

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



**PŘÍPRAVA A TESTOVÁNÍ VZORKŮ KOMPOZITU
S RECYKLOVANÝMI UHLÍKOVÝMI VLÁKNY**

Autor: Martin Maštera

Studijní program: Výroba a ekonomika ve strojírenství

Vedoucí práce: Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D.

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Maštera** Jméno: **Martin** Osobní číslo: **492401**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Příprava a testování vzorků kompozitu s recyklovanými uhlíkovými vlákny

Název bakalářské práce anglicky:

Preparation and testing of composite samples with recycled carbon fibres

Pokyny pro vypracování:

Cílem práce je připravit a otestovat vzorky kompozitního materiálu na bázi termoplastické matrice z polyetylenu a recyklovaných uhlíkových vláken.

1. Rešerše se zaměřením na přípravu kompozitních materiálů s termoplastickou matricí (zejména z PE).
2. Příprava vzorků s polyetylenovou matricí a recyklovanými uhlíkovými vlákny.
3. Vybraným způsobem charakterizování vzorků.
4. Vyhodnocení naměřených dat.
5. Závěr.

Seznam doporučené literatury:

- [1] MEISSNER, Bohumil a Václav ZILVAR. Fyzika polymerů: Struktura a vlastnosti polymerních materiálů. 1. vyd. Praha: SNTL, 1987. 306 s.
- [2] EHRENSTEIN, Gottfried W. Polymerní kompozitní materiály. V ČR 1. vyd. Praha: Scientia, 2009. 351 s. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [3] Čech, R. Příprava kompozitních vzorků s polymerní matricí. Praha 2021. Bakalářská práce ČVUT v Praze.
- [4] POLÁK, O. Polymerní kompozity s vláknovou a tkaninovou výztuží. Praha 2021. Diplomová práce ČVUT v Praze.
- [5] Odborné články – vyhledání je součástí bakalářské práce.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D. ústav materiálového inženýrství FS

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

Datum zadání bakalářské práce: **30.03.2022**

Termín odevzdání bakalářské práce: **31.07.2022**

Platnost zadání bakalářské práce: _____

Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat vedoucí své bakalářské práce Ing. Zdeňce Jeníkové, Ph.D. za její ochotu, cenné rady a odborné znalosti, které mi při vzniku této studie předávala.

Dále bych chtěl poděkovat všem, kteří mě při psaní této studie podporovali a kteří se na jejím vzniku podíleli.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně a použil jsem literárních pramenů a informací, které uvádím v seznamu použité literatury a zdrojů informací. Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla dle § 60 Zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne:

.....

podpis

Abstrakt

Bakalářská práce pojednává o problematice kompozitních materiálů s polymerní termoplastickou matricí. V teoretické části porovnává výhody a nevýhody použití termoplastických matric s dnes převážně používanými reaktoplastickými matricemi. Experimentální část pojednává o přípravě kompozitních vzorků s polyethylenovou matricí a dvěma druhy výztuže, upravená a neupravená dlouhá uhlíková vlákna. Připravené kompozitní vzorky byly podrobeny zkoušce tahem pro stanovení meze pevnosti v tahu.

Klíčová slova

termoplastický kompozit, uhlíkové vlákno, polyethylen

Abstract

The Bachelor's thesis deals with the issue of composite materials with a thermoplastic matrix. It compares their advantages and disadvantages with the nowadays most used composites with a thermosetting matrix. Experimental part deals with the preparation of composite samples with polyethylene matrix and two different reinforcements, modified carbon fibres and unmodified carbon fibres. Composite samples were tested by tensile test and their strength limit was evaluated.

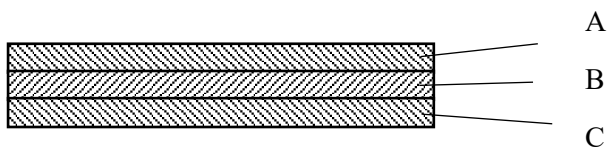
Keywords

thermoplastic composite, carbon fibre, polyethylene

Seznam použitých zkratek a symbolů

PE – HD	Vysokohustotní polyethylen
PE – LD	Nízkohustotní polyethylen
T_g	Teplota skelného přechodu
T_t	Teplota tání
T_k	Teplota krystalizace
UV	Ultrafialové záření
IR	Infračervené záření
H	Entalpie
σ_m	Mez pevnosti v tahu
DSC	Diferenční snímací kalorimetrie
MFI	Index toku taveniny
PAN	Polyakrylonitril

System označování kompozitních fólií A + B + C



Označení	Význam
ZS	Dowlex 2629.10UE – Polyethylen v základním stavu
M	ICO 3560 BLUE 181214_651 - Plazmově upravený polyethylen
ITT 70	RXP 1001 Natural – Polyethylen s nižší hodnotou ITT
CF6	Neseparovaná 6 mm dlouhá uhlíková vlákna
U	Kompozitní směs připravena v UV čističce
MCF6	M s neseparovanými uhlíkovými vlákny

UZSCF6	PE-LD v základním stavu s 6mm vlákny připravená v UV čističce
--------	--

Seznam příloh

Příloha 1: Data sheet RXP NATURAL (LD/70/600 μ)

Příloha 2: Vlastnosti použitých uhlíkových vláken

Příloha 3: Data sheet DOWLEX 2629.10UE

Obsah

Úvod.....	9
Teoretická část	11
1 Kompozitní materiály	13
2 Rozdělení kompozitních materiálů	14
2.1 Vrstvené kompozity	14
2.2 Kompozity s vyztužujícími vlákny	14
3 Matrice	15
3.1 Termoplastické matrice	16
3.2 Reaktoplastické matrice.....	16
4 Vyztužující vlákna	17
4.1 Skleněná vlákna.....	17
4.2 Aramidová vlákna.....	18
4.3 Uhlíková vlákna	19
4.4 Přírodní vlákna	20
5 Adhezní síly na mezifázovém rozhraní.....	22
5.1 Mechanické vazby.....	22
5.2 Chemické vazby.....	23
5.3 Fyzikální vazby.....	24
6 Technologie výroby kompozitů s termoplastickou matricí.....	25
6.1 Výroba kompozitů z prepregů.....	25
6.2 Konsolidace termoplastů	26
6.3 Lisování materiálu mezi deskami	27
6.4 Lisování mezi pásy.....	27
6.5 Kladení „in-situ“	28
6.6 Termoforming	28
6.7 Tváření membránou.....	29
7 Popis předešlých experimentů přípravy kompozitních vzorků	31

8	Návrh a provedení experimentu	32
8.1	Použité stroje a zařízení	33
8.2	Charakteristika použitých materiálů	34
8.3	Charakteristika použitých matric kompozitu pomocí DSC.....	36
8.3.1	Metoda diferenční snímací kalorimetrie.....	36
8.3.2	Výsledky měření DSC.....	37
8.4	Charakterizace použité výztuže.....	39
8.4.1	Uhlíková vlákna	40
8.4.2	Dlouhá uhlíková vlákna	40
8.5	Materiálové zkoušky a charakterizace kompozitních vzorků.....	41
9	Příprava vzorků	43
9.1	Příprava vzorků z neplněné matrice.....	43
9.2	Příprava vzorků s uhlíkovou výztuží	44
10	Výsledky ze zkoušky tahem.....	45
10.1	Pevnost neplněných matric.....	45
10.2	Pevnost vzorků s uhlíkovou výztuží.....	45
11	Vyhodnocení kompozitních vzorků polarizačním mikroskopem	49
11.1	Příprava preparátů	50
11.2	Mikroskopické hodnocení kompozitních vzorků	50
11.2.1	Vzorky s neseparovanými uhlíkovými vlákny.....	50
11.2.2	Kompozitní vzorky připravené smícháním v ultrazvukové čističce.....	51
12	Diskuse	53
13	Závěr.....	55
14	Bibliografie	56

Úvod

Výzkum nových materiálů se v dnešní době orientuje převážně na vysokopevnostní materiály s dodržením nízké hmotnosti. Jedny z materiálů, které tyto požadavky bezesporu splňují, jsou kompozitní materiály s polymerní termoplastickou matricí. Vzniká proto celá řada výzkumů orientovaných na zvyšování mechanických a fyzikálních vlastností výsledného kompozitu. Důležitou součástí takových výzkumů je alespoň částečná recyklovatelnost materiálu. V případě použití reaktoplastických matric pro výrobu kompozitu je recyklovatelnost velice obtížná a mnohdy neproveditelná. Současný výzkum kompozitů s termoplastickou matricí je na dobré cestě k dosažení alespoň takových mechanických a fyzikálních vlastností jako mají kompozity s reaktoplastickou matricí s tím rozdílem, že výsledný materiál bude možné alespoň částečně recyklovat.

Tato bakalářská práce se zaměřuje na přípravu kompozitních vzorků s polymerní termoplastickou matricí a recyklovanými uhlíkovými vlákny. Teoretická část definuje a přibližuje problematiku kompozitních materiálů a primární i sekundární fázi. Dále jsou uvedeny druhy běžně používaných matric s přihlédnutím k hlavním rozdílům mezi termoplastickými a reaktoplastickými matricemi. Práce se zabývá definicí polyethylenu jakožto polymeru používaného v bakalářské práci jako matrice při přípravě kompozitních.

V další části jsou uvedeny druhy nejpoužívanějších vyztužujících vláken a jejich vzájemné porovnání. Nejvíce je v této části věnováno popisu uhlíkových vláken jako stěžejní vyztuže pro experimentální část. Jedním z nejdůležitějších aspektů kompozitů jsou reakce na mezifázovém rozhraní matrice-vyztuž, zejména adheze a smáčivost fází. Další část je proto věnována reakcím, které zde působí, a možnostmi, jak požadovanou adhezi a smáčivost zvýšit.

Experimentální část navazuje na závěrečné práce na Ústavu materiálového inženýrství. Nejprve se zaměřuje na analýzu současného výzkumu kompozitů s polymerní termoplastickou matricí, která poslouží k postupu přípravy kompozitních vzorků v experimentální části.

Dalším bodem je příprava kompozitních vzorků, jejichž primární fázi tvoří nízkohustotní polyetylen, který je volen především z důvodu nižší teploty tání, než má polyetylen s vysokou hustotou. Použijeme polyetylen v základním stavu, polyetylen

plazmově upravený a polyethylen s nižším indexem toku taveniny. Jako výztuž použijeme šestimilimetrová uhlíková vlákna, která jsou získána z dříve vyrobených kompozitních dílů. Budeme připravovat kompozitní fólie, které následně upravíme na požadované rozměry a tato zkušební tělesa podrobíme zkoušce tahem. Budeme zjišťovat změnu meze pevnosti oproti neplněným matricím.

Cílem teoretické části této bakalářské práce je seznámení s problematikou kompozitních materiálů s polymerní termoplastickou matricí, vyztužujícími uhlíkovými vlákny a analýza současného výzkumu této oblasti materiálového inženýrství.

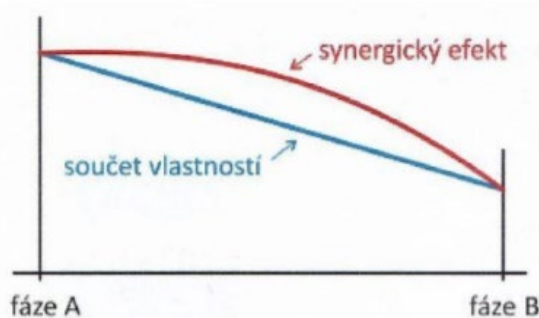
Experimentální část má za cíl připravit kompozitní vzorky a na základě mechanických zkoušek zhodnotit vliv použití dlouhých uhlíkových vláken na mechanické vlastnosti výsledného kompozitu oproti neplněné polymerní matrici.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 Kompozitní materiály

V odborné literatuře najdeme mnoho různých definicí kompozitních materiálů, nejčastěji, že kompozitní materiály jsou heterogenní systémy, které jsou tvořeny alespoň dvěma fázemi, jež se vzájemně neslučují a ani nijak nerozpouští. To znamená, že pomocí mikroskopu lze vidět hranice mezi jednotlivými fázemi. Tyto fáze mají různé chemické složení a liší se od sebe fyzikálními a mechanickými vlastnostmi. Sestává se z minimálně dvou složek. Primární fáze, spojitá, se nazývá matrice a slouží jako pojivo v kompozitu. Sekundární fázi označujeme jako výztuž. Ta může být tvořena např. vyztužujícími vlákny a je nespojitá (diskontinuální). Abychom mohli nějaký vícefázový materiál nazývat kompozitem, musí mít podíl sekundární fáze alespoň 5 %.

Kompozitní materiály vykazují tzv. synergický efekt. Ten zapříčiňuje, že vynikají dobré vlastnosti jednotlivých fází, zatímco negativní vlastnosti jsou potlačovány. Kompozity díky tomu mají své unikátní vlastnosti, které se využívají v řadě technických aplikací. Nejvyšší využití nachází zejména v leteckém průmyslu, strojírenském průmyslu a v neposlední řadě v lékařství. Princip synergického efektu je znázorněn na obr. 1. [1,2,3]



Obr. 1 Princip synergického efektu (převzato z [1])

Matrice kompozitu má v porovnání s výztuží nižší pevnost, je plastičtější a více houževnatá. Výztuž má podstatně vyšší modul pružnosti E [GPa]. Pro docílení co nejlepších materiálových vlastností kompozitního materiálu je potřeba vytvořit ideální kombinaci matrice a zpevňující fáze. Vhodná kombinace zabrání reakcím na fázovém rozhraní, jež jsou nežádoucí. V kompozitech lze výztuž kombinovat co do materiálu, geometrie i uspořádání, a tím dosáhnout požadovaných vlastností v různých směrech dle nároků při zatěžování nebo použití. [4, 5, 6]

2 Rozdělení kompozitních materiálů

Kompozitní materiály je možné dělit z různých hledisek.

2.1 Vrstvené kompozity

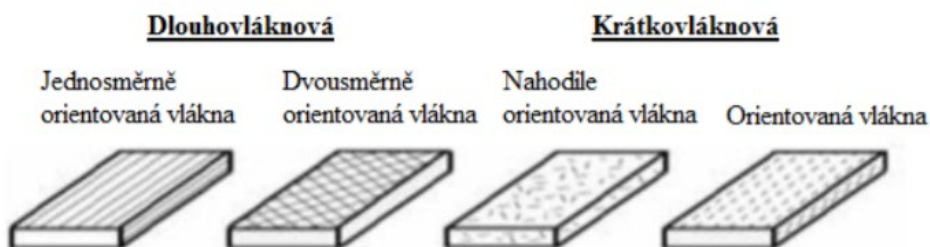
Vrstvené kompozity jsou materiály složené alespoň dvěma vrstvami, které mají odlišné vlastnosti. Pokud jsou správně navrženy, zlepšují odolnost proti korozi se současným zachováním poměrně nízké ceny výrobku. Zároveň je zachována vysoká pevnost a nízká hmotnost, což jsou při volbě materiálu důležitá kritéria. Jsou používány v aplikacích, kde je kladen důraz na odolnost proti opotřebení, zejména abrazi. [5]

2.2 Kompozity s vyztužujícími vlákny

Pro dosažení požadovaných materiálových vlastností, zejména tuhosti a pevnosti, kompozitu, je nezbytné správně zvolit typ vlákna a také jeho objemový podíl φ_V . Vlákna používaná v kompozitních materiálech se rozdělují podle délky na:

- krátká vlákna – délka vláken v rozmezí 0,1 až 5 mm [6],
- dlouhá vlákna – kompozity v případě použití dlouhých vláken vykazují přínosnější mechanické vlastnosti. Délka dlouhých vláken je v rozmezí od 5 mm do 15 mm [6],
- nekonečná vlákna – přítomnost nekonečných vláken u kompozitu vykazuje nárůst anizotropního chování.

Použití dlouhých a krátkých vláken v kompozitu a jejich orientace je znázorněno na Obr. 2.



Obr. 2 Dlouhovláknové a krátkovláknové kompozity (převzato z [7])

3 Matrice

Matrice je primární spojitou fází kompozitního materiálu a slouží jako pojivo pro výztuž. Hlavními úkoly matrice jsou:

- přenášení namáhání,
- převádění namáhání z jednoho vlákna na druhé,
- zajišťování tvarové stálosti výrobku a také geometrické polohy vláken,
- ochrana vláken před vnějšími vlivy. [2, 5]

Pro dosažení co největší výsledné kvality kompozitního materiálu, je potřeba zajistit dostatečnou adhezi na rozhraní fází matrice-vlákno. Matrice vlákennou výztuž plně smáčí, jestliže má vhodnou viskozitu a dostatečné povrchové napětí. Níže je uveden přehled nejpoužívanějších matric pro přípravu kompozitních materiálů:

- kovové matrice,
- keramické matrice,
- skleněné matrice,
- sklokeramické matrice,
- polymerní matrice. [2]

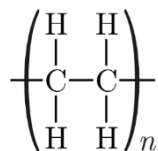
Experimentální část je zaměřena na přípravu vzorku z polymerní matrice, proto se práce dále věnuje primárně těmito matricemi. Matrice chrání před mechanickým poškozením a určuje jeho orientaci. Pokud se zkombinuje správně polymerní matrice s vláknovou výztuží, vznikne kompozit, který vykazuje vysokou houževnatost, vysoký modul pružnosti a pevnost. Další důležitou úlohou matrice je ochrana vlákna proti vnějšímu působení, především oxidaci a korozi. Polymerní matrice můžeme rozdělit do dvou skupin:

- termoplastické matrice,
- reaktoplastické matrice. [2, 4, 8]

3.1 Termoplastické matrice

Termoplasty jsou polymery složené z makromolekul dlouhých řetězců. Působením tepla termoplasty přechází z tuhé fáze do kapalné a při následném ochlazení přecházejí vratně do původního stavu. Díky tomu lze termoplasty opakovaně tepelně zpracovávat (např. recyklovat). Kompozity tvořené termoplastickou maticí vykazují větší houževnatost a chemickou odolnost než kompozity tvořené reaktoplastickou maticí. Dále vykazují vysokou houževnatost a odolnost proti okolnímu prostředí. Kompozity je nutné zpracovávat při vyšších teplotách než reaktoplastické kompozity ovšem při podstatně kratší době zpracování. Ta se pohybuje v desítkách minut až jednotek hodin, kdežto u reaktoplastických kompozitů v desítkách hodin z důvodu dlouhé doby vytvrzování. Tato práce se věnuje kompozitům s polyethylenovou maticí.

V mé práci budu používat polyethylen jako maticí, proto ho budu více charakterizovat. Polyethylen je semi-krystalický termoplast vyráběný polymerací ethylenu vstřikováním do formy. Při polymeraci spolu přímo reagují molekuly monomeru. Tohoto procesu se účastní celá molekula monomeru a při reakci nevzniká vedlejší produkt. Vlastnosti polyethyleny podstatně závisí na molekulové struktuře. Základními dvěma vyráběnými typy jsou polyethylen s vysokou molekulovou hmotností (zn. PE-HD), který má lineární řetězec, a polyethylen s nízkou molekulovou hmotností, který má rozvětvený řetězec (zn. PE-LD). Strukturální vzorec je znázorněn na obr. 3. [9, 10]



Obr. 3 Vzorec polyethyleny

3.2 Reaktoplastické matrice

Reaktoplasty lze jen určitou dobu zpracovávat, protože po zahřátí je tento materiál nenávratně vytvrzený. Na rozdíl od termoplastů je nelze opakovaně recyklovat, protože po zahřátí změní svou vnitřní strukturu tím, že přecházejí z lineárního viskózního stavu do síťovaného. Vytvrzený reaktoplast ztrácí termoplastický charakter. Reaktoplasty lze vytvrzovat speciální metodou, která se nazývá síťování. Síťování je proces vytvrzování reaktoplastů, při němž se v jejich vnitřní struktuře aktivují reaktivní místa, která jsou obsažena po celém řetězci polymeru, a tím se vytvoří vazební reakce mezi sousedními molekulami. Dojde k spojení lineárních nebo částečně rozvětvených řetězců polymeru. [10]

4 Vyztužující vlákna

Sekundární fáze kompozitu může být tvořena vyztužujícími vlákny. V závislosti na tom, jaký typ vlákna se použije při výrobě, vykazuje výsledný kompozitní materiál odpovídající mechanické vlastnosti. Použitá vlákna by měla mít vysokou pevnost a tuhost. V dalších odstavcích jsou uvedeny typy nejčastěji používaných vláken při výrobě kompozitních materiálů včetně jejich mechanických vlastností. [2, 6]

4.1 Skleněná vlákna

Nejčastěji používaná skleněná vlákna pro výrobu kompozitů jsou na bázi bezalkalické skloviny. Taková vykazují výbornou elektrickou izolaci a propustnost pro záření. Označují se jako E-vlákna. Využívají se přibližně pro výrobu 90 % kompozitů se skleněnými vlákny. Dalším typem skleněných vláken z bezalkalické skloviny jsou AR-vlákna, která mají odlišné chemické složení a vykazují vysokou odolnost proti alkáliím, tj. silným organickým bázím s korozními vlastnostmi. Primárně se využívají pro vyztužení betonových kompozitních materiálů ve stavebnictví.

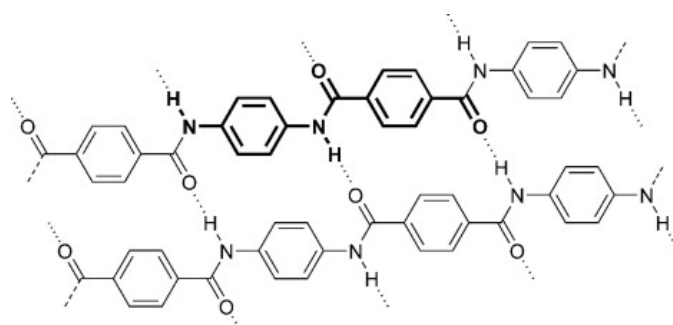
Dalšími typy sklovin, které se pro výrobu kompozitů používají, jsou ECR – sklovina, R – sklovina a bezboritá ECR – sklovina. Vybrané vlastnosti těchto neupravených skleněných vláken jsou obsaženy v Tabulce 1. Upravená vlákna jsou taková, jejichž povrch není oxidován, a tím nedochází ke změnám mechanických vlastností. [2]

Tabulka 1 Složení skloviny a důležité vlastnosti neupravených vláken (převzato z [2])

Sklovina	E	R nebo S	C	ECR	AR
Složení (%)					
SiO ₂	54	60	60 až 65	54 až 62	62
Al ₂ O ₃	14 až 15	25	2 až 6	12 až 13	–
CaO	–	14	14	21	5 až 9
MgO	20 až 24	3	1 až 3	4,5	1 až 4
B ₂ O ₃	6 až 9	< 1	2 až 7	< 0,1	< 0,5
K ₂ O	< 1	< 1	8	0,6	ZrO ₂ : 17
Na ₂ O	–	–	–	–	12 až 15
Vlastnosti					
Hustota (g·cm ⁻³)	2,6	2,53	2,52	2,72	2,68
Mez pevnosti v tahu *) (N·mm ⁻²)	3400	4400	2400	3440	3000
E-modul (N·mm ⁻²)	73000	86000	70000	73000	73000
Poměrné prodloužení při přetržení *) (%)	< 4,8	< 4,6	< 4,8	< 4,8	< 4,4
Součinitel teplotní roztažnosti (K ⁻¹)	5,0·10 ⁻⁶	4,0·10 ⁻⁶	6,3·10 ⁻⁶	5,9·10 ⁻⁶	6,5·10 ⁻⁶
Teplota měknutí (°C)	850	980	750	880	770

4.2 Aramidová vlákna

Vlákna na bázi lineárních organických polymerů se nazývají aramidová vlákna. Předností aramidových vláken je vysoká tuhost a pevnost. Hlavními znaky těchto lineárních organických polymerů je tuhý hlavní řetězec (protože obsahuje aromatická jádra) a silné vazby mezi atomy (tzv. vodíkové můstky). Struktura aromatického polyamidu je naznačena na obr. 4.



Obr. 4 Struktura aramidového vlákna (převzato z [13])

Teoretická pevnost aramidových vláken je odhadována kolem 200 000 MPa. Nejblíže této hodnotě se svými vlastnostmi přibližují vlákna na bázi aromatických polyamidů. Při průměru vlákna 12 μm dosahují pevnosti *E-modulu* 125 000 MPa a pevnosti v tahu 3 600 MPa. Mezi další přednosti aramidových vláken patří jejich

hmotnost. Hustota těchto vláken je rovna $1,45 \text{ g/cm}^3$. Nízká hmotnost zapříčiňuje vysokou měrnou pevnost v tahu.

Aramidové vlákno je silně anizotropní. Jeho vlastnosti při měření ve směru vlákna jsou značně odlišné od vlastností měřených v kolmém směru. Příkladem může být hodnota *E-modulu*, která je ve směru vláken podstatně vyšší než hodnota měřená kolmo na ně.

Mez pevnosti aramidových vláken v tahu je ve směru vláken výrazně vyšší než mez pevnosti v tlaku. Tato vlákna se využívají především pro lehké konstrukční kompozitní materiály, které jsou namáhány převážně tahem. Z důvodu nižší meze pevnosti v tlaku se nepoužívají pro konstrukce namáhané na tlak a ohyb. [2, 6, 11]

4.3 Uhlíková vlákna

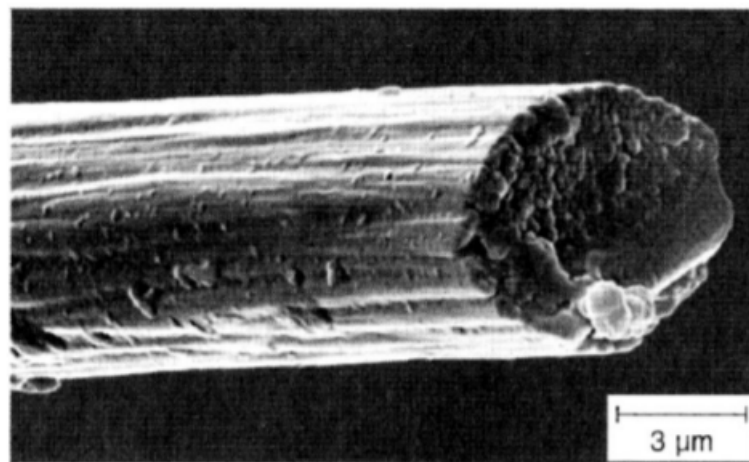
Uhlíková vlákna vykazují poměrně nízkou tažnost, extrémně vysokou měrnou pevnost a tuhost. Skládají se z alespoň 90 % uhlíku, dále obsahují méně než 7 % dusíku, alespoň 1 % kyslíku a pod 0,3 % vodíku. Průměr uhlíkových vláken je mezi 5 a 150 μm . Výchozí suroviny se při výrobě uhlíkových vláken musí nejprve karbonizovat, přičemž se ze struktury odštěpí všechny prvky vyjma uhlíku C. Se stoupající teplotou se zvyšuje grafítizace. To má za následek zlepšení mechanických vlastností. Tvorba grafítové struktury se u výchozí suroviny ukončí při teplotě nad 1800°C . Pro výrobu uhlíkových vláken se používají primárně tři výchozí materiály:

- polyakrylonitril (*PAN*) – tato výchozí surovina se pro výrobu uhlíkových vláken používá od r. 1980. Uhlíková vlákna vyrobená na bázi polyakrylonitrilu jsou považována za standardní,
- celulóza – uhlíková vlákna vyrobená na bázi celulózy vykazují o něco méně dokonalou strukturu v porovnání s *PAN*. Používají se spíše jako izolace pro vysoké teploty,
- smola – uhlíková vlákna jsou z této suroviny připravována nákladným způsobem. Mají vysokou hodnotu modulu pružnosti v tahu *E*, dobré elektrické a tepelné vlastnosti. V porovnání s vlákny na bázi *PAN* mají nižší pevnost. [2, 12]

Uhlíková vlákna za normálních podmínek vykazují vysokou křehkost a nízkou chemickou aktivitu. Proto se před přípravou samotného kompozitu jejich povrch upravuje

za účelem zvýšení oxidace. Oxidace povrchu zapříčiní lepší adhezi na rozhraní matrice-výztuž. Mají vysokou odolnost proti dynamickému namáhání a korozivzdornost. Špatně odolávají pouze silně oxidačnímu prostředí. V porovnání se skleněnými vlákny jsou silně anizotropní. Modul pružnosti E ve směru vláken je podstatně vyšší než kolmo na vlákna. Silně anizotropní chování potvrzuje rovněž hodnota součinitele teplotní roztažnosti α . Ve směru vláken je tato hodnota přibližně desetkrát nižší. V tab. 2 jsou uvedeny vybrané mechanické vlastnosti uhlíkových vláken.

Řez uhlíkovým vláknem na rastrovacím elektronovém mikroskopu znázorňuje Obr. 5. [2, 11, 12]



Obr. 5 Snímek rastrovacím elektronovým mikroskopem (převzato z [2])

Tabulka 2 Vybrané mechanické vlastnosti uhlíkových vláken [2], [14]

Vlastnost	Hodnota
hustota ρ	1,6 až 2,0 [g · cm ³]
elektrická vodivost σ	$\sim 6,7 \cdot 10^4$ [S · m ⁻¹]
E -modul ve směru vláken $E_{\parallel f}$	180 000 až 500 000 [MPa]
součinitel teplotní roztažnosti ve směru vláken $\alpha_{\parallel f}$	-0,1 až $-1,5 \cdot 10^{-6}$ [K ⁻¹]
součinitel teplotní roztažnosti kolmo na směr vláken $\alpha_{\perp f}$	$15 \cdot 10^{-6}$ [K ⁻¹]

4.4 Přírodní vlákna

Z přírodních vláken se pro výztuž kompozitů používají nejvíce rostlinná vlákna na bázi celulózy. Mezi nejvíce používaná patří lněná, bavlněná a konopná. Tato vlákna se využívají primárně pro lehké konstrukce z důvodu jejich nízké měrné hmotnosti. Mezi

hlavní přednosti přírodních vláken patří mj. malá abrazivita při mechanickém zpracovávání a nízká hustota. Tato vlákna jsou poměrně citlivá na vlhkost. Další nevýhodou je omezená délka. V tab. 3 je porovnání mechanických vlastností přírodních a skleněných vláken. [2,13]

Tabulka 3 Porovnání mechanických vlastností přírodních a skleněných vláken (převzato z [2])

Vlastnosti \ Vlákno	Sklo	Konopí	Len	Juta	Sisal
<i>E</i> -modul (N·mm ⁻²)	75 000	70 000	30 000	55 000	20 000
Mez pevnosti v tahu (N·mm ⁻²)	3 500	600	750	550	600
Tažnost (%)	4	1,6	2,0	2,0	2,0
Hustota (g·cm ⁻³)	2,54	1,45	1,48	≈1,4	1,45

Z tabulky vyplývá, že přírodní vlákna mají nižší modul pružnosti *E*, přibližně 5x nižší mez pevnosti v tahu a přibližně 2x nižší tažnost než skleněná vlákna.

5 Adhezní síly na mezifázovém rozhraní

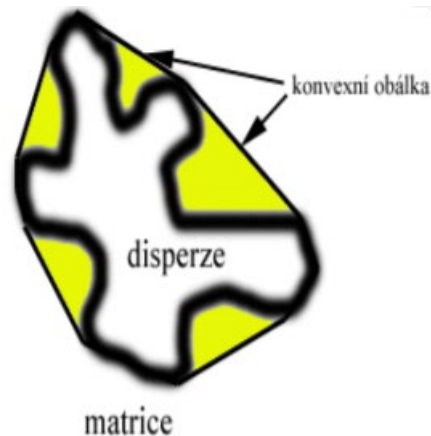
Základní předpoklad pro dosažení požadovaných mechanických vlastností kompozitního materiálu je dostatečně silná adheze mezi matricí a výztuží na fázovém rozhraní. Pro zvýšení adheze jsou povrchy matrice či vláknové výztuže chemicky upravovány. Adheze je tím větší, čím silnější je pevnost vazby mezi jednotlivými fázemi. V další části se práce zabývá jednotlivými druhy adheze a jejím zlepšením.

Na mezifázovém rozhraní existují tři typy vazeb [14]:

- mechanické vazby,
- chemické vazby,
- fyzikální vazby.

5.1 Mechanické vazby

U mechanických vazeb hraje významnou roli složitost povrchu, zejména jeho drsnost. Výplň obklopuje nepravidelnosti na výztuži. Pro udržení mechanických vazeb na mezifázovém rozhraní je důležité, aby vlákna i matrice nebyly zcela hladké. Mechanické vazby představují takový druh vazeb, kde výplň obklopuje nepravidelnosti na povrchu výztuže. To nazýváme konvexní obálkou. Princip mechanické vazby je znázorněn na obr. 5. Žluté části matrice udržují částice na místě. [14]



Obr. 5 Princip mechanické vazby
(převzato z [16])

Mechanické vazby představují napětí mezi jednotlivými fázemi. Velikost tohoto napětí popisuje rovnice (1). [15]

$$\tau_i = \mu \cdot \sigma_r \quad (1)$$

kde:

τ_i ... smykové mezifázové rozhraní [MPa],

μ ... koeficient tření [-],

σ_r ... napětí, které působí kolmo na rozhraní fází [MPa].

5.2 Chemické vazby

Chemické vazby na mezifázovém rozhraní vznikají, jestliže spolu jednotlivé fáze mohou chemicky reagovat. Mezi fázemi se vytváří tzv. mezivrstva chemické sloučeniny, která do rozhraní přináší chemickou vazbu. Tyto vazby působí na vzdálenost přibližně 0,1 až 0,3 nm. Teoretická pevnost chemické vazby je mezi 7 a 70 GPa.

Chemická vazba vzniká mezi alespoň dvěma atomy, mezi nimiž působí přitažlivé síly. Pokud při přiblížení atomů dojde k překrytí jejich atomových orbitalů, vznikne chemická vazba. Energie uvolněná při vzniku chemické vazby se nazývá vazební energie. Pro rozštěpení chemické vazby je potřebná tzv. disociační energie. Dle zákona o zachování energie je velikostně rovna vazební energii s opačným znaménkem. [16]

Důležitou vlastností pro charakterizování chemické vazby je elektronegativita, tj. schopnost atomu přitahovat vazebné elektrony druhého atomu do svého elektronového uspořádání. Je ovlivněna atomovým číslem a vzdáleností jádra od valenčních elektronů. Nejvyšší elektronegativitu mají prvky, které odebráním valenčního elektronu dosahují elektronové konfigurace následujícího vzácného plynu v periodické soustavě prvků. [16]

Chemické vazby se rozdělují do třech kategorií dle elektronegativity mezi jednotlivými atomy: [14, 15, 16]

- kovalentní vazba – vzniká mezi atomy, u kterých je rozdíl elektronegativity minimální,
- iontová vazba – vzniká u prvků, kde je velký rozdíl elektronegativity. Atomy se vlivem přenosu elektronů z jednoho atomu na druhý stávají nabitými částicemi – kladně nabitými anionty a záporně nabitými kationty,

- kovová vazba – je charakteristická pro kovové prvky. Mezi atomy jsou velmi malé vzdálenosti. [16]

5.3 Fyzikální vazby

Fyzikální vazby působí na vzdálenosti 0,3 až 0,5 nm. Teoretická pevnost těchto vazeb je 0,7 až 70 GPa, souvisí se smáčivostí jednotlivých fází. [16]

Fyzikální vazby se rozdělují do třech kategorií, a to:

- dipólové síly,
- vodíkové můstky – vytvářejí se tam, kde se vodík váže na silně elektronegativní prvek (např. fluor, kyslík, dusík, chlor, uhlík, aj.),
- Van der Waalsovy síly – slabé přitažlivé síly mezi atomy. Jsou slabší než vazebné síly. Začínají působit, když atomy vzájemně překryjí své atomové orbitály.

6 Technologie výroby kompozitů s termoplastickou matricí

Termoplastické matrice lze zpracovat poměrně rychle. Je nutné pouze jejich ohřátí, vytvarování na požadovaný tvar a následné chladnutí. Termoplastické kompozity se vyrábí různými technologiemi. Vlastnosti termoplastu lze ověřit před samotnou výrobou kompozitního dílu, protože chemický proces je kompletní již před výrobním procesem. Výrobní technologie závisí zejména na druhu matrice vyráběného kompozitu. Při volbě technologie je potřebné posoudit, jaký dopad má použitá matrice na výsledné mechanické vlastnosti kompozitního dílu. Zpracování termoplastů je obtížnější než zpracování reaktoplastů zejména z toho důvodu, že mají vysokou viskozitu. To zapříčiňuje obtížnou impregnaci vláken. Pro dosažení potřebných tlaků při zpracování je zapotřebí vyšší pracovní teploty. Nejčastěji využívanou technologií je výroba kompozitů z prepregů. [22, 23]

Tento proces výroby lze rozdělit do tří fází: kladení prepregů, konsolidace termoplastu a formování. V první fázi je kladeno několik vrstev prepregů na sebe s ohledem na pozdější konsolidaci, při které je nastavována požadovaná výška. Při konsolidaci dochází ke spojování jednotlivých vrstev prepregů. Jednotlivé kroky této technologie jsou v práci vysvětleny níže. V následujících podkapitolách se práce zabývá analýzou výroby kompozitů s termoplastickou matricí. [24]

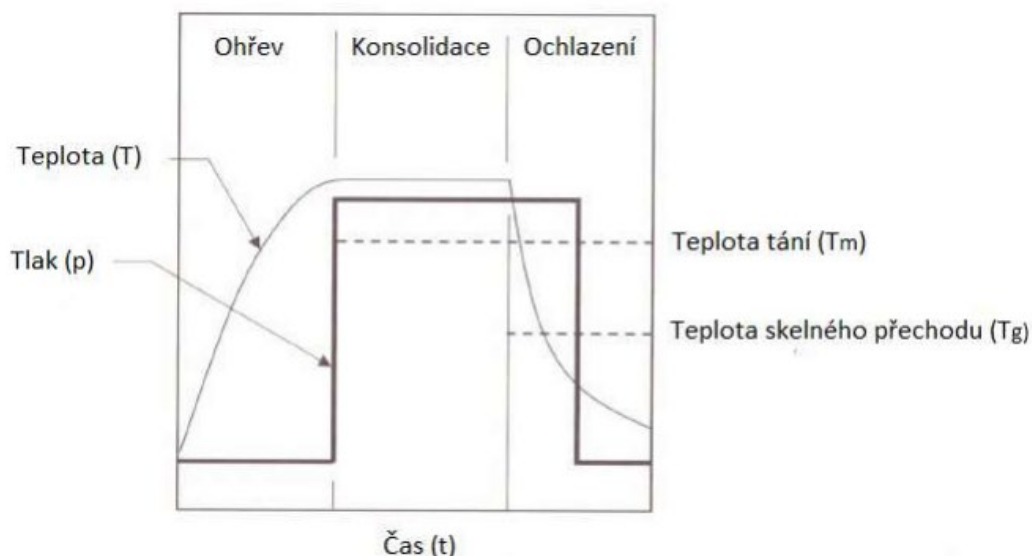
6.1 Výroba kompozitů z prepregů

Prepreg je polotovar k výrobě vláknových kompozitů s polymerní matricí. Práce se dále zabývá technologiemi výroby těchto polotovarů pro následnou výrobu kompozitních dílů. Výhodou této metody je zejména možnost klást daný počet prepregů a tím docílit požadované výšky výsledného kompozitu. Nejčastěji používanou metodou je kladení kompozitních prepregů do otevřené formy. Termoplastické prepregy jsou po zpracování málo lepidivé, proto musí být jejich okraje k uchycení nataveny. Navrstvené prepregy jsou připraveny pro následnou konsolidaci. [23]

Prepregy se mohou vyrábět několika způsoby. Mezi ně patří např. ruční kladení jednotlivých vrstev, strojní kladení, šroubovicové navíjení za mokra nebo kladení prepregu na otáčející se trn.

6.2 Konsolidace termoplastů

Konsolidace navrstvených termoplastických prepregů probíhá postupně ve třech krocích: ohřevu na požadovanou teplotu, samotné konsolidace prepregů a následného ochlazení. Při ohřevu je důležité znát potřebné teploty zpracovaného termoplastu, zejména teplotu tání (T_m) a teplotu skelného přechodu (T_g). Tento proces je znázorněn na obr. 6. [24]



Obr. 6 Proces konsolidace termoplastů (převzato z [24])

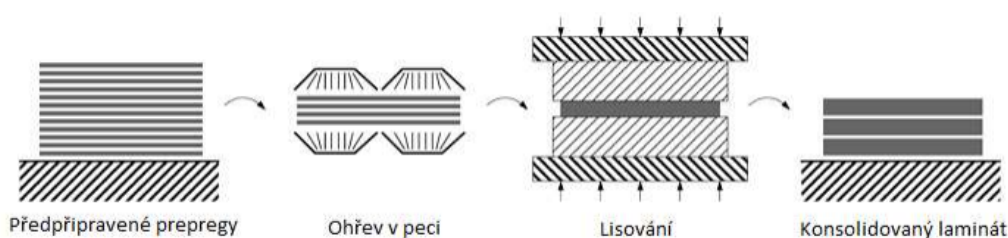
Materiál je při konsolidaci ohříván (IR) ohřivači, konvenčními troubami nebo lisami s vyhřívajícími čelistmi. Čas potřebný na ohřev materiálu je přímo závislý pouze na množství materiálu a na způsobu ohřevu, protože oproti reaktoplastům není u termoplastů zapotřebí dalších časů k chemické reakci.

Pro dosažení úplné konsolidace je nutné přiblížit povrchy na takovou vzdálenost, aby byla možná difuze mezi jednotlivými fázemi. Teplota procesu závisí především na druhu použité matrice. Pro semi-krytalické termoplasty se teplota konsolidace doporučuje maximálně 100 °C nad teplotou tání t_i . Pokud proces probíhá při příliš vysoké teplotě, dochází k degradaci mechanických vlastností, což je pro výrobu kompozitů nežádoucí.

U semi-krytalických termoplastů je zapotřebí delší doba konsolidace než u amorfních, protože při zvýšených teplotách si nezachovávají viskozitu. Tuto dobu je možné snížit zvýšením tlaku samotného procesu. Následné chlazení materiálu závisí především na použité metodě a množství materiálu. [23, 24]

6.3 Lisování materiálu mezi deskami

Při této metodě jsou jednotlivé vrstvy ohřáty v peci a následně jsou přemístěny do prostoru, kde je na ně vyvíjen tlak. To může být realizováno například hydraulickým lisem. Lisování probíhá buď za tepla, nebo za studena. Lisování za tepla se volí v momentech, kdy je potřeba podpořit proudění matrice a v případě, kdy je žádoucí zachovat krystalickou strukturu termoplastu. Pokud je matrice po vyndání z pece zcela natavena, je výhodnější volit lisování za studena, které umožňuje kratší časy lisování. Výsledným materiálem po lisování je kompozitní deska, která má předepsanou skladbu vrstev. Princip této metody je znázorněn na obr. 7. [23, 24]



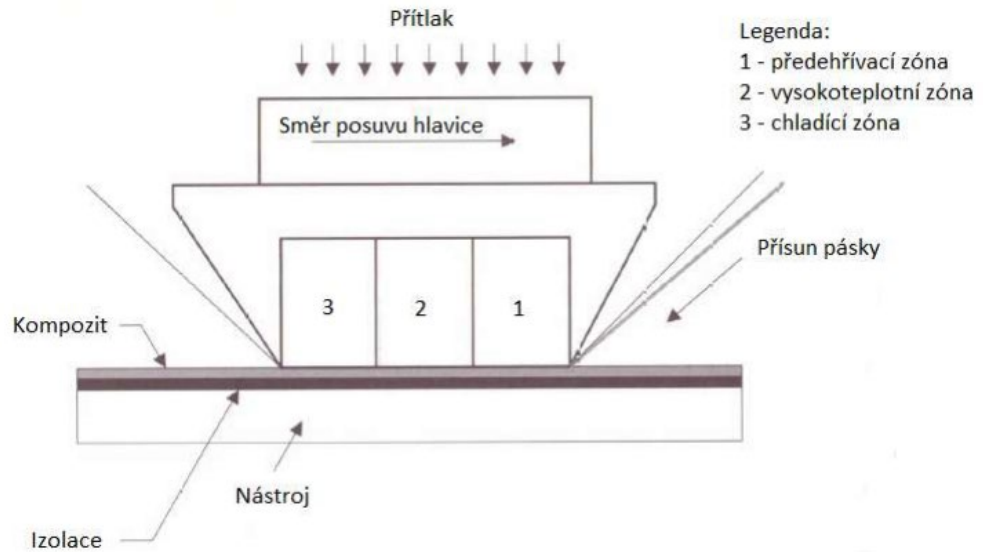
Obr. 7 Lisování mezi deskami (převzato z [23])

6.4 Lisování mezi pásy

Tato metoda spočívá v lisování předpřipravených vzorků v rovinné lamináty. Lisovací zařízení tvoří dva pásy uložené nad sebou. Výroba probíhá ve dvou zónách. Ve vstupní zóně je materiál ohříván a natavuje se zde matrice. Ve druhé zóně je materiál ochlazován. Lisovaný materiál je během celého procesu v obou zónách vystaven působení přítlaku. [23]

6.5 Kladení „in-situ“

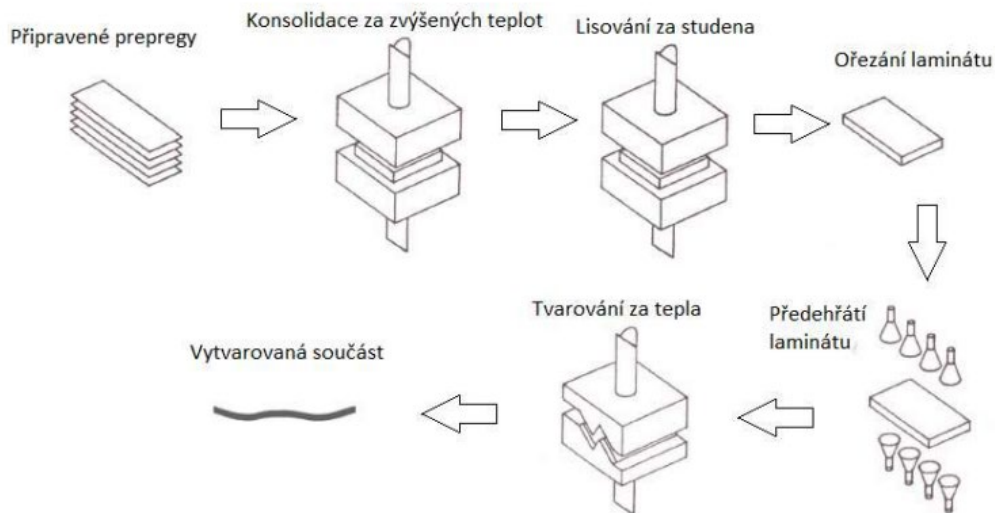
Technologie kladení „in-situ“ spočívá v kladení zahřátých pásků termoplastu a vláken. Pásky jsou kladeny kladečím strojem. Během procesu je materiál zahříván pouze v aktuálně zpracovávané oblasti nad teplotu tání. Zbývající části jsou udržovány na teplotě pod teplotou tání. Pokládání horké pásky u této metody je znázorněno na obr. 8. [24]



Obr. 8 Kladení horkých pásků (převzato z [24])

6.6 Termoforming

Termoforming představuje jeden z nejrychlejších způsobů výroby kompozitních dílů. Tato technologie je založena na využití tepla a tlaku k formování kompozitu. Termoplastické matrice nepodléhají chemické reakci za účelem vytvrzení, a proto je proces termoformingu umožněn pro výrobu právě termoplastických kompozitů. Těmito parametry jsou zejména ochlazování, protože u semikrystalických termoplastů rychlost ochlazování podstatně ovlivňuje konečnou strukturu. Laminát je druhem kompozitu, který je tvořen několika vrstvami stejného nebo různého materiálu. Tyto vrstvy jsou impregnovány nebo slepeny vhodným pojivem. Jsou vyráběny lisováním za vysokých teplot. Tento proces je označován jako laminování. Běžně využívaný proces termoformingu v průmyslové výrobě je znázorněn na obr. 9. [24]



Obr. 9 Schéma procesu termoforming (převzato z [24])

6.7 Tváření membránou

Tváření membránou označuje specifickou metodu výroby kompozitních materiálů. Touto technologií je možné vyrábět i velmi složité tvary při zachování vysokého rozlišení kontur. Metoda může být realizována v lisu nebo autoklávu. Materiál je v prvním kroku umístěn mezi pružné membrány, které jsou upnuty kolem pracovního prostoru pomocí určitého rámu. V mezimembránovém prostoru je odčerpán vzduch. Díky tomu dochází k pnutí mezi jednotlivými vrstvami.

Při formování kompozitu v lisu je materiál v rámu umístěn mezi lisovnice vybavené ohřevem. Materiál může být před samotným procesem předehřát v peci. Matrice kompozitu je ohřáta nad teplotu tavení a vzduch je vháněn do prostoru mezi membránou a horní lisovnicí. Tlakem je materiál tlačěn do připravené formy. Tím dochází k vytvarování. Hodnota výrobního tlaku se pohybuje v rozmezí 350-1040 kPa. [23, 24]

V dalších kapitolách se tato práce zabývá experimentální částí, tedy přípravou a testováním kompozitních vzorků s termoplastickou matricí a recyklovanými uhlíkovými vlákny.

II. Experimentální část

7 Popis předešlých experimentů přípravy kompozitních vzorků

V této kapitole se práce zaměřuje na analýzu předešlých experimentů s přípravou kompozitních vzorků na Ústavu materiálového inženýrství. Tato analýza poslouží k ladění vlastního experimentu v experimentální části své práce. Na Ústavu materiálového inženýrství se dříve na téma kompozitů s termoplastickou maticí zaměřovala bakalářská práce Bc. Radka Čecha [27]. Na ni tato práce nepřímo navazuje.

Práce [27] byla zaměřena na přípravu kompozitních vzorků s polymerní maticí. Výztuž tvořily dva druhy výztuže, a to bavlněná tkanina a krátká uhlíková vlákna. Kompozitní vzorky byly připravovány metodou lisování ve formě mezi měděnými deskami. Nejprve byla připravena směs polyethylenového prášku a uhlíkových vláken, která byla promíchána. Následně byl ze směsi připraven kompozitní prepreg, který se slisoval působením tepla a tlaku v hydraulickém lisu do vrstvy daných rozměrů. Z experimentu vyplývá, že pokud se použije pouze 5 hm. % výztuže, pevnost nedosahuje ani pevnosti neplněné matrice. Při použití 10 hm. % výztuže se pevnost blíží pevnosti neplněné matrice, ale nepřevyšuje ji. Na základě těchto výsledků můžeme stanovit hypotézu, že použití více hm. % výztuže při přípravě vzorků by mohlo mít za následek vyšší pevnost než neplněná matrice. Nízká pevnost mohla být způsobena nedostatečnou adhezí na mezifázovém rozhraní, jak je uvedeno ve výsledcích této studie. Z tohoto experimentu také vyplývá, že správně provedená plazmová úprava polyethylenu může zvýšit pevnost polymeru. [27]

8 Návrh a provedení experimentu

V experimentální části se budeme zabývat přípravou kompozitních vzorků s polymerní matricí a vyztužujícími uhlíkovými vlákny. Z důvodu omezené maximální teploty vyhřívání čelistí použitého lisu jako matrici volíme nízkohustotní polyethylen. Zde je dosahováno lisovacích teplot do 160 °C.

Nejprve se zaměříme na přípravu kompozitních vzorků s vlákny, jejichž povrch nebude nijak upraven, a postup přípravy bude spočívat v prostém smíchání dodaných uhlíkových vláken s polyethylenovým práškem. V další části experimentu budeme kompozit připravovat smícháním uhlíkových vláken a polyethylenové matrice v ultrazvukové čističce za použití izopolypropylalkoholu, kde se vlákna rozseparují a lépe promíchají s matricí. Budeme připravovat směs vláken s plazmově upraveným polyethylenem, s polyethylenem v základním stavu a s polyethylenem, který má nižší index toku taveniny. Směs bude obsahovat 20 hm. % výtzuže. V syrovém stavu se směs bude skládat z 8 g matrice a 2 g uhlíkových vláken. Použitím posledního z výše uvedených materiálů očekáváme, že roztavený polyethylen lépe zateče mezi uhlíková vlákna, a tím vytvoří kompozit s lepší adhezí i mechanickými vlastnostmi. V dalším kroku bude takto připravená směs vláken a polyethylenů spečena v peci při konstantní teplotě 160 °C. Předpřípravu v peci volíme pro snadnější manipulaci se směsí při následném lisování. Poté za působení tepla a tlaku v hydraulickém lisu vyrobíme kompozitní fólii. V lisu bude směs 15 minut předeřívána při teplotě 160 °C, následně 15 minut lisována s použitím lisovací síly. Nakonec u jednotlivých kompozitních vzorků provedeme zkoušku tahem pro zjištění výsledných mechanických vlastností. Zjišťovat budeme mechanickou pevnost a její změnu oproti vzorkům z neplněné matrice.

V poslední části experimentu se zaměříme na mikroskopické hodnocení kompozitních vzorků po zkoušce tahem, u kterých budeme zkoumat zejména rozmístění uhlíkových vláken v matrici, a tedy i úspěšnost přípravy daného vzorku.

8.1 Použité stroje a zařízení

Pro přípravu kompozitních vzorků byly použity tyto stroje a zařízení:

- Ultrazvuková čistička značky Neyson

Ultrazvuková čistička (obr. 10) byla použita pro přípravu kompozitní směsi. Slouží k lepšímu promíchání vláken a výztuže před samotným lisováním. Směs byla v čističce míchána v izopropylalkoholu ve skleněné nádobě, která byla ponořena v destilované vodě. Doba míchání směsi byla stanovena na 15 minut.



Obr. 10 Ultrazvuková čistička Neyson

- Hydraulický lis s vyhřívanými deskami

Hydraulický lis výrobce Holzmann-Maschnen s označením WP 45H umožňující vyvinout zatížení o velikosti až 45 tun. Lis je ovládán pomocí páky, která je napojena na píst. Ten vyvíjí požadovaný tlak pro lisování materiálu mezi dvěma vyhřívanými deskami. Desky mají omezenou maximální teplotu ohřevu na 180 °C. Před samotným lisováním je materiál mezi čelistmi nahříván na požadovanou teplotu. Při experimentu byla teplota nastavena na 160 °C. Při lisování byl vyvíjen tlak 1,1 MPa. Tento proces se nazývá konsolidace. Lis je vyobrazen na obr. 11.



Obr. 11 Hydraulický lis

Lisovací plochy lisu jsou vyhřívány pomocí dvou měděných desek obsahující tepelnou spirálu. Požadovaná teplota se upravuje dvěma regulátory, které nastavují příkon přicházející zvlášť do horní a dolní desky.

8.2 Charakteristika použitých materiálů

Matrice kompozitních vzorků tvořily tři druhy polyethylenu s nízkou hustotou. Níže jsou podrobněji popsány jednotlivé druhy polyethylenu pro přípravu matrice kompozitu.

- **Základní stav – Dowlex 2629.10UE**

Dowlex 2629.10UE, dále značeno jen ZS je nízkohustotní polyethylen dodávaný výrobcem ve formě namletého bílého prášku. Tento materiál vykazuje poměrně vysokou houževnatost při nižších teplotách. Je stabilní vůči UV záření a teplu. Má nízký zápach a nízkou deformaci. Je zpracováván technologií vstřikování pomocí vstřikovacích lisů nebo metodou rotačního spékání, tzv. rotomoldingem. [25]

Vlastnosti materiálu uváděny výrobcem jsou uvedeny v Tab. 4.

Tabulka 4 Vlastnosti Dowlex 2629.10UE od výrobce (hodnoty převzaty z přílohy 3)

Mechanické a fyzikální vlastnosti	Hodnota	Jednotka
Mez pevnosti	17,5	MPa
Teplota tání	124	°C
Modul pružnosti v ohybu	645	MPa
Tažnost	650	%
Index toku taveniny	4,0	g/10 min
Hustota	0,935	g/cm ³

- **ICO 3560 BLUE 181214_651 – modrý plazma**

Tento materiál je vyroben plazmovou úpravou výše uvedeného polyethylenu Dowlex 2629.10UE, dále značen jen M. Plazmová úprava byla zajištěna firmou SurfaceTreat zařízením LA 400. Ve vakuu je v tomto zařízení generováno plazma z mikrovlnného zdroje. Tím se změní struktura povrchu polyethylenového prášku. Plazmová úprava polyethylenu má zásadní vliv zejména na výslednou adhezi materiálu a snižuje přilnavost materiálu k jinému povrchu. Tato vlastnost je stěžejní pro dosažení požadovaných mechanických vlastností kompozitu. Mechanické ani fyzikální vlastnosti jsou srovnatelné s polyethylenem v základním stavu (ZS).

- **RXP 1001 Natural (ITT 70)**

RXP 1001 Natural je nízkohustotní polyethylen, který má nižší viskozitu než klasický polyethylenový prášek v základním stavu. Hodnota MFI je rovna 70 g/ 10 min Při přípravě vzorků byl použit z důvodu lepšího zatečení mezi uhlíková vlákna při lisování. Tím by mělo dojít ke zvýšení adheze na mezifázovém rozhraní mezi matricí a výztuží kompozitu. Teplota tání tohoto materiálu je dle materiálového listu (příloha 1) rovna 104 °C.

8.3 Charakteristika použitých matic kompozitu pomocí DSC

Výše popsané druhy polyethylenu použijeme jako matici pro přípravu kompozitních vzorků. Charakterizovat je budeme pomocí metody DSC – diferenční snímací kalorimetrie.

8.3.1 Metoda diferenční snímací kalorimetrie

Metoda diferenční snímací kalorimetrie se používá pro termickou analýzu polymerů. Hlavními výsledky této analýzy jsou teplota tání a teplota krystalizace daného materiálu. Z endotermní reakce lze zjistit měrné teplo, které je potřeba pro přechod z pevného skupenství do kapalného skupenství. Při chlazení analyzovaného vzorku snímací DSC zaznamenává vznikající teplo při krystalizaci, tj. entalpii krystalizace.

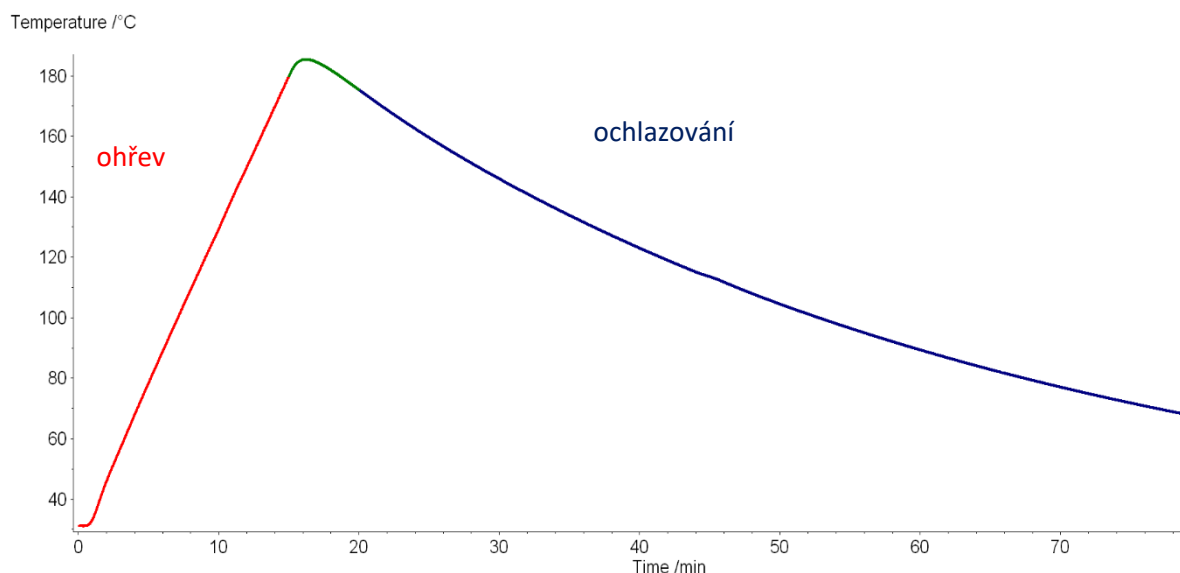
Analýza spočívá v konstantní, předem určené, rychlosti ochlazování (ohřívání) dvou nádob, přičemž jedna nádoba je prázdná a druhá obsahuje zkoumaný vzorek. Počítač po celou dobu experimentu řídí stálou rychlost teplotní změny, nejčastěji to bývá 10 °C/min. Protože je jedna nádoba prázdná a ve druhé je vzorek, liší se tepelný tok v jednotlivých nádobách z důvodu složení vzorku a fázových přeměn v něm probíhajících. V průběhu zkoušky se současně mění velikost tepelného příkonu. Metoda tedy měří rozdíl tepelných toků jdoucích do obou nádob. Výsledkem zkoušky je křivka, která zaznamenává závislost rozdílu tepelného toku na teplotě či v čase. Vzhledem ke svislé ose je exotermická reakce považována za zápornou a endotermická za kladnou hodnotu.

Charakteristiku pomocí DSC jsme provedli na přístroji STA 409PG LUXX od výrobce Netzsch znázorněném na obr. 12.



Obr. 12 Pracoviště DSC

Pro dosažení úplného roztavení vzorků bylo ohřívání prováděno na teplotu 180 °C. Tato teplota byla zvolena také díky tomu, že při této teplotě ještě nedochází k degradaci materiálu. Měření DSC probíhalo v ochranné atmosféře v přítomnosti dusíku. Teplotní cyklus vzorků z polyethylenu znázorňuje Obr. 13. Z grafu lze odečíst změnu a ověřit, že rychlost ohřevu byla stanovena na 10 °C/min.



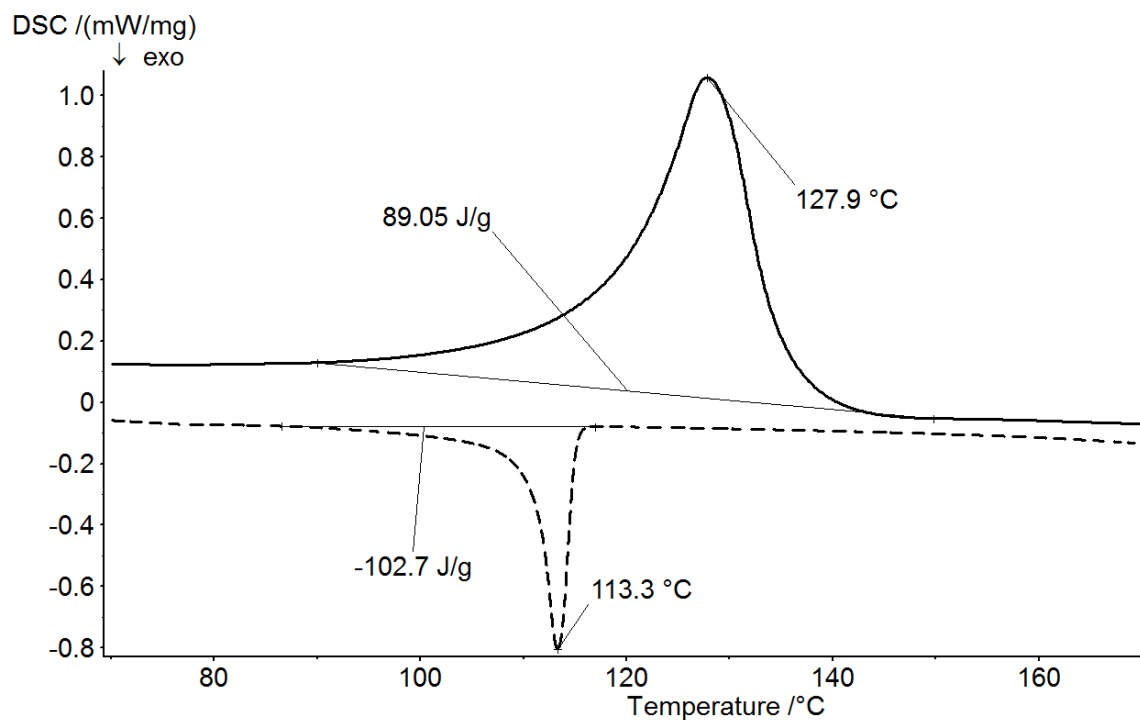
Obr. 14 Termogram vzorku všech druhů polyethylenu

Výsledek měření DSC materiálu ZS je znázorněn na Obr. 14. Graf ukazuje, že při 85 °C se rozvolňují první krystalické oblasti. Zvyšující teplota zapříčiňuje roztavení všech sférolitů ve struktuře. Nejvyšší bod křivky ohřevu (plnou čarou pro všechny druhy PE) představuje bod, kde byla odečtena teplota tání. Nejnižší bod křivky pro ochlazování (čárkovaně) představuje odečítanou teplotu krystalizace.

8.3.2 Výsledky měření DSC

Dowlex ZS

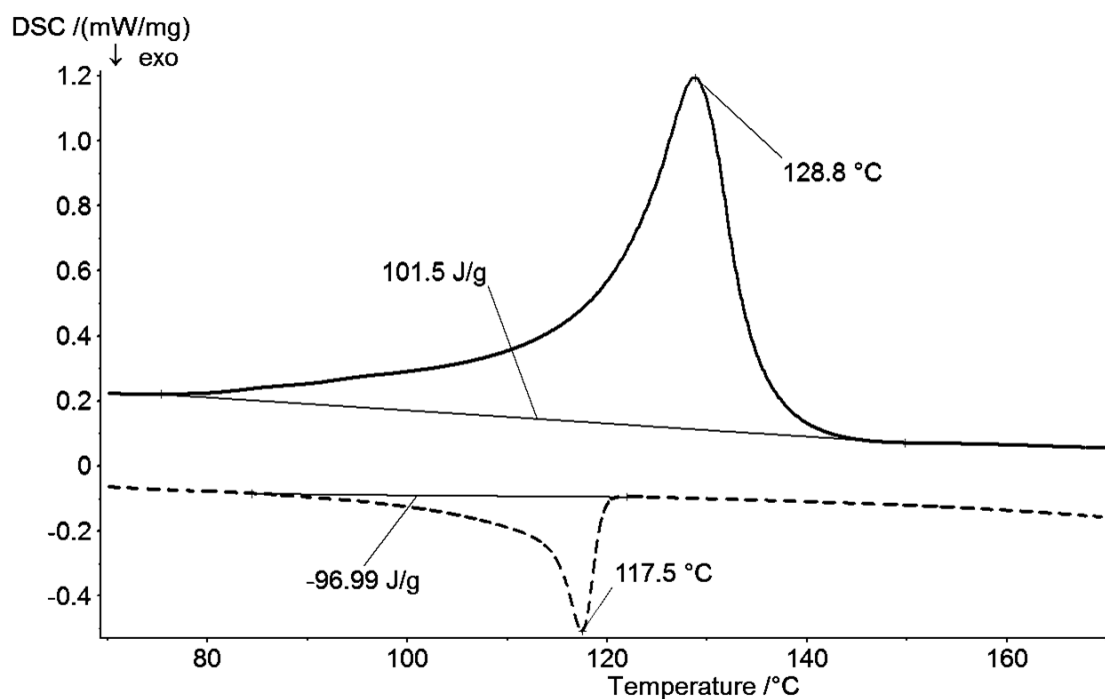
Výsledek z měření DSC materiálu ZS je zobrazen na Obr. 14. Z měření je patrné, že je teplota tání $t_t = 127,9$ °C, teplota krystalizace $t_k = 113,3$ °C, entalpie krystalizace ($H = -102,7$ J/g) a entalpie tání ($H = 89,05$ J/g). Dále můžeme z grafu vyčíst, že veškeré krystalické útvary v materiálu byly roztaveny při teplotě 145 °C. Proto byla teplota ohřevu při tepelné předúpravě v peci a při lisování nastavena na 160 °C.



Obr.14 Výsledek zkoušky DSC pro vzorek z ZS

M – plazmově upravený polyethylen

Výsledek z měření DSC plazmově upraveného polyethylenu (Obr. 15) ukazuje, že teplota tání ($t_t = 128,8 \text{ °C}$), teplota krystalizace ($t_k = 117,5 \text{ °C}$) i entalpie tání ($H = 101,5 \text{ J/g}$) a entalpie krystalizace ($H = -96,99 \text{ J/g}$) jsou podobné jako hodnoty pro polyethylen v základním stavu. Ke kompletnímu roztavení krystalické fáze ve struktuře opět dochází

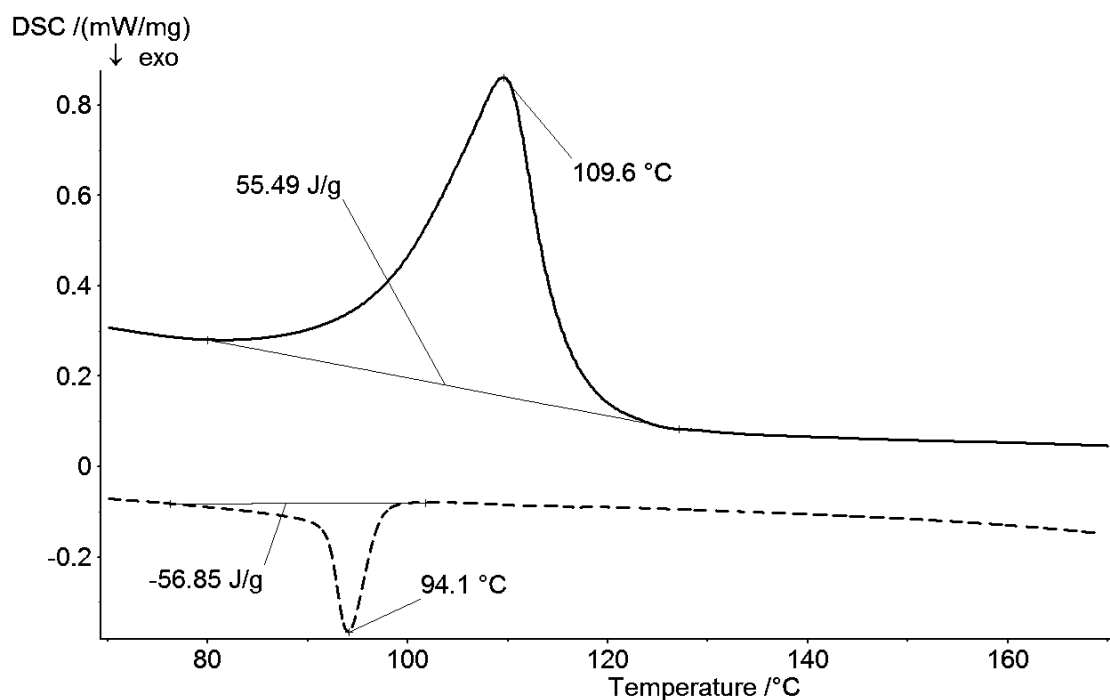


Obr. 15 Výsledek zkoušky DSC pro vzorek z M

kolem teploty 145 °C. Můžeme tedy použít stejné podmínky pro přípravu kompozitu u obou materiálů.

RXP 1001 Natural (ITT 70)

Z výsledku měření DSC (Obr. 16) vyplývá, že polyethylen ITT 70 má mírně odlišné velikosti teplot a entalpií v porovnání s dvěma výše uvedenými druhy polyethylenu. Má rovněž nižší teplotu tání a teplotu krystalizace i hodnoty entalpie. Kompletní roztavení krystalické fáze nastává při teplotě 142 °C. Nastává tedy při nižší teplotě. Nastavená teplota lisování je ve všech případech nad teplotou roztavení krystalické fáze.



Obr. 16 Výsledek zkoušky DSC pro vzorek z ITT 70

8.4 Charakterizace použité výztuže

Výztuž kompozitních vzorků tvoří uhlíková vlákna. Ta jsou v první části experimentu jednoduše smíchána s matricí, přičemž nejsou upravena ani separována. V pozdější fázi experimentu jsou dlouhá vlákna s matricí promíchána v ultrazvukové čističce, čímž dochází i k jejich separaci. V této části práce charakterizujeme oba druhy použité výztuže.

8.4.1 Uhlíková vlákna

Vyztužení polyethylenové matrice uhlíkovými vlákny, dále jen CF, o délce 0,125 mm bylo provedeno zejména pro počáteční ověření technologie lisování. Tato vlákna jsou použita v [27]. Kompozitní vzorek s vlákny o této délce tedy nebyl hlavní záměr této studie.

8.4.2 Dlouhá uhlíková vlákna

Použití dlouhých uhlíkových vláken (obr. 17) jako výztuž kompozitu za účelem zvýšení mechanických vlastností polymerní matrice byl hlavní záměr této studie. Použili jsme vlákna o délce 6 mm a průměru 1,5 μm . Na každý kompozitní vzorek jsme použili



Obr. 17 Dlouhá uhlíková vlákna (převzato a upraveno z [26])

($2 \pm 0,1$) g vláken a 8 g matrice, aby bylo dosaženo 20 hm. % výplně. Dlouhá uhlíková vlákna jsme zvolili proto, abychom zjistili, zda budou mít na mechanické vlastnosti kompozitu výraznější vliv než krátká vlákna. Vlastnosti uhlíkových vláken jsou uvedeny v Tab. 5.

Tabulka 7 Vlastnosti uhlíkových vláken (hodnoty převzaty z přílohy 2)

Průměr [μm]	1,5
Hustota [g/cm^3]	1,8
Pevnost v tahu [MPa]	>3500
Modul pružnosti [GPa]	>230
Prodloužení [%]	1,5
Délka [mm]	6
Objemová hustota [g/l]	250-550
Vlhkost [%]	max. 0,5
Teoretický obsah vláken [%]	> 95

8.5 Materiálové zkoušky a charakterizace kompozitních vzorků

Kompozitní vzorky jsme po přípravě podrobili zkoušce tahem pro zjištění meze pevnosti v tahu a porovnali s pevností neplněných matic.

Zkouška tahem představuje jednu ze základních materiálových zkoušek pro zjištění mechanických vlastností materiálu. Základní principy byly převzaty z technické normy ČSN EN ISO 527-1 Plasty – Stanovení tahových vlastností s tím, že rozměry a tvary zkušebních vzorků dle normy nebyly zcela dodrženy z důvodu náročnosti přípravy. Zkušebními vzorky byly pásy o šířce $(10 \pm 0,1)$ mm a délce 100 mm. Před samotným zkoušením jsme měřili tloušťku na třech místech a tyto hodnoty zprůměrovali, dále jsme stanovili průřez, ke kterému jsme při výpočtu pevnosti vztahovali sílu z prvního maxima na závislosti $F - \Delta L$. Hodnotu pevnosti jsme určili dle vztahu (2):

$$\sigma = \frac{F_M}{A} \quad (2)$$

kde F_M je první maximum na křivce pracovního diagramu síla-prodloužení [N] a A je plocha počátečního průřezu [mm^2]. Rychlost zatěžování byla zvolena u všech vzorků na $v = 50$ mm/min. Vzdálenost čelistí $L = 60$ mm byla u všech vzorků konstantní. Vzorky byly zkoušeny na univerzálním elektromechanickém stroji značky Walter + Bai AG, typ ZD 10/90. Tento stroj je zobrazen na Obr. 18.



Obr. 18 Trhací stroj zn. Walter + Bai AG

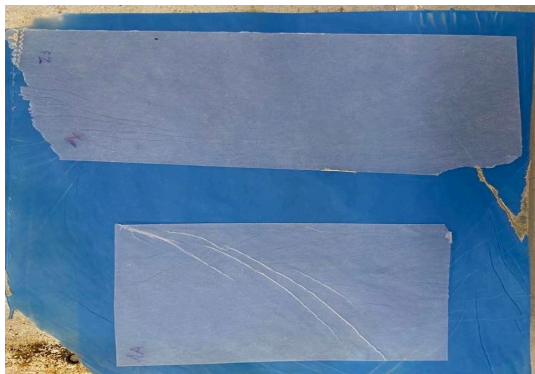
Po vylisování kompozitních fólií o tloušťkách od 0,4 do 0,8 mm v závislosti na počtu na sebe slisovaných fólií jsme skalpelem nařezali vzorky o konstantních rozměrech (10 x 100 x průměrná tloušťka [mm]). Skalpel jsme zvolili z důvodu dosažení pravidelných rozměrů a ostrých hran, které jsou pro zkoušku tahem žádoucí.

9 Příprava vzorků

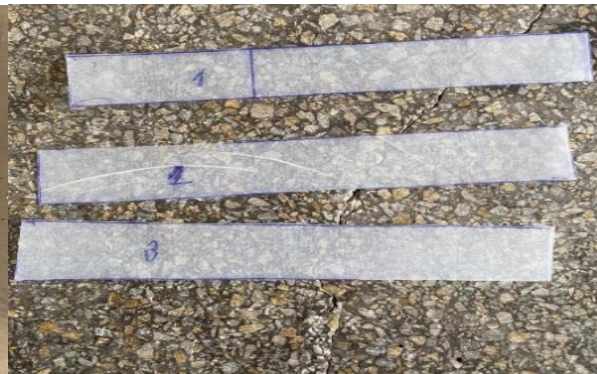
V první části experimentu jsme se zaměřili na přípravu kompozitních vzorků s dlouhými 6milimetrovými uhlíkovými vlákny, dále použité označení CF6. Nejprve jsme za účelem stanovení pevnosti neplněné matrice připravili vzorky z čistého polyethylenu. V pozdější fázi jsme matrici s výztuží jednoduše smíchali bez další úpravy prostým nasypáním vláken na polyethylenový prášek. Zde jsme očekávali, že pevnost výsledného kompozitu bude srovnatelná nebo nižší než u neplněné matrice, protože se vlákna při slisování nedostanou do celého objemu matrice z důvodu slabé adheze na mezifázovém rozhraní.

9.1 Příprava vzorků z neplněné matrice

Nejprve jsme připravili vzorky z neplněné matrice o hmotnosti 10 g v syrovém stavu proto, abychom mohli následně porovnat výslednou pevnost vzorků z neplněné matrice a matrice plněné uhlíkovými vlákny. Postupně byly připraveny vzorky z polyethylenu v základním stavu, plazmově upraveného polyethylenu a z ITT 70. U všech vzorků byl použit stejný postup přípravy, který je uveden v popisu experimentu této práce. Kompozitní fólie z neplněné matrice a vzorky pro zkoušku tahem jsou vyobrazeny na Obr. 19 a 20.



Obr. 19 Vzorky z neplněné matrice



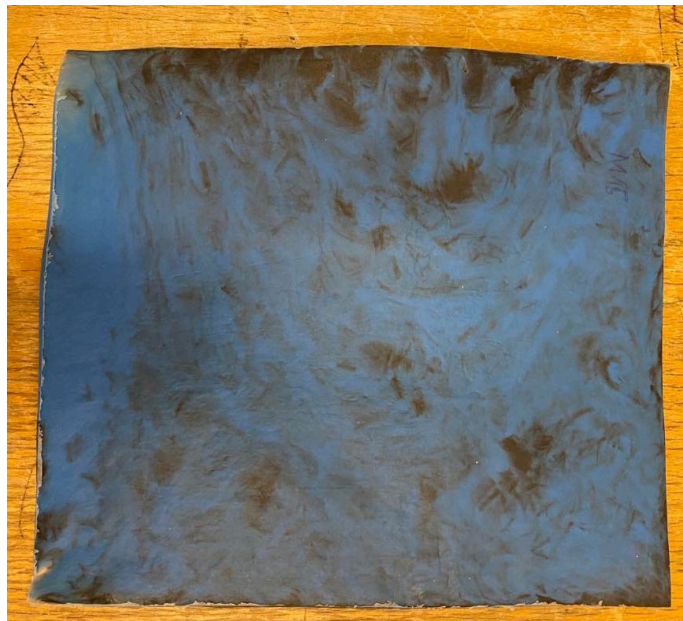
Obr. 20 Vzorky pro zkoušku tahem

Lisování bylo rozděleno do dvou fází. V první fázi se vzorek předehříval po dobu 8 minut bez lisovací síly. Ve druhé fázi byl na vzorek vyvíjen tlak 1,1 MPa po dobu 10 minut. Teplota lisování byla na horní a spodní desce u všech vzorků nastavena na 160 °C. Slisovaná fólie byla následně z lisu vyjmuta a chlazená při laboratorní teplotě.

9.2 Příprava vzorků s uhlíkovou výztuží

Směs pro přípravu vzorků jsme zvolili v poměru 20 hm. % CF6 a 80 hm. % PE-LD z důvodu zlepšení mechanických vlastností. V syrovém stavu tato směs vážila vždy 10 g. Nejprve byly fáze smíchány prostým nasypáním matrice na uhlíková vlákna. Postup přípravy byl stejný jako u vzorků z neplněné matrice. V posledním kroku byla takto předpřipravená směs umístěna mezi měděné desky do hydraulického lisu a slisována na kompozitní fólii.

V pozdější fázi experimentu jsme vzorky před úpravou v peci smíchali v ultrazvukové čističce v prostředí isopropylalkoholu po dobu 15 minut. Došlo tak k lepšímu promíchání fází a současně k separaci vláken. Postupně jsme připravili kompozitní vzorky s různými kombinacemi matrice a vláken. Ty jsme následně vrstvěli na sebe s cílem nejprve zjistit, jak překrytí kompozitní fólie fólií z čistého PE ovlivní či neovlivní pevnost kompozitní fólie. V následující fázi jsme zkoušeli vrstvením fólií vylepšit homogenitu a sledovali jsme zvýšení pevnosti vícevrstevných fólií. Třívrstvou kompozitní fólii z plazmově upraveného polyethylenu a dlouhých uhlíkových vláken zobrazuje Obr. 21.



Obr. 21 Kompozitní fólie 3 x MC6

10 Výsledky ze zkoušky tahem

Pevnost připravených zkušebních vzorků byla zjišťována na elektromechanickém zkušebním stroje s použitím normy ČSN EN ISO 527-1.

10.1 Pevnost neplněných matric

Pro zjištění, zda vyztužující uhlíková vlákna zvýší výslednou pevnost materiálu byla nejprve určena pevnost vzorků matrice. Vzdálenost čelistí byla u všech vzorků nastavena na $L = 60$ mm. Pro dosažení co nejvíce relevantního výsledku bylo z každé slisované fólie vyhotoveno 5 vzorků, které byly podrobeny zkoušce tahem. Výsledné pevnosti byly zprůměrovány a zaneseny do Tabulky č.6.

Tabulka 8 Pevnost neplněných matric

Materiál	Pevnost [MPa]	Směr. odchylka [%]
ZS	$11 \pm 0,3$	1,7
M	$12,1 \pm 0,4$	1,3
ITT 70	$5,4 \pm 0,1$	1,5

Materiálový list uvádí, že hodnoty meze pevnosti jsou podstatně vyšší, než hodnoty v Tab. 6. To může být způsobeno tím, že zkouška tahem nebyla prováděna na klasických vstřikovaných zkušebních tělesech, ale na tenkých vzorcích řezaných z vylisovaných fólií.

10.2 Pevnost vzorků s uhlíkovou výztuží

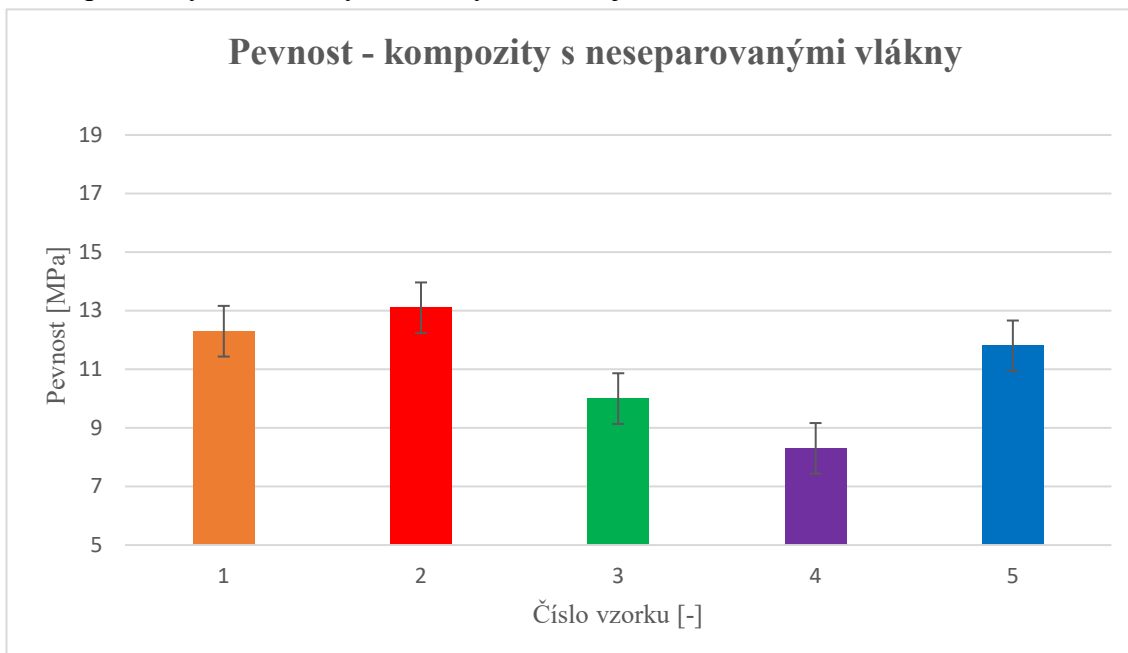
V další části jsme provedli zkoušku tahem připravených vzorků s uhlíkovou výztuží. Účelem bylo zjištění, zda uhlíková vlákna výslednou pevnost zvýší, či nikoliv. Hodnoty pevností vzorků připravených prostým nasypáním nerozseparovaných vláken na polyethylenový prášek jsou zaneseny do tabulky č. 7.

Tabulka 9 Pevnosti kompozitních vzorků s neseparovanými vlákny

Číslo vzorku	Skladba vrstev	Počet vrstev	Pevnost [MPa]	Směr. odchylka [%]
1	M + ITT70CF6 + M	3	12,3	1,5
2	3 x MCF6	3	13,1	1,6
3	3 x ZSCF6	3	10	2,7
4	ITT70CF6	1	8,3	3,5
5	MCF6 + ITT70CF6 + MCF6	3	11,8	2,8

Z Tabulky č. 7 je patrné, že použití neseparovaných vláken a postup prostého nasypání a smíchání vláken s práškem jen mírně zvýšilo výslednou pevnost. Nejvyššího zvýšení pevnosti v porovnání s neplněnou maticí bylo dosaženo u kompozitního vzorku ze tří vrstev plazmově upraveného polyethylenu a neseparovanými uhlíkovými vlákny, jde o vzorek č. 2.

Grafické zpracování výsledků z tahových zkoušek prvních připravených vzorků s neseparovanými uhlíkovými vlákny znázorňuje Obr. 22.



Obr. 22 Pevnost kompozitních vzorků s neseparovanými vlákny (viz Tabulka č. 7)

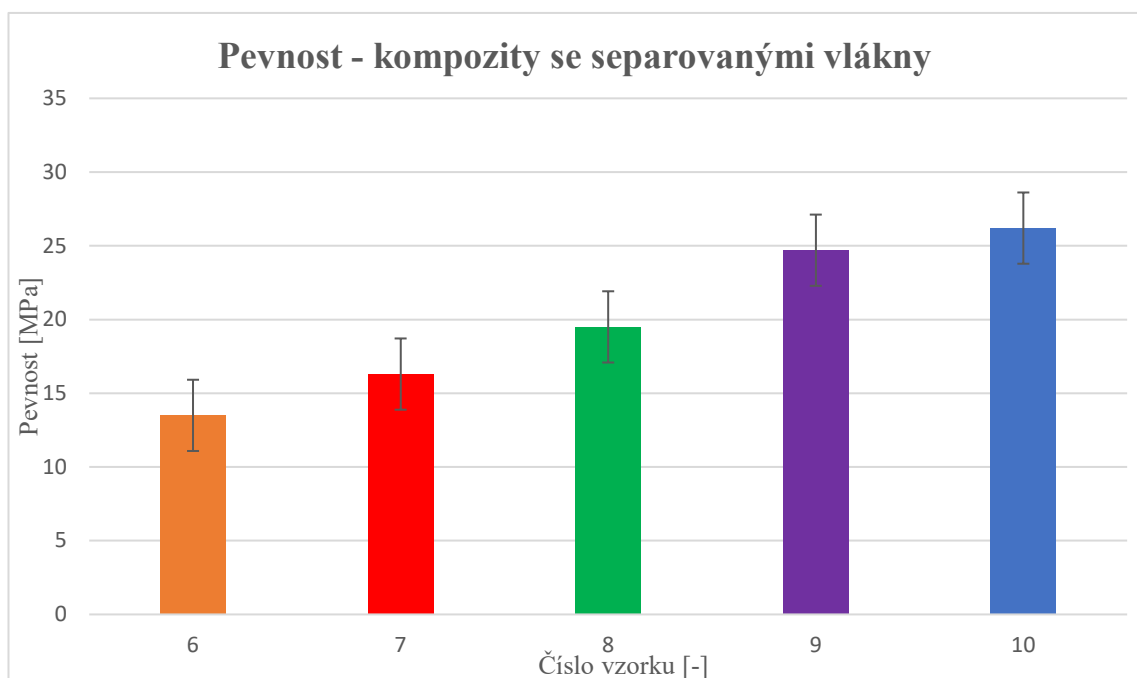
Následně byly podrobeny zkoušce tahem vzorky připravené smícháním směsi prášku a vláken v ultrazvukové čističce (značeno písmenem U). Pevnosti takto

připravených vzorků jsou uvedeny v tabulce č. 8. Z důvodu nízkých pevností u vzorků z ITT 70 jsme nepřipravovali již vzorky s touto matricí a separovanými vlákny.

Tabulka 10 Pevnosti kompozitních vzorků se separovanými vlákny

Číslo vzorku	Materiál	Počet vrstev	Pevnost [MPa]	Směr. odchylka [%]
6	UMCF6	1	13,5	2,1
7	3 x UMCF6	3	16,3	1,7
8	5 x UMCF6	5	19,5	2,0
9	3 x UZSCF6	3	24,7	1,9
10	5 x UZSCF6	5	26,2	1,8

Z tabulky č. 8 je zřejmé, že složitější způsob přípravy vzorků zapříčinil výraznější zvýšení pevnosti oproti neplněným matricím než vzorky s neseparovanými vlákny. Během experimentu jsme chtěli zjistit, zda navrstvení fólií bude mít vliv na výslednou pevnost kompozitních vzorků. Porovnávali jsme pevnost vzorků z jedné fólie a vzorků slisovaných ze tří a z pěti vrstev. (viz Tab. 8). Ukázalo se, že zvýšením počtu fólií narůstá pevnost, zřejmě z důvodu rovnoměrnějšího rozložení uhlíkových vláken v matrici.



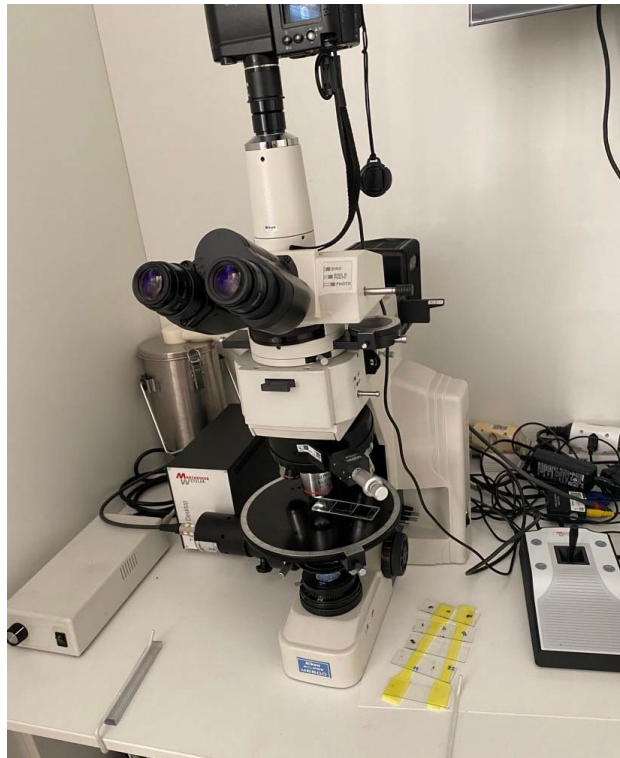
Obr. 23 Pevnost kompozitních vzorků se separovanými vlákny (viz Tabulka č. 8)

V důsledku toho mohla být tahová síla lépe přenášena. Největší zvýšení pevnosti zajistilo přidání uhlíkových vláken do matrice z polyethylenu v základním stavu. Pevnost se

zvýšila o přibližně 15 MPa u vzorku č. 10. Grafické zpracování výsledků ze zkoušky tahem znázorňuje Obr. 23.

11 Vyhodnocení kompozitních vzorků polarizačním mikroskopem

Po zkoušce tahem jsme vzorky, u kterých vyšla pevnost nižší nebo jen mírně vyšší oproti neplněné matici, nařezali a připravili preparáty k mikroskopickému hodnocení. Byly vybírány vzorky tak, aby byla vidět zvýšená soudržnost vyztužujících vláken na matici v závislosti na způsobu přípravy kompozitních vzorků. Hodnotili jsme zejména rovnoměrné rozmístění uhlíkových vláken na matici a soudržnost uhlíkových vláken s maticí. Pro hodnocení byl použit polarizační mikroskop Nikon Eclipse ME600 (na Obr. 24). Pro různé vzorky bylo použito 2,5, 5, 10 a 20násobné zvětšení v závislosti na velikosti hodnoceného preparátu.



Obr. 24 Polarizační mikroskop Nikon Eclipse ME600

11.1 Příprava preparátů

Preparáty pro mikroskopické hodnocení byly nařezány na ručním sáňkovém mikrotomu, který je zobrazen na Obr. 25. Tyto řezy o tloušťce přibližně 10 mikrometrů byly umístěny na podložní sklo a zakápnuty imerzním olejem a přikryty krycím sklem. Takto připravené preparáty byly následně požadovaným zvětšením zvětšeny polarizačním mikroskopem.



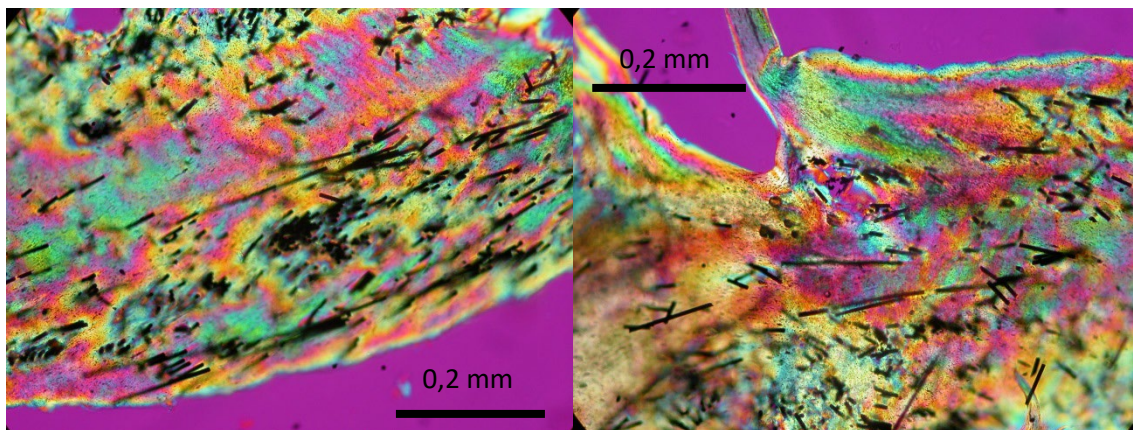
Obr. 25 Sáňový mikrotom pro přípravu mikroskopických preparátů

11.2 Mikroskopické hodnocení kompozitních vzorků

Z mikroskopických preparátů byly vyhotoveny snímky na CCD kameře, kterou je polarizační mikroskop vybaven. Pro určení zvětšení snímku byl nafocen cejchovní milimetr ve stejném zvětšení jako byl pořízen snímek. Na fotografii pak byla umístěna linka se skutečnou velikostí.

11.2.1 Vzorky s neseparovanými uhlíkovými vlákny

Nejprve jsme připravili preparáty z těch vzorků, u kterých vyšla srovnatelná nebo mírně vyšší pevnost oproti neplněné matici. Snímky vzorků č. 2 a č.3 (viz Tabulka) znázorňují Obr. 26 a Obr. 27.



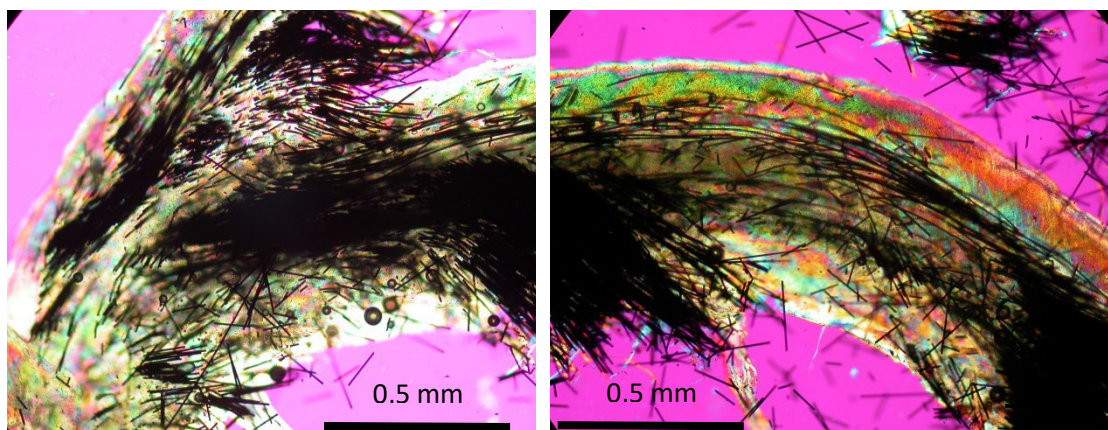
Obr.26 Snímek vzorku č. 3 (objektiv 20x)

Obr. 27 Snímek vzorku č. 2 (objektiv 20x)

Ze snímků je patrné, že vlákna nejsou správně rozseparována a rovnoměrně nepokrývají matrici. Matrice se při zkoušce porušovala. Uhlíková vlákna mohla působit rušivě a zmenšovat nosný průřez kompozitního vzorku. Snímky z polarizačního mikroskopu potvrdily náš předpoklad, že srovnatelné nebo jen mírně zvýšené hodnoty pevností oproti neplněným matricím zapříčinil nesprávně zvolený postup přípravy kompozitních vzorků.

11.2.2 Kompozitní vzorky připravené smícháním v ultrazvukové čističce

V další části jsme připravili mikroskopické preparáty ze vzorků, u kterých došlo k nejzásadnějšímu zvýšení meze pevnosti oproti neplněným matricím. Snímky z polarizačního mikroskopu vzorků č. 8 a č. 10 (viz Tab. 8) znázorňují Obr. 28 a Obr. 29.



Obr. 28 Snímek vzorku č. 8 (objektiv 10x)

Obr. 29 Snímek vzorku č. 10 (objektiv 10x)

Z těchto snímků je patrné, že uhlíková vlákna byla rovnoměrněji rozmístěna v matrici než u vzorků, které nebyly připraveny smícháním v ultrazvukové čističce. Lépe zvoleným postupem přípravy kompozitních vzorků bylo docíleno výrazného zvýšení meze pevnosti v porovnání s neplněnou matricí. Komentář k zjištěným výsledkům připravených vzorků je obsažen v následující kapitole.

12 Diskuse

V první části experimentu jsme se zaměřili na přípravu kompozitních vzorků s dlouhými recyklovanými uhlíkovými vlákny. Ta jsme **neseparovali** a jednotlivé fáze jsme **spojili prostým nasypáním** vyztužujících **vláken** na polyethylenový **prášek**. Bylo použito 20 hm. % výtzuže stejně jako u vzorků připravených složitější metodou. U připravených vzorků jsme následně určili pomocí zkoušky tahem mez pevnosti a tuto hodnotu porovnali s hodnotami meze pevnosti neplněných polyethylenových matric. Takto připravené vzorky byly hodnoceny polarizačním mikroskopem. Výsledky a zhodnocení jsou uvedeny v následujících bodech:

- Ze zkoušky tahem jednodušeji připravených vzorků vyplývá, že oproti neplněným matricím došlo pouze k mírnému zlepšení a v několika případech se hodnoty meze pevnosti rovnaly nebo byly nižší. Nízká pevnost byla způsobena pravděpodobně nedostatečnou adhezí mezi vyztužujícími vlákny a matricí, rovněž mohlo dojít k nižší koncentraci vláken v matrici. U takto připravených vzorků vycházela **nejvyšší** pevnost u vzorků **s plazmově upravenou matricí**. Domníváme se, že u jednovrstvých kompozitních fólií má plazmová úprava pozitivní vliv na výslednou pevnost díky lepší mezifázové adhezi a kohezi.
- Přidáním uhlíkových vláken k matrici z polyethylenu ze základního stavu se pevnost z 11 MPa snížila na 10 MPa. K tomu došlo i přes použití dvou fólií z plazmově upraveného polyethylenu z obou stran jako krycí vrstvy. Smícháním vláken s polyethylenem plazmově upraveným přineslo mírně zvýšení z 12 na 16 MPa. To potvrzuje předpoklad, že plazmová úprava zvyšuje materiálové vlastnosti zlepšením adheze. U polyethylenu ITT 70 došlo k mírnému zvýšení pevnosti o 2,6 MPa.
- Mikroskopické hodnocení ukázalo, že vlákna nebyla dostatečně rozseparována a nebyla homogenně rozmístěna na matrici. To mělo za následek jen mírné zvýšení výsledné meze pevnosti oproti neplněné matrici.

V další části experimentu jsme zvolili **složitější postup přípravy**. Ten spočíval v promíchání vláken a matrice v ultrazvukové čističce ve skleněné nádobě, kde došlo k lepší **separaci vláken** a **lepšímu promíchání** jednotlivých fází. Z důvodu nízké meze pevnosti u ITT 70 jsme jej již se separovanými vlákny nemísili. Výsledky a zhodnocení jsou uvedeny v následujících bodech:

- U takto připravených vzorků se pevnost zvýšila podstatně více z důvodu lepšího promíchání jednotlivých fází a separace uhlíkových vláken. Po prvních přetřhaných vzorcích jsme zjistili, že k **výraznějšímu zvýšení** pevnosti oproti neplněné matrici došlo u **třívrstvé fólie z polyethylenu v základním stavu** (vzorek č. 9) než byla pevnost u plazmově upraveného (vzorek č. 7). To se potvrdilo i u pětivrstevných fólií, kdy u vzorku č. 8 se mez pevnosti zvýšila z 12,1 MPa na 19 MPa, ale u vzorku č. 10 došlo ke zvýšení meze pevnosti z 11 MPa na 26,3 MPa. U **lépe separovaných vláken** se **nepotvrdil předpoklad**, že plazmová úprava výrazněji zvyšuje pevnost kompozitu oproti polyethylenu v základním stavu.
- Mikroskopické hodnocení kompozitních vzorků se separovanými vlákny ukázalo, že došlo k lepšímu promíchání fází a vyztužující vlákna byla lépe rozmístěna po matrici. Snímky z mikroskopického hodnocení jsou uvedené v předešlé kapitole této bakalářské práce.
- Pro další výzkum **doporučujeme zlepšit separaci** uhlíkových vláken k dosažení lepší mezifázové adheze. Doporučujeme také najít **vhodnější způsob míchání výtzuže a matrice**. Navrhujeme delší dobu míchání fází a delší dobu separace vláken. Lepších výsledků by mohlo být dosaženo také při změně lisovacích podmínek, např. zvýšení lisovací doby nebo lisování kompozitních fólií přímo ve formě.

Mechanické zkoušení kompozitních vzorků ukázalo, že **použitím správně separovaných dlouhých uhlíkových recyklovaných vláken** bylo dosaženo výrazného **zvýšení meze pevnosti** materiálu. Správná separace vláken je pro výrobu kompozitu nezbytná spolu s dostatečným promícháním jednotlivých fází před samotným lisováním. Z měření je zřejmé, že použití uhlíkových vláken jako výtzuž kompozitu má jednoznačně smysl.

13 Závěr

V počáteční fázi experimentu přípravy kompozitních vzorků s polyethylenovou matricí vyztuženou neseparovanými uhlíkovými vlákny materiálová zkouška doložila, že kompozitní vzorky nedosahovaly výrazného zlepšení meze pevnosti pravděpodobně z důvodu nedostatečné adheze na mezifázovém rozhraní a nedostatečné separace uhlíkových vláken. Mez pevnosti v tahu u takto připravených vzorků byla srovnatelná s hodnotou neplněné matrice a v některých případech se jen mírně zvýšila.

Druhá část experimentu zaměřující se na využití dostatečně separovaných uhlíkových vláken nám potvrdila předpoklad, že takto připravené kompozitní vzorky přinesou výraznější zvýšení meze pevnosti. Zkouška vícevrstevných kompozitních fólií nepotvrdila, že užití matrice z plazmově upraveného polyethylenu vždy zvyšuje výslednou pevnost kompozitu.

- Lisováním byly připraveny vzorky různých kombinací uhlíkové výztuže a polymerní matrice.
- Materiály byly charakterizovány metodou DSC.
- U připravených vzorků byla změřena mez pevnosti zkouškou tahem.
- Tato studie navazuje na předešlou studii, ve které byly vzorky připraveny obdobným způsobem.
- Experiment byl prováděn s dodržением 20 hm. % výztuže.
- Byl navržen postup budoucího výzkumu této problematiky.

Cíle bakalářské práce byly splněny.

14 Bibliografie

- [1] MEISSNER, Bohumil a Václav ZILVAR. Fyzika polymerů: struktura a vlastnosti polymerních materiálů: celostátní vysokoškolská učebnice pro studenty vysokých škol chemicko-technologických studijního oboru 28-10-8 Technologie výroby a zpracování polymerů. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1987.
- [2] EHRENSTEIN, Gottfried W. Polymerní kompozitní materiály. V ČR 1. vyd. Praha: Scientia, 2009. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [3] BAREŠ, Richard A. Kompozitní materiály. 1. vydání. Praha: SNTL, 1988. ISBN 04-734-88.
- [4] KREBS, Stefan, Ladislav KOLAŘÍK a Barbora BRYKSÍ STUNOVÁ. Teorie zpracování plastů a kompozitů. V Praze: České vysoké učení technické, 2020. ISBN 978-80-01-06722-2.
- [5] PTÁČEK, Luděk. Nauka o materiálu II. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [6] AGARWAL, Bhagwan D. a Lawrence J. BROUTMAN. Vláknové kompozity: celostátní vysokoškolská příručka pro vysoké školy technické. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1987.
- [7] Laš, V.: Mechanika kompozitních materiálů. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2004. ISBN 80-7043-273 – X.
- [8] Pavlica, R., Sdílení tepla při výrobě kompozitů, disertační práce, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická, Zlín, 2011
- [9] Cheremisinoff, N. P., Materials Selection Deskbook, William Andrew Publishing/Notes, 1996, ISBN 978-0-8155-1823-5

[10] Strong, A., B. (2008). Thermoplastic Composites, Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods, and Applications. Society of Manufacturing Engineers.

[11] BENDADA, A., S. SFARRA, M. GENEST, D. PAOLETTI, S. ROTT, E. TALMY, C. IBARRA-CASTANEDO a X. MALDAGUE. How to reveal subsurface defects in Kevlar® composite materials after an impact loading using infrared vision and optical NDT techniques? Engineering Fracture Mechanics [online]. 2013, 108, 195-208 [cit. 2021-11-25]. ISSN 00137944. Dostupné z: doi: 10.1016/j.engfracmech.2013.02.030

[12] LENGSEFELD, Hauke, Hendrik MAINKA a Volker ALTSTÄDT. Carbon Fibers. LENGSEFELD, Hauke, Hendrik MAINKA a Volker ALTSTÄDT. *Carbon Fibers* [online]. München: Carl Hanser Verlag GmbH & Co., 2020, 2020-12-07, s. 17-73 [cit. 2021-12-04]. ISBN 978-1-56990-828-0. Dostupné z: doi:10.3139/9781569908297.003

[13] MÜSSIG, Jörg. Industrial application of natural fibres: structure, properties, and technical applications. Wiley, 2010, xxi, 538 p. ISBN 978-047-0695-081.

[14] Daďourek, K. (2010). Adhezní síly v kompozitech. Fakulta mechatroniky, Katedra materiálu Strojní fakulty, Technická univerzita v Liberci. Dostupné z: http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/NKM/02adheze.pdf

[15] Chawla, K., K. (2012). Composites Materials: Science and Engineering. Londýn: Springer, 3. vydání. ISBN 978-0-387-74364-6.

[16] Klikorka, J., Hájek, B., & Votinský, J. (1989). Obecná a anorganická chemie. STNL – Nakladatelství technické literatury, Praha & Nakladatelstvo ALFA, Bratislava. 2. vydání, str. 986-988

[17] Fiala, J. & Kraus, I. (2016). Povrchy a rozhraní. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2. přepracované vydání. ISBN 9788001058817.

[18] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2003. ISBN 80-214-2443-5.

[19] KOŘÍNEK, Zdeněk. Technologie. Kompozity [online]. b.r. [cit. 2021-05-13]. Dostupné z: https://drive.google.com/file/d/0B8vQSuH1vI_vSI9DY3VYV0JUelU/view

[20] Fiala, J. & Kraus, I. (2016). *Povrchy a rozhraní*. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2. přepracované vydání. ISBN 9788001058817.

[21] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2003. ISBN 80-214-2443-5.

[22] ASM handbook: Volume 21, Composites. 10th editon. Materials Park, Ohio: ASM International, 2001. ISBN 0-87170-703-9.

[23] CAMPBELL, F. *Manufacturing technology for aerospace structural materials*. 1st ed. Boston: Elsevier, 2006. ISBN 978-1-85-617495-4.

[24] Vyztužené termoplasty v letecké konstrukci. MM [online]. b.r., 2013(1) [cit. 2022-04-26]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/vyztuzene-termoplasty-vletecke-konstrukci.html>

[25] Vlastnosti polyethylenu DOW 2629.10UE [online]. -: materialdatacenter, - [cit. 2022-07-03]. Dostupné z : <https://www.materialdatacenter.com/ms/en/Dowlex/The+Dow+Chemical+Company/DOWLEX%E2%84%A2+2629%252E10UE/e76242af/699>

[26] CARBONFIBER. *Carbonfiber.cz* [online]. Bílovec: CARBONFIBER, 2019 [cit. 2022-06-20]. Dostupné z: <https://carbonfiber.cz>

[27] ČECH, Radek. *PŘÍPRAVA KOMPOZITNÍCH VZORKŮ S POLYMERNÍ MATRICÍ*. Praha, 2021. Bakalářská práce. ČVUT v Praze. Vedoucí práce Jeníková Zdeňka

Příloha 1: Data sheet RXP NATURAL (LD/70/600μ)



RXP 1001 NATURAL (LD/70/600μ)

Low Density PolyEthylene powder

Description:

RXP 1001 NATURAL (LD/70/600μ) is a Low Density Polyethylene (LDPE) powder suitable for applications where high filler acceptance, low viscosity and good flow properties are required.

General

MFI (190°C / 2.16kg)	ISO 1133	70	g/10min
Density	ISO 1183	0.919	g/cm ³

Thermal

Melting Point (DSC)	ISO 3146	104	°C
Vicat Softening Temperature (Condition A120)	ISO 306	75	°C

Datasheet

The data and information contained within this datasheet are based upon experiments and tests which RESINEX believes to be reliable and are only intended as indicative values. This datasheet does not constitute any specification limits. RESINEX advocates the testing of the product for suitability in the final application. Unless specifically mentioned, all values quoted relate to the base resin.

Resinex Group Headquarters

Moerenstraat 85A
B - 2370 Arendonk

Tel: +32 (0)14 67 25 11
Fax: +32 (0)14 67 20 12

www.resinex.com
resinex@resinexgroup.com

Issue Date:
Mar 2015

Page 1 of 1

Příloha 2: Vybrané vlastnosti použitých uhlíkových vláken

VLASTNOSTI	PARAMETRY
délka	8 mm (± 1 mm max)
průměr	7 μ m (± 1 μ m max)
obsah vláken	> 95 %
vlhkost	max 0,5 %
hustota	1,8 g/cm ³
pevnost v tahu	> 3 500 MPa
pružnost	> 230 GPa
prodloužení	1,5 %
objemová hustota	250–550 g/l
obsah plniva	0 %

MOŽNÉ DALŠÍ DÉLKY VLÁKEN

* standardně:

- 3 mm
- 4,5 mm
- 6 mm
- 12 mm
- 16 mm
- 20 mm

* nestandardně: dle přání zákazníka
v rozmezí 1–100 mm

* tolerance: 0,3–1 mm

Příloha 3: Data sheet DOWLEX 2629.10UE

Technical Information



DOWLEX™ 2629.10UE Polyethylene Resin

Overview DOWLEX™ 2629UE Polyethylene Resin for rotational and injection moulding is specifically designed for applications requiring excellent environmental stress crack resistance and impact strength combined with low warpage and good processing. Processing and Stabilisation: DOWLEX™ 2629UE Polyethylene Resin is fully heat and UV stabilised resulting in a wide processing latitude, good colour retention and long life expectancy. The powder version is named DOWLEX™ 2629.10UE Polyethylene Resin.

Applications:

- Intermediate bulk containers
- Drums for chemicals
- Boats
- Freezer containers
- Fish crates
- Small tanks

Complies with:

- Europe EU-Directive 2002/72/EC
- U.S. FDA CFR 177.1520(c)3.1a

Consult the regulations for complete details.

Physical	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Density	0.935 g/cm ³	0.935 g/cm ³	ASTM D792
Melt Mass-Flow Rate (MFR) (190°C/2.16 kg)	4.0 g/10 min	4.0 g/10 min	ISO 1133
Environmental Stress-Cracking Resistance			ASTM D1693
122°F (50°C), 10% AntaroX, Compression Molded	400 hr	400 hr	
122°F (50°C), 100% AntaroX, Compression Molded	> 1000 hr	> 1000 hr	
Mechanical	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Tensile Stress (Yield, Compression Molded)	2540 psi	17.5 MPa	ISO 527-2
Tensile Strain (Break, Compression Molded)	650 %	650 %	ISO 527-2
Flexural Modulus (Compression Molded)	93500 psi	645 MPa	ISO 178
Impact	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Multi-Axial Instrumented Impact Energy			ISO 6603-2 ¹
-4°F (-20°C), Rotational Molded	48.7 to 64.9 ft·lb	66.0 to 88.0 J	
73°F (23°C), Rotational Molded	39.8 to 53.1 ft·lb	54.0 to 72.0 J	
Hardness	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Shore Hardness (Shore D, Compression Molded)	57	57	ISO 888
Thermal	Nominal Value (English)	Nominal Value (SI)	Test Method
Heat Deflection Temperature			ISO 75-2/B
66 psi (0.45 MPa), Unannealed	128 °F	52.0 °C	
Vicat Softening Temperature	248 °F	119 °C	ASTM D1525 ²
Melting Temperature	255 °F	124 °C	DSC
Peak Crystallization Temperature (DSC)	230 °F	110 °C	DSC

Notes

These are typical properties only and are not to be construed as specifications. Users should confirm results by their own tests.

¹ Plates of 3-4 mm thickness.

² Rate B (120°C/h), Loading 1 (10 N)