



STUDIUM ADHEZE VLÁKENNÉ VÝZTUŽE KE GEOPOLYMERNÍ MATRICI V GEOPOLYMERNÍCH KOMPOZITECH

Diplomová práce

Studijní program: N2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 – Strojírenská technologie
Autor práce: **Bc. Michal Janata**
Vedoucí práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Mechanical Engineering ■

A STUDY OF THE ADHESION OF A FIBER FILLER TO A GEOPOLYMER MATRIX IN GEOPOLYMER COMPOSITES

Diploma thesis

Study programme: N2301 – Mechanical Engineering
Study branch: 2303T002 – Engineering Technology
Author: **Bc. Michal Janata**
Supervisor: prof. Ing. Petr Louda, CSc.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: Bc. Michal Janata
Osobní číslo: S11000897
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Strojírenská technologie
Název tématu: Studium adheze vlákné výztuže ke geopolymerní matici v geopolymerních kompozitech
Zadávací katedra: Katedra materiálů

Zásady pro vypracování:

1. Proveďte literární rešerši na téma afinity vláken k maticím, zejména k maticím z geopolymeru.
2. Navrhněte experiment pro stanovení afinity vláken ke geopolymerním maticím.
3. Realizujte experiment.
4. Proveďte vyhodnocení experimentu a stanovte závislosti.

Rozsah grafických prací: dle potřeby
Rozsah pracovní zprávy: 40 - 50 stran
Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická
Seznam odborné literatury:

- [1] AGARWAL B.D. a L.J. BROUTMAN. *Vláknové kompozity*. Praha : SNTL 1987.
- [2] VRBKA J.: *Mechanika kompozitů*. Brno: Fakulta strojního inženýrství. Masarykova univerzita v Brně, 2008.
- [3] GRÉGR J. *Povrchové vlastnosti uhlíkových vláken*. Liberec: Technická univerzita v Liberci. 2004
- [4] ČECH V. *Povrchové úpravy vláken pro polymerní kompozity*. *MM Průmyslové spektrum*. Praha: 2006. 4/2006.

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.
Katedra materiálu
Konzultant diplomové práce: Ing. Vladimír Kovačič

Datum zadání diplomové práce: 14. listopadu 2014
Termín odevzdání diplomové práce: 15. května 2015

prof. Dr. Ing. Petr Lenšárek
děkan



prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry



V Liberci dne 14. listopadu 2014

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

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

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

Poděkování

Na tomto místě bych chtěl poděkovat mému vedoucímu práce prof. Ing. Petru Loudovi, CSc a svému konzultantovi Ing. Vladimíru Kovačičovi za jejich cenné rady a připomínky při vypracování této diplomové práce. Dále bych chtěl poděkovat také Ing. Lukáši Voleskému za jeho pomoc při plazmové modifikaci a Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ph.D. za pomoc a rady na elektronovém mikroskopu.

Poděkovat bych také chtěl své rodině a přítelkyni za podporu a trpělivost při psaní diplomové práce i během celého studia na Technické univerzitě v Liberci.

Studium adheze vlákné výztuže ke geopolymerní matici v geopolymerních kompozitech

Anotace:

Cílem této práce bylo studium adheze vyztužujících anorganických textilních vláken ke geopolymerní matici při tvorbě kompozitů. Do kompozitu byla použita čedičová, skelná a uhlíková tkanina v podobě plátna pro zkoušku v ohybu a krátká čedičová vlákna pro zkoušku tlakem. Testována byla vlákna bez povrchové úpravy, vlákna očištěná v acetonu a vlákna po acetonu, která byla následně vystavena plazmovému výboji. Vzorky s krátkými čedičovými vlákny byly vystaveny teplotám 20, 250 a 500°C a poté byla stanovena jejich pevnost v tlaku. Pro posouzení adheze vláken byla použita rastrovací elektronová mikroskopie.

Anotation:

The aim of this work was the study of inorganic textile fibers adhesion for reinforcing to the geopolymer based matrix composites. For the bending test were prepared composites of plain weave of basalt fibers, glass fibers and carbon fibers. For the pressure test were used composites with short basalt reinforcing fibers. Tested fibers were fibers without surface finish, fibers exposed to acetone and fibers exposed to acetone which were subsequently exposed to plasma discharge. Samples with short basalt fibers were exposed to temperatures of 20, 250 and 500 °C and then a compressive strength was determined. A scanning electron microscopy was used for the assessment of the adhesion of fibers.

Klíčová slova: adheze, geopolymer, kompozit, čedičová vlákna, skelná vlákna, uhlíková vlákna, plazma

Key words: adhesion, geopolymer, composite, basalt fibers, glass fibers, carbon fibers, plasma

Seznam použitých symbolů a zkratek

CO ₂	oxid uhličitý
NaOH	hydroxid sodný
KOH	hydroxid draselný
SiO ₂	oxid křemičitý
CaO	oxid vápenatý
PMC	kompozity s plastovou maticí
MMC	kompozity s kovovou maticí
CMC	kompozity s keramickou maticí
SMC	kompozity se silikátovou maticí
CVD	chemické metody depozice vrstev
PVD	fyzikální metody depozice vrstev
PACVD	plazmaticky aktivované chemické metody depozice vrstev
T [°C]	teplota
l [mm]	rozpětí podpěr
b [mm]	šířka vzorku
h [mm]	výška vzorku
F _{max} [N]	zatěžující síla
M _o [Nmm]	ohybový moment
W _o [mm ³]	modul průřezu v ohybu
E [MPa]	modul pružnosti
A [mm]	průhyb vzorku
R _{mo} [MPa]	pevnost v ohybu
R _{md} [MPa]	pevnost v tlaku
S _o [mm ²]	průřez válce
d [mm]	průměr válce
m [kg]	hmotnost
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
PE	primární elektrony
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony

1. Úvod.....	11
2. Teoretická část.....	12
2.1 GEOPOLYMERY	12
2.1.1 Definice geopolymery	12
2.1.2 Historie geopolymery	12
2.1.3 Výroba geopolymery	13
2.1.4 Struktura geopolymery	15
2.1.5 Vlastnosti geopolymery.....	16
2.2 KOMPOZITY.....	17
2.2.1 Definice kompozitu	17
2.2.2 Rozdělení kompozitů.....	18
2.2.3 Použití kompozitů s geopolymerní matricí.....	19
2.3 VYZTUŽUJÍCÍ VLÁKNA.....	21
2.3.1 Skleněná vlákna.....	22
2.3.2 Uhlíková vlákna	26
2.3.3 Čedičová vlákna	29
2.4 ADHEZE.....	31
2.4.1 Mezifázové rozhraní.....	32
2.4.1.1 Mechanická vazba	32
2.4.1.2 Fyzikální vazba.....	32
2.4.1.3 Chemická vazba.....	33
2.4.2 Formování adhezní vazby	33
2.4.3 Smáčivost	33
2.4.4 Porušení adhezního spoje	34
2.5 PLAZMA	35
2.5.1 Rozdělení plazmatu	35
2.5.2 Elektrické výboje.....	37
2.5.3 Metody povlakování.....	37
2.6 MECHANICKÉ ZKOUŠKY	39
2.6.1 Zkouška ohybem	39
2.6.2 Zkouška tlakem	40
2.7 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE	41
2.7.1 Skenovací elektronová mikroskopie SEM	42
2.7.1.1 Konstrukce mikroskopu.....	43
2.7.1.2 Tvorba obrazu	44
2.7.1.3 Rozlišovací schopnost a vlnová délka.....	45
3. Cíl diplomové práce	47

4. Experimentální část	48
4.1 PŘÍPRAVA VLÁKEN	48
4.2 PLAZMOVÁ MODIFIKACE	49
4.3 PŘÍPRAVA VZORKŮ.....	50
4.3.1 Použité přístroje.....	50
4.3.2 Výroba geopolymeru s výztuží tkaninami s plátňovou vazbou	51
4.3.3 Výroba geopolymeru s krátkými čedičovými vlákny.....	52
4.4 MĚŘENÍ PEVNOSTI V OHYBU	54
4.5 MĚŘENÍ PEVNOSTI V TLAKU	55
4.6 POSOUZENÍ ADHEZE NA SEM	56
5. Vyhodnocení experimentální části a diskuze.....	57
5.1 OHYBOVÁ ZKOUŠKA	57
5.1.1 Geopolymer s čedičovými vlákny	57
5.1.2 Geopolymer s uhlíkovými vlákny	59
5.1.3 Geopolymer se skleněnými vlákny	60
5.2 TLAKOVÁ ZKOUŠKA	62
5.2.1 Geopolymer bez vláken.....	62
5.2.2 Geopolymerní kompozit s 0,5% krátkých čedičových vláken	65
5.2.3 Geopolymerní kompozit s 1% krátkých čedičových vláken	66
5.2.4 Geopolymerní kompozit s 3% krátkých čedičových vláken	68
5.2.5 Geopolymerní kompozit s 5% krátkých čedičových vláken	69
5.2.6 Porovnání pevnosti v tlaku geopolymerního kompozitu dle povrchové úpravy vláken	72
6. Diskuze	74
7. Závěr	75
8. Seznam použité literatury	76
Přílohy.....	79

1. Úvod

Tato diplomová práce se zabývá adhezí vlákenné výztuže ke geopolymerní matici. Pro zlepšení přilnavosti vláken ke geopolymerní matici se hledají nové metody úprav povrchu, které by vedly k zvýšení mechanických vlastností kompozitu.

Pojem geopolymery zavedl francouzský chemik J. Davidovits roku 1978, jsou to tedy celkem nové materiály, které s sebou přinášejí řadu specifických vlastností. Mezi výhody patří např. ochrana životního prostředí. V porovnání s výrobou cementu je výroba geopolymerního kompozitu pro přírodu mnohem příznivější z hlediska snížení emisí CO₂ do atmosféry. Další výhody jsou schopnost geopolymerního kompozitu inhibovat odpadní látky, těžké kovy a radioaktivní odpad. Geopolymery mají dále vysokou životnost, jsou odolné proti vysokým teplotám, mrazuvzdorné, mají snadnou zpracovatelnost a další. Nevýhodou je především značná křehkost, podobně jako u keramických materiálů a také doba vytvrzování geopolymerního kompozitu podobně jako u betonu 28 dní. V literatuře [1] se však uvádí, že 70% své pevnosti geopolymery získávají po 3 – 4 hodinách. V této práci je proto geopolymerní kompozit testován po kratší době vytvrzování, než obvyklých 28 dní. Zkrácená doba vytvrzování je nahrazena zvýšenou teplotou v peci. [1]

V první části práce je uveden popis geopolymerních kompozitů a jednotlivých druhů vláken, které byly testovány. Dále následují vlastnosti povrchu, jako jsou adheze a smáčivost. Na ně navazuje popis plazmových úprav, mechanických zkoušek a elektronové mikroskopie. V části experimentální je popsána úprava vláken, příprava vzorků a vlastní mechanické zkoušky měření pevnosti v ohybu a v tlaku. Adheze vláken je pak pozorována pomocí snímků z elektronového mikroskopu.

2. Teoretická část

2.1 Geopolymery

2.1.1 Definice geopolymery

Jako geopolymery označujeme materiály, které jsou připravované z alkalicky aktivovaných cementů na bázi hlinitokřemičitanů bez vápenaté složky. Vznikají poměrně složitým procesem – geopolymerizací (geopolykondenzací), který je založen na reakci hlinitokřemičitanů v silně alkalickém prostředí za normální teploty a za normálního tlaku. Tento materiál je na hranici mezi keramickými, skleněnými materiály a anorganickými pojivy. [3]

2.1.2 Historie geopolymery

První použití geopolymerních systémů se datuje už do období před naším letopočtem. V té době byly na stavby a umělecké předměty používány směsi vápna a přírodního sopečného popelu. [3]

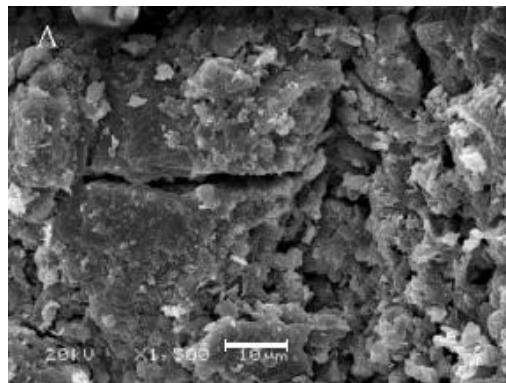
O novodobých dějinách geopolymery můžeme hovořit od roku 1939. Jedním z průkopníků výzkumu byl prof. V. D. Glukhovskij, který se svými spolupracovníky vyvíjel materiály na bázi granulátu strusky z vysoké pece, kterou aktivoval roztokem hydroxidu, uhličitanu a nebo sodným vodním sklem. [3]

Radikálněji se do historie zapsal francouzský chemik prof. Joseph Davidovits, který roku 1978 vyvinul a patentoval pojiva získaná alkalickou aktivací metakaolinu. Tyto materiály nazval „geopolymery“. Dle jeho teorie nebyly egyptské pyramidy vytvořeny z přírodního kamene. Podle něj lze prakticky jakýkoli kámen vytvořit uměle, a to s takovou dokonalostí, že se od přírodního dá rozlišit jen velmi specializovanou analýzou. Na základě chemického a mineralogického rozboru uvedl, že bloky pyramid byly vytvořeny ze směsi vápencového písku s hydroxidem vápenatým, uhličitanem sodným a vodou. Nerost, z něhož jsou pyramidy, obsahuje vodu, pohlcuje záření a jsou v něm nepatrné vzduchové bubliny. Nic z toho se u přírodních kamenů nevyskytuje. A když kvádrem vedete řez, zjistíte, že ve spodní části je hustější než v horní. Podle teorie využívali stavebníci ke stavbě pyramid období záplav, kdy se Nil rozlil do daleka. Tehdy snášeli mokřý písek z nejbližšího okolí, na místě ho pěchovali do forem, smísili s aktivačními prostředky a pak nechali slunce, aby směs postupně vysušilo a proměnilo v litý kámen. [3, 4]

2.1.3 Výroba geopolymery

Na světě existují ložiska pro výrobu geopolymery, která se už nemusejí aktivovat, tedy tepelně zpracovávat při teplotě 600-700°C. To znamená, že pak při výrobě geopolymery nevznikají žádné emise. První známé ložisko se nachází v Austrálii, druhé v České republice poblíž Zbůhu u Plzně. Při běžné výrobě geopolymery vzniká šestkrát méně oxidu uhličitého než při výrobě cementu. Při výrobě jedné tuny cementu unikne do ovzduší stejné množství CO₂, tedy rovněž jedna tuna. Současná produkce cementu tvoří osm procent všech emisí, které mají na svědomí skleníkový efekt a vznik ozonové díry. Přesto se na celosvětovém trhu počítá s růstem spotřeby cementu. Jako jeden z významných prostředků k řešení hrozící ekologické katastrofy se nabízejí právě geopolymery. [4]

Obecně se geopolymery vyrábějí alkalickou aktivací vhodného materiálu, jakými jsou odpadní materiály typu elektrárenský popílek, struska – nebo materiálů již využívaných v betonářském průmyslu (např. metakaolin a portlandský cement). Tento proces se nazývá tzv. geopolymeryzace. Alkalická aktivace je v podstatě reakce alkalického aktivátoru (NaOH, KOH, vodní sklo) s latentně hydraulickou látkou (metakaolin, struska, popílek) za vzniku fázových systémů. Produkt se odlišuje od portlandského cementu zejména mikrostrukturou. [3, 4]



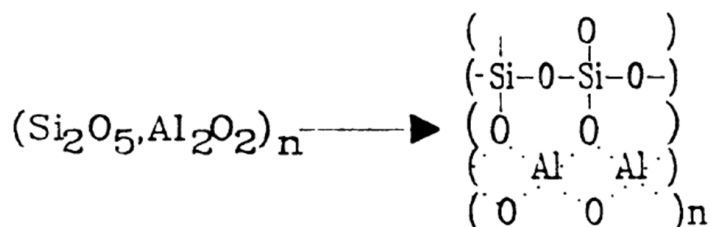
Obr. 1 Mikrostruktura geopolymery [2]

Geopolymeryzace je vlastně polykondenzační reakce, při níž reakcí alumináto-silikátů v silně alkalickém prostředí vznikají sialátové vazby Si-O-Al-O. [5]

Proces geopolymeryzace se dělí na několik kroků: rozpouštění vstupních surovin, difúze (přenos), polykondenzace (nejdříve za vzniku gelu, později dojde k vytvoření pevné geopolymerní struktury). Zároveň probíhají i povrchové reakce na nerozpuštěných částicích. Přesný mechanismus není zatím zcela objasněn. [5]

Prvním krokem geopolymerizace je rozrušení kovalentních vazeb Si-O-Si a Al-O-Si. Předpokládá se, že rozpouštění je iniciováno přítomností hydroxylového iontu. Rozpouštění Si a Al v alkalickém prostředí (pH>12) závisí na několika faktorech, jako je koncentrace alkalického aktivátoru, strukturní a povrchové vlastnosti použitých alumináto-silikátů a typ alkalického aktivátoru. Nikdy nedojde k rozpuštění všeho Si a Al z původních materiálů. Se vzrůstající koncentrací alkalického aktivátoru vzrůstá i množství rozpuštěného Si a Al. Na rozpustnost má vliv i velikost částic původních surovin. Platí, že čím jemnější je materiál, tím lépe se rozpouští. Podle některých výzkumů následuje po prvotním rozpouštění vznik gelu. Tento gel nejdříve vzniká na povrchu částic, ale postupně se pomocí difúze přesunuje do prostor mezi zrny a dochází k jeho precipitaci a vytváření nových pevných fází. Při tuhnutí gelu dochází k vytěsňování části vody a alkalického aktivátoru ze struktury. [5]

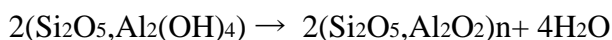
Jeden z hlavních mechanismů vzniku geopolymerů, je tedy chemická reakce oxidů hlinitokřemičitanů (obsahující ionty hliníku v tetraedrické koordinaci Al^{3+}) s alkálií a alkalickými polykřemičitany. Způsobují to vazby v síti typu Si-O-Al. Ke zdůraznění tetraedrického uspořádání iontů hliníku se užívá zápis $(Si_2O_5, Al_2O_2)_n$ u těchto specifických oxidů hlinitokřemičitanů, které jsou prekurzorem k procesu polymerace příslušných geopolymerů. [6]



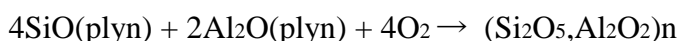
Obr. 2 Zobrazení molekulární struktury hlinitokřemičitanů užívaných jako prekurzor v procesu geopolymerizace [6]

Výroba prekurzoru $(Si_2O_5, Al_2O_2)_n$ se provádí:

- a) vápněním hlinitokřemičitanových hydroxidů $(Si_2O_5, Al_2(OH)_4)$

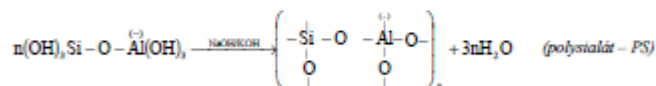
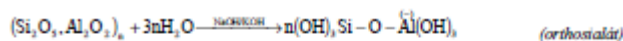


- b) kondenzací par SiO a Al₂O:

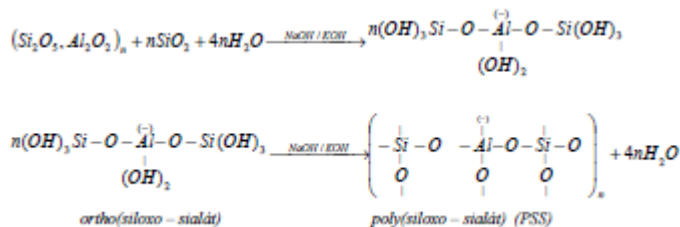


Současně při reakci vzniká:





Rovnice 1. Chemická reakce probíhající během vzniku polysialátů [6]

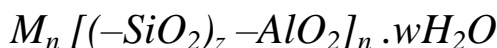


Rovnice 2. Chemická reakce probíhající během vzniku poly(siloxo-sialátů) [6]

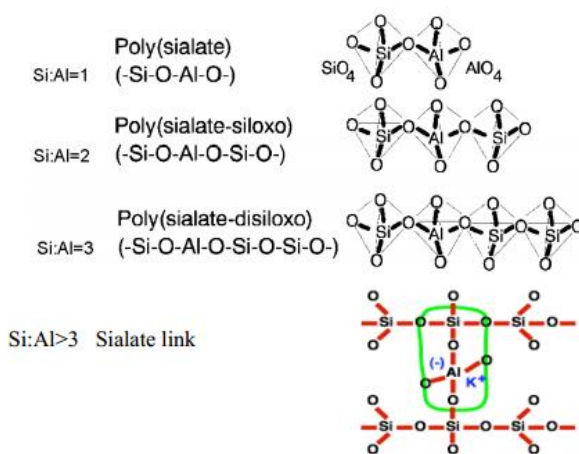
2.1.4 Struktura geopolymeru

Struktura geopolymerů je tvořena trojrozměrnou „sialátovou“ sítí, která se skládá z tetraedrů SiO_4 a AlO_4 , které jsou navzájem spojeny pomocí svých kyslíkových atomů (=kyslíkové můstky). Pro kompenzaci záporného náboje $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ je nutná přítomnost kladně nabitých iontů ve struktuře geopolymeru. Těmito kationty mohou být Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , NH_4^+ , H_3O^+ . Většinou jsou to první dva jmenované. [5]

Obecný empirický vzorec polysialátů:

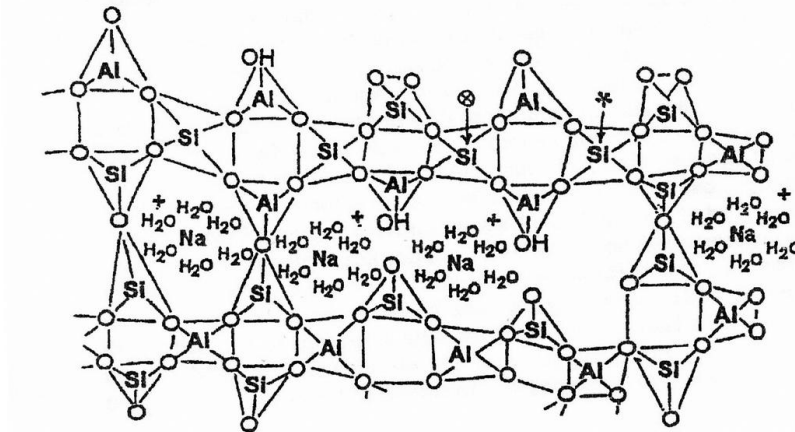


kde n označuje stupeň polymerizace, z je přirozené číslo (1, 2, 3, atd.) a M je kation, jako např. sodík či draslík. [6, 7]



Obr. 3 Základní druhy polysialátů [8]

Polysialáty jsou řetězcovými polymery, ve kterých jsou atomy hliníku Al^{3+} a křemíku Si^{4+} v tetraedrickém uspořádání s atomy kyslíku. Jejich struktura se mění z amorfní do částečně krystalické. Mohou také vytvářet vazby v polymerním řetězci, to se označuje jako síťující prvek. Zesíťování může proběhnout tehdy, je-li poměr atomů křemíku a hliníku v síti geopolymeru větší než 2. [6]



Obr. 4 Současný pohled na strukturu geopolymeru (náhodné uspořádání) [5]

Chemické složení je závislé na poměru atomů Si:Al v geopolymerním řetězci, dále na obsahu a typu alkalického aktivátoru, vody a dalších přísad používáných při výrobě geopolymerů. Tyto faktory ovlivňují smrštění geopolymeru při syntéze, pórovitost, fyzikální a chemickou strukturu a další vlastnosti, jako tepelné, mechanické nebo tepelně-mechanické vlastnosti. [6]

Při nízkých poměrech mezi atomem křemíku a hliníku ($\text{Si:Al} < 1,4$) je struktura geopolymeru nehomogenní a pórovitá. S vyšším poměrem Si:Al se zvětšuje homogenita materiálu a snižuje pórovitost, což má kladný vliv na mechanické vlastnosti. [6]

2.1.5 Vlastnosti geopolymeru

Na konečné vlastnosti geopolymerů má podstatný vliv teplota a doba trvání geopolymerizace, dále vlastnosti vstupního materiálu (chemické složení, velikost částic, obsah CaO), poměr Si:Al, koncentrace aktivačního roztoku a jeho složení, pH, obsah vody. [3]

Vytvrzené geopolymery mají jistou podobnost vytvrzenému portlandskému cementu. Proces tvrdnutí je ale odlišný. Voda při tuhnutí geopolymeru slouží jako nosič alkalického aktivátoru a zůstává ve struktuře. Přebytečná voda se odpařuje a zanechává po sobě síť pórů a kapilár. Geopolymery získávají okolo 70% své pevnosti v prvních

3-4 hodinách. Další důležitý faktor při tvrdnutí směsi je teplota prostředí. Reakce proběhne rychleji při zvýšené teplotě, pak je i větší tvrdost, ale také větší pórovitost. [1]

Výsledkem geopolymerizace je produkt, který nám nabízí široké a různorodé uplatnění.

Geopolymery vlastnosti:

- dobré mechanické vlastnosti i při vyšších teplotách do 1000°C (např. pevnost)
- vysoká životnost (geopolymerní betony a malty odolávají zvětrávání tisíce let bez významných změn)
- tepelně-izolační vlastnosti (slouží jako vynikající izolace a stavební materiál)
- nehořlavé, netoxické
- chemická odolnost (vysoká odolnost vůči působení agresivního prostředí)
- mrazuvzdornost
- ekologičtější způsob výroby ve srovnání s betonem (nižší produkce CO₂)
- schopnost uzavírat do polymerní sítě případné škodliviny přítomné v základních surovinách (těžké kovy) – geopolymery dokážou zakonzervovat toxické a radioaktivní odpady
- recyklovatelnost [1, 3, 4, 6]

Tabulka 1. Základní vlastnosti geopolimerů [6]

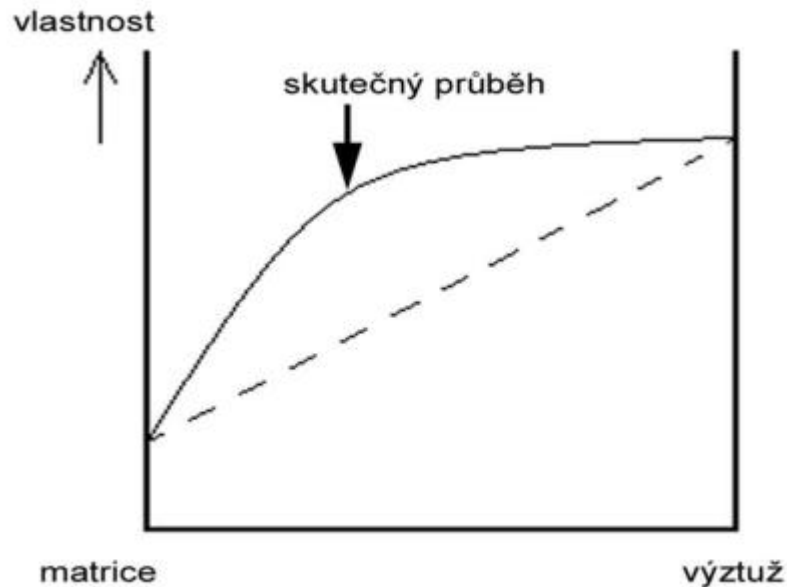
Hustota [kg/m ³]	1500
Modul pružnosti [GPa]	14
Mez pevnosti v ohybu [MPa]	130
Teplotní odolnost [°C]	1000
Cena [Kč/kg]	20

2.2 Kompozity

2.2.1 Definice kompozitu

Kombinace dvou nebo více materiálů, lišících se v makroměřítku tvarem nebo složením. Složky si zachovávají svou identitu (ani rozpouštění, ani slučování), ale na okolí působí v součinnosti (synergie). Každá složka může být fyzikálně identifikována a mezi ní a dalšími složkami je rozhraní. [10]

Synergický efekt – v celku dosahujeme vlastností, které nemají samostatné složky a nedají se dosáhnout ani jejich sumací. [10]



Obr. 5 Synergický účinek [11]

Kompozity se skládají z matrice a disperze (výztuže). Matrice je nejméně jedna spojitá fáze, která drží kompozit pohromadě. Disperze je nespojitá, podle možností rovnoměrně rozptýlená fáze. Tyto fáze se liší svými mechanickými, fyzikálními a chemickými vlastnostmi. [10, 11]

2.2.2 Rozdělení kompozitů

Rozdělení podle druhu matrice:

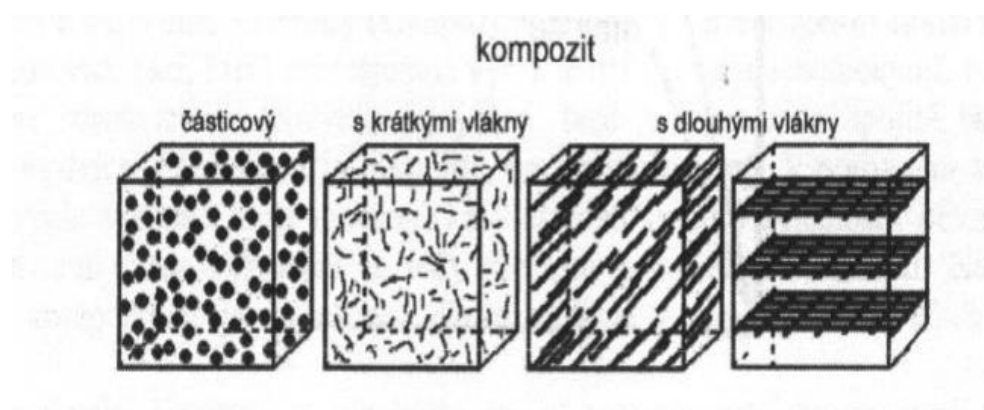
- PMC – s plastovou matricí
- MMC – s kovovou matricí
- CMC – s keramickou matricí (skleněná matrice patří také do CMC)
- SMC – se silikátovou matricí

Rozdělení podle typu disperze:

- prvního druhu – pevná disperze
- druhého druhu – kapalná disperze
- třetího druhu – plynná disperze

Rozdělení podle tvaru disperze:

- vlákna – jsou v jednom směru výrazně rozměrnější než v ostatních směrech
 - Krátká – délka vláken je výrazně menší v porovnání s velikostí výrobku
 - Dlouhá (kontinuální) – délka vláken je srovnatelná s délkou výrobků
- částice – jeden rozměr útvaru výztuže nesmí výrazně přesahovat ostatní
 - Jednorozměrné – jehličky, tyčinky
 - Dvojezměrné – destičky
 - Izometrické – globule, krychle
- desky – speciální případ, mizí rozdíl mezi maticí a disperzí [10, 11]

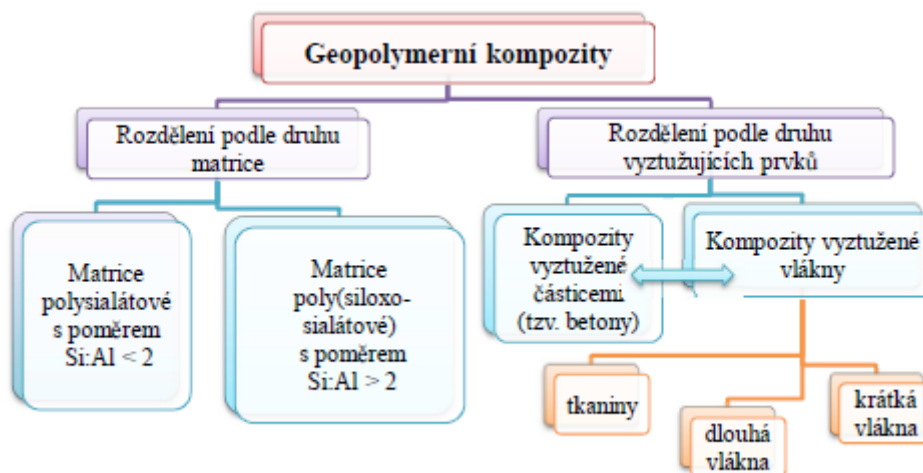


Obr. 6 Druhy výztuže[11]

2.2.3 Použití kompozitů s geopolymerní maticí

Geopolymery lze použít jako matrice kompozitních materiálů spolu s vhodně vybranými vyztužujícími prvky. Tím dochází ke zvýšení jejich mechanických vlastností, často o několik desítek procent, aniž by došlo ke změně jejich vlastností při vyšších teplotách. Díky nízké hustotě a poměrně snadné výrobě je jejich použití možné v mnoha moderních inženýrských aplikacích. Jednotlivé složky nemění svou identitu (tzn. vzájemně se úplně nerozpouštějí ani neslučují), ale na své okolí působí v součinnosti. [6]

Geopolymerní kompozity lze rozdělit podle geopolymerní matrice nebo typu vyztužujících prvků – viz obr. 7. [6]



Obr. 7 Schéma přehledu geopolymerních kompozitů [6]

Oblast použití geopolymerních materiálů je určena chemickým složením z hlediska poměru Si:Al. [1]

$\begin{array}{c} \text{Si-O-Si-O-Si-O-Si-O-Si-O} \\ \\ \text{O} \\ \\ \text{-Al-} \\ \\ \text{O} \\ \text{Si-O-Si-O-Si-O-Si-O-Si-O} \\ \text{20:1 < Si:Al < 35:1} \end{array}$	↑ 3D uspořádání Polymerní charakter ↑ 2D uspořádání	ohnivzdorné materiály vláknové kompozity
$\left[\begin{array}{c} \text{-Si-O-Al-O-Si-O-} \\ \\ \text{O} \\ \\ \text{-Si-} \\ \\ \text{O} \end{array} \right] \\ \text{(F, SiO}_2\text{)} \\ \text{Si:Al > 3:1}$		těsnění pro průmysl odolné v rozmezí 200-600 °C kompozity v letectví
$\left[\begin{array}{c} \text{-Si-O-Al-O-Si-O-} \\ \\ \text{O} \\ \\ \text{-Si-} \\ \\ \text{O} \end{array} \right] \\ \text{Si:Al 3:1}$		teplotně odolné materiály 200-1000 °C požární ochrana - skelná vlákna
$\text{(-Si-O-Al-O-Si-O-)} \\ \text{Si:Al 2:1}$		cementy, betony (> CO₂) imobilizace toxických radioaktivních odpadů
$\text{(-Si-O-Al-O-)} \\ \text{Si:Al 1:1}$		cihly, keramika požární ochrana

Obr. 8 Použití geopolymerních materiálů dle poměru Si:Al [9]

Nejvyšší uplatnění geopolymérů je ve stavebnictví. První aplikace pocházejí z let 1972 – 1976, kdy byl geopolymér nanášen na dřevotřískové desky, aby zvýšil ohnivzdornost. Dále pak byl geopolymerní cement PyramentTM použit na opravu letištní plochy v Los Angeles. V budoucnu lze očekávat využití geopolymérů při výstavbě silnic, mostů, budov a jiných staveb. Dále pak můžeme geopolymery použít v automobilovém průmyslu např. výfukové potrubí u vozů Formule 1, nebo v leteckém a kosmickém průmyslu na výrobu tepelných štítů pro raketoplány. Do budoucna může být velmi podstatná stabilizace nebezpečných radioaktivních odpadů pomocí geopolymerních matic (tzv. solidifikace). [4]



Obr. 9 The Eagle z roku 1999 [8]



Obr. 10 Rafale francouzské stíhací letadlo [8]

2.3 Vyztužující vlákna

Vláknové mikrokompozity obsahují vlákna o průměru 10^0 až 10^2 μm . Některé kompozity obsahují vlákna v podobě nanovláken a zařazují se proto mezi nanokompozity. Pevnost vlákna je vždy významně větší než pevnost stejného materiálu v kompaktní formě. Příčinou je malý příčný průřez vláken. V tenkých vlákních jsou minimalizovány rozměry vrozených vad materiálu a také nebezpečnost povrchových vad je při velmi malých příčných rozměrech menší (tenká vlákna mají oproti stejně dlouhým vláknům větších průměrů významně menší povrch). Vady existují jen v podobě submikroskopických až mikroskopických trhlinek a dutinek, které jsou přednostně orientovány (protaženy) v podélném směru vlákna. [12]

Rozdělení vláken:

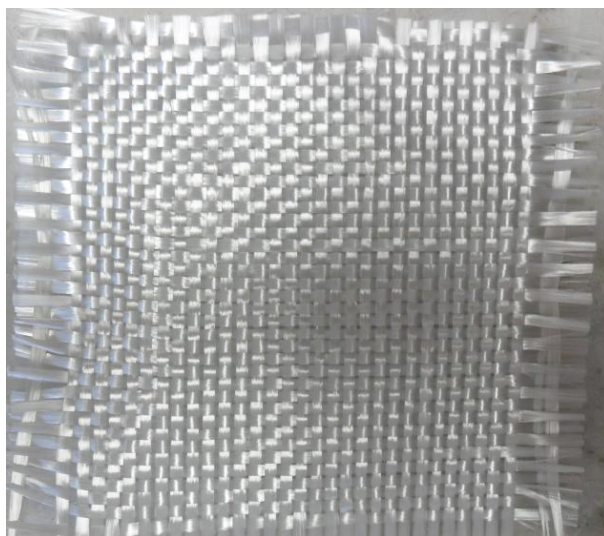
- Do průměru 100 nm – nanovlákná
- 0,1 až 1 μm – mikrovlákná (whiskery)
- 1 až 10 μm – střední vlákna – uhlíková, skleněná, textilní
- Nad 10 μm – hrubá vlákna [13]

Geopolymerní kompozit byl vytvořen z vláken skleněných, uhlíkových a čedičových.

2.3.1 Skleněná vlákna

Skleněná vlákna mají silikátový základ (SiO_2). Vyrábějí se tažením taveniny směsi oxidů Si (s příměsí oxidů Al, Ca, Mg, Pb a B) a většinou s malým podílem oxidů alkalických kovů Na a K. Potřebného průměru vláken se dosáhne dloužením proudu skla tekoucího platinorhodiiovými tryskami (průměr trysky 1 mm) ve dnu zvlákňovací hlavy. Konečný průměr vlákna je dán rozdílem mezi rychlostí vytékání skloviny a rychlostí odtahování vlákna. Jednotlivá vlákna se po povrchové úpravě sdružují do pramene a navíjejí se na cívku. Sdružením pramenů vzniká roving (pramenec). [12]

Úprava povrchu skelných vláken je nutná, protože při manipulaci s nechráněnými vlákny dochází při jejich vzájemném kontaktu k abrazi a následnému snížení pevnosti. Proto se každé jednotlivé vlákno ihned po vytažení z trysky ve dnu zvlákňovací hlavy, vydloužení a ochlazení na teplotu okolí pokrývá ochranným povlakem (tzv. "sizing"), jehož tloušťka odpovídá hmotnostnímu podílu 0,3 až 1,5 %. [12]



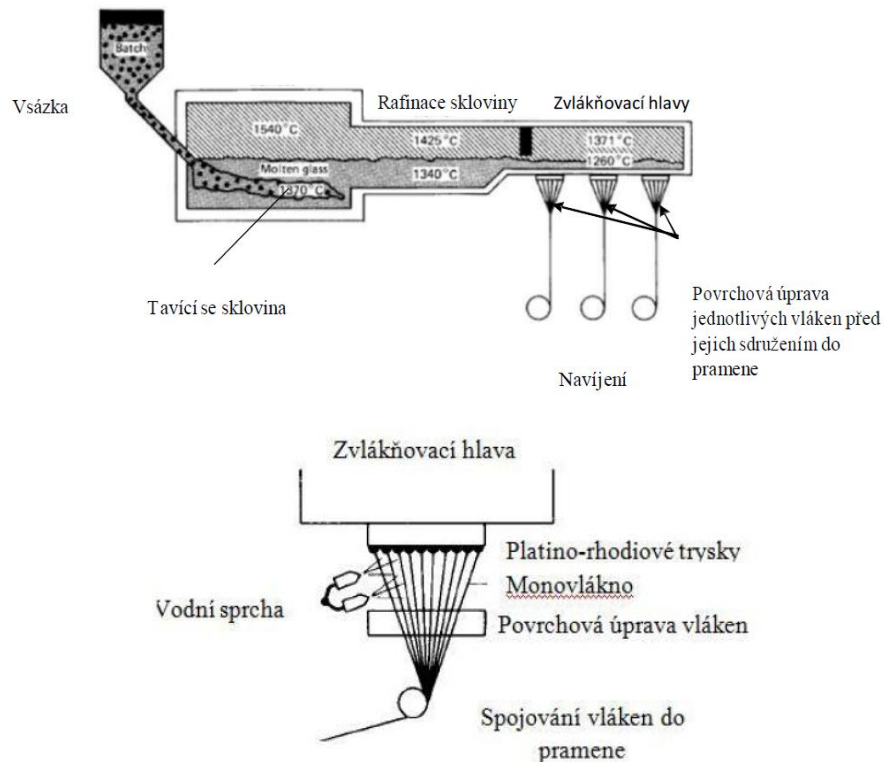
Obr. 11 Skelná tkanina

K úpravě povrchu vláken se používají:

- lubrikační látky (vosk, olej, škrob, želatina polyvinylalkohol), které usnadňují další textilní zpracování vláken. Lubrikační látku je nutno před výrobou kompozitu z povrchu vláken odstranit, aby bylo dosaženo potřebné soudržnosti vláken a matrice

- vazebné prostředky, které mají dobrou afinitu jak ke skleněným vláknům, tak k polymerní matici [12]

K pozitivním účinkům ochranných prostředků patří snížení adsorbovaného podílu vody (mají určitý hydrofobizační účinek) a antistatické působení (vlákna méně přitahují prach). [12]



Obr. 12 Schéma výroby skleněných vláken [12]

Skleněná vlákna jsou anorganická s širokou škálou použití. Ceněná jsou hlavně pro svoje výborné technické vlastnosti, jako jsou vysoká pevnost, vysoká hodnota Youngova modulu v tahu, odolnost vůči vysokým teplotám, nehořlavost, dobrá chemická odolnost a dobré elektrické vlastnosti. Vynikajících tepelně a zvukově izolačních vlastností využívá v široké míře stavební průmysl. [14]

Vlastnosti skleněných vláken jsou výhodné zvláště ve výrobě kompozitních materiálů jako vyztužující kontinuální vlákna nebo ve formě stříže. Skleněná vlákna jsou používána ke konstrukci vláknových kompozitů o vysoké kvalitě s vysokými nároky na mechanické a tepelné vlastnosti. Konečné výrobky se využívají především v automobilovém průmyslu, ve stavebnictví, leteckém průmyslu, chemickém průmyslu

elektrotechnice a v jiných odvětvích. V elektronickém průmyslu se aplikují zejména ve výrobě laptopů, počítačů a mobilních telefonů. [14]

Základní vlastnosti skelných vláken:

- hustota okolo 2,5 g/cm³
- tuhost zhruba jako hliník – 1/3 tuhosti oceli, E = 80 až 100 GPa
- malá odolnost skelných vláken vůči únavě
- rozpor mezi vysokou pevností a vysokou smáčivostí – pro zvětšení smáčivosti je žádoucí úprava povrchu (lubrikace), ta ale snižuje pevnost vláken
- tepelná vodivost je o polovinu nižší než u oceli [6]

Tabulka 2. Nejčastěji používané druhy skel pro výrobu vláken. [6,13]

Označení skla	Použití	Složení [%]	Pevnost [GPa]	Prodloužení při lomu [%]
E	Elektrické izolace	55SiO ₂ , 11Al ₂ O ₃ , 6B ₂ O ₅ , 18CaO, 5MgO	3	3
S	Vysokopevnostní kompozity	65SiO ₂ , 25Al ₂ O ₃ , 10 MgO	5	5
A	Tepelné izolace	72SiO ₂ , 1Al ₂ O ₃ , 3MgO, 10CaO, 14K ₂ O	-	-
C (Pyrex)	Chemické aplikace	65SiO ₂ , 4Al ₂ O ₃ , 6B ₂ O ₃ , 3MgO, 14 CaO, 9K ₂ O	2	2

V kompozitech jsou používána vlákna ze skloviny C (kyselinám odolná vlákna), D (skleněná vlákna dielektrická), E sklo, E-CR, AR (vlákna odolná alkáliím, S, S-1, S-2, S-3 a S3-UHMT (nová skleněná vlákna s velkým modulem pružnosti), L vlákna (skleněná vlákna se zvýšeným obsahem olova) a křemenná vlákna. [12]

Typy vláken:

Vlákna typu E tzv. bezalkalické vápenato-hlinito-křemičité sklo, sklo Eutal, má eutektické složení s nejmenší teplotou tavení, je nejlevnější (od 1,6 do 3,15 \$/kg) a přitom má dobré mechanické a elektrické vlastnosti (nevodivost, velký povrchový odpor a poměrně dobrou odolnost proti hydrolýze (rozkladu v horké vodě). Chemicky odolnější E skla jsou bez oxidu boru (B_2O_3). [12]

Vlákna typu S mají větší podíl oxidu křemíku a hliníku a jsou dražší (jejich cena se pohybuje od 19 do 31,6 \$/kg), protože sklovina má větší teplotu tavení. Používají se většinou v kompozitech s epoxidovou maticí. Vlákna mají větší pevnost v tahu a větší modul pružnosti v tahu než standardní vlákna z E skla. Jsou bez oxidu boru (B_2O_3). [12]

Vlákna typu C s vyšším podílem alkálií, mají nižší teplotu měknutí, jsou méně pevná a jejich mechanické vlastnosti rychleji klesají s rostoucí teplotou. V prostředí obsahujícím kyseliny větší podíl alkalických prvků zlepšuje odolnost proti rozpouštění, v samotné vodě se však alkalické prvky rychle vyluhují. [12]

Vlákna typu AR jsou vhodná pro alkalické prostředí. Sklovina je odolná vůči tomuto prostředí (používají se například pro výrobu střešních šablon s cementovým pojivem, tzv. „ekologický“ eternit). Pokud nejsou vlákna k dispozici, vyhovuje i E sklo. [12]

Vlákna typu L obsahují oxid olova. Olovo především zvyšuje nepropustnost vyrobeného laminátu pro rentgenové záření. Aplikace tohoto typu skla najdeme v lékařství a vědeckých přístrojích. [12]

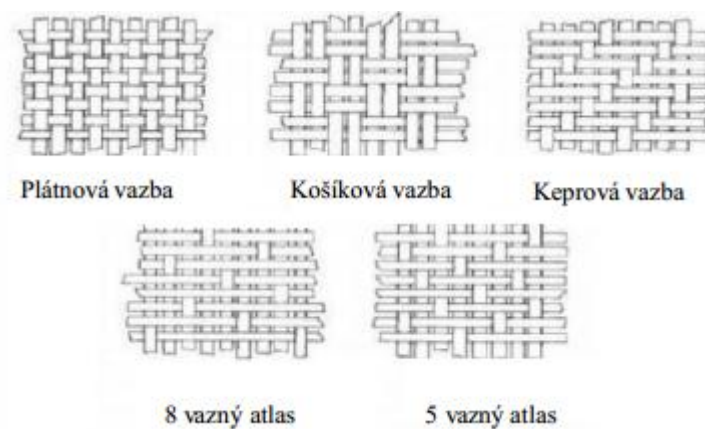
Křemenná vlákna mají stejně nízkou relativní permitivitu jako polymerní aramidová vlákna, velmi malý součinitel délkové roztažnosti (vydrží teplotní šoky), má nulovou adsorpci vlhkosti a dobrou prostupnost pro UV paprsky světelného záření. Křemenné sklo měkne již při $1300^\circ C$, ale při větších teplotách se nestává kapalným. [12]

A sklo je určeno pro architekturu, vlákna se z něho nevyrábějí. [12]

Vazby skleněných tkanin:

- Plátňová vazba (angl. “plain“) je nejpevnější a také nejméně poddajná při tvarování, když rovingy v osnově i útku jsou stejně silné a stejnoměrně vzdálené. Pramenec útku prochází vždy pod a nad každým pramenem osnovy (tzv. vyvážená plátňová vazba). Volnější a tím i poddajnější plátňovou vazbu vytvářejí dva a více pramenů útku, procházejícího pod dvěma nebo více nitěmi osnovy (košíková vazba, angl. “basket“).

- Keprová vazba (angl. “twill“) je vytvořena, když útek překříží minimálně dva prameny osnovy, než opět projde pod jedním nebo více prameny osnovy. V další řadě se útek posouvá doprava nebo doleva vždy k nejbližšímu prameni osnovy. Na tkanině je tak vytvářen diagonální vzor. Pokud je použita vazba např. 3/1, znamená to, že jeden pramen osnovy je překryt třemi prameny útku a jedním pramenem útku na spodní straně. Keprových vazeb je více typů. Tkanina s keprovou vazbou je ohebnější než plátňová vazba, ovšem pouze při měkké povrchové úpravě vláken.
- Atlasová vazba (angl. “satin“) je nejméně pevnou textilní vazbou. Jeden pramen osnovy je překryt čtyřmi a více prameny útku svrchu a jedním pramenem ze spodní strany. Počet pramenů osnovy překrytých útkem udává tzv. vaznost atlasu (5 až 12). Povrch tkaniny je hladký a lesklý, s dlouhými ploškami, v nichž vlákna leží rovnoběžně s povrchem. Vazba umožňuje dosáhnout velký objemový podíl vláken ve vrstvě kompozitu a zaručuje minimální zvlnění vláken. S atlasovou tkaninou je tedy možno získat kompozit s větší pevností a tuhostí, než při použití ostatních vazeb [12]



Obr. 13 Druhy textilních vazeb[12]

2.3.2 Uhlíková vlákna

Uhlík byl znám jako látka již v pravěku (dřevěné uhlí, saze), ale jako prvek je znám až od druhé poloviny osmnáctého století. Mezinárodní název uhlíku “carbon“ je odvozen od latinského *carbo*, čímž Římané označovali dřevěné uhlí. Uhlík se široce vyskytuje v přírodě. Elementární uhlík byl dokázán ve vesmíru: na Slunci, hvězdách, kometách a v atmosféře planet. Uhlík nám dává: [15]

- nejpevnější vlákna
- nejlepší mazadlo (lubrikant) – grafit
- nejpevnější a nejtvrdší materiál – diamant
- nejlepší adsorbent plynů – aktivní uhlí
- nejlepší héliovou bariéru – skelný uhlík
- nové objevy jako je molekula fullerenu, nanotrubičky [15]

Uhlíková vlákna jsou materiálem převážně z uhlíku s podílem grafitové fáze. Atomy uhlíku jsou uspořádány ve dvoudimenzionálních hexagonálních vrstvách ve vzdálenosti o délce 10 až 12 nm, uspořádaných ve svazcích o tloušťce 10 nm a tvořících mikrofibrily o délce větší než 20 nm, mezi kterými jsou podélné plynové bubliny o tloušťce asi 15 nm a délce větší než 30 nm. Uhlíková vlákna mají tvar válcový nebo tvar válcové trubice. Vlákna se dnes vyrábějí převážně z vláken polyakrylonitrilových – PAN, vláken novoloidu a ze sulfonovaného polyethylenu. [6]

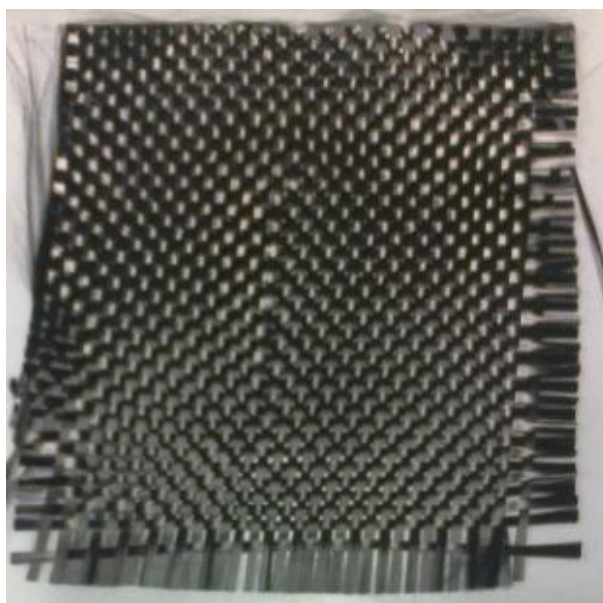
Postup výroby uhlíkového vlákna z PAN:

- **Stabilizace** při teplotách 200 až 300 °C (1 – 2 hodiny), za působení tahového napětí a v oxidačním prostředí (vzduch) je PAN vlákno stabilizováno. Dojde k cyklizaci vazeb v řetězci makromolekuly PAN (vytvoření paralelních žebříkovitých makromolekul) a k vzájemnému zesílení makromolekul kyslíkovými můstky. Vlákno při této etapě ztmavne a stane se netavitelným.
- **Karbonizace** při teplotách od 1000 do 1800 °C (30 – 60 vteřin) v inertním prostředí (velice čistý dusík) ve vláknu proběhne karbonizace (odstraní se vodík a sníží obsah dusíku a kyslíku, 80 až 95 % hmoty tvoří uhlík). Vlákno dosáhne maximální pevnosti v tahu.
- **Grafitizace** při teplotách do 3000 °C (15 až 20 vteřin) v prostředí dusíku a argonu. Ještě více se zvětší obsah uhlíku a umožní se vznik dokonalejších mikrokrystalů. Vyvinutější mikrokrystaly vedou k zvětšení tuhosti vlákna.
- Následují povrchové úpravy vláken – např. leptání kyselinou dusičnou. [6, 12]

Zatímco člověk se snaží o zhotovení uhlíkových vláken zhruba 120 let, příroda je uměla vytvořit již v dávných geologických časech. Mineralogové zjistili v některých ložiskách grafitu výskyt vláknitých a tubulárních krystalitů. [15]

Uhlíková vlákna jako technický materiál jsou tedy známa zhruba 50 let. Postupně byly vyvíjeny jak nové typy vláken se speciálními vlastnostmi, tak původní materiál sloužící pouze pro vysokoteplotní izolace získával stále vyšší pevnost, modul pružnosti, elektrickou a tepelnou vodivost respektive adsorpční vlastnosti. V současné době je třeba rozlišovat: [15]

- *uhlíková vlákna nižších parametrů* – pevnost v tahu < 1 GPa, modul pružnosti v tahu < 100 GPa. Tato vlákna jsou obvykle připravována přímo ve formě textilních útvarů – tkanin, pásků, apod. Prekurzorem je viskóza nebo izotropní smoly. Používají se jako tepelná izolace, elektromagnetické stínění, odstraňování elektrostatických nábojů v povrchových vrstvách kompozitních struktur. [15]
- *uhlíková vlákna s vysokými mechanickými parametry* (high performance carbon fibers) – pevnost v tahu 3,5 – 7 GPa, modul pružnosti 230 – 930 GPa. Do této skupiny zahrnujeme vlákna připravená z polyakrylonitrilové suroviny, z mezofázových smol a vlákna charakteru whiskerů připravených katalytickým rozkladem plynných uhlovodíků (VGCF – vapor grown CF). Podle konkrétních mechanických vlastností je tato skupina členěna na vysocepevná vlákna (high tensile or high tenacity – HT fibers), vysokomodulová vlákna označená HM, středně modulová vlákna (intermediate modulus – IM fibers) a vlákna se supervysokým modulem (ultrahigh modulus – UHM fibers). [15]



Obr. 14 Uhlíková tkanina

Základní vlastnosti uhlíkových vláken:

- až desetinásobná tuhost a poloviční hustota než skelná vlákna
- vysoká pevnost v tahu
- vysoký modul pružnosti v tahu
- odolnost proti únavě (na rozdíl od skelných vláken), ale malá odolnost ostrým ohybům
- nízká měrná hmotnost
- vykazují vynikající tepelné vlastnosti, pokud jsou chráněna před oxidací – nízký koeficient tepelné roztažnosti (dokonce někdy záporná), odolnost vysokým a nízkým teplotám, odolnost tepelným rázům
- stabilní do 1000 °C, při ochraně před oxidací do 2000 °C
- jsou elektricky vodivá [6, 15]

Stále ještě poměrně vysoká cena uhlíkových vláken směřuje jejich aplikace na obory, v nichž tento handicap tolik neškodí. Letectví a kosmonautika byly první, kdo dal impuls k vývoji těchto materiálů: konstrukce satelitů, vesmírných lodí, lopatky motorů, vrtule a další. U pozemní dopravy jsou cenové relace méně příznivé pro širokou aplikaci, přesto jsou stavěny karoserie a výztuhy závodních automobilů, listy per, ojnice, součásti brzd a brzdové obložení a obdobně. Další použití je ve vodní dopravě, jelikož byla zjištěna výborná odolnost uhlíkových kompozitů vůči mořské vodě. V lékařství zase byla zjištěna vynikající biologická snášenlivost živé tkáně s uhlíkovými vlákny, proto jsou používány na umělé kosti, šlachy atd. Ve spotřebním průmyslu se setkáme s celou řadou sportovních výrobků, jako jsou tenisové rakety, rybářské pruty, golfové hole, lyžařské hole, výztuhy hokejek, kostry závodních kol, atd. Dále nachází uhlíková vlákna uplatnění ve strojírenství, stavebnictví, chemické výrobě nebo výrobě energií. [15]

2.3.3 Čedičová vlákna

Čedič nebo také basalt je přírodní materiál, který se nachází na celém světě, tedy i v České republice. Je to magmatická (vyvřelá) hornina sopečného původu šedočerné až černé barvy. Zvětralý čedič má barvu šedou. Tato hornina vznikala již ve třetihorách z vyvřelého magmatu, které chladlo a tuhlo na zemském povrchu. [16]

Čedičové horniny vhodné pro výrobu vláken obsahují obvykle dva základní minerály tj. olivín ($2(\text{MgFe})\text{O}\cdot\text{SiO}_2$) a nefelin ($\text{Na}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$). Dále musí splňovat tyto požadavky:

- obsah SiO_2 kolem 46 % a konstantní chemické složení
- schopnost tání bez pevných zbytků
- optimální viskozita směsi
- schopnost tuhnutí bez výrazné krystalizace [17]

Výroba čedičových vláken se rozšířila teprve v době nedávné, jedná se v podstatě o nový typ technického vlákna. Vlastnosti čedičových vláken jsou velice podobné vlastnostem skleněných vláken typu S. Pro výrobu skleněných vláken se však převážně používá sklo typu E, které má vlastnosti i složení odlišné. Pro své vlastnosti jsou čedičová vlákna vhodná k výrobě produktů, na které jsou kladeny zvýšené užitné vlastnosti, tepelně – izolační vlastnosti, a také zvýšená chemická odolnost. Další výhodou je cena čedičových vláken, která činí asi 60 % skelných S vláken. [6, 16]

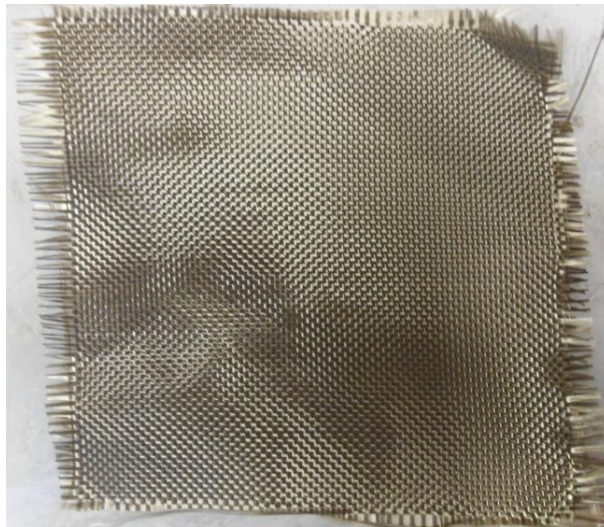
Čedičové horniny tají přibližně v rozmezí teplot 1500 – 1700 °C. Při dostatečně rychlém chlazení vzniká sklovitá, přibližně amorfní struktura. Pomalé chlazení vede ke vzniku krystalické struktury směsi minerálů. [17]

Vlákna se vyrábějí jednostupňovým tažením, které probíhá při teplotách 1500 – 1700 °C. Dále se na vlákna nanáší lubrikace. Ta snižuje mechanické poškození při tření vláken o sebe. Při mechanickém poškození se výrazně snižuje pevnost vyráběných vláken. Po nanesení lubrikace probíhá navíjení vláken. Čedičová vlákna mají téměř kruhový průřez a jsou téměř hladká. Barva závisí na obsahu jednotlivých oxidů v surovině. Může být hnědá, hnědošedá, hnědozelená a zelená. [16]

Základní vlastnosti čedičových vláken:

- pevnost v tahu od 2 – 4,7 GPa
- Youngův modul v rozmezí 70 – 89 GPa
- hustota 2,6 – 2,8 g/cm³
- pracovní rozsah teplot -260 až 820 °C
- prodloužení při přetržení 3,15 %
- součinitel délkové teplotní roztažnosti $5,5 \cdot 10^{-6}$ 1/K
- nehořlavost, minimální nasákavost

- dobrá tepelná odolnost, chemická odolnost, odolnost UV záření, plísním a jiným mikroorganismům [6, 12, 16]



Obr. 15 Čedičová tkanina

2.4 Adheze

K vysvětlení podstaty adheze bylo vytvořeno více definic, ale žádná nevystihuje tento problém po všech stránkách. Správná definice by měla zahrnovat zároveň termodynamické i mechanické aspekty adheze. Proto existuje více teorií, kdy každá je použitelná za jiných okolností, ale žádná není univerzální. [18]

Adheze popisuje stav, kdy jsou dvě odlišná tělesa vázána k sobě těsným povrchovým kontaktem, který nám umožňuje přenos mechanické síly či práce. Povrchové síly držící dvě tělesa (fáze) pohromadě mohou být založeny na Van der Waalsových silách, chemické vazbě, elektrostatických silách či na difúzi. Mechanická pevnost spoje však není determinována pouze uvedenými silami, ale zároveň mechanickými vlastnostmi mezifázového rozhraní a obou fází, protože k lomu může dojít také v objemu fáze, blízko k rozhraní. Na kohezní pevnosti dané fáze tedy záleží stejně jako na adhezní pevnosti. [18]

V případě dokonalé adheze mezi matricí a vláknem nesou dlouhá vlákna veškerá napětí na kompozitním materiálu, takže nepevná, ale deformovatelná matrice je téměř bez napětí. S nárůstem objemového podílu vláken v kompozitu a poklesem průměru vláken vzrůstá význam mezivrstev. Špatná adheze vede ke ztrátě vyztužujícího efektu vláken a tedy ke snadnějšímu poškození kompozitního materiálu. [19]

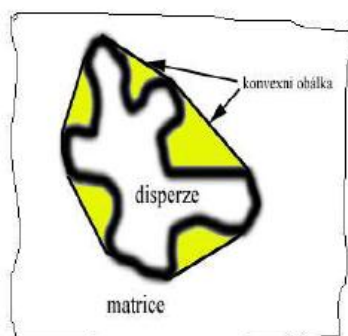
2.4.1 Mezifázové rozhraní

Mezi fázemi v kompozitu se nacházejí rozhraní – mezifázové povrchy. Možné vazby na rozhraní jsou mechanická, fyzikální a chemická vazba. [20]

Při těsném kontaktu dvou materiálů se vždy uplatní slabá vazba van der Waalsových sil. Jestliže povrchy nesou elektrický náboj opačného znaménka, pak je vazba zpevněna přitažlivou elektrostatickou silou. V případě jisté drsnosti povrchů je adhezní vazba zprostředkována navíc čistě mechanicky. Tento typ vazby se projeví hlavně při namáhání ve smyku. Dané typy vazby patří mezi slabé interakce a u kompozitů nejsou dominantní. Nejpevnějším typem adhezní vazby je vazba chemická (kovaletní, iontová). Kdy dojde k chemické reakci na rozhraní mezi materiály, dojde k provázání obou materiálů prostřednictvím chemické vazby. [19]

2.4.1.1 Mechanická vazba

Mechanická vazba je vlastně mechanické zaklínění. [20]



Obr. 16 Mechanická vazba [20]

Žluté části matrice drží částici na jejím místě. Konvexní obálka je jako bychom částici obklopili gumou. Měřítka mechanického zaklínění = velikost povrchu částice dělená velikostí povrchu konvexní obálky. Proto nemají být částice a vlákna zcela hladké. [20]

2.4.1.2 Fyzikální vazba

Fyzikální vazba působí na vzdálenosti 0,3 až 0,5 nm. Její teoretická pevnost je 0,7 až 7 GPa a úzce souvisí na smáčivosti obou materiálů. Dá se vyjádřit povrchovým napětím nebo povrchovou energií. [20]

2.4.1.3 Chemická vazba

Chemická vazba vzniká, když matrice a disperze spolu mohou chemicky reagovat, pak se vytváří mezivrstva chemické sloučeniny s chemickou vazbou. Chemické vazby působí na vzdálenosti 0,1 až 0,3 nm a jejich teoretická pevnost je 7 až 70 GPa. [20]

Příčiny špatné soudržnosti jsou:

- nedostatečné smáčení – povrchy nejsou v účinné vzdálenosti
- nedostatečně čistý povrch – mastnota, oxidy
- pnutí na rozhraní – důsledek různé tepelné roztažnosti a fázových přeměn [20]

2.4.2 Formování adhezní vazby

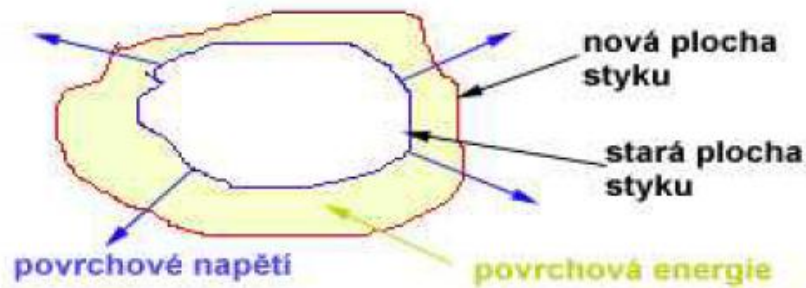
Prvním krokem při tvorbě adhezního spoje je kontakt obou fází zajištěný smáčením. Molekuly se tak začnou pohybovat tak, aby dosáhly preferovaných konfigurací. Tím se dosáhne absorpční rovnováhy, dále pak vzniká zóna difúzního rozhraní, případně dochází k formování prvních chemických vazeb skrz rozhraní. [18]

2.4.3 Smáčivost

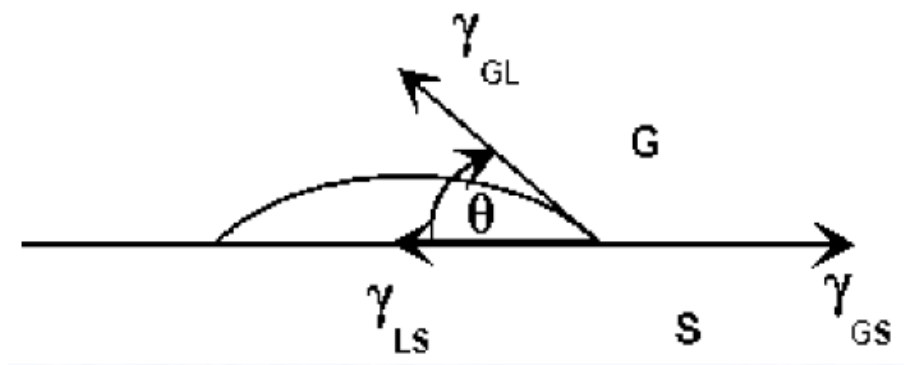
Smáčení může ovlivňovat adhezi dvěma způsoby. Zaprvé, neúplné smáčení má za následek tvorbu mezifázových defektů, čímž se snižuje pevnost spoje. Zadruhé, lepší smáčení může zvyšovat pevnost adhezní vazby zvyšováním adhezní práce, která je přímo úměrná lomové energii. [18]

Adheze je primárně způsobena Van der Waalsovými silami existujícími napříč rozhraním. Kontakt dvou pevných látek je omezen pouze na ty oblasti, kdy se povrchy dotýkají, efektivní pevnost vazby je velmi nízká, pokud ovšem nedojde rozsáhlou úpravou k odstranění nerovností na povrchu materiálu. Povrchové znečištění je dalším faktorem, který negativně ovlivňuje vlastnosti styčných ploch. V případě kontaktu pevné látky a kapaliny může být dosaženo velmi těsného kontaktu za předpokladu, že kapalina není příliš viskózní a zároveň že existuje termodynamická hnací síla. Uvedené souvislosti se většinou vyjadřují jako povrchová napětí (povrchová volná energie) γ . Kapka se vždy snaží zaujmout stav s nejnižší energií, snaží se zaujmout tvar koule. [18]

Povrchové napětí γ [N/m] je síla potřebná ke zvětšení obvodu povrchu o jednotku. Povrchová energie E [J/m²] je energie potřebná ke zvětšení plochy povrchu o jednotku. Obě veličiny jsou si číselně rovny. [20]



Obr. 17 Povrchové napětí a povrchová energie [20]



Obr. 18 Schéma smáčení v kompozitu, S je povrch disperze, L je kapalná matrice a G je okolní plynné prostředí [20]

Vztah mezi úhlem smáčení θ a jednotlivými mezifázovými energiemi je dán Youngovou rovnicí: [20]

$$\gamma_{GS} = \gamma_{LS} + \gamma_{GL} \cdot \cos \theta \quad (3)$$

Povrch je smáčen pro $\gamma_{GS} > \gamma_{LS}$, pak při růstu rozhraní LS na úkor GS klesá povrchová energie. To je tedy pro $\theta < \pi/2$.

$\theta = 0$ Dokonalá smáčivost, rozliv po povrchu, souvislá vrstvička.

$\theta = \pi/2$ Mezní případ, polokoule.

Povrch není smáčen pro $\gamma_{GS} < \gamma_{LS}$, tedy pro $\theta > \pi/2$.

$\theta = \pi$ Dokonalá nesmáčivost, úplná kapka na povrchu, dotek v jednom bodě. [20]

2.4.4 Porušení adhezního spoje

Reálná pevnost materiálu bývá většinou podstatně nižší, než teoretická (ideální) pevnost, protože materiál obsahuje řadu defektů či trhlin způsobujících lokální napětí, které snadno překračuje lokální pevnost. Navíc také může při působení malých napětí

docházet k plastické deformaci. Pevnost materiálu tedy záleží hlavně na přítomnosti drobných defektů a dále na mechanismu lomu. Mechanismus lomu bývá velmi významný v případě použití mnoha destruktivních metod, které se používají k měření pevnosti adhezních spojů. Mezi nejvýraznější faktory, které ovlivňují pevnost adhezního spoje, patří především teplota a její výkyvy, intenzita aplikované zátěže, časové změny aplikovaného zatížení a vlhkost okolního prostředí. [18]

2.5 Plazma

Fyzikální pojem „plazma“ zavedl roku 1923 I. Langmuir pro speciální stav plynů, často označovaný jako čtvrtý stav hmoty. Každá látka je v takovém skupenství, které ji umožňuje udržet její vnitřní energii. Zvyšováním vnitřní energie v látkách (např. zahříváním – přidáváním tepelné energie) měníme skupenství látky z tuhé na kapalnou a z kapalnou na plynnou. Přidáním energie (mechanické, nebo tepelné) do plynů dochází k jejich ionizaci. Ionizace je uvolnění elektronů z elektronového obalu atomů plynu. Uvolněné elektrony mají záporný náboj a vedou elektrický proud, ionizovaná jádra atomů – ionty se zbývajícími elektrony mají náboj kladný. Ionizovaný plyn – plazma je tedy elektricky vodivá, ale chová se elektricky neutrálně. [21]

Plazma je tedy soubor nabitých i neutrálních částic v různých kvantových stavech, o kterém platí, že vykazuje kolektivní chování a že jeho prostorový náboj je přibližně roven nule, tuto vlastnost označujeme jako kvazineutralitu. Částicemi se zde rozumí nejen elementární částice, jako jsou elektrony, ale také kladné i záporné ionty, neutrální atomy a molekuly. [22]

Naše země patří mezi asi 1% hmoty vesmíru, který není v plazmatickém stavu. Ve vzduchu při pokojové teplotě je poměr iontů a neutrální částic asi 1:1¹²². V pozemském prostředí se vyskytuje plazma jen ve formě atmosférických výbojů (blesky), popř. v ionosféře. [16]

2.5.1 Rozdělení plazmatu

Plazma můžeme dělit dle několika kritérií:

- **stupně ionizace** – tzn. poměru počtu ionizovaných částic ku neutrálním částicím, typicky od 6 do 100%

- **teploty plazmatu**
 - vysokoteplotní ($T > 10^6$ K)
 - nízkoteplotní ($T < 10^6$ K), dále dělíme na horké plazma $T > 1000$ K a studené plazma $T < 1000$ K, zpravidla 10^2 K
- **dle termodynamické rovnováhy**
 - plazma v tepelné rovnováze (izotermické) – všechny typy částic v plazmatu mají stejnou teplotu
 - nerovnovážné plazma (neizotermické) – teploty částic se liší, rychlé elektrony mají teplotu vysokou, zatímco pomalé těžké ionty nízkou
- **tlaku plazmatu**
 - nízkotlaké plazma – s malou hustotou částic a nízkou srážkovou frekvencí a tedy s dlouhými volnými drahami částic
 - vysokotlaké plazma (např. atmosférické) – s vysokou hustotou částic i srážkovou frekvencí a tedy s velmi krátkými volnými drahami částic
- **dle budícího pole** – můžeme plazma dělit na stejnosměrné, pulzní, nebo střídavé, které se dále dělí na nízkofrekvenční, radiofrekvenční, mikrovlnné atd. [16, 22]



Obr. 19 Jiskrový výboj [22]



Obr. 20 Plazmová technologie úpravy povrchu [23]

2.5.2 Elektrické výboje

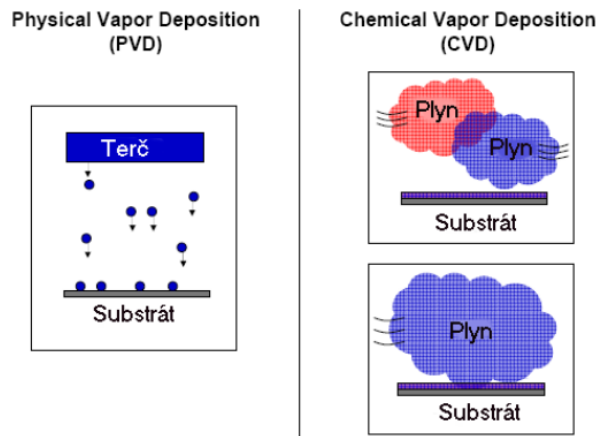
Elektrický výboj je jev, který vzniká při průchodu elektrického proudu plynem. Podmínkou výboje je existence volných nosičů náboje (elektronů a iontů) a elektrická energie dodávaná do plynu (např. pomocí dvou elektrod, na kterých je stejnosměrné napětí). Výboje můžeme dělit podle různých kritérií. Délky trvání výboje, tlaku, typu buzení, přítomnosti ionizačního činidla. [22]

1. **Obloukový výboj** je samostatný výboj mezi elektrodami, který je charakteristický vysokými teplotami (tisíce kelvinů) a vysokými proudy. Probíhá většinou za atmosférického tlaku a používá se při obloukovém svařování kovů apod. [22]
2. **Jiskrový výboj** je krátkodobý a samostatný výboj vznikající při vysokém napětí mezi dvěma vodiči za atmosférického tlaku a doprovází ho světelné a zvukové efekty. Jiskra má podobu jasně svítících rozvětvlujících se kanálek, ve kterých dochází k ionizaci při teplotách až 30 000 K. Jiskrový výboj je např. blesk, kterým se vyrovnávají napětí (miliony voltů) mezi dvěma mraky nebo mezi mrakem a zemí. [22]
3. **Koróna** je samostatný trsovitý výboj vznikající v silně nehomogenním elektrickém poli okolo hran, hrotů a drátů s vysokým potenciálem. Vzniká opět za atmosférického tlaku a způsobuje ztráty na vedení vysokého napětí. [22]
4. **Doutnavý výboj** je samostatný výboj s viditelnou složkou, jenž lze pozorovat ve výbojových trubicích za snížených tlaků. Probíhá při malých proudcích (miliampéry), teplota elektrod i výbojky je nízká. [22]

2.5.3 Metody povlakování

- CVD – chemical vapor deposition (chemické metody depozice vrstev)
- PVD – physical vapor deposition (fyzikální metody depozice vrstev)
 - napařování
 - elektronové dělo
 - naprašování
 - laserová depozice [24]

Za hlavní charakteristický rozdíl je brán způsob přípravy vrstvy, tj z pevného terče u PVD metod a z plynu u CVD. [25]



Obr. 21 Princip přípravy vrstev u PVD a CVD metod [25]

Vedle konvenční metody CVD existují další upravené možnosti např. metoda PACVD – plasma assisted CVD = PECVD – plasma enhanced (plazmaticky aktivovaná)

- za atmosférického tlaku
- za nízkého tlaku [24, 25]

Tato metoda je založena na zvýšení energie plynné atmosféry v komoře pomocí její ionizace a aktivace v plazmatickém výboji. Obecně se u ní používá vysokofrekvenčního výboje (Rf 100 kHz – 40MHz) při tlacích 6,65 – 665 Pa. Takto energeticky výbojové prostředí je dostatečné k rozkladu molekul na různé složky – elektrony, ionty, atomy v základním a excitovaném stavu, volné radikály, atd. Výsledným efektem je, že dochází k chemickým reakcím při mnohem nižších teplotách (běžně 600°C) než u běžných CVD technik. Takže dříve vysokoteplotní reakce mohou úspěšně probíhat i na teplotně citlivých materiálech (substrátech) [25]

Využití plazmy jako zdroje pro úpravu povrchových vlastností:

- podstata úpravy
 - přidání/ubrání povrchové vrstvičky nebo povrchového náboje
 - změna chemické struktury povrchu
 - změna povrchových vlastností po fyzikální stránce
- nikdy
 - nepoškozuje nebo nemění vlastnosti v objemu materiálu
 - neimplementuje do povrchu ionty či atomy
 - neodstraňuje větší množství materiálu z povrchu
 - nepřenáší na povrch více jak několik monovrstev

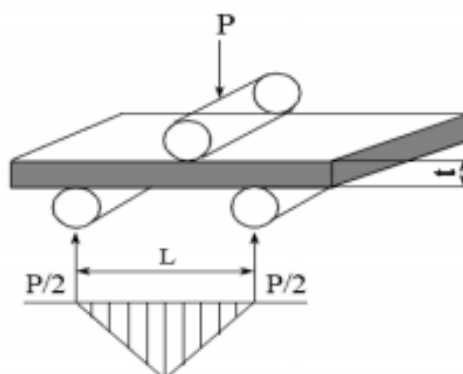
- upravuje
 - objemné výrobky
 - tenké filmy či fólie
 - tkaniny a netkané textilie
 - přírodní či syntetická vlákna
 - sypké směsi
- dělení
 - aktivní – substrát zastupuje pozici elektrody
 - pasivní – substrát je obstřelován [26]

2.6 Mechanické zkoušky

Mechanické zkoušky jsou zkoušky destruktivní a probíhají na zkušebních tělesech daných tvarů a rozměrů. Používají se pro zjištění základních charakteristik chování materiálu při mechanickém namáhání.

2.6.1 Zkouška ohybem

Zkouška třibodovým ohybem dává důležité konstrukční podklady pro kompozitní materiály, které jsou na ohyb namáhány. Jsou to nejen nosníky, ale např. samonosné střešní konstrukce z laminátů, obkladový materiál ve stavebnictví, který se prohýbá svou vlastní vahou, střešní krytiny atd. Ohybová zkouška také umožňuje stanovit modul pružnosti E u materiálů, u kterých to nejde určit dostatečně přesně z tlakových a tahových zkoušek. [27]



Obr. 22 Schéma třibodového zatěžování se znázorněním rozložení ohybového momentu [27]

Pevnost v ohybu je dána maximálním napětím v ohybu, které vzorek vydrží během zkoušky. Napětí v ohybu σ_o je napětí vnějšího povrchu vzorku uprostřed podpěr.

$$R_{mo} = \frac{M_o}{W_o} = \frac{3 \cdot F_{max} \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad [\text{MPa}] \quad (3)$$

F [N] je zatěžující síla, l [mm] rozpětí podpěr, b [mm] šířka vzorku a h [mm] je tloušťka vzorku.

$$\text{Ohybový moment: } M_o = \frac{F_{max} \cdot l}{4} \quad [\text{Nmm}] \quad (4)$$

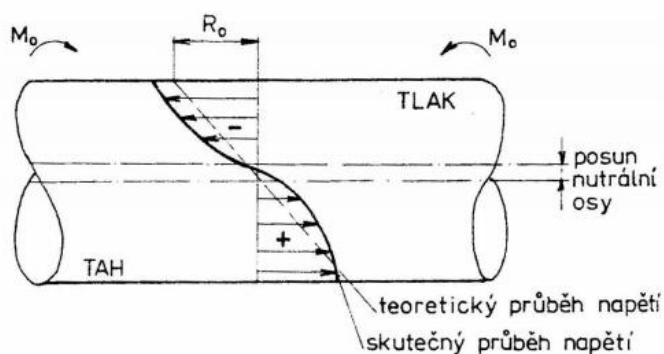
$$\text{Modul průřezu v ohybu pro obdelníkový průřez: } W_o = \frac{b \cdot h^2}{6} \quad [\text{mm}^3] \quad (5)$$

Modul pružnosti v ohybu E získáme z oblasti, v níž je lineární závislost průhybu na zatížení, přičemž záleží na geometrii vzorku.

$$E = \frac{F_{max} \cdot l^3}{4 \cdot A \cdot b \cdot h^3} \quad [\text{MPa}] \quad (6)$$

kde A [mm] je průhyb vzorku. [27]

Při ohybu je napětí rozloženo tak, že v horních vrstvách je tahové a směrem k neutrální ose se zmenšuje a přes nulové napětí se mění v dolní polovině průřezu na napětí tlakové. [29]



Obr. 23 Rozložení napětí v průřezu tyče [28]

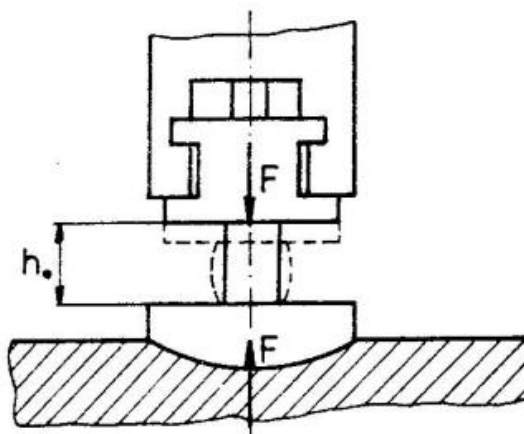
2.6.2 Zkouška tlakem

Zkušební těleso pro zkoušku tlakem je váleček o průměru d_0 a výšce h_0 . Ke zkoušce se používají univerzální trhací stroje nebo speciální lisy. Na těleso působíme tlakovým zatížením a zjišťujeme mez pevnosti v tlaku. Tato metoda má význam hlavně u materiálů křehkých a polokřehkých (šedá litina, stavební materiály, atd.) – u těchto

materiálů dojde k porušení vzorku. V případě tvárných materiálů nedochází k porušení, ale zjišťují se vlastnosti jako poměrné zkrácení (stlačení) a příčné rozšíření. [28]

$$R_{md} = \frac{F_{max}}{S_0} \text{ [MPa]} \quad (7)$$

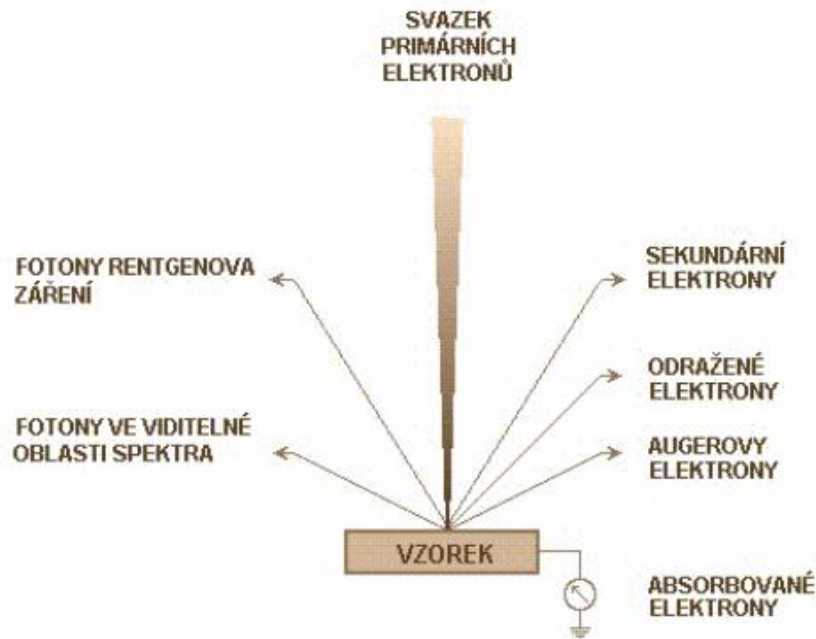
F [N] je zatěžující síla, S_0 [mm²] je počáteční průřez válečku.



Obr. 24 Schéma zatěžování při zkoušce tlakem [28]

2.7 Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie je metoda umožňující studium mikrostruktury zkoumaných materiálů. Mikrostruktura je pozorována ve vakuu pomocí elektronového svazku, jenž vzniká emisí elektronů z katody a ty jsou dále urychlovány směrem k anodě. Svazek je fokusován vhodně upraveným elektrickým, magnetickým nebo elektromagnetickým polem, aby bylo dosaženo požadované zvětšení. Elektronový svazek vytváří obraz interakcemi s pozorovaným preparátem. Podle fyzikální tvorby obrazu dělíme elektronovou mikroskopii na dva základní druhy. Transmisní elektronová mikroskopie TEM, kde je informace zprostředkována prošlými elektrony, které nám umožňují studium vnitřní struktury materiálu a skenovací elektronová mikroskopie SEM pro zobrazení povrchu vzorku, u které informace nesou elektrony sekundární. [30]



Obr. 25 Interakce elektronů s pevnou látkou [32]

2.7.1 Skenovací elektronová mikroskopie SEM

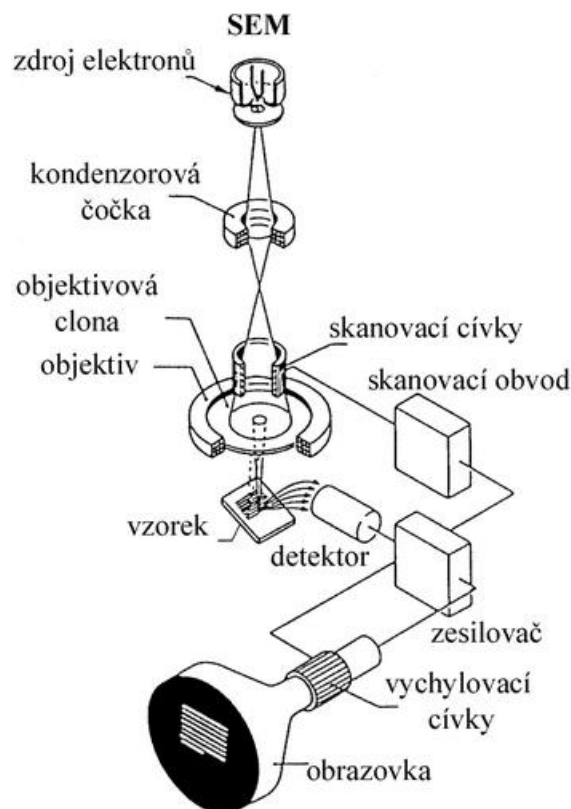
Rastrovací elektronový mikroskop je přístroj určený k pozorování povrchů různých materiálů. Do jisté míry ho lze považovat za analogii světelného mikroskopu, ve kterém jsou fotony nahrazeny elektrony a skleněné čočky elektromagnetickými. Výsledný obraz je tvořen pomocí sekundárního signálu – sekundárních nebo zpětně odražených elektronů. Díky tomu je zobrazení v SEM považováno za nepřímou metodu. Na povrch materiálu dopadají primární elektrony PE a interakcí s hmotou vyráží ze vzorku sekundární elektrony SE a zpětně odražené BSE elektrony. Tyto elektrony jsou pak přitahovány na detektory, které vytváří signál upravený pro zpracování v zobrazovacím systému. Zobrazovací systém je obrazovka, na které se vytváří příslušný obraz vzniklý rastrováním elektronového paprsku po snímané ploše. Výsledným obrazem je snímek, který zobrazuje povrchovou strukturu preparátu. V porovnání se světelným mikroskopem je velkou předností SEM jeho hloubka ostrosti, v důsledku které lze v dvojrozměrných fotografiích nalézt jistý trojrozměrný aspekt. Další výhodou těchto mikroskopů je, že v komoře vzorku vzniká při interakci urychlených elektronů s povrchem materiálu celá řada dalších signálů, např. rtg. záření, Augerovy elektrony, katodoluminiscence, které nesou mnoho dalších informací o vzorku. Při jejich detekci je možné určit např. prvkové složení materiálu v dané oblasti a při porovnání s vhodným standardem určit i kvantitativní složení. [16, 30, 31]

2.7.1.1 Konstrukce mikroskopu

Optická soustava elektronového mikroskopu je složena ze dvou základních částí:

1. Osvětlovací soustava
 - a. Elektronová tryska
 - b. Kondenzor
2. Zobrazovací soustava
 - a. Vychylovací cívký
 - b. Objektiv
 - c. Detektor
 - d. Obrazovka [30]

Zdrojem elektronů je ve špičce tubusu elektronová tryska, nejčastěji přímo žhavené wolframové vlákno. Rozlišovací schopnost závisí především na průměru zfokusovaného svazku primárních elektronů, které dopadají na povrch vzorku a hodnota tohoto průměru je zase ovlivněna průměrem katody. Proto se rozlišovací schopnost mikroskopů s wolframovou přímo žhavenou katodou pohybuje mezi 10 – 15 nm. Modernější jsou v dnešní době přístroje s autoemisní tryskou. Ty mají menší průměr hrotu katody a vysoká emise elektronů nám umožňuje dosáhnout rozlišovací schopnosti pod 5 nm. Elektrony jsou urychlovány směrem ke vzorku urychlovacím napětím (typicky 0,1 – 30 kV). Elektronový svazek je třeba při průchodu optickou soustavou fokusovat, co nejvíce zmenšit průměr svazku elektronů. K tomu se využívá elektromagnetických čoček. Soustava čoček je tvořena jednou nebo dvěma kondenzorovými čočkami, objektivovou čočkou, vychylovacími cívkami a cívkami stigmátorů pro korekci astigmatismu. V dolní části tubusu pak je komora preparátů. V ní je umístěn goniometrický stolek, na který se upevňují vzorky umístěné v držáku o rozměrech i několika centimetrů. Stolek nám umožňuje pohybovat s preparátem, otáčet ho i naklánět. V současnosti se mikroskopy vybavují motorovým stolcem, který je možno ovládat pomocí joysticku. V blízkosti preparátu jsou detektory jednotlivých signálů. Celý vnitřní prostor tubusu a preparátové komory je v SEM vyčerpán na hodnotu vakua v závislosti na typu použitého zdroje elektronů. V případě přímo žhavené wolframové katody to je 10^{-2} až 10^{-3} Pa. K získání a udržení této hodnoty se používá dvoustupňový čerpací systém, tvořený rotační a difúzní pumpou. [16, 30, 31]



Rozlišení 0.5 nm

Zvětšení $\times 10 \sim \times 1,000,000$

Obr. 26 Konstrukce skenovacího elektronového mikroskopu [31]

2.7.1.2 Tvorba obrazu

Získání obrazu v rastrovacím elektronovém mikroskopu je založeno na interakci primárního svazku elektronů s povrchem zkoumaného objektu. Interakce mezi primárními elektrony a atomy preparátu můžeme rozdělit do dvou skupin: elastické kolize, které mají na svědomí vznik zpětně odražených elektronů a neelastické, při kterých dochází k předávání energie primárních elektronů atomům vzorku a následně k uvolnění sekundárních a Augerových elektronů, rtg. záření a katodoluminiscenci. Sekundární elektrony se od zpětně odražených odlišují svojí nízkou energií a rychlostí. Vzhledem k této nízké energii SE se z vyvýšenin na povrchu preparátu dostane do detektoru více sekundárních elektronů a výsledkem je vyšší intenzita signálu z detektoru a tedy světlé místo na obrazovce, z prohlubenin je tomu naopak. Tím získáme topografický kontrast, který tedy záleží na úhlu dopadajících PE s povrchem vzorku.

Tento kontrast nám umožňuje zobrazit v mnohonásobném zvětšení povrch vzorku. Další druh kontrastu je chemický. Tento kontrast závisí na středním atomovém čísle vzorku. Zde se jako světlé oblasti budou na obrazovce jevit místa s vyšším středním atomovým číslem, tedy tvořená těžšími prvky. Naopak, oblasti tvořené lehkými prvky se budou jevit jako místa tmavá. Obraz v odražených elektronech je schopen odlišit oblasti s různým prvkovým složením. Kvalita výsledného zobrazení v SEM závisí na řadě parametrů např. volba urychlovacího napětí, kdy vyšší hodnoty vedou k lepší rozlišovací schopnosti, ale mohou způsobit nabíjení vzorku. K tomu dochází v případě, kdy vzorek není dostatečně elektricky vodivý. Na obrazovce pak můžeme pozorovat bílé řádky až celkovou pulzaci obrazu. [31]

2.7.1.3 Rozlišovací schopnost a vlnová délka

Rozlišovací schopnost je nejmenší vzdálenost dvou bodů ležících vedle sebe, které lze daným zařízením rozeznat jako oddělené. Zdravé lidské oko při správném osvětlení je schopné ve vzdálenosti 25 cm rozlišit dva body vzdálené od sebe 0,2 mm. Rozlišovací schopnost optického mikroskopu se během jeho vývoje posunula na hodnotu 0,25 μm . [31]

$$R. S. = \frac{0,61 \cdot \lambda}{n \cdot \sin \alpha} \quad (8)$$

λ - vlnová délka použitého záření

n - index lomu

α - poloviční úhlová apertura čočky

Rovnici (8) lze zjednodušit dosazením $n \cdot \sin \alpha = 1$, součin je označován jako numerická apertura, který je optickou konstantou daného objektivu. Pak ze vzorce vyplývá, že mezní rozlišovací schopnost je zhruba polovina vlnové délky použitého záření. Pro zelené světlo, které je zhruba uprostřed viditelného spektra, je λ okolo 550 nm, a proto je rozlišovací schopnost takového mikroskopu okolo 300 nm. Pro hlubší proniknutí do mikrosvěta je vyžadováno použít záření s mnohem kratší vlnovou délkou, než má viditelné světlo. Proto byly použity elektrony. Elektron je nositelem záporného náboje a má nepatrnou hmotnost v porovnání například s protony či neutrony. Záporný náboj umožňuje urychlovat elektron elektrickým napětím U , přičemž získá kinetickou energii dle vztahu: [31]

$$eU = \frac{1}{2} m \cdot v^2 \quad (9)$$

m – hmotnost elektronu ($9,109 \times 10^{-31}$ kg)

e – náboj elektronu ($1,602 \times 10^{-19}$ C)

U – urychlovací napětí (V)

v – rychlost elektronu

Do vztahu (9) lze za rychlost dosadit z rovnice de Broglieho (10), která popisuje vztah mezi vlnovou a korpuskulární povahou částic: [31]

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} \quad (10)$$

h – Planckova konstanta ($6,626 \times 10^{-34}$ Js)

Odtud:

$$v = \frac{h}{m \cdot \lambda} \quad (11)$$

$$eU = \frac{h^2}{2m \cdot \lambda^2} \quad (12)$$

$$\lambda = \frac{h}{(2m \cdot eU)^{1/2}} \quad (13)$$

Ze vztahu plyne, že vlnová délka urychleného elektronu je nepřímo závislá na použitém urychlovacím napětí. Když dosadíme za konstanty, vztah se zjednoduší: [31]

$$\lambda = \frac{1,226}{U^{1/2}} \quad (14)$$

Takže pro urychlovací napětí $U=100$ kV se elektrony v mikroskopu prohánějí rychlostí $v=5,95 \times 10^6$. Vlnová délka elektronu $\lambda=0,123$ nm. Taková vlnová délka už teoreticky stačí na zobrazení atomu. V praxi se však u běžných mikroskopů takových zvětšení nedosahuje z důvodu různých technických problémů. Hlavní účel mikroskopů je zvýšit počet informací o pozorovaném objektu, které jsou jinak lidskému oku nedostupné. Pokud počet informací roste, je zvětšení užitečné. Pokud ne, jde o prázdné zvětšení. K tomu dojde, když zvětšení překročí rozlišovací schopnost mikroskopu: [31]

$M_u = R_{S \text{ oko}} / R_{S \text{ mikroskop}}$

M_u – užitečné zvětšení

$R_{S \text{ oko}}$ – rozlišovací schopnost lidského oka (cca 0,1 mm)

$R_{S \text{ mikroskop}}$ – rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu (10 nm)

Užitečné zvětšení pro světelný mikroskop je tedy okolo 550x, pro SEM je to 10 000x.

[31]

3. Cíl diplomové práce

Cílem diplomové práce je analyzovat vliv různých úprav vlákně výztuže na zlepšení adheze anorganických vláken ke geopolymerní matici při vytváření kompozitů. Adhezi vláken s řízeně provedenou úpravou jejich povrchu pak zhodnotit prostřednictvím zkoušek pevnosti v ohybu a v tlaku. Pro výrobu geopolymerní matrice byl použit cement a aktivátor Baucis L160 jako komerčně dodávaný materiál z Českých lupkových závodů, Nové Strašecí. Dalším cílem práce pak bylo zhodnocení lpění geopolymerní matrice na vyztužujících vláknech. Jako anorganická vlákna byla použita vlákna skleněná, čedičová a uhlíková ve formě tkanin a čedičová vlákna ve formě krátkovlákně výztuže.

4. Experimentální část

Geopolymer Baucis L160 byl připraven ze dvou složek. Pevná složka A je metakaolin označený jako Cement L160. Kapalná složka B (alkalický aktivátor) je roztok vodního skla s NaOH.



Obr. 27 Cement L160 - pevná složka A



Obr. 28 Alkalický aktivátor - kapalná složka B

4.1 Příprava vláken

Do kompozitu byla použita čedičová, skelná a uhlíková dlouhá vlákna v plátňové vazbě pro zkoušku v ohybu. Rozměr plátna byl 110x110 mm. A krátká čedičová vlákna délky 3,2 mm pro zkoušku v tlaku.



Obr. 29 Čedičová vlákna ve formě plátna



Obr. 30 Krátká čedičová vlákna

Použitá vlákna byla:

1. bez povrchové úpravy

2. ponořená v acetonu po dobu 24 hodin za účelem odmaštění od lubrikantů a dalších nečistot, pak sušená na vzduchu a následně v peci při 80°C po dobu 1 hodiny
3. upravena jako v bodě 2 + byla použita plazmová úprava vláken.

4.2 Plazmová modifikace

Povrchová úprava vláken byla prováděna v laboratoři TUL na Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace s využitím plazmového vakuového systému.

K modifikaci vláken byla použita metoda RF PACVD. Systém se skládá z generátoru plazmy, recipientu a plynového hospodářství. Generátor plazmy byl radiofrekvenční RF (13,56MHz). Recipient je vakuová depoziční komora tvaru válce z nerezové oceli. Na obvodu má příruby pro připojení měřících zařízení, např. měřiče tlaku. Plynové hospodářství se skládá z vysokotlaké a vakuové části. Pracovní plyny se přivádějí přes regulační ventily. Uvnitř komory se nachází stůl, který funguje jako katoda a díky tomu lze modifikovat i nevodivé vzorky. Zbytek zařízení funguje jako anoda. Přes regulační ventily se do komory přivádějí pracovní plyny.

Plazmová modifikace probíhala za těchto podmínek: pracovní plyn byl použit kyslík, doba modifikace byla 1 minuta, průtok plynu byl 15 sccm (sccm – standardní kubický centimetr za minutu), tlak uvnitř recipientu činil 15 Pa a výkon magnetronu 38 W.



Obr. 31 Metoda RF PACVD

4.3 Příprava vzorků

4.3.1 Použité přístroje



Obr. 32 Digitální váhy



Obr. 33 Stojanová míchačka HEIDOLPH RZR 2020



Obr. 34 Ruční vrtačka NAREX EV 13 E-2H3



Obr. 35 Vibrační vysokofrekvenční stůl VSB 15



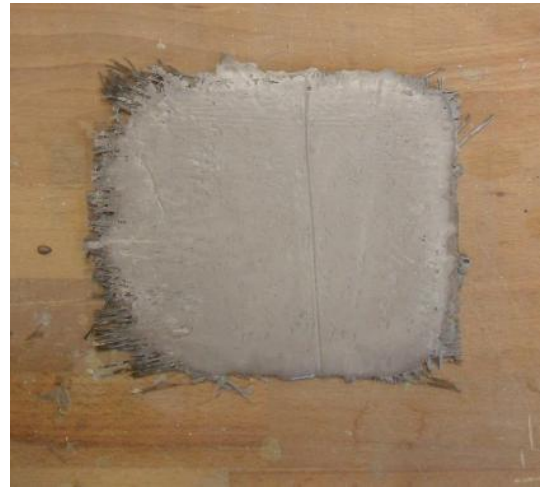
Obr. 36 Horkovzdušná sušárna BINDER

4.3.2 Výroba geopolymery s výztuží tkaninami s plátňovou vazbou

Do misky byl nasypán cement o hmotnosti 300 g, do kelímku nalit aktivátor o váze 240 g (tzn. cement – aktivátor v poměru 5:4). Miska byla vložena pod míchačku, nejprve samotný cement, posléze byl pomalu přidáván aktivátor. Směs byla míchána po dobu 15 minut, dokud nebyla zcela homogenní. Nádoba pak byla postavena na vibrační vysokofrekvenční stolek (= střešadlo) na zhruba 1 minutu, kde došlo k odstranění vzduchových bublin. Tato směs pak byla rovnoměrně nanášena pomocí válečku či špachtle na předem připravené čtverce tkaniny. První plátno bylo potřeno nejprve z jedné strany, pak bylo otočeno na polymerní fólii a natřeno ze strany druhé. Dále bylo vždy přiloženo další plátno a natřeno z vrchní strany. Takto bylo do kompozitu vloženo 10 čtverečků tkaniny, pak přiložena fólie i na vrchní část materiálu a celý vzorek byl vložen do lisu. Po 6 dnech byl kompozit vyjmut z lisu a pro urychlení procesu tuhnutí byl vzorek vložen do pece o teplotě 82°C v polymerní fólii po dobu 5 hodin pro tzv. vyrosení. Následně byl vzorek z fólie vyndán a opět položen do pece (82°C) na dobu 15 hodin. Po uplynutí této doby byl materiál z pece vyjmut a destička byla rozřezána na trámečky 100x20 mm a o tloušťce podle druhu použitých vláken. Tyto trámečky pak byly podrobeny zkoušce v ohybu.



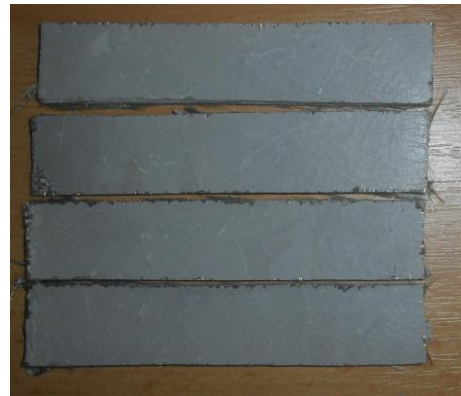
Obr. 37 Hydraulický lis PROMA



Obr. 38 Destička geopolymery s plátňovou výztuží



Obr. 39 Multifunkční přístroj RENOVATOR



Obr. 40 Rozřezané trámečky připravené na ohybovou zkoušku

4.3.3 Výroba geopolymery s krátkými čedičovými vlákny

Tentokrát bylo nabráno do misky 700 g cementu a do kelímku 560 g aktivátoru, tudíž byl opět dodržen poměr cementu a aktivátoru 5:4. Toto množství stačilo k vytvoření 15 válečků. Množství krátkých vláken v geopolymery bylo zvoleno 0, 0.5, 1, 3 a 5%. Směs byla znovu míchána 15 minut, aby byla homogenní, pouze se lišilo množství přidávaných vláken do cementu. Následovalo střešení (1 min). Směs pak byla odlévána pomocí lžice či nože do připravených plastových formiček. Po vytvoření 15 vzorků ještě jednou následovalo střešení a potom zavičkování forem. Materiál zůstal ve formě po dobu 6 dní. Sedmý den proběhlo odformování a vzorky byly vloženy do pece 82°C – 5 hodin ve fólii, 15 hodin volně. Po vyjmutí z pece se vzorky musely upravit. Šlo o zbrúšení podstav válečků na brusném papíře tak, aby bylo dosaženo

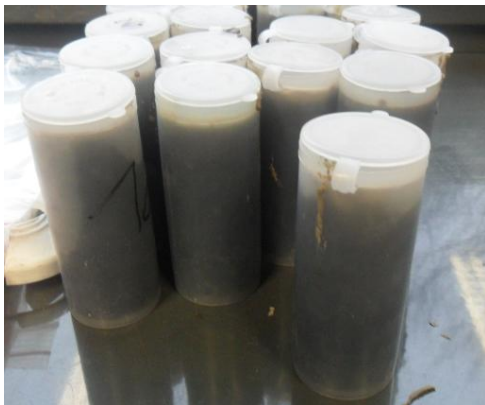
planparalelnosti podstav. Pak se válečky rozdělily. 5 kusů bylo testováno při pokojové teplotě, dalších 5 se vypalovalo na 250°C (30 min) a posledních 5 na 500°C (30 min). Po vychladnutí byly válečky zkoušeny na pevnost v tlaku.



Obr. 41 Plastová forma



Obr. 42 Formičky s geopolymérem na vibračním stolku



Obr. 43 Zavřené formy s geopolymérem



Obr. 44 Válečky v sušárně



Obr. 45 Bruska Gude GDS 150 K



Obr. 46 Pec s programovým regulátorem HT Ceramic

4.4 Měření pevnosti v ohybu

Pro měření pevnosti v trojbodovém ohybu byl použit přístroj INSTRON model 4202 o rozsahu 0 – 10 kN.



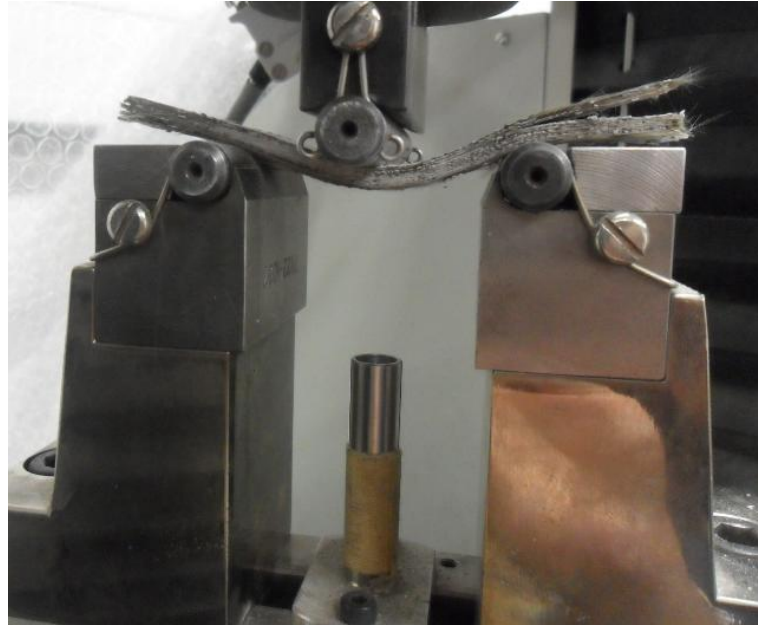
Obr. 47 Univerzální trhací stroj INSTRON model 4202

Vzorky byly testovány po sedmi dnech vytvrzování. Šest dní při pokojové teplotě, potom 5 hodin zabalené v polymerní fólii v peci při teplotě 82°C a 15 hodin v peci o stejné teplotě bez fólie. Zkoušené trámečky byly 100 mm dlouhé a 20 mm široké. Výška vzorku se lišila podle použitého typu tkaniny, protože jednotlivá plátna (čedič, uhlík, sklo) byla různých hmotností. Rozpětí podpěr bylo zvoleno 50 mm. Trámečky byly uloženy do středu podpěr tak, aby střed vzorku byl v ose zatěžovacího trnu. Rychlost zatěžování byla nastavena na 2 mm/min a byl zaznamenáván průběh zatěžující síly F , průhyb A a maximální ohybové zatížení R_{mo} . Dále byl dopočítán modul průřezu v ohybu W_o a ohybový moment M_o . Pomocí těchto parametrů pak byla zjištěna ohybová pevnost kompozitu.

$$W_o = \frac{b \cdot h^2}{6} \text{ [mm}^3\text{]} \quad \text{- modul průřezu v ohybu pro obdélníkový průřez}$$

$$M_o = \frac{F_{max} \cdot l}{4} \text{ [Nmm]} \quad \text{- ohybový moment}$$

$$R_{mo} = \frac{M_o \max}{W_o} = \frac{3 \cdot F_{max} \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2} \text{ [MPa]} \quad \text{- maximální ohybová pevnost}$$



Obr. 48 Trámeček při měření pevnosti v ohybu

4.5 Měření pevnosti v tlaku

Pevnost v tlaku byla měřena na univerzálním trhacím přístroji P100 – Labtest II o rozsahu 0 – 100 kN.

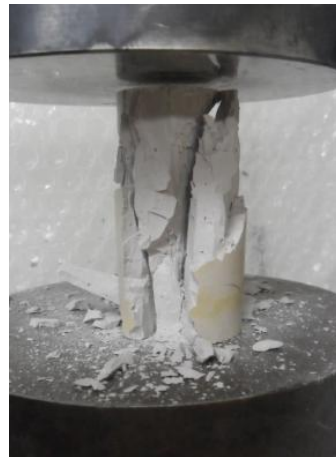
Měření pevnosti v tlaku opět probíhalo po sedmi dnech vytvrzování geopolymeru. Vzorky byly po šesti dnech odformovány a vloženy do pece na 82 °C po dobu 5 hodin v polymerní fólii a následně 15 hodin bez fólie. Následovalo zbrúšení podstav válečků pro lepší rovnoběžnost a rozdělení vzorků do tří skupin. První skupina byla připravena k testování při pokojové teplotě 20 °C. Zbylé dvě skupiny se ještě musely vypálit na vyšší teploty a to na 250 a 500 °C po dobu 30 minut. Po vychladnutí válečků mohla proběhnout samotná zkouška.

Nejprve byly změřeny průměry válečků, pak byly vzorky vloženy do středu lisu tak, aby byly uprostřed zatěžovací síly. Rychlost posuvu byla nastavena na 6 mm/min a byl zaznamenáván průběh zatěžující síly F a modul pružnosti E až do porušení vzorku. Pak byl dopočítán průřez zatěžované plochy S_0 , pomocí kterého byla určena pevnost v tlaku.

$$R_{md} = \frac{F_{max}}{S_0} = \frac{F_{max}}{\pi \cdot d^2 / 4} \text{ [MPa]} \quad \text{- pevnost v tlaku}$$



Obr. 49 Univerzální trhací stroj P100 - LabTest II



Obr. 50 Váleček geopolymery po tlakové zkoušce

4.6 Posouzení adheze na SEM

Pozorování adheze vláken ke geopolymerní matici bylo provedeno v laboratořích TUL na rastrovacím elektronovém mikroskopu *Carl Zeiss ULTRA plus* s mikroanalytickým systémem OXFORD Instruments, který nám umožňuje stanovit chemické složení geopolymerního kompozitu.



Obr. 51 Rastrovací elektronový mikroskop Carl Zeiss ULTRA plus

5. Vyhodnocení experimentální části a diskuze

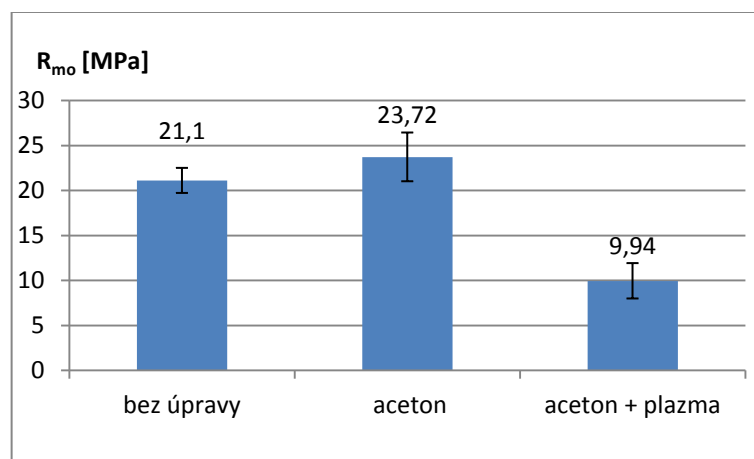
5.1 Ohybová zkouška

Při ohybových testech bylo sledováno maximální ohybové zatížení, maximální průhyb vzorku a maximální síla, kterou trn působil na střed trámečku.

5.1.1 Geopolymer s čedičovými vlákny

Tabulka 3. Závislost max. ohybové pevnosti, síly a průhybu na povrchové úpravě vláken

Povrchová úprava	Ohybová pevnost R_{mo} [MPa]	F max [N]	A max [mm]
bez úpravy	21,10	68,93	4,33
aceton	23,72	77,48	2,63
aceton + plazma	9,94	42,42	4,19



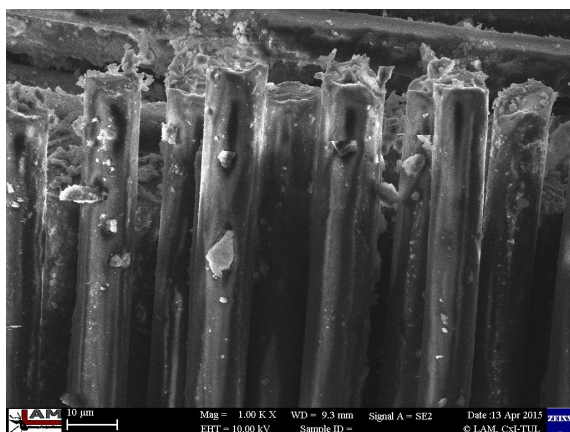
Graf 1. Závislost max. ohybového zatížení geopolymerního kompozitu na povrchové úpravě čedičových vláken

Diskuze výsledků

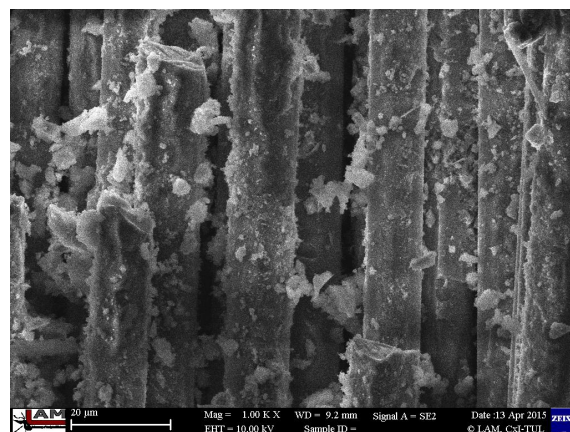
Výsledky měření z ohybové zkoušky geopolymerního kompozitu s plátňovou vazbou z čedičových vláken ukazují, že geopolymer s vlákny očištěnými v acetonu vydržel největší ohybové zatížení, avšak podle statistické odchylky měření je patrné, že rozdíl oproti vláknům bez povrchové úpravy není nijak výrazný. Ohybové napětí geopolymerního kompozitu s čedičovými vlákny po plazmové modifikaci pokleslo o více než 50 % oproti předchozím dvěma variantám.

Vizuální hodnocení z elektronové mikroskopie

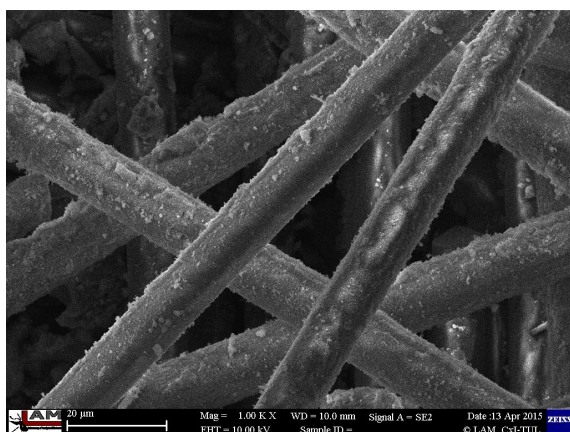
Po ohybové zkoušce bylo provedeno vizuální hodnocení geopolymerního kompozitu na skenovacím elektronovém mikroskopu. Snímky byly vytvořeny s pomocí a konzultací pana ing. Pavla Kejzlara, Ph.D. Geopolymer s čedičovými vlákny je na obr. 52 až 55.



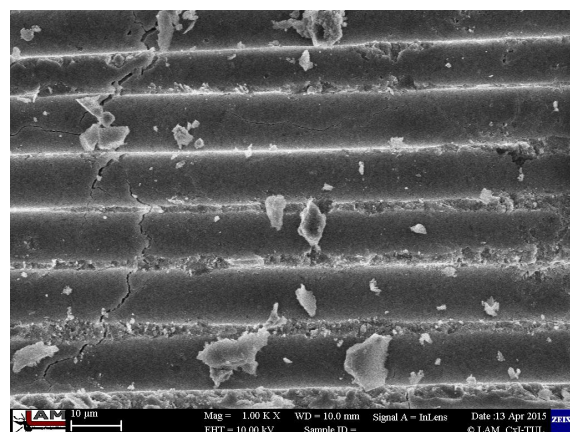
Obr. 52 Geopolymer s čedičovými vlákny bez povrchové úpravy v plátnové vazbě



Obr. 53 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými v acetonu v plátnové vazbě



Obr. 54 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými v acetonu a plazmově modifikovanými v plátnové vazbě

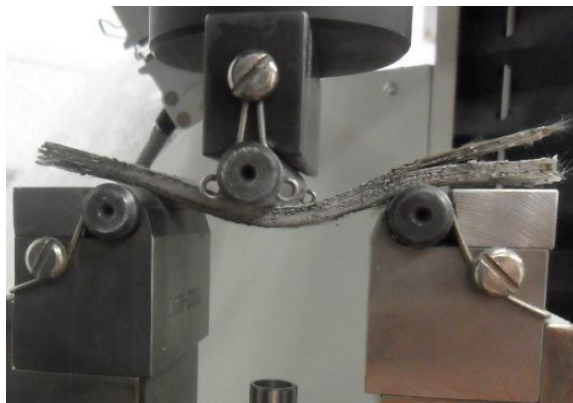


Obr. 55 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými v acetonu a plazmově modifikovanými v plátnové vazbě – drážky po vláknech

Diskuze výsledků

Ze snímků je viditelná nízká soudržnost fázového rozhraní vláken a geopolymerní matrice. Největší ohybovou pevnost vykazoval geopolymer s vlákny upravenými acetonem. Stejně tak adheze je nejlepší u těchto vláken. Z obr. 53 vidíme, že na vláknech očištěných acetonem je největší množství ulpělého geopolymerního materiálu. Na obr. 55 jsou zobrazeny drážky po plazmově modifikovaných čedičových vláknech, na

nichž je vidět slabá adheze těchto vláken ke geopolymernímu. Po vytvrzení vláken jsou tyto drážky relativně hladké, protože geopolymerní k vláknům málo lpěl, a proto se po odtržení skoro neporušil. Již v průběhu mechanických testů byla pozorována náchylnost k podélné delaminaci, jak je patrné z obr. 56 a 57.



Obr. 56 Delaminace vlákněné výztuže při zkoušce v ohybu

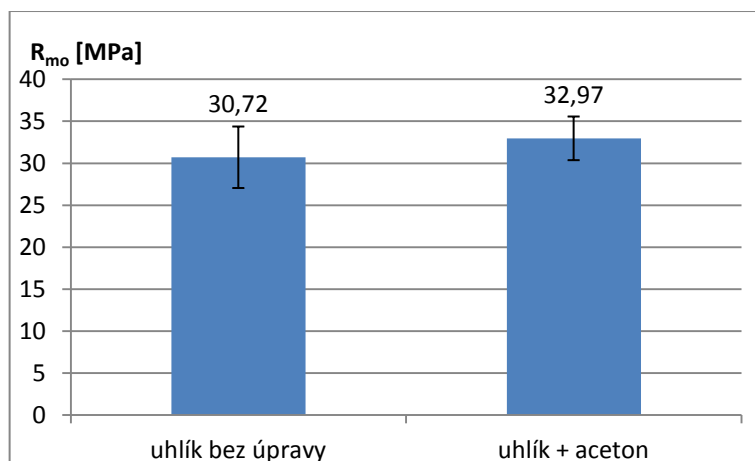


Obr. 57 Delaminace vlákněné výztuže po ohybové zkoušce

5.1.2 Geopolymer s uhlíkovými vlákny

Tabulka 4. Závislost max. ohybové pevnosti, síly a průhybu na povrchové úpravě vláken

Povrchová úprava	Ohybová pevnost R_{mo} [MPa]	F max [N]	A max [mm]
bez úpravy	30,72	204,77	1,76
aceton	32,97	219,80	1,92



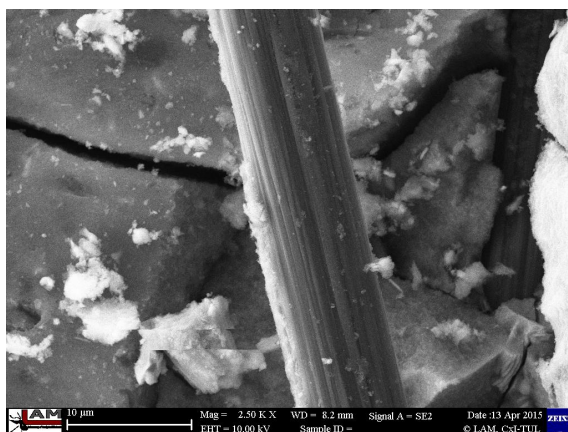
Graf 2. Závislost max. ohybového zatížení geopolymerního kompozitu na povrchové úpravě uhlíkových vláken

Diskuze výsledků

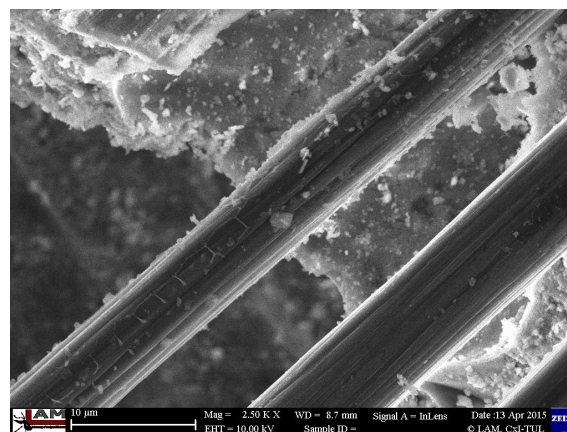
U geopolymerního kompozitu tvořeného uhlíkovou plátnovou vazbou vydržely největší ohybové zatížení rovněž vzorky s vlákny očištěnými acetonem. Ale opět je zde rozdíl oproti neupraveným vláknům v rámci statistické odchylky měření. Plazmová modifikace uhlíkových vláken metodou RF PACVD není realizovatelná z důvodu špatné odolnosti vysokým teplotám.

Vizuální hodnocení z elektronové mikroskopie

Geopolymer s plátnovou vazbou z uhlíkových vláken je na obr. 58 a 59.



Obr. 58 Geopolymer s uhlíkovými vlákny bez povrchové úpravy v plátnové vazbě



Obr. 59 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými v acetonu v plátnové vazbě

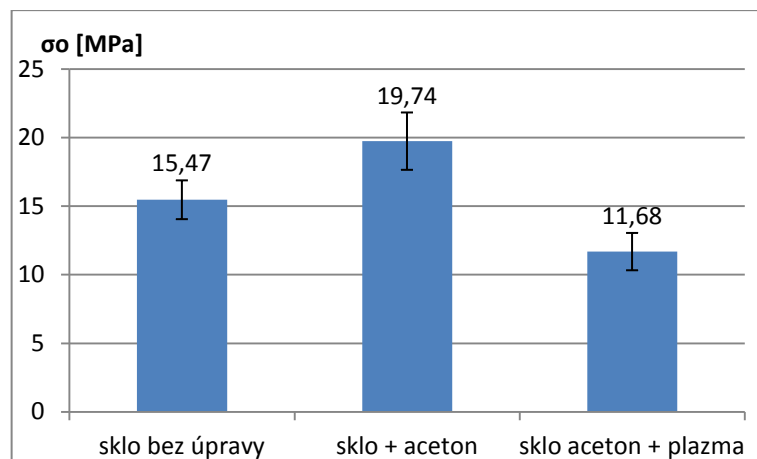
Diskuze výsledků

Ze snímků je patrné malé množství ulpělého geopolymeru na povrchu vláknenné výztuže. Na obr. 58 vidíme vlákna bez povrchové úpravy, která jsou relativně hladká, z toho vyplývá, že adheze geopolymeru k uhlíkovým vláknům není optimální. Podobně je na tom také geopolymer s uhlíkovými vlákny po úpravě acetonem (obr. 59). Vlákna mají na povrchu pouze malé množství geopolymeru.

5.1.3 Geopolymer se skleněnými vlákny

Tabulka 5. Závislost max. ohybového napětí, síly a průhybu na povrchové úpravě vláken

Povrchová úprava	Ohybová pevnost R_{mo} [MPa]	F max [N]	A max [mm]
bez úpravy	15,47	199,20	5,82
aceton	19,74	220,61	5,97
aceton + plazma	11,68	181,77	5,20



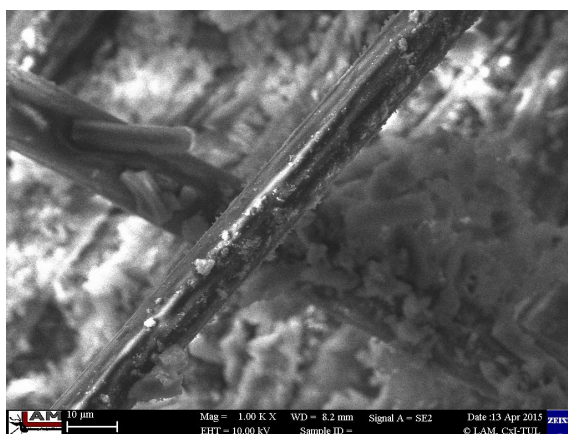
Graf 3. Závislost max. ohybového zatížení geopolymerního kompozitu na povrchové úpravě skleněných vláken

Diskuze výsledků

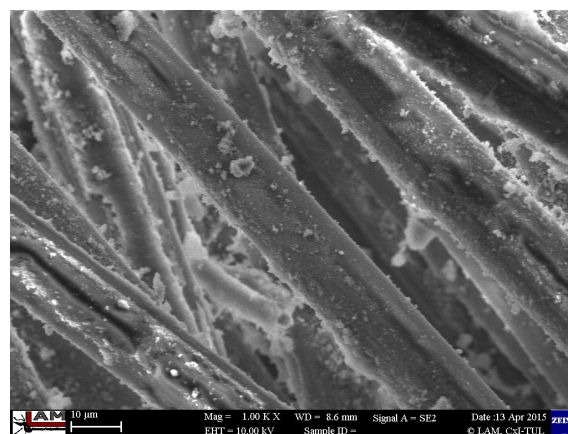
Z výsledků měření ohybové pevnosti vidíme, že nejlepší hodnoty vykazuje geopolymer se skleněnými vlákny vypranými v acetonu. Druhý nejvyšší výsledek opět vychází u vláken bez povrchové úpravy. U pláten po plazmové modifikaci je hodnota ohybové pevnosti nejnižší. Ve srovnání s vlákny očištěnými acetonem je pevnost nižší o 40 % a o 25 % oproti vláknům bez úpravy.

Vizuální hodnocení z elektronové mikroskopie

Geopolymerní kompozit s výztuží ze skleněných vláken je na obrázcích 60-62.



Obr. 60 Geopolymer se skleněnými vlákny bez povrchové úpravy v plátňové vazbě



Obr. 61 Geopolymer se skleněnými vlákny očištěnými v acetonu v plátňové vazbě



Obr. 62 Geopolymer se skleněnými vlákny očištěnými v acetonu a plazmově modifikovanými v plátnové vazbě

Diskuze výsledků

U skleněných vláken bez povrchové úpravy zůstávají drobné částice geopolymerní matrice na vláknech. Stejně to vypadá i u vláken očištěných acetonem, ale v obou případech jsou stále vidět především hladká místa na povrchu vláken. Vlákná upravená acetonem a plazmově modifikovaná jsou na obr. 62 a je vidět nízká soudržnost fázového rozhraní vláken a geopolymerní matrice. Zároveň jsou na tomto snímku vidět drážky po vytržení vláken z matrice. Drážky jsou relativně hladké, nedocházelo při vytržení vláken k porušování matrice, což svědčí o slabé adhezi.

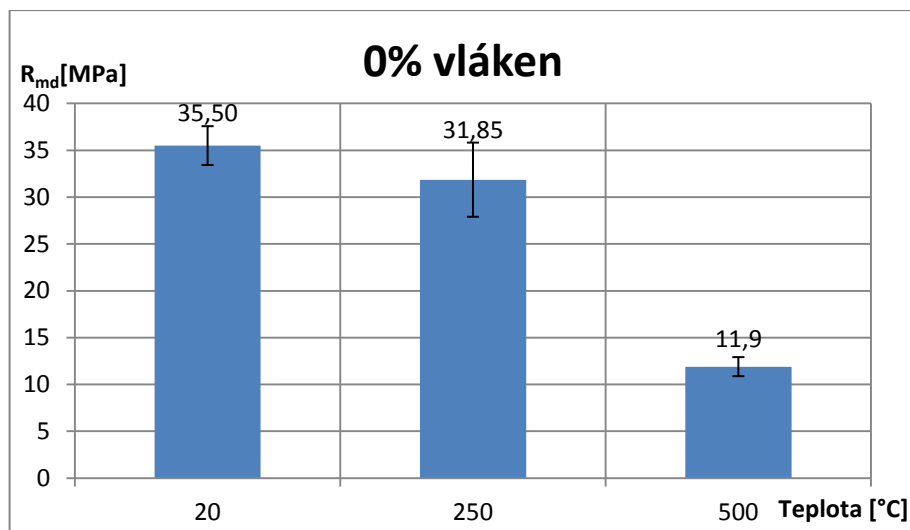
5.2 Tlaková zkouška

Při zkoušce tlakem byla sledována maximální zatěžující síla, ze síly a průřezu pak byla dopočítána pevnost v tlaku.

5.2.1 Geopolymer bez vláken

Tabulka 6. Závislost max. pevnosti v tlaku na teplotě

0% vláken	
teplota [°C]	R _{md} [MPa]
20	35,50
250	31,85
500	11,90



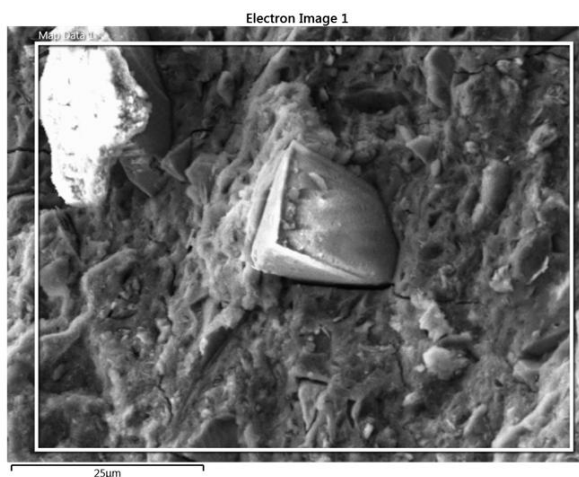
Graf 4. Závislost max. napětí v tlaku na teplotě

Diskuze výsledků

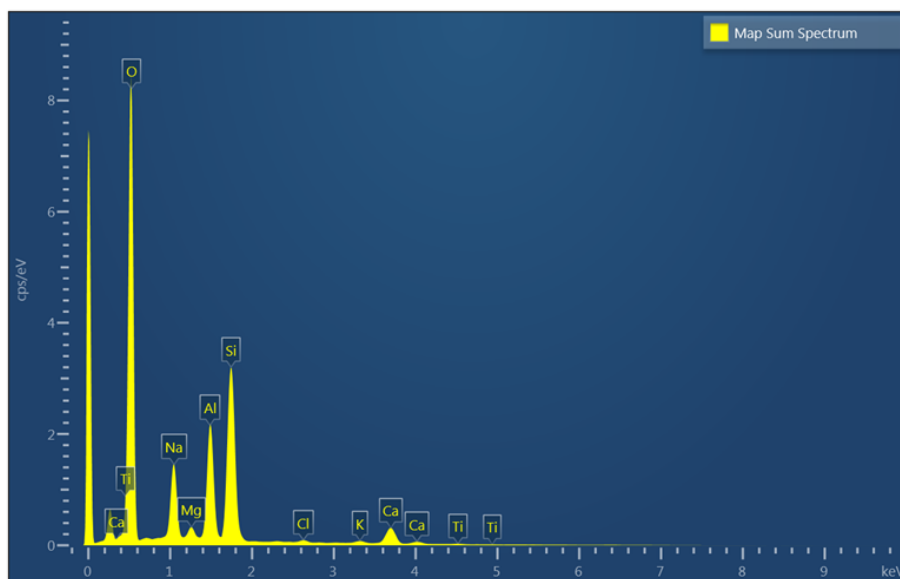
Z naměřených hodnot je zřejmé, že s rostoucí teplotou klesá hodnota tlakové pevnosti. U geopolymery bez vláknenné výztuže ohřátého na 250°C je pokles pevnosti v rámci směrodatné odchylky, ale u materiálu vypáleného na 500°C nastalo snížení pevnosti geopolymery na třetinu oproti vzorku o pokojové teplotě.

Vizuální hodnocení z elektronové mikroskopie

Na obr. 63 je zobrazen čistý geopolymer bez vláknenné výztuže a pod ním je ověřeno chemické složení EDX analýzou.



Obr. 63 Čistý geopolymer při pokojové teplotě



Obr. 64 Energově disperzní X-ray analýza (EDX)

Tabulka 7. Chemické složení čistého geopolymery při teplotě 20°C

Element	Line Type	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %
O	K series	49.20	0.21	63.18
Na	K series	7.06	0.09	6.31
Mg	K series	1.04	0.05	0.88
Al	K series	11.45	0.11	8.71
Si	K series	22.38	0.15	16.37
Cl	K series	0.55	0.06	0.32
K	K series	0.77	0.08	0.40
Ca	K series	7.11	0.15	3.65
Ti	K series	0.45	0.12	0.19
Total:		100.00		100.00

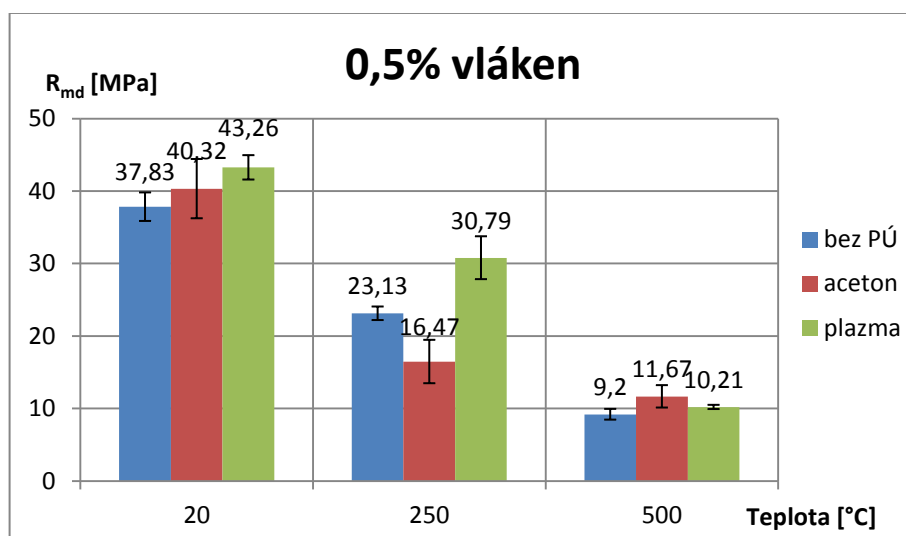
Diskuze výsledků

Z tabulky 7 vyplývá, že poměr Si:Al je 1,95 pro hmotnostní procenta a 1,88 u procent atomových.

5.2.2 Geopolymerní kompozit s 0,5% krátkých čedičových vláken

Tabulka 8. Závislost max. pevnosti v tlaku na teplotě a povrchové úpravě vláken

0,5% vláken			
teplota [°C]	bez PÚ	aceton	plazma
	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]
20	37,83	40,32	43,26
250	23,13	16,47	30,79
500	9,20	11,67	10,21



Graf 5. Závislost max. napětí v tlaku na teplotě a na povrchové úpravě vláken

Diskuze výsledků

U geopolymerního kompozitu s obsahem 0,5% čedičových vláken vidíme, že největší hodnoty pevnosti vykazují vzorky o pokojové teplotě. Nejvyšší hodnota 43,26 MPa byla naměřena u vláken po plazmové modifikaci, avšak rozdíl oproti geopolymernímu s vlákny po acetonu a vlákny bez úpravy je v rámci statistické odchylky měření.

Při ohřátí vzorků na 250°C došlo k poklesu pevnosti. U vláken bez úpravy byl tento pokles o téměř 40 %, vlákna po acetonu o 60%. Nejmenší bylo snížení pevnosti u geopolymerního s vlákny po plazmové úpravě. Zde nastal pokles o necelých 30% na hodnotu 30,79 MPa. Při zvýšené teplotě docházelo k vypařování vody ze struktury geopolymerního, což mělo za následek popraskání vzorků, a proto i menší pevnost geopolymerního.

Po vypálení geopolymerního kompozitu na 500°C následovalo další snížení pevnosti a ještě větší popraskání materiálu v důsledku vypařování vnitřní vlhkosti

(obr. 67). Vzorčky se po tlakové zkoušce zcela rozdrtily. Největší pokles byl zaznamenán u vláken plazmově modifikovaných, který byl o 200 % oproti vzorkům vypáleným na 250°C. Celkově se hodnoty všech tří zkoušených materiálů vyrovnaly.



Obr. 65 Geopolymer s 0,5% čedičových vláken bez úpravy při pokojové teplotě



Obr. 66 Geopolymer s 0,5% čedičových vláken bez úpravy po ohřátí na 250°C

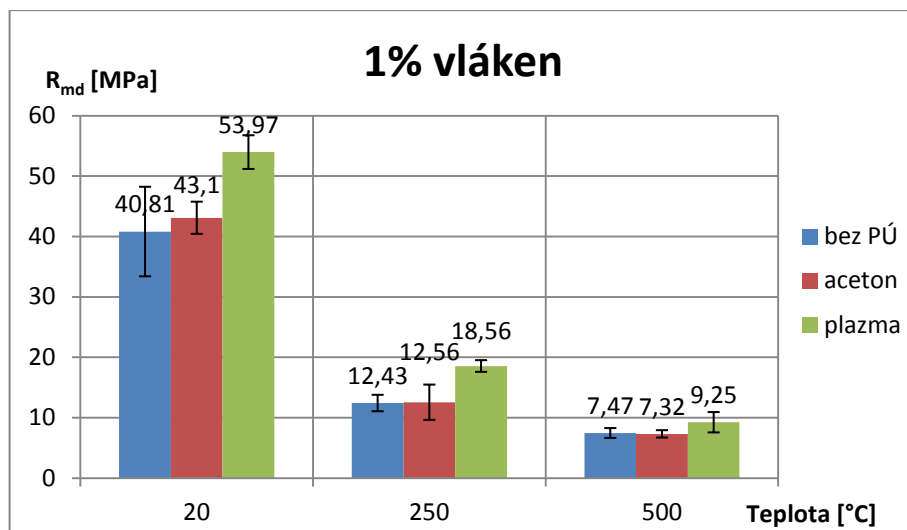


Obr. 67 Geopolymer s 0,5% čedičových vláken bez úpravy po ohřátí na 500°C

5.2.3 Geopolymerní kompozit s 1% krátkých čedičových vláken

Tabulka 9. Závislost max. pevnosti v tlaku na teplotě a povrchové úpravě vláken

1% vláken			
teplota [°C]	bez PÚ	aceton	plazma
	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]
20	40,81	43,10	53,97
250	12,43	12,56	18,56
500	7,47	7,32	9,25



Graf 6. Závislost max. napětí v tlaku na teplotě a na povrchové úpravě vláken

Diskuze výsledků

Z výsledků měření vidíme, že po plazmové modifikaci čedičových vláken je pevnost v tlaku nejvyšší pro všechny tři teploty. Při 20°C je tato hodnota 53,97 MPa. Po ohřátí na vyšší teploty dochází k silnému poklesu pevnosti. Struktura vzorků ohřátých na 500°C se po tlakové zkoušce zcela rozpadla.



Obr. 68 Porušení vzorku bez ohřevu po zkoušce tlakem

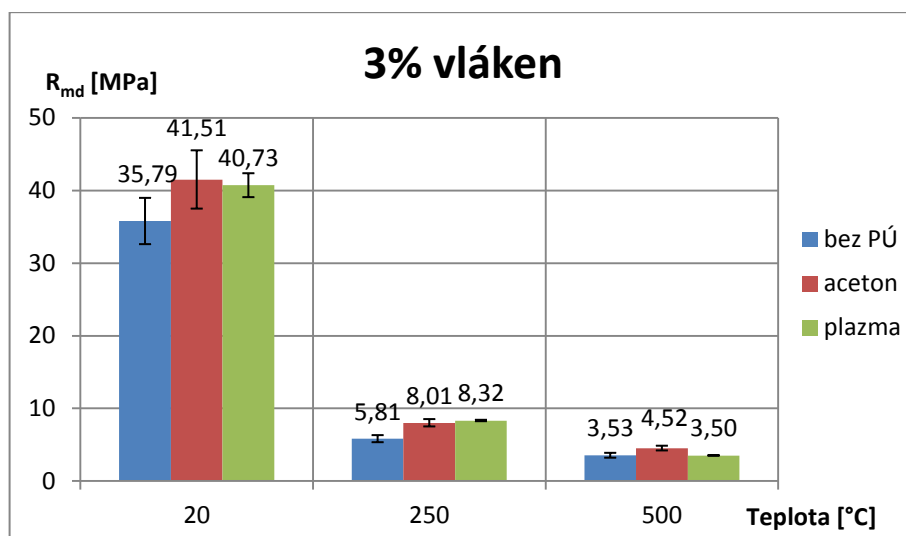


Obr. 69 Porušení vzorku po tepelné zátěži 250°C

5.2.4 Geopolymerní kompozit s 3% krátkých čedičových vláken

Tabulka 10. Závislost max. pevnosti v tlaku na teplotě a povrchové úpravě vláken

3% vláken			
teplota [°C]	bez PÚ	aceton	plazma
	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]
20	35,79	41,51	40,73
250	5,81	8,01	8,32
500	3,53	4,52	3,50



Graf 7. Závislost max. napětí v tlaku na teplotě a na povrchové úpravě vláken

Diskuze výsledků

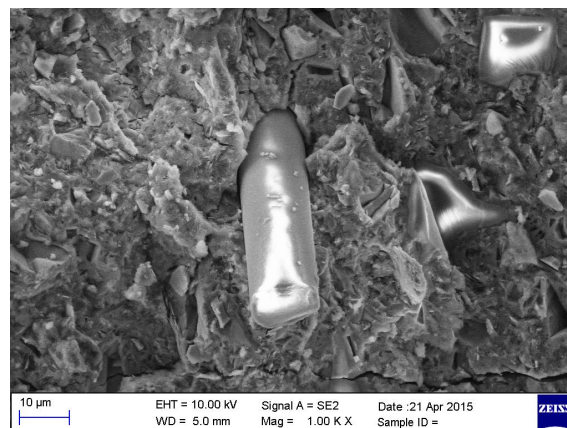
Z naměřených hodnot je zřejmé, že po ohřevu kompozitu na teploty 250 a 500°C se radikálně snižuje pevnost materiálu. Při pokojové teplotě vykazuje nejvyšší hodnoty tlakové pevnosti geopolymery s vlákny očištěnými acetonem, které následuje materiál s vlákny plazmově modifikovanými. Obě hodnoty přesahují hranici 40 MPa.

Vizuální hodnocení z elektronové mikroskopie

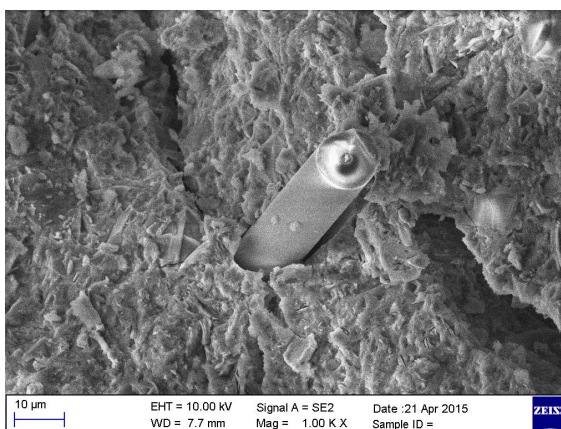
Vizuální hodnocení geopolymery na elektronovém mikroskopu po tlakové zkoušce je uvedeno na snímcích 70 až 72.



Obr. 70 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými acetonem, bez ohřevu, 3 % vláken, po tlakové zkoušce



Obr. 71 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými acetonem, ohřev 250°C, 3 % vláken, po tlakové zkoušce



Obr. 72 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými acetonem, ohřev 500°C, 3 % vláken, po tlakové zkoušce

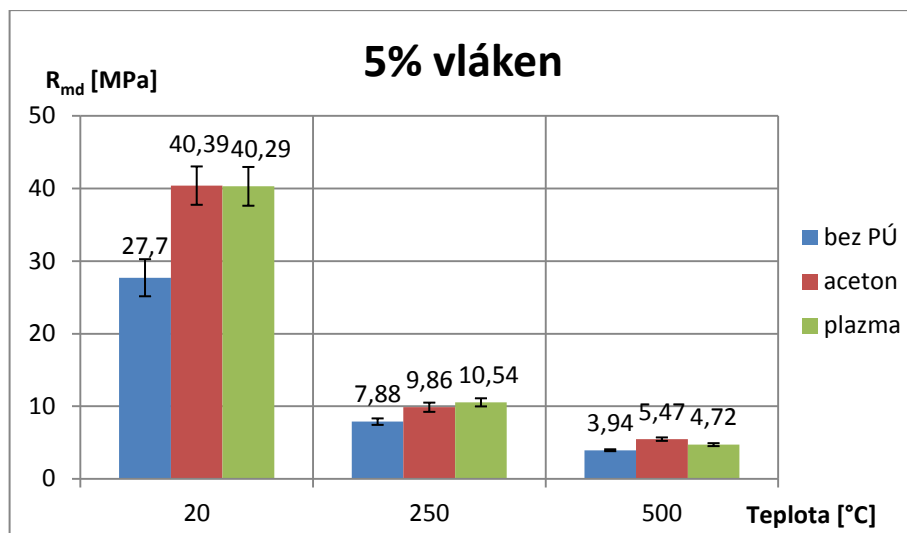
Diskuze výsledků

U čedičových vláken očištěných acetonem vidíme, že na povrchu vláken zůstává velmi málo částic geopolymeru. Vlákná jsou hladká a na rozhraní vláken s geopolymerem je vidět mezera, která svědčí o nízké adhezi vlákna k matici.

5.2.5 Geopolymerní kompozit s 5% krátkých čedičových vláken

Tabulka 11. Závislost max. pevnosti v tlaku na teplotě a povrchové úpravě vláken

5% vláken			
teplota [°C]	bez PÚ	aceton	plazma
	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]	R _{md} [MPa]
20	27,70	40,39	40,29
250	7,88	9,86	10,54
500	3,94	5,47	4,72



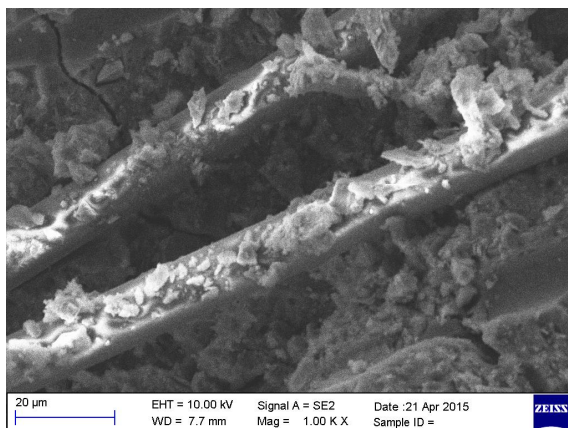
Graf 8. Závislost max. napětí v tlaku na teplotě a na povrchové úpravě vláken

Diskuze výsledků

Z naměřených výsledků u geopolymerního kompozitu s 5% čedičových vláken vidíme podobnost s 3 % vláken. Opět vykazuje největší pevnost materiál bez tepelného zatížení. Nejvyšší pevnost má materiál při 20°C s vlákny očištěnými acetonem a s vlákny plazmově modifikovanými a to 40MPa. Po ohřevu geopolymery došlo k silnému snížení pevnosti v tlaku. U kompozitu s vlákny po acetonu a po plazmové modifikaci již při 250°C došlo k poklesu pevnosti o 75%. Po ohřevu na 500°C došlo k dalšímu snížení na poloviční hodnoty.

Vizuální hodnocení z elektronové mikroskopie

Vizuální hodnocení na elektronovém mikroskopu pro geopolymerní kompozit s 5 % vláken po tlakové zkoušce je zobrazeno na obr. 73 až 76.



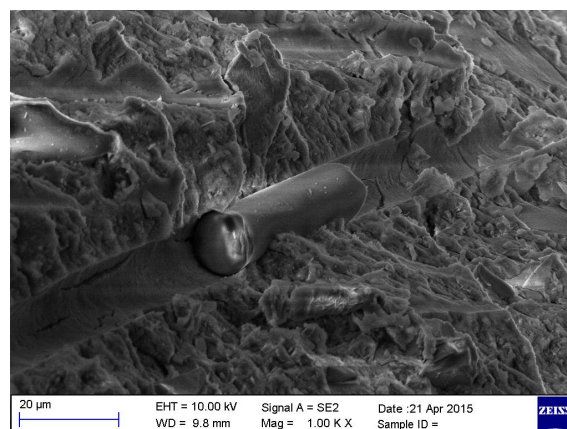
Obr. 73 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými acetonem, bez ohřevu, 5 % vláken, po tlakové zkoušce



Obr. 74 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými acetonem, 250°C, 5 % vláken, po tlakové zkoušce



Obr. 75 Geopolymer s čedičovými vlákny očištěnými acetonem, 500°C, 5 % vláken, po tlakové zkoušce



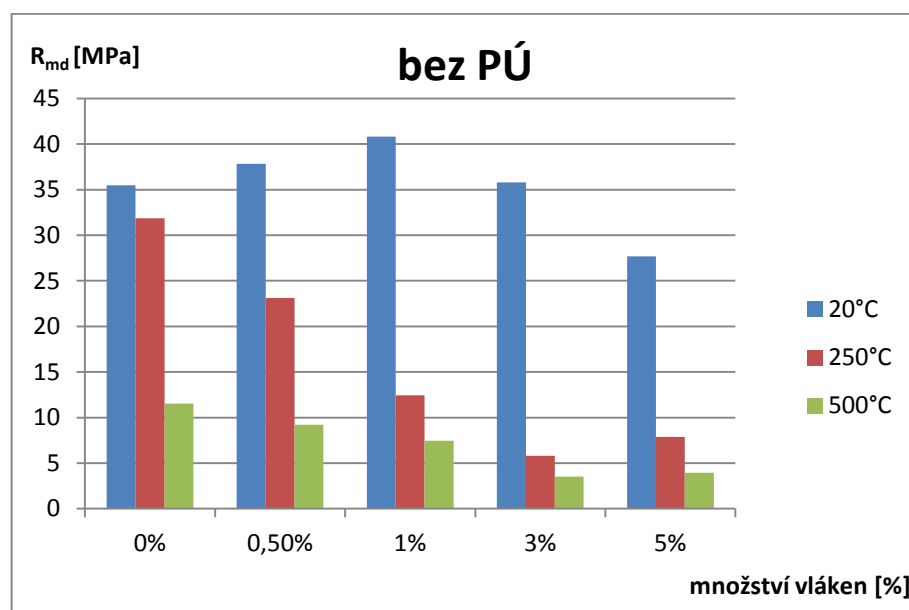
Obr. 76 Geopolymer s čedičovými vlákny bez povrchové úpravy, 500°C, 5 % vláken, po tlakové zkoušce

Diskuze výsledků

Na obr. 73 je geopolymerní kompozit s 5% krátkých čedičových vláken po acetonu při pokojové teplotě, kde vidíme, že na povrchu vláken zůstávají částice geopolymeru, avšak stále jsou na vláknech i místa zcela hladká. Tento vzorek také vykazoval u kompozitu s 5 % vláken nejvyšší hodnoty pevnosti. U materiálu po ohřevu na 250°C vidíme z obr. 74 trhlinu kolmo na vlákna. Tato prasklina nám ukazuje, že vlákna geopolymer dostatečně nezpevnila. Podobně je tomu i na obr. 75, kde je opět prasklina kolmo na vlákno, které je ještě téměř hladké. Na obr. 76 pak vidíme přetržené vlákno a drážku v geopolymerní matici po vytržení vláken. Drážka i vlákno jsou relativně hladké, takže dochází jen k minimálnímu poškození matrice a adheze tedy není optimální.

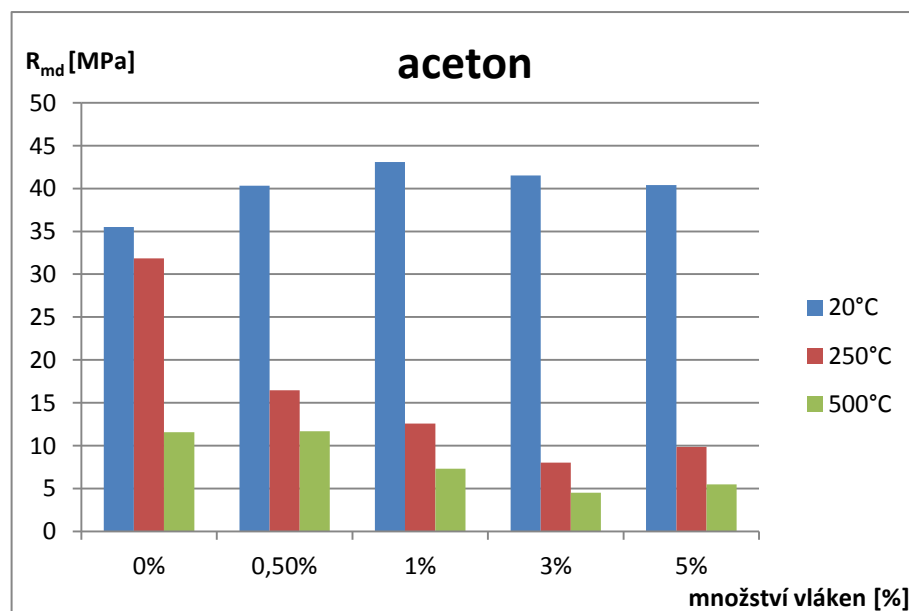
5.2.6 Porovnání pevnosti v tlaku geopolymerního kompozitu dle povrchové úpravy vláken

Geopolymerní kompozit s krátkými čedičovými vlákny bez povrchové úpravy



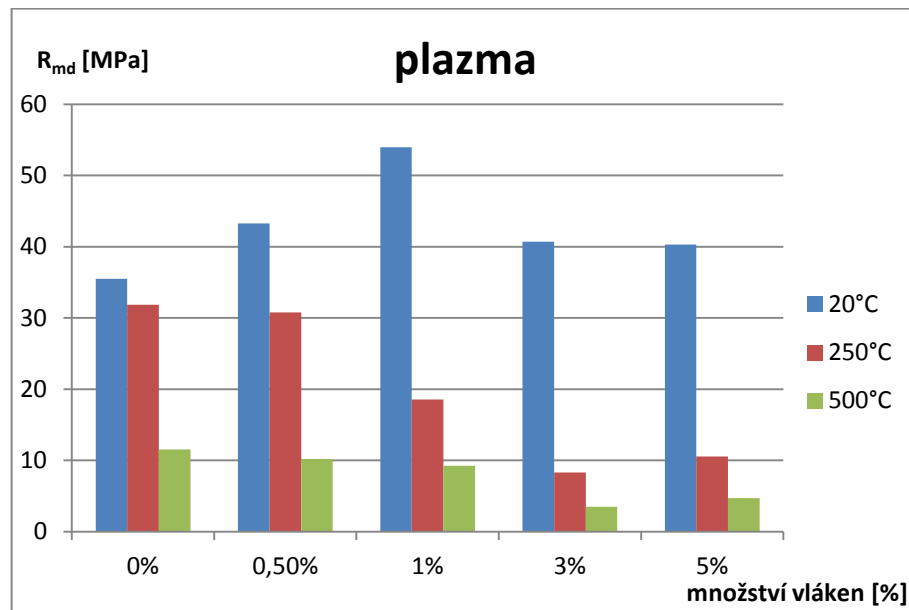
Graf 9. Závislost max. pevnosti v tlaku, čedičových vláken bez povrchové úpravy, na teplotě a na obsahu vláken

Geopolymerní kompozit s krátkými čedičovými vlákny po acetonu



Graf 10. Závislost max. pevnosti v tlaku, čedičových vláken vypraných v acetonu, na teplotě a na obsahu vláken

Geopolymerní kompozit s krátkými čedičovými vlákny po acetonu a po plazmové modifikaci



Graf 11. Závislost max. pevnosti v tlaku, čedičových vláken vystavených plazmovému výboji, na teplotě a na obsahu vláken

Diskuze výsledků

V grafech 9 až 11 vidíme porovnání pevnosti v tlaku v závislosti na obsahu krátkých čedičových vláken v geopolymerním kompozitu a na ohřevu vzorků. Nejvyšší hodnoty pevnosti vykazovaly vzorky testované při pokojové teplotě. Optimální zastoupení vláken v kompozitu pak vychází na 1 % a to pro všechny tři druhy povrchové úpravy. Při vypálení na vyšší teploty dochází k poklesu pevnosti. Stejně tak po ohřevu klesá pevnost s rostoucím obsahem vláken v geopolymerním kompozitu. Z toho plyne, že shluky vláken mohou po vypálení geopolymerního kompozitu působit jako koncentrátoři napětí.

6. Diskuze

Cílem této práce byla studie vlivu povrchových úprav speciálních vláken v geopolymerních kompozitech. Dále pak bylo cílem zlepšení adheze anorganických vláken k geopolymerní matrici. Adheze vláken byla zkoumána pomocí zkoušek pevnosti v ohybu a v tlaku. Geopolymer byl testován po 7 dnech vytvrzování, tedy po kratší době, než je obvyklých 28 dní. Zránění a vytvrzování geopolymery bylo urychleno zvýšenou teplotou. Následovalo zhodnocení lpění geopolymerní matrice na povrchu vyztužujících vláken pomocí rastrovací elektronové mikroskopie.

Provedená měření ukázala, že:

- Nejvyšší hodnoty ohybové pevnosti geopolymerního kompozitu dosahují čedičová (23,72 MPa), uhlíková (32,97 MPa) a skleněná vlákna (19,74 MPa) po očištění acetonem. Potom následují vlákna bez povrchové úpravy. Nejnižší hodnoty vykazují čedičová a skleněná vlákna po plazmové modifikaci. Tato metoda plazmové úpravy se tedy ukázala jako nepřilíš vhodná, a proto doporučuji zkusit jiné parametry plazmové modifikace.
- Pevnost v tlaku geopolymerního kompozitu s krátkými čedičovými vlákny je nejlepší po očištění vláken acetonem a po plazmové modifikaci. Nejvyšší hodnota (53,97 MPa) byla naměřena při zkoušení vzorků o pokojové teplotě 20°C a obsahu vláken 1 %. Po vystavení materiálu vyšším teplotám (250 a 500°C) pevnost silně klesala.

7. Závěr

Ve své diplomové práci:

1. Provedl jsem literární rešerši na téma afinity vláken k matricím z geopolymery.
2. Navrhl jsem ohybovou a tlakovou zkoušku jako vhodný experiment pro stanovení afinity vláken k geopolymerním matricím. Vlákná byla rozdělena na tři skupiny: bez povrchové úpravy, očištěná acetonem, očištěná acetonem a plazmově modifikovaná.
3. Po vykonání mechanických zkoušek jsem provedl zhodnocení adheze vyztužujících vláken k geopolymerní matici pomocí rastrovací elektronové mikroskopie.
4. Provedl jsem vyhodnocení a diskuzi naměřených výsledků.
 - Nejvyšší hodnoty pevnosti v ohybu dosahuje geopolymerní kompozit s vlákny očištěnými acetonem. Nejnižší pevnost má materiál s vlákny po plazmové úpravě, a proto doporučuji v analýzách plazmové modifikace pokračovat.
 - Pevnost v tlaku je nejvyšší při použití 1 % krátkých čedičových vláken po plazmové modifikaci bez ohřevu materiálu. S rostoucí teplotou dochází k poklesu mechanických vlastností. Nejnižší hodnoty vykazují vzorky při ohřevu na 500°C.
 - Doporučuji zkusit jiné parametry plazmové modifikace např. větší energie plazmového výboje, aby se vlákno stalo členitější a mohla vzniknout mechanická vazba mezi vláknem a matricí. Dále doporučuji vyzkoušet jiné pracovní plyny, doby modifikace či jiné tlaky. Dnes je již možné použít např. plazmu atmosférickou. Potom by bylo vhodné použít test smáčivosti na vlákenné výztuže. Tato metoda je rychlá, levná, jednoduchá a dobře poslouží k získání hrubé představy o vzorcích. Pokud se bude smáčivost po plazmové úpravě zlepšovat, můžeme očekávat, že adheze vláken ke geopolymerní matici bude větší.

8. Seznam použité literatury

- [1] Sičáková A., Želinková M., Stručný pohľad na geopolyméry jako perspektívne stavebné materiály. Košice: TU Košice 2011. [online, cit. 2015-01-22]. Dostupné na: <http://www.tzbportal.sk/stavebnictvo/strucny-pohlad-na-geopolymery-ako-perspektivne-stavebne-materialy.html>
- [2] Hongling Wang, Haihong Li, Fengyuan Yan, Synthesis and mechanical properties of metakaolinite-based geopolymer. [online, cit. 2015-01-22]. <http://www.bisheziliao.com/FileRoot2/2014-8/23/3dee193f-98b4-4fc2-870a-07b2997d45ee/212855.pdf>
- [3] Harandza J., Hroncová E.: Charakteristika geopolymérov a ich možné aplikácie v stavebnom priemysle. Zvolen: Technická univerzita vo Zvolene, 2011. [online, cit. 2015-1-22]. Dostupné na: http://www.preveda.sk/conference/download_poster/id=348/
- [4] Dědečková L.: Geopolymery – Od pyramid k mostům. [online, cit. 2015-01-22]. Dostupné na: <http://www.4-construction.com/cz/clanek/geopolymery-od-pyramid-k-mostum/>
- [5] Koplík J., Inhibice nebezpečných látek v alumináto-silikátových systémech, doktorská práce. Brno: VUT v Brně, 2012. [online, cit. 2015-01-22]. Dostupné na: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=46433
- [6] Láník P., Geopolymerní kompozitní systémy a jejich odolnost k dynamickému namáhání, diplomová práce. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2014.
- [7] Joseph Davidovits, Geopolymer Green Chemistry and Sustainable Development Solutions, Proceedings of the World Congress Geopolymer 2005.
- [8] Joseph Davidovits, 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer 2002 Conference, October 28-29, 2002, Melbourne, Australia.
- [9] Niederle P., Náhrada metakaolinu jako suroviny pro výrobu geopolymérů, diplomová práce. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2014.
- [10] Daďourek K., Kompozitní materiály – definice a rozdělení. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2013.
- [11] URL [online, cit. 2015-02-09]. Dostupné na: <http://tpm.fsv.cvut.cz/vyuka/main/MI11.pdf>
- [12] URL [online, cit. 2015-02-09]. Dostupné na: <http://mujweb.cz/zkorinek/vlakna.pdf>

- [13] Daďourek K., Kompozitní materiály – druhy vláken. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2013.
- [14] Grégr J., Skleněná vlákna – historie a současnost. [online, cit. 2015-02-09].
Dostupné na: <http://www.czechdesign.cz/temata-a-rubriky/sklenena-vlakna-historie-soucasnost2975>
- [15] Grégr J., Povrchové vlastnosti uhlíkových vláken. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2004.
- [16] Kovář M., Modifikace plniv kompozitních materiálů pomocí atmosférického plazmatu, bakalářská práce. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2012.
- [17] Militký J., Textilní vlákna; Klasická a speciální. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2002.
- [18] Bystřický Z., Vliv struktury vláknového kompozitu (FRC) a adheziva na pevnost spoje FRC/částicový dentální kompozit, bakalářská práce. Brno: VUT v Brně, 2010.
- [19] Čech V. Povrchové úpravy vláken pro polymerní kompozity. VUT v Brně, Ústav chemie materiálů – Technika, technologie – vydání 26/2006. [online, cit. 2015-02-13].
Dostupné na: <http://www.glassrevue.cz/news.asp@nid=5396&cid=6.html>
- [20] Daďourek K., Kompozitní materiály – Adhezní síly v kompozitních materiálech. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2013.
- [21] M. Janata, H. Tymrác, T. Zmydlený; AIR PRODUCTS, spol. s.r.o., Plazma a technické plyny. [online, cit. 2015-02-13]. Dostupné na:
<http://www.hadyna.cz/svetsvaru/issue/SS06-3.pdf>
- [22] Plazma. [online, cit. 2015-02-13]. Dostupné na:
<http://atrey.karlin.mff.cuni.cz/~marble/d/?p=0>
- [23] Plazmová technologie úpravy povrchu. [online, cit. 2015-02-13]. Dostupné na:
<http://www.surface-treat.cz/?q=technologie>
- [24] Slavíček P., Úvod do vakuového povlakování. Ústav fyzikální elektroniky. Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita. [online, cit. 2015-04-28]. Dostupné na:
<http://www2.nanocontact.cz/data/files/slavicek.pdf>
- [25] Tenké vrstvy [online, cit. 2015-04-28]. Dostupné na:
http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf
- [26] Hudeček O., Sedláček T., Povrchové úpravy plastových výrobků plazmou. Fakulta technologická. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. [online, cit. 2015-04-28]. Dostupné na:
http://www.plastr.cz/files/new35/144-Povrchove_upravy_plastovych_vyrobku_plazmou.pdf

- [27] Louda O., Mechanické vlastnosti plošných kompozitů s pletenou výztuží z čedičových vláken s epoxidovou a polyesterovou maticí. Transfer inovací 22/2012. [online, cit. 2015-02-13]. Dostupné na:
<http://www.sjf.tuke.sk/transferinovacii/pages/archiv/transfer/22-2012/pdf/086-089.pdf>
- [28] Statické zkoušky. [online, cit. 2015-02-13]. Dostupné na:
<http://home.zcu.cz/~dyxon/DATA/Nauka%20o%20M/Zkouska.pdf>
- [29] Katedra materiálového inženýrství. Fakulta textilní. Technická univerzita v Liberci [online, cit. 2015-04-23]. Dostupné na:
http://technet.tul.cz/wp-content/uploads/2013/01/KMI_lab1.pdf
- [30] Elektronová mikroskopie. [online, cit. 2015-04-17]. Dostupné na:
http://www.paru.cas.cz/lem/bak/1_1.htm
- [31] Elektronová mikroskopie pro biology. [online, cit. 2015-04-17]. Dostupné na:
<http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.0.html>
- [32] Elektronová mikroskopie a mikroanalýza. [online, cit. 2015-04-17]. Dostupné na:
http://www.sci.muni.cz/~sulovsky/Vyuka/Lab_metody/Elektronova%20mikroskopie.pdf

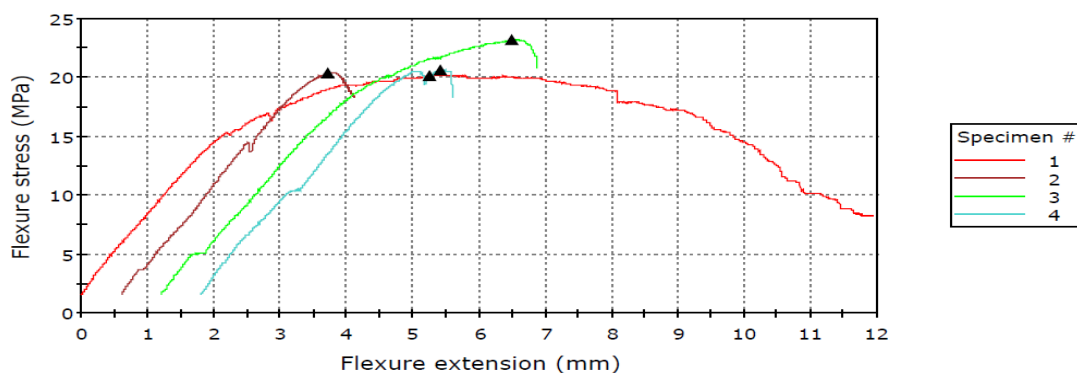
Přílohy

Příloha 1. Zkouška v ohybu

Tabulka 12. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou bez povrchové úpravy

vzorek	F_{\max} [N]	A_{\max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	66,05	5,263	825,625	40,833	20,219
2	66,58	3,129	832,250	40,833	20,382
3	75,71	5,297	946,375	40,833	23,177
4	67,39	3,618	842,375	40,833	20,630

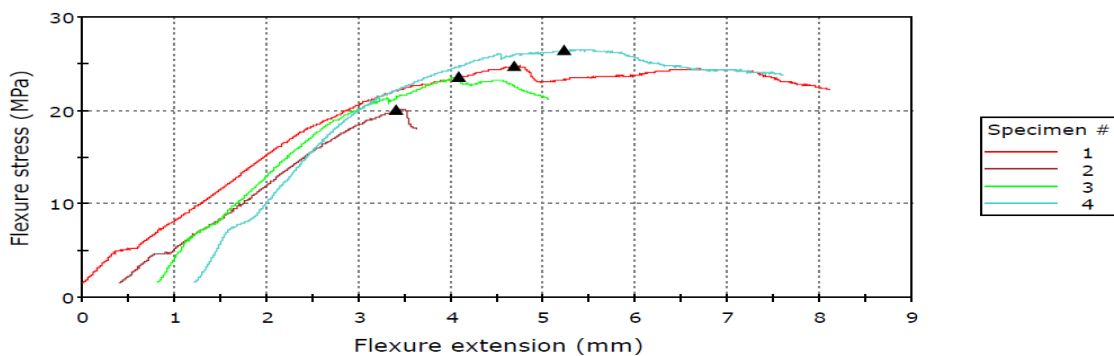
Graf 12. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou bez povrchové úpravy



Tabulka 13. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou po acetonu

vzorek	F_{\max} [N]	A_{\max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	80,81	2,349	1010,125	40,833	24,738
2	65,61	2,293	820,125	40,833	20,054
3	77,05	3,009	963,125	40,833	23,587
4	86,45	2,888	1080,625	40,833	26,464

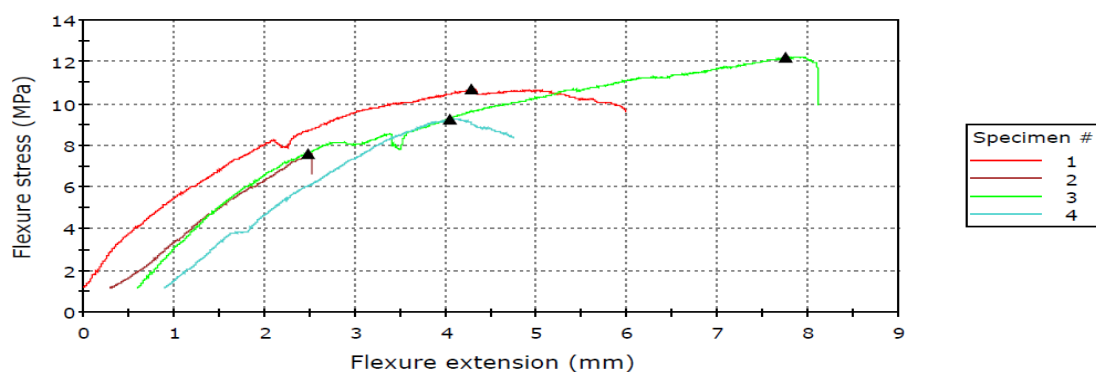
Graf 13. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou po acetonu



Tabulka 14. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou po plazmové úpravě

vzorek	F_{max} [N]	A_{max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	45,64	4,293	570,500	53,333	10,697
2	32,49	2,192	406,125	53,333	7,615
3	52,09	7,160	651,125	53,333	12,209
4	39,47	3,152	493,375	53,333	9,251

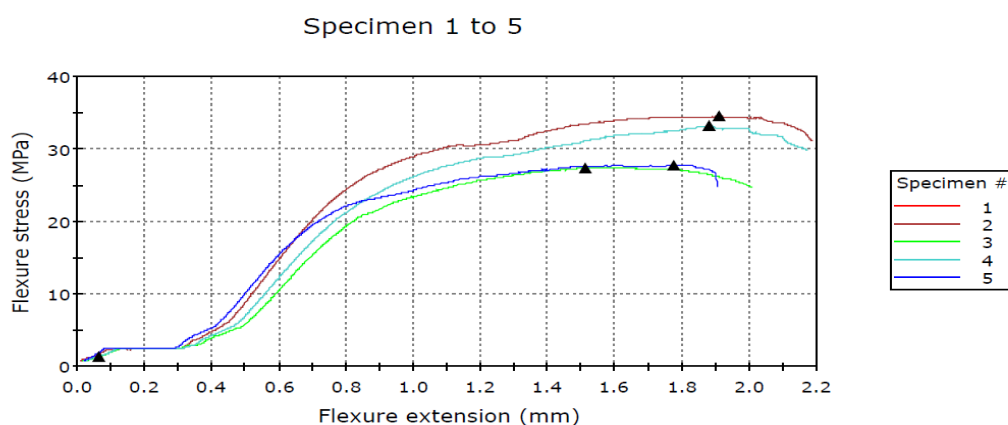
Graf 14. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou po plazmové úpravě



Tabulka 15. Zkouška v ohybu geopolymery s uhlíkovou tkaninou bez povrchové úpravy

vzorek	F_{max} [N]	A_{max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	230,34	1,908	2879,250	83,333	34,551
2	182,82	1,509	2285,250	83,333	27,423
3	220,94	1,873	2761,750	83,333	33,141
4	184,97	1,767	2312,125	83,333	27,746

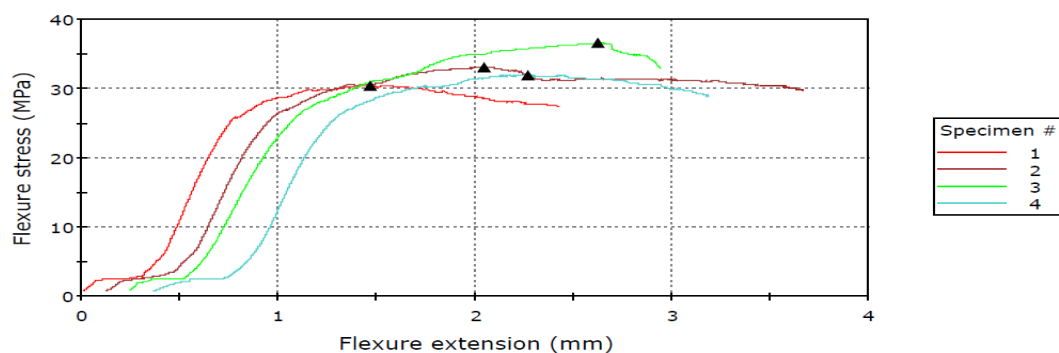
Graf 15. Zkouška v ohybu geopolymery s čedičovou tkaninou bez povrchové úpravy



Tabulka 16. Zkouška v ohybu geopolymery s uhlíkovou tkaninou po acetonu

vzorek	F_{max} [N]	A_{max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	202,69	1,473	2533,625	83,333	30,404
2	220,14	1,928	2751,750	83,333	33,021
3	243,49	2,388	3043,625	83,333	36,524
4	212,89	1,907	2661,125	83,333	31,934

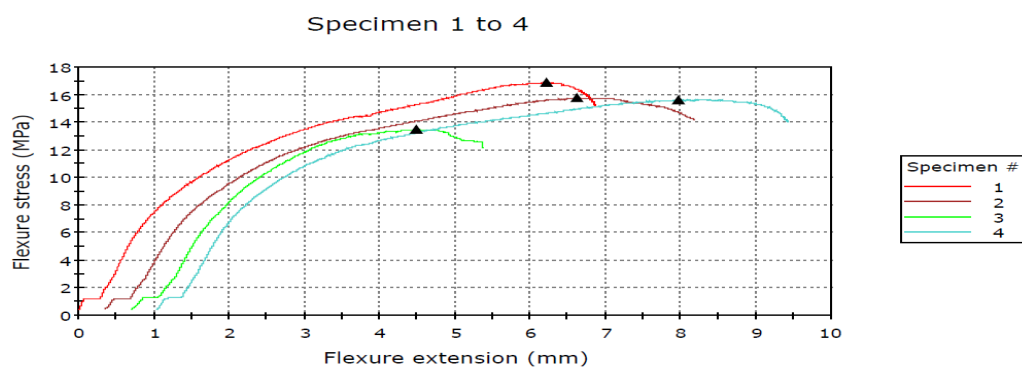
Graf 16. Zkouška v ohybu geopolymery s uhlíkovou tkaninou po acetonu



Tabulka 17. Zkouška v ohybu geopolymery s skelnou tkaninou bez povrchové úpravy

vzorek	F_{max} [N]	A_{max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	220,68	6,214	2758,500	163,333	16,889
2	205,91	6,285	2573,875	163,333	15,758
3	176,38	3,818	2204,750	163,333	13,498
4	193,83	6,957	2422,875	154,133	15,719

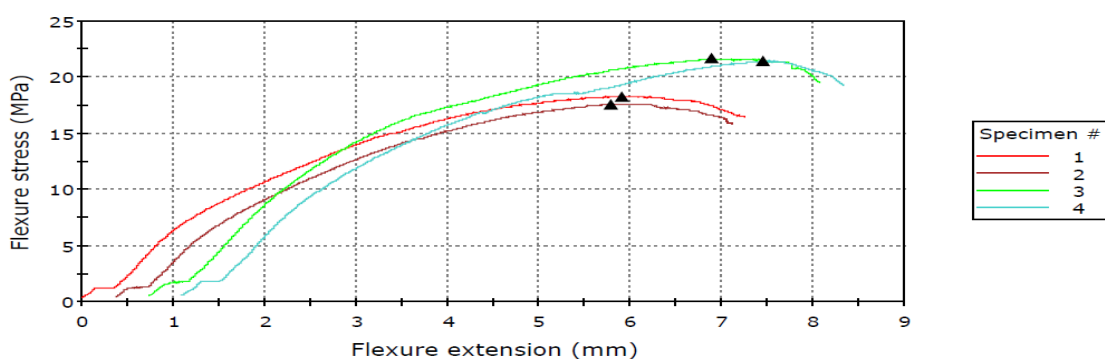
Graf 17. Zkouška v ohybu geopolymery s skelnou tkaninou bez povrchové úpravy



Tabulka 18. Zkouška v ohybu geopolymery s skelnou tkaninou po acetonu

vzorek	F_{\max} [N]	A_{\max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	238,93	5,923	2986,625	163,333	18,285
2	230,07	5,424	2875,875	163,333	17,607
3	207,79	6,168	2597,375	120	21,645
4	205,64	6,368	2570,500	120	21,421

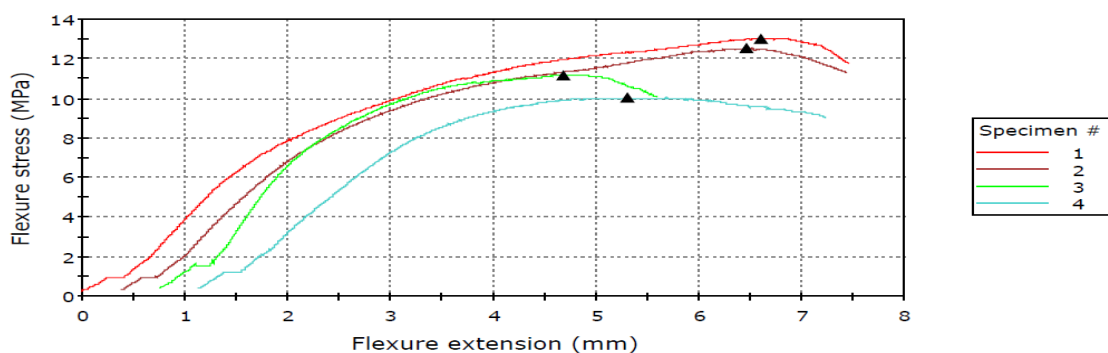
Graf 18. Zkouška v ohybu geopolymery s skelnou tkaninou po acetonu



Tabulka 19. Zkouška v ohybu geopolymery s skelnou tkaninou po plazmové úpravě

vzorek	F_{\max} [N]	A_{\max} [mm]	M_o [Nmm]	W_o [mm ³]	R_{mo} [MPa]
1	222,56	6,609	2782	213,333	13,041
2	213,70	6,088	2671,250	213,333	12,521
3	153,36	3,937	1917	172,800	11,094
4	137,45	4,185	1718,125	170,408	10,082

Graf 19. Zkouška v ohybu geopolymery s skelnou tkaninou po plazmové úpravě



Příloha 2. Zkouška v tlaku

Tabulky po korekci výsledků.

Tabulka 20. Zkouška tlakem čistého geopolymery

0% vláken				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	20528	1910,30	27,95	33,47
2	21629,90	2127,16	27,90	35,40
3	22951,30	2415,40	27,88	37,61
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	20432,60	1883,71	27,24	35,08
2	15897,70	1505,15	27,17	27,43
3	19209,50	1884,18	27,21	33,05
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	6937,88	709,11	26,76	12,34
2	7132,86	790,95	26,84	12,61
3	6048,60	511,08	26,79	10,74

Tabulka 21. Zkouška tlakem geopolymery s 0,5% krátkých čedičových vláken bez povrchové úpravy

0,5% vláken bez PÚ				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	21753,80	1926,76	27,91	35,58
2	23571,30	2048,39	27,85	38,71
3	23903,60	2474,26	27,87	39,20
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	12815,30	1819,42	27,18	22,10
2	13941,70	1143,42	27,25	23,92
3	13587,70	1845,60	27,22	23,36
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	5665,87	641,16	26,81	10,04
2	4872,38	466,46	26,77	8,66
3	4992,80	506,64	26,75	8,89

Tabulka 22. Zkouška tlakem geopolymery s 0,5% krátkých čedičových vláken po acetonu

0,5% vláken aceton				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	22274,50	1834,71	27,88	36,51
2	27316	1976,67	27,92	44,64
3	24456,90	1868,27	27,97	39,82
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	11157,10	1081,55	27,4	18,93
2	7699,35	942,67	27,32	13,14
3	10207,60	1019,02	27,38	17,35
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	7741,92	585,28	27,08	13,45
2	6108,64	568,70	27,02	10,66
3	6264,51	657,13	27,06	10,90

Tabulka 23. Zkouška tlakem geopolymery s 0,5% krátkých čedičových vláken po acetonu a po plazmové modifikaci

0,5% vláken plazma				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	27719,90	2389,83	27,95	45,20
2	25789,30	2162,99	27,88	42,27
3	25817,50	2554,40	27,88	42,31
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	17190,50	1655,29	27,22	29,56
2	20017,90	1929,37	27,32	34,17
3	16701,80	1605,24	27,25	28,65
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	5761,59	664,25	26,92	10,13
2	5651,78	574,34	26,88	9,96
3	5959,99	529,17	26,86	10,52

Tabulka 24. Zkouška tlakem geopolymery s 1% krátkých čedičových vláken bez povrchové úpravy

1% vláken bez PÚ				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	26568,40	2549,91	27,96	43,29
2	19890,50	1782,48	27,93	32,48
3	28701,40	2517,49	27,99	46,67
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	6392,19	820,34	27,18	11,02
2	7256,62	928,49	27,17	12,52
3	8007,75	820,67	27,25	13,74
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	4528,67	493,67	27,07	7,87
2	4585,33	447,47	27,02	8,00
3	3749,29	330,16	27,05	6,53

Tabulka 25. Zkouška tlakem geopolymery s 1% krátkých čedičových vláken po acetonu

1% vláken aceton				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	26550,60	1976,17	27,93	43,36
2	27974,80	1982,27	27,95	45,62
3	24598,50	1855,41	27,88	40,31
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	5449,68	626,91	27,38	9,26
2	8737,37	1028,08	27,40	14,83
3	8007,57	919,37	27,40	13,59
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	4216,84	412,86	27,05	7,34
2	3855,49	388,68	27,08	6,70
3	4574,66	449,56	27,12	7,92

Tabulka 26. Zkouška tlakem geopolymery s 1% krátkých čedičových vláken po acetonu a po plazmové modifikaci

1% vláken plazma				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	31503,70	2371,22	27,93	51,45
2	34982,70	2408,87	27,97	56,96
3	32800,40	2386,14	27,95	53,49
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	10686	1399,2	27,27	18,31
2	10378	1397,08	27,30	17,74
3	11490,30	1497,46	27,31	19,63
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	4667,04	469,14	26,85	8,25
2	6367,61	618,99	26,92	11,19
3	4730,69	507,87	26,94	8,30

Tabulka 27. Zkouška tlakem geopolymery s 3% krátkých čedičových vláken bez povrchové úpravy

3% vláken bez PÚ				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	20882,20	1434,18	27,90	34,17
2	20676,80	1874,96	27,94	33,74
3	24198,30	1768,1	27,95	39,46
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	3536,60	214,78	27,67	5,88
2	3146,87	224,23	27,51	5,30
3	3731,43	222,95	27,55	6,26
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	1829	79,09	27,18	3,15
2	2108,78	97,91	27,15	3,64
3	2193,91	111,1	27,15	3,79

Tabulka 28. Zkouška tlakem geopolymery s 3% krátkých čedičových vláken po acetonu

3% vláken aceton				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	23971,50	2181,53	27,88	39,29
2	24017,50	1689,40	27,97	39,11
3	28300,90	1961	27,95	46,15
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	4532,13	275,49	27,55	7,61
2	4663,17	255,16	27,53	7,84
3	5070,58	276,02	27,45	8,57
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	2838,60	138,63	27,22	4,88
2	2558,84	153,51	27,14	4,43
3	2452,54	150,54	27,11	4,25

Tabulka 29. Zkouška tlakem geopolymery s 3% krátkých čedičových vláken po acetonu a po plazmové modifikaci

3% vláken plazma				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	23734,50	2115,86	27,89	38,87
2	25725,60	2339,24	27,93	42,01
3	25215,40	1989,79	27,89	41,30
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	4882,97	327,17	27,43	8,27
2	4999,86	286,98	27,49	8,43
3	4886,51	290,64	27,46	8,26
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	2069,79	97,07	27,31	3,54
2	2030,88	93,88	27,17	3,50
3	2002,38	102,57	27,10	3,47

Tabulka 30. Zkouška tlakem geopolymery s 5% krátkých čedičových vláken bez povrchové úpravy

5% vláken bez PÚ				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	15451,10	1170,42	27,93	25,23
2	16871,80	1571,74	27,94	27,53
3	18508,60	1775,13	27,88	30,33
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	4379,57	236,14	27,49	7,38
2	4897,08	252,82	27,51	8,24
3	4758,91	277,97	27,51	8,01
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	2253,94	227,63	27,16	3,89
2	2378,08	145,72	27,22	4,09
3	2225,78	131,78	27,15	3,85

Tabulka 31. Zkouška tlakem geopolymery s 5% krátkých čedičových vláken po acetonu

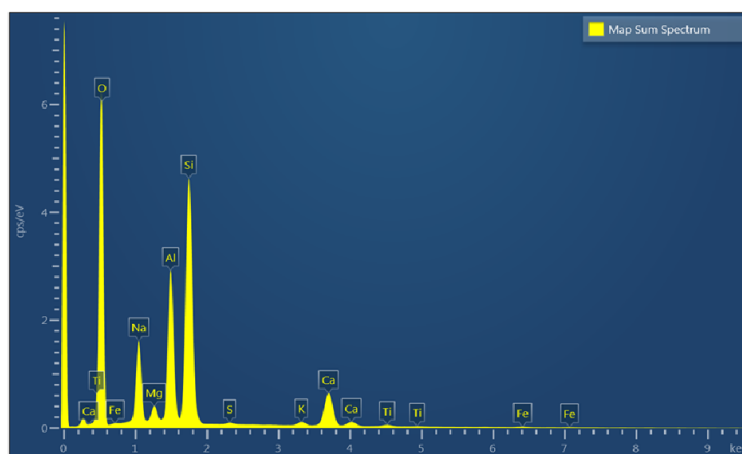
5% vláken aceton				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	24793,30	2046,89	27,97	40,37
2	26408,90	1605,58	27,96	43,03
3	23036,10	1799,73	27,88	37,75
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	5478,02	332,33	27,47	9,25
2	6257,38	450,97	27,53	10,52
3	5842,93	394,28	27,53	9,82
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	3132,62	274,36	27,19	5,40
2	3334,54	263,43	27,22	5,73
3	3079,58	235,11	27,27	5,28

Tabulka 32. Zkouška tlakem geopolymery s 5% krátkých čedičových vláken po acetonu a po plazmové modifikaci

5% vláken plazma				
teplota 20°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	26164,70	1965,37	27,98	42,57
2	22940,60	1699,83	27,97	37,36
3	25098,30	1831,35	27,95	40,93
teplota 250°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	5878,44	304,77	27,51	9,89
2	6477,30	385,75	27,51	10,90
3	6417,05	398,97	27,49	10,82
teplota 500°C				
	F max [N]	E [Mpa]	d [mm]	R _{md} [MPa]
1	2636,91	171,9	27,22	4,53
2	2856,44	211,94	27,16	4,93
3	2707,66	181,65	27,15	4,68

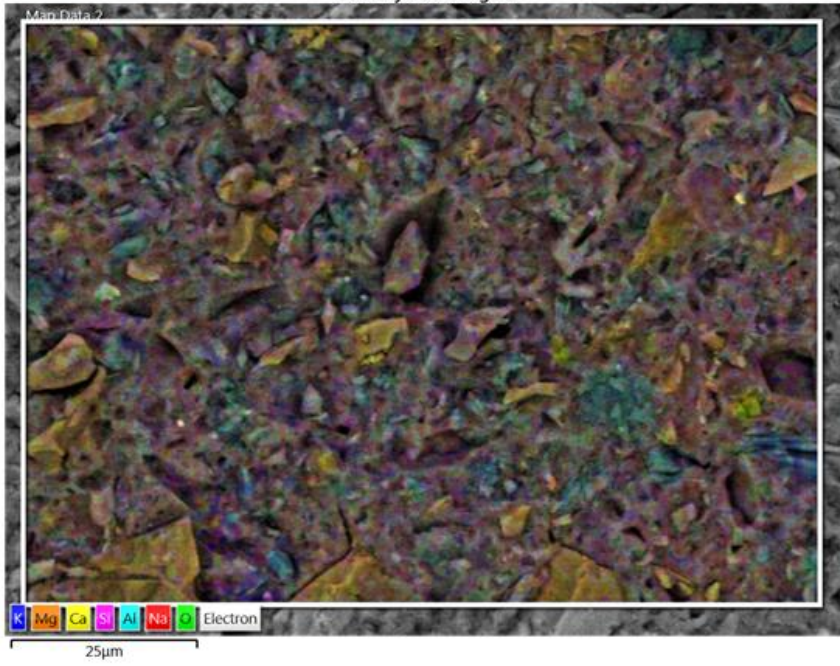
Příloha 3. Chemické složení

Geopolymer s 5% čedičových vláken po ohřevu na 500°C, ověřeno chemické složení EDX analýzou.

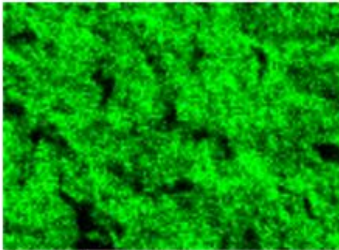


Element	Line Type	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %
O	K series	46.62	0.15	60.68
Na	K series	7.58	0.07	6.86
Mg	K series	1.26	0.03	1.08
Al	K series	11.95	0.07	9.22
Si	K series	23.83	0.10	17.67
S	K series	0.18	0.03	0.12
K	K series	0.65	0.03	0.35
Ca	K series	6.97	0.07	3.62
Ti	K series	0.52	0.05	0.22
Fe	K series	0.45	0.07	0.17
Total:		100.00		100.00

EDS Layered Image 2

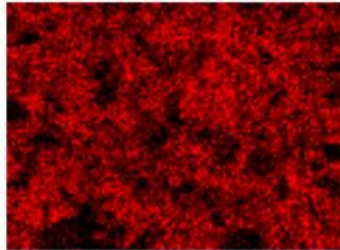


O Kα1



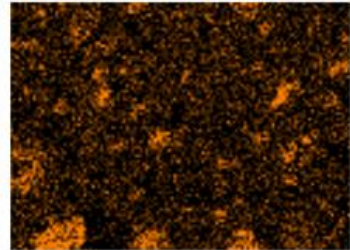
25µm

Na Kα1_2



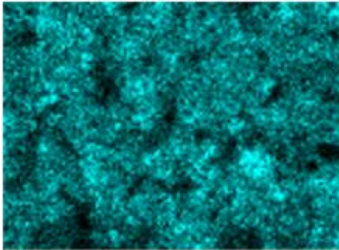
25µm

Mg Kα1_2



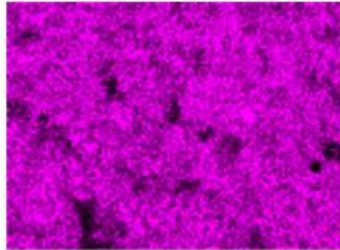
25µm

Al Kα1



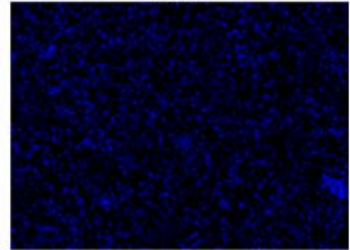
25µm

Si Kα1



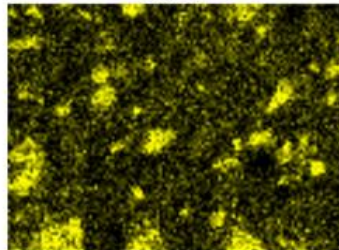
25µm

K Kα1



25µm

Ca Kα1



25µm

Čistý geopolymer při pokojové teplotě, chemické složení viz. strana 63 - 64.

