

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**POROVNÁNÍ METOD MĚŘENÍ ADHEZE LEDU
VE SMYKU**

**COMPARISON OF TANGENTIAL ICE
ADHESION TESTING METHODS**

Autor: Petr Králíček

Studijní program: Výroba a ekonomika ve strojírenství

Vedoucí práce: Ing. Stanislav Krum, Ph.D.

Praha 2021

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Králíček** Jméno: **Petr** Osobní číslo: **484025**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávací katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Porovnání metod měření adheze ledu ve smyku

Název bakalářské práce anglicky:

Comparison of tangential ice adhesion testing methods

Pokyny pro vypracování:

- 1) Literární rešerše týkající se problematiky icephobic povrchů se zaměřením na postupy a metody měření adheze ledu.
- 2) Volba materiálu vhodného pro účel porovnání hodnot adheze ledu získaných z metod normálového a tečného zatěžování.
- 3) Experimentální část - měření adheze ledu pomocí normálového a tečného zatěžování.
- 4) Zpracování výsledků, formulace závěrů.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Y. Shen, X. Wu, J. Tao et al., Icephobic materials: Fundamentals, performance evaluation, and applications, Prog. Mater. Sci 103 (2019), 509-557, DOI: org/10.1016/j.pmatsci.2019.03.004
- [2] X. Wu, S. Zheng, D. A. Bellido-Aguilar et al., Transparent icephobic coatings using bio-based epoxy resin, Mater. Des. 140 (2018), 516-523, DOI: org/10.1016/j.matdes.2017.12.017

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. Stanislav Krum, Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS

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

Datum zadání bakalářské práce: **04.04.2021**

Termín odevzdání bakalářské práce: **25.07.2021**

Platnost zadání bakalářské práce: _____

Ing. Stanislav Krum, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

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

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

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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

_____ Datum převzetí zadání

_____ Podpis studenta

Čestné prohlášení

„Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.“

V Praze dne:

podpis

Poděkování

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Stanislavu Krumovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady, připomínky a také za pomoc při zpracování této práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Martinu Daňkovi, Ph.D. za výpomoc při měření drsnosti povrchu. Též bych rád poděkoval rodině za podporu v průběhu celého mého studia.

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá porovnáním metod měření adheze ledu ve smyku. Práce je rozdělena na teoretickou a experimentální část. V teoretické části jsou popsány základní parametry, jako například teplota nebo smáčivost povrchu, které ovlivňují adhezi ledu. Nezanedbatelná není ani silná interakce polárních molekul vody s pevným povrchem a s tím související vliv relativní permitivity. Hlavní část této práce je orientována na měření adheze ledu. To může probíhat při normálovém nebo tečném, tedy smykovém, zatěžování. Měření adheze ledu ve smyku je ovšem zdaleka nejčastější, ať už kvůli přesnějším výsledkům či finanční nenáročnosti jednotlivých testovacích zařízeních. Princip měření a porovnání jednotlivých metod měření adheze ledu ve smyku je demonstrováno na Push testu, Centrifuge adhesion testu a 0° cone testu. Praktická část je zaměřena na experiment, ve kterém je vyhodnocováno smykové napětí při odtrhnutí ledu od oceli a duralu. Na tento experiment byla použita metoda Push test a 0° cone test. Pro stejný materiál a stejné parametry námrazy je z výsledků patrný značný rozdíl mezi těmito metodami. Podobně jako v odborné literatuře, adhezní pevnost měřena pomocí 0° cone testu prokazuje vyšší hodnoty, než změřená adhezní pevnost z Push testu.

Klíčová slova

Adheze, ledofobnost, Push test, Centrifuge adhesion test, 0° cone test

Abstract

The bachelor thesis deals with the comparison of tangential ice adhesion testing methods. The work is divided into theoretical and experimental part. The theoretical part describes the basic parameters, such as temperature or wettability of the surface, which affect the adhesion of ice. The strong interaction of polar water molecules with a solid surface and the related effect of relative permittivity are not negligible either. The main part of this work is focused on measuring ice adhesion. This can take place under normal or tangential, i.e. shear, loading. However, the tangential ice adhesion testing methods are the most common by far, either due to more accurate results or the financial simplicity of individual test equipment. The principle of measurement and comparison of individual tangential ice adhesion testing methods is demonstrated on the Push test, Centrifuge adhesion test and 0 ° cone test. The practical part is focused on an experiment in which the shear stress during the tearing ice from steel and duralumin is evaluated. The Push test method and the 0 ° cone test method were used for this experiment. For the same material and the same icing parameters, the results show a significant difference between these methods. As in the literature, the adhesive strength measured by the 0 ° cone test shows higher values than the measured adhesive strength from the Push test.

Key words

Adhesion, icephobicity, Push test, Centrifuge adhesion test, 0° cone test

Seznam použitých zkratek

θ	[°]	Kontaktní úhel
q	[C]	Indukovaný náboj
ϵ_r	-	Relativní permitivita
τ_s	[MPa]	Smykové napětí
ARF	-	Faktor snížení adheze
a	[mm]	Šířka ledového válce
h	[mm]	Tloušťka povlaku
l	[mm]	Vzdálenost působíště síly
W_a	[J]	Adhezní energie
G	[MPa]	Smykový modul
F	[N]	Síla
A	[mm ²]	Přimrzlá plocha
ω	[rad*s ⁻¹]	Úhlová rychlost
m	[kg]	Hmotnost ledové hmoty
r	[mm]	Délka ramene centrifugy
d	[mm]	Průměr vnitřního válce
z	[mm]	Délka válce
Ra	[nm]	Průměrná aritmetická úchylka profilu
Rz	[nm]	Největší výška profilu

Obsah

Seznam použitých zkratk	7
1 Úvod	9
2 Teoretická část	10
2.1 Adheze ledu	10
2.2 Smáčivost povrchů	11
2.3 Fyzikální mechanismy adheze ledu	12
2.3.1 Vodíkový chemický vazebný mechanismus	13
2.3.2 Van der Waalsovy síly	13
2.3.3 Elektrostatická interakce	13
2.4 Vliv relativní permitivity	14
2.5 Měření adheze ledu	14
2.5.1 Faktor snížení adheze (ARF)	16
2.6 Měření adheze ledu ve smyku	17
2.7 Push test	20
2.8 Centrifuge adhesion test (CAT)	23
2.9 0° cone test	27
2.9.1 Normálový tlak na stěnu přípravku při expanzi ledu u 0° cone testu a jeho vliv na měření	30
2.9.2 Ostatní vlivy na měření	32
3 Experimentální část	33
3.1 Experimentální materiál	33
3.2 Push test	34
3.3 0° cone test	36
3.4 Diskuse výsledků	38
4 Závěr	40
Seznam obrázků	41
Seznam tabulek	42
Bibliografie	43

1 Úvod

Námraza ledu způsobuje řadu problémů v mnoha oblastech lidské činnosti: odstraňování ledu ze silnic, námraza křídel na letadlech či na lopatkách vrtulníků, ale třeba i na elektrickém vedení nebo solárních panelech. Zvláště v leteckém průmyslu je důležité tento aspekt, z hlediska bezpečnosti, nepodceňovat [1].

Existuje mnoho strategií pro omezení vzniku námrazy, které se dále rozdělují na aktivní a pasivní ochranu. Mezi aktivní ochranu se řadí elektrotermální a infračervené topící systémy, mechanické odstraňování či použití látek, jako např. soli a glykoly. Všechny tyto ochrany však vyžadují hodně energie, nedají se na mnoha místech vůbec použít anebo negativně ovlivňují životní prostředí. V neposlední řadě jsou tyto typy ochrany finančně velmi náročné [1].

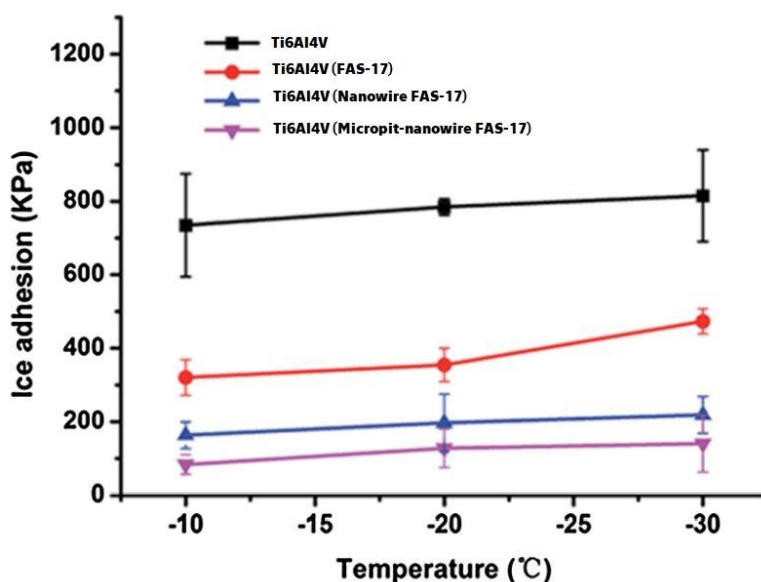
Proto je myšlenka pasivní ochrany velice perspektivní. Pasivní ochrana, která vychází z poznatků materiálového inženýrství, se snaží tvorbě ledu předejít či zpomalit jeho tvorbu. U takovýchto materiálů lze případný led odstranit jen malou silou, nejlépe vlastní hmotností nebo působením větru [1].

2 Teoretická část

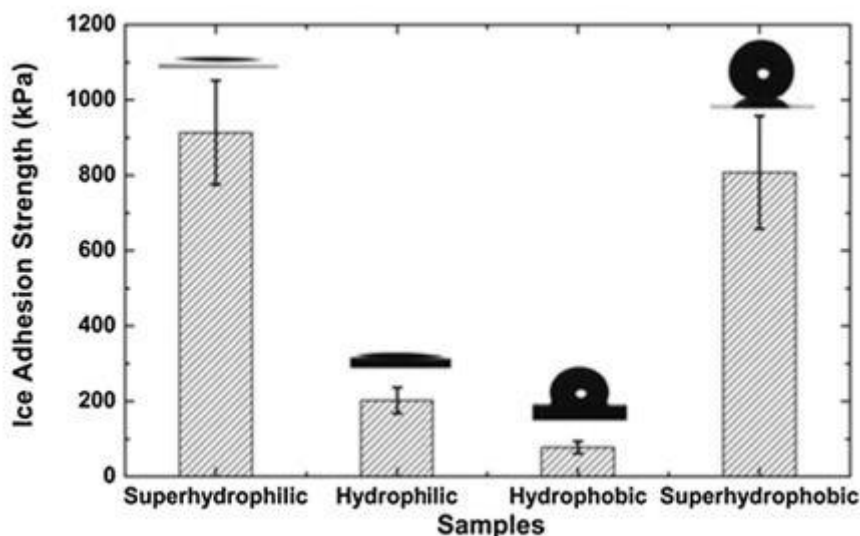
Vývoj materiálů s nízkou přilnavostí k ledu je velmi důležitým současným úkolem. Jeho řešení vyžaduje základní pochopení fyzikálních mechanismů vazby mezi ledem a příslušnými pevnými látkami. Materiálům a povrchům, u kterých dochází k odpuzování vody, zpomalení vzniku ledu či u nich stačí na odstranění ledu jen malá síla, dáváme přívlastek icephobic, neboli ledofobní. Některé zdroje uvádějí na odstranění ledu od icephobic povrchů hraniční hodnotu napětí 0,1 MPa [2; 3].

2.1 Adheze ledu

Adheze ledu závisí na několika parametrech, které lze rozdělit do tří hlavních skupin. V první skupině jsou parametry námrazy (objem kapiček, rychlost dopadu na substrát, vlhkost, teplota (Obr. 1)), ve druhé vlastnosti substrátu (drsnost, smáčivost – hydrofobnost a hydrofilnost (Obr. 2)) a ve třetí kategorii samotné fyzikální mechanismy a interakce mezi ledem a substrátem (závislé na povrchové energii a relativní permitivitě) [1; 3; 4].



Obr. 1 Adheze ledu v závislosti na teplotě pro slitinu titanu Ti6Al4V a jeho modifikace [3]

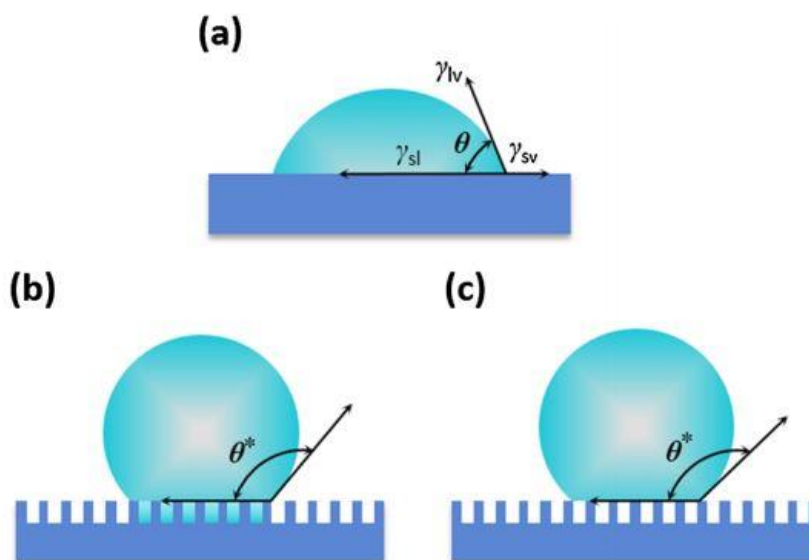


Obr. 2 Síla adheze ledu ve smyku na čtyřech různých površích (od superhydrofilního po superhydrofobní) [3]

2.2 Smáčivost povrchů

Parametr smáčivosti povrchů je u icephobicity velice významný, ale je dobré si ujasnit, že nejde o přímé měřítko icephobic charakteristik. Tento parametr je dán povrchovou energií substrátu a reliéfem jeho povrchu. Jde o to, jestli se kapka při dopadu na povrch rozprostře anebo zůstane ve formě kapky. To můžeme vyjádřit pomocí kontaktního úhlu θ , který znázorňuje úhel mezi povrchem materiálu a povrchem kapky. Pokud povrch svírá s kapkou kontaktní úhel menší než 90° , lze jej prohlásit za smáčivý. Když je ale tento úhel větší než 90° , jedná se o povrch nesmáčivý (Obr. 3). Dále se rozlišuje povrch superhydrofobní, pokud kontaktní úhel svírá větší úhel θ než 150° a povrch superhydrofilní, jestli se tento úhel θ blíží k 0° (Obr. 2). U icephobic povrchů je tedy snaha o co nejmenší povrchovou energii, protože čím menší bude povrchová energie, tím horší bude smáčivost a kapka vody v lepším případě nestihne před odstraněním ani zmrznout [3; 5; 6].

Smáčivost povrchů popisují čtyři základní teorie chování kapky při dopadu na povrch. Jedná se o teorii Youngovu (s ideálním povrchem), Wenzelovu (nerovný drsný povrch, přičemž vzduchové kapsy jsou dokonale vyplněny vodou), Cassie-Baxterovu (nerovný drsný povrch, přičemž vzduchové kapsy nejsou vůbec vyplněny vodou) a o přechod mezi Cassie-Baxterovou a Wenzelovou teorií (Obr. 3) [5; 3].



Obr. 3 Smáčivost povrchu a) Youngova teorie b) Wenzelova teorie c) Cassie-Baxterova teorie [3]

2.3 Fyzikální mechanismy adheze ledu

Jeden z hlavních důvodů proč led prokazuje velice silnou adhezi k materiálům je ten, že do značné míry je ovlivněn silnou interakcí polárních molekul ledu s pevným povrchem. Za adhezi ledu k povrchu mohou tři fyzikální mechanismy: vodíkové chemické vazby, van der Waalsovy síly a přímé elektrostatické síly, u kterých bylo zjištěno, že jsou z těchto mechanismů nejvýraznější na vzdálenosti větší než mezimolekulární [7].

Led se skládá z polárních molekul vody, které silně interagují s jakýmkoli pevným substrátem, který má odlišnou relativní permitivitu než led. Kromě toho existuje velké množství teoretických a experimentálních důkazů o existenci povrchového náboje v ledu a tento povrchový náboj může také interagovat se substrátem [2].

2.3.1 Vodíkový chemický vazebný mechanismus

Tento mechanismus odpovídá chemickým reakcím a tvorbě mezifázových sloučenin. Při kovalentní nebo chemické vazbě je adhezivní energie výsledkem snížení kvantově-mechanické energie systému v důsledku překrytí vlnových funkcí interagujících pevných látek. Taková interakce se vyskytuje pouze na vzdálenost řádově 0,1 - 0,2 nm. Kromě toho je tento typ adheze velmi citlivý na chemickou povahu pevných látek. V dokonalém kontaktu může mechanismus chemické vazby poskytnout adhezní energii cca $0,5 \text{ J/m}^2$, takže ji lze považovat za nejslabší hodnotu adhezní energie z fyzikálních mechanismů [2].

2.3.2 Van der Waalsovy síly

Na rozdíl od chemické vazby jsou van der Waalsovy síly dlouhého dosahu a působí mezi všemi látkami. Tyto síly jsou definovány pouze makroskopickými charakteristikami tělesa (rozdíl hodnot relativní permitivity) a z tohoto důvodu jsou poměrně necitlivé na experimentální podmínky [2].

2.3.3 Elektrostatická interakce

Elektrostatické síly hrají v adhezi ledu významnou, ne-li nejvýznamnější roli. Zásadní otázka je v uspořádání molekul vody sousedících s rozhraním ledu a pevné látky, neboli ve změně povrchových stavů nosičů protonového náboje. Adhezní energie je sice v malé vzdálenosti od povrchu stejná jako u vodíkové chemické vazby, ale elektrostatická síla zůstává významná do větších vzdáleností [2].

2.4 Vliv relativní permitivity

Náboje na ledu vytvářejí totožné a protikladné náboje na kovech, ale na dielektrických se vytváří indukovaný náboj menší a ten je určen relativní permitivitou danou touto rovnicí (1) [7]:

$$q' = q * \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 1} \quad (1)$$

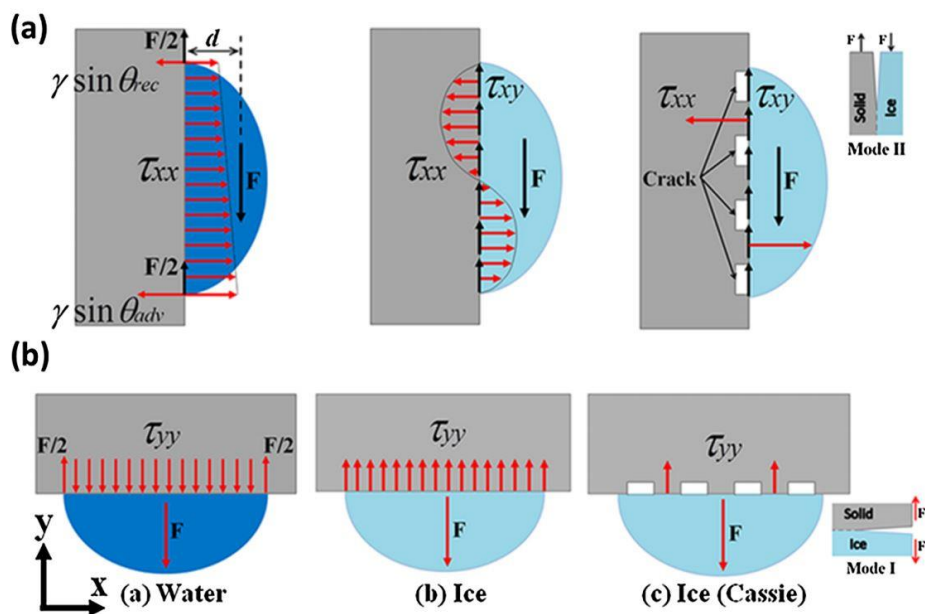
kde q' je zrcadlový náboj vytvořený nábojem q na ledové ploše a ϵ_r je relativní permitivita (dříve dielektrická konstanta) substrátu, na kterém je led uložen. Proto je interakční síla mezi ledem a kovem s velkou relativní permitivitou větší než síla mezi ledem a dielektrickým materiálem. Z toho je patrné, že na základě této rovnice (1) mají dielektrické materiály významně menší adhezi k ledu kvůli úbytku elektrostatických interakcí. [2; 7]

Dielektrika mají vždy relativní permitivitu větší než 1, to vychází z relativní permitivity vakua, pro které je $\epsilon_r = 1$. Jedním z icephobic materiálů, který vykazuje nízkou adhezi, je například Polytetrafluorethylen (PTFE), známý též pod běžně užívaným názvem teflon, který má relativní permitivitu $\epsilon_r = 2,1$ [3; 8].

2.5 Měření adheze ledu

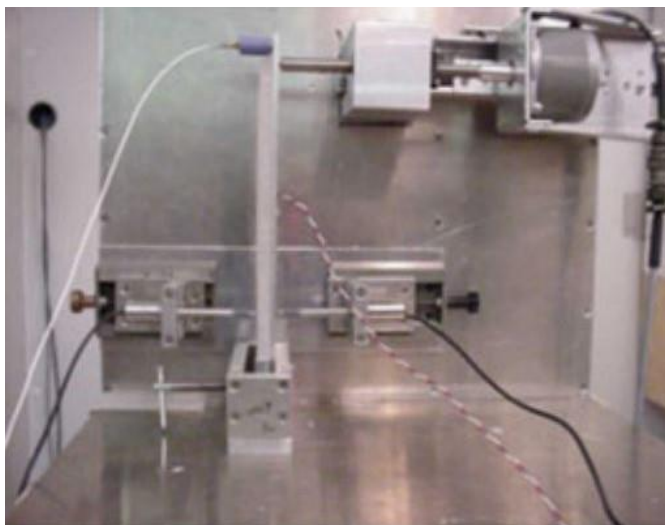
Síla přilnavosti k ledu je důležitým parametrem, který se používá k hodnocení icephobic materiálů. Poskytuje indikaci toho, jak snadno lze led ze substrátu odstranit [3].

Metody měření adheze ledu je možné rozdělit do skupin podle směru hlavního zatěžování na tangenciální, normálové a smíšené. V první skupině se led vytváří v předdefinovaném, teoreticky uzavřeném, prostoru a je následně tečně namáhán do té doby, dokud se led ze substrátu neodtrhne. Smykové napětí se pak spočítá za pomoci zátěžové síly při odtržení a kontaktní plochy s povrchem. Jedná se tedy o metody měření adheze ledu ve smyku. Tangenciální zatížení vodní kapky je znázorněno na Obr. 4a [3; 4].



Obr. 4 Zatížení vodní kapky a) smykové b) normálové [3]

Ve druhé a méně používané skupině metod pro měření adheze ledu je vzorek namáhán normálovým zatížením opět do doby, dokud se led ze substrátu neodtrhne. Vzorky jsou namáhány na tah, jako je tomu u klasických tahových zkoušek materiálů. Normálové zatížení vodní kapky je znázorněno na Obr. 4b. V poslední skupině se led vytváří v neuzavřeném prostoru a vzorky jsou pak namáhány na ohyb, přičemž se měří síla potřebná k vytvoření lomu ledu (Obr. 5). Na rozdíl od předchozích metod není zatížení vyvíjeno přímo na led [3; 4].



Obr. 5 Smíšená zkouška adheze ledu pomocí ohybu [4]

2.5.1 Faktor snížení adheze (ARF)

Pro porovnání icephobic povrchů se kromě adhezní pevnosti τ_s používá faktor snížení adheze ARF (adhesion reduction factor). Hodnota adhezní pevnosti τ_s je velmi závislá na použité metodě, geometrii zkoušky atd., a proto můžeme naměřit až o 300 % rozličné výsledky. ARF tyto nepřesnosti sníží díky porovnání k referenčnímu materiálu, většinou k hliníku. Standardní odchylka naměřených hodnot ARF je 15 % [4; 9; 10].

ARF byl poprvé zaveden v roce 2003 Anti-Icing International Laboratory (AMIL) k normalizaci hodnot icephobicity mezi různými existujícími metodami testování. Vypočítá se pomocí vzorce (2), kde $\tau_{s(Al)}$ je smykové napětí u hliníku a $\tau_{s(povlaku)}$ je smykové napětí u měřeného povlaku [4].

$$ARF = \frac{\tau_{s(Al)}}{\tau_{s(povlaku)}} \quad (2)$$

Účinnost icephobic povrchu se hodnotí podle těchto kritérií:

- ARF > 1: Snížení adhezní pevnosti ledu vzhledem k hliníku. Čím vyšší hodnota, tím nižší adheze ledu k povrchu
- ARF < 1: Zvýšení adhezní pevnosti ledu vzhledem k hliníku.

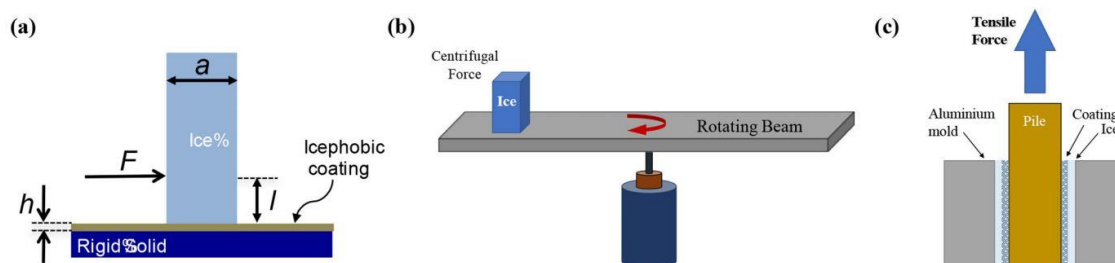
Většina nejpoužívanějších povlaků snižuje adhezní pevnost ledu vzhledem k hliníku na faktor ARF mezi 1 až 5. Už ale existují pevné povlaky (bez aktivní ochrany na bázi tuku atd.), které vykazují významné redukční účinky u adhezní pevnosti ledu vzhledem k hliníku na faktor ARF nad 10 [4; 9].

2.6 Měření adheze ledu ve smyku

U měření adheze ledu ve smyku existují tři běžné metody pro zjištění adheze ledu. První metoda je Push test, kde v definované formě (kyvetě) se na zmrzlém icephobic povlaku vytvoří ledový válec, který přilne k substrátu. Následně měříme sílu potřebnou k oddělení tohoto ledového sloupce. Z této síly se pak spočítá smykové napětí popisující adhezi (Obr. 6a) [3; 6].

Druhá je metoda pomocí odstředivé síly CAT (Centrifuge adhesion test). U této definované metody na odstředivce se pomocí kyvety opět vytvoří ledový sloupec na icephobic povlaku a smykové napětí se vypočítá pomocí odstředivé síly (Obr. 6b) [4; 6].

Poslední je tzv. 0° cone test, který se měří pomocí dvou soustředných hliníkových válců. Mezi válci je definovaná mezera a povrch vnitřního válce je potažen icephobic povlakem. Mezera se naplní vodou, nechá se zmrznout a pomocí např. trhačích stroje se vnitřní válec vytahuje (Obr. 6c) [6].



Obr. 6 Měření adheze ledu ve smyku a) Push test b) CAT c). 0° cone test [6]

Ve všech těchto přístupech ovlivňuje geometrie a rozměry experimentálního uspořádání naměřenou hodnotu adheze ledu. Obecně polymery vykazují minimální adhezi k ledu a proto je myšlenka tenkých polymerových povlaků nebo nátěrů velice perspektivní. A právě na tomto povlaku (přesněji řečeno na elastomerovém povlaku, kde se nepřesnosti nejvíce projeví) je znázorněn rozdíl mezi vypočítaným teoretickým modelem a experimentálně naměřenými daty (Obr. 7) [3; 6; 11].

Důvod, proč se nepřesnosti nejvíce projeví na elastomerovém povlaku je ten, že adheze u elastomerů značně závisí na použité smykové rychlosti a na geometrii experimentálního uspořádání. Při malých střížných rychlostech se led může posouvat po povrchu na poměrně dlouhou vzdálenost bez odtržení. Je tedy nutné předem znát potřebnou smykovou rychlost, při které se dosáhne kritického smykového napětí a dojde k lomu na rozhraní. Tato kritická smyková rychlost závisí na modulu pružnosti ve smyku daného elastomeru; neboli kritická smyková rychlost je inverzní funkcí smykového modulu. Studium různorodých elastomerů s modulem pružnosti ve smyku v rozmezí od 0,5 MPa do 100 MPa a tloušťce povlaku $300 \pm 20 \mu\text{m}$ se zjistilo, že horní hranice kritické smykové rychlosti pro měření adheze ledu je 0,1 mm/s [6].

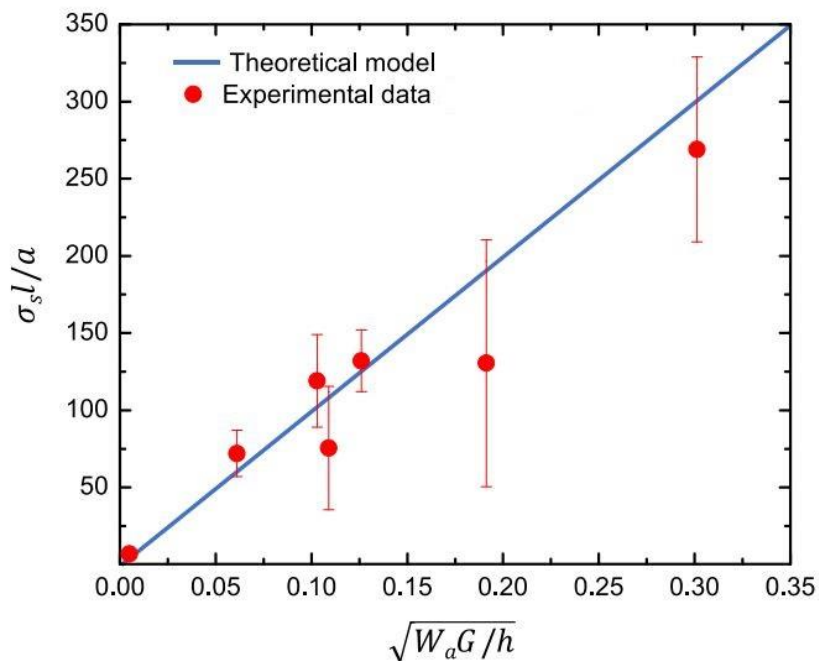
Dále se kromě smykové rychlosti musí definovat geometrie experimentálního uspořádání. U metody Push test (Obr. 6a) se nejčastěji uvádí hodnota pro šířku ledového válce $a = 15 \text{ mm}$, tloušťka povlaku $h = 300 \mu\text{m}$ (většina průmyslových nátěrů má zhruba právě tuto tloušťku) a vzdálenost působíště síly od povrchu vzorku $l = 3 \text{ mm}$. Žádná platná norma ovšem tyto doporučené hodnoty nepřikazuje. Vliv těchto hodnot na výsledné smykové napětí je ukázáno v rovnici (3) [6].

Dle Chaudhurym a kol. [11] může za odtržení ledu od substrátu (elastomeru) elastická nestabilita. Pomocí této celkové energie systému elastomer/led získáme pro elastomer s izotropními vlastnostmi smykové napětí τ_s ekvivalentní k rovnici (3) [6; 11].

$$\tau_s \sim \left(\frac{a}{l}\right) * \sqrt{\frac{W_a * G}{h}} \quad (3)$$

kde τ_s je smykové napětí, W_a je adhezní energie a G je smykový modul polymeru. Další veličiny jsou vidět na Obr. 6a, kde a je šířka ledového válce, l je vzdálenost působící síly od povrchu a h je tloušťka povlaku [6; 11].

Díky tomuto teoretickému výpočtu můžeme porovnat experimentálně naměřená data, která v důsledku nedostatečné standardizace mají za následek široký rozsah naměřených hodnot pro stejný elastomerový vzorek (3) [6].

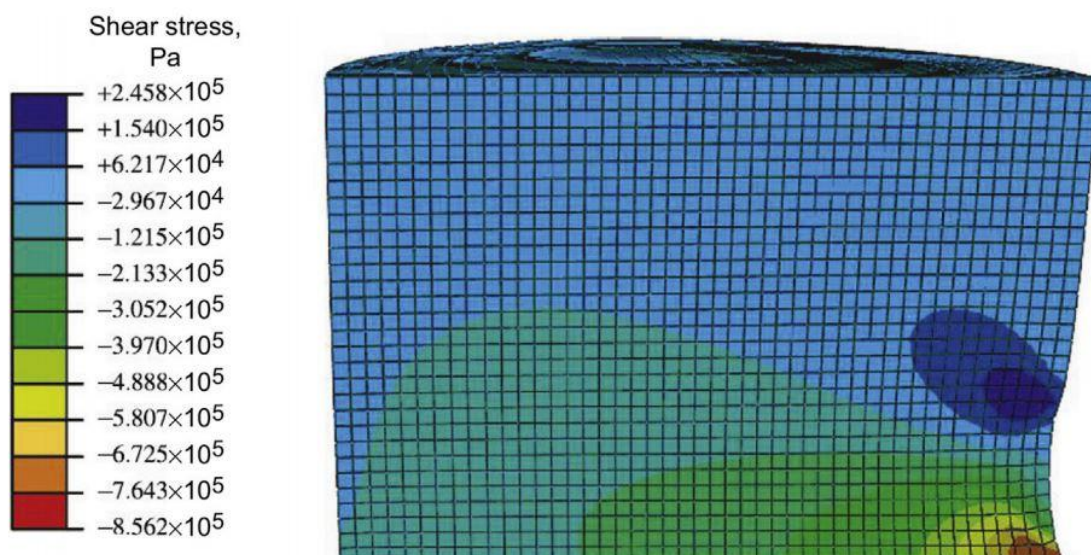


Obr. 7 Rozdíl mezi teoretickým výpočtem (rovnice 3) a experimentálně změřenými daty [6]

Například hodnoty adheze ledu pro polymer PDMS se pohybují v rozmezí 100 až 800 kPa. Přestože se tento fyzikální přístup zaměřuje na elastomery, podobný postup lze použít pro různé typy icephobic materiálů [6].

2.7 Push test

Push test (v odborné literatuře též známý pod názvem „kyvetová zkouška“) je nejvíce rozmanitá metoda pro měření adheze ledu z kategorie definovaných měření a zároveň je, bohužel, nejméně přesná. Je to kvůli tomu, že při Push testu je rozhraní ledu a substrátu přerušeno silou vytvořenou na jedné straně vzorku ledu a nevytváří se jednotné napětí na rozhraní (Obr. 8). Tím dochází k velké směrodatné odchylce u stejných typů substrátů/povlaků. Zároveň se díky tomu výrazně projeví nenormalizované měřicí prostředí a jeho geometrie. I přes velkou nepřesnost je tato zkouška hojně používaná, protože k ní stačí mít měřič síly, jako třeba tahoměr či siloměr, a samotný test je pak velmi jednoduchý (Obr. 6a) [3; 6; 12].



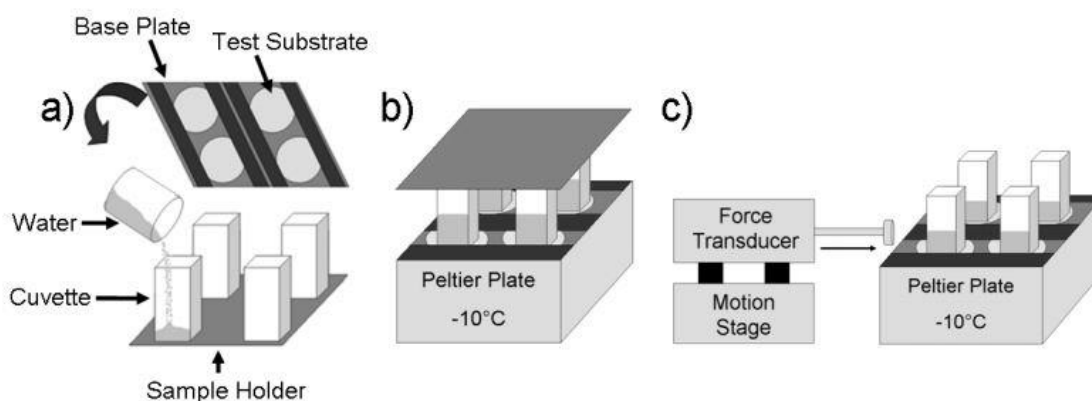
Obr. 8 Smykové napětí u ledového válce při kyvetové zkoušce zobrazené pomocí metody konečných prvků [12]

Na Obr. 8 je vidět deformace ledového válce při smykovém napětí modelovaný pomocí metody konečných prvků (MKP). Ta se provádí kvůli kontrole, opravě a doplnění naměřených dat z Push testu [12].

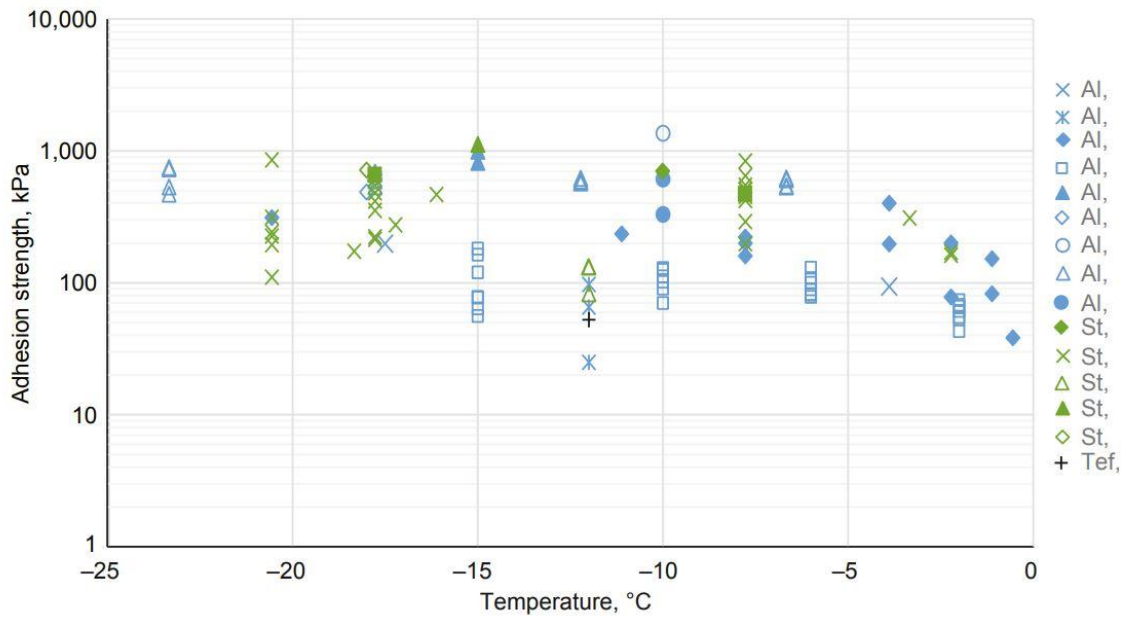
Jak již bylo zmíněno, princip Push testu je velmi jednoduchý. Forma s definovanou geometrií, neboli kyveta, je umístěna na studený icephobic povrch, který chceme měřit. Do kyvety se nalije voda a nechá se zmrznout nejčastěji pomocí obyčejného mrazáku či Peltierova článku. Výhoda Peltierova článku je v tom, že led zamrzá zdola nahoru a tím dochází ke snížení napětí ve zmrzlém ledu. Následně led přilne k testovanému icephobic podkladu a kyveta se opatrně odstraní. Při samotné zkoušce se síla potřebná k oddělení ledového sloupce od icephobic povrchu měří pomocí siloměru nebo tenzometru. Za pomoci maximální použité síly na přetržení F a přimrzlé plochy A se vypočítá smykové napětí τ_s (4) [6; 12; 13].

$$\tau_s = \frac{F}{A} \quad (4)$$

Existuje též metoda, kde je kyvet na icephobic povlaku více a siloměr tlačí všechny vzorky najednou a udává „průměrný“ výsledek. V této metodě je ale problém v tom, že testování více vzorků najednou zkreslí data na nižší hodnoty; jakmile selže nejslabší vzorek, zbytek bude čelit postupně zvyšující síle a bude mnohem pravděpodobnější, že selže také (Obr. 9) [14].

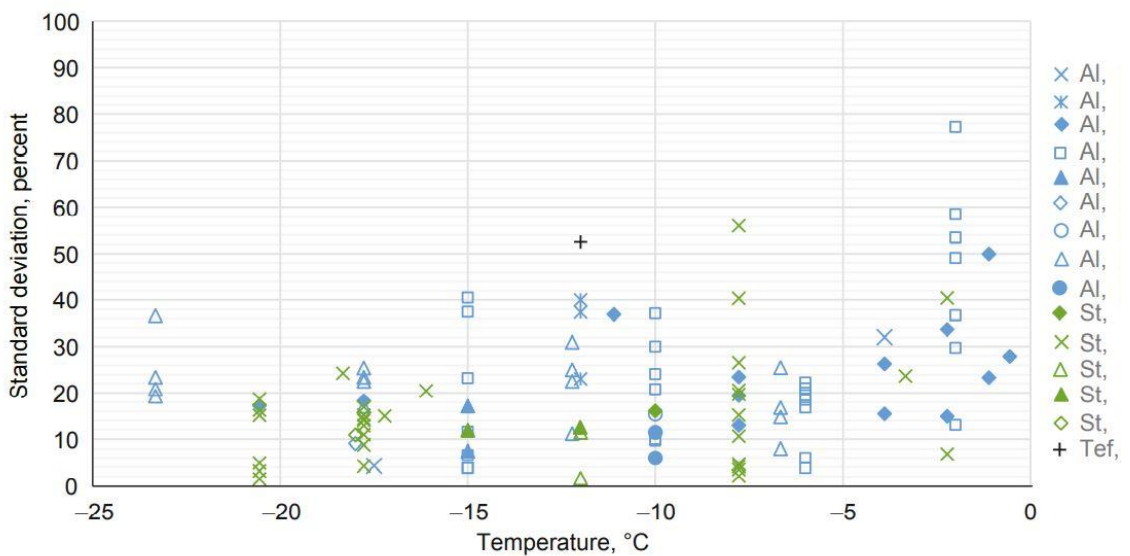


Obr. 9 Postup kyvetové zkoušky při zatížení více vzorků najednou [14]



Obr. 10 Adhezní pevnost měřená pomocí Push testu v závislosti na teplotě na hliníku, oceli a teflonu [12]

Výsledky získané pomocí Push testu v odborné literatuře ukazují zvýšení adhezní pevnosti se snížením teploty (Obr. 10) [12]. Za široký rozptyl v datech můžou různé testovací podmínky. Průměrná standardní odchylka pro všechny Push testy byla 23,9 % pro hliník, 15,1 % pro ocel a jediný datový bod teflonu měl standardní odchylku 52,4 % (Obr. 11) [12].

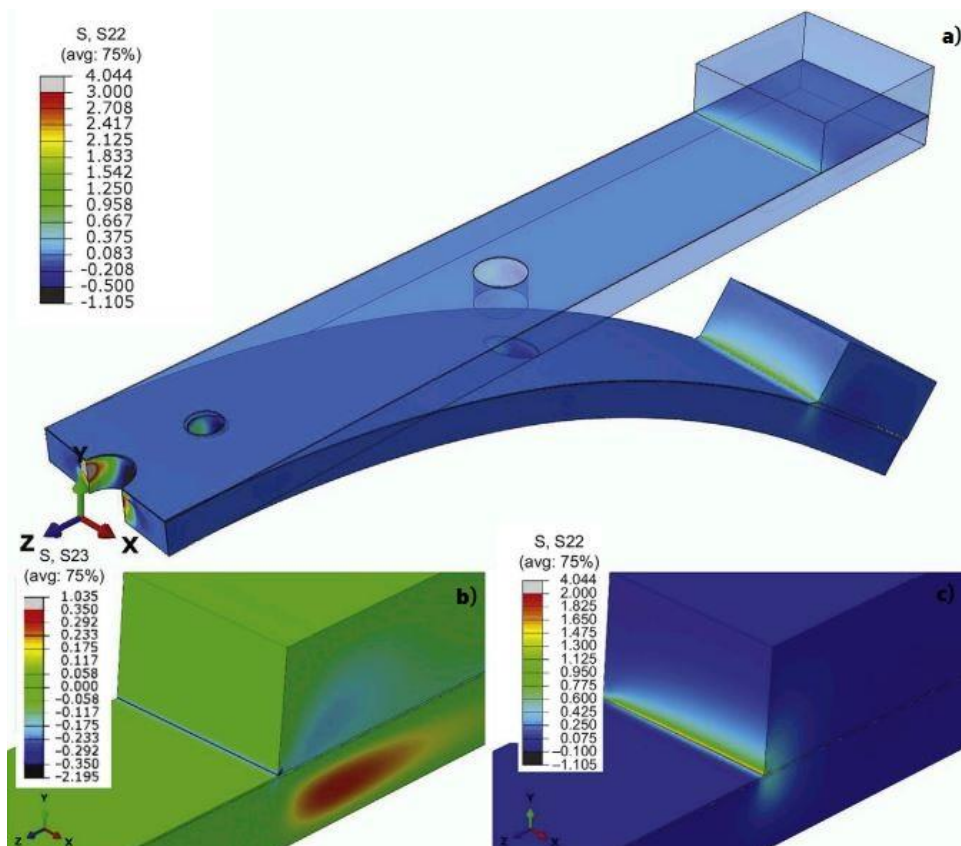


Obr. 11 Standardní odchylka měření Push testu v závislosti na teplotě na hliníku, oceli a teflonu [12]

2.8 Centrifuge adhesion test (CAT)

Vzor moderního měření adheze ledu pomocí centrifugy (CAT) představila v roce 2005 laboratoř AMIL. Stará metoda používala led zmražený v kyvetě, který byl následně přesunut na rameno centrifugy, jako můžeme vidět na Obr. 6b. Tato nová metoda se především liší v tom, že se na konec ramena centrifugy v chladné místnosti vytvoří naprašováním (mrznoucí aerosol) vrstva ledu. Ramena centrifugy jsou umístěna v chladné místnosti při teplotě $-8,0\text{ °C} \pm 0,1$. Led má mít tloušťku cca 10 mm a hustotu $0,87\text{ g / cm}^3 \pm 0,02$. [15; 16].

Stejně jako ostatní metody měření adheze ledu i tato zkouška předpokládá rovnoměrné rozložení napětí na rozhraní. K pozorování koncentrace napětí poslouží opět metoda konečných prvků (MKP). Tato analýza poukazuje na to, že smykové napětí působí převážně na okrajích vzorku, zatímco normálové napětí, které může za odloupávání, dominuje jinde (Obr. 12) [12; 15].



Obr. 12 Výsledky analýzy u testu na odstředivce (CAT) pomocí metody konečných prvků a) deformace 200x zvětšená na hliníkovém rameni b) smykové napětí c) normálové napětí [12]

Zkouška se obvykle provádí na hliníkové ploché tyči o šířce 32 mm, tloušťce 0,6 mm a celkové délce 340 mm. Aby nedocházelo k vibracím, které by negativně ovlivnily měření, na opačný konec ramene se přidává protizávaží s hmotností vytvořeného ledu. Výsledky z této metody by se vždy měly přepočítávat a posuzovat pomocí faktoru snížení adheze (ARF) se základním materiálem, tedy hliníkem (Obr. 13) [17].

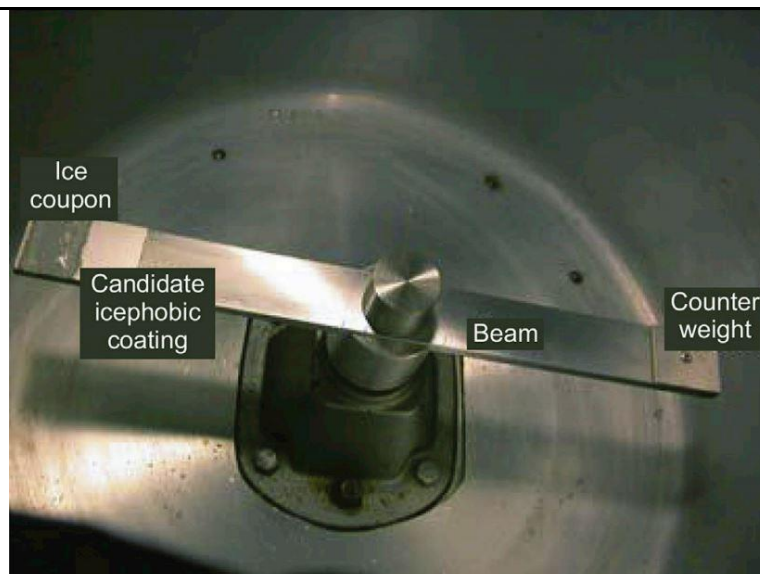
Centrifuga je při měření umístěna v klimatické komoře $-10,0\text{ °C} \pm 0,1$. Rameno se otáčí zvyšující se rychlostí od 0 do rychlosti, kdy dojde k odtržení ledu. Používá se konstantní zrychlení [17].

Odstředivá síla vyplývající z rotace působí na vrstvu ledu, a když tato síla dosáhne adhezní pevnosti, led se oddělí. Oddělení ledu je zachyceno piezoelektrickými senzory citlivými na vibrace připevněnými k bokům vany odstředivky, která přenáší svůj signál v reálném čase do počítače. S tímto signálem se určuje rychlost otáčení dosažená při oddělení. Testy obvykle probíhají od 2 do 20 sekund v závislosti na povlaku. Pokud dojde k částečnému přetržení, test se zastaví a musí být opakován [12; 15; 17].

Adhezní síla F se vypočítá pomocí úhlové rychlosti při oddělení ledu ω , hmotnosti ledové hmoty m a délky ramene centrifugy r následujícím způsobem (5) [15].

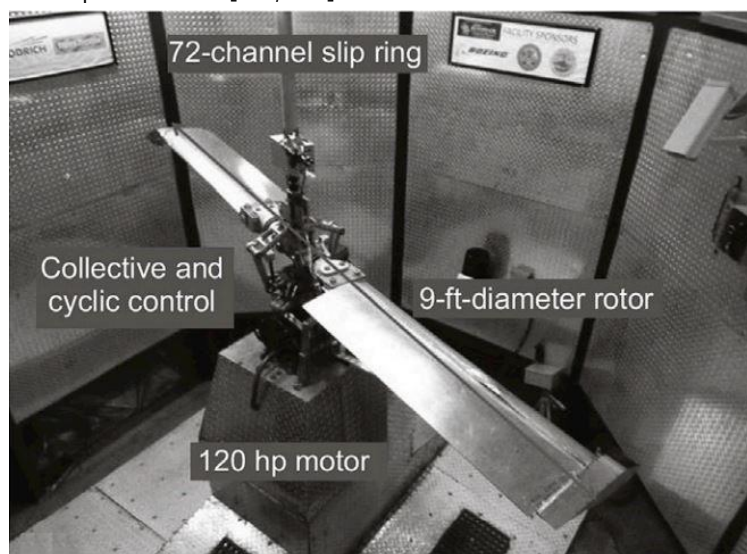
$$F = m * r * \omega^2 \quad (5)$$

Pomocí známého vzorce (4) se vypočítá smykové napětí, které se následně může použít u faktoru snížení adheze ARF (2) [15].

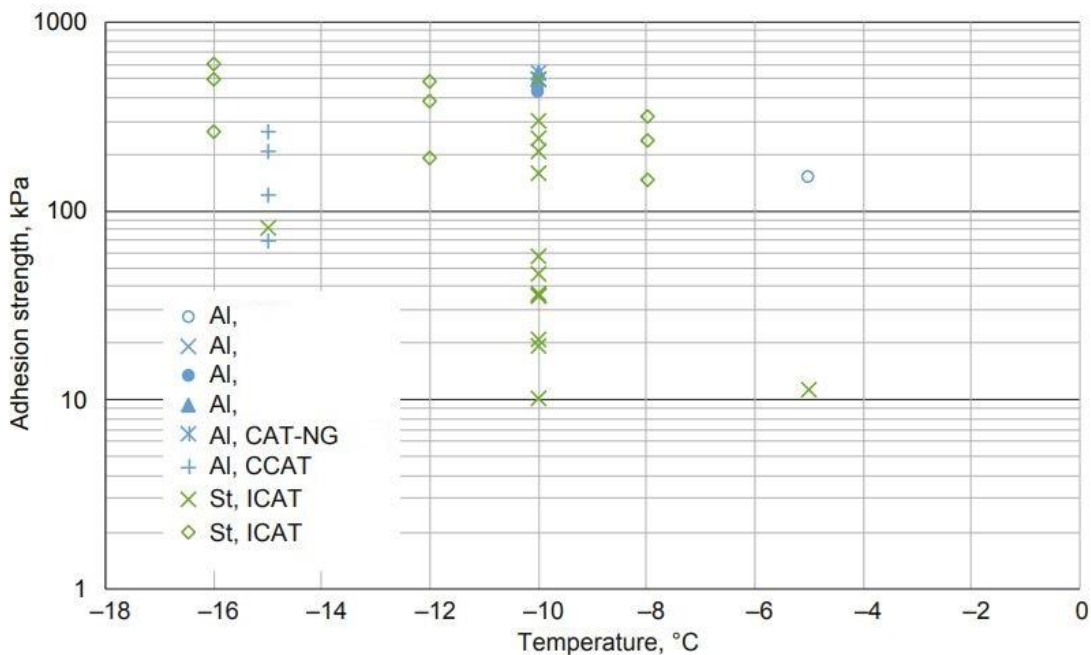


Obr. 13 Nastavení metody CAT podle AMIL [12]

Kromě běžného přístupu metody CAT rozlišujeme ještě několik základních poddruhů, které fungují na podobném principu. Například metoda CCAT bere v úvahu plochu namrzlého ledu, zkoumá oddělenou část ledu při testování a s těmito poznatky přepočítává získané výsledky. U metody ICAT (též známá pod zkratkou AERTS) jsou vzorky vystavené odstředivé síle v centrifuze, jejíž rameno může například představovat vrtuli nebo křídlo letadla. Tato metoda umožňuje použít větších velikostí vzorků a je schopna generovat vysokorychlostní nárazový led bez větrného tunelu (Obr. 14). CAT-NG, neboli Centrifugal Adhesion Test New Generation je běžné CAT zkoušce nejvíce podobná, jen s tím rozdílem, že se motor otáčí nižší rychlostí a s větší přesností [12; 17].

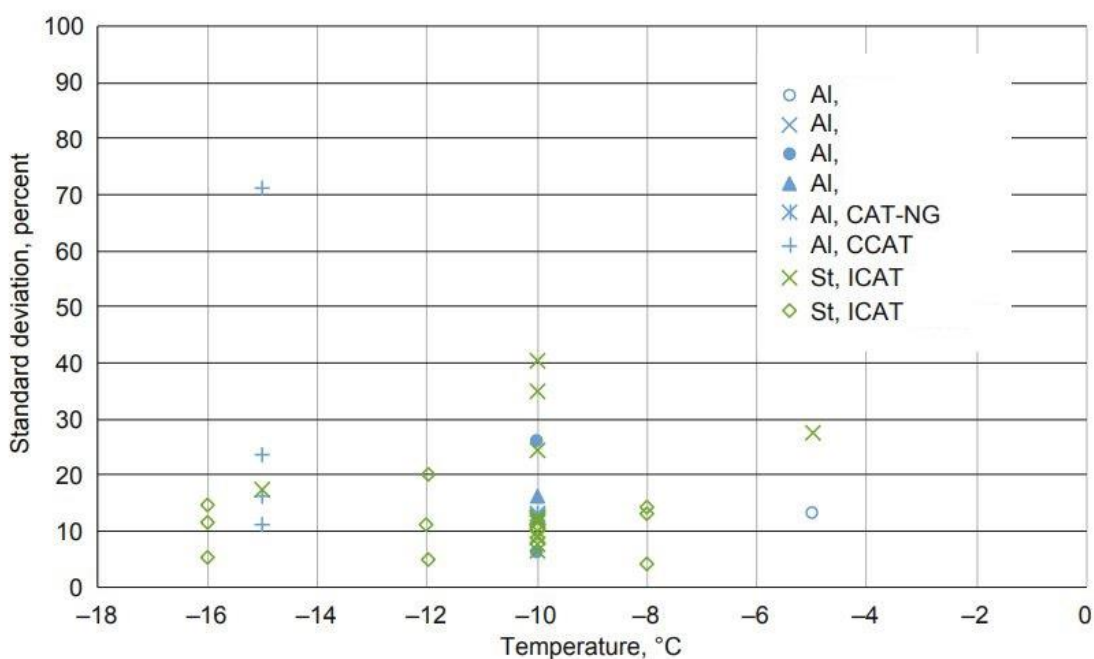


Obr. 14 Metoda ICAT [12]



Obr. 15 Adhezní pevnost měřená pomocí CAT v závislosti na teplotě na hliníku a oceli [12]

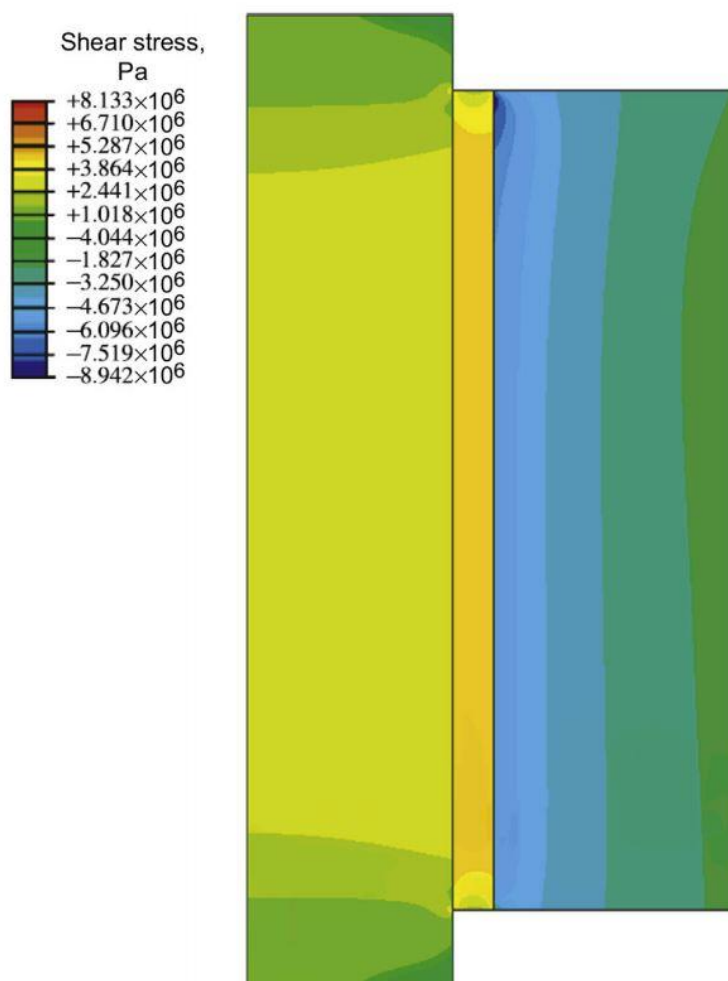
Obecně platí, že test pomocí centrifugy má ve srovnání s jinými testovacími metodami malý rozptyl naměřených hodnot. Stejně jako u Push testu získaná data ukazují zvýšení adheze ledu se snížením teploty (Obr. 15) [12]. Průměrný rozptyl hodnot pro ocel je 14,5 % a 21,2 % pro hliník (Obr. 16) [12].



Obr. 16 Standardní odchylka měření metodou CAT v závislosti na teplotě na hliníku a oceli [12]

2.9 0° cone test

0° cone test je smyková metoda měření adheze ledu pomocí soustředných válců (Obr. 6c). Vnější válec je vyroben z materiálu, který má vysokou přilnavost v ledu. Stejně jako u ostatních metod se nejčastěji používá hliník. Povrch vnitřního válce je potažen icephobic povlakem. Mezera mezi dvěma válci se naplní vodou a nechá se zmrznout. Po zmrznutí se tato sestava umístí do trhačího stroje, kde je následně vnitřní válec namáhán na tah nebo tlak. Protože adheze k hliníkovému válci je vysoká, bude se led odtrhávat od vnitřního icephobic válce. V okamžiku oddělení se zaznamená použitá síla. Jak je vidět na Obr. 17, nejnižší koncentrace smykového napětí se nachází v blízkosti okraje ledu. Tato koncentrace by se měla při přesných měřeních zohlednit [12; 18].

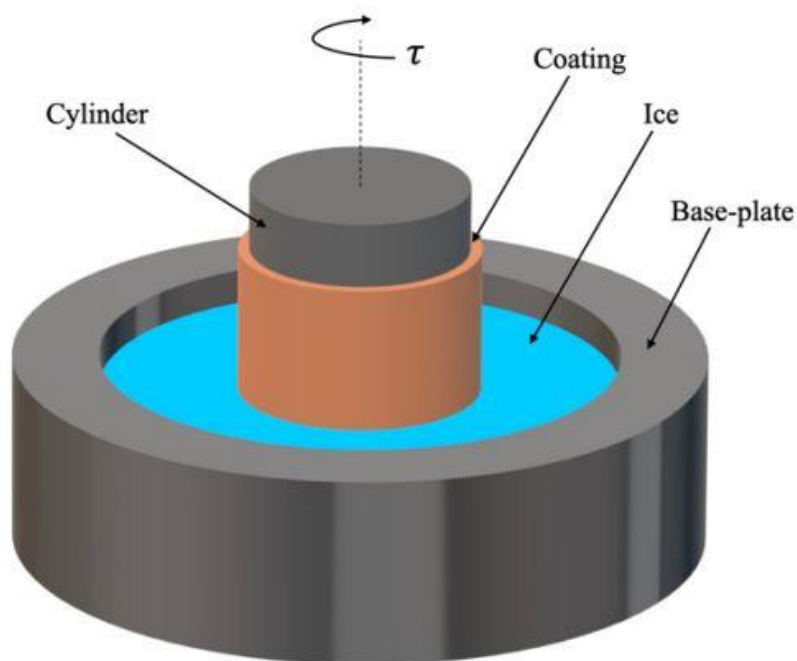


Obr. 17 Smykové napětí u 0° cone testu zobrazené pomocí metody konečných prvků [12]

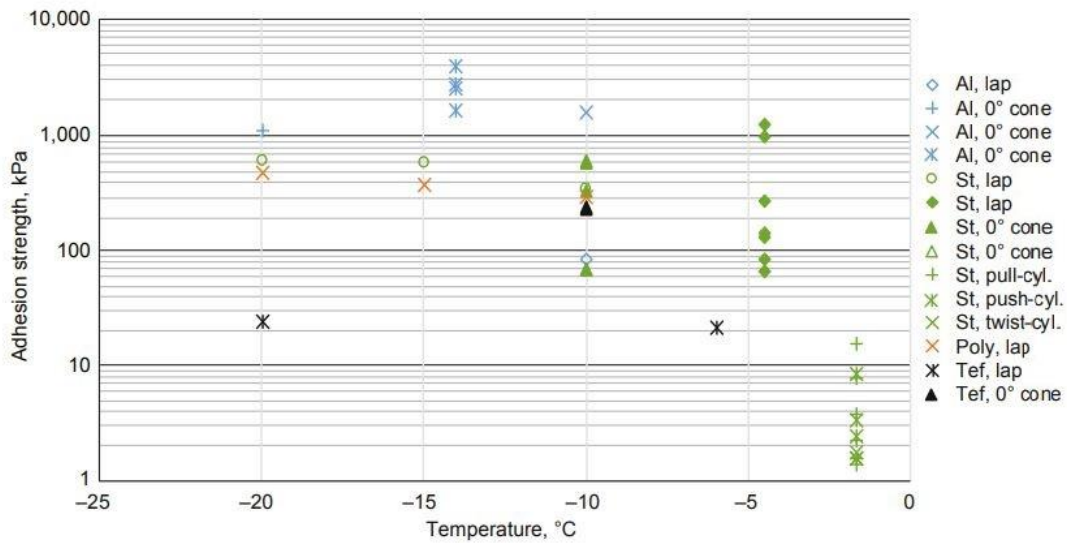
Díky maximálně použité síle F , průměru vnitřního icephobic válce d a jeho délky z vypočítáme smykové napětí τ_s (6) [12].

$$\tau_s = \frac{F}{\pi * d * z} \quad (6)$$

Hojně používanou metodou je zkouška rotačním smykem, která má velmi podobné uspořádání jako 0° cone test, ale místo tahového či tlakovému napětí je vnitřní válec vystaven krutu (Obr. 18). Tím se zredukuje nepřesnosti ohledně koncentrace napětí na hranách, ale na druhou stranu se špatně odhaduje čas, kdy vazby mezi ledem a icephobic povlakem povolí. Setkat se lze i s LAP smykovou zkouškou, kde se led vytvoří mezi dvě plochy, které jsou od sebe opět tahovou silou oddělovány [12; 18].

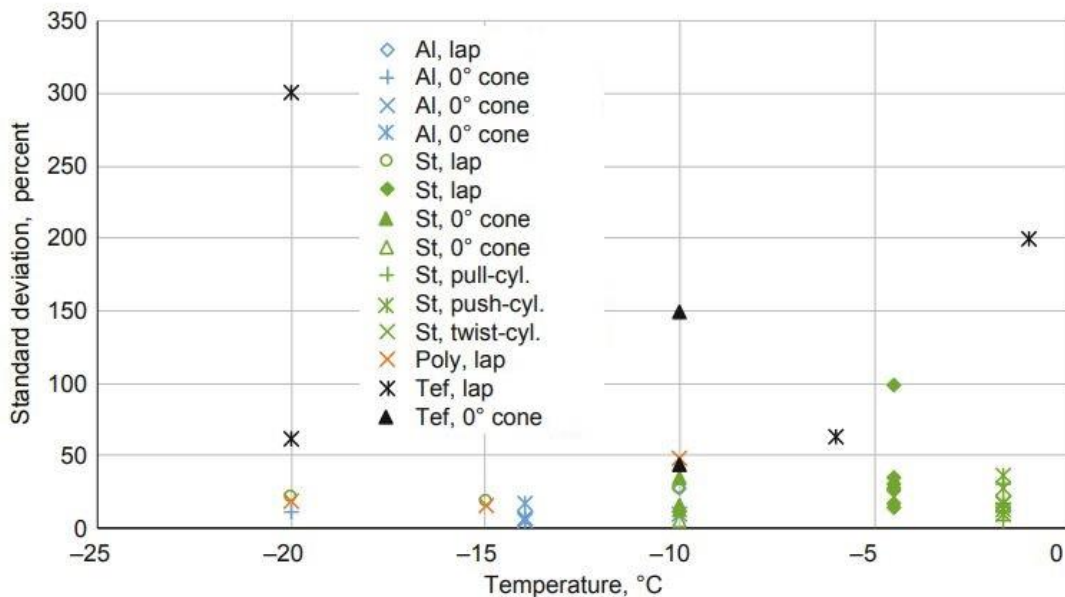


Obr. 18 Zkouška rotačním smykem [18]



Obr. 19 Adhezní pevnost měřená pomocí 0° cone testu v závislosti na teplotě na hliníku, oceli, polyurethanu a teflonu [12]

I test pomocí 0° cone testu potvrdil trend zvyšování adhezní pevnosti se snižující se teplotou (Obr. 19) [12]. Průměrná standardní odchylka při měření metodou 0° cone test je 11,8 % pro hliník, 22,2 % pro ocel a 27,9 % pro polyurethan (Obr. 20) [12].

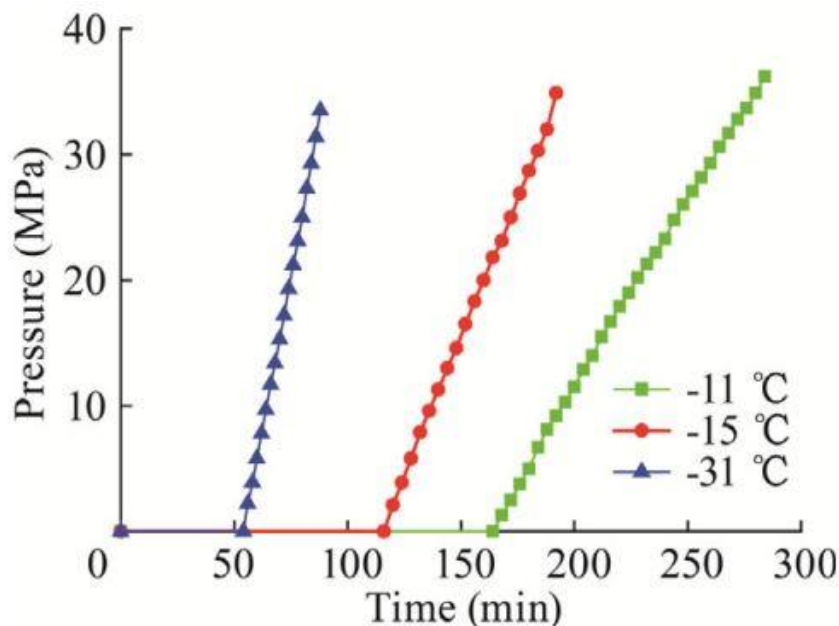


Obr. 20 Standardní odchylka měření metodou 0° cone test v závislosti na teplotě na hliníku, oceli, polyurethanu a teflonu [12]

2.9.1 Normálový tlak na stěnu přípravku při expanzi ledu u 0° cone testu a jeho vliv na měření

Voda je kapalina, která při nízké teplotě vykazuje neobvyklou tendenci, neboli anomálii vody. Kromě běžné kovalentní vazby totiž existují ve vodě také tzv. vodíkové můstky. Díky těmto propojením voda vykazuje mnohé anomálie oproti jiným, podobným sloučeninám. U ostatních běžných sloučenin má jejich pevné skupenství větší hustotu než sloučenina v kapalném skupenství. Voda má při 4 °C největší hustotu, což znamená nejmenší objem. Jakmile se teplota snižuje, objem vody se zvětšuje a při fázové přeměně na led dochází ke značné expanzi objemu [19; 20].

Jelikož expanzní tlak ledu v uzavřené nádobě je izotropní, lze tento tlak na stěnu měřit. V ideálních podmínkách může tato expanze vyvinout při -10 °C tlak 113 MPa a při -22 °C až 211 MPa. Zvyšující se tlak expanze ledu v průběhu času je znázorněn na Obr. 21 [20].



Obr. 21 Průběh zvyšujícího se tlaku expanze ledu v závislosti na čase [20]

U ledu se relativní zvětšení objemu pohybuje okolo 9 % při atmosférickém tlaku. To souvisí s jeho krystalovou strukturou. Jak teploty nadále klesají pod bod mrazu, vodíková vazba působí na krystalovou strukturu, což zvyšuje expanzivní sílu ledu. Při tání se krystalová mřížka (nejčastěji s hexagonální strukturou) bortí a volný prostor se postupně zaplňuje molekulami vody. Z toho je tedy zřejmé, že neuspořádanému rozložení molekul vody odpovídá menší objem než uspořádanému rozložení v krystalové mřížce ledu (Obr. 21) [3; 20; 21].

A právě tato všeobecně známá fyzikální anomálie může být nedostatkem u 0° cone testu. Vlivem tuhnutí a expanzí ledu dochází k vyššímu normálovému tlaku na stěnu přípravku a tím patrně i k vyššímu tření. Tento normálový tlak sice nebude dosahovat již zmíněných 211 MPa, na to je počáteční objem vody příliš malý, ale přesto je pravděpodobné, že bude mít jistý vliv na naměřené hodnoty [12; 20].

Tento nepříznivý trend lze vyzorovat u obrázků adhezní pevnosti u jednotlivých zkoušek měření (Obr. 10, Obr. 15, Obr. 19), kde právě u metody 0° cone testu se vyskytuje velký rozsah hodnot adhezní pevnosti v závislosti na teplotě. Zvláště u teploty -2°C se nachází největší odchylka oproti ostatním zkouškám, které měří smykové napětí na jedné ploše. Při teplotě -2°C nemá totiž tento normálový tlak na stěnu přípravku značný vliv na výsledky a díky tomu jsou změřené adhezní pevnosti u 0° cone testu výrazně nižší. S klesající teplotou tento vliv normálového tlaku samozřejmě narůstá. Většina literatury však tento nedostatek u 0° cone testu stále neuvádí a to může vést ke špatné interpretaci výsledků [12; 20].

2.9.2 Ostatní vlivy na měření

Faktorů, které ovlivňují různorodost výsledků z Push testu a 0° cone testu je mnoho a bohužel se s těmito nedostatky u jednotlivých zkoušek musí počítat. Jedním z nich může být geometrický faktor. Pokud by například profil kyvety u Push testu byl hranatý, bude se zejména v rozích na rozhraní ledu a substrátu vytvářet jiné smykové napětí než uprostřed. Tento trend koncentrace smykového napětí je znázorněn na Obr. 8, Obr. 12, Obr. 17. Lze tedy očekávat, že budou změřeny jiné výsledky adhezní pevnosti při stejném průřezu u hranatého a kruhového profilu, přičemž u hranatého profilu bude pravděpodobně adhezní pevnost menší. Podobný geometrický faktor tedy může hrát roli i u 0° cone testu [12].

Dalším negativním faktorem může být rozdílná rychlost zatěžování u těchto testů. Jak je zmíněno na str. 18, největší vliv rychlosti zatěžování je možné naměřit u elastomerového povlaku, kdy při malých střížných rychlostech se led může posouvat po povrchu na poměrně dlouhou vzdálenost. Na druhou stranu je obecně známo, že při běžné tahové zkoušce (např. kovů) bude pevnost v tahu měřena při rychlém zatěžování vyšší, než při pomalém zatěžování. Ke každému typu materiálu se tedy musí, co se týče rychlosti zatěžování, přistupovat individuálně. Samozřejmě tato rychlost by měla, u stejného materiálu a napříč různými zkouškami, zůstat stejná [6; 12].

V neposlední řadě je vliv teploty, který je popsán a znázorněn u Obr. 10, Obr. 15, Obr. 19. V ideálním případě by se celý proces zamrzání a samotné měření mělo odehrávat při konstantní teplotě. Toho ovšem prakticky nelze dosáhnout. Při měření by tedy alespoň teplota v místnosti měla být co nejbližší testovací teplotě, testovací zařízení (které se dotýká vzorku) by mělo být podchlazené na teplotu vzorku a samotné testování by mělo probíhat bez zbytečných prodlev [12].

3 Experimentální část

Experimentální část bakalářské práce navazuje na část teoretickou, ze které čerpá a na jejíž vztahy a úvahy se odkazuje. Cílem bylo, na základě vykonané rešerše, porovnat přesnost měření mezi Push testem a 0° cone testem. Testovaným materiálem byla konstrukční ocel a dural AW-2007 T3.

3.1 Experimentální materiál

Každý zkoušený test potřebuje jiný typ vzorku. Pro metodu Push test je zapotřebí vzorek s plochou, na který lze umístit ledový válec s průměrem 30 mm. Tyto vzorky byly broušeny pomocí brusných papírů na bázi karbidu křemíku do P1200 a následně leštěny na leštícím kotouči pomocí diamantové suspenze s částicemi o velikosti 3 μm na víceúčelové brusce LECO GPX 300. Pro metodu 0° cone test se použily tyčové vzorky s průměrem 24 mm, které se leštily pomocí soustruhu a diamantové pasty o nedefinované zrnitosti. Výsledná drsnost těchto vzorků, která se měřila na délce 0,5 mm pomocí optického profilometru Zygo NewView 7200, je v Tab. 1. Je třeba zdůraznit, že nízké hodnoty jsou způsobeny i malou délkou, na které se měřilo. Z výsledků však plyne, že žádný markantní rozdíl v drsnostech není a na měřenou adhezni pevnost by neměl mít vliv.

Tab. 1 Drsnost vzorků z oceli a duralu

		Ocel plochá	Ocel tyč	Hliník plochý	Hliník tyč
Ra [nm]	1. měření	12	16	10,2	11
	2. měření	11	20	5	9
	3. měření	14	11	6,7	24
	4. měření	7	26	4,6	18
	5. měření	7,5	24	5	16
	6. měření	9,3	15	3,5	21
	průměr	10,13	18,67	5,83	16,5
Rz [nm]	1. měření	36	29	23	22
	2. měření	36	31	11	20
	3. měření	33	39	14,2	28
	4. měření	25	38	10	31
	5. měření	26,4	41	15	25
	6. měření	23	28	8,6	27
	průměr	29,9	34,33	13,63	25,5

Tyčový vzorek z duralu AW-2007 T3 je znázorněn na Obr. 22. Základní mechanické a fyzikální vlastnosti tohoto materiálu jsou uvedeny v Tab. 2 [22].

Tab. 2 Vybrané vlastnosti materiálu AW-2007 T3 [22]

Hustota [g/cm ³]	2,85
Modul pružnosti [GPa]	70
Tepelná vodivost [W/m*K]	130 - 160
Mez kluzu R _{p0,2} [MPa]	210 - 250
Pevnost v tahu R _m [MPa]	330 - 370
Tažnost A ₅ [%]	7 - 8



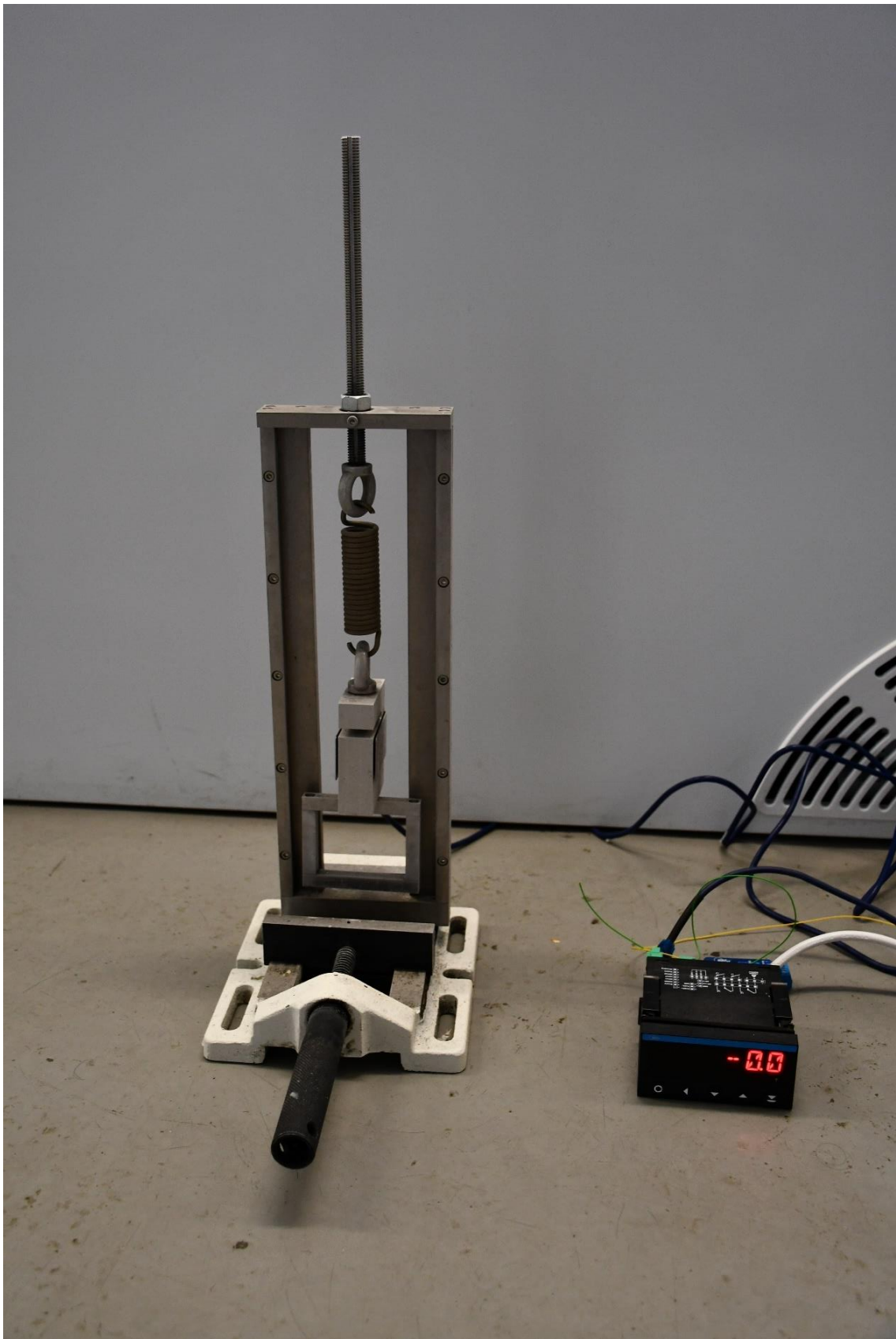
Obr. 22 Tyčový vzorek z duralu pro 0° cone test

3.2 Push test

Experimentální uspořádání Push testu je znázorněno na Obr. 23. Do přípravku se umístí vzorek s ledovým válcem o průměru 30 mm a konstantním otáčením závitové tyče se ledový válec namáhá do přetržení, kdy se zároveň z tenzometru odečte výsledná síla potřebná k přetržení. Tato síla je pak použita pro výpočet smykového napětí jako podíl síly k ploše:

$$\tau_s = \frac{F}{A}$$

kde τ_s je smykové napětí, F je síla při odtržení a A je kontaktní plocha přimrzlého ledového válce. Při průměru 30 mm je plocha přimrzlého válce 706,86 mm². Rychlost zatěžování je 10 mm/min, teplota ledu při odtrhávání je -18 až -20 °C a vzdálenost působíště síly a povrchu vzorku činí 1 mm. Výsledek měření pro dural je v Tab. 3 a pro ocel v Tab. 4. V tabulkách jsou uvedeny i průměrné hodnoty a odpovídající směrodatné odchylky.



Obr. 23 Experimentální uspořádání Push testu

Tab. 3 Push test, dural leštěný, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C

Měření	1	2	3	4	5
Síla [N]	443	402	488	407	398
τ_s [kPa]	626,72	568,71	690,38	575,79	563,05
$\bar{\tau}_s$ [kPa]	605 ± 48				

Tab. 4 Push test, ocel leštěná, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C

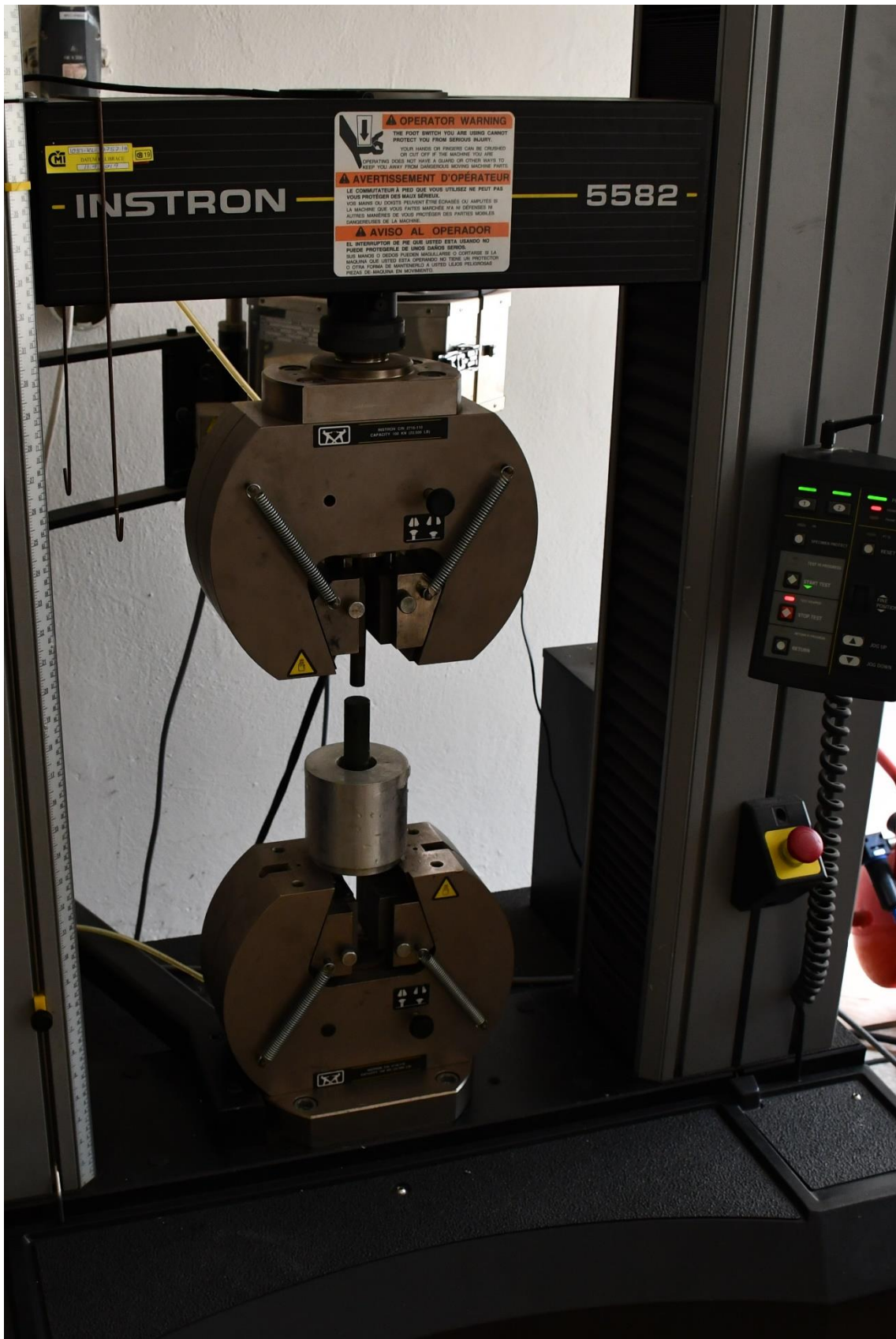
Měření	1	2	3	4	5
Síla [N]	468	482	418	457	398
τ_s [kPa]	662,08	681,89	591,35	646,52	563,05
$\bar{\tau}_s$ [kPa]	629 ± 45				

3.3 0° cone test

Jak je vysvětleno v teoretické části, jedná se o smykovou metodu měření adheze ledu ve smyku pomocí dvou soustředných válců. Tato zkouška byla provedena na univerzálním trhacím stroji Instron 5582 s použitím speciálního hliníkového přípravku. Toto experimentální uspořádání je zobrazeno na Obr. 24. Mezera mezi hliníkovým přípravkem a tyčovým vzorkem se naplnila vodou a nechala se zmrznout opět při teplotě -18 až -20 °C. Tyčový vzorek byl pak namáhán na trhacím stroji na tlak konstantní rychlostí 10 mm/min až do porušení rozhraní vzorek/led. Geometrické parametry tohoto uspořádání jsou v Tab. 5. Pro výpočet smykového napětí byl použit, stejně jako u Push testu, vzoreček $\tau_s = F/A$, kde τ_s je smykové napětí, F je síla při odtržení a A je kontaktní plocha přimrzlého ledového válce. Výsledek měření pro dural je v Tab. 6 a pro ocel v Tab. 7.

Tab. 5 Geometrické parametry uspořádání 0° cone testu

Vnitřní poloměr vnějšího válce [dm]	0,195
Vnější poloměr testované tyče [dm]	0,120
Plocha podstavy vodního sloupce [dm ²]	0,074
Objem nalité vody [dm ³]	0,050
Výška vodního sloupce [dm]	0,674
Kontaktní plocha [mm ²]	5079



Obr. 24 Experimentální uspořádání 0° cone testu

Tab. 6 0° cone test, dural leštěný, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C

Měření	1	2	3	4	5
Síla [N]	4774	3916	3545	5026	4862
τ_s [kPa]	939,88	770,96	697,92	989,49	957,21
$\bar{\tau}_s$ [kPa]	871 ± 115				

Tab. 7 0° cone test, ocel leštěná, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C

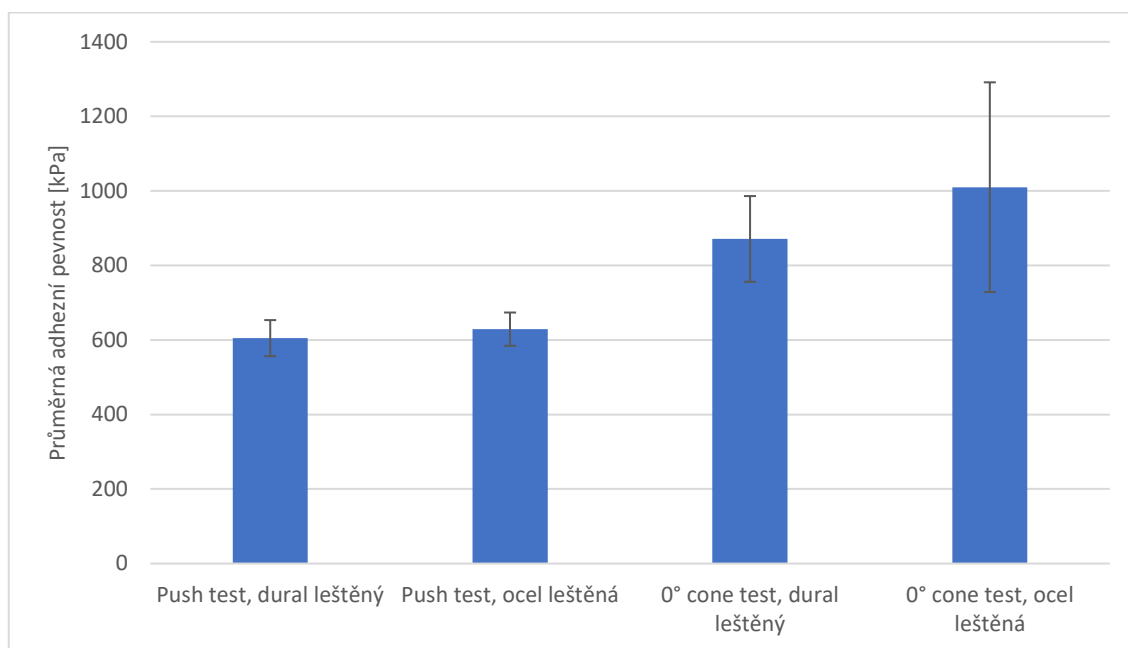
Měření	1	2	3	4	5
Síla [N]	4125	3567	4302	6435	7220
τ_s [kPa]	812,17	702,30	847,02	1266,98	1421,54
$\bar{\tau}_s$ [kPa]	1010 ± 281				

3.4 Diskuse výsledků

Dosažené výsledky adhezní pevnosti ledu k duralu a oceli jsou podobné těm, které lze najít v odborné literatuře. Ty se pohybují mezi 300 až 1100 kPa pro dural a 400 až 1200 kPa pro ocel. V souladu s literaturou byly i v tomto experimentu vyšší maximální hodnoty smykového napětí, tedy nejvyšší adhezní pevnosti, naměřeny pomocí 0° cone testu oproti hodnotám získaným z Push testu. Průměrná adhezní pevnost měřená pomocí Push testu k leštěnému duralu je $\bar{\tau}_s = 605$ kPa a k leštěné oceli $\bar{\tau}_s = 629$ kPa. Při použití 0° cone testu činí průměrná naměřená adhezní pevnost k leštěnému duralu $\bar{\tau}_s = 871$ kPa a k leštěné oceli $\bar{\tau}_s = 1010$ kPa (Tab. 8, Obr. 25). Všechny tyto zkoušky byly prováděny při teplotě -18 až -20 °C a konstantní rychlosti zatěžování 10 mm/min. Pro stejný materiál, stejné parametry námrazy a stejnou rychlost zatěžování se tak rozdíl naměřených adhezních pevností z těchto zkoušek pohybuje mezi 260 až 380 kPa. Za tuto nepřesnost pravděpodobně mohou hlavně tyto vlivy: normálový tlak na stěnu přípravku při expanzi ledu a geometrický faktor. Vlivem odlišného experimentálního uspořádání je rozdíl změřené adhezní pevnosti ledu k duralu a oceli s odbornou literaturou nejvíce patrný u Push testu, kde se tato nepřesnost pohybuje okolo 300 kPa. U 0° cone testu je tento rozdíl menší, ale zároveň je potřeba brát v potaz i malé množství dat v odborné literatuře u této zkoušky. Pro porovnání různých icephobic materiálů je tedy zapotřebí stejné testovací zařízení, nejlépe vhodně zvoleno s ohledem na účel použití tohoto materiálu.

Tab. 8 Průměrné adhezní pevnosti ledu k duralu a oceli měřené pomocí Push testu a 0° cone testu při teplotě -18 až -20 °C a konstantní rychlosti zatěžování 10 mm/min

Metoda	Vzorek	Průměrná adhezní pevnost $\bar{\tau}_s$ [kPa]
Push test	dural leštěný	605 ± 48
	ocel leštěná	629 ± 45
0° cone test	dural leštěný	871 ± 115
	ocel leštěná	1010 ± 281



Obr. 25 Graf průměrné adhezní pevnosti ledu k duralu a oceli měřené pomocí Push testu a 0° cone testu při teplotě -18 až -20 °C a konstantní rychlosti zatěžování 10 mm/min

4 Závěr

Bakalářská práce mezi sebou porovnává metody měření adheze ledu ve smyku pomocí Push testu a 0° cone testu za pomoci změřených výsledků a rešerše odborné literatury. Oba tyto přístupy potvrzují trend, že adhezní pevnost změřená 0° cone testem prokazuje vyšší hodnoty než adhezní pevnost zjištěná Push testem. Za tyto rozdíly ve výsledcích v řádu stovek kPa pravděpodobně může normálový tlak na stěnu přípravku při expanzi ledu u 0° cone testu a geometrický faktor. Negativní vliv rozdílné rychlosti zatěžování a rozdílné teploty by u experimentálně změřených výsledků neměl hrát roli, protože byla snaha tyto faktory u testů nastavit stejně.

Hlavním cílem této práce bylo objasnit postupy a úskalí u metod měření adheze ledu ve smyku a porovnat výsledky dosažené dvěma z často používaných metod. Měla by sloužit jako podklad pro testování icephobic materiálů, a též čtenáři doporučit odbornou cizojazyčnou literaturu, která by se pro další výzkum mohla hodit. Téma adheze ledu k materiálům je současný problém a tomu odpovídá i použitá literatura, která ve většině případů není starší než několik let.

Seznam obrázků

Obr. 1 Adheze ledu v závislosti na teplotě pro slitinu titanu Ti6Al4V a jeho modifikace [3].....	10
Obr. 2 Síla adheze ledu ve smyku na čtyřech různých površích (od superhydrofilního po superhydrofobní) [3].....	11
Obr. 3 Smáčivost povrchu a) Youngova teorie b) Wenzelova teorie c) Cassie-Baxterova teorie [3].....	12
Obr. 4 Zatížení vodní kapky a) smykové b) normálové [3].....	15
Obr. 5 Smíšená zkouška adheze ledu pomocí ohybu [4].....	15
Obr. 6 Měření adheze ledu ve smyku a) Push test b) CAT c) 0° cone test [6]	17
Obr. 7 Rozdíl mezi teoretickým výpočtem (rovnice 3) a experimentálně změřenými daty [6]	19
Obr. 8 Smykové napětí u ledového válce při kyvetové zkoušce zobrazené pomocí metody konečných prvků [12]	20
Obr. 9 Postup kyvetové zkoušky při zatížení více vzorků najednou [14]	21
Obr. 10 Adhezní pevnost měřená pomocí Push testu v závislosti na teplotě na hliníku, oceli a teflonu [12].....	22
Obr. 11 Standardní odchylka měření Push testu v závislosti na teplotě na hliníku, oceli a teflonu [12].....	22
Obr. 12 Výsledky analýzy u testu na odstředivce (CAT) pomocí metody konečných prvků a) deformace 200x zvětšená na hliníkovém rameni b) smykové napětí c) normálové napětí [12].....	23
Obr. 13 Nastavení metody CAT podle AMIL [12].....	25
Obr. 14 Metoda ICAT [12].....	25
Obr. 15 Adhezní pevnost měřená pomocí CAT v závislosti na teplotě na hliníku a oceli [12]	26
Obr. 16 Standardní odchylka měření metodou CAT v závislosti na teplotě na hliníku a oceli [12]	26
Obr. 17 Smykové napětí u 0° cone testu zobrazené pomocí metody konečných prvků [12].....	27
Obr. 18 Zkouška rotačním smykem [18].....	28

Obr. 19 Adhezní pevnost měřená pomocí 0° cone testu v závislosti na teplotě na hliníku, oceli, polyurethanu a teflonu [12].....	29
Obr. 20 Standardní odchylka měření metodou 0° cone test v závislosti na teplotě na hliníku, oceli, polyurethanu a teflonu [12].....	29
Obr. 21 Průběh zvyšujícího se tlaku expanze ledu v závislosti na čase [20]	30
Obr. 22 Tyčový vzorek z duralu pro 0° cone test.....	34
Obr. 23 Experimentální uspořádání Push testu.....	35
Obr. 24 Experimentální uspořádání 0° cone testu	37
Obr. 25 Graf průměrné adhezní pevnosti ledu k duralu a oceli měřené pomocí Push testu a 0° cone testu při teplotě -18 až -20 °C a konstantní rychlosti zatěžování 10 mm/min	39

Seznam tabulek

Tab. 1 Drsnost vzorků z oceli a duralu.....	33
Tab. 2 Vybrané vlastnosti materiálu AW-2007 T3 [22].....	34
Tab. 3 Push test, dural leštěný, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C.....	36
Tab. 4 Push test, ocel leštěná, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C.....	36
Tab. 5 Geometrické parametry uspořádání 0° cone testu.....	36
Tab. 6 0° cone test, dural leštěný, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C.....	38
Tab. 7 0° cone test, ocel leštěná, rychlost zatěžování 10 mm/min, teplota při odtrhávání -18 až -20 °C.....	38
Tab. 8 Průměrné adhezní pevnosti ledu k duralu a oceli měřené pomocí Push testu a 0° cone testu při teplotě -18 až -20 °C a konstantní rychlosti zatěžování 10 mm/min	39

Bibliografie

- [1] JAMIL, Muhammad, Abid ALI, Fazal HAQ, Qinghua ZHANG, Xiaoli ZHAN a Fengqiu CHEN. Icephobic Strategies and Materials with Superwettability: Design Principles and Mechanism. *Langmuir* [online]. 2018, 34(50), 15425-15444 [cit. 2020-11-09]. ISSN 0743-7463. Dostupné z: doi:10.1021/acs.langmuir.8b03276
- [2] RYZHKIN, Ivan a Victor PETRENKO. Physical Mechanisms Responsible for Ice Adhesion. *The Journal of Physical Chemistry B* [online]. 1997, 101(32), 6267-6270 [cit. 2020-11-09]. ISSN 1520-6106. Dostupné z: doi:10.1021/jp9632145
- [3] SHEN, Yizhou, Xinghua WU, Jie TAO, Chunling ZHU, Yuekun LAI a Zhong CHEN. Icephobic materials: Fundamentals, performance evaluation, and applications. *Progress in Materials Science* [online]. 2019, 103, 509-557 [cit. 2020-11-09]. ISSN 00796425. Dostupné z: doi:10.1016/j.pmatsci.2019.03.004
- [4] BRASSARD, Jean-Denis, Caroline LAFORTE, Frederic GUERIN a Caroline BLACKBURN. Icephobicity: Definition and Measurement Regarding Atmospheric Icing. WOHL, Christopher J. a Douglas H. BERRY, ed., Christopher WOHL, Douglas BERRY. *Contamination Mitigating Polymeric Coatings for Extreme Environments* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2019, s. 123-143 [cit. 2020-11-09]. Advances in Polymer Science. ISBN 978-3-030-45838-6. Dostupné z: doi:10.1007/12_2017_36
- [5] FENG, X. J. a L. JIANG. Design and Creation of Superwetting/Antiwetting Surfaces. *Advanced Materials* [online]. 2006, 18(23), 3063-3078 [cit. 2020-11-30]. ISSN 09359648. Dostupné z: doi:10.1002/adma.200501961
- [6] IRAJIZAD, Peyman, Sina NAZIFI a Hadi GHASEMI. Icephobic surfaces: Definition and figures of merit. *Advances in Colloid and Interface Science* [online]. 2019, 269, 203-218 [cit. 2020-11-09]. ISSN 00018686. Dostupné z: doi:10.1016/j.cis.2019.04.005
- [7] FILLION, R.M., A.R. RIAHI a A. EDRISY. A review of icing prevention in photovoltaic devices by surface engineering. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* [online]. 2014, 32, 797-809 [cit. 2020-11-09]. ISSN 13640321. Dostupné z: doi:10.1016/j.rser.2014.01.015

- [8] ČIČMANEC, Pavol. *Elektrina a magnetizmus: Všeobecná fyzika 2*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1980. ISBN 63-560-80.
- [9] BRASSARD, Jean-Denis, Jean-Louis LAFORTE, Caroline BLACKBURN, Jean PERRON a D.K. SARKAR. Silicone based superhydrophobic coating efficient to reduce ice adhesion and accumulation on aluminum under offshore arctic conditions. *Ocean Engineering* [online]. 2017, 144, 135-141 [cit. 2020-11-24]. ISSN 00298018. Dostupné z: doi:10.1016/j.oceaneng.2017.08.022
- [10] GUERIN, Frederic, Caroline LAFORTE, Marie-Isabelle FARINAS a Jean PERRON. Analytical model based on experimental data of centrifuge ice adhesion tests with different substrates. *Cold Regions Science and Technology* [online]. 2016, 121, 93-99 [cit. 2020-12-01]. ISSN 0165232X. Dostupné z: doi:10.1016/j.coldregions.2015.10.011
- [11] CHAUDHURY, M. a K. KIM. Shear-induced adhesive failure of a rigid slab in contact with a thin confined film. *The European Physical Journal E* [online]. 2007, 23(2), 175-183 [cit. 2020-11-20]. ISSN 1292-8941. Dostupné z: doi:10.1140/epje/i2007-10171-x
- [12] WORK, Andrew a Yongsheng LIAN. A critical review of the measurement of ice adhesion to solid substrates. *Progress in Aerospace Sciences* [online]. 2018, 98, 1-26 [cit. 2020-11-23]. ISSN 03760421. Dostupné z: doi:10.1016/j.paerosci.2018.03.001
- [13] SUSOFF, Markus, Konstantin SIEGMANN, Cornelia PFAFFENROTH a Martina HIRAYAMA. Evaluation of icephobic coatings—Screening of different coatings and influence of roughness. *Applied Surface Science* [online]. 2013, 282, 870-879 [cit. 2020-11-09]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2013.06.073
- [14] MEULER, Adam, J. SMITH, Kripa VARANASI, Joseph MABRY, Gareth MCKINLEY a Robert COHEN. Relationships between Water Wettability and Ice Adhesion. *ACS Applied Materials & Interfaces* [online]. 2010, 2(11), 3100-3110 [cit. 2020-11-24]. ISSN 1944-8244. Dostupné z: doi:10.1021/am1006035
- [15] LAFORTE, C. *Icephobic material centrifuge adhesion test: Proceedings of the International Workshop on Atmospheric Icing of Structures (IWAIS XI)* [online]. Montréal, 2005 [cit. 2020-12-02].
- [16] KOIVULUOTO, Heli, Christian STENROOS a Riku RUOHOMAA. *Research on icing behavior and ice adhesion testing of icephobic surfaces* [online]. Modena ,Italy, 2015 [cit. 2020-12-02].

- [17] FORTIN, Guy, Arlene BEISSWENGER a Jean PERRON. Centrifuge Adhesion Test to Evaluate Icephobic Coatings. In: *AIAA Atmospheric and Space Environments Conference* [online]. Reston, Virigina: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2010, s. - [cit. 2020-12-03]. ISBN 978-1-62410-149-6. Dostupné z: doi:10.2514/6.2010-7837
- [18] HAKIMIAN, Alireza a Sina NAZIFI, K.L. MITTAL, C.-H. CHOI. *Ice Adhesion* [online]. Wiley, 2020 [cit. 2020-12-08]. ISBN 9781119640523. Dostupné z: doi:10.1002/9781119640523
- [19] IVANOV, Dragia a Stefan NIKOLOV. The anomalous thermal expansion of water. *Physics Education* [online]. 2020, 55(5) [cit. 2021-04-27]. ISSN 0031-9120. Dostupné z: doi:10.1088/1361-6552/ab9480
- [20] WANG, Pingsheng a Guoqing ZHOU. Frost-heaving pressure in geotechnical engineering materials during freezing process. *International Journal of Mining Science and Technology* [online]. 2018, 28(2), 287-296 [cit. 2021-04-27]. ISSN 20952686. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijmst.2017.06.003
- [21] KHARSEH, Mohamad. Utilize freezing water to generate energy. *SN Applied Sciences* [online]. 2019, 1(1) [cit. 2021-06-29]. ISSN 2523-3963. Dostupné z: doi:10.1007/s42452-018-0139-z
- [22] *EN AW 2007: Gleich Aluminium* [online]. [cit. 2021-06-30]. Dostupné z: https://gleich.de/files/en__aw__2007.cz.pdf