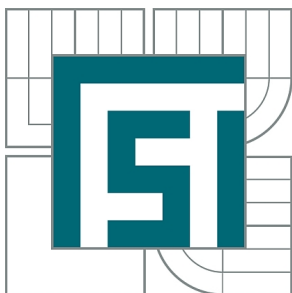


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

KERAMICKÉ TRANSPARENTNÍ MATERIÁLY ZPEVNĚNÉ VLÁKNY

TRANSPARENT FIBRE REINFORCED CERAMICS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

VÍT LÖVY

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. ZDENĚK CHLUP, Ph.D.

BRNO 2012

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2011/2012

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

student(ka): Vít Lövy

který/která studuje v **bakalářském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911R011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Keramické transparentní materiály zpevněné vlákny

v anglickém jazyce:

Transparent fibre reinforced ceramics

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Problematika transparentních materiálů použitelných v extrémních prostředích je klíčová v mnoha oborech (letectví a kosmonautika, energetika a pod.). Velmi silnou pozici mají materiály na bázi skel a keramik, které využívají zpevnění pomocí krátkých nebo dlouhých vláken. V současné době je věnováno značné úsilí k nalezení materiálů nepodléhajících degradaci při působení teploty, prostředí a radiace.

Cíle bakalářské práce:

Hlavním cílem práce je zmapovat současný stav v oblasti vývoje vláknových kompozitních materiálů se skelnou a keramickou maticí. Dále charakterizovat základní chování jednotlivých skupin kompozitů a posoudit jejich možnou aplikaci.

Seznam odborné literatury:

- [1] S. Zhandarov, E. Mader: Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters, Composites Science and Technology 65 (2005) 149–160
- [2] D. Koch et al.: Ceramic fiber composites: Experimental analysis and modeling of mechanical properties, Composites Science and Technology 68 (2008) 1165–1172
- [3] ČSN P CEN/TS 15880 Speciální technická keramika - Keramické kompozity - Stanovení styčného vlákno/matrix třecího smykového napětí při pokojové teplotě metodou vytlačování jednotlivého vlákna, 2009

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2011/2012.

V Brně, dne 22.3.2012

L.S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.
Děkan fakulty

Abstrakt

Tato bakalářská práce shrnuje možnosti zhouževnatění keramických materiálů zejména pomocí různých typů vláken a popisuje principy umožňující přípravu transparentních kompozitních materiálů zpevněných vlákny. V této práci je dále vysvětlena úloha rozhraní mezi vláknem a matricí. Dále jsou popsány metody umožňující zjištění charakteristik tohoto rozhraní. V experimentální části byla použita metoda vytlačování jednotlivých vláken a bylo stanoveno potřebné styčné smykového napětí vedoucí k dekohezi rozhraní a další vhodné charakteristiky pro kompozit s borosilikátovou matricí a SiC vlákny.

Abstract

This bachelor thesis summarizes possibilities of toughening of ceramic materials with various types of fibres and describes the basic principles for preparation of transparent fibre-reinforced composite materials. The role of fibre-matrix interface and the measurement methods enabling estimation of the interfacial strength and other characteristics are explained. The single fibre push-out test using a standard indentation technique was chosen for interfacial parameters determination of the composite consisting from a borosilicate matrix reinforced by SiC fibres in the practical part of this work.

Klíčová slova

Kompozity s keramickou matricí, transparentní kompozity, vlákna, zhouževnatění, metoda vytlačování jednotlivých vláken

Keywords

Ceramic matrix composites, transparent composites, fibres, toughening, single fibre pushout test

LÖVY, V. *Keramické transparentní materiály zpevněné vlákny*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 43 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně 24.5.2012

Vít Lövy

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Zdeňku Chlupovi Ph.D. za odbornou pomoc a velké množství věnovaného času. Dále skupině křehkého lomu při ÚFM AV ČR za poskytnutí zázemí. A v neposlední řadě celé mé rodině a přítelkyni Marušce za podporu během celého bakalářského studia.

Vít Lövy

Obsah

Abstrakt	4
1. Úvod	8
2. Cíle práce	9
3. Literární rešerše	10
3.1. Úvod do kompozitních materiálů a jejich rozdělení	10
3.1.1. Kompozity vyztužené částicemi	11
3.1.2. Vrstevnaté kompozity (lamináty)	11
3.1.3. Funkčně gradientní materiály	11
3.1.4. Kompozity zpevněné vlákny	11
3.1.5. Transparentní keramické materiály zpevněné vlákny	18
3.2. Typy vazby matrice-výztuž a jejich vliv na mechanismus porušování	22
3.3. Metody hodnocení vlastností vazby matrice-výztuž	23
3.3.1. Zkouška ohybem	23
3.3.2. Zkouška smykového napětí dle Iosipescu (Iosipescu shear test)	24
3.3.3. Metoda vytahování jednotlivých vláken	25
3.3.4. Zkoušky v tahu na minikompozitech	26
3.3.5. Metoda vytlačování jednotlivých vláken	27
3.3.6. Brazilská zkouška	29
4. Praktická část	30
4.1. Experimentální materiál	30
4.2. Příprava zkušebních vzorků	31
4.3. Vytlačování vláken	32
4.4. Pozorování vytlačeného vlákna	33
4.5. Vyhodnocení záznamů zatěžovacích křivek	34
4.6. Vyhodnocení 3D rekonstrukcí povrchu vzorku	36
4.7. Výsledky a diskuse	38
6. Literatura	41
7. Seznam zkratk a symbolů	43

1. Úvod

Kompozitní materiály nabývají na významu, protože se jedná o flexibilní materiály, u kterých je možné kombinovat vlastnosti jednotlivých složek k dosažení požadovaných vlastností. Jedná se o oblast, kde není vývoj zdaleka uzavřen a pokračuje stále dopředu.

Keramické materiály se obecně vyznačují vysokou pevností, tvrdostí a odolností za vysokých teplot. Ale na druhou stranu mají jednu velkou nevýhodu, a tou je křehké chování. Jedním z možných řešení je zhouževnatování pomocí vláken. Toto zhouževnatění má za následek celkové zvýšení lomové houževnosti a hlavně se jeho prostřednictvím zabrání náhlým lomům strojních součástí.

Keramické materiály zpevněné vlákny se mohou používat v mnoha aplikacích. Většinou se však jedná o aplikace, kde je vyžadována pevnost za vysokých teplot (letectví, kosmonautika, energetika aj.) Transparentní keramické materiály zpevněné vlákny lze používat na nejrůznější pancíře k ochraně sond apod.

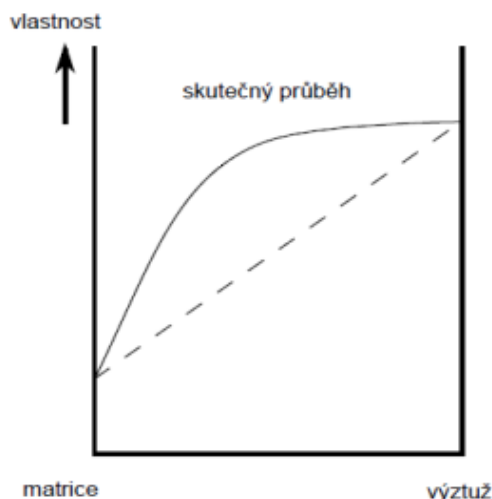
2. Cíle práce

Hlavním cílem práce je zmapovat současný stav v oblasti vývoje vláknových kompozitních materiálů se skelnou a keramickou maticí. Dále charakterizovat základní chování jednotlivých skupin kompozitů a posoudit jejich možnou aplikaci. Popsat metody přípravy transparentních materiálů vyztužených vlákny pro opto-mechanické aplikace. Popsat vliv rozhraní a postupy jeho charakterizace. Cílem praktické části bude nalézt vhodnou metodu a ověřit její možnosti pro získání charakteristik vlastností rozhraní u vláknových kompozitů pro moderní numerické simulace.

3. Literární rešerše

3.1. Úvod do kompozitních materiálů a jejich rozdělení

Kompozitní materiály se skládají ze dvou složek: matrice a výztuže. Matrice je spojitá a slouží jako pojivo a přenáší zatížení na výztuž, výztuž je naopak hlavní nositelkou zatížení a její výběr závisí na požadovaných vlastnostech. Dohromady se tyto dvě složky vyznačují odlišnými vlastnostmi, než složky dílčí. Tento jev je označován jako synergismus (obr. 3.1.).



Obr. 3.1. Synergické chování složek kompozitních materiálů [1]

Kompozity lze rozdělit mnoha způsoby, poněvadž se jedná o velice rozsáhlou skupinu materiálů. Časté je rozdělení podle materiálu matrice, či výztuže. Konvenční je rozdělení podle druhu matrice (tj. materiálové skupiny) na kompozity s maticí keramickou (vyznačující se vysokou pevností, otěruvzdorností a žáruvzdorností), kovovou (zaručující pevnost a houževnatost) a polymerní (poskytující dostatečnou houževnatost a korozivzdornost). Moderní kompozitní materiály pro hi-tech aplikace se však začínají občas vymykat a toto rozdělení je nedostačující.[1,2]

Dále budou uvažovány pouze kompozity s keramickou maticí (CMC – Ceramic Matrix Composite) a jejich rozdělení podle geometrického tvaru výztuže:

- Kompozity částicové
- Vrstevnaté kompozitní materiály
- FGM (Funkčně gradientní materiály)
- Kompozity zpevněné vlákny

3.1.1. Kompozity vyztužené částicemi

Výztuž je nejčastěji sférického, či vločkovitého tvaru. Částice se rozlišují na velké (od cca 0,1 mm výše) a malé (10-100 nm).

Velké částice jsou zpravidla pevnější, než matrice a absorbují napětí přenášené z matrice. Zpevnění záleží na interakci mezi maticí a danou částicí. Pro efektivní dosažení požadovaných vlastností je nutné, aby částice byly pravidelně distribuovány v maticí a neměly by být ani příliš velké. Výsledné mechanické vlastnosti poté závisí i na objemovém podílu obou složek a obecně se dá říci, že se zlepšují s vyšším obsahem částic.

Malé (disperzní) částice slouží k blokování růstu zrn v maticí, která pojme zatížení, díky tomuto jevu roste pevnost materiálu a díky jemnozrnnější struktuře i houževnatost. K interakci výztuž-matrice dochází na molekulární úrovni.

3.1.2. Vrstevnaté kompozity (lamináty)

Skládají se z různých spojitých vrstev dvou a více různých materiálů. Tyto materiály mají v daném celku jinou funkci a význam.

Jako u jiných kompozitů, tak i u laminátů se celkové mechanické vlastnosti odvíjejí od povahy rozhraní mezi jednotlivými složkami. Při silné vazbě mezi vrstvami může vzniknout zbytkové napětí, což má za následek vyšší mechanické vlastnosti jako je pevnost, houževnatost apod. Naopak pokud je vazba slabší, tak i mechanické vlastnosti jsou nižší, ale nedochází k náhlé ztrátě funkce tělesa (brzdění trhliny na rozhraní vrstev vlivem delaminace). [3]

3.1.3. Funkčně gradientní materiály

Jedná se o materiály, které se vyznačují postupnou změnou fázového, nebo chemického složení mezi svými složkami. Nenachází se zde tedy ostré rozhraní, jako u ostatních kompozitních materiálů.

Potenciál využití těchto typů materiálů je ve vesmírné technice, ve vysoce výkonných motorech (např. hlavy pístů) a ve všech aplikacích, ve kterých je potřeba vysokoteplotní odolnost a zároveň pevnost. Nelze opomenout ani možné využití v medicíně. Větší rozmach funkčně gradientních materiálů je zatím limitován vysokou cenou výroby.

3.1.4. Kompozity zpevněné vlákny

Nejčastěji jsou výztuže kompozitních materiálů právě ve tvaru vláken, protože vykazují lepší pevnostní charakteristiky, než v jiných formách. Jednou z výhod je možnost orientace vláken ve směru zatížení: jednosměrná vlákna, 2D tkaniny, 3D tkaniny

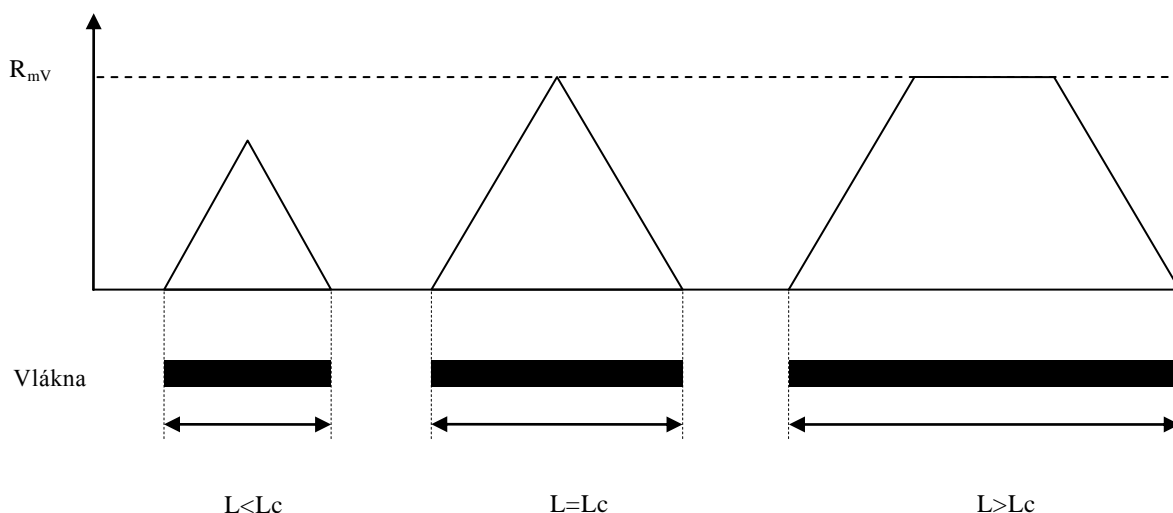
Pro pokročilé kompozitní materiály se v praxi využívají uměle vyrobené výztuže, protože lze dosahovat lepších mechanických vlastností než u vláken přírodního původu. Původně byla v kompozitech nejčastěji využívána skleněná vlákna. Mezi vlákna s dobrou

houževnatostí a pevností patří borová a uhlíková vlákna. K dalšímu vývoji keramických vláken dopomohlo zvládnutí pyrolýzy organických materiálů[4].

Obecně lze vlákna rozdělit na vlákna dlouhá a vlákna krátká.

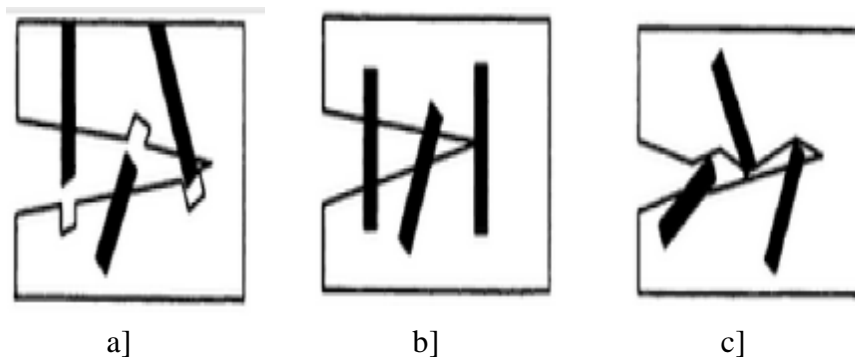
U vláken krátkých je důležitá volba správné délky. Napětí z matrice je na vlákno přenášeno v podobě smykového napětí τ . Toto napětí se přenesením na vlákno změní na tahové napětí, které se od okrajů směrem ke středu zmenšuje. Při určité vzdálenosti od konce vlákna se hodnota tahového napětí, které je vyvozené napětím smykovým, ustálí a je konstantní (obr. 3.2.). Krátké vlákno je v kompozitním materiálu ideálně využito, pokud tahové napětí dosáhne meze pevnosti R_{mV} , této podmínky lze dosáhnout jen u vláken s nadkritickou velikostí. Hodnota kritické délky vlákna L_c vychází z rovnováhy mezi působící tahovou silou ve středu vlákna o průměru d a silou potřebnou na jeho porušení (rovnice 3.1).[5]

$$L_c = \frac{R_{mV}}{2\tau} d \quad (3.1)$$



Obr. 3.2. Schéma rozložení tahového napětí ve vláknech různé délky

K disipaci energie při šíření trhliny, a tím k celkovému zhouževnatění, obecně přispívá několik mechanismů. Mezi tyto mechanismy se řadí vytahování vláken tzv. „pull-out“ efekt, přemostění trhliny, odklon trhliny (obr. 3.3). Mezi mechanismy zhouževnatění lze zařadit i zhouževnatění pomocí fázové transformace a zhouževnatění mikrotrhlinami.[3,4]



Obr 3.3. Schéma zhouževnat'ujících mechanismů [4] a) mechanismus vytahování vláken b) přemost'ování vláken c) odklon trhliny

Skleněná vlákna

Skleněná vlákna jsou nejčastěji využívaným typem vláknových výztuží do kompozitních materiálů a to především pro svou nízkou cenu při poskytnutí dobrých vlastností. Skleněná vlákna jsou tvořena převážně oxidem křemičitým (tab. 3.1.) a na trhu jsou dostupná ve všech různých formách, jako krátká tzv. nasekaná vlákna, která jsou v kompozitu náhodně orientována, až po dlouhá jednosměrně orientovaná vlákna.[6]

Rozlišujeme tři nejčastější typy skleněných vláken: E-glass, C-glass a S-glass (v Evropě někdy označováno jako R-glass), vlastnosti těchto vláken jsou uvedeny v tab. 3.1. E značí elektrický, protože E-glass je dobrý elektrický izolátor. C vyjadřuje dobrou odolnost proti korozi (angl. corrosion) a nakonec S jako silica (SiO_2), což vyjadřuje vyšší obsah tohoto oxidu. Tato skutečnost se projevuje zvýšenou odolností vůči vysokým teplotám. [4,6]

Tabulka 3.1. Přibližné chemické složení uvedených vláken a jejich vlastnosti [7]

Složka [%]	E glass	C glass	S glass
SiO ₂	52-56	64-68	55-60
Al ₂ O ₃	12-16	3-5	23-28
CaO	16-25	11-15	8-15
MgO	0-5	2-4	4-7
Na ₂ O+K ₂ O	0-2	0-4	0-1
B ₂ O ₃	5-10	21-24	-
Mechanické vlastnosti			
Hustota [g.cm ⁻³]	2,58	2,52	2,54
Mez pevnosti [MPa]	3445	3310	4135
Modul pružnosti [GPa]	72,3	68,9	85,5

Použití skleněných vláken v kompozitech s keramickou maticí lze rozdělit do dvou kategorií a to pro letectví a kosmonautiku a pro ostatní aplikace. V první kategorii nachází uplatnění díky poměru nízké hustoty k vysoké pevnosti. Konkrétně se používají jako turbínové lopatky či tepelná ochrana raketoplánů. V druhé kategorii jsou tyto typy kompozitních materiálů ceněny díky výbornému poměru pevnost/cena. Jejich využití je velice široké, od závodních brzdných destiček, až po trubky ve výměnících tepla v energetice. [8]

Uhlíková vlákna

Uhlík se vyskytuje v mnoha různých formách a to např. ve formě grafitu, diamantu, fullerenu apod. Používají se zejména vlákna grafitická. Uhlík se v grafitové struktuře ukládá v hexagonálních rovinách (vazby kovalentní a kovové) mezi těmito rovinami pak působí pouze Van der Waalovy síly. Tato struktura způsobuje silně anizotropní chování grafitu.

Grafit má široké spektrum využití, ať už díky dobré vodivosti tepla a elektrického proudu či díky svým lubrikačním vlastnostem.[9]

Výroba grafitových vláken se skládá ze čtyř až pěti fází: zvláknění, stabilizace, karbonizace, grafitizace a popř. následné povrchové úpravy. Jedná se vždy o vysokoteplotní zpracování organického materiálu. Jako prekurzor (výchozí surovina) pro výrobu uhlíkových vláken se využívá v nejvyšší míře polyakrylonitril (PAN), dalším a dnes už méně využívaným prekurzorem je celulóza, u níž je hlavní nevýhodou malá výtěžnost (cca 25%). Naopak na vzestupu je získávání grafitových vláken z uhelných a ropných smol. Tato metoda výroby je perspektivní hlavně díky nižším nákladům na výrobu tzn. méně než 12 \$/kg.[4,10]

Jak již bylo řečeno grafit je anizotropní materiál, a proto je potřeba zajistit správnou orientaci hexagonálních vrstev ve vláknech a to konkrétně rovnoběžně s působícím zatížením. Grafitová vlákna jsou tepelně a elektricky vodivá, na rozdíl od keramických a polymerních matic, ve kterých se také vyskytují, a tak zvyšují i celkové vodivostní vlastnosti v kompozitu. Další faktem je, že tato vlákna mají téměř nulovou teplotní roztažnost.[4,9]

Uhlíková vlákna díky svým vlastnostem (tab. 3.2.) nacházejí uplatnění v leteckém průmyslu a kosmonautice v podobě tlakových nádob na palivo, konstrukčních prvků draků letadel, radarové techniky apod. Uhlíková vlákna odolávají působení slané vody a tak se využívají v lodní dopravě jako nejrůznější výztuhy. V automobilovém průmyslu se používají kompozity uhlík/uhlík na výrobu brzdných destiček. Dalším zajímavým uplatněním těchto vláken je lékařství díky biokompatibilitě s lidskou tkání.[11]

Tabulka 3.2. Srovnání vlastností různých uhlíkových vláken [4]

Prekurzor	Hustota [g cm ⁻³]	Modul pružnosti [GPa]	Elektrická rezistivita [10 ⁻⁴ Ω cm]
Rayon	1,66	390	10
PAN	1,74	230	18
Kureha (vysokoteplotní zpracování)	1,6	41	100
Kureha (nízkoteplotní zpracování)	1,6	41	50
Monokrystal grafitu	2,25	1000	0,4

Keramická vlákna

Keramická vlákna spojují atraktivní vlastnosti: vysokou pevnost, odolnost za vysokých teplot a nezávadnost pro životní prostředí. Tyto vlastnosti je přímo předurčují pro použití jako výztuže v kompozitních materiálech pro vysokoteplotní aplikace.

Keramická vlákna lze vyrábět několika způsoby: povlakováním chemickými výpary, pyrolýzou polymerů a v průmyslu nejpoužívanější metodou sol-gel. [4]

Keramická vlákna, respektive keramiku obecně dělíme na oxidickou a neoxidickou.

Oxidická vlákna

Nejčastěji používanými oxidickými vlákny jsou vlákna na bázi Al₂O₃. Oxid hlinitý se vyskytuje v několika alotropních formách δ, γ, η a α. Nejstabilnější forma je α-Al₂O₃. Tyto vlákna se připravují nejčastěji metodou sol-gel. Některá vlákna na bázi α-Al₂O₃ se označují obchodním názvem Nextel. Nextelová vlákna jsou vyráběna v několika podobách (tab. 3.3.). Dostupné jsou i další typy vláken na bázi Al₂O₃, nebo na bázi Al₂O₃- SiO₂. Další variantou průmyslově využívaných vláken jsou vlákna na základě δ-Al₂O₃. U takovýchto vláken lze dosahovat průměru vláken okolo 3 μm při zachování porozity okolo 5%. Další možností, technologicky náročnou, je přípravování monokrystalických vláken Al₂O₃, Y₂O₃, MgAl₂O₄ a Na₂O. [4]

U kompozitních materiálů Al₂O₃/ Al₂O₃ je problém silné vazby rozhraní vlákno-matrice, což způsobuje celkovou křehkost materiálu. K vyřešení vysoké chemické interakce vlákno-matrice a vytvoření méně pevného rozhraní se využívá povlakování vláken. Oxidy jako SnO₂, LaPO₄, ZrO₂, či BaZrO₃ jsou chemicky inertní za zvýšených teplot s ohledem jak k vláknu, tak i k matici, a proto jsou pro tuto aplikaci vhodné. [12]

Tabulka 3.3. Složení a vlastnosti Nextelových vláken [4]

Typ	Složení [hm%]	Hustota [gcm ⁻³]	Mez pevnosti [MPa]	Modul pružnosti [GPa]
Nextel 312	Al ₂ O ₃ -62; SiO ₂ -24; B ₂ O ₃ -14	2,7	1700	152
Nexel 440	Al ₂ O ₃ -70; SiO ₂ -28; B ₂ O ₃ -2	3,05	2000	186
Nextel 550	Al ₂ O ₃ -73; SiO ₂ -27	3,03	2000	193
Nextel 610	Al ₂ O ₃ -99; SiO ₂ -0,2-0,3; Fe ₂ O ₃ -0,4-0,7	3,75	1900	370
Nextel 720	Al ₂ O ₃ -85; SiO ₂ -15	3,4	2130	260

Neoxidická vlákna

Do této skupiny spadají vlákna připravená převážně na bázi karbidické a nitridické keramiky. Tato keramická vlákna se vyznačují hlavně vysokou pevností. (tab. 3.4.)

SiC vlákna zaznamenala největší vývoj ze všech keramických vláken na konci minulého století a tento trend pokračoval i do století následujícího. Tyto vlákna lze vyrábět konvenčními, nebo nekonvenčními metodami. Mezi metody konvenční spadá chemická depozice z plynné fáze (CVD) a do skupiny následující lze zařadit kontrolovanou pyrolýzu z polymerních prekurzorů. Mezi nejznámější průmyslově vyráběné SiC vlákna patří Nicalon. Toto vlákno bylo vyvinuto japonskou firmou Nippon Carbon Co., Ltd. Nicalon je možné využít pro zpevnění keramických, kovových a polymerních matric. S vývojem tohoto vlákna se dospělo k modifikaci Hi-Nicalon a Hi-Nicalon typ S, tyto dva typy vláken se výborně hodí k výrobě kompozitů s keramickou maticí pro použití za vysokých teplot.[4,13]

Ke zlepšení mechanických vlastností je vhodné použít povrchové úpravy – povlakování, výrobce doporučuje povlakování nitridem bóru.[13] Dalšími možnostmi povlakování k vylepšení vlastností rozhraní u kompozitů s keramickou maticí je povlakování pomocí Al₂O₃, u kompozitů na bázi titanu se používá často povlakování duplexními fázemi na Cu/Ta, Cu/Mo a Cu/W. Tyto kompozitní materiály se používají především v pokročilém leteckém průmyslu.

Dalším vláknem na bázi SiC je Tyranno nabízené firmou UBE Industries. Toto vlákno je složeno z Si, Ti (nebo Zr), C a O (tab 3.4.).

Existuje celá řada neoxidických vláken a nejčastěji obsahují křemík. Mezi příklady můžeme uvést Si-C-N, Si-B-C-N, SiBN₃C, či Si₃N₄. Tato vlákna mají podobné a v některých směrech i lepší vlastnosti např. lepší odolnost proti oxidaci za vyšších teplot, či delší čas do lomu. Obecně se však hodí pro vysokoteplotní aplikace dle potřeby.

Tabulka 3.4. Vlastnosti některých neoxidických vláken [13,14]

	Hustota [gm^{-3}]	Mez pevnosti [MPa]	Modul pružnosti [GPa]
Hi-Nicalon	2,74	2800	270
Tyranno-SA	3,10	2800	380

Vlákna na bázi bóru

Vlákna na bázi bóru se komerčně vyrábějí pomocí chemické depozice z plynné fáze (CVD). Výroba spočívá v redukcí borového halogenidu, jehož páry kondenzují nejčastěji na wolframový drát. Z tohoto vyplývá, že vlákna sama o sobě jsou kompozitními materiály.[4]

Struktura vláken záleží na podmínkách výroby. Při teplotách CVD lze pozorovat v β -romboedrické mřížce, při teplotách nižších nejčastěji krystalizuje v α -romboedrické mřížce. Pokud se borová vlákna připravují na wolframový drát obsahují posléze sloučeniny boru a wolframu jako WB_4 a W_2B_5 . [4]

Bor se řadí mezi křehké materiály, jeho obrovskou předností je vysoká pevnost v tahu u průmyslově vyráběných vláken se dosahuje pevnosti 3-4 GPa, při Youngově modulu pružnosti 380-400 GPa. Po pečlivém opracování povrchu a skoro dokonalé výrobě lze dosáhnout pevnosti v ohybu až 14 GPa. Díky těmto vysokým pevnostem jsou tato vlákna používána ve stíhacích letounech a ve vesmírných modulech. [4]

Whiskery

Whiskery jsou krátká monokrystalická vlákna dosahující extrémně vysokých pevností, blížících se teoretickým hodnotám. Toto nastává díky absenci hranic zrn a dislokací. Whiskery se mohou vyrábět z SiC, MgO apod. U whiskerů z SiC mohou hodnoty meze pevnosti dosahovat až 24 GPa. [4].

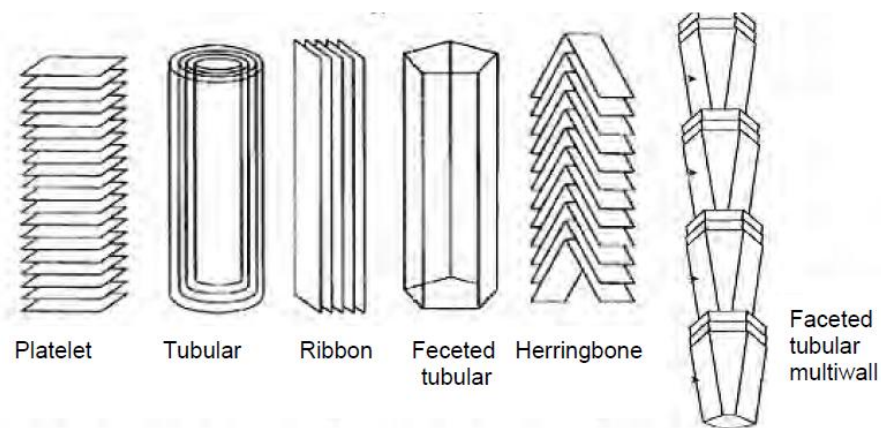
Velké uplatnění nacházejí whiskery například v keramické matici na bázi Si_3N_4 . Ke zpevnování takovýchto matic se využívá whiskerů na bázi SiC a Si_3N_4 . Uplatňují se například ve vysokoteplotních spalovacích turbínách a vyrábějí se z nich také řezné nástroje.[8]

Nanovlákna

Jedná se o vlákna, která mají průměr maximálně 100 nanometrů. Používají se nanovlákna a nanotrubičky různých struktur (obr. 3.4.).

Uhlíková nanovlákna a nanotrubičky byly vyvinuty s cílem vylepšit mechanické, elektrické a magnetické vlastnosti. Tyto typy vláken se zdají jako ideální výztuže díky malé velikosti, nízké hustotě, elektrické a teplotní vodivosti[15].

Tato vlákna lze používat ke zlepšení vlastností v mnoha druzích keramických materiálů jako Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 či Si_3N_4 .



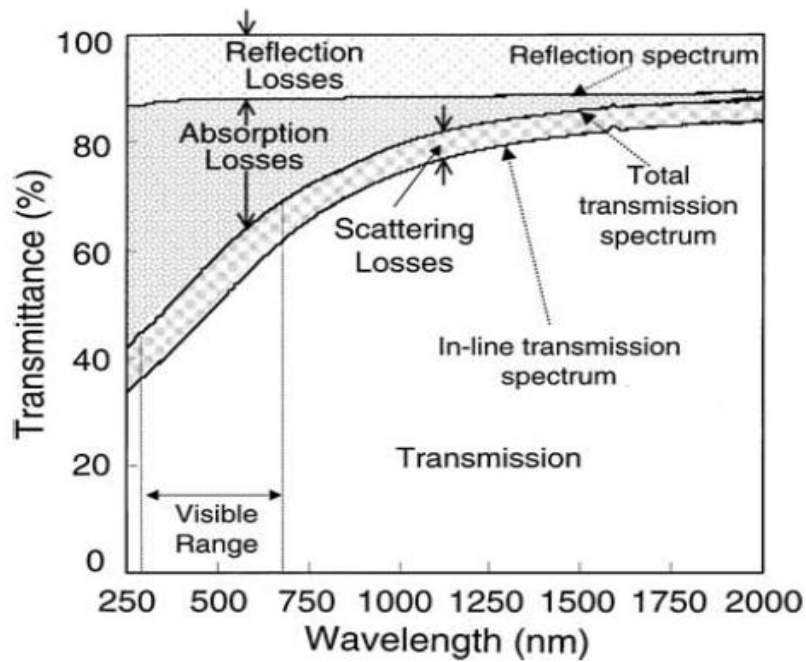
Obr. 3.4. Typické struktury uhlíkových nanovláken[15]

3.1.5. Transparentní keramické materiály zpevněné vlákny

Některé keramické materiály mají schopnost propouštět různé typy záření. Pro tyto keramické materiály, jako pro všechny ostatní keramiky, platí, že jsou náchylné ke křehkému chování. Kladení důrazu na zlepšení mechanických vlastností při zachování transparentnosti dalo vzniknout skupině optomechanických kompozitů. Hlavní problém těchto kompozitů v dosažení kvalitních optických a mechanických vlastností zároveň je rozhraní. Rozhraní tvoří v kompozitních materiálech poměrně velkou část objemu. Na těchto místech dochází k rozptylu záření. Proto je důležité zajistit, aby byl index lomu na rozhraní co nejnižší. Avšak těchto podmínek je složité dosáhnout kvůli omezenému výběru dostupných materiálů splňujících potřebné fyzikální vlastnosti k dosažení potřebného rozhraní s dobrými optomechanickými vlastnostmi.[16]. Lze tedy předpokládat, že se zvyšujícím se množstvím vláken a s jejich klesající vzdáleností se zhoršují i výsledné optické vlastnosti. Transparentní keramické materiály zpevněné vlákny mohou být řešeny více způsoby. Mohou být použita transparentní vlákna nebo se může využít tzv. „window” efektu.

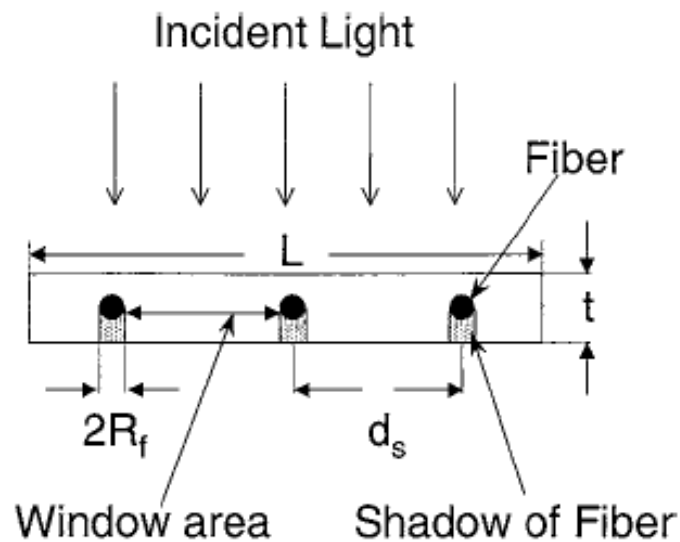
U „window” efektu” je keramika zpevněna menším množstvím kontinuálních dlouhých vláken, čímž se omezí rozptyl světla na rozhraních, kterých je u těchto kompozitů méně. „Window” efekt lze použít např. u transparentní keramické matrice $MgAl_2O_4$ zpevněné SiC vlákny. V tomto případě byla použita vlákna o průměru 140 μm , a byla od sebe rozmístěna ve vzdálenostech 1 mm, 2 mm a 4 mm. Houževnatost stoupla pouze o nepatrnou hodnotu, zatímco propustnost viditelného světla se pohybuje v rozmezí 25-50%. Největší výhodou tohoto řešení je to, že dochází ke zbrzdění šíření trhlin, a tak i k viditelnému varování před konečným porušením součásti (obr. 3.5. až 3.7.).[17]

Prozáření materiálem není nikdy stoprocentní, v materiálu dochází totiž k absorpci, rozptylu a odrazu záření. (obr. 3.5.). Netransparentní vlákna navíc vrhají stín, což přispívá k dalším ztrátám záření při průchodu kompozitním materiálem (obr. 3.6.). Jak již bylo řečeno celkové množství prozářeného záření určuje i počet a rozmístění vláken v kompozitu, kdy s větším množstvím vláken klesá i množství prošlého záření (obr. 3.7.).



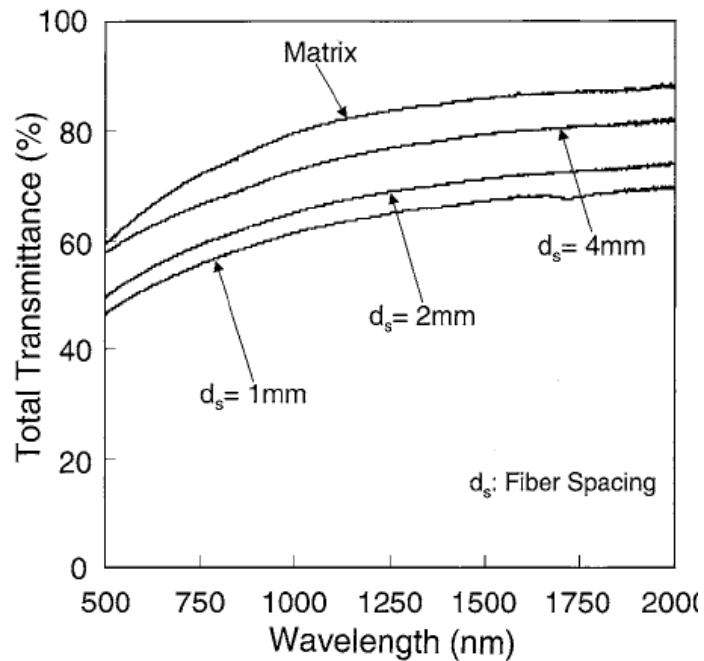
Obr. 3.5. Znáznornění ztrát záření v Al_2O_3 bez výztuže.[17]

Transmittance - transparentnost (přechod záření), wavelength - vlnová délka, absorption losses - absorbní ztráty, reflection losses – ztráty odrazové, scattering losses - rozptylové ztráty, Total transmission spectrum - celkové prošlé spektrum, In-line transmission spectrum - prošlé spektrum bez rozptýlení, Visible range - viditelná vlnová délka



Obr. 3.6. Popis mechanismu průchodu světla kompozitem s „window efektem“.[17]

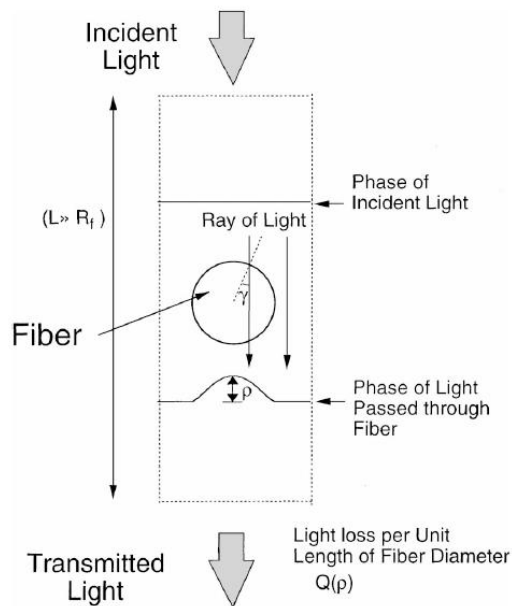
Incident light - dopadající světlo, fiber - vlákno, window area - oblast bez vláken, R_f - poloměr vlákna, d_s - vzdálenost mezi vlákny, t - tloušťka materiálu



Obr. 3.7. Závislost průchodnosti záření na vlnové délce nezpevněného a různě zpevněného Al_2O_3 [17]

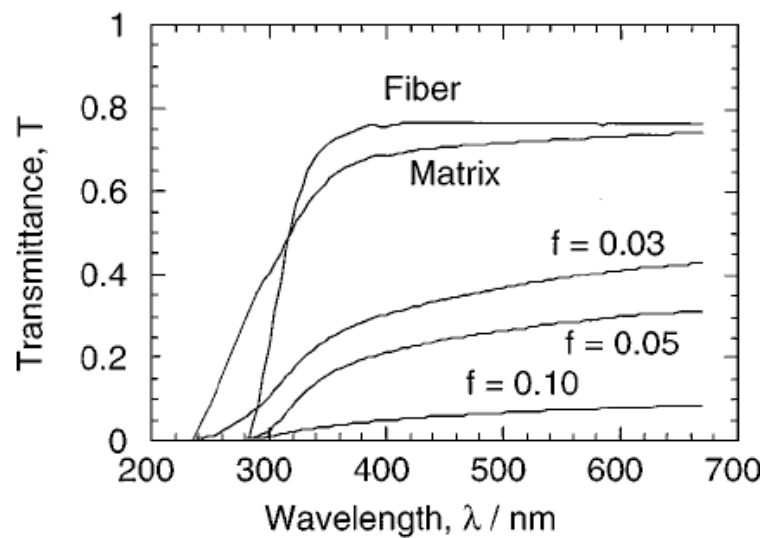
Total transmittance - celkový průchod záření, wavelength - vlnová délka, matrix - matrice, fiber spacing - vzdálenost mezi vlákny

Další možností zhouževňování transparentní keramiky je použití transparentních vláken, kdy vlákno nepohlí všechno procházející záření (obr. 3.8.). Může být použito mnohonásobně více vláken, než u metody předchozí, což logicky vede k lepším mechanickým vlastnostem. Jako příklad lze uvést kompozit se skelnou maticí vyztužený vláknem SiCaAlON . Vlákná mají průměr $20\ \mu\text{m}$ a jsou v kompozitech zastoupena z 3%, 5% a 10% (obr. 3.9.).[18] Opět platí, že se vzrůstajícím množstvím vláken klesá množství prostoupeného záření.



Obr. 3.8. Schéma průchodu záření přes vlákno [18]

Incident light – vstupující světlo, phase of incident light – fáze vstupujícího světla, ray of light – paprsek světla, phase of light passed through fiber – fáze světla vystupujícího z vlákna, transmitted light – prosvícené světlo, light loss per unit length of fiber diameter – ztráta světla na jednotku délky vlákna



Obr. 3.9. Závislost transmise záření na vlnové délce pro zkoumané kompozity, vlákno a matici [18]

Transmittance – prošlé záření, wavelength – vlnová délka, fiber – vlákno, matrix – matrice, f – podíl vláken v kompozitu

3.2. Typy vazby matrice-výztuž a jejich vliv na mechanismus porušování

Mezi matricí a výztuží se nachází styčná plocha, která se nazývá rozhraní. Povaha rozhraní definuje soudržnost výztuže a matrice. Pochopení principů a zákonitostí rozhraní je klíčová oblast ve vývoji kompozitních materiálů. Jednoznačné popsání rozhraní je značně komplikovaná záležitost, protože rozhraní je ukryto uvnitř kompozitu.

Rozhraní je klíčová oblast pro výsledné chování všech heterogenních systémů, a tedy i kompozitních materiálů. Rozhraní přenáší zatížení z matrice na výztuž, a proto je zodpovědné za zhouževnařující efekt.

Rozhraní z molekulárního hlediska je studováno chemií a molekulární fyzikou, zvažují se aspekty jako povaha a hustota vazeb, rozmístění jejich energie apod. Základní poznatky vztahující se k povrchové energii nabízí termodynamika. Z pohledu inženýrského je nejdůležitější účinnost přenosu napětí z matrice na výztuž. Toto bývá zkoumáno především v souvislosti s porušováním rozhraní a šíření trhlin. [19]

Na rozhraní rozlišujeme mechanické, fyzikální a chemické vazby. [4]

Mechanická vazba

Jakékoliv smrštění matrice na vlákno má za následek tření styčných ploch. Jako příklad lze uvést smršťování z vysokých teplot, kdy se matrice smrští výrazněji, než vlákno. Toto povede ke vzniku vazby mezi vláknem a matricí i za absence jakýchkoliv chemických sil. Obecně lze však říci, že chemická vazba je v porovnání s vazbou mechanickou vždy silnější. Další faktor, na kterém je závislá síla mechanické vazby je drsnost povrchu matrice a vlákna. Radiální třecí napětí σ_r lze vypočítat z rovnice 3.2, kde τ je smykové napětí rozhraní a μ je koeficient tření, jehož hodnota se většinou pohybuje v rozmezí 0,1 a 0,6.[4]

$$\tau = \mu \sigma_r \quad (3.2)$$

Chemická vazba

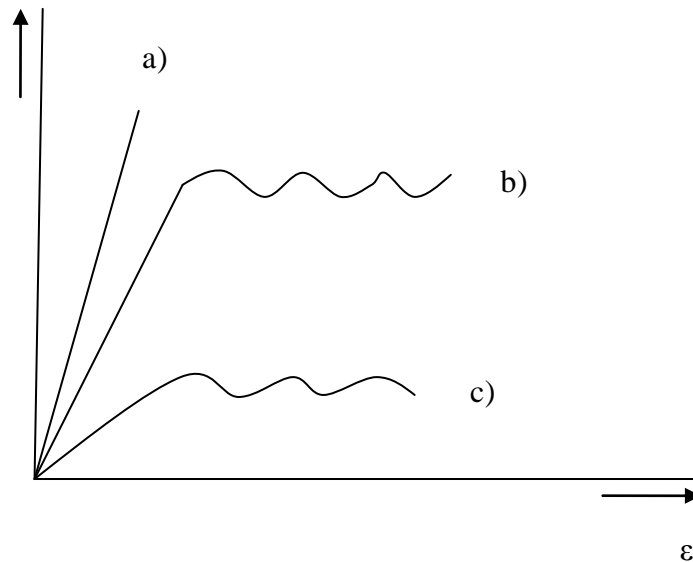
Na rozhraní se mohou vyskytovat všechny typy chemických vazeb: kovalentní, iontová i kovová vazba. Jejich energie se pohybuje v rozmezí mezi 40-400 kJ/mol.

Fyzikální vazba

Nejedná se o nic jiného než o vazby Van der Waalsovými silami. Fyzikální síly mají energii okolo 8-16 kJ/mol.

Pro výsledné chování kompozitu je důležité zajistit správnou vazebnou sílu rozhraní, aby mohly fungovat zhouževnařující mechanismy, které byly popsány výše. Vazba na rozhraní nesmí být příliš silná, ani příliš slabá. Pokud je vazba mezi matricí a vláknem příliš silná dochází k přenosu napětí z matrice na vlákna bez jakékoliv disipace energie na rozhraní, a tedy i k šíření trhliny, aniž by byla brzděna. V důsledku silné vazby rozhraní dochází ke křehkému chování kompozitů a tedy i ke katastrofickým lomům. Pokud je vazba mezi vláknem a matricí malá, dochází k výraznému snížení mechanických vlastností kompozitu. Proto se hledá optimální pevnost rozhraní, které

by vedlo ke kompromisu mezi vysokou pevností spojenou s náhlým porušením a nízkou pevností (Obr. 3.10).



Obr. 3.10. Schéma chování kompozitů při různě silné vazbě rozhraní vlákno - matrice
 a) Příliš silná vazba rozhraní b) optimální chování c) nízká pevnost rozhraní

3.3. Metody hodnocení vlastností vazby matrice-výztuž

K testování vazebné síly mezi matricí a vláknem se používá několik metod, které je nutné provádět precizně, aby nedošlo k ovlivnění jinými faktory.

3.3.1. Zkouška ohybem

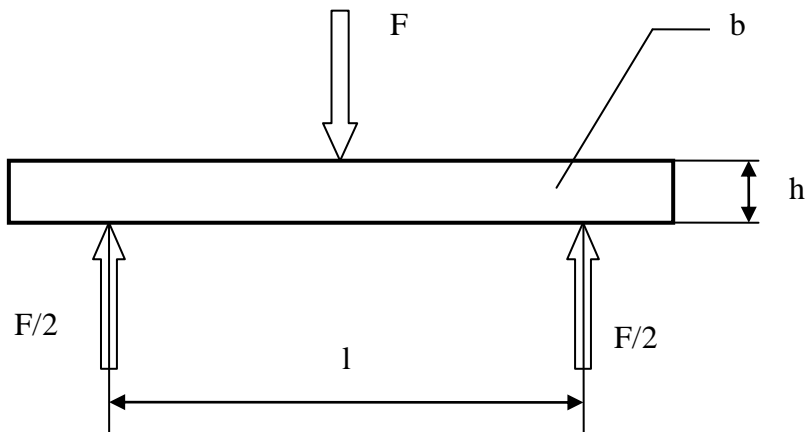
Zkouška ohybem je asi nejjednodušší metoda, ke zjištění velikosti vazebné síly na rozhraní matrice – vlákno. Na druhou stranu je třeba podotknout, že je velice obtížné získat přesné kvantitativní výsledky, kvůli zajištění správného smykového namáhání a poškození podél rozhraní. Po aplikaci těchto zkoušek, lze použít rovnice pro tříbodový (rovnice 3.3) a čtyřbodový ohyb (rovnice 3.4).[4]

$$\sigma_{f,m} = \frac{3F_m l}{2bh^2} \quad (3.3)$$

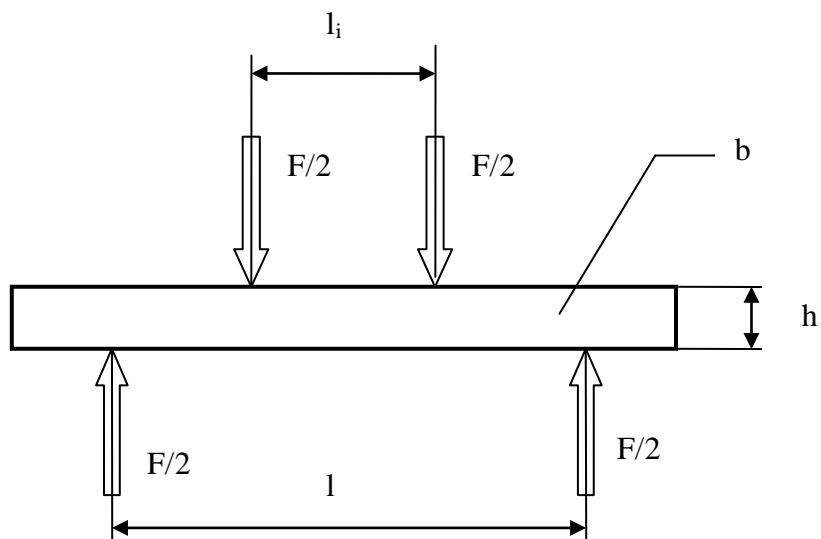
$$\sigma_{f,m} = \frac{3F_m(l - l_i)}{2bh^2} \quad (3.4)$$

kde $\sigma_{f,m}$ značí ohybové napětí, F_m maximální ohybovou sílu, l vzdálenost mezi vnějšími podporami, l_i vzdálenost mezi vnitřními body zatížení u čtyřbodového ohybu, h výšku

vzorku a b tloušťku vzorku. Schéma pro tříbodový a čtyřbodový ohyb viz obr. 3.11. a 3.12.



Obr. 3.11. Schéma zkoušky tříbodovým ohybem



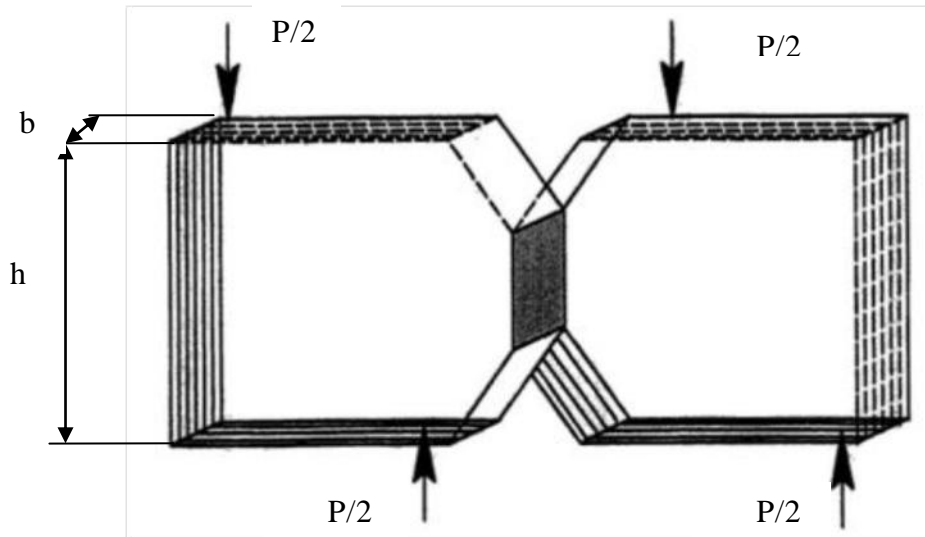
Obr. 3.12. Schéma zkoušky čtyřbodovým ohybem

3.3.2. Zkouška smykového napětí dle Iosipesca (Iosipescu shear test)

Jedná se o modifikovanou podobu čtyřbodového ohybu, vymyšlenou pro měření smykové pevnosti rozhraní. V tomto testu je použit vzorek se dvěma protilehlými V vruby (obr. 3.13.). Průměrné smykové napětí na rozhraní se počítá z rovnice (rovnice 3.5). P označuje celkové zatížení, τ smykové napětí na rozhraní, b tloušťku a h výšku zkušební tělesa.[4]

$$\tau = \frac{P}{bh} \quad (3.5)$$

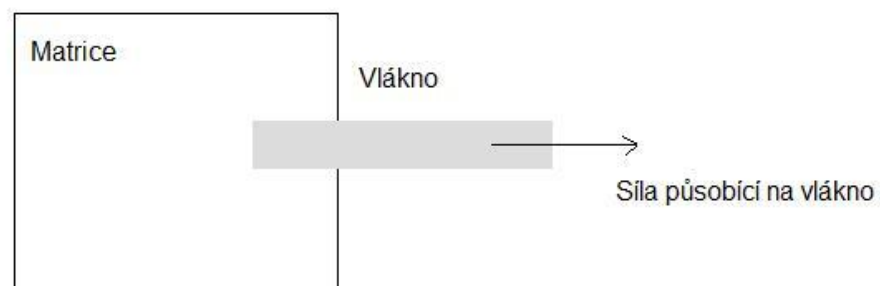
Hlavní výhodou tohoto testu je získání rozsáhlejší oblasti působení smykového napětí, než u podobných testů.



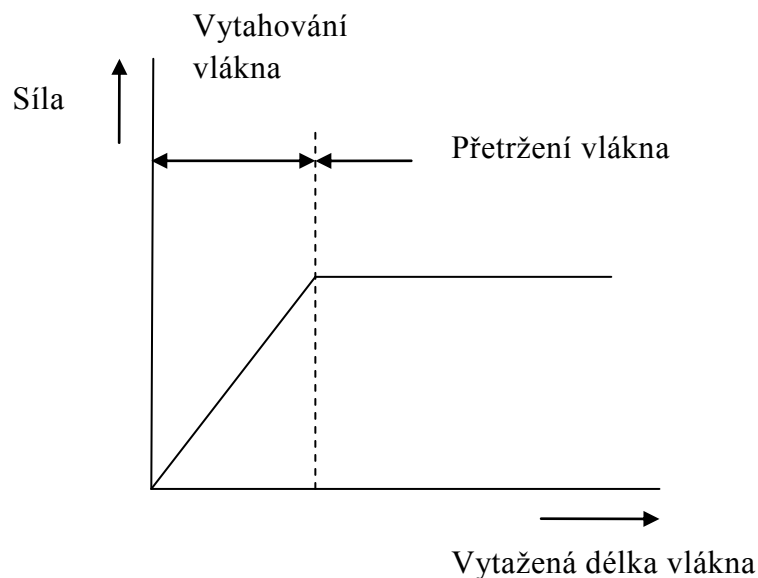
Obrázek 3.13. Schéma vzorku a jeho zatížení - Iosipescu test [4]

3.3.3. Metoda vytahování jednotlivých vláken

Anglicky “single fiber pullout test”. V podstatě jde o vytahování vlákna z matrice (obr. 3.14.) a měření síly, která je k tomu zapotřebí. Vlákna jsou uchycena ve speciálním zařízení a zatížena tahovým napětím, zatímco matrice je držena na místě. Výstupem z této zkoušky je závislost vytažení na použité síle (obr. 3.15.). [20]



Obr. 3.14. Schéma metody vytahování jednotlivých vláken



Obr. 3.15. Schéma zatěžovací křivky při vytahování vlákna

Smykovou pevnost rozhraní τ lze spočítat z jednoduché rovnice (rovnice 3.6), kde r je poloměr vlákna, σ napětí ve vláknu a L délka vlákna.

$$\tau = \frac{\sigma r}{2L} \quad (3.6)$$

Tato zkouška byla původně hojně využívána u kompozitů s polymerní matricí, ale později se začala využívat i u kompozitů s matricí keramickou. Avšak tato zkušební metoda má limity v délce vlákna, která je uvnitř matrice. Toto vlákno nesmí být příliš dlouhé, aby nedošlo k jeho přetržení (nedosahuje kritické délky).[20]

3.3.4. Zkoušky v tahu na minikompozitech

Minikompozity jsou jednosměrně vyztuženy svazkem paralelních vláken. Odezva při zatížení není zastíněna texturními efekty.

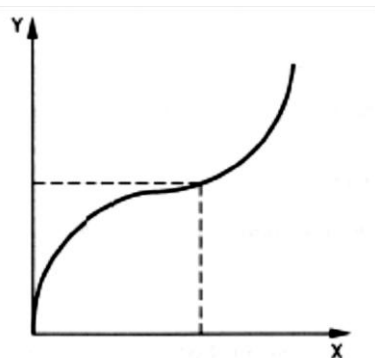
Vzorek je zatěžován tahem ve směru vláken při konstantní rychlosti posuvu. Třecí smykové napětí se určuje ze síly v tahu při nasycení trhlinami. U této zkoušky mohou nastat 3 různé situace:

a) Matrice je tužší než vlákna a křivka síla - posuv je převážně lineární, což znamená, že vlákna jsou příliš pevně spojená a nemůže být dosaženo správného chování vláknově řízeného kompozitu.[21]

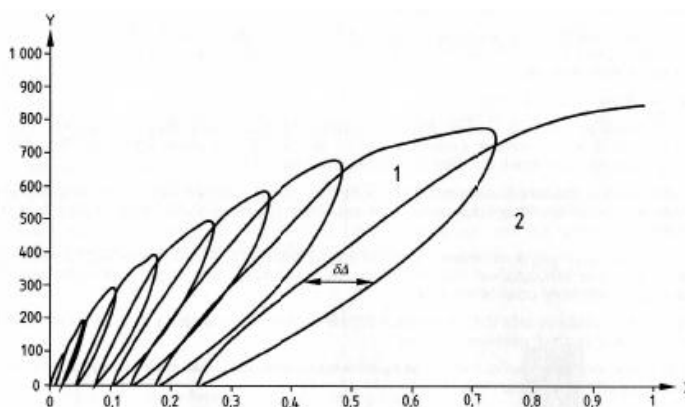
b) Vlákna jsou mnohem tužší, než matrice a chování křivky síla – posuv je opět převážně lineárního charakteru. Většina zátěže je přenesena pomocí vláken. Rozhraní matrice-výztuž nemá dostatečnou pevnost a třecí smykové napětí je nízké.[21]

c) Křivka síla – posuv je z větší části nelineární. Matrice je schopna pojmout značnou část zatížení. Rozhraní hraje důležitou roli, protože dokáže přenášet napětí z matrice na vlákna. [21]

U této zkoušky mohou nastat dva případy: na křivce síla posuv je možné odhalit nasycení trhlinami (obr. 3.16.) a druhý příklad, kdy toto možné není (obr. 3.17.). Tyto rozdíly se promítanou do použitých vztahů u výpočtů.[21]



Obr. 3.16. Schéma křivky síla-posunutí při nasycení trhlinami. [21]
Y – Síla, X - posunutí

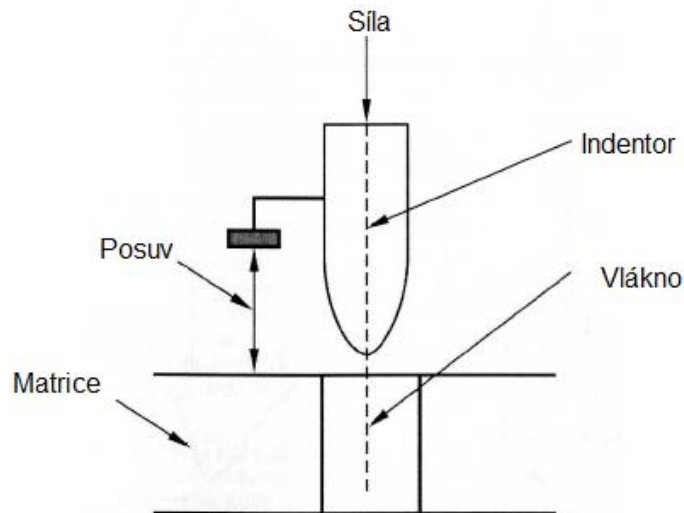


Obr. 3.17. Schéma křivky síla-posunutí, ze které není možné poznat nasycení trhlinami. [21]

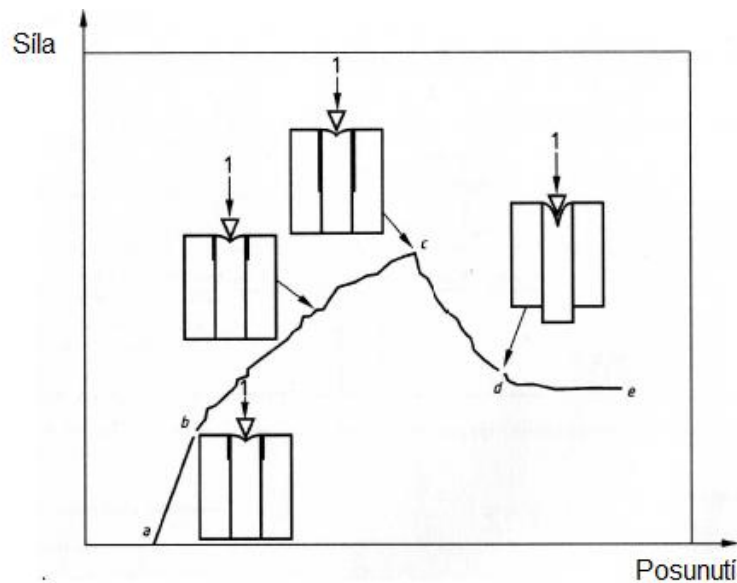
X - posun [mm], Y - síla [N], 1 - nové zatížení, 2 – odlehčení

3.3.5. Metoda vytlačování jednotlivých vláken

Tato zkouška se provádí vtlačováním indentoru do jednotlivých vláken kompozitu, toto způsobí následné vytlačování vlákna ven z matrice (obr. 3.18.). Úspěšné provedení této metody závisí na tvaru získané křivky síla-posunutí (obr. 3.19.), získané během zkoušení. Tvar této křivky závisí velice na tloušťce vzorku, která musí být dostatečně malá, aby bylo možno vlákno z matrice vytlačit.



Obr. 3.18. Schéma metody vytlačování jednotlivých vláken [22]



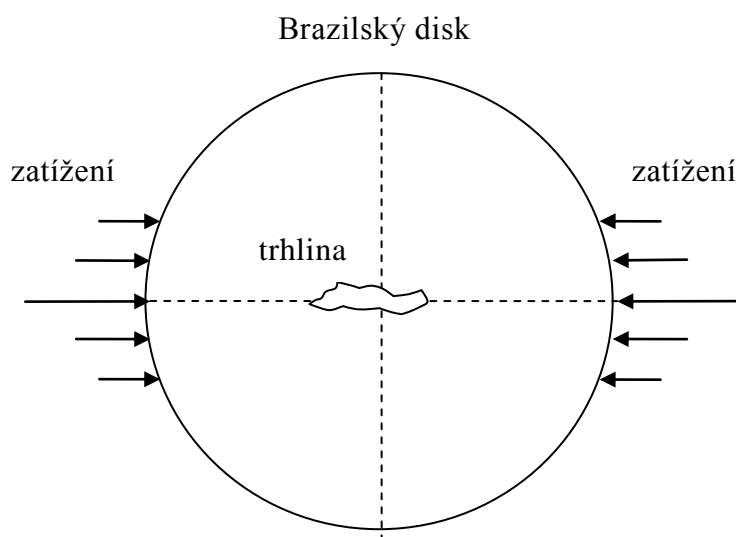
Obr. 3.19. Schematické znázornění obvyklého průběhu křivka síla-posunutí u zkoušky vytlačování vláken [22]

Předchozí schéma je popsáno následujícími úseky, samotná charakteristika rozhraní vlákno-matrice se získá z úseku d-e [22]:

- a-b elastická deformace vlákna
- b počátek rozpojování
- b-c oblast stabilního rozpojování a vtlačování
- c nestabilita
- c-d nestabilní rozpojování
- d počátek vytlačování vlákna
- d-e pokračující vytlačování vlákna ven z matrice

3.3.6. Brazilská zkouška

Někdy také označována pojmem zkouška pomocí brazilského disku. Tato zkouška spočívá v zatěžování pravidelného tělesa, nejčastěji válce (obr. 3.20.). Použití brazilského disku s vnitřní trhlinou je velice účinná metoda, při které je možné popsat více módové lomové chování křehkých materiálů. Velkou výhodou této metody je možnost pozorování kombinaci různých druhů zatěžování od módu I, až po mód II a to různým natáčením šířící se trhliny vůči zatížení.[16] Mezi výhody této metody patří jednoduchá příprava vzorku a obecně jednoduchý mechanismus zkoušení. Tato metoda byla původně vyvinuta pro zkoušení nerostů a později se aplikace metody přesunula i na keramické a kompozitní materiály, u kterých je možno získat charakteristiky rozhraní.



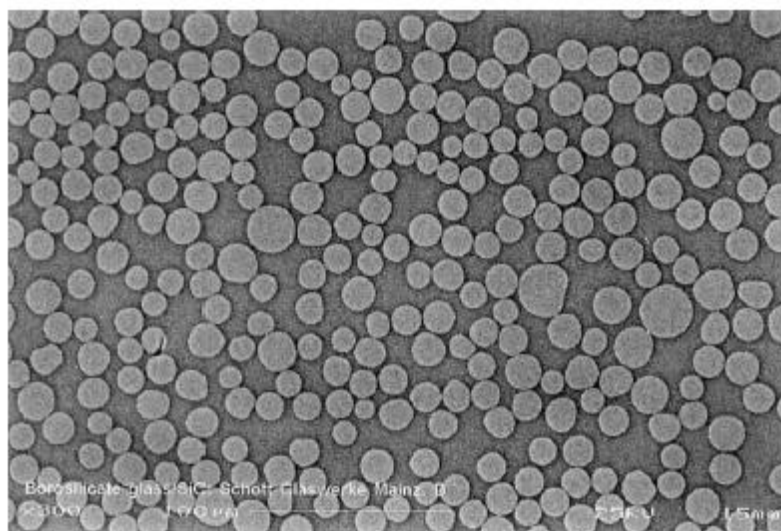
Obr. 3.20. Schéma brazilské zkoušky

4. Praktická část

Stanoveným cílem praktické části bakalářské práce bylo zjištění smykového napětí potřebného k dekohezi rozhraní matrice-vlákno u dlouhovláknového kompozitu. Experiment byl proveden metodou vytlačování jednotlivých vláken. Celkově byla vytlačena 3 vlákna.

4.1. Experimentální materiál

Zkoumaný transparentní kompozitní materiál se skládal ze skelné-borosilikátové matrice a SiC vláken, kdy vlákna byla zastoupena v kompozitu ze 40%. Materiál dosahoval hodnot lomové houževnatosti $18-26 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, [23] ostatní mechanické vlastnosti jsou zaznačeny v tabulce (tab. 4.1). Kompozit byl vyroben metodou sol-gel slurry. Struktura materiálu viz obr. 4.1.



Obr. 4.1 Mikrostruktura kompozitu – příčný řez [23]

Tabulka 4.1. Vlastnosti kompozitu a jeho složek [23]

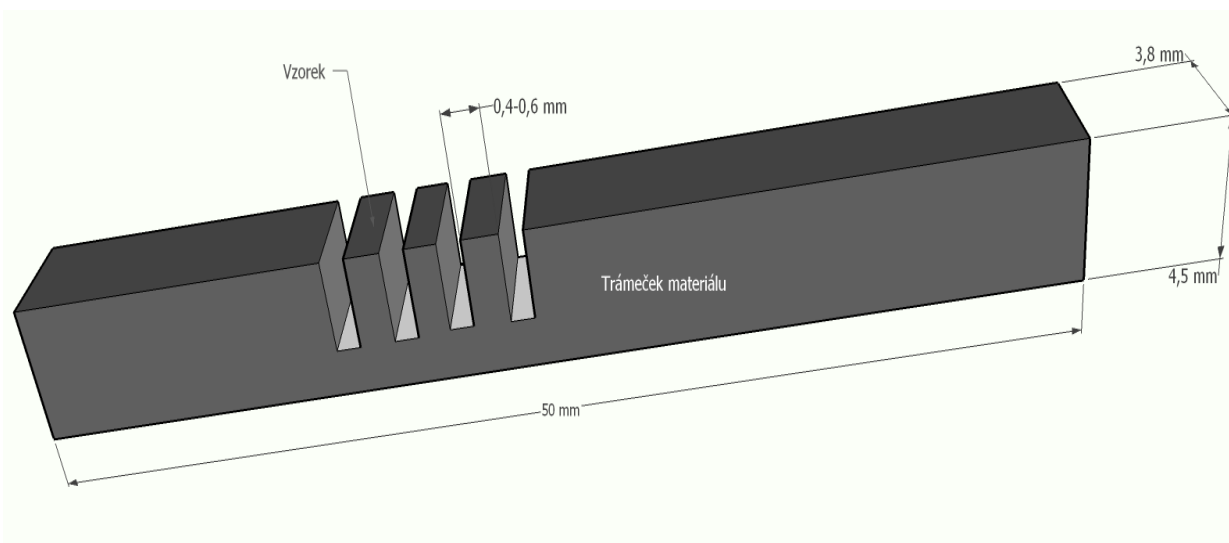
Property	Matrix, DURAN (borosilicate glass)	Fiber, SiC Nicalon™ (NL 202)	Composite (40 vol.% fibres)
Density (g/cm^3)	2.23	2.55	2.40
Young's modulus (GPa)	63	198	118
Poisson's ratio	0.22	0.20	0.21
Thermal expansion coefficient (K^{-1})	3.25×10^{-6}	3×10^{-6}	3.10×10^{-6}
Tensile strength (MPa)	60	2750	600-700

Property-vlastnost, matrix-matrice, fiber-vlákno, density-hustota, Young's modulus-Youngův modul pružnosti, Poisson's ratio- Poissonovo číslo, thermal expansion coefficient – koeficient teplotní roztažnosti, tensile strength – mez pevnosti

4.2. Příprava zkušebních vzorků

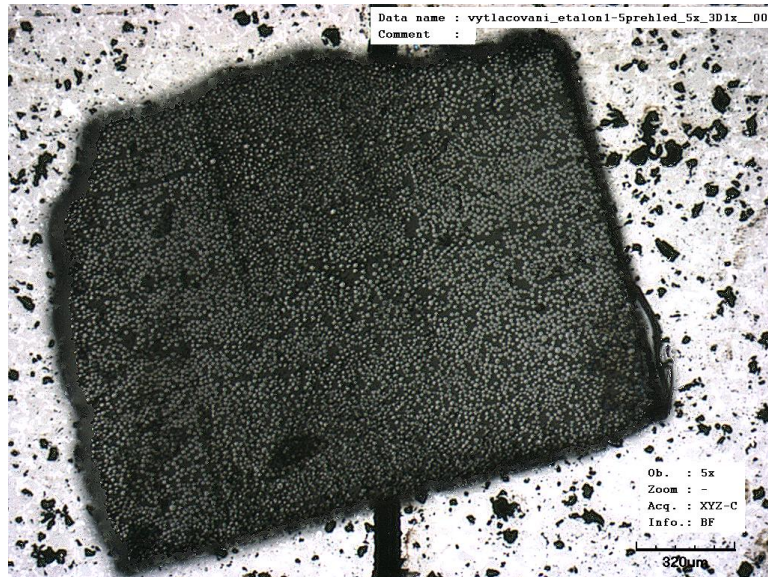
Příprava vzorku se skládala ze tří částí: řezání, broušení a leštění. Vzorek pro tento typ zkoušení je nutné připravit dostatečně tenký, aby bylo možné vytlačit vlákno ven z matrice. Původní plán byl připravit vzorek o šířce okolo 100 μ m, což je u křehkých materiálů problém, protože se matrice vydroluje a je třeba navrhnout lepší postup přípravy vzorku. Nakonec byl vzorek ztenčen na tloušťku o něco větší.

K řezání vzorku byla použita přesná pila ISOMET 5000 (Buehler, USA). Na původním trámečku ze zkoumaného kompozitu byly vytvořeny zářezy, zhruba do 2/3 šířky trámečku (obr. 4.2.). Tyto naříznuté kousky byly odděleny od trámečku za pomoci malého dlátka.



Obr. 4.2. Schéma nařezání jednotlivých vzorků

Odříznutý vzorek byl přilepen na oboustrannou lepicí pásku a páska byla následně přitlačena na broušící/lešticí kotouče. Broušení a následné leštění zahrnovalo celkem pět kroků. Broušení na diamantovém kotouči o zrnitosti 10-20 μ m. Následovalo odbrušování na textilním kotouči pomocí diamantové suspenze o zrnitosti 9 μ m, leštění suspenzemi o zrnitosti 6 μ m, 3 μ m a 1 μ m. Po provedení všech kroků bylo důležité vzorek řádně opláchnout a očistit. Výsledný vzorek měl rozměry cca 1,9x1,5x0,3mm (Obr. 4.3.). Tyto rozměry postačovaly k provedení zkoušky.

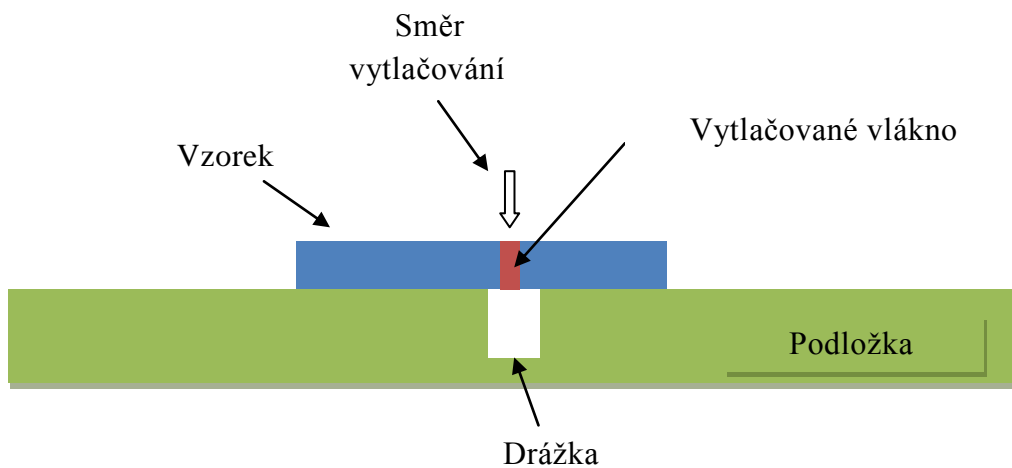


Obr. 4.3. Zkušební vzorek při zvětšení 50x

4.3. Vytlačování vláken

Po přípravě vzorku byl proveden experiment vytlačování jednotlivých vláken z matrice (obr. 4.4). Vytlačování proběhlo na zkušebním stroji Z2.5 s tvrdoměrnou hlavou ZHU 0.2 (Zwick, Německo) (obr. 4.5.). Vytlačovalo se pomocí Vickersova indentoru a bylo použito maximální zatížení o velikosti 1 N.

Vzorek musel být umístěn na podložku s drážkou, aby na spodní straně vzorku nic nebránilo vláknu ve vytlačení (obr. 4.4.). Drážka byla o šířce cca 82µm.



Obr. 4.4. Schéma vytlačovacího experimentu



Obr. 4.5. Zkušební zařízení Zwick Z2.5 s tvrdoměrnou hlavou ZHU 0.2

4.4. Pozorování vytlačeného vlákna

K pozorování vytlačených vláken a především k vytvoření 3D modelu rekonstruovaného povrchu vzorku (a to z obou stran vzorku) bylo použito konfokální mikroskopie, konkrétně laserový konfokální mikroskop LEXT OLS3100 (Olympus, Japonsko) je vyobrazen na obr. 4.6. 3D rekonstrukce povrchového reliéfu byly následně využity ke změření plochy a délky, respektive hloubky nebo výšky, vytlačení vláken.



Obrázek 4.6. Zařízení pro konfokální mikroskopii včetně konfokálního mikroskopu LEXT OLS 3100 (vlevo)

4.5. Vyhodnocení záznamů zatěžovacích křivek

Jako výstup z vytlačování vláken na tvrdoměru byly získány křivky síla-hloubka indentace a křivka závislosti vykonané práce indentoru na hloubce indentace (obr. 4.7 až 4.9.). Z těchto křivek byly odečteny síly iniciace vytlačování vláken F_{inic} a síly stabilního vytlačování vláken F_{stab} . Dále byla odečtena spotřebovaná práce indentoru pro jednotlivá vlákna, což se rovná spotřebované energii. Posléze byly odvozeny a vypočteny výsledky (tab. 4.2.).

Celková energie při zkoušce se skládá z energie potřebné k dekohezi rozhraní a z energie potřebné na elastickou deformaci vlákna (rov. 4.1 až 4.3), energii spotřebovanou při vnikání indentoru do vlákna a posléze i při vnikání do matrice. Energie spotřebovaná vlivem vytvoření trvalého vtisku do povrchu vlákna a matrice byla zanedbána.

Výpočty vycházely z následujících rovnic:

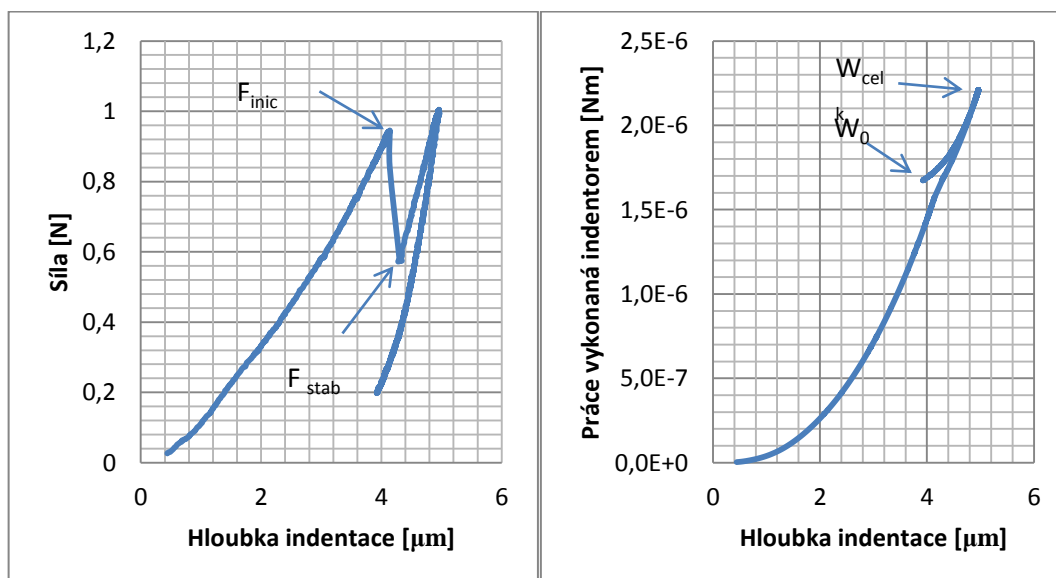
$$W_{vytl} = W_{celk} - W_{el} \quad (4.1)$$

$$W_{el} = W_{celk} - W_0 \quad (4.2)$$

Kde W_{vytl} značí práci (energii) potřebnou k vytlačení vlákna, W_{celk} celkovou práci (energii), W_{el} elastickou energii a W_0 energii po odlehčení.

Následnou úpravou jsme se dostali ke vztahu:

$$W_{vytl} = W_0 \quad (4.3)$$

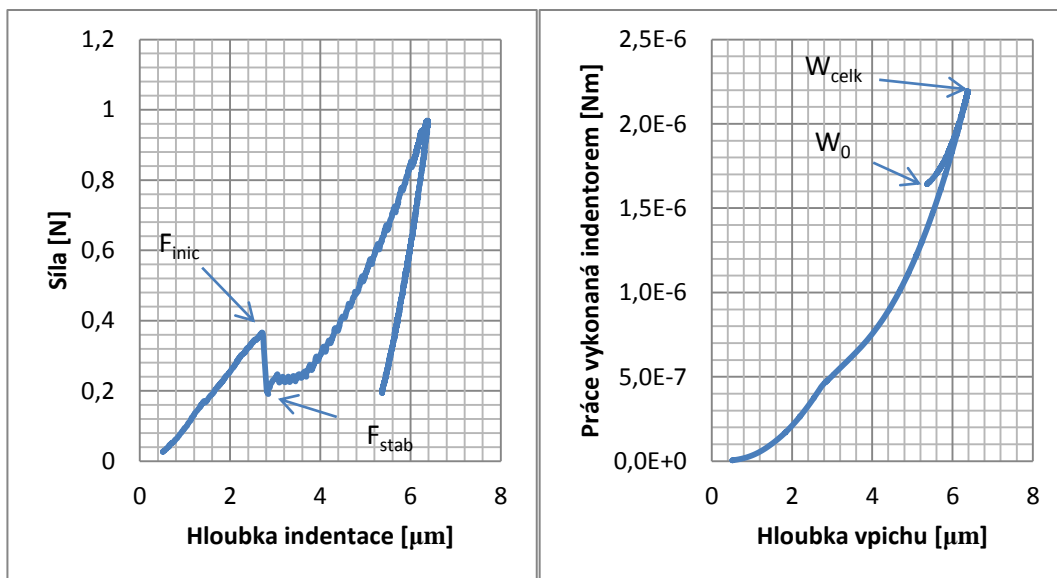


a)

b)

Obr. 4.7. Křivky získané vytlačováním vlákna č.1

a) křivka síla-hloubka indentace b) křivka práce indentoru-hloubka indentace

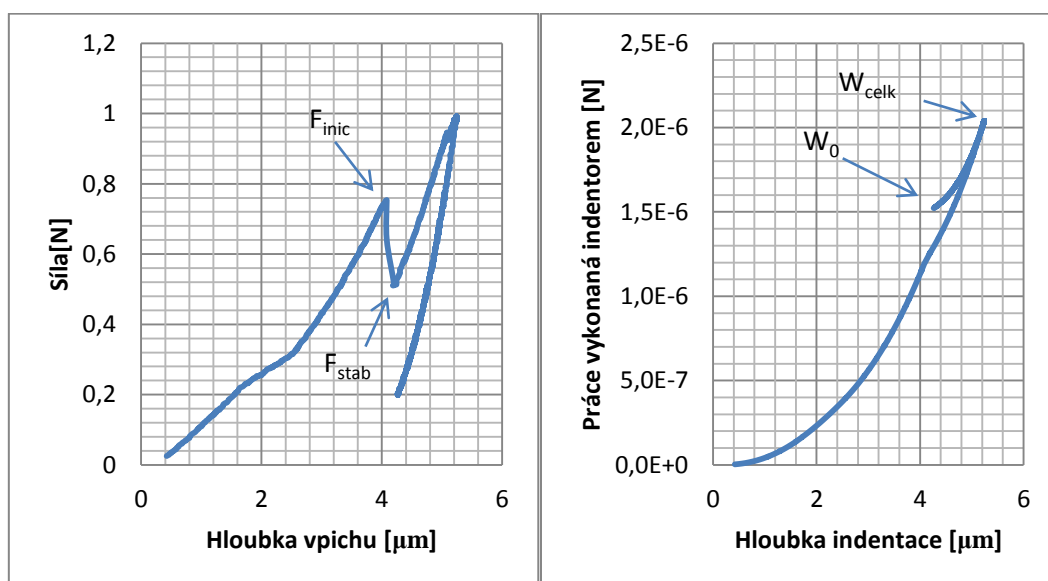


a)

b)

Obr. 4.8. Křivky získané vytlačováním vlákna č.2

a) křivka síla-hloubka indentace b) křivka práce indentoru - hloubka indentace



a)

b)

Obr. 4.9. Křivky získané vytlačováním vlákna č.3

a) křivka síla-hloubka indentace b) křivka práce indentoru - hloubka indentace

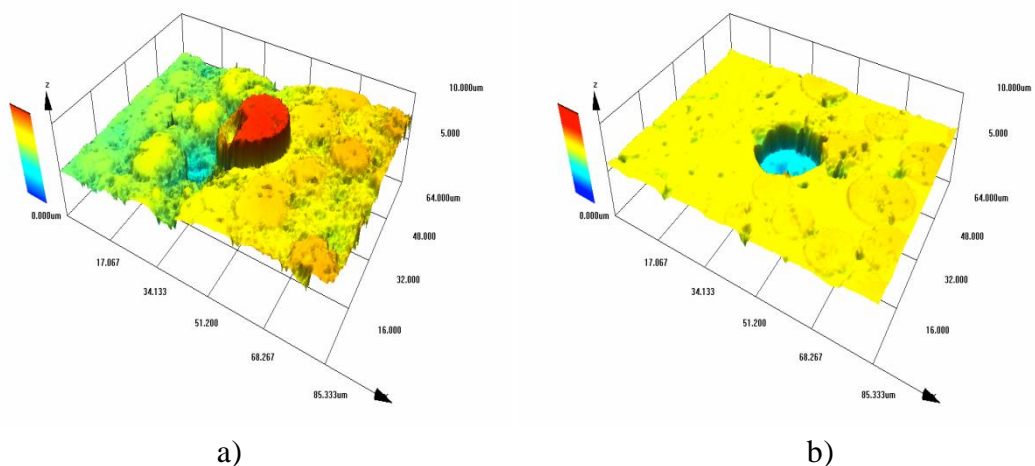
Tabulka 4.2. Síly a energie potřebné k vytlačení jednotlivých vláken

	F_{inic} [N]	F_{stab} [N]	W_{celk} [N.m 10^{-6}]	W_{el} [N.m 10^{-6}]	W_{vytl} [N.m 10^{-6}]
Vlákno č.1	0,95	0,54	2,21	0,54	1,67
Vlákno č.2	0,35	0,22	2,19	0,55	1,64
Vlákno č.3	0,75	0,51	2,04	0,52	1,52

 F_{inic} - síla nutná k porušení rozhraní, F_{stab} - síla potřebná ke stabilnímu vytlačování vlákna z matrice

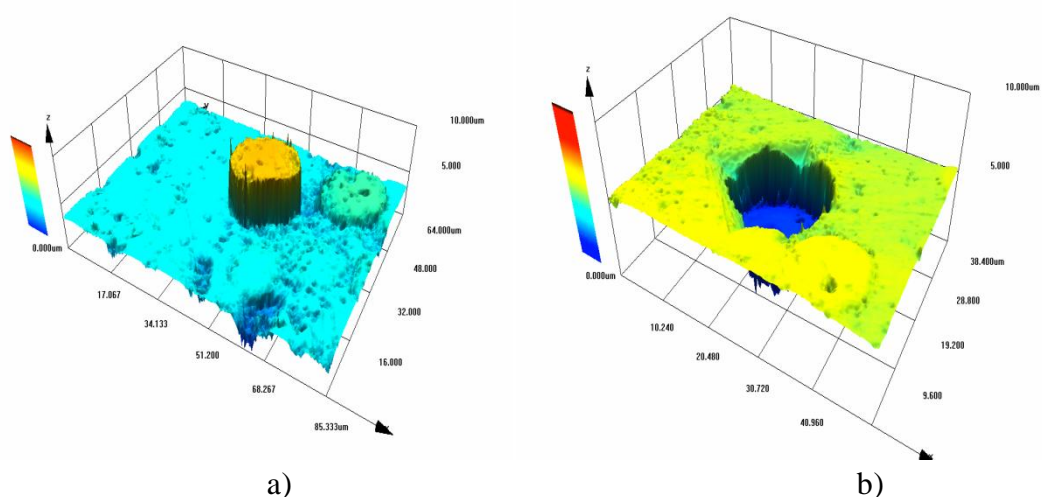
4.6. Vyhodnocení 3D rekonstrukcí povrchu vzorku

Za pomoci softwaru k vyhodnocování výsledků konfokální mikroskopie byly vymodelovány 3D rekonstrukce povrchů vytlačených vláken (obr. 4.10. až 4.12.). Za pomoci stejného softwaru byla z těchto rekonstrukcí naměřena potřebná data, konkrétně průměrná délka vytlačené části vlákna H , která byla stanovena z délky H_1 (zatlačená část) a H_2 (vytlačená část) a průměr vlákna d . (tab. 4.3.) Z těchto hodnot byl dále vypočtena plocha povrchu vytlačené části vlákna (rov 4.4).



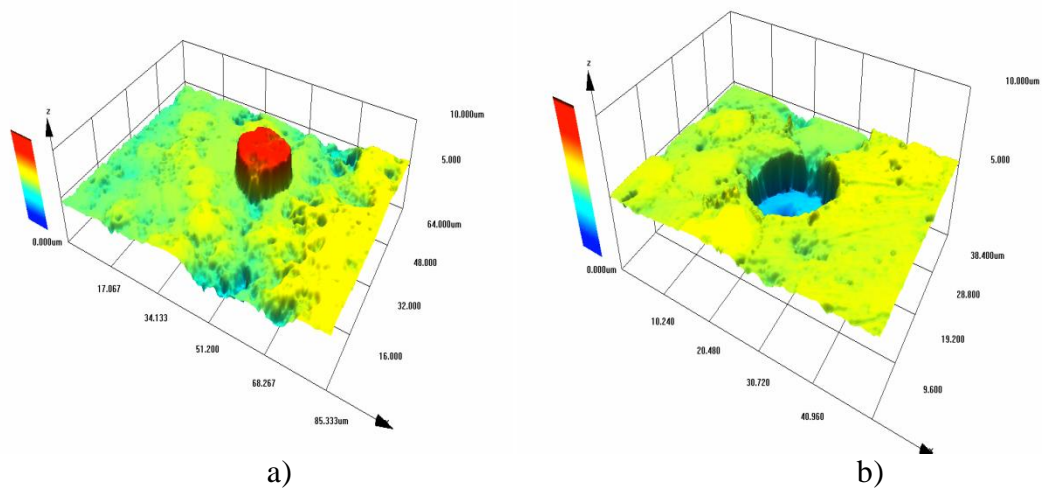
Obr. 4.10. rekonstrukce vytlačovaného vlákna č.1

a) Vlákno na straně vysunutí vlákna z matrice b) vlákno na straně vniku indentoru



Obr. 4.11. rekonstrukce vytlačovaného vlákna č.2

a) Vlákno na straně vysunutí vlákna z matrice b) vlákno na straně vniku indentoru



Obr. 4.12 rekonstrukce vytlačovaného vlákna č.3

a) Vláknko na straně vysunutí vlákna z matrice b) vlákno na straně vniku indentoru

Tabulka 4.3. Získané hodnoty z 3D rekonstrukcí pro jednotlivá vlákna

	$H_1[\mu\text{m}]$	$H_2[\mu\text{m}]$	$H[\mu\text{m}]$	$d[\mu\text{m}]$	$S[\mu\text{m}^2]$
Vláknko č.1	2,7	2,1	2,5	21,5	168,9
Vláknko č.2	3,6	4,82	4,2	20,9	275,8
Vláknko č.3	2,64	2,8	2,7	17,2	145,9

$$S = \pi dH \quad (4.4)$$

Kde H značí průměrnou hloubku vytlačení vlákna, d průměr vlákna a S plochu povrchu vytlačené části vlákna.

4.7. Výsledky a diskuse

Z provedených zkoušek vytlačování jednotlivých vláken ze vzorku tvaru tenké destičky byly vyhodnoceny charakteristické síly a energie popisující proces vytlačování, které jsou uvedeny (tab. 4.2.). Dále byly stanoveny geometrické parametry vytlačených vláken pomocí 3D rekonstrukce povrchu vzorku. Tyto údaje i s vypočtenými velikostmi styčných ploch vlákna a matrice jsou uvedeny (tab. 4.3.).

Na základě získaných údajů bylo možno stanovit pevnost rozhraní a charakteristiku spojenou s vytlačováním vlákna tzv. styčné smykové napětí. Toto napětí bylo stanoveno obdobně, jako doporučuje norma [21] jako podíl působící síly a styčnou plochou vlákna (rovnice 4.5) a matrice (rovnice 4.7), nebo jen délkou vlákna (rovnice 4.6). Pro stanovení pevnosti rozhraní byla využita působící síla v okamžiku prvního odtržení vlákna od matrice a pro styčné smykové napětí síla nutná k stabilnímu vytlačování vlákna (rovnice 4.8). Získané údaje jsou uvedeny v tab. 4.4.

$$S_f = \pi dL \quad (4.5)$$

$$\tau_{lin} = \frac{F_{stab}}{L} \quad (4.6)$$

$$\tau_t = \frac{F_{stab}}{S_f} \quad (4.7)$$

$$\tau_{pevn} = \frac{F_{inic}}{S_f} \quad (4.8)$$

Kde S_f značí styčný povrch vlákna s matricí, d průměr vlákna, L délku vlákna, τ_{lin} smykové napětí při stabilním vytlačování vlákna vztažené na jednotku délky, τ_t styčné smykové napětí a τ_{pevn} pevnost rozhraní.

Tabulka 4.4.

	F_{inic} [N]	F_{stab} [N]	L [μ m]	S_f [μ m ²]	τ_{lin} [N.mm ⁻¹]	τ_t [Mpa]	τ_{pevn} [MPa]
Vlákno č.1	0,95	0,54	343	23167,7	2,8	23,3	41,0
Vlákno č.2	0,35	0,22	343	22521,1	1,0	9,8	15,5
Vlákno č.3	0,75	0,51	343	18534,1	2,1	27,5	40,5
Průměr	0,68	0,42	343	21407,6	2,0	20,2	32,3

F_{inic} - síla nutná k porušení rozhraní, F_{stab} - síla potřebná ke stabilnímu vytlačování vlákna z matrice, L - celková délka vlákna, S_f - styčný povrch vlákna s matricí, τ_{lin} - smykové napětí vztažené na jednotku délky, τ_t - styčné smykové napětí, τ_{pevn} - pevnost rozhraní

Je nutné podotknout, že provedená zkouška neodpovídá přesně uvedené normě, což ani nebylo předmětem práce. Odlišnost lze spatřit zejména v použití jiného typu vytlačovacího indentoru. V této práci byl využit Vickersův indentor, který mohl způsobit elastickou deformaci na zatěžovaném konci vlákna, čímž došlo k zvýšení třecího napětí v této oblasti a následně k nestabilnímu vytlačování vlákna – viz poskok na obr. 4.7 až 4.9. Výrazného stabilního vytlačování vlákna bylo dosaženo pouze v případě vlákna č. 2.

V ostatních případech došlo zřejmě k zvýšení síly o deformaci matrice z důvodu dotyku indentoru. V těchto případech byla použita k výpočtu minimální hodnota měřené síly při prvním pokluzu vlákna.

Získané hodnoty pevnosti rozhraní a velikosti styčného smykového napětí bylo možné porovnat s literárními daty, kde pro podobný materiál byla zjištěna pevnost rozhraní na úrovni od 21 do 24 MPa a styčné smykové napětí na úrovni 14 MPa [24], což je v obou případech mírně méně než námi zjištěných 32 MPa pro pevnost rozhraní a 20 MPa pro styčné smykové napětí. Tento rozdíl může být způsoben typem indentoru, nebo přípravou zkušební vzorku. Nicméně i přes malý rozdíl jsou zjištěné hodnoty v dobré shodě.

Hlavním důvodem provedených experimentů bylo získání informace o energii potřebné k vytlačení vlákna z důvodu využitelnosti takové informace při numerických výpočtech zhouževnaťujících účinků vláken. Pro tyto účely byla využita změřená energie na vytlačení vlákna a velikost vytlačené styčné plochy vlákna a matrice. Získaná energie potřebná k vytlačení jednotlivých vláken byla stanovena ze zatěžovacích křivek získaných při vytlačování po odečtení elastických složek. Dále byla vypočtena jednotková energie w_{vytl} potřebná k vytlačení jednotkové plochy vlákna. Tato energie byla stanovena jako podíl energie W_{vytl} a vytlačené plochy S (rovnice 4.9).

$$w_{vytl} = \frac{W_{vytl}}{S} \quad (4.9)$$

Získané údaje jsou uvedeny v tab. 4.5. společně s průměrnou hodnotou a směrodatnou odchylkou.

Tabulka 4.5. Výsledné hodnoty získaných charakteristik rozhraní

	$W_{vytl}[\text{J} \cdot 10^{-6}]$	$w_{vytl}[\text{kJ} \cdot \text{m}^{-2}]$
Vlákno č.1	1,67	9,9
Vlákno č.2	1,64	5,9
Vlákno č.3	1,52	10,4
Průměr	1,61	8,7
Směrodatná odchylka	0,07	2,43

w_{vytl} -energie potřebná k vytlačení vlákna vztažena na jednotku objemu

Díky dobré shodě hodnot pevnosti rozhraní a styčného smykového napětí s literárními daty, lze považovat i zjištěné měrné energie za věrohodné a použitou metodiku za přijatelnou. Pro aplikaci měrných energií do numerických výpočtů je ovšem nezbytné provedení statisticky významného počtu experimentů.

5. Závěr

V této práci byly popsány možnosti zhouževnatění keramických materiálů se zaměřením na zhouževnatění pomocí různých typů vláken. Tato problematika byla zacílena zejména na popis vhodných postupů přípravy transparentních keramických kompozitů využívajících vláken ke zvýšení jejich mechanických vlastností při zachování dostatečných optických vlastností. Dále byl nastíněn vliv rozhraní matrice-vlákno, což je klíčový parametr pro výsledné chování kompozitních materiálů. V poslední části literární rešerše byly popsány základní metody pro umožňující zjištění charakteristik rozhraní vlákno-matrice.

Cílem praktické části bakalářské práce bylo nalézt vhodný postup k získání charakteristik rozhraní využitelných při numerickém modelování kompozitních materiálů a jejich porušování. Proto byl vybrán experiment umožňující zjištění pevnosti rozhraní, styčného smykového napětí potřebného k vytlačování vlákna a matrice u kompozitu s borosilikátovou maticí a SiC vlákny. Mimo tyto základní charakteristiky byla stanovena i měrná energie nutná k vytlačení vlákna, která je vhodným vstupem do numerických simulací. Provedený experiment ukázal na vhodnost nastíněné metody ke zjištění výše popsaných charakteristik a byly popsány i možné úskalí spojené s tímto experimentem.

6. Literatura

1. Kratochvíl, B.; Švorčík, V.; Vojtěch, D.: *Úvod do studia materiálů*. Praha: VŠCHT, 2005. 190 s. ISBN 80-7080-568-4
2. AKOVALI, Güneri. *Handbook of composite fabrication*. Shawbury, U.K.: Rapra Technology Ltd., c2001, 196 s. ISBN 1859572634
3. HALASOVÁ, M. *Optimalizace rozhraní vlákno matrice u kompozitu s keramickou maticí*. Brno: Vysoké učení technické v Brne, Fakulta chemická, 2011. 92 s. Vedoucí Ing. Zdenek Chlup, Ph.D.
4. CHAWLA, Krishan Kumar. *Composite materials: science and engineering*. 2nd ed. New York: Springer, 1998, 483 s. ISBN 0-387-98409-7
5. delta.fme.vutbr.cz.[online].[cit.10.5.2012]. Kompozity. Dostupné z www: <http://delta.fme.vutbr.cz/mikromechanika/kompozityA4.pdf>
6. CAMPBELL, F. *Structural composite materials*. Materials Park, OH: ASM International, 2010. ISBN 978-161-5030-378
7. AGY. [online]. 2008 [cit 2012-05-21]. Dostupné z: http://www.agy.com/technical_info/graphics_PDFs/HighStrengthTechPaperEng.pdf7
8. *Ceramic matrix composites: microstructure, properties and applications*. Editor I Low. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2006, 614 s. ISBN 0-8493-3476-4.
9. CHUNG, Deborah D. L. *Composite Materials: Science and Applications*. 2nd ed. edition (29 Mar 2010). Springer, 2010. ISBN 978-1-84882-830-8.
10. *High Temperature Ceramic Matrix Composites: 4th International Conference on High-Temperature Ceramics Matrix Composites :. Deutsche Gesellschaft für materialkunde e. V.* Weinheim: Wiley-VCH, 2006. ISBN 3-527-30320-025
11. Povrchové vlastnosti uhlíkových vláken. <Http://vct.tul.cz/index.php> [online]. 3.1.2009 [cit 2012-04-21]. Dostupné z: [http://centrum.tul.cz/centrum/centrum/3Aplikace/3.1_zaverecne_zpravy/\[3.1.09\].pdf](http://centrum.tul.cz/centrum/centrum/3Aplikace/3.1_zaverecne_zpravy/[3.1.09].pdf)
12. CHEN, Zhongchun, S DUNCAN, K.K CHAWLA, M KOOPMAN a G.M JANOWSKI. Characterization of interfacial reaction products in alumina fiber/barium zirconate coating/alumina matrix composite. *Materials Characterization*. 2002, roč. 48, č. 4. DOI: 10.1016/S1044-5803(02)00279-6. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580302002796>
13. COI Ceramics, Inc. *Nicalon pramic fiber* [http://www.coiceramics.com/pdfs/Nicalon_1-17-06.pdf]. Dostupné z: <http://www.coiceramics.com/>

14. Products. *UBE America Inc* [online]. 2009 [cit. 2012-05-13]. Dostupné z: <http://northamerica.ube.com/content.php?pageid=54>
15. *Nanofibers - Production, Properties and Functional Applications* [online]. InTech, 2011, s. 241-257 [cit. 2012-05-14]. ISBN 978-953-307-420-7. 14
16. CHLUP, Zdeněk, Ivo DLOUHÝ, Selen GÜRBÜZ, Arcan F. DERICIOGLU a Vladislav KOZÁK. Interfacial Characterisation in Transparent Spinel Matrix Reinforced by SiC Fibre. *Key Engineering Materials*. roč. 409. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.409.252. Dostupné z: <http://www.scientific.net/KEM.409.252>
17. DERICIOGLU, A. F. a Y. KAGAWA. Fail-safe light transmitting SiC fiber-reinforced spinel matrix optomechanical composite. *Journal of materials science*. 2002, roč. 37, č. 3. DOI: 10.1023/A:1013713506755. Dostupné z: <http://www.springerlink.com/openurl.asp?id=doi:10.1023/A:1013713506755>
18. IBA, H., T. NAGANUMA, K. MATSUMURA a Y. KAGAWA. Fabrication of transparent continuous oxynitride glass fiber-reinforced glass matrix composite. *Journal of materials science*. 1999, roč. 23, č. 34. DOI: 10.1023/A:1004741714469. Dostupné z: <http://www.springerlink.com/openurl.asp?id=doi:10.1023/A:1004741714469>
19. ZHANDAROV, S. Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters. *Composites science and technology*. 2005, roč. 65, č. 1. DOI: 10.1016/j.compscitech.2004.07.003. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S026635380400171X>
20. KIM, Jang-Kyo. *Engineered interfaces in fiber reinforced composites* [online]. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 1998, 401 s. ISBN 00-804-2695-6.
21. ČSN P CEN/TS 158810. • *Stanovení styčného vlákno/matrix třecího smykového napětí při pokojové teplotě zkouškami v tahu na minikompozitech*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 200920
22. CEN/TS 15880. *Stanovení styčného vlákno/matrix třecího ČSN smykového napětí při pokojové teplotě metodou vytlačování jednotlivého vlákna*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2009.
23. BOCCACCINI, A.R., H. KERN a I. DLOUHY. Determining the fracture resistance of fibre-reinforced glass matrix composites by means of the chevron-notch flexural technique. *Materials Science and Engineering: A*. 2001, roč. 308, 1-2, s. 111-117. ISSN 09215093. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)01984-5. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509300019845>
24. BOCCACCINI, A.R. Assessment of damage induced by thermal shock in SiC-fiber-reinforced borosilicate glass composites. *Composites Science and Technology*. 1999, roč. 59, č. 1, s. 105-112. ISSN 02663538. DOI: 10.1016/S0266-3538(98)00053-0. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0266353898000530>

7. Seznam zkratk a symbolů

b	tloušťka tělesa
CMC	kompozity s keramickou maticí
CVD	chemická depozice z plynné fáze (chemical vapour deposition)
d	průměr vlákna
F_{inic}	síly iniciace vytlačování vlákna
F_m	maximální ohybová síla
F_{stab}	síla stabilního vytlačování vlákna
h	výška tělesa
H	průměrná délka vytlačení vlákna
H_1	délka vytlačené části vlákna na straně vytažení
H_2	délka vytlačené části vlákna na straně vtlačení
L	délka vlákna
l	vzdálenost mezi vnějšími podporami zkoušky ohybem
L_c	kritická délka vlákna
l_i	vzdálenost mezi vnitřními body zatížení u čtyřbodového ohybu
P	celkové zatížení
PAN	polyakrylonitril
r	poloměr
R_{mV}	mez pevnosti vlákna
S	povrch vytlačené části vlákna
S_f	povrch vlákna
W_0	energie po odlehčení
W_{celk}	celková energie při vytlačování vláken
W_{el}	elastická energie
W_{vytl}	energie spotřebovaná k vytlačení vlákna
w_{vytl}	energie potřebná k vytlačení vlákna vztažena na jednotku objemu
μ	koeficient tření
σ	napětí
$\sigma_{f,m}$	ohybové napětí
σ_r	radiální třecí napětí
τ	smykové napětí
τ_{lin}	smykové napětí vztažené na jednotku délky
τ_{pevn}	pevnost rozhraní
τ_t	styčné smykové napětí