů o profilometrii nebo map tloušťky ze zobrazovací spektrofotometrie. [28]

Program Gwyddion poskytuje velké množství funkcí zpracování dat, včetně všech standardních statistických charakteristik, vyrovnávání a korekce dat, filtrování nebo značení zrna. [28]



Obr. č. 27: Pracovní prostředí programu Gwyddion [28]

DISKUZE A ZÁVĚR

V rámci této bakalářské práce byly studovány možnosti texturizace povrchu polystyrenu. Povrchy byly upravovány pomocí fázové separace vyvolané směsí dobrého a špatného rozpouštědla. Tato směs byla aplikována za rotace na spin – coateru, který zároveň vibroval na zvolených frekvencích od 10 do 3000 Hz. Změny povrchových reliéfů byly zaznamenány na skenovací elektronové mikroskopii a následně vybrané vzorky byly snímány na optickém profilometru.

Bylo zjištěno, že na změnu povrchového reliéfu při vložených vibracích nemá vliv množství aplikovaného směsi rozpouštědel THF s vodou (300, 600 a 900 μ l). Dále se bezvýznamnou proměnou stala doba aplikace směsi rozpouštědel (2, 4, 6, 8 a 10 s) a dále doba zasychání směsi na PS misce (15, 30, 60, 300, 600 a 900 s). Důležitými proměnnými byly tedy vibrace a rychlost otáčení vzorku.

S rostoucí frekvencí vibrací od 10 do 2500 Hz se póry postupně zmenšují, až jsou nakonec velmi malé nebo v některých místech úplně zmizí. Od 2500 Hz se póry začínají výrazně natahovat a dosahují extrémních délek, které za podmínek fázové separace při rotaci vzorku bez vložených vibrací nebyly pozorovány [6]. Se zmenšujícími se póry se zvětšuje jejich ohraničení a začínají se více uspořádávat do symetrických tvarů.

Rychlost otáčení PS misky jsme volili od statického klidu (bez otáček) až po maximální dovolenou rychlost otáčení spinneru, a to 50 ot/s. Bez otáčení jsou póry velké a neuspořádané a s přibývajícím rychlostí otáčení se opět zmenšují a uspořádávají, jako tomu bylo u narůstající frekvence vibrací. Mezi rychlostmi 20 ot/s a 50ot/s nebyly zaznamenány žádné rozdíly.

Jako ideální podmínky pro přípravu porézního povrchu PS se jeví aplikace 300 μ l směsi THF s vodou po dobu 6s a době zasychání 60s při rychlosti otáčení spinneru 20ot/s a frekvenci vibrací 2500 Hz. Póry jsou v tomto případě krásně symetrické a jasně ohraničené. Fázová separace při aplikaci směsných rozpouštědel na rotující polystyrenový povrch umožňuje tvorbu porézních struktur. Snahou v této práci bylo přinést další mechanický prvek v této technologii umožňující vytvářet nové povrchové topografie, které by obsahovaly například jiné typy pórů nebo se jevíly více homogenní, než lze pozorovat při použití původní metody. Z tohoto pohledu lze konstatovat, že se podařilo nalézt určité frekvence vibrací, které přispěly ke vzniku nových a zatím nepopsaných strukturovaných povrchů polystyrenu.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] TANAKA, Hajime. Formation of Network and Cellular Structures by Viscoelastic Phase Separation. *Advanced Materials*. 2009, **21**(18), 1872-1880. DOI: 10.1002/adma.200802763. ISSN 09359648. Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1002/adma.200802763>
- [2] TANAKA, Hajime. Unusual phase separation in a polymer solution caused by asymmetric molecular dynamics. *Physical Review Letters*. 1993, **71**(19), 3158-3161. DOI: 10.1103/PhysRevLett.71.3158. ISSN 0031-9007. Dostupné také z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.71.3158>
- [3] TANAKA, Hajime. Viscoelastic phase separation. *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2000, **12**(15), 207-264. DOI: 10.1088/0953-8984/12/15/201. ISSN 0953-8984. Dostupné také z: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0953-8984/12/15/201>
- [4] DOI, Masao a Akira ONUKI. Dynamic coupling between stress and composition in polymer solutions and blends. *Journal de Physique II*. 1992, **2**(8), 1631-1656. DOI: 10.1051/jp2:1992225. ISSN 1155-4312. Dostupné také z: <http://www.edpsciences.org/10.1051/jp2:1992225>
- [5] MUÑOZ-BONILLA, Alexandra, Marta FERNÁNDEZ-GARCÍA a Juan RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ. Towards hierarchically ordered functional porous polymeric surfaces prepared by the breath figures approach. *Progress in Polymer Science*. 2014, **39**(3), 510-554. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2013.08.006. ISSN 00796700. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079670013001032>
- [6] WRZECIONKO, Erik, Antonín MINAŘÍK, Petr SMOLKA et al. *Variations of Polymer Porous Surface Structures via the Time-Sequenced Dosing of Mixed Solvents*. 2017, **9**(7), 6472-6481. DOI: 10.1021/acsami.6b15774. ISSN 1944-8244.
- [7] FLEMMING, R.G., C.J. MURPHY, G.A. ABRAMS, S.L. GOODMAN a P.F. NEALEY. Effects of synthetic micro- and nano-structured surfaces on cell behavior. *Biomaterials*. 1999, **20**(6), 573-588. DOI: 10.1016/S0142-9612(98)00209-9. ISSN 01429612. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142961298002099>
- [8] MARTÍNEZ-CAMPOS, Enrique, Tamara ELZEIN, Alice BEJJANI, Maria Jesús GARCÍA-GRANDA, Ana SANTOS-COQUILLAT, Viviana RAMOS, Alexandra MUÑOZ-BONILLA a Juan RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ. *Toward Cell Selective Surfaces: Cell Adhesion and Proliferation on Breath Figures with Antifouling Surface Chemistry*. 2016, **8**(10), 6344-6353. DOI: 10.1021/acsami.5b12832. ISSN 1944-8244. Dostupné také z: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsami.5b12832>
- [9] KOPECKÝ, D. *Spin Coating*. VŠCHT Praha, 2014.
- [10] HELLSTROM, S.L. *Basic Models of Spin Coating*. Editor, 2007, ().
- [11] NOVÝ, Richard. *Hluk a chvění*. Vyd. 2. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2000. ISBN 80-01-02246-3.
- [12] BROCH, J.T. *Mechanical Vibration and Shock Measurements*. Naerum, 1984.
- [13] MIŠUN, Vojtěch. *Vibrace a hluk*. Vyd. 2., V Akademickém nakl. CERM 1. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2005. ISBN 80-214-3060-5.

- [14] TOBOLSKY, Arthur V. Vibration and shock in damped mechanical systems. J. C. Snowdon, Wiley, New York, 1968. 473 pp. *Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics*. b.r., **6**(11), 1944-1944. DOI: 10.1002/pol.1968.160061113. ISSN 04492978. Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1002/pol.1968.160061113>
- [15] NEUBERT, H. K. P. A Simple Model Representing Internal Damping in Solid Materials. *Aeronautical Quarterly*. 1963, **14**(2), 187-210. DOI: 10.1017/S0001925900002754. ISSN 0001-9259. Dostupné také z: https://www.cambridge.org/core/product/identifier/S0001925900002754/type/journal_article
- [16] SUN, C.T., S.K. CHATURVEDI a R.F. GIBSON. INTERNAL DAMPING OF SHORT-FIBER REINFORCED POLYMER MATRIX COMPOSITES. *Advances and Trends in Structures and Dynamics*. Elsevier, 1985, , 391-400. DOI: 10.1016/B978-0-08-032789-1.50045-8. ISBN 9780080327891. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080327891500458>
- [17] PAPPAS, D., K.-P. KÄMPER, B. MILLER, H. HOPSTER, D. FOWLER, C. BRUNDLE, A. LUNTZ a Z.-X. SHEN. Spin-dependent electron attenuation by transmission through thin ferromagnetic films. *Physical Review Letters*. 1991, **66**(4), 504-507. DOI: 10.1103/PhysRevLett.66.504. ISSN 0031-9007. Dostupné také z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.66.504>
- [18] SMETANA, Ctirad. *Hluk a vibrace: měření a hodnocení*. Praha: Sdělovací technika, 1998. ISBN 80-901-9362-5.
- [19] FIRESTONE, F. A. The Mobility Method of Computing the Vibration of Linear Mechanical and Acoustical Systems: Mechanical-Electrical Analogies. *Journal of Applied Physics*. 1938, **9**(6), 373-387. DOI: 10.1063/1.1710432. ISSN 0021-8979. Dostupné také z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1710432>
- [20] BAILEY, David H. a Paul N. SWARZTRAUBER. The Fractional Fourier Transform and Applications. *SIAM Review*. 1991, **33**(3), 389-404. DOI: 10.1137/1033097. ISSN 0036-1445. Dostupné také z: <http://epubs.siam.org/doi/10.1137/1033097>
- [21] IRVINE, Tom. *The half power bandwidth method for damping calculation*. 2005.
- [22] SULZER, Philipp, Sylwia PTASINSKA, Fabio ZAPPA et al. Dissociative electron attachment to furan, tetrahydrofuran, and fructose. *The Journal of Chemical Physics*. 2006, **125**(4). DOI: 10.1063/1.2222370. ISSN 0021-9606. Dostupné také z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.2222370>
- [23] KORTH, Hans-Gert. Does Tetrahydrofuran (THF) Behave like a Solvent or a Reactant in the Photolysis of Thionyl Chloride (Cl₂SO) in Cyclohexane? A Transient Infrared Difference Study". *The Journal of Physical Chemistry A*. 2019, **123**(36), 7892-7894. DOI: 10.1021/acs.jpca.9b06260. ISSN 1089-5639. Dostupné také z: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acs.jpca.9b06260>
- [24] OUTER, Paul, Clide I. CARR a Bruno H. ZIMM. Light Scattering Investigation of the Structure of Polystyrene. *The Journal of Chemical Physics*. 1950, **18**(6), 830-839. DOI: 10.1063/1.1747783. ISSN 0021-9606. Dostupné také z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1747783>
- [25] Scanning and transmission electron microscopy: an introduction. *Choice Reviews Online*. 1994, **31**(08), 31-4353-31-4353. DOI: 10.5860/CHOICE.31-4353. ISSN 0009-4978. Dostupné také z: <http://choicereviews.org/review/10.5860/CHOICE.31-4353>

- [26] M, Ranuša, Gallo J, Hobza M a Vrbka M. *Wear and Roughness of Bearing Surface in Retrieved Polyethylene Bicon-Plus Cups*. Ústav konstruování, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně, 2017.
- [27] HINER, Mark C., Curtis T. RUEDEN a Kevin W. ELICEIRI. ImageJ-MATLAB: a bidirectional framework for scientific image analysis interoperability. *Bioinformatics*. b.r. DOI: 10.1093/bioinformatics/btw681. ISSN 1367-4803. Dostupné také z: <https://academic.oup.com/bioinformatics/article-lookup/doi/10.1093/bioinformatics/btw681>
- [28] NEČAS, David a Petr KLAPETEK. Gwyddion: an open-source software for SPM data analysis. *Open Physics*. 2012, **10**(1). DOI: 10.2478/s11534-011-0096-2. ISSN 2391-5471. Dostupné také z: <http://www.degruyter.com/view/j/phys.2012.10.issue-1/s11534-011-0096-2/s11534-011-0096-2.xml>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

THF – Tetrahydrofuran

FS – Fázová separace

VPS – Viskoelastická fázová separace

BF – Breath Figure

PS – Polystyren

ETOH – 2-ethoxyethanol

PVC – Polyvinylchlorid

SEM – Skenovací elektronová mikroskopie

SE – Detekce sekundárních elektronů

BSE – Detekce zpětně odražených elektronů

AFM – Mikroskopie atomárních sil

STM – Řádkovací tunelový mikroskop

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. č. 1: Viskoelastická fázová separace (VPS) s vyznačením hnacích mechanismů a její princip [1]</i>	13
<i>Obr. č. 2: Vznik organizovaných porézních povrchů metodou „Breath Figures“ [5]</i>	15
<i>Obr. č. 3: Fázová separace vyvolaná působením směsi rozpouštědel [6]</i>	16
<i>Obr. č. 4: Povrchy připravené časově sekventovanou fázovou separací, vyvolanou působením směsi rozpouštědel [6]</i>	18
<i>Obr. č. 5: Popis technologie spin-coating [10]</i>	19
<i>Obr. č. 6: Posun, rychlost a zrychlení v závislosti na čase pro jednoduchý harmonický pohyb [11]</i>	21
<i>Obr. č. 7: Tlumený kmitavý pohyb [13]</i>	22
<i>Obr. č. 8: Schéma kmitavé soustavy [18]</i>	26
<i>Obr. č. 9: Příklady modelů s jedním stupněm volnosti:</i>	27
<i>Obr. č. 10: Ilustrace pojmů zahrnutých do superpozice časové domény [12]</i>	30
<i>Obr. č. 11: Příklad rezonanční křivky s indikací polovičního výkonu [12]</i>	32
<i>Obr. č. 12: Příklady komplexních funkcí frekvenční odezvy:</i>	33
<i>Obr. č. 13: Příklad systému s více stupni volnosti a jeho funkce frekvenční odezvy [12] ...</i>	34
<i>Obr. č. 14: Struktura THF [22]</i>	35
<i>Obr. č. 15: Struktura PS [24]</i>	36
<i>Obr. č. 16: SEM značky Phenon Pro</i>	38
<i>Obr. č. 17: Princip elektronového mikroskopu</i>	38
<i>Obr. č. 18: Shéma principu optické profilometrie [26]</i>	39
<i>Obr. č. 19: Vzorky a jejich uchycení do čelistí pro měření a následné vystřížení pro analýzu v elektronovém mikroskopu</i>	41
<i>Obr. č. 20: Vystřížený vzorek PS, který byl připraven při 2000 Hz a rychlosti otáčení 20 ot/s v množství 300 μl (průměr 32 mm)</i>	41
<i>Obr. č. 21: Náčrt snímané plochy elektronovým mikroskopem a místa aplikace směsi rozpouštědel na polystyrenovou misku</i>	42
<i>Obr. č. 22: Připravený vzorek při rychlosti otáčení 20 ot/s při 1500, 2000 a 2500 Hz</i>	44
<i>Obr. č. 23: Porovnání vzorků PS, na který byla aplikována směs rozpouštědel v množství 300 μl při vibraci spinneru 1000 Hz při různých rychlostech otáčení</i>	45
<i>Obr. č. 24: Porovnání vzorků PS, na které byla aplikována směs rozpouštědel v množství 300 μl a rychlosti otáčení 20 ot/s při různých vibracích</i>	47
<i>Obr. č. 25: Měřicí aparatura a rozhraní programu B&K LabShop</i>	49
<i>Obr. č. 26: Pracovní prostředí programu ImageJ [27]</i>	50
<i>Obr. č. 27: Pracovní prostředí programu Gwyddion [28]</i>	51

SEZNAM TABULEK

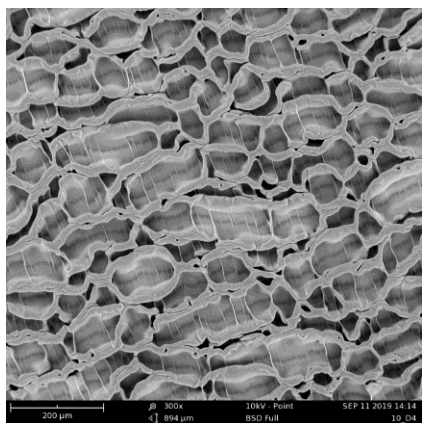
<i>Tab. č. 1: Vlastnosti THF [22]</i>	35
<i>Tab. č. 2: Vlastnosti PS [24]</i>	36
<i>Tab. č. 3: Podmínky pro přípravu porézního materiálu</i>	43

SEZNAM PŘÍLOH

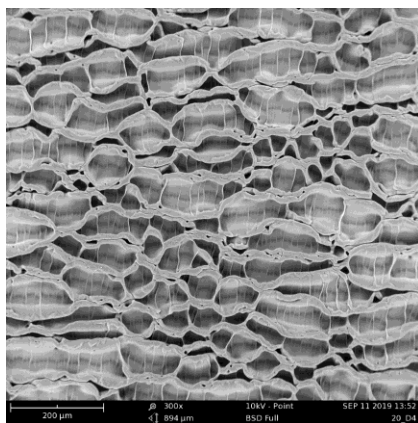
Příloha P I: Porovnání všech snímků vzorků z elektronového mikroskopu při jednom proměnném parametru

PŘÍLOHA P I: POROVNÁNÍ VŠECH SNÍMKŮ VZORKŮ Z ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU PŘI JEDNOM PROMĚNNÉM PARAMETRU

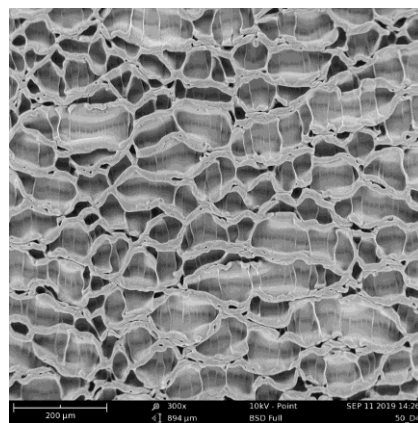
Porovnání vzorků při stejné rychlosti otáčení (20ot/s) a různými frekvencemi
Aplikace 300 μ l roztoku, Zvětšení 300x



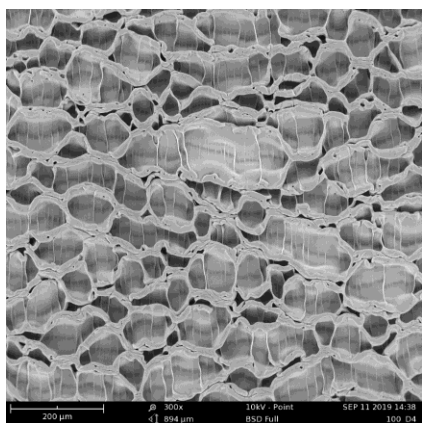
10 Hz



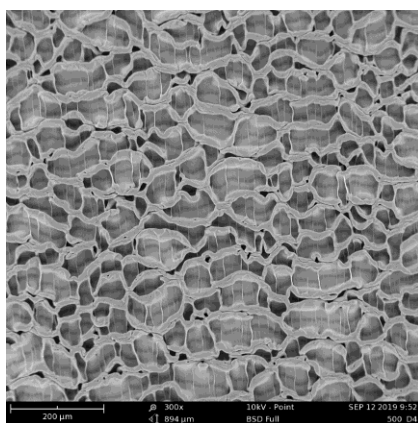
20 Hz



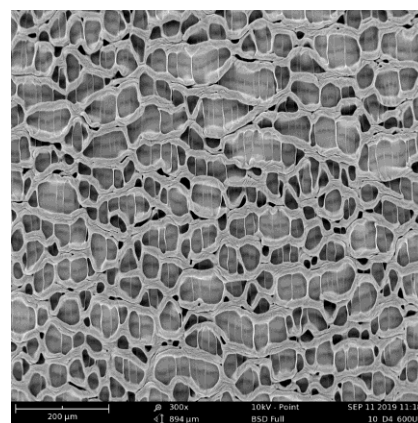
50 Hz



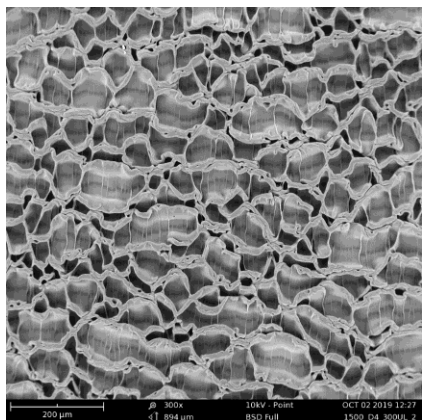
100 Hz



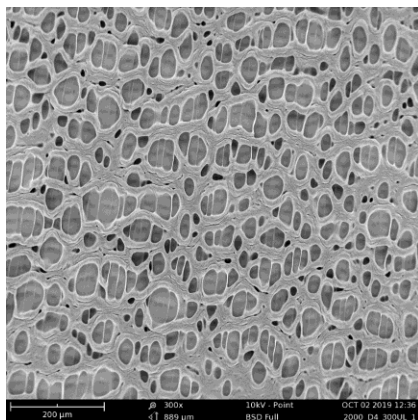
500 Hz



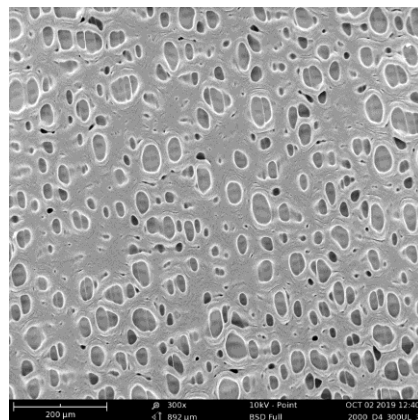
1000 Hz



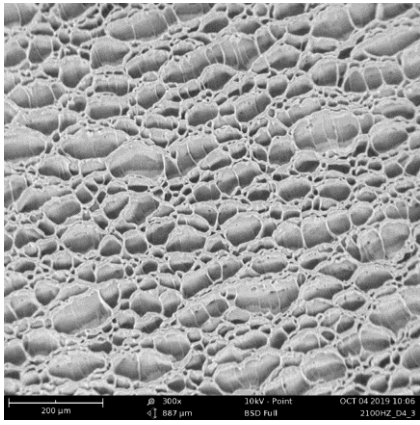
1500 Hz



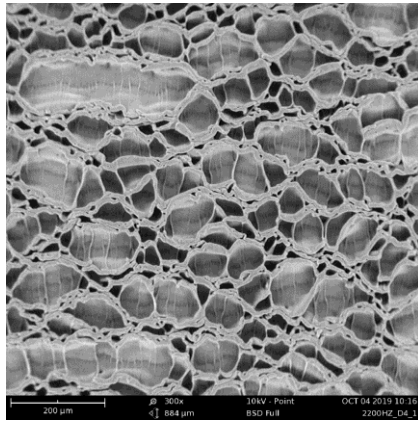
2000 Hz



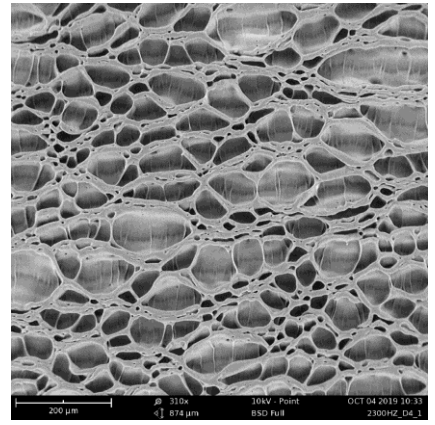
2000 Hz



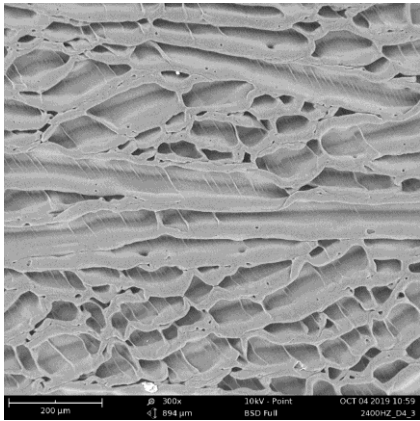
2100 Hz



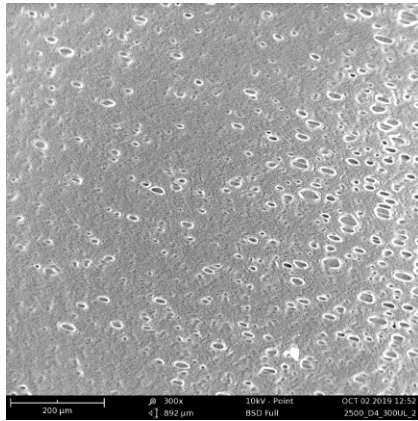
2200 Hz



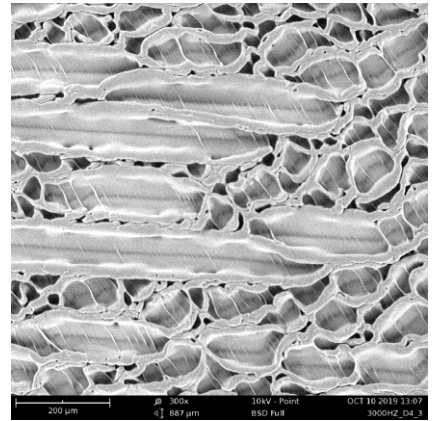
2300 Hz



2400 Hz

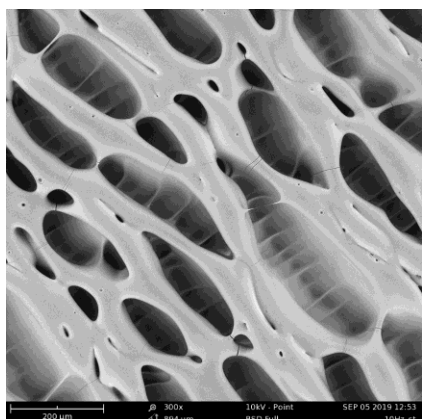


2500 Hz

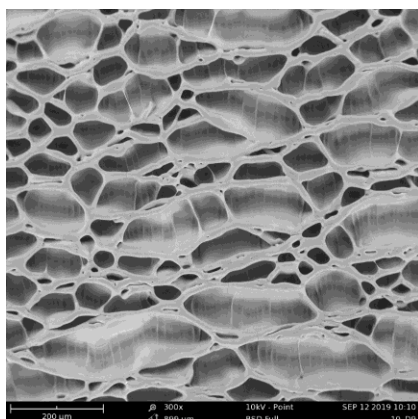


3000 Hz

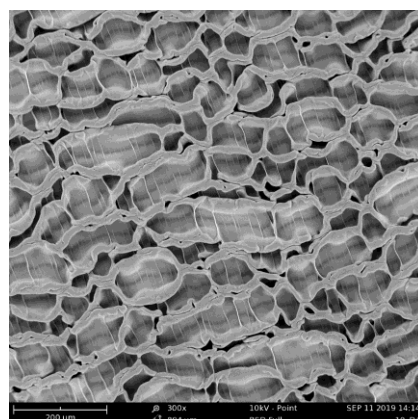
Stejné frekvence při různých rychlostech otáčení, Aplikace 300 μ l roztoku, zvětšení 300



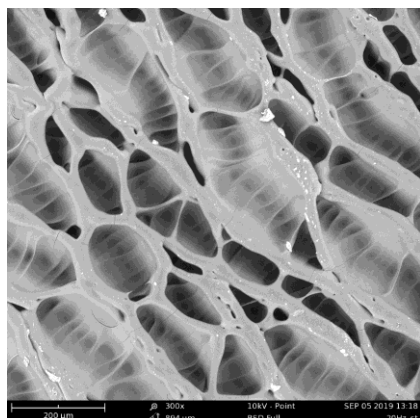
10 Hz, statické



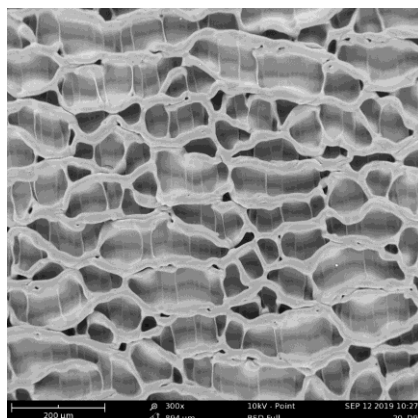
10 Hz, D9 (90t/s)



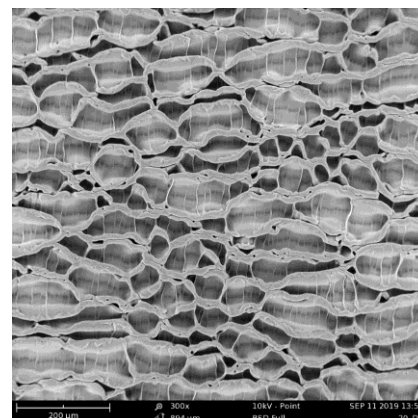
10Hz, D4 (200t/s)



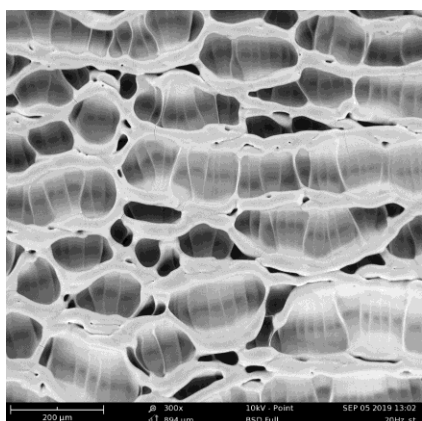
20 Hz, statické



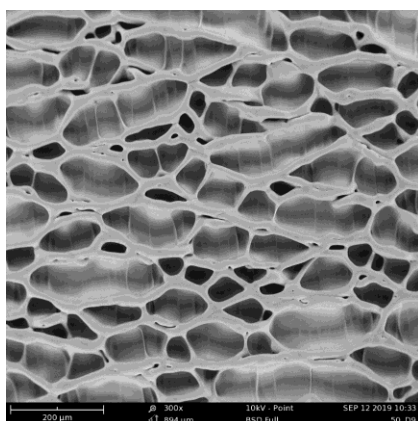
20 Hz, D9 (90t/s)



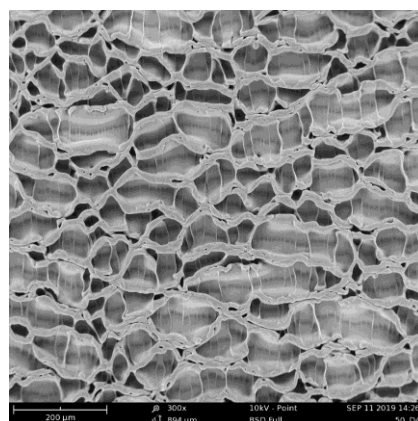
20 Hz, D4 (200t/s)



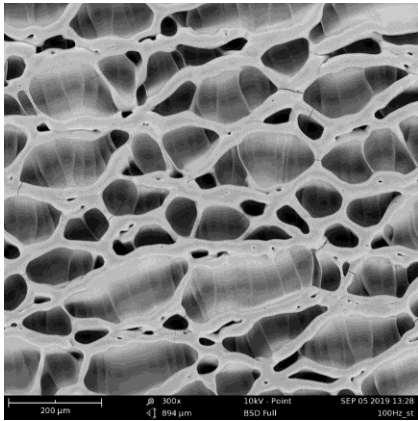
50Hz, statické



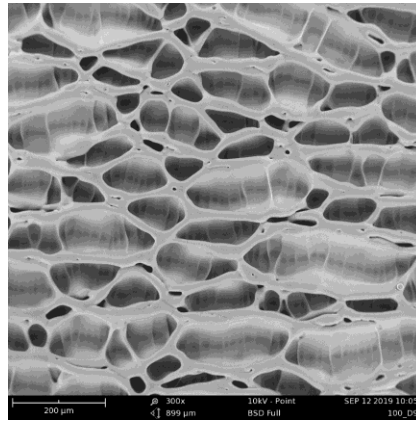
50 Hz, D9 (90t/s)



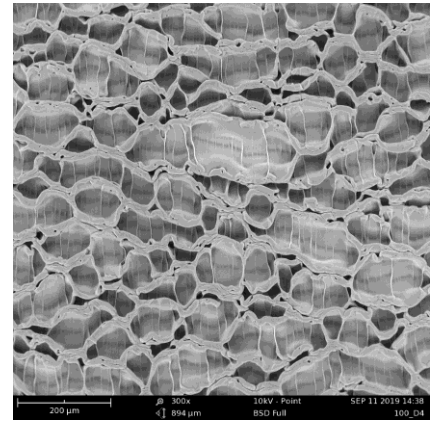
50 Hz, D4 (200t/s)



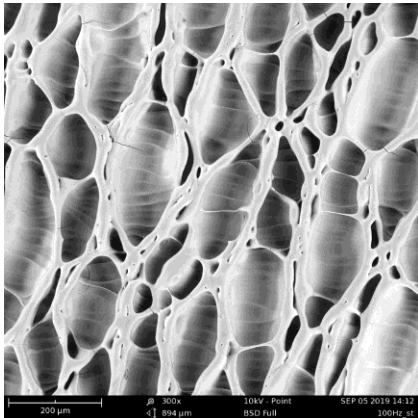
100 Hz, statické



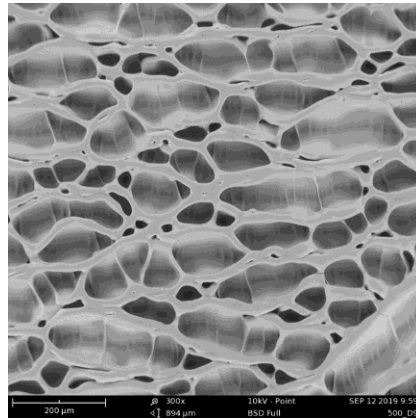
100Hz, D9 (9ot/s)



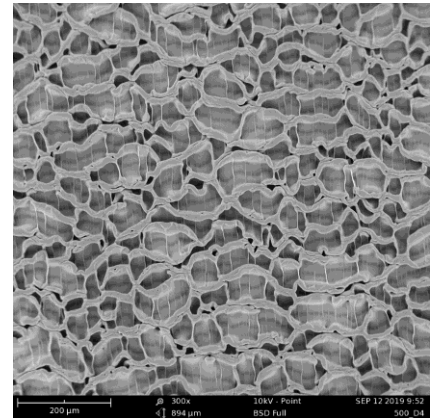
100Hz, D4 (20ot/s)



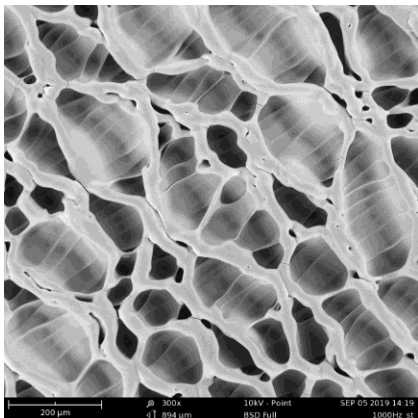
500 Hz, statické



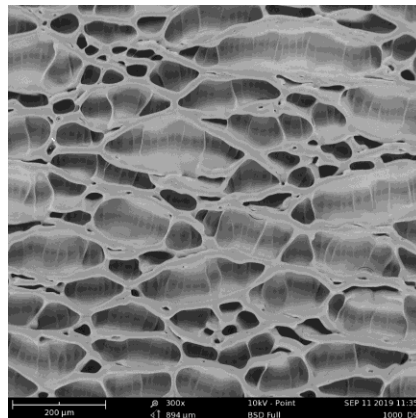
500 Hz, D9 (9ot/s)



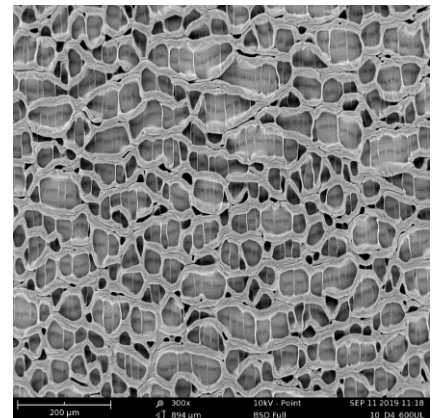
500 Hz, D4 (20ot/s)



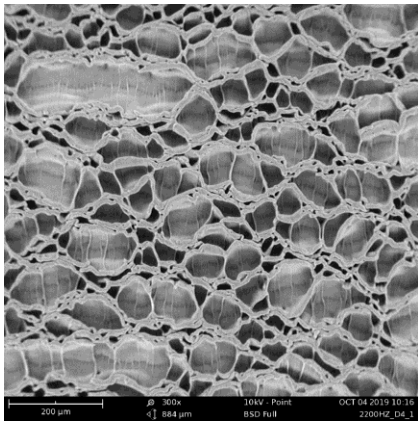
1000 Hz, statické



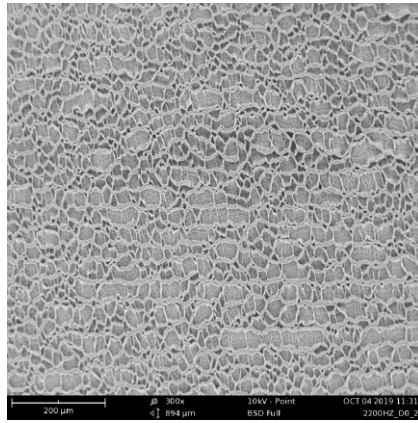
1000 Hz, D9 (9ot/s)



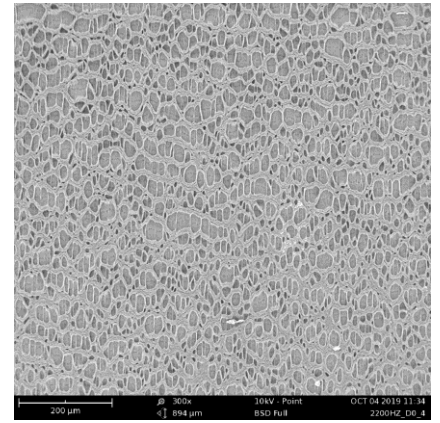
1000 Hz, D4 (20ot/s)



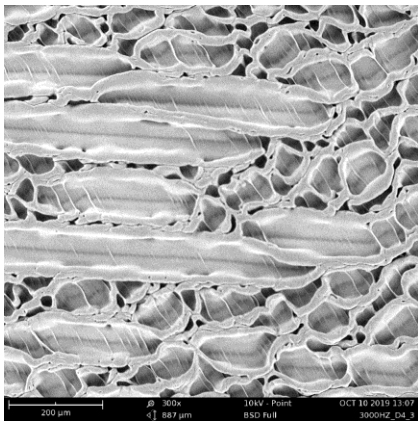
2200 Hz, D4 (20ot/s)



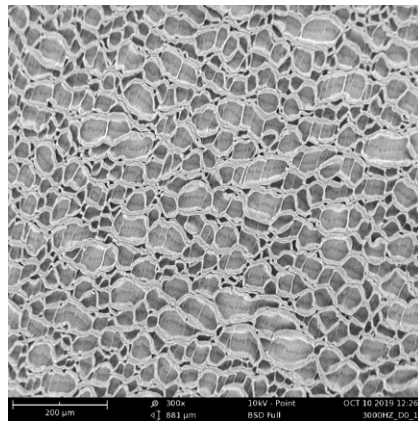
2200 Hz, D0 (50ot/s)



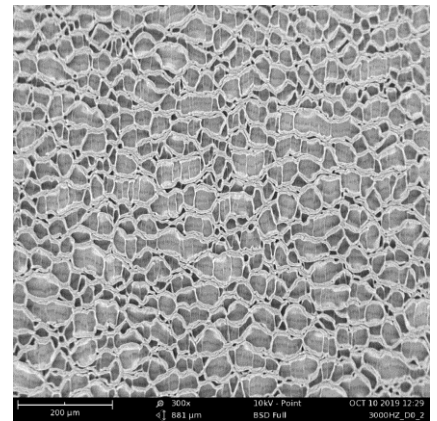
2200 Hz, D0(50ot/s)



3000 Hz, D4 (20ot/s)

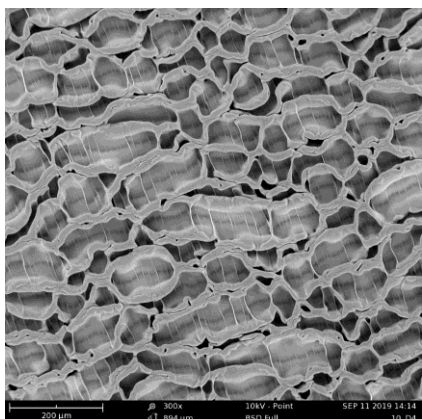


3000 Hz, D0 (50ot/s)

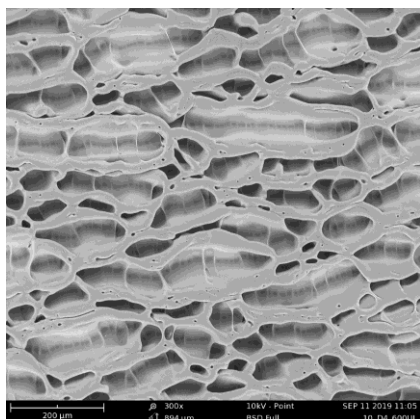


3000 Hz, D0 (50ot/s)

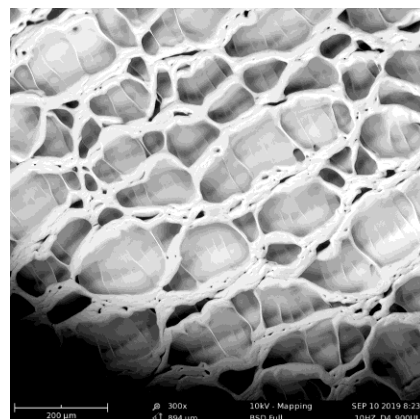
Změna množství aplikovaného roztoku, při D4 20ot/s, zvětšení 300x



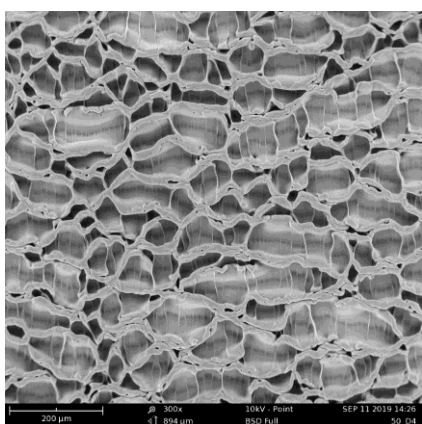
10 Hz, 300µl



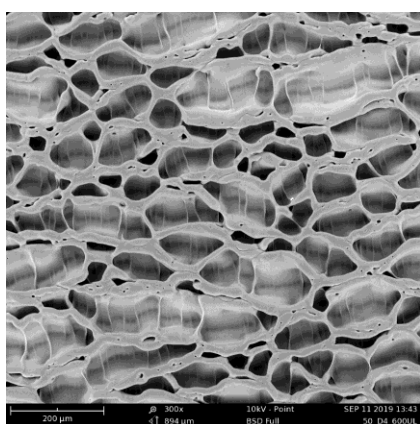
10 Hz, 600µl



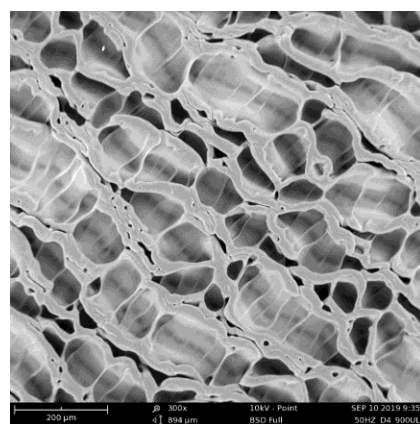
10 Hz, 900µl



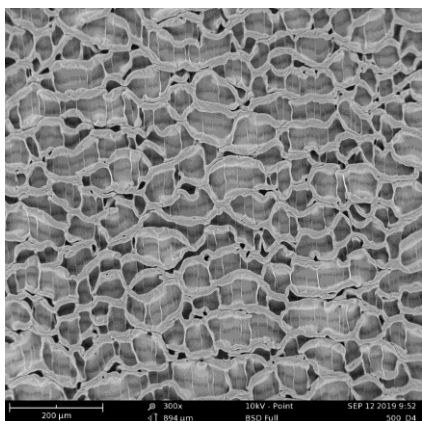
50 Hz, 300µl



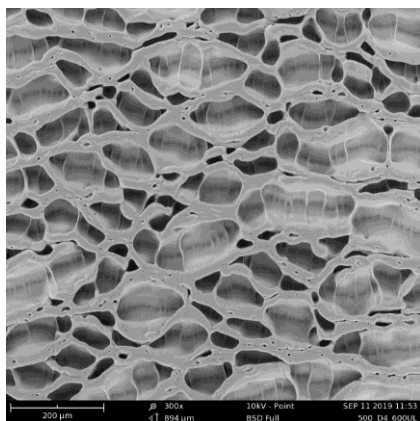
50 Hz, 600µl



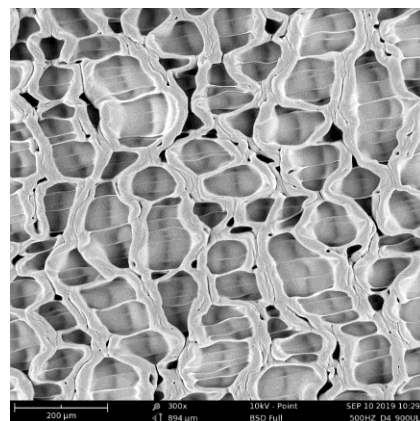
50 Hz, 900µl



500 Hz, 300µl



500 Hz, 600µl



500 Hz, 900µl