

Disertační práce

Studium interakce vláknové disperze v kompozitech s geopolymerní matricí

Studijní program: Autor práce: Školitel práce: P0788D270002 Technologie a materiály **Ing. Martina Ryvolová** prof. Ing. Petr Louda, CSc. Katedra materiálu

Liberec 2023

Prohlášení

Prohlašuji, že svou disertační práci jsem vypracovala samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé disertační práce a konzultantem.

Jsem si vědoma toho, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé disertační práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li disertační práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má disertační práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědoma následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

Poděkování

V první řadě patří můj dík Ing. Totce Bakalové Ph.D. za zprostředkování možnosti realizace dizertační práce. Díky ní se podařilo vytvořit mezioborovou platformu, ze které práce vznikla a na kterou mohou navázat další studenti. Můj dík jí patří za odborný dohled, odborné vedení, vzájemnou spolupráci, komunikaci a nekonečnou trpělivost.

Děkuji Ing. Lucii Svobodové, Ph.D. za pomoc a podporu při tvorbě a realizaci Metodiky hodnocení interakce vláken v korozním prostředí, a především při jejím ověřování a publikování výsledků.

Současně děkuji prof. Petru Loudovi jako vedoucímu dizertační práce za možnost její realizace pod záštitou Katedry materiálu, za nedocenitelnou zkušenost a šanci posunout vlastní znalosti a zkušenosti o další stupeň.

Můj vřelý a nekonečný dík patří doc. Ing. Karlu Daďourkovi, CSc. za cenné rady a zkušenosti, vědecký nadhled a trpělivosti, kterých se mi od něho dostalo v závěrečné fázi práce.

Svým kolegům, Ing. L. Voleskému, Ph.D. a P. Kejzlarovi, Ph.D. děkuji za čas strávený u rastrovacího elektronového mikroskopu a pořízení snímků, které se staly jedním z nosných pilířů práce a podkladem pro vytvoření Metodiky hodnocení, která je stěžejním výstupem práce.

Děkuji vedení Fakulty strojní za důvěru a finance, které mi byly poskytnuty na realizaci dizertační práce ze Studentské grantové soutěže.

Děkuji mým dětem Elišce a Eduardovi za podporu, pomoc při studiu a za trpělivost.

Anotace

Náplní dizertační práce je studium interakce vláknové výztuže v geopolymerní matrici. Téma reaguje na vývoj v oblasti stavebních materiálů; textiliemi vyztužené geopolymerní kompozity (Textile Reinforced Geopolymers – TRG) jsou alternativou tradičních železobetonů. TRG přinášejí výhody nejen v oblasti mechanických a teplotních vlastností, jejich použitelnost je širší např. díky odolnosti vůči agresivnímu prostředí nebo schopnosti vázat odpady na bázi těžkých kovů. TRG konstrukce přinášejí v neposlední řadě i úsporu hmotnosti a úsporu finanční.

Při realizaci dizertační práce došlo k propojení znalostí, zkušeností, metod i řady technologických postupů z oblastí materiálového inženýrství fakult strojní a textilní. Dizertační práce zaměřená na odolnost vláken a vláknových útvarů (textilií) v silně zásaditém prostředí při pokojové teplotě (například geopolymerní matrice) a změny mechanických vlastností TRG v důsledku působení zvýšené/snížené teploty, vlhkosti, nebo UV, přináší nové poznatky o chování výztuže i vyztužených geopolymerů. Dlouhodobý experiment s vláknovými rovingy vykrystalizoval v novou metodu nazvanou Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou. Metoda je založená na výstupech SEM analýzy a byla ověřena statisticky. Část práce zaměřená na využití na domácím trhu komerčně dostupných trojrozměrných textilních výztuží v TRG prozatím nepřinesla aplikovatelný a ověřený výsledek směrovaný pro konkrétního uživatele.

Klíčová slova

Vlákna, skleněná vlákna, výztuž, 3D textilní výztuž, geopolymerní matrice, mezifázové rozhraní, interakce, korozní odolnost, ošetření, doba expozice

Study of fiber dispersion interaction in geopolymer matrix composites

Annotation

The scope of this dissertation is to study the interaction of fibre reinforcement in a geopolymer matrix. The topic responds to developments in the field of construction materials; textile reinforced geopolymer composites (TRG) are an alternative to traditional reinforced concrete. TRGs not only offer advantages in terms of mechanical and thermal properties, their applicability is broader, for example due to their resistance to aggressive environments or their ability to bind heavy metal-based wastes. Finally, yet importantly, TRG structures bring weight and financial benefits.

The knowledge, experience, methods and a number of technological procedures from the material engineering faculties of mechanical and textile engineering have been combined in the realization of this dissertation. The dissertation work focused on the resistance of fibres and fibre formations (textiles) in highly alkaline environments at room temperature (e.g., geopolymer matrices) and changes in the mechanical properties of TRGs (Textile Reinforced Geopolymers) due to increased/decreased temperature, humidity, or UV, provides new insights into the behaviour of both reinforcement and reinforced geopolymers. A long-term experiment has crystallized into a new method called the Image Analysis Methodology for Fibre Evaluation. The method is based on SEM analysis outputs and has been validated statistically. The part of the thesis focused on the use of commercially available three-dimensional textile reinforcements in TRG has not yet yielded an applicable and verified output directed to a specific user.

Key words

Fibres, glass fibres, reinforcement, 3D textile reinforcement, geopolymer matrix, interface, interaction, corrosion resistance, treatment, exposure time

Obsah

1	Úve	Úvod12					
2	Cíle	Cíle dizertační práce					
3	Tec	Teoretická část – současný stav poznání					
	3.1	Def	inice základních pojmů	14			
	3.2	Geo	polymery jako matricové kompozitní systémy	15			
	3.2	.1	Vlastnosti geopolymerů, porovnání s portlandským cementem	16			
	3.2	.2	Vlastnosti geopolymerů, porovnání se standardním betonem	17			
	3.3	Kor	npozitní vláknové výztuže	18			
	3.4	Mez	zifázové rozhraní	20			
	3.4	.1	Typy mezifázového rozhraní	21			
	3.4	.2	Sizing – povrchová úprava vláken	22			
	3.4	.3	Modifikace povrchu vláken atmosférickým plazmatem	22			
	3.5	And	organická vlákna; skleněná a čedičová. Vlastnosti, složení, výroba	23			
	3.6	Mee	chanismus koroze skleněných a čedičových vláken v silně zásaditém prostředí	24			
	3.6.1		Morfologické a chemické změny E-skleněných a čedičových vláken				
	3.6.2		Koncentrace napětí v povrchové vrstvě korodujícího vlákna	27			
3.6.3		.3	SEM analýza povrchu čedičových vláken	28			
3.6.4		.4	Změny ve složení korozního pláště	29			
	3.6	.5	Koroze čedičových vláken modifikovaných zirkoniem (Zr)	30			
	3.6	.6	Porovnání SEM analýzy povrchu čedičových a skleněných vláken	31			
	3.6	.7	SEM analýza povrchu E-skleněných vláken	32			
	3.6	.8	Životnost AR – vláken v silně zásaditém prostředí	32			
	3.6	.9	SEM analýza povrchu AR-skleněných vláken	33			
	3.7	Mee	chanismus koroze vláken v cementovém roztoku	34			
	3.7	.1	SEM analýza povrchu AR-skleněných a čedičových vláken	36			
	3.8	Živo	otnost uhlíkových vláken v zásaditém prostředí	36			
	3.8	.1	SEM analýza povrchu uhlíkových vláken	38			
	3.8	.2	Srovnání životnosti čedičových, skleněných a uhlíkových vláken v agresivním				
		v	prostředí	38			
	3.9	Živo	otnost aramidových vláken v zásaditém prostředí	38			
	3.10	Živo	otnost polyesterových vláken v zásaditém prostředí	39			
	3.11	Kin	etika chemických reakcí	40			
	3.12	Vlá	knové 2D a 3D kompozitní výztuže používané ve stavebních materiálech	42			
	3.12	2.1	Vymezení pojmu 3D textilní výztuž	43			
	3.12	2.2	Geomříže, Geosítě / Grid fabric, Geogrids	44			

3.12.3		2.3	Komorové/dutinové textilie	. 46			
3.12.4		2.4	Distanční textilie tkané/ spacer woven fabric	. 47			
	3.12.5		3D pletené textilie osnovní	. 47			
3.13 Beta		Beto	ony a geopolymerní matrice vyztužené 3D textiliemi	. 48			
	3.13	8.1	Využití komorových textilií v TRC	. 48			
	3.13	3.2	Využití osnovních distančních textilií v TRC	. 48			
	3.14	Apl	ikace AR-skleněných vláken v TRC	. 49			
	3.14	.1	Příklady aplikace trojrozměrných mřížkových struktur vyrobených z AR-skleněn vláken	ých . 50			
	3.14	l.2	Betony vyztužené NCF osnovní distanční textilií	. 51			
4	Pou	žité r	nateriály a metodiky hodnocení	. 54			
4	4.1	Pou	žité materiály	. 54			
	4.1.	1	Vlákna, vláknové rovingy, příze	. 54			
	4.1.2	2	Textilie	. 55			
	4.1.	3	Geopolymerní matrice	. 57			
	4.1.4	4	Použité chemikálie	. 57			
4	4.2	Zku	šební metody a postupy	. 58			
	4.2.	1	Zkoušení vláken a vláknových útvarů	. 58			
	4.2.2	2	Zkoušení geopolymerních kompozitů vyztužených vlákny	. 61			
	4.2.	3	Statistické metody zpracování dat	. 64			
	4.2.4	4	Doplňující zkoušky	. 65			
	4.2.:	5	Vliv atmosférického plazmatu na adhezi mezi vlákny a matricí v geopolymerních kompozitech	. 67			
5	Exp	erim	entální část	. 69			
4	5.1	Hod	lnocení životnosti vláken a vláknových útvarů v zásaditém prostředí	. 69			
	5.1.	1	Popis řešené problematiky	. 69			
	5.1.2	2	Zkušební metodika	. 69			
	5.1.	3	Statistické zpracování výsledků zkoušky pevnosti v tahu a vyhodnocení zkoušky	. 70			
	5.1.4	4	Výsledky zkoušky pevnosti v tahu BFr	. 70			
	5.1.	5	Výsledky zkoušky pevnosti v tahu CFr	. 71			
	5.1.	6	Výsledky zkoušky pevnosti v tahu R-GFr	. 72			
	5.1.	7	Výsledky zkoušky pevnosti v tahu E-GFr	. 74			
	5.1.3	8	Výsledky zkoušky pevnosti v tahu AR-GFr	. 75			
	5.1.	9	Závěry a diskuze k výsledkům zkoušky pevnosti v tahu				
	5.1.	10	Výsledky měření hmotnostního úbytku, stanovení délkové hmotnosti rovingů	. 78			
	5.1.	11	Závěry a diskuze k výsledkům měření hmotnosti a výpočtu délkové hmotnosti	. 80			
5.1.12		12	Výsledky stanovení pevnosti v tahu vláknových rovingů	. 80			
	5.1.13		Závěry a diskuze k výsledkům výpočtu pevnosti v tahu	. 82			

5.1.	.14	SEM analýza povrchu vláken	82	
5.1.15		Výsledky sledování vlivu destilované vody a silně zásaditého prostředí na pov uhlíkových vláken pomocí SEM		
5.1.	.16	Výsledky sledování vlivu destilované vody a silně zásaditého prostředí na povrch čedičových vláken pomocí SEM	83	
5.1.17		Výsledky sledování vlivu destilované vody na povrch skleněných vláken pom SEM		
5.1.18		Výsledky sledování vlivu vodního skla draselného (K ₂ SiO ₃) na povrch skleněný vláken pomocí SEM		
5.1.	.19	Výsledky sledování vlivu vodního skla sodného (Na ₂ SiO ₃) na povrch skleněných vláken pomocí SEM	87	
5.1.	.20	Výsledky sledování vlivu hydroxidu vápenatého Ca(OH) ₂ na povrch skleněných vláken pomocí SEM	88	
5.1.	.21	Závěr a diskuze k výsledkům SEM analýzy povrchu vláken	91	
5.1.	.22	Výsledky EDX analýzy povrchu skleněných vláken	92	
5.2	Met	odika stanovení změny průměru vláken metodou analýzy obrazu	93	
5.2.	.1	Popis řešené problematiky	93	
5.2.	.2	Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou	93	
5.2.	.3	Výsledky stanovení změny průměru vláken metodou analýzy obrazu	95	
5.2.4		Stanovení chemické rezistence	97	
5.2.	.5	Statistická analýza výsledků	98	
5.2.	.6	Závěr ke statistickému vyhodnocení Metodiky hodnocení vláken obrazovou analýzou	01	
5.3	Záv	ěr – komentář k Metodice hodnocení vláken obrazovou analýzou10	01	
5.4	Inter	rakce mezi vlákny a geopolymerní matricí1	03	
5.4.	.1	Popis řešené problematiky	03	
5.4.	.2	Metodika a zkušební postupy1	04	
5.4.	.3	Výsledky zkoušky teplotním šokem1	05	
5.4.	.4	Výsledky zkoušky mrazuvzdornosti 10	06	
5.4.	.5	Výsledky zkoušky zrychleného stárnutí – Xenon testu 1	09	
5.4.	.6	Výsledky měření porozity teplotně ovlivněných geopolymerních kompozitů s vláknovou výztuží	10	
5.4.	.7	XRD – analýza vzorků geopolymerní matrice s vláknovou výztuží s různým režimem stárnutí	15	
5.4.	.8	Výsledky vyhodnocení vlivu různých režimů stárnutí na fázové složení vlákny vyztužených geopolymerních kompozitů	20	
5.4.	.9	Výsledky tribologické zkoušky – opotřebení geopolymerů vyztužených vlákny 12	21	
5.4.	.10	Závěr – hodnocení interakce vláken s geopolymerní matricí 12	24	
5.4.	.11	Vliv plazmatické úpravy vláknové výztuže na vlastnosti geopolymerního kompozi	tu 25	

5.4.12		Zhodnocení vlivu plazmatické úpravy na povrch výztužných vláken v geopolymerní matrici				
5	.4.13	Dílčí závěr k hodnocení interakce vláken s geopolymerní matricí 129				
5.5	In	terakce mezi trojrozměrnou textilní výztuží a geopolymerní matricí 129				
5	.5.1	Popis řešené problematiky				
5	.5.2	Metodika zkoušení výztužných 3D textilií129				
5.	.5.3	Pevnost v tahu trojrozměrných textilií				
5.	.5.4	Vliv zásaditého prostředí na 3D výztužné textilie pomocí SEM analýzy I 131				
5.	.5.5	Zkoušení pevnosti v ohybu geopolymerních kompozitů s trojrozměrnou výztuží 133				
5	.5.6	Výsledky zkoušené pevnosti v ohybu geopolymerních kompozitů s trojrozměrnou výztuží				
5	.5.7	Vliv zásaditého prostředí na 3D výztužné textilie pomocí SEM analýzy II 135				
5	.5.8	Dílčí závěr k hodnocení interakce 3D výztuže s geopolymerní matricí 136				
6 Z	lávěr .					
6.1	Př	ínosy práce				
6.2	D	oporučení				
7 S	eznan	n použité literatury, reference				
8 S	eznan	n příloh dizertační práce				
9 P	řílohy	v dizertační práce				
9.1	Př	filoha 1				
9.2	Př	ʻíloha 2				
9.3	Př	filoha 3				
10 S	eznan	n obrázků				
11 S	11 Seznam tabulek					

Seznam zkratek

2D/ 3D výztuž	dvojrozměrná (plošná) výztuž/ trojrozměrná (prostorová) výztuž
AR	antikorozní
AR-GF,	AR-skleněná vlákna,
E-GF, R-GF	E-skleněná vlákna, R-skleněná vlákna
ARGFr;	roving z AR-skleněnýchh vláken/filamentů
E-GFr; R-GFr	roving z E/R-skleněnýchh vláken/filamentů
ASTM	American Society for Testing and Materials
BF, CF	čedičová (B), uhlíková (C) vlákna,
BFr; CFr	roving z čedičových/uhlíkových vláken/filamentů
CC	Concrete Canvas – betonové plátno
CER	označení pro předenou keramickou ucpávku
CSH fáze	hydráty křemičitanu vápenatého
EDS/EDX	Energy Dispersive Spectroscopy – energeticky disperzní spektroskopie/ Energy-dispersive X-ray spectroscopy – energeticky disperzní rentgenová spektroskopie
HR-ICP-MS	High Resolution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry – hmotnostní spektrometrie indukčně vázaného plazmatu s vysokým rozlišením
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma Optical Emision Spectrometry – emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
KP	kladecí přístroj
LK, LNa	vodní sklo draselné (K), sodné (LNa)
MSUS	Magazine Return Weft Insertion – zařízení pro vkládání útku
MWKF	Multiaxial Warp Knited Fabric – Multiaxiální osnovní textilie
NCF	Non Crimp Fabric – neprovázaná textilie
PA 6	polyakrylonitril
PES	polyester
PUR	vzorek bez vláknové výztuže
REF	vzorek referenční, neovlivněný
SAE	Society of Automotive Engineers
SEM	Scanning Electron Microscopy – skenovací elektronová mikroskopie
TRC	Textile Reinforced Concrete – textilem vyztužený beton
TRG	Textile Reinforced Geopolymer – textilem vyztužený geopolymer
W	týden
WoSF	Woven spacer Fabric – tkaná distanční textilie
WSF	Warp Spacer Fabric – osnovní distanční textilie
XRD	X-Ray Diffraction Analysis – rentgenově difrakční analýza

Seznam jednotek

b	šířka	[mm]
d	průměr vlákna	[µm]
d	distance, tloušťka	[mm]
D; ΔD	změna průměru, retenční poměr	[%]
d ₀	průměr vlákna počáteční	[µm]
dt	průměr vlákna v čase t	[µm]
$\mathbf{E}_{\mathbf{f}}$	modul pružnosti v ohybu	[GPa]
F _{max}	maximální tahová síla	[N]
h	výška	[mm]
KM _{f25}	součinitel mrazuvzdornosti	[%]
K _p	relativní rychlost degradace	[%/hod]
1	délka	[m]
L	vzdálenost podpěr	[mm]
m	hmotnost	[kg]
\mathbf{m}_0	hmotnost vlákna počáteční	[g]
ma	plošná hmotnost	[g/m ²]
$\mathbf{m}_{\mathbf{p}}; \mathbf{m}_{1}$	hmotnost vlákna po reakci	[g]
mt	hmotnost vlákna v čase t	[g]
n	četnost	
S	směrodatná odchylka	
s ²	rozptyl	
s _t	koeficient stárnutí v čase	[%]
Т	teplota	[°C]
Т	jemnost	[tex]
u	průhyb	[mm]
VX	variační koeficient	
Δm	změna hmotnosti	[%]
ΔRT_{20}	součinitel odolnosti proti teplotnímu šoku	[%]
ρ	hustota	[kg/m ³]
σ	pevnost v tahu	[GPa]
$\sigma_{\rm f}$	mez pevnosti v ohybu	[MPa]
ψ	hodnota veličiny po reakci	[jednotka]
$oldsymbol{\psi}_0$	počáteční hodnota veličiny	[jednotka]
\overline{x}	aritmetický průměr	

1 Úvod

Katedra materiálu Fakulty strojní Technické Univerzity v Liberci se řadí mezi ta pracoviště v České republice, která se dlouhodobě zabývají jak základním, tak aplikovaným výzkumem geopolymerních materiálů. Geopolymery (chemický název: aluminosilikáty) se označují jako materiál budoucnosti především ve stavebnictví. Je to materiál, který je svým vzhledem velmi podobný betonu. Jeho mechanické vlastnosti jsou ale významně lepší, jeho teplotní odolnost je vyšší, aplikovatelnost rozmanitější a významný je i přínos ekologický. Ten spočívá ve významně nižší spotřebě energie při výrobě anorganických složek geopolymeru, což je v období energetické krize víc než aktuální téma. Spotřeba energie je přibližně o 50 % nižší a vyloučené množství CO₂ je nižší až o 80 %. Použitelnost geopolymeru v kombinaci s vlákny nebo vláknovými recykláty je ve stavebnictví vítanou alternativou ke klasickým betonům s kovovou výztuží.

Důležitou součástí geopolymerů jako stavebního materiálu jsou výztuže vláknového charakteru. Vláknové výztuže (pojem zahrnuje: vlákna, délkové textilie, tkaniny, pletené sítě) zlepšují užitné vlastnosti geopolymerů a výrazně prodlužují jejich životnost. Jako výztuže se používají vlákna uhlíková (s typicky vysokou pevností a chemickou odolností vůči agresivnímu prostředí), čedičová (významná pro protipožární až ohnivzdorné aplikace se současně stabilní mechanickou odolností a zajímavou cenou) a speciální skleněná vlákna (ta tradičně kombinují dobré mechanické vlastnosti a teplotní odolnost). Z hlediska strukturního jsou to především vlákna krátká sekaná a gridy – sítě. Klasické plošné výztuže nemají tak široké využití jako při výrobě vlákny vyztužených plastů, naopak trojrozměrné textilní výztuže se ukazují jako možná alternativa při výrobě odlehčených fasádních panelů a dalších stavebních prvků.

Základní složka geopolymerní matrice je původem odpadní materiál vzniklý při výrobě jiného produktu. Aktivuje se zásaditým pojivem, obvykle se používají i plniva (písek nebo kamenivo) a výztuž pro zlepšení vlastností. Vzhledem k vysokému pH geopolymerů, které vyplývá z chemického složení materiálů používaných k jejich syntéze, se dlouhodobě řeší problematika odolnosti vláken v silně zásaditém prostředí prostřednictvím testů zrychleného stárnutí. Existuje celá řada studií, standardů a dnes už i aplikovaných výsledků, které prezentují úspěch v oblasti zachování vlastnosti vláken v agresivním prostředí. Mezi ně patří především antikorozní skleněná vlákna s přídavkem Zirkonia; sizingy sloužící k ochraně vláken a podpoře vzniku mezifázového rozhraní v místě kontaktu vlákna s matricí; řada ochranných povlaků pro textilní struktury aplikované do geopolymerů nebo betonů; trojrozměrné textilní struktury síťového charakteru aplikované jako výztuž stavebních materiálů.

Aplikovatelnost materiálu nebo výrobku v praxi je založena na znalosti vlastností a chování daného systému. Změny, které probíhají u vláknových výztuží v zásaditém prostředí je multioborové téma, v rámci kterého lze uplatnit znalosti o materiálech, zkušebnictví a znalosti z textilní technologie. Práce si klade za cíl studium chování vláknové disperze v geopolymerní matrici i prostřednictvím zkoušení vlastností geopolymerů vyztužených vlákny. Na rozdíl od obvyklých zkušebních postupů, které využívají k predikci chování vláken metody zrychleného stárnutí ve významně agresivnějším prostředí, byl v případě předkládané dizertační práce zvolen režim podmínek, které byly co nejblíž přirozenému režimu použití vyztuženého geopolymeru. Dizertační práce předkládá výsledky studia korozního chování obvyklých typů vláken a jejich využití jako výztuže geopolymerní matrice.

2 Cíle dizertační práce

Dizertační práce věnovaná studiu korozního chování vláknových rovingů v zásaditém prostředí je práce multioborová. Při jejím řešení a vypracování došlo ke spojení znalostí a zkušeností z oborů materiálového inženýrství Fakulty strojní a Fakulty textilní. V rámci řešení DSP byly použity metody hodnocení změn u vláken, které byly odvozené od standardů používaných pro určování chemické rezistence vláken v agresivním prostředí. K vyhodnocení výsledků byly aplikovány metody jako zjišťování pevnosti délkových textilií, úbytku hmotnosti a analýza povrchu vláken pomocí SEM (skenovací elektronová mikroskopie). Na základě provedené rešerše a vzniklé databáze naměřených výsledků, byla vypracována metodika hodnocení průměru vláken pomocí analýzy obrazu. Naměřené výsledky a jejich následné statistické posouzení vypovídají o spolehlivé metodice hodnocení životnosti vláknových výztuží ve stavebních materiálech.

Výsledky práce vycházejí z experimentálního určení změn v důsledku reakce vláknových rovingů s agresivním prostředím (silně zásadité, $pH \ge 12$). Testy stárnutí vláknových materiálů proběhly při pokojové teplotě a při použití maximální možné koncentrace zásaditého prostředí s cílem sledovat probíhající děje v reálném čase a následně je porovnat s výsledky zkoušek zrychleného stárnutí uvedených v dostupné odborné literatuře.

Cíle dizertační práce:

- Návrh a vypracování Metodiky hodnocení interakce vláknové výztuže v silně zásadité kompozitní matrici založené na měření průměru vláken s využitím obrazové analýzy.
- Stanovení změn uhlíkových, skleněných, čedičových vláken v zásaditém prostředí a sledování rychlosti a vývoje produktů korozních procesů.
- Statistické zpracování naměřených dat, určení míry spolehlivosti výsledků a porovnání výstupů s literárními zdroji.

Dizertační práce je dál zaměřená na sledování změny mechanických vlastností vlákny vyztužených geopolymerů v důsledku působení různých vlivů a analýze možnosti implementace 3D textilních výztuží do geopolymerů. Z toho vyplývají další cíle, zejména:

- Zkoušení možnosti modifikace povrchu vláken pro prodloužení životnosti vláknové výztuže v zásaditém prostředí geopolymerního kompozitu.
- Testování a ověřování možnosti použití komerčně dostupných 3D vláknových materiálů jako výztuže do geopolymerních kompozitů, hodnocení mechanických vlastností a posouzení životnosti použité výztuže.

3 Teoretická část – současný stav poznání

Teoretická část DSP shrnuje poznatky o geopolymerních materiálech (vlastnosti, způsob výroby), vláknových výztužích, mezifázovém rozhraní v kompozitních materiálech. Její stěžejní část je zaměřená na zkoušení a popis změn vlastností vláken (skleněných, čedičových, uhlíkových, aramidových a polyesterových), které probíhají v důsledku působení zásaditého prostředí. Teoretickou část zakončuje shrnutí poznatků z oblasti použití 3D výztuží vyrobených z výše uvedených vláken ve stavebnictví–použité materiály, konstrukce výztuží, aplikace ve stavebních hmotách a jejich vlastnosti.

3.1 Definice základních pojmů

Vzhledem k interdisciplinaritě dizertační práce je zařazen seznam základních pojmů z oblasti názvosloví textilní technologie, textilních útvarů a pojmy obvykle používané v souvislosti s vlákny vyztuženými kompozity. [1, 2] Seznam uvádí Tabulka 1.

Název	Anglický ekvivalent	Definice pojmu
Textilie délkové:	One-dimensional structures	Textilní útvar, kterého jeden rozměr (obvykle délka) je řádově větší než ostatní rozměry, které jsou souměřitelné. Vlákna dělíme na spřadatelná/staplová (nad 10 mm); nespřadatelná (pod 10 mm); nekonečná.
Vlákno*	Fibre/Filament	Látkově homogenní délková textilie, základní stavební jednotka všech textilních produktů a útvarů.
Monofil	Monofilament	Délková textilie z nekonečného vlákna – obsahuje jeden filament, používá se pro označení syntetických filamentů.
Multifil	Multifilament	Délková textilie z nekonečných vláken.
Kabílek*	Tow	Délková textilie z nekonečných chemických vláken, obvykle bez zákrutu nebo s minimálním (ochranným) zákrutem, rozsah jemnosti 2000 – 10 000 dtex.
Kabel*	Roving	Délková textilie z nekonečných chemických vláken, obvykle bez zákrutu nebo s minimálním (ochranným) zákrutem, rozsah jemnosti nad 10 000 dtex.
Nit	Thread	Obecný název pro délkovou textilii ze staplových nebo nekonečných vláken.
Příze	Yarn	Výrobky z přírodních a umělých staplových vláken zpevněných zákrutem, jednoduché nebo skané (obvykle ze dvou přízí jednoduchých kvůli eliminaci smyčkovitosti), tzv. jádrové příze – výrobky z opřádaných filamentů.
Textilie plošné:	Two-dimensional structures	Obecné označení pro textilie, kterých tloušťka je řádově menší než šířka a délka.
Tkanina	Woven fabric	Textilie vytvořená obvykle ze dvou kolmých soustav nití (osnova, útek) provázaných vazbou.
Osnova	Warp	Soustava nití rovnoběžných s osou textilie.
Útek	Weft	Soustava nití kolmých k ose textilie.

Tabulka 1: Textilní útvary – základní pojmy

Vazný bod	Interlacing point	Překřížení osnovní a útkové nitě.
Pletenina	Knitted fabric	Textilie složená ze vzájemně propletených oček.
Pletenina osnovní	Warp knitted fabric	Textilie vzniká ze soustavy nití, očka se provazují ve svislém směru (po sloupcích), řádek vzniká najednou.
Pletenina zátažná	Weft knitted fabric	Textilie vzniká z jedné nebo vice nití, očka se provazují v podélném směru (po řádcích), řádek vzniká postupně.
Očko	Loop	Vzniká protažením kličky předchozím očkem.
Textilie netkané	Non-woven fabric	Vrstva jednosměrně nebo nahodile orientovaných vláken, zpevněná mechanickým, chemickým nebo teplotním procesem.
Textilie splétané	Braided fabric	Textilie vzniká diagonálním provázáním dvou a vice soustav nití.
Textilie objemové (3D):	Three-dimensional fabric	3D, trojrozměrné textilie, jejich délka, šířka a tloušťka jsou řádově srovnatelné.
Distanční tkanina/pletenina	Spacer woven/knitted fabric	Distanční textilie tkaná/pletená; textilie má speciální konstrukci.
Více směrné textilie	Multiaxial fabric	Textilie, ve kterých jsou soustavy nití různě směrově orientované vůči ose textilie.
Textilní výztuž	Textile reinforcement	Označuje vláknové útvary, které se používají jako disperze kompozitních materiálů.
Vlákno sekané	Chopped fibres	Krátké úseky textilních filamentů, rozsah 5–50 mm.
Vlákno mleté	Milled fibres	Krátké úseky textilních filamentů, rozsah 0,03 – 3,0 mm.

Poznámka: Výraz vlákno se používá jako označení obecné pro daný typ délkové textilie bez ohledu, jedná-li se o vlákno staplové (přírodního původu, s omezenou délkou) nebo vlákno nekonečné. V oblasti technických textilií se výraz vlákno používá při označení typu – např. skleněné vlákno; výraz **filament** označuje, že se jedná o vlákno nekonečné. Výraz **monofil** se používá pro označení jednoho vlákna/filamentu syntetického původu.

Poznámka: **Multifil** je nadřazené/obecné označení pro délkové textilie **kabílek** a **kabel** ze syntetických materiálů jako polyester, polyamid, polypropylen atd. Odlišují se jemností a označení se používá v oblasti výroby textilií pro oděvní a bytové účely. Anglické označení **tow** a **roving** se používá pro délkové textilie vyrobené z technických vláken, jako jsou především uhlíková, čedičová a skleněná. Výrazy jednoznačně definují, že se jedná o použití v technické oblasti, především ve výrobě kompozitních materiálů.

Poznámka: **Příze** se často mylně používá jako označení pro délkové textilie všeho druhu. Jedná se o textilní útvar, který vzniká poměrně složitým, několikastupňovým procesem, na jehož konci je zakroucený produkt – jemnost a zákrut jsou parametry určující jeho další zpracování.

3.2 Geopolymery jako matricové kompozitní systémy

Anorganické složky geopolymeru jsou látky minerálního původu, které vytvrzují po chemickém nebo fyzikálním zpevnění. Mezi tyto látky řadíme jíly, sádru, cement, keramiku, alkalické silikáty, geopolymery, anorganické soli. Geopolymerní materiály vznikají anorganickou polykondenzací jako výsledek alkalické aktivace aluminosilikátových reaktantů – anorganických polymerů na bázi křemíku a hliníku. Geopolymery obsahují alkalický prvek sodík nebo draslík. Polymery jsou označovány jako polysialáty a skládají se z tetraedrů SiO₄ a AlO₄ (obr. 1, 2). Geopolymerní pojivo je čirá viskózní kapalina, obvykle hydroxid alkalického kovu nebo vodní sklo. Působením tvrdidla

nebo tepla dochází k vzniku polymeru s vysokou pojivovou schopností a ke vzniku Si–O–Al vazeb. [3, 4]



Proces geopolymerace probíhá ve čtyřech fázích:

I. fáze: Rozpouštění aktivních složek pomocí hydroxylových skupin – při kontaktu výchozího kalcinovaného produktu s alkalickým roztokem dochází k jeho postupnému rozpouštění (Al₂O₃, SiO₂) a přechodu z pevné látky do alkalického roztoku v podobě křemičitanu a tetrahydroxohlinitanu. Intenzita rozpouštění je závislá na koncentraci alkalického roztoku, složení výchozího produktu a kationtu alkalického kovu v roztoku. Alkalický aktivátor narušuje povrch částic a proniká dovnitř.

II. fáze: Nukleace – tvorba Si a Si/Al oligomerů z přesyceného roztoku. Reakční produkty vznikají současně uvnitř i vně částic.

III. fáze: Tvorba oligomerů kondenzací nebo autokondenzací – gelace. Po rozpuštění části Al_2O_3 , SiO_2 z povrchu dochází k difuzi Si a Al do gelové fáze. Koncentrace těchto složek na povrchu hlinitokřemičitých částic klesá, následuje další rozpouštění Al_2O_3 , SiO_2 z povrchu částic.

IV. fáze: Polykondenzace s postupným zesíťováním systému. Ve čtvrté fázi dochází k chemickému spojení geopolymerních prekurzorů (oligomerů) prostřednictvím molekul vody; do reakce se zapojuje SiO₂, reaguje polykondenzací s hlinitanem, až dojde k rozpuštění Al₂O₃ z povrchu materiálu. Polykondenzaci ovlivňuje teplota, pH a velikost atomu kationtu alkalického kovu. [7, 8]

Geopolymerní beton se připravuje z alkalických cementů bez vápenaté složky, jde o velmi odolný a ekonomicky výhodný materiál. Jeho hlavní výhodou je úspora nerostných surovin a uvolňování velmi malého množství CO₂ do ovzduší při výrobě, což významně ulevuje životnímu prostředí. [9] Strukturně jsou geopolymery blízké přírodním zeolitům, vytvářejí amorfní i semikrystalické prostorové sítě.

3.2.1 Vlastnosti geopolymerů, porovnání s portlandským cementem

Aluminosilikátová pojiva mají vysokou pevnost (v tlaku, v tahu i ohybu), hutnou mikrostrukturu, nízkou vyluhovatelnost, jsou odolné v agresivním prostředí, odolávají vysokým teplotám, jsou nehořlavé, odolné proti UV záření a mají dlouhou životnost. Geopolymery mají především technické použití – ve stavebnictví, strojírenství, galvanizovnách, protipožární technice, leteckém a automobilovém průmyslu. [9–12]

Zásadním rozdílem v probíhající reakci geopolymeru a portlandského cementu je, že při rozpouštění složek geopolymeru (polykondenzaci a následném tuhnutí) nedochází k chemickému vázání vody. Voda zde slouží jako médium pro průběh dílčích reakcí. Podle Davidovitse [13] si geopolymery udržují pevnost v tlaku až do 500 °C, v oblasti mezi 500 °C–1000 °C dochází k poklesu o 60–70 %. Smrštění geopolymeru se uvádí v rozmezí 5–8 % [10].

Portlandský cement obsahuje Ca(OH)₂ - portlandit, který vzniká jako hydratační produkt. Ten je nejsnadněji napadnutelný kyselinami. Geopolymery tento typ hydratačního produktu obsahují v množství, které zajišťuje jejich velmi dobrou odolnost vůči kyselinám. Koroze začíná vyluhováním Na⁺ a Ca²⁺, které jsou v matrici nahrazeny H⁺ ionty. Následuje chemická reakce mezi protony kyseliny a Si-O-AL polymerní vazbou. Sodné soli přecházejí do výluhu, vápenaté sloučeniny vytvářejí korozní vrstvu, která zpomaluje korozi [9].

Zmíněný ekologický přínos geopolymerů spočívá především v úspoře energie potřebné pro výrobu jedné tuny geopolymeru. Pro výrobu jedné tuny portlandského cementu je potřeba 3500 MJ. Pro výrobu jedné tuny anorganické složky geopolymeru se uvádí spotřeba energie 1230-1310 MJ. Emise CO₂ při výrobě tuny geopolymeru dosahují 0,18 t, při výrobě tuny portlandského cementu se vyprodukuje 1 t CO₂. [10].

Další možností využití geopolymerů je solidifikace nebezpečných odpadů, především těžkých kovů. Prakticky jde o úpravu fyzikálních a chemických vlastností směsi odpadů s plnivem a pojivem tak, aby vznikl stabilní systém. Fyzikální inhibici lze popsat jako zapouzdření odpadu/kovu v geopolymerní matrici. Podstatou chemické inhibice je vznik chemické vazby mezi odpadem a matricí. Vzniklé rozpustné látky se stávají součástí aluminosilikátových fází a jsou rozptýlené nerovnoměrně. Chemickou reakcí vzniklé méně rozpustné látky snižují vyluhování. Proces imobilizace významně ovlivňuje i pH aktivátoru. Snižující se pH zvyšuje nerozpustnost kovových sloučenin a porozitu matrice. Poréznější matrice je lépe propustná pro vyluhovací médium. [14] Vlastnosti odpadu musí splňovat požadavky pro uložení na skládce. Schopnost geopolymerů vázat odpady se posuzuje výluhovými testy – zjišťování koncentrace odpadní látky ve výluhu. Metody se liší dobou vyluhování a vyluhovacím roztokem. Efektivnost procesu inhibice je závislá na prvku, vlastnostech matrice a podmínkách geopolymerace. [14] Materiály s imobilizovanými těžkými kovy (sloučeniny kadmia, rtuti, niklu, chromu a olova) nebo odpady se používají při stavbě silnic. [9, 14]

Fyzikálně-chemické vlastnosti jsou ovlivněny kationty alkalických kovů (Na⁺, K⁺), ovlivňují uspořádání iontů, rozpustnost, strukturu, orientaci iontů během tvrzení a krystalické uspořádání. [9]

Fyzikální a mechanické vlastnosti geopolymerů je možné ovlivnit jednak nastavením reakčních podmínek, jednak plnivy s různou velikostí a granulometrickou skladbou nebo textilními výztužemi (TRG, TRC – Textile Reinforced Geopolymer/ Concrete). Například sekaná vlákna s délkou nad 5 mm ovlivňují především mechanické parametry – pevnost v tlaku a tuhost. Krátká vlákna s délkou pod 5 mm ovlivňují mechanické vlastnosti v menší míře, ale významně zlepšují zabíhavost, odlévatelnost a redukují vznik a šiření mikrotrhlin v geopolymeru [9, 15]. Mezi textilními výztužemi dominují především gridy (sítě vyrobené z uhlíkových nebo čedičových vláken), tkané struktury (perlinky) a v neposlední řadě i 3D textilní výztuže.

3.2.2 Vlastnosti geopolymerů, porovnání se standardním betonem

Standardní betony mají pevnost v tlaku asi 30 MPa, speciální úpravy zvyšují pevnost v tlaku až k 60 MPa. Geopolymery dosahují pevnosti až do 100 MPa. Geopolymery se vyznačují i vyšší

teplotní odolností. Standardní beton je stabilní do teploty 300 °C, pak začíná degradovat, nastává rozklad hlavních složek a uvolňují se toxické látky. Geopolymery odolávají teplotě kolem 1000 °C a vyšší. Tepelná vodivost závisí na množství a druhu pojiv, samotný polymer má velmi nízkou teplotní vodivost [8]. Doba tvrdnutí je u geopolymerů významně kratší, jestliže proces probíhá při teplotě vyšší než laboratorní teplota (20–24 °C). Při laboratorní teplotě probíhá tuhnutí významně pomaleji, pevnostní zkoušky lze provádět nejdřív po 14 dnech [16, 17]. Se zkráceným tvrdnutím rychleji narůstají pevnostní charakteristiky geopolymerů. Doba tvrdnutí závisí na použitých surovinách a metodách přípravy [8].

Výroba geopolymerů umožňuje použití kameniva s nižší kvalitou než pro výrobu klasických betonů. Jsou chemicky odolnější, například odolnost vůči kyselému dešti je zvýhodňuje při stavbě vodohospodářských a zemědělských staveb (agresivní vodní prostředí, odolnost v agresivním plynném prostředí při stavbě komínů). Geopolymery jsou mrazuvzdorné a odolné vůči nízkým teplotám. [8]

Jako výztuž geopolymerů lze použít výztuže pro standardní betony – uhlíkovou nebo antikorozní ocel, které mají stejnou až vyšší korozní odolnost. Nevhodné jsou materiály z lehkých kovů a jejich slitin a výztuž ze skleněných vláken. Z textilních výztuží jsou nejčastěji využívané struktury z uhlíkových a čedičových vláken a z vláken skleněných typu AR (antikorozních s přídavkem Zr) [8].

Výroba betonu značně zatěžuje životní prostředí. Při výrobě tuny cementu unikne do ovzduší přibližně tuna oxidu uhličitého. Pokud část cementu v betonu nahradí například uhelný popílek, klesá produkce emisí oxidu uhličitého maximálně o 10–15 %. Snížení emisí CO_2 je závažný problém s ohledem na to, že oxid uhličitý uvolněný při výrobě cementu, činí kolem 8 % celkové produkce emisí způsobujících skleníkový efekt. Při běžné výrobě geopolymerních surovin vzniká o 50–80 % oxidu uhličitého méně. Tento rozdíl je důsledkem tepelné úpravy jílovitých složek; pro složky betonu se teplota výpalu pohybuje kolem 1500 °C, u složek pro geopolymery jen 600–700 °C. [8]

3.3 Kompozitní vláknové výztuže

Vyztužení vlákny a výrobky z nich zvyšuje pevnost a tuhost kompozitu, které vzniká v důsledku uložení výztuže (disperze) do matrice kompozitního materiálu. Přitom musí být splněny tři základní podmínky:

- pevnost výztužných vláken je vyšší než pevnost matrice,
- tuhost výztužných vláken je vyšší než tuhost matrice,
- k porušení matrice nesmí dojít před porušením vláken. [18]

Matrice spojuje vlákna dohromady, slouží k přenosu namáhání do vláken, ochraňuje vlákna před poškozením. Vznik mezifázového rozhraní mezi vláknem a matricí zajišťuje vytvoření synergického efektu – jevu, který je pro kompozitní materiály typický; popsáno v kapitole 3.4 Mezifázové rozhraní. Vláknové kompozity lze rozdělit na jednovrstvé a vícevrstvé. Do jednovrstvových spadají diskontinuální (krátká, sekaná) vlákna, protože ta nevytvářejí vizuálně identifikovatelné vrstvy. Krátkovlákenné disperze se obvykle používají v kombinaci s termoplastickou matricí, nově v kombinaci s betonovými nebo aluminosilikátovými směsmi. Orientaci vláken není snadné ovlivnit. Ve většině případů se předpokládá jejich nahodilá orientace v kompozitu. Orientaci krátkých vláken může ovlivnit výrobní postup, který může být příčinou odlišného uspořádání vláken v rozdílných

oblastech kompozitu. Významný vliv na finální vlastnosti kompozitu mají, v případě krátkovláknové disperze, druh vlákna, jeho délka a objemový podíl. [15, 18]

Z vláken kontinuálních lze vytvořit jak kompozit jednovrstvý, tak kompozit mnohovrstvý, tzv. laminát. Vláknové výztuže se zpracovávají celou škálou textilních technologií, které ovlivňují tvar a vlastnosti výztuže. Přehled názvosloví a definice vláknových útvarů jsou obsahem kapitoly 3.1, Tabulky 1 – Textilní útvary – základní pojmy. Základní stavební jednotkou laminátu je lamina. Na vlastnostech laminy se významně podílejí druh, orientace, objemový podíl a tloušťka vláknové výztuže. [18]

Podle orientace výztuže v matrici lze rozdělit vláknové výztuže z kontinuálních vláken způsobem, který prezentuje Tabulka 2:

Tabulka 2: Varianty uspořádání kontinuálních výztuží

Jednosměrné uspořádán, tzv. UD (*unidirectional*) výrobky – vlákna jsou ve vrstvě orientovaná pouze jedním směrem (rovingy nebo jednosměrné textilie).

Dvouosé uspořádání – vlákna jsou v textilii orientovaná dvěma směry: podle orientace vůči svislé ose je lze rozdělit na *bidirectional* (0°/90°) a *bidiagonal* (±45°); vrstvy mohou být vzájemně provázané (tkaniny, splétané pásky) nebo neprovázané (multiaxiální pleteniny).

Nahodilé uspořádání – vlákna v textilii jsou uspořádaná nahodile, jedná se o netkané textilie (rouna, flísy, závoje).

Víceosé uspořádání – vlákna jsou v textilii uspořádaná ve více směrech v jedné rovině – triaxiální (provázané – tkaniny, neprovázané – multixiální pleteniny) a kvadriaxiální textilie (neprovázané, vrstvené – multiaxiální pleteniny).

Prostorové uspořádání – vlákna jsou v textilii provázaná a uspořádaná ve třech základních rovinách: distanční a 3D tkaniny, distanční pleteniny, splétané textilie duté a 3D splétané textilie.

Speciální případ: multiaxiální pleteniny s přidanou vrstvou/vrstvami sekaných vláken.

Vlastnosti vláknové výztuže lze charakterizovat pomocí základních parametrů [18]:

- Jemnost [tex = g·km⁻¹] slouží pro určení délkové hmotnosti jednoho vlákna nebo svazku vláken. Pro produkty z uhlíkových vláken se používá značení pomocí počtu elementárních vláken ve svazku, příklad 1000 vláken se značí jako 1 K.
- Hustota vláken [gm⁻³] udává hmotnost jednotkového objemu materiálu.
- Zákrut [m⁻¹] slouží ke zpevnění délkové textilie a udává počet otáček/zákrutů na 1 m. U výrobků z technických vláken se zákrut obvykle nepoužívá, výrobky mají tzv. nulový zákrut (uhlíková a skleněná vlákna) nebo mají tzv. ochranný zákrut (účelem je zpevnění útvaru).
- **Plošná hmotnost** [gm⁻²] a **vazba** jsou základní charakteristiky plošných výztuží (tkanin, pletenin, splétaných a netkaných textilií). Plošná hmotnost je hmotnost jednotkové plochy











textilie. Vazba závisí na použité textilní technologii. Z hlediska vzájemné provázanosti – vazby – dělíme vláknové kompozitní výztuže na provázané (vytvářejí vazné body v tkaných, pletených nebo splétaných strukturách) nebo neprovázané, tzv. non-crimp fabrics. [19–21]

• Sizing – je povrchová úprava vláken, která ochraňuje vlákna před poškozením, zlepšuje zpracovatelnost a zaručuje zvýšenou kvalitu adheze vůči budoucí matrici [18].

Vláknové kompozitní výztuže se vyrábějí z technických a speciálních vláken, ke kterým se řadí především vlákna uhlíková, skleněná, čedičová, aramidová (obr. 3) a řada dalších.



Obrázek 3: Druhy vláken a) uhlíková [22], b) skleněná [23], c) čedičová [24], d) aramidová [25]

3.4 Mezifázové rozhraní

Synergický efekt je nejcharakterističtější vlastností kompozitních materiálů. Vzniká interakcí spojité a disperzní složky kompozitu, jeho podstatou je vznik mezifázového rozhraní (obr. 4). Mezifázové rozhraní je přechodová fáze, která vzniká reakcí mezi spojitou fází (matricí) a fází disperzní (výztuží). Vlastnosti složek kompozitu a typ adheze jsou určující pro charakter a velikost přenosu napětí z matrice na výztuž [26]. Mezifáze (interphase) s konkrétními vlastnostmi (obr. 5a) je podmíněná cílenou povrchovou úpravou výztuže, tzv. sizingem. Povlak zlepšuje smáčení výztuže, umožňuje vznik odolnějšího a kvalitnějšího mezifázového rozhraní, vzniká řízená mezifáze. Povrchová úprava má chemické složení přizpůsobené jak typu vlákna, tak typu matrice a je nanášena definovaným a opakovatelným způsobem [27]. Řízená mezifáze má dvě části: chemicky vázanou mezivrstvu a vrstvu modifikované matrice, která je formovaná interdifúzí atomů. Vrstva si zachovává původní složení, mění se její mikrostruktura.



Obrázek 4: Mezifázové rozhraní [28, 29]



Obrázek 5: a) Mezifáze, b) rozhraní [28, 29]

Rozhraní na obr. 5b je oblast kontaktu mezi matricí a výztuží které se označuje jako neřízená mezifáze. Přechod mezi dvěma materiály a jejich vlastnostmi je prudký, přechod tvoří modifikovaná matrice vytvořená interdifúzí atomů. Adheze mezi složkami je obvykle špatná [27, 30–32].

3.4.1 Typy mezifázového rozhraní

Způsob tvorby mezifázového rozhraní je úzce spojený s mírou adheze mezi vlákny a matricí. Adheze v kompozitech se přímo podílí na vlastnostech výsledného materiálu a je tvořena souborem mechanizmů, mezi které řadíme absorpci, smáčení, elektrostatické interakce, reakční vazby a nevázané interakce. Adhezi obecně rozdělujeme podle základních mechanizmů na mechanickou, fyzikální, chemickou, elektrostatickou a difúzní [26, 27, 29–31]. Přehled adhezních spojení je na obr. 6.



Obrázek 6: Způsoby adhezního spojení; a) mechanická adheze, b) interdifůze, c) chemická vazba, d) chemická vazba se vznikem mezifáze, e) elektrostatická vazba, molekulová zapletenina polymerních řetězců [35]

V literatuře jsou popsány následující druhy adhezí mezi vlákny a matricí:

- Mechanická adheze je založená na smykovém napětí, které vzniká při zatížení kompozitního
 materiálu v mezifázovém rozhraní. Vazby mezi vláknem a matricí brání jejich ustřižení
 a následnému porušení kompozitu. Síla adheze roste s velikostí povrchu vláken a jejich
 drsností a kvalitou koheze mezi vrstvami. Úpravy povrchu vlákna významně ovlivňují
 přilnavost vlákna k matrici. Plazmové technologie úpravy povrchu vlákna našly významné
 uplatnění ve vývoji vysoce výkonných vlákny vyztužených kompozitů [27, 31].
- *Fyzikální adheze* je založena na van der Waalsových silách, působících do vzdálenosti 0,5 nm. Uplatňuje se především mezi povrchem vlákna a matricí [27, 31].
- *Chemická adheze* je důsledkem chemické reakce matrice a výztuže za vzniku chemické sloučeniny. Reakce mezi vláknem a matricí je usnadněna sizingem. Adheze mezivrstvy je silná, je to příklad řízeného mezifázového rozhraní [27, 32, 33].
- *Elektrostatická adheze* vzniká mezi dvěma vodivými materiály s opačným nábojem. Základem adheze je elektrostatické pole, které vzniká na základě vytvoření elektrického potenciálu mezi materiály. Přitažlivé síly, které vznikají mezi materiály, jsou elektrostatického původu [33].
- *Difuzní adheze* je typická pro polymery. Vzájemná difuze je závislá na čase, teplotě a relativní molekulové hmotnosti polymeru [35].

3.4.2 Sizing – povrchová úprava vláken

Povrchová úprava vláken, tzv. sizing, je komerčně aplikovaný funkční povlak, který splňuje požadavky na ochranu, zpracovatelnost vláken a vznik chemické vazby mezi vláknem a matricí. Pro povrchovou úpravu skleněných vláken se používají organosilany [35]. Organosilany jsou sloučeniny obsahující ve své struktuře křemík, fungují jako adhezní činidla. Jsou typické svojí schopností vytvářet užitečné chemické reakce. Princip funkce organosilanových činidel je založený na chemické reaktivitě mezi anorganickým substrátem a organickou matricí. Chemickou vazbu zajišťují siloxanové můstky a organické funkční skupiny [36]. Variabilita koncových funkčních skupin napomáhá kompatibilitě s různými druhy matric. Vzhledem k dobré reaktivitě mezi látkami obsahujícími křemík (mezi organosilany a skleněnými vlákny), je možné tyto materiály použít jako plniva do polymerních a jiných matric (aluminosilikátů) a tím zajistit lepší mechanické vlastnosti a rozšíření oblasti použití. [36] Negativním jevem je hydrolytická nestabilita; zvýšená koncentrace vody je příčinou rozpadu vazeb a s tím související snížení mechanických vlastností kompozitního systému [35]. Sizingy na bázi organosilanových sloučenin je možné použít i pro čedičová vlákna díky tomu, že obsahují obdobně jako vlákna skleněná, křemík [37].

Pro povrchovou úpravu uhlíkových vláken se obvykle používají chemické sloučeniny, které vytvářejí vazební skupiny (hydroxylové, karboxylové, ketonové a další) na jejich povrchu a tím zajišťují navázání chemické vazby mezi vláknem a matricí. Obvykle se jedná o chemické nebo elektrochemické úpravy povrchu, které vyžadují přítomnost silných kyselin a zásad. Suchá oxidace na vzduchu je jako proces jednoduchá, ale velmi zdlouhavá. Povrch vláken je možné aktivovat ozářením v aktivní nebo inertní atmosféře; povrch vláken se ozářením karbonizuje. Vlákna se zdrsněným povrchem vykazují vyšší poréznost a lepší adhezi. [38]

Vývoj sizingů je oblast, ve které probíhá celá řada výzkumů; řeší se zlepšení účinnosti adhezivních prostředků, snižování nákladů na suroviny a energii, vytvoření účinnějších směsí pro úpravu povrchu, změny technologických postupů a strojních zařízení. Využití rezerv v oblasti úpravy a aktivace povrchu vláken může v důsledku zlepšit pevnostní vlastnosti kompozitních materiálů. Uvádí se např. že eliminací tepelného zpracování lze snížit ztrátu pevnosti vláken až o 60 % (vůči původní pevnosti vláken), v případě výběru účinného sizingu lze pevnost výsledného kompozitního materiálu zvýšit o 100 % nebo dokonce 200 %. [39]

3.4.3 Modifikace povrchu vláken atmosférickým plazmatem

Plazma je elektricky vodivé médium, které obsahuje kladně a záporně nabité částice i neutrální atomy a molekuly. Vysoká koncentrace nabitých částic vytvořených ionizací, které mají extrémně vysokou energii v porovnání se stavy kapalným, plynným a pevným, tvoří tzv. čtvrtý stav hmoty – plazma. [40, 41] Podle teploty plynu se plazma rozděluje na několik kategorií. Nejčastěji používaným typem plazmatu je studené nebo atmosférické plazma. Jeho výhoda spočívá ve velice vysoké elektronové teplotě samotného plazmatu a relativně nízké teplotě plynu. Díky tomu mohou nabité částice přítomné v plazmatu interagovat s povrchem substrátu nebo energeticky aktivovat molekuly reaktivních plynů. [40–42] Problematika modifikace mezifázového rozhraní pomocí plazmatu a související experiment byly součástí publikací [28, 29].

Poznámka: Autorský článek [28] - Vliv atmosférického plazmatu na adhezi mezi vlákny a matricí v geopolymerních kompozitech byl publikovaný v časopise Jemná optika a mechanika; konferenční příspěvek [29] - Influence of Atmospheric Plasma on Mechanical Strength Fiber Reinforced Geopolymer Composit vyšel ve sborníku konference EAN 2021 - 59th International Scientific Conference on Experimental Stress Analysis.

3.5 Anorganická vlákna; skleněná a čedičová. Vlastnosti, složení, výroba

Mezi vlákna anorganického původu řadíme vlákna kovová (měděná, hliníková, stříbrná), nekovová (bórová, křemíková; z jednoduchých sloučenin – karbidů, nitridů), skleněná (různé typy podle složení) a minerální (křemičitany hliníku, hořčíku a vápníku). [43]

Pro skleněná a minerální vlákna platí, že mají dobré mechanické vlastnosti. Patří mezi ně vysoká mez pevnosti v tahu, vysoký modul pružnosti v tahu, nehořlavost, dobrá tepelná odolnost, rozměrová stabilita a dobrá odolnost proti plísním a mikroorganismům. Díky těmto vlastnostem se vlákna používají jako výztuže/disperze do kompozitních materiálů, kterých matrice mají nízkou mez pevnosti v tahu. Průměr vláken je kruhový, při namáhání dochází k příčnému křehkému lomu. [43] Používané matrice jsou polymerní, keramické, různé typy betonových směsí a aluminosilikátových směsí známých pod pojmem geopolymery. Složení skleněných vláken se liší podle účelu použití, složení jednotlivých typů skleněných vláken shrnuje Tabulka 3.

složení			Vla	ákna sklei	něná			Vlákno
[%]	С	D	E	ECR	AR	R	S-2	čedičové
						(S, T)		
SiO ₂	64-68	72-75	52-56	54-62	55-75	56-60	64-66	52,8
Al ₂ O ₃	3-5	0-1	12-16	9-15	0-5	23-26	24-26	17,5
B ₂ O ₃	4-6	21-24	5-10	-	0-8	0-0,3	<0,05	
CaO	11-15	0-1	16-25	17-25	1-10	8-15	0-0,2	8,59
MgO	2-4	-	0-5	0-4	-	4-7	9,5-	4,63
							10,3	
ZnO	-	-	-	2-5	-	-	-	
BaO	0-1	-	-	-	-	0-0,1	-	
Li ₂ O	-	-	-	-	0-1,5	-	-	
Na ₂ O +	7-10	0-4	0-2	0-2	11-21	0-1	<0,1	3,34
K ₂ O								+1,46
TiO ₂	-	-	0-0,8	0-4	0-12	0-0,25	-	1,38
ZrO_2	-	-	-	-	1-18	-	-	
Fe ₂ O ₃	0,8	0-0,4	0-0,4	0-0,8	0-5	0-0,5	0-0,1	10,3
F ₂	-	0-1	0-1	-	-	0-0,1	-	
P ₂ 0 ₅								0,28

Tabulka 3: Hmotnostní podíly chemických složek skleněných vláken [44] a čedičového vlákna [45]

Legenda: C - sklo se zvýšenou chemickou odolností; <math>D - sklo s nízkou dielektrickou konstantou; <math>E - sklo proelektroizolace (nízká elektrická vodivost); ECR - sklo pro elektroizolace se zvýšenou chemickou odolností; AR antikorozní skleněná vlákna pro stavební aplikace; R, S, T, S2 – mechanicky a teplotně vysoce odolná skleněná vlákna.

Výrobky z kompozitů se skleněnými vlákny se využívají v automobilovém průmyslu, ve stavebnictví, leteckém průmyslu, chemickém průmyslu a dalších technických aplikacích. Výroba skleněných vláken (hustota 2,6 g/cm³) je kontinuální proces, který probíhá v tavících agregátech ze směsi surovin, které určují konečné vlastnosti skloviny. Skleněné filamenty mají průměr mezi

3,5–20 μm. Proces výroby ukončuje nanášení sizingu, který vlákna ochraňuje před mechanickým poškozením, zprostředkuje vznik mezifázového rozhraní a usnadňuje zpracovatelnost vláken. [18]

Čedičová vlákna mají lepší mechanické, fyzikální a chemické vlastnosti než skleněná vlákna. Složení čedičových vláken je součástí Tabulky 3. Čedičová vlákna (hustota 2,7-2,9 g/cm³) se používají v těch odvětvích průmyslu, kde se běžně používají skleněná a azbestová vlákna. Oproti azbestovým vláknům mají řadu výhod zejména ekologických a zdravotních. Čedičové filamenty mají průměr v rozmezí 7–22 µm. Vlákna se vyrábí roztavením drcené horniny a rozfoukáním nebo odstředivým rozvlákněním. [46]

Skleněná a čedičová vlákna se skládají z celé řady oxidů:

- *Oxid křemičitý SiO*₂ se zvyšujícím se obsahem SiO₂ se zvyšuje teplota tavení a viskozita taveniny, zvětšuje se průměr a délka fibril.
- Oxid hlinitý Al₂O₃ zvyšuje teplotu tavení a viskozitu pouze do určitého obsahu a do 50 % SiO₂; filamenty jsou kratší a křehčí, jsou odolné vůči zvýšené teplotě, teplotním změnám, jsou odolné chemicky a vůči vodní korozi.
- Oxid vápenatý CaO zvyšuje tavící teplotu a snižuje viskozitu; filamenty jsou krátké, křehké, lámou se na velké množství malých částí; způsobuje snížení chemické a hydrolytické odolnosti.
- *Oxid hořečnatý MgO* má silnější účinek na teplotu tavení a viskozitu než CaO, zvyšuje teplotu odskelnění, nesnižuje chemickou a hydrolytickou odolnost jako oxid vápenatý.
- *Oxid železnatý FeO* snižuje teplotu tavení a viskozitu, používá se jako tavidlo, dodává filamentům tmavý odstín.
- *Oxid titaničitý TiO*₂ shodné vlastnosti a použití jako FeO, je vhodnější pro výrobu filamentů.
- *Oxidy sodný a draselný Na₂O a K₂O* snižují viskozitu (tavidlo do určitého množství), prodlužují interval tekutosti taveniny. [43]

Skleněná a čedičová vlákna jsou chemicky stálá a odolná vůči většině chemikálií. Odolnost v různých prostředích se liší a je ovlivněna mnoha faktory jak ze strany vláken (postup výroby, rychlost chlazení, průměr filamentu, povrchová úprava, podíl složek), tak ze strany prostředí (teplota, vlhkost, pH, doba působení). Z hlediska složení jsou nežádoucí sloučeniny síry nad 5 % (způsobují tzv. sirný rozklad), rozpad vláken způsobuje vyšší obsah než 3 % obsah oxidu železitého a přes 1 % obsahu síry. Negativní vliv na chemickou odolnost mají přítomnost oxidu vápenatého CaO a oxidu bóru B₂O₃. [43]

3.6 Mechanismus koroze skleněných a čedičových vláken v silně zásaditém prostředí

Chemickou odolnost minerálních vláken vůči agresivnímu prostředí nelze přesně změřit pomocí jedné metody. Rychlost koroze závisí na následujících parametrech: teplota, doba expozice, chemické složení vlákna, koncentrace roztoku/prostředí. Koroze je také ovlivněna sizingem, který se aplikuje v průběhu výroby vlákna a má za úkol vlákno chránit. Sizing zároveň snižuje počet a velikost trhlin na povrchu vlákna. Povrchové vady, které se na vlákně tvoří během procesu výroby, koncentrují napětí ve špičce defektu, kde při zatížení dochází k selhání vlákna. [47]

Koroze je způsobená rozpouštěním sítě molekul SiO₂: OH⁻ ionty rozrušují siloxanové vazby a křemičitany se vyplavují do roztoku [48, 49]. Pro testy zrychleného stárnutí se obvykle používá

roztok NaOH, nasycený roztok Ca(OH)₂, kombinace roztoků KOH, NaOH a Ca(OH)₂. Další možností je cementový výluh. Ten způsobuje odlišné poškození vláken (popsáno v kapitole 3.7).

Vysoká hodnota pH a zvýšená teplota vedou k vytvoření silně agresivních podmínek. Podmínky testu určuje celá řada Standardů, např. ASTM C 1203-91, ISO 695: 1991. Jako ukazatel míry degradace se sleduje úbytek hmotnosti vláken [50].

Obecně je pro skleněná vlákna typická nízká odolnost a nestabilita vlastností v zásaditém prostředí, kterým je například beton s pH v rozmezí 12-13 nebo geopolymerní matrice s pH v rozmezí 12-14. Skleněná vlákna typu E vyrobená z bezalkalické skloviny (do 1 % alkálií) mají slabou chemickou odolnost proti kyselinám, alkáliím, dobře odolávají vodě a CaCl₂. Vlákna z E-skla jsou vhodná jako elektroizolační materiál, používají se jako výztuž do polymerních matric pro výrobu Glass Fibre Reinforced Plastics – GFRP. Jako výztuž stavebních materiálů jsou nevhodná. [18, 51–53]

SiO₂ je hlavní složkou prakticky všech typů skleněných vláken s různými oxidy kovů, jako je Al₂O₃. Ve směsi jsou často obsaženy CaO a MgO. Pro jednoduchost se křemičité sklo označuje jako SiO₂. Poškození E-skleněného vlákna v alkalickém prostředí je způsobeno chemickou reakcí, kterou popisuje [54], zvýšená teplota je katalyzátorem reakce. Když je sklo v kontaktu s horkým koncentrovaným alkalickým roztokem, hydroxylové ionty atakují řetězec SiO₂ podle rovnice (1). Al₂O₃, který je po Si největší složkou v E-skle může reagovat s OH⁻ z roztoku NaOH a KOH podobným způsobem jako SiO₂, jak je uvedeno v rovnici (2):

$$[-Si-O-Si-] + OH^{-} \xrightarrow{\Delta} [-SiO]^{-} + [-Si-OH]$$
(1)

$$[-Al-O-Al-] + OH^{-\Delta}[-AlO]^{-} + [-Al-OH]$$
(2)

Oxidy vápníku CaO (druhá největší složka E-skla) a hořčíku MgO jsou také rozpustné v alkalickém roztoku, což má za následek další narušení struktury skleněné sítě. Předpokládá se, že rozpad silikátové sítě je klíčovým procesem reakce E-skleněných vláken s alkalickým roztokem. Rozptýlení síťových modifikátorů (např. CaO) do roztoku přispívá k rozpouštění vláken a zmenšení jejich průměru. [54]

Čedičová vlákna dobře odolávají vlivu vlhkosti, jsou stálá v teplé i studené vodě. Jejich odolnost vůči kyselinám je v porovnání se skleněnými vlákny nižší, v zásadách mají odolnost naopak vyšší. V zásaditém roztoku probíhá reakce s hydroxylovými ionty podle rovnic (1) a (2). [43]

3.6.1 Morfologické a chemické změny E-skleněných a čedičových vláken

Velmi dobře je popsán vliv NaOH na čedičová vlákna, především ve studiích [55–60]. Po ponoření vláken do roztoku NaOH (nejpoužívanější zásadité korozní médium) dochází na jejich povrchu k výrazným změnám. V důsledku přerušení vazby Si-O-Si působením OH⁻ (podle rovnice (1) migrují vzniklé křemičitany do roztoku, na povrchu vlákna se objevují zkorodované oblasti. V těchto oblastech vzniká vrstva porézního gelu, na kterou jsou navázané globulární částice. Jde o nerozpustné kovové částice (Fe, Ca a Mg) a hydroxidy difundované z jádra vlákna pod gelovou vrstvou. [55]

S prodlužující se dobou expozice se četnost výskytu částic zvyšuje, částice se postupně slučují do vločkovitých povlaků. Vytváří se křehká depoziční vrstva (tzv. korozní skořápka, plášť, vrstva), která roste. Kromě toho jsou na povrchu vláken i trhliny, drobná poškození vzniklá při výrobě a následné manipulaci. Při reakcích dochází k tvorbě molekul vody, které způsobují bobtnání povrchové vrstvy, čímž se zvětšuje její objem. Depoziční vrstva postupem času zcela překryje gelovou vrstvu, korozní

skořápka narůstá v ploše (po celém povrchu vlákna), současně roste i její tloušťka. Změny na povrchu vlákna v řezu ukazuje schéma na obr. 7. [55] Proces koroze úzce souvisí se změnami průměru vláken, graf na obr. 8 ukazuje změnu průměru čedičového vlákna v průběhu korozního cyklu. [61]



Obrázek 7: Schématické znázornění povrchové vrstvy čedičového vlákna vzniklé vlivem NaOH. [55]



Schématické znázornění průběhu procesu popisuje obr. 9 autorů Tang a kol. [62], obdobný obrázek použili i Scheffler a kol. v [61]. Koroze je rozdělena do tří fází: fáze 1 - rozpouštění křemičitanu, fáze 2 - tvorba a růst korozní skořápky a fáze 3 - oddělení korozní skořápky. Počáteční stav vlákna je charakterizován průměrem d_0 a povrchovými vadami s různou hloubkou. Vlákna selhávají při vysoké hodnotě zatížení. Ve stavu A dochází k iniciaci ataku OH⁻ iontů na síť Si – O – Si především v oblastech mikrotrhlin, které se začínají prohlubovat směrem k jádru vlákna. V důsledku toho se zvyšuje koncentrace napětí (viz. kapitola 3.6.2 Koncentrace napětí v povrchové vrstvě korodujícího vlákna), což způsobuje rychlé snížení pevnosti vláken v tahu. Nerozpustné hydroxidy tvořené vápníkem a železem začínají pokrývat povrch vláken. Nastává přechod do fáze 2, stav B.

Ve stavu B se tvoří hydratovaná vrstva – korozní plášť, hydratační reakce pokračuje. Korozní plášť působí jako ochrana a zpomaluje rychlost difúze hydroxylových iontů do jádra vlákna, tím se snižuje rychlost rozpouštění křemičitanu. Ve stavu C zasahuje jeden konec trhliny do pláště, druhý konec trhliny do jádra vlákna. Vlákna mají v tomto stavu velmi nízkou pevnost v tahu. Ve stavu D je tloušťka korozního pláště největší. Koncentrace napětí se snižuje díky nižší pevnosti v tahu korozního pláště a slabé vazbě mezi pláštěm a jádrem vlákna. Koroze přechází do fáze 3.

Ve stavu E dochází k popraskání korozního pláště a jeho lokálnímu odlepení/odtržení od jádra vlákna. Ve stavu F se korozní skořápka částečně nebo úplně odděluje; vlákno má "nový" povrch a dochází ke zmenšení průměru z d₀ na d₁. Vlákna o průměru d₁ mají zvýšenou pevnost oproti stavům B až D, původní hodnoty jako ve stavu A už ale nedosahují. Koroze se jako cyklus opakuje, stavem A začíná celý cyklus znovu. [62]

Poznámka: Vznik povrchové vrstvy je popsán ve všech případech, kdy je čedičové nebo skleněné vlákno vystavené vlivu vody, kyselého nebo zásaditého roztoku. Zhou a kol. popisuje vznik tzv. high-silica-layer – křemíkem obohacené vrstvy na povrchu vlákna v [63]. Povrchová vrstva vzniklá na čedičových vláknech vlivem kyseliny byla nasnímaná pomocí SEM (skenovací elektronové mikroskopie) a prezentovaná Wu a kol. v [64]. Příčné řezy vláken zobrazené pomocí SEM prezentovali ve svých pracích také Scheffler [61] a Lipatov [65].



Obrázek 9: Schéma procesu tvorby korozní skořápky na povrchu čedičového vlákna v NaOH [62]

U čedičových vláken dochází k poklesu podílu Si, Al, Na a K směrem z jádra vlákna k vnějšímu povrchu v důsledku rozpouštění aluminosilikátové sítě. Obsahy prvků Fe, Ca a Mg se ve vnější povrchové vrstvě navyšují v důsledku depozice. [55]

3.6.2 Koncentrace napětí v povrchové vrstvě korodujícího vlákna

Koncentrace napětí [62] je jev, kdy je maximální hodnota napětí v místní oblasti vlákna vyšší než průměrná hodnota napětí. Obrázek 10 ukazuje schematické diagramy rozložení napětí s koncentrací napětí a bez něj. Když je síla P aplikována na nepoškozené vlákno (obrázek 10a), rozložení napětí ve vlákně je téměř rovnoměrné. Vlákno selže při $\sigma_0 = \sigma_b$, kde σ_b představuje mezní tahové napětí v materiálu. Když je síla P aplikována na poškozené vlákno (obrázek 10b), rozložení napětí ve vlákně není rovnoměrné. Napětí v blízkosti defektu je mnohem vyšší než průměrné napětí. Vlákno selže při $\sigma_{max} = \sigma_b$. V tomto případě je naměřená pevnost v tahu σ_m menší než σ_b . Čím vyšší je koncentrace napětí, tím větší je σ_{max} a menší σ_m . Před vytvořením korozního pláště se zvyšuje koncentrace napětí a pevnost vlákna v tahu se snižuje. Při vzniku korozního pláště se koncentrace napětí naopak snižuje, což má za následek zvýšení pevnosti v tahu. Srovnání pevnosti vlákna s korozní skořápkou (ošetřeno 1 mol/l NaOH po dobu 3 dnů při 25 °C) a bez korozního skořápky (ošetřeno 1 mol/l NaOH po dobu 3 dnů při 50 °C) ukázalo, že pokles pevnosti v tahu způsobený koncentrací napětí u vláken bez skořápky byl vyšší než u vláken se skořápkou. Za předpokladu, že korozní plášť není schopen přenést tahovou sílu P, lze účinek koroze na zachování pevnosti v tahu T_s vypočítat podle rovnice (3): [62]

$$T_{S} = \frac{\pi \left(\frac{d_{0}}{2} - h\right)^{2}}{\pi \left(\frac{d_{0}}{2}\right)^{2}} \cdot 100 \% = \left(1 - \frac{2h}{d_{0}}\right)^{2} \cdot 100 \%$$
(3)

$d_0 - průměr neošetřeného vlákna, h - tloušťka korozního pláště$

Autoři [62] uvedli do souvislosti vývoj korozního pláště vlákna ošetřeného zásaditým roztokem s kolísáním pevnosti v tahu vlákna. Průběh ukazuje graf na obr. 11. Nejnižší pevnost v tahu má vlákno ve fázi 2, ve stavu C. V tomto stavu jeden konec trhliny zasahuje do formujícího se korozního pláště, druhý konec zasahuje do jádra vlákna. Měření provedená před stavem C ukázala, že pevnost v tahu s rostoucí dobou expozice klesá. Měření pevnosti v tahu mezi stavy C a F ukázala, že pevnost v tahu kolísá (klesá i roste) v závislosti na době expozice. Doba vzniku korozního povlaku je ovlivněna vnějšími vlivy (teplota, koncentrace, doba expozice) a řadou vnitřních vlivů (složení vláken, sizing). Kombinace vnitřních a vnějších faktorů vedla k pozorování různých trendů pevnosti v tahu při různých teplotách a koncentracích.



Obrázek 10: Schémata rozložení napětí; a) bez koncentrace napětí, b) s koncentrací napětí [62]

Obrázek 11: Vývoj pevnosti čedičového vlákna ošetřeného NaOH [62]

3.6.3 SEM analýza povrchu čedičových vláken

Skenovací elektronová mikroskopie umožňuje sledovat změny na povrchu vláken ovlivněných korozním prostředím a porovnávat výsledky. Obrázek 12 ukazuje vliv teploty na rychlost růstu korozního pláště čedičového vlákna. Výsledek třídenního působení roztoku NaOH o koncentraci 1 mol při teplotách 50 °C (obr. 12a) a 70 °C (obr. 12b) ukazuje na rané fáze vývoje korozního pláště. Na povrchu vlákna se vlivem nižší teploty (obr. 12a) vytvořily pouze lokální inkrustace malých rozměrů. Díky působení vyšší teploty se za stejnou dobu expozice vytvořila na vlákně souvislá vrstva korozních produktů (obr. 12b). [62]



Obrázek 12: Povrch čedičových vláken ošetřených 1mol NaOH, 3 dny; a) při 25°C, b) při 50°C [62]

Významným způsobem ovlivňuje růst korozního pláště i koncentrace korozního média/roztoku. Zvýšená koncentrace spolu s vysokou teplotou 4 mol a 70 °C ukazuje na konečnou fázi vývoje korozního pláště, kdy se plně vyvinutá skořápka začíná poškozovat a částečně se od povrchu vlákna odlučuje (obr. 13). Červeně označené body ukazují na oblasti, u kterých se předpokládá rozdílný obsah chemických prvků v důsledku působení zásaditého roztoku. Nižší koncentrace korozního média, kterou bylo ošetřeno vlákno na obr. 13a, způsobila růst a slučování lokálních inkrustací na povrchu vlákna. Vyšší koncentrace korozního média prezentovaná obr. 13b urychlila vytvoření korozního pláště na celém povrchu vlákna, jeho popraskání a v některých místech i jeho odtržení. V tomto případě se jedná o konečnou fázi korozního cyklu vlákna (fáze 3, stav F). [62]



Obrázek 13: Povrch čedičových vláken ošetřených v NaOH 6 dnů, 70 °C; a) 1 mol/L, b) 4 mol/L [62]

Vytvoření a odloučení korozní skořápky (obr. 14) vede ke snižování průměru vlákna a současně i ke změně (obvykle ke snižování) hmotnosti vláken. Úbytek hmotnosti čedičového vlákna po ponoření do různých médií při 100 °C je znázorněn na obrázku 15, [66]. Průběh grafu ukazuje, že ve vodě k úbytku hmotnosti čedičového vlákna prakticky nedochází, zachovává si 99 % původní hmotnosti po dobu 24 h, což je způsobeno jeho dobrou odolností vůči působení vody. Pro působení ostatních roztoků je typické prudké snížení hmotnosti vlákna v prvních hodinách působení. S prodlužující se dobou působení dochází ke zpomalení poklesu hmotnosti v důsledku vytvoření povrchové vrstvy. Ta je sice projevem koroze, ale významně ji zpomaluje a tlumí účinky korozního média.



Obrázek 14: Čedičové vlákno, NaOH, 7 dní, 60 °C [61]

Obrázek 15: Úbytek hmotnosti čedičových vláken ošetřených v různých prostředích při 100 °C [66]

3.6.4 Změny ve složení korozního pláště

Förster a kol. [67] se zabývali procesem rozpouštění povrchové vrstvy/korozního pláště čedičových vláken. Čedičová vlákna vyrobená z alkalické a sub alkalické horniny ponořili do roztoku NaOH při teplotě 80 °C. Složení a tloušťku korozního pláště sledovali pomocí SEM, složení pomocí EDX analýzy. Pro analýzy byly připraveny vzorky kolmých řezů, aby mohla být sledována interakce mezi vláknem a alkalickým prostředím – tvorba, růst a změna tloušťky povrchové korozní vrstvy vlákna.

Obrázek 16 ukazuje princip sledování vývoje korozní vrstvy pro sub alkalické čedičové vlákno před a po ošetření v NaOH – změna průměru vlákna v závislosti na době expozice t; výpočet D podle (4):

$$D = \frac{d_0 - d_t}{2} \tag{4}$$

 $d_0 - počáteční průměr vlákna; d_t - průměr vlákna v čase t$

Počáteční průměr vlákna byl 15 μm. Vlákno ošetřené NaOH je obklopené korozní skořápkou/vrstvou, která vznikla postupným rozpouštěním vlákna a depozicí. V počáteční fázi se průměr vlákna zvětšuje. Skořepina je obohacená o prvky Si, Na a Al.



Obrázek 16: SEM snímky kolmých řezů: a) čedičová vlákna, počáteční stav, b) vlákna ošetřená NaOH, 80°C, 4 dny [67]

Pro sledování metodou SEM byla vybraná silně zkorodovaná vlákna. Bod, ve kterém se sleduje složení, je v centru zkoumané části vlákna, aby se vyloučily vlivy přechodových oblastí. Při vyluhování čedičového vlákna se v povrchové vrstvě koncentrují prvky Si, Al a Ca (obr. 17, bod 3). Směrem k jádru vlákna koncentrace jmenovaných prvků klesá (obr. 17, bod 2). Zastoupení prvku Mg zůstává beze změny. [67]



Obrázek 17: EDX bodové skeny leštěných řezů: (a) alkalické čedičové vlákno, (b) subalkalické čedičové vlákno [67]

3.6.5 Koroze čedičových vláken modifikovaných zirkoniem (Zr)

Zvýšení odolnosti čedičových vláken a vláknových útvarů je možné řešit řadou postupů a metod, například: úpravou povrchu polymerními povlaky, úpravou složení sizingu a přídavkem Zirkonia a jeho sloučenin do vstupní suroviny pro výrobu filamentu nebo speciálním povlakem nanášeným metodou sol-gel.

Lipatov a kol. [60] obohatili čedičové vlákno ZrSiO₄, aby ovlivnili jejich životnost obdobným způsobem, jako je tomu u AR-skleněných vláken. Experiment prokázal velmi dobré mechanické vlastnosti obohacených vláken. Úbytek hmotnosti a pevnost vlákna jsou srovnatelné s hodnotami naměřenými pro AR-skleněná vlákna. Zirkonem dotovaná čedičová vlákna jsou slibným materiálem pro vyztužování betonu a možnou alternativou AR-skleněných vláken [60].

Rybin a kol. [68] použili pro povrchovou úpravu čedičových vláken oxidem zirkoničitým metodu sol-gel. Porovnávali vlákna ošetřena dvěma koncentracemi sólu s vlákny neošetřenými, obr. 18. Míra poškození vlákna korozí je závislá na koncentraci naneseného sólu.



Obrázek 18:Koroze čedičového vlákna v NaOH po 64 dnech: a) nedotované, b) dotované 0,1 M sol Zr, c) dotované 0.4 M sol Zr [68]

3.6.6 Porovnání SEM analýzy povrchu čedičových a skleněných vláken

Obrázek 19 ukazuje strukturu korozního pláště na povrchu a) skleněného a b) čedičového vlákna. Výskyt vločkovitých útvarů na povrchu vláken (ošetřeno 2 mol/l NaOH, doba expozice 3 hodiny) naznačuje podobnou míru poškození a totožné změny na povrchu obou vláken způsobených vlivem zásaditého prostředí.



Obrázek 19: Struktura korozní skořápky na povrchu a) E-skleněného vlákna, b) čedičového vlákna [69]



Obrázek 20: Porovnání alkalicky ošetřených čedičových a E-skleněných vláken z hlediska a) úbytku hmotnosti, b) změny pevnosti v tahu [69]

Cao a kol. [69] studovali vliv kyselého a zásaditého prostředí na pevnost v tahu a úbytek hmotnosti E-skleněných a čedičových vláken bez sizingu, která ošetřili roztokem 2 mol/l NaOH, doba expozice 0,5 - 3 h. Zpracované výsledky ukazují grafy na obr. 20. Graf na obrázku 20a ukazuje porovnání ztráty hmotnosti čedičových a skleněných vláken v 2 mol/l NaOH při teplotě 100 °C. Hmotnostní úbytek čedičových vláken je výrazně nižší než u vláken skleněných. Pevnost v tahu (obr. 20b) v první

fázi experimentu (30 min) vykazuje u obou typů vláken prudký pokles. Pevnost skleněných vláken pak klesá pomalu, u čedičových vláken má pevnost s prodlužující se dobou expozice kolísavý průběh.

3.6.7 SEM analýza povrchu E-skleněných vláken

Cousin a kol. publikovali práci [70], ve které studovali chování skleněných vláken typu E a ECR (od různých výrobců) v zásaditém prostředí. Na SEM snímcích (obr. 21) je možné porovnat výsledky korozního procesu na povrchu E a ECR-skleněných vláken; ten probíhá pro oba typy vláken podle shodného schématu, který je popsaný v kapitole 3.6.1. Vzhledem k rozdílům ve složení vláken (rozdíly v zastoupení oxidů kovů a nekovů, Tabulka 3) je možné nalézt odlišnosti v rozmístění a tvaru inkrustací (obr. 21) vzniklých na povrchu vláken. [70]



Obrázek 21: Porovnání povrchu různých typů skleněných vláken v NaOH po 168 h [70]; E1, E2 – E sklo, ECR1, ECR2 – ECR sklo [70]

3.6.8 Životnost AR – vláken v silně zásaditém prostředí

AR-skleněná vlákna jsou označována jako antikorozní. Typicky obsahují oxid zirkonu a snížené množství bóru. Složení vláken poskytuje potřebnou odolnost vůči alkáliím v cementových maltách a betonu. [71] Přidání cca 12-16 mol.% ZrO₂ do složení skleněných vláken výrazně přispívá k odolnosti vláken v zásaditém prostředí a potlačení koroze [72]. Vyšší obsah ZrO₂ zhoršuje zvlákňování taveniny (zdroj [73] uvádí optimální množství 11 mol.%), vznik krystalických zrn snižuje pevnost [74]. S přídavkem P₂O₅ a B₂O₃ může množství ZrO₂ dosáhnout až 16 %, aniž by byl výrazně ovlivněn proces výroby vláken [73]. B₂O₃ pomáhá snižovat teplotu tavení skla a jeho viskozitu, usnadňuje výrobu filamentů. Jeho množství by nemělo přesáhnout 5 %, aby byla zajištěna odolnost vůči alkáliím [75].

Při reakci AR-vláken v zásaditém prostředí vede atak hydroxylových iontů k hydroxylaci povrchu filamentů a vzniku povrchové vrstvy/skořepiny. Vrstva má mnohem větší zastoupení Zr a Ca a nižší zastoupení Na a Si, než je tomu při použití běžného E – skla. Právě vyluhování Si z povrchu vláken vede ke ztrátě vlastností vláken. [72, 76] Ca iont chemicky reaguje s P_2O_5 a vytváří tenký film fosforečnanu vápenatého (Ca₃(PO₄)₂), který je ve vodě nerozpustný a alkalicky stabilní [19]. Tloušťka vrstvy se liší podle teploty a doby expozice. Při působení po dobu jednoho roku při 55 °C byla pozorovaná tloušťka této vrstvy 2 µm. Takto vzniklá vrstva zvyšuje odolnost skleněných vláken vůči zásaditému prostředí, zabraňuje jejich degradaci a následné ztrátě mechanických vlastností. [76] Nejedná se o úplnou inertnost vláken, jde o potlačení reakce mezi matricí a vlákny, která zvyšuje životnost vláken a udržuje jejich vlastnosti. Přestože je odolnost v zásaditém prostředí velmi dobrá, je tento typ vláken citlivý na vlhké prostředí, které způsobuje snížení ohybové pevnosti. Vlákna jsou na trhu dostupná pod obchodním názvem CemFil. [72]

Odolnost skleněného vlákna vůči alkalickému prostředí může být zajištěna také přidáním ThO_2+ZrO_2 do skleněné taveniny, zastoupení ZrO_2 je okolo 6 %, ThO_2 1 %. Výzkum prokázal, že ThO_2 a ZrO_2 jsou ve vzájemném vztahu a jejich ideální poměr by měl být zachován. Z důvodu radioaktivity by obsah Th neměl přesáhnout 4 %. [74]

AR-vlákna zabraňují praskání betonu, zvyšují jeho pevnost a pružnost. Ve vodě se vlákna obtížně rozpouštějí a nemají na ně vliv změny pH. Vlákno má vysoký modul pružnosti a pevnost v tahu, na rozdíl od oceli nekorodují. Začlenění AR-vlákna do betonových směsí je poměrně snadné. Vlákna se vyrábějí jako krátká/sekaná (5 nebo 12 mm) a kontinuální (rovingy). Ošetřena jsou speciálním sizingem, který zpomaluje pronikání účinku agresivního prostředí k povrchu vláken. [77]

Výrobci: OWENS CORNING (www.owenscorning.com) – krátká vlákna, roving; NIPPON ELECTRIC GLASS (www.neg.co.jp); NYCON (www.nycon.com).

3.6.9 SEM analýza povrchu AR-skleněných vláken

Scheffler a kol. [61] nechali reagovat AR-skleněná vlákna bez povrchové úpravy s 5% roztokem NaOH. Po sedmi dnech při teplotách 60 °C a 40 °C pozorovali vytvoření křehké skořepiny na povrchu vláken a její následné odloupnutí. Konstatovali, že tento jev je typický pro ošetření vláken v roztoku NaOH (pH \ge 12,2), obr. 22. Vytvoření skořápky při nižší koncentraci (pH \le 12,2) vyžaduje úměrně delší dobu expozice nebo zvýšení teploty. [61]

Helebrant a kol. se zabývali modelováním korozního procesu [78] pro alkalické prostředí hydroxidu draselného KOH (pH 14) a hydroxidu vápenatého Ca(OH)₂. KOH způsobuje významně rychlejší korozi vláken, což bylo potvrzeno analýzami výluhů (ICP-OES - Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spektrometry/ emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem) a povrchu vláken (EDS). SEM analýzou vláken prokázali vytvoření korozního pláště, jeho popraskání a částečné odloučení, obr. 23. Analýzy EDS potvrdily přítomnost oxidu zirkoničitého (ZrO₂) a oxidu křemičitého (SiO₂) v korozním plášti (50 % hm. a 43 % hm.), což bylo v souladu s jeho nepřítomností ve výluzích. [78]





Obrázek 22: AR-skleněné vlákno, NaOH, 7 dní, 60 °C [61]

Obrázek 23: Vrchní korozní vrstva částečně odloupnutá, ošetřeno 42 dní v KOH, pH 14. [78]

U vláken ošetřených Ca(OH)₂ bylo zjištěno zvýšené množství precipitátů na povrchu vláken bez sizingu, obr. 24. Výsledky EDS analýzy prokázaly, že sraženina vytvořená na povrchu vláken s odstraněným sizingem má složení 61,4 % hm CaO a 36,6 % hm SiO₂. Odstranění sizingu způsobilo částečné vyluhování SiO₂ od povrchové vrstvy vlákna. Po odstranění vápenatých sraženin

roztokem kyseliny dusičné byla na vláknech viditelná důlková koroze. Vlákna se v prostředí Ca(OH)₂ prakticky nerozpouštěla. [78]

Vliv hydroxidu vápenatého Ca(OH)₂ na chování AR-skleněných vláken publikovala také Kopecskó ve studii [51]. Vlákna od tří výrobců exponovala 56 dní při teplotě 70 °C. Mimo jiné studovala předpoklad, že složky roztoku Ca(OH)₂ pronikající do vlákna, mohou iniciovat tvorbu CSH fází, které mohou přispívat ke zvýšení vazebné kapacity. Rentgenová difrakce (XRD) tento předpoklad u dvou typů vláken potvrdila. Analýza SEM ukázala povrch vláken pokrytý krystalizovaným Ca(OH)₂, obr. 25. I v tomto případě byla po odstranění vápenatých sloučenin opláchnutím kyselinou potvrzena důlková koroze.

Poznámka: C-S-H fáze – hydráty křemičitanu vápenatého mají pozoruhodnou úroveň strukturální složitosti. Je známo více než třicet krystalických fází hydrátu křemičitanu vápenatého označovaných termínem C-S-H. Sloučeniny vyrobené při pokojové teplotě obsahují od semikrystalických struktur až po téměř amorfní. V případě potřeby se používají konkrétnější označení. C-S-H vzniklý hydratací křemičitanu vápenatého (C₃S) nebo β -dikalciumkřemičitanu (β -C₂S) je strukturně neuspořádaná varianta označovaná jako C-S-H gel. Synteticky vyrobené fáze C-S-H vznikají např. reakcí CaO a SiO₂ nebo dvojitým rozkladem soli Ca a alkalického křemičitanu ve vodném roztoku. Složení C-S-H se může lišit a pomlčky v termínu "C-S-H" naznačují, že se jedná o sloučeninu s přesně nespecifikovaným složením. [79]





Obrázek 24: Precipitáty na povrchu Anti-Crack HP s odstraněným sizingem, ošetřeno 28 dní v Ca(OH)₂. [78]

Obrázek 25: AR-skleněné vlákno, 56 dní v Ca(OH)₂, 70 °C [51]

3.7 Mechanismus koroze vláken v cementovém roztoku

Cementový roztok, který se používá jako jedno z korozních médií pro simulaci zrychleného stárnutí v betonech, vede k odlišnému průběhu koroze vláken. Vlákno vyluhované v cementovém roztoku je tvořeno jádrem a tenkou povrchovou vrstvou, která s postupem doby expozice cementovým výluhem mění svoje složení. V cementovém výluhu dochází ke spuštění hydratační reakce, hydratace. Vytvoří se směs hydratovaného hydroxidu vápenatého, který reaguje s oxidem křemičitým obsaženým ve vláknech. Vzniká křemičitan vápenatý, reakce je nevratná. Povrchová vrstva vlákna obsahuje vady a trhliny vzniklé při výrobě vlákna a jeho manipulaci s ním, a krystalické sloučeniny, obr. 26. [55]

Průběh korozního procesu vlákna v cementovém výluhu popisuje obr. 27. V počátečním stavu má vlákno průměr D, na povrchu se vyskytují drobné vady s různou hloubkou. Korozní proces přechází do stavu A; je významně pomalejší v porovnání s procesem probíhajícím v NaOH díky nízké koncentraci OH⁻. Hydratovaný hydroxid vápenatý a oxid křemičitý vytváří na povrchu vlákna těžko rozpustnou vrstvu Ca-Si [80]/křemičitanu vápenatého [55]. Vrstva chrání vlákno před další korozí.

Ke korozi dochází pouze v oslabených místech. Kolem defektů se kumulují krystalické částice. Vady a trhliny rostou v důsledku ataku OH⁻ iontů na struktury Si-O-Si a Al-O-Al vlákna. Stav B je důsledkem srůstu sousedících poškození, která vytvářejí na povrchu velké dutiny zasahující až do jádra vlákna. Tato poškození vedou k rozpadu vlákna. Významné snížení průměru vlákna D v cementovém roztoku nebylo prokázáno. [55, 61]



Obrázek 26: Schématické znázornění povrchové vrstvy čedičového vlákna vzniklé vlivem cementového výluhu [55]

Obrázek 27: Průběh korozního procesu v cementovém výluhu [61]

Majumdar [81] testoval zirkonem modifikovaná skleněná vlákna v Portlandském cementu. Zkoušky ukázaly, že zirkonem modifikovaná vlákna ztrácí část své původní pevnosti v zásaditém prostředí se zvyšující se teplotou. Při teplotě 20 °C nebyla zaznamenána žádná významná ztráta pevnosti. Proces chemické koroze Zr skla podle [81] je znázorněný na obr. 28.



Obrázek 28 Chemické procesy na povrchu ARskleněného vlákna, 100 nm hloubka [82], zpracováno podle originálu [83]

Obrázek 29: Růst povrchové vady v důsledku vnitřního napětí [82]

Orlovsky a kol. ve studii [83] potvrdili minimální změnu průměru sledovaných vláken. Při sledování povrchu SEM analýzou identifikovali jednotlivé vady s velikostí kolem 40 nm. Experimentem dospěli k závěru, že stárnutí skla s přídavkem ZrO₂ není pouze chemický proces a úzce souvisí se vznikem lokálních poškození. [83]

V roce 2001 Purnell nabídl nový přístup a tvrzení, že hlavní příčinou oslabení GRC (Glass Reinforced Concrete) s AR vlákny je růst trhlin na povrchu vlákna. Tento jev se nazývá statická únava a je popsaná jako konstantní porušování vazeb SiO₂ na špičkách již existujících trhlin způsobených statickým zatížením (obr. 29). [84]

Proces závisí na složení skla, pH, velikosti zatížení, teplotě a povlaku vláken. Statická únava může vést k spontánnímu selhání. Purnell [84] použil Arrheniův vztah a výsledky předchozích testů k popisu pevnosti v ohybu S v čase t (5):

$$S = \frac{1}{\sqrt{1 + k_0 e^{\left(-\frac{\Delta G}{RT}\right)_t}}}$$
(5)

t – stáří GRC, T – teplota stárnutí, R – univerzální plynová konstanta, ΔG – aktivační energie korozního procesu, k_0 – predexponenciální výraz pro ztrátu pevnosti. Je důležité si uvědomit, že k_0 je specifické pro dané složení matrice při dané teplotě a rozsah $\Delta G = 89-93$ kJmol⁻¹ pro běžnou portlandskou cementovou matrici.

3.7.1 SEM analýza povrchu AR-skleněných a čedičových vláken

Obrázky 30 a 31 potvrzují v předchozí kapitole popsaný průběh koroze vláken (AR – skleněná, obr. 30; čedičová, obr. 31) v cementovém roztoku. Vlákna byla exponovaná 8 dní při teplotě 80 °C. Povrch vláken je hladký; snímky zachycují především otvory/defekty v povrchové vrstvě vláken a náhodně rozptýlené miniaturní reakční produkty. [61]





Obrázek 30: AR-skleněné vlákno, cementový výluh, 8 dní, 80 °C [61]

Obrázek 31: Čedičové vlákno, cementový výluh, 7 dní, 40 °C [61]

3.8 Životnost uhlíkových vláken v zásaditém prostředí

Uhlíková vlákna (CF) [85] mají vysokou pevnost v tahu, vysoký modul pružnosti v tahu a oproti minerálním vláknům nízkou hustotou (1600 - 2200 kg/m³), jsou asi 5× lehčí než ocel, jsou elektricky a tepelně vodivá, jsou odolná vůči mechanickému a chemickému poškození. Uhlíková vlákna jsou anizotropní a křehká, lámou se při 2 % prodloužení, což ovlivňuje jejich mechanické vlastnosti. Obrázek 32 ukazuje proces výroby uhlíkových vláken a změny struktury chemického řetězce, které v daném kroku proběhly. Uhlíková vlákna se vyrábějí z PAN prekurzoru (polyakrylonitrilový multifil) nebo z mezofázových smol tzv. MesoPhase Pitch – MPP. [18, 85]

Poznámka: MesoPhase Pitch: prekurzorem pro výrobu jsou smoly (odpad při koksování a rafinování) s vysokým obsahem uhlíku (99 %). Jedná se o vlákna vysokomodulová (900 GPa), pevnost v tahu se uvádí 3,8 MPa, jejich prodloužení je kolem 0,4 %. Náklady na výrobu jsou nižší než při použití PAN prekurzoru. Používají se jako kompozitní výztuž do polymerních matric, technologie výroby ovíjení. [86]


Obrázek 32: Schéma výroby uhlíkových vláken [85]

Vlákna se používají především jako výztuž pro výrobu polymerních kompozitů. Jejich povrch se upravuje sizingem, který zlepšuje zpracovatelnost, ochraňuje povrch a zároveň zvyšuje povrchovou energii vláken přidáním aktivních skupin. Obvykle se používá oxidace; vzniklé funkční skupiny vážou pojiva (matrice) silnějšími chemickými vazbami. [85]

Cousin a kol. [70] studovali chování uhlíkových vláken v zásaditém prostředí. Uhlíková vlákna mají inertní povrch a nejsou náchylná ke stejné úrovni chemické degradace jako minerální vlákna. Přestože povrch uhlíkových vláken za běžných podmínek chemicky nereaguje, lze jeho reaktivnost upravit oxidací nad 100 °C přítomností koncentrované HCl nebo HNO₃. Důsledek působení kyselého nebo alkalického roztoku se obvykle projevuje jako pruhovitost nebo zdrsnění povrchu. V některých případech může naopak dojít k vyhlazení povrchu v důsledku odstranění volných povrchově funkčních skupin. Uhlíková vlákna (v porovnání s vlákny minerálními) vykazují jednoznačně nejlepší chemickou odolnost. [64, 70].





Obrázek 33: Úbytek hmotnosti CF vlivem teploty 800 °C, 10 min [87]

Obrázek 34: Kyslík na povrchu CF (800 °C) [87]

Negativní vliv na mechanické vlastnosti uhlíkových vláken má teplota. Zöllner a kol. [87] studovali vliv teploty na uhlíková vlákna při procesu pyrolýzy CFRP jako metody recyklace uhlíkové výztuže. Zkoumali vliv doby expozice a strukturu zbytkových reziduí na povrchu vláken. Zjistili, že vysoké teploty nebo dlouhá expozice při určitých teplotách vede k poškození vláken, ke snížení jejich průměru i hmotnosti (graf na obr. 33). Na povrchu vláken byly SEM/EDX analýzou prokázány produkty oxidace jako důkaz poškození uhlíkových vláken (obr. 34).

3.8.1 SEM analýza povrchu uhlíkových vláken

Wu a kol. [64] provedli SEM analýzu povrchu uhlíkových vláken. Porovnávali změny na povrchu neovlivněných vláken (obr. 35a) a vláken ovlivněných vodou (obr. 35b) a alkalickým roztokem (obr. 35c). Útvary na povrchu uhlíkových vláken exponovaných zásaditým prostředím (obr. 35c) neměly zásadní vliv na pevnost v tahu nebo modul pružnosti v tahu vláken. Chemická rezistence uhlíkových vláken byla studií potvrzena za podmínek uvedených v experimentu.



Obrázek 35: Koroze uhlíkových vláken, a) referenční vzorek, b) destilovaná voda, c) alkalický roztok [64]

3.8.2 Srovnání životnosti čedičových, skleněných a uhlíkových vláken v agresivním prostředí

Pro srovnání změn pevnosti v tahu a modulu pružnosti v tahu jsou uvedeny grafy retenčních poměrů obou veličin pro všechny tři typy zkoumaných vláken, obr. 36. Grafy retenčních poměrů ukazují, že pevnost a modul uhlíkových vláken se snížily jen minimálně ve všech prostředích. Pevnost skleněných a čedičových vláken po působení vodných roztoků a kyseliny (doba expozice 66 dní, teplota 55 °C) je přibližně poloviční. Zásadité prostředí poškodilo čedičová i skleněná vlákna významně. [64]



Obrázek 36: Porovnání pevnosti čedičových, skleněných a uhlíkových vláken; a) retenční poměr pevnosti v tahu, b) retenční poměr modulu pružnosti v tahu [64]

3.9 Životnost aramidových vláken v zásaditém prostředí

Kevlar je aromatický polyamid, který vzniká syntézou monomeru parafenylendiaminu a tereftaloyl chloridu. Vzorec molekuly kevlaru je [-CO-C₆H₄-CO-NH-C₆H₄-NH-] (obr. 37 a 38). Hustota je 1,44 g/cm³, pevnost vláken v tahu dosahuje 20–21 cN/dtex (modul pružnosti v tahu 3,6-4,1 GPa). Při 160 °C se snižuje pevnost o 10 %, tažnost vlákna je 2,8–4,0 %. Absorpce rázové energie je 4x vyšší

než u běžných polyamidů. Při 450 °C sublimuje. Kevlar je nevhodný do vlhkého prostředí, je citlivý na UV záření, je velmi tuhý.



Obrázek 37: Nomex – struktura [88]



Obrázek 38: Kevlar – struktura [88]

Kevlar® je chemicky stabilní za nejrůznějších expozičních podmínek. Některé silné vodné kyseliny, zásady a chlornan sodný mohou způsobit degradaci vlákna, zejména při dlouhé expozici a při vyšších teplotách. Tabulka 4 převzatá ze zdroje [89] ukazuje citlivost Kevlaru na roztok NaOH při dlouhodobé expozici a degradaci při zvýšené teplotě, a vysokou citlivost na chlorové bělidlo NaOCl. [90, 91]

Chemická látka	Koncentrace	Teplota	Doba expozice	Vliv na tahovou
	[%0]	[°C]	[hod]	pevnost
Hydroxid amonný	28,5	21	24	-
Hydroxid amonný	28	21	1000	-
Hydroxid draselný	50	21	24	-
Hydroxid sodný	50	21	24	-
Hydroxid sodný	40	21	100	-
Hydroxid sodný	10	21	1000	Znatelná
Hydroxid sodný	10	99	100	Degradace
Hydroxid sodný	10	100	10	Znatelná

Tabulka 4: Chemická rezistence vlákna Kevlar® fy DuPont v zásaditých roztocích [89]

3.10 Životnost polyesterových vláken v zásaditém prostředí

Nejvýznamnější zástupce polyesterů je polyethylentereftalát (PET), obr. 39. Nemodifikovaná vlákna se vyrábějí z kyseliny tereftalové nebo dimetylentereftalátu a etylenglykolu (glykolu).



Obrázek 39: Polykondenzace etylenglykolu kyselinou tereftalovou [92]

Odolnost vůči zásaditému prostředí popisuje [92] jako snižování délky polymerních řetězců, může dojít i k náhodnému porušení vazby v polymerním řetězci (statické praskání) nebo depolymeraci.

Řízená povrchová hydrolytická degradace se používá pro zvýšení měrného povrchu vlákna a zlepšení vybraných vlastností. Vlivem agresivního prostředí dochází k:

- adsorpci agresivního roztoku na povrch vláken,

- difúzi do podpovrchových vrstev,
- chemické reakci s nejméně stabilními skupinami polymeru.

Alkalický roztok rozpouští vlákna na povrchu, dochází ke snižování průměru vlákna. Významný vliv má teplota a doba působení. Úměrně s průměrem vlákna klesá i jeho pevnost v tahu. [92]

3.11 Kinetika chemických reakcí

Ze zpracovaných materiálů vyplývá, že základní parametry, kterými lze provést kvantifikaci chemického poškození vláken vlivem prostředí (kombinace teploty, koncentrace a doby expozice) jsou změny hmotnosti a průměru vlákna, změna pevnosti v tahu vlákna nebo délkové textilie. Ostatní parametry s těmito veličinami úzce souvisejí. Na základě naměřených hodnot hmotnosti, průměru a pevnosti lze predikovat degradační chování vláken a vytvořit vhodné modely pro predikci kinetiky chemických reakcí.

Bashir et al. [54] se zabývali aplikací vytvořených modelů rozpouštění skleněného vlákna v zásaditém prostředí pro výpočet aktivační energie reakce. Pro experiment použili skleněná vlákna typu E, která ponořili do roztoku NaOH a KOH s různými koncentracemi při teplotě 95 °C s různě dlouhou dobou expozice. Změna koncentrace roztoku při konstantní teplotě umožnila naměřit data pro stanovení kinetického stupně reakce. Kolísání teploty roztoku při konstantní koncentraci poskytlo data pro výpočet aktivační energie reakce skleněných vláken s alkalickým roztokem. Graf na obr. 40 ukazuje průběh závislosti změny (zmenšení) průměru skleněných filamentů na koncentraci KOH při dané teplotě, graf na obr. 41 ukazuje rychlost změny průměru filamentů v závislosti na teplotě.



Obrázek 40: Zmenšení průměru skleněných vláken ošetřených roztokem KOH při různých koncentracích [54]

Obrázek 41: Poměrná rychlost úbytku průměru skleněných vláken po ošetření v KOH a NaOH [54]

Byly vyvinuty různé modely podrobně popisující reakce v pevné fázi, které vyžadují výpočet konverze α (retenční poměr). Výpočet je provedený ze změny hmotnosti pevné látky před a po reakci podle rovnice (6). Obvyklý výpočet z úbytku hmotnosti lze zaměnit za rovnici (7), která pracuje se změnou průměru.

$$\alpha = \frac{M_0 - M_t}{M_0} \tag{6}$$

$$\alpha = 1 - (1 - \Delta D)^2$$
 $\Delta D = \frac{D_0 - D_t}{D_0}$ (7)

 α – retenční poměr vypočtený z hodnot hmotnosti; ΔD – retenční poměr vypočtený z hodnot průměru, M_0 – hmotnost před reakcí; D_0 – průměr před reakcí, M_t – hmotnost po reakci; D_t – průměr po reakci.

Vzorec (8) popisuje kinetiku nulového řádu, kdy dochází k difúzi OH⁻ iontů z roztoku; model souvisí s vlivem konverze skla na rychlost difúze skleněných iontů. Konverzní poměr závisí na faktorech, jako je plocha povrchu skla, koncentrace roztoku a rychlost difúze OH⁻ iontů.

$$\alpha = rt \tag{8}$$

Dalším krokem je zmenšení průměru vlákna, které může být popsáno modelem smršťujícího válce (9). Rychlost reakce r lze považovat za rychlost redukce průměru vlákna a jeho hodnota souvisí s koncentrací hydroxidu na povrchu skla.

$$1 - (1 - \alpha)^{\frac{1}{2}} = rt \tag{9}$$

Nakonec sklo reaguje se zásaditým roztokem. Kolem vlákna se tvoří vrstva korozních produktů, což znamená, že hydroxidové ionty musí difundovat touto vrstvou, než dojde na reakci se sklem. Tloušťka vrstvy se může zvyšovat s časem, rychlost rozpouštění skla se snižuje. Pro tento scénář lze použít 2D difúzní model (10); rychlost reakce závisí na koncentraci hydroxidových iontů a rychlosti jejich difúze vrstvou korozních produktů.

$$((1 - \alpha)\ln(1 - \alpha)) + \alpha = rt \tag{10}$$

Průběžným sledováním parametrů vláken lze určit rychlostní konstanty podle (11)

$$r = kS \left[OH^{-} \right]^{n} \tag{11}$$

k – rychlostní konstanta; S – měrný povrch vlákna; OH⁻ - koncentrace OH iontů; n – stupeň reakce

Autoři konstatovali dobrou shodu výsledků experimentu s modelem nultého řádu a modelem smršťujícího se válce. [54]

Militký a Kovačič popsali kinetiku chemické reakce čedičového vlákna v zásaditém prostředí v [93]. Čedičová vlákna byla ošetřena 10 % roztokem NaOH a při pokojové teplotě měřili úbytek hmotnosti v průběhu 24 hodin. Výpočet relativní rychlosti degradace K_p provedli podle vzorce (13) ze zbytkové hmotnosti vláken R_z podle vzorce (12).

$$R_z = \frac{M_k}{M_p} \ 100 \ [\%] \tag{12}$$

$$K_p = \frac{M_p - M_k}{t_p M_p} = \frac{100 - R_z}{t_p} \left[\% \ hod^{-1}\right]$$
(13)

 M_p – počáteční hmotnost vláken, M_k – hmotnost vláken po ošetření, R_z – zbytková hmotnost vláken, K_p – relativní rychlost degradace, t_p – doba expozice

V práci uvádějí, že jako příčinu degradace čedičového vlákna v zásaditém roztoku identifikovali reakci mezi anionty z jádra čedičového vlákna a roztoku. Kinetický model je založen na předpokladu reakce prvního řádu. Okamžitá rychlost rozkladu závisí na rozdílu mezi skutečnou hmotností a hmotností v rovnovážném stavu (14).

$$\frac{dM_t}{dt} = -K \left(M_t - M_\infty \right) \tag{14}$$

Integrací (14) v mezích [M₀, M_t] a [0, t] vznikne (15).

 $M_t = M_{\infty} + (M_0 - M_{\infty}) \exp(-Kt)$ (15)

Po zavedení konečného zbytku hmotnosti vznikne vztah (16).

$$R_{z} = R_{\infty} + (100 - R_{\infty}) \exp(-Kt)$$
(16)

 R_{∞} - rovnovážná klidová hmotnost [%), K – konstanta rychlosti rozkladu [hod⁻¹] [43, 93]

Pro popis degradace skleněných vláken ve vodě vyvinuli Krauklis a Echtermeyer model, který popsali v [94]. Model využívá kinetiku nultého řádu k předpovědi klesajícího poloměru skleněných vláken. K ověření modelu využili experimentální výsledky téměř půlročního dlouhodobého rozpouštění skleněných vláken typu R. Z jejich ověření vyplynulo, že model je schopen predikovat jednak hmotnostní úbytek, jednak kinetiku zmenšování poloměru při použití stejných čtyř parametrů: počátečního poloměru vlákna (r_0), rychlostní konstanty pro krátkodobou degradaci (K_0^I), rychlostní konstanty pro ustálený stav degradace (K_0^{II}) a doby dosažení ustáleného stavu (t_{st}).

Po dobu 3194 hodin sledovali změny průměru vláken a hmotnosti filamentů vláknového rovingu z Rskleněných vláken, který vložili do deionizované vody při teplotě 60 °C. Jako základní vstupní parametry rovingu o určité délce určili počet filamentů a měrný povrch podle (17). Postup je popsán v [94].

$$n = \frac{m_0}{\rho_{glass}\pi lr_0^2} \qquad \qquad S_0^{specific} = \frac{S_0}{m_0} = \frac{2\pi lr_0}{m_0}$$
(17)

Metodou HR-ICP-MS (High Resolution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry – Hmotnostní spektrometrie s vysokým rozlišením s indukčně vázaným plazmatem) identifikovali prvky, které se uvolňují při rozkladu skleněných vláken v deionizované vodě: Na, K, Ca, Mg, Fe, Al, Si, Cl. Zjistili, že uvolňování B a Zn je nevýznamné, pokud je vůbec přítomnost těchto prvků zaznamenaná. Proces uvolňování jmenovaných prvků popsali řadou chemických rovnic, které jsou uvedené v [94]. Pomocí vlastních kinetických rovnic popsali celkový úbytek hmotnosti i uvolňování jednotlivých iontů a získali konstanty rychlosti. Největší úbytek hmotnosti zaznamenali u Si (56,1 hm. %), ten je určující při procesu rozpouštění.

Model rozlišuje mezi komplexními krátkodobými a dlouhodobými procesy s převahou rozpouštění. Novinkou modelu je navíc schopnost popsat jak kinetiku rozpouštění (úbytku hmotnosti), tak kinetiku redukce poloměru bez nutnosti zavádění dalších členů pomocí čtyř parametrů, které lze určit experimentálně. Kinetická konstanta nulového řádu a hustota skla popisují rychlost (proporcionalitu) rozpouštění. Zmenšení poloměru predikované modelem za 3194 h bylo vypočteno na 0,0036 µm (0,04 % úbytku poloměru) při 60 °C, hodnotu nebylo možné experimentálně ověřit. Úplné rozpuštění studovaných R-skleněných vláken vypočetli na 1025,1 roku. Úbytek průměru vlákna po 25 letech, což je typická životnost konstrukce, stanovili podle modelu na 2,45 %. [94]

3.12 Vláknové 2D a 3D kompozitní výztuže používané ve stavebních materiálech

Použití dvojrozměrných textilních výztuží ve stavebních materiálech (betonech nebo geopolymerech) není tak rozšířené, jako v oblasti vyztužených plastů – laminátů. Omezuje se na využití především tkanin perlinkového typu (tkaných sítí) a gridů (pletených sítí).

Tkaní nebo pletení plošných textilií (2D) je relativně rychlý a ekonomický proces. Obě technologie způsobují zvlnění nití, což je nežádoucí pro některé vlastnosti požadované u kompozitů. Snížení zvlnění nití ve směru zatížení zlepšuje tuhost textilie. Technologií osnovního pletení se vyrábějí vícevrstvé textilie (MWKF – multiaxial warp knitted fabric), kde jsou směrově orientované vrstvy nití naskládány na sebe bez vzájemného provázání, soudržnost textilie je zajištěna dodatečným

provázáním podobně jako u geogridů (kapitola 3.12.2). Textilie jsou označované jako NCF – Non-Crimp Fabric).

Potenciál trojrozměrných tkanin, pletenin nebo splétaných textilií jako kompozitních výztuží se uplatňuje v leteckém a lodním průmyslu, v civilní infrastruktuře a při konstrukci medicínských protéz. Jako příklady aplikací se uvádějí I profily, T spojky, trysky raketových motorů, výztužná žebra panelů, lopatky nebo přilby [95]. Vesměs se jedná o vlákny vyztužené plasty (FRP – fibre reinforced plastics). Přesto jejich komerční aplikace není příliš rozšířená. Je to jednak díky ekonomickým aspektům výroby (speciálně pro výrobu 3D tkaných a splétaných struktur je zapotřebí pokročilých a technicky náročných prostředků) a jednak díky tomu, že kvantifikace mechanických vlastností je ztížená přidáním třetího rozměru. 3D textilie navíc vyžadují odlišné postupy při zpracování do kompozitních materiálů.

V tomto ohledu jsou 3D pletené výztuže výjimkou, jejich produktivita je poměrně vysoká a cenově jsou, v porovnání s tkaninami, dostupnější. Jejich pevnost a tuhost v ploše nedosahuje hodnot klasických výztuží, ale velmi dobře absorbují energii nárazu, jsou houževnatější a jsou velmi dobře tvarovatelné. Vlastnosti pletené výztuže lze snadno ovlivnit délkou nitě v očku, hustotou pleteniny, materiálem a vazbou.

3.12.1 Vymezení pojmu 3D textilní výztuž

Striktní hranice mezi dvoj a trojrozměrnou textilií není definovaná, protože všechny fyzické objekty mají tři rozměry. Textilie označované jako 3D mají charakteristické hodnoty ve všech třech fyzikálních rozměrech. [96] U 3D-textilních struktur je tloušťka (rozměr ve směru Z) významný vzhledem k rozměrům X a Y. Soustavy nití se provazují ve směrech X (podélný), Y (příčný) a Z (vertikální). [97, 98] Prostorového uspořádání lze dosáhnout jednat změnou architektury délkové textilie (nitě) nebo změnou architektury textilie. Architektura nitě se používá k popisu uspořádání nití uvnitř textilie. Například 3D tkaninu založenou na změně architektury nitě tvoří tři a víc soustav nití, soustavy nití nepopisuje pravoúhlý souřadnicový systém - distanční tkaniny. [96]

Architektura textilie popisuje její geometrii. Textilie je definována z hlediska textilní architektury jako 3D, pokud je vytvořen objem. Obvykle jsou za 3D textilii vzhledem k architektuře považovány např. ponožky. [96]

Příklady trojrozměrných textilií vyrobené různými technologiemi prezentuje Tabulka 5.



Tabulka 5: Příklady trojrozměrných textilií



Následující kapitoly jsou věnované trojrozměrným textilním výztužím a výztužím, které se používají pro vyztužení textilních betonů (TRC – textile-Reinforced Concrete) nebo geopolymerních systémů (TRG – Textile Reinforced Geopolymer).

3.12.2 Geomříže, Geosítě / Grid fabric, Geogrids

Geomříže (Grid Fabric) jsou plošné textilní struktury vyráběné technologií osnovního pletení. Využívají se především ve stavebnictví (stavba silnic, dálnic, mostů, kanalizačních šachet, letištních a parkovacích ploch a pro jejich opravy, obr. 42). Textilní výztuže především z uhlíkových a čedičových vláken jsou ekologicky a ekonomicky příznivé alternativy k ocelovým výztuhám do

betonových konstrukcí. Nepříznivý vliv na životní prostředí se snižuje díky příznivým materiálovým vlastnostem, zejména absenci koroze a mnohem vyšší pevnosti v porovnání s konvenčním ocelovým železobetonem. Redukce spotřeby materiálu a snížená tloušťka textilie napomáhá snížení hmotnosti a zvýšení flexibility konstrukce. Využít je lze i jako výztuže pro kompozitní materiály.



Obrázek 42: Geomříž a její použití ve stavebnictví [109]

Geomříže se vyrábějí z uhlíkových, čedičových i skleněných rovingů, pro zpevňující provázání se používají polypropylenové a polyesterové multifilamenty (obr. 43). Strukturu je možné doplnit netkanou textilií (obr. 43 vpravo).



Obrázek 43: Příklady geomříží ze skleněných a uhlíkových vláken [110], s přidanou netkanou textilií [109]



Obrázek 44: Ústrojí pro vkládání útku [111], schéma pracovního ústrojí rašlu MSU [112]

Z technologického hlediska se jedná o speciální typ osnovní pleteniny s diagonálním uspořádáním rovingů. Pro výrobu geomříží se používají jednolůžkové osnovní pletací stroje s jedním nebo dvěma základními kladecími přístroji. Pletací jehly jsou dvoudílné.

Základ textilie tvoří soustava rovingů (osnova) orientovaná ve směru 0°, počet rovingů je redukovaný, osnova neprovádí očkotvorné kladení. Provázání a zpevnění textilie je provedeno očkotvorným kladením, ke kterému slouží až dva kladecí přístroje, ty vykonávají přímé nebo střídavé

kladení [113]. Součástí stroje je zařízení pro vkládání útku - diagonální soustavy nití (úhel kladení 90°), obr. 44 vlevo. Zařízení má dvě části. Vozík, který zachytává útkové nitě a dva pásy s háčky, do kterých se nitě při kontaktu s vozíkem zachytávají. Pásy se otáčejí a transportují útky do prostoru s pracovními elementy (jehly, kladecí přístroje, obr. 44 vpravo), kde jsou pomocí speciálních platin vloženy do vazby a zajištěny očkotvorným kladením. Výrobcem strojů je firma Karl-Mayer, zařízení pro vkládání útku je označováno jako MSUS (Magazine Return Weft Insertion)/MSU. [111, 112]

3.12.3 Komorové/dutinové textilie

Dutinové textilie se rozdělují podle technologie, kterou se vyrábějí. Dutinové textilie mohou být tkané (obr. 45) nebo pletené (obr. 46). Vzniklá dutina je tvořena jako jeden celek bez dodatečných operací v průběhu tkaní/pletení. Textilie zakomponované do matrice dosahují lepších vlastností především při tahovém, tlakovém a ohybovém zatížení v porovnání s plošnými výztužemi. [98]



Obrázek 45: Komorová textilie tkaná [114]

Obrázek 46: Komorová textilie pletená [115]

Příprava pro tkaní vícevrstvého předlisku vyžaduje dva, tři a víc osnov a speciální prošlupový mechanismus, který umožňuje zvedání listů do více úrovní. Touto metodou tkaní vznikají různé architektury včetně plných ortogonálních panelů, pevných panelů s proměnlivou tloušťkou a jádrové konstrukce simulující hranolový nosník nebo příhradovou konstrukci (obr. 47). [97]



Obrázek 48: Tvarování komorové pletené distanční textilie [115, 116]

Komorové pleteniny se vyrábějí na počítačem řízeném zátažném plochém pletacím stroji. Pleteninu je možné prostorově tvarovat přidáním/ubráním řádků, obr. 48, do struktury je možné vkládat doplňkové nitě jako výztuž. [115, 116]

3.12.4 Distanční textilie tkané/ spacer woven fabric

3D distanční tkaniny (Spacer fabric, obr. 49) se obvykle vyrábějí z E-skleněných vláken; skládají se ze dvou tkanin s plátnovou vazbou. Obě textilie jsou dohromady spojené soustavou vertikálních nití – pilotů (orientace pilotů v ose Z), textilie je schematicky zobrazená na obr. 51. Výrobcem 3D distančních tkanin na českém trhu je firma VEBA textilní závody a. s. Firma VEBA nabízí distanční textilie z aramidových vláken s různou distancí a různou hustotou rozložení pilotů, obr. 50. Piloty jsou obvykle ze stejného multifilamentu, jako tkanina.



Obrázek 49: Schéma 3D textilie PARABEAM [117]



Obrázek 50: Distanční tkanina se samostatnými piloty [114]

Varianty uspořádání pilotů ukazuje obr. 51. Tloušťka tkaniny se pohybuje od 3,0 mm do 22,6 mm. Strukturní parametry tkaniny lze navrhovat variabilně, včetně výšky pilotů a jejich rozložení v ploše. Obchodní názvy jsou PARABEAM nebo PARATANK. Využívají se pro výrobu vyztužených plastů; jako výztuže kompozitních materiálů především pro aplikace v rámových prvcích automobilů, lokomotiv, v letectví, v loďařství, sportu, při stavbě větrných generátorů, ve stavebnictví, při výrobě dekorací atd.



Obrázek 51: Různé uspořádání pilotů v distanční tkanině, přidané symboly označují tvar uspořádání [118]

3.12.5 3D pletené textilie osnovní

Z vazebního hlediska se jedná o osnovní pleteninu oboulícní. Distanční pletenina je tvořena dvěma samostatnými jednolícními vazbami, které jsou vzájemně provázané stojatými monofilamenty – piloty. Základní varianta je vyrobena pomocí tří kladecích přístrojů (KP), první KP klade osnovní nitě do jehel předního lůžka (vazba), třetí KP klade osnovní nitě do jehel zadního lůžka (vazba) a druhý KP klade monofil střídavě do jehel obou lůžek a obě vazby spojuje. Obvykle se pro upletení distanční textilie používá dvojnásobný počet KP. Počet KP pro jednotlivá lůžka je závislý na vazbě lícní/rubní strany distanční pleteniny. Tloušťka pleteniny je v rozmezí od 2 do 65 mm, distanci určuje účel použití pleteniny. Distanční pleteniny mohou mít vazbu na lícní a rubní straně pleteniny shodnou nebo rozdílnou. Škála použitelných vazeb je široká, obvykle závisí na účelu použití pleteniny.

Distanční pletenina se vyrábí na dvoulůžkových rašlech. Firma Karl-Mayer vyrábí tři typové řady těchto strojů podle účelu použití pleteniny; ty se používají pro výrobu bot, matrací, ložního prádla

a vrchních oděvů, HD (HighDistance) s distancí 20–35 nebo 20–65 mm slouží pro výrobu matrací, ložního prádla, potahů automobilových sedaček a čalounických textilií. Obrázek 52 ukazuje model distanční osnovní pleteniny; černá vlákna znázorňují lícní stranu pleteniny, červená vlákna znázorňují rubní stranu pleteniny a bílá jsou piloty – monofilamenty tvořící distanci. První patenty distančních pletenin a jejich použití pocházejí z druhé poloviny osmdesátých let 20. století, příklad US4785558A [119].



Obrázek 52: Model distanční pleteniny [120]; distanční pletenina [105]

3.13 Betony a geopolymerní matrice vyztužené 3D textiliemi

Osnovní pletené distanční textilie se úspěšně zavádějí ve stavebních konstrukcích jako tenké vyztužení pro stěnové panely, venkovní obklady, střešní tašky, podlahové dlaždice, tlakové potrubí atd. Jejich konstrukční výhody podporuje vysoce orientovaný systém armovacích délkových textilií a snadné spojení s cementovou matricí při výrobě kompozitu. Kompresní odolnost distanční textilie je hlavní výhodou s ohledem na výkon a proces výroby kompozitu. Článek autorů Roye a Gries [121] definuje výraz 3-D textilie a představuje nejnovější vývoj v oblasti výroby trojrozměrných textilií a širokou škálu nových aplikací.

3.13.1 Využití komorových textilií v TRC

Komorové textilie jsou jednou z variant výztuže sendvičových konstrukcí prozatím v kombinaci s polymerními matricemi. Vliv tvaru konstrukce (obdélníkový, lichoběžníkový a trojúhelníkový), tloušťky stěny a úhlu mezi stěnami na pevnost v tlaku studovali Neje a kol. v [122]. Zdroje [116, 123, 124] autorů Abounaim a kol. popisují jednak technologický vývoj tvarových komorových textilií, jednak možnost implementace hybridních nití se speciálními vlastnostmi a jejich vliv na mechanické vlastnosti. Ve [125] Hamedi a kol. popsali výrobu a zkoušení kompozitu vyztuženého komorovou distanční zátažnou pleteninou. Výsledek zkoušky použili k validaci modelu vytvořeného metodou konečných prvků.

3.13.2 Využití osnovních distančních textilií v TRC

Autoři Li a kol. [126] sledovali vliv geometrie vazby WSF (Warp Spacer Fabric) na pevnostní chování vyztuženého betonu a mřížkový model chování cementové matrice porovnávali s reálně naměřenými hodnotami. Na základě teoretických poznatků vytvořili model vycházející z reálné struktury WSF. Model je založený na proložení sousedních Voronoiových buněk vláknem implementovaných do mřížkového modelu CC (concrete canvas). [126]

Na vzorcích betonu vyztuženého vazebně odlišnými WSF provedli tahovou zkoušku, která potvrdila shodnost modelu s experimentem. Uvádějí, že pomocí mřížkového modelu je možné přesně a efektivně předpovědět křivky napětí a deformace a vícenásobné praskání CC při jednoosém tahu. Vzory poruch CC v závislosti na vazebním uspořádání WSF je znázorněn na obrázku 53.



Obrázek 53: Vzory poruch CC v závislosti na geometrii vazby 3D distanční textilie [126]

Z výsledků experimentu vyplynulo, že geometrie 3D distanční textilie významně ovlivňuje průběh porušení CC při tahovém zatížení. S rostoucím množstvím distančních nití se výrazně zvyšuje počet trhlin v matrici. Tažnost matrice lze výrazně zlepšit optimalizací rozložení distančních nití, ale pouhé navýšení objemového podílu monofilamentů není ekonomicky efektivní řešení. Přemosťující účinek vláken závisí hlavně na úhlech sklonu vláken ve směru tahového zatížení. Přemosťující účinek vláken závisí na vazbě horní a spodní vrstvy WSF. Jako vhodnější se ukázaly WSF s filetovou vazbou (vazba s otvory – síťovina). [126]

Han a kol. [127] zkoumali vlivy geometrie vazby WSF na tahové chování betonového plátna (CC). Prakticky se jedná o obdobný experiment jako v článku [126]. Výzkum autorů El Kadi a kol. navrhuje ve [128] nový přístup k modelování TRC struktur, kde se průřezová tloušťka kompozitu rozdělena na různé vrstvy s individuálními mechanickými vlastnostmi. Model byl ověřen experimentálně zkouškou pevnosti v ohybu. Dobrá shoda mezi numerickými predikcemi a experimentálními výsledky potvrdila platnost vrstveného modelu. [128]

3.14 Aplikace AR-skleněných vláken v TRC

Beton vyztužený mřížkovými strukturami z AR-skleněných nebo uhlíkových vláken je inovativní kompozitní alternativa v oblasti velkých staveb. Velkou předností je jeho odolnost proti korozi současně s vysokou pevností. Velký podíl na obou vlastnostech mají i oba typy jmenovaných výztuží; textilní útvary z uhlíkových vláken jsou chemicky odolné v zásaditém prostředí, ultra lehké a vysoce pevné. Do budoucna se jako největší problém jeví jejich recyklace. AR-skleněná vlákna byla

speciálně vyvinutá pro aplikace ve stavebních materiálech – na rozdíl od ostatních typů skleněných vláken, která jsou ve stavebních materiálech díky krátkodobé životnosti nepoužitelná. Umístění výztuže v těsné blízkosti povrchu betonu umožňuje výrobu výrazně tenkých a lehkých prefabrikovaných betonových prvků. Trojrozměrné textilní výztuže tvoří dvě dvouosé mřížky, které jsou navzájem spojené stojatými vlákny – piloty. Distance výztužné textilie a hustoty jednotlivých mřížek jsou variabilní podle požadavků konstrukce. [129]

Souhrn informací k problematice vyztužování konstrukčních dílů pro stavební a inženýrské aplikace textilem přinesl Gries a kol. Popisuje výrobu velmi tenkých kompozitních a betonových dílů, absenci rizika koroze výztužných materiálů a možnosti výroby konstrukčních dílů složitých tvarů. Shrnuje základní materiály a výrobní techniky používané pro výrobu výztužných textilií. [130]

3.14.1 Příklady aplikace trojrozměrných mřížkových struktur vyrobených z ARskleněných vláken

Rozsah využití betonu vyztuženého textilem je široký, ať se jedná o zpevňování a opravy konstrukcí, nebo o novou výstavbu. Kompozitní materiál prokázal velmi dobré materiálové vlastnosti v řadě referenčních projektů: oprava sila skladování cukru v Uelzenu/ Německo, novostavba společnosti Alphabeton AG ve Švýcarsku, fasádní panely a fasáda Ústavu pro vědu o stavebních materiálech TU Drážďany. [129, 131] Praktické použití výztuží sebou nese celou řadu technických problémů, které je nutné řešit. Firma V. Fraas Solutions in Textile GmbH představila technologické řešení problému překrývání okrajů při spojování trojrozměrných výztuží z vysoce výkonných vláken. Dosavadní systém napojování trojrozměrných výztuží pomocí plošných textilií aplikovaných na vrchní a spodní straně zvyšoval tloušťku výztuže v místě spoje a náklady s tím spojené. Konstrukce nové výztuže je v místech napojení zeslabená (má sníženou distanci) kvůli napojování (obr. 54). Úprava umožňuje pokračování 3D výztuže jako nekonečného plátu, aniž by došlo k zesílení v místě překrytí. [129, 132–134]

Firma Solidian Corner vyvinula a představila výztuž z AR-skleněných vláken speciálně pro ochranu vnitřních a vnějších rohů omítky. Instaluje se přímo do čerstvé omítky nebo technologií nástřiku. [129]



Obrázek 54: Detail napojení 3D výztuže pro aplikace v TRC; zdroj: V. Fraas [132]

Obrázek 55: Fasádní prvky – 3D výztuž z ARGF [131]



Obrázek 56: Stavební prvky; AR-mřížky napuštěné pryskyřicí [131]

Největší sendvičová fasáda z textilního betonu na světě byla realizovaná v roce 2015 na výstavě "Eastside VIII" v Mannheimu. Sendvičové panely se skládají z vnitřního pláště ze železobetonu a z obkladového pláště s textilní výztuží z AR-skleněných vláken, obr. 55. Obkladové skořepiny o tloušťce 30 mm poskytují víc vnitřního prostoru než běžné železobetonové prvky o tloušťce 100 mm až 120 mm se stejnou zastavěnou plochou. Vnitřní a vnější skořepiny se spojují pomocí

tzv. posuvných mřížek (textilie z AR-skleněných vláken napuštěná epoxidovou pryskyřicí, obr. 56) které umožňují přerušit tepelné mosty bez velké konstrukční námahy. [135]

Textilní výztuž se vkládá do bednění, zalévá se maltou nebo jemným betonem. Malta musí být co nejjemnější a nejteplejší, aby se vytvořil pevné mezifázové rozhraní s textilií. Obvyklými výrobními technikami jsou laminování, lití a stříkání. Rozhodujícím faktorem pro únosnost textilního betonu je přenos sil z jemné betonové matrice na výztužná vlákna. Velikost kontaktní plochy a kvalita vazby mezi vlákny a matricí určují vazebné vlastnosti výztuže a jsou rozhodující pro využití teoretické únosnosti textilního betonu při zatížení je podobné jako u železobetonu, ale metody navrhování konstrukcí je nutné podřídit odlišným materiálovým a kompozitním vlastnostem. V rámci kolaborativního výzkumného centra SFB 532 byla provedena teoretická a experimentální šetření, z nichž byly odvozeny empirické součinitele pro výpočet únosnosti prvků vyztužených textilem. Výzkumný projekt se zabýval i separací vláken a betonu po demolici budovy z textilního betonu, která je předpokladem pro kvalitní recyklaci betonu s využitím poznatků získaných při recyklaci kompozitů v leteckém, automobilovém a sportovním průmyslu. [135]

3.14.2 Betony vyztužené NCF osnovní distanční textilií

Roye a kol. [121] představil nejnovější vývoj v oblasti výroby trojrozměrných textilií pro stavební aplikace. Trojrozměrné textilie lze umístit podle zatížení ve třech směrech, současně vykazují lepší chování z technického a ekonomického hlediska. Jedná se o dvouose vyztuženou (mřížkovou) osnovní distanční textilii vyráběnou na upraveném dvoulůžkovém rašlu. [121] Společnost Liba navrhla před lety model dvoulůžkového rašlu DG 506-302-HS, který vyráběl distanční textilie se síťovou strukturou NCF (non-crimp fabric), jak je znázorněno na obr. 57. Distanční textilie je tvořená dvěma geogridy spojenými piloty. Geometrie sítě dodává textilii pevnost v obou směrech [136]. Co se týče konstrukce stroje, prakticky se jedná o dvoulůžkový rašl vybavený zařízením MSUS pro každé lůžko. Aktuálně je firma LIBA již několik let součástí firmy KARL MAYER Holding GmbH & Co. KG, největšího a jediného lídra v oblasti technologie osnovního pletení.



Obrázek 57: Struktura distanční textilie s vloženými osnovními a útkovými nitěmi [121]

Obrázek 58: Specifikace 3D textilie: 3D sendvič, tloušťka 25 mm; biaxiálně vyztužený povrch rovingy 2400 a 1200 tex; standardní šíře 250 mm; plošná hmotnost 1500 g/m² [121]

Roye a Gries prezentovali ve studii [121] existenci distanční textilie s přímou (non-crimp) výztuží. Popsali vazební možnosti, které ovlivňují mechanické vlastnosti a použitelnost textilie především pro stavební aplikace. Vývojem textilie se zabývali v Institutu Textilní Techniky Univerzity RWTH Aachen (ITA) ve spolupráci s firmou Karl Mayer Textilmaschinenfabrik GmbH. Osnovní distanční textilie je složená ze dvou vrstev; každá vrstva je tvořená z osnovních (0°) a útkových (90°) nití (výztuže) provázaných osnovní vazbou (očkotvorným kladením). Obě vrstvy jsou spojené distančními monofilamenty – piloty. Používanými výztužnými materiály jsou skleněná, celulózová, aramidová, polymerní nebo čedičová vlákna. Textilie byla vyrobená na stroji HDR 6-7 DPLM (obr. 57 a 58). [121, 130]

Článek autorů Ralli et al. [137] popisuje vyšetřování metodou konečných prvků zaměřené na predikci kompresního výkonu distanční textilie se síťovou strukturou s důrazem na zkoumání vlivu strukturních a fyzikálních parametrů vzorku na pevnost v tlaku. Ve spolupráci s ITA, RWTH Univerzitou Aachen byla připravena sada vzorků, které se liší kladením černého monofilamentu, obr. 59 a÷f. Distanční pleteniny z polypropylenového multifilamentu s vloženým rovingem z AR-skleněných vláken ve směru 0°a 90° jsou spojené polyesterovými monofilamenty o průměru 0,25 mm (bílý) a 0,30 mm (černý). [137]



Obrázek 59: Vzorky distančních osnovních pletenin odlišené různým kladením distančního monofilamentu [137]

Autoři článku vyvinuli simulační metodu pro předpověď tlakových vlastností distančních textilií pro stavební aplikace v betonech. Vazební varianty distanční textilie byly převzaty z práce [121].

Gries pak v roce 2022 navázal prací [130], kde rozvinul poznatky z předchozí práce a doplnil je o poznatky nové. Bližší specifikaci distanční textilie s vloženými AR-skleněnými rovingy představuje obr. 60. Vzdálenost mezi hraničními vrstvami (konstrukce vrstev popsaná v [121]) se nastavuje změnou vzdálenosti mezi jehelními lůžky. Stroje dvoulůžkové jsou doplněné dvěma zařízeními pro vkládání útkových nití pod úhlem 90° a speciálními platinami pro podávání útkových nití k pletacím prvkům (kapitola 3.12.2). Zařízení umožňují vložení útkových nití do struktury v pravidelných nebo nepravidelných odstupech. Vazné nitě a 0° nitě jsou přiváděny k pletacímu ústrojí kladecími přístroji. Vzhledem k tomu, že v současné době je k dispozici až osm počítačem řízených kladecích přístrojů, jsou vzorovací možnosti velmi rozsáhlé. Výhodou je, že dvě vrstvy jedné textilie lze variabilně navrhovat a integrovat do nich různé materiály. Stupeň vyztužení lze upravovat prostřednictvím velikosti ok sítě ve vrchní vrstvě. Vysoká tuhost distančních monofilementů umožňuje vzájemné upevnění vrstev výztuže v přesné poloze, což je pro vyztužení betonu nezbytné. I malá odchylka v poloze výztuže o několik milimetrů vede k nespolehlivým mechanickým vlastnostem betonového prvku, např. fasádního panelu. [130]

3D výztuže tohoto typu byly v posledních letech úspěšně použity jako výztuž do betonu (např. od společnosti V. Fraas Solutions in Textile GmbH, Helmbrechts, Německo) nebo v rámci současného výzkumného projektu "6d-TEX", který financuje německý Bundesamt für Bauwesen und Raumordnung, na Frankfurtské univerzitě aplikovaných věd a v ITA. [130]



Obrázek 60: Konstrukce NCF osnovní distanční pleteniny [130]

Dalšími příklady výzkumu v oblasti TRC jsou např. práce autorů Haik a kol. [138], kteří použili pro zjišťování ohybových charakteristik betonu vyztuženého distanční textilií struktury vyrobené z ARskleněných rovingů doplněných polyesterovými a aramidovými multifilamenty. Studovali vliv úhlu uložení distančních pilotů na mechanickou odezvu TRC. Kapsalis a kol. prováděli předběžné požární zkoušení [139] TRC, při kterém se malty použité jako pojiva zahřívají na 850 °C a zkouší se jejich zbytková pevnost. Kromě toho jsou vzorky vystavené působení přímého plamene, zbytkovou pevnost testovali zkouškami ohybu. Aktuálně je integrace textilní výztuže hlavní výzvou při 3D tisku betonu. Autoři Kloft a kol. prezentovali v [140] nové strategie pro kombinovanou aditivní výrobu betonu a výztuže a představili první vyztužené prvky vytištěné 3D tiskem.

4 Použité materiály a metodiky hodnocení

Experimentální část dizertační práce je zaměřená na studium chování vláken v zásaditém prostředí. První část obsahuje popis a vyhodnocení dlouhodobého experimentu, v rámci kterého byly vláknové rovingy vystavené vlivu zásaditého prostředí (experiment metodicky vychází ze standardů pro určování životnosti vláken v agresivním prostředí – zkoušek zrychleného stárnutí). Zásadní rozdíl spočíval v teplotě a koncentraci prostředí. Testy životnosti/zrychleného stárnutí obvykle využívají teplotu jako katalyzátor reakce, výsledky lze získat významně rychleji. Příkladem je ČSN ISO 695 Odolnost proti alkáliím [141]. Zvýšená teplota významně urychluje degradaci vláken v kyselých i zásaditých roztocích, identifikovatelné změny probíhají řádově v hodinách [51, 54, 55, 61, 62, 64, 66–68, 70, 142–146]. Stejně tak se využívá i koncentrace. Testy stárnutí vláknových rovingů popsané v dizertační práci proběhly při pokojové teplotě (RT), koncentrace prostředí byla použita maximální možná, aby bylo možné přiblížit se na maximum reálným podmínkám, popsat děje v reálném čase a porovnat je s výsledky zkoušek zrychleného stárnutí z rešeršní části.

Druhá část práce je zaměřená na změny chování geopolymerního kompozitu vyztuženého vlákny v důsledku působení různých vlivů a na využití komerčně dostupných 3D textilií jako výztuže geopolymerní matrice s popisem chování výztuže prostřednictvím mechanických vlastností kompozitu. Pro experiment byly připraveny vzorky geopolymerního kompozitu vyztužené celou řadou vláken. Vzorky byly podrobeny testům s využitím střídání teplot, vlhkosti a vlivu UV. Prostřednictvím změny mechanických vlastností byly sledované změny v interakci vláknové výztuže s geopolymerní matricí. Současně byla ověřovaná možnost ovlivnit vláknovou výztuž před samotnou výrobou kompozitu atmosférickým plazmatem a tím zlepšit jeho mechanické vlastnosti.

Pro výrobu geopolymerních kompozitů s 3D výztuží se předpokládalo použití textilií vyrobených z vláken, kterých životnost byla zkoumaná v první části dizertace. Zakoupit se podařilo pouze distanční tkaninu z E-skleněných vláken, distanční textilie vyrobené z vláken čedičových nebo uhlíkových na domácím trhu běžně dostupné nejsou. Do portfolia sledovaných vláken se proto připojily další materiály – aramidový multifilament a polyesterový multi a monofilament, ze kterých se některé typy 3D textilií vyrábí. Experiment byl naplánovaný s distanční tkaninou a osnovní pleteninou s 5 mm distancí. Cílem bylo provést srovnání s plošnou čedičovou výztuží uloženou ve třech vrstvách. Jak se ukázalo při přípravě vzorků, použité distance nejsou vhodné pro vyztužení geopolymerní matrice. Přínos experimentu spočívá v ověření životnosti s doplnění popisu chování aramidových a polyesterových vláken v zásaditém prostředí a přesnějším vymezení vlastností 3D textilií použitelných pro vyztužení TRG/TRC.

4.1 Použité materiály

V experimentu byla použitá vlákna a textilie popsané v kapitolách 4.1.1 a 4.1.2.

Specifikaci geopolymerní matrice a seznam použitých chemikálií obsahuje kapitola 4.1.3.

4.1.1 Vlákna, vláknové rovingy, příze

Chemická rezistence vůči zásaditému prostředí byla sledovaná především u čedičových, skleněných a uhlíkových vláken. Tabulka 6 obsahuje jejich přehled a jejich základní charakteristiky.

Experimenty provedené v dizertační práci byly realizované s vláknovými rovingy jmenovaných vláken. AR-skleněná vlákna byla k dispozici jak ve formě rovingu (obr. 61 vlevo), tak i ve formě

sekaných vláken, označení Cem-FIL Anti.Crack® HP, délka 12 mm (obr. 61 vpravo). Výrobce Owens Corning deklaruje u vláken odolnost vůči silně zásaditému prostředí, vysokou pevnost a modul pružnosti v tahu. Vlákna jsou vhodná pro vyztužování betonů a malt, sekaná vlákna jsou účinná proti smršťovacím trhlinám. [23, 77]

Typ vlákna/označení	Výrobce	Délková hmotnost rovingu [tex]	Hustota materiálu vlákna [g/cm ³]	Průměr filamentu [µm]
uhlíkové /CF	Toho Tenax / HTS40F13 24 K	1600	1,77	7
čedičové /BF	výrobce Deutsche Basalt Faser GmbH	2400	2,60 - 2,80	13
skleněné R/ RGF		2400	2,60	12
skleněné AR/ ARGF	Výrobce Owens Corning, Cem-Fil	2600	2,68	14
skleněné AR/sekané	Cem-Fil	-	2,68	14
skleněné E/EGF	výrobce Johns Manville, PR440 2400 907	2400	2,60	16
příze z keramických vláken	výrobce PERMANENT TX 010	2600	2,60	16

Tabulka 6: Seznam použitých délkových textilií a jejich parametrů



Obrázek 61: AR-skleněný roving; Antikorozní skleněná vlákna Cem-FIL [23]

4.1.2 Textilie

Pro zkoušení mechanických vlastností geopolymerní matrice vyztužené textilními výztužemi byly použity tři typy 3D textilií, každá vyrobená jinou technologií. Jako srovnávací výztuž byla použita textilie plošná – čedičový geogrid.

• Geomříže, Geosítě / Grid fabric, Geogrids

Geosíť použitá pro výrobu geopolymerního kompozitu je vyrobená z čedičového rovingu technologií osnovního pletení. Popis technologie je součástí rešeršní části. Křížení rovingů (vazné body) ve směru 0°a 90° vytváří hranaté otvory obdélníkového tvaru o velikosti 10×14 mm, plošná hmotnost

sítě je 375 g/m². Sít je díky povrchové úpravě vláknových rovingů tuhá, spojení rovingů ve vazných bodech jsou pevná a eliminují rozměrovou deformaci textilie. Struktura sítě je na obr. 62.

• Distanční textilie tkané (Woven Spacer Fabrics)

3D distanční tkanina (Woven Spacer Fabric, obr. 63) je vyrobená ze E-skleněných vláken technologií tkaní. Popis textilie, vlastnosti a použití jsou součástí rešeršní části práce. Pro experiment byla použita distanční textilie PARABEAM, výrobce PARABEAM, Nizozemsko). Parametry textilie jsou uvedeny v Tabulce 7.

Distance	Plošná hmotnost [g/m ²]	Vazba	Typ skleněného vlákna
3 mm	780	plátno	Е
5 mm	840	plátno	Е

Tabulka 7: parametry distanční textilie PARABEAM

• Distanční textilie pletené (Spacer Fabrics)

3D distanční pletenina (Spacer Fabric) je vyrobená z polyesterových multifilamentů (horní a spodní část pleteniny), piloty jsou z polyesterového monofilamentu. Textilie je vyrobená technologií osnovního pletení. Popis textilie, vlastnosti a použití jsou součástí rešeršní části práce. Pro přípravu geopolymerních kompozitních vzorků byla použita distanční osnovní pletenina (výrobce TYLEX s. r. o.) s distancí 5 mm, s filetovou vazbou v horní i spodní části, obr. 64. Plošná hmotnost textilie je 320 g/m².



Obrázek 62: čedičový geogrid [147]

Obrázek 64: 3D distanční pletenina, polyester

• 3D Geomat

GEOMAT (obr. 65) je trojrozměrná polymerní rohož vyrobená ze spletených UV stabilizovaných polyamidových nebo polypropylenových monofilů, které jsou v místech křížení spojeny.

Obrázek 63: 3D distanční tkanina,

GF



Obrázek 65: GEOMAT [150]

Černý GEOMAT poskytuje tepelnou ochranu a zadržuje vodu pro klíčení výsadeb; zelený GEOMAT se přizpůsobuje zelenému vegetačnímu povrchu; stabilizuje půdu nebo skalnatý povrch před rozvojem vegetace a pomáhá výsadbám zakořenit a stabilizovat kořenový systém. Plošná hmotnost použité textilie je 300 g/m². [148, 149]

4.1.3 Geopolymerní matrice

Geopolymerní matrice je anorganické, dvousložkové, hlinitokřemičité pojivo na bázi metakaolínu (část A) aktivované alkalickým aktivátorem (část B). Pojivo je společně s vhodně zvoleným plnivem ideální pro různé druhy aplikací; výroba kompozitních materiálů, fixace materiálů, tmelení, opravy a další. Geopolymer Baucis L160 (cement L160) byl pro potřeby experimentu aktivován vodním sklem draselným (pojivo L160; K_2SiO_3) a doplněn křemičitým pískem o zrnitosti ≤ 5 mm v poměru 1(A) : 0,9(B) : 1. Základní směs byla ve stejném složení použita pro všechny připravené a testované vzorky.

Vlastnosti deklarované výrobcem obsahuje Tabulka 8. [151]

Typické vlastnosti:	
Zpracovatelnost při teplotě 20 °C	do 60 minut (závisí na podílu a typu plniva)
Maximální teplota použití	1200 °C (závisí na podílu a typu plniva)
Pevnost v tlaku po 28 dnech	min. 60MPa (závisí na podílu a typu plniva)
Pevnost v tahu ohybem	1. den min. 3 MPa, 7. den min. 7 MPa (závisí na podílu a typu plniva), 28. den min. 11 MPa
Odolnost proti teplotním vlivům	velmi dobrá (30 cyklů -30 °C +120 °C, závisí na podílu a typu plniva)
Smrštění po 28 dnech při teplotě 20 °C	max. 0,5 % (závisí na podílu a typu plniva)
Smrštění po vyžíhání na 1000 °C	max. 2,0 % (závisí na podílu a typu plniva)

Tabulka 8: Typické vlastnosti geopolymeru Baucis LK

4.1.4 Použité chemikálie

Pro test odolnosti proti chemikáliím byly použité chemické roztoky, viz Tabulka 9. Pro maximální přiblížení zásaditosti prostředí geopolymerní matrice byly aktivátory (vodní skla, která se používají pro aktivaci suché složky geopolymeru) použité jako koncentráty. Hydroxid vápenatý byl namíchán jako nasycený roztok. Destilovaná voda sloužila jako referenční médium. Pro kontrolu bylo u všech použitých roztoků změřeno pH.

Tabulka 9: Seznam chemických roztoků použitých pro zkoušku chemické odolnosti

Chemická látka	Koncentrace	рН	Vzorec
Destilovaná voda	-	7	H ₂ O
Hydroxid vápenatý	Nasycený roztok	12	Ca(OH) ₂
Vodní sklo sodné	Koncentrát	14	Na ₂ SiO ₃
Vodní sklo draselné	Koncentrát	14	K ₂ SiO ₃

4.2 Zkušební metody a postupy

Práce byla rozdělena do následujících etap:

- Zkouška chemické rezistence; vložení vláknových rovingů do definovaných prostředí (roztoků) za definovaných podmínek. Příprava vzorků geopolymerní matrice vyztužené krátkými vlákny. Výroba pilotního vzorku geopolymerní matrice vyztuženého 3D textiliemi.
- Odebírání vzorků vláknových rovingů v dílčích časových intervalech z roztoků, ošetření a příprava vzorků pro vyhodnocení zkoušky. Vystavení vzorků geopolymerní matrice vlivům prostředí.
- Zkoušení vláknových rovingů podle metodik popsaných v 4.2.1.
- Zkoušení geopolymerních kompozitů s krátkými vlákny podle metodik popsaných v 4.2.2 a 4.2.3.
- Vyhodnocování výsledků včetně statistického vyhodnocení (4.2.4). Návrh a příprava metodiky hodnocení koroze vláken v zásaditém prostředí metodou obrazové analýzy.
- Ověření metodiky a příprava konferenčních příspěvků a publikací.
- Výroba a zkoušení vzorků geopolymerního kompozitu s 3D výztuží podle metodik popsaných v 4.2.2.

4.2.1 Zkoušení vláken a vláknových útvarů

• Zkouška chemické rezistence vláknových útvarů

Podmínky zkoušky byly upraveny tak, aby mohly být změny vlastností vláken sledovány v reálném čase. Interakce mezi vlákny a roztoky probíhala při teplotě 22 °C. Jako reakční médium pro experimenty byl použitý aktivátor geopolymerních materiálů - draselné (LK; K₂SiO₄) a sodné (LNa; Na₂SiO₄) vodní sklo (pH 14), voda a nasycený hydroxid vápenatý - Ca(OH)₂ (pH 12). Ten simuluje prostředí v betonových směsích. Testovány byly uhlíkové, čedičové a skleněné rovingy. Doba expozice byla stanovena na 2, 4, 6 týdnů, 3, 6 a 12 měsíců (označení v týdnech: W2, W4, W6, W13, W26, W52). Odolnost vláken byla zjišťovaná stanovením změny pevnosti vláknových rovingů a měřením hmotnostního úbytku. Změny na povrchu vláken byly sledovány pomocí SEM. Popis materiálů, chemikálií a doby expozice shrnuje Tabulka 10.

Vláknové rovingy:	
uhlíkový roving (CFr)	výrobce Toho Tenax, označení HTS40F13 24 K, 1600 tex, hustota* 1,77 g/cm ³ , průměr vlákna 7 μm
čedičový roving (BFr)	výrobce Deutsche Basalt Faser GmbH, 2400 tex, hustota 2,6 - 2,8 g/cm ³ , průměr vlákna 13 μm
skleněný roving typ R (R-GFr)	2400 tex, hustota 2,6 g/cm3, průměr vlákna 12 μm
skleněný roving typ AR (AR- GFr)	Výrobce Owens Corning, Cem-Fil, 2400 tex, hustota 2,68 g/cm ³ , průměr vlákna 14 μm
skleněný roving typ E (E-GFr)	výrobce Johns Manville, PR440 2400 907, 2400 tex, hustota 2,6 g/cm ³ , průměr vlákna 16 μm
příze z keramických vláken:	výrobce PERMANENT TX 010, 2600 tex, hustota 2,6 g/cm ³ , průměr vlákna 16 μm

Tabulka 10: Zkouška chemické odolnosti – použité textilie, roztoky, doba expozice, značení

Doba expozice:						
2 týdny/ W2 4 týdny/ W4 6 týdnů/ W6 ^{13 týdnů/} W13 26 týdnů/ W26 52 týdnů/ W52						
Zkušební roztoky:						
$K_2SiO_3 (LK) \qquad Na_2SiO_3 (LNa) \qquad Ca(OH)_2 \qquad H_2O$					H ₂ O	
vodní sklo draselné Vodní sklo sodné Hydroxid vápenatý voda					voda	

* Hodnota hustoty materiálu vláken

• Tahová zkouška vláknových rovingů

Zkouška pevnosti v tahu byla provedena v laboratoři Katedry materiálů, Fakulty strojní, Technické Univerzity v Liberci. Pro testování pevnosti vláknových rovingů bylo použito zařízení Testometric (obr. 66), pro záznam zkoušky byl použit software, který je součástí přístroje. Vzorky byly zkoušeny v definovaných časových odstupech. Při zkouškách byly dodržovány stejné laboratorní podmínky pro měření a stejné nastavení parametrů zkušebního přístroje. Příprava a zkoušení vláknových rovingů vycházely ze standardů [152–154].

Zkoušení textilií bylo realizováno podle Standardu ČSN EN ISO 13 934 Textilie – Tahové vlastnosti plošných textilií – Část 1: Zjišťování maximální síly a tažnosti při maximální síle pomocí metody Strip [155]. Tahové vlastnosti textilií byly naměřeny na Katedře materiálového inženýrství, Fakulty textilní, Technické Univerzity v Liberci, na přístroji Tiratest T2400, obr. 67.



Obrázek 66: Přístroj TESTOMETRIC

Podmínky	zkoušky:
----------	----------

Teplota:	
Atmosférický tlak:	
Relativní vlhkost:	

22 ± 5 °C 860 to 1060 bar 45–70 %



Obrázek 67: Přístroj TIRATEST T2400

Parametry zkušebního př	řístroje:
Rychlost zkoušky:	10 mm/min
Tržná délka:	100 mm
Předpětí:	bez předpětí
Ukončení zkoušky:	při 50 % poklesu síly
1 1	

Pro každou variantu roving-roztok-čas bylo provedeno deset měření.

• Příprava vzorků pro tahovou zkoušku

Příprava vzorků vláknových rovingů vycházela z dostupných standardů pro měření pevnosti délkových textilií včetně elementárních vláken [152–154]. Problém při měření pevnosti vláknových rovingů z technických a minerálních vláken je s jejich upnutím do čelistí trhacího stroje. V tomto případě se jednalo o čelisti s hydraulickým pohonem, kde není možné svěrnou sílu regulovat. Vlákna v rovingu jsou tlakem rozdrcena už před zkouškou, v mnoha případech dochází při tahové zkoušce k jejich ustřižení těsně pod svěrnou čelistí. Taková zkouška je považovaná za neplatnou. Bylo vyzkoušeno několik metod úpravy konců měřených vzorků, například zalití konců do pryskyřice, zalepení konců do příložek z různých druhů materiálů a vlepení rovingů do papírových rámečků. S ohledem na velké množství vzorků byla zvolena metoda fixace rovingu do papírového rámečku (metodicky vychází ze zkoušení pevnosti vláken). Tím byla eliminována jmenovaná rizika, která mohla ovlivnit nebo zneplatnit výsledek tahové zkoušky: nepřiměřená manipulace s rovingy při přípravě vzorků a při vkládání rovingu do čelistí trhacího stroje, možnost záměny vzorků (díky popisu na rámečku byly vzorky přesně označeny) a s ohledem na velmi nízkou tažnost výše uvedených vláken (kolem 2 %) i problémy s předpětím. Podle kovové šablony byly vyřezány rámečky z tvrdého papíru (obr. 68). Roving byl vlepen mezi dva rámečky. Všechny zalepené vzorky byly zatíženy na 24 hodin kvůli vytvoření pevného spoje. Hotové vzorky byly označeny (typ vlákna, roztoku a doba působení), roztříděny a připraveny ke zkoušce (obr. 68).



Obrázek 68: Rozměry papírového rámečku a vzorek pro tahovou zkoušku

Na přístroji TESTOMETRIC (obr. 66) byl definován typ zkoušky a zadány parametry měření (rychlost posunu čelistí, tržná délka, rozměry vzorku, ukončení zkoušky). Po vložení vzorku do čelistí trhacího stroje a jejich uzavření byly přestřiženy boční strany rámečku, aby byl eliminován jeho vliv na zkoušku. Tahová zkouška probíhala do poklesu F_{max} o 50 % (obr. 69). Průběh zkoušky byl zaznamenán do grafu, výsledné hodnoty F_{max} do tabulky.



Obrázek 69: Vzorky uhlíkových vláken po tahové zkoušce, kontrolní skupina

Stanovení hmotnostního úbytku vláknových rovingů

Stanovení hmotnosti je přímá metoda hodnocení životnosti vlákna, nebo vláknového útvaru. Měření bylo provedeno na laboratorních analytických vahách fy METLER TOLEDO v laboratoři Katedry materiálového inženýrství Textilní fakulty, Technické Univerzity v Liberci. Váhy váží s přesností 0,00001 g.

• SEM – rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM) je zobrazovací metoda používaná pro hodnocení struktury materiálu nebo struktury jeho povrchu. Princip skenování je založený na pohybu svazku urychlených elektronů, který se po řádcích pohybuje po povrchu vzorku. Povrch je zobrazen složením dílčích obrazů/řádků. Ty vznikají zpracováním signálů detekovaných z odražených a sekundárních elektronů po interakci s elektronovým svazkem.

Snímky z rastrovacího mikroskopu umožňují sledovat změny, které probíhají v průběhu experimentu na povrchu vláken. Mezi sledované změny patří vznik a progres trhlin a jiných defektů, vznik, velikost a rozmístění inkrustací/reakčních produktů, tvarové změny atd.

• Energiově disperzní spektroskopie (EDS)

Umožňuje využití skenovacího elektronového mikroskopu pro prvkovou analýzu zkoumaných vzorků. Urychlený svazek elektronů dopadá na povrch vzorku. Při interakci mezi vzorkem a svazkem elektronů může dojít k vyražení některého elektronu z vnitřních slupek atomu – atom přechází do excitovaného stavu. Opačným jevem je deexcitace – přechod do původního stavu. Elektron přeskočí z energeticky vyšší hladiny do hladiny s chybějícím elektronem. Přechod je doprovázen vyzářením určitého množství elektromagnetického záření, energie je přesně určená rozdílem energetických hladin. Intenzita záření v určitém intervalu podává informaci o množstevním zastoupení prvků ve vzorku.

Pro sledování změn na povrchu technických vláken byl použitý rastrovací elektronový mikroskop UHR FE-SEM Carl Zeiss ULTRA Plus s mikroanalytickými detektory OXFORD (EDX a WDX pro lokální kvalitativní i kvantitativní chemické analýzy a EBSD detektorem pro krystalografickou charakterizaci). Většina vzorků vláknových rovingů je nevodivá, vodivost byla zvýšena naprášením tenké vrstvy platiny na jejich povrch pomocí zařízení SEM Mill model 1060 od firmy Fischione.

• Stanovení pevnosti v tahu vláknového rovingu

Pro každý jednotlivý vláknový roving byla stanovena pevnost v tahu podle rovnice (18). Pro každou skupinu vzorků vláknových rovingů ovlivněných konkrétním roztokem danou dobu byla stanovena průměrná pevnost v tahu.

$$\sigma \left[GPa \right] = \frac{F_{max}}{T} \rho_F \tag{18}$$

 σ – pevnosti v tahu vláknového rovingu [GPa]; F_{max} - maximální síla při přetrhu [N], T – jemnost vláknového rovingu [tex], ρ_F – hustota materiálu vláken [kg/m³]

4.2.2 Zkoušení geopolymerních kompozitů vyztužených vlákny

• Zkouška pevnosti v ohybu – tříbodový ohyb

Zkouška pevnosti v ohybu (obr. 70 a 71) patří mezi zkoušky statické, destruktivní. Zkouška dovoluje stanovit modul pružnosti, který díky křehkosti nelze stanovit tahovou zkouškou.

$$M_{max} = \frac{F_{max}L}{4} [\text{N mm}]; \qquad W = \frac{b h^2}{6} [\text{mm}^3]$$
(19)

$$\sigma_f = \frac{3 F_{max} L}{2 b h^2} [MPa]$$
(20)

$$E_f = \frac{\Delta F L^3}{4bh^3 \Delta y} \left[GPa \right] \tag{21}$$

 M_{max} – maximální ohybový moment [N·mm], W – průřezový modul [mm³], σ_f – mez pevnosti v ohybu, E_f – modul pružnosti v ohybu [MPa], F_{max} – maximální ohybová síla [N], L – vzdálenost podpor [mm], b – šířka vzorku [mm], d – tloušťka vzorku [mm], y – průhyb [mm]; pro tělesa obdélníkového průřez



Obrázek 70: Schéma tříbodového ohybu

Obrázek 71: Zkouška tříbodovým ohybem

Zkoušení bylo provedeno podle standardu ČSN EN 14617-2; Umělý kámen – Zkušební metody, Část 2: Ohybová pevnost [156]. Mez pevnosti v ohybu a modul pružnosti v ohybu byly stanoveny podle (20) a (21). Vzdálenost podpěr byla 80 mm, délka zkušebních těles 100 mm, byl použitý snímač síly s rozsahem do 1000 N a rychlost zatěžování 2 mm/min.

Zkouška pevnosti v ohybu – čtyřbodový ohyb

Zkouška slouží k přesnějšímu stanovení ohybového modulu. Zatěžování křehkého materiálu je realizováno dvojicí sil do konečného porušení materiálu (obr. 72, uspořádání zkoušky na obr. 73) podle Standardu ISO 178 [157]. Ke stanovení modulu pružnosti je potřeba přesně změřit průhyb y [mm] zkušebního vzorku. Mez pevnosti v ohybu a modul pružnosti v ohybu se vypočtou podle rovnic (22) a (23). Vzdálenost podpěr při realizovaných zkouškách byla 300 mm, délka zkušebních těles 400 mm, použitý snímač síly s rozsahem do 1000 N a rychlost zatěžování 6 mm/min. Vzdálenosti na obr. 72 označené jako l_a a l_b byly shodné – 100 mm.

$$\sigma_f = \frac{FL}{bh^2} \left[MPa \right] \tag{22}$$

$$E_f = \frac{F L^3}{4 y b h^3} [MPa]$$
(23)

 σ_f - mez pevnosti v ohybu [MPa], E_f - modul pružnosti v ohybu [MPa], F- síla [N], L- vzdálenost podpor [mm], y- průhyb [mm], b- šířka vzorku [mm], d- tloušťka vzorku [mm]; pro tělesa obdélníkového průřezu



Obrázek 72: Schéma čtyřbodého ohybu



Obrázek 73: Zkouška čtyřbodým ohybem

• Zkouška teplotním šokem

Zkouška se provádí podle ČSN EN 14617-6; Umělý kámen – Zkušební metody, Část 6: Stanovení odolnosti proti tepelnému šoku [158].

Norma předepisuje následující postup:

- 1) Vysušit a zvážit zkušební tělesa.
- 2) Tělesa podrobit teplotním změnám: 70±5 °C v komoře s ventilací po dobu 18±1 h; úplné ponoření do 15±5 °C teplé vody po dobu 6±0,5 h; cyklus (24 h) opakovat 20krát.
- 3) Tělesa opakovaně vysušit (podle předpisu) a znovu zvážit.
- 4) Zpracovat výsledky podle doporučení v normě.
- 5) Popsat vizuální změny v porovnání s referenčním tělesem.
- 6) Provést výpočet změny hmotnosti vysušených zkušebních těles podle rovnice (24)

$$\Delta m = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \ 100 \ \% \tag{24}$$

 $\Delta m - změna hmotnosti [\%]; m_0 - hmotnost před zkouškou [g], m_1 - hmotnost po zkoušce [g]$

7) Provést výpočet součinitele odolnosti proti teplotnímu šoku podle rovnice (25)

$$\Delta R_{t20} = \frac{R_1 - R_{st}}{R_1} \ 100\% \tag{25}$$

 ΔR_{T20} – retenční poměr pevnosti v ohybu [%]; R_1 – pevnost v ohybu po zkoušce teplotním šokem [MPa]; R_{st} – pevnost v ohybu referenčních vzorků [MPa]

• Zkouška mrazuvzdornosti

Zkouška se provádí podle ČSN EN 14617-5; Umělý kámen – Zkušební metody, Část 5: Stanovení mrazuvzdornosti [159].

Norma předepisuje následující postup:

- 1) Vysušit a zvážit zkušební tělesa.
- Tělesa podrobit teplotním změnám: -20 ±5 °C v komoře s ventilací po dobu 4 h; úplné ponoření do 20±5 °C teplé vody po dobu 2 h; cyklus (6 h) opakovat 25krát.
- 3) Tělesa kondicionovat stejným způsobem jako před zkouškou.
- 4) Zpracovat výsledky podle doporučení v normě.
- 5) Popsat vizuální změny v porovnání s referenčním tělesem.
- Výpočet změny hmotnosti vysušených zkušebních těles byl proveden podle rovnice (24), součinitel mrazuvzdornosti podle rovnice (26).

$$KM_{f2} = \frac{RM_{tf}}{R_{f}} 100\%$$
 (26)

 KM_{f25} – retenční poměr pevnosti v ohybu [%], RM_{tf} – pevnost v ohybu po zkoušce mrazuvzdornosti [MPa]; R_f – pevnost v ohybu referenčních vzorků [MPa]

• Životnost, testy zrychleného stárnutí – Xenon test

Životnost – odolnost proti stárnutí materiálu se definuje jako doba, kdy je možné ho bezpečně používat bez ztráty funkčnosti. Zkoušení životnosti (vlivu okolního prostředí na vlastnosti materiálu v závislosti na době expozice) je důležité především pro reálné použití materiálu nebo výrobku. Zkoušení má dvě části; vystavení zkušebních těles definovaným podmínkám (světlo, teplota, vlhkost) na které navazuje měření předem určených mechanických nebo jiných vlastností. Výsledky se porovnávají s výsledky neexponovaných (referenčních) těles podle rovnice 27. [160]

$$s_t = \frac{\psi_0 - \psi}{\psi_0} .100 \,[\%] \tag{27}$$

 s_t – koeficient stárnutí v čase t; ψ – hodnota sledované veličiny v čase t; ψ_0 – hodnota sledované veličiny v čase t = 0

Zkoušky přirozeného stárnutí jsou časově velmi náročné. Proto se často využívají zkoušky zrychleného stárnutí. Ty umožňují výrazně zkrátit dobu expozice vzorku při použití umělého zesílení vybraného faktoru stárnutí, např. vlivem umělého světla, teploty nebo teplotního cyklu, působení chemikálií nebo kombinace několika faktorů dohromady. Koroze je definovaná jako znehodnocení vzniklé v důsledku chemického nebo fyzikálněchemického působení okolního prostředí na materiál. Degradace je proces, při kterém dochází v důsledku působení okolního prostředí k rozkladným reakcím. Působení světla a teploty může oba procesy významně urychlit. [160] Testy zrychleného stárnutí probíhají obvykle v zařízeních k tomu určených, podmínky jsou definované řadou Standardů ISO, SAE, ASTM a dalších.

Pro testy zrychleného stárnutí bylo použito zařízení Q-Sun Xe-3 Xenon Test Chamber, test proběhl v hydrodynamické laboratoři Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace. Zařízení Q–SUN Xe-3 reprodukuje poškození způsobené plnospektrálním slunečním zářením a deštěm, které tyto vlivy způsobují v průběhu několika měsíců až let. Komora je vybavená třemi samostatnými výbojkami, regulací vlhkosti, funkcemi rozprašování a nástřiku. [161] Zkouška byla provedená podle standardu ČSN EN ISO 11341 Nátěrové hmoty – Umělé stárnutí a expozice umělému záření – Expozice filtrovanému záření xenonové obloukové výbojky [162]. Zkouška je v komoře předem nadefinovaná. Samotná zkouška proběhla podle metody 1 Umělé zvětrávání (artificial weathering). Záření je filtrované systémem filtrů optického záření tak, aby relativní spektrální rozložení energie v rovině zkušebního panelu (oblast umístění vzorků) bylo dostatečně podobné globálnímu slunečnímu ultrafialovému a viditelnému záření. Jako zdroj optického záření byly použity tři xenonové obloukové výbojky.

Zkouška proběhla podle následujícího postupu:

- 1) Příprava a vložení suchých, čistých a nepoškozených vzorků do komory.
- 2) Nastavení režimu zkoušky podle ČSN EN ISO 11341, metoda 1; zkušební tělesa jsou v první části cyklu vystavená záření tří výbojek o intenzitě záření E = 60 W m⁻²po dobu 102 minut (intenzita záření se před zkouškou ověřuje kalibrací). Druhá část cyklu trvá 18 minut, k záření se přidává rozprašování demineralizované vody. Celý cyklus trvá 120 minut (2 hodiny), nahrazuje půl roku přirozeného stárnutí.
- 3) Připojení pumpy se zásobníkem demineralizované vody.
- Spuštění zkoušky. Po provedení určeného počtu cyklů se vzorky 24 hod klimatizují při pokojové teplotě.

4.2.3 Statistické metody zpracování dat

Standardní statistické vyhodnocení bylo provedeno podle vzorců (28–31), které shrnuje Tab. 11.

Tabulka 11: Vzorce pro standardní statistické zpracování dat

Aritmetický průměr
$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n}$$
 (28)

Rozptyl
$$s^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n} (x_{i} - \bar{x})^{2}}{n}$$
(29)

Směrodatná odchylka
$$s = \sqrt{s^2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}}$$
 (30)

Variační koeficient
$$v_x = \frac{v}{\bar{x}}$$
; $v_x = \frac{v}{\bar{x}} \cdot 100 \, [\%]$ (31)

Vyloučení odlehlých hodnot pomocí krabicového grafu/ box plotu

Pro posouzení centrální tendence dat a jejich rozptýlenosti – měření průměrů vláken pomocí obrazové analýzy – bylo využito vyhodnocení pomocí box–plotů – krabicových grafů. Graf uvádí jako míru střední hodnoty medián a pomocí minima, maxima a prvního a třetího kvartilu popisuje rozptýlenost dat. Přínosem grafu je identifikace odlehlých hodnot měření a možnost jejich eliminace.

Popisná statistika používá krabicové grafy k vizualizaci číselných dat pomocí kvartilů Q25, Q50 a Q75 nebo Q1, Q2 a Q3. K sestavení krabicového grafu je nutné určit a vypočítat následující charakteristiky a hodnoty: kvartily x_{25} , x_{50} , x_{75} ; kvartilové rozpětí QR; konce paprsků – A a B. Hodnota kvartilového pořadí z_p se vypočítá podle rovnice (32):

$$zp = (n * p / 100) + 0.5$$
(32)

 $n - počet hodnot; p - procento označující kvartil (x_{25} = hodnota dolního kvartilu, x_{50} = medián, x_{75} = hodnota horního kvartilu$

Kvartilové rozpětí a koncové hodnoty se vypočítají podle rovnic (33) a (34).

$$QR = x_{75} - x_{25}.$$
 (33)

$$A = x_{25} - 1,5 * R;$$
 $B = x_{75} + 1,5 * R$ (34) [163]

Hornova metoda – statistické zpracování malých datových souborů

Hornova metoda se používá pro datové soubory s n-počtem měření, pro jejichž počet platí podmínka: $4 \le n \le 20$

Provádí se určení následujících charakteristik: hloubka pivotu H, dolní pivot x_D a horní pivot x_H . Pivotová polosuma – slouží k odhadu polohy, ekvivalent průměru nebo mediánu. Pivotové rozpětí - slouží k odhadu variability, ekvivalent směrodatné odchylky. Interval spolehlivosti střední hodnoty. [164]

4.2.4 Doplňující zkoušky

XRD-analýza (rentgenová difrakce)

Jedná se o metodu určování struktury krystalických látek. Metoda je založena na interakci krystalického vzorku a rentgenového záření. Metoda umožňuje určit absolutní polohy atomů, vazebné délky a úhly v krystalové mřížce vzorku. Principiálně je metoda založena na průchodu monochromatického rentgenového záření látkou, při kterém dochází k pružnému ohybu (difrakci) paprsků. Směr a intenzita difraktujících paprsků jsou závislé na vnitřní struktuře vzorku. V amorfním vzorku jsou atomy rozmístěny nepravidelně; příspěvky k celkové intenzitě difraktovaného záření se často vzájemně vyruší. Naopak vzorek s periodickou strukturou působí ve viditelném světle jako difrakční mřížka. Příspěvky k celkové intenzitě difraktovaného záření vzájemně interferují a v určitých směrech, specifických pro konkrétní krystalovou strukturu, se sčítají, jinak se vyruší. Směr a intenzita difraktovaného záření se měří; získaná data se zpracovávají a určuje se absolutní struktura. R-faktor určuje míru shody mezi modelem a experimentálními daty. [165]

• Stanovení porozity

Porozita je definovaná jako podíl objemu pórů oproti referenčnímu objemu – obvykle v makroskopickém porézním objektu. Jak naznačuje název makroporozita, jedná se o zlomek makropórů a podobně je to s mezoporozitou a mikroporozitou. Referenční objem nepravidelně tvarovaných objektů není jednoznačně definován a záleží na volbě metody. Může to být objemový (sypný) nebo setřesný objem prášků nebo pelet měřený odměrným válcem nebo objem definovaný kapalinovou pyknometrií pomocí nesmáčivé kapaliny při určitém tlaku, jako například u rtuťové intruzní porozimetrie. Stanovení porozity vlákny vyztužených geopolymerních vzorků bylo provedeno podle ASTM D4284-12 – Standard Test Method for Determining Pore Volume Distribution of Catalysts and Catalyst Carriers by Mercury Intrusion Porosimetry [166] v Unipetrol výzkumně vzdělávacím centru, a.s. v Litvínově. Zkouška byla provedena ve středisku analytické chemie, které je zařízením vybaveno. [167]

Pomocí rtuťové porozimetrie byl stanoven celkový intruzní objem a distribuce velikosti pórů v rozsahu 3-80 000 nm na přístroji AutoPore IV 9510 (Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, GA, USA). U vzorků byla provedena korekce do 80 000 nm, z důvodu výskytu tzv. falešné porozity. Vzorky byly odplyněny ve vakuové sušárně při teplotě 110 °C po dobu 16 hodin. Do penetrometru (Solid, 3ml) bylo naváženo cca 1,5 g vzorku. Poté byl penetrometr se vzorkem vložen do nízkotlaké jednotky porozimetru a byla provedena nízkotlaká analýza (0–345 kPa). Po skončení nízkotlaké analýzy byl penetrometr vložen do vysokotlaké jednotky porozimetru a byla provedena vysokotlaká analýza (atmosférický tlak až 414 MPa). Výsledkem měření byla intruzní křivka.

Nesmáčivá kapalina (rtuť) je vtlačována do pórů analyzovaného materiálu působením vnějšího tlaku. Velikost pórů, do kterých rtuť pod tlakem vstupuje, je nepřímo úměrná použitému tlaku. Za předpokladu válcovitého tvaru pórů platí Washburnův vztah (35):

$$d = \frac{-4.\gamma . \cos\theta}{P} \tag{35}$$

 $d - zdánlivý průměr póru, do kterého je rtuť vtlačována [µm]; <math>\gamma - povrchové napětí rtuti [Nm⁻¹]; \theta - kontaktní úhel mezi rtutí a analyzovaným materiálem [°]; P - absolutní tlak, vyvolávající intruzi [Pa]$

Objem pórů je určen měřením objemu rtuti, vtlačené do nich za různých tlaků. Tlak se postupně zvyšuje (kontinuálně nebo skokově), měří se a zaznamenává se objem vtlačené rtuti. Výsledkem je intruzní křivka, ze které lze vypočítat požadované parametry. [167]

• Tribologické hodnocení, velikost opotřebení

Koeficient tření je fyzikální veličina, která udává poměr třecí síly vůči kolmé tlakové síle mezi dvěma tělesy při smykovém tření podle (36). [168, 169].

$$\mu_s = \frac{F_s}{F_N} \left[-\right] \tag{36}$$

 μ_s – koeficient tření [-]; F_s – třecí síla [N]; F_N – normálová síla [N]

Pro měření tribologických vlastnosti se používá speciální zařízení – tribometr. Měření probíhá mezi dvěma zkušebními povrchy v režimu Pin-on-Disc, povrchy jsou nositelé měřitelné tangenciální síly (zatížení), kterou je možné regulovat. Plochy jsou vůči sobě v relativním pohybu; pohybuje se měřená plocha vůči hrotu nebo naopak. Tvar a materiálové vlastnosti hrotu nebo tělesa na hrotu jsou přesně definované, stejně tak podmínky zkoušky. [168, 169].

Wang a kol. v [170] sledovali objemový úbytek opotřebení geopolymerní matrice s vláknovou výztuží a bez výztuže při lineární třecí zkoušce, uspořádání blok na kroužku, zatížení 100 N a rychlosti 0,424 m/s. Ramujeea a Potharaju prokázali v [171] experimentálně pomocí zkoušek opotřebení, že geopolymerní materiály mají lepší provozní vlastnosti než materiály na bázi cementu. Použili zkoušku stanovení relativní odolnosti betonu proti otěru pod vodou, která simuluje abrazivní působení částic (bahna, písku, štěrku a jiných pevných částic) podle ASTM C1138-1997.

Zkouška opotřebení byla provedena na vzorcích geopolymerního kompozitu vyztuženého ARskleněnými vlákny podle standardů ASTM G99na vzorcích, které prošly zkouškou na teplotní šok, mrazuvzdornost a jako srovnávací byly použity vzorky bez ovlivnění. Zkouška proběhla na tribometru od firmy Anton Paar, který umožňuje provedení zkoušky v lineárním i rotačním režimu. Pro testování byl vybrán režim s vratným lineárním pohybem. Podmínky zkoušky byly následující: vlastnosti substrátu – kulička Al₂O₃, průměr 6 mm; amplituda 12 mm; maximální lineární rychlost 4,5 cm/s; zatížení 5 N; ukončení zkoušky po 40 m. Obrázek 74 ukazuje tribologické zkoušky a její průběh.



Obrázek 74: Tribometr pro suché a kapalné prostředí TRB³ a) ukázka zařizení a průběh experimentu, b) realizace experimentu – Katedra materiálů, FS, TUL

4.2.5 Vliv atmosférického plazmatu na adhezi mezi vlákny a matricí v geopolymerních kompozitech

Všechny typy vláken jsou obvykle ošetřené sizingem, kterého funkcí jsou ochrana vláken před poškozením, zlepšení zpracovatelnosti vláknového útvaru, zajištění adheze matrice vůči vláknu a vytvoření mezifázového rozhraní se zajištěním funkčnosti kompozitního systému.

Pro ovlivnění adhezních vlastností vláken byla použita úprava jejich povrchu atmosférickým plazmatem. Modifikace povrchu vláken bylo provedena zařízením Piezobrush® PZ2-i firmy Relyon-plasma GmbH. Následovala výroba geopolymerních vzorků vyztužených plazmatem upravenými vlákny. Účelem modifikace bylo zlepšení adheze geopolymerní matrice vůči vláknu. Zesílení vazby mezi oběma složkami kompozitu bylo vyhodnoceno ohybovou zkouškou po standardní době zrání (30 dnů, označeno P30), po třech měsících od uzrání (celkem 120 dnů, označeno P120) a po šesti měsících od uzrání (označeno P210).

Zkouška pevnosti v ohybu (tříbodový ohyb) byla provedena podle ČSN EN 14617–2 Umělý kámen – Zkušební metody – Část 2: Stanovení pevnosti za ohybu [156]. Pro vyhodnocení pevnosti v ohybu byl výsledek zkoušky vyhodnocen pomocí výpočtu retenčního poměru ohybové pevnosti podle rovnice (37).

$$\Delta R_F = \frac{R_F - R_{F0}}{R_{F0}} \ 100\% \tag{37}$$

 ΔR_F – retenční poměr [%], R_{F0} – referenční hodnota pevnosti [MPa], R_F – hodnota pevnosti po vymezeném časovém období [MPa]

Poznámka: výpočet retenčního poměru je v dizertační práci zmíněný a popsaný na několika místech. Veličina převzatá z odborné literatury nebo norem, podle kterých proběhly použité zkoušky zachovávají uvedené značení. V kapitole 4.2.3 podkapitole Životnost, testy zrychleného stárnutí je uvedená obecná rovnice.

5 Experimentální část

Následující kapitola shrnuje průběh a výsledky dlouhodobého experimentu, ve kterém byla pro řadu vláken (uhlíková, čedičová a AR, E a R-skleněná vlákna) sledovaná jejich interakce se silně zásaditým prostředím při pokojové teplotě. Impulsem k této verzi experimentu byla skutečnost, že obvykle se zkoušky stárnutí realizují ve zkráceném režimu při zvýšené teplotě nebo koncentraci korozního prostředí – zkoušky mají obvykle termín zrychlené stárnutí v názvu. Životnost vláken/vláknových útvarů se na základě urychlených zkoušek predikuje pomocí statistických metod a modelů. Porovnání s reálnou životností nebo přirozeně realizovaným stárnutím je popsané ve výjimečných případech.

5.1 Hodnocení životnosti vláken a vláknových útvarů v zásaditém prostředí

Problematika koroze a degradace vláken v zásaditém prostředí je problematika aktuální a, jak vyplývá z rešerše, zpracovaná řadou autorů pro celou škálu vláknových materiálů. Její aktuálnost vyplývá především z možnosti aplikace vláken a vláknových výztuží ve stavebnictví. Pro určení míry degradace nebo koroze se pro vláknové materiály používají především zkoušky pevnosti, sleduje se úbytek hmotnosti, změny na povrchu vláken pomocí elektronové mikroskopie (SEM), pro stanovení složení se používají metody disperzní spektroskopie (EDS) a rentgenová difrakce (XRD).

5.1.1 Popis řešené problematiky

Uhlíková, čedičová a AR, E a R-skleněná vlákna byla exponovaná zásaditým prostředím a destilovanou vodou po dobu jednoho roku. Poté následovaly zkoušky pevnosti v tahu vláknových rovingů, měření úbytku hmotnosti a výpočet jemnosti vláknových rovingů, který posloužil ke stanovení změny pevnosti v tahu vláknových rovingů. Změny na povrchu vláken byly studovány pomocí SEM a doplněné EDX analýzou. Na základě naměřených dat a rešerše provedené v rámci DSP, byla navržena **Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou** (dál jen Metodika). Metodika je založená na měření průměru vláken a zpracování naměřených dat. Pro ověření platnosti a vypovídací schopnosti Metodiky bylo použito porovnání statistického vyhodnocení výstupů konvenční metody (měření úbytku hmotnosti) a výstupů Metodiky (měření průměru vláken).

5.1.2 Zkušební metodika

Cílem experimentu bylo sledovat vliv zásaditého prostředí na změny maximální tahové síly F_{max} [N] vláknových rovingů v závislosti na době expozice. Parametr byl sledován v odstupech dva, čtyři, šest, třináct, dvacet šest a padesát dva týdnů. Pro experiment byla naplánovaná celkem čtyři prostředí: destilovaná voda jako srovnávací prostředí, nasycený roztok hydroxidu vápenatého (Ca(OH)₂) jako simulace prostředí standardního betonu a koncentráty vodního skla draselného (LK) a sodného (LNa), protože se používají jako aktivátor geopolymerů. Zkouška probíhala při pokojové teplotě. Z popsaných podmínek (prostředí-čas) bylo vytvořeno celkem dvacet čtyři kombinací pro každý ze zkoušených rovingů. Pro srovnání byla tahová zkouška provedena na roztokem neošetřeném rovingu, tato skupina zkoušek byla označena jako referenční, hodnoty jsou při zpracování dat uvedené jako počáteční. Z každého rovingu (seznam vláknových rovingů uvádí Tabulka 12) bylo odebráno 5 ks vzorků o délce 0,5 m pro každou kombinaci prostředí-čas; materiály, roztoky a doby expozice jsou uvedené v Tabulce 10. Rovingy byly vloženy do uzavíratelných nádob s 300 ml testovacího roztoku, postup přípravy dokumentuje obr. 75.

Typ vlákna	Parametry
Uhlíkový roving CFr	HTS40F13 24 K, 1600 tex, hustota 1,77 g/cm ³ , průměr vlákna 7 μm
Čedičový roving BFr	2400 tex, hustota 2,6 - 2,8 g/cm ³ , průměr vlákna 13 μm
Skleněný roving typ R; RGFr	2400 tex, hustota 2,6 g/cm ³ , průměr vlákna 12 μm

Tabulka 12: Parametry vláknových rovingů



Obrázek 75: Příprava experimentu a průběh experimentu stanovení chemické odolnosti vláknových rovingů

Po uplynutí stanovených časových intervalů byla vlákna z roztoků vyjmuta, důkladně propláchnuta destilovanou vodou a vysušena při RT po dobu 96 hodin. Pro každou variantu roving-roztok-čas bylo pro tahovou zkoušku připraveno deset kusů vzorků v papírových rámečcích. Následovalo provedení zkoušky pevnosti v tahu. Pro testování pevnosti vláknových rovingů bylo použito zařízení TESTOMETRIC, podle EN ISO 13934-1:201 [155]. Pro záznam zkoušky byl použit standardní software, který je součástí přístroje. Při zkoušení vzorků byly dodrženy jednotné podmínky.

5.1.3 Statistické zpracování výsledků zkoušky pevnosti v tahu a vyhodnocení zkoušky

Pro všechny datové soubory byly vyhodnoceny veličiny: průměr, směrodatná odchylka, variační koeficient, 95 %-ní interval spolehlivosti (příklad kompletního vyhodnocení je uvedený v Příloze 1). Průměrné hodnoty maximální tahové síly F_{max} [N] s vyznačenou odchylkou měření byly shrnuty do grafů podle jednotlivých typů vláknových rovingů, obrázky 76–80. Dílčí průměrné hodnoty F_{max} a jejich směrodatné odchylky s obsahují Tabulky 13-17.

5.1.4 Výsledky zkoušky pevnosti v tahu BFr

Do grafu na obr. 76 jsou vyneseny průměrné hodnoty naměřené síly F_{max} Číselné hodnoty včetně směrodatných odchylek uvádí Tabulka 13. Barvami jsou označené jednotlivé roztoky, které působily na čedičový roving (BFr) v období 0–52 týdnů při RT. Ve všech případech došlo už po dvou týdnech k významnému poklesu F_{max} vůči počáteční hodnotě $F_0 = 758.8 \pm 51.6$ N (W0 – označená červeně).

V případě vlivu Ca(OH)₂ sice jednotlivé průměrné hodnoty F_{max} časových intervalech kolísají, ale spojnice trendu klesá. Na konci experimentu má F_{max} hodnotu 6,5 N.

Vodní skla jednoznačně způsobují rozklad vláken; ve vodním skle draselném (LK) se čedič rozpustil po 13 týdnech, ve vodním skle sodném (LNa) už po 6 týdnech.

Voda snížila F_{max} čedičového rovingu na počátku zkoušky; ve druhém týdnu poklesla o 36 % oproti počáteční hodnotě. V následujícím období (W2 – W52) nemá F_{max} klesající tendenci. Rozdíl v procentuálním úbytku F_{max} mezi druhým týdnem (36 %) a padesátým druhým týdnem (40 %) jsou 4 %. Ying a Zhou ve své práci popisují, že během reakce se na povrchu čedičových vláken vytváří vlivem vody film bohatý na oxid křemičitý (tzv. high-silica-layer), který pokrývá mikrotrhliny na vlákně. Vznik povrchové vrstvy snižuje možnost poškození vlákna a stabilizuje hodnotu F_{max} ve sledovaném časovém úseku.



Obrázek 76: Průměrné hodnoty síly F_{max} pro BFr v závislosti na době expozice; doba expozice je uvedená v týdnech (označení na ose X je W – weeks, tj. týdny)

BFr				
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK
W0	758,81±51,56	758,81±51,56	758,81±51,56	758,81±51,56
W2	344,71±88,21	478,00±52,85	230,83±63,04	239,00±32,15
W4	394,80±73,53	424,40±60,38	170,10±27,21	197,30±20,60
W6	318,00±45,24	404,00±40,05	34,50±20,39	151,30±31,30
W13	345,77±47,49	413,00±54,72		97,10±1,50
W26	48,66±10,40	408,60±54,06		
W52	6,48±4,23	440,61±81,80		

Tabulka 13: Průměrné hodnoty F_{max} [N] včetně směrodatných odchylek

5.1.5 Výsledky zkoušky pevnosti v tahu CFr

Průběh závislosti F_{max} uhlíkového rovingu na době expozice ukazuje graf na obr. 77, průměrné hodnoty F_{max} a jejich směrodatné odchylky obsahuje Tabulka 14.

V případě uhlíkového rovingu způsobilo vodní sklo sodné i draselné kolísání hodnot F_{max} oproti počáteční hodnotě $F_0 = 700,4 \pm 17,6$ [N] v rozsahu chyby měření s ohledem na hodnoty směrodatné odchylky. Obě spojnice trendu F_{max} velmi mírně klesají. Na konci experimentu jsou F_{max} o 12 % nižší pro LK, o 7,5 % nižší pro LNa vůči počáteční hodnotě. I v tomto případě rozdíly spadají do chyby

měření. Pokles F_{max} může být způsobený rozpuštěním ochranného sizingu, které vede ke ztrátě soudržnosti rovingu.

Voda a Ca(OH)₂ způsobily v počátku pokles F_{max} o 13 %. Spojnice trendu hodnot F_{max} pro hydroxid vápenatý velmi mírně klesá.

Největší vliv na F_{max} CFr měla paradoxně voda; spojnice trendu klesá výrazně. F_{max} poklesla z počátečních 13 % ve druhém týdnu (W2) na 39 % po padesáti dvou týdnech (W52; vztaženo vůči počáteční hodnotě). Příčinou je ztráta soudržnosti rovingu v důsledku rozpuštění ochranného povlaku – sizingu.



Obrázek 77: Průběh Fmax CFr v závislosti na době expozice

Tabulka 14: Průměrné hodnoty F_{max} [N] včetně směrodatných odchylek

CFr				
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK
W0	700,44±17,63	700,44±17,63	700,44±17,63	700,44±17,63
W2	610,75±50,06	617,10±60,00	777,30±33,73	721,10±51,09
W4	430,10±84,32	601,40±63,98	678,60±75,24	629,00±60,43
W6	630,30±62,94	529,00±67,76	792,50±21,44	667,70±42,36
W13	692,90±38,12	622,33±20,83	775,33±22,20	718,89±35,26
W26	590,36±75,82	478,00±70,99	744,22±41,03	685,20±58,40
W52	543,20±27,48	429,00±111,14	647,00±59,19	614,00±62,54

5.1.6 Výsledky zkoušky pevnosti v tahu R-GFr

Průběh závislosti F_{max} R-skleněného rovingu na době expozice ukazuje graf na obr. 78, dílčí průměrné hodnoty F_{max} a jejich směrodatné odchylky obsahuje Tabulka 15.

Skleněné rovingy ztratily po dvou týdnech v zásaditých roztocích významnou část F_{max} oproti počáteční hodnotě $F_0 = 825,2 \pm 33,4$ [N]. Pokles F_{max} v Ca(OH)₂ je po dvou týdnech 62 %, v LNa 83 % a v LK 86 %. Spojnice trendů F_{max} všech zásaditých roztoků klesají. Vodní skla způsobila
rozklad skleněných rovingů už po čtyřech týdnech. $Ca(OH)_2$ nezpůsobil úplné rozpuštění Rskleněného rovingu, ale naměřená hodnota F_{max} je velmi nízká, vůči počáteční hodnotě je pokles o 94 %.

Voda způsobila v počátku pokles F_{max} o 15 %. Spojnice trendu F_{max} pro H₂O klesá obdobně jako u uhlíkových vláken, v padesátém druhém týdnu je hodnota F_{max} snížená oproti počáteční hodnotě o 40 %. Ztráta souvisí s největší pravděpodobností se ztrátou soudržnosti rovigu jako přímého důsledku rozpuštění sizingu.



Obrázek 78: Průběh Fmax R-GFr v závislosti na době expozice

R-GFr						
	Ca(OH)2	H2O	LNa	LK		
W0	852,22±33,36	852,22±33,36	852,22±33,36	852,22±33,36		
W2	300,00±45,05	705,70±38,29	133,60±17,43	108,80±14,69		
W4	130,00±46,06	657,50±29,09	61,10±18,09	93,90±9,17		
W6	85,40±20,78	691,67±59,31				
W13	59,00±15,09	645,67±43,71				
W26	40,90±7,06	538,30±74,49				
W52	18,67±3,77	488,70±56,05				

V další fázi byla do roztoků přidaná skleněná vlákna dalších dvou typů a přízová ucpávka z keramických vláken, seznam uvádí Tabulka 16. Experiment byl provedený za stejných podmínek – teplota, koncentrace roztoků a doba expozice byly shodné jako v předchozím experimentu. Výsledky tahové zkoušky byly statisticky vyhodnoceny stejným způsobem.

Tabulka	16:	Parametry	vlákno	vých	rovingů	а	keramické	příze
---------	-----	-----------	--------	------	---------	---	-----------	-------

Typ vlákna	Parametry
Skleněný roving typ AR; ARGFr	Cem-Fil, 2400 tex, hustota 2,68 g/cm ³ , průměr vlákna 14 µm
Skleněný roving typ E; EGFr	PR440 2400 907, 2400 tex, hustota 2,6 g/cm ³ , průměr vlákna 16 μm
Příze z keramických vláken	TX 010, 2600 tex, hustota 2,6 g/cm ³ , průměr vlákna 16 μm

Poznámka: Ucpávková příze nebyla pro zkoušení pevnosti v tahu použita. Strukturní uspořádání vláken v přízi je diametrálně odlišné na rozdíl od rovingu. Roving je svazek rovnoběžně uspořádaných filamentů bez zákrutu. Konstrukčně je příze jako textilní délkový útvar složitější a v případě tohoto konkrétního výrobku se jedná o dvojmo skanou přízi vyztuženou ocelovým drátkem; jednoduché příze jsou navíc vyztužené tenkým skleněným multifilamentem. Výstupy zkoušky pevnosti v tahu délkových textilií s tak rozdílným uspořádáním není možné porovnat.

5.1.7 Výsledky zkoušky pevnosti v tahu E-GFr

E-skleněné rovingy (graf na obr. 79, dílčí průměrné hodnoty F_{max} a jejich směrodatné odchylky v Tabulce 17) ztratily po prvních dvou týdnech v zásaditých roztocích významnou část F_{max} oproti počáteční hodnotě $F_0 = 829,6 \pm 116,4$ N. Pokles F_{max} je po dvou týdnech v LNa 96 % a v LK 97 %. Spojnice trendu F_{max} ve všech zásaditých roztocích klesá. Vodní skla způsobila rozklad skleněných vláken po třinácti týdnech, průběh a hodnoty F_{max} jsou totožné.



Obrázek 79: Průběh Fmax E-GFr v závislosti na době expozice

Pokles F_{max} v Ca(OH)₂ je po dvou týdnech 81 %, po 52 týdnech byl naměřený konečný úbytek F_{max} 93 % (vztaženo k počáteční hodnotě). Původně lesklé filamenty skla se v průběhu expozice v tomto roztoku zbarvily mléčně bíle. Při manipulaci související s přípravou vzorků a tahovou zkouškou zanechávaly jemný bílý poprašek.

Voda způsobila v počátku experimentu (W2) pokles F_{max} o 12 %. Spojnice trendu F_{max} pro H₂O klesá. Na konci experimentu, v padesátém druhém týdnu je pokles F_{max} 68 %. To je o 28 % víc, než u R-skleněných rovingů.

E-GFr				
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK
W0	829,6±116,42	829,6±116,42	829,6±116,42	829,6±116,42
W2	153,70±49,53	722,64±47,55	33,95±16,50	27,87±12,64
W4	155,77±55,21	668,06±160,40	59,92±25,29	50,07±22,54
W6	119,68±44,08	688,18±160,40	32,56±16,45	38,47±11,42
W13	129,81±65,63	459,42±93,21	19,48±10,90	23,74±16,49
W26	16,53±4,99	404,69±70,92		
W52	54,85±21,58	264,20±62,53		

Tabulka 17: Průměrné hodnoty Fmax [N] včetně směrodatných odchylek

5.1.8 Výsledky zkoušky pevnosti v tahu AR-GFr

V případě AR-skleněných rovingů způsobily voda a hydroxid vápenatý nárůst F_{max} oproti počáteční hodnotě $F_0 = 27,0 \pm 11,6$ N (graf na obr. 80, číselné hodnoty F_{max} uvádí Tabulka 18).



Obrázek 80: Průběh F_{max} AR-GFr v závislosti na době expozice

Hodnoty F_{max} AR-skleněných rovingů mají v závislosti na době expozice ve vodě kolísavý charakter, celkový trend je nerostoucí-neklesající. Přestože graf na obr. 80 ukazuje, že naměřená hodnota F_{max} je oproti počáteční hodnotě vyšší po celou dobu expozice, vzhledem k vysokým hodnotám směrodatné odchylky lze konstatovat, že voda nemá na F_{max} AR-skleněných rovingů zásadní vliv.

Spojnice trendu F_{max} v závislosti na době expozice v Ca(OH)₂ klesá i přes počáteční nárůst F_{max} o 26 % . Celkový pokles F_{max} je po padesáti dvou týdnech 60 % vůči počáteční hodnotě.

Vodní skla způsobují postupné snižování F_{max}, trend spojující příslušné hodnoty jednoznačně klesá. Vodní sklo draselné působí na AR-skleněné filamenty agresivněji v porovnání s působením vodního

skla sodného, i když pokles F_{max} se po dvaceti šesti týdnech pohybuje pro oba roztoky kolem 70 %. Rovingy se po dvaceti šesti týdnech ve vodních sklech sice nerozpustily, ale vlivem zásaditého prostředí došlo k poškození, které znemožnilo realizovat zkoušku pevnosti v tahu rovingů.

AR-GFr				
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK
W0	27,00±11,06	27,00±11,06	27,00±11,06	27,00±11,06
W2	34,34±8,16	38,43±5,13	18,33±6,65	13,82±4,37
W4	18,01±2,91	30,40±10,70	17,55±5,75	7,15±3,82
W6	15,51±5,37	24,03±6,10	7,54±2,61	9,26±3,70
W13	18,27±6,20	30,77±4,85	17,63±3,80	2,80±1,74
W26	16,62±4,79	38,85±6,82	9,50±5,25	8,10±2,05
W52	10,96±3,28	30,29±6,34		

Tabulka 18: Průměrné hodnoty F_{max} [N] včetně směrodatných odchylek

5.1.9 Závěry a diskuze k výsledkům zkoušky pevnosti v tahu

Pro experiment byly použity koncentráty vodních skel, protože slouží jako aktivátory (B složka) geopolymerní složky A, nasycený roztok hydroxidu vápenatého a destilovaná voda. Obvykle se pro testy používají roztoky KOH a NaOH s přesnou koncentrací. Vodní skla byla použita kvůli zpřesnění popisu reakce mezi vlákny a geopolymerní matricí. Ca(OH)₂ byl vybraný jako simulace prostředí betonové matrice, hydroxid vápenatý se pro testy používá zřídka (viz rešerše). Experiment se odlišuje od experimentů popsaných v rešerši především dobou expozice (až jeden rok) a pokojovou teplotu, při které experiment proběhl. V rešerši jsou popsané především testy zrychleného stárnutí, probíhající při významně vyšších teplotách a úměrně kratších časových expozicích s dodatečnou statistickou predikcí životnosti zkoumaných vláken.

Uhlíková vlákna reprezentovaná uhlíkovým rovingem vykázala ztrátu F_{max} po expozici 52 týdnů v roztocích vodných skel do 10 %. Lze potvrdit, že uhlíková vlákna odolávají zásaditému prostředí velmi dobře. Ke stejnému závěru dospěli [64, 70] ve svých studiích o životnosti uhlíkových vláken v zásaditém prostředí, kde použili zkoušku pevnosti v tahu, výpočet retenčního poměru pevnosti v tahu a rastrovací elektronovou mikroskopii SEM pro sledování změn na povrchu uhlíkových filamentů. Kolísání hodnot F_{max} vlivem Ca(OH)₂ nelze jednoznačně vysvětlit bez použití jiných metod, popis průběhu podobného experiment nebyl v odborné literatuře nalezen. Zásadní vliv na pevnost uhlíkového rovingu při RT mělo působení destilované vody.

Odolnost čedičových vláken vůči vodě v porovnání s odolností skleněných vláken typu R a E je významně lepší. Podle teoretických poznatků dochází ke změnám především v povrchové vrstvě vlákna, což vede u BFr k poklesu F_{max} pouze na počátku experimentu. Zdroj [65] popisuje vznik povrchové vrstvy bohaté na oxid křemičitý (tzv. high-silica-layer), která zceluje povrch vlákna a zabraňuje jeho dalšímu poškození korozním médiem. Vliv vody na čedičová vlákna byl v průběhu expozice minimální. U skleněných rovingů typů R a E byl počáteční úbytek F_{max} (období 0 – W6) významně nižší než u BFr, ale s rostoucí dobou expozice F_{max} klesala velmi významně a vlákna se rozpustila v kratším období.

Čedičová vlákna mají lepší odolnost i v zásaditém prostředí [66] oproti skleněným vláknům typu R. Skleněné rovingy R se rozpustily po čtyřech týdnech v LK i LNa. Čedičové rovingy se rozpustily po šesti týdnech v Lna, po třinácti v LK. F_{max} má v obou případech klesající trend [62, 172, 173].

Porovnáme-li životnost R a E-skleněných rovingů, E-skleněná vlákna vydržela v zásaditém prostředí LK a LNa třikrát delší dobu oproti R-skleněným vláknům [174, 175]. Skleněné rovingy E se rozpustily po třinácti týdnech působení LK i LNa; spojnice trendu F_{max} klesala v obou případech. V literárních zdrojích nebyl popsán stav, kdy došlo k úplnému rozpuštění vláken nebo vláknových útvarů v korozním médiu při podobné teplotě.

Co se týče působení Ca(OH)₂, ve jmenovaných případech má F_{max} klesající trend; vláknové rovingy BFr, R-GFr i E-GFr jsou po 54 týdnech velmi silně poškozené. [80, 172] U E-skleněných vláken došlo i ke změně zabarvení; vlákna původně bílá lesklá mají na konci experimentu matnou mléčně bílou barvu.

Vliv vody na F_{max} AR-GFr je minimální. Podle retenčního poměru F_{max} je pořadí následující: AR-GFr – 0 %; BFr-40 %; R-GFr – 40 %; E-GFr – 68 %.

Zásadité roztoky způsobují jednoznačně pokles F_{max} . Nejpomaleji působí Ca(OH)₂, agresivněji působí vodní sklo sodné, nejagresivnější je působení vodního skla draselného, což dokladují jednak hodnoty F_{max} , jednak spojnice trendu pro jednotlivá prostředí. Vláknové rovingy se ve vodních sklech LK a Lna znehodnotily po dvaceti šesti týdnech do té míry, že na konci experimentu (W52) nebylo možné provést tahovou zkoušku.



Obrázek 81: Porovnání změny F_{max} [176]

Obrázek 82: Porovnání úbytku Fmax

Při porovnání životnosti skleněných a čedičových vláken lze konstatovat, že nejdelší životnost v zásaditém prostředí reprezentovaném vodním sklem sodným a draselným mají jednoznačně rovingy z AR-skleněných vláken. Za středně odolné lze považovat rovingy z vláken čedičových a E-skleněných. Nejkratší životnost ve vodním skle prokázaly rovingy z R-skleněných vláken. V literatuře podobný experiment realizovali Coricciati a kol. v [176]. Graf na obr. 81 ukazuje výsledek experimentu, ve kterém zkoumal životnost jmenovaných vláken v 5 % roztoku NaOH při teplotě 20 °C s dobou expozice čtyři týdny. Experimentálně získaná data byla podkladem pro vytvoření grafu na obr. 82. Podmínky zkoušky byly shodné (teplota a doba expozice), lišilo se korozní médium (LNa a LK). R a E-skleněná vlákna vykazují vyšší ztrátu pevnosti ve vodním skle oproti expozici NaOH, čedičová a AR-skleněná vlákna vykazují změnu F_{max} přibližně stejnou. Lze konstatovat, že výsledky experimentu jsou ve shodě s výsledky dostupnými v odborné literatuře.

Poznámka: Z výsledků experimentu vznikly autorské publikace [177, 178]. Článek Studium degradace skleněných vláken v zásaditém prostředí pomocí zobrazovacích metod [177] byl v roce 2020 publikovaný v časopise Jemná mechanika a optika, příspěvek Study of degradation of Carbon and basalt Fibres in Alkaline Environment [178] byl součástí sborníku fultextů na konferenci EAN 2020 – 58th International Scientific Conference on Experimental Stress Analysis.

5.1.10 Výsledky měření hmotnostního úbytku, stanovení délkové hmotnosti rovingů

Rovingy ze skleněných vláken typu E a AR byly zváženy (metodika popsaná v kapitole 4.2.1) a podle vzorce pro výpočet délkové hmotnosti (36) byly stanoveny hodnoty délkové hmotnosti T [tex] v závislosti na době expozice korozním médiem.

$$T = \frac{m}{L} \left[tex; \frac{g}{km} \right] \tag{36}$$

T - délková hmotnost; m - hmotnost délkové textilie; L - délka.

Průběh změny délkové hmotnosti E-skleněného rovingu v závislosti na době expozice v zásaditých roztocích a vodě ukazuje graf na obr. 83, číselné hodnoty jsou uvedené v Tabulce 19. Počáteční hodnota $T_0 = 2323$ tex byla získaná výpočtem průměru z hmotností naměřených u deseti vzorků. Výrobcem deklarovaná délková hmotnost je 2400 tex.



Obrázek 83: Průběh délkové hmotnosti E-GFr v závislosti na době expozice ve vodě a zásaditých roztocích

E-GFr						
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK		
W0	2323±33	2323±33	2323±33	2323±33		
W2	2214±69	2382±41	1972±79	1856±54		
W4	2314±68	2352±42	1748±54	1565±41		
W6	2288±69	2387±27	1517±200	1219±89		
W13	2151±68	2267±34	980±153	411±43		
W26	2337±97	2243±39				
W52	2541±183	2297±33				

Tabulka 19: Průměrné hodnoty délkové hmotnosti [tex] včetně směrodatných odchylek

Délková hmotnost vláknových rovingů ovlivněných vodou osciluje kolem této hodnoty a lze konstatovat, že uvedené rozdíly spadají do chyby měření. Vliv $Ca(OH)_2$ na hmotnost rovingu je v počátečních fázích (0 – W13) obdobný jako u působení vody. Na konci experimentu (období W13

až W52) došlo ke zvýšení hmotnosti. Naznačuje to i mírně rostoucí trend závislosti délkové hmotnosti na době expozice. Délková hmotnost rovingů exponovaných vodním sklem sodným LNa a draselným LK klesá od počátku experimentu.

Graf na obr. 84 ukazuje průběhy délkové hmotnosti AR-skleněných rovingů v závislosti na době expozice v zásaditých roztocích a destilované vodě, Tabulka 20 prezentuje průměrné hodnoty délkové hmotnosti včetně směrodatné odchylky. Délková hmotnost deklarovaná výrobcem je 2600 tex. Počáteční délková hmotnost získaná výpočtem průměru z hmotností naměřených u deseti vzorků je $T_0 = 2636$ tex.



Obrázek 84: Průběh délkové hmotnosti AR-GFr v závislosti na době expozice ve vodě a zásaditých roztocích

Tabulka 20: Průměrné hodnoty délkové hmotnosti [tex] včetně směrodatných odchylek

AR-GFr						
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK		
W0	2636±38	2636±38	2636±38	2636±38		
W2	2610±13	3060±72	2481±13	2400±36		
W4	2270±33	2400±33	2566±34	2580±26		
W6	2832±17	2610±27	2555±26	2305±34		
W13	2366±31	2560±14	2703±18	1843±26		
W26	2236±35	2555±29	2396±27	2588±29		
W52	2292±32	2421±38				

Voda měla v počátku experimentu vliv na délkovou hmotnost AR-GFr; ta významně vzrostla. S rostoucí dobou expozice ale délková hmotnost klesala až k hodnotě 2400 tex. Rovingy byly vložené do roztoků s povrchovou úpravou – sizingem, proto se délkové hmotnosti liší. S největší pravděpodobností došlo k postupnému rozpuštění sizingu ve vodě.

Vlivem Ca(OH)₂ a vodního skla draselného LK hodnoty hmotnosti v dílčích časových obdobích střídavě rostou a klesají. Spojnice trendů délkové hmotnosti v obou případech klesají. Poškození rovingů LK znemožnilo přesné vážení zkoumaných vzorků v závěru experimentu (W52). Co se týče predikce životnosti AR-GFr v Ca(OH)₂, při teplotě 20°C se jedná o relativně krátkou dobu expozice,

která nezpůsobila zásadní poškození filamentů, což potvrzuje i hodnota F_{max} získaná ze zkoušky pevnosti v tahu.

Vliv LNa je v počátku experimentu zanedbatelný, znatelný nárůst hmotnosti byl zaznamenán po třinácti týdnech, po půl roce (W26) došlo k poklesu hmotnosti. Po roce nebylo možné délkovou hmotnost určit díky poškození filamentů. Trend závislosti délkové hmotnosti na době expozice lze v tomto případě označit jako nerostoucí-neklesající.

5.1.11 Závěry a diskuze k výsledkům měření hmotnosti a výpočtu délkové hmotnosti

Voda v případě E-skleněných rovingů nezpůsobuje významné změny hmotnosti a délkové hmotnosti. Vlivem působení Ca(OH)₂ se zvyšuje hmotnost vláknového rovingu s narůstající dobou expozice [172]. Vlivem vodních skel hmotnost i délková hmotnost jednoznačně klesají [66, 70, 93, 172, 173, 179].

V případě křivek prezentujících změny délkové hmotnosti AR-skleněných rovingů je situace komplikovanější, protože hmotnosti v období mezi W2 a W52 střídavě klesají a rostou. Vyjdeme-li z porovnání počáteční hodnoty W2 a konečné hodnoty W26/W52 bez ohledu na jednotlivé trendy, lze konstatovat následující: Délková hmotnost AR-skleněného rovingu ve vodě na počátku významně vzrostla. Příčinou je s největší pravděpodobností nabotnání sizingu na povrchu vlákna. Jeho postupné rozpouštění vede k pomalému poklesu hmotnosti, takže po cca jednom roce jsou výsledkem filamenty s délkovou hmotností odpovídající délkové hmotnosti, kterou deklaruje výrobce/prodejce [23, 77]. V případě vlivu hydroxidu vápenatého hmotnost rovingu velmi pomalu klesá. V případě LK a LNa vede expozice k významným rozdílům délkové hmotnosti oproti počáteční hodnotě především v závěrečné fázi experimentu. Trendy závislostí v prostředí LK a Ca(OH)₂) jsou klesající, v LNa je trend nerostoucí/neklesající.

5.1.12 Výsledky stanovení pevnosti v tahu vláknových rovingů

Hodnoty F_{max} naměřené při tahové zkoušce a hodnoty délkové hmotnosti byly využity pro výpočet pevnosti v tahu vláknových rovingů σ [MPa] podle rovnice (18). Pro výpočet byly vybrané skleněné rovingy typu E a AR. Vzorky byly zváženy podle postupu v kapitole 4.2.1, z naměřených hodnot byla podle (36) vypočtena délková hmotnost T [tex]. Výsledné průměrné hodnoty pevnosti v tahu byly zpracovány do grafů; lineární spojnice trendů (přerušované křivky) ukazují nárůst nebo pokles veličiny v uvedeném časovém období.



Obrázek 85: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E v destilované vodě

V grafu na obr. 85 jsou vynesené závislosti meze pevnosti v tahu vláknových rovingů v destilované vodě. Pevnost v tahu EG-Fr v destilované vodě má v závislosti na době expozice klesající trend. Trend AR-GFr se jeví jako mírně rostoucí, ale vzhledem k vyšším hodnotám směrodatné odchylky všech vypočtených hodnot je vhodnější popsat trend jako nerostoucí-neklesající.

Graf na obr. 86 ukazuje závislost pevnosti v tahu na době expozice v nasyceném roztoku hydroxidu vápenatého. Trend je v případě obou typů vláken klesající; u EG-Fr je pokles prudší než v případě AR-GFr. Filamenty E-GFr byly na konci experimentu velmi silně poškozené; velmi křehké a původně lesklé filamenty získaly matně bílou barvu.



Obrázek 86: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E v hydroxidu vápenatém



Obrázek 87: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E ve vodním skle draselném



Obrázek 88: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E ve vodním skle sodném

Grafy na obr. 87 a 88 ukazují průběhy pevnosti v tahu ve vodním skle sodném (označení LNa, chemický vzorec Na₂SiO₃) a draselném (označení LK, chemický vzorec K₂SiO₃). Průběhy grafů jsou

velmi podobné, trendy v obou případech klesají. Poškození E-GFr je větší než poškození AR-GFr, projevuje se nižšími hodnotami pevnosti v tahu v dílčích časových intervalech. Poškození E-GFr vodnými skly lze označit za shodné, naměřené hodnoty jsou totožné. V poškození AR-GFr je rozdíl, hodnoty související s působením LNa jsou vyšší než hodnoty pevnosti po působení LK. Lze říci, že LK má na AR-GFr větší devastující účinek.

5.1.13 Závěry a diskuze k výsledkům výpočtu pevnosti v tahu

Destilovaná voda způsobila mírný pokles pevnosti v tahu E-GFr (obr.85). Jeho příčinou je primárně pokles F_{max} . Hmotnost a z ní vyplývající délková hmotnost má stagnující charakter. Příčiny poklesu pevnosti v tahu mohou být dvě; snížení soudržnosti vláknového rovingu s rostoucí dobou expozice, nebo narušení skleněných vláken průnikem vody do jejich povrchové vrstvy, jak uvádí ve své práci [66]. E-skleněná vlákna jsou oproti vláknům čedičovým citlivější na působení vody. [66]

Hydroxid vápenatý způsobil pokles pevnosti v tahu E-GFr. Jeho příčinou je pokles F_{max} , protože hmotnost (délková hmotnost) má v průběhu experimentu podobné hodnoty. Nejvýznamnější rozdíl pevnosti v tahu je mezi počáteční hodnotou a hodnotou naměřenou druhý týden. Rozdíly pevnosti v tahu mezi následujícími časovými intervaly jsou velmi malé a vzhledem k překrývajícím se hodnotám směrodatných odchylek je nelze považovat za dostatečně významné. Trend pevnosti v tahu v závislosti na době expozice je klesající. [80, 172]

Pevnost v tahu, F_{max} i délková hmotnost E-GFr působením vodních skel klesají. I v těchto dvou případech je nejvýznamnější rozdíl pevnosti v tahu mezi počáteční hodnotou a hodnotou naměřenou ve druhém týdnu. Vlákna se rozpustila před ukončením experimentu, ve třináctém týdnu. [62, 64, 69, 172]

Trend pevnosti v tahu AR-GFr v závislosti na době expozice vlivem vody lze s ohledem na překrývající se hodnoty směrodatné odchylky označit za nerostoucí-neklesající.

Hydroxid vápenatý i obě vodní skla způsobily snížení pevnosti v tahu AR-GFr v závislosti na době expozice. Rozdíly mezi počáteční hodnotou pevnosti v tahu a pevností ve druhém týdnu nedosáhly takové významnosti jako u E-GFr. Trendy křivek pevností v tahu v závislosti na době expozice ve všech zásaditých prostředích jsou jednoznačně klesající.

Podobné výkyvy hodnot F_{max} , pevnosti v tahu nebo retenčního poměru pevnosti v tahu jsou popsané v [61, 62, 64, 66, 69, 176]. Jejich příčinou je vytvoření povrchové vrstvy a jejího pravděpodobného přechodu do korozní skořápky. Proces je popsaný v rešeršní části a doplněný obr. 9 a 11. Souvislost mezi průběhem tvorby korozní skořápky a změnami pevnosti v tahu jsou popsané v [62]. Citované změny vznikly díky působení NaOH a při zvýšené teplotě [62, 64, 66, 69].

Samotné měření pevnosti v tahu a hmotnosti nevypovídá o změnách, které probíhají na povrchu vláken nebo o tom, jakým způsobem se mění jejich průměr vlivem působení použitých roztoků. Vytvoření povrchové vrstvy a její přechod do korozní skořápky lze potvrdit použitím rastrovací elektronové mikroskopie a vyhodnocením pořízených snímků.

5.1.14 SEM analýza povrchu vláken

Jednou z metod, která se používá pro zjišťování důsledků vlivu různých prostředí je rastrovací elektronová mikroskopie [68, 70, 64, 176, 61, 43]. Sledování změn na povrchu vláken s doplněním EDX analýzou slouží ke zpřesnění popisu dějů probíhajících v důsledku působení korozního

prostředí. Sledovaná vlákna byla exponovaná při pokojové teplotě v prostředích (Tabulka 10) po dobu W0 – W52.

5.1.15 Výsledky sledování vlivu destilované vody a silně zásaditého prostředí na povrch uhlíkových vláken pomocí SEM

Uhlíková vlákna REF (obr. 89) jsou ošetřená povrchovou úpravou (sizingem), která je spojuje dohromady ve svazek. Jejich povrch je hladký a neporušený. Působením vody došlo v období prvních dvou týdnů k rozpuštění a vyplavení sizingu, povrch vláken byl hladký a čistý. V průběhu expozice se na povrchu filamentů objevilo jemné rýhování.



Obrázek 89: SEM; uhlíková vlákna v destilované vodě

Uhlíková vlákna ve vodním skle draselném (obr. 90) měla neporušený a celistvý povrch, po šesti týdnech se rýhování jevilo jako výraznější.



Obrázek 90: SEM; uhlíková vlákna v LK

Přes relativně krátké období sledování uhlíkových vláken v zásaditém prostředí je možné konstatovat, že povrch vláken zůstal beze změn a že uhlíková vlákna vykazují velmi dobrou rezistenci jak vůči vodě, tak vůči velmi silně zásaditému vodnímu sklu draselnému (K₂SiO₃). [50, 64, 70]

5.1.16 Výsledky sledování vlivu destilované vody a silně zásaditého prostředí na povrch čedičových vláken pomocí SEM

Povrch čedičových vláken je obvykle ošetřený povrchovou úpravou (sizingem), která je na obr. 91 (označeno REF) viditelná. V průběhu prvních šesti týdnů ve vodě (obr. 91) došlo k jejímu rozpuštění (W2 – W6). V následujícím období se zvýraznily nerovností na povrchu vláken, s největší pravděpodobností se jednalo o projevy související se vznikem povrchové vrstvy obohacené Si (tzv. high-silica-layer) [66]. Vrstva je silně obohacená křemíkem; zahlazují se trhliny a praskliny na

povrchu vlákna, zvyšuje se pevnost a chemická stabilita vlákna – tím se zvyšuje jeho životnost i mechanická odolnost v prostředí [66].



Obrázek 91: SEM; čedičová vlákna v destilované vodě

Životnost čedičových vláken ve vodním skle draselném (K₂SiO₃) byla omezená na třináct týdnů. Pak došlo k jejich rozpuštění. Snímky na obr. 92 jsou chronologicky seřazené za sebou. Ukazují nejprve hladký povrch vláken po dvou týdnech (obr. 92, W2), vznik inkrustací malých velikostí rozesetých nepravidelně po povrchu vláken po šesti týdnech (obr. 92, W6) a vznik inkrustací větších rozměrů na povrchu vláken po třinácti týdnech (obr. 92, W13).



Obrázek 92: SEM; čedičová vlákna v LK

I v případě čedičových vláken je možné potvrdit teoretické poznatky z rešerše týkající se vlivu vody a zásaditého prostředí. Účelem popsaného experimentu bylo alespoň orientačně určit reálnou životnost čedičových vláken v zásaditém prostředí při RT a identifikovat projevy, které jsou pro reakci čediče v zásaditém prostředí typické. [62, 70, 172, 173] Pro sledování růstu inkrustací a vývoje korozní skořápky by bylo vhodnější sledovat reakci čediče a zásaditého prostředí v kratších časových intervalech, proces je ale nutné katalyzovat zvýšenou teplotou.

5.1.17 Výsledky sledování vlivu destilované vody na povrch skleněných vláken pomocí SEM

E-skleněná vlákna nemají v zásaditém prostředí dlouhou životnost. Příčinou je složení E-skleněných vláken, především přítomnost B a Ca. Obrázek 93 ukazuje povrch neošetřených E-skleněných vláken, vzorek je označený jako referenční. Naopak velmi dobrou odolnost v zásaditém prostředí vykazují AR-skleněná vlákna, referenční vzorek povrchu AR-skleněných vláken ukazuje obr. 94. Skleněná vlákna ošetřená destilovanou vodou ukazují obrázky 95 a 96.



Obrázek 93: SEM; E-skleněné vlákno – referenční vzorek Obrázek 94: SEM; AR-skleněné vlákno – referenční vzorek



Obrázek 95: SEM; E-skleněná vlákna v destilované vodě



Obrázek 96: SEM; AR-skleněná vlákna v destilované vodě

Působení vody na povrch E-skleněných vláken způsobilo ve stupních šedi viditelné změny, obr. 95. Příčinou je pravděpodobně s rostoucí dobou expozice vznik povrchové vrstvy a vyluhování prvků Si, Ca, Mg, AL a B do ní [175].

Co se týče vlivu destilované vody na AR-skleněná vlákna, jednotlivé snímky seřazené na obr. 96 ukazují na postupné rozpuštění ochranné vrstvy vláken – sizingu. Jeho množství na povrchu vláken od W2 do W52 postupně klesalo, na konci experimentu byl povrch vláken hladký a téměř čistý, s náhodně rozmístěnými zbytky sizingu.

5.1.18 Výsledky sledování vlivu vodního skla draselného (K₂SiO₃) na povrch skleněných vláken pomocí SEM

Obrázek 97 ukazuje změny na povrchu E-skleněných vláken ošetřených vodním sklem draselným při pokojové teplotě. Povrch vláken byl hladký a čistý, na povrchu se v období mezi druhým a šestým týdnem objevily náznaky vzniku povrchové vrstvy – lokální barevné změny ve stupních šedi (obr. 97, W2 – W6). Výraznější změny ve formě drobných, nepravidelně rozmístěných inkrustací malých rozměrů na povrchu vláken se objevily ve třináctém týdnu (obr. 97, W13). Sloučení inkrustací do korozní skořápky nebylo identifikováno. Po třináctém týdnu došlo k rozpuštění vláken v roztoku.



Obrázek 97: SEM; E-skleněná vlákna v LK



Obrázek 98: SEM; AR-skleněná vlákna v LK

Antikorozní skleněná vlákna, jak ukazuje obr. 98, měla hladký a čistý povrch mezi šestým a padesátým druhým týdnem. Povrch vláken nevykazoval změny – trhliny, shluky, inkrustace (obr. 98, W6 – W52). Na počátku experimentu mezi druhým a čtvrtým týdnem byly na povrchu vláken identifikovány s největší pravděpodobností zbytky sizingu zreagovaného s K_2SiO_3 (obr. 98, W2 – W4).

AR-skleněná vlákna exponovaná 140 týdnů vodním sklem draselným při teplotě 20 °C byla jako vzorek připravena pro SEM analýzu. Výsledek ukazuje obr. 99 – vlákna jsou hladká a čistá, bez náznaku inkrustací, trhlin nebo jiných změn.



Obrázek 99: SEM; AR-skleněná vlákna po 140 týdnech v LK

5.1.19 Výsledky sledování vlivu vodního skla sodného (Na2SiO3) na povrch skleněných vláken pomocí SEM

V případě působení koncentrovaného vodního skla sodného (obr. 100) na E-skleněná vlákna byl jejich povrch do čtvrtého týdne hladký a čistý, bez nálezů. Po šesti týdnech (obr. 100, W6) se vytvořil jemně krupicový povrch – náznaky prvních inkrustací, které se v dalších týdnech zvětšily a v období po třináctém týdnu byly zřetelně viditelné (obr. 100, W13 – W26). Přítomnost korozní skořápky nebyla identifikována. Po dvacátém šestém týdnu došlo k rozpuštění vláken v roztoku. µm



Obrázek 100: SEM; E-skleněná vlákna v LNa

U AR-skleněných vláken je výsledek obdobný, jako v případě vlivu vodního skla draselného; na povrchu vláken jsou vidět menší nebo větší zbytky zreagovaného sizingu (obr. 101, W2 – W52). Povrch samotných vláken je hladký a čistý. Neobjevily se defekty ani inkrustace.



Obrázek 101: SEM; AR-skleněná vlákna v LNa

Povrch AR-skleněných vláken exponovaných 140 týdnů vodním sklem sodným při RT ukazuje obr. 102 – vlákna jsou hladká a čistá, bez náznaku inkrustací, defektů nebo jiných změn s minimálními zbytky sizingu.



Obrázek 102: SEM; AR-skleněná vlákna po 140 týdnech v LNa

5.1.20 Výsledky sledování vlivu hydroxidu vápenatého Ca(OH)2 na povrch skleněných vláken pomocí SEM

Obrázek 103 ukazuje průběh změn na povrchu E-skleněného vlákna, které vznikly působením Ca(OH)₂ při RT. Po dvou týdnech působení roztoku se na hladkém, trhlinami neporušeném povrchu vláken vytvořily první lokálně rozmístěné inkrustace. Jedná se o reakční produkty vzniklé působením Ca(OH)₂ na chemické složky skleněného vlákna. Od počátku experimentu (prvních šest týdnů) rostla jednak velikost inkrustací a jednak četnost výskytu (obr. 103, W4 – W6). Po třech měsících (W13) bylo vlákno obalené vrstvou sloučených inkrustací – korozní vrstvou/skořápkou (obr. 103, W13). Vrstva v průběhu následujícího období zbytněla (obr. 107, W26) a nakonec popraskala (obr. 103, W52). Popraskaná skořápka se podle [61, 62] od vlákna odlučuje, korozní proces začíná znovu

s vláknem, kterého povrch je hladký a čistý a kterého průměr je menší než průměr původní. [61, 62, 172]



Obrázek 103: SEM; E-skleněná vlákna v hydroxidu vápenatém

Podobná situace nastala i v případě vlivu Ca(OH)₂ na R-skleněná vlákna. Vlákna mají vyšší obsah křemíku oproti AR a E-skleněným vláknům, vysoký obsah Mg a Ca a i přes velmi nízký obsah B je jejich životnost v zásaditém prostředí velmi krátká (LK a LNa, kapitola 5.1.6). Jejich chování v hydroxidu vápenatém dokumentuje obr. 104. Povrch referenčního vzorku byl čistý a hladký, bez trhlin (obr. 103, REF). Mezi druhým a třináctým týdnem se objevily první náznaky lokálních inkrustací, které se postupně zvětšovaly, jejich výskyt na povrchu vláken byl v tomto období sporadický (obr. 103, W2 – W13). Po dvaceti šesti týdnech se na povrchu vláken vytvořila souvislá vrstva z vápenatých sloučenin a místy i praskliny (obr. 103, W26). V dalším období se tloušťka vrstvy zvýšila (obr. 103, W52), její popraskání vedlo k odloučení zbytků skořápky od jádra vlákna, jako v případě E-skleněných vláken. [61, 62, 172]



Obrázek 104: SEM; R-skleněná vlákna v hydroxidu vápenatém

Odlišná situace je u AR-skleněných vláken, u kterých výrobce deklaruje odolnost vůči zásaditému prostředí. Vlákna jsou ošetřená zásadě odolným sizingem, který slepuje určitý počet filamentů do jednoho délkového útvaru. Působící prostředí tak musí v prvním kroku rozpustit sizing, aby mohlo

dojít k napadení samotných vláken. Při laboratorní teplotě je tento proces poměrně dlouhý, jak ukazuje obr. 104. V počátku experimentu, mezi druhým a třináctým týdnem, byly na snímcích povrchu vláken viditelné ubývající pozůstatky sizingu (obr. 104, W2 – W13). V následujícím období už bylo vlákno z části holé a došlo ke spuštění reakce mezi chemickými složkami vlákna a Ca(OH)₂; na povrchu vlákna se vytvořily první drobné inkrustace, které měly tendenci slučovat se do souvislého povlaku, obr. 104, W26 – W52). Poškození AR-skleněného vlákna odpovídá poškození, které popsala Kopeczkó ve zdroji [51] a Helebrant ve zdroji [78].



Obrázek 105: SEM; AR-skleněná vlákna v hydroxidu vápenatém

Povrch AR-skleněných vláken exponovaných 140 týdnů hydroxidem vápenatým při RT ukazuje obr. 105 – povrch některých vláken je pokrytý souvislou vrstvou korozních produktů. K vytvoření skořápky je při této teplotě potřeba významně delší doba expozice než u E nebo R-skleněných vláken. Podstata procesu je shodná.

Poznámka: Výsledek experimentu byl publikován v autorském příspěvku [181] Influence of basic environmentof geopolymer composites on degradation rates of E and AR type glass fibers v časopise Manufacturing Technology v roce 2021.



Obrázek 106: SEM; AR-skleněná vlákna po 140 týdnech v Ca(OH)2

Poznámka: Snímky povrchu vláken z keramické ucpávky ošetřené Ca(OH)₂ a LK v období 2-13 týdny jsou obsahem Přílohy 2.

5.1.21 Závěr a diskuze k výsledkům SEM analýzy povrchu vláken

Chemická odolnost uhlíkových vláken v zásaditém prostředí při RT se potvrdila jednak díky SEM analýze povrchu (obr. 89, 90), jednak díky zkoušce pevnosti v tahu vláknových rovingů. K dispozici jsou pouze výsledky F_{max} , ale jak ukazují výsledky v grafu na obr. 77, ztráta F_{max} vlivem prostředí a doby expozice je minimální. Příčinou mírného poklesu bylo s největší pravděpodobností rozvolnění rovingu jako délkového útvaru v důsledku ošetření kapalinou – rozpuštění ochranného sizingu. [50, 64, 70]

Průběh koroze čedičových a E-skleněných vláken v sodném i draselném roztoku odpovídá poznatkům získaným ze studií a článků citovaných v rešerši [43, 47, 64, 70, 145, 172]. V popisovaných případech byl jako korozní médium použitý hydroxid sodný NaOH a doba expozice byla významně zkrácená díky použití vyšší teploty při experimentech. Výsledek experimentu je s teoretickými výsledky částečně srovnatelný: v raných fázích se na povrchu vlákna tvoří povrchová vrstva a na ní náhodně rozmístěné a lokálně ohraničené drobné šupinky, hrudky a jiné útvary – souhrnně inkrustace; korozní produkty vzniklé reakcí mezi prostředím a chemickými složkami vlákna. Jejich sloučením vzniká korozní skořápka, která po dosažení určité tloušťky praská a odlučuje se. V důsledku tohoto jevu klesá průměr vlákna (teoretická část, obr. 7 a 9; [61, 62]). V pozdějších fázích experimentu nebylo prokázáno, že se lokální inkrustace slučují do celistvého povlaku – korozní skořápky, došlo k rozpuštění vláken.

V koncentrátu vodního skla draselného proběhla reakce ve shodě s výsledky uvedenými ve zdrojích [61, 78]. AR-skleněné vlákno reagovalo s K_2SiO_3 v období 0 – W52 bez viditelných projevů ve formě prasklin, inkrustací nebo jiných změn (obr. 98). Po 140 týdnech se na povrchu vláken objevily drobné, nepravidelně rozložené inkrustace, obr. 99. Pevnost v tahu rovingu má klesající trend, stejně tak délková hmotnost, což potvrdily i výsledky SEM analýzy. K_2SiO_3 (LK) působí na AR-skleněná vlákna agresivněji než Na₂SiO₃ (LNa).

Reakce mezi AR-skleněným vláknem a Na₂SiO₃ probíhala shodně a v souladu s poznatky ze zdroje [61]. V období 0 - W52 se rozpustil ochranný povlak vláken (obr. 101), vlákna byla bez viditelných poškození ve formě prasklin, inkrustací nebo jiných změn. Pevnost v tahu rovingu vlivem Na₂SiO₃ měla klesající trend, délková hmotnost trend nerostoucí/neklesající. Působení Na₂SiO₃ na ARskleněná vlákna nebyl tak agresivní, jako v případě K₂SiO₃; 140 týdnů se rozpouštěl ochranný sizing z povrchu vláken, obr. 102. Pro vytvoření korozních produktů je při pokojové teplotě potřeba delší doba expozice.

Průběh koroze skleněných vláken v hydroxidu vápenatém zdokumentovaný na obr. 103-106 ukázal postupný vznik vápenatých sloučenin reakcí hydroxidu vápenatého s chemickými složkami vláken. Vápenaté sloučeniny se nejprve jako drobné lokální útvary usadily na povrchu vlákna, později se zvětšily a sloučily, až pokryly celý povrch vlákna. Vápenaté sloučeniny v případě E-GF způsobují změnu zbarvení filamentů na matně mléčnou bílou, způsobily, že vlákna jsou velmi křehká a práší se z nich (jde o z povrchu vlákna odloučené nerozpustné vápenaté korozní produkty). Současně s nárůstem inkrustací na povrchu vláken postupně klesala F_{max} R-GFr a E-GFr (grafy na obr. 78 a 79) a pevnost E-skleněných vláken (graf na obr. 93). Délková hmotnost vykazuje rostoucí trend, a to díky právě růstu vápenatých sloučenin a postupnému zvyšování jejich množství. Reakce mezi prostředím a E nebo R-skleněnými vlákny je ukázkovým příkladem teorie o tvorbě korozní skořápky (obr. 103 a 104), [61, 62].

Antikorozní skleněná vlákna reagovala s hydroxidem vápenatým $Ca(OH)_2$ obdobně, jako popisuje zdroj [51, 78]; po rozpuštění ochranného sizingu (délka experimentu 0 – W26, obr. 105) se na povrchu vláken vytvořily vápenaté inkrustace, v tomto případě pouze lokálně (obr. 105, W52), protože experiment proběhl při laboratorní teplotě. Trend pevnosti i délkové hmotnosti byl velmi mírně klesající, koroze díky nízké teplotě probíhala velmi pomalu. Po 140 týdnech byl povrch vláken pokrytý korozními produkty (obr. 106). Popsané změny jsou důsledkem velmi dlouhé doby expozice, velikost a četnost inkrustací je srovnatelná s ranými fázemi vlivu $Ca(OH)_2$ na E (W2) nebo R-skleněná vlákna (W13).

5.1.22 Výsledky EDX analýzy povrchu skleněných vláken

Souběžně se SEM analýzou obrazu byla provedena EDX analýza chemického zastoupení prvků. Tabulky 21 a 22 slouží pro porovnání mezi stavem na počátku experimentu (REF) a na konci experimentu po 52 týdnech v použitých roztocích. V Tabulce 21 jsou "*" označené zkrácené doby expozice ve vodních sklech, došlo k rozpuštění vláken.

Tabulka 21 ukazuje, že hmotnostní podíly nejdůležitějších prvků tvořících E-skleněné vlákno klesl, došlo k vyplavení křemíku, hliníku, sodíku a hořčíku podle zdroje [62]. U prvku vápníku došlo k poklesu hmotnostního podílu vlivem vodních skel a vody, v případě Ca(OH)₂ se podíl vápníku na povrchu vlákna naopak navýšil: příčinami jsou vznik a hromadění vápenatých inkrustací vzniklých reakcí s hydroxidem [51].

E-GF_W52						
Wt [%]	REF	H_2O^*	Ca(OH) ₂ *	LK**	LNa***	
Si	29,6	22,0	13,4	26,8	18,3	
0	43,4	44,1	42,5	44,1	38,0	
С	-	14,3	8,5	3,1	23,4	
Ca	17,3	12,8	32,9	16,7	13,9	
Al	7,3	6,4	2,2	7,5	4,8	
K	-	-	-	0,8	0,6	
Mg	2,0	0,5	0,3	0,4	-	
Na	0,6	-	-	-	-	

Tabulka 21: EDX analýza povrchu E – skleněných vláken

*W52; ** W13; *** W26

Tabulka 22: EDX analýza povrchu AR – skleněných vláken

AR-GF_W52							
Wt [%]	REF	H ₂ O	Ca(OH) ₂	LK	LNa		
Si	21,5	19,1	20,7	25,1	22,3		
0	39,4	39,6	37,9	40,9	34,6		
С	19,1	24,1	19,1	9,8	18,8		
Zr	9,0	7,9	9,0	11,0	8,5		
Na	8,2	6,7	7,2	9,2	10,2		
Ca	2,8	2,8	5,7	4,0	5,4		

Tabulka 22 ukazuje hmotnostní podíly prvků tvořících AR-skleněná vlákna. EDX analýza naznačuje, že vlivem vody a Ca(OH)₂ klesl hmotnostní podíl křemíku a sodíku, u ostatních prvků lze říci, že

nedošlo k významným změnám hmotnostního podílu. Stejně jako v případě reakce E-GF s Ca(OH)₂, i AR-GF reagovala v Ca(OH)₂ zvýšením hmotnostního podílu Ca na povrchu vláken, příčina je shodná, vznik vápenatých sloučenin [51]. Vlivem LK vzrostl na povrchu AR-skleněného vlákna podíl křemíku, zirkonu, sodíku a vápníku, jde o postupné vytvoření povrchové vrstvy se zvýšeným obsahem jmenovaných prvků [78]. Vlivem LNa se zvýšil hmotnostní podíl křemíku, sodíku a vápníku, opět se jedná o vytvoření povrchové vrstvy s typicky vyšším obsahem jmenovaných prvků podle [78]. Pouze hmotnostní podíl zirkonu vykazuje pokles. Jak vyplývá z porovnání hodnot, reakce probíhá oproti expozici v LK pomaleji.

5.2 Metodika stanovení změny průměru vláken metodou analýzy obrazu

5.2.1 Popis řešené problematiky

Mezi obvykle používané metody hodnocení životnosti vláken v agresivním prostředí patří především stanovení úbytku hmotnosti, stanovení změny pevnosti, SEM a EDX analýzy. Prakticky žádná z metod nevyužívá cíleně sledování změny průměru vláken. Protože je změna průměru vlákna pro hodnocení životnosti vláken v zásaditém prostředí typická [61, 62], byla navržena **Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou.** Metodika využívá výstupy z rastrovací elektronové mikroskopie k analýze obrazu. Metoda je určená pro měření průměru vláken, měření tloušťky korozní skořápky a drsnosti povrchu vlákna. Kapitola 5.2.2 obsahuje stručný popis části metodiky týkající se měření průměru vláken/filamentů.

5.2.2 Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou

Metodika pro měření průměru vláken se skládá ze tří základních kroků, Obr. 107 a 108 dokumentují postup úpravy a výsledky analýzy obrazu.

1) Prvním krokem je korekce originálního obrazu (obr. 107a) a jeho intenzity. Ze snímku jsou odstraněny vady – prach nebo škrábance. Jsou využity funkce adaptivního vyrovnání histogramu a zvýšení kontrastu obrazu (obr. 107b).

2) Obraz se převede do binární formy použitím funkce prahování (Otsu-algoritmus je založen na lokálně adaptivním prahování (vyrovnání, obr. 107c). Průměr vlákna se získává transformací vzdálenosti každého bodu v detekovaném objektu v binárním obraze. Maximální hodnota transformace Euklidovské vzdálenosti odpovídá průměru vlákna stanovenému v každém bodě podél délky vlákna (obr. 107d).





Obrázek 107: Metodika měření průměru vláken; (a) Originální obrázek získaný ze SEM mikroskopie, (b) Obraz předzpracovaný metodami podle bodu (1), (c) Obraz převedený do binární formy, (d) Obraz Euklidovské transformační matice (znázorněno ve stupních šedi), Hranice vláken jsou vytaženy černou linkou; středy vláken, kde probíhá hodnocení průměru vláken (podle Euklidovské vzdálenosti) jsou znázorněny černou linkou uvnitř vláken

3) Naměřené hodnoty jsou statisticky zpracovány a nejčastěji vyjádřeny v procentech ve vztahu k referenční hodnotě průměru v nulovém čase, která odpovídá hodnotě 100 % (REF). Výsledky vyhodnoceného průměru vláken je výhodné vyjádřit pomocí krabicových grafů (box-plotů), protože znázorňují všechna naměřená data. Grafy ukazují průměrné hodnoty, hodnoty odchylek a odlehlá data, která je díky tomu možné vyloučit z dalšího hodnocení, obr. 108.



Obrázek 108: Box-plot grafy výsledků vyhodnoceného průměru podle postupů analýzy obrazu AR-skleněných vláken (a, b) a E-skleněných vláken (c, d)

5.2.3 Výsledky stanovení změny průměru vláken metodou analýzy obrazu

Metoda analýzy obrazu byla aplikovaná na fotografie ze SEM vzorků AR a E-skleněných vláken exponovaných v zásaditých roztocích Ca(OH)₂, K₂SiO₃, Na₂SiO₃ a v destilované vodě v dílčích časových intervalech (0, 2, 4, 6, 13, 26, 52 týdnů). Celkem bylo provedeno 20 měření pro každou kombinaci vlákno-doba expozice-prostředí, Z naměřených hodnot průměrů vláken byla po vyloučení odlehlých hodnot pomocí box-plotů vypočtena průměrná hodnota a směrodatná odchylka. Hodnoty byly použity k vytvoření grafů, které ukazují změny průměru vláken v závislosti na době expozice a jednotlivých prostředích.

Graf na obr. 109 ukazuje hodnoty průměru E-skleněných vláken změněné v průběhu experimentu vlivem zásaditého prostředí a vody v závislosti na době expozice, číselné hodnoty jsou uvedené v Tabulce 23:



Obrázek 109: Analýza obrazu; změny průměru E-skleněných vláken vlivem prostředí

E-GF						
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK		
W0	15,18±0,17	$15,18\pm0,17$	$15,18\pm0,17$	15,18±0,17		
W2	15,92±0,29	$18,\!68{\pm}0,\!45$	13,41±0,11	13,49±0,11		
W4	16,59±0,55	$16,98{\pm}0,07$	17,41±0,03	11,44±0,05		
W6	16,80±0,38	16,03±0,76	15,29±0,07	10,74±0,56		
W13	19,08±0,33	15,63±0,13	9,62±0,72	7,79±0,94		
W26	21,26±1,11	18,49±0,11	6,28±0,90	-		
W52	21,08±1,88	20,06±0,57	-	-		

Tabulka 23: Průměrné hodnoty průměru vláken [mm] včetně směrodatných odchylek

- V destilované vodě došlo k prudkému nárůstu průměru v období do dvou týdnů 0 W2, do třináctého týdne (W13) průměr vláken klesal (k referenční hodnotě 15,18 μm). V dalším období (od W13 do W52) průměr vláken znovu rostl. Trend průměru vláken v H₂O při laboratorní teplotě je díky tvorbě povrchové vrstvy mírně rostoucí.
- V Ca(OH)₂ rostl průměr skleněných vláken od počátku do konce experimentu (0 W52).
 Nárůst průměru vláken je 39 %. Spojnice trendu je rostoucí, Příčinou nárůstu průměru vláken

jsou s největší pravděpodobností chemické reakce, které proběhly v povrchové vrstvě vlákna.

- V LK klesal průměr vláken s prodlužující se dobou expozice. Spojnice trendu má klesající charakter. Vlákna se po W26 rozpustila.
- V LNa průměr vláken v prvních šesti týdnech rostl. V období mezi šestým a dvacátým šestým týdnem průměr vláken prudce klesal až k úplnému rozpuštění po W26.

Graf na obr. 110 ukazuje průběhy průměrů AR-skleněných vláken v roztocích v závislosti na době expozice s následujícím výsledkem, číselné hodnoty včetně směrodatných odchylek obsahuje Tabulka 24:



Obrázek 110: Analýza obrazu; změny průměru AR-skleněných vláken vlivem prostředí

- Hodnoty průměrů AR-skleněných vláken ve vodě v dílčích časových intervalech střídavě rostou a klesají, hodnoty směrodatných odchylek se překrývají. Spojnice trendu má nerostoucí-neklesající charakter, Voda nemá na průměr vláken v průběhu experimentu zásadní vliv.
- Hodnoty průměrů vláken v Ca(OH)₂ také střídavě rostou a klesají. V tomto případě má spojnice trendu velmi mírně rostoucí charakter. Příčina růstu průměru vláken je shodná jako v případě E-skleněných vláken, nárůst je ale významně pomalejší.
- Hodnoty průměrů vláken v LK a LNa také střídavě rostou a klesají. Spojnice trendu má v obou případech klesající charakter. Prudší úbytek průměru vláken vykazuje vliv LK oproti vlivu LNa, což potvrzují i porovnání pevnosti, délkové hmotnosti a výsledky SEM mikroskopie.

AR-GF				
	Ca(OH) ₂	H ₂ O	LNa	LK
W0	11,62±0,84	11,62±0,84	11,62±0,84	$11,62\pm0,84$
W2	12,55±0,68	13,77±0,36	13,49±0,58	12,45±0,47
W4	13,61±0,87	$12,86\pm1,88$	14,39±0,62	15,66±1,64
W6	12,95±0.36	13,90±0,49	11,86±0,70	14,23±0,31
W13	13,99±0,65	12,11±0,93	13,00±1,28	14,17±0,83
W26	11,94±0,31	15,16±1,55	13,70±0,03	11,95±0,03
W52	15,60±0,29	12,67±0,25	12,31±0,29	14,02±0,02

Tabulka 24: Průměrné hodnoty průměru vláken [mm] včetně směrodatných odchylek

5.2.4 Stanovení chemické rezistence

Modelování a predikce chování vláknových výztuží v alkalickém prostředí jsou založeny na změně mechanických vlastností vláken [64] nebo na měření úbytku hmotnosti [93]. Změna hmotnosti je významným parametrem určujícím relativní rychlost degradace K_p; výpočet se provádí podle rovnice (13), Kovačič a kol, metodu použili v [43, 93] pro sledování vlivu kyselého a zásaditého prostředí na čedičové vlákno. Do stejného vzorce byly použity hodnoty průměru vlákna a byla stanovena relativní rychlost degradace K_p v závislosti na změně průměru. Vypočtené hodnoty byly použity pro sestavení grafů pro porovnání obou parametrů; graf na obr. 111 ukazuje průběh relativní rychlosti degradace v závislosti na změně průměru vlákna.



Obrázek 111: Relativní rychlost degradace K_p vypočtená z hmotnostního úbytku AR-skleněných rovingů



Obrázek 112: Relativní rychlost degradace K_p vypočtená ze změny průměru AR-skleněných vláken

Jak ukazují oba grafy, k největší změně hmotnosti/průměru došlo v raných fázích experimentu (do 2000 hod = třinácti týdnů). V následujícím období se vlivem dlouhodobého působení korozních médií jak průměr, tak hmotnost přibližují k nule.

5.2.5 Statistická analýza výsledků

Statistická analýza naměřených výsledků byla provedena pomocí programu Statistica verze 12 (StatSoft, Inc, 2013, STATISTICA, data analysis software system, version 12, www.statsoft.com). Naměřené hodnoty (hmotnost a průměr vláken) byly zpracovány do krabicových grafů (tzv. Boxplotů, obr. 108), aby bylo možné porovnat četnostní distribuce souborů dat a identifikovat odlehlé hodnoty. Data ve sloupcových grafech byla uvedena jako průměr \pm standardní odchylka s vyloučením odlehlých dat.

Z naměřených hodnot hmotnosti a průměrů elementárních vláken byly vytvořeny trojrozměrné grafy – tzv. 3D-wafer grafy obr. 113 a 114, které ukazují změny obou sledovaných veličin současně v závislosti na čase.

Destilovaná voda (obr. 113a) i Ca(OH)₂ (obr. 113b) způsobily především růst průměru E-skleněných vláken. Nárůst hodnot je výraznější především v druhé polovině doby expozice, což je způsobeno nižší rezistencí vláken jak vůči vodě, tak vůči zásaditému prostředí. Hmotnost vláken se ve vodě po uplynutí doby expozice (kdy hodnoty střídavě rostly a klesaly) přiblížila k referenční hodnotě. V Ca(OH)₂ měla hmotnost vláken vzestupnou tendenci.



Obrázek 113: Trojrozměrné grafy znázorňující závislost hmotností a průměrů vláken v čase, a) E-GF v H₂O; b) E-GF v Ca(OH)₂; c) E-GF v LK; d) E-GF v LNa

Vodní sklo draselné (LK) i sodné (LNa) způsobilo pokles hmotnosti i průměru E-skleněných vláken (Obr. 113c, d). Hmotnost i průměr vláken mají jednoznačně klesající tendenci; průměr vlákna klesá úměrně s klesající hmotností. Životnost vlákna byla omezená na 13 týdnů, podle vzhledu obou grafů byl průběh sledovaných veličin téměř shodný. E-skleněná vlákna reagují velmi citlivě na zásadité prostředí a jejich životnost je velmi krátká. Hmotnost AR-skleněných vláken v destilované vodě

nejprve rostla, v polovině doby expozice došlo k obratu a následoval pozvolný pokles hmotnosti. Průměr po počátečním prudkém nárůstu klesal, obr. 114a.

U AR-skleněných vláken je odolnost vůči zásaditému prostředí podpořena především přítomností prvku Zirkonu a velmi nízkým obsahem Bóru [72, 75]. Expozice v Ca(OH)₂ (Obr. 114b) způsobila růst průměru vláken na svém konci, hmotnost měla klesající tendenci. Změny průměru vláken i hmotnosti jsou v porovnání s přírůstky E-GF významně nižší a probíhají významně delší dobu.

V případě vlivu LK a LNa je vyhodnocení komplikovanější než v případě E-skleněných vláken. Průměry a hmotnosti v průběhu doby expozice střídavě rostou a klesají. Hmotnost AR-skleněných vláken v LK velmi mírně klesla, průměr vláken měl také klesající tendenci (obr. 114c). V případě expozice v LNa ukazuje graf na obr. 114d, že hmotnost měla klesající tendenci a průměr rostl.



Obrázek 114: Trojrozměrné grafy znázorňující závislost hmotností a průměrů vláken v čase, a) AR-GF v H₂O; b) AR-GF v Ca(OH)₂; c) AR-GF v LK; d) AR-GF v LNa

Za účelem analýzy významnosti dat byl zvolen Studentův t-test (tj, test rozdílů mezi skupinami); data byla považována za významná, pokud p-hodnota byla menší než 0,05. Bodové grafy (průměr vlákna vs. hmotnost) byly vykresleny spolu s regresními pásy na hladině spolehlivosti 0,95 a byly vypočteny regresní rovnice pro lineární a kvadratické závislosti.

Grafy na obr. 115 a 116 ukazují závislostí mezi hmotnostmi a průměry vláken. Naměřená data jsou vynesena jako černé tečky a interpolované vztahy jsou zobrazeny jako modré (lineární) nebo červené (kvadratické) linky. Regresní pásy jsou znázorněny jako přerušované čáry ve stejné barvě (na hladině spolehlivosti 0,95). Regresní rovnice jsou uvedeny v každém grafu.



Obrázek 115: Statistická analýza závislostí mezi hmotnostmi a průměry vláken, a) E-GF v H₂O; b) E-GF v Ca(OH)₂; c) E-GF v LK; d) E-GF v LNa

Graf pro E-skleněná vlákna v H₂O (obr. 115a), Ca(OH)₂ (obr. 115b) i LNa (obr. 115d) ukázal, že lineární a kvadratický trend lze použít k predikci vztahu mezi hmotností a průměrem vlákna, ačkoli statistická významnost dat nebyla signifikantní (užší interval spolehlivosti). Vlákna v LK (Obr. 115c) vykazovala silně lineární vztah mezi průměrem vlákna a hmotností (průměr vlákna klesal lineárně s klesající hmotností).

V případě AR-skleněných vláken lze konstatovat (potvrzují to grafy a-d, obr. 116), že lineární trend velmi vhodně odpovídá vztahu mezi hmotností a průměrem vlákna s dobrou statistickou významností (indikováno úzkým intervalem spolehlivosti) pro všechna sledovaná prostředí.





Obrázek 116: Statistická analýza závislostí mezi hmotnostmi a průměry vláken, a) AR-GF v H2O; b) AR-GF v Ca(OH)2; c) AR-GF v LK; d) AR-GF v LNa

5.2.6 Závěr ke statistickému vyhodnocení Metodiky hodnocení vláken obrazovou analýzou

Cílem této části práce bylo popsat interakci mezi vlákny a zásaditým prostředím. V návaznosti na experiment, při kterém byla sledovaná životnost celé řady vláken (uhlíková, čedičová a především skleněná) při teplotě 20 °C v silně zásaditém prostředí vznikl návrh metodiky, která jako základ využila skenovací elektronovou mikroskopii. Cílem kapitol 5.2.2 a 5.2.5 bylo nalézt a popsat identifikované trendy a závislosti mezi sledovanými veličinami (hmotnost a průměr vláken) a potvrdit jejich význam pomocí statistické analýzy. Uvedené výsledky jsou velmi zajímavé:

 navrhovaná metoda analýzy obrazu ze SEM s názvem Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou dodává velmi kvalitní, ale neúplnou informaci o interakci vláken v zásaditém prostředí. I přes veškerou snahu je sledování nutné doplnit jinou metodou, která využívá principiálně odlišný postup, například sledování úbytku hmotnosti;

2) výsledky ukazují významnou korelaci mezi navrhovanou **Metodikou hodnocení vláken obrazovou analýzou** a běžně používanými metodami (změna hmotnosti, pevnost v tahu).

Poznámka: Navržená metodika využití analýzy obrazu a její ověření bylo publikováno v autorském příspěvku [182] s názvem Validation of an Image Analysis Method for Evaluating the Chemical Resistance of Glass Fibers to Alkaline Environments vyšel v roce 2021 v časopise Materials.

5.3 Závěr – komentář k Metodice hodnocení vláken obrazovou analýzou

První část práce byla věnovaná zkoumání vlivu dlouhodobé expozice zásaditého prostředí (nasycený roztok hydroxidu vápenatého, koncentráty vodních skel) na různé druhy vláken při RT. Ve formě rovingů byla exponovaná vlákna uhlíková, čedičová, AR, E a R-skleněná. Pro rovingy byla provedena zkouška pevnosti v tahu. Pro podrobnější zkoumání byla z portfolia zkoumaných vláken vybraná AR a E-skleněná vlákna. Provedené experimenty potvrdily následující poznatky:

Uhlíková vlákna odolávají zásaditému prostředí velmi dobře. Jak ukázala zkouška pevnosti v tahu doplněná SEM analýzou povrchu vláken, změny posuzované na základě porovnání maximální deformační síly a povrchu vláken před a po expozici agresivním prostředím byly minimální.

Odolnost čedičových vláken je poměrně podrobně popsaná ve zdrojích uvedených v literární rešerši.

Pro vlákna čedičová a R a E-skleněná platí obecně následující poznatky uvedené v rešerši, pro porovnání jsou uvedeny i výsledky pravděpodobně nejčerstvější publikované studie [172]: hmotnost vláken klesá, klesá jejich pevnost v tahu, mění se složení vláken na povrchu (dochází k vyluhování Si a celé řady dalších prvků z povrchové vrstvy vlákna, obr. 117). [172]



Obrázek 117: Rozložení prvků v průřezu čedičového vlákna A-referenční vzorek; B-NaOH; C-KOH; D-Ca(OH)2; [172]

Platný je i model uvedený v [55, 59, 66, 70, 172, 173] pro expozici čedičových a skleněných vláken v NaOH/KOH: při kontaktu vlákna s korozním prostředím se vytváří tzv. povrchová vrstva, která chrání jádro vlákna (na obr. 118, B2, B3, C2, C3).



Obrázek 118: Vliv teploty/koncentrace /doby expozice na povrch čedičového vlákna uvedených prostředích; A – referenční vzorek, B1, C1-0/25/5; B2, C2-60/100/1; B3, C3-60/25/10; D1-60/1; D2-0/5; D3-60/10 [172]

V povrchové vrstvě se mění zastoupení jednotlivých prvků, především Si. Zvýšená teplota napomáhá vzniku korozních inkrustací (reakčních produktů) v povrchové vrstvě, jejich růstu a slučování. Prakticky se povrchová vrstva vlivem zvýšené teploty změní v korozní plášť (obr. 118, B3, C2, C3).

[172] Jeho vytvoření má za následek zpomalení koroze související s lokálním navýšením pevnosti v tahu. Plášť chrání vlákno do okamžiku, kdy dojde k jeho porušení a následnému odlučování. Odtržení korozního pláště snižuje průměr vlákna i pevnost v tahu. Přechod povrchové vrstvy do korozní skořápky je podporovaný zvýšenou teplotou. [54, 60, 61, 66, 165, 168] V případě expozice teplotou 22 °C nebyl zaznamenán vznik korozní skořápky, ale byl identifikován pouze vznik lokálně rozmístěných inkrustací menších rozměrů.

U E-skleněných vláken byl odůvodněný předpoklad, že se budou v zásaditém prostředí chovat obdobně jako vlákna čedičová. U AR-skleněných vláken byl předpoklad, že jsou v zásaditém prostředí odolná a díky relativně nízké teplotě expozice změny nebudou výrazné. Jak ukázaly výsledky zkoušek vláknových rovingů exponovaných při pokojové teplotě, pevnost E-skleněných vláken se v zásaditých roztocích vodních skel snižovala a vlákna se v relativně krátkém časovém úseku rozložila. Zkoušky ukázaly, že vodní sklo draselné má na E-skleněná vlákna destruktivnější vliv než vodní sklo sodné. Průměr vláken klesal úměrně s dobou expozice. SEM analýza ukázala, že povrch E-skleněných vláken ve vodním skle draselném byl hladký a čistý, bez inkrustací (obr. 97). SEM analýza povrchu E-skleněných vláken ve vodním skle sodném ukázala postupný nárůst drobných reakčních produktů na povrchu vlákna, obr. 100. EDX analýza povrchu vlákna prokázala úbytek v zastoupení všech klíčových prvků.

Klesala i pevnost AR-skleněných vláken v roztocích vodních skel, pokles nebyl tak výrazný jako u E-skleněných vláken. Nedošlo k úplnému rozpuštění vláken na konci doby expozice. Vodní sklo draselné působilo agresivněji než vodní sklo sodné. Hmotnost i průměr vláken klesaly také výrazně pomaleji a na povrchu vláken nebyly při SEM analýze nalezeny žádné korozní produkty, povrch vláken byl hladký, obr. 98 a 101. Nicméně změny ve složení povrchu vláken doložené EDX analýzou indikují vznik povrchové vrstvy.

Vliv Ca(OH)₂ na čedičová nebo skleněná vlákna není častým tématem publikací, nicméně jeho vliv na čedičové vlákno byl popsán v [172]; ukazuje nárůst inkrustací vápenatého charakteru na povrchu vlákna; s rostoucí teplotou/prodlužující se dobou expozice se inkrustace zvětšují (obr. 118, D2, D3).

Vlivem hydroxidu vápenatého klesala pevnost sledovaných E a AR-skleněných vláken, hmotnost a průměr měly trend rostoucí díky formování povrchové vrstvy. Provedený experiment prokázal, že v případě interakce skleněného nebo čedičového vlákna s Ca(OH)₂ [172] se vytváří korozní plášť bez ohledu na teplotu. Příčinou jeho vzniku je reakce chemických složek vlákna s hydroxidem vápenatým, vznikají tzv. C-S-H fáze [51, 78]. Na zkoumaných skleněných vláknech se vytvořila v průběhu expozice korozní skořápka složená z vápenatých korozních produktů. Nejrychleji se skořápka vytvořila na povrchu E-skleněných vláken (obr. 103), pomaleji ale se stejným konečným výsledkem se vytvořila na povrchu R-skleněných vláken (obr. 104). Nejpomalejší progres měly vápenaté inkrustace v případě sledování povrchu AR-skleněných vláken (obr. 105 a 106). Experiment při běžné teplotě (kolem 22 °C) potvrdil, že reakce u těchto vláken je oproti ostatním skleněným vláknům významně zpomalená. EDX analýza potvrdila úměrně zvýšené množství Ca na povrchu vláken, Tabulky 21 a 22.

5.4 Interakce mezi vlákny a geopolymerní matricí

5.4.1 Popis řešené problematiky

Teoretická znalost korozních a degradačních procesů vláken v agresivním prostředí a praktické hodnocení životnosti vláken v zásaditém prostředí vytvořily základ pro hodnocení interakce mezi

vláknovou výztuží a geopolymerní matricí prostřednictvím mechanického chování vlákny vyztužených geopolymerů. Tato část práce je zaměřená především na determinaci vlivů, které, aplikované interně (na samotnou vláknovou výztuž) nebo externě (na geopolymerní kompozit), zlepšují nebo zhoršují mechanické vlastnosti geopolymerních kompozitů s vláknovou výztuží. Jedná se především o vliv teploty, vlhkosti, UV a jejich vliv na pevnost v ohybu a fázové složení. Jako jedna z možností byla zkoumaná možnost ovlivnit mezifázové rozhraní (interakci mezi vláknem a matricí) atmosférickým plazmatem.

5.4.2 Metodika a zkušební postupy

Pro sledování změn mechanických vlastností geopolymerního kompozitu vyztuženého sekanými rovingy byla připravena sada vzorků z materiálů, které jsou uvedené v Tabulce 16. Pro experimenty byly v silikonové formě připraveny vzorky o rozměrech 10×10×100 mm. Pro deset kusů vzorků bylo při uvedeném poměru složek použito 124 g cementu BAUCIS K, 124 g písku, 112 g LK aktivátoru a 6 g sekaných vláken (2 % hm,). Délka sekané výztuže byla zvolena podle délky komerčně dostupných AR-skleněných sekaných vláken Cem-FIL HD. Vzorky zrály standardní dobu 30 dní (obr, 119, 120); 14 dní v uzavřeném obalu, aby nedošlo k prudkému vysušení a zkroucení nebo prohnutí vzorků, 14 dní volně při laboratorní teplotě.

Vláknová výztuž		Parametry výztuže					
Vlákna	Označení vzorků	Hustota	Průměr	Délka vláken			
		[g/cm ³]	vláken [µm]	[mm]			
čedičová	BF	2,6 - 2,8	13	12			
uhlíková	CF	1,77	7	12			
skleněná typ R	R-Glass	2,6	12	12			
skleněná typ AR	AR-Glass	2,68	14	12			
keramická příze	CER	2,6	16	12			
bez výztuže, referenční	PUR						
Geopolymerní matrice							
Složka A	Složka B	Plnivo	Hustota	Mísící poměr			
				složek			
Baucis K	Aktivátor LK	Křemičitý písek	$4,17 \text{ g/cm}^3$	1:0,9:1			
	(K ₂ SiO ₃)	\leq 0,5 mm					

Tabulka 25: Geopolymerní kompozity vyztužené vlákny – materiálové složení



Obrázek 119:Vzorky geopolymerní matrice bez výztuže



Obrázek 120: Vzorky geopolymerní matrice s výztuží

5.4.3 Výsledky zkoušky teplotním šokem

Zkouška byla realizovaná podle Standardu ČSN EN 14617-6; Umělý kámen – Zkušební metody, Část 6: Stanovení odolnosti proti tepelnému šoku [158]. Postup a použité metody včetně výpočtů jsou popsané v kapitole Zkušební metody a postupy. U zkušebních těles se sledují změny vzhledu (praskliny, barevné a tvarové změny), změna hmotnosti Δm (podle rovnice 24) a součinitel teplotního šoku ΔR_{t20} (podle rovnice 25). Vzorky po standardní době zrání byly nejprve vysušeny a zváženy včetně kontroly a vyznačení vadných nebo poškozených míst. Následovala samotná zkouška teplotním šokem, obr. 121. Zkouška byla zahájena 3. 6. 2020 v 9:30 a ukončena 8. 7. 2020 v 8:00. Zkouška se skládala z celkem 25 opakování normou předepsaného teplotního cyklu. Následovalo kondicionování vzorků podle normy, provedení zkoušek a vyhodnocení výsledků.

Výsledky dílčích zkoušek:

 Hodnocení změn vzhledu: vzhled vzorků s vláknovou výztuží (se všemi typy vláken) zůstal beze změny, nedošlo ke změnám barevným, nebyly nalezeny trhliny ani díry a jiná poškození. Výjimkou byly vzorky geopolymerní matrice bez výztuže, označené PUR. Pět ks vzorků z celkových deseti ks prasklo při manipulaci v průběhu zkoušky, obr. 122. Vzorky byly velmi křehké.



Obrázek 121: Vzorky v teplotní komoře

Obrázek 122: Vzorky geopolymerní matrice po zkoušce teplotním šokem

 Změna hmotnosti Δm: největší nárůst hmotnosti zaznamenaly vzorky s výztuží z ARskleněných vláken (Cem-FIL). Hmotnost deseti kusů vzorků se díky testu teplotním šokem zvýšila o 2,6 %. Naopak nejnižší nárůst hmotnosti se projevil u vzorků s vláknovou výztuží z keramické ucpávky CER, 1,18 %. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 26.

Vzorky	m ₀ [g/10 ks]	m ₁ [g/10 ks]	Δm [% 10 ks]	Δm [% 1 ks]
PUR	174,40	171,00	1,95	0,20
R-Glass	207,80	202,80	2,41	0,24
AR-Glass	184,60	179,80	2,60	0,26
CF	202,80	198,60	2,07	0,21
BF	207,00	203,20	1,84	0,18
CER	186,20	184,00	1,18	0,12

Součinitel teplotního šoku ΔR_{t20} : pro výpočet součinitele teplotního šoku předepisuje norma realizaci zkoušky pevnosti v ohybu – zkoušku tříbodovým ohybem. Pro test bylo připraveno celkem deset ks

vzorků z každé materiálové kombinace jako vzorky referenční označené R₁ a pět ks vzorků z každé materiálové kombinace ovlivněných teplotou označených R_{st}. Data byla vyhodnocena pomocí standardních statistických postupů a zpracovaná graficky, Graf na obr. 123 ukazuje výsledky zkoušky pevnosti v ohybu; část vzorků geopolymerní matrice bez výztuže popraskala při manipulaci mezi teplotní komorou a vodní lázní. Porovnání pevnosti v ohybu před a po zkoušce prokázalo změny u vzorků vyztužených AR-skleněnými vlákny a vlákny uhlíkovými. U ostatních typů vláknové výztuže je hodnocení neprůkazné díky velkým hodnotám směrodatné odchylky a spadá do chyby měření.



Obrázek 123: Graf pevnosti v ohybu geopolymerních kompozitů po zkoušce teplotním šokem

Finální vyhodnocení součinitele teplotního šoku ukazuje graf na obr. 124. Nejvyšší pokles pevnosti v ohybu byl zaznamenán u vzorků nevyztuženého geopolymeru 23 %. Současně došlo k poškození poloviny připravených vzorků ještě v průběhu experimentu. Nárůst pevnosti v ohybu je nejvyšší u geopolymeru vyztuženého R-skleněnými vlákny o 35 %; díky velké směrodatné odchylce ale spadá do chyby měření. Průkazné zvýšené pevnosti v ohybu vlivem zvýšené teploty bylo zjištěno u geopolymeru s AR-skleněnými vlákny o 23 % a u geopolymeru s uhlíkovými vlákny o 31 %.



Obrázek 124: Graf součinitelů teplotního šoku

5.4.4 Výsledky zkoušky mrazuvzdornosti

Zkouška byla provedena podle ČSN EN 14617-5; Umělý kámen – Zkušební metody, Část 5: Stanovení mrazuvzdornosti [159]. Zkouška byla zahájena 31. 8. 2020 v 8:30 a ukončena 14. 10. 2020 ve 12:00. U zkušebních těles se sledovaly změny vzhledu, změna hmotnosti Δm (podle rovnice 24) a součinitel mrazuvzdornosti KM_{f25} (podle rovnice 26). Postup je shodný jako v případě zkoušky teplotním šokem, liší se teplotní cyklus a jeho délka. Postup je popsaný v části Zkušební metody a postupy. I v tomto případě předepisuje norma zkoušku pevnosti v ohybu – tříbodový ohyb.

Výsledky dílčích zkoušek:

- Hodnocení změn vzhledu: vzhled všech vzorků zůstal beze změny, nedošlo ke změnám barevným, nebyly nalezeny trhliny ani díry a jiná poškození.
- Změna hmotnosti ∆m: největší pokles hmotnosti zaznamenaly vzorky s výztuží z keramické ucpávky, pro deset ks vzorků se hmotnost po testu mrazuvzdornosti snížila o 6,1 %. Naopak nejnižší pokles hmotnosti se projevil u vzorků s čedičovými vlákny, 2,24 % a uhlíkovými vlákny, 2,89 %. Hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 27.

Vzorky	m ₀ [g/10 ks]	m1 [g/10 ks]	Δm [% 10 ks]	Δm [% 1 ks]
PUR	198,00	187,20	5,45	0,55
R-Glass	201,00	194,20	3,38	0,34
AR-Glass	211,20	201,60	4,55	0,45
CF	207,60	201,60	2,89	0,29
BF	196,40	192,00	2,24	0,22
CER	204,20	191,80	6,07	0,61

Tabulka 27: Stanovení úbytku hmotnosti po zkoušce mrazuvzdornosti

Součinitel mrazuvzdornosti KM_{f25}: pro jeho výpočet bylo nutné realizovat zkoušku tříbodovým ohybem. Ta byla provedena za stejných podmínek, jako zkoušky referenčních vzorků a vzorků po teplotním šoku. Výsledek zkoušky pevnosti v ohybu prezentuje graf na obr. 125 a hodnoty součinitele mrazuvzdornosti, graf na obr. 126. Vlivem nízkých teplot došlo ke zpevnění geopolymeru vyztuženého čedičovými vlákny o 80 %, nejvyššího nárůstu meze pevnosti v ohybu dosáhl čistý geopolymer, o 117 %. Žádný ze vzorků nevykázal pokles meze pevnosti v ohybu pod referenční hodnotu. Pouze geopolymer vyztužený vlákny z keramické ucpávky vykázal 4-%ní nárůst, který lze považovat za chybu měření.



Obrázek 125: Graf pevnosti v ohybu geopolymerních kompozitů po zkoušce mrazuvzdornosti



Obrázek 126: Graf součinitele mrazuvzdornosti

Následující obrázky 127 – 132 ukazují vnitřní složení geopolymeru a porovnání stavu vláken v jednotlivých materiálových kombinacích po zkoušce teplotním šokem a po testu mrazuvzdornosti.

Na obrázku 127 jsou vzorky čistého geopolymeru. Z běžných snímků z digitálního mikroskopu Leica DVM6 (na kterém byly snímky pořízené) nejsou mezi složením a strukturou vzorků viditelné významné rozdíly.



Obrázek 127: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice bez výztuže; porovnání referenčního vzorku se vzorkem po teplotním šoku a zkoušce mrazuvzdornosti

Na obrázku 128 je vidět nerovnoměrné rozptýlení uhlíkových vláken v geopolymerní matrici. Je to s největší pravděpodobností důvod velké směrodatné odchylky průměrných hodnot meze pevnosti v ohybu.



Obrázek 128: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s uhlíkovými vlákny; porovnání referenčního vzorku se vzorkem po teplotním šoku a zkoušce mrazuvzdornosti

Obrázek 129 ukazuje čedičová vlákna rozptýlená v geopolymerní matrici. Zde jsou nepatrné rozdíly v zabarvení vláken – vlákna v referenčním vzorku se jeví světlejší a ve vzorcích ovlivněných zvýšenou a sníženou teplotou se ojediněle vyskytují vlákna s výrazně větším průměrem než zbytek výztuže. Podle výsledků zkoušek chemické rezistence by měla mít vlákna významně snížený průměr nebo by měla být (alespoň v případě působení zvýšené teploty) na pokraji životnosti.



Obrázek 129: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s čedičovými vlákny; porovnání referenčního vzorku se vzorkem po teplotním šoku a zkoušce mrazuvzdornosti

Na obrázku 130 je zachycená vnitřní struktura geopolymerů s výztuží z AR-skleněných vláken. Jak už bylo uvedeno v předchozím textu, skleněné filamenty jsou spojené do svazků ochranným povlakem – sizingem. V případě materiálové kombinace geopolymer/AR-skleněné vlákno je na snímku dobře vidět svazky vláken na rozdíl od ojediněle rozptýlených vláken ostatních typů (uhlík
– obr. 128, čedič – obr. 129, R-sklo – obr. 131). Struktura je hutná a v kontaktních místech je vidět velmi dobrá vazba mezi vlákny a matricí.



Obrázek 130: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s AR-skleněnými vlákny; porovnání referenčního vzorku se vzorkem po teplotním šoku a zkoušce mrazuvzdornosti

Obrázek 131 ukazuje R-skleněná vlákna v geopolymerní matrici. Jejich identifikace je, s ohledem na jejich barvu, respektive průhlednost, velmi ztížená. Z toho důvodu je velmi obtížné identifikovat rozdíly vzniklé vlivem zvýšené nebo snížené teploty. I v tomto případě by měla být vlákna vlivem zvýšené teploty v silně zásaditém prostředí geopolymerní matrice na pokraji životnosti.



Obrázek 131: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s R-skleněnými vlákny; porovnání referenčního vzorku se vzorkem po teplotním šoku a zkoušce mrazuvzdornosti

Na obrázku 132 je geopolymerní matrice vyztužená vlákny z keramické ucpávky. Barvou jsou velmi podobná vláknům skleněným. I v tomto případě průhlednost vláken ztěžuje nalezení rozdílů vzniklých vlivem teploty.



Obrázek 132: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s vlákny z keramické ucpávky; porovnání referenčního vzorku se vzorkem po teplotním šoku a zkoušce mrazuvzdornosti

5.4.5 Výsledky zkoušky zrychleného stárnutí – Xenon testu

Po zkoušce zrychleného stárnutí v Q – SUN Xe-3 komoře byla se vzorky provedena zkouška pevnosti v ohybu (tříbodový ohyb) s výpočtem meze pevnosti v ohybu. Výpočet retenčního poměru st [%] podle (30) shrnuje graf na obr. 133. Jako referenční hodnota byla použita mez pevnosti v ohybu neovlivněných vzorků. Jak vyplývá z výsledků v grafu, UV, teplota do 60 °C a vlhkost měly pozitivní

vliv na vzorky geopolymerů vyztužené skleněnými vlákny; naopak u geopolymerů vyztužených uhlíkovými a čedičovými vlákny byl vyhodnocen pokles.



Obrázek 133: Graf retenčního poměru, Xenon test – umělé stárnutí

Shrnutí: Zkouška teplotním šokem a zkouška mrazuvzdornosti ukázaly, že teplotní cyklus s vyššími teplotami má negativní dopad na mez pevnosti v ohybu geopolymerní matrice bez výztuže. Naopak snížení teploty vedlo k zvýšení veličiny u všech testovaných variant vzorků. Bonusem zkoušky jsou snímky z digitálního mikroskopu, které prokázaly přítomnost výztužných vláken po opakovaném působení teploty 70 °C; kombinaci zásaditého prostředí geopolymerní matrice a teploty lze označit za podmínky srovnatelné s podmínkami testu zrychleného stárnutí. Předpokládané úplné nebo alespoň částečné rozložení výztužných vláken nebylo potvrzeno. Vliv UV naopak snížil mez pevnosti u geopolymerů vyztužených čedičovými a uhlíkovými vlákny. U geopolymerů s výztuží z vláken skleněných (typy E a AR) byl zaznamenán nárůst meze pevnosti v ohybu.

5.4.6 Výsledky měření porozity teplotně ovlivněných geopolymerních kompozitů s vláknovou výztuží

Vzorky, které prošly testem na teplotní šok a mrazuvzdornost, byly odeslány do Unipetrol výzkumně vzdělávacího centra, a.s. v Litvínově. Měření porozity podle ASTM D4284 - 12 [166] bylo naplánováno a provedeno za účelem zjistit, jakým způsobem se změnila distribuce pórů a jejich velikost vlivem zvýšené/snížené teploty. Pro test byly vybrány tři sady vzorků: geopolymerní kompozit bez vláknové výztuže (PUR), vzorky geopolymerního kompozitu s AR-skleněnými vlákny a čedičovými vlákny, obr. 134. Postup zkoušky je popsaný v kapitole Stanovení porozity (Zkušební metody a postupy).



Obrázek 134: Geopolymerní kompozity pro měření porozity

Výstupem měření jsou grafy, které ukazují jednak celkový objem pórů v geopolymerních vzorcích (obr. 135-139), jednak objemový podíl pórů o určité velikosti v daném objemu vzorků (grafy na obr. 140–144).

Graf na obr. 135 je výstupní graf shrnující všechny výsledky měření celkového intruzního objemu, zahrnuje všechny póry zjištěné ve vzorcích geopolymerního kompozitu v rozsahu od 2,5 nm – 250 μm. Rozložení a tvary křivek ukazují na vysoký objem pórů ve vzorku geopolymerní matrice vyztužené AR – skleněnými vlákny. REF jsou označené vzorky neovlivněné, T po zkoušce teplotním šokem a F po zkoušce mrazuvzdornosti.



Obrázek 135: Graf závislosti objemu pórů a jejich velikosti

Přehlednější interpretaci dat umožňuje graf na obr. 136, který zobrazuje oblast velikosti pórů od 2,5 nm do 2,5 µm. Z uspořádání křivek vyplývá, že nejvyšší objem pórů byl v oblasti mezopórů (mezopóry 2–50 nm; podle IUPAC definice velikosti pórů a porozity) identifikovaný u referenčního vzorku geopolymeru vyztuženého AR-skleněnými vlákny. Naopak nejnižší objem pórů byl naměřený u vzorku čistého geopolymeru po testu teplotním šokem.



Obrázek 136: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti, rozsah 2,5-2500 nm

Graf na obr. 137 ukazuje průběh křivek intruzního objemu pro vzorky geopolymerní matrice vyztužené AR-skleněnými vlákny. Jak už bylo řečeno, teplotou neovlivněný referenční vzorek má nejvyšší objem pórů v oblasti mezi $2,5 - 25\ 000$ nm. Zvýšení a snížení teploty má jednoznačně vliv na zahuštění geopolymerní matrice, které je poklesem celkového objemu pórů v celém rozsahu sledované oblasti potvrzeno.



Obrázek 137: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti, geopolymerní kompozit vyztužený AR-skleněnými vlákny

Graf na obr. 138 ukazuje křivky vzorků geopolymerní matrice bez a s vláknovou výztuží po testu teplotním šokem. Jako horní mez objemu pórů lze v pásmu 15 – 25 000 nm označit kumulativní křivku čistého geopolymeru neovlivněného teplotou. Jako spodní mez objemu pórů v daném rozsahu velikosti pórů lze označit kumulativní křivku čistého geopolymeru po teplotním šoku. Křivky geopolymerů s vláknovou výztuží ukazují, že celkový objem pórů geopolymery vyztužených vlákny po teplotním šoku se pohybuje mezi těmito hranicemi. V rozsahu velikostí pórů od 2,5 do 15 nm se situace mění; nejvyšší objem pórů v této velikosti obsahuje geopolymer s AR-GF, nejnižší objem má čistý geopolymer po teplotním šoku.



Obrázek 138: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti; geopolymerní kompozity po testu teplotním šokem

Podobné srovnání prezentuje graf na obr. 139 kumulativních křivek intruzního objemu pro geopolymerní kompozity po testu mrazuvzdornosti. V oblasti velikosti pórů od 20 do 250 000 nm lze jako horní hranici označit kumulativní křivku pro čistý, teplotou neovlivněný geopolymer, spodní hranicí je kumulativní křivka čistého geopolymeru po testu mrazuvzdornosti. Ke změně dochází na horní hranici mezoporozity, nejvyšší objem velkých pórů byl ve vzorku geopolymeru s AR-GF a nejnižší v čistém, teplotou neovlivněném geopolymeru.



Obrázek 139: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti; geopolymerní kompozity po testu mrazuvzdornosti

Graf na obr. 140 je výstupní graf shrnující všechny výsledky měření frekvence výskytu mezopórů v daném objemu vzorku, rozsah velikosti pórů je 2,5 nm – 250 µm. Rozložení a tvary křivek ukazují na vysoký objem velkých pórů ve všech vzorcích.



Obrázek 140: Graf distribuce velikosti a objemu pórů na jednotkovou hmotnost



Obrázek 141: Graf distribuce velikosti a objemu pórů na jednotkovou hmotnost; detail oblasti 2,5-25 nm

Pro přehlednější interpretaci dat ukazuje graf na obr. 141 detail této oblasti v rozsahu od 2,5 do 25 nm. Z uspořádání křivek vyplývá, že nejvyšší objem pórů cca o velikosti 15-17 nm byl identifikovaný u vzorku geopolymeru vyztuženého AR-skleněnými vlákny po teplotním šoku. Naopak nejnižší objem pórů byl pro stejnou velikost pórů naměřený u vzorku geopolymeru

s čedičovým vláknem po teplotním šoku. Další maximum je v oblasti velikosti pórů 17–20 nm pro křivky geopolymeru s čedičovými vlákny bez vlivu teploty a po testu mrazuvzdornosti.

Jak vyplynulo ze souhrnného grafu na obr. 141, oblast s nejvyšším výskytem pórů je v rozsahu velikosti pórů mezi 2,5 až 25 nm. Při srovnání vzorků neovlivněných teplotou v grafu na obr. 142 se ukázalo, že nejvyšší výskyt pórů byl identifikován v geopolymery vyztuženém čedičovými vlákny, průměr pórů je cca kolem 20 nm. Nejnižší výskyt pórů byl zaznamenán u geopolymeru vyztuženého AR-GF, průměr pórů se pohybuje mezi 15-20 nm.



Obrázek 142: Graf distribuce velikosti a objemu pórů na jednotkovou hmotnost

Srovnání frekvenčních křivek vzorků geopolymerních kompozitů po teplotním šoku v grafu na obr. 143 ukázalo, že nejvyšší výskyt pórů o průměru v rozmezí 12-17 nm byl naměřený pro geopolymery vyztužené AR-GF, nejnižší pro geopolymery s čedičovými vlákny. Porovnání křivek geopolymeru bez výztuže ukazuje, že vlivem teploty dochází ke snížení objemu pórů, k zahuštění geopolymery.



Obrázek 143: Graf distribuce velikosti a objemu pórů na jednotkovou hmotnost

Srovnání frekvenčních křivek z grafu na obr. 144 vzorků geopolymerních kompozitů po testu mrazuvzdornosti ukázalo, že nejvyšší výskyt pórů o průměru v rozmezí 15-20 nm vykazuje frekvenční křivka geopolymeru vyztuženého čedičovými vlákny, průměr pórů se pohybuje pod hodnotou 20 nm. Nižší objem pórů byl zaznamenán pro zbývajíc vzorky po testu mrazuvzdornosti; v čistém geopolymeru je nejvyšší výskyt pórů s průměrem kolem 17 nm, v geopolymeru vyztuženém AR-GF je nejvyšší výskyt pórů s průměrem kolem 15 nm.



Obrázek 144: Graf distribuce velikosti a objemu pórů na jednotkovou hmotnost

Shrnutí: průběhy kumulativních intruzních křivek porozity ukázaly, že největší porozita byla metodou Hg porozimetrie naměřená u geopolymerního kompozitu vyztuženého AR-skleněnými vlákny bez vlivu teploty. Naopak nejnižší porozita byla naměřena u vzorku čisté geopolymerní matrice ovlivněné zvýšenou teplotou. Porozita ostatních vzorků měla jak shodný průběh, tak podobné hodnoty, Lze tedy říci, že zvýšená teplota snižuje porozitu geopolymerní matrice.

Vyhodnocení frekvenčních křivek ukazuje největší změny celkového objemu pórů v oblasti 2,5 až 25 nm. Rozbor průběhu křivek v grafech ukázal, že porozita u vzorků ovlivněných teplotním šokem v porovnání s referenčními vzorky klesla. Obdobné chování bylo potvrzeno i u vzorků ovlivněných sníženou teplotou (testem mrazuvzdornosti).

5.4.7 XRD – analýza vzorků geopolymerní matrice s vláknovou výztuží s různým režimem stárnutí

Účelem experimentu bylo ověřit, jestli se vlivem různých režimů stárnutí mění složení geopolymerního kompozitu vyztuženého vlákny. Vzorky byly připraveny podle rozpisu v Tabulce 28, příprava vzorků je popsaná v kapitole 4.3.1.

Vláknová výztuž	Parametry v	Parametry výztuže			
Vlákna	Označení	Hustota [g/cm ³]	Průměr vláken	Délka vláken	
	vzorků		[µm]	[mm]	
čedičová	BF	2,6 - 2,8	13	12	
uhlíková	CF	1,77	7	12	
skleněná typ R	R-GF	2,6 g/	12	12	
skleněná typ AR	AR-GF	2,68	14	12	
bez výztuže, referenční	PUR				
Geopolymerní matrice					
Složka A	Složka B	Plnivo	Hustota	Mísící poměr	
				složek	
Baucis K	Aktivátor LK	Křemičitý písek	$4,17 \text{ g/cm}^3$	1:0,9:1	
	(K_2SiO_3)	\leq 0,5 mm			

Tabulka 28: Materiálové složení geopolymerních kompozitů vyztužených vlákny – zkouška stárnutí

Vzorky byly ovlivněné různými režimy, které jsou stručně charakterizované v Tabulce 29. Sada 1 obsahovala vzorky neovlivněné, Sada 2 vzorky, které byly ovlivněné teplotou 80 °C a vlhkostí, Sada 3 vzorky ovlivněné teplotou -20 °C a vlhkostí. Oba režimy lze zařadit do skupiny testů zrychleného stárnutí. Sada 4 byly vzorky uložené venku po dobu 18 měsíců (říjen 2019–březen 2021) a byly vystavené obvyklým klimatickým projevům v uvedeném časovém intervalu (obr. 145). Poslední Sada 5 byly vzorky vystavené zrychlenému stárnutí vlivem UV a vlhkosti ve speciální komoře – Xenon testu.



Obrázek 145: Vzorky po přirozeném stárnutí

Označení	Vliv	Popis
Sada 1	Neovlivněné	Referenční
Sada 2	Teplotní šok	Zvýšená teplota, vlhkost; podle [158]
Sada 3	Mrazuvzdornost	Nízká teplota, vlhkost; podle [159]
Sada 4	Přirozené stárnutí	Přirozené střídání teploty a vlhkosti
Sada 5	Umělé zvětrávání	UV a vlhkost [162]

Tabulka 29: Režimy stárnutí geopolymerních kompozitů s vláknovou výztuží

Následovala zkouška na XRD difraktometru Panalytical X'Pert PRO, kterým se provádí difrakční analýza práškových materiálů. Vzorky byly měřeny v symetrickém Bragg-Brentanově uspořádání v úhlovém rozsahu 5-90° 2 theta. Jako zdroj záření byla použita Cu rentgenová lampa. Difraktované záření bylo detegováno 1 D detektorem X'Celerator.

Vyhodnocení naměřených difrakčních záznamů bylo provedeno pomocí software HighScore, který obsahuje databázi difrakčních záznamů PDF-2. Porovnáním naměřených difrakčních záznamů s touto databází bylo určeno fázové složení jednotlivých vzorků.



Obrázek 146: Difrakční diagram vzorku AR



Obrázek 147: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2



Obrázek 148: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 1: AR, BF, CF, PUR, RGF

Difraktogramy na obr. 146–148 ukazují výstupní záznam složení referenčních vzorků – Sada 1. Difrakčního záznam AR na obr. 146 ukazuje, že hlavní krystalickou složkou vzorku AR je SiO₂ ve formě křemene a ve vzorku je také přítomen CaCO₃, obr. 147. Porovnání difraktogramů všech zkoumaných vzorků ze Sady 1 ukazuje graf na obr. 148. Z porovnání vyplývá, že fázové složení všech vzorků je shodné a odpovídá fázovému složení vzorku AR/Sada 1/ref. Mírně se liší pouze poměř přítomných fází.







Obrázek 150: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2



Obrázek 151: Difrakční diagram vzorku PUR



Obrázek 152: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2



Obrázek 153: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 2: AR, BF, CF, RGF

Difraktogramy na obr. 149–153 ukazují výstupní záznam složení referenčních vzorků – Sada 2, teplotní šok. Porovnání difrakčního záznamu vzorku AR (obr. 149) s databází PDF-2 (obr. 150) ukázalo, že hlavní krystalickou fází je SiO₂ ve formě křemene a ve vzorku je přítomný CaCO₃. Porovnání difrakčního záznamu vzorku PUR (obr. 151) s databází PDF-2 na obr. 152 ukázalo,

že hlavní krystalickou fází je Al₂SiO₅. Ve vzorku je dále přítomen SiO₂ ve formě křemene a kristobalitu a CaCO₃. Porovnání difrakčních záznamů v grafu na obr. 152 ukázalo, že fázové složení všech vzorků je stejné a odpovídá fázovému složení vzorku AR/Sada 2/teplotní šok.



Obrázek 154: Difrakční diagram vzorku AR



Obrázek 156: Difrakční diagram vzorku PUR



Obrázek 155: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2

Obrázek 157: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2



Obrázek 158: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 3: AR, BF, CF, RGF

Difraktogramy na obr. 154–158 ukazují výstupní záznam složení referenčních vzorků – Sada 3, mrazuvzdornost. Porovnání difrakčního záznamu vzorku AR (obr. 154) s databází PDF-2 (obr. 155) ukázalo, že hlavní krystalickou fází je SiO₂ ve formě křemene. Ve vzorku je také přítomen CaCO₃ a velmi malé množství MgAl₂Si₃O₁₀. Porovnání difraktogramu čistého geopolymeru (obr. 156)

s databází PDF-2 (obr. 157) ukázalo, že hlavní ve vzorku jsou přítomny následující krystalické fáze: Al₂SiO₅, SiO₂ ve formě křemene a kristobalitu a CaCO₃. Porovnání difraktogramů všech vzorků s vláknovou výztuží v Sadě 3 (obr. 158) ukázalo, že fázové složení všech vzorků je stejné a odpovídá fázovému složení vzorku AR/Sada 3/mrazuvzdornost.

Difraktogramy na obr. 159–161 ukazují výstupní záznam složení referenčních vzorků – Sada 4, přirozené stárnutí. Porovnání difrakčního záznamu vzorku AR (obr. 159) s databází PDF-2 (obr. 160) ukázalo, že hlavní krystalickou fází je SiO₂ ve formě křemene a CaCO₃. Porovnání difraktogramů všech vzorků v Sadě 4 (obr. 161) ukázalo, že fázové složení všech vzorků je stejné a odpovídá fázovému složení vzorku AR/Sada 4/přirozené stárnutí.



Obrázek 159: Difrakční diagram vzorku AR





Obrázek 161: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 4: AR, BF, CF, PUR, RGF

Obrázek 160: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2

Difraktogramy na obr. 162–166 ukazují výstupní záznam složení referenčních vzorků – Sada 5, zrychlené stárnutí. Porovnání difrakčního záznamu vzorku AR (obr. 162) s databází PDF-2 (obr. 163) ukázalo, že hlavní krystalickou fází je SiO₂ a CaCO₃. Porovnání difraktogramu CF (obr. 164) s databází PDF-2 (obr. 165) ukázalo, že vzorek obsahuje následující fáze: Al₂SiO₅, SiO₂ ve formě křemene a kristobalitu a CaCO₃. Porovnání difraktogramů vzorků v Sadě 5 vyjma vzorku CF-s uhlíkovým vláknem (obr. 166) ukázalo, že fázové složení všech vzorků se shoduje a odpovídá fázovému složení vzorku AR/Sada 5/zrychlené stárnutí. Mírně se liší pouze poměř přítomných fází.



Obrázek 162: Difrakční diagram vzorku AR





Obrázek 164: Difrakční diagram vzorku CF



Obrázek 163: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2





Obrázek 166: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 5: AR, BF, PUR, RGF

5.4.8 Výsledky vyhodnocení vlivu různých režimů stárnutí na fázové složení vlákny vyztužených geopolymerních kompozitů

Z výsledků rentgenové difrakce vyplývají následující závěry:

- Vzorky, které nebyly vystaveny prudkému střídání teplot, nebo jejich zvýšeným hodnotám se ve fázovém složení neliší; vzorky geopolymerní matrice s vláknovou výztuží z AR a R-skleněných, čedičových a uhlíkových vláken a vzorky bez výztuže obsahují jako hlavní krystalickou fází je SiO₂ ve formě křemene a CaCO₃. Jedná se o vzorky ze Sady 1 referenční a Sady 4 přirozené stárnutí.
- U vzorků vystavených extrémním teplotám se liší fázové složení vzorků geopolymerní matrice vyztužených vlákny a vzorků geopolymery bez výztuže. U vzorků s výztuží je hlavní krystalickou fází SiO₂ ve formě křemene a CaCO₃. Hlavní krystalickou fází vzorků bez výztuže je Al₂SiO₅, ve vzorku je dále přítomen SiO₂ ve formě křemene a kristobalitu a CaCO₃. Jedná se o vzorky ze Sady 2 teplotní šok a Sady 3 mrazuvzdornost.
- Vzorky podrobené Xenon testu (zrychlené stárnutí) mají shodné fázové složení (obsahují jako hlavní složku SiO₂ ve formě křemene a CaCO₃). Výjimkou je vzorek geopolymerního kompozitu s uhlíkovými vlákny. Hlavní krystalickou fází vzorku s uhlíkovými vlákny je Al₂SiO₅, ve vzorku je dále přítomen SiO₂ ve formě křemene a kristobalitu a CaCO₃.

5.4.9 Výsledky tribologické zkoušky – opotřebení geopolymerů vyztužených vlákny

Výstupem tribologické zkoušky jsou grafy průběhu koeficientu tření; příklady grafů měření jsou uvedené v Příloze 2. Graf na obrázku 167 ukazuje změny průměrné hodnoty koeficientu tření v závislosti na přítomnosti vláknové výztuže (PUR jsou označené vzorky bez výztuže, AR s výztuží z AR-skleněných vláken) v geopolymerní matrici a v závislosti na vlivu nízké nebo vysoké teploty na tribologické vlastnosti geopolymerního kompozitu. REF jsou označené vzorky bez ovlivnění, TŠ po zkoušce teplotním šokem a M po zkoušce mrazuvzdornosti.



Obrázek 167: Graf průměrných hodnot koeficientu tření a směrodatné odchylky; geopolymer bez výztuže (PUR) – vlevo a s vláknovou výztuží (AR) - vpravo

Podle ISO 25178 bylo provedeno měření šířky profilu ΔL a hloubky ΔZ . Hodnoty jsou uvedené v Tabulkách 30 a 31.

	PUR/REF		Teplotní šok		Mrazuvzdornost	
	$\Delta L [mm]$	$\Delta Z [\mu m]$	$\Delta L [mm]$	$\Delta Z [\mu m]$	$\Delta L [mm]$	ΔΖ [μm]
1	1,31	54,64	1,22	39,93	1,31	36,71
2	1,25	58,18	2,61	54,38	1,32	31,14
\overline{x}	1,28	56,41	1,91	47,16	1,32	33,92

Tabulka 30: Měření profilu po zkoušce opotřebením; geopolymerní matrice bez výztuže PUR

	1 0 1	1	1011	~			
	AR-GF/RE	AR-GF/REF		Teplotní šok		Mrazuvzdornost	
	$\Delta L [mm]$	$\Delta Z [\mu m]$	$\Delta L [mm]$	$\Delta Z [\mu m]$	$\Delta L [mm]$	$\Delta Z [\mu m]$	
1	1,10	43,15	1,20	33,80	0,97	39,54	
2	1,09	36,33	1,09	27,61	0,92	31,04	
\overline{x}	1,09	39,74	1,15	30,71	0,95	35,29	

Tabulka 31: Měření profilu po zkoušce opotřebením; geopolymerní matrice s výztuží _AR

Následovalo vyhodnocení opotřebení povrchu geopolymerních vzorků a třecího protitělesa (kuličky) na konfokálním mikroskopu Sensofar S Neox. Obrázky 168–170 ukazují a) opotřebení kuličky včetně rozměrů poškozené plochy, b) profil dráhy vzniklý pohybem kuličky po povrchu vzorku při zkoušce. Barevná škála ukazuje hloubku průniku kuličky do geopolymerní matrice bez vláknové výztuže neovlivněné a ovlivněné teplotním šokem a mrazem. Obrázky 168–170 ukazují c) opotřebení kuličky včetně rozměrů poškozené plochy, d) profil dráhy vzniklý pohybem kuličky po povrchu vzorku geopolymeru vyztuženého AR-skleněnými vlákny neovlivněný a ovlivněný teplotním šokem a mrazem.



Obrázek 168: Zkouška opotřebení; refernční vzorky; a) PUR_REF opotřebení kuličky, b) PUR_REF opotřebení geopolymeru; c) AR REF opotřebení kuličky, d) AR REF opotřebení geopolymeru

Shrnutí: vyhodnocení poškození povrchu geopolymerních vzorků bez vláknové výztuže a s vláknovou výztuží z AR-skleněných vláken vedo k následujícím výsledkům:

- u geopolymeru bez vláknové výztuže vedlo ovlivnění vzorků teplotou (zkouška teplotním šokem a mrazuvzdornosti) k poklesu hodnoty ΔZ, tj. ke snížení míry opotřebení; zvýšená i snížená teplota způsobují zpevnění geopolymerního kompozitu.
- přidání AR-skleněných vláken do geopolymeru snižuje výrazně míru opotřebení u sledovaných vzorků. Přídavek vláken a zvýšená/snížená teplota mají příznivý vliv na velikost a odolnost proti opotřebení.



Obrázek 169: Zkouška opotřebení; teplotní šok; a) PUR opotřebení kuličky, b) PUR opotřebení geopolymeru; c) AR opotřebení kuličky, d) opotřebení geopolymeru



Obrázek 170: Zkouška opotřebení; mrazuvzdornost; a) PUR opotřebení kuličky, b) PUR opotřebení geopolymeru; c) AR opotřebení kuličky, d) opotřebení geopolymeru

5.4.10 Závěr – hodnocení interakce vláken s geopolymerní matricí

Vzorky geopolymerní matrice vyztužené vlákny (seznam v Tabulce 25) byly podrobeny zkoušce teplotním šokem, mrazuvzdornosti, Xenon testu a přirozenému stárnutí. Jako srovnávací/referenční byly použity vzorky neovlivněné.

Vážení vzorků před a po zkouškách teplotním šokem a mrazuvzdornosti ukázal na nárůst Δm [%] – fakticky se jedná o úbytek hmotnosti sledovaných geopolymerních vzorků. Ve studii z roku 2021 [183] byly provedeny obdobné zkoušky smáčení-sušení (teplotní šok) a zmrazování-rozmrazování (mrazuvzdornost); byl sledován vliv na vlastnosti konvenčního betonu a geopolymeru bez výztuže. Výsledky zkoušky mrazuvzdornosti ukázaly, že Δm vlivem nízké teploty s počtem cyklů roste, to potvrdily i výsledky [183–185]. [184] doplňuje, že vliv na Δm má i hmotnostní podíl výztužných vláken. Co se týče Δm při zkoušce smáčením-sušením, studie [183] prezentuje Δm klesající. Experiment s geopolymery po zkoušce teplotním šokem naopak vykazuje Δm rostoucí. Rostoucí úbytek hmotnosti Δm [%] jako důsledek zvýšené teploty působící na geopolymer vyztužený čedičovými vlákny je jako výsledek experimentu prezentován ve studii [186].

Zvýšená teplota při zkoušce teplotním šokem ukázala negativní dopad na mez pevnosti v ohybu geopolymerní matrice bez výztuže. Naopak snížení teploty vedlo k zvýšení meze pevnosti u všech testovaných variant vzorků. Závěry podporuje i srovnávací graf modulů pružnosti v ohybu (vypočteno podle (21) na obr. 171. Obdobný výsledek byl publikovaný v [185] pro čistý geopolymer a geopolymer vyztužený PVA vlákny a vystavený cyklickému zmrazování/rozmrazování.

Snímky z digitálního mikroskopu prokázaly přítomnost výztužných vláken po opakovaném působení teploty 70 °C (teplotní šok); předpokládaný rozpad výztužných vláken nebyl potvrzen. Po Xenon testu došlo ke snížení meze pevnosti u geopolymerů vyztužených čedičovými a uhlíkovými vlákny, u geopolymerů vyztužených skleněnými vlákny (typy E a AR) mez pevnosti vzrostla (vztaženo k referenční hodnotě).



Obrázek 171: Srovnávací graf modulů pružnosti v ohybu; vzorky neovlivněné (REF), po teplotním šoku (TS) a po zkoušce mrazuvzdornosti (M)

Největší porozita byla naměřená u geopolymerního kompozitu vyztuženého AR-skleněnými vlákny bez vlivu teploty, nejnižší porozita byla naměřena u vzorku čisté geopolymerní matrice ovlivněné zvýšenou teplotou. Porozita ostatních vzorků měla podobné průběhy, hodnoty se pohybují v oblasti vymezené křivkami jmenovaných vzorků. Teplota v kladném i záporném smyslu porozitu snižuje, vliv zvýšené teploty na porozitu je výraznější. V odborné literatuře byl na téma porozita nalezen článek, ve kterém je geopolymerní matrice plněna PVA vlákny s provedenou zkouškou mrazuvzdornosti [184]. Porozita geopolymerních kompozitů je významnou vlastností především u přímo pěněných materiálů a při vkládání lehkých plniv. [187]

Rentgenová difrakce neprokázala zásadní změny ve fázových složeních zkoumaných vzorků vlivem zvýšené/snížené teploty a UV. Dílčí rozdíly ve složení jsou v rámci jednotlivých skupin (podle použitého vlivu) detailně popsané v příslušné kapitole.

Tribologická zkouška prokázala vliv teploty na opotřebení. Přítomnost vláken na velikost koeficientu tření zásadní vliv nemá, průměrné hodnoty koeficientu tření referenčních vzorků jsou téměř shodné. Z měření hloubky a šířky profilu vytvořeného v geopolymerních vzorcích při tribologické zkoušce vyplynulo, že teplota (teplotní šok, mrazuvzdornost) významně snižuje opotřebení geopolymerní matrice (ta se zpevňuje). Kombinace vláknové výztuže a teploty přispívají významně ke snížení opotřebení geopolymerního kompozitu oproti nevyztužené matrici. Výsledek potvrzuje i srovnávací graf modulů pružnosti v ohybu, obr. 171. Vyhodnocení Xenon testu ukázalo na snížení meze pevnosti u geopolymerů vyztužených čedičovými a uhlíkovými vlákny, u vzorků s výztuží z vláken skleněných (typy E a AR) došlo k nárůstu meze pevnosti. U vzorků vystavených přirozenému stárnutí došlo k rozpadu a vydrolení geopolymerní matrice bez zásadních fázových změn v jejím složení.

5.4.11 Vliv plazmatické úpravy vláknové výztuže na vlastnosti geopolymerního kompozitu

Zkušenost s teplotními testy geopolymerů a testy životnosti vláken v zásaditém prostředí byla impulsem pro úpravu povrchu vláken. Účelem modifikace povrchu vláken atmosférickým plazmatem bylo snížení povrchového napětí vláken vedoucí ke zlepšení adheze geopolymerní matrice vůči vláknům a následné zesílení vazby mezi oběma složkami kompozitu Pro modifikaci povrchu vláken bylo použito zařízení Piezobrush® PZ2-i firmy Relyon-plasma GmbH, obr. 172.



Obrázek 172: Ošetření vláken atmosférickým plazmatem

Z upravených vláken a geopolymerní matrice byly připraveny vzorky o rozměrech 10×10×100 mm. Složení kompozitních vzorků a přehled materiálových vlastností vláken prezentuje Tabulka 32. Hmotnostní složení kompozitu bylo následující: 124 g cementu BAUCIS K, 124 g písku, 112 g LK aktivátoru a 6 g sekaných vláken (2 hm. %). Vzorky zrály standardních 30 dní. Následovala zkouška pevnosti v ohybu (tříbodový ohyb) těchto vzorků (sada byla označena jako P30) a výsledky byly porovnány s pevností v ohybu vzorků s plazmatem neošetřenými vlákny, sada byla označena jako referenční (REF). Ohybová zkouška byla provedena ještě po dalších třech měsících (označená P120) a po půl roce (označená P210). Uhlíková vlákna nebylo možné pro tento experiment použít, protože se při plazmování nabíjejí elektrickým proudem a dochází k výboji.

Vláknová výztuž		Parametry výztuže			
Vlákna	Označení vzorků	Hustota [g/cm ³]	Průměr	Délka vláken	
			vláken [µm]	[mm]	
čedičová	BF	2,6 - 2,8	13	12	
skleněná typ R	R-GF	2,6	12	12	
skleněná typ AR	AR-GF	2,68	14	12	
Skleněná typ E	E-GF	2,6	16	12	
keramická příze	CER	2,6	16	12	
Geopolymerní matrice					
Složka A	Složka B	Plnivo	Hustota	Mísící poměr	
				složek	
Baucis K	Aktivátor LK	Křemičitý písek	$4,17 \text{ g/cm}^3$	1:0,9:1	
	(K ₂ SiO ₃)	\leq 0,5 mm			

Tabulka 32: Materiálové složení vzorků pro experiment s atmosférickým plazmatem

Experiment vycházel z předpokladu, že atmosférické plazma naruší ochranný povlak vlákna, případně samotný povrch vlákna a dojde ke zvětšení kontaktní plochy (fyzikální/mechanická adheze) do té míry, že se zvýšenou pevností v ohybu prokáže vytvoření pevnějšího mezifázového rozhraní mezi vláknem a matricí. Současně s kvalitativně lepším mezifázovým rozhraním se zlepšuje přenos zatěžovací síly z matrice na vlákno. Na druhou stranu narušení ochrany vlákna nebo povrchové vrstvy vlákna může vést k urychlení působení silně zásaditého prostředí geopolymeru na použité typy vláken. Výsledky ohybových zkoušek realizovaných s delším časovým odstupem mohly takový výsledek potvrdit nebo alespoň naznačit.

Po provedení ohybových zkoušek geopolymerních kompozitů vyztužených skleněnými a čedičovými vlákny byly z naměřených parametrů vypočteny průměrné hodnoty meze pevnosti v ohybu. Statistické zpracování bylo provedeno podle Studentova rozdělení. Jednalo se ale o malé datové soubory, pro porovnání průkaznosti statistického vyhodnocení byla navíc data vyhodnocena podle Hornovy metody. Statistické vyhodnocení ukázalo 80 % nárůst pevnosti v ohybu u geopolymerního kompozitu vyztuženého AR-skleněnými vlákny. V dalších časových obdobích došlo k postupnému poklesu pevnosti – jak dokladují průměrné hodnoty pevnosti. Překrývající se hodnoty směrodatných odchylek ale naznačují, že rozdíly v hodnotách nejsou dostatečně významné.

Stejná sada dat byla zpracovaná Hornovou metodou – pro malé datové soubory. Hodnoty pivotové polosumy (průměrné hodnoty meze pevnosti v ohybu) jsou nižší než hodnota průměru podle Studentova rozdělení. Intervaly spolehlivosti podle Hornovy metody jsou díky většímu pivotovému

rozpětí širší než intervaly spolehlivost vypočtené ze směrodatné odchylky podle Studentova rozdělení.

Jak vyplývá z porovnání výsledků v grafu na obr. 173, na první pohled jsou hodnoty velmi podobné. Ze statistického vyhodnocení podle Studentova rozdělení vyplývá, že vliv atmosférického plazmatu byl prokázán pouze u AR-skleněnými vlákny vyztuženého geopolymeru. U dat zpracovaných Hornovou metodou nebyl významný rozdíl prokázán ani u jedné skupiny vzorků.



Obrázek 173: Porovnání výsledku statistického vyhodnocení meze pevnosti v ohybu

Graf na obr. 174 ukazuje porovnání retenčních poměrů vypočtených z výsledků obou statistických metod. Jde o vyhodnocení nárůstu/poklesu meze pevnosti v ohybu v závislosti na době zrání geopolymerní matrice. Jako počáteční hodnota meze pevnosti byla použita hodnota naměřená po standardní době zrání 30 dnů – P30.



Obrázek 174: Graf zvýšení/snížení meze pevnosti v ohybu; porovnání výsledků statistického vyhodnocení

Graf na obr. 175 ukazuje závislost meze pevnosti v ohybu na době zrání geopolymerních kompozitů, Trendy vyznačené pro jednotlivé typy vláken naznačují průběh pevnosti v delším časovém horizontu. Spojnice trendů jsou lineárního charakteru pro jednodušší vyhodnocení výsledku, Křivky pro geopolymery s výztuží z čedičových a E-skleněných vláken mají trend velmi mírně rostoucí, pro vlákna z ucpávkové keramické příze a R-GF mají trend nerostoucí/neklesající, Vzhledem k tomu, že se hodnoty směrodatných odchylek překrývají, spadají poklesy/nárůsty do chyby měření, V případě geopolymeru vyztuženého AR-skleněnými vlákny je nárůst meze pevnosti před a po ošetření plazmatem podle Studentova rozdělení významný (80 %). V dalších obdobích došlo k postupnému poklesu hodnoty meze pevnosti v ohybu, to naznačuje i příslušná spojnice trendu. Příčinou je s největší pravděpodobností zahájení korozního procesu v důsledku porušení ochranného povlaku – sizingu.



Obrázek 175: Graf závislosti meze pevnosti v ohybu na době zrání – po 30 dnech (P30); po třech měsících od uzrání (P120) a po šesti měsících od uzrání (P210)

5.4.12 Zhodnocení vlivu plazmatické úpravy na povrch výztužných vláken v geopolymerní matrici

Úprava povrchu sekaných vláknových rovingů atmosférickým plazmatem byla provedena za účelem zlepšení adheze geopolymerní matrice vůči vybraným vláknům. Důkazem zlepšení adheze a kvalitativně lepšího mezifázového rozhraní mělo být zvýšení meze pevnosti v ohybu geopolymerních vzorků vyztužených plazmatem ošetřenými vlákny. Tento předpoklad se splnil pouze v případě geopolymerního kompozitu vyztuženého AR-skleněnými vlákny, byl zaznamenán nárůst o 80 %. Po 120 dnech od aplikace plazmatu (P120) byl naměřen 48 % nárůst meze pevnosti v ohybu. V následujícím časovém období P210 byl zaznamenán nárůst o 33 %. Nárůst je vypočtený jako retenční poměr vůči referenční hodnotě (28). Příčinou poklesu je pravděpodobně počínající rozklad sizingu AR-skleněného vlákna, samotné vlákno má zvýšenou rezistenci vůči zásaditému prostředí. Jak ale vyplynulo z předchozích experimentů, dochází i při pokojové teplotě a dlouhodobém působení zásaditého prostředí ke korozi vláken a snižování jejich mechanických vlastností. Provedené srovnání statistického vyhodnocení experimentu podle Studentova rozdělení a Hornovy metody ukázalo, že výsledky – průměr a pivotová polosuma a směrodatná odchylka/pivotové rozpětí jsou velmi podobné. Při použití statistického vyhodnocení podle Studentova rozdělení platí výše uvedený výsledek se zlepšením meze pevnosti v ohybu u vzorku geopolymerní matrice vyztužené AR-skleněnými vlákny. Při použití statistického vyhodnocení podle Hornovy metody rozdíly spadají do chyby měření. Výsledky experimentu byly publikovány v [28, 29]

5.4.13 Dílčí závěr k hodnocení interakce vláken s geopolymerní matricí

Vzorky geopolymerních kompozitů vyztužené krátkými vlákny byly ovlivněné teplotou, vlhkostí a UV. Teplota v kombinaci s vlhkostí ovlivnila jak pevnost v ohybu, tak i porozitu. Zkouška teplotním šokem způsobila zvýšenou křehkost vzorků vlákny nevyztužené geopolymerní matrice. Mez pevnosti v ohybu geopolymerů vyztužených i nevyztužených vlákny byla naměřená vyšší než u vzorků teplotou neovlivněných, ale významnost rozdílu nebyla statisticky potvrzená.

Vzorky po zkoušce mrazuvzdornosti měly mez pevnosti v ohybu vyšší než vzorky neovlivněné. Významný rozdíl byl prokázán u vzorků nevyztužených a vzorků vyztužených AR-skleněnými a čedičovými vlákny.

Zvýšená teplota v kombinaci s vlhkostí snižuje porozitu a s ní související objem pórů. Snížená teplota v kombinaci s vlhkostí způsobila velmi malé změny porozity zkoumaných vzorků.

Rentgenová difrakce neukázala rozdíly ve fázovém složení vzorků geopolymerní matrice s vláknovou výztuží a bez vláknové výztuže. Přestože vzorky byly podrobené různým režimům (teplotní šok, mrazuvzdornost, expozice UV, přirozené stárnutí), nebyly v jejich fázovém složení nalezeny významné rozdíly a ani různé druhy vláken (přes rozkladné procesy) fázové složení geopolymerní matrice neovlivnily. Tribologická zkouška prokázala pozitivní vliv přítomnosti výztužných vláken a zvýšené/snížené teploty na opotřebení geopolymerního kompozitu. Geopolymerní matrice bez výztuže významně zpevnila působením teploty, zvýšila se její otěruvzdornost. Přidaná vlákna otěruvzdornost materiálu ještě víc umocňují.

Při pokusu vylepšit mezifázové rozhraní působením atmosférického plazmatu byl významný progres zaznamenán a potvrzen pouze v případě geopolymerní matrice vyztužené AR-skelněnými vlákny. Zkouška pevnosti v ohybu prokázala, že pevnou vazbu na rozhraní vlákno/matrice lze podpořit a zvýšit. Jak ale ukázaly následující zkoušky realizované s tří a šesti měsíčním odstupem, z dlouhodobého hlediska nemusí být lokální zvýšení pevnosti přínosem.

Pozitivním výsledkem je přítomnost výztužných vláken v geopolymerní matrici jak po zkoušce teplotním šokem, tak po zkoušce mrazuvzdornosti.

5.5 Interakce mezi trojrozměrnou textilní výztuží a geopolymerní matricí

5.5.1 Popis řešené problematiky

Vyztužování geopolymerů textiliemi je obdoba TRC – betonů a cementových matric vyztužených textilní výztuží. Trojrozměrné výztuže jsou jedním z posledních trendů v této oblasti a zkoušení mechanických vlastností slouží nejen k ověření teoretických předpokladů, ale především pro vytváření modelů predikce chování TRC/TRG. Účelem jsou náhrada klasických železobetonových konstrukcí, alternativa k textiliemi vyztuženým betonům a významné snížení nákladů.

5.5.2 Metodika zkoušení výztužných 3D textilií

Experimentálnímu porovnání TRG s různými typy výztuží předcházela výroba zkušebních vzorků s různými typy trojrozměrné výztuže. Prvním důvodem byla snaha získat vlastní zkušenosti

s přípravou kompozitů s geopolymerní matricí vyztuženou 3D textiliemi, druhým důvodem bylo ověření životnosti těchto textilií. Seznam použitých textilií je obsahem kapitoly 4.1.12.

Distanční tkanina je vyráběná z E-skleněných vláken a ta nemají v silně zásaditém prostředí dlouhou životnost. Distanční pletenina se vyrábí z polyesterového multifilamentu a piloty jsou z polyesterového monofilu. I v tomto případě je životnost délkových textilií velkou neznámou. Na obr. 176 je řez geopolymerním kompozitem vyztuženým distanční tkaninou z E-skleněných vláken po roce zrání. V řezu jsou dobře viditelné vrchní i spodní krycí tkaniny spojené stojatými piloty. Obr. 177 ukazuje v horní části obrázku polyesterový multifilament, ze kterého byla upletená filetová vazba horní strany distanční textilie a ve spodní části navazující polyesterové monofilamenty.



Obrázek 176: Skleněná distanční tkanina v geopolymeru

Obrázek 177: PES distanční pletenina v geopolymeru

Koncepce experimentu byla navržená následovně: připravit sadu vzorků geopolymerních kompozitů s trojrozměrnými výztužemi a vzorky po třiceti dnech zrání otestovat na pevnost v ohybu. Výsledky porovnat jednak vzájemně mezi sebou, jednak s výsledky pevnosti v ohybu geopolymerního kompozitu vyztuženého geogridem – plošnou, pro stavební účely běžně používanou výztužnou textilií vyrobenou z čedičových nebo uhlíkových rovingů. Souhrn vlastností textilií, které byly pro experiment použity, prezentuje Tabulka 33.

Výztuže					
Označení	Plošná hmotnost [g/m ²]	Tloušťka [mm]	Spec	ifikace	Materiál
PARAGLASS	840	5,5	tkaná	i distanční textilie	E-skleněné vlákno
WKSF	320	5	osnovní distanční textilie		PES multifil/ PES monofil
GEOMAT	300	9,7	netkaná textilie		PA 6
GEOGRID	375	-	síť, pletená osnovní		čedičový roving
Geopolymerní 1	matrice				
Složka A	Složka B	Plnivo Hustota		Mísící poměr složek	
Baucis K	Aktivátor LK (K ₂ SiO ₃)	Křemičitý ≤ 0,5 mm	písek	4,17 g/cm ³	1:0,9:1

Tabulka 33: Parametry geopolymerních kompozitů s textilní výztuží

Použité 3D výztužné textilie: obr. 63 – distanční tkanina z E-skleněných vláken (WoSF – Woven Spacer Fabric); obr. 64 – distanční osnovní pletenina z polyesterových mono a multifilamentů (WKSF – Warp Knitted Spacer Fabric); obr. 65 – GEOMAT, netkaná textilie z upraveného polyamidu.

5.5.3 Pevnost v tahu trojrozměrných textilií

Pro textilie uvedené v Tabulce 34 byla provedena tahová zkouška podle ČSN EN ISO 13934 Textilie – Tahové vlastnosti plošných textilií – Část 1: Zjišťování maximální síly a tažnosti při maximální síle pomocí metody Strip [155]. Pro zkoušku byly připraveny vzorky všech uvedených textilií v podélném i příčném směru po deseti kusech. Zkouška byla provedena na zkušebním zařízení TIRATEST T2400 (obr. 67, KMI, FT, TUL). Tržná délka vzorků 100 mm, rychlost posuvu čelistí 10 mm/min. Ukončení zkoušky při 50 % poklesu F_{max} . Tabulka 34 prezentuje průměrné hodnoty F_{max} a pevnosti textilií R_{max} v podélném a příčném směru.

	PARAGLASS	WKSF		GEOMAT	
	0° (osnova)	0°(sloupek)	90° (řádek)	0°	90°
F _{max} [N]	4544,3±483,9	639,9±44,6	410,4±7,5	141,6±1,6	37,6±9,1
R _{max} MPa]	16,52±1,76	2,6±0,18	1,6±0,03	0,24±0,01	0,08±0,02

Tabulka 34: Výsledky tahové zkoušky textilií

5.5.4 Vliv zásaditého prostředí na 3D výztužné textilie pomocí SEM analýzy I.

Pro ověření rezistence textilií byly provedeny testy polyesterových mono a multifilamentů a aramidových multifilamentů v zásaditém prostředí. Pro test byly použity nasycený roztok $Ca(OH)_2$ a koncentrát aktivátoru LK – vodní sklo draselné K_2SiO_3 . Zkouška proběhla při RT. Na obr. 178 je jako REF označený neovlivněný vzorek polyesterového monofilamentu; povrch filamentu s hranatým průřezem je hladký, bez prasklin a jiných narušení. Po roce se na povrchu filamentů vysrážely vápenaté inkrustace, které jsou na snímcích SEM velmi dobře rozeznatelné.



Obrázek 178: SEM; polyesterové vlákno, hydroxid vápenatý, 52 týdnů; a) multifilament, b) monofilament



Obrázek 179: SEM; polyesterové vlákno ve vodním skle draselném, 52 týdnů; a), b) monofilament, c) multifilament

Obr. 179 zachycuje změny na povrchu polyesterových filamentů ve vodním skle draselném. Na povrchu vzorku se po třinácti týdnech objevila první porušení, náhodně rozmístěné dírky (obr. 179a). Po padesáti dvou týdnech je povrch filamentů silně zdeformovaný, objevila se porušení povrchu, vlivem rozpouštění se snížil se průměr filamentu tak, jak to uvádí zdroj [92], obr. 179b a 179c.

Problematikou mezifázového rozhraní osnovní distanční pleteniny v samotuhnoucí maltě jako matrici se zabývali Ma a kol. Ve studii [188] se zabývali vlivem hydratace matrice na mechanickou adhezi výztuže (WKSF); použitím SEM analýzy porovnávali mezifázové rozhraní mezi vlákny a matricí v oblastech s různou mírou hydratace a vliv vzniklých strukturních defektů na ukotvení vláken v matrici. Ghorbani a kol. sledovali ve [189] kvalitu a způsob průniku matrice do WKSF výztuže; stanovili lomové mody a detailně zkoumali průnik matrice nejen do meziprostor/distanční části WKSF, ale i vrchní a spodní hraniční vrstvy pleteniny včetně průniku do struktury filamentů. Popsali zapouzdření filamentů a adhezi mezi polyesterovými filamenty a matricí.

Dalším materiálem, u kterého byla v rámci dizertace sladovaná odolnost v zásaditém prostředí, byl aramidový multifilament. V odborné literatuře se uvádí, že aramid má dobrou odolnost v zásaditém prostředí. Aramidový multifilament byl exponovaný po dobu 52 týdnů v hydroxidu vápenatém a vodném skle draselném. Obrázek 180a ukazuje pro porovnání čistý a hladký povrch neovlivněného referenčního vlákna, následující dva snímky ukazují vápenaté inkrustace na povrchu aramidových vláken (obr. 180b) a detail inkrustací (obr. 180c).



Obrázek 180: SEM; aramidové vlákno; a) referenční vzorek, hydroxid vápenatý, 52 týdnů; b) multifilament, c) detail inkrustací



Obrázek 181: SEM; aramidové vlákno v LK, a), b) detail vlákna po 1 roce; c), d) detail vlákna, po 21 měsících

Interakce aramidových vláken s vodným sklem draselným je obsahem obrázku 181. Vlákna byla v interakci s vodným sklem nejprve rok (W52) a potom dalších 9 měsíců (W84). Jak ukazují snímky

na obr. 181 a), b), na povrchu vlákna vznikly drobné, nepravidelně rozmístěné útvary. Po delší expozici nebyly nalezeny významné rozdíly.

5.5.5 Zkoušení pevnosti v ohybu geopolymerních kompozitů s trojrozměrnou výztuží

Jako první byly vyrobeny vzorky geopolymerních kompozitů vyztužených čedičovým geogridem; poměr složek geopolymerní matrice 124 g cementu BAUCIS K, 124 g písku, 112 g vodního skla draselného; jako výztuž byly použity tři vrstvy geosítě nebo jedna vrstva 3D výztuže (parametry Tabulka 20). Přípravu vzorků ukazuje obr. 182. Celkem bylo připraveno po 10 ks vzorků od každého typu výztuže, minimální doba zrání byla 30 dní při RT.

Postup přípravy:

- Vyčištění formy a napuštění všech jejích dílů separačním voskem.
- Příprava vláknové výztuže; nastříhání obdélníků o rozměrech 450×100 mm.
- Naskládání výztuže do formy; součástí formy byly na bočních stranách kovové pláty s 1 mm a 1,5 mm tloušťkou, mezi které se vkládala výztuž tak, aby byl dodržen konstantní odstup mezi jednotlivými vrstvami. Při přípravě vzorků s trojrozměrnou výztuží tato manipulace odpadla, byla použita pouze jedna vrstva textilie.
- Příprava matrice, zalití výztuže ve formě a zabalení vzorků do fólie.
- Eliminace vzduchových bublin, zajištění zatečení matrice použitím vibračního zařízení.
- Vyklopení vzorků z formy a zabalení do fólie; zajištění pomalého schnutí vzorků kvůli eliminaci prasklin v matrici 30 dní při laboratorní teplotě.



Obrázek 182: Příprava kompozitních vzorků vyztužených čedičovou geosítí

Do forem se stejnými rozměry a pevnými bočními stranami byly stejným postupem připraveny vzorky geopolymerních kompozitů vyztužené distanční textilií ze skleněných vláken s distancí 3 mm a 5 mm, distanční pleteninou s distancí 5 mm a vzorky vyztužené netkanou textilií GEOMAT.

5.5.6 Výsledky zkoušené pevnosti v ohybu geopolymerních kompozitů s trojrozměrnou výztuží

Zkoušení pevnosti v ohybu bylo provedeno v laboratoři Katedry materiálu, Fakulty strojní. Parametry zkoušky jsou popsané v příslušném odstavci v kapitole části Zkušební metody a postupy. Pro každou sadu vzorků bylo připraveno deset kusů vzorků. Měření vzorků s plošnou vícevrstvou výztuží (čedičovým geogridem) proběhlo bez komplikací, pro každý vzorek bylo naměřeno jak maximální zatížení F_{max} , tak průhyb vzorku. Průměrné hodnoty maximálního zatížení F_{max} , pevnosti σ_f a průhybu u jsou uvedené v Tabulce 35.

Stejným způsobem a za stejných podmínek bylo provedeno zkoušení vzorků geopolymerního kompozitu vyztuženého distanční tkaninou s distancí 3 mm. Celkem byly odzkoušeny tři kusy vzorků, ale ani jedna zkouška nebyla označena jako platná. Při zatěžování vzorky praskaly v místě kontaktu zatěžovacího prvku se vzorkem (obr. 183), průhyb nebylo možné naměřit. Po ukončení zkoušky se kontrolou zkoušených vzorků zjistilo, že matrice nezatekla do prostor mezi vrchní a spodní vrstvou výztužné textilie (obr. 184), čímž nebyl splněn předpoklad pro přenos síly z matrice na výztužná vlákna.



Obrázek 183: Uspořádání zkoušky; testování WoSF, čtyřbodový ohyb



Obrázek 184: Testovaný vzorek geopolymerní matrice s WoSF 3 mm

Byly připraveny vzorky s distanční tkaninou o tloušťce 5 mm (za dodržení stejných podmínek a parametrů) a byla provedena zkouška pevnosti v ohybu metodou čtyřbodového ohybu. V tomto případě se podařilo naměřit data, ale výsledek nebyl uspokojivý. Ke vzniku prvotní praskliny docházelo v místě kontaktu zatěžovacího prvku a vzorku. Číselná hodnota uvedená v Tabulce 22 jako průhyb není čistý průhyb, ale hodnota posuvu zatěžovacího prvku v mm odečtená při vzniku první praskliny. Obr. 185 ukazuje vznik a šíření trhliny; prakticky se jedná o delaminaci matrice a výztuže. V tomto případě zatekla matrice do distančního meziprostoru pouze při okrajích výztuže, obr. 186. Kvůli špatnému zatečení nedošlo k přenosu síly mezi matricí a výztuží.



Obrázek 185: Delaminace v důsledku ohybového zatížení

Obrázek 186: Testovaný vzorek geopolymerní matrice s WoSF 5 mm

Následný rozbor ukázal, že geopolymerní matrice nezatekla do meziprostoru v distanční textilii (obr. 187a) a nevytvořila se ani dostatečná vazba mezi výztuží a matricí, jak ukazuje odtržení matrice od výztuže na obr. 186 a 187b.

Poznámka: Výsledek experimentu byl autorem publikován na konferenci EAN v roce 2022 [190] Behavior of a Geopolymer Composite System with 3D Fibre Reinforcement.

laduika 55: vysledek zkousky pevnosti v onydu							
	Velikost vzorků	Maximální zatížení F _{max} [N]	Pevnost v ohybu σ_y [MPa]	Průhyb y [mm]			
GEOGRID	400×100×10	$898,3 \pm 141,1$	$26,\!95\pm4,\!23$	$18,2 \pm 2,1$			
PARAGLASS 3 mm	400×100×15	-	-	-			
PARAGLASS 5 mm	400×100×15	$260,\!27 \pm 53,\!60$	$7,80 \pm 1,61$	3,7*			

Souhrn výsledků zkoušky čtyřbodovým ohybem prezentuje Tabulka 35.

Tabulka 35: Výsledek zkoušky pevnosti v ohvbi



Obrázek 187: Geopolymer vyztužený 3D distanční textilií z E- skleněných vláken; a) distanční textilie nezaplněná geopolymerní matricí, b) odtržení matrice a výztuže

Neúspěšný byl i pokus o vyztužení geopolymerní matrice polyesterovou distanční osnovní pleteninou (WKSF) a černou netkanou textilií GEOMAT. V obou případech zatekla matrice bez problémů, obě textilie byly dostatečně porézní (WKSF díky filetové vazbě s otvory po obou stranách a navzdory nízké distanci 5 mm; GEOMAT díky velmi otevřenému uspořádání monofilamentu). Vzorky geopolymerní matrice s WKSF výztuží se i přes velmi pomalé sušení prohnuly, takže je pro zkoušku čtyřbodovým ohybem nebylo možné použít, obr. 188a. Výztuž GEOMAT se vlivem účinku zásaditého prostředí geopolymerní matrice srazila v rozsahu 10–15 %, obr. 188b. Jako výztuž geopolymerní matrice byla vyhodnocena jako nevhodná.



Obrázek 188: Vzorky geopolymerní matrice s 3D textilní výztuží; a) prohnuté vzorky vyztužené osnovní distanční pleteninou, b) rozměrové sražení výztuže GEOMAT v geopolymerní matrici

5.5.7 Vliv zásaditého prostředí na 3D výztužné textilie pomocí SEM analýzy II.

Vzhledem k tomu, že v České republice nejsou na trhu běžně dostupné 3D textilie s implementovanými AR-skleněnými vlákny, byly pro experiment použity komerčně vyráběné a běžně dostupné distanční textilie z jiných druhů vláken. Jak se ukázalo, distanční tkanina z E-skleněných vláken má příliš velkou dostavu (je příliš hustá) a má nízkou distanci. Proto nedošlo k plnému zatečení matrice.

Distanční pleteniny mají vyhovující strukturu (vazbu) a bylo by možné použit i vyšší distance (15 nebo 20 mm). V tomto případě, kdy byla použita distance 5 mm kvůli srovnání s distanční tkaninou a geogridem, došlo k zdeformování vzorků ohybem už v průběhu zrání. Mechanické zkoušky výztuží a výroba TRG byla doplněna testy chemické rezistence v zásaditém prostředí použitých textilií. Textilie byly dlouhodobě vystaveny expozici vodního skla draselného při pokojové teplotě. Obr. 189a ukazuje degradaci polyesterových mono a multifilamentů po 21 měsících. Obr. 189b ukazuje detail monofilamentu a obr. 189c ukazuje detail multifilamentu. Poškození monofilamentu zásaditým prostředím není tak výrazné, jako je tomu u multifilamentů. Ty jsou poškozené velmi významně. Z toho lze usuzovat, že rezistence PES vlákna je závislá na průměru filamentu.



Obrázek 189: SEM; WKSF v LK; a) mono a multifilamenty, b) detail monofilamentu, c) detail multifilamentu

Textilie GEOMAT má distanci 15 mm, volnou otevřenou strukturu tvořenou nepravidelně uspořádaným monofilamentem o tloušťce 0,5 mm a z těchto hledisek je pro vyztužení geopolymerní matrice ideální. Vzhledem k tomu, že nebyla k dispozici informace, ze kterého vlákna je textilie vyrobená, byl proveden test na zařízení Stuart bodotávek, kde byla zjištěna teplota tání 230 °C. S největší pravděpodobností se jedná o modifikovaný monofilament PA 6 (Polyamid 6). Textilie se ale v prostředí geopolymerní matrice srazila, pravděpodobně vlivem chemické interakce mezi monofilamentem a matricí. Obr. 190a ukazuje hladký povrch neovlivněného monofilamentu. Obr. 190b ukazuje povrch monofilamentu po 21 měsících v LK s nepravidelně rozmístěnými útvary.



Obrázek 190: SEM; povrch monofilamentu PA 6; a) referenční neošetřený, b) 21 měsíců v LK

5.5.8 Dílčí závěr k hodnocení interakce 3D výztuže s geopolymerní matricí

Pro výrobu vzorků geopolymerního kompozitu s trojrozměrnou výztuží byly vybrané tři typy textilie dostupné na domácím trhu – distanční tkanina 3 a 5 mm z E-skleněných vláken, distanční osnovní pletenina a textilie GEOMAT. Aby bylo možné připravit vzorky s obdobnými parametry a porovnat vzájemně výsledky zkoušky pevnosti v ohybu, byla použita distance 5 mm. Úměrně tomu bylo přizpůsobené vrstvení geosítě ve srovnávacích vzorcích. Jak se ukázalo při přípravě vzorků, příliš

malá distance a vysoká hustota distančních pilotů bránila v případě distanční tkaniny 3 a 5 mm zatečení geopolymerní matrice do prostoru mezi vrchní a spodní vrstvu textilie. V případě osnovní pleteniny zatekla matrice do výztuže bez komplikací, ale v průběhu zrání se vzorky zdeformovaly. Výztuž z modifikovaného PA monofilamentu (GEOMAT) je nevhodná, výztuž se rozměrově srazila při kontaktu s matricí.

Velmi úzký je i domácí sortiment distančních tkanin ze skleněných vláken, omezuje se pouze na nízké distance a zboží se dováží. Distanční tkanina přichází v úvahu pouze v případě, že bude mít při stávajících distancích významně zredukovaný počet vazných bodů na 1 m² a snížený počet spojovacích pilotů kvůli zatékání matrice.

Co se týče osnovních distančních pletenin, existuje celá škála distancí i vazebních možností a kombinací. Materiál je obvykle polyesterový multifilament (vrchní a spodní část) a polyesterový monofilament (piloty). Potenciál distančních pletenin byl předmětem zájmu publikací [126–128]. V tomto případě je možné využít nabídku např. firmy Tylex Letovice a. s., která distanční pleteniny vyrábí.

Textilie GEOMAT se pro účely vyztužení stavebních materiálů ukázala jako nevhodná.

Při výběru trojrozměrné výztuže jsou hlavními parametry materiál (vláknová výztuž odolná v zásaditém prostředí), vazba horní a spodní krycí textilie, distance (minimálně 10 mm a víc) a počet pilotů.

Jednoznačně nejvhodnější variantou trojrozměrné výztuže by byla distanční textilie vyrobená z uhlíkových vláken kvůli jejich chemické rezistenci v silně zásaditém prostředí. Použití distanční textilie z uhlíkových vláken má ale několik negativních aspektů. Jsou především významně dražší než čedičová a skleněná vlákna. Jsou velmi pevná v tahu (ve směru nejsilnějších vazeb v polymerním řetězci), ale ve všech ostatních směrech namáhání jsou velmi křehká a dochází k jejich snadnému porušení. Často diskutované téma recyklace použitých uhlíkových vláken je v tomto případě řešitelné jejich využitím ve formě plniva (vlákna sekaná nebo mletá) do betonů nebo geopolymerů. Při teplotách nad 500 °C ztrácejí uhlíková vlákna svoje velmi dobré mechanické vlastnosti [87].

Výroba plošných textilií z uhlíkových vláken je z technologického hlediska velmi dobře zvládnutá a sortiment je velmi široký. Situace v oblasti 3D textilií je ale zcela opačná. Ortogonální tkanina (Tabulka 5, [100]) je nevhodná, zatečení geopolymerní matrice do její struktury by bylo realizovatelné jen s velkými obtížemi. Výroba distanční tkaniny z uhlíkových vláken (obdoba textilie PARABEAM, Tabulka 5, [99] naráží na mechanické vlastnosti distančních nití – pilotů. Zatížení tlakem a ohybem by způsobilo popraskání/polámání uhlíkových filamentů. Je možná náhrada pilotů skleněnými nebo čedičovými vlákny (takovou textilii nabízí fa FIBERTECH.Co., LTD.), použití textilie je ale opět omezené životností těchto vláken v zásaditém prostředí. Polyesterový monofilament s průměrem 0,5 mm a vyšším by byl řešením (jak ukázaly výsledky zkoušky odolnosti v zásaditém prostředí) otázkou je, zda je tkanina z této materiálová kombinace z technologického hlediska realizovatelná. Výroba distanční textilie v kombinaci s aramidovými vlákny je také možnost, otázkou je optimální počet/hustota pilotů. Měla by být nastavena tak, aby nedocházelo ke zmenšování distance v důsledku lehání pilotů a aby bylo možné textilii zaplnit matricí. Otázkou u aramidových vláken je také poměrně vysoká cena.

Distanční textilie netkaná (Tabulka 5, [103]) jako trojrozměrná výztuž geopolymerní matrice s konstrukčními ambicemi potenciál nemá. Mechanické vlastnosti jsou oproti tkanině významně horší a také prosycení netkané textilie by bylo komplikované. Přínos netkaných textilií tkví v tom,

že mohou být produktem recyklace už jednou použitých vláken (například z vlákny vyztužených plastů).

Distanční pletenina zátažná (Tabulka 5, [105]) i osnovní (Tabulka 5, [106]) nejsou z uhlíkových vláken vyrobitelné. Ohyb a otěr způsobují až destrukci uhlíkových rovingů; co se týče pilotů, situace by byla obdobná jako u tkanin. Běžným sortimentem osnovních pletených textilií z uhlíkových rovingů používaných jako kompozitní výztuže jsou 2D geogridy (používané ve stavebnictví) a multiaxiální textilie (polymerní kompozity, Tabulka 5, [107]).

Vhodnou variantou trojrozměrné výztuže je distanční textilie se sítí z AR-skleněných vláken popsaná v [121, 130], která konstrukčně vychází z geogridů. Textilie ale není běžně komerčně dostupná a její výroba je významně ztížená mechanickými vlastnostmi AR-skleněných vláken, která jsou díky povrchové úpravě významně tužší než obvykle používané typy skleněných vláken. Výroba textilních 2D nebo 3D výztuží z AR-skleněného vlákna není běžná ani obvyklá. Výroba v rešerši popsané distanční textilie navíc vyžaduje dvoulůžkový rašl se systémem MSUS pro vkládání útku na obou lůžkách. Jinou variantou je použití takové textilní technologie, při které bude minimalizovaný ohyb při zpracování délkové textilie z AR-skleněných vláken a její tření o vodící elementy. Stejný typ textilie by bylo možné vyrobit z vláken uhlíkových; jednoduchá technologie umožňuje vkládat uhlíkové rovingy bez namáhání ohybem, vazné body jsou dostatečně pevné, distanci zajišťují polyesterové monofilamenty s dostatečným průměrem. Cena za jednotku uhlíkových vláken je vyšší než za jednotku vláken antikorozních, rozdíl ale není tak propastný jako u vláken čedičových nebo E-skleněných v porovnání s uhlíkovými vlákny.

6 Závěr

Dizertační práce s názvem "Studium interakce vláknové disperze v kompozitech s geopolymerní matricí" řeší aktuální problematiku odolnosti textilních výztuží v zásaditém prostředí stavebních materiálů. Klasické stavební materiály jako betony a cementové směsi jsou alternovány geosilikáty, tradiční kovové výztuže jsou substituovány textilními výztužemi nebo vlákny vyztuženými kompozitními útvary. Náhrada klasických betonů geopolymerními materiály s aditivy přináší řadu výhod, od prodloužení životnosti staveb, vylepšení mechanických vlastností, teplotní a chemické odolnosti až po úsporu finanční a energetickou, včetně účinných řešení recyklace materiálů po ukončení životnosti. Textilní výztuže zahrnují výrobky z především technických vláken typu sklo, čedič, uhlík, aramid; technologicky se jedná o sekaná vlákna, výztuže tkané, pletené, netkané a splétané; dvoj- i trojrozměrné.

Dosavadní poznatky v oblasti odolnosti nebo životnosti vláknových výztuží jsou založené především na zkouškách zrychleného stárnutí. Jejich principem je reakce mezi vlákny a prostředím o definované koncentraci a teplotě po přesně stanovenou dobu. Pro sledování procesu koroze /degradace vláknové výztuže existuje řada obvykle používaných metod, na základě kterých byl popsán korozní proces v zásaditém prostředí pro vlákna minerálního typu. Proces tvorby povrchové vrstvy s přechodem do korozní skořápky je charakteristický typickými projevy, které zahrnují změny v hmotnostním zastoupení prvků podílejících se na složení vláken, mechanických vlastností výztuže a snižování hmotnosti a průměru vlákna. Pro predikci životnosti TRC/TRG pak slouží celá řada modelů a metod.

Experimentální část dizertační práce je principem založená na zkouškách zrychleného stárnutí. Všechny popsané exoerimenty proběhly při pokojové teplotě (RT), výsledky přináší informace o stárnutí vláknové výztuže (vláknových rovingů) v zásaditém prostředí v reálném čase. V důsledku to znamená, že koncentrace prostředí/roztoků byla použita maximální možná (jako v geopolymerní, nebo betonové směsi), doba expozice byla nastavena po týdnech až do jednoho roku, rovingy byly použity včetně ochranného sizingu. Jak ukázaly výsledky měření a obrazové analýzy, i v případě expozice významně nižší teplotou (RT) dochází k poklesu pevnosti v tahu, hmotnosti vláken, k tvorbě povrchové vrstvy na vláknech a k poklesu průměru vláken. Významný rozdíl je v tom, že u vláken exponovaných ve vodních sklech nepřechází povrchová vrstva do korozní skořápky (tak jak je popsaná v literární rešerši při expozici hydroxidem sodným), protože ani v jednom případě nebyla SEM analýzou identifikovaná a nebyly nalezeny ani její zbytky. S největší pravděpodobností dochází působením vodního skla při RT k pomalému rozpouštění povrchové vrstvy vláken. Jako další z prostředí byl použitý nasycený roztok Ca(OH)2; na povrchu všech typů zkoumaných skleněných vláken byla pozorována korozní skořápka, jejíž nejvýznamnější složkou jsou vápenaté produkty vzniklé reakcí roztoku a chemických složek vláken. Pro srovnání byla použita i destilovaná voda, která způsobuje především změnu soudržnosti vláknového rovingu a snížení pevnosti v tahu u sledovaných vzorků. Rozsáhlý experiment při řešení dizertační práce vyústil v návrh, sestavení a statistické ověření Metodiky hodnocení vláken obrazovou analýzou, která je založená na měření průměru vláken a jeho statistickém vyhodnocení. Metodika hodnocení vláken v porovnání s obdobným vyhodnocením měření úbytku hmotnosti prokázala dobrou shodu v případech, že hmotnosti a průměry vláken klesají s dobou expozice.

Souběžně se sledováním chování vláknových rovingů v zásaditém prostředí, bylo připraveno množství kompozitních geopolymerních vzorků vyztužených sekanými vlákny a rovingy. Vzorky byly ovlivněny vyšší i nízkou teplotou, UV zářením, vlhkostí a obvyklým cyklem střídání ročních

období (včetně teploty a vlhkosti). Vzorky byly podrobeny celé řadě zkoušek, které potvrdily zlepšení mechanických vlastností (mez pevnosti v ohybu, porozita, opotřebení a fázové složení) především vlivem působení nízké teploty. Byl proveden i experiment, při kterém byla vlákna ošetřena atmosférickým plazmatem; přínosem mělo být zkvalitnění mezifázového rozhraní mezi výztuží a matricí podpořené zlepšením ohybových vlastností. Předpoklad nebyl dostatečně potvrzen.

V poslední etapě řešení dizertační práce byl proveden experiment zaměřený na mechanické vlastnosti geopolymerních kompozitů vyztužených trojrozměrnými výztužemi ze zkoumaných vláken. Nepodařilo se vyrobit dostatečné množství vzorků s porovnatelnými parametry (k dispozici byly pouze v ČR komerčně dostupné typy trojrozměrných výztuží) ve vyhovující kvalitě, proto tato část experimentu nemá kladný výstup.

Rešeršní část práce zasahuje do celé řady oblastí, stejně tak realizace experimentální části dizertační práce. Výzkum lze označit jako mezioborový, zasahuje jak do materiálových oborů strojírenských i textilních. Nejvýznamnějším přínosem práce je především vývoj Metodiky hodnocení vláken obrazovou analýzou. Dalšími přínosy jsou dílčí poznatky v oblasti interakce polyesterových a aramidových vláken se zásaditým prostředím (dokladované SEM analýzou povrchu vláken) a změny mechanického chování geopolymerní matrice vyztužené vlákny vlivem teploty. Popsané výstupy mohou sloužit k rozvoji a prohloubení poznatků, stejně jako k návrhu nových materiálových kombinací použitelných ve stavebnictví. Výsledky práce jsou přínosem jak pro teorii, tak i pro praxi v oblasti materiálového inženýrství.

6.1 Přínosy práce

Mezi přínosy dizertační práce jednoznačně patří:

- Studie odolnosti AR a E-skleněných rovingů při dlouhodobé expozici v zásaditém prostředí při pokojové teplotě; odolnost byla hodnocena pomocí celé řady postupů a metod.
- V průběhu vyhodnocování odolnosti vláken byla navržena Metodika hodnocení vláken obrazovou analýzou. První část Metodiky byla ověřena statisticky na základě výsledků měření.
- Práce rozšířila poznatky o změnách na povrchu polyesterových a aramidových vláken při interakci se silně zásaditým prostředím.
- Výsledky mechanických vlákny vyztužených geopolymerních kompozitů ukázaly, že snížená/zvýšená teplota významně ovlivňuje mechanické vlastnosti kompozitu, aniž by docházelo ke změně fázového složení. Výsledky doplňujících zkoušek porozity a opotřebení byly potvrzeny vypočtenými hodnotami modulu pružnosti v ohybu.
- Vliv úpravy povrchu vláken atmosférickým plazmatem za účelem zvýšení adheze na rozhraní vlákno/matrice nebyl prokázán.
- Použití trojrozměrných, komerčně dostupných 3D textilií se shodnou distancí jako výztuže geopolymerní matrice nepřineslo kladné výsledky. Nicméně ukázalo možný nový směr vývoje trojrozměrných tkanin a pletenin pro technické a specificky stavební aplikace jak v rovině konstrukce struktury, tak v rovině materiálů a jejich úpravy.

6.2 Doporučení

Realizací celé řady experimentů a jejich vyhodnocením se objevila celá řada nových otázek v oblasti využití vlákny vyztužených geopolymerních kompozitů. Jak vyplývá z přínosů práce, další směry výzkumu mohou být následující:

- Pokračování ve vývoji Metodiky hodnocení vláken pomocí analýzy obrazu sledováním degradace vláken v agresivním prostředí; části Metodiky týkající se měření tloušťky korozní vrstvy a drsnosti povrchu vláken vyžadují realizaci nového, úzce zaměřeného experimentu a statistické ověření výsledků.
- Využití dalších typů 3D textilií vyrobených z technických vláken pro vyztužení geopolymerní matrice. Definovat výrobní postup kompozitu s trojrozměrnou výztuží. Na základě zkoušení a hodnocení vlastností stanovit podmínky pro modelování chování těchto kompozitů metodou konečných prvků.
- Návrh vazby trojrozměrné distanční textilie se začleněním AR-skleněných vláken s možností realizace běžně dostupnou textilní technologií, např. na stroji bez zařízení pro vkládání frontálního útku.

7 Seznam použité literatury, reference

- [1] KOŠKOVÁ, Bohumila a TOMKOVÁ Blanka. *Work, finish, publish...* Technická Univerzita v Liberci, Liberce 2003. ISBN 80-7083-700-4.
- [2] DOSTALOVÁ, Miroslava a Kateřina KŘIVÁNKOVÁ. Základy textilní a oděvní výroby. Technická Univerzita v Liberci. Liberec 1998. ISBN 80-7083-306-8.
- [3] VYKOUKAL, Michal. Využití konverze geopolymerních pojiv k výrobě jader. Ostrava, 2019 [cit. 2023-06-18]. Dostupné z: http://hdl.handle.net/10084/139032. Disertační práce. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava.
- [4] ŠKVÁRA, František, Pavel SVOBODA, Josef DOLEŽAL, Lubomír KOPECKÝ a Rostislav ŠULC. *Geopolymerní beton (také starověký materiál)*. Dostupné z: http://old.vscht.cz/sil/pojiva/Geopolymerni beton starovek.pdf.
- [5] DAVIDOVITS, Joseph. Properties of Geopolymer Cements. Published in Proceedings First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, Scientific Research Institute on Binders and Materials, Kiev State Technical University, Kiev, Ukraina, 1994, pp. -148. Dostupné z: www.geopolymer.org.
- [6] ĎURÁK, Marián. *Zlepšování užitných vlastností geosilikátů pomocí vlákenných plniv*. Liberec, 2017. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z: https://dspace.tul.cz.
- [7] NIEDERLE, Pavel. Náhrada metakaolinu jako suroviny pro výrobu geopolymerů. Olomouc, 2014. diplomová práce (Mgr.). Univerzita Palackého v Olomouci. Přírodovědecká fakulta. Dostupné z: https://theses.cz/id/dpc5ge.
- [8] GILLAR, Václav. Geopolymery: výroba, vlastnosti a použití. Ostrava, 2013. Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava. Hornicko-geologická fakulta. Dostupné z: https://dspace.vsb.cz/handle/10084/98357.
- [9] SEDLAŘÍK, Pavel. *Fyzikálně-chemické vlastnosti geopolymerů*. Zlín, 2006. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Fakulta technologická. Dostupné z: https://theses.cz/id/ake5ml.
- [10] DUFKOVÁ, Iva. *Hodnocení vybraných vlastností geosilikátů*. Liberec, 2021. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z: https://dspace.tul.cz.
- [11] DUFKOVÁ, Iva. *Speciální kompoztiní materiály pro stavebnictví*. Liberec, 2011. Technická Univerzita v Liberci. Dostupné z: https://dspace.tul.cz.
- [12] ŘEZNÍK, Bohuslav. Geopolymery na bázi elektrárenských popílků a cihelného střepu. Brno,
 2014 [cit. 2023-06-18]. Dostupné z: http://hdl.handle.net/11012/136957. Disertační práce.
 Vysoké učení technické v Brně. Fakulta stavební. Ústav chemie. Vedoucí práce Pavla Rovnaníková.
- [13] DAVIDOVITS, Joseph. *Geopolymer: chemistry & applications*. 5th ed. Saint-Quentin: Institut Géopolymère, 2020. ISBN 978-2-9544531-1-8.
- [14] ALBLOVÁ, Nikol. Vlastnosti materiálů na bázi alkalicky aktivovaného cihelného prachu. Praha, 2017. ČVUT v PRAZE, Fakulta stavební, Katedra materiálového inženýrství a chemie. Dostupné z: https://dspace.cvut.cz/handle/10467/68030
- [15] CZ2007115A3 *Dvousložkové geopolymerní pojivo a způsob jeho výroby.* 2009. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/CZ2007115A3/en.
- [16] CZ300134B6 *Dvousložkové geopolymerní pojivo a způsob jeho výroby*. 2009. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/CZ300134B6/cs.

- [17] EHRENSTEIN, Gottfried W. Polymerní kompozitní materiály. V ČR 1. vyd. Přeložil Karel DOLEČEK, přeložil Jaroslav PADOVEC, přeložil Josef KABELKA. Praha: Scientia, 2009. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [18] AGARWAL, Bhagwan D. a Lawrence J. BROUTMAN. *Vláknové kompozity*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1987. ISBN 0421787.
- [19] NECKÁŘ, Bohumil. Příze tvorba, struktura, vlastnosti. SNTL Praha, 1990.
- [20] NECKÁŘ Bohuslav. *Structural theory of fibrous assemblies and yarns*. Part 1, Structure of fibrous assemblies. 2003.
- [21] KOVÁŘ, Radko. *Struktura a vlastnosti plošných textilií*. Liberec: Technická Univerzita v Liberci, 2003. ISBN 80-7083-676-8.
- [22] Uhlíková vlákna sekaná 3 mm. Dostupné z: https://www.havelcomposites.com/cs/produkty/uhlikova-vlakna-sekana-3mm-2747-4807. Listopad 2022.
- [23] Anti-Crak® HD. Dostupné z: https://www.sklocement.cz/sklenena-vlakna-cem-fil/anticrak-hd/. Červen 2022.
- [24] Čedičová vlákna. Dostupné z: www.basalt.today. Listopad 2022.
- [25] Aramidová vlákna. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Aramidov%C3%A1_vl%C3%A1kna#/media/Soubor:Aramid fiber2.jpg. Červen 2022.
- [26] ČECH, Vladimír. New Progress in Composite Interphases: A Use of Plasma Technologies.
 Proc. FRC Newcastle: Woodhead Publ. 2000, 246–252. ISSN ISBN 1–85573–550–4.
- [27] ČECH, Vladimír. *Řízená mezifáze v dlouhovláknových polymerních kompozitech*. Sborník konference Vyztužené plasty, Karlovy Vary. 1999, str. 98-105.
- [28] RYVOLOVÁ, Martina a Totka BAKALOVA. *Vliv atmosférického plazmatu na adhezi mezi vlákny a matricí v geopolymerních kompozitech*. Jemná optika a mechanika, 2021. pp. 249–253. ISSN 0447-6441.
- [29] RYVOLOVA, Martina a Totka BAKALOVA. Influence of Atmospheric Plasma on Mechanical Strength Fober Reinforced Geopolymer Composite. EAN 2021 - 59th International Scientific Conference on Experimental Stress Analysis – Book of full papers. Praha: Czech Technical University, 2022, s. 197–201. ISBN 978-80-01-06885-4.
- [30] CLYNE, Trevor William; HULL, Derek. *An introduction to composite materials* [online]. Cambridge university press, 2019.
- [31] SHARPE, H. Luis. Interfaces, interphases and adhesion. Antalya: Antalya/Kerner, Kluwer Academic Publ, 1993. Proc. NATO ASI, The Interfacial Interactions in Polymeric Composites, Series E Applied Science. ISBN 978-94-011-1642-8.
- [32] KIM, Jang-Kyo and Yiu-Wing MAI. *Engineerd interface in fiber reinforced composites* [online]. 1st ed. Amsterodam: Elsiever, 1998. ISBN 97800804269526.
- [33] BUREŠ, Petr. *Návrh metodiky pro zjišťování adhezních vlastností vozovek*. Pardubice, 2015. Univerzita Pardubice. Dostupné z: doc.pub/queue/univerzita-pardubice-dopravni-fakultajana-perneradb87c6d51bd47b68f0e2d6dab74ebe9043309.html.
- [34] CECH, Vladimir, Erik PALESCH a J. LUKES. The glass fiber-polymer matrix interface/interphase characterized by nanoscale imaging techniques. Composites Science and Technology. 2013, 83, 22–26. ISSN 02663538. Dostupné z: doi: 10.1016/j.compscitech.2013.04.014

- [35] KNOB Antonín. Plazmochemické zpracování vláknových výztuží pro polymerní kompozity.
 Brno, 2012. Vysoké učení technické v BRNĚ. Dostupné z: https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/4686/final-thesis.pdf?sequence=-1
- [36] DROBILÍK, Michal. Organosilany a jejich aplikační možnosti. Zlín, 2015. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Dostupné z: http://digilib.k.utb.cz/handle/10563/33745.
- [37] LOU, Keke, Aihong KANG, Peng XIAO, Zhengguang WU, Bo LI a Xinyue WANG. Effects of basalt fiber coated with different sizing agents on performance and microstructures of asphalt mixture. Construction and Building Materials [online]. 2021, 266, 121155. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.121155
- [38] AMBROŽOVÁ, Zlata. *Povrchové úpravy uhlíkových vláken*. Technická Univerzita v Liberci, 2018. Dostupné z: https://dspace.tul.cz/handle/15240/86594.
- [39] IVASHCHENKO, Olena. Sizing and finishing agents for basalt and glass fibers [online]. Theoretical Foundations of Chemical Engineering. 2009, 43(4), 511–516. ISSN 0040-5795, 1608-3431. Dostupné z: doi:10.1134/S0040579509040277
- [40] INAGAKI, Norihiro. *Plasma Surface Modification and Plasma Polymerization* [online]. Lancaster: Technomic Publishing Company, 1996. ISBN 1-56676-337-1.
- [41] LI, Rongzhi, Lin YE a Yiu-Wing MAI. *Application of plasma technologies in fibrereinforced polymer composites* [online]. Composites Part A. 1997(vol. 28), 73–86.
- [42] WU, G. M. Oxygen plasma treatment of high performance fibers for composites [online]. Materials Chemistry and Physics. 2004(vol. 85), 81–87.
- [43] MENŠÍKOVÁ, Pavla. Chemická odolnost skleněných a čedičových vláken. Technická Univerzita v Liberci, 2008. Dostupné z: https://dspace.tul.cz/handle/15240/3737.
- [44] Chemical composition glass fibers [online]. [vid. 2022-03-01]. Dostupné z: https://www.asminternational.org/documents/10192/1849770/06781G_p27-34.pdf.
- [45] ACAR, Volkan, Ferit CAKIR, Elif ALYAMAÇ a M. Özgür SEYDIBEYOĞLU. 8 Basalt fibers. In: M. Özgür SEYDIBEYOĞLU, Amar K. MOHANTY a Manjusri MISRA, ed. Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites. Woodhead Publishing, 2017 Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, s. 169–185. ISBN 978-0-08-101871-2. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-101871-2.00008-4.
- [46] GOTTWALDOVÁ, ANETA. Studium vlastností cementových kompozitů s rozptýlenou výztuží z anorganických vláken. Vysoké učení technické v BRNĚ. Brno, 2019. Dostupné z: https://www.vut.cz.
- [47] ZINCK, Philippe, M. PAY, R. REZAKHANLOU a Jean-François GERARD. Mechanical characterisation of glass fibres as an indirect analysis of the effect of surface treatment [online]. Journal of Materials Science. 1999, 34, 2121–2133. Dostupné z: doi:10.1023/A:1004572112470.
- [48] ZINCK, P., E. MÄDER a J. F. GERARD. Role of silane coupling agent and polymeric film former for tailoring glass fiber sizings from tensile strength measurements [online]. Journal of Materials Science. 2001, 36(21), 5245–5252. Dostupné z: doi:10.1023/A:1012410315601.
- [49] COX, G. A. a B. A. FORD. The long-term corrosion of glass by ground-water [online]. Journal of Materials Science]. 1993, 28(20), 5637–5647. ISSN 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/BF00367840.
- [50] SCHEFFLER, C., S. L. GAO, R. PLONKA, E. MÄDER, S. HEMPEL, M. BUTLER a V. MECHTCHERINE. Interphase modification of alkali-resistant glass fibres and carbon fibres for textile reinforced concrete I: Fibre properties and durability [online]. Composites Science and Technology. 2009, 69(3), 531–538. ISSN 0266-3538. Dostupné z: doi: 10.1016/j.compscitech.2008.11.027.
- [51] KOPECSKÓ, Katalin. Durability of glass fibers [online]. Conference: 6th International RILEM Symposium on Fibre-Reinforced Concretes (FRC), Varenna, ItalyVolume: RILEM PRO39 2004.
- [52] HTTPS://WWW.MEDIAHEROES.CZ, Michal Hanč-Media Heroes s r o. BTTO s.r.o. -Proplétací stroje a skleněné příze [vid. 2022-03-13]. Dostupné z: https://www.btto.cz/cs.
- [53] Glass Fibers. [vid. 2022-03-13]. Dostupné z: https://www.asminternational.org/documents/10192/1849770/06781G p27-34.pdf.
- [54] BASHIR, S. T., L. YANG, J. J. LIGGAT a J. L. THOMASON. Kinetics of dissolution of glass fibre in hot alkaline solution [online]. Journal of Materials Science. 2018, 53(3), 1710– 1722. ISSN 0022-2461, 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-0171627z
- [55] WANG, Qingxuan, Yining DING a Norbert RANDL. Investigation on the alkali resistance of basalt fiber and its textile in different alkaline environments [online]. Construction and Building Materials. 2021, 272, 121670. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.121670.
- [56] LI, Benben, Haibei XIONG, Jiafei JIANG a Xiangxiang DOU. Tensile behavior of basalt textile grid reinforced Engineering Cementitious Composite [online]. Composites Part B: Engineering. 2019, 156, 185–200. ISSN 1359-8368. Dostupné z: doi: https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.08.059.
- [57] LI, Zongze, Haitang ZHU, Chengxiang DU, Danying GAO, Jiansong YUAN a Chengcheng WEN. Experimental study on cracking behavior of steel fiber-reinforced concrete beams with BFRP bars under repeated loading [online]. Composite Structures. 2021, 267, 113878. ISSN 02638223. Dostupné z: doi: 10.1016/j.compstruct.2021.113878.
- [58] LEE, Jung Jin, Jiyeon SONG a Hodong KIM. Chemical stability of basalt fiber in alkaline solution [online]. Fibers and Polymers. 2014, 15(11), 2329–2334. ISSN 1229-9197, 1875-0052. Dostupné z: doi:10.1007/s12221-014-2329-7.
- [59] SCHEFFLER, C., S. ZHANDAROV a E. MÄDER. Alkali resistant glass fiber reinforced concrete: Pull-out investigation of interphase behavior under quasi-static and high rate loading [online]. Cement and Concrete Composites. 2017, 84, 19–27. Dostupné z: doi: 10.1016/j.cemconcomp.2017.08.009.
- [60] LIPATOV, Y.V., S.I. GUTNIKOV, M.S. MANYLOV, E.S. ZHUKOVSKAYA a B.I. LAZORYAK. High alkali-resistant basalt fiber for reinforcing concrete. Materials and Design [online]. 2015, 73, 60–66. Dostupné z: doi: 10.1016/j.matdes.2015.02.022.
- [61] SCHEFFLER, C., T. FÖRSTER, E. MÄDER, G. HEINRICH, S. HEMPEL a V. MECHTCHERINE. Aging of alkali-resistant glass and basalt fibers in alkaline solutions: Evaluation of the failure stress by Weibull distribution function [online]. Journal of Non-Crystalline Solids. 2009, 355(52), 2588–2595. ISSN 0022-3093. Dostupné z: doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2009.09.018.
- [62] TANG, Chunhong, Hao JIANG, Xu ZHANG, Guangyao LI a Junjia CUI. Corrosion Behavior and Mechanism of Basalt Fibers in Sodium Hydroxide Solution [online]. Materials. 2018, 11(8), 1381. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma11081381.

- [63] ZHOU, L., Y. ZHENG a S.E. TAYLOR. Finite-element investigation of the structural behavior of basalt fiber reinforced polymer (BFRP)- Reinforced Self-Compacting Concrete (SCC) decks slabs in Thompson Bridge [online]. Polymers. 2018, 10(6). Dostupné z: doi:10.3390/polym10060678.
- [64] WU, Gang, Xin WANG, Zhishen WU, Zhiqiang DONG a Guangchao ZHANG. Durability of basalt fibers and composites in corrosive environments [online]. Journal of Composite Materials. 2015, 49(7), 873–887. ISSN 0021-9983, 1530793X. Dostupné z: doi:10.1177/0021998314526628.
- [65] LIPATOV, Yakov V., Sergey I. GUTNIKOV a Bogdan I. LAZORYAK. Zr-rich basalt continuous fibers with increased alkali resistant properties [online]. Construction and Building Materials. 2021, 288, 123089. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.123089.
- [66] YING, Shuni a Xiaodong ZHOU. Chemical and thermal resistance of basalt fiber in inclement environments [online]. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. 2013, 28(3), 560–565. ISSN 1993-0437. Dostupné z: doi:10.1007/s11595-013-0731-4.
- [67] FÖRSTER, T., C. SCHEFFLER, E. MÄDER, G. HEINRICH, D. A. JESSON a J. F. WATTS. Dissolution behaviour of model basalt fibres studied by surface analysis methods [online]. Applied Surface Science. 2014, 322, 78–84. ISSN 0169-4332. Dostupné z: doi: 10.1016/j.apsusc.2014.10.058.
- [68] RYBIN, V.A., A.V. UTKIN a N.I. BAKLANOVA. Corrosion of uncoated and oxide-coated basalt fibre in different alkaline media [online]. Corrosion Science. 2016, 102, 503–509. ISSN 0010938X. Dostupné z: doi: 10.1016/j.corsci.2015.11.004.
- [69] Tensile behavior contrast of basalt and glass fibers after chemical treatment | Elsevier Enhanced Reader [online]. [vid. 2022-03-14]. Dostupné z: doi: 10.1016/j.matdes.2010.04.009.
- [70] COUSIN, P., M. HASSAN, P.V. VIJAY, M. ROBERT a B. BENMOKRANE. Chemical resistance of carbon, basalt, and glass fibers used in FRP reinforcing bars [online]. Journal of Composite Materials. 2019, 53(26–27), 3651–3670. Dostupné z: doi:10.1177/0021998319844306.
- [71] DWIGHT, D.W. a S. BEGUM. *Glass Fiber Reinforcements*. 2016. ISBN 978-0-12-803581-8. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-803581-8.03812-1.
- [72] ARABI, Nourredine, Laurent MOLEZ a Damien RANGEARD. Durability of Alkali-Resistant Glass Fibers Reinforced Cement Composite: Microstructural Observations of Degradation [online]. Periodica Polytechnica Civil Engineering. 2018 [vid. 2022-03-01]. ISSN 1587-3773, 0553-6626. Dostupné z: doi:10.3311/PPci.10631.
- [73] US3861927 Alkali resistant glass fibers [online]. [vid. 2021-06-29]. Dostupné z: https://patentimages.storage.googleapis.com/60/12/b0/5a90f84db65f60/US3861927.pdf
- [74] OHTOMO, Koichiro a Takuji YOSHIMURA. Alkali-resistant glass composition and glass fibers made therefrom, [online]. US4067744A. 10. leden 1978. [vid. 2022-03-13]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US4067744A/en.
- [75] COCKRAM, David R. a Kenneth M. FYLES. Alkali-resistant glass fibres [online]. US4330628A. 18. květen 1982. [vid. 2022-03-13]. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US4330628A/en?oq=DAVID%2c+R.+Alkaliresistant+glass+fibres.+US4330628A.

- [76] YILMAZ, V. T. Chemical attack on alkali-resistant glass fibres in a hydrating cement matrix: characterization of corrosion products. Journal of Non-Crystalline Solids [online]. 1992, 151(3), 236–244. ISSN 0022-3093. Dostupné z: doi:10.1016/0022-3093(92)90035.
- [77] Anticorrosion glass fibers. www.owenscorning.com. Leden 2023.
- [78] HELEBRANT, Ales. Kinetics of Processes Modeling Corrosion Of Glass Fibers Mixed Into Concrete. Ceramics – Silikaty [online]. 2017, 163–171. ISSN 1804-5847, 08625468. Dostupné z: doi:10.13168/cs.2017.0012.
- [79] CHEN, Jeffrey J., Jeffrey J. THOMAS, Hal F. W. TAYLOR a Hamlin M. JENNINGS. Solubility and structure of calcium silicate hydrate. Cement and Concrete Research [online].
 2004, 34(9), H. F. W. Taylor Commemorative Issue, 1499–1519. ISSN 0008-8846. Dostupné z: doi: 10.1016/j.cemconres.2004.04.034.
- [80] OKA, Y., K. S. RICKER a M. TOMOZAWA. Calcium Deposition on Glass Surface as an Inhibitor to Alkaline Attack. Journal of the American Ceramic Society [online]. 1979, 62(11– 12), 631–632. Dostupné z: doi: https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1979.tb12751.x.
- [81] MAJUMDAR, A. J., J. M. WEST a L. J. LARNER. Properties of glass fibres in cement environment. Journal of Materials Science [online]. 1977, 12(5), 927–936. ISSN 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/BF00540975.
- [82] MOCEIKIS, Rimvydas, Asta KIČAITĖ, Gintautas SKRIPKIŪNAS a Aleksandrs KORJAKINS. Ageing Models and Accelerated Ageing Tests of Glass Fiber Reinforced Concrete. Engineering Structures and Technologies [online]. 2018, 10(1), 10–17. ISSN 2029882X, 2029-8838. Dostupné z: doi:10.3846/est.2018.1467.
- [83] ORLOWSKY, J., M. RAUPACH, H. CUYPERS a J. WASTIELS. Durability modelling of glass fibre reinforcement in cementitious environment. Materials and Structures [online]. 2005, 38(2), 155–162. ISSN 1359-5997, 1871-6873. Dostupné z: doi:10.1007/BF02479340.
- [84] PURNELL, P. a J. BEDDOWS. Durability and simulated ageing of new matrix glass fibre reinforced concrete. Cement and Concrete Composites [online]. 2005, 27(9–10), 875–884. ISSN 09589465. Dostupné z: doi: 10.1016/j.cemconcomp.2005.04.002.
- [85] ENDLEROVÁ, Simona. *Vlastnosti uhlíkových vláken*. Technická Univerzita v Liberci, 2009. Dostupné z: https://dspace.tul.cz/handle/15240/4009.
- [86] KUČEROVÁ, Barbora. *Uhlíková vlákna a jejich užití v medicinálních aplikacích*. Univerzita Pardubice, 2019. Dostupné z: https://dk.upce.cz/handle/10195/73939.
- [87] ZÖLLNER, Mareen, Holger LIEBERWIRTH, Philipp KEMPKES a Ansgar FENDEL. Thermal resistance of carbon fibres/carbon fibre reinforced polymers under stationary atmospheric conditions and varying exposure times. Waste Management [online]. 2019, 85, 327–332. ISSN 0956053X. Dostupné z: doi: 10.1016/j.wasman.2018.12.027.
- [88] MILITKÝ, Jiří. *Textilní vlákna: klasická a speciální*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2002. ISBN 978-80-7083-644-6.
- [89] *Kevlar*® *Aramid Fiber Technical Guide*. Dostupné z: https://www.dupont.com. Leden 2023.
- [90] Aramid. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Aramid. Leden 2023.
- [91] *Aramid fibers*. Dostupné z: www.teijinaramid.com. Leden 2023.
- [92] CHLÁDKOVÁ, Andrea. *Povrchová degradace polyesteru* [online]. Technická Univerzita v Liberci, 2007. Dostupné z: https://dspace.tul.cz
- [93] MILITKÝ, Jiří a Vladimír KOVAČIČ. *Chemical Degradation of Basalt Fibers*. 2009.

- [94] KRAUKLIS, Andrey E. a Andreas T. ECHTERMEYER. Long-Term Dissolution of Glass Fibers in Water Described by Dissolving Cylinder Zero-Order Kinetic Model: Mass Loss and Radius Reduction. Open Chemistry [online]. 2018, 16(1), 1189–1199. ISSN 2391-5420. Dostupné z: doi:10.1515/chem-2018-0133.
- [95] MOURITZ, A.P., M.K. BANNISTER, P.J. FALZON a K.H. LEONG. Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing [online]. 1999, 30(12), 1445–1461. ISSN 1359835X. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-835X(99)00034-2.
- [96] GRIES, Thomas, Isa BETTERMANN, Carolin BLAUROCK, Andreas BÜNDGENS, Gözdem DITTEL, Caroline EMONTS, Valentine GESCHÉ, Nikola GLIMPEL, Martin KOLLOCH, Niels GRIGAT, Henning LÖCKEN, Alexander LÖWEN, Jens-Lennart JACOBSEN, Magdalena KIMM, Hannah KELBEL, Hauke KRÖGER, Kai-Chieh KUO, Christoph PEINER, Johannes SACKMANN a Max SCHWAB. *Aachen Technology Overview of 3D Textile Materials and Recent Innovation and Applications*. Applied Composite Materials [online]. 2022, 29(1), 43–64. ISSN 0929189X, 1573-4897. Dostupné z: doi:10.1007/s10443-02210011w
- [97] SOBHEY, Said. Development of the Weaving Machine and 3D Woven Spacer Fabric Structures for Lightweight Composites Materials. Disertation thesis, 2007. Technical University of Dresden. Dostupné z: https://citeseerx.ist.psu.edu.
- [98] MIRAVETE, Antonio. 3-D Textile Reinforcements in Composite Materials. B.m.: Woodhead Publishing, 1999. ISBN 978-1-84569-192-9.
- [99] Parabeam 3D Fiberglass Double Wall Glass Fiber Fabric. Dostupné z: https://tzjiahe.en.made-in-china.com/product/dFQEbKJjXaVY/China-Parabeam-5-off-3D-Fiberglass-Cloth-Double-Wall-Tank-Paratank-Glass-Fiber-Fabric.html. Leden 2023.
- [100] Ortogonal 3D woven fabric. Dostupné z: https://3dwovens.com/#3d ortogonal dokunmus kumas. Duben 2022.
- [101] Nonwoven fleece. Dostupné z: www.rockwestcomposite.com/nonwovenfleece. Leden 2022.
- [102] *Struto*. Dostupné z: http://www.ccsloft.com/product-line/UltraLoft-Nonwoven-Production-Lines/?195. Červen 2022.
- [103] WO2005007962A1 *Nonwoven spacer fabric.* Dostupné z: https://patents.google.com/patent/WO2005007962A1/en. Červen 2022.
- [104]PETERSON, Joel, Ellinor VEGBORN a Carl-Håkan ANDERSSON. Knittability Of FibresWithHighStiffness.2000.Dostupnéz: https://www.researchgate.net/publication/268341975.
- [105] *Weft knited spacer fabric*. Dostupné z: https://textilevaluechain.in. Červen 2022.
- [106] *Warp knitted spacer fabric*. Dostupné z: www.fibtex.lodz.pl. Červen 2022.
- [107] WALFORD, Thomas. Self-optimisation of the Radial Braiding Process. 19 Broschuere ICD D2.6-2014-11-13-Ke.indd.
- [108] LI, X., HE, X., LIANG, J. et al. Research Status of 3D Braiding Technology. Appl Compos Mater 29, 147–157 (2022). https://doi.org/10.1007/s10443-021-09963-2.
- [109] *Geogrids*. Dostupné z: https://www.adfors.com/search-results?search=geogrids. Červen 2022.

- [110] Self Adhesive Fiberglass Geogrid. Dostupné z: https://www.fiberglass-geogrid.com/geogrid/fiberglass-geogrid/self-adhesive-fiberglass-geogrid-50kn-80kn.html. Listopad 2022.
- [111] MUTSCHLER, Thomas, Marcus O WEBER a Marie-Ange BUENO. Process analysis and outlook for the development of a new weft yarn inlay system for warp knitting. Journal of Engineered Fibers and Fabrics [online]. 2022, 17, 155892502211013. ISSN 1558-9250, 1558-9250. Dostupné z: doi:10.1177/15589250221101388.
- [112] MSUS device. Dostupné z: www.karlmayer.com/weft insertion. Leden 2023.
- [113] US 7,285,505 B2 Tape *Having Weft-Insert Warp Knit Fabric Reinforcement*. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US7285505B2/en.
- [114] *3D tkaniny*. Dostupné z: www.veba.cz/cs/3d-tkaniny. Květen 2023.
- [115] LI, Xiaoying, Gaoming JIANG, Xiaolin NIE, Pibo MA a Zhe GAO. Knitting Technologies And Tensile Properties Of A Novel Curved Flat-Knitted Three-Dimensional Spacer Fabrics. Autex Research Journal [online]. 2015, 15(3), 191–197. ISSN 2300-0929. Dostupné z: doi:10.1515/aut-2015-0006.
- [116] Process development for the manufacturing of flat knitted innovative 3D spacer fabrics for high performance composite applications
- [117] LI, Min, Shaokai WANG, Zuoguang ZHANG a Boming WU. Effect of Structure on the Mechanical Behaviors of Three-Dimensional Spacer Fabric Composites. Applied Composite Materials [online]. 2009, 16(1), 1–14. ISSN 0929189X, 1573-4897. Dostupné z: doi:10.1007/s10443-008-9072-4
- [118] Woven spacer fabric. Dostupné z: https://m.made-in-china.com. Červen 2022.
- [119] US4785558 *Shoe upper of interknitted outer and inner knit layers*. Dostupné z: https://patents.google.com/patent/US4785558.
- [120] Warp Knitting/Crochet High strength raschel knitted geogrids. Dostupné z: https://www.knittingindustry.com/high-strength-raschel-knitted-geogrids/. Září 2022.
- [121] ROYE, Andreas a Thomas GRIES. 3-D Textiles for Advanced Cement Based Matrix Reinforcement. Journal of Industrial Textiles [online]. 2007, 37(2), 163–173. ISSN 1528-0837, 1530-8057. Dostupné z: doi:10.1177/1528083707078136.
- [122] NEJE, Ghanshyam a Bijoya Kumar BEHERA. Investigation of mechanical performance of 3D woven spacer sandwich composites with different cell geometries. Composites Part B: Engineering [online]. 2019, 160, 306–314. ISSN 13598368. Dostupné z: doi: 10.1016/j.compositesb.2018.10.036.
- [123] ABOUNAIM, Md., Gerald HOFFMANN, Olaf DIESTEL a Chokri CHERIF. Thermoplastic composite from innovative flat knitted 3D multi-layer spacer fabric using hybrid yarn and the study of 2D mechanical properties. Composites Science and Technology [online]. 2010, 70(2), 363–370. ISSN 02663538. Dostupné z: doi: 10.1016/j.compscitech.2009.11.008.
- [124] ABOUNAIM, Md a Chokri CHERIF. Flat-knitted innovative three-dimensional spacer fabrics: a competitive solution for lightweight composite applications. Textile Research Journal [online]. 2012, 82(3), 288–298. ISSN 0040-5175, 1746-7748. Dostupné z: doi:10.1177/0040517511426609.
- [125] HAMEDI, S., H. HASANI a S.H. DIBAJIAN. Numerical simulating the flexural properties of 3D weft-knitted spacer fabric reinforced composites. Journal of Composite Materials [online]. 2017, 51(13), 1887–1899. Dostupné z: doi:10.1177/0021998316665240.

- [126] LI, Hui, Wulong ZHANG, Huisu CHEN, Yudong HAN, Jian ZHANG a Fangyu HAN. Lattice modeling for the influence of geometrical patterns of 3D spacer fabric on tensile behavior of concrete canvas. Journal of Sandwich Structures & Materials [online]. 2021, 109963622110204. ISSN 1099-6362, 1530-7972. Dostupné z: doi:10.1177/10996362211020430.
- [127] HAN, Fangyu, Huisu CHEN, Kefeng JIANG, Wulong ZHANG, Tao LV a Yujie YANG. *Influences of geometric patterns of 3D spacer fabric on tensile behavior of concrete canvas. Construction and Building Materials* [online]. 2014, 65, 620–629. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.05.041.
- [128] EL KADI, M., T. TYSMANS, S. VERBRUGGEN, J. VERVLOET, M. DE MUNCK, J. WASTIELS a D. VAN HEMELRIJCK. A layered-wise, composite modelling approach for fibre textile reinforced cementitious composites. Cement and Concrete Composites [online]. 2018, 94, 107–115. ISSN 09589465. Dostupné z: doi: 10.1016/j.cemconcomp.2018.08.015.
- [129] *Produkte sonderanwendungen*. Dostupné z: https://solutions-in-textile.com/produkte/sonderanwendungen. Květen 2023.
- [130] GRIES, Thomas, Isa BETTERMANN, Carolin BLAUROCK, Andreas BÜNDGENS, Gözdem DITTEL, Caroline EMONTS, Valentine GESCHÉ, Nikola GLIMPEL, Martin KOLLOCH, Niels GRIGAT, Henning LÖCKEN, Alexander LÖWEN, Jens-Lennart JACOBSEN, Magdalena KIMM, Hannah KELBEL, Hauke KRÖGER, Kai-Chieh KUO, Christoph PEINER, Johannes SACKMANN a Max SCHWAB. *Aachen Technology Overview of 3D Textile Materials and Recent Innovation and Applications*. Applied Composite Materials [online]. 2022, 29(1), 43–64. ISSN 0929189X, 1573-4897. Dostupné z: doi:10.1007/s10443-02210011w.
- [131] *3D-biaxiale textile Betonbewehrung*. Dostupné z: https://www.bftinternational.com/de/artikel/bft_3D-biaxiale_textile_Betonbewehrung-1772348.html. Květen 2023.
- [132] 3D high-performance grids for textile-reinforced concrete. Dostupné z: https://www.bftinternational.com/en/artikel/bft_3D_high-performance_grids_for_textilereinforced_concrete-2385545.html. Květen 2023.
- [133] *Textile reinforced concrete*. Dostupné z: https://vfraas.com. Květen 2023.
- [134] AFBW Allianz Faserbasierte Werkstoffe Baden-Württemberg e.V. Dostupné z: https://www.bautex-bw.de/premium-aussteller/v-fraas-solutions-in-textile-gmbh. Květen 2023.
- [135] MAZHARUL, Islam Kiron. *Textile Reinforced Concrete: Light, Stable and Sustainable*. Dostupné z: https://textilelearner.net/textile-reinforced-concrete/. Květen 2023.
- [136] Weft insertion MSUS. Dostupné z: www.liba.de. Červen 1998.
- [137] RALLI, P. S. VASSILIADIS, A. KALLIVRETAKI, N. PSILLA, Ch. PROVATIDIS, D. MECIT, A. ROYE. Numerical Modelling of the Compressional Behaviour of Warpknitted Spacer Fabrics. FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe 2009, Vol. 17, No. 5 (76) pp. 56-61.
- [138] HAIK, R., E. ADIEL SASI a A. PELED. Influence of three-dimensional (3D) fabric orientation on flexural properties of cement-based composites. Cement and Concrete Composites [online]. 2017, 80, 1–9. ISSN 09589465. Dostupné z: doi: 10.1016/j.cemconcomp.2017.02.007

- [139] KAPSALIS, Panagiotis, Tine TYSMANS, Svetlana VERBRUGGEN a Thanasis TRIANTAFILLOU. Preliminary High-Temperature Tests of Textile Reinforced Concrete (TRC). In: The International Conference on Experimental Mechanics: The 18th International Conference on Experimental Mechanics [online]. B.m.: MDPI, 2018, s. 522 [vid. 2023-01-20]. Dostupné z: doi:10.3390/ICEM18-05416
- [140] KLOFT, Harald, Martin EMPELMANN, Norman HACK and Eric HERRMANN. *Reinforcement strategies for 3D-concrete-printing*. Civil Engineering Design, 2020. DOI:10.1002/cend.202000022
- [141] ČSN ISO 695 Odolnost proti alkáliím.
- [142] SCHEFFLER, C., S. ZHANDAROV, E. WÖLFEL a E. MÄDER. Interphases in cementitious matrix: Effect of fibers, sizings, and loading rates. RILEM Bookseries [online]. 2018, 15, 275–283. Dostupné z: doi:10.1007/978-94-024-1194-2 32.
- [143] PORTAL, Natalie Williams, Nelson SILVA, Katarina MALAGA, Urs MUELLER a Peter BILLBERG. Durability Study of Textile Fibre Reinforcement. Conference: Concrete 2015 At: Melbourne, Australia.
- [144] WANG, Z., L. XING, K. ZHAO, J. LU a J. TIAN. Study on corrosion resistance and mechanical property degradation of basalt fiber reinforced concrete under magnesium sulfate erosion environment. Yingyong Lixue Xuebao/Chinese Journal of Applied Mechanics [online]. 2020, 37(1), 134–141. Dostupné z: doi:10.11776/cjam.37.01.D101.
- [145] WANG, Z., H. LI, B. WU, X. MA, H. MA a J. TIAN. Experimental research on durability and mechanical properties of basalt fiber reinforced concrete in sodium hydroxide environment. Yingyong Lixue Xuebao/Chinese Journal of Applied Mechanics [online]. 2019, 36(5), 1088–1095. Dostupné z: doi:10.11776/cjam.36.05.B059.
- [146] WANG, Zike, Xiao-Ling ZHAO, Guijun XIAN, Gang WU, R.K. SINGH RAMAN a Saad AL-SAADI. Durability study on interlaminar shear behaviour of basalt-, glass- and carbonfibre reinforced polymer (B/G/CFRP) bars in seawater sea sand concrete environment. Construction and Building Materials [online]. 2017, 156, 985–1004. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.09.045.
- [147] Basalt geogrid mesh. Dostupné z: https://beyondmaterialsgroup.com.au/carbon-fiber-basedmaterial-can-prevent-thousands-of-buildings-during-a-future-major-earthquake/. Červen 2023.
- [148] Geomat. Dostupné z: https://www.geomat.cz/black. Leden 2023.
- [149] *Geomat.* Dostupné z: https://www.plastic-netting.org/plastic-mesh/3d-geomat.html. Listopad 2022.
- [150] Geomat properties. Dostupné z: www.geomat.eu. Leden 2023.
- [151] Baucis LK vlastnosti. Dostupné z: https://www.cluz.cz/cz/baucis-lk. Červen 2022.
- [152] ASTM D4018 Standard Test Methods for Properties of Continuous Filament Carbon and Graphite Fiber Tows
- [153] ISO 11566 Tensile Properties of Carbon Fibre
- [154] ČSN EN ISO 2062 Zjišťování pevnosti a tažnosti jednotlivých nití při přetrhu
- [155] ČSN EN ISO 13934 Textilie Tahové vlastnosti plošných textilií Část 1: Zjišťování maximální síly a tažnosti při maximální síle pomocí metody Strip
- [156] ČSN EN 14617–2; Umělý kámen Zkušební metody, Část 2: Ohybová pevnost

- [157] ISO 178 Determination of flexural properties
- [158] ČSN EN 14617-6; Umělý kámen Zkušební metody, Část 6: Stanovení odolnosti proti tepelnému šoku
- [159] ČSN EN 14617-5; Umělý kámen Zkušební metody, Část 5: Stanovení mrazuvzdornosti
- [160] *Zkoušení materiálů testy zrychleného stárnutí*. Dostupné z: https://www.eurolab.com.tr/cs. Duben 2023.
- [161] *Q-SUN Xenon test chambre brochure*. Dostupné z: https://www.q-lab.com/products/q-sunxenon-arc-test-chambers. Leden 2023.
- [162] ISO_11341 Paints and varnishes Artificial weathering and exposure to artificial radiation — Exposure to filtered xenon-arc radiation
- [163] *Krabicové grafy*. Dostupné z: https://office.lasakovi.com/excel/grafy/krabicovy-grafboxplot-excel/. Červen 2022.
- [164] Analýza malých výběrů. Dostupné z: https://meloun.upce.cz/docs/lecture/chemometrics/slidy/35horn.pdf. Březen 2022.
- [165] *Rentgenová difrakce*. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Rentgenov%C3%A1 krystalografie. Leden 2023.
- [166] ASTM D4284-12 Standard Test Method for Determining Pore Volume Distribution of Catalysts and Catalyst Carriers by Mercury Intrusion Porosimetry
- [167] Protokol k měření porozity. B.m.: Unipetrol výzkumně vzdělávací centrum, a.s., Litvínov. Prosinec 2021
- [168] KRÁL LUKÁŠ. Metody a zařízení pro zjišťování koeficientu tření. Brno, 2020. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. Dostupné z: https://dspace.vutbr.cz/handle/11012/195363.
- [169] VALDES, Miyer Jaiver, Juan Gonzalo ARDILA MARÍN, M.A. RODRIGUEZ-CABAL a J.D. BETANCUR. TRIBOMETRY: *How is friction research quantified? A review*. International Journal of Engineering Research and Technology [online]. 2020, 13(10), 2596. ISSN 0974-3154. Dostupné z: doi:10.37624/IJERT/13.10.2020.2596-2610
- [170] WANG, Hongling, Haihong LI a Fengyuan YAN. Synthesis and tribological behavior of metakaolinite-based geopolymer composites. Materials Letters [online]. 2005, 59(29–30), 3976–3981. ISSN 0167577X. Dostupné z: doi: 10.1016/j.matlet.2004.08.049
- [171] RAMUJEE, Kolli a M. POTHARAJU. Abrasion Resistance of Geopolymer Composites. Procedia Materials Science [online]. 2014, 6, 1961–1966. ISSN 22118128. Dostupné z: doi: 10.1016/j.mspro.2014.07.230
- [172] LI, Meng, Dan XING, Qing-Bin ZHENG, Hui LI, Bin HAO a Peng-Cheng MA. Variation on the morphology and tensile strength of basalt fiber processed in alkali solutions. Construction and Building Materials [online]. 2022, 335, 127512. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2022.127512
- [173] LI, Zhuo, Tongliang XIAO, Qingyan PAN, Junmei CHENG a Shugao ZHAO. Corrosion behaviour and mechanism of basalt fibres in acidic and alkaline environments. Corrosion Science [online]. 2016, 110, 15–22. ISSN 0010938X. Dostupné z: doi: 10.1016/j.corsci.2016.04.019

- [174] MIŠÍKOVÁ, Lucia a Dagmar GALUSKOVÁ. Corrosion of E-Glass Fibers Security Factor of Nuclear Power Plants. Ceramics – Silikáty 50 (2) 73-77, 2006. Dostupné z: https://www.ceramics-silikaty.cz/2006/pdf/2006_02_073.pdf.
- [175] MIŠÍKOVÁ, Lucia, Marek LIŠKA a Dagmar GALUSKOVÁ. Corrosion of E-Glass Fibers in Distilled Water. Ceramics Silikaty 51(3):131-135, 2007. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/286758649.
- [176]CORICCIATI, A, Paolo CORVAGLIA and Gregory MOSHEYEV. Durability of Fibers in
Aggressive Alkaline Environment. 2009.Dostupné
z: https://www.researchgate.net/publication/289835802.
- [177] RYVOLOVA, Martina, Marcela ŠKODOVÁ, Petr LOUDA a Lukáš VOLESKÝ. Studium degradace skleněných vláken v zásaditém prostředí pomocí zobrazovacích metod. Jemná mechanika a optika. nedatováno, 2020(4), 98–102. ISSN 0447-6441.
- [178] RYVOLOVA, Martina, Totka BAKALOVA a Lucie SVOBODOVÁ. Study of degradation of Carbon and basalt Fibres in Alkaline Environment. In: EAN 2020 - 58h International Scientific Conference on Experimental Stress Analysis - Book of full papers: EAN 2020 -58th International Scientific Conference on Experimental Stress Analysis - Book of full papers. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2020, s. 438–455. ISBN 978-80-248-4451.
- [179] ZHAO, Dawei, Zuotai ZHANG, Lili LIU a Xidong WANG. Investigation on slag fiber characteristics: Mechanical property and anti-corrosion performance. Ceramics International [online]. 2015, 41(4), 5677–5687. ISSN 02728842. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ceramint.2015.01.001
- [180] YING, Shuni a Xiaodong ZHOU. Chemical and thermal resistance of basalt fiber in inclement environments. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed. [online]. 2013, 28(3), 560–565. ISSN 1000-2413, 1993-0437. Dostupné z: doi:10.1007/s11595-013-0731-4
- [181] RYVOLOVA, Martina, Lucie SVOBODOVÁ, Totka BAKALOVA a Lukáš VOLESKÝ. Influence of basic environmentof geopolymer composites on degradation rates of E and AR type glass fibers. Manufacturing Technology. nedatováno, 2021(2), 246–253. ISSN 1213-2489.
- [182] RYVOLOVÁ, Martina, Lucie SVOBODOVÁ a Totka BAKALOVA. Validation of an Image Analysis Method for Evaluating the Chemical Resistance of Glass Fibers to Alkaline Environments. Materials [online]. 2021, 15(1), 161. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15010161
- [183] KUMAR, Rahul, Manvendra VERMA a Nirendra DEV. Investigation on the Effect of Seawater Condition, Sulphate Attack, Acid Attack, Freeze–Thaw Condition, and Wetting– Drying on the Geopolymer Concrete. Iranian Journal of Science and Technology, Transactions of Civil Engineering [online]. 2022, 46(4), 2823–2853. ISSN 2228-6160, 2364-1843. Dostupné z: doi:10.1007/s40996-021-00767-9
- [184] LI, Faping, Defeng CHEN, Yiyan LU, Haojun ZHANG a Shan LI. Influence of mixed fibers on fly ash based geopolymer resistance against freeze-thaw cycles. Journal of Non-Crystalline Solids [online]. 2022, 584, 121517. ISSN 0022-3093. Dostupné z: doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2022.121517.
- [185] ÖZTÜRK, Oğuzhan. Comparison of frost resistance for the fiber reinforced geopolymer and cementitious composites. Materials Today: Proceedings [online]. 2022, 65, 1504–1510. ISSN 22147853. Dostupné z: doi: 10.1016/j.matpr.2022.04.493.

- [186] ARSLAN, Ahmet Ali, Mucteba UYSAL, Arın YILMAZ, Mukhallad M. AL-MASHHADANI, Orhan CANPOLAT, Furkan ŞAHIN a Yurdakul AYGÖRMEZ. *Influence* of wetting-drying curing system on the performance of fiber reinforced metakaolin-based geopolymer composites. Construction and Building Materials [online]. 2019, 225, 909–926. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.07.235.
- [187] ZHANG, Xiaohong, Chengying BAI, Yingjie QIAO, Xiaodong WANG, Dechang JIA, Hongqiang LI a Paolo COLOMBO. *Porous geopolymer composites: A review*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing [online]. 2021, 150, 106629. ISSN 1359835X. Dostupné z: doi: 10.1016/j.compositesa.2021.106629.
- [188] MA, Xiaotao, Zhiyong MEI a Pibo MA. Influence of water to cement ratio on mechanical performance of concrete canvas reinforced with warp-knitted spacer fabric. Geotextiles and Geomembranes [online]. 2022, 50(4), 708–719. ISSN 02661144. Dostupné z: doi: 10.1016/j.geotexmem.2022.03.011.
- [189] GHORBANI, Vahid, Ali Asghar Asgharian JEDDI, Hadi DABIRYAN a Ali Akbar RAMEZANIANPOUR. Investigation of the flexural behavior of self-consolidating mortars reinforced with net warp-knitted spacer fabrics. Construction and Building Materials [online]. 2020, 232, 117270. ISSN 09500618. Dostupné z: doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117270.
- [190] RYVOLOVA, Martina a Totka BAKALOVA. Mechanical Behavior of a Geopolymer Composite System with 3D Fibre Reinforcement. In: 60th Annual Conference on Experimental Analysis. Prague: Faculty of Mechanical Engineering CTU in Prague, 2023, s. 120–122. ISBN 978-80-01-07010-9.

8 Seznam příloh dizertační práce

Příloha 1:	156
Příklad vyhodnocení výsledků tahové zkoušky vláknových rovingů – výpočet sta	tistických
charakteristik	

Příloha 2:

158

SEM analýza povrchu vláken z keramické ucpávky, ošetřeno Ca(OH)2 a LK, doba expozice 0 – 13 týdnů

Příloha 3

Grafy měření koeficientu tření

159

9 Přílohy dizertační práce

9.1 Příloha 1

R-GFr/Ca(OH)2							
	W0	W2	W4	W6	W13	W26	W52
Σ	7427	2700	1170	854	531	409	168
n	9	9	9	10	9	10	9
\overline{x}	825,2222	300	130	85,4	59	40,9	18,66667
medián	832	314	125	94,5	49	38,5	20
šikmost	-0,0365	-0,4127	0,680284	-0,88521	0,246817	0,345657	0,37
špičatost	-0,65353	-1,1165	-0,6767	-0,52292	-1,60314	-1,06553	-0,66
<i>s</i> ²	2317,51	4226,67	4417,33	1011,64	474,44	116,69	33,33333
S	48,14	65,01	66,46	31,81	21,78	10,8	5,773503
Vx	0,058336	0,2167	0,511231	0,372482	0,369153	0,264059	0,309295
IS 0,05	33,359	45,051	46,056	20,780	15,094	7,057	3,770

Příklad výsledků tahové zkoušky vláknových rovingů – výpočet statistických charakteristik

R-GFr/H ₂ O							
	W0	W2	W4	W6	W13	W26	W52
Σ	7427	7057	6575	6254	5811	5383	4887
n	9	10	10	9	9	10	10
\overline{x}	825,2222	705,7	657,5	694,8889	645,6667	538,3	488,7
medián	832	713	672	716	662	520,5	456
šikmost	-0,0365	-1,65383	-0,87026	-1,10221	-0,14008	0,051194	0,2
špičatost	-0,65353	0,728239	0,238211	0,597935	-1,02439	-1,77103	-1,31
<i>s</i> ²	2317,51	3435,81	1982,85	7683,21	3978,89	12998,61	6758,91
S	48,14	58,62	44,53	87,65	63,08	114,01	90,43014
Vx	0,058336	0,083066	0,067726	0,126135	0,097697	0,211796	0,185042
IS 0,05	38,295	29,092	59,314	43,710	74,486	56,050	38,295

R-GFr/LNa							
	W0	W2	W4	W6	W13	W26	W52
Σ	7427	1090	939	-	-	-	-
n	9	10	10	-	-	-	-
\overline{x}	825,2222	109	93,9	-	-	-	-
medián	832	110	93,5	-	-	-	-
šikmost	-0,0365	-0,31862	0,166636	-	-	-	-
špičatost	-0,65353	-1,08017	-1,17913	-	-	-	-
<i>s</i> ²	2317,51	506,2	196,89	-	-	-	-
S	48,14	22,5	14,03	-	-	-	-
Vx	0,058336	0,206422	0,149414	-	-	-	-
IS 0,05	38,295	17,433	18,088	-	-	-	-

R-GFr/LK							
	W0	W2	W4	W6	W13	W26	W52
Σ	7427	1090	611	-	-	-	-
n	9	10	10	-	-	-	-
\overline{x}	825,2222	109	61,1	-	-	-	-
medián	832	110	53,5	-	-	-	-
šikmost	-0,0365	-0,31862	0,392445	-	-	-	-
špičatost	-0,65353	-1,08017	-1,18462	-	-	-	-
<i>s</i> ²	2317,51	506,2	766,49	-	-	-	-
S	48,14	22,5	27,69	-	-	-	-
Vx	0,058336	0,206422	0,453191	-	-	-	-
IS 0,05	38,295	14,652	9,167	-	-	-	-

9.2 Příloha 2

SEM analýza povrchu vláken z keramické ucpávky, ošetřeno Ca(OH)₂ a LK, doba expozice 0 – 13 týdnů



Obrázek 191: SEM; vlákna z keramické ucpávkové příze (neovlivněné vlákno REF) v Ca(OH)2; v období 2-13 týdnů



Obrázek 192: SEM; vlákna z keramické ucpávkové příze v LK, období 2–13 týdnů

9.3 Příloha 3





Obrázek 193: Graf průběhu měření koeficientu tření; geopolymerní matrice vyztužená ARGF_REF



Obrázek 194: Graf průběhu měření koeficientu tření; geopolymerní matrice vyztužená ARGF_teplotní šok



Obrázek 195: Graf průběhu měření koeficientu tření; geopolymerní matrice vyztužená ARGF_mrazuvzdornost

10 Seznam obrázků

Obrázek 1: Základní struktura geopolymerního řetězce [5, 6]	16
Obrázek 2: Názvosloví aluminosilikátů podle Davidovitse [5, 6]	16
Obrázek 3: Druhy vláken [25]	20
Obrázek 4: Mezifázové rozhraní [28, 29]	20
Obrázek 5: a) Mezifáze, b) rozhraní [28, 29]	20
Obrázek 6: Způsoby adhezního spojení [35]	21
Obrázek 7: Schématické znázornění povrchové vrstvy čedičového vlákna vzniklé vlivem NaOH. [55]	26
Obrázek 8: Změna průměru čedičového vlákna v průběhu korozního cyklu v 5 % NaOH [61]	26
Obrázek 9: Schéma procesu tvorby korozní skořápky na povrchu čedičového vlákna v NaOH [62]	27
Obrázek 10: Schémata rozložení napětí; a) bez koncentrace napětí, b) s koncentrací napětí [62]	28
Obrázek 11: Vývoj pevnosti čedičového vlákna ošetřeného NaOH [62]	28
Obrázek 12: Povrch čedičových vláken ošetřených 1mol NaOH, 3 dny; a) při 25°C, b) při 50°C [62]	28
Obrázek 13: Povrch čedičových vláken ošetřených v NaOH 6 dnů, 70 °C; a) 1 mol/L, b) 4 mol/L [62]	29
Obrázek 14: Čedičové vlákno, NaOH, 7 dní, 60 °C [61]	29
Obrázek 15: Úbytek hmotnosti čedičových vláken ošetřených v různých prostředích při 100 °C [66]	29
Obrázek 16: SEM snímky kolmých řezů [67]	30
Obrázek 17: EDX bodové skeny leštěných řezů: (a) alkalické čedičové vlákno, (b) subalkalické čedičové vlákno [67]	30
Obrázek 18: Koroze čedičového vlákna [68]	31
Obrázek 19: Struktura korozní skořápky [69]	31
Obrázek 20: Porovnání alkalicky ošetřených čedičových a E-skleněných vláken [69]	31
Obrázek 21: Porovnání povrchu různých typů skleněných vláken v NaOH [70]	32
Obrázek 22: AR-skleněné vlákno, NaOH, 7 dní, 60 °C [61]	33
Obrázek 23: Vrchní korozní vrstva částečně odloupnutá, ošetřeno 42 dní v KOH, pH 14. [78]	33
Obrázek 24: Precipitáty na povrchu Anti-Crack HP s odstraněným sizingem, ošetřeno 28 dní v Ca(OH) ₂ [78]	34
Obrázek 25: AR-skleněné vlákno. 56 dní v Ca(OH) ₂ , 70 °C [51]	34
Obrázek 26: Schématické znázornění povrchové vrstvy čedičového vlákna vzniklé vlivem cementového výluhu [55]	35
Obrázek 27: Průběh korozního procesu v cementovém výluhu [61]	35
Obrázek 28 Chemické procesy na povrchu AR-skleněného vlákna [83]	35
Obrázek 29: Růst povrchové vady v důsledku vnitřního napětí [82]	35
Obrázek 30: AR-skleněné vlákno, cementový výluh, 8 dní, 80 °C [61]	36
Obrázek 31: Čedičové vlákno, cementový výluh, 7 dní, 40 °C [61]	36
Obrázek 32: Schéma výroby uhlíkových vláken [85]	37
Obrázek 33: Úbytek hmotnosti CF vlivem teploty 800 °C, 10 min [87]	37
Obrázek 34: Kvslík na povrchu CF (800 °C) [87]	37
Obrázek 35: Koroze uhlíkových vláken, a) referenční vzorek, b) destilovaná voda, c) alkalický roztok [64]	38
Obrázek 36: Porovnání pevnosti čedičových, skleněných a uhlíkových vláken [64]	38
Obrázek 37: Nomex – struktura [88]	39
Obrázek 38: Kevlar – struktura [88]	39
Obrázek 39: Polykondenzace etylenglykolu kyselinou tereftalovou [92]	39
Obrázek 40: Zmenšení průměru skleněných vláken ošetřených roztokem KOH při různých koncentracích [54]	40
Obrázek 41: Poměrná rvchlost úbytku průměru skleněných vláken po ošetření v KOH a NaOH [54]	40
Obrázek 42: Geomříž a její použiť ve stavebnictví [109]	45
Obrázek 43: Příklady geomříží ze skleněných a uhlíkových vláken [110], s přidanou netkanou textilií [109]	45
Obrázek 44: Ústrojí pro vkládání útku [111], schéma pracovního ústrojí rašlu MSU [112]	45
Obrázek 45: Komorová textilie tkaná [114]	46
Obrázek 46: Komorová textilie pletená [115]	46
Obrázek 47: Architektury tkaných panelových textilií [97]	46
Obrázek 48: Tvarování komorové pletené distanční textilie [115, 116]	46
Obrázek 49: Schéma 3D textilie PARABEAM [117]	47
Obrázek 50: Distanční tkanina se samostatnými piloty [114]	47
Obrázek 51: Různé uspořádání pilotů v distanční tkanině, přidané symboly označují tvar uspořádání [118]	47
Obrázek 52: Model distanční pleteniny [120]: distanční pletenina [1105]	48
Obrázek 53: Vzory poruch CC v závislosti na geometrii vazby 3D distanční textilie [126]	49
Obrázek 54: Detail napojení 3D výztuže pro aplikace v TRC: zdroi: V. Fraas [132]	50
Obrázek 55: Fasádní prvky – 3D výztuž z ARGF [131]	50
Obrázek 56: Stavební prvky: AR-mřížky napuštěné prvskyřicí [131]	50
Obrázek 57: Struktura distanční textilie s vloženými osnovními a útkovými nitěmi [121]	51
Obrázek 58: Specifikace 3D textilie [121]	51
Obrázek 59: Vzorky distančních osnovních pletenin odlišené různým kladením distančního monofilamentu [137]	52

Obrázek 60: Konstrukce NCF osnovní distanční pleteniny [130]	53
Obrázek 61: AR-skleněný roving; Antikorozní skleněná vlákna Cem-FIL [23]	55
Obrázek 62: čedičový geogrid [147]	56
Obrázek 63: 3D distanční tkanina. GE	56
Obrázek 64: 3D distanční hletenina, polvester	56
Obrázek 65: GEOMAT [150]	56
Obrázek 66. Přístroi TESTOMETRIC	59
Obrázek 67. Přístni TIRATEST 12400	59
Obrázek 62. Pozměry pavírového rémečku a vzorek pro tabovou zkoučku	60
Obrázik 60. Vznicy ublikovich uhrane v zovek pro talovu zovsku	60
Obrázek 02. vzotky ulinkovych vlakeli po tanové zkousec, kontolní skupina	62
Obrázek 70. Schema u hodovenio obybu	62
Obrázek /12. Solitika itrodovým obybem	62
Object 22: Schema cityrbodeno onybu	62
Obrázek / 3: Zkouska Ciyroodym onydem	62
Obrazek /4: Thoometr pro suche a kapaine prostreal TRB3	0/
Obrazek /5: Priprava experimentu a prubeh experimentu stanoveni chemicke odolnosti vlaknovych rovingu	/0
Obrazek /6: Prumerne hodnoty sily Fmax pro BFr v zavislosti na dobe expozice	71
Obrázek 7/: Průběh F _{max} CFr v závislosti na době expozice	72
Obrázek 78: Průběh F _{max} R-GFr v závislosti na době expozice	73
Obrázek 79: Průběh F _{max} E-GFr v závislosti na době expozice	74
Obrázek 80: Průběh F _{max} AR-GFr v závislosti na době expozice	75
Obrázek 81: Porovnání změny F _{max} [176]	77
Obrázek 82: Porovnání úbytku F _{max}	77
Obrázek 83: Průběh délkové hmotnosti E-GFr v závislosti na době expozice ve vodě a zásaditých roztocích	78
Obrázek 84: Průběh délkové hmotnosti AR-GFr v závislosti na době expozice ve vodě a zásaditých roztocích	79
Obrázek 85: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E v destilované vodě	80
Obrázek 86: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E v hydroxidu vápenatém	81
Obrázek 87: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E ve vodním skle draselném	81
Obrázek 88: Pevnost v tahu vláknových rovingů AR a E ve vodním skle sodném	81
Obrázek 89: SEM; uhlíková vlákna v destilované vodě	83
Obrázek 90: SEM; uhlíková vlákna v LK	83
Obrázek 91: SEM; čedičová vlákna v destilované vodě	84
Obrázek 92: SEM; čedičová vlákna v LK	84
Obrázek 93: SEM; E-skleněné vlákno – referenční vzorek	85
Obrázek 94: SEM; AR-skleněné vlákno – referenční vzorek	85
Obrázek 95: SEM; E-skleněná vlákna v destilované vodě	85
Obrázek 96: SEM; AR-skleněná vlákna v destilované vodě	85
Obrázek 97: SEM; E-skleněná vlákna v LK	86
Obrázek 98: SEM; AR-skleněná vlákna v LK	86
Obrázek 99: SEM; AR-skleněná vlákna po 140 týdnech v LK	87
Obrázek 100: SEM; E-skleněná vlákna v LNa	87
Obrázek 101: SEM; AR-skleněná vlákna v LNa	88
Obrázek 102: SEM: AR-skleněná vlákna po 140 týdnech v LNa	88
Obrázek 103: SEM: E-skleněná vlákna v hydroxidu vápenatém	89
Obrázek 104: SEM: R-skleněná vlákna v hydroxidu vánenatém	89
Obrázek 105: SEM: A R-skleněná vlákna v hvdroxidu vánenatém	90
Obrázek 106: SEM: A R-skleněná vlákna po 140 týdnech v Ca(OH)	90
Obrázek 107: Metodika měření nříměnu vláken	94
Obrázek 108: Box-nlot grafy výsledků vyhodnoceného průměru nodle postunů analýzy obrazu AR-skleněných vláke	-n
	94
Obrázek 109. Analýza obrazu: změny průměru E-skleněných vláken vlivem prostředí	95
Obrázet 100. A nalýza obrazu: změný praměru AR-skleněných vláken vlivem prostředí	96
Obrázek 110. Analyza obrazu, antery prantitu Areskenených vakou vitvem postecu Obrázek 111. Relazioná rychlost degradace Ka Areskená z hmotnostního úbytku AR-skleněných rovingů	97
Obrázek 1112: Polotina i vehlost dogradoso Kry vypotena z imonostimu ubytka Aresteleniyeli rovingu	07
Obrázek 112: Kelatvin tychnost degladate Kp vypociela ze zinejty plunetu Arkskielienych vlaken Obrázek 112: Kelatvin tychnost degladate Kp vypociela ze zinejty plunetu Arkskielienych vlaken	97
Obrázek 114. Trojnoznične graty znazomujel zavislost imotosti a průmětu vlaken v čase	90 00
Obrázak 115. Statistická apolíza závislostí mezi hmetnestmi a průměru vláken v čáse	77 100
Obrázek 115. Statistická analyza závislostí mezi hmotnostni a prumery Vlaken	100
Obrázek 110. Statisticka analyza zavisiosti mezi ninotnostmi a prumery vlaken	101
Obrazek 117. Rozlozeni prvku v prurezu čedicoveno vlakna $\lfloor 1/2 \rfloor$	102
Obrázek 116: v liv tepioty/koncentrace/doby expozice na povrch cedicoveho vlakna uvedených prostředich [1/2]	102
Obrazek 119. Vzorky geopolymerni matrice bez vyztuże	104
Obrazek 120: vzorky geopolymerni matrice s vyztuzi	104

Obrázek 121: Vzorky v teplotní komoře	105
Obrázek 122: Vzorky geonolymerní matrice po zkoušce tenlotním šokem	105
Obrázek 123: Graf pevnosti v obybu geonolymetních kompozitů po zkouše teplotním šokem	106
Obrázek 124: Graf souvisitelů teolotního šoku	106
Obrázek 125: Graf powosti v obybu goonolymerních kompozitů po zkoučce mrzuvzdornosti	107
Obrázki 126: Graf souvisitalo zmrzywydomosti	107
Obrazek 120. Graf souchitete finazivzdomosti	107
Obrazek 127: Digitalni mikroskop; geopolymerni matrice bez vyzluże	108
Obrazek 128: Digitalin mikroskop; geopolymerni matrice s uhlikovymi vlakny	108
Obrazek 129: Digitalni mikroskop; geopolymerni matrice s cedicovymi vlakny	108
Obrázek 130: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s AR-skleněnými vlákny	109
Obrázek 131: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s R-skleněnými vlákny	109
Obrázek 132: Digitální mikroskop; geopolymerní matrice s vlákny z keramické ucpávky	109
Obrázek 133: Graf retenčního poměru, Xenon test – umělé stárnutí	110
Obrázek 134: Geopolymerní kompozity pro měření porozity	110
Obrázek 135: Graf závislosti objemu pórů a jejich velikosti	111
Obrázek 136: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti, rozsah 2,5-2500 nm	111
Obrázek 137: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti	112
Obrázek 138: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti; geopolymerní kompozity po testu teplotním šokem	112
Obrázek 139: Graf objemu pórů v závislosti na jejich velikosti: geopolymerní kompozity po testu mrazuvzdornosti	113
Obrázek 140: Graf distribuce velikosti a objemu pórů na jednotkovou hmotnost	113
Obrázek 141: Graf distribuce velikosti a objemu pórti na jednotkovou hmotnost: detail oblasti 2.5-25 nm	113
Obrázel 142: Graf distribuce velikosti a objemu pórt na jednotkovou hmotnost	114
Obrázek 142: Graf distribuce velikosti a objemu por na jednotkovou hmotnost	114
Obrázek 143. Graf distribuce velikosti a objemu poru na jednotkovou hmotrost	114
Ob (=1.45) Use large Viewe (viewe) a objemu poru na jednotkovou nimotnost	115
Orazek 145: vzorky po prirozenem starnut	110
Obrazek 146: Ditrakeni diagram vzorku AR	116
Obrázek 147: Porovnání čarového difrakčního záznamu s daťabazí PDF-2	116
Obrázek 148: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 1: AR, BF, CF, PUR, RGF	116
Obrázek 149: Difrakční diagram vzorku AR	117
Obrázek 150: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2	117
Obrázek 151: Difrakční diagram vzorku PUR	117
Obrázek 152: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2	117
Obrázek 153: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 2: AR, BF, CF, RGF	117
Obrázek 154: Difrakční diagram vzorku AR	118
Obrázek 155: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2	118
Obrázek 156: Difrakční diagram vzorku PUR	118
Obrázek 157: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2	118
Obrázek 158: Porovnání difraktogramů referenčních vzorků Sada 3: AR, BF, CF, RGF	118
Obrázek 159: Difrakční diagram vzorku AR	119
Obrázek 160: Porovnání čarového difrakčního záznamu s databází PDF-2	119
Obrázek 161: Porovnání difestorranů referenčních vzorků Sada 4: AR BE CE PUR RGE	110
Obrázski 162: Difedenci diogram uzavla AP	120
Obrázik 162: Dinakcim utagram vzorku AK	120
Obrázek 105. Fotovnání čatového dínakčíniho záznánih s datadaží FDF-2	120
Object 104. Dillateni diagrani vzorku er	120
Obrazek 165: Porovnani caroveno dirrakchino zaznamu s databazi PDF-2	120
Obrazek 166: Porovnani difraktogramu referenciich vzorku Sada 5: AR, BF, PUR, RGF	120
Obrázek 16/: Graf průměrných hodnot koeficientu tření a směrodatně odchylky	121
Obrázek 168: Zkouška opotřebení	122
Obrázek 169: Zkouška opotřebení; teplotní šok	123
Obrázek 170: Zkouška opotřebení; mrazuvzdornost	123
Obrázek 171: Srovnávací graf modulů pružnosti v ohybu	124
Obrázek 172: Ošetření vláken atmosférickým plazmatem	125
Obrázek 173: Porovnání výsledku statistického vyhodnocení meze pevnosti v ohybu	127
Obrázek 174: Graf zvýšení/snížení meze pevnosti v ohybu; porovnání výsledků statistického vyhodnocení	127
Obrázek 175: Graf závislosti meze pevnosti v ohybu na době zrání	128
Obrázek 176: Skleněná distanční tkanina v geopolymeru	130
Obrázek 177: PES distanční pletenina v geopolymeru	130
Obrázek 178: SEM: polyesterové vlákno, hydroxid vánenatý	131
Obrázek 179: SEM: polyesterové vlákno ve vodním skle draselném	131
Obrázek 180: SEM: aramidové vlákno	132
Obrázek 181: SEM: aramidové vlákno v LK	132
Obrázek 182: Příprava kompozitních vzorků vyztužených čedičovou geosítí	133

Obrázek 183: Uspořádání zkoušky; testování WoSF, čtyřbodový ohyb	134
Obrázek 184: Testovaný vzorek geopolymerní matrice s WoSF 3 mm	134
Obrázek 185: Delaminace v důsledku ohybového zatížení	134
Obrázek 186: Testovaný vzorek geopolymerní matrice s WoSF 5 mm	134
Obrázek 187: Geopolymer vyztužený 3D distanční textilií z E- skleněných vláken	135
Obrázek 188: Vzorky geopolymerní matrice s 3D textilní výztuží	135
Obrázek 189: SEM; WKSF v LK	136
Obrázek 190: SEM; povrch monofilamentu PA 6	136
Obrázek 191: SEM; vlákna z keramické ucpávkové příze	158
Obrázek 192: SEM; vlákna z keramické ucpávkové příze v LK, období 2–13 týdnů	158
Obrázek 193: Graf průběhu měření koeficientu tření; geopolymerní matrice vyztužená ARGF_REF	159
Obrázek 194: Graf průběhu měření koeficientu tření; geopolymerní matrice vyztužená ARGF_teplotní šok	159
Obrázek 195: Graf průběhu měření koeficientu tření; geopolymerní matrice vyztužená ARGF_mrazuvzdornost	159

11 Seznam tabulek

Tabulka 1: Textilní útvary – základní pojmy	14
Tabulka 2: Varianty uspořádání kontinuálních výztuží	19
Tabulka 3: Hmotnostní podíly chemických složek skleněných vláken [45] a čedičového vlákna [46]	23
Tabulka 4: Chemická rezistence vlákna Kevlar® fy DuPont v zásaditých roztocích [90]	39
Tabulka 5: Příklady trojrozměrných textilií	43
Tabulka 6: Seznam použitých délkových textilií a jejich parametrů	55
Tabulka 7: parametry distanční textilie PARABEAM	56
Tabulka 8: Typické vlastnosti geopolymeru Baucis LK	57
Tabulka 9: Seznam chemických roztoků použitých pro zkoušku chemické odolnosti	57
Tabulka 10: Zkouška chemické odolnosti – použité textilie, roztoky, doba expozice, značení	58
Tabulka 11: Vzorce pro standardní statistické zpracování dat	64
Tabulka 12: Parametry vláknových rovingů	70
Tabulka 13: Průměrné hodnoty Fmax [N] včetně směrodatných odchylek	71
Tabulka 14: Průměrné hodnoty Fmax [N] včetně směrodatných odchylek	72
Tabulka 15: Průměrné hodnoty Fmax [N] včetně směrodatných odchylek	73
Tabulka 16: Parametry vláknových rovingů a keramické příze	74
Tabulka 17: Průměrné hodnoty Fmax [N] včetně směrodatných odchylek	75
Tabulka 18: Průměrné hodnoty Fmax [N] včetně směrodatných odchylek	76
Tabulka 19: Průměrné hodnoty délkové hmotnosti [tex] včetně směrodatných odchylek	78
Tabulka 20: Průměrné hodnoty délkové hmotnosti [tex] včetně směrodatných odchylek	79
Tabulka 21: EDX analýza povrchu E – skleněných vláken	92
Tabulka 22: EDX analýza povrchu AR – skleněných vláken	92
Tabulka 23: Průměrné hodnoty průměru vláken [mm] včetně směrodatných odchylek	95
Tabulka 24: Průměrné hodnoty průměru vláken [mm] včetně směrodatných odchylek	96
Tabulka 25: Geopolymerní kompozity vyztužené vlákny – materiálové složení	104
Tabulka 26: Stanovení úbytku hmotnosti po zkoušce teplotním šokem	105
Tabulka 27: Stanovení úbytku hmotnosti po zkoušce mrazuvzdornosti	107
Tabulka 28: Materiálové složení geopolymerních kompozitů vyztužených vlákny – zkouška stárnutí	115
Tabulka 29: Režimy stárnutí geopolymerních kompozitů s vláknovou výztuží	116
Tabulka 30: Měření profilu po zkoušce opotřebením; geopolymerní matrice bez výztuže _PUR	121
Tabulka 31: Měření profilu po zkoušce opotřebením; geopolymerní matrice s výztuží _AR	122
Tabulka 32: Materiálové složení vzorků pro experiment s atmosférickým plazmatem	126
Tabulka 33: Parametry geopolymerních kompozitů s textilní výztuží	130
Tabulka 34: Výsledky tahové zkoušky textilií	131
Tabulka 35: Výsledek zkoušky pevnosti v ohybu	135