

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

ŘEŠENÍ ADHEZE U KOMPOZITŮ S POLYMERNÍ MATRICÍ
PROBLEMS OF ADHESION BETWEEN POLYMER MATRIX AND
REINFORCEMENT IN COMPOSITES

AUTOR: Bc. VASIL Tomáš

STUDIJNÍ PROGRAM: VMI

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D.

PRAHA 2017

Zadání

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne:

Podpis:

Anotace

Předkládaná diplomová práce pojednává o problematice adheze v kompozitních materiálech s polymerní matricí. Teoretická část práce se zabývá základními pojmy v oblasti kompozitního inženýrství a současně nabízí přehled metod, které zvyšují adhezi v kompozitech. V praktické části práce je popsán experiment s kompozitními vzorky obsahující polyethylenovou matrici v upraveném a základním stavu a skleněná nebo uhlíková vlákna.

Klíčová slova

Kompozit, adheze, skleněná vlákna, uhlíková vlákna, matrice, plazmová úprava polyethylenu, polyethylen, mezifáze

Annotation

This diploma thesis follows up the problems of adhesion in composite materials with polymer matrix. Theoretical part of the thesis explains basics of the composite science and also sums up the methods of improving the adhesion in composites. Experimental part of the thesis describes the experiment with composite testimens consisting of polyethylene matrix in modified condition or basic condition and glass or carbon fibres.

Keywords

Composite, adhesion, glass fibers, carbon fibers, matrix, plasma treatment of polyethylene, polyethylene, interphase

Poděkování

Touto cestou bych rád poděkoval Ing. Zdeňce Jeníkové, Ph.D. a Ing. Taťaně Vackové, Ph.D. za poskytnutou pomoc a cenné rady při tvorbě této práce.

Obsah

I Teoretická část.....	9
1 Úvod	9
2 Kompozity	10
2.1 Kompozity s polymerní matricí	11
2.1.1 Adheze mezi fázemi.....	11
2.1.2 Druh, tvar a orientace výztuže	11
2.1.3 Druh použité matrice	16
2.1.4 Mezifáze.....	18
2.1.5 Aplikace polymerních kompozitů.....	19
3 Adheze v mezifázi	20
3.1 Faktory a mechanismy ovlivňující adhezi.....	20
3.1.1 Vzájemná smáčivost složek kompozitu	21
3.1.2 Vazby v mezifázi	25
3.2 Modifikace povrchu vláken kompozitu	26
3.2.1 Přírodní vlákna.....	27
3.2.2 Uhlíková a skleněná vlákna	35
3.3 Plazmová modifikace matrice	42
II Experimentální část	44
4 Popis a cíle experimentální části	44
5 Použité materiály	44
5.1 Matrice	44
5.2 Výztuž	46
5.2.1 Uhlíková vlákna.....	46
5.2.2 Skleněná vlákna	47
5.3 Separátor	48
6 Příprava vzorků	48
6.1 Postup přípravy vzorků	50
6.1.1 Systém značení vzorků	51
6.1.2 Vzorky tvořené pouze matricí.....	51
6.1.3 Vzorky s 30% podílem výztuže, krátká vlákna	52
6.1.4 Vzorky s 10% podílem výztuže, krátká vlákna	53
6.1.5 Různorodé testovací vzorky.....	54
6.1.6 Finální podoba vzorků	56
6.1.7 Normalizované vzorky.....	58

7	Testování vzorků	60
7.1	Zkoumání pórovitosti vzorků na světelném mikroskopu.....	60
7.1.1	Příprava vzorků.....	60
7.1.2	Pozorování na mikroskopu, snímky.....	61
7.1.3	Vyhodnocení snímků	65
7.2	Zkouška tahem vzorků	66
7.2.1	Princip tahové zkoušky	66
7.2.2	Příprava vzorků s lichoběžníkovým průřezem	66
7.2.3	Příprava vzorků z formy pro tahové polymerní vzorky.....	68
7.2.4	Průběh a vyhodnocování tahové zkoušky.....	69
7.2.5	Naměřené výsledky tahové zkoušky.....	70
7.2.6	Výsledky tahové zkoušky	72
7.3	Pozorování na světelném mikroskopu	79
7.3.1	Příprava vzorků.....	79
7.3.2	Vyhodnocení měření.....	80
8	Závěr a diskuze.....	82
9	Seznam použité literatury	85
10	Seznam použitých veličin	88
11	Slovník použitých pojmů	89
12	Použité přílohy	90
12.1	Tahové diagramy.....	90

I Teoretická část

1 Úvod

Hlavní motivací vzniku této práce je výzkum potenciálního zlepšení mezifázové adheze v kompozitech. Místa styku výztuže a matrice jsou naprosto zásadní a určující pro vlastnosti celého kompozitu. Dojde-li totiž k porušení funkčního spojení mezi výztuží a matricí, je přerušen přenos napětí z matrice na obvykle výrazně pevnější výztuž. Pokud adhezní síly v mezifázi nejsou dostatečně velké na to, aby byl umožněn přenos napětí z matrice na výztuž, přítomnost výztuže v kompozitu se stává naprosto zbytečná, kompozitní materiál nevyužívá synergického efektu a nejsou využity materiálové charakteristiky, které nám kompozitní výztuž nabízí.

Z tohoto důvodu je dnes soustředěna velká pozornost na výzkum kompozitní adheze a charakteristiky mezifáze. V tomto směru jsou dnes možné dvě cesty. Modifikace mezifázové adheze skrze povrchovou úpravu výztuže je cesta první. Druhou cestou jsou pak úpravy samotné matrice. V tuto chvíli je mnohem využívanější cesta první. Vlákná jsou již při výrobě vhodně upravována pro daný typ matrice, se kterou následně vytvoří výsledný kompozit. Tyto postupy a metody jsou dnes již dobře popsány a praxí ověřené.

Tato práce se však zabývá druhou cestou zlepšení adheze. Předmětem výzkumu je proto vliv modifikace matrice, polyethylenu, na mechanické vlastnosti kompozitu. Mechanické vlastnosti jsou v tomto případě přímo určeny kvalitou adheze a proto je kvalita adhezních sil, tedy předmět výzkumu této práce, určována pomocí mechanické charakteristiky materiálu. Tento výzkum navazuje na již proběhlé výzkumy, které byly na toto téma provedeny v rámci Ústavu materiálového inženýrství ČVUT v Praze. Poznatky získané z tohoto výzkumu budou v budoucnu využity v rámci dalších výzkumů polymerních materiálů na Ústavu materiálového inženýrství a mohly by sloužit jako vstupní informační zdroj pro vývoj a návrh kompozitů obsahující daný plazmově modifikovaný typ matrice.

2 Kompozity

Kompozitním materiálem rozumíme heterogenní systém složený minimálně ze dvou fází. Jednotlivé fáze mají rozdílné mechanické, chemické a fyzikální vlastnosti. Základní vlastností kompozitních materiálů je tzv. synergismus. Synergismus spočívá v tom, že vlastnosti výsledného kompozitu jsou vyšší, než kdybychom v poměru jednotlivých fází sečetli vlastnosti těchto fází. Toto nám umožňuje vyvíjet a vytvářet materiály, jejichž vlastnosti si do jisté míry můžeme určovat a měnit dle naší potřeby, například skrze skladbu kompozitu, pomocí orientace jednotlivých složek či volbou materiálu matrice či výztuže. Toto je způsobeno brzděním lomové trhliny na rozhraní matrice a výztuže. Na tomto rozhraní dochází k odklonu směru šíření trhliny a k intenzivnímu tření mezi maticí a výztuží. Kvalita tohoto rozhraní a vzájemná adheze mezi maticí a výztuží má tedy určující vliv na výsledné vlastnosti kompozitu. Z tohoto důvodu jsou vlákna určená pro kompozitní výrobu povrchově upravována, aby bylo dosaženo co nejlepších vlastností na rozhraní matrice – výztuž.

Jak bylo řečeno výše, kompozitní materiály jsou tvořeny dvěma základními složkami: maticí (pojivem) a výztuží. Matrice je spojitá fáze kompozitu, která slouží jako pojivo a zajišťuje dostatečné prosycení přítomné výztuže, čímž je zaručen spojitý přenos napětí na rozhraní fází. Úkolem matrice je také zajištění geometrické polohy vláken a tvarové stálosti výrobku při současné ochraně kompozitu proti vnějším vlivům [2]. Z tohoto důvodu jsou matrice obvykle chemicky stálé látky s odolností proti různým druhům chemického prostředí. Optimálního efektu matrice je dosaženo tehdy, dojde-li ke smáčení výztuže bez jakýchkoliv defektů (např. vzduchové bubliny či hromadění výztuže v jednom místě) a k maximální možné adhezi na rozhraní matrice a výztuže [3]. V tomto případě dojde k ideálnímu přenesení působících sil z matrice, která má horší mechanické vlastnosti, na částice či vlákna výztuže, která má výrazně lepší mechanické charakteristiky.

Nespojitou fází kompozitu tedy nazýváme výztuž. Oproti maticí bývá pevnější a dosahuje mnohem lepších mechanických vlastností. Výztuž je ovšem zpravidla mnohem náchylnější na vlivy okolního prostředí a současně je ve srovnání s maticí mnohem křehčí. V porovnání s pojivem bývá také výztuž výrazně dražší. Vzhledem k tomu, že výztuž je obvykle ve formě vláken či malých částic, setkáváme se také s problémem zajištění potřebné prostorové orientace a polohy výztuže v kompozitu, stejně tak jako s problémem homogenního rozmístění výztuže po celém objemu kompozitu [3].

Na základě druhu materiálu matrice, dělíme kompozity do třech základních skupin:

- Kompozity s kovovou matricí
- Kompozity s keramickou matricí
- Kompozity s polymerní matricí

Systém dělení kompozitů podle druhu matrice není jediným systémem klasifikace kompozitů. Kompozity můžeme dělit například dle typu výztuže (výztuž v podobě vláken, částicová výztuž.... apod.), dle typu orientace výztuže (orientovaná, neorientovaná), dle původu výztuže (přírodní výztuž, syntetická výztuž), dle biodegradability matrice (biodegradabilní, nebiodegradabilní) a dále dle dalších parametrů. Tato práce se však zabývá problematikou kompozitů s polymerní matricí, a proto bude pozornost upřena zejména na tento druh materiálu.

2.1 Kompozity s polymerní matricí

Jedná se o komerčně nejpoužívanější skupinu kompozitních materiálů. Existuje velké množství polymerů, které se v těchto materiálech využívají jako matrice. Mezi nejčastěji užívané matrice patří polyestery, vinyl estery, epoxidové pryskyřice, polyamidy, polyethylen, polypropylen a mnoho dalších. Jako výztuž jsou nejčastěji volena vlákna (zejména skleněná, uhlíková a aramidová) či částice různých minerálů. Mezi typické vlastnosti polymerních matric patří jejich nízká cena a jednoduché technologie zpracování a výroby, které jsou v průmyslové výrobě používány již řadu let, a proto jsou dnes již dobře zvládnuté. Naopak mezi slabiny kompozitů s polymerní matricí patří to, že polymerní matrice sama o sobě nemá příliš dobré mechanické vlastnosti, zejména pak pevnost a odolnost proti nárazu [4]. Základní faktory, které ovlivňují vlastnosti vlastnosti polymerních kompozitů jsou popsány v následujících kapitolách.

2.1.1 Adheze mezi fázemi

Silná adheze mezi matricí a výztuží je základní předpoklad pro dosažení kompozitu s požadovanými mechanickými vlastnostmi. Molekuly matrice či vláken mohou být předem chemicky upraveny pro zvýšení adhezního efektu. Tomuto tématu bude více věnována pozornost v dalších částech této práce.

2.1.2 Druh, tvar a orientace výztuže

Úlohou výztuže je zlepšit mechanické vlastnosti výsledného materiálu. V rámci těchto materiálů jsou používány tvarově rozličné druhy výztuže. Nejčastěji používané

výztuže z hlediska tvaru jsou však vláknitá plniva a částicová plniva, nejčastěji ve tvaru kuliček, hranolů či nepravidelných částic. U vláknitých výztuží platí, že jeden rozměr výrazně převyšuje rozměry ostatní, kdežto částicové výztuže mají všechny rozměry srovnatelně velké. Pokud jsou jako výztuž použita vlákna, tak platí, že ve směru orientace vláken má výsledný materiál největší pevnost, a proto by měl směr orientace vláken kopírovat směr největšího pracovního napětí kompozitní součásti.

V praktickém experimentu, o kterém pojednává druhá část této diplomové práce, budou jakou výztuž použita skleněná a uhlíková vlákna. Proto nyní budou popsány základní vlastnosti a charakteristiky zejména těchto dvou materiálů.

2.1.2.1 Uhlíková vlákna

Uhlíková vlákna jsou jeden z nejpoužívanějších materiálů, užívaných jako výztuž v kompozitech, napříč celým spektrem kompozitních aplikací. Velmi vysoká pevnost (běžná pevnost vláken, užívaných do jednosměrných prepregů, je kolem 3500 MPa), vysoký modul pružnosti a nízká hustota jsou klíčové vlastnosti uhlíkových vláken.

Vlastnosti uhlíkových vláken jsou definovány jejich strukturou. Krystal grafitu je velice anizotropní. Ve směru kolmém k bazálním rovinám jeho šesterečné mřížky působí jen slabé Wan der Waalsovy síly [5]. V rovinách bazálních vrstev, tzv. aromatických rovinách, jsou atomy vázány velmi pevnými kovalentními vazbami. Vlastností aromatických rovin je využíváno v uhlíkovém vláknu [6]. V uhlíkovém vláknu jsou tyto aromatické roviny orientovány zejména ve směru osy vlákna. Tyto roviny nejsou ve vláknu uspořádány rovnoměrně, ani obvykle nejsou rovné. Roviny jsou umístěny nahodile a jsou zvlněny. Toto uspořádání nazýváme turbostatické. Nejlepších mechanických vlastností dosahují struktury, které se blíží struktuře grafitu namáhané ve směru bazálních rovin. V tomto případě se pak uhlíkové vlákno svými vlastnostmi blíží grafitu, jehož modul pružnosti v tahu je zhruba 1000 GPa [1]. Uhlíková vlákna jsou velmi drahá, ale nabízejí nejlepší mechanické vlastnosti, v porovnání s ostatními vlákny, používanými jako kompozitní výztuž. Z hlediska mechanických vlastností bývají často uhlíková vlákna rozdělována do čtyř základních kategorií:

- Vlákna s vysokou pevností
- Vlákna se středním modulem
- Vlákna s vysokým modulem
- Vlákna ultravysokým modulem

Vlastnosti základních typů uhlíkových vláken jsou ukázány v tabulce 1.

Tabulka 1 - Vlastnosti uhlíkových vláken [7]

Charakteristika	Vlákna s vysokou pevností	Vlákna se středním modulem	Vlákna s vysokým modulem	Vlákna s ultravysokým modulem
Hustota [g /cm ³]	1,8	1,8	1,9	2,0
Youngův modul [GPa]	230,0	290,0	370,0	600,0
Mez pevnosti v tahu [GPa]	3,5	5,5	2,2	3,4
Poměrné prodloužení, tah [%]	1,5	1,9	0,7	0,8

Z hlediska adheze neupravených uhlíkových vláken k matricím v kompozitu, ať už se jedná o matrice na bázi epoxy či na bázi polypropylenu, polyethyletherketonu či jiných polymerů, můžeme říci, že neupravená vlákna uhlíku dosahují velmi malé adheze s matricí. To je způsobeno nepolárními vlastnostmi čistého uhlíkového vlákna [7]. Proto jsou dnes vyráběná uhlíková vlákna povrchově upravena. Vlákna se upravují ze tří hlavních důvodů. Za prvé, povrchová ochrana vláken proti vnějším vlivům (např. chemické vlivy, vlhkost). Za druhé, antistatická povrchová ochrana vláken, která zabrání tomu, aby vlákna, vlivem elektrostatických sil, tvořila shluky, které by způsobily ztrátu kvality daného uhlíkového kompozitu. Třetím hlavním důvodem, proč jsou uhlíková vlákna při výrobě povrchově upravena, je již zmíněná snaha o zlepšení adheze mezi vlákny a matricí. Existují dva základní způsoby povrchových úprav uhlíkových vláken:

- **Mokrý metody** – spočívají v ponoření vláken do oxidačních činidel (např. kyseliny dusičné) a následné elektrochemické oxidaci. Jedná se o průmyslově nejnávyžší metodu pro úpravu uhlíkových vláken [7].
- **Suché metody** – spočívají v oxidaci na vzduchu či v prostředí kyslíku. Typickým příkladem je plazmová úprava vláken [7].

2.1.2.2 Skleněná vlákna

Mezi hlavní výhody použití skleněných vláken patří jejich dobré mechanické vlastnosti a nízká cena. Při srovnání s uhlíkovými vlákny zjistíme, že skleněná vlákna mají sice horší mechanické vlastnosti, ale jejich cena je nižší, než v případě vláken z uhlíku. Oproti uhlíkovým vláknům mají také větší odolnost proti vlivům korozního prostředí. Této vlastnosti skleněných vláken se typicky využívá při návrhu kompozitních dílů, určených pro letecký průmysl. Tyto díly jsou často konstruovány tak, že vnitřní vrstvy materiálu jsou tvořeny uhlíkovou tkaninou, ale okrajové vnější vrstvy jsou z tkaniny skleněné. Tato skladba vrstev propůjčí dílu větší schopnost odolávat koroznímu prostředí.

V technické praxi se používají různé typy skleněných vláken. Jednotlivé typy se liší svým chemickým složením, které současně určuje vlastnosti daného vlákna a jeho potenciální využití. Společné však skleněná vlákna mají to, že jejich základním stavebním prvkem je oxid křemičitý (SiO_2). Tento oxid při teplotách kolem $2000\text{ }^\circ\text{C}$ měkne, jelikož jeho molekuly se při těchto teplotách začnou volně pohybovat. Pokud je takto ohřátý SiO_2 rychle zchlazen, molekuly nejsou schopny vytvořit krystalickou strukturu a dochází k tvorbě struktury amorfní, která má v celém objemu isotropní vlastnosti [4]. Vlákna pak vznikají tažením tohoto roztaveného oxidu a následně jsou rychle zchlazena. Vysoká teplota zpracování tohoto materiálu je však velká nevýhoda. Proto jsou do struktury skla přidávány různé příměsi, typicky další druhy oxidů, které snižují teplotu zpracování a zároveň zajišťují další specifické vlastnosti materiálu [4]. Dnes používané druhy skel jsou následující:

- **A - glass (alkalická)** – používají se zejména pro výrobu oken či lahví. Dnes se z nich vlákna dělají jen vyjíměčně. Vykazují malou odolnost proti alkáliím.
- **E - glass (elektrická)** – dnes tvoří 90 % produkce skleněných vláken. Skleněná vlákna z tohoto druhu skla jsou průchodná pro rádiové signály, což je důvodem jejich velkého využití ve vojenské a letadlové technice.
- **C - glass (chemická)** – ve struktuře skla je zvýšené množství oxidu boritého. Vlákna z tohoto druhu skla mají výbornou korozní odolnost a jsou obvykle používána v chemickém průmyslu.
- **D - glass (dielektrická)** – borosilikátová skla s nízkou dielektrickou konstantou. Vyvinuta speciálně pro využití v radiotechnice a vojenství.

- **L - glass (nízkoztrátová)** – vlákna z těchto skel mají velmi nízkou dielektrickou konstantu a nízký disipační faktor. Díky těmto vlastnostem jsou tyto vlákna využívána v aplikacích jako přenašeče signálu.
- **R - glass (odporová), S - glass (pevnostní)** – aluminosilikátová skla s lepšími mechanickými vlastnostmi než klasická E skla. Vlákna z těchto materiálů se vyznačují velice dobrými mechanickými vlastnostmi oproti ostatním skleněným vláknům a větší odolností proti vysokým teplotám. R - glass a S - glass je jeden a ten samý materiál, R -glass je evropská verze, S - glass pak americká.
- **T - glass (termální)** – vlákna z toho skla mají nejmenší součinitel teplotní roztažnosti. Současně mají mechanické vlastnosti na úrovni R - glass/S - glass vláken.
- **Z - glass (zirkonová)** – vlákna z těchto skel mají zvýšenou odolnost proti alkalickým látkám a jsou určena pro chemické aplikace.

Základní vlastnosti nejpoužívanějších druhů skelných vláken jsou uvedeny v tabulce 2.

Tabulka 2 - Vlastnosti skelných vláken [4]

Charakteristika	A -glass	C -glass	D -glass	E -glass	R -glass	S -glass
Youngův modul [GPa]	73,0	74,0	55,0	71,0	86,0	85,0
Mez pevnosti v tahu [GPa]	3,1	3,1	2,5	3,4	4,4	4,5
Hustota [g/cm ³]	2,5	2,5	2,2	2,5	2,5	2,5

Skleněná vlákna, podobně jako vlákna uhlíková, jsou během výroby povrchově upravována. I zde platí, že důvody aplikování povrchové úpravy vláken jsou zejména ochrana vláken před mechanickými vlivy a třením (použití maziv či vosků) a zlepšení budoucí adheze s matricí (silany, epoxidové pryskyřice).

2.1.2.3 Přírodní vlákna

Přírodní vlákna mohou být různého původu. Jako příklad můžeme uvést vlákna pocházející z dřeva, bavlny, skořápek ořechů, kůry dřevin, kukuřičných klasů, lenu apod. Tato vlákna jsou složena zejména z celulózy, hemicelulózy a ligninu. Konkrétní složení

vláken se odvíjí od jejich původu. Oproti syntetickým vláknům, jakými jsou například vlákna skleněná a uhlíková, mají organická vlákna několik výhod. Tato vlákna se hojně vyskytují v přírodě, tedy jsou levnější. Na rozdíl od syntetických vláken je tato vlákna možné po skončení užívání spálit či nechat přirozeně kompostovat. Také mají obvykle menší hustotu a tedy i hmotnost. Současně jsou přírodní vlákna biodegradabilní a celkově nabízí nižší zdravotní rizika. Spojením těchto organických vláken s polymerní matricí vzniká pevný kompozitní materiál [8].

Navzdory mnoha zajímavým vlastnostem, které přírodní vlákna nabízí, mají i své nevýhody. Hlavní nevýhodou je malá přirozená adheze těchto obvykle polárních vláken k nepolárním polymerním matricím, jakými jsou PE či PP matrice. Tento jev může negativně ovlivnit výsledné vlastnosti kompozitu. Přírodní vlákna jsou obvykle poměrně hydrofilní, a proto se stává, že se mezi povrchy vláken utváří vodíkové můstky a dochází k utváření shluků těchto vláken v nepolární matrici a tedy nerovnoměrnému rozmístění vláken v objemu. Tím se snižuje efektivita přenosu napětí mezi matricí a plnivem při zatížení. Z těchto důvodů se často používají matrice polární. Například pryskyřice na bázi epoxidu či nenasycený polyester (UP). Problémem těchto polárních matric je však jejich omezené použití ve venkovních prostorách, kde díky polaritě dochází k poškození těchto matric vlivem vlhkosti. Polární matrice mohou absorbovat vlhkost do svého objemu, což snižuje jak vlastnosti kompozitu, tak adhezi na rozhraní vlákna-matrice. Další nevýhodou přírodních vláken je jejich nižší teplotní stabilita oproti vláknům syntetickým [8, 9].

2.1.3 Druh použité matrice

Druh použité matrice je určen aplikací daného kompozitního materiálu. Obecně lze říci, že polymerní matrice mají dobrou zpracovatelnost, nízkou cenu, dobrou chemickou odolnost a nízkou hustotu. Současně ovšem platí, že nejsou příliš pevné a jejich vlastnosti jsou závislé na teplotě. Existují tři základní druhy používaných polymerních matric:

- Termoplastické matrice
- Matrice z reaktoplastů
- Elastomerní matrice

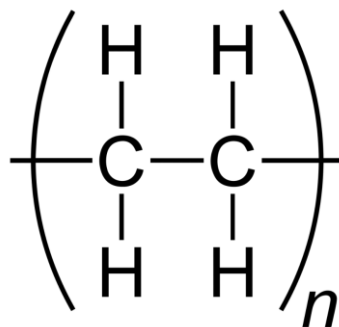
2.1.3.1 Termoplastické matrice

Typickými zástupci tohoto druhu matrice jsou polyethylen, polypropylen, polystyren, polykarbonát a jiné. Struktura termoplastů je složena z dlouhých řetězců makromolekul. Díky tomu pro termoplastické materiály platí, že mají silné vazby mezi jednotlivými

molekulami uvnitř řetězců, ale vazby mezi jednotlivými řetězci jsou slabé. Tato struktura určuje vlastnosti termoplastických matric. Tyto matrice je možné přetavovat a při působení zvýšené teploty měnit jejich finální tvar, čehož se využívá při zpracování plastů, například při technologiích pultruze či vstřikování. Z pohledu makrostrukturního platí, že termoplasty jsou buď semikrystalické nebo amorfní [13, 1].

2.1.3.1.1 Polyethylen

V praktické části této práce bude pro tvorbu kompozitních vzorků využit polyethylen jako matrice, proto zde bude nyní uvedeno několik základních informací o tomto materiálu. Polyethylen patří mezi termoplastické polymery. Jedná se o bezbarvý polymer, který má má velice jednoduchou strukturní molekulu a z tohoto důvodu při tuhnutí dobře krystalizuje. Typické jsou pro něj krystalické útvary, zvané sferolity.



Obrázek 1 – Strukturní molekula polyethylenu [43]

Díky symetrické molekule je polyethylen nepolární a to se projevuje zejména velice nízkou adhezí k různým typům výztuže (uhlíková vlákna, skleněná vlákna, aramidová vlákna), pokud je polyethylen v základním stavu. Z tohoto důvodu není tento polymer využíván pro účely kompozitní matrice příliš často. Nepolární vlastnosti polyethylenu mají však tu výhodu, že je tento materiál velice chemicky odolný, čehož se využívá při skladování chemických látek v polyethylenových svařovaných nádobách. Polyethylen je ve vodě nerozpustný a nenavlhá. Obvykle se uvádí, že maximální pracovní teplota pro trvalé použití polyethylenu (bez mechanického namáhání) je 70 °C, při vyšších teplotách začne docházet k degradaci materiálu díky vlivu teploty [44, 45]. Rozlišujeme tři základní typy polyethylenu:

- Nízkohustotní polyethylen
- Vysokohustotní polyethylen
- Lineární, nízkohustotní polyethylen

Nízkohustotní polyethylen je také často označován jako LDPE (z anglického Low Density Polyethylen). Tento typ se vyznačuje rozvětvenými makromolekulami a má hustotu v rozmezí 910 až 930 kg.m⁻³. Vysokohustotní polyethylen obsahuje lineární makromolekuly, které mají malé množství krátkých větví. Tento druh má mezinárodní zkratku HDPE (z anglického High Density Polyethylene). Hustota HDPE se pohybuje v rozsahu 940 až 970 kg.m⁻³. Posledním typem je lineární nízkohustotní polyethylen. Ve struktuře tohoto polymeru nenajdeme sekundární větvení makromolekulárních řetězců. Často bývá tento polymer označován zkratkou LLDPE (z anglického Linear Low Density Polyethylene). Teplota skelného pro přechodu pro lineárního nízkohustotního polyethyleny se pohybuje kolem -120 °C, což platí i pro rozvětvený polyethylen. Teplota tání lineárního polyethyleny je zhruba 140 °C, kdežto teplota tání rozvětveného polyethyleny je asi 110 °C [44, 45].

2.1.3.2 Reaktoplasty

Reaktoplasty jsou tvořeny hustou, zesíťovanou strukturou. Tato zesíťovaná struktura vzniká působením teploty či tlaku a tento proces zesíťování reaktoplastických materiálů se nazývá vytvrzování. Reaktoplastické matrice jsou hojně využívány pro výrobu tzv. prepregů, což jsou výztuže (obvykle uhlíková, skleněná či aramidová vlákna) ve formě jednosměrných vláken či tkanin, předem sycené reaktoplastickou matricí, typicky epoxidovou pryskyřicí. Prepregy jsou vrstevně kladeny do formy, která má tvar negativu dílu a po tomto kroku je díl vložen do pece či přetlakové nádoby, tzv. autoklávu, kde za předem definové teploty proběhne proces vytvrzování. Zesíťované reaktoplasty již není možno tavit, při působení teploty dochází pouze k poškozování struktury a následnému rozkladu struktury. Nejčastěji užívanými materiály pro výrobu reaktoplastických matric jsou epoxidové pryskyřice a polyestery [1].

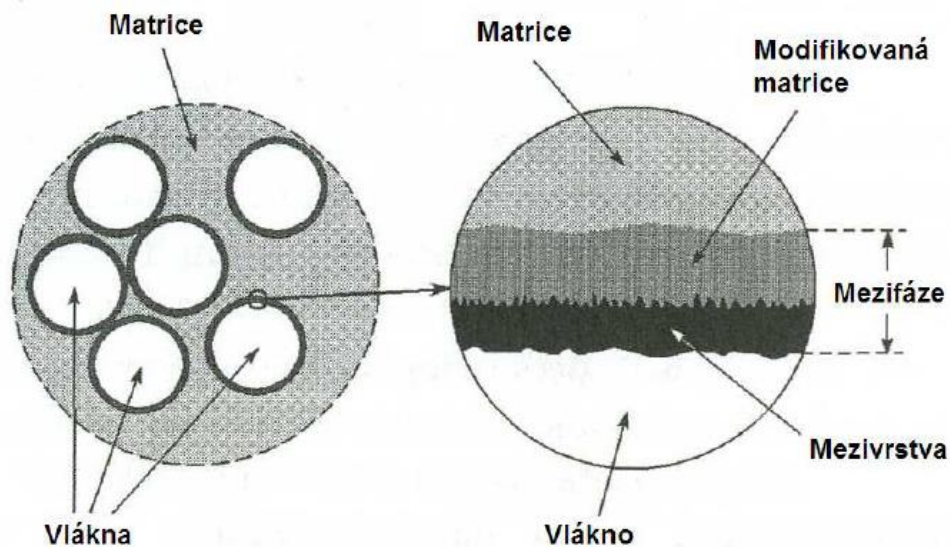
2.1.3.3 Elastomerní matrice

Pro elastomerní polymery je typický velice nízký modul pružnosti a vysoké hodnoty tažnosti oproti ostatním druhům polymerů. Tyto polymery mají amorfní strukturu a jejich teploty skelného přechodu jsou velice nízké (typicky pod -50 °C), díky čemuž mají tyto materiály své typické elastické vlastnosti. Elastomerní matrice tvoří velmi malé procento využívaných polymerních matric a jsou obvykle vyráběny z polyuretanové pryskyřice [4, 13].

2.1.4 Mezifáze

Mezifází nazýváme oblast mezi povrchem vlákna a matricí. Mezifáze může mít v odlišných místech kompozitu různé vlastnosti a současně platí, že struktura či vlastnosti

mezifáze se mohou lišit od jednotlivých složek kompozitu. Vlastnosti mezifáze přímo ovlivňují povahu interakce mezi výztuží a maticí.



Obrázek 2- Schéma mezifázové oblasti kompozitu [14]

Oblast mezifáze je určující pro jevy, související s adhezí na rozhraní výztuže a matrice. V oblasti mezifáze dochází k interakcím matrice s výztuží. Z tohoto důvodu je oblast zkoumání mezifáze a jejich vlastností klíčová pro výzkum adheze v kompozitech. Zabýváme-li se zkoumáním adheze v kompozitu, lze říci, že zkoumáme vlastnosti mezifáze daného materiálu.

2.1.5 Aplikace polymerních kompozitů

Kompozity s polymerními matricemi jsou dnes využívány napříč různými průmyslovými odvětvími. Zde je přehled typických aplikací těchto materiálů:

- Letecký průmysl – konstrukční prvky letadel (např. vzduchové kanály, části křídel) či kryty
- Automobilový průmysl – konstrukční prvky (monokoky formulí či luxusních aut, nárazníky, části dveří apod.) či designové díly (například panely v palubní desce).
- Lékařský průmysl – implantáty, lékařské stoly, ortézy
- Vojenský průmysl – kevlarové neprůstřelné vesty či jiné součásti výstroje
- Sportovní vybavení - shafty hokejek, kanoé, kajaky, pádla, vesla, tenisové či badmintonové rakety, chrániče a další

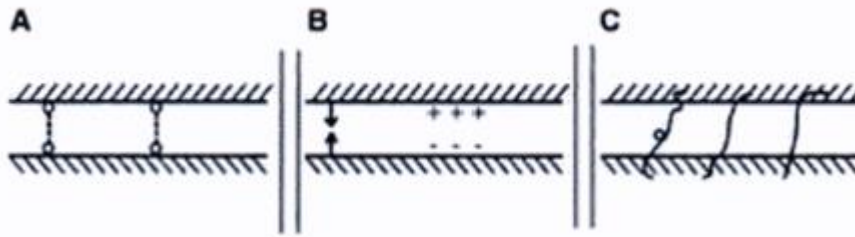
3 Adheze v mezifázi

Povaha a kvalita adhezních sil mezi kompozitní výztuží a matricí je jeden z klíčových faktorů, určujících mechanické vlastnosti výsledného kompozitu. Kompozitní výztuž, jak bylo řečeno v předchozích kapitolách, je do kompozitních materiálů přidávána z důvodu zlepšení mechanických vlastností výsledného materiálu, jelikož mechanické vlastnosti samotné matrice jsou obvykle nízké. Například uhlíková vlákna dosahují pevnosti řádu několika gigapascalů. Využití těchto mechanických vlastností výztuže však není možné, pokud mezi výztuží a matricí nedojde k dostatečnému spojení, tedy dostatečnému adhezivnímu efektu. Pokud nedošlo k určité vazbě mezi například vlákny a polymerní matricí, při přítomnosti zatížení vlákna pouze pokluzují uvnitř matrice a jejich skvělé mechanické vlastnosti zůstanou zcela nevyužity. Výsledný efekt vyztužení matrice je pak de facto nulový. Naopak pokud se podaří vyvolat funkční spojení mezi matricí a vlákny, je možné využít mechanické vlastnosti výztuže pro zpevnění celého kompozitu, jelikož se napětí, které je na kompozit přivedeno, může skrze funkční spojení mezi výztuží a matricí efektivně přenést na výztuž. Při mechanických zkouškách kompozitu, například tahové zkoušce, dochází k počátku porušení kompozitu ve chvíli, kdy jsou porušeny vazby mezi matricí a výztuží. Oblast mezifáze je tedy nejslabším místem kompozitu.

Z výše uvedených důvodů je otázka mezifázové adheze velice důležité téma k výzkumu. Při výzkumu mezifázového chování se otevírá možnost zlepšit vlastnosti kompozitů skrze modifikaci adhezního chování. V dnešní době je nejpoužívanější metodou, umožňující zvýšit adhezi v oblasti mezifáze, povrchová úprava výztuží během výroby. Druhým, byť mnohem méně využívaným přístupem, je modifikace použité matrice.

3.1 Faktory a mechanismy ovlivňující adhezi

Adheze je definována jako spojení dvou odlišných materiálů. V současné době jsou na základě výzkumů v oblasti adheze rozlišovány tři základní adhezní principy: fyzikální síly mezi povrchy, difuze a chemické interakce. Tyto mechanismy jsou tři základní, avšak existují také další adhezní mechanismy, které pod tyto tři spadají. Obvykle se v praxi setkáváme s tím, že je adheze utvářena kombinací více mechanismů, nikoliv pouze jedním. Schéma tří základních mechanismů adheze je na obrázku 3 [14, 15].



Obrázek 3- Tři základní adhezní mechanismy: A ...chemické interakce, B ...fyzikální interakce mezi povrchy, C ...difuze polymerních řetězců [16]

Povaha a charakteristika funkčního spojení mezi výztuží a matricí je určena několika faktory. Mezi základní určující faktory můžeme řadit chemické a fyzikální vlastnosti vstupujících materiálu. V tomto směru se jedná zejména o chemické složení výztuže a matrice, uspořádání atomů v daných materiálech, morfologické vlastnosti výztuže a difuzitu prvků v jednotlivých složkách kompozitu.

Současně sledujeme jednotlivé adhezní mechanismy a děje, které se odehrávají v mezifázi a utváří výslednou povahu adheze. Do této skupiny řadíme možnost mechanického zaklesnutí výztuže a matrice, smáčivost složek kompozitu, elektrostatickou přitažlivost složek, možnost molekulového zapletení, povahu a drsnost povrchu výztuže, rozmístění a orientaci výztuže a také povahu utvořených chemických vazeb. Kromě těchto hlavních vazebních mechanismů se na adhezi podílí také základní chemické vazby v materiálu, jakými jsou například vodíkové můstky, Van der Waalsovy síly a další samovolně vznikající vazby uvnitř materiálu [14, 15].

Nejdůležitější faktory a mechanismy, které tvoří a ovlivňují výslednou povahu adheze, budou představeny a popsány v následujících kapitolách. Jednotlivé faktory a mechanismy budou aplikovány zejména na výztuž v podobě uhlíkových či skleněných vláken, protože tento druh výztuže je použit v experimentální části práce.

3.1.1 Vzájemná smáčivost složek kompozitu

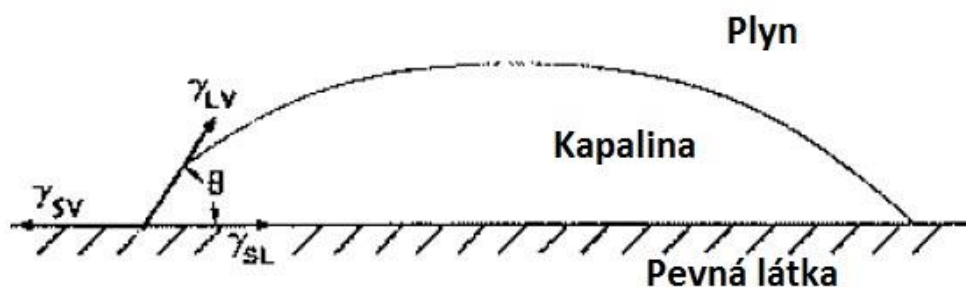
Smáčivost textilních a syntetických vláken je klíčovým faktorem pro návrh kompozitního materiálu s požadovanými mechanickými vlastnostmi. Adsorpce na povrchu vláken, vzájemná kompatibilita mezi vlákny a matricí či samotná smáčivost, jsou mechanismy, které jsou určeny povrchovými vlastnostmi složek kompozitu.

Pro zkoumání výše uvedených mechanismů jsou používány fyzikální veličiny jako úhel smáčivosti či povrchové napětí. Tyto veličiny vychází z teorie smáčení pevných povrchů

kapalinami. K ideálnímu smáčení dochází při interakci elektronů v atomárním měřítku, tedy pokud jsou jednotlivé atomy od sebe vzdáleny pouze na vzdálenost několika atomových pozic, popřípadě jsou dokonce v kontaktu. Skrze analýzu povrchových energií nebo vzájemných úhlů smáčivosti složek kompozitu lze dobře předpovídat, které kombinace výztuží a matric jsou vhodné a které naopak nikoliv.

3.1.1.1 Úhel smáčivosti

Jedná se o kvantitativní popsání interakce mezi kapalnou a pevnou fází. Úhel smáčivosti θ je definován jako úhel mezi povrchem pevné fáze a tečnou k povrchu kapalně fáze v bodě, kde se stýkají všechny tři fáze.



Obrázek 4 - Kontaktní úhel θ a povrchové energie γ pro kapku kapaliny na pevném povrchu [15]

3.1.1.2 Povrchové napětí

Základním vztahem teorie povrchové energie je tzv. Duprého rovnice, definující adhezni práci W_a :

$$W_a = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (1)$$

V tomto vztahu je γ povrchová energie. Jednotlivé indexy symbolizují dané fáze a jsou označeny podle svých anglických názvů (S – solid značí pevný povrch, L – liquid značí kapalinu, V – vapor značí plynnou fází). V teorii povrchového napětí jsou úhel smáčivosti a povrchové napětí propojeny skrze tzv. Youngovu rovnici:

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos\theta \quad (2)$$

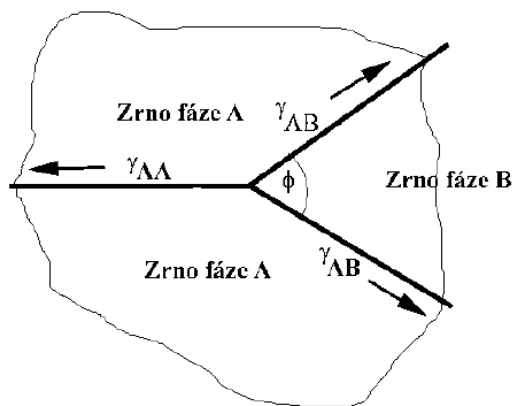
Pokud tedy dojde k dokonalému smáčení a úhel smáčivosti θ bude nulový, je kapalině umožněno dokonale smáčet pevných povrch a kapalina utvoří na pevném povrchu tzv. monomolekulární film. V tomto případě je povrchové napětí na rozhraní solid-vapor rovno nebo větší než součet povrchových napětí na rozhraních solid-liquid a liquid-vapor. Opačnou situaci tvoří případ, kdy je úhel smáčivosti větší než 90° . V této konstelaci tvrdíme, že

kapalina povrch nesmáčí. Tato situace je typická pro rozhraní tvořená pevnou fází s nízkým povrchovým napětím a kapalnou fází s vysokým povrchovým napětím. Extrémním případem je stav, kdy je úhel smáčivosti roven 180° , v tomto případě se kapalina dotýká pevného rozhraní pouze v jednom bodě za vytvoření kulového tvaru. Z těchto důvodů je v praxi vždy snaha dosáhnout toho, aby povrchová energie vláken byla vyšší než povrchová energie matrice [18, 19].

Výše uvedené příklady však platí pouze pro povrchově dokonalá fázová rozhraní, ve skutečnosti se na rozhraních nachází nedokonalosti. Z těchto důvodů je zaveden tzv. faktor drsnosti D . Faktor D představuje poměr velikosti skutečného povrchu k velikosti ideálního povrchu a vystupuje v rovnici:

$$\cos(\theta_{\text{drsné}}) = D \cdot \cos(\theta_{\text{ideální}}) \quad (3)$$

V kompozitních materiálech se však často setkáme s tzv. dvoufázovým rozhraním, nikoliv trojfázovým. V dvoufázovém rozhraní vystupuje kapalná fáze (v tomto případě matrice) a pevná fáze (výztuž). Pro tento případ je rovnováha fázových rozhraní a jejich povrchových napětí definována následovně.



Obrázek 5- Povrchové energie na dvoufázovém rozhraní [40]

Při styku třech zrn platí následující vztah:

$$\gamma_{AA} = 2 \cdot \gamma_{AB} \cdot \cos\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (4)$$

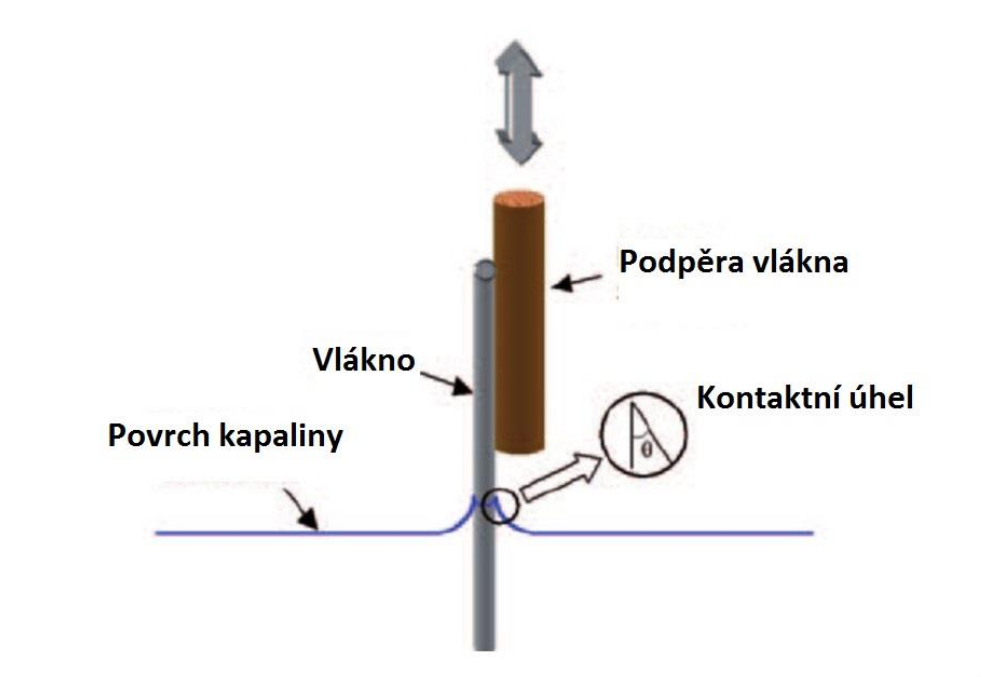
Ze schématu a vztahu vyplývá, že pokud je stejná smáčivost na rozhraních AB a AA, musí být úhel smáčivosti roven 120° . V tomto ideálním případě dochází k zaplnění veškerých nedokonalostí a pórů jednotlivými složkami rozhraní. V reálných případech však toto obvykle neplatí, úhel smáčivosti je větší než 120° a na rozhraní pozorujeme póry vzniklé nedokonalým smáčením jednotlivých fází [19, 20, 21].

Ačkoliv je poměrně jednoduché experimentálně měřit povrchové napětí kapalin, u pevných látek to již tak jednoduché není. Povrchové napětí výztuže bývá určeno skrze pozorování, jak kapaliny o známých povrchových napětích smáčí danou pevnou látku. Kapaliny s nižší hodnotou povrchového napětí než je hodnota povrchového napětí dané pevné látky, budou tuto pevnou látku smáčet.

Pro měření kontaktního úhlu v případě jednoho vlákna a kapaliny se používá tzv. gravimetrické metody (nebo micro-Wilhelmyova technika). Tato metoda sleduje sílu, která je kapalinou vyvinuta na vlákno. Síla je vztažena k poloměru vlákna a s kontaktním úhlem je svázána touto rovnicí:

$$F = \gamma_{LV} \cdot P \cdot \cos\theta \quad (5)$$

V této rovnici je F měřená síla a P je poloměr vlákna. Tento experiment se provádí jak za rovnovážného stavu soustavy, tak v dynamické podobě [19].



Obrázek 6 - Schéma měření pomocí micro-Wilhelmyovy metody [42]

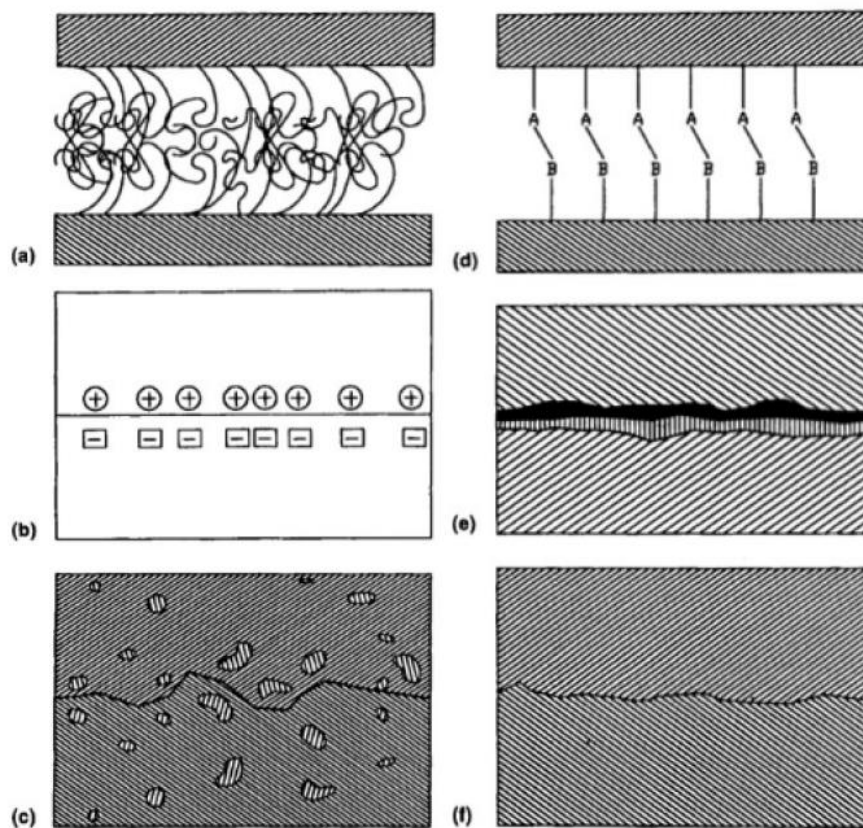
3.1.2 Vazby v mezifázi

Povaha vazeb v mezifázi se liší materiál od materiálu, systém od systému. Rozlišujeme však 4 základní typy vazeb v mezifázi:

- Mechanické vazby – mechanické záklínění styčných povrchů
- Elektrostatické vazby – tyto vazby zahrnují iontové vazby, vodíkové můstky, dipólové a polární interakce či například van der Waalsovy síly.
- Chemické vazby – vyskytují se na základě přítomnosti kovalentních vazeb specifických chemických skupin na povrchu vlákna a reaktivních skupin v matici.
- Difuze – mezimolekulární difuze nastává, pokud existují vzájemně protkané molekuly, které jsou spojeny s dvěma povrchy či složkami kompozitu najednou.

V oblasti mezifáze probíhají různé difuzní procesy, které se podílí na charakteru výsledné adheze. Pro polymerní systémy je typická difuze volných konců řetězců. Tato situace je zobrazena na obrázku 7 (a). I v případě nepolymerních systémů může probíhat tato tzv. interdifuze, která je zobrazena na obrázku 7 (c), a typicky je doprovázena chemickou reakcí. Vzniklé chemické vazby mezi molekulami AB mohou být různého typu (kovalentní, iontové, kovové) a často bývají velmi silné. Tento jev zobrazen na obrázku 7 (d). V případě, že se na površích, které jsou v kontaktu, vyskytují elektrické náboje opačného znaménka, pozorujeme v mezifázi vznik trvalé adhezní síly, vzniklé na základě elektrostatických interakcí, viz. obrázek 7 (b) [20].

Struktura povrchu může také zásadně ovlivnit povahu výsledné adheze. V tomto případě platí, že rostoucí drsnost na povrchu vláken zvyšuje smáčivost povrchu a utváří na povrchu nerovnosti, které mohou mechanicky interagovat se sousedním povrchem. Tímto způsobem se utváří tzv. mechanický zámek, který je z hlediska adheze velice příznivý. Mechanický zámek je na obrázku 7 (f) [15].



Obrázek 7 - Základní vazby v mezifázi: (a) molekulární zapletení, (b) elektrostatické síly, (c) interdifuze částic, (d) chemická vazba, (e) chemická vazba se vznikem nové sloučeniny, (f) mechanický zámeček [15]

3.2 Modifikace povrchu vláken kompozitu

Povrchové úpravy modifikují povrch vláken ze dvou hledisek: morfologického a chemického. Tyto povrchové modifikace jsou používány zejména z důvodu zlepšení vazebné síly mezi vlákny a matricí. Nesmíme však opomenout, že povrchové úpravy mají i jiné důvody. Vlákna jsou těmito povrchovými úpravami chráněna proti vnějším vlivům, například proti vlhkosti, chemikáliím či proti chemickým reakcím s vlastní matricí při zvýšené teplotě. Současně tyto povrchové úpravy snižují riziko mechanické degradace vláken při manipulaci nebo přepravě [4].

Je tedy zřejmé, že jeden z hlavních důvodů povrchových úprav vláken, je zlepšení adhezních poměrů uvnitř mezifáze. V tomto ohledu je však nutné být obezřetný. Platí zde základní pravidlo. Pokud je dosaženo silného a pevného rozhraní v mezifázi, materiál je pevný a tuhý, ale je velmi náchylný k tvorbě trhlin skrze matrici a vlákna. Je tedy velmi křehký. Opačným extrémem je dosažení slabého rozhraní v mezifázi. V tomto případě materiál ztrácí pevnost či tuhost, ale zejména je potlačen přenos napětí z matrice na vlákna.

Pokud toto nastane, dochází k nevyužití vlastností výztuže a použití výztuže ztrácí význam [22].

K dosažení zlepšené adheze pomocí modifikace povrchu vláken vedou tři hlavní cesty:

- Zlepšení smáčivosti matrice na povrchu vláken
- Vytvoření chemických vazeb mezi vlákny a matricí
- Optimalizace povrchových energií

3.2.1 Přírodní vlákna

Přírodní vlákna jsou modifikována různými způsoby. Fyzikální metody modifikace (např. plazmová úprava povrchu) mohou na povrchu vláken vytvořit hydrofilní nebo hydrofobní prostředí díky změně povrchové energie vlákna. Tato úprava však zasahuje pouze nejsvrchnější vrstvy materiálu vláken a proto se nemění celkové hygroskopické vlastnosti vláken, tedy míra pohlcování vlhkosti. Chemická modifikace mění chemické prostředí na povrchu vlákna tak, aby bylo co nejvíce kompatibilní s matricí. Typickým příkladem je roubování polymerů na povrch vláken pro lepší adhezi s polymerní matricí nebo používání tzv. „spojovacích činidel“ (angl. coupling agent). Úkolem spojovacího činidla je vytvořit funkční propojení mezi plnivem a matricí. K ideálnímu využití spojovacího činidla dochází, pokud se jeden konec jeho molekuly spojí s povrchem vlákna a druhý konec se spojí s matricí. Tímto způsobem je možné dosáhnout nejlepšího adhezního efektu. V současnosti často používaná spojovací činidla jsou kopolymery obsahující maleinové anhydridy jako například maleinovaný polypropylen a polyethylen (MAPP a MAPE). Anyhydridové skupiny kopolymerů reagují s hydroxylovými skupinami na povrchu vláken a vytváří esterové vazby, současně se druhý konec kopolymeru pojí s povrchem matrice díky blízké vzájemné polaritě [22, 9].

Další skupinou používaných spojovacích činidel v oblasti kompozitního inženýrství jsou silany. Silany efektivně zvyšují adhezi na rozhraní matrice-vlákno. Silany jsou dnes běžně používány a praxí prověřeny, ovšem jejich použití je spojeno převážně s kompozity se skleněnými vlákny či některými přírodními vlákny.

Modifikace přírodních vláken se často také zaměřují na změnu povrchového napětí vlákna, jelikož pomocí tohoto jevu lze ovlivnit hydrofilní vlastnosti vlákna. S klesající hydrofilitou vláken klesá také množství vodíkových můstků utvořených mezi povrchy jednotlivých vláken a tedy klesá počet vzniklých shluků vláken, které snižují adhezi kompozitu a jeho výslednou kvalitu [22].

3.2.1.1 Fyzikální metody

Fyzikální metody úpravy povrchu vláken mění strukturní a povrchové vlastnosti vláken bez použití chemických činidel. Jedinou výjimkou v rámci této kategorie je tzv. mercerizace (popsána v dalších kapitolách). Ke zlepšení adhezních vlastností v oblasti mezifáze proto dochází zejména kvůli mechanickým vazbám mezi vlákny a maticí. Pravděpodobně největší výhodou těchto metod je jejich čistota. Oproti chemickým metodám se zde totiž nepoužívají chemikálie [22]. Pokud pomineme mercerizaci, lze ostatní fyzikální metody úprav povrchu na základě jejich fyzikální podstaty rozdělit do tří základních skupin:

- Koronování
- Plazmové metody
- Tepelné metody

3.2.1.1.1 Koronování

Smyslem korunování je dosáhnout tzv. korunovacího efektu, což je vytvoření vysokoenergetického elektromagnetického pole v blízkosti nabitých tenkých drátů nebo bodových zdrojů náboje. Následně v blízkosti těchto zdrojů náboje dojde ionizaci. K ionizaci může dojít i za atmosférického tlaku a při relativně nízké teplotě. Ionizované částice, zejména ionty a radikály, se následně podílejí na modifikaci povrchu tím, že na něj váží funkční skupiny obsahující kyslík. Současně, pokud je modifikační proces v provozu po delší čas, může dojít k zvýšení drsnosti povrchu vláken. Koronovací zařízení se obvykle skládá z dvou elektrod (typicky obě elektrody hliníkové) a dielektrika (typicky křemen) [22, 23].

Koronovací metoda je užívána zejména pro úpravu povrchu přírodních vláken. Příkladem je úprava povrchu vláken pro kompozity s polyolefinovou maticí. Hlavní výhodou metody je její čistota, která je způsobená nepřítomností chemikálií v procesu [23].

3.2.1.1.2 Plazmové metody

Plazmové metody využívají vlastností plazmatu ke změnám charakteristik povrchu vlákna. Na povrchu vlákna následně vznikají ionizované oblasti, jejichž složení závisí zejména na chemickém složení vlákna a použitém plazmovém plynu. V těchto oblastech však nalezneme fotony s vysokou energií, elektrony, ionty či excitované částice, které získaly energii díky přítomnosti plazmy. Plazmový děj se vždy odehrává v prostředí, které se vlastnostmi velmi blíží vakuu [22].

Rozlišujeme nízkoteplotní plazmové procesy a vysokoteplotní plazmové procesy. Z hlediska technologie a ekonomiky, je vysokoteplotní verze procesu výhodnější. Jedná se o to, že nízkoteplotní plazma vyžaduje velice nízký pracovní tlak. Dosažení nízkých tlaků je z hlediska financí jeden z nejnákladnějších bodů celého procesu. V rámci plazmových procesů se používá velké množství plynných médií, ale nejrozšířenějším plazmovým plynem pro syntetické i přírodní polymery je kyslík.

V rámci experimentu na celulóзовých vláknech, která byla povrchově upravena studeným kyslíkovým plazmatem se ukázalo, že již po patnácti sekundách plazmové úpravy došlo k nárůstu pevnosti ve smyku kompozitního materiálu o 200 %. Kompozit byl tvořen celulóзовými vlákny a nízkohustotním polyethylenem. Dále bylo naměřeno, že po plazmové úpravě došlo k nárůstu povrchové energie vláken a současně k růstu povrchové drsnosti vláken [24].

3.2.1.1.3 Tepelné metody

Tepelné metody úpravy povrchu kompozitních vláken spočívají v ohřevu vláken kompozitu na teploty, které se blíží teplotám degradace těchto vláken. Při ohřevu celulózy totiž dochází k fyzikálním a chemickým změnám ve struktuře. Fyzikální vlastnosti těchto vláken, které jsou ovlivněny ohřevem jsou: hmotnost, barva a krystalinita. Změny chemických vlastností materiálu, vyvolané zvýšením teploty, se projevují například změnou stupně polymerace (díky stěpní vazeb uvnitř materiálu), tvorbou volných radikálů, tvorbou oxidu uhličitého uvnitř struktury, či rozkladem samotné struktury. Produkty degradace polymerní struktury mohou způsobit oxidaci kompozitní matrice. Jedná se o stejnou oxidaci, která je dosahována plamenem, koronováním či studenou plazmou. Kontrolní parametry tepelných procesů jsou: čas procesu, teplota a složení atmosféry v ohřívacím zařízení [22].

Tepelné metody úprav povrchu vláken nabízí zajímavou alternativu povrchové úpravy vlákna. Mezi výhody, které tato metoda nabízí, patří jednoduchost této metody, nízká ekonomická nákladnost a současně čistota metody. Nevýhodou této metody jsou velké požadavky na kontrolu procesu. Náročnost a nutnost správné kontroly parametrů procesu je vysoká [22].

3.2.1.1.4 Mercerizace

Metoda používaná zejména pro zpracování vláken celulózy. Jedná se o jednu z nejstarších metod ke zpracování textilních vláken. V současnosti se tato metoda také používá k modifikaci vláken celulózy, která jsou určena k použití jako kompozitní výztuž. Samotná úprava vláken spočívá v ponoru vláken do zředěného roztoku hydroxidu sodného.

V závislosti na různém stupni koncentrace hydroxidu sodného, různé teplotě procesu a doby zpracování lze dosahovat rozdílných vlastností použitých vláken. Mercerizace vylepšuje povrchové vlastnosti vláken z hlediska adheze. K tomu dochází tak, že během mercerizace jsou z povrchu vlákna odstraněny nečistoty a vzniká tak zdrsňený povrch. Mercerizace také způsobuje tzv. fibrilaci vláken. Fibrilace vláken je děj, při kterém se svazky vláken rozpadají na menší vlákna. Fibrilací narůstá efektivní povrch vláknové výztuže pro kontakt s povrchem kapalně matrice. Současně platí, že mercerizace zvyšuje aktivitu povrchu [22].

V rámci experimentu byl postup mercerizace aplikován na výztuž kompozitu na bázi epoxy. Výztuží byla sisalová vlákna. Následně byla měřena smáčivost vláken v prostředí kapalně matrice. Ukázalo se, že oproti vzorkům bez mercerizační úpravy, došlo ke zvýšení smáčivosti uvnitř mezifáze. Toto se projevilo na růstu pevnosti v tlaku o 21 % [26].

3.2.1.2 Chemické metody

V případě, že jsou dva materiály mezi sebou vzájemně nekompatibilní, je často možné zajistit potřebnou kompatibilitu přítomností třetího materiálu. Tento materiál svými vlastnostmi tvoří jakýsi mezistupeň mezi zbylými dvěma, a proto je umístěn do prostoru rozhraní těchto dvou materiálů. Tyto „třetí“ materiály či látky jsou obvykle známy jako tzv. vazební činidla. V některých případech je také možné zajistit kompatibilitu a tedy lepší vazebnost mezi materiály tím, že modifikujeme povrch materiálů pomocí chemických činidel. Na poli přírodních vláken existuje několik metod, které cílí na zlepšení adheze mezi vlákny a polymerní maticí. Tyto metody jsou obvykle děleny do tří základních kategorií:

- Metody na bázi esterifikace
- Silanová vazební činidla
- Roubovací kopolymerizace

V následujících kapitolách budou tyto základní chemické úpravy povrchu vláken popsány a taktéž budou popsány jejich výhody, nevýhody a využití v praxi.

3.2.1.2.1 Metody na bázi esterifikace

Princip esterifikačních metod spočívá v používání různých chemických látek, které mají schopnost utvářet esterové vazby na povrchu vláken. Hlavní myšlenka těchto metod vychází z eliminace hydrofilních funkčních skupin na povrchu vláken. Proto je snaha navázat na tyto hydrofilní skupiny méně hydrofilní skupiny, které sníží výslednou hydrofilitu vlákna. Například na povrchu celulósových vláken nalezneme velké množství hydrofilních OH skupin. Proto jsou pro modifikaci povrchu vláken celulózy užívány karboxylové kyseliny

a jejich deriváty. V současné době se v rámci esterifikačních metod využívají zejména tyto čtyři chemické děje:

- Acetylace (přidávání acetylových skupin do molekul/řetězce)
- Benzylace (přidávání benzylových skupin do molekul/řetězce)
- Propionylace (přidávání propionylových skupin do molekul/řetězce)
- Reakce se stearáty

Z těchto čtyř mechanismů je acetylace diametrálně nejpoužívanější [22]. Principem acetylace je reakce mezi hydroxidovými skupinami OH na povrchu vlákna a acetylovými skupinami CH₃CO-. Acetylace u dřevěných vláken snižuje jejich navlhání a obecně zlepšuje odolnost proti vlhkosti u přírodních vláken. Současně byla měřena povrchová energie upravovaných a neupravovaných vláken a ukázalo se, že acetylace zvyšuje povrchovou energii vláken. Propionylace je principiálně velmi podobný pochod jako acetylace. Jediným rozdílem mezi acetylací a propionylací je fakt, že propionylový anhydrid má ve své molekule o jednu methylovou skupinu navíc, oproti acetylovému anhydridu [28].

Velká výhoda benzylace je, že velice efektivně zvyšuje kompatibilitu s polymery obsahujícími aromatická jádra, tedy například s polystyrenem. V rámci experimentu byla zkoumána kompatibilita mezi dřevěnými vlákny a polystyrenovou matricí. Dřevěná vlákna byla ošetřena pomocí benzylace a následně použita jako výztuž do daného kompozitu. Experiment byl vyhodnocován pomocí dynamické mechanické termální analýzy (metoda DMTA). Výsledky analýzy ukázaly, že dřevěná vlákna po benzylační úpravě vykazují vysokou míru kompatibility k polystyrenové matrici a jsou s ní skvěle mísitelná [27].

Stearová kyselina (C₁₇H₃₅COOH) patří mezi mastné kyseliny s dlouhými řetězci. Pokud jsou přítomny hydroxidové OH skupiny na povrchu vlákna, stearáty utváří na povrchu přírodních vláken stabilní esterové vazby. Pomocí experimentu na vláknech lnu však bylo dokázáno, že pokud dojde k příliš dlouhé stearaci v rámci povrchové úpravy, nastane pokles pevnosti lněných vláken [9]. Tedy je nezbytné správně navrhnout parametry povrchové stearační úpravy. Také byl proveden pokus na kompozitu skládajícího se z PE matrice a sisalových vláken (z rostliny Agáve sisalová). Byly zkoumány mechanické vlastnosti kompozitu ve smyku v závislosti na předúpravě vláken. Kompozitní vzorky obsahující vlákna, která byla předem namočena v tříprocentní kyselině stearové, měly

v průměru zhruba o čtvrtinu vyšší mez pevnosti ve smyku, než vzorky se sisalovými vlákny bez úpravy [9].

Hlavní výhodou esterifikačních metod úpravy povrchu je jejich relativní jednoduchost a tedy snadná aplikace ve větším měřítku v průmyslové výrobě. Cena těchto procesů se odvíjí od použitých chemických látek. Hlavní nevýhodou těchto procesů je pak „špinavost“ pochodů, díky přítomnosti velkého množství různých chemických látek. Je tedy třeba dbát na bezpečnost a ekologický aspekt provozu [22].

3.2.1.2.2 Silanová vazební činidla

V případě přírodních vláken často řešíme problém nízké adheze mezi polárními, hydrofilními vlákny a nepolární, zpravidla hydrofobní, polymerní matricí. V případě většiny přírodních vláken se proto často setkáváme s použitím spojovacích činidel pro zlepšení funkčního spojení mezi vlákny a polymerní matricí. Spojovací činidlo obvykle obsahuje dvě složky. První složka či část molekuly se obvykle spojí s funkčními OH skupinami na povrchu vlákna a druhá strana molekuly činidla utvoří kopolymer s polymerní matricí. Tím vzniká kovalentní vazba mezi vláknem a matricí [4].

Silanová vazební činidla jsou dnes jednoznačně nejrozšířenějším druhem vazebních činidel používaným v kompozitní výrobě. Tato činidla byla původně vyvinuta pro zlepšení adheze mezi skleněnými vlákny a minerálními látkami, dnes je však jejich využívání rozšířeno na mnohem větší množství aplikací a materiálů. Většina vazebních činidel na bázi silanu může být posána následným obecným vzorcem:



Y v tomto vzorci představuje konkrétní funkční skupinu, která je vždy volena podle toho, jaká je matrice ve výsledném kompozitu. X představuje hydrolyzovatelnou funkční skupinu, která je navázaná na křemíku. Člen Y představuje tu složku vazebního činidla, která obstarává vazbu s polymerem. Při vytváření funkčního spojení s matricí může dojít ke dvěma různými reakcím: kopolymeraci a/nebo vytvoření vazebné sítě, která proniká současně do vazebního činidla i povrchu matrice. [22]

Samotný efekt modifikace adheze v oblasti vláken se projeví až během a po vytvrzení daného kompozitu. Efektivita této povrchové úpravy vláken spočívá v tvorbě kovalentních vazeb mezi funkční skupinou Y v molekule silanu a molekulami matrice. Tento děj se odehrává právě během vytvrzovacího procesu. Silanová vazební činidla mají největší efektivitu při kombinaci s matricemi na bázi reaktoplastů. V tomto případě totiž během

vytvzování dochází k polymerizaci molekul matrice a současně jsou na utvořené řetězce skrze kovalentní vazby navázány molekuly silanů. Při použití těchto vazebních činidel v kombinaci s termoplastickými matricemi s již proběhlou polymerizací se ukázalo, že výsledný adhezní efekt je menší. Silany jsou také schopny se navázat na hydroxilové skupiny na povrchu polárních vláken, což jsou obvykle přírodní či skleněná vlákna, a tím snižují jejich hydrofobní vlastnosti [17].

V případě kompozitu na bázi přírodních vláken a nepolární polymerní matrice je vzájemná interakce na rozhraní vlákno-čínidlo-matrice určena vlastnostmi matrice. Z hlediska mechanických vlastností nabízí použití silanů pouze malé zlepšení vlastností kompozitů s přírodními vlákny, navzdory tomu, že adheze mezi vlákny a matricí byla prokazatelně zvýšena. Pro další zlepšení adheze a tedy vlastností kompozitu je nutné použít chemickou modifikaci matrice, která zaručí funkční chemické spojení s molekulami silanu [22].

V rámci experimentu byla měřena pevnost v tahu kompozitu z celulóзовých vláken se silany na povrchu a matrice z LDPE. Zlepšení tahových vlastností se pohybovalo v rozmezí 5 až 25% oproti kompozitu s vlákny nemodifikovanými, v závislosti na druhu použitého silanu [10].

Silanová vazební činidla představují poměrně jednoduchou cestu ke zlepšení adhezního afektu v mezifázi. Hlavní nevýhodou této metody zlepšení adheze je však poměrně vysoká cena jednotlivých druhů chemických látek, které se v těchto procesech používají, což se podepisuje na výsledné ceně kompozitu [22].

3.2.1.2.3 Roubovací kopolymerizace

Tato metoda představuje další způsob chemické modifikace povrchu přírodních vláken. Nejtypičtěji se tato metoda používá pro úpravu povrchu celulóзовých vláken. Metoda spočívá v reakci mezi molekulami celulózy s předem danou chemickou látkou, kterou mohou být například monomery styrenu, kyselých anhydridů či isokyanátů. Tyto látky, které přivádíme k povrchu přírodního vlákna musí být kompatibilní se zvolenou matricí. Reakce mezi molekulami přírodního vlákna a molekulami vybrané chemické látky se projevuje v tvorbě polymerních řetězců na povrchu vlákna. Toto může nastat dvěma způsoby. První možností je porušení celulóзовého vlákna a růst polymerního řetězce z tohoto místa porušení. Druhou možností je růst řetězce přímo na povrchu vlákna. Nově utvořené řetězce jsou kompatibilní s molekulami matrice a zajišťují lepší adhezní efekt mezi vlákny a matricí [4, 22].

V rámci metody roubovací kopolymerizace existují v současné době tři nejpoužívanější postupy, jak upravit povrch vláken:

- Úprava pomocí vazebních činidel na bázi triazinu
- Úprava pomocí isokyanátů
- Úprava pomocí anhydridu kyseliny maleinové

Efekty triazinových vazebních činidel byly měřeny experimentálně. Výsledkem těchto měření byly následující závěry. Triazinová vazební činidla byla schopna zvětšit kontaktní úhel mezi vlákny a matricí z 0° (neupravené dřevěné vlákno) až na 120° (upravené přírodní vlákno). Jako matrice byla v rámci tohoto experiment zvolena pryskyřice na bázi polyesteru. Současně byl naměřen nárůst pevnosti v tahu kompozitu [29].

Pro isokyanáty je typická $-N=C=O$ funkční skupina. Tato skupina velice intenzivně reaguje s vodíkem, a to jak v kyselém, tak zásaditém prostředí. Při reakci izocyanátů s povrchem přírodních vláken proto dochází k tvorbě vazeb mezi OH skupinami na povrchu vlákna a $-N=C=O$ funkční skupinou. Touto reakcí vzniká tzv. uretanová vazba, která je pro tento druh povrchové modifikace typická a zajišťuje spojení činidla a vlákna. Tímto spojením je redukován počet OH skupin na povrchu vláken a dochází tedy k lepší smáčivosti matrice na povrchu vlákna, protože tyto funkční skupiny smáčivost povrchu snižují. Experimentálně bylo ověřeno, že díky lepší smáčivosti matrice došlo k vzrůstu tahových vlastností kompozitu o 50 – 300 % (dle použité matrice a typu vláken). Nevýhodou této metody je toxicita použitých chemických látek [30].

Použití anhydridu kyseliny maleinové jako vazebního činidla je nejpoužívanější povrchová úprava vláken v kompozitech složených z polypropylenu a přírodních vláken. Anhydrid kyseliny maleinové se velice dobře váže jak na OH skupiny na povrchu celulósových vláken, tak na molekuly polypropylenu a utváří s těmito látkami esterové vazby. Bylo ukázáno, že při použití MAPP jako spojovacího činidla v kompozitu složeném z celulósových vláken a polymerní matrice, vzrostly tahové mechanické vlastnosti materiálu v průměru až o 60 % [10]. Díky tomu dochází k růstu mechanických vlastností kompozitu a k lepšímu smáčení vláken matricí. Tato metoda je dnes nejrozšířenější metodou úpravy povrchu přírodních vláken. Mechanismus vedoucí ke zlepšení adheze však ještě stále není zcela prozkoumán. Tato metoda nicméně přináší v praxi velice dobré výsledky. Hlavní nevýhodou této metody je v současné době její relativně vysoká cena [22].

3.2.1.3 Další metody

Jedním z možných řešení problémů s adhezí a současně s přílišnou viskozitou matrice je tvorba iontových vazeb mezi vlákny a matricí. Iontová vazba je jedna z vůbec nejsilnějších vazeb mezi částicemi. Tato vazba je však teplotně citlivá a se změnou teploty se tak mění její charakteristiky. Pro iontovou vazbu platí, že s růstem teploty klesá síla této vazby. Tento efekt je velice výhodný pro výrobu, jelikož při procesu výroby materiálu či dílu (například při míchání taveniny), kdy je teplota vyšší z důvodu roztavení a zpracování materiálu, bude viskozita materiálu nižší, než při nižších teplotách. Při běžných teplotách naopak oceníme sílu iontové vazby, která se projeví zvýšenou adhezí kompozitu na rozhraní vlákno-matrice [12].

3.2.2 Uhlíková a skleněná vlákna

Další kapitoly této práce budou pojednávat o povrchových úpravách syntetických vláken. Z toho důvodu, že praktická část této práce je zaměřena na vlákna skleněná a uhlíková, budou v dalších kapitolách popsány povrchové modifikace těchto dvou druhů syntetických vláken.

3.2.2.1 Povrchové úpravy uhlíkových vláken

Uhlíková vlákna jsou v současnosti jedním z nejpoužívanějších materiálů v oblasti kompozitní produkce. Tento druh výztuže má řadu výhod, nicméně pokud bychom vyrobili uhlíková vlákna bez jakékoliv úpravy povrchu, zjistili bychom, že tato „syrová“ vlákna nemají vlastnosti, které jsou pro výrobu kompozitních materiálů potřeba. Tento druh vláken je totiž v základním stavu chemicky velice neaktivní a je třeba ho zaktivovat pro účely adheze. Z tohoto důvodu jsou uhlíková vlákna již během výroby povrchově upravována [7].

Vhodným výběrem povrchové úpravy můžeme na povrchu vlákna zvětšit funkční povrch, můžeme přidat vhodné funkční chemické skupiny či můžeme změnit elektrické vlastnosti povrchu vlákna tak, aby docházelo k větším interakcím s matricí. Tyto mechanismy vedou ke zlepšení adhezních vlastností mezi uhlíkovým vláknem a polymerní matricí [4].

3.2.2.1.1 Oxidace uhlíkových vláken

Efekt oxidační reakce na povrch uhlíkového vlákna byl dlouhodobě a důkladně zkoumán. Tento způsob povrchové úpravy vlákna je totiž velice důležitý pro mnohé průmyslové segmenty. Využíván je například na poli vojenského průmyslu či v rámci lékařské vědy. Průběh oxidační reakce se dá ve zkratce popsat jako uvolnění atomu uhlíku z grafitické struktury vlákna. Tento děj probíhá za jasně daných podmínek a parametrů, například zvýšené teploty. V rámci používání této metody je možné se setkat s velkou řadou

používaných oxidačních činidel. Mezi nejčastěji používané patří: kyselina dusičná, kyselina sírová, peroxid vodíku, kyselina manganistá, vzduch, oxid uhličitý ale například i voda [7].

3.2.2.1.1.1 Oxidace za přítomnosti plynného oxidačního činidla

Tento takzvaný suchý druh oxidace obvykle využívá vzduchu, kyslíku nebo ozónu (O_3) jako oxidačního plynu. Oxidace plynu v okolí uhlíkového vlákna (obvykle oxidace vzduchu, kyslíku nebo oxidu uhličitého) je hlavní podstatou této povrchové úpravy a vede ke zlepšení funkčního spojení mezi vláknem a matricí. Hlavními výhodami tohoto druhu povrchové úpravy jsou nízká finanční nákladnost, jednoduchost procesu, ekologický aspekt procesu a výsledná homogenita povrchu.

Pokud vystavíme uhlíkové vlákno vysoké teplotě v prostředí vzduchu, začne vlákno oxidovat a dojde ke změně vlastností vlákna. Bylo zjištěno, že u vláken vystavených oxidaci na vzduchu za vysoké teploty dochází ke zvětšení drsnosti povrchu a tedy růstu aktivního povrchu vlákna. Nicméně bylo ovšem současně ukázáno, že s růstem teploty a času oxidace, nastával v přímé úměře pokles tahových mechanických vlastností vlákna. Naproti tomu, s růstem oxidační teploty a času rostla pevnost ve střihu vláken. Rozmezí teplot, ve kterém standardně probíhá oxidace na vzduchu, je obvykle 400-600 °C [31].

Oxidace v prostředí ozónu probíhá zpravidla za nižších teplot. Pracovní teploty oxidace se obvykle pohybují v rozmezí 100-150 °C, jelikož nad teplotou 160 °C se ozón začíná rozpadat. Na kompozitním vzorku, tvořeném uhlíkovými vlákny a uhlíkovou matricí se ukázalo, že oxidace za teploty 120 °C v prostředí ozónu zlepšila mechanické vlastnosti kompozitu, zejména pak v ohybu a tlaku. Tento jev je přisuzovaný zvýšené drsnosti povrchu, která byla na vláknech po oxidaci naměřena [32].

3.2.2.1.1.2 Oxidace v prostředí kyseliny

Těmto oxidačním metodám se také říká mokré oxidační metody. Uhlíková vlákna během výroby procházejí procesem karbonizace. Během tohoto procesu dochází k převodu prekurzoru na strukturu uhlíkového vlákna a zvýšení podílu uhlíku ve struktuře. Výsledné vlákno má však povrch, který by se s matricemi používanými v kompozitní výrobě pojil velice obtížně. Povrch je totiž velice hydrofobní, a proto je hlavním úkolem oxidace vytvořit na povrchu vlákna prostředí, které vykazuje spíše hydrofilní vlastnosti. Přidání atomů kyslíku na povrch vlákna zlepšuje možnost chemické vazby s matricí. Zejména při kombinaci s polymerní matricí jsou funkční skupiny obsahující kyslík na povrchu vlákna velice výhodné. K dosažení tohoto stavu se dnes nejčastěji používá právě mokré oxidace za přítomnosti kyseliny jako oxidačního činidla [7].

V případě mokré oxidace je dosahováno zejména dvou hlavních efektů na povrchu vlákn. Jednak dochází k vytvoření funkčních skupin uhlík-kyslík, které slouží jako vazební můstky pro vytvoření chemické vazby s matricí a současně tato metoda zvyšuje drsnost vláken. V rámci experimentu bylo provedeno měření mechanických vlastností uhlíkových vláken upravených v roztocích různě koncentrované kyseliny sírové. Zkoumaný kompozit byl tvořen uhlíkovými vlákny a polyesterovou pryskyřicí. Zjistilo se, že s rostoucí koncentrací kyseliny sírové rostl i ohybový modul výsledného kompozitu. Tento jev byl připisován zlepšené kompatibilitě mezi upravenými vlákny uhlíku a matricí. Výsledky experimentu jsou uvedeny v tabulce 3 [33].

Tabulka 3 - Ohybové vlastnosti kompozitu v závislosti na parametrech mokré oxidace [33]

Typ použ. vlákna	Ohybový modul (GPa)	Ohybová pevnost (MPa)	Tuhost (N / m)
Uhl. vlákno – neupravené	61,1	596	28,8
Uhl. vlákno – 20% roztok H ₂ SO ₄	63,2	637	29,8
Uhl. vlákno – 10% roztok H ₂ SO ₄	61,5	716	29,0

V dalším experimentu byl zkoumán vliv oxidace uhlíkových vláken za přítomnosti kyseliny akrylové na povrchovou energii vláken a tedy na výslednou smáčivost vláken v matrici. Matricí byla v tomto případě epoxidová pryskyřice. Výsledky měření ukázaly, že při použití oxidace pomocí akrylové kyseliny, došlo k nárůstu povrchové energie vláken o 15 %. Došlo tedy ke zvětšení rozdílu mezi vyšší povrchovou energií na straně vlákna a nižší povrchovou energií na straně matrice, což vede ke zlepšení smáčivosti vláken v matrici [33].

3.2.2.1.2 Plazmová úprava uhlíkových vláken

Plazma je částečně anebo zcela ionizovaný plyn, který obsahuje elektrony, ionty a neutrální atomy či molekuly. Plazma bývá obvykle vytvářeno vpuštěním daného plazmového plynu do vakuové komory, který je poté excitován pomocí elektromagnetické energie. Pokud jako plazmový plyn zvolíme organickou sloučeninu, například uhlovodíky a alkalické silany, na povrchu plazmovaného tělesa dochází k reakcím, při kterých se tvoří polymery [22].

Pomocí této metody je možné zvýšit počet funkčních skupin na povrchu uhlíkového vlákna. Při správné volbě vstupních látek a parametrů je tedy možné vytvořit na povrchu vlákna prostředí, které bude vytvářet funkční vazby s danou maticí. Pomocí atmosférického kyslíkového plazmatu bylo na povrchu uhlíkového vlákna dosaženo zvýšené množství funkčních skupin obsahujících kyslík. Jednalo se například o skupiny C_6H_5OH (fenol). Vhodná plazmová úprava tedy vede k aktivaci povrchu vlákna, která zajistí, že chemická kompatibilita matrice a povrchu vlákna bude dostatečná na to, aby došlo k utvoření vazeb mezi těmito dvěma fázemi [7].

Dalším použitím plazmové metody je čištění povrchu vláken. Tato metoda je vhodná zejména pro čištění uhlíkových vláken od vysoce toxických plynů na bázi vodíku a chlóru, které se na povrchu vláken mohou vyskytovat.

Předchozí zmíněné metody modifikace povrchu uhlíkových vláken mají společné to, že jejich základním mechanismem je oxidace povrchu vlákna. Jedná se tedy o aktivaci povrchu pro následné utvoření chemické vazby s maticí. Tyto metody mají jedno společné riziko. Pokud je proces úpravy povrchu příliš dlouhý, může dojít k úbytku objemu vláken, z důvodu jejich oxidace. Z tohoto důvodu je nutné pečlivě kontrolovat pracovní parametry procesů. V další sekci budou zmíněny další povrchové úpravy uhlíkových vláken, které ovšem nejsou založeny na oxidační reakci [7].

3.2.2.1.3 Radiace

Podobně jako oxidační úpravy povrchu vláken i radiační metody, pokud jsou prováděny po příliš dlouhý časový úsek, mohou způsobit úbytek objemu vlákna a tedy ztrátu mechanických vlastností vláken. Princip této metody je následující. Radiační záření, většinou v podobě gamma záření či neutronového záření, ovlivňuje krystalovou mřížku materiálu. Toto záření může buď přímo dodat atomům mřížky dostatečné množství energie na to, aby se dostaly mimo svojí mřížkovou polohu, anebo tyto atomy může excitovat. Pokud je atom excitovaný, přijatou energii vyzařuje v podobě uvolňování svých elektronů. Tento jev způsobuje tvorbu aktivního adhezního povrchu vlákna. Takovýto povrch se snadněji váže na funkční skupiny patřící polymerní maticí. Nejčastěji používaná metoda je tzv. radiační roubování. Touto metodou je možné na povrchu polymerů vytvářet reaktivní chemické skupiny. Tedy tímto způsobem je možné upravovat nejen vlákna, ale i polymery. V rámci radiačního roubování se obvykle používáno gamma záření jako zdroje energie [7].

V rámci laboratorního měření [34] byly porovnávány efekty povrchové oxidace a radiačního záření v závislosti na mechanických vlastnostech kompozitu. Kompozit byl

tvořen uhlíkovými vlákny (vlákna typu PAN) a matrice byla tvořena polymerem na bázi nylonu. Na povrchu uhlíkových vláken bylo po úpravě radiačním zářením naměřeno větší množství aktivních karboxylových skupin, které slouží jako pojivo s polymerní matricí. Výsledkem experimentu bylo porovnání mechanických vlastností kompozitů s neupravenými uhlíkovými vlákny (ponechanými ve stavu, v jakém byly dodány výrobcem), kompozitů s vlákny upravenými pomocí oxidace na vzduchu a kompozitů s vlákny upravenými radiační metodou. V porovnání se stavem s neupravenými vlákny, dosahovala radiační úprava vláken zlehka lepších výsledků, než metoda vzduchové oxidace. Toto je přisuzováno větší tvorbě karboxylových skupin na povrchu vlákna po radiační metodě [34]. Výsledky experimentu jsou v tabulce 4.

Tabulka 4 - Porovnání oxidační a radiační metody úpravy povrchu uhlíkového vlákna [34]

Typ povrch. úpravy vlákna	Nárůst ohyb. pevnosti oproti zákl. stavu (%)	Nárůst ohyb. modulu oproti zákl. stavu (%)	Nárůst stříhové pevnosti oproti zákl. stavu (%)
Oxidace na vzduchu	31,7	11,4	6,2
Radiace gamma zářením	36,2	19,0	14,7

3.2.2.1.4 Povlakování polymerem

Je typické spíše pro uhlíkové nanotrubičky, pro uhlíková vlákna je této metody používáno minimálně.

3.2.2.1.5 Povlakování anorganickými materiály

V současné době probíhá řada výzkumů zabývajících se tvorbou anorganických povlaků na povrchu uhlíkových vláken. Tyto povlaky však ve většině případů nemají za úkol zlepšit adhezi v oblasti mezifáze, nýbrž jsou tyto povlaky především vyvíjeny za účelem zlepšení vlastností samotných uhlíkových vláken či jejich zpracovatelských vlastností s ohledem na efektivnější výrobu vláken. Tyto anorganické povlaky bývají obvykle na bázi oxidu křemičitého, kovů anebo uhlíkových nanomateriálů. Pomocí těchto povlaků je snaha zlepšit pevnost vláken, zlepšit difuzivitu povrchu vláken či modifikovat povrch vlákna tak, aby případné povrchové úpravy probíhaly za lepších podmínek [7].

3.2.2.1.6 Funkční povlaky při výrobě vláken

Průmyslově dostupná uhlíková vlákna jsou obvykle všechna během výroby povlakována tzv. sizing povlaky, které jsou součástí výrobního procesu vlákna. Tento povlak je tvořen buď roztokem nebo emulzí a obsahuje polymerní složky. Mezi základní druhy sizing vrstev patří tzv. „film formers“, emulzifikátory, antistatická činidla a vazební činidla. Nejčastěji používané látky v sizing povlacích jsou epoxidové pryskyřice, polyestery, nylony a uretany

[7]. Efekty jednotlivých chemických látek, které se objevují v povlacích, jsou popsány v tabulce 5.

Tabulka 5 - Chemické látky v sizing povlacích [7].

Druh látky	Hlavní funkce
Voda	Nosič povlakových látek
Spojovací činidlo	Zlepšení funkčního spojení v mezifázi
Lubrikant	Zabraňuje mechanickému poškození vláken
Film former	Udržuje svazky pohromadě, ochranná vrstva
Smáčecí činidlo	Zlepšuje smáčivost vláken v dané matici
Cross-linking činidlo	Tvorba chemických vazeb mezi maticí a vláknem
Antistatické činidlo	Potlačuje statický náboj na vláknech

Existují 4 základní způsoby nánášení povlaku na povrch vlákna, které se v praxi používají:

- Nanášení z roztoku polymeru
- Nanášení polymeru na vlákno pomocí elektrodepozice
- Nanášení polymeru na vlákno pomocí elektropolymerace
- Plazmová polymerace

Existuje velké množství různých povlaků, které výrobci na svá vlákna používají. Přesné složení těchto sizing povlaků je obvykle výrobcem chráněné jako obchodní tajemství. Každý výrobce má svůj vlastní systém názvů a značení pro tyto látky. Například E - 1 , E - 2 či E - 3 jsou emulzifikátory, které obsahují funkční látku therein. Koncentrace therein v těchto třech konkrétních emulzifikátorech roste od 10 % do 20 %. Tyto emulzifikátory zlepšují pevnost ve střihu na rozhraní vlákno-matrice [4].

V současné době probíhá výzkum, zabývající se povlaky z uhlíkových nanotrubiček. Tento nový materiál by měl zlepšit mechanické a elektrické vlastnosti vláken. Zatím se ovšem tento směr výzkumu potýká s obtížně dosažitelným homogenním pokrytím vlákna. Je velice náročné navázat uhlíkové nanotrubičky na mikropóry a mikrozáhyby na povrchu vlákna. Dalším velice aktuálním přístupem v poli vývoje sizing povlaků je použití nanomateriálů. V současné době jsou nejpoužívanějšími nanomateriály nanočástice oxidů SiO₂, Al₂O₃ a TiO₂. Vývoj těchto povlaků probíhá za účelem zlepšení vlastností v oblasti mezifáze, tedy za účelem zajištění pevného funkčního vazby mezi vlákny a maticí. Středobodem použití těchto povlaků by měly být kompozity na bázi uhlíkové vlákno/epoxy [7].

3.2.2.2 *Povrchové úpravy skleněných vláken*

Kvalita a povaha vazby mezi skleněným vláknem a matricí závisí na několika faktorech. Mezi tyto faktory řadíme strukturu povrchu vlákna, typ a složení vlákna a také složení a typ matrice. I v oblasti modifikace skleněných vláken, podobně jako u uhlíkových vláken, bývá nejčastější povrchovou úpravou použití spojovacího činidla. I zde platí, že spojovací činidlo musí být schopné vytvořit vazbu jak s povrchem skleněného vlákna, kde jsou zejména funkční skupiny na bázi -Si-OH, tak s matricí. Oproti uhlíkovému vláknu vykazuje sklo jisté adhezní schopnosti i v základním stavu. Vděčí tomu svým polárním vlastnostem a také velice nízké tepelné roztažnosti, což bude vysvětleno v dalších kapitolách [4].

Dříve než budou popsány nejčastější metody úpravy skleněných vláken, je dobré zmínit jednu povrchovou úpravu těchto vláken během výroby. Při výrobě jsou totiž skleněná vlákna povlakována specifickou voskovou emulzí. Tato emulze zajišťuje to, aby během výroby, zejména pak při navíjení vláken, tvořila vlákna svazky a byla navlhavá. Během výroby jsou tyto vlastnosti vláken výhodné, ale pokud by tento povlak nebyl po výrobě vlákna odstraněn, došlo by k výraznému poklesu adhezního potenciálu v mezifázi. Z toho důvodu je tato „vosková vrstva“ z vláken odstraňována. Emulzní povlak je z vlákna odstraněn buď oplachem, anebo tepelným zpracováním. Metoda oplachu užívá chemickým prostředků na bázi mýdla či organických rozpouštědel a pomocí těchto látek je vosk z vláken odstraňován. Po oplachu bývá zbytková koncentrace vosku na vláknech do 0,5 %. Mechanismy, které se užívají v rámci tepelného zpracování jsou odpařování a hoření. Pracovní teploty jednotlivých cyklů se liší dle druhu vlákna a druhu mechanismu. Pro tepelné zpracování vlákna ovšem platí, že s delšími pracovními časy cyklů a vyšší pracovní teplotou klesá pevnost vláken [35].

3.2.2.2.1 *Vazební činidla*

Povrchové úpravy skleněných vláken využívají spojovacích činidel k vytvoření vazebního můstku mezi povrchem vlákna a matricí. Tyto chemické látky v případě použití se skleněnými vlákny slouží především ke dvěma účelům: zlepšení adheze v mezifázi skrze chemické a fyzikální vazby, a ochrana vláken před vlivy jiných látek. Jednoznačně nejpoužívanějším vazebním činidlem pro skleněná vlákna jsou organické křemíkové sloučeniny, známé jako silany. Tyto chemické látky lze zapsat obecným vzorcem: $R'-Si(OR)_3$. Funkční skupina R' musí být kompatibilní s použitou matricí, aby bylo vazební činidlo správně funkční. Silany jsou na vlákna aplikována pomocí vodného roztoku. Pokud je silan vložen do vodného prostředí, hydrolyzuje.

Před aplikací silanové úpravy musí být vlákna nejprve očištěna. Tohoto je dosahováno nahřátím vláken v peci na 300 - 350 °C po dobu 15 – 20 h. Při aplikaci silanů jsou vlákna ponořena do vodného roztoku silanu. Během tohoto procesu dochází k tvorbě chemických vazeb (Si-O-Si) a fyzikálních vazeb (Wan de Waalsovy síly) mezi OH skupinami na povrchu skleněného vlákna a $R'-Si(OH)_3$ molekuly hydrolizovaného silanu [17, 36].

Později, když takto upravené skleněné vlákno přijde do styku s polymerní matricí, funkční skupina R' , nyní na povrchu vlákna, reaguje s matricí a utvoří chemickou vazbu mezi upraveným povrchem vlákna a matricí.

Zlepšení mezifázových vazeb díky přítomnosti silanů na povrchu skleněných vláken se projevuje zlepšenými mechanickými vlastnostmi kompozitu. Toto zlepšení pozorujeme na pevnosti v tahu a ve stříhu. Bylo však pozorováno, že z hlediska rázové odolnosti, tedy absorpce energie, je výhodnější, pokud jsou vazby na rozhraní matrice a vláken slabší. Tím je dosažena lepší hodnota vrubové houževnatosti materiálu [35].

Zajímavé je, že oproti uhlíkovým vláknům jsou skleněná vlákna schopná dosáhnout jisté míry adheze s matricí i v neupraveném stavu. To je způsobeno mechanickým zaklíněním povrchu skleněných vláken v matrici. Skleněná vlákna mají totiž až desetkrát menší tepelnou roztažnost než běžné polymerní matrice. Při vytvrzování a následném chladnutí kompozitního dílu tedy dochází k tomu, že matrice má tendenci se smršťovat mnohem více, než okolní vlákna. Tímto vzniká mechanický zámek mezi vlákny a matricí, který přispívá k mezifázové adhezi. Za vyšších teplot zpracování se ovšem projevuje i negativní efekt tohoto mechanismu – zbytková napětí. Pokud dochází k chladnutí kompozitu z vyšších teplot, může uvnitř struktury vlivem různých teplotních roztažností vzniká zbytkové napětí natolik velké, že je kompozit nepoužitelný [36].

3.3 Plazmová modifikace matrice

Jak bylo psáno v přechozích kapitolách, plazmová modifikace povrchu je typická zejména pro úpravu vláken. V rámci praktické části této práce však bude použita plazmově upravená polyethylenová matrice a bude zkoumán vliv této modifikace na vlastnosti výsledného kompozitu. Z výsledků provedených měření budou analyzovány vlastnosti kompozitu a určen rozdíl, mezi kompozitem s matricí v základním stavu a matricí modifikovanou.

Podobně jako u modifikace vláken i v případě matrice přispívá plazmování ke zlepšení adheze v mezifázi pomocí několika mechanismů. Plazmování mění vlastnosti matrice zejména pomocí změny náboje na povrchu, změny chemické struktury a změny fyzikálních

vlastností matrice. Metody úpravy povrchu jsou tedy stejné jako při modifikaci vláken. Při plazmové aktivaci povrchu je snaha vytvořit na povrchu podkladu aktivní chemické skupiny, které umožní tvorbu funkčního chemického spojení mezi matricí a vlákny. Funkční chemické skupiny vznikají buď přímým působením plazmatu, anebo roubováním, které je plazmatem spuštěno [38].

Výsledné povrchové vlastnosti podkladu jsou z velké části ovlivněny parametry zvoleného plazmatu. Například použití argon/kyslíkového plazmatu vede k roubování kyslíkových skupin. Tento druh vzniklých chemických skupin vede ke zvýšení povrchové energie, což z pohledu matrice nemusí vždy být chtěný efekt a je třeba tento efekt předem zvážit. Plazmově upravené povrchy by měly být schopné si uchovat své vlastnosti po poměrně dlouhou dobu. Toto bude taktéž zkoumáno v praktické části této práce [37].

II Experimentální část

4 Popis a cíle experimentální části

Experimentální část této diplomové práce se zabývá problematikou adheze mezi syntetickými vlákny a polymerní matricí. Hlavním cílem této práce je analýza vlivu plazmově modifikované polymerní matrice, polyethylenu, na výslednou adhezi v kompozitní mezifázi. Jedná se o novou technologii úpravy polymerní matrice, která vyžaduje výzkum a experimentální data pro určení dopadu technologie na vlastnosti kompozitu. Z tohoto důvodu byly připravovány kompozitní vzorky s modifikovanou i nemodifikovanou matricí. Porovnání pevností v tahu obou druhů vzorků bude směrodatný údaj pro vyhodnocení hlavního cíle této práce.

Současně má tato praktická část práce další, vedlejší cíle. Jedním z nich je zkoumání vlivu druhu výztuže (skleněná a uhlíková vlákna) na vlastnosti kompozitu a na potenciální adhezi s matricí v základním či upraveném stavu. Dále je pozornost zaměřena na vliv orientace výztuže a jejího hmotnostního podílu na vlastnosti výsledného kompozitu. Dalším cílem je nalezení možné závislosti mezi teplotou zpracování vzorků v peci a kvalitou vzorků, zejména z hlediska mechanických vlastností, které přímo souvisí s kvalitou adheze. Posledním bodem zájmu této části práce je určení vlivu stárí povrchové úpravy matrice na její funkčnost.

Finálním bodem experimentální části je pak vyhodnocení výbrusů, vytvořených z navrhnutých vzorků, na světelném mikroskopu. Vyhodnocení snímků výbrusů nabízí další možnost zhodnocení adheze mezi výztuží a matricí.

5 Použité materiály

5.1 Matrice

Matricí pro tvorbu všech kompozitních vzorků je prášek DOWLEX 2629.10UE. Jedná se o lineární, nízkohustotní typ polyethylenu. Pro účely této práce byl použit polyethylenový prášek jak v základním, tak v plazmově modifikovaném stavu. Daný typ matrice je obvykle používán pro průmyslové zpracování pomocí vstřikování či rotačního lití [16]. Materiál je navržen pro venkovní aplikace. Z tohoto důvodu se tento druh polyethylenu vyznačuje výbornou odolností proti tvorbě trhlin, dobrou rázovou pevností a lomovou houževnatostí. Současně je materiál dobře zpracovatelný. Díky tomu, že tento produkt je při výrobě

stabilizován proti teplotním vlivům a UV záření, je vhodný pro velké množství zpracovatelských technologií a aplikací. Současně je prášek ekologicky ohodnocen pro kontakt s potravinami (schváleno FDA 21 CFR). Očekávaným efektem plazmové modifikace prášku je zlepšení adheze mezi maticí a plnivem. V tabulce 6 jsou uvedeny vlastnosti materiálu, které jsou obsaženy v materiálovém listu [16]:

Tabulka 6 - Vlastnosti použitého PE prášku [40]

Zpracování / Fyzikální vlastnosti	Hodnota	Jednotka	Test Standard
ISO Data			
Hustota	935	kg/m ³	ISO 1183
ASTM Data			
Hustota	935	kg/m ³	ASTM D 792
Reologické vlastnosti			
ISO Data			
Index toku taveniny (MFI)	4	g/10min	ISO 1133
MFI teplota	190	°C	-
MFI zatížení	2,16	kg	-
Mechanické vlastnosti			
ISO Data			
Mez kluzu	17,5	MPa	ISO 527-2
Přetvoření při přetržení	650	%	ISO 527-2
Modul pružnosti, 23 °C	645	MPa	ISO 178
Shore D tvrdost, 15s	54	-	ISO 868
Tepelné vlastnosti			
ISO Data			
Teplota průhybu při zatížení 0,45 MPa	52	°C	ISO 75-1/-2
ASTM Data			
Teplota tání	124	°C	ASTM D 3418
Teplota dle Vicata	119	°C	ASTM D 1525
Teplota krystalizace (DSC)	110	°C	ASTM D 3418

Plazmová úprava prášku proběhla v reaktoru ST650. Prášek byl uložen do komory reaktoru o průměru 650 mm a výšce 200 mm. Následně byl prášek upraven pomocí pulzního budicího napětí o frekvenci 5 kHz a směsí pracovního plynu složeného z kyslíku a vzduchu. Tlak pracovního plynu v komoře byl 100 Pa [40].

V rámci příprav vzorků byly použity 2 druhy modifikované matrice, které se liší svým stářím. Byl použit polyetylen, který byl plazmován v říjnu 2014 a také, pro porovnání, byl použit polyetylen modifikovaný v březnu 2017.

5.2 Výztuž

Výztuž byla zvolena v podobě syntetických vláken, jmenovitě uhlíkových a skleněných. Důvodem této volby je snaha o využití materiálů, které se dnes v kompozitní výrobě běžně používají a jejichž vlastnosti jsou dobře známé, popsáné a praxí ověřené. Uhlíková a skleněná vlákna patří v dnešní době k vůbec nejpoužívanějším materiálům v rámci kompozitní výroby.

5.2.1 Uhlíková vlákna

Jako první druh výztuže byla zvolena uhlíková vlákna. Jedná se o uhlíková vlákna ze suché tkaniny od firmy ECC, německého výrobce syntetických a tkanin a textilních materiálů. Firemní označení tkaniny je ECC 450-5. Povrchová úprava tohoto druhu vláken spočívá v nasycení povrchu vláken chemickými látkami na bázi epoxy. Informace o povrchové úpravě vláken, vlastnostech vláken a jejich použití byly získány na základě emailové komunikace s výrobcem těchto tkanin.

Tato úprava je velice kompatibilní s většinou používaných matric na bázi epoxy. Tento druh materiálu je určen pro letecké konstrukce a výrobky. Používá se zejména na nosné díly. Základní vlastnosti tkaniny jsou vypsány v tabulce níže:

Tabulka 7 - Vlastnosti použité uhlíkové tkaniny

Vlastnost	Hodnota
Měrná hmotnost tkaniny	200 g/m ²
Tloušťka tkaniny	0,33 mm
Druh vazby	Plátňová

Z této tkaniny byly následně během přípravy vzorků odebírány jednotlivé svazečky vláken, které sloužily jako plnivo do navržených vzorků. Detail tkaniny je zobrazen na obrázku 8.



Obrázek 8 - Detail tkaniny ECC 450-50

5.2.2 Skleněná vlákna

Jako druhý druh výztuže byla zvolena vlákna skleněná. Jedná se o vlákna ze suché skelné tkaniny od firmy Interglas, německého výrobce kompozitních materiálů. Obchodní označení tkaniny je INTERGLAS 91745. Tento druh materiálu je určen pro letecké konstrukce a výrobky. Používá se zejména na nosné díly. Základní vlastnosti tkaniny jsou vypsány v tabulce 8:

Tabulka 8 - Vlastnosti tkaniny INTERGLAS 91745 [41]

Vlastnost	Hodnota
Měrná hmotnost tkaniny	286 g /m ²
Tloušťka tkaniny	0,4 mm
Druh vazby	Plátnová
Obsah vlhkosti	< 0,2 %
Mez pevnosti v tahu (osnova/útek)	335/325 MPa
Maximální pracovní teplota	260°C

Povrchová úprava na těchto vláknech je typu FK 144. Jedná se o povrchovou úpravu, která vytváří ochranný film na povrchu vláken, zaručuje dobrou lepidelnost pro ruční zpracování materiálu a zlepšuje adhezivní spojení v kombinaci s většinou matric typu epoxy. Jedná se o pojivo z methakrylsilanu s chromovým komplexem [41]. Informace o povrchové

úpravě vláken a jejich použití byly získány na základě emailové komunikace s výrobcem těchto tkanin. Použitá tkanina je zobrazena na obrázku:



Obrázek 3 - Tkanina INTERGLAS 91745

Z této tkaniny byly následně během přípravy vzorků odebírány jednotlivé svazečky vláken, které sloužily jako plnivo do navržených vzorků.

5.3 Separátor

Pro přípravu vzorků byl použit separátor Frekote 770-NC, vyráběný německou firmou Loctite. Jedná se o semipermanentní polymerní separátor, který je se používá zejména pro separaci kompozitů s reaktomerní matricí, ale je možné ho použít i pro velké množství dalších polymerních materiálů. Jeho velkou předností je fakt, že dokáže zajistit dostatečnou kluzkost v místech s komplikovanou geometrií. Tento separátor se vytvrzuje za pokojové teploty, vytvrzovací časy jsou obvykle v řádu minut, záleží však na konkrétních parametrech aplikace. Po použití tohoto separátoru mívají zpravidla kompozitní výrobky typicky lesklý povrch.

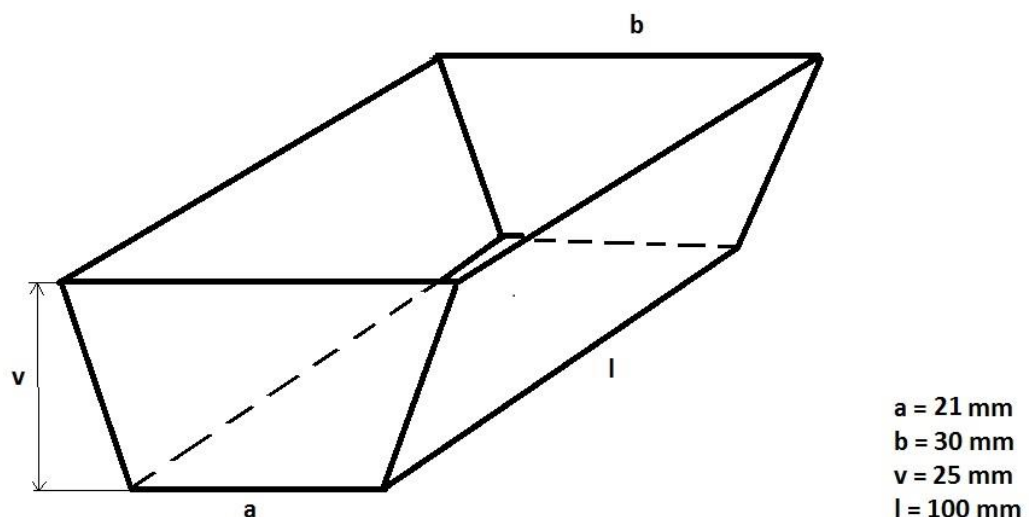
6 Příprava vzorků

Před samotnou přípravou vzorků bylo třeba zvážit několik věcí. Jedinou pevně danou věcí před návrhem vzorků byl typ matrice. Jelikož smyslem této práce je ověřit pozitivní efekt plazmované polyethylenové matrice na adhezi v kompozitní mezifázi, bylo jasné, že bude třeba navrhnout minimálně dva typy vzorků. První typ kompozitního vzorku bude na bázi polyethylenu v základním stavu a druhý typ vzorků bude obsahovat plazmově

upravenou polyethylenovou maticí. Tato volba je z důvodu možného porovnávání vlastností jednotlivých druhů vzorků.

Dále bylo potřeba rozhodnout o typu výztuže. Jak bylo vysvětleno v předchozí kapitole, byla zvolena z uhlíková a skleněná vlákna. Byly zvažovány i přírodní druhy výztuže, ale nakonec z důvodu snahy o použití běžně používaných průmyslových výztuží, byly použity výztuže syntetické. Tuto variantu podpořil i fakt, že autor této práce měl skrze svého zaměstnavatele možnost získat tyto jinak nákladné materiály pro účely této práce.

Poslední otázkou byla volba formy. Po diplomové práci [40] Ing. Tomáše Hájka, která se zabývala velice podobnou problematikou jako tato práce, pouze se jednalo o kompozity s přírodními vlákny, bylo možné využít obráběné, ocelové (ocel 11 500) formy pro výrobu polymerních vzorků pro tahovou zkoušku. Jedná se tedy o formu s normovanými rozměry. Nevýhodou této formy je však její omezená kapacita. V této formě je možné vyrobit pouze tři polymerní vzorku najednou. Z tohoto důvodu byla tato forma použita pouze na minimální počet vzorků. Aby bylo možné v peci vytvrzovat co nejvíce vzorků najednou a tedy mít co největší množství analyzovatelných dat, byly použité malé, obdélníkové hliníkové formy, které byly k dispozici v laboratořích Ústavu materiálového inženýrství ČVUT v Praze. Zvolení této variant umožnilo tvorbu většího počtu vzorků a zkoušení různých kombinací základních parametrů, například ideální množství vláken z hlediska přípravy vzorků, směru vláken, délku vláken, vytvrzovací teplotu v peci a podobně.



Obrázek 10 – Nákres s rozměry obdélníkové formy

Během návrhu tedy bylo rozhodnuto o výrobě čtyř typů vzorků z hlediska složení.

Tabulka 9 - Typy vzorků

Druh vzorku	Matrice	Výztuž
Typ 1	PE – základní stav	Skleněná vlákna
Typ 2	PE- modifikovaný stav	Skleněná vlákna
Typ 3	PE- základní stav	Uhlíková vlákna
Typ 4	PE – modifikovaný stav	Uhlíková vlákna

Dále bylo rozhodnuto o použití hliníkových forem pro většinu vzorků a použití starších forem pro výrobu několika kusů vzorků z komparačních důvodů.



Obrázek 11 - Obdélníkové hliníkové formy

6.1 Postup přípravy vzorků

Při výrobě všech vzorků byly základní výrobní úkony stejné, ačkoliv se některé vzorky vzájemně lišily. Nejprve bylo třeba očistit formu od nečistot, které by mohly následně způsobit defekt na vzorcích. Formy byly čištěny čistou textilní tkaninou namočenou v isopropylalkoholu. Po očištění a vysušení pomocí čisté, suché textilní tkaniny byla forma naseparována (pomocí čisté textilní tkaniny namočené do separátoru). Důležité při separaci je snažit se nepřejíždět jedno místo formy více tahy textílie. Separací vzniká uniformní tenký film na povrchu formy, který po vytvrzení umožní vyndání výrobku z formy. Poté, co byl na formu nanesen separátor, bylo třeba vyčkat deset minut, než se separátor na povrchu

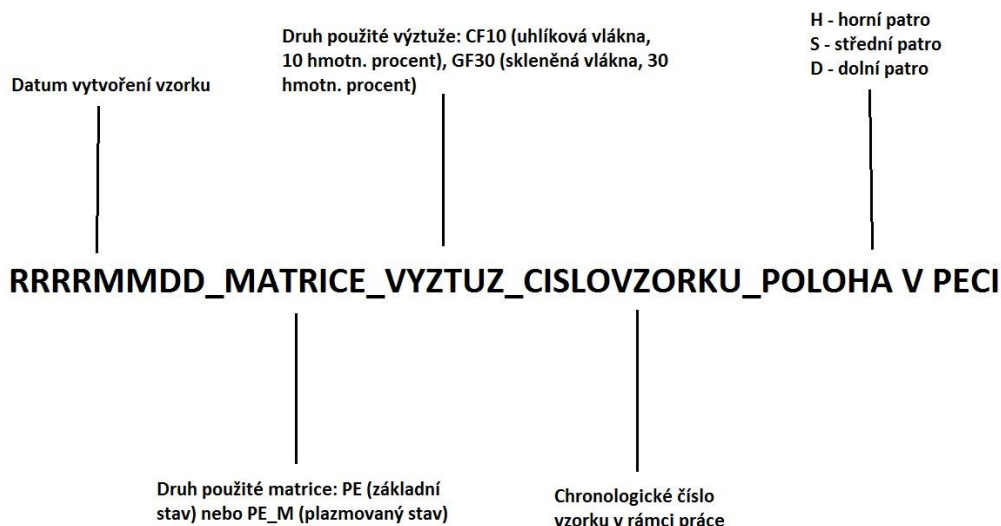
vytvdří a utvoří se celistvý film. Tento postup byl poté ještě dvakrát zopakován, aby byla zajištěna důkladná separace formy. Povrch dobře naseparované formy by měl být hladký a textilie po něm snadno klouže.

Pokud je forma naseparována, je možné pokračovat s přípravou vzorku. Dalším krokem je příprava matrice a plniva. Příprava matrice spočívá v navázení správného množství vybraného typu matrice. V rámci této práce kompozitní vzorky obsahovaly vždy 9 gramů polyethylenové matrice. Z hlediska přípravy vzorků se nejvíce osvědčila metoda, kdy bylo množství prášku matrice odváženo předem, umístěno do čisté nádoby a z této nádoby bylo poté odebíráno do formy. Tím bylo dosaženo přesné množství matrice ve vzorku.

V rámci přípravy výztuže prošly vzorky postupem času určitým vývojem. Jednalo se o zdokonalování metodiky z pohledu technologie přípravy a také z pohledu vlastností výsledného kompozitu. Z tohoto důvodu bude následující pasáž práce chronologicky rozdělena podle toho, jak byly vzorky v čase upravovány.

6.1.1 Systém značení vzorků

Pro přehlednější a systematictější práci se vzorky, byl navržen následný systém značení vzorků.



Obrázek 12 - Systém značení vzorků

6.1.2 Vzorky tvořené pouze maticí

První vzniklé vzorky byly tvořeny pouze PE maticí. Sloužily jako vzorky pro pozorování struktury materiálu pod světelným mikroskopem. Příprava vzorků byla

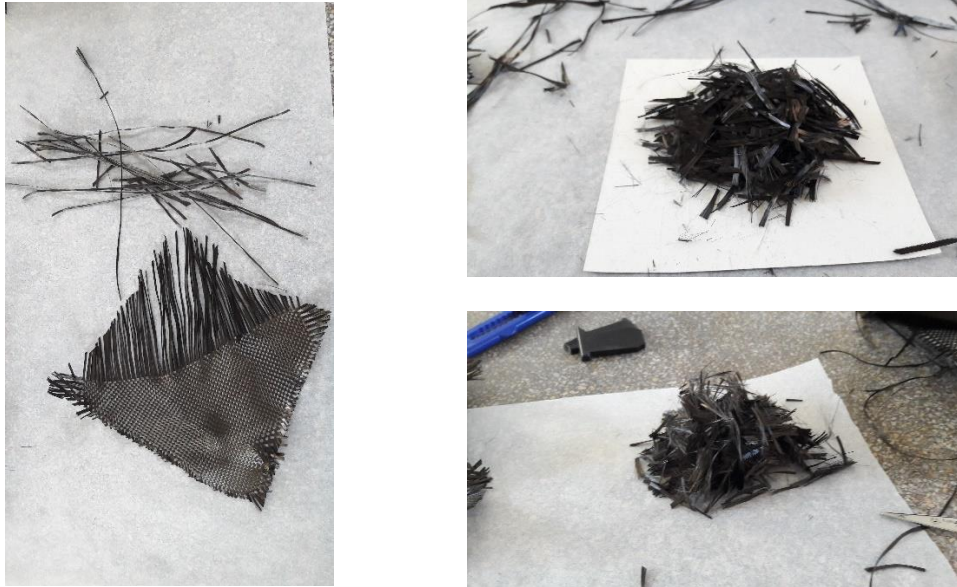
následující: do naseparované formy bylo nasypáno 10 g požadovaného druhu matrice a takto zaplněná forma byla následně vložena do pece. Výrobní cyklus v peci měl následující parametry: 2 hodiny ohřev na pracovní teplotu, pracovní teplota 150°C , výdrž na pracovní teplotě 2 hodiny, ochlazování v peci do dobu minimálně 10 hodin. Tímto způsobem vznikly 4 vzorky.

Tabulka 10 – Charakteristiky vzorků

Označení vzorku	Typ vzorku
20170209_PE_1 _S	Vzorek na světelný mikroskop
20170209_PE_2 _H	Vzorek na světelný mikroskop
20170209_PE_M_3 _S	Vzorek na světelný mikroskop
20170209_PE_M_4 _D	Vzorek na světelný mikroskop

6.1.3 Vzorky s 30% podílem výztuže, krátká vlákna

Druhou sadu vzorků tvořily vzorky, které měly 30% podíl vláken. Jednalo se o hmotnostní podíl. Vzorky se tedy skládaly ze 7 g matrice a 3 g vláken. Příprava vzorků byla následující. Z dostupných tkanin byla nejprve oddělena jednotlivá vlákna. Poté byla tato vlákna nastříhána na asi 3 cm dlouhé proužky. Vkládání materiálu do formy probíhalo po vrstvách. Navážené množství vláken bylo rozděleno na čtyři části. Nejprve byla do formy vložena první čtvrtina nastříhaných vláken, poté byla zasypána čtvrtinou navážené matrice. Toto se opakovalo, dokud nebyl využit celý připravený materiál. Vzorek se tedy skládal ze čtyř vrstev vláken a čtyř vrstev prášku, které byly rovnoměrně rozmístěné. Toto rozvržení se jeví jako výhodné, jelikož umožňuje roztavenému polyethylenu stékat mezi vlákna a tím se dostane i mezi vlákna ve spodní vrstvě. Pokud bychom při skladbě dali vlákna jako poslední vrstvu, nemusela by být dobře prosycena matricí. Už při této fázi tvorby vzorků byla snaha o orientaci výztuže ve směru osy vzorku, tedy ve směru jeho největšího rozměru, ale vzhledem k nesnadné manipulaci s nastříhanými kousky vláken nebylo prakticky možné, aby veškerá použitá vlákna měla tuto orientaci. Zmíněnou orientaci měla většina výtuže. Parametry vytvrzování byly opět stejné, tedy: 2 hodiny ohřev na pracovní teplotu, pracovní teplota 150°C , výdrž na pracovní teplotě 2 hodiny, ochlazování v peci do dobu minimálně 10 hodin.



Obrázky 13 až 15 - Proces přípravy uhlíkových vláken z tkaniny

Tato skupina vzorků ukázala, že 30% hmotnostní podíl je vzhledem k ruční technologii přípravy příliš vysoký. Výsledné vzorky byly již na pohled nekvalitní a místy v nich docházelo k neprosycení vláken matricí. Proto byly následující vzorky upraveny. Vzorky byly určeny pro zkoušku tahem. Sada obsahovala 5 vzorků.

Tabulka 11 – Charakteristiky vzorků

Označení vzorku	Typ vzorku
20170315_PE_CF30_5 _S	Vzorek na zkoušku tahem
20170315_PE_CF30_6 _S	Vzorek na zkoušku tahem
20170315_PE_GF30_7 _S	Vzorek na zkoušku tahem
20170315_PE_M _GF30_8 _S	Vzorek na zkoušku tahem
20170315_PE_M _CF30_9 _S	Vzorek na zkoušku tahem

6.1.4 Vzorky s 10% podílem výztuže, krátká vlákna

Další sada vzorků obsahovala zmenšený, 10% hmotnostní podíl vláken. Technika přípravy byla stejná jako u předchozí skupiny vzorků, tedy vrstvení vláken a matrice do naseparované formy. Rozdíl spočíval pouze v tom, že nyní vzorky obsahovaly 9 g matrice a 1 g nastříhaných vláken. Jako v předchozích sadách, vzorky byly tvořeny pomocí obdélníkových forem.

Tyto vzorky přinesly poznatek, že vzorky s krátkými vlákny nedosahují požadovaných mechanických vlastností, a proto v následujících vzorcích došlo k dalšímu vývoji skladby. V této sadě vznikly 2 vzorky.

Tabulka 12 – Charakteristiky vzorků

Označení vzorku	Typ vzorku
20170322_PE_CF10_10_S	Vzorek na zkoušku tahem
20170322_PE_M_CF10_11_S	Vzorek na zkoušku tahem

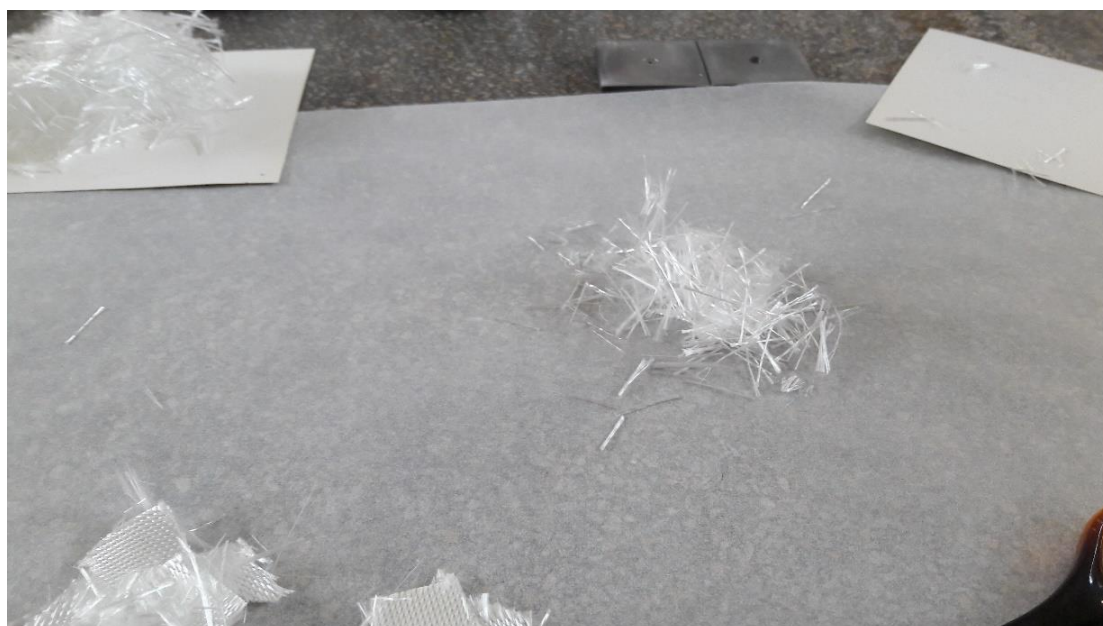
6.1.5 Různorodé testovací vzorky

Dalším krokem v rámci vývoje vzorků byly vzorky s různým rozložením vláken, různou délkou vláken, různou úpravou vláken (například třepení vláken) a podobně. Poznatky z této sady vzorků lze sumarizovat následujícími závěry. Z důvodu větší potenciální plochy výztuže byly svazečky vláken před umístěním do formy ručně třepeny. Toto se však neosvědčilo, jelikož manipulace s roztřepeným plnivem byla náročná, výroba vzorku zdoluhavá a výsledné vzorky byly velice nehomogenní, díky nerovnoměrnému rozložení výztuže.

Dále byl zkoušen postup, který zahrnoval míchání práškové matrice a natříhaných, třepených vláken již před vložením do formy. Motivací bylo dosažení homogenního promíchání matrice a výztuže a současně dosažení větší využitelné adhezní plochy výztuže, díky roztřepení svazečků vláken. Toto se však ukázalo jako technologicky neproveditelná volba. Ve vzniklých vzorcích byly veliké vzduchové bubliny a některá místa nebyla vůbec prosycena matricí. V této sadě také vznikly vzorky, které obsahovaly menší množství plniva. Tyto vzorky obsahovaly pouze sedm hmotnostních procent plniva. Zmíněné vzorky ukázaly, že menší množství plniva, než je 10 %, je sice v rámci rychlosti výroby o něco rychlejší, ale výsledný časový rozdíl v pracnosti není tak velký. Současně mírně poklesly mechanické vlastnosti vzorku, tedy nakonec bylo rozhodnuto, že vzorky budou obsahovat 10 % plniva. Tato volba kombinuje technologický i kvalitativní faktor.



Obrázek 16 - Roztřepená a nastříhaná uhlíková vlákna, krátká



Obrázek 17 - Nastříhaná skleněná vlákna, krátká

Nejdůležitějším poznatkem z této sady vzorků však byla délka vláken. Ukázalo se, že pokud jsou použita „nekonečná vlákna“, tedy vlákna, která mají svůj délkový rozměr srovnatelný s délkou vzorku, je výroba vzorku nejrychlejší, vzorek má velice homogenní rozložení výztuže a současně má vzorek nejlepší tahové vlastnosti (ve směru podélné osy vzorku a tedy i ve směru vláken). Také se ukázalo, že při vytahování vláken ze skelné tkaniny je výhodnější pracovat s vlákny útkovými. V případě zvolené skelné tkaniny jsou totiž tato vlákna tenčí, lépe se s nimi manipuluje a díky jejich tenkosti je možné použít více vláken při zachování stejné celkové hmotnosti výztuže. Díky jednodušší a pohodlnější manipulaci s

dlouhými vlákny bylo současně možné dodržet osovou orientaci vláken pro celý objem použité výztuže. Proto byly od této chvíle používány do vzorků se skleněnými vlákny pouze tato útková vlákna. V případě uhlíkové tkaniny byl rozdíl mezi útkovými vlákny a vlákny osnovy naprosto minimální a proto byly používány oba typy vláken tkaniny. V rámci této rozmanité testovací sady vzniklo 9 vzorků.

Tabulka 13 – Charakteristiky vzorků

Označení vzorku	Typ vzorku, poznámka
20170327_PE_M_GF10_12_S	Vzorek na trhací zkoušku, třepená vlákna
20170327_PE_GF10_13_S	Vzorek na trhací zkoušku, třepená vlákna
20170327_PE_GF10_14_S	Vzorek na trhací zkoušku, nekoneč. vlákna
20170405_PE_M_GF10_15_S	Vzorek na trhací zkoušku, třepená vlákna
20170405_PE_M_GF10_16_S	Vzorek na trhací zkoušku, třepená vlákna
20170412_PE_M_GF10_17_S	Vzorek na trhací zkoušku, předem smícháno
20170412_PE_M_GF10_18_S	Vzorek na trhací zkoušku, předem smícháno
20170412_PE_M_GF7_19_S	Vzorek na trhací zkoušku, 7 hm. % plniva
20170412_PE_M_GF10_20_S	Vzorek na trhačku, nekoneč. útková vlákna

6.1.6 Finální podoba vzorků

Po řadě úprav a na základě získaných výrobních zkušeností byl zvolen následující postup výroby vzorků: do naseparované formy byla vložena čtvrtina navážených vláken, poté zasypána čtvrtinou předem nachystané a navážené matrice. Takto vznikla posloupnost čtyř vrstev výztuže, který byly prolínány čtyřmi vrstvami matrice. Vzorek obsahoval 1 g vláknité výztuže a 9 g matrice. Vlákna měla délkový rozměr totožný s výsledným rozměrem vzorku. Pracovní cyklus pece byl ponechán od začátku tvorby vzorků stále stejný. U vzorků, které obsahují plazmově modifikovaný polyethylen a mají pořadové číslo vyšší než 37, byla použita matrice, která byla plazmována v březnu 2017, tedy novější. Předchozí vzorky s matricí v modifikovaném stavu obsahují polyethylen, který byl modifikován v říjnu 2014, tedy starší matrici.



Obrázek 18 - Vzorky po ztuhnutí



Obrázek 19 - Vzorek před vložením do pece

Tímto postupem bylo dosaženo nejlepších výsledků jak z hlediska tvorby a technologie, tak z hlediska mechanických vlastností a homogenity v rámci struktury vzorku. Takto definovaným způsobem vznikly všechny zbývající vzorky. Tyto vzorky jsou pro přehlednost uvedeny v tabulce níže.

Tabulka 8 – Charakteristiky vzorků

Označení vzorku	Typ vzorku
20170419_PE_CF10_H_21	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_CF10_S_22	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_M_CF10_H_23	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_M_CF10_S_24	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_M_GF10_H_25	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_M_GF10_H_26	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_M_GF10_S_27	Vzorek na trhací zkoušku
20170419_PE_GF10_S_28	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_M_CF10_S_29	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_CF10_S_30	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_GF10_S_31	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_M_GF10_S_32	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_M_CF10_H_33	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_CF10_H_34	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_M_GF10_H_35	Vzorek na trhací zkoušku
20170424_PE_M_GF10_H_36	Vzorek na trhací zkoušku
20170510_PE_M_GF10_H_40	Vzorek na trhací zkoušku
20170510_PE_M_CF10_H_41	Vzorek na trhací zkoušku
201705010_PE_M_GF10_H_42	Vzorek na trhací zkoušku
20170510_PE_M_CF10_H_43	Vzorek na trhací zkoušku

Označení vzorku	Typ vzorku
20170510_PE_M_GF10_H_44	Vzorek na trhací zkoušku
20170510_PE_M_CF10_H_45	Vzorek na trhací zkoušku
20170531_PE_GF10_H_46	Vzorek na trhací zkoušku
20170531_PE_GF10_H_47	Vzorek na trhací zkoušku
20170531_PE_M_GF10_H_48	Vzorek na trhací zkoušku
20170531_PE_M_CF10_H_49	Vzorek na trhací zkoušku



Obrázek 20 - Hotový vzorek se skleněnými vlákny

6.1.7 Normalizované vzorky

V rámci experimentu bylo vytvořeno i několik vzorků ve formách, které v laboratoři byly k dispozici po tvorbě diplomové práce [40] Ing. Tomáše Hájka. Jedná se o formy, které mají normalizované rozměry a jsou určeny pro tvorbu vzorků určených na trhací zkoušku tahem dle ČSN EN ISO 527. Tyto vzorky byly vytvořeny pro možnost porovnání se vzorky vytvořenými v hliníkových obdélníkových formách.

Kroky výroby těchto vzorků jsou naprosto totožné s těmi, které jsou zmíněny v předchozích kapitolách, liší se pouze ve volbě formy. I tyto vzorky obsahují 1 g výztuže a 9 g matrice a jsou tvořeny stejnou posloupností výztuže a matrice. Vzorků tohoto druhu bylo vytvořeno 6.

Tabulka 15 - Charakteristiky vzorků

Označení vzorku	Typ vzorku, poznámka
20170503_PE_M_GF10_H_37	Vzorek na trhací zkoušku, normalizovaný
20170503_PE_M_CF10_H_38	Vzorek na trhací zkoušku, normalizovaný
20170503_PE_M_GF10_H_39	Vzorek na trhací zkoušku, normalizovaný
20173105_PE_GF10_H_50	Vzorek na trhací zkoušku, normalizovaný
20173105_PE_GF10_H_51	Vzorek na trhací zkoušku, normalizovaný
20173105_PE_CF10_H_52	Vzorek na trhací zkoušku, normalizovaný



Obrázek 21 - Vsázka s oběma typy forem

7 Testování vzorků

7.1 Zkoumání pórovitosti vzorků na světelném mikroskopu

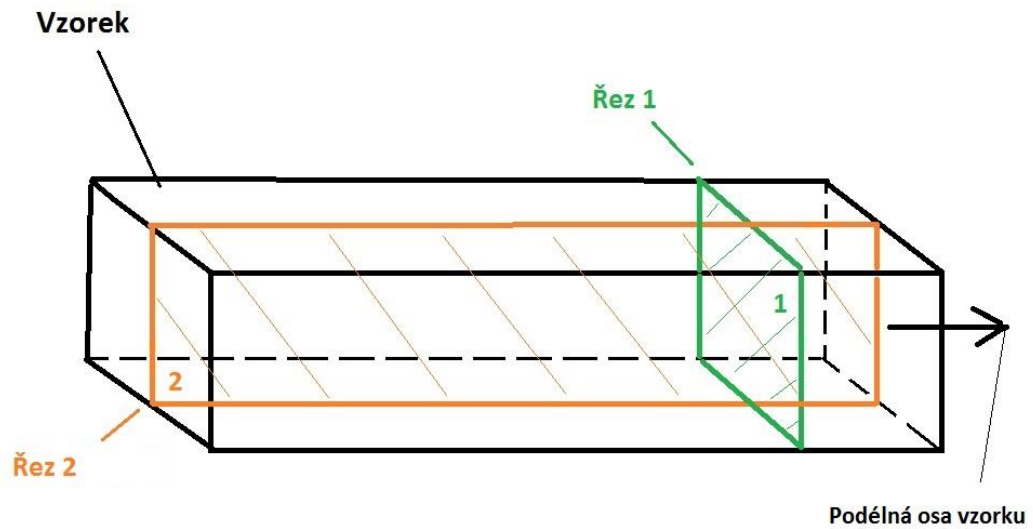
Ověření, zdali vzorky tvořené pouze matricí v základním stavu neobsahují vzduchové póry v množství, které by mohlo ovlivnit výsledky následujících testů, bylo prvním krokem v rámci praktických zkoušek.

7.1.1 Příprava vzorků

Prvním testem, který vzorky podstoupily, bylo pozorování na světelném mikroskopu. Pozorování bylo prováděno z důvodu zkoumání možné pórovitosti struktury. Vzorky byly totiž v peci připravovány za přístupu vzduchu. Případné vzduchové bublinky uvnitř, či na povrchu kompozitu, mohou velice negativně ovlivnit vlastnosti struktury, což se projevuje na mechanických vlastnostech kompozitu. Jelikož adheze mezi matricí a výztuží uvnitř vzorků je v této práci analyzována pomocí tahové zkoušky, bylo vhodné začít právě zjištěním míry pórovitosti vzorků. Toto testování probíhalo pouze na vzorcích, které byly tvořeny samotnou matricí. Mikroskopicky byly zkoumány první čtyři vytvořené vzorky.

Vzorky byly zkoumány na světelném mikroskopu NIKON Eclipse 600 ME. Metodika přípravy mikroskopických vzorků a následného pozorování byla následující. Pro pozorování na světelném mikroskopu bylo nutné vytvořit co nejtenčí folie, aby prošel světelný paprsek vzorkem. Pokud by měl mikroskopický vzorek příliš velkou tloušťku, paprsek by strukturu filmu neprosvítil a nebylo by možné pozorovat a vyhodnocovat strukturu vzorků.

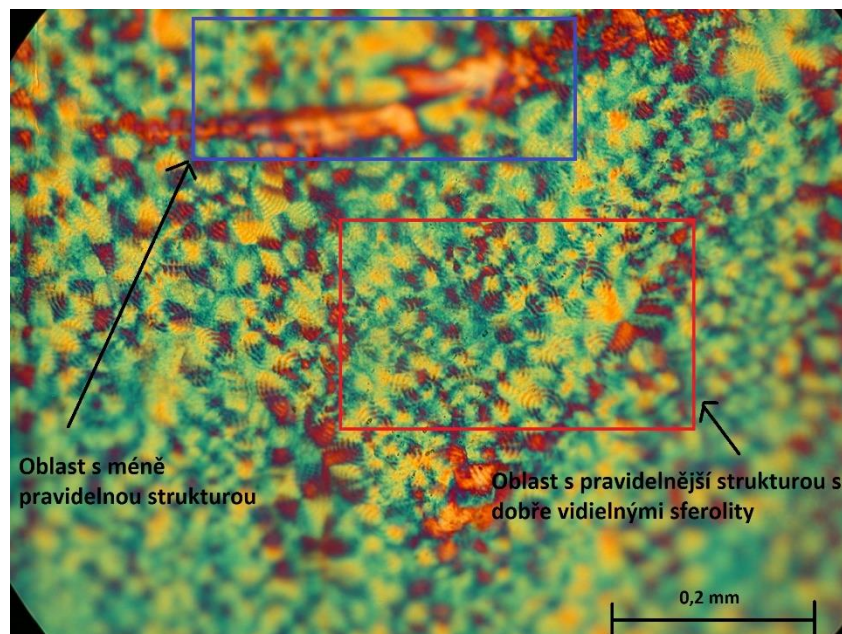
Ze vzorků připravených v peci byly nejprve ruční pilkou vyřezány vzorky o rozměrech 10x5x5 mm a z těchto malých odřezků byly poté na sáňkovém mikrotomu odebrány tenké fólie o tloušce přibližně 10 μm . Orientace zkoumaných řezů byla dvojí. Toto bylo stanoveno z důvodu získání přesnější představy o struktuře materiálu v různých směrech vzorku. Dvě zvolené orientace řezů a z nich odebrané tenké fólie jsou schematicky zobrazeny na obrázku 22.



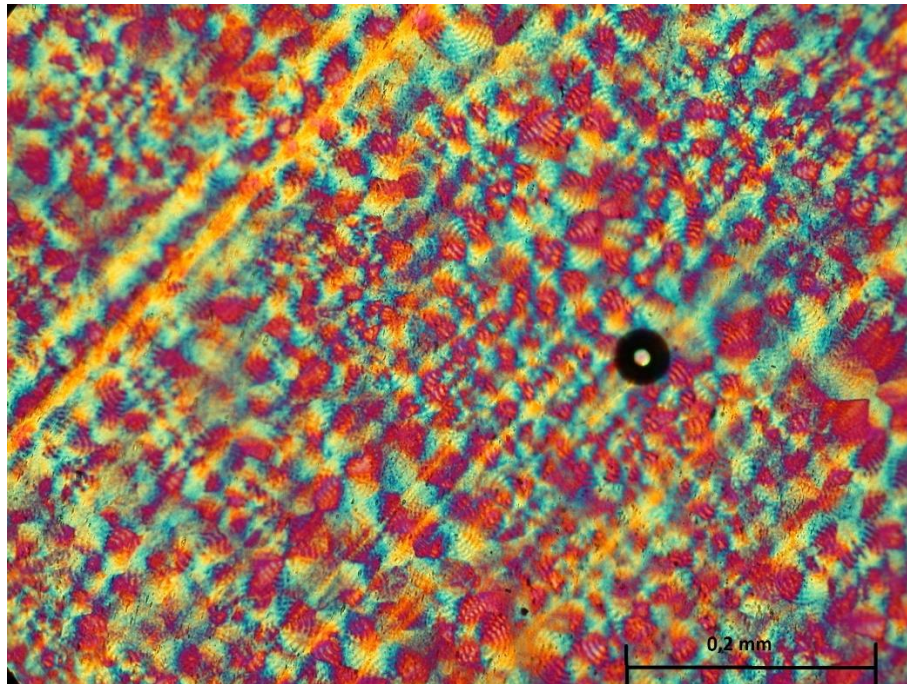
Obrázek 22 - Orientace pozorovaných řezů

7.1.2 Pozorování na mikroskopu, snímky

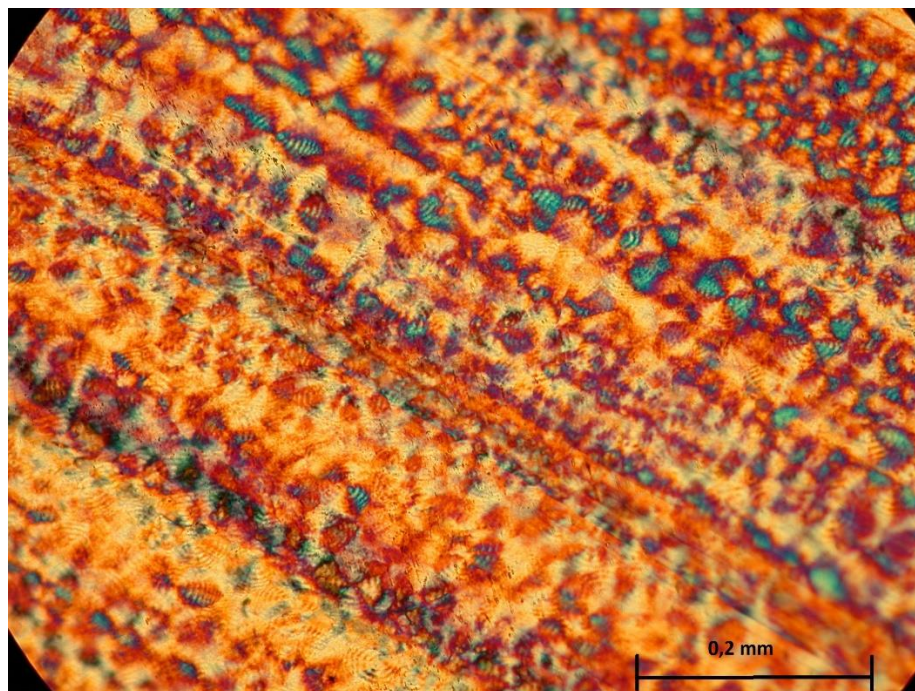
Pro každý vytvořený mikroskopický vzorek bylo pořízeno několik snímků. Byl použit objektiv se zvětšením 20x. Přehled vzorků a vybrané snímky jsou zobrazeny na obrázcích.



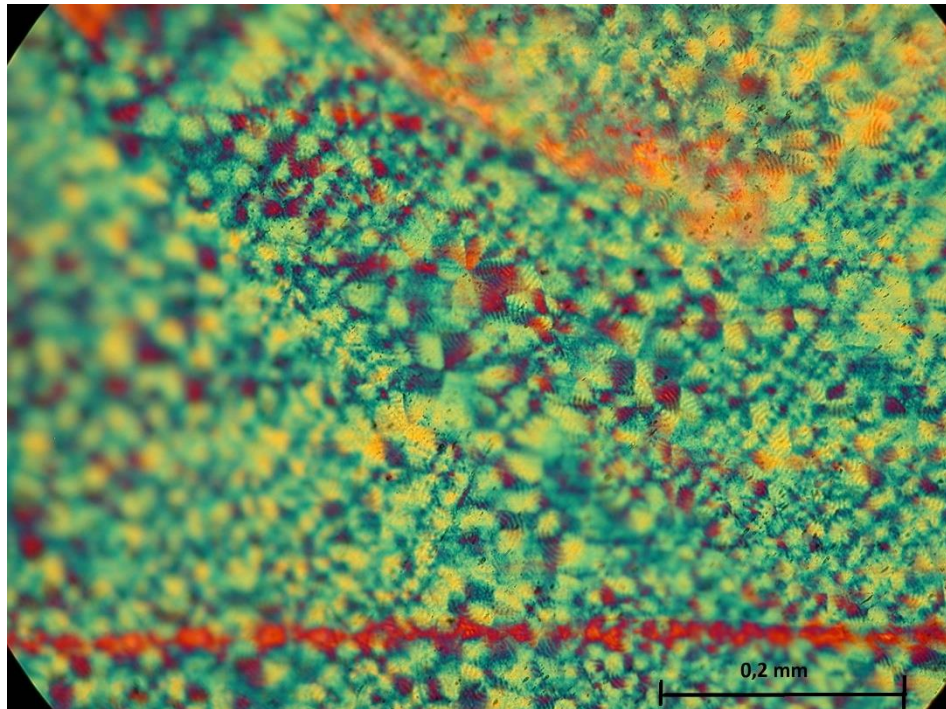
Obrázek 23 - Vzorek 20170209_PE_1_S, řez 1, zvětšeno 20x



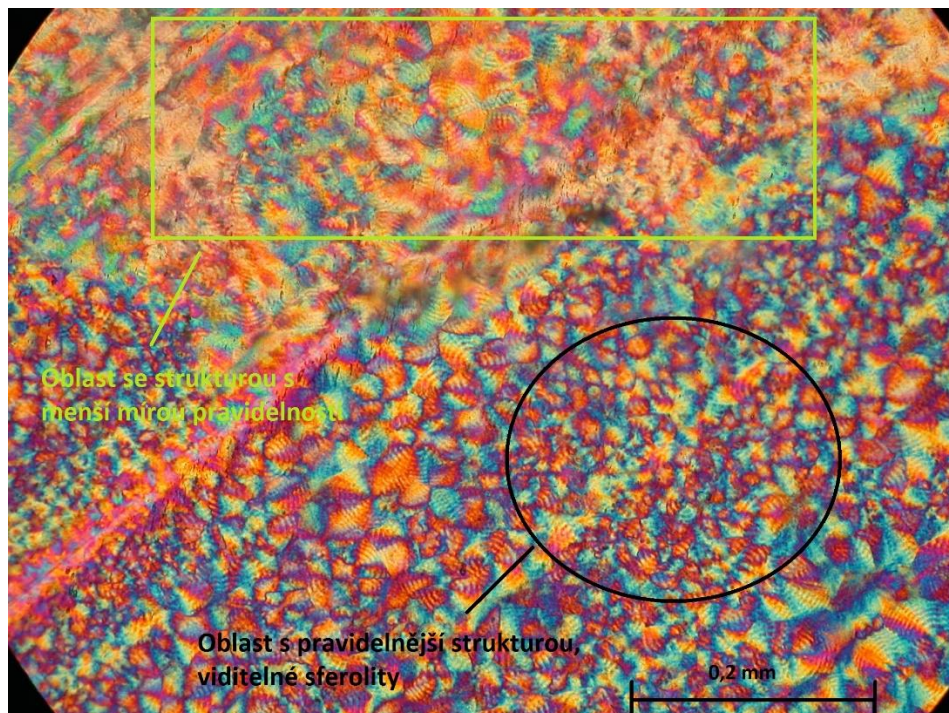
Obrázek 24 - Vzorek 20170209_PE_1_S, řez 2, zvětšeno 20x



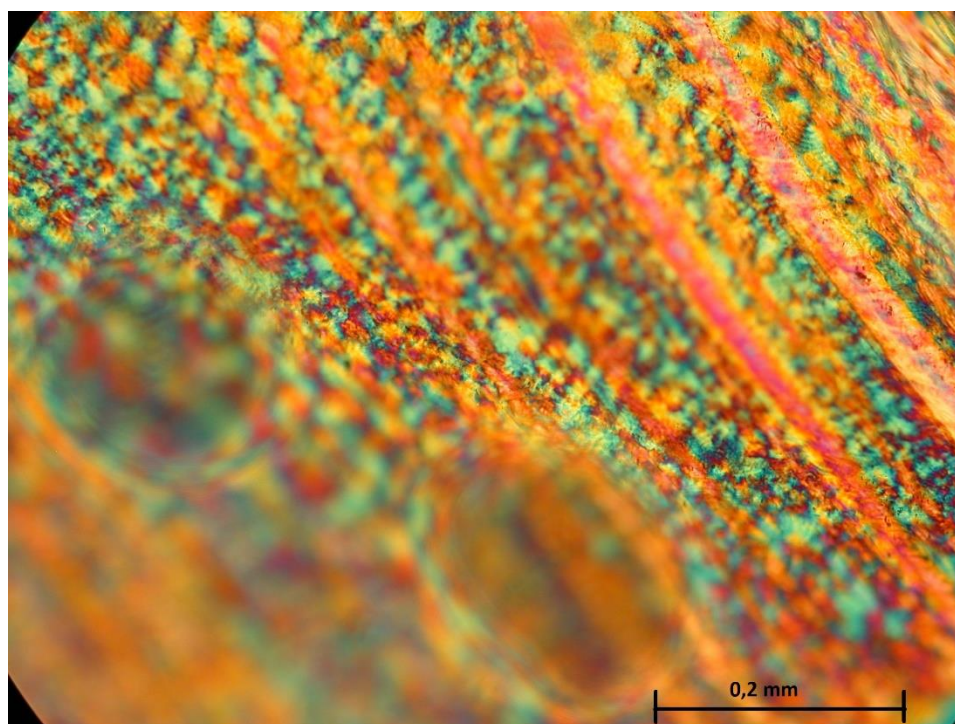
Obrázek 25 – Vzorek 20170216_PE_2_H, řez 1, zvětšeno 20x



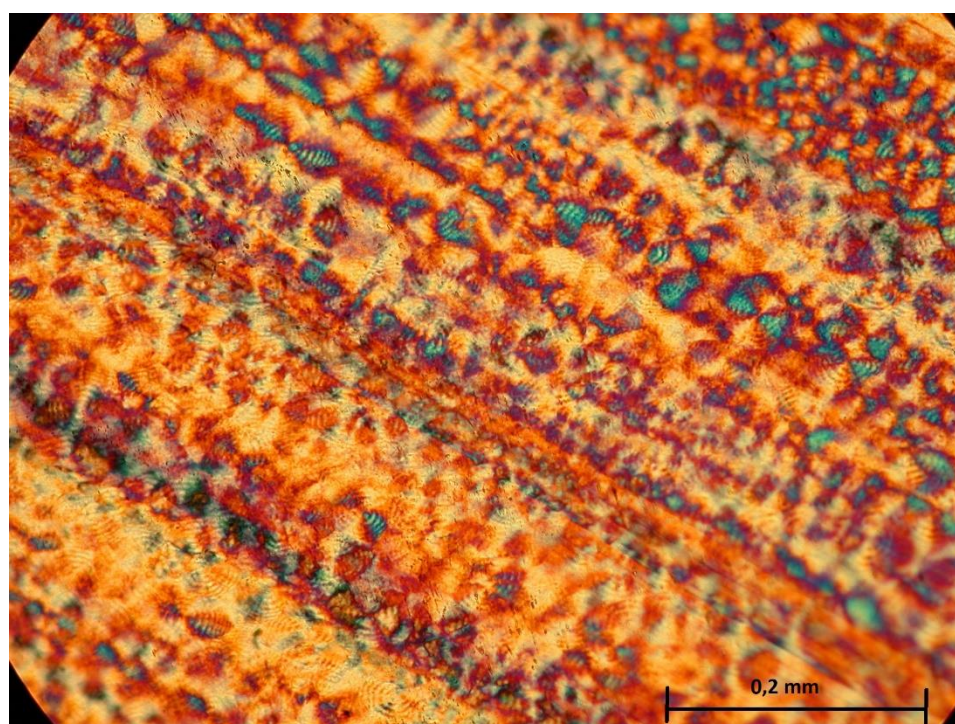
Obrázek 26 - Vzorek 20170216_PE_2_H, řez 2, zvětšeno 20x



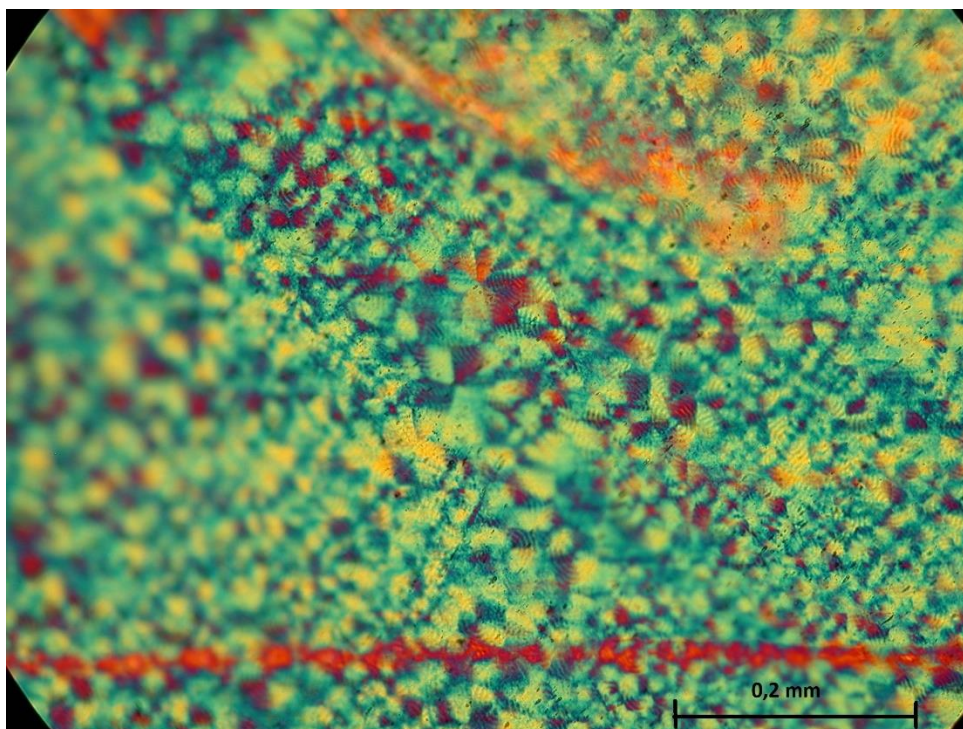
Obrázek 27 - Vzorek 20170216_PE_M_3_S, řez 1, zvětšeno 20x



Obrázek 28 - Vzorek 20170216_PE_M_3_S, řez 2, zvětšeno 20x



Obrázek 29 - Vzorek 20170216_PE_4_D, řez 1, zvětšeno 20x



Obrázek 30 - Vzorek 20170216_PE_4_D, řez 2, zvětšeno 20x

7.1.3 Vyhodnocení snímků

Navzdory tomu, že mikroskopické vzorky byly vytvořeny jak z matrice v základním stavu, tak z matrice modifikované (modifikováno v roce 2017), snímky vedou u všech vzorků ke stejnému závěru. Roli nehrál ani fakt, že původní vzorky byly v peci připravovány v různých patrech pece, což při procesu tuhnutí vedlo k tomu, že vzorky v horním patře tuhly při vyšší teplotě, než vzorky v nižších patrech. Důvodem použití mikroskopu bylo především odhalení případného mikroskopického defektu struktury, jelikož vady makroskopické jsou snadno zjištěitelné i pouhým okem.

Po důkladné analýze všech pořízených snímků se ukázalo, že ve struktuře matrice nenajdeme žádné mikroskopické vady. Polyethylen má strukturně jednoduchou základní stavební molekulu, a proto je pro něj typické, že při tuhnutí struktura utváří krystalické útvary. Na snímcích je dobře vidět pravidelná semikrystalická struktura polyethylenu tvořená zejména sferolity. Závěrem tohoto testu lze tedy říci, že na snímcích se nesetkáváme s přítomností vzduchových bublin a výskyt těchto vad získané snímky nenaznačují. Tento způsob přípravy vzorků je tedy vhodný.

7.2 Zkouška tahem vzorků

Základním cílem této práce je výzkum vlivu plazmování polyethylenového prášku na povahu výsledné adheze. Základním předpokladem je, že tato povrchová úprava prášku matrice by měla vést ke zlepšení adhezních poměrů v mezifázi. Ověření tohoto předpokladu bylo provedeno pomocí tahové zkoušky na trhacím stroji. Tahové namáhání je pro zvolené vzorky, které mají téměř tvar kvádrů, vhodné pro analýzu změny adheze mezi vlákny a matricí v základním stavu a s plazmovou úpravou. Pokud si představíme vlákno umístěné v matrici ve směru tahového zatížení vzorku, tedy přesně tak, jak jsou vlákna v navrhnutých vzorcích orientována, zjistíme, že proti pokluzu vláken uvnitř matrice brání právě adhezní síly mezi vlákny a matricí. Současně pro tento příklad orientace a zatížení platí, že je pro adhezní spojení s matricí využíván celý povrch vláken. Z tohoto důvodu je tato konfigurace zatížení a orientace vláken vhodná pro pozorování vlivu modifikace matrice na výslednou mezifázovou adhezi. Z tohoto důvodu byla pro experiment vybrána právě tahová zkouška.

7.2.1 Princip tahové zkoušky

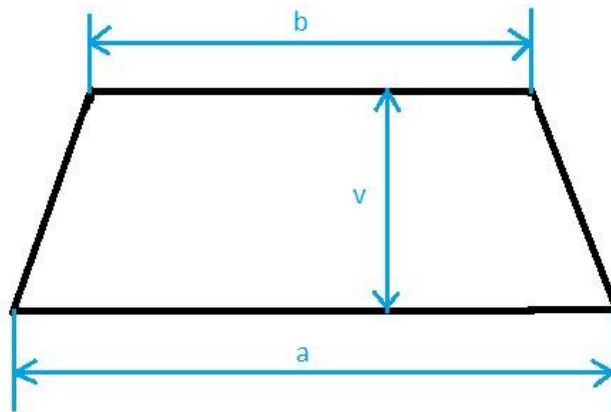
Tahová zkouška se řadí mezi statické zkoušky s rovnoměrným průběhem zatížení (konstantní rychlost polohování). Zkouška spočívá v deformaci zkušebních vzorků tahovým zatížením ve směru jejich podélné osy. Zatížení probíhá až do přetržení nebo do dosažení předem definované hodnoty prodloužení. Před provedením zkoušky je nutné kondicionování vzorků. To znamená, že vzorky nesmí být vystaveny mechanickému, chemickému, fyzikálnímu či chemickému namáhání, které by mohlo ovlivnit průběh zkoušek. Doporučené prostředí pro výkon zkoušky je teplota 23 ± 2 °C a relativní vlhkost 50 ± 10 % [40]. V případě této práce byly vzorky kondicionovány po dobu 24 hodin.

7.2.2 Příprava vzorků s lichoběžníkovým průřezem

Po přípravě vzorků (obdélníková forma) v peci bylo třeba pomocí ručního obrábění upravit jejich tvar. Pro správné provedení zkoušky a získání relevantních výsledků je totiž nezbytné, aby měly vzorky po celé délce konstantní, lichoběžníkový průřez, který je určen formou. Díky povaze přípravy vzorků tohoto však nelze docílit bez dodatečných úprav. Při tuhnutí se totiž roztavený polyethylen chová jako kapalina a během chladnutí matrice ve svrchních vrstvách vzorku, navzdory separaci formy, ulpívala více při okraji formy, než při ose vzorku. Výsledný efekt byl takový, že povrch oblasti vzorku, která byla vystavena vzdušnému prostředí pece, měl tvar U profilu a v místě kontaktu s formou byl vzorek vyšší, než ve své podélné ose. Jinými slovy bylo třeba srovnat horní povrch vzorku do roviny, pro

dosažení neměnného, lichoběžníkového průřezu po celé délce vzorku. Vzorky byly proto po ztuhnutí srovnány pomocí ruční pily, která byla k dispozici v laboratoři.

Po srovnání vzorků bylo nutné zjistit jejich průřez. Vzhledem k lichoběžníkovému průřezu vzorků byly pomocí posuvného měřidla změřeny následující rozměry, které definují obsah rovnoramenného lichoběžníku.



Obrázek 31 - Meřené rozměry vzorku

Po změření potřebných rozměrů byl pro každý vzorek vypočítán průřez pomocí vzorce pro výpočet obsahu rovnoramenného lichoběžníku. Díky ruční přípravě vzorků a ručnímu obrábění byly sice všechny vzorky srovnány, ovšem nebylo možné docílit toho, aby měly všechny vzorky po obrobení naprosto totožné rozměry. Poté, co byly vzorky srovnány a změřeny, bylo možné přistoupit k samotné tahové zkoušce.

Tabulka 16 - Rozměry vyrobených vzorků po obrobení

Označení vzorku	a [mm]	b [mm]	v [mm]	S [mm ²]
20170209_PE_1_S	23,4	20,4	8,0	175,2
20170216_PE_2_H	23,0	20,0	8,4	180,6
20170216_PE_M_3_S	23,4	20,8	9,0	198,9
20170216_PE_4_D	23,0	20,0	8,3	178,5
20170315_PE_CF30_5_S	22,4	19,3	8,0	166,8
20170315_PE_CF30_6_S	22,4	19,5	7,9	165,5
20170322_PE_CF10_10_S	22,0	19,5	11,0	228,3
20170322_PE_M_CF10_11_S	22,3	19,0	11,0	227,2
20170327_PE_M_GF10_12_S	22,0	19,0	7,5	153,8
20170327_PE_GF10_13_S	22,0	19,5	7,0	145,3
20170327_PE_GF10_14_S	22,2	19,0	6,8	140,1
20170405_PE_M_GF10_15_S	22,5	19,0	6,0	124,5
20170405_PE_M_GF10_16_S	23,0	19,5	6,0	127,5

Označení vzorku	a [mm]	b [mm]	v [mm]	S [mm ²]
20170412_PE_M_GF10_17_S	23,0	19,0	5,5	115,5
20170412_PE_M_GF10_18_S	22,5	19,0	5,5	114,1
20170412_PE_M_GF7_19_S	22,5	19,0	6,0	124,5
20170412_PE_M_GF10_20_S	22,0	18,5	5,5	111,4
20170419_PE_CF10_H_21	22,8	19,0	7,3	152,6
20170419_PE_CF10_S_22	22,0	19,0	6,3	129,2
20170419_PE_M_CF10_H_23	22,3	19,0	6,0	123,9
20170419_PE_M_CF10_S_24	22,5	19,0	6,0	124,5
20170419_PE_M_GF10_H_25	22,2	19,0	6,0	123,6
20170419_PE_M_GF10_H_26	22,0	19,0	6,3	129,2
20170419_PE_M_GF10_S_27	22,4	19,0	6,0	124,2
20170419_PE_GF10_S_28	22,4	19,0	6,0	124,2
20170424_PE_M_CF10_S_29	22,5	19,0	6,2	128,7
20170424_PE_CF10_S_30	22,0	19,0	6,0	123,0
20170424_PE_GF10_S_31	22,0	19,0	6,4	131,2
20170424_PE_M_GF10_S_32	22,0	19,0	6,3	129,2
20170424_PE_M_CF10_H_33	22,3	19,0	6,5	134,2
20170424_PE_CF10_H_34	22,0	19,0	6,2	127,1
20170424_PE_M_GF10_H_35	19,8	19,0	5,9	114,5
20170424_PE_M_GF10_H_36	22,3	19,0	6,5	134,2
20170510_PE_M_GF10_H_40	22,2	19,0	6,1	125,7
20170510_PE_M_CF10_H_41	22,0	19,0	5,7	116,9
20170510_PE_M_GF10_H_42	22,1	19,0	5,1	104,8
20170510_PE_M_CF10_H_43	21,7	19,0	5,5	111,9
20170510_PE_M_GF10_H_44	22,3	19,0	5,6	115,6
20170510_PE_M_CF10_H_45	22,1	19,0	5,4	111,0
20170531_PE_GF10_H_46	22,1	19,0	6,2	127,4
20170531_PE_GF10_H_47	21,5	19,0	5,6	113,4
20170531_PE_M_GF10_H_48	21,6	19,0	5,3	107,6
20173105_PE_M_CF10_H_49	21,8	19,0	5,6	114,2

7.2.3 Příprava vzorků z formy pro tahové polymerní vzorky

Úprava vzorků z forem, které jsou určeny pro přípravu tahových vzorků dle normy ČSN EN ISO 527 byla jednodušší. Vzorky měly obdélníkový průřez. V tomto případě nebylo nutné ruční pilkou srovnávat plochy vzorků, jelikož průřez těchto vzorků byl zhruba 2,5x menší a tedy i jejich rozměry. Problém s U profilem, vytvořeným na ploše vzorku, která byla v peci v přímém kontaktu s okolní atmosférou, se zde proto neobjevil. V rámci úprav těchto vzorků bylo třeba pouze srovnat případné malé tvarové přelitky, které se však vyskytovaly zcela vyjíměčně. Po obrobení dílu bylo opět třeba určit průřez dílu. V tomto případě se jednalo o obélníkový průřez vzorku. Po změření výšky a šířky vzorku bylo tedy možné určit jeho průřez. V případě této skupiny vzorků měly všechny vzorky totožné rozměry.

Tabulka 17 - Rozměry vyrobených vzorků po obrobení

Označení vzorku	a [mm]	v [mm]	S [mm ²]
20170503_PE_M_GF10_H_37	10	4,5	45
20170503_PE_M_CF10_H_38	10	4,5	45
20170503_PE_M_GF10_H_39	10	4,5	45
20173105_PE_GF10_H_50	10	4,5	45
20173105_PE_GF10_H_51	10	4,5	45
20173105_PE_CF10_H_52	10	4,5	45

7.2.4 Průběh a vyhodnocování tahové zkoušky

Tahová zkouška byla prováděna na trhacím stroji ZD 10 Walter + Baiag: CH 8224 Löhninen v prostorách Ústavu materiálového inženýrství FS ČVUT v Praze. Zkouška byla prováděna ve stejném prostředí, v jakém byly kondicionovány vzorky, tedy při teplotě 22 °C a relativní vlhkosti 47 % (měřeno teploměrem, respektive vlhkoměrem, oba přístroje byly v laboratoři k dispozici). Připravené vzorky byly pro účely tahové zkoušky upnuty do samosvorných čelistí. Po spuštění měřicího programu byly vzorky tahem deformovány až do okamžiku, kdy došlo k porušení vzorku. V řídicím softwaru trhacího stroje byla zaznamenávána zátěžná síla v závislosti na deformaci vzorku. Z každého měření byl pořízen záznam v podobě pracovního diagram závislosti $F-\Delta L$. Okamžik porušení vzorku se na grafu projevil ostrým maximem křivky závislosti a následným výrazným poklesem zátěžné síly. V tomto okamžiku došlo u vzorku k lokálnímu porušení celistvosti kompozitu. Zatěžující síla byla natolik vysoká, že byl znemožněn přenos napětí mezi výztuží a matricí. Adhezní síly mezi matricí a vlákny byly porušeny, vlákna se začala smýkat v prostředí matrice a napětí bylo přenášeno zejména matricí, která má v porovnání s výztuží několikanásobně horší mechanické vlastnosti. Došlo tak nevratnému poškození struktury kompozitu a vzorek byl porušen. Z křivky závislosti byla vždy odečtena maximální zátěžná síla a následně, pomocí známého průřezu kompozitního vzorku, určena mez pevnosti v tahu vzorku pomocí vzorce:

$$\sigma_y = \sigma_m = \frac{F_y}{A} \quad (6)$$

Zatěžující síla F_y je na mezi kluzu rovna síle na mezi pevnosti F_m . Současně tedy platí, že i jmenovité napětí σ_y na mezi kluzu je rovno mezi pevnosti σ_m . Mez pevnosti

byla použita pro analýzu adhezních poměrů uvnitř kompozitní struktury. Pomocí této hodnoty byly vzorky vzájemně porovnávány a analyzovány.

7.2.5 Naměřené výsledky tahové zkoušky

Jak bylo zmíněno v předchozí kapitole, průběh tahové zkoušky každého vzorku byl zaznamenáván softwarem do diagramu. Veškeré grafy z tahových zkoušek jsou z důvodu počtu měřených vzorků zahrnuty v přílohách. Vzhledem k tomu, že daný měřicí software umožňoval vykreslování grafů pouze ve čtyřech barvách, jsou obvykle grafické závislosti tahových zkoušek vzorků zobrazeny po čtyřech v jednom pracovním diagramu. Zde je pro představu zobrazen jeden z naměřených pracovních diagramů.

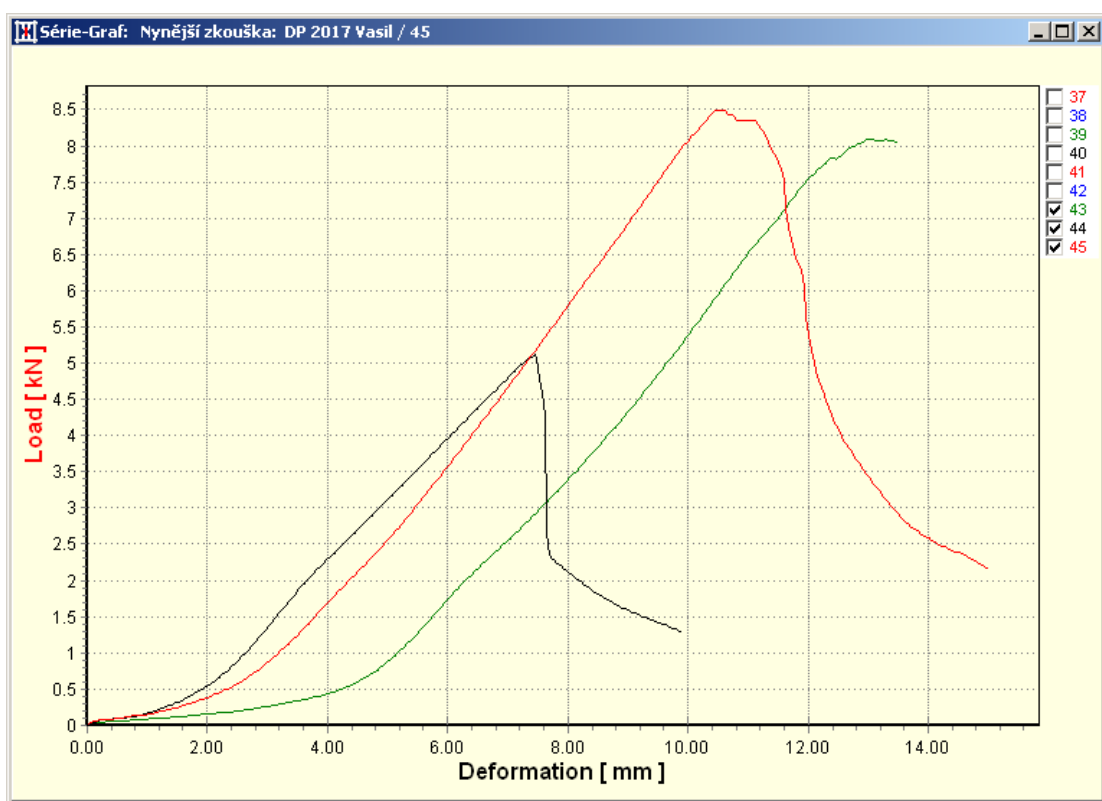


Diagram 1 - Průběh tahové zkoušky pro vzorky 43 - 45.

Dříve popsaným postupem byla určena mez pevnosti v tahu pro všechny vzorky. Výpočty byly prováděny v softwaru Excel. Konečná dílčí vyhodnocení byla prováděna pomocí výpočtu aritmetického průměru, rovnice (7), a směrodatné odchylky, rovnice (8).

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (7)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (8)$$

Pro úplnost jsou v příložené tabulce 18 uvedené veškeré naměřené a následně vypočtené hodnoty, které se vztahují k tahové zkoušce.

Tabulka 18 - Přehled hodnot z tahových zkoušek

Označení vzorku	Průřez [mm ²]	Odečtená síla F _m [kN]	Vypočtená σ _m [MPa]
20170209_PE_1_S	175,2	2,4	13,4
20170216_PE_2_H	180,6	2,2	11,9
20170216_PE_M_3_S	198,9	2,5	12,3
20170216_PE_4_D	178,5	2,4	13,6
20170315_PE_CF30_5_S	166,8	2,9	17,1
20170315_PE_CF30_6_S	165,5	2,1	12,8
20170322_PE_CF10_10_S	228,3	2,8	12,3
20170322_PE_M_CF10_11_S	227,2	3,1	13,7
20170327_PE_M_GF10_12_S	153,8	2,2	14,0
20170327_PE_GF10_13_S	145,3	3,0	20,7
20170327_PE_GF10_14_S	140,1	3,1	21,8
20170405_PE_M_GF10_15_S	124,5	3,0	23,7
20170405_PE_M_GF10_16_S	127,5	3,3	26,0
20170412_PE_M_GF10_17_S	115,5	1,5	12,8
20170412_PE_M_GF10_18_S	114,1	1,0	8,8
20170412_PE_M_GF7_19_S	124,5	2,8	22,7
20170412_PE_M_GF10_20_S	111,4	4,2	37,3
20170419_PE_CF10_21_H	152,6	6,3	41,0
20170419_PE_CF10_S_22	129,2	5,4	41,4
20170419_PE_M_CF10_23_H	123,9	7,4	59,7
20170419_PE_M_CF10_24_S	124,5	7,3	58,4
20170419_PE_M_GF10_25_H	123,6	3,9	31,6
20170419_PE_M_GF10_26_H	129,2	3,4	26,3
20170419_PE_M_GF10_27_S	124,2	4,6	37,0
20170419_PE_GF10_28_S	124,2	4,9	39,3
20170424_PE_M_CF10_29_S	128,7	3,7	28,8
20170424_PE_CF10_30_S	123,0	6,4	51,6
20170424_PE_GF10_31_S	131,2	4,8	36,2
20170424_PE_M_GF10_32_S	129,2	4,2	32,5
20170424_PE_M_CF10_33_H	134,2	5,4	40,2
20170424_PE_CF10_34_H	127,1	6,4	50,4
20170424_PE_M_GF10_35_H	114,5	4,8	41,7

Označení vzorku	Průřez [mm ²]	Odečtená síla F _m [kN]	Vypočtená σ_m [MPa]
20170424_PE_M_GF10_36_H	134,2	5,3	39,1
20170503_PE_M_GF10_37_H	45,0	3,1	125,3
20170503_PE_M_CF10_38_H	45,0	4,0	161,6
20170503_PE_M_GF10_39_H	45,0	3,1	72,2
20170510_PE_M_GF10_40_H	125,7	4,0	32,6
20170510_PE_M_CF10_41_H	116,9	7,0	59,9
20170510_PE_M_GF10_42_H	104,8	4,8	45,6
20170510_PE_M_CF10_43_H	111,9	8,1	72,4
20170510_PE_M_GF10_44_H	115,6	5,2	44,5
20170510_PE_M_CF10_45_H	111,0	8,5	76,6
20173105_PE_GF10_46_H	127,4	4,7	36,5
20173105_PE_GF10_47_H	113,4	4,7	41,0
20173105_PE_M_GF10_48_H	107,6	5,1	46,9
20173105_PE_M_CF10_49_H	114,2	7,4	64,3
20173105_PE_GF10_50_H	45,0	2,1	46,7
20173105_PE_GF10_51_H	45,0	1,7	36,9
20173105_PE_CF10_52_H	45,0	3,1	68,9

7.2.6 Výsledky tahové zkoušky

Vliv plazmové úpravy prášku matrice na změnu adheze mezi vlákny a matricí byl vyhodnocován pomocí pevnosti v tahu vzorků. Zkoumán byl rozdíl v adhezi mezi vzorky s matricí v základním a modifikovaném stavu, vliv stáří plazmové úpravy na vlastnosti matrice, vliv teploty v peci na vlastnosti vzorků a odlišnost mezi vzorky z jednotlivých dvou druhů forem.

7.2.6.1 Vliv modifikace matrice na mech. vlastnosti

Určení účinku plazmové úpravy prášku polyethylenu na adhezi v mezifázi pomocí navrhnutých vzorků je hlavním cílem této práce. Pro porovnání se vzorky v základním stavu byly vybrány vzorky, které obsahují novější ze dvou použitých typů modifikované matrice. Jak bude totiž vidět v další kapitole, tak vzorky s matricí plazmovanou v roce 2014, viz kapitola 2.1, nevykazovaly téměř žádný rozdíl oproti vzorkům s matricí v základním stavu. Pro určení efektu plazmované matrice bylo použito šestnáct vzorků. Čtyři vzorky s matricí v základním stavu a čtyři vzorky s matricí v modifikovaném stavu jak pro verzi s uhlíkovými vlákny, tak pro verzi se skleněnými vlákny. Konkrétně šlo o vzorky č. 21, 22, 28, 30, 31, 34, 40 - 49. Pro porovnání jsou také přiložena data o mechanických vlastnostech matrice samotné, jak v základním stavu (starší typ matrice), tak ve stavu plazmově upraveném. Vzorek tvořený modifikovanou matricí bez výztuže byl vytvořen pouze jeden, proto s ním spojené hodnoty neobsahují směrodatné odchylky. Tento vzorek nabízí možnost porovnání

vlastností matric v základním a plazmovaném stavu. Data jsou zpracována do diagramu 2 a tabulek.

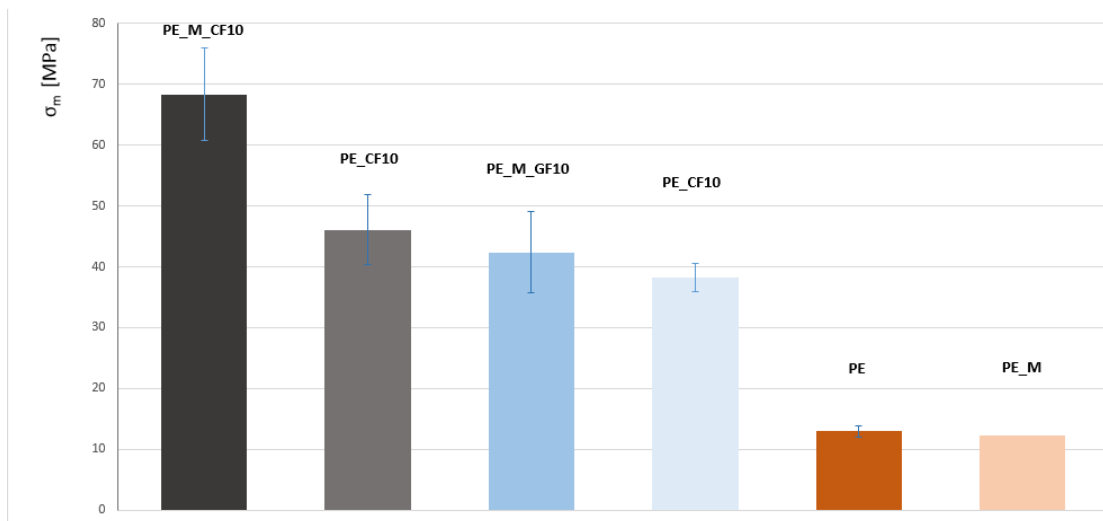


Diagram 2 - Průměrné pevnosti v tahu vzorků

Tabulka 1- Průměrné meze pevnosti v tahu vybraných typů vzorků

Typ vzorku	Průměrná σ _m [MPa]
PE_M_CF10	68,3 ± 7,6
PE_CF10	46,1 ± 5,7
PE_M_GF10	42,0 ± 6,6
PE_GF10	38,3 ± 2,3

Tabulka 2 Poměrný nárůst pevnosti v tahu způsobený povrch. úpravou matrice

Typ výztuže vzorku	Nárůst σ _m [%]
Uhlíková vlákna	48
Skleněná vlákna	10

Tabulka 3 Průměrné meze pevnosti v tahu matrice

Matrice	Průměrná σ _m [MPa]
PE	13 ± 0,9
PE_M	12,3

Plazmová modifikace matrice zvýšila mez pevnosti v tahu u kompozitních vzorků, tvořených polyethylenovou maticí a uhlíkovými vlákny, o 48 %. V případě kompozitních vzorků, který se skládaly z polyethylenové matrice a skleněných vláken, byl nárůst meze pevnosti v tahu 9,7 %. Je tedy zřejmé, že výsledný pozitivní adhezní efekt, vyvolaný

plazmovou úpravou polyethylenové matrice je mnohem výraznější u uhlíkové výztuže. Toto může být způsobeno úpravou povrchu vláken při výrobě. Je pravděpodobné, že použitá povrchová úprava uhlíkových vláken je pro tento typ matrice z hlediska adheze výhodnější, než je povrchová úprava na vláknech skleněných. Další možností je, že použitá modifikace uhlíkových vláken je výhodnější pro plazmovaný stav matrice. Závěrem tedy můžeme říci, že zvolená úprava matrice zlepšila adhezi mezi vlákny a matricí.

7.2.6.2 Vliv stáří matrice na mech. vlastnosti

Dalším zkoumaným jevem byl vliv stáří plazmově upravené matrice na její schopnost zachování si získaných povrchových vlastností po plazmování. V laboratoři byly k dispozici dva typy upravené matrice, které se lišily datem plazmování. Zjištění, zda-li si modifikovaná matrice udrží svůj plazmovaný charakter povrchu i po dvou letech je velice důležitá a praktická informace. Měřenou sadu tvořily 4 vzorky se „starší“ plazmovanou matricí a uhlíkovými vlákny a 6 vzorků se starší plazmovanou matricí a skleněnými vlákny a porovnávány byly s identickým typem vzorků, které však měly matrici modifikovanou v roce 2017. Pro srovnání jsou v tabulce také zobrazeny pevnosti v tahu vzorků s matricí v základním stavu. Mechanické vlastnosti vzorků vytvořených ze zmíněných typů matric jsou zaznamenány v diagramu a tabulkách.

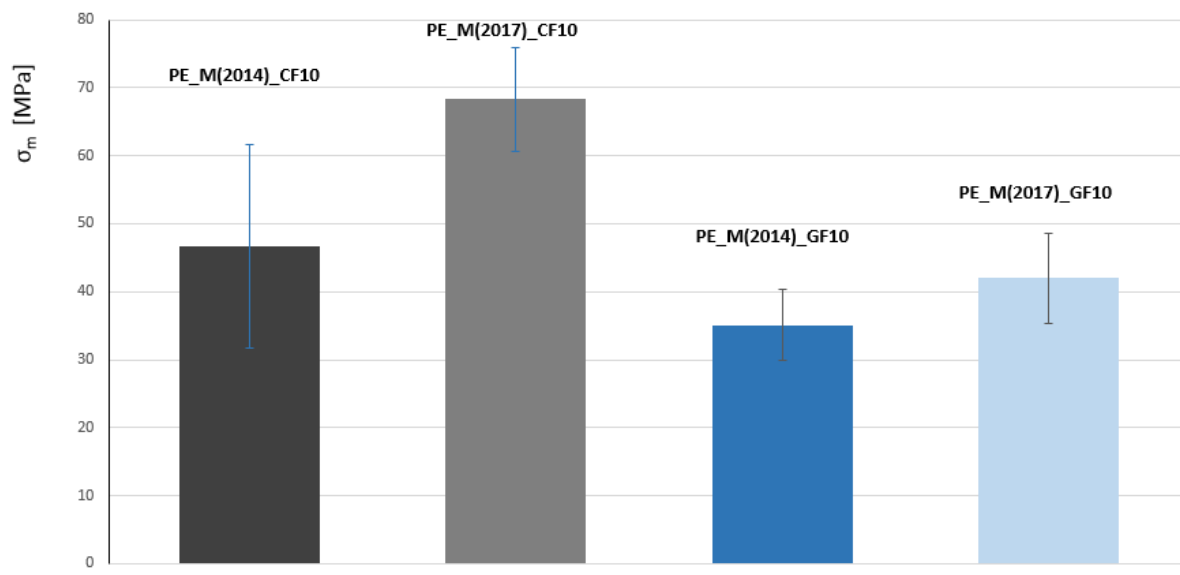


Diagram 3 - Průměrné pevnosti v tahu vybraných vzorků

Tabulka 4 Průměrné meze pevnosti v tahu vybraných vzorků

Typ vzorku	Průměrná σ_m [MPa]
PE_M (2015)_CF10	46,7 ± 15,0
PE_M (2017)_CF10	68,3 ± 7,6
PE_M (2015)_GF10	35,1 ± 5,2
PE_M (2017)_GF10	42,0 ± 6,6

Tabulka 5 Průměrné meze pevnosti v tahu vybraných vzorků s nemodif. maticí

Typ vzorku	Průměrná σ_m [MPa]
PE_CF10	46,1 ± 5,7
PE_GF10	38,3 ± 2,3

Z dat vyplývá, že starší matrice ztratila specifické povrchové vlastnosti, které dříve získala plazmovou úpravou. Pokud je tedy polyethylenový prášek plazmově upraven, můžeme říci, že po třech letech se již plazmová úprava prášku neprojeví na jeho vlastnostech. Z příložených tabulek lze vidět, že vlastnosti vzorků s takto starou maticí jsou srovnatelné s vlastnostmi vzorků, jejichž polyethylenová matrice je v základním stavu. Velká směrodatná odchylka u hodnoty průměrné pevnosti v tahu pro vzorky typu PE_M (2014) CF10 je způsobena překvapivě nízkou pevností σ_m u jednoho ze čtyř vyrobených a použitých vzorků. Jedná se pravděpodobně o skrytou chybu použitého materiálu či o nedokonalý postup při výrobě daného vzorku. Z tohoto důvodu by bylo hodné v tomto výzkumu pokračovat a připravit větší množství vzorků. Tímto způsobem by bylo dosaženo většího množství dat k analýze a výsledné závěry by byly lépe podloženy.

7.2.6.3 Vliv teploty v peci

Během výroby vzorků byla v některých případech záměrně měněna poloha vzorku v peci při přípravě. Dřívějším experimentem, který nebyl součástí této práce, se prokázalo, že teplota není v celém prostoru pece konstantní a že se během pracovního cyklu pece liší teplota v jednotlivých policích pece. Použitá pec má tři police, v rámci tohoto experimentu jsou porovnány pevnosti v tahu vzorků, které byly v peci na prostřední polici a nejvyšší polici. Bohužel není možné zahrnout do této práce i přesně naměřené hodnoty teploty na jednotlivých policích pece během vytvrzovacího cyklu, jelikož experiment zabývající se kalibrací pece a měření teploty v různých místech pece nebyl v době tvorby této práce ještě ukončen. Základní premisa pro tuto část praktických experimentů je tedy to, že na nejvyšší polici je během teplotního cyklu pece vyšší teplota, než na polici střední. Toto

bylo dříve prakticky ověřeno pracovníky laboratoře. Cílem je tedy prověřit, zda-li má teplotní rozdíl, který v rámci různého umístění v peci vzniká, vliv na adhezi uvnitř vzorku, což by se mělo projevit poklesem či růstem mechanických vlastností vzorku.

Níže uvedená data vychází z porovnání kompozitních vzorků, které mají naprosto identickou skladbu (včetně typu a stáří matrice), pouze byly během vytvrzování umístěny na odlišných policích pece. Vzhledem k velkému množství konfiguračních kombinací (pozice v peci, druh výztuže, typ matrice) by bylo potřeba k důkladnému zmapování této problematiky velké množství vzorků. Protože však vliv teploty na mechanické vlastnosti vzorků není hlavním cílem této práce, nevzniklo dostatečné množství vzorků na analýzu všech kombinací, a proto bylo teplotní ovlivnění vlastností vzorků mapováno pouze na dvou typech vzorků: PE_M_GF a PE_CF. Byly použity 4 vzorky typu PE_CF (dva pro každou variantu umístění v peci) a 8 vzorků typu PE_M_GF (4 pro každou variantu umístění v peci). Získaná data jsou vložena do grafu a tabulky.

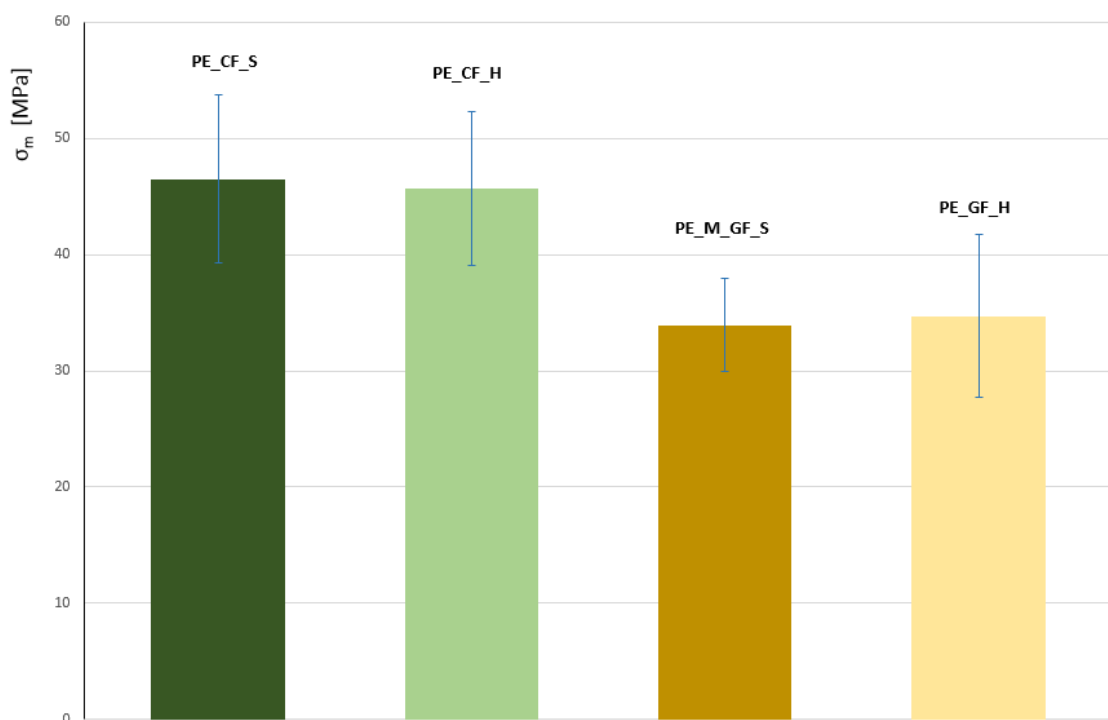


Diagram 4 - Průměrné pevnosti v tahu vybraných vzorků

Písmena S a H značí střední a horní polici v peci, tedy umístění vzorku během přípravy v peci.

Tabulka 24 - Průměrné meze pevnosti v tahu vybraných vzorků

Typ vzorku	Poloha v peci	Průměrná σ_m [MPa]
PE_CF10	Střední police	46,5 ± 7,2
PE_CF10	Horní police	45,7 ± 6,6
PE_M_GF10	Střední police	33,9 ± 4,0
PE_M_GF10	Horní police	34,7 ± 7,0

Ze zpracovaných hodnot je vidět, že poloha v peci a tedy malá změna teploty měla naprosto minimální vliv na mechanické vlastnosti kompozitních vzorků. V případě prvního typu vzorků vyšší poloha v peci způsobila zanedbatelný pokles průměrné σ_m a v případě vzorků typu PE_M_GF tomu bylo naopak, tedy došlo k zanedbatelnému růstu průměrné σ_m . Pro kompletní analýzu problematiky by bylo zapotřebí více vzorků a následných dat, ale data získaná v rámci této práce vedou k závěru, že vliv pozice kompozitního vzorku v peci na jeho vlastnosti je minimální.

7.2.6.4 Porovnání vzorků z obou druhů forem

Jak bylo řečeno, pro přípravu vzorků byly k dispozici dva druhy forem. V prvním typu s lichoběžníkovým průřezem byly vyhotoveny všechny vzorky, které byly až do této části práce vyhodnoceny. Současně však bylo během výroby vzorků vytvořeno šest vzorků pomocí druhého typu formy. Tedy formy, která je navržena na tvorbu normovaných polymerních vzorků pro zkoušku tahem. Těchto šest vzorků bylo vyrobeno z důvodu možnosti porovnání vlivu formy na výsledkové charakteristiky kompozitu. Druhý typ formy má totiž mnohem menší průřez a dá se tedy předpokládat, že vzorky z těchto forem budou mít vyšší mez pevnosti σ_m . Důvodem je fakt, že v menším průřezu je menší šance na výskyt chyb materiálu a defektů. Současně mají tyto vzorky obdélníkový průřez, a tedy nedochází ke změně šířky vzorku s tím, jak roste jeho výška. Toto by mohlo vést k lepší homogenitě rozmístění výztuže uvnitř vzorku a také přispívat k lepším mechanickým vlastnostem kompozitu. Současně lze z výše zmíněných důvodů předpokládat, že v případě této formy zateče tavenina lépe mezi vlákna.

Šest vzorků vytvořených pomocí forem určených na tahové vzorky bylo porováno s adekvátními vzorky, které byly vytvořeny pomocí prvního typu formy. Tedy byly porovnány vlastnosti vzorků s identickým složením. Jednalo se o pět vzorků s označením PE_M_CF10 (čtyři za první typ formy, jeden za druhý typ), pět vzorků s označením PE_CF10 (čtyři za první typ formy, jeden za druhý typ), šest vzorků s označením PE_M_GF10 (čtyři za první typ formy, dva za druhý typ) a šest vzorků s označením

PE_GF10 (čtyři za první typ formy, jeden za druhý typ). Naměřené a vypočtené výsledky jsou zobrazeny v diagramu a tabulkách.

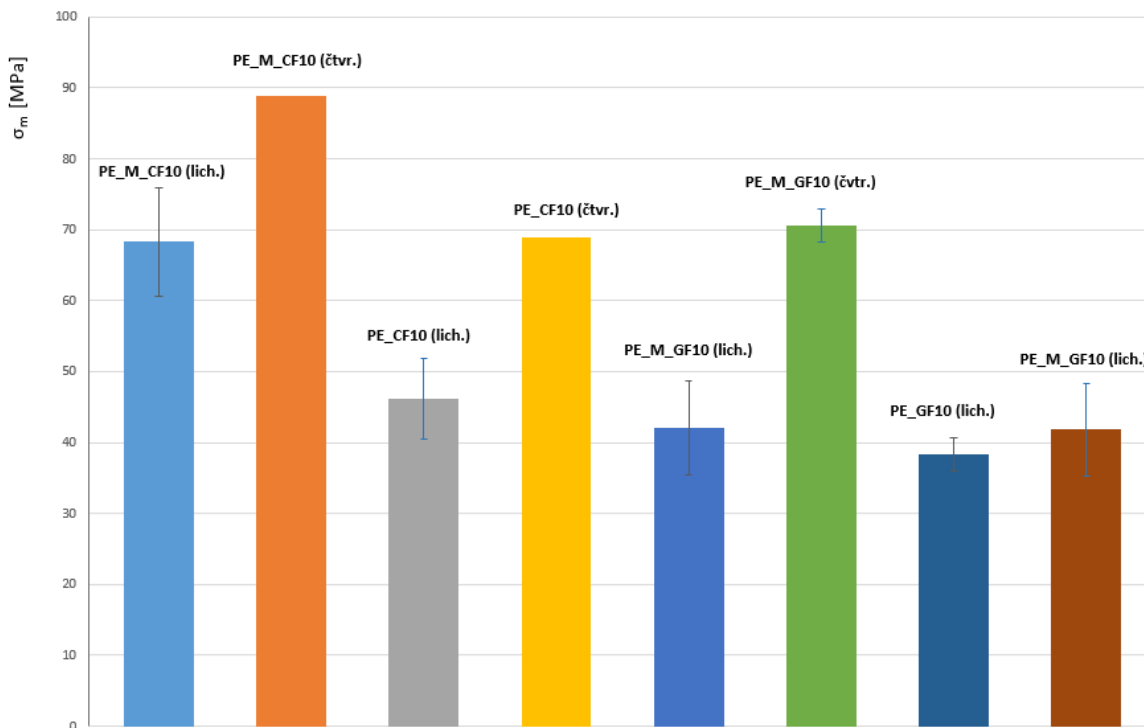


Diagram 5 - Průměrné hodnoty pevnosti v tahu vybraných vzorků

Tabulka 25 6- Průměrné meze pevnosti v tahu vybraných vzorků

Typ formy	Typ vzorku	Průměrná σ_m [MPa]
Lichoběž. průřez	PE_M_CF10	68,3 ± 7,6
Čtverc. průřez	PE_M_CF10	88,9
Lichoběž. průřez	PE_CF10	46,1 ± 5,7
Čtverc. průřez	PE_CF10	68,9
Lichoběž. průřez	PE_M_GF10	42,0 ± 6,6
Čtverc. průřez	PE_M_GF10	70,6 ± 2,3
Lichoběž. průřez	PE_GF10	38,3 ± 2,3
Čtverc. průřez	PE_GF10	46,7 ± 6,9

Tabulka 26 - Nárůst pevnosti vzorku při přechodu na formu s čtverc. průřezem

Typ vzorku	Relativní nárůst prům. pevnosti σ_m [%]
PE_M_CF10	30
PE_CF10	49
PE_M_GF10	68
PE_GF10	22

Vzorky typu PE_M_CF10 (čtvr.) a PE_CF10 (čtvr.) byly pouze po jednom kusu, proto nemají zobrazenou směrodatnou odchylku. Vypočtené hodnoty ukázaly, že při použití

druhého typu formy se mez pevnosti v tahu σ_m zvýšila. V případě vzorků s modifikovanou matricí a skleněnými vlákny to je až o 68 %. Nejmenší nárůst byl naměřen u vzorků s matricí v základním stavu a skleněnými vlákny. Je však nutné vzít v potaz počet vzorků. Ve formách pro tahové polymerní vzorky bylo vyrobeno jen šest kusů vzorků. Tedy jeden nebo dva od každého typu. Získaná data potvrzují předpoklad nárůstu mechanických vlastností s klesajícím průřezem, ale vzhledem k nízkému počtu vzorků k porovnání nelze tento předpoklad podložit komplexnějšími statistickými daty.

7.3 Pozorování na světelném mikroskopu

Pro utvoření komplexnější představy o interakcích mezi matricí a výztuží uvnitř vytvořených vzorků, byly ze dvou vybraných vzorků vytvořeny výbrusy. Zkouška tahem nabízí způsob posuzování adheze, avšak nepřímý. Změna adheze je totiž je hodnocena podle změny pevnosti v tahu vzorků. Pozorování na mikroskopu tak nabízí další pohled, jak zkoumat danou problematiku a jedná se o pozorování přímé.

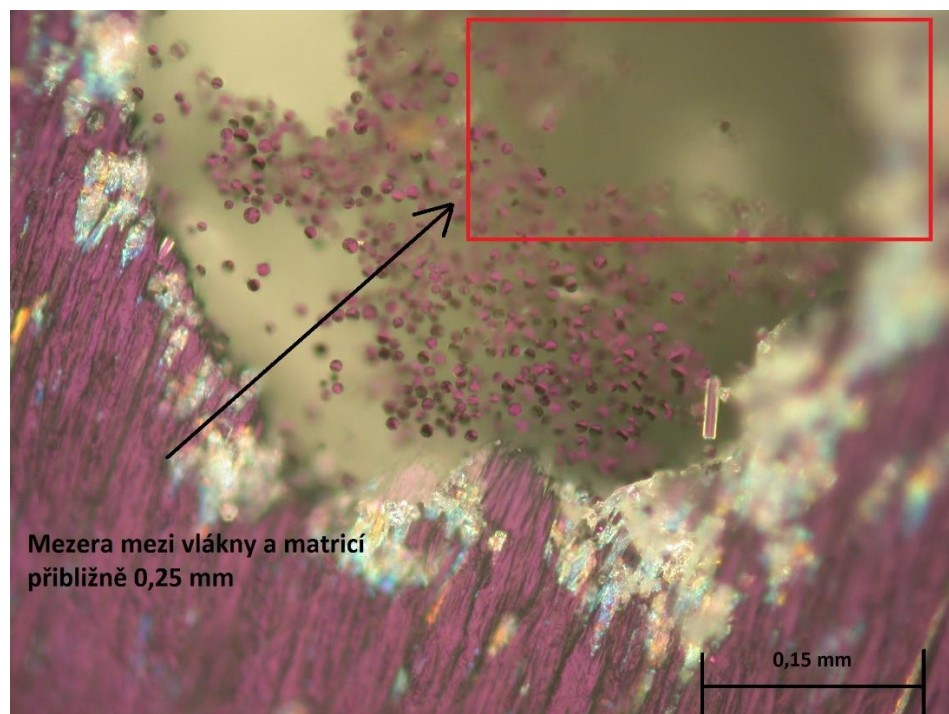
7.3.1 Příprava vzorků

Na přípravu výbrusů byly vybrány dva vzorky. Jednalo se o vzorky s pořadovým číslem 42 a 41. Oba tyto vzorky obsahují polyethylenovou matrici v modifikovaném stavu a 10 % výztuže. V případě vzorku 41 jsou výztuží uhlíková vlákna, vzorek 42 obsahuje vlákna skleněná. Oba vzorky byly připraveny v rámci stejného pracovního cyklu pece a na stejném místě v peci. Vzorky by tedy měly být naprosto identické a jediným rozdílem mezi nimi je druh plniva. Tato volba vzorku by měla umožnit pozorování chování obou druhů výztuže uvnitř modifikované matrice, zejména vzájemnou smáčivost kompozitních složek. Současně tato volba umožňuje přímé porovnání chování uhlíkových a skleněných vláken. Z těchto dvou vzorků byly ruční pilkou odříznuty malé kvádrčky o rozměrech zhruba 10x5x5 mm. Tyto vzorky byly poté zalaty do zalévací hmoty a broušeny na metalografické brusce pomocí brusného papíru se zrnitostí 180. Následné pozorování probíhalo na světelném mikroskopu NIKON Eclipse 600 ME v odraženém světle. Pozorované struktury jsou na obrázcích.

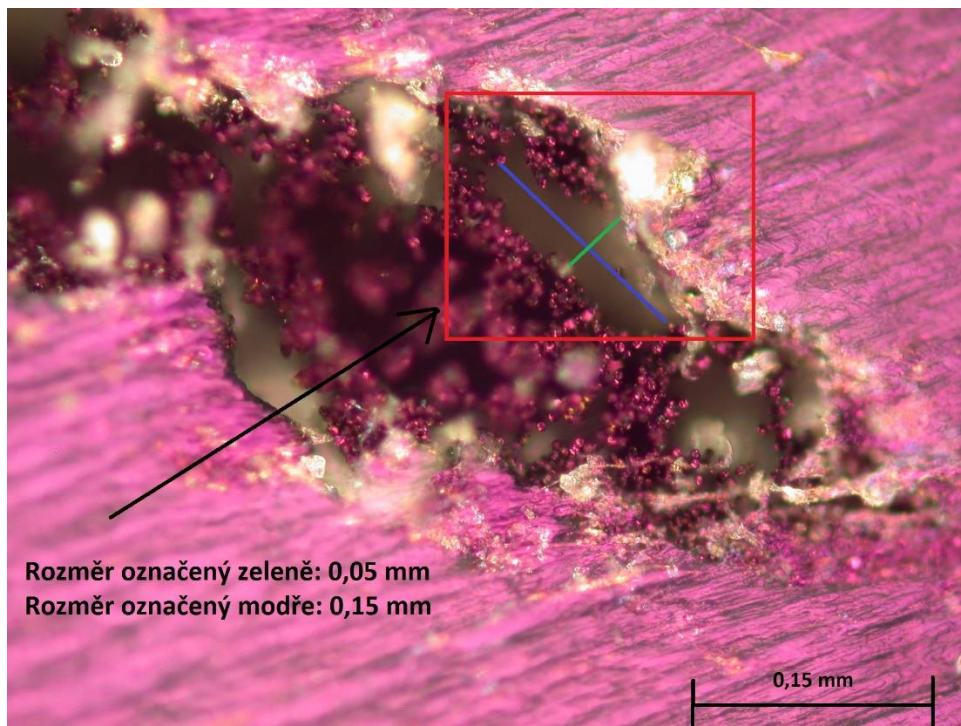
7.3.2 Vyhodnocení měření



Obrázek 32 - Snímek vzorku se skleněnými vlákny, zvětšeno 10x



Obrázek 33 - Snímek vzorku se skleněnými vlákny, zvětšeno 20x



Obrázek 34 - Snímek vzorku s uhlíkovými vlákny, zvětšeno 20x

Ze snímků vyplývají dva hlavní závěry. Prvním závěrem je, že mezi oběma druhy vláken a matricí vznikají nezanedbatelně velké mezery. Vláknata tedy nejsou zcela obklopena matricí, nýbrž kolem nich vznikají kapsy. Tento jev může působit negativně na výslednou adhezi. Druhým závěrem je, že v případě vzorků se skelnými vlákny jsou tyto vzniklé kapsy větší. Maximální naměřená kapsa v případě skleněných vláken má zhruba 0,25 mm. Maximální kapsa v případě vláken uhlíkových je 0,15 mm. Na snímcích je vidět, že kapsy ve vzorcích s uhlíkovými vlákny jsou průměrně menší než v případě druhého typu vzorku. Rozdílná velikost mezer mezi vlákny a matricí může být způsobena různou povrchovou úpravou vláken.

Navzdory tomu, že po vyhodnocení tahových pevností vzorků se ukázalo, že vzorky s upravenou matricí mají vyšší pevnost v tahu, tak na výbrusech je vidět, že vlákna nejsou zcela smáčena matricí. Vzniklé kapsy mohou být způsobeny nedostatečně vysokou teplotou v peci při tvorbě vzorků. S vyšší teplotou vzrůstá tekutost taveniny, a proto se dá předpokládat, že při vyšších pracovních teplotách pece by kapsy byly menší a méně časté, protože polymerní tavenina by lépe zatekla do prostoru vláken. Výrobce definovaná maximální pracovní teplota použité pece je však 150° C a tedy nebylo možné teplotu dále zvyšovat. Z tohoto důvodu by bylo nutné použít jiné zařízení pro ohřev vzorků.

8 Závěr a diskuze

Hlavním cílem této práce bylo navrhnout vhodné kompozitní vzorky a pomocí nich ověřit, zdali plazmová modifikace polyethylenového prášku zlepší adhezi mezi vlákny a maticí. Analýza vlivu úpravy matrice na výslednou adhezi v dané mezifázi byla prováděna pomocí výsledků z tahové zkoušky připravených vzorků. Celkem bylo vyrobeno 52 kompozitních vzorků. Získané výsledky po tahové zkoušce ukázaly, že kompozitní vzorky s modifikovanou maticí mají vyšší mez pevnosti než vzorky s maticí v základním stavu. Průměrná pevnost v tahu vzorků s modifikovanou maticí a uhlíkovými vlákny byla 68,3 MPa. Průměrná pevnost v tahu vzorků s maticí v základním stavu a uhlíkovými vlákny byla 46,1 MPa. Průměrná pevnost v tahu vzorků s modifikovanou maticí a skleněnými vlákny byla 42,0 MPa. Průměrná pevnost v tahu vzorků s maticí v základním stavu a skleněnými vlákny byla 38,3 MPa. U vzorků s maticí po plazmové úpravě, které měly jako výztuž uhlíková vlákna, byl nárůst pevnosti oproti stejným vzorkům s maticí v základním stavu v průměru o 48 %. U vzorků se skelnými vlákny byl tento nárůst menší a činil 10 %. **Výsledky tahové zkoušky tedy ukázaly, že plazmová úprava matrice zvýšila adhezi v mezifázi vzorků.**

Dále byla adheze uvnitř vzorku pozorována na výbrusech z dvou vzorků s modifikovanou maticí. **Snímky ze světelného mikroskopu ukázaly, že mezi vlákny a maticí vzniká mezera a že vlákna nejsou zcela smáčena maticí.** Tyto mezery mohou mít negativní vliv na adhezi a bez dalšího pozorování je nemožné odhadnout vliv těchto defektů na výsledné vlastnosti vzorků. **Pro odstranění těchto mezer by bylo vhodné zvýšit teplotu cyklu v peci při tvorbě vzorků.** V použité peci toto však nebylo možné, a proto by bylo dobré připravit další vzorky v zařízení, které zvýšení teploty umožňuje a zjistit tak, zdali navržené opatření umožní matici lépe zatéci mezi vlákna výztuže. Defekty mohly být způsobeny i povrchovou úpravou použité výztuže, jelikož povrchové úpravy na obou typech vláken jsou navrhuté zejména pro matrice na bázi reaktoplastů. Použití jiného druhu výztuže by proto mohlo tento problém eliminovat.

Výsledky tahové zkoušky naznačují pozitivní vliv plazmové úpravy matrice, avšak snímky z mikroskopu ukazují vady v oblasti styku vláken a matrice. Jako další krok by proto bylo vhodné využít elektronového mikroskopu na detailní pozorování struktury vzorků v oblasti mezifáze. Toto bylo plánováno i v rámci této práce a byly připraveny vzorky, ale elektronový mikroskop na Ústavu materiálového inženýrství FS ČVUT v Praze nebyl v době tvorby této práce funkční. Snímky z elektronového mikroskopu by mohly napovědět

více o kvalitě adheze mezi vlákny a matricí a bylo by z nich pravděpodobně možné lépe vyhodnotit vzniklé mezery mezi vlákny a matricí a současně i lépe identifikovat příčinu tohoto jevu.

Dalším cílem této práce bylo navrhnout a zjistit nejvhodnější postup přípravy vzorků. Z hlediska technologie přípravy a současně z hlediska nejvyšší pevnosti v tahu byl nejvhodnější následující postup přípravy vzorků: do naseparované formy byla vložena čtvrtina navážených vláken, poté zasypána čtvrtinou předem nachystané a navážené matrice. Zmíněný proces se opakoval a takto vznikla posloupnost čtyř vrstev výztuže, který byly prolínány čtyřmi vrstvami matrice. Vzorek obsahoval 1 g vláknité výztuže a 9 g matrice. Vlákna měla délkový rozměr totožný s výsledným rozměrem vzorku. Vlákna byla orientována ve směru nejdelšího rozměru vzorku.

Nalezení možné závislosti mezi teplotou zpracování vzorků v peci a kvalitou vzorků z hlediska pevnosti v tahu bylo také **jedním z vedlejších cílů této práce.** Použitá pec měla tři police, které byly umístěny nad sebou a dá se proto předpokládat, že na různých policích nebude během pracovního cyklu stejná teplota, a tedy na nejvyšší polici bude teplota nejvyšší. Vzorky byly v průběhu jejich přípravy proto umístovány v peci do různých polic. Po porovnání pevnosti v tahu skladbou identických skupin vzorků, které se lišily pouze umístěním v peci během bylo zjištěno, **že vliv polohy vzorku na pevnost v tahu byl v zanedbatelný.** Toto pozorování bylo provedeno na dvou typech vzorků. První typ vzorku byl tvořen polyethylenovou matricí v základním stavu a uhlíkovými vlákny. Druhý typ byl tvořen modifikovanou polyethylenovou matricí a skleněnými vlákny. V případě prvního typu vzorků byl pozorován minimální pokles pevnosti v tahu u vzorků s vyšší polohou. U druhého typu vzorků byl pozorován opačný jev, tedy minimální nárůst pevnosti v tahu u vzorků s vyšší polohou. Z dostupných dat není možné vyvodit závěr, že poloha v peci ovlivnila pevnost v tahu vzorků. Zde je však nutné říci, že pro komplexní analýzu tohoto problému by bylo nutné připravit více vzorků. V rámci této práce byly použity 4 vzorky typu jedna (2 pro každou polohu v peci) a 8 vzorků typu dva (4 pro každou polohu v peci).

V rámci experimentu s matricemi s různým stářím plazmové úpravy se ukázalo, že **modifikovaná matrice s postupem času ztrácí vlastnosti získané během plazmové úpravy.** Experiment spočíval v porovnání pevnosti v tahu u skladbou identických vzorků, které se lišily pouze stářím modifikace matrice. Použité plazmově upravené matrice byly dvojího druhu. První typ byl plazmově upraven v březnu roku 2017 a druhý použitý typ byl plazmově upraven v říjnu roku 2014. Vzorky s uhlíkovými vlákny a novější matricí

dosahovaly průměrné pevnosti v tahu 68,3 MPa, kdežto ty samé vzorky s matricí starší dosahovaly průměrné pevnosti v tahu 46,7 MPa. V případě skelné výztuže byla průměrná pevnost v tahu pro vzorky s novější matricí 42,0 MPa a pro vzorky s matricí starší 35,1 MPa. Pevnost vzorků se starším typem modifikované matrice byla srovnatelná se vzorky, které měly stejnou skladbu, ale obsahovaly matrici v základním stavu. **Výsledky tedy vedou k závěru, že po necelých třech letech modifikovaný polyethylenový prášek ztratil vlastnosti získané během plazmové úpravy.**

Posledním zkoumaným jevem byl **vliv typu použité formy na vlastnosti vzorků**. Většina vzorků, 46, byla připravena v malých hliníkových formách s lichoběžníkovým průřezem, které nemají normalizované rozměry pro tvorbu polymerních vzorků na zkoušku tahem. 6 vzorků vzniklo ve formách, které mají normalizované rozměry pro tvorbu polymerních vzorků určených na tahovou zkoušku. Základním rozdílem mezi oběma druhy forem je fakt, že průřez druhého typu formu je zhruba 2,5x menší, než v případě prvního typu formy. Byly vybrány vzorky s identickým složením a následně porovnány jejich pevnosti v tahu v závislosti na druhu formy. Naměřená data ukázala, že **u vzorků z formy s menším průřezem pozorujeme nárůst pevnosti v tahu** oproti identickým vzorkům z formy prvního typu. Relativní nárůst pevnosti se pohyboval od 22 % (matrice v základním stavu, skelná vlákna) do 68 % (modifikovaná matrice, skelná vlákna). Tento nárůst je pravděpodobně způsoben menším průřezem výsledného vzorku a tedy menší pravděpodobností na výskyt vad uvnitř materiálu. Data jsou tedy ve shodě s předpokladem, že s klesajícím průřezem vzorku rostou jeho mechanické vlastnosti. Vzhledem k nízkému počtu vzorků vytvořených ve formě s normalizovanými rozměry, by však pro hlubší výzkum této problematiky bylo nutné vytvořit větší množství vzorků. Tato problematika však nebyla primárním úkolem této práce a vzorky s menším průřezem vznikly pouze pro orientační porovnání.

9 Seznam použité literatury

- [1] HOLLOWAY, Len. *Handbook of Polymer Composites for Engineers*. Cambridge, England: Elsevier, 1994. ISBN 1845698606.
- [2] BHAGWAN, D . AGARWAL. *Vláknové kompozity*. Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1987
- [3] BAREŠ, Richard. *Kompozitní materiály*. 1 . vyd. Praha: SNTL, 1988, 325 s .
- [4] THOMAS, Sabu, Kuruvilla JOSEPH, S . K . MALHOTRA, Koichi GODA a M . S . SREEKALA. *Polymer composites*. ISBN 978-3 -527-32624-2 .
- [5] *Carbon fibre: investing cautiously*, JEC Composites Magazine 51, str. 18-19, Sept. 2009
- [6] LUKJANOVA V . - T ., LOVZOVA R . V . *Carbon fibers in nature*. Carbon [online]. Moskva. Elsevier. 2003, 32 (777-783) [cit. 9 .5 .2003]. Dostupné z : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008622394900337>
- [7] PARK, Soo-Jin. *Carbon fibers*. Dordrecht: Springer, 2015. Springer series in materials science. ISBN 978-94-017-9477-0 .
- [8] XIE, Yanjun, Callum A .S . HILL, Zefang XIAO, Holger MILITZ a Carsten MAI. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* [online]. 2010, 41(7), 806-819 [cit. 2017-04-16]. DOI: 10.1016/j .compositesa.2010.03.005. ISSN 1359835x. Dostupné z : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359835X10000850>
- [9] TORRES, F .G . a M .L . CUBILLAS. Study of the interfacial properties of natural fibre reinforced polyethylene. *Polymer Testing* [online]. 2005, 24(6), 694-698 [cit. 2017-04-17]. DOI: 10.1016/j .polymertesting.2005.05.004. ISSN 01429418. Dostupné z : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142941805000851>
- [10] ABDELMOULEH, M , S BOUFI, M BELGACEM a A DUFRESNE. Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading. *Composites Science and Technology* [online]. 2007, 67(7 -8), 1627-1639 [cit. 2017-04-17]. DOI: 10.1016/j .compscitech.2006.07.003. ISSN 02663538. Dostupné z : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S026635380600248X>
- [11] LI, Qingxiu a Laurent M . MATUANA. Surface of cellulosic materials modified with functionalized polyethylene coupling agents. *Journal of Applied Polymer Science* [online]. 2003, 88(2), 278-286 [cit. 2017-04-17]. DOI: 10.1002/app.11681. ISSN 0021-8995. Dostupné z : <http://doi.wiley.com/10.1002/app.11681>
- [12] CAI, Xiaolin, Bernard RIEDL a Abdellatif AIT-KADI. Cellulose fiber/poly(ethylene-co-methacrylic acid) composites with ionic interphase. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* [online]. 2003, 34(11), 1075-1084 [cit. 2017-04-20]. DOI: 10.1016/S1359-835X(03)00206-9 . ISSN 1359835x. Dostupné z : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359835X03002069>
- [13] BAILLIE, Caroline. *Green composites: polymer composites and the environment*. Cambridge, England: Woodhead Pub., 2004. ISBN 978-1 -85573-739-6 .

- [14] Čech, V. : New progress in composite interphases: A use of plasma technologies. *Proceedings of FRC 2000*. Newcastle, GB: Woodhead Publishing Ltd, s. 246–252 ISBN: 1-85573-550-4 .
- [15] Kim, J.-K. and Mai, Y.-W. ., *Engineered Interfaces in Fibre Reinforced Composites*, Amsterdam, Elsevier, 1998.
- [16] LEE, Stuart M. . Handbook of composite reinforcements. New York: VCH, c1993. ISBN 1560816325.
- [17] EBNESAJJAD, Sina a Cyrus F. EBNESAJJAD. Surface treatment of materials for adhesive bonding. Second edition. ISBN 9780323264358.
- [18] CO-SPONSORED BY OHIO AEROSPACE INSTITUTE. Proceedings of the American Society for Composites Eighth Technical Conference: composite materials, mechanics, and processing : October 19-21, 1993, Marriott Airport Hotel, Cleveland, Ohio. Lancaster, Pa: Technomic Pub. Co, 1993. ISBN 1566761034.
- [19] SOMASUNDARAN, P. . *Encyclopedia of surface and colloid science*. 2nd ed. New York: Taylor & Francis, c2006. ISBN 0849395739.
- [20] Hull, D. ., Clyne, T. W. ., *An Introduction to Composite Materials*. Cambridge University Press, Cambridge 1996. ISBN 0-521-38855-4
- [21] DAĐOUREK, K. . *Kompozitní materiály - druhy a jejich užití*. Vyd. 1. V Liberci: Technická univerzita v Liberci, 2007. ISBN 80-737-2279-8 .
- [22] ED. BY KIM L. . PICKERING. Properties and performance of natural-fibre composites. Cambridge: Woodhead [u. a.], 2008. ISBN 9781845692674.
- [23] GARBASSI F. , MORRA M. . *Polymer surfaces: From physics to technology*, Chichester, Wiley-Interscience, 1998
- [24] FELIX J. M. ., CARLSSON C. M. G. . *J Adh Sci Tech*, **8** (2), 163, (1994)
- [25] SAPIEHA S. ., PUPO J. F. . SCHREIBER H. . (1989), *J Appl Polym Sci*, **37**, 233
- [26] BISANDA T. T. N. ., ANSELL M. P. . (1991), *Comp Sci Tech*, **41**, 167
- [27] WESTERBLIND B. . HIROSE S. ., YANO S. . (1987), *Int J polym Mater*, **11**, 33
- [28] NEVELL T. P. ., ZERONIAN S. H. . (1985), *Celulose chemistry and its applications*, New York, Ellis Horwood
- [29] ZADORECKI P. . FLODIN P. . (1985), *J Appl Polym Sci*, **30**, 2419
- [30] RAJ R. G. ., KOKTA B. V. ., MALDAS D. . (1988), *Polymer composites*, **9**, 404
- [31] WANG Z. M. ., YAMASHITA N. ., WANG Z. X. ., HOSHINO K. ., KANO H. . *Colloid Interface Science*, **276**, 143 (2004)
- [32] JIN Z. ., ZHANG Z. ., MENG L. . *Mater. Chem. Phys.* **97**, 167 (2006)
- [33] FATHI B. ., ESFANDEH M. ., SOLTANI A. K. ., AMRAEI I. A. . *Polym Plast. Tech. Eng.* **50**, 564 (2011)

- [34] WAN Y .Z ., WANG Y .L ., HUANG Y ., LUO H .L . *Jour. Mater. Science*, **40**, 3355 (2005)
- [35] WANG, Rumin, Shuirong ZHENG a Yaping ZHENG. *Polymer matrix composites and technology*. Beijing: Science Press, 2011. Woodhead Publishing in materials. ISBN 0857092219.
- [36] MALLICK, P .K . *Fiber-reinforced composites materials, manufacturing, and design*. 3rd ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2007. ISBN 9781420005981.
- [37] TENDERO, C ., TIXIER, C ., TRISTANT P ., DESMAISON, J . a LEPRINCE, P . Atmospheric pressure plasmas: A review. *Spectrochimica Acta* [online]. 2006 (Part B 61), 2 – 30 [cit. 2016-07-15]. Dostupné z : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0584854705002843>
- [38] HUDEČEK, O ., SEDLÁČEK, T . *Povrchové úpravy plastových výrobků plazmou* [online]. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. [cit. 2016-03-26]. Dostupné z : http://www.plastr.cz/files/new35/144-Povrchove_upravy_plastovych_vyrobku_plazmou.pdf.
- [39] *Materiálový list: DOWLEX™ 2629.10UE*. The Dow Chemical Company, 2006.
- [40] Tomáš Hájek. *Problematika adheze u kompozitů s polymerní maticí*. Praha, 2016. Diplomová práce. ČVUT v Praze.
- [41] *Materiálový list: INTERGLAS 91745*. P -D INTERGLAS TECHNOLOGIES, 1999.
- [42] CLINE, Eric H. *1177 B.C.: the year civilization collapsed*. Princeton: Princeton University Press, c2014. Turning points in ancient history. ISBN 978-0-691-14089-6.
- [43] *Kunststoff PE – Polyethylen*. Maschinenbau-Wissen. 2009. Dostupné z: <http://www.maschinenbau-wissen.de/skript3/werkstofftechnik/kunststoffe/350-polyethylen>
- [44] Kratochvíl B., Švorčík V., Vojtěch D. *Úvod do studia materiálů*. 1. vydání. ISBN 80-7080-568-4. 2005.
- [45] *Keramika, kompozity, polymery*. Pedagogická fakulta Masarykovy univerzity v Brně. 2010. Dostupné z: www.ped.muni.cz/wphy/FyzV1a/FMkomplet3.htm

10 Seznam použitých veličin

θ	úhel smáčivosti [1°]
γ_{SV}	povrchová energie (solid-vapor) [N/m]
γ_{SL}	povrchová energie (solid-liquid) [N/m]
γ_{LV}	povrchová energie (liquid-vapor) [N/m]
W_a	adhezní práce [J]
D	faktor drsnosti [-]
m	hmotnost [g]
S (A)	průřez vzorku [mm^2]
F_y	zatížení na mezi kluzu [kN]
F_m	zatížení na mezi pevnosti [kN]
σ_y	mez kluzu v tahu [MPa]
σ_m	mez pevnosti v tahu [MPa]
\bar{x}	aritmetický průměr [-]
σ	směrodatná odchylka [-]
T	teplota [$^\circ\text{C}$]
t	čas [s]
f	frekvence [kHz]
U	elektrické napětí [V]

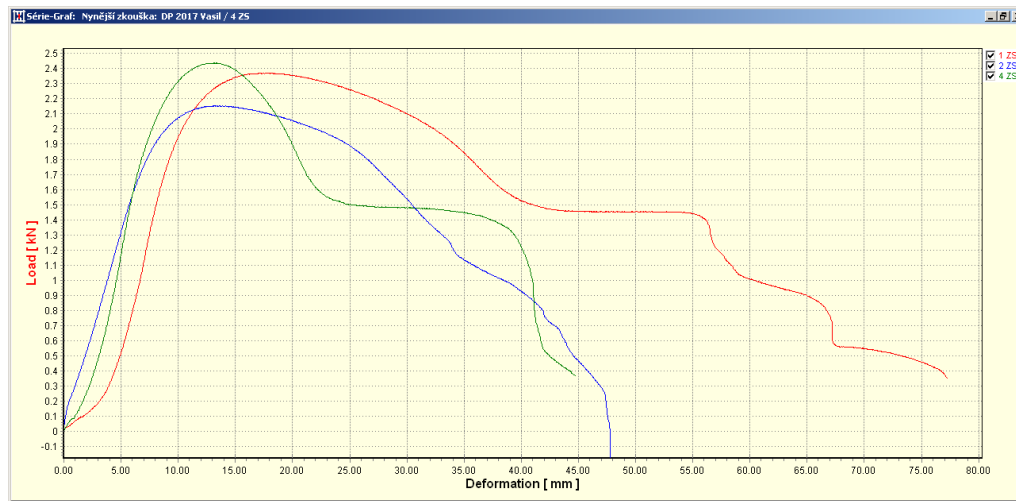
11 Slovník použitých pojmů

Základní pojmy v rámci kompozitní problematiky, které se opakovaně objevují v této diplomové práci [1, 7, 14, 15, 40].

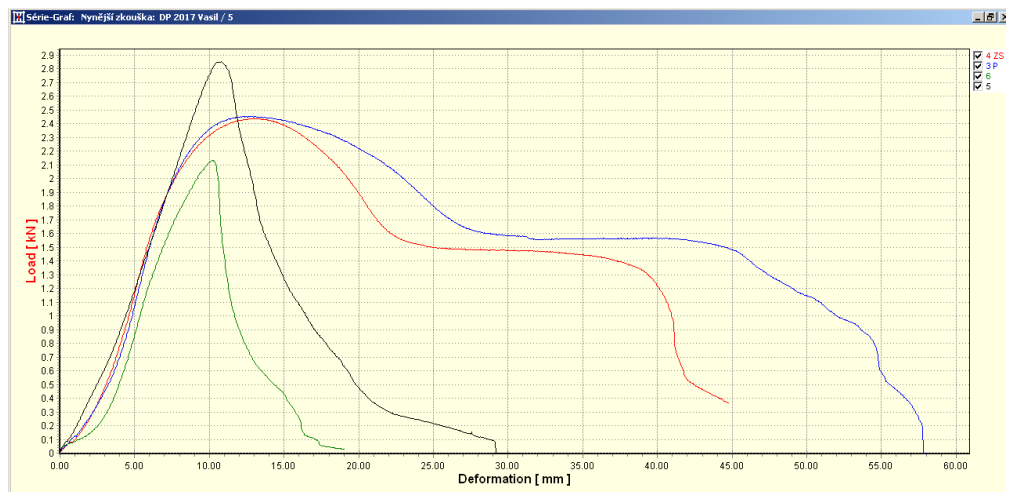
Adheze	schopnost odlišných materiálů k sobě přilnout
Adsorpce	proces, při kterém tekutina vytváří vazby s pevnou látkou
Anizotropie	směrová závislost vlastností materiálu
Hydrofilní	schopnost pozitivní reakce povrchu či molekuly s vodou
Hydrofobní	schopnost neinterakce povrchu či molekul s vodou
Koheze	soudržnost částic materiálu
Kompozit	vícesložkový materiál, jehož složky mají odlišné vlastnosti
Matrice	materiál, jenž tvoří pojivo kompozitu a do kterého je vložena výztuž
Mezifáze	rozhraní mezi vlákny a matricí
Nepolární	mající rovnoměrně rozložený náboj v rámci struktur. molekuly
Polární	mající nerovnoměrně rozložený náboj v rámci struktur. molekuly
Prepreg	předimpregnovaná vlákna či tkanina (polotovary)
Synergie	vlastnosti výsledného vícesložkového materiálu jsou lepší, než prostý součet vlastností jednotlivých složek
Tkanina	system propletených vláken
Vlákno	druh výztuže, který je umístěn do matrice za účelem zvýšení pevnosti
Výztuž	složka kompozitu, která zvyšuje mechanické vlastnosti materiálu

12 Použité přílohy

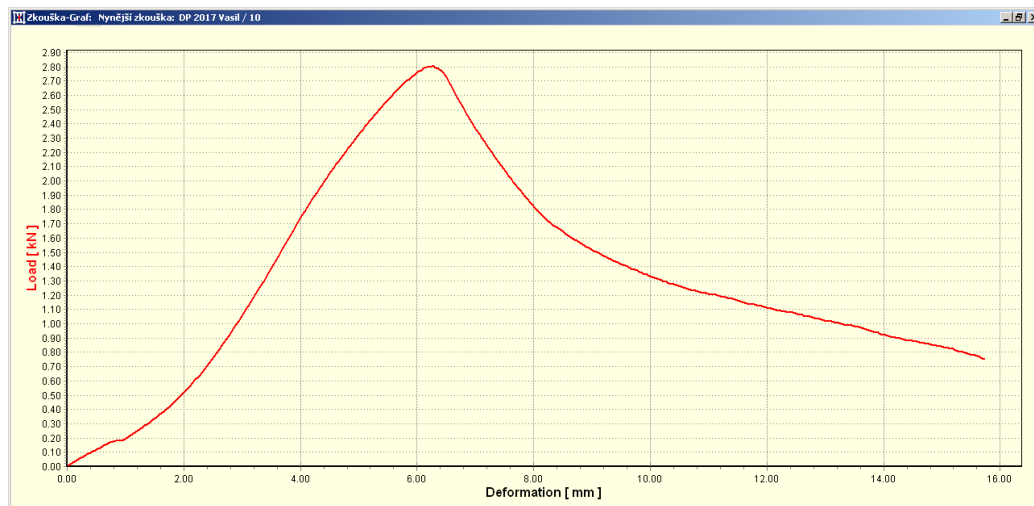
12.1 Tahové diagramy



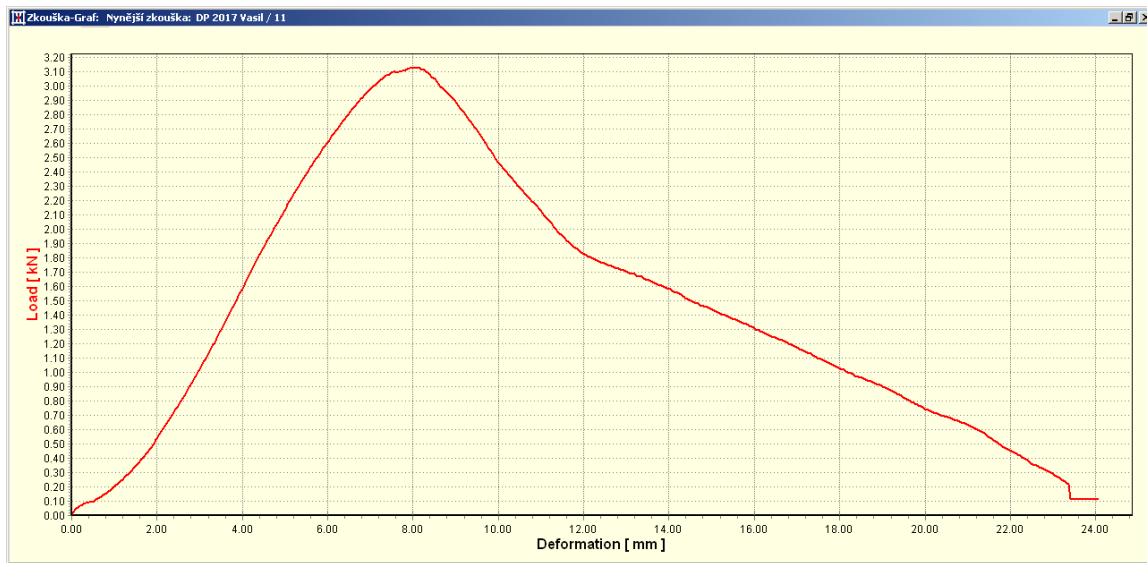
Pracovní diagram vzorků 1, 2 a 4



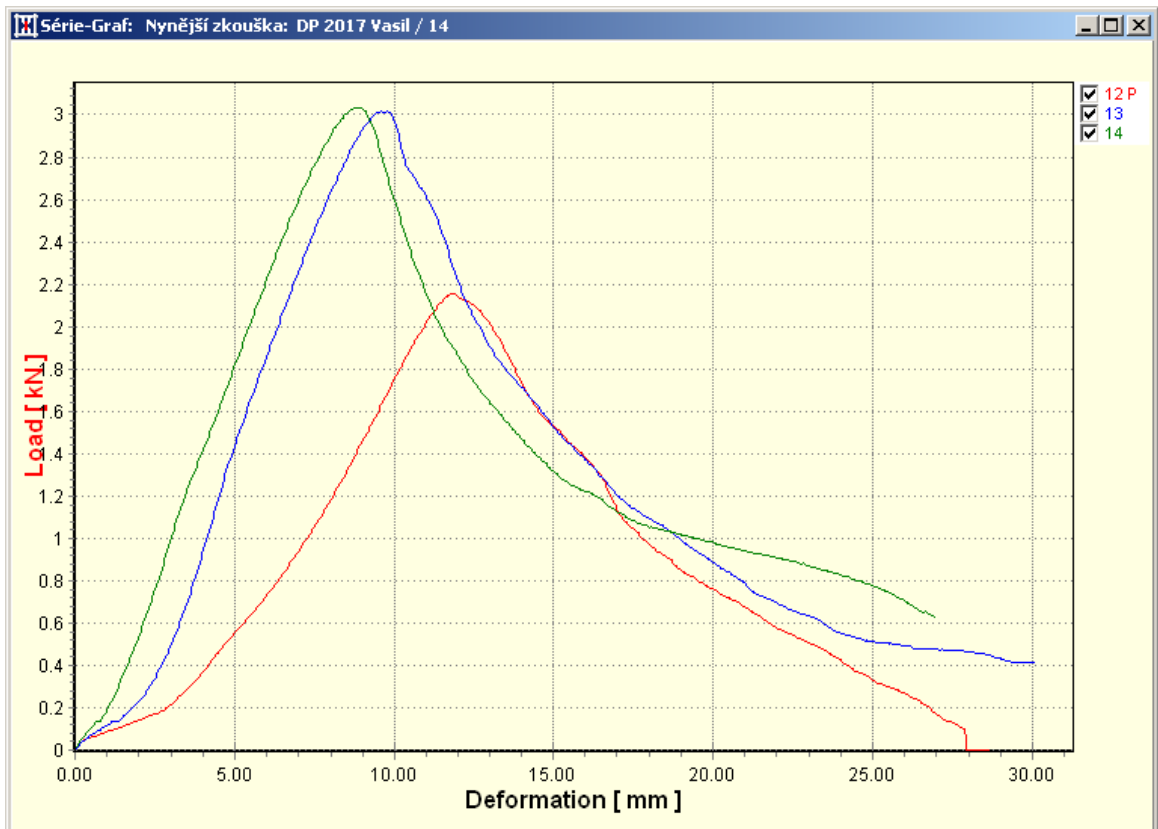
Pracovní diagram vzorků 3, 4, 5 a 6



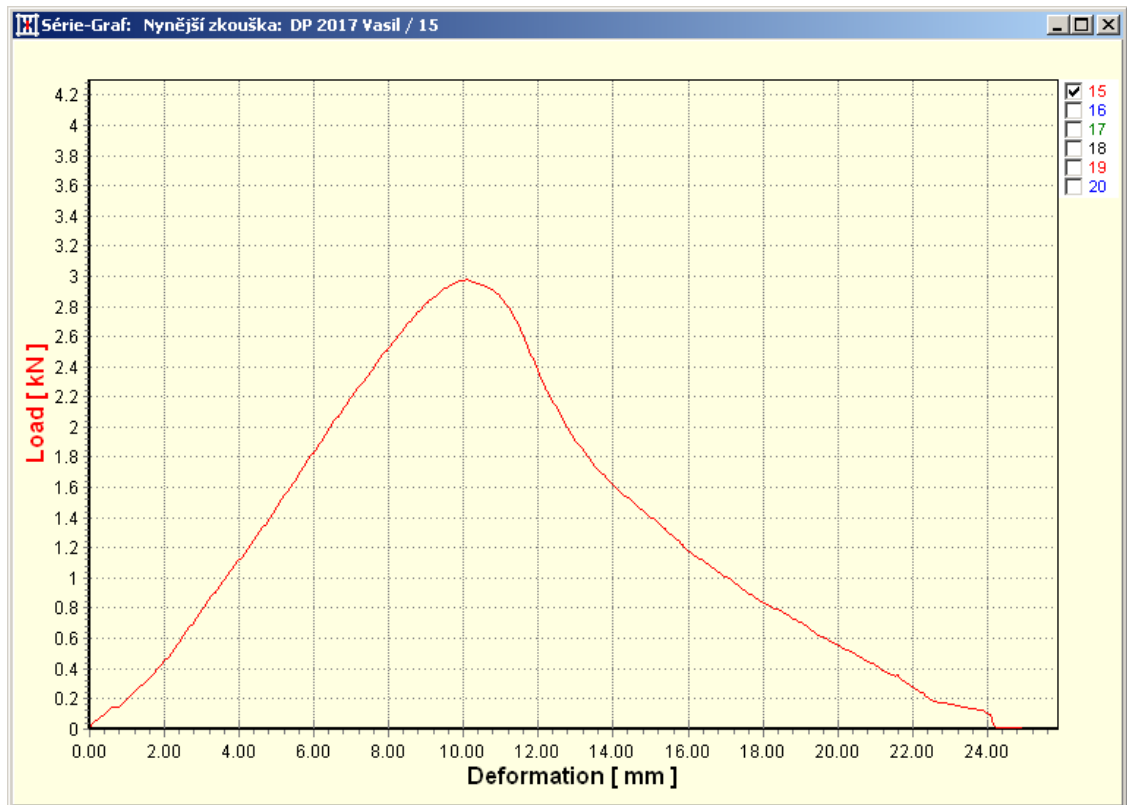
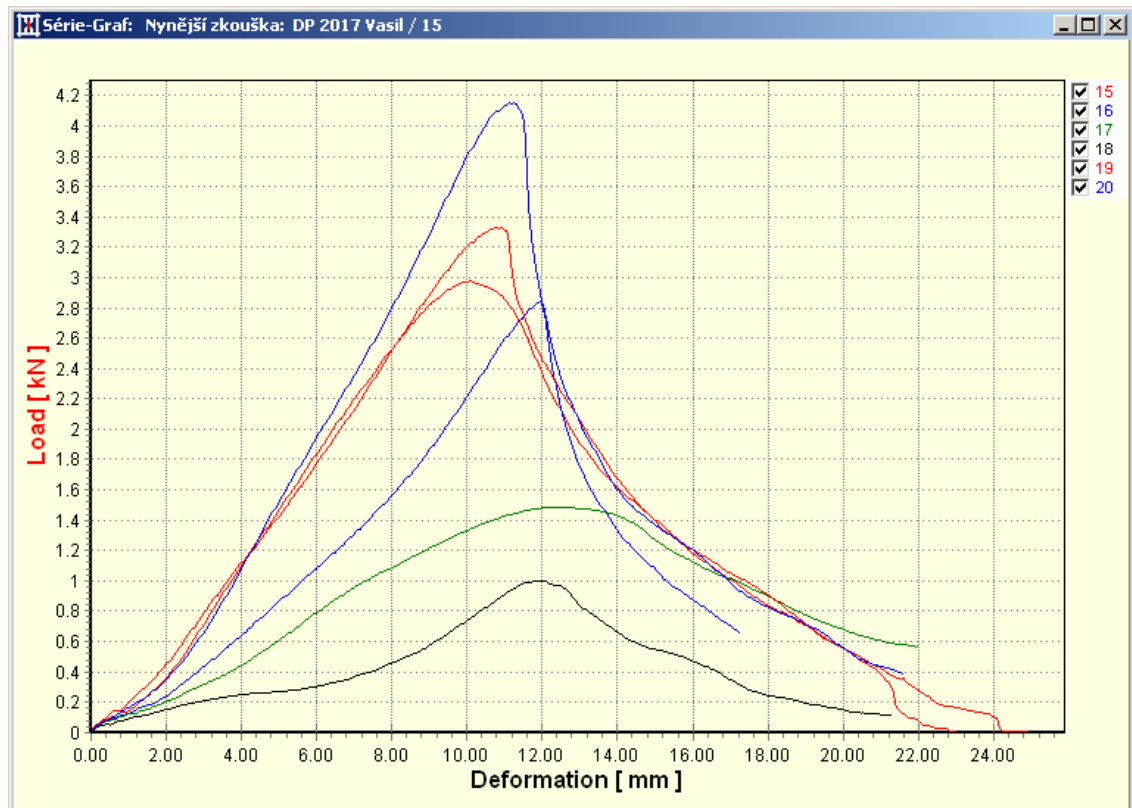
Pracovní diagram vzorku 10

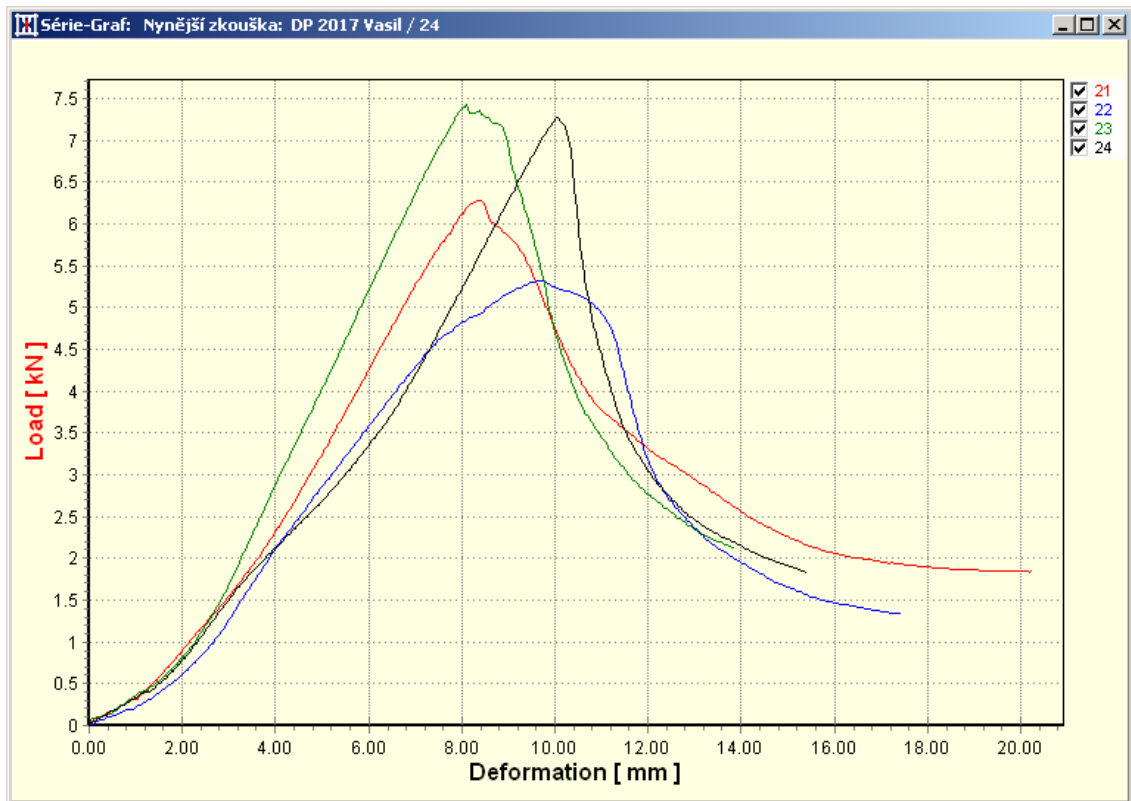


Pracovní diagram vzorku 11

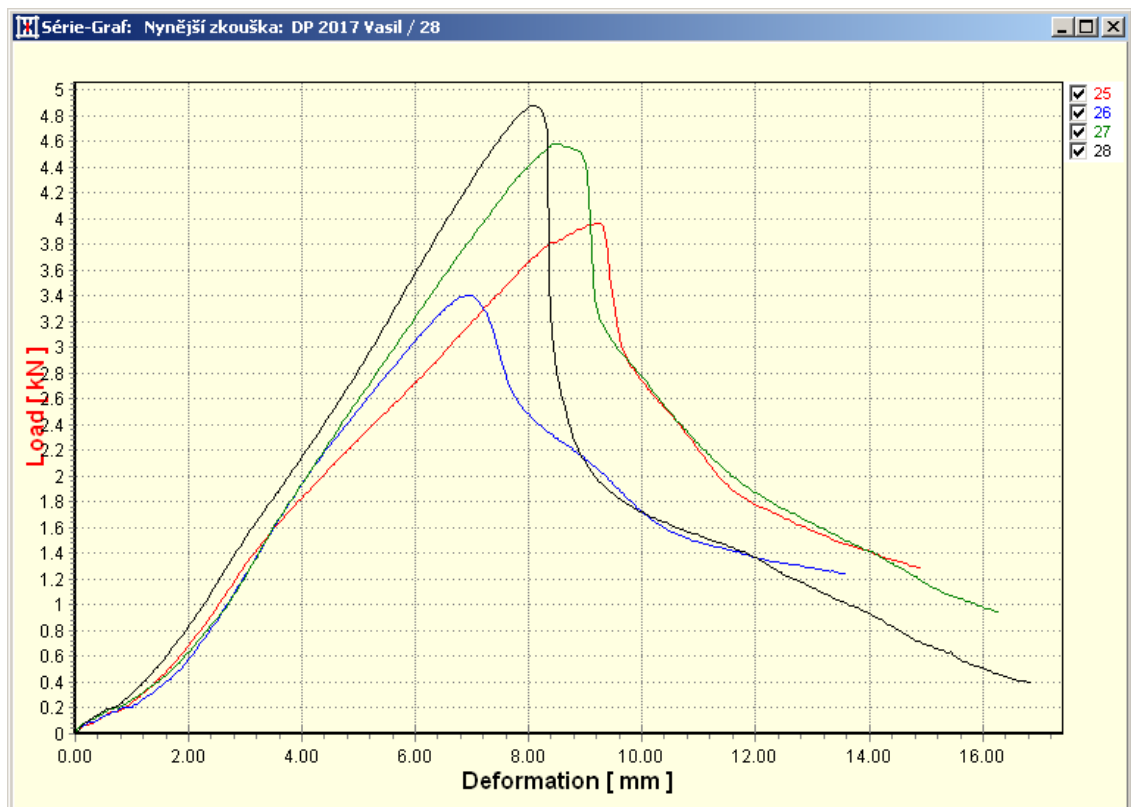


Pracovní diagram vzorků 12, 13 a 14

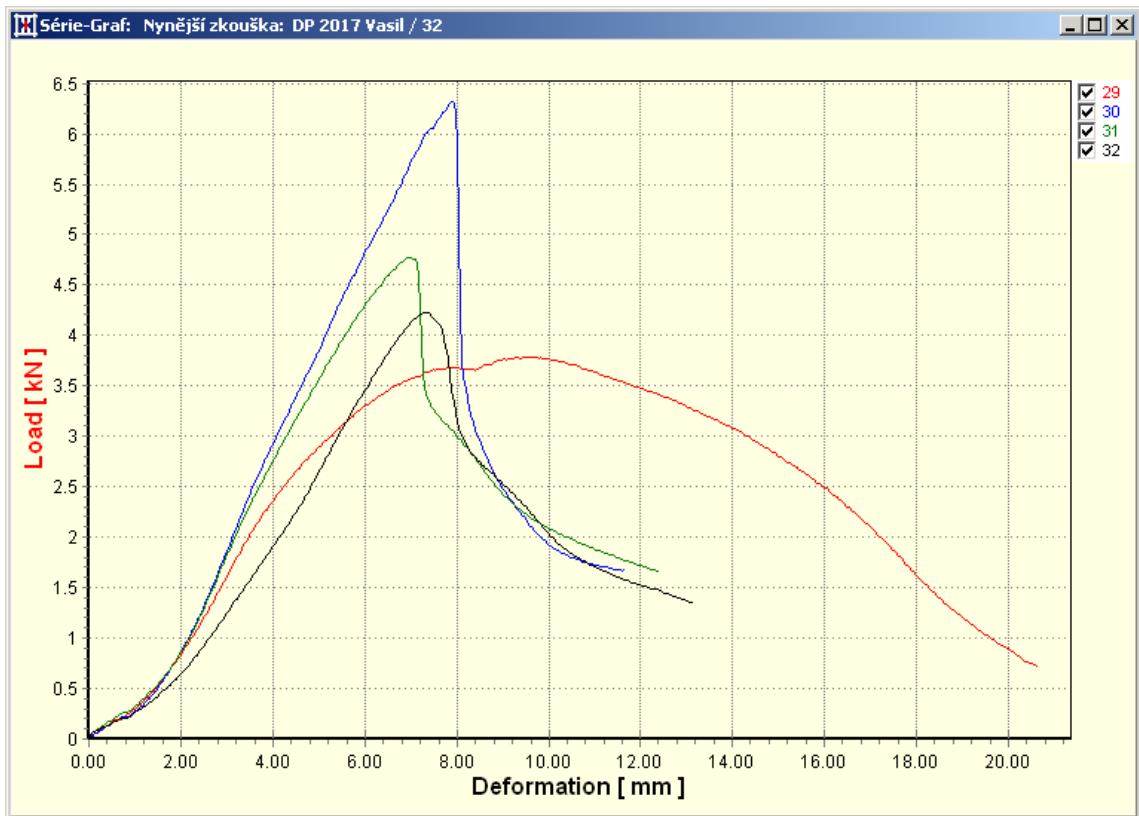
*Pracovní diagram vzorku 15**Pracovní diagram vzorků 15, 16, 17, 18, 19 a 20*



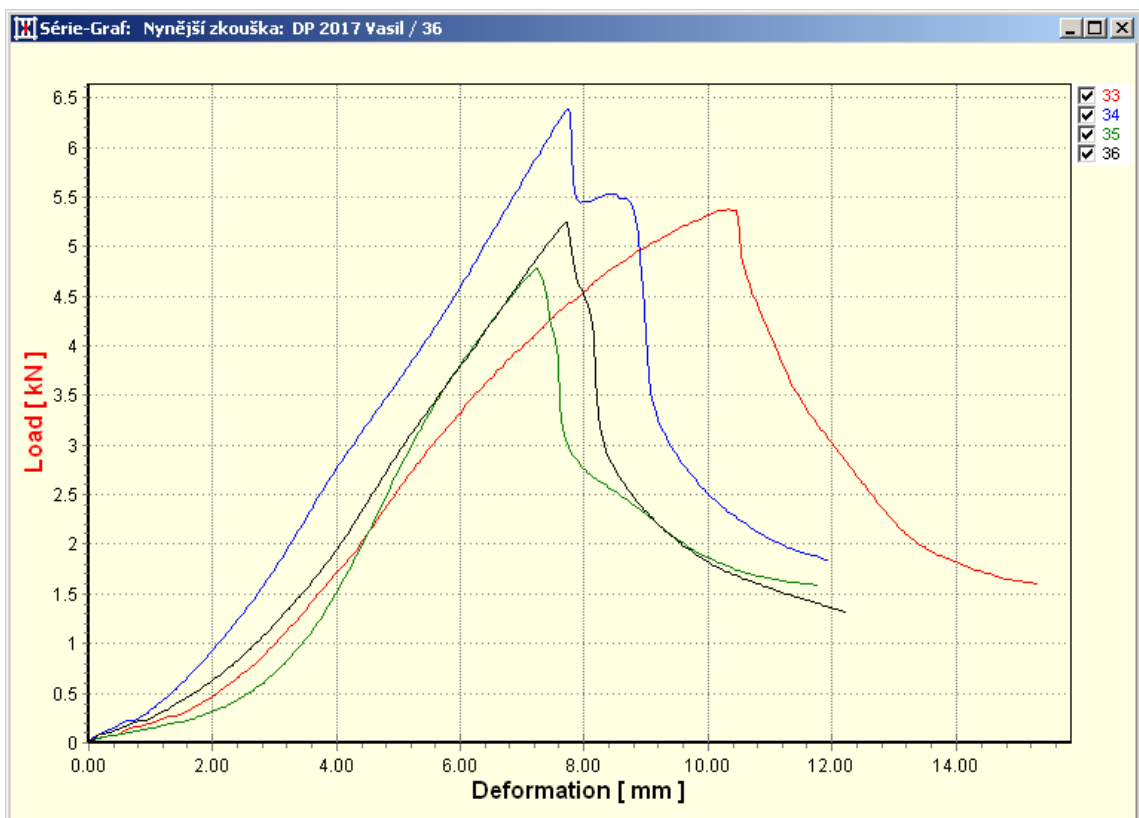
Pracovní diagram vzorků 21, 22, 23 a 24



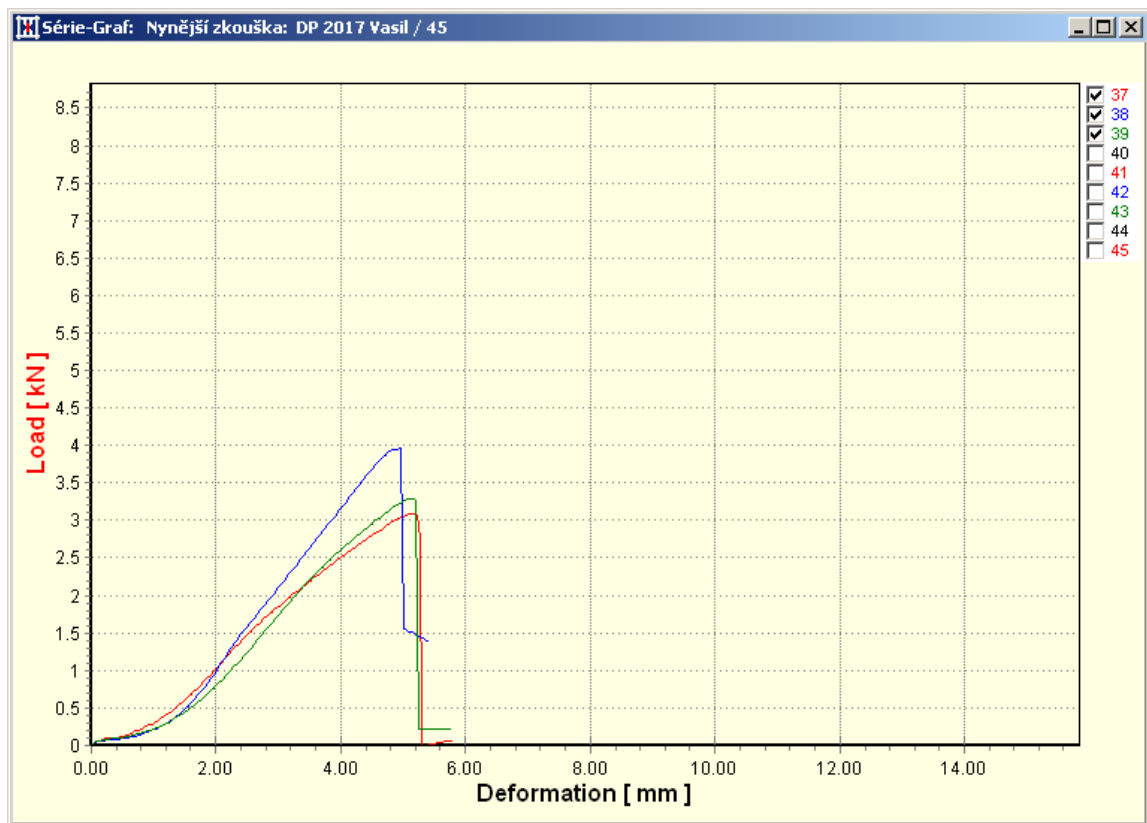
Pracovní diagram vzorků 25, 26, 27 a 28



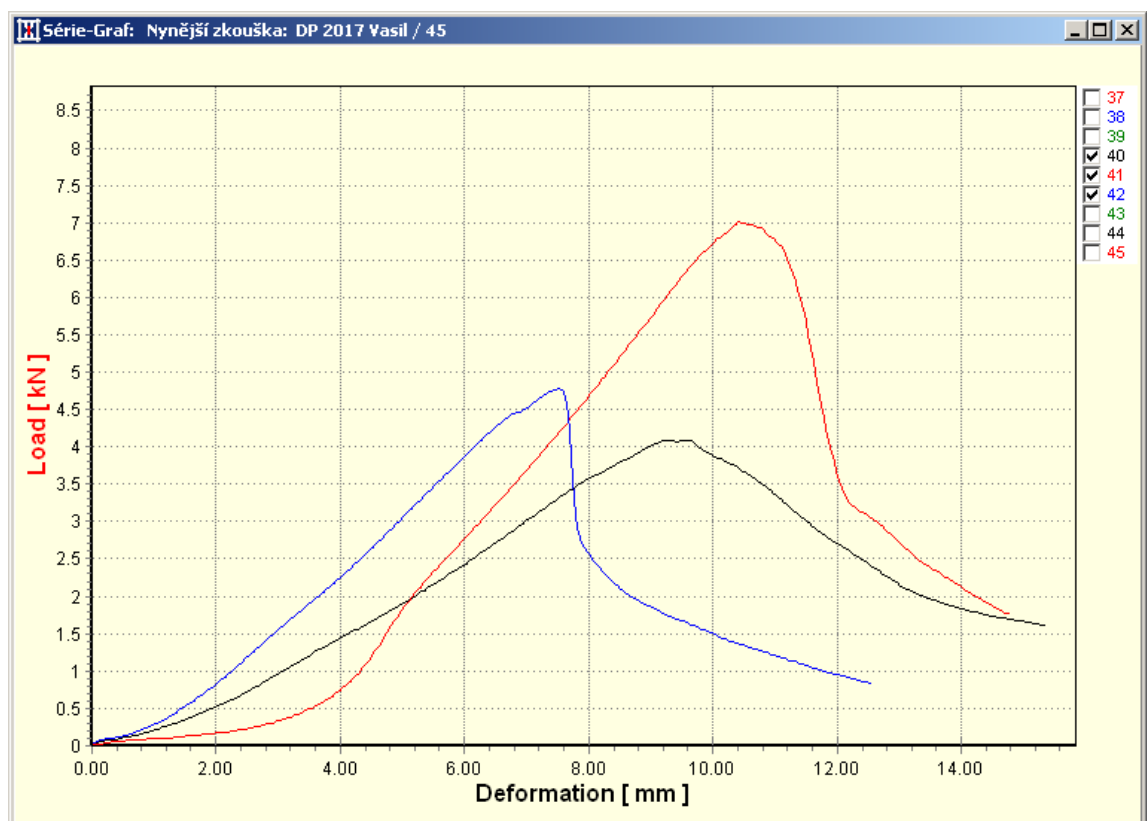
Pracovní diagram vzorků 29, 30, 31 a 32



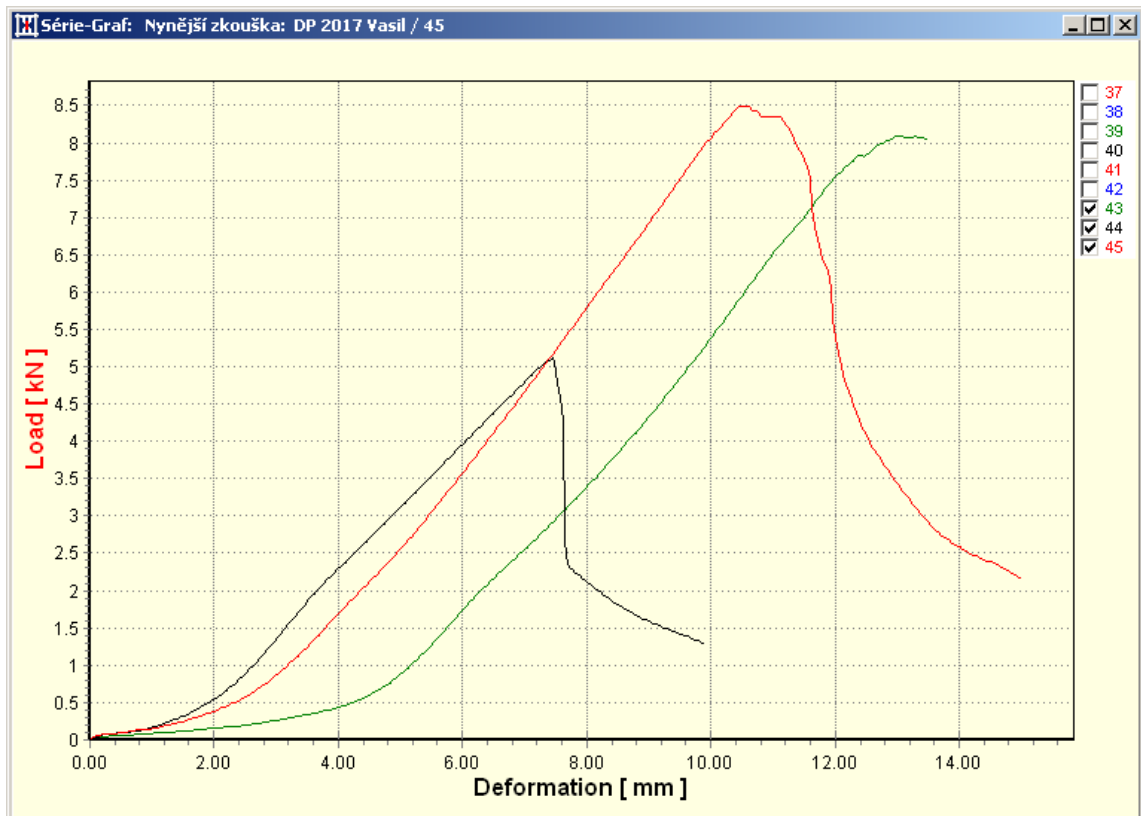
Pracovní diagram vzorků číslem 33, 34, 35 a 36



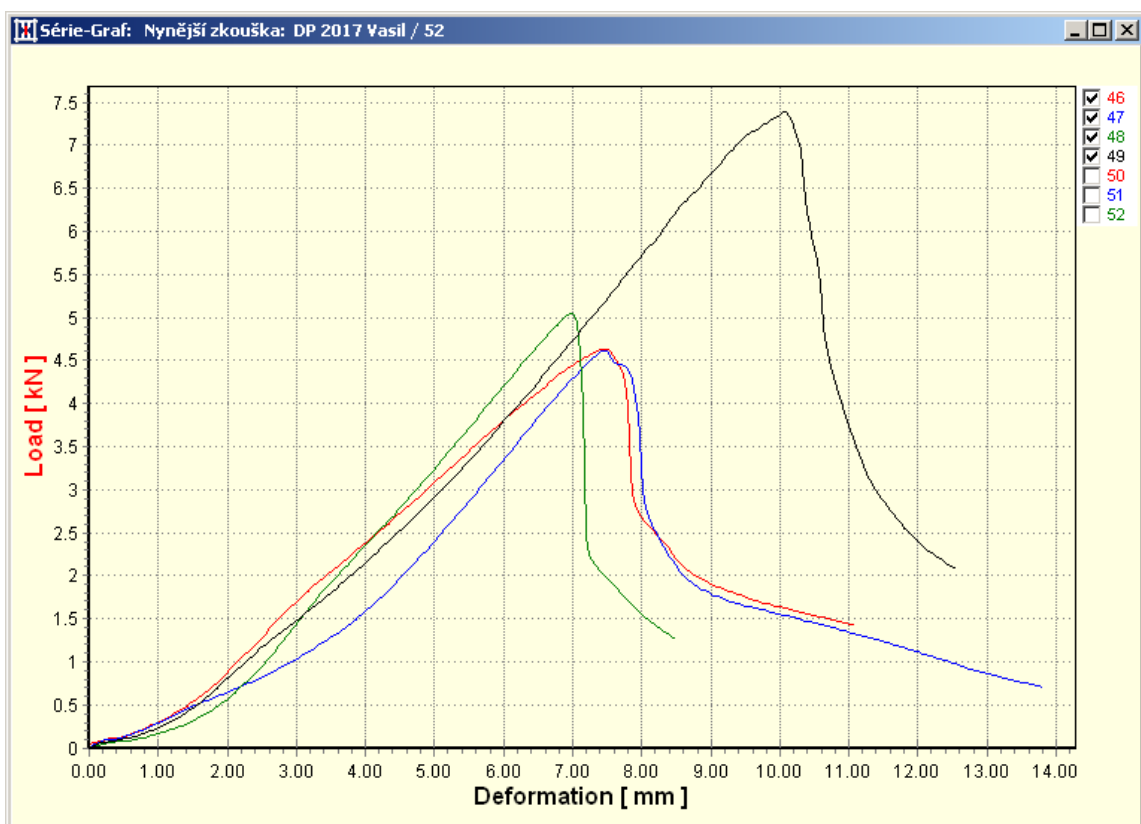
Pracovní diagram vzorků 37, 38 a 39



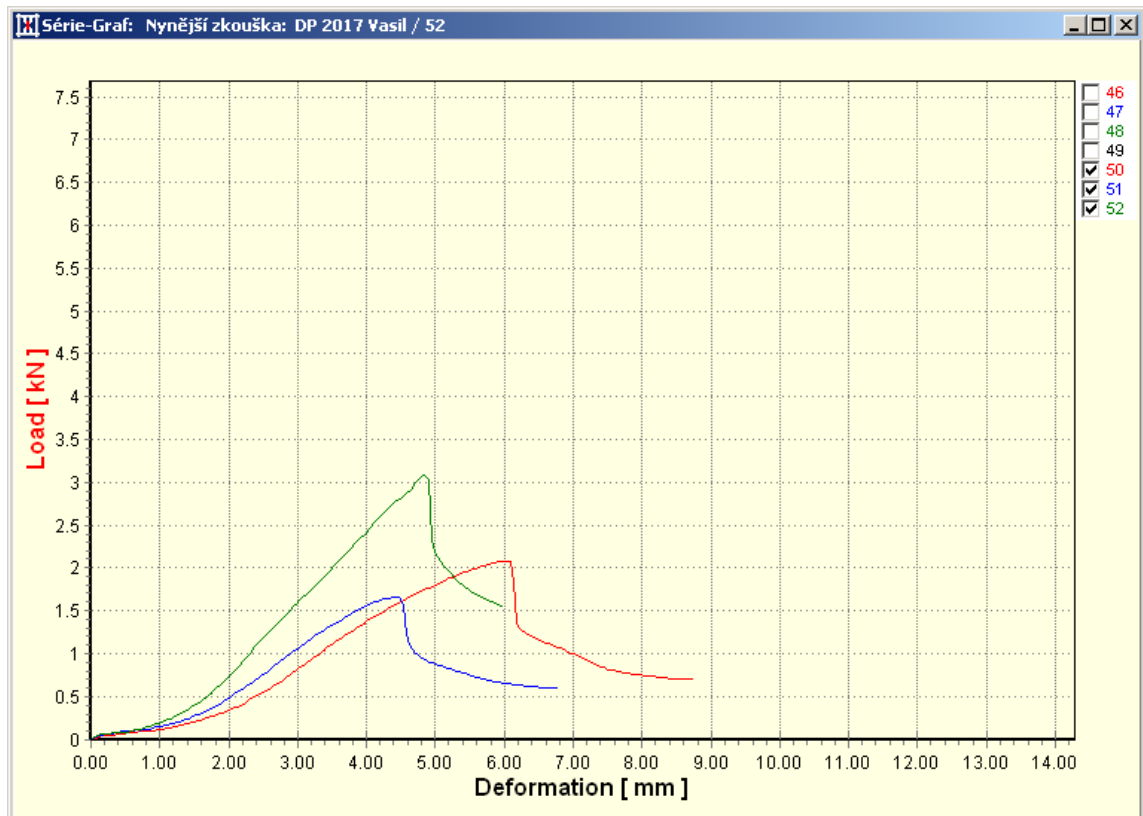
Pracovní diagram vzorků 40, 41 a 42



Pracovní diagram vzorků 43, 44 a 45



Pracovní diagram vzorků 46, 47, 48 a 49



Pracovní diagram vzorků 50, 51 a 52