

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: B 2301 Strojní inženýrství  
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Mikrostruktura a vlastnosti kompozitních materiálů  
na polymero-organické bázi

Autor: **Jan HAJŠMAN**

Vedoucí práce: **Ing. Štěpán JENÍČEK**

Akademický rok 2016/2017

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2016/2017

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jan HAJŠMAN**

Osobní číslo: **S13B0144P**

Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**

Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**

Název tématu: **Mikrostruktura a vlastnosti kompozitních materiálů na  
polymero-organické bázi**

Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

### Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Rešerše současného stavu - moderní kompozitní materiály na polymero-organické bázi
  - a) Přehled materiálů
  - b) Použití
  - c) Přehled používaných metod hodnocení struktury a vlastností těchto materiálů
2. Experimentální program
  - a) Výběr vhodného materiálu pro výzkum tváření kompozitních materiálů na polymero-organické bázi.
  - b) Návrh metodiky pro hodnocení struktury
  - c) Ověření metodiky na demonstrátoru
3. Diskuze výsledků
4. Závěr

Rozsah grafických prací: fotodokumentace, obrázky

Rozsah kvalifikační práce: 30-40 stran

Forma zpracování bakalářské práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

Scott MacKenzie, D. George E. Totten *Polymer Science and Technology, 3rd Edition*  
Prentice Hall, Rok vydání: 2014. ISBN-10: 0-13-703955-7, ISBN-13:  
978-0-13-703955-5.

Bazyljak, Liliya Igorivna, ed., Zaikov, Gennadij Jefremovič, ed. a Haghi, A. K.,  
ed. *Polymers and polymeric composites: properties, optimization, and applications*  
Toronto: Apple Academic Press, 2015. AAP research notes on polymer  
engineering science and technology. ISBN 978-1-77188-049-7.

*Aktuální publikace z databáze Scopus nebo WOS (od r. 2006) na téma: Evaluation of  
polymero-organics composites*

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Štěpán Jeníček

Výzkumné centrum tvářecích technologií

Konzultant bakalářské práce:

Doc. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.


Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání bakalářské práce: 21. září 2016

Termín odevzdání bakalářské práce: 2. června 2017



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.  
děkan



Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž  
vedoucí katedry

V Plzni dne 21. září 2016

**Prohlášení o autorství**

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne: .....

.....

podpis autora

## ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Hajšman	<b>Jméno</b> Jan	
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	B2301 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie		
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	<b>Příjmení (včetně titulů)</b> Ing. Jeníček	<b>Jméno</b> Štěpán	
<b>PRACOVISŤE</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>	<b>Nehodící se škrtněte</b>
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Mikrostruktura a vlastnosti kompozitních materiálů na polymero-organické bázi		

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2017
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	57	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	57	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b> <b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b>	Bakalářská práce se zabývá charakterizací a kvantitativním hodnocením struktury kompozitních materiálů na polymero-organické bázi. Cílem práce je navržení vhodné metodiky pro metalografické hodnocení tohoto typu materiálů.
<b>KLÍČOVÁ SLOVA</b> <b>ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</b>	polymerní kompozity, polymery, světelná mikroskopie, skenovací elektronová mikroskopie, metalografie

## SUMMARY OF BACHELOR SHEET

<b>AUTHOR</b>	<b>Surname</b> Hajšman	<b>Name</b> Jan
<b>FIELD OF STUDY</b>	B2301 – Materials Engineering and Engineering Metallurgy	
<b>SUPERVISOR</b>	<b>Surname (Inclusive of Degrees)</b> Ing. Jeníček	<b>Name</b> Štěpán
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST – KMM	
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b> <b>Delete when not applicable</b>
<b>TITLE OF THE WORK</b>	Microstructure and properties of polymer-organic composites	

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	KMM	<b>SUBMITTED IN</b>	2017
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	57	<b>TEXT PART</b>	57	<b>GRAPHICAL PART</b>	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

<b>BRIEF DESCRIPTION</b> <b>TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	This bachelor thesis is focused on characterisation and quantitative evaluation of polymer-organic composites microstructure. The main objective is to develop a method of metallographic examination of polymer-organic composites.
<b>KEY WORDS</b>	polymer composites, polymers, light microscopy, scanning electron microscopy, metallography

### **Poděkování**

Vedoucímu své bakalářské práce Ing. Štěpánovi Jeníčkovi děkuji za důvěru ve mě vloženou a za jeho optimistický přístup.

Velký dík patří všem zaměstnancům metalografické laboratoře Regionálního technologického institutu ZČU v Plzni, kteří zásadním způsobem pomohli k realizaci experimentálního programu.

## Obsah

1	Úvod.....	4
2	Přehled polymerních kompozitních materiálů .....	5
2.1	Úloha matrice a její druhy .....	5
2.1.1	Reaktoplasty .....	5
2.1.2	Termoplasty.....	7
2.2	Organická vlákna .....	8
2.2.1	Aramidová vlákna .....	9
2.2.2	PBO .....	10
2.2.3	Polyethylen.....	10
2.2.4	Polyestery .....	10
2.2.5	Polypropylen .....	11
2.2.6	Polytetrafluorethylen.....	11
2.2.7	Přírodní vlákna .....	12
3	Použití polymerních kompozitních materiálů .....	13
3.1	Polymerní kompozity s vlákny z aromatických polyamidů [9], [13].....	13
3.2	Polymerní kompozity s PBO vlákny [14].....	13
3.3	Polymerní kompozity s polyesterovými vlákny .....	13
3.4	Polymerní kompozity s polyethylenovými vlákny [15] .....	14
3.5	Polymerní kompozity s polypropylenovými vlákny [15].....	14
3.6	Polymerní kompozity s PTFE vlákny [16], [17] .....	14
3.7	Polymerní kompozity s přírodními vlákny .....	15
4	Metody hodnocení kompozitů na polymero-organické bázi.....	16
4.1	Standardizované metody hodnocení polymerních kompozitů.....	16
4.1.1	Stanovení obsahu vyztužující fáze [2] .....	16
4.1.2	Zkouška tahem [2].....	16
4.1.3	Zkouška tlakem (ASTM D695).....	18
4.1.4	Rázová houževnatost IZOD (ASTM D256).....	18
4.1.5	Retenční schopnost děr (ASTM D953) .....	19
4.1.6	Smyková pevnost (ASTM D3846).....	19
4.1.7	Tvrdość Barcol (ASTM D2583) .....	19
4.1.8	Absorpce vody (ASTM D570).....	20
4.1.9	Odolnost proti oblouku (ASTM D495).....	20
4.1.10	Dielektrická pevnost (ASTM D149) .....	20



4.1.11	Parametr SEA (DIN EN 6031).....	20
4.2	Mikroskopické metody hodnocení struktury.....	21
4.2.1	Světelná mikroskopie.....	22
4.2.2	Skenovací elektronová mikroskopie nevodivých preparátů.....	23
4.3	Vybrané analytické metody studia polymerů.....	25
4.3.1	Termogravimetrie.....	25
4.3.2	Diferenční skenovací kalorimetrie.....	26
4.3.3	Infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací.....	27
5	Úvod do experimentální části.....	29
5.1	Experimentální materiál.....	29
6	Analýza chemického složení experimentálního materiálu.....	30
6.1	Použité přístroje a zařízení.....	30
6.2	Provedení analýz a výsledky.....	30
7	Zkouška tahem.....	34
7.1	Použité přístroje a zařízení.....	34
7.2	Zkušební vzorky.....	34
7.3	Provedení a výsledky zkoušky tahem.....	34
8	Mikroskopické metody.....	36
8.1	Světelná mikroskopie.....	36
8.1.1	Použité přístroje a zařízení.....	36
8.1.2	Příprava vzorků.....	36
8.1.3	Výsledky.....	38
8.2	Skenovací elektronová mikroskopie.....	44
8.2.1	Použité přístroje a zařízení.....	44
8.2.2	Příprava vzorků a podmínek experimentu.....	44
8.2.3	Výsledky.....	46
9	Diskuze výsledků.....	52
10	Závěr.....	53
	Citovaná literatura.....	54
	Seznam obrázků.....	56
	Seznam tabulek.....	58

## **Použité zkratky a jednotky**

### **Zkratky**

obr. – obrázek

např. – například

apod. – a podobně

### **Jednotky**

°C – stupeň Celsia

m – metr

cm – centimetr

mm – milimetr

μm – mikrometr

nm – nanometr

J – joule

kJ – kilojoule

N – newton

Pa – pascal

kPa – kilopascal

MPa – megapascal

kg – kilogram

min – minuta

## 1 Úvod

Polymerní kompozity jsou skupinou materiálů, jejichž význam i rozsah využití neustále narůstá. V aplikacích, kde to provozní podmínky umožňují, nahrazují kompozity materiály konvenční. Jejich přínosem je především nízká hmotnost, větší tvarová variabilita, dobré pevnostní vlastnosti, chemická odolnost atd. S nárůstem objemu výroby a počtu nových typů polymerních kompozitů je spojena i nutnost vývoje metod jejich testování.

Cílem této práce je nalezení a vyzkoušení způsobu, jak vhodně aplikovat metalografické metody kvantitativního hodnocení materiálu na kompozit na polymero-organické bázi. Při přípravě vzorků i následném zkoumání je třeba respektovat specifika tohoto materiálu a řešit problémy, které se při studiu kovů nevyskytují.

Hlavním předmětem experimentu je světelná a skenovací elektronová mikroskopie. Získané poznatky by měly posloužit metalografické laboratoři Regionálního technologického institutu při ZČU v Plzni, kde tato práce vznikala, při budoucí práci s polymerními kompozity nebo polymery obecně.

Rešeršní část je věnována stručnému přehledu problematiky polymerních kompozitů, materiálů pro jejich výrobu, typických aplikací a vybraných metod jejich testování.

## 2 Přehled polymerních kompozitních materiálů

Kompozitem je nazýván materiál, ve kterém jsou specifickým způsobem kombinovány dvě nebo více komponent nebo fází, z nichž každá se vyznačuje výrazně odlišnými fyzikálními a chemickými vlastnostmi. Složky kompozitů se rozdělují do dvou skupin: matrice (spojitá fáze) a výztuž (nespojité fáze – např. vlákna rozptýlená v matrici). [1]

Kompozity mají ve srovnání s jednotlivými komponenty podstatně odlišné unikátní vlastnosti. Vlastnosti matrice samotné (tuhost, pevnost, creepová odolnost atd.) často nejsou dostačující pro konkrétní konstrukční aplikace. Vlákna mají sice požadovanou tuhost a pevnost, jsou však velmi křehká a náchylná k poškození v některých agresivních prostředích. Je navíc velmi obtížné udržet je v požadovaném prostorovém uspořádání. Jestliže však prostorově vhodně umístíme vyztužující vlákna v matrici, dostaneme novou entitu s vlastnostmi nedosažitelnými jednotlivými komponenty samostatně. Takto vzniklé polymerní kompozity jsou lehké, pevné, tuhé, houževnaté, vysoce odolné proti creepu a umožňují výrobu vysoce komplikovaných tvarů. [1], [2]

Nejvýznamnější předností kompozitů s organickými maticemi je synergická kombinace snadné tvarovatelnosti nepevné matrice s pevností a tuhostí vyztužujících vláken. Polymerní kompozity se vyznačují nízkou měrnou hmotností, vysokou pevností při statickém i dynamickém namáhání a vynikající odolností vůči působení korozivních prostředí. [2]

Výhody polymerních kompozitů ve srovnání kovovými materiály:

- vysoká pevnost a tuhost při současné nízké měrné hmotnosti
- velmi dobrá odolnost proti korozi
- dobré tlumicí vlastnosti
- vysoká tvarová stálost
- možnost vyrábět složité díly jednorázově nebo je skládat z celkově menšího počtu dílů

### 2.1 Úloha matrice a její druhy

Matrice kompozitního materiálu musí zajišťovat následující funkce:

- přenos vnějšího namáhání na výztuž
- převedení namáhání mezi jednotlivými komponenty výztuže
- zajištění geometrické polohy vyztužující fáze a tvarové stálosti výrobku
- ochrana výztuže před vlivy okolí

Zásadním hlediskem pro kvalitu kompozitního materiálu je zajištění dostatečné adheze na fázovém rozhraní matrice – vlákno. Matrice musí mít vhodnou viskozitu a povrchové napětí, aby vlákno smočila úplně a bez tvorby vzduchových bublin.

Polymerní materiály pro výrobu matrice kompozitu se dělí na dvě základní skupiny: termoplasty a reaktoplasty. [2]

#### 2.1.1 Reaktoplasty

Jedná se např. o epoxidy, nenasycené polyestery, melaminy či fenol-formaldehydové pryskyřice. Jsou obvykle dodávány ve formě viskózních tekutin s konzistencí řídkého medu tvořené relativně malými molekulami, které jsou vytvrzeny chemickou reakcí po dodání katalyzátoru a iniciátoru. Vytvrzení probíhá buď za pokojové teploty, nebo za zvýšených teplot. Jelikož při vytvrzování dochází ke vzniku chemických vazeb mezi jednotlivými malými molekulami, vzniká místo dlouhých lineárních molekul, které jsou charakteristické pro termoplasty, třídímenzionální polymerní síť s různou hustotou. V ideálním případě je celý

výsledný výrobek tvořen jedinou makromolekulou. Tento fakt způsobuje, že vytvrzený reaktoplast zůstává v tuhé fázi i po zahřátí, což zvyšuje jeho creepovou odolnost a odolnost proti vysokým teplotám. Nevýhodou je vyšší křehkost a omezené možnosti recyklace. [1], [2]

Nejčastěji používanou skupinou reaktoplastů pro výrobu kompozitů jsou tzv. reaktivní pryskyřice. Mezi nejdůležitější druhy reaktivních pryskyřic patří:

**nenasycené polyesterové pryskyřice** – jedná se o roztok nenasyčených polyesterů, obsahujících ve svých molekulách reaktivní dvojnou vazbu C=C v polymerace schopném rozpouštědle (nejčastěji styren). [1]

Krátké oligomerní řetězce jsou v průběhu vytvrzování vzájemně spojovány styrenovými můstkami. Vysokoviskózní pryskyřice se rozpouští ve styrenu, který současně působí jako kopolymerační monomer. Síťovací reakce je iniciována pomocí volných peroxidových radikálů vzniklých termickým štěpením organických diperoxidů. [2]

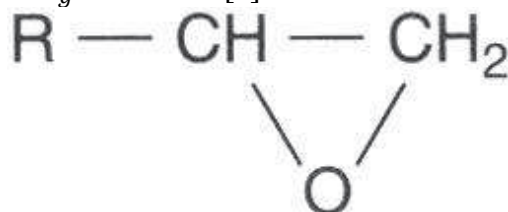
- jsou levné, spolehlivé, mnohostranně použitelné
- velká variabilita při zpracování, možnost volby obsahu jednotlivých složek – styrenu/iniciátoru
- velké smrštění při zpracování (6–9%)
- dobrá odolnost proti povětrnosti
- nešetrný vůči životnímu prostředí vlivem styrenu [2]

**vinylesterové pryskyřice** – na rozdíl od nenasyčených vinylesterových pryskyřic probíhá zesíťování pomocí koncových metakrylátových skupin, kde jsou také esterové vazby. [1]

- ve srovnání s nenasyčenými polyesterovými pryskyřicemi jsou houževnatější a dražší
- vysoká korozní odolnost
- zatížení životního prostředí styrenem [2]

**epoxidové pryskyřice** – sloučeniny, které obsahují v molekule epoxidovou skupinu. Tvrdidlo se přidává v kapalné nebo pevné formě a obsahuje aktivní vodíkové ionty, které reagují s epoxidovými skupinami pryskyřice [1]

- vzhledem k velmi dobrým mechanickým vlastnostem (zejména při dynamickém namáhání) jsou vhodné jako matrice pro vysokopevnostní vlákna (např. uhlíková)
- vyznačují se dobrou adhezí k mnoha druhům podkladů
- z důvodu relativně vysoké viskozity a pomalé vytvrzovací reakce jsou hůře zpracovatelné než nenasyčené polyesterové nebo vinylesterové pryskyřice
- teplota skelného přechodu  $T_g > 200^\circ\text{C}$  [2]



Obrázek 1: Epoxidová skupina [3]

**fenolické pryskyřice** – reaktoplasty s vysokou tvrdostí, modulem pružnosti a malou houževnatostí, které vznikají nejčastěji jako produkt reakce fenolu s formaldehydem.

- jejich podíl na celkové výrobě polymerních kompozitů je nízký
- jsou vysoce tepelně a chemicky odolné, tvarově stálé

### 2.1.2 Termoplasty

Termoplastické polymery neprocházejí v průběhu zpracování žádnou chemickou transformací. Termoplast je pouze převeden z pevného stavu do tekutého za účelem zpracování a poté opět ztuhne, přičemž převedení do tekutého stavu lze libovolně opakovat a materiál si stále zachovává své původní vlastnosti. Tato skutečnost umožňuje např. snadné opravy výrobků, recyklaci atd. [4]

Charakteristickým strukturním znakem termoplastů jsou velmi dlouhé molekuly (makromolekuly) vytvořené opakováním stejných strukturních jednotek (několik tisíc až několik milionů). Jednotlivé makromolekuly nejsou vzájemně vázány chemickými vazbami. Jejich vzájemné interakce, které zaručují kohezní pevnost polymerního tělesa, jsou většinou slabé van der Waalsovské interakce, vodíkové můstky atd. [1]

Kvůli vysoké viskozitě těchto materiálů v tekutém stavu je proces zpracování obtížný. Na prosycení vyztužujících vláken termoplastem je třeba vysokého tlaku, který ale může způsobit jejich poškození. Z tohoto důvodu je jedním z cílů výroby nových termoplastických materiálů redukce viskozity tekuté fáze použitých polymerů. [4]

**Polyetheretherketon (PEEK)** – je běžný semikrystalický materiál pro náročné aplikace. Vyznačuje se vysokou pevností a velmi nízkou nasákavostí (cca 0,5 % hmotnostních).

**Polyfenylsulfid (PPS)** – je semikrystalický termoplast s výbornou chemickou i tepelnou odolností, je odolný i proti stárnutí vlivem atmosférických vlivů.

**Polysulfony (PSUL)** – skupina amorfních polymerů s vysokou chemickou a tepelnou stabilitou. Mají jednu z nejvyšších přípustných provozních teplot mezi termoplasty (skelný přechod při cca 190 °C). Jsou vysoce biokompatibilní a nalézají uplatnění v medicínských aplikacích.

**Polyamid-imidy (PAI)** – amorfní termoplasty s vysokou teplotou skelného přechodu. Do teploty 275 °C si zachovávají vysokou pevnost a tuhost.

**Polyetherimidy (PEI)** – amorfní termoplasty s vysokou pevností, tuhostí a tvarovou stálostí za zvýšených teplot (do 180 °C). Díky dobré creepové odolnosti v mnoha aplikacích nahrazují kovy. Odolávají chemikáliím jako uhlovodíky, alkoholy, halogenovaná rozpouštědla a fungují jako zpomalovače hoření. [4]

**Polyimidy (PI)** - chemicky a teplotně vysoce stabilní polymery výbornými mechanickými vlastnostmi. Mohou existovat ve formě termoplastů i reaktoplastů. Mezi termoplastické polyamidy patří např. materiál známý pod označením *K-III*, používaný v konstrukcích letadel nebo materiál *LARC-TPI* vyvinutý NASA původně jako pojivo pro vysoké teploty (teplota skelného přechodu  $T_g$  je cca 260 °C). [5]

Materiál zkrácené označení	Modul pružnosti v tahu [GPa]	Mez pevnosti v tahu [GPa]	Tažnost [%]	Teplota skelného přechodu [°C]	Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	
PEEK	3,24	100*	50	143	1,32	
PPS	3,3	82,7	5	90	1,36	
PSUL	2,48	70,3*	75	190	1,24	
PEI	3,0	105*	60	217	1,27	
PAI	2,756	89,57	30	243	1,4	
PI	LARC-TPI	3,76	102	14	260	1,31
	K-III	3,72	119,2	5	264	1,37

Tabulka 1: Vlastnosti vybraných termoplastických materiálů pro matrice polymerních kompozitů (\* mez kluzu) [4]

## 2.2 Organická vlákna

Vyztužením se rozumí zvýšení pevnosti a tuhosti, které vznikne uložením výztuže do základního materiálu (matrice), přičemž musí být splněny následující podmínky:

- vyztužující materiál musí být pevnější než matrice
- vyztužující materiál musí mít větší tuhost než matrice
- matrice musí mít větší tažnost než vyztužující materiál [2]

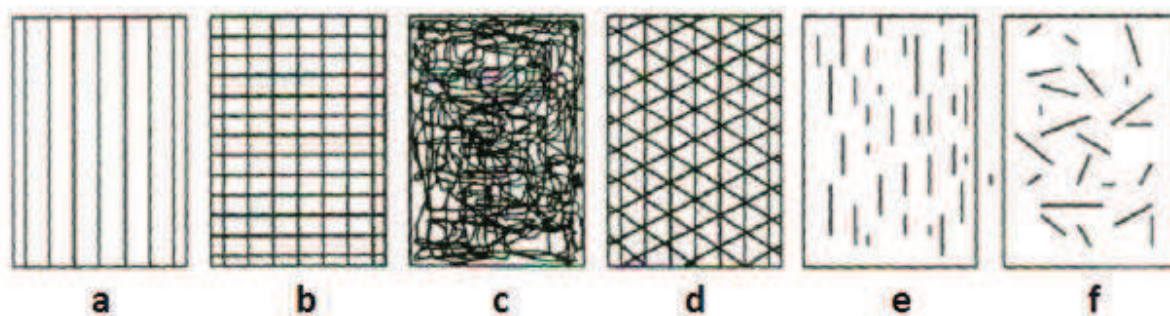
Kromě vlastností matrice a sekundární fáze jsou vlastnosti kompozitu výrazně ovlivňovány fyzikální a chemickou podstatou fázového rozhraní mezi matricí a dispergovanou fází. Charakter fázového rozhraní ovlivňuje soudržnost mezi výztuží a matricí a tím i mechanické vlastnosti kompozitu. Existuje řada chemických prostředků a technologických postupů pro dosažení požadované adhezí pevnosti mezi výztuží a matricí. Zavedeny jsou způsoby úprav povrchu vláken na bázi organokřemíkových a organokovových sloučenin nebo povlakování epoxidovými pryskyřicemi. [6]

Vlákna se používají pro výrobu kompozitů z důvodu jejich nízké hmotnosti, vysoké pevnosti a tuhosti. Tzv. paradox vláknité struktury říká, že materiál ve formě vlákna má mnohonásobně vyšší pevnost než stejný materiál v kompaktní formě, čím je vlákno tenčí, tím je jeho pevnost vyšší. Tento jev je způsoben přednostní orientací molekul v podélném směru vlákna a nižším množstvím povrchových vad ve srovnání s masivním materiálem. [2], [4]

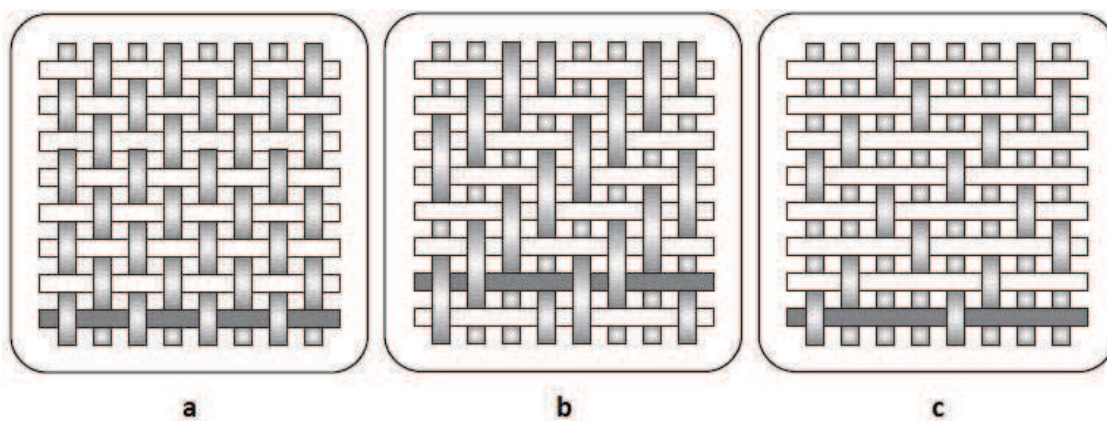
Samotné vlákno v matrici vyvolá malé vyztužení, ale způsobí značnou koncentraci napětí na koncích vlákna. Pokud není obsah vláken dostatečně velký, převládne (zvláště u křehké matrice) vrubový účinek. Koncentrace napětí v blízkosti konců vláken způsobí, že teprve od určitého obsahu vláken dochází ke zvýšení pevnosti matrice. [2]

Dle délky vyztužujících vláken lze kompozity rozdělit na:

- a) **krátkovláknové** – obsahují vlákna o délce řádově stonásobku jejich tloušťky a v matrici jsou dispergována buď náhodně, nebo s určitou přednostní orientací. [6]
- b) **dlohovláknové** – výztuž tvoří vlákna o délce desítek až stovek mm orientovaná buď náhodně, nebo s přednostní orientací v ploše, nebo prostoru, nebo kontinuální vlákna zabudovaná v matrici s jednosměrnou, dvousměrnou, nebo trojsměrnou orientací (tkaniny, úplety). [6]



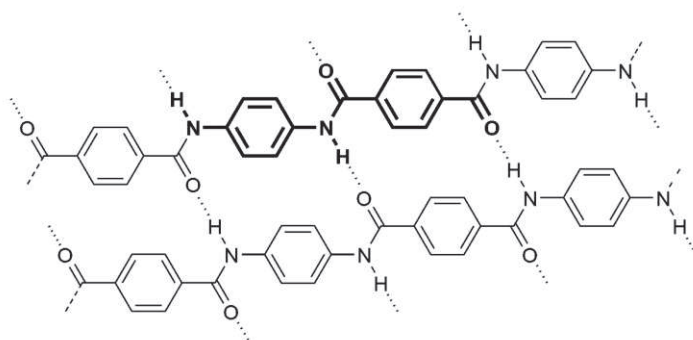
Obrázek 2: Příklady uspořádání vláknové výztuže v kompozitech: a) jednosměrné uspořádání b) tkanina c) rohož d) víceosá výztuž z kontinuálních vláken e) krátká vlákna jednosměrně orientovaná f) krátká vlákna s nahodilou orientací [7]



Obrázek 3: Základní vazby tkanin: a) plátno b) kepr c) atlasová vazba [8]

### 2.2.1 Aramidová vlákna

Aramidová vlákna jsou obecně známá pod obchodními názvy *Kevlar*, *Technora* nebo *Twaron*. Jedná se o vlákna na bázi lineárních organických polymerů, jejichž kovalentní vazby jsou orientovány podél osy vlákna. Molekuly jsou navzájem spojeny vazbami z vodíkových můstků.



Obrázek 4.: Struktura molekuly aramidů (aromatického polyamidu) [2]

Vlastnosti tohoto materiálu jsou silně anizotropní – pevnostní hodnoty jsou mnohem menší ve směru kolmém k vláknu než ve směru podélném. Mez pevnosti v tlaku ve směru vláken je výrazně nižší než mez pevnosti v tahu. Aramidové kompozity jsou tedy vhodné pro aplikace v konstrukcích s převažujícím tahovým namáháním, nikoliv tlakovým či ohybovým.

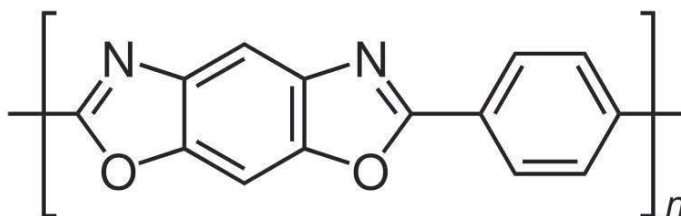


Další vlastnosti aramidových láken:

- jsou hydrofilní – nasákavost dosahuje 7 % hmotnosti. Tato vlastnost negativně ovlivňuje pevnost spojení vláken a matrice, ale i pevnost vláken samotných, proto je nutné při výrobě kompozitu dbát na jejich vysušení
- teplota skelného přechodu  $T_g = 300^\circ$ , teplota rozkladu  $T_z = 480^\circ\text{C}$
- ve formě kompozitů odolávají teplotám do  $300^\circ\text{C}$  [4]

### 2.2.2 PBO

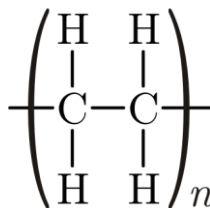
Poly(p-fenylen-benzobisoxazol), zkráceně PBO, je polymerní materiál pro výrobu vláken s obchodním označením *Zylon*. Tento materiál dosahuje téměř dvojnásobných hodnot pevnosti a modulu pružnosti v tahu než aramidová vlákna. Dobře odolává vysokým teplotám i otevřenému ohni. Teplota rozkladu PBO je  $650^\circ\text{C}$ . Nevýhodou je citlivost vůči ultrafialovému i viditelnému slunečnímu záření, jehož vlivem dochází k poklesu pevnosti. Výrobky z PBO pro venkovní použití musí proto být opatřeny ochrannou vrstvou. Negativní vliv na pevnostní vlastnosti má i vystavení vlhkosti a působení silných kyselin. [9]



Obrázek 5. Struktura molekuly PBO [10]

### 2.2.3 Polyethylen

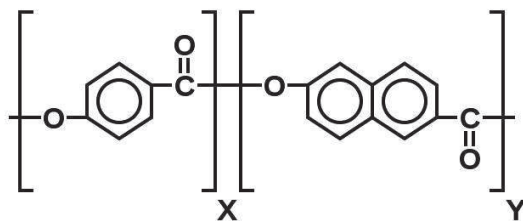
Polyethylenová vlákna jsou známá pod komerčními označeními *Spectra* nebo *Dyneema*. Jedná se jedny z nejpevnějších a nejlehčích polymerních vláken, která jsou v současnosti dostupná. Polyethylen ve formě vláken je patnáctkrát pevnější než ocel. Jeho tržná délka (délka vlákna, která by se v gravitačním poli Země přetrhla vlastní tíhou) je o 40 % větší než u aramidových vláken. Na rozdíl od PBO, polyetylen odolává chemikáliím, vlhkosti i ultrafialového záření. Výborně pohlcuje vibrace a dobře odolává cyklickému ohybovému namáhání. Tento materiál vyniká i ořezuvzdorností. [9]



Obrázek 6: Struktura molekuly polyetyleny [11]

### 2.2.4 Polyestery

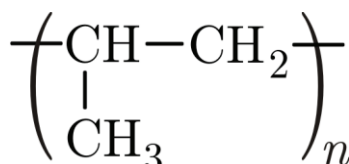
Pro polyesterová vlákna se používá komerční označení *Vectran*. Dosahují pětkrát vyšší pevnosti než ocel a desetkrát vyšší pevnosti než hliník. Vyznačují se výbornou ořezuvzdorností, odolností vůči vlhkosti a schopností zachovávat si své vlastnosti navzdory působení široké škály teplot a chemických vlivů. [9]



Obrázek 7: Struktura molekuly polyesterového vlákna [10]

### 2.2.5 Polypropylen

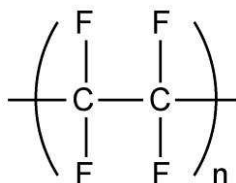
Polypropylenová vlákna mají nejmenší hustotu ze všech syntetických vláken ( $0,91 \text{ g/cm}^3$ ). Neabsorbují vlhkost, ve vlhkém prostředí si zachovávají původní vlastnosti. Výborně odolávají působení většiny kyselin a zásad. Jejich tepelná vodivost je nižší než u ostatních polymerních vláken, proto se používají jako izolační materiál nebo i pro výrobu oděvů. Nevýhodou je zejména nízký bod tání ( $130 \text{ }^\circ\text{C}$ ) a nízká odolnost vůči ultrafialovému záření. Proto je nutné přidávat UV stabilizátory a antioxidanty. Přesto patří polypropylenová vlákna k cenově nejvýhodnějším. [8], [9]



Obrázek 8: Struktura molekuly polypropylenu [8]

### 2.2.6 Polytetrafluorethylen

Polytetrafluorethylen je běžně známý pod označením teflon. Teflonová vlákna jsou chemicky nejodolnější ze všech používaných vláken. Odolávají silným oxidačním činidlům i vroucím kyselinám (sírová, lučavka královská). Teflon může být dlouhodobě vystaven teplotám do  $260 \text{ }^\circ\text{C}$ , aniž by docházelo k jeho degradaci. Má extrémně vysokou odolnost proti mechanickému opotřebení a slunečnímu záření. [9]



Obrázek 9: Struktura molekuly polytetrafluorethylenu [12]

Materiál vláken	Varianta, obchodní označení	Modul pružnosti v tahu [GPa]	Mez pevnosti v tahu [GPa]	Tažnost [%]	Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]
Aramid	Kevlar 29	62	3,792	-	1,44
	Kevlar 49	131	3,62	2,8	1,45
	Kevlar 149	179	3,62	1,9	1,47
	Technora H	70	3,0	4,4	1,39
Polyethylen	Spectra 900	79	2,6	3,6	0,97
	Spectra 1000	113	3,25	2,9	0,97
	Spectra 2000	124	3,34	3,0	0,97
Polyester	Vectran NT	75	1,1	-	1,4
	Vectran UM	103	3,2	3,8	1,41
	Vectran UM	103	3,0	2,8	1,4
PBO	Zylon HM	270	5,8	2,5	1,56

Tabulka 2: Mechanické vlastnosti vybraných syntetických organických (polymerních) vláken [4]

### 2.2.7 Přírodní vlákna

Pro vyztužování polymerních matric jsou ze všech přírodních vláken vhodná pouze vlákna rostlinná, jejichž základem je celulóza. Patří mezi ně len, konopí, sisal, juta, ramie a bavlna. Tyto materiály mají pozoruhodné pevnostní charakteristiky a velmi dobrou odolnost proti stárnutí. Pro jejich nízkou hustotu jsou přírodní vlákna zajímavou surovinou pro lehké konstrukce. Výhodou je i možnost bezproblémové likvidace spalováním. Jejich vlastnosti však lze zaručit jen do jisté míry, neboť vždy závisí na podmínkách růstu dané rostliny, z níž jsou vlákna získána. Přírodní vlákna jsou rovněž citlivá na působení vlhkosti.

Možnost volby materiálu matrice pro kompozit s přírodními vlákny je omezena vzhledem k nebezpečí rozkladu vláken při teplotě zpracování (odolnost cca do 200 °C). Pro zlepšení vazby s matricí je nutné provádět předběžnou úpravu vláken, což zvyšuje náklady výroby. Délka vláken je omezena, závisí na fyziologii dané rostliny.

Vlákno	Modul pružnosti v tahu [GPa]	Mez pevnosti v tahu [GPa]	Tažnost [%]	Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]
Konopí	70	0,6	1,6	1,45
Len	30	0,75	0,55	0,6
Juta	55	0,55	2,0	≈1,4
Sisal	20	0,6	2,0	1,45

Tabulka 3: Mechanické vlastnosti nejpoužívanějších přírodních vláken [2]

### 3 Použití polymerních kompozitních materiálů

Vlákny vyztužené polymerní kompozity se používají již více než sedmdesát let. Jejich první využití bylo v oblasti vojenství zejména při stavbě letadel a lodí. Zde se uplatnily nejen jejich výborné mechanické vlastnosti a chemická stálost, ale i obtížnější zjistitelnost radarem. Později se polymerní kompozity rozšířily v civilním sektoru, a to prakticky ve všech oblastech – v automobilovém průmyslu, elektronice, stavebnictví, lékařství atd.

#### 3.1 Polymerní kompozity s vlákny z aromatických polyamidů [9], [13]

Aromatické polyamidy (zkráceně aramidy) jsou známé pod názvy jako *kevlar*, *twaron* nebo *technora*. Do této skupiny se dá zařadit i nylon. Tato vlákna dokáží dobře absorbovat deformační energii, z toho důvodu se používají pro výrobu různých bezpečnostních prvků a prvků balistické ochrany. Mají nízkou hustotu ( $\rho = 1,45 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ), a tedy příznivý podíl pevnostních charakteristik vůči hmotnosti, což je činí atraktivními i pro letecký průmysl.

Jako vyztužující fáze polymerních kompozitů se aromatické polyamidy nejčastěji používají v následujících aplikacích:

- prvky balistické a protistřepinové ochrany – neprůstřelné vesty, helmy, ochranné pláty vozidel
- prvky ochranné prvky oblečení – např. motocyklové oblečení, neprořezné rukavice
- protinárazová ochrana – nárazníky vozidel
- lodní plachty
- pásy a hadice např. v automobilovém průmyslu
- součásti interiérů letadel – obložení, podlahy, přepážky
- trupy menších plavidel
- výtzuže kabelů – optické kabely
- třecí materiály – lamelové spojky, brzdová obložení
- těsnění pro použití za vysokých tlaků a teplot
- pneumatiky, řemeny, dopravníkové pásy
- tlakové nádoby

#### 3.2 Polymerní kompozity s PBO vlákny [14]

PBO vlákna známá pod označením *Zylon* nalézají uplatnění tam, kde aramidová či jiná vlákna nedostačují požadavkům na pevnost a žáruvzdornost. Náročnější aplikace jsou ale omezeny na případy, kdy zatížení působí v ose vláken a pouze v tahu. Nejčastější aplikace jsou následující:

- provazy, lana
- tlakové nádoby
- žáruvzdorné textilie – nehořlavé oděvy, kombinézy
- tepelné izolace
- brzdová obložení, spojkové lamely
- prvky balistické ochrany (účinnější než aramidová vlákna)
- ochranné pracovní oděvy proti působení vysokých teplot
- sportovní vybavení – chrániče

#### 3.3 Polymerní kompozity s polyesterovými vlákny

Polyesterová vlákna známá jako *Vectran* vynikají především otěruvzdorností a únavovými vlastnostmi nad aramidovými vlákny. Výhodou je odolnost vůči vysokým teplotám – např. při

sušení nebo žehlení oděvů s polyesterovými vlákny nehrozí jejich poškození na rozdíl od vláken polyethylenových. Další aplikace jsou podobné jako v předchozích případech:

- provazy – záchranná lana, startovací šňůry, kotevní lana, tětivy
- rybářské sítě
- plachty
- sportovní vybavení - golfové hole, tenisové rakety, baseballové pálky
- chemicky odolné obaly, nádoby
- ochranné vrstvy kabelů
- v medicíně – katétrů
- tlakové nádoby
- destičky pro tištěné elektrické obvody

### 3.4 Polymerní kompozity s polyethylenovými vlákny [15]

Polyethylenová vlákna nesou komerční označení *Spectra* nebo *Dyneema*. Z důvodu horší creepové odolnosti nejsou vhodná pro náročné aplikace, ale výborně odolávají UV záření. Tento materiál má příznivé elektromagnetické vlastnosti, čehož se využívá při konstrukci radarových kopulí, které chrání radarovou anténu před vnějšími vlivy a propouští radiové vlny. Další aplikace:

- provazy, lana, popruhy, padákové šňůry, textilní řetězy, dentální nitě
- prvky balistické ochrany – helmy, oděvy, pláště vozidel
- neprořezné rukavice
- lehké letecké přepravní kontejnery
- ultralehká obuv
- nepromokavé materiály – stany, batohy

### 3.5 Polymerní kompozity s polypropylenovými vlákny [15]

Polypropylenová vlákna mají nejnižší hustotu ze všech polymerních syntetických vláken, čehož se využívá například u izolačních materiálů z PP – silná izolační vrstva má relativně malou hmotnost. Další využití:

- exteriéry automobilů – nárazníky, ochranné panely podvozku
- interiéry automobilů – podlahy zavazadlových prostor, dveřní panely
- zavazadla – skořepiny kufrů
- koberce
- lana, provazy
- oblečení
- technické textilie – filtrační materiály

### 3.6 Polymerní kompozity s PTFE vlákny [16], [17]

PTFE neboli teflonové kompozity se vyznačují velmi nízkým koeficientem tření. Používají se pro výrobu kluzných samomazných ložisek. Nosné plochy ložiska jsou opatřeny pryskyřicí vyztuženou teflonovými vlákny ve tkané formě. Ložisko s teflonovou kluznou vrstvou má malou provozní vůli, vysokou únosnost a je vhodné pro provoz při vysokých kluzných rychlostech a velkém zatížení.

Pravděpodobně nejznámějším PTFE kompozitem je textilie GORE-TEX. Teflon zde není přítomen ve formě vláken, ale v expandované pórovité formě. V kombinaci s vnější polyesterovou vrstvou a podšívkou tvoří nepromokavý a zároveň prodyšný materiál.

Další aplikace PTFE kompozitů:

- těsnění, těsnící pásky
- trubky, hadice pro chemicky agresivní prostředí

### 3.7 Polymerní kompozity s přírodními vlákny

Rostlinná vlákna jsou v současné době nejrychleji se rozšiřujícím druhem výztuže polymerních kompozitů. Přírodní materiály zlepšují akustické vlastnosti, redukuje hmotnost, snižují výrobní náklady, odolávají změnám teplot a v neposlední řadě zlepšují možnosti ekologické likvidace výrobků. Jako matrice se zde používají zejména fenolické nebo epoxidové pryskyřice. Kompozity s přírodními vlákny se často uplatňují tam, kde nejsou kladeny velké nároky na pevnost, a plní spíše estetickou funkci. [13]

Příkladem použití přírodních vláken v interiéru automobilů jsou vozy značky Mercedes-Benz, viz tabulky 4 a 5.

Komponent	Materiál
odkládací schránka	dřevěná / vlněná vlákna, len/sisal
dveřní panely	len / sisal / dřevěná vlákna, epoxidová pryskyřice / UP matrice
přístrojová deska	dřevěná vlákna
povrch sedadel	kokosová vlákna / přírodní kaučuk
dno kufru	laminované dřevo
kryt kufru	bavlna, PET vlákna
izolace	bavlněná vlákna

Tabulka 4: Komponenty z polymerních kompozitů s přírodními vlákny v interiéru vozu Mercedes-Benz řady C [18]

Model vozu	Rok	Počet komponent	Hmotnost komponent [kg]
Mercedes-Benz Řada C	2000	33	22
Řada S	1998	32	24,6
Řada A	1997	21	20,5
Řada E	1995	27	11,9
Řada C	1992	30	18,3
Audi A4 (B6)	1999	-	12
Audi A4 BMW série 3	1998	-	10
VW Passat	1997	-	2
Audi A4 (B5)	1993	-	1,5

Tabulka 5: Zastoupení polymerních kompozitů s přírodními vlákny v interiérech vybraných automobilů [18]

Další aplikace:

- nábytek
- sportovní náčiní – pádla, surfovací prkna
- hudební nástroje
- zavazadla
- trupy lodí – kánoe, menší plachetnice

## 4 Metody hodnocení kompozitů na polymero-organické bázi

### 4.1 Standardizované metody hodnocení polymerních kompozitů

#### 4.1.1 Stanovení obsahu vyztužující fáze [2]

Prakticky všechny vlastnosti kompozitů silně závisí na obsahu vyztužující fáze. Proto je bezpodmínečně nutné u všech výsledků měření tuto hodnotu uvádět. Znalost obsahu výztuže a jejich směru uložení v kompozitu tvoří nezbytný předpoklad pro srovnání různých materiálů.

Pro zjištění obsahu vláken je nutné odstranit matici kompozitu. V případě nehořlavých anorganických výztužných vláken je možné použít tzv. vypalovací metodu (ČSN ISO 1172). Např. aramidová vlákna by se ale při použití vypalovací metody za teplot 500 až 700 °C rovněž vypálila. Pro kompozity s organickými vlákny musí být použit postup, při němž jsou zesíťované vazby v matici (v případě reaktoplastů) opětovně uvolněny. Reaktoplastické matrice je třeba rozpustit ve vhodném činidle (většinou kyseliny nebo peroxidy), kterému vlákna odolávají. Dle ČSN EN 11667 je vhodným činidlem 70% kyselina dusičná při 70 °C.

Ke stanovení obsahu aramidových vláken v reaktoplastické matici se použijí vzorky kompozitního materiálu o hmotnosti několika gramů (celkem asi 2 g) a zváží se v kulaté baňce o objemu 100 ml s přesností 0,001 g. Pak se přidá 30 ml 70% kyseliny dusičné. Obsah baňky se ohřeje na  $70 \pm 0,1$  °C a je-li takto udržován po dobu 5 h na této teplotě, epoxidová pryskyřice je rozpuštěna. V předem zvažném kelímku opatřeném skleněným filtrem se obsah baňky oddělí. Na skleněném filtru zachycená vlákna se properou třikrát destilovanou vodou, jednou acetonem a suší se při 105 °C po dobu jedné hodiny. Skleněný filtr se vzorky se ochladí v exsikátoru. Obsah vláken se pak vypočte pomocí vzorce (1).

$$\psi = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (1)$$

$\psi$  – hmotnostní podíl vláken [%]

$m_0$  – hmotnost prázdného kelímku [g]

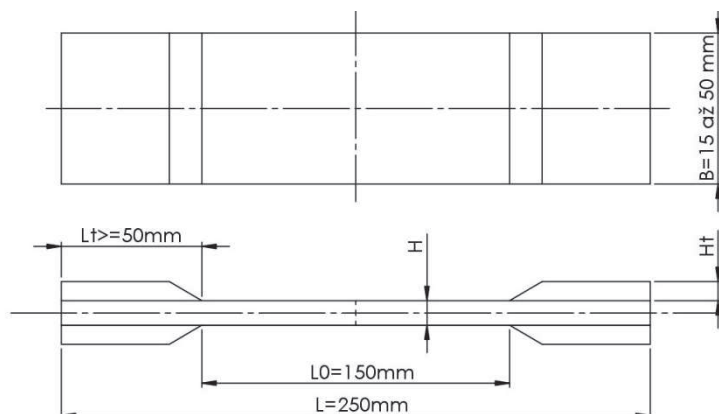
$m_1$  – hmotnost kelímku se vzorkem [g]

$m_2$  – kelímek s nespalitelnými zbytky [g]

U chemicky velmi odolných materiálů jako fenolické pryskyřice nebo polyamidy se k oddělení matrice od vláken používá jiných postupů, např. několikahodinové vaření v 96 až 98 % kyselině sírové.

#### 4.1.2 Zkouška tahem [2]

Postup stanovení tahových vlastností vláknových kompozitů uvádí normy ČSN EN ISO 527-1 až 5. Popsané metody jsou vhodné pro reaktoplastické a termoplastické kompozity s vláknovou výztuží ve formě tkanin, síťových výztuží, krátkých nebo mletých vláken. U kompozitů s výztuží ve formě tkaniny se pro tahové zkoušky osvědčila prizmatická tělesa s příložkami (o rozměrech  $l_T, h_T$ ) v místě upnutí.



Obrázek 10: Příklad zkušební tělesa pro zkoušku tahem jednosměrně, izotropně a anizotropně vyztuženého polymerního kompozitu dle doporučení ČSN EN ISO 527 [2]

Materiál příložek má mít modul pružnosti přibližně rovný modulu zkušební tělesa a zesílení má být na konci ve směru k měřené délce tělesa zkoseno, aby se snížil vliv koncentrace napětí. Síla působí na vzorek smykem přes vrstvu lepidla. Lom má nastat uvnitř měrné délky, minimálně 10 mm od konců zesílení.

Při zkouškách kompozitů s tkanou výztuží se zjišťují charakteristiky  $E_x$  a  $\sigma_{Dx}$  (modul pružnosti a mez pevnosti v tahu ve směru hlavní obecné osy x). Při zkoušce je vzorek zatěžován jednoosým tahovým namáháním. Rychlost zatěžování je 1 % délky zkušební tělesa za minutu, přičemž nemá maximální deformace přesáhnout 0,5 %, aby nenastalo ovlivnění oblastmi, kde se již tvoří poškození. Při dostatečně malé deformaci je modul pružnosti ve směru osy x:

$$E_x = \frac{Fl_0}{A_0\Delta l_0} = \frac{\sigma_x}{\varepsilon_x} \text{ [Pa]} \quad (2)$$

$A_0$  – původní průřez zkušební tělesa uvnitř namáhané délky  $l_0$  [ $\text{m}^2$ ]

$F$  – zatěžovací síla [N]

$l_0$  – původní namáhaná délka [m]

$\Delta l_0$  – změna původní namáhané délky vyvolaná silou  $F$  [m]

$\varepsilon_x$  – relativní deformace ve směru osy x [–]

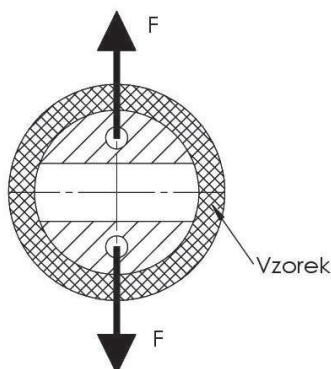
$\sigma_x$  – normálové napětí ve směru osy x [Pa]

Jako mez pevnosti se dle normy ČSN EN ISO 527 označuje napětí odpovídající prvnímu lokálnímu maximu křivky vyjadřující závislost zatěžující síly a prodloužení (pracovní diagram zkoušky tahem).

Problémem je určení mechanických vlastností jednosměrně vyztuženého kompozitu zatíženého tahem. Malá odchylka orientace vláken od směru zatížení nebo ne zcela souvisle probíhající vlákna po celé měrné délce (vznikají např. při vyřezávání vzorku), přetvoření v upnutí, náhlá změna průřezu vlivem zesílení – to vše vyvolává rušivé vlivy a může vést k předčasné poruše. Proto byly navrženy zkušební vzorky ve tvaru kroužku (ASTM D 2290). Když v praxi naměřené hodnoty nedosahují hodnot udávaných výrobcem, je zkušební postup používající vzorky tvaru kroužku nejspolehlivějším způsobem, jak stanovit pevnost a modul pružnosti v tahu jednosměrně vyztuženého kompozitu, zvláště pro díly vyráběné navíjením. U zkušební metody, která používá kruhové vzorky, označované jako NOL-Ring jsou dělicí



roviny segmentů odtahovány (obr. 11), takže radiální opora skokově odpadá a vznikají napětí v důsledku přidavného ohybu.



Obrázek 11: Namáhání NOL-kroužků prostřednictvím kovových segmentů při zkoušce tahem. [2]

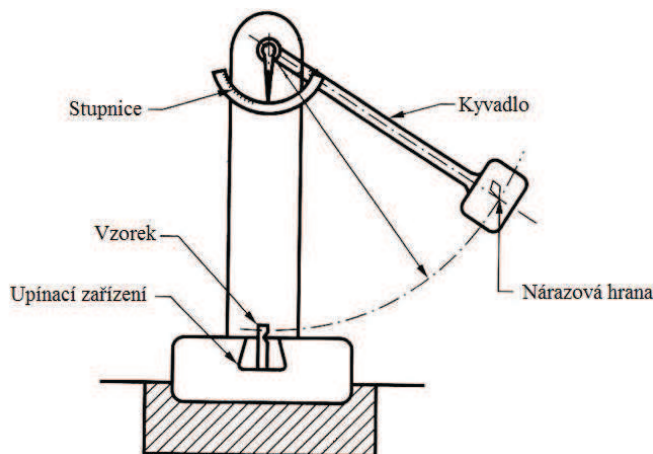
#### 4.1.3 Zkouška tlakem (ASTM D695)

Zkouška tlakem je velmi dobrým indikátorem adheze mezi výztuží a matricí. Pevnost v tlaku kompozitu je maximální napětí nutné k porušení zkušebního tělesa namáhaného na jeho koncích tlakovým vnějším zatížením. Z důvodu nebezpečí ztráty stability při určování pevnosti v tlaku jednosměrně vyztuženého kompozitu musí být zkušební vzorek vhodně navržen - vhodná jsou pravoúhlá prizmata, válce nebo trubky, neboť zajišťují symetrické zatížení. Aby se zabránilo vybočení zkušebního tělesa, používají se rovněž různé opěrné přípravky. Při dobré adhezi vlákno – matrice nastává lom vlivem smyku, při špatné adhezi vlivem oddělení výztuže od matrice.

Výstupními hodnotami tohoto testu je modul pružnosti, mez kluzu, deformace na mezi kluzu a mez pevnosti v tlaku. U mnoha polymerních materiálů při tlakové deformaci nedochází k lomu, pouze narůstá deformace. V tomto případě mez pevnosti v tlaku nemá význam určovat, případně se její hodnota odvodí od smluvně určené hodnoty deformace. [2]

#### 4.1.4 Rázová houževnatost IZOD (ASTM D256)

Rázová houževnatost IZOD je měřena tak, že kompozitní zkušební těleso, na jehož jedné straně je vytvořen vrub (startovací trhlina), je na jednom konci upevněno do držáku a je na něj působeno testovacím zařízením ve tvaru kyvadla s definovanou energií úderníku a rychlostí dopadu na vzorek. Je měřena energie nutná k porušení tělesa. Tento test se používá k určení odolnosti materiálů proti rázovému namáhání (např. bezpečnostní prvky automobilů). [1]



Obrázek 12: Zařízení pro zkoušení rázové houževnatosti IZOD [19]

Hodnota vrubové houževnatosti  $A_n$  je podíl práce nutné k přeražení vzorku k ploše vzorku v místě vrubu.

$$A_n = \frac{W - (W_0 - W_z)}{b * h} \quad [\text{J} * \text{cm}^{-2}] \quad (3)$$

$W$  – práce odečtená na stupnici po přeražení zkušebního tělesa [J]

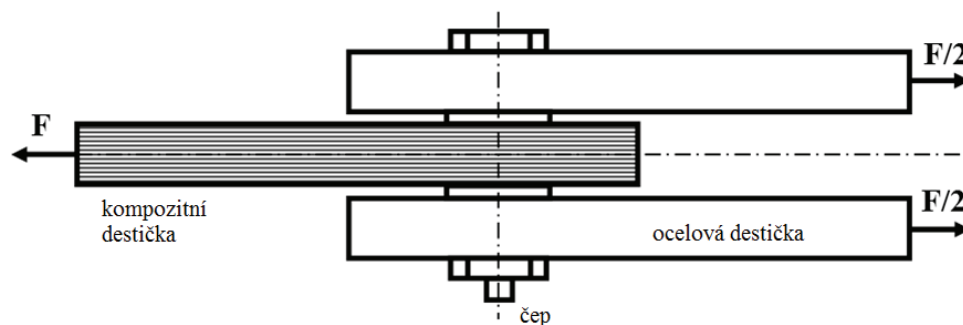
$W_0$  – energie volného kyvu kyvadla ze stejné výšky [J]

$W_z$  – hodnota odečtená při volném kyvu a odmrštění části zkušebního tělesa [J]

$b * h$  – plocha průřezu vzorku v místě vrubu [ $\text{cm}^2$ ]

#### 4.1.5 Retenční schopnost děr (ASTM D953)

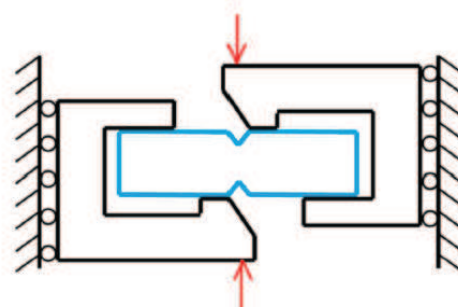
Zkušební kompozitní těleso je na jednom konci upevněno do držáku a na druhém konci je do předem navrtané díry umístěn čep, na který je aplikováno vnější tahové napětí. Měří se napětí potřebné k tomu, aby se těleso porušilo trhlinou vycházející z navrtané díry. Jedná se o důležitý parametr pro navrhování šroubových a nýtovaných spojů. Obecně lze říci, že čím větší je pevnost materiálu, tím je lepší jeho retenční schopnost. Neexistuje však způsob, jak parametry retenční schopnosti odvodit přímo z pevnostních hodnot (pevnost v tahu, tlaku atd.). [1]



Obrázek 13: Znázornění principu zkoušky retenční schopnosti děr [20]

#### 4.1.6 Smyková pevnost (ASTM D3846)

V tomto testu jsou do protějších povrchů kompozitního zkušebního tělesa zhotoveny vruby ve tvaru písmene V, aby byl nosný průřez tělesa minimalizován. Aplikuje se potom tlakové nebo tahové namáhání na koncích tělesa a měří se napětí nutné k vytvoření podélné trhliny vzniklé v důsledku vnitřních smykových napětí. [1]



Obrázek 14: Znázornění principu zkoušky smykové pevnosti kompozitního materiálu. [1]

#### 4.1.7 Tvrdost Barcol (ASTM D2583)

Tato metoda měření tvrdosti se obecně používá pro měkčí materiály jako např. hliníkové slitiny, elastomery a polymerní kompozity. Tvrdost Barcol je mírou odolnosti povrchu

zkušební tělesa proti pronikání zkušební jehly vtlačované do povrchu pružinou. Hloubka proniknutí jehly je přístrojem (obr. 15) automaticky převedena na číslo tvrdosti. Hodnota tvrdosti je obecně průměrem z mnoha měření na témže tělese a je přibližnou mírou úplnosti vytvrzení pryskyřice. [1]



Obrázek 15: Přístroj pro měření tvrdosti Barcol [21]

#### 4.1.8 Absorpce vody (ASTM D570)

V tomto testu jsou zkušební tělesa ponořena do vody na 24 hodin a následně je změřena změna jejich hmotnosti. Naměřené hodnoty jsou požadovány v mnoha aplikacích v elektrotechnice a při sledování korozní odolnosti kompozitů [1]

#### 4.1.9 Odolnost proti oblouku (ASTM D495)

Tato zkouška je prováděna tak, že se na zkoušené těleso přiloží dvě elektrody ve vzdálenosti ¼ palce (cca 6 mm). Na elektrody je přivedeno vysoké napětí o malém proudu a mezi elektrodami je vybuzen obloukový výboj. Tento výboj je buzen s definovanou frekvencí tak dlouho, až vypálí nepřerušovanou spojnicí mezi elektrodami v povrchu materiálu. Výsledkem testu je čas nutný k vypálení této spojnice. [1]

#### 4.1.10 Dielektrická pevnost (ASTM D149)

V tomto testu elektrických vlastností materiálu je zkušební těleso umístěno mezi elektrodami a tento systém je celý ponořen do nevodivého oleje. Proražení nastane při napětí, které je nutné k tomu, aby se vytvořila vodivá cesta zkušebním tělesem. Tento test je někdy provozován na tělesech, která byla předtím vystavena dlouhodobému působení vlhkosti. [1]

#### 4.1.11 Parametr SEA (DIN EN 6031)

Nevýhodou vláknových polymerních kompozitů bývá zpravidla vysoká křehkost při tahovém namáhání a velmi nízká tažnost. Z toho důvodu nejsou příliš vhodné pro dynamicky namáhané konstrukce. Nízká tažnost polymerních vláken jako takových se často kompenzuje jejich uspořádáním do tkané struktury. Tkaniny při namáhání pod úhlem  $\pm 45^\circ$  vykazují vysoce nelineární průběh deformace v závislosti na zatěžovací síle, podobně kovy při plastické deformaci. Při deformaci tkaniny se vlákna posouvají ve směru působení zatěžovací síly a mění svoji prostorovou orientaci. Díky tomu před samotným porušením materiálu vzniká poměrně značné prodloužení. Tkaná struktura při orientaci  $\pm 45^\circ$  vůči směru namáhání tedy velmi zvyšuje schopnost materiálu absorbovat deformační energii. [22]

Pro hodnocení schopnosti absorpce deformační energie se nejen pro polymerní kompozity používá tahová zkouška a následně se kromě parametrů jako relativní prodloužení, mez pevnosti v tahu atd. vyhodnocuje i takzvaný parametr SEA (weight-specific energy absorption capacity). Tento parametr se určí dle vzorce (4).

$$SEA = \frac{EA}{\rho * V_0} = \frac{\int_0^{\Delta l} F(l) dl}{\rho * V_0} [kJ * kg^{-1}] \quad (4)$$

$EA$  – energie absorbovaná vzorkem [kJ]

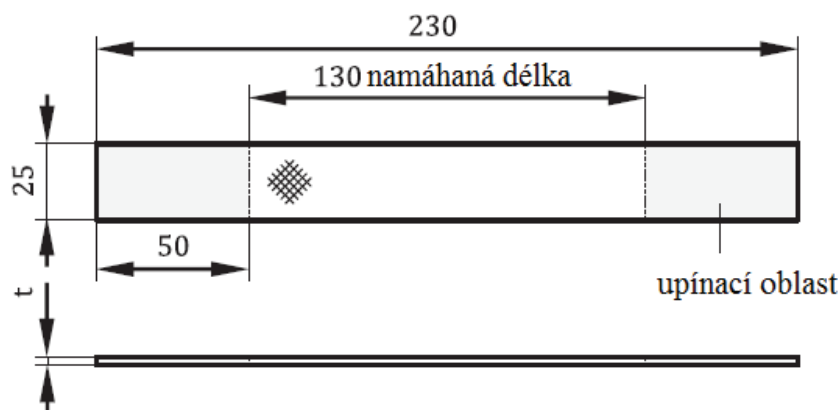
$F$  – zatěžující síla [N]

$\Delta l$  – absolutní prodloužení vzorku po přetržení [mm]

$\rho$  – hustota materiálu [ $kg * m^{-3}$ ]

$V_0$  – objem namáhané délky vzorku [ $m^3$ ]

Zkouška tahem se zde provádí při dvou různých zatěžovacích rychlostech: 0,001 m/s (kvazistatický test) a 20 m/s (dynamický test). K výsledkům zkoušky je vždy nutné doplnit typ úpletu konkrétní tkaniny. [22]



Obrázek 16: Vzorek pro zkoušku tahem tkaného kompozitu (rozměry uvedeny v mm) s naznačenou orientací vláken. Tloušťka vzorku  $t$  závisí na parametrech konkrétního materiálu. [22]

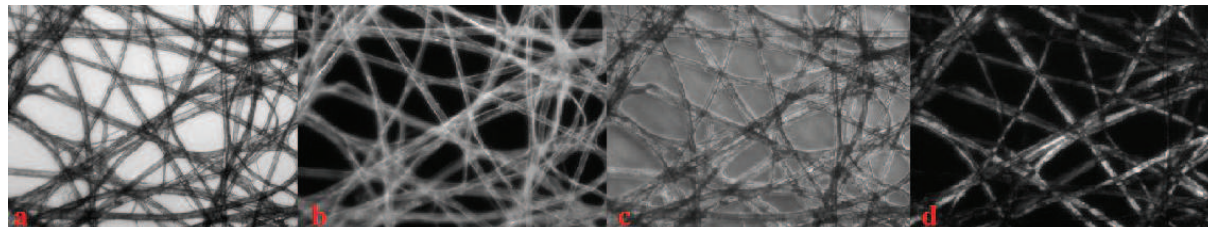
Prostřednictvím zkoušky tahem lze rovněž zkoumat mechanismus porušování vzorku, přičemž mohou nastat následující dvě situace: a) rozpojení uzlů tkaniny a následné odtržení jednotlivých vláken; b) porušení vláken samotných. Bylo zjištěno, že existuje tzv. kritický počet uzlů (počet vazeb tkaniny v příčném směru vzorku), při němž se mechanismus porušování mění, tzn. nastává přechod mezi rozpojováním vazeb a lomem vláken. Vzorky je nutné připravit podobně, jak znázorňuje obr. 16, tak aby žádné z vláken nebylo sevřeno oběma čelistmi zkušebního stroje zároveň. Tím je zaručeno, že je testována pevnost úpletu tkaniny, nikoliv jednotlivých vláken. Kritický počet uzlů je důležitý údaj pro posouzení celkové pevnosti tkaniny. [23]

## 4.2 Mikroskopické metody hodnocení struktury

Mikroskopické metody slouží při studiu kompozitů především k získání detailních informací o mikrostruktúře těchto materiálů. Hodnocenými parametry jsou zejména: velikost, rozmístění a orientace vyztužujících vláken nebo částic, přítomnost vad (dutiny v matrici, poškození vláken). Při fraktografickém studiu se určuje mechanismus porušování kompozitu jako celku, případně matrice nebo samotných vláken. Mikroskopické metody rovněž slouží k hodnocení kvality spojení matrice-výztuž nebo spojení jednotlivých vrstev v případě laminátů. [24]

#### 4.2.1 Světelná mikroskopie

Pozorování polymerního kompozitního materiálu optickým světelným mikroskopem je nejčastěji realizováno v odraženém světle. Prozařování se používá pro některé materiály s reaktoplastickou maticí, které jsou odolné vůči leptadlům.



Obrázek 17: Mikroskopický snímek vláknového kompozitu a) světlé pole, b) tmavé pole, c) fázový kontrast, d) polarizované světlo [24]

Podle konkrétního materiálu je třeba zvolit vhodnou techniku zvýraznění kontrastu jednotlivých složek. Nejčastěji používané metody jsou následující:

**Světlé pole** – jedná se o základní pozorovací metodu, kdy světelný paprsek dopadá kolmo na rovinu vzorku a od rovných ploch se odráží zpět do objektivu. Tyto rovné plochy se pak na výsledném obrazu jeví světlé, naopak různé nerovnosti, které světlo do objektivu neodrážejí, se jeví tmavší. [25]

**Tmavé pole** – jsou použity stejné objektivy jako pro pozorování ve světlém poli doplněné speciálním kondenzorem. Světlo zde dopadá na rovinu výbrusu šikmo, rovné plochy odrážejí paprsky mimo objektiv, proto se jeví tmavé. Pouze nerovnosti odrazí část světla zpět do objektivu a jsou tedy světlé. [25]

**Fázový kontrast** – metoda vhodná pro materiály se stejnou odrazivostí. Při průchodu světla objektem nebo při odrazu světla od objektu nastane modulace světelných vln. Lidský zrak ovšem nevnímá všechny druhy modulace světla. Viditelné jsou jen ty změny, které způsobuje amplitudová modulace světla. Informace o objektu, který způsobuje změny fáze světelných vln, lidský zrak nevnímá. Abychom mohli v mikroskopu pozorovat objekty způsobující fázovou modulaci světla, musíme dosáhnout toho, aby se fázová modulace změnila na modulaci amplitudovou.

Technické prostředky, které způsobí změnu fázové modulace na amplitudovou, se vkládají do optické osy mikroskopu. Koherentní světlo z osvětlovacího systému je směřováno jeho kolektorovou čočkou do kondenzoru a zaostřeno na prsteneček s mezikružím, který se vkládá do přední ohniskové roviny kondenzoru (tak vznikne „fázový kondenzor“). Světlo, procházející tímto prstencem osvětluje objekt (preparát) a projde jím buď částečně beze změny (hlavní maximum), nebo ve struktuře preparátu nastane modulace jeho fáze ohybem a následný fázový rozdíl. Obě světla dopadají do objektivu. v předmětové rovině objektivu je další „fázový“ prsteneček, na kterém se vytvoří konečný fázový rozdíl, potřebný pro amplitudový kontrast, pozorovaný v okuláru. Objektivy s fázovým prstencem se nazývají „fázové objektivy“, pro pozorování amplitudových objektů ve světlém poli jsou jen omezeně použitelné (nastává v nich ztráta intenzity procházejícího světla). [24], [25]

**Polarizační mikroskopie** – metoda vhodná pro opticky aktivní látky. Lineárně polarizované světlo je získáno pomocí polarizačního filtru, který propouští pouze paprsky kmitající v jedné rovině kolmé na směr šíření paprsku. Polarizované světlo vznikne také při odrazu světelných paprsků od lesklých povrchů, jako jsou kovy, sklo, voda atd.

V polarizačním mikroskopu používáme obvykle dva polarizační filtry. První z nich, vložený do optické osy za polní čočku osvětlovací soustavy, nazýváme polarizátor. Druhý filtr,

obvykle před okuláry, se nazývá analyzátor. Oba (nebo alespoň jeden z nich) lze otáčet kolem optické osy. Úhel, o který je otočíme, lze často odečíst na stupnici. Mezi tyto filtry vkládáme objekt, jehož polarizační vlastnosti nás zajímají.

Polarizační filtry v mikroskopu mají dvě základní polohy. Jsou-li roviny, do kterých se v nich stáčí světlo při polarizaci, rovnoběžné, pak jimi světelný paprsek prochází jen s nepatrným omezením, které způsobuje jejich optická hustota. Jsou-li obě roviny na sebe kolmé, žádné světlo neprojde (vidíme tmu). Otáčíme-li jedním z filtrů o  $360^\circ$ , pak vidíme v průběhu otáčení 2x největší jas a 2x tmu.

Opticky aktivní látky přítomné ve vzorku mění směr polarizace, ty pak ve výsledném obrazu vnímáme jako světlé. [24], [25]

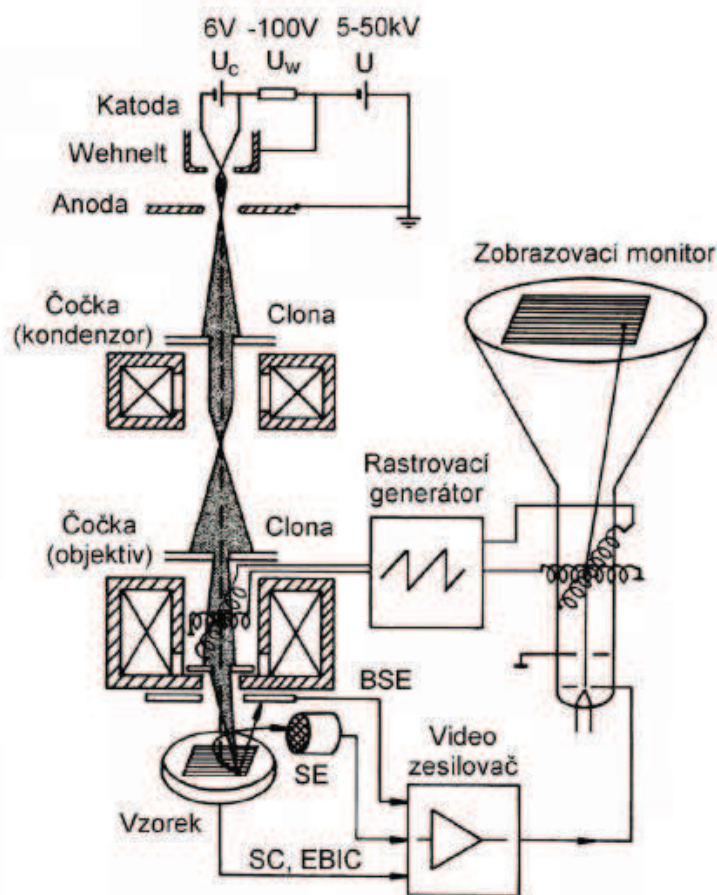
#### 4.2.2 Skenovací elektronová mikroskopie nevodivých preparátů

Skenovací nebo též řádkovací elektronový mikroskop využívá pohyblivého svazku elektronů k vyvolání fyzikálního signálu, který je vlastním zdrojem informací o místě dopadu primárního elektronového svazku. Elektrony emitované katodou (viz schéma na obr. 18) a urychlované kladným napětím na anodě vytvářejí primární svazek elektronů, který je pomocí elektromagnetických čoček (kondenzory a objektiv) fokusován na povrch vzorku. Elektronový svazek je vychylován pomocí dvou navzájem kolmých systémů vychylovacích cívek. Na tyto cívky jsou z rastrovacího generátoru přiváděna periodická napětí, která umožňují, aby svazek probíhal řádek po řádku na zvolené ploše studovaného vzorku. S pohybem primárního svazku je synchronizován pohyb elektronového svazku pozorovací obrazovky. Každému bodu na snímané ploše vzorku odpovídá bod na obrazovce, který je charakterizován stejnými relativními souřadnicemi. [26], [27]

Interakcí primárního svazku s materiálem vzorku vznikají různé druhy signálů – sekundární elektrony (SE), zpětně odražené elektrony (BSE), Augerovy elektrony (AE), rentgenové záření (RTG). Každý druh signálu má své využití při měření specifických vlastností vzorku, případně lze využít i kombinaci více signálů. K zobrazení povrchu vzorku se používají sekundární nebo odražené elektrony.

**Sekundární elektrony** vystupují z hloubky řádově desítek nm. Kopírují tedy povrch vzorku a podávají informace o jeho topografii. Hodnota bodového rozlišení při zobrazení pomocí sekundárních elektronů je blízká průměru primárního svazku elektronů (až 1 nm). Charakteristickou vlastností tohoto typu zobrazení je i velká hloubka ostrosti. Jde tedy o metodu vhodnou pro studium topografických charakteristik lomových ploch.

**Odražené elektrony** vystupují z větší hloubky (až několik stovek nm pod povrchem vzorku). Jsou emitovány z většího objemu materiálu než elektrony sekundární, což má za následek horší mez rozlišení. Produkce odražených elektronů závisí tedy především na středním protonovém čísle prvků v daném místě vzorku. Koeficient odrazivosti elektronů silně roste s rostoucím protonovým číslem absorbentu. Z toho plyne, že v režimu odražených elektronů se na obrazovce elektronového mikroskopu budou místa tvořená těžšími prvky jevit jako světlé oblasti. Naopak oblasti tvořené lehkými prvky se budou jevit jako tmavá místa. Tato zobrazovací metoda je tedy schopná odlišit oblasti s různým prvkovým složením. [27]



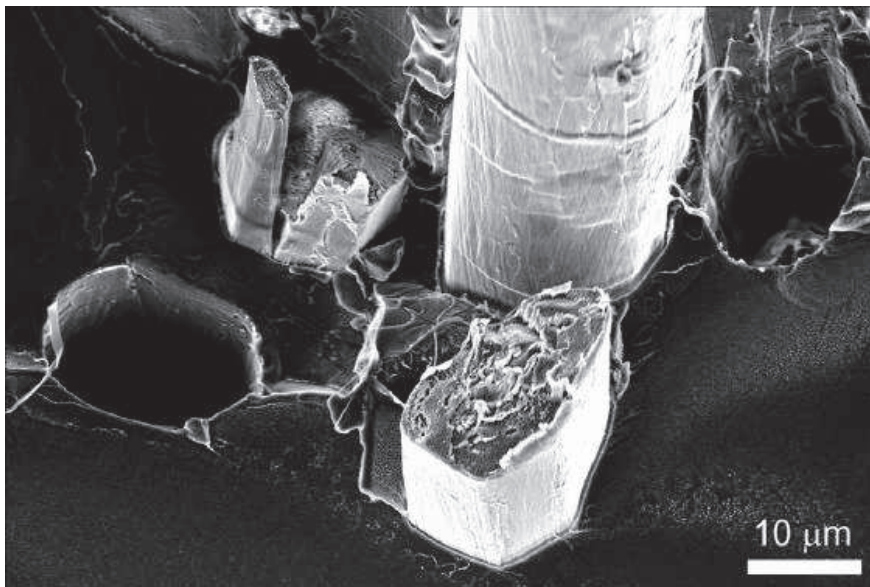
Obrázek 18: Schéma skenovacího elektronového mikroskopu s termoemisní tryskou [27]

Klasická skenovací elektronová mikroskopie poskytuje kvalitní zobrazení pouze v případě elektricky vodivých vzorků. V případě nevodivých vzorků dochází v místech dopadu elektronového svazku ke kumulaci záporného náboje, což má za následek zhoršení kvality výsledného obrazu. Za účelem potlačení tohoto jevu se obvykle provádí zvodivění povrchu vzorků například napařením tenké vrstvy kovu nebo uhlíku. V případě, že je povrch preparátu velmi členitý, je obtížné vytvořit vrstvu, která není nikde přerušena, kryje dokonale všechny plochy a zajišťuje odvod náboje z nich. Nanesení takové vrstvy může ovšem zakrýt některé jemné detaily původního povrchu, protože elektronový svazek pak již nesnímá vlastní preparát, ale pouze tuto vrstvu. Pokud bude předmětem zkoumání chemické složení a nikoliv pouze charakter povrchu, bude záležet na energii primárního elektronového svazku a na tloušťce vodivé vrstvy, zda bude tato informace vůbec dostupná. [27], [28]

Další možností jak pozorovat nevodivé preparáty pomocí skenovací elektronové mikroskopie použití nízkého vakua v komoře vzorku (řádově  $10^{-1}$ – $10^2$  Pa), přičemž optická soustava mikroskopu je od komory vakuově oddělena. Atmosféra v okolí preparátu má při tomto tlaku díky ionizaci energetickými elektrony vysokou vodivost. Tímto způsobem je náboj vzniklý na povrchu vzorku kompenzován ionty okolní atmosféry.

Mezi další způsoby pozorování nevodivých preparátů patří například metoda vybíjení povrchu iontovým svazkem, překrytí vzorku kovovou folií s malým otvorem, ozařování rentgenovým zářením nebo použití nízkých energií dopadajících elektronů.

Nevýhodou při zkoumání polymerů pomocí elektronové mikroskopie je fakt, že tyto materiály mohou být náchylné k poškození vlivem elektronového paprsku. [28]



Obrázek 19: Snímek lomové plochy vláknového kompozitu pořízený pomocí skenovací elektronové mikroskopie [29]

Příklad zobrazení polymerního kompozitu skenovací elektronovou mikroskopií je na obrázku 19. Jedná se o lomovou plochu materiálu sestávajícího z PET matrice a lněných vláken. Povrch vzorku byl pokryt vrstvou uhlíku a snímek byl pořízen prostřednictvím detektoru sekundárních elektronů. Charakter lomu vypovídá o kvalitě rozhraní matrice-vlákn. V případě ideálního spojení je lomová plocha vlákna shodná s lomovou plochou matrice. Jinak dochází k šíření lomu na fázovém rozhraní a vlákno praská podélně. Část vlákna je pak vytržena z matrice, což je vidět v levé části snímku. Na snímku je rovněž patrný členitý reliéf povrchu vláken, který přispívá ke zvýšení pevnosti spojení obou fází kompozitu. [29]

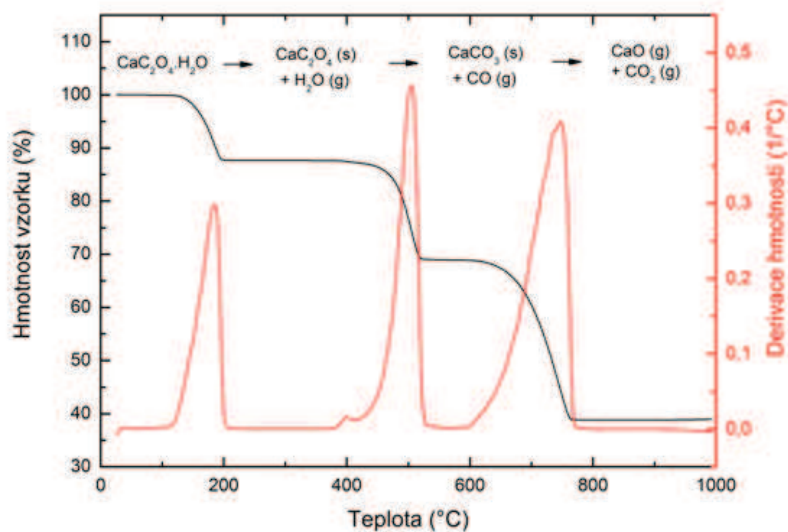
### 4.3 Vybrané analytické metody studia polymerů

#### 4.3.1 Termogravimetrie

Termogravimetrická analýza (zkráceně TGA) je jednou z metod termické analýzy, která umožňuje nepřímo určit chemické složení zkoumaného materiálu. Tato metoda je založena na sledování změn hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě nebo na čase. Vzorek o počáteční hmotnosti v řádu miligramů až gramů je vystaven působení zvýšené teploty v peci s inertním nebo oxidačním prostředím. Velmi nízká hmotnost vzorku je nutná z důvodu rovnoměrného rozložení teploty v celém jeho objemu. Citlivé mikrováhy experimentálního zařízení průběžně registrují úbytek hmotnosti počáteční navážky. Teplota v peci je buď nastavena na konstantní hodnotu a okamžitá hmotnost vzorku je pak funkcí času, nebo se teplota předem stanoveným způsobem mění a zaznamenává se hmotnost jako funkce teploty. Rychlost ohřevu musí být dostatečně nízká, aby nedošlo k opomenutí některých drobných změn průběhu křivky, které mohou mít zásadní význam pro charakterizaci daného materiálu. Další možností je udržování konstantní teploty pouze v časovém intervalu, kdy dochází ke změnám hmotnosti. V okamžiku, kdy tyto změny ustanou, je iniciováno další zvýšení teploty, které opět vyvolá úbytek hmotnosti.

Výstupem měření je termogram – tzv. TGA křivka, která podává informaci o teplotní stabilitě materiálu v závislosti na teplotě respektive na čase. Jsou-li dodrženy shodné podmínky a parametry měření, pak lze TGA křivky různých materiálů vzájemně srovnávat a tímto způsobem identifikovat chemické složení konkrétního vzorku. [30], [31]





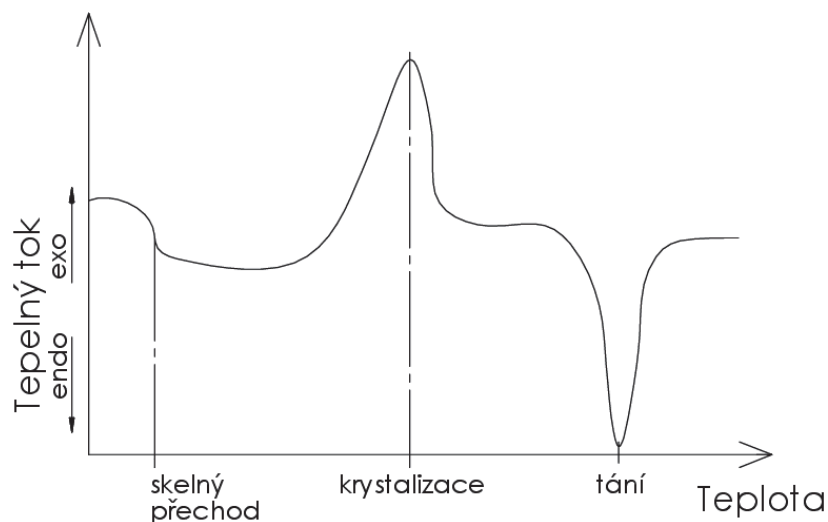
Obrázek 20: Křivky TGA (černá) a DTG (červená), testovaná sloučenina: šfavelan vápenatý. [32]

Dvě charakteristické hodnoty, které lze z TGA křivky odečíst jsou teplota iniciace rozkladu  $T_i$  a teplota ukončení rozkladu  $T_f$ . Při teplotě  $T_i$  přístroj registruje první úbytek hmotnosti. Naopak při teplotě  $T_f$  proces snižování hmotnosti ustává. Jako reakční interval je pak označován rozdíl těchto dvou teplot. V závislosti na daném materiálu a zvoleném rozsahu teplot je možné na křivce pozorovat i více reakčních intervalů. Pro snazší rozlišení jednotlivých procesů je pak možné vygenerovat tzv. DTG křivku (viz obr. 20), která je první derivací křivky TGA a udává závislost rychlosti úbytku hmotnosti na teplotě. [30], [32]

#### 4.3.2 Diferenční skenovací kalorimetrie

Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) je metoda termické analýzy, jejíž podstatou je pozorování změn fyzikálních a chemických vlastností látek v závislosti na ohřevu nebo chlazení. V průběhu experimentu se teplota vzorku porovnává s teplotou referenčního materiálu. Metoda spočívá v ohřívání respektive chlazení dvou termostatů, přičemž jeden obsahuje nádobu se vzorkem, druhý slouží jako referenční a obsahuje prázdnou nádobu. Řídící jednotka zajišťuje ohřev obou nádob konstantní rychlostí. V závislosti na teplotě může vzorek procházet různými přeměnami (tání, tuhnutí, skelný přechod, fázové změny). Jedná se o exotermické nebo endotermické reakce, které vedou k narušení rovnovážných podmínek mezi vzorkem a referencí. [31], [33]

Záznam dat je u metody DSC možné realizovat dvěma způsoby. Tzv. metoda DSC s tepelným tokem (Heat Flux) zaznamenává teplotní rozdíl mezi vzorkem a referenční nádobou jako funkci teploty nebo času. Jinak je tomu u DSC s výkonovou kompenzací, při níž se měří množství tepla potřebné k udržení izotermických podmínek v obou nádobách v závislosti na čase nebo teplotě. Množství přivedeného tepla je přímo úměrné elektrické energii spotřebované termočlánkem. [30]



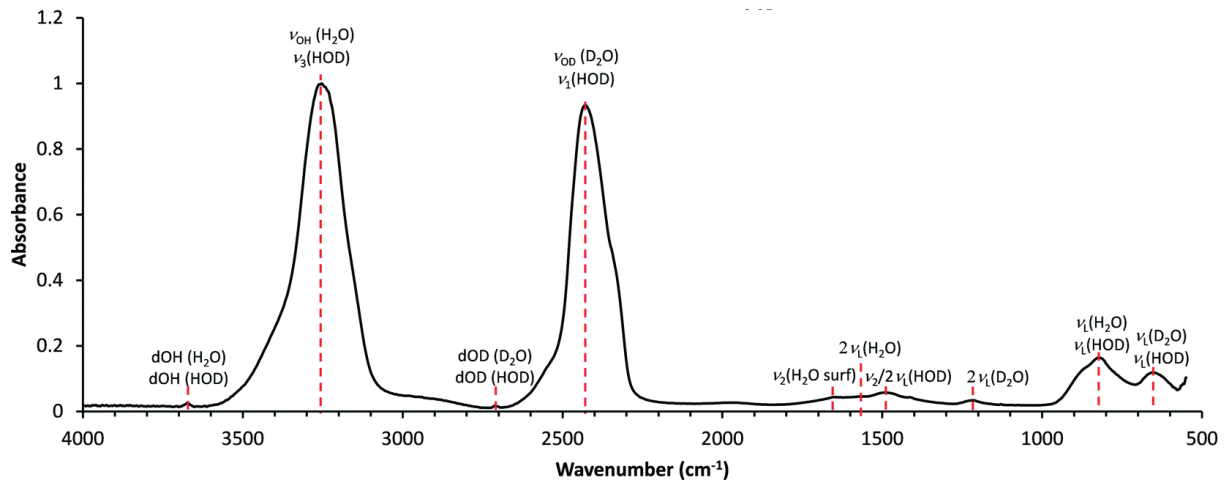
Obrázek 21: Znárodnění DSC křivky [33]

Výstupem měření je kalorimetrická křivka (DSC křivka), která popisuje chování materiálu ve zvoleném teplotním intervalu. Klesající resp. rostoucí průběh křivky vypovídá o endotermické, resp. exotermické reakci. Teplota krystalizace se pak na DSC křivce promítne jako lokální maximum, teplota tání jako lokální minimum a teplota skelného přechodu jako inflexní bod. [30], [31], [33]

### 4.3.3 Infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací

Infračervená spektrometrie s Fourierovou transformací (FT-IR) je metoda studia chemického složení a struktury především organických sloučenin na základě interakcí infračerveného záření se vzorkem. Infračervené záření, tedy elektromagnetické vlnění o vlnových délkách 800 nm až 100  $\mu\text{m}$ , lze rozdělit na záření v oblasti blízké (800–2500 nm), které navazuje na oblast viditelného záření, střední (2,5–50  $\mu\text{m}$ ) a vzdálené (50–100  $\mu\text{m}$ ). Při absorpci záření střední a blízké infračervené oblasti molekulou dojde k současné změně vibračního a rotačního stavu molekuly tzn. zvětšení amplitudy vibrace vazeb v molekule a zrychlení její rotace. Pro popis infračerveného záření se zde nejčastěji používá vlnověta, tedy počet vlnových délek na jednotku délky. Rozsah vlnovět prakticky využívaných při FT-IR se pohybuje v rozmezí 5000–500  $\text{cm}^{-1}$ . [34], [35]

Výstupem analýzy je tzv. spektrogram, tedy graf zobrazující funkční závislost energie absorbované molekulami na vlnovětu záření dopadajícího na vzorek. Absorbovaná energie je dle povahy vzorku vyjádřena buď v procentech transmittance nebo reflektance, případně v bezrozměrných jednotkách absorbance. Měřenou veličinou je ve všech případech intenzita záření po interakci s molekulami. Transmittance je pak definována jako podíl intenzity záření prošlého vzorkem a intenzity záření zdroje. Jako absorbance je označován dekadický logaritmus převrácené hodnoty transmittance. Reflektance je podíl záření odraženého vzorkem a intenzity zdroje. [34]



Obrázek 22: Příklad infračerveného spektra - závislost absorbance na vlnočtu záření [36]

Každému materiálu odpovídá zcela unikátní spektrogram. Například při identifikaci polymerních látek je možné z průběhu křivky usuzovat na přítomnost konkrétních funkčních skupin a jejich rozložení v molekule. Finální identifikace materiálu je pak provedena na základě srovnání se spektry známých materiálů v databázi. [35]

## 5 Úvod do experimentální části

Hlavní část experimentu se zabývá přípravou vzorků pro světelnou a skenovací elektronovou mikroskopii a jejich následnou dokumentací a hodnocením prostřednictvím těchto metod. Pro zjištění chemického složení experimentálního materiálu byly zařazeny i analytické metody termické analýzy a infračervené spektrometrie. Experiment byl doplněn zkouškou tahem, která posloužila k zjištění orientačních hodnot mechanických vlastností materiálu a především k získání vzorků pro další studium pomocí mikroskopických metod.

### 5.1 Experimentální materiál

Zkoumaným materiálem je kompozit sestávající z tvrdé fólie o tloušťce přibližně jednoho milimetru a netkané textilie, kterou je fólie z jedné strany pokryta. V případě obou složek se jedná o polymerní látky. Tento kompozit je určen pro výrobu výlisků např. v automobilovém průmyslu, kde usnadňuje a urychluje výrobní proces oproti použití obou složek odděleně. Nejedná se tedy o klasický kompozit pro nosné součásti. Textilie zde plní spíše estetickou funkci a funkci akustické izolace.



Obrázek 23: Experimentální materiál

## 6 Analýza chemického složení experimentálního materiálu

Chemické složení experimentálního materiálu nebylo předem známé, proto bylo třeba jej stanovit. K určování složení polymerních materiálů se hojně využívají metody termické analýzy, přičemž je vhodné zařadit těchto metod více pro potvrzení výsledků. V rámci tohoto experimentu byla provedena analýza pomocí termogravimetrie a diferenční skenovací kalorimetrie. Pro doplnění byly zjištěny spektrogramy experimentálního materiálu metodou infračervené spektrometrie s Fourierovou transformací.

### 6.1 Použité přístroje a zařízení

#### Termogravimetrický analyzátor TA Instruments Q500

- teplotní rozsah: 25–1000 °C
- lineární teplotní gradient: 0,1–500 °C / min
- citlivost < 0,1g
- chlazení (tlakový vzduch / dusík): 1200–35 °C / < 10 min
- šestnácti-pozicový autosampler
- vyhodnocovací software TA Instruments

#### Diferenční skenovací kalorimetr TA Instruments Q200

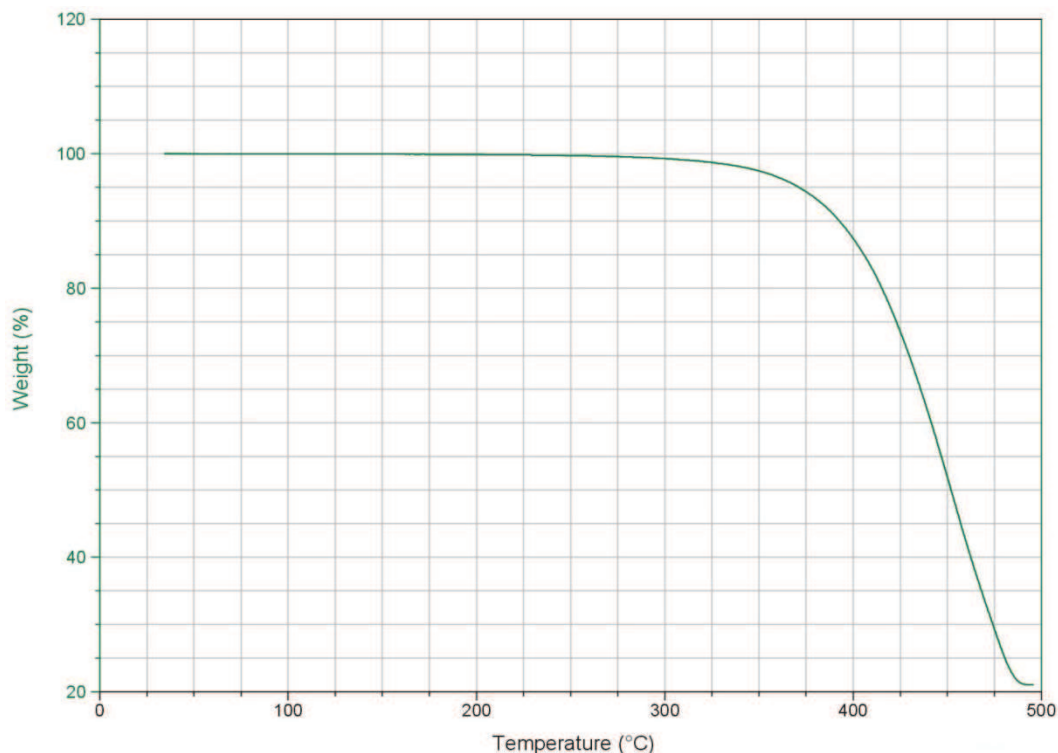
- teplotní rozsah: –90 až +550 °C
- teplotní citlivost: ±0,05 °C
- citlivost: 1,0 μW
- padesátipozicový autosampler
- vyhodnocovací software TA Instruments

#### FTIR spektrometr NICOLET iS5

- měření v rozsahu vlnočtů 7800–350 cm<sup>-1</sup>
- rozlišení až 1 cm<sup>-1</sup>
- ATR krystal z materiálu ZnSe
- zobrazení v reálném čase
- softwarové vybavení s databází 200 000 spekter

### 6.2 Provedení analýz a výsledky

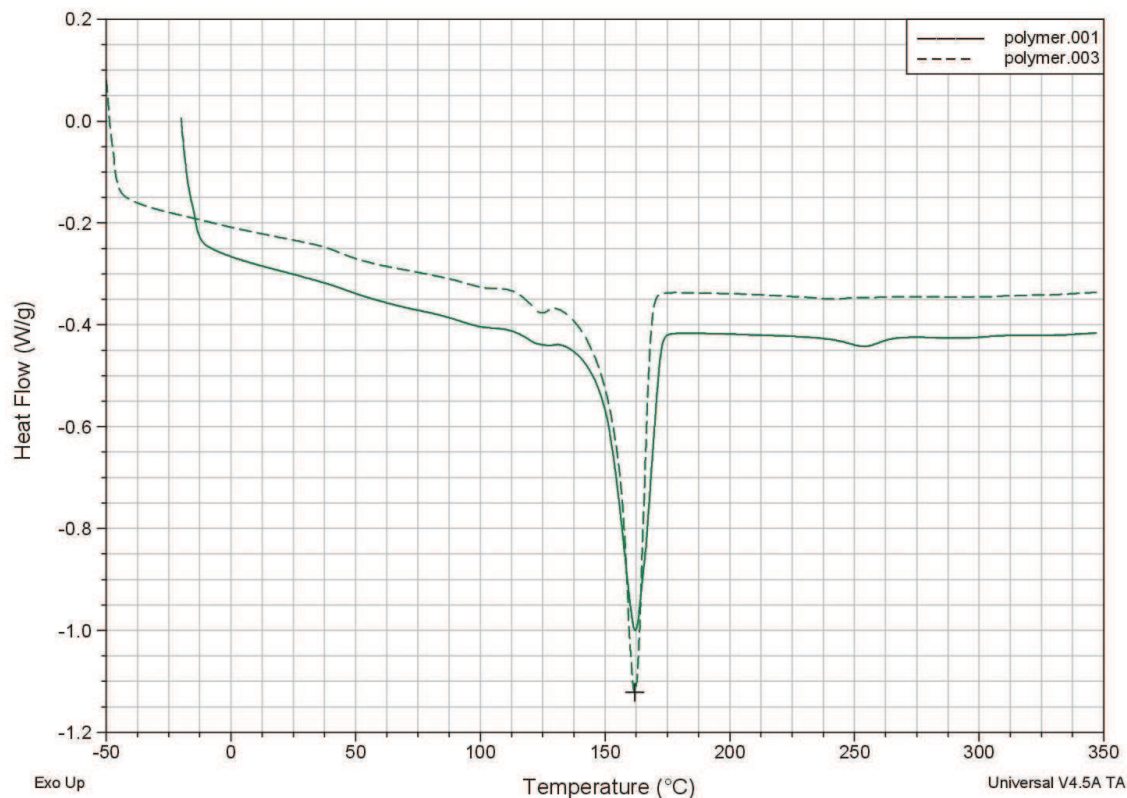
Jako první bylo provedeno termogravimetrické měření tvrdé fólie termogravimetrickým analyzátozem TA Q500. Hmotnost počáteční navážky byla 13,587 mg. Teplotní rozsah experimentu byl nastaven na interval běžně používaný pro polymery: 30 až 500 °C. Byl zvolen lineární nárůst teploty 10 °C/min. Jako proudící ochranná atmosféra v komoře vzorku byl použit dusík.



Obrázek 24: TGA křivka vzorku fólie

Výsledkem měření je TGA křivka (viz obr. 24), tedy záznam úbytku hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě. Zde je možné vidět, že k prvním zaznamenaným ztrátám hmotnosti dochází zhruba při teplotě 230 °C, kterou lze tedy označit za teplotu iniciace rozkladu. Skutečně rychlý úbytek hmotnosti však nastává až po překročení teploty 400 °C. Tepelný rozklad ustává nad 475 °C, kdy se hmotnost navážky ustaluje na dvaceti procentech původní hodnoty.

Dalším krokem bylo měření metodou diferenciální skenovací kalorimetrie pomocí přístroje TA Q200. Opět byl odebrán vzorek fólie a umístěn do komory přístroje s ochrannou atmosférou tvořenou dusíkem. Měření probíhalo v režimu s výkonovou kompenzací, kdy je referenční nádobě i nádobě se vzorkem přiváděno takové množství tepelné energie, aby teplota obou nádob rostla stejnoměrně. Výsledná DSC křivka (obr. 25) pak zaznamenává rozdíl dodaného tepla mezi referencí a vzorkem přepočtený na jeho hmotnost. Experiment byl proveden dvakrát (viz. čárkovaná a plná čára na obr. 25) v teplotním rozmezí měření -50 respektive -20 °C až +350 °C. Z klesajícího průběhu obou křivek na počátku lze usuzovat na endotermický proces, který nabírá na intenzitě po překročení 100 °C. Lokální minimum DSC křivky (teplota tání) bylo v případě obou vzorků zaznamenáno při stejné teplotě (cca 160 °C), měření lze proto považovat věrohodné. Teplota skelného přechodu zde nebyla zaznamenána, ani na jedné z křivek není patrný inflexní bod. Pro její zjištění by bylo nutné rozšířit interval měření.



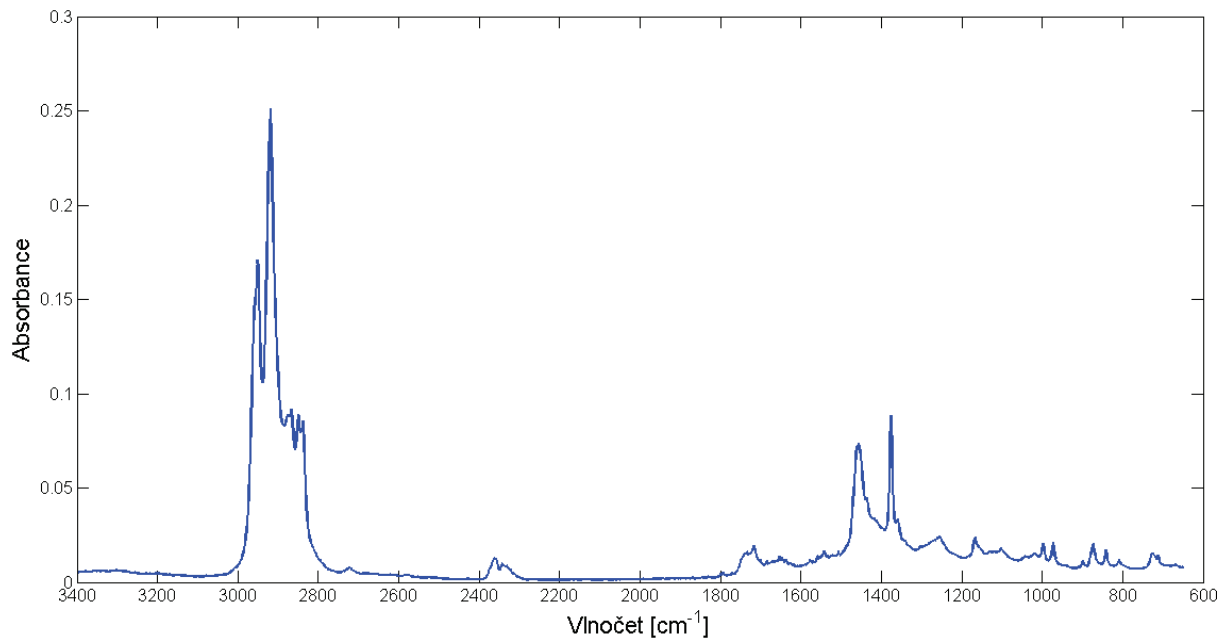
Obrázek 25: DSC křivky dvou vzorků fólie

Vyhodnocení TGA a DSC křivek bylo provedeno na základě jejich srovnání s křivkami známých materiálů v databázi. Tímto způsobem byl materiál fólie identifikován jako kopolymer ethylen-propylen.

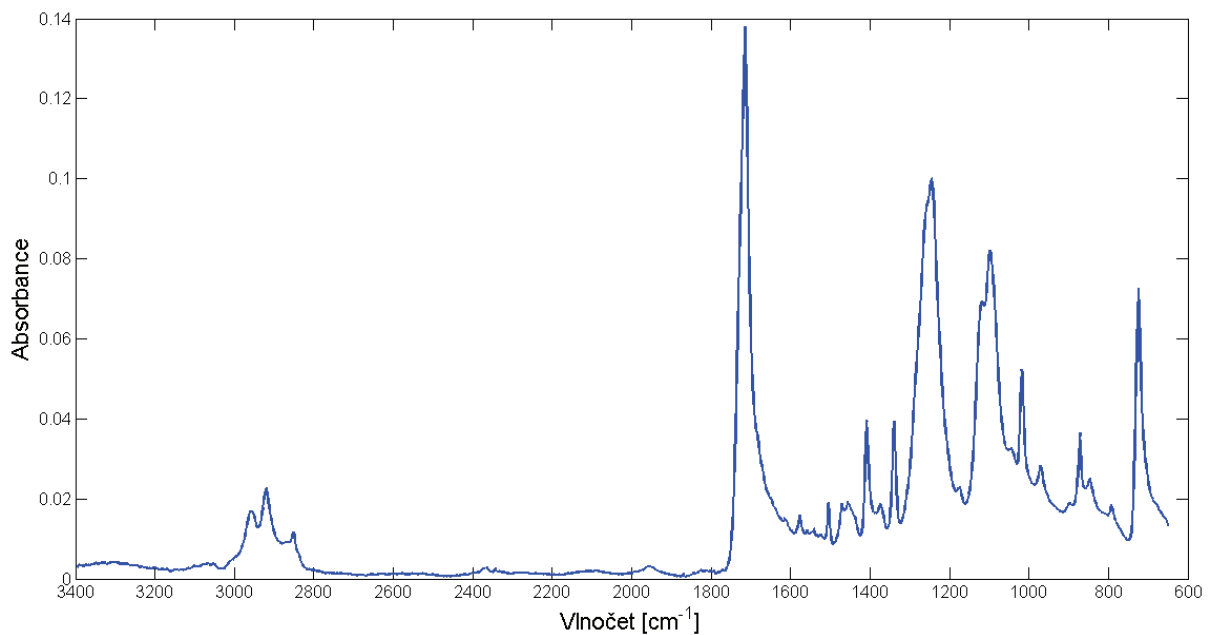
Pro potvrzení výsledků předchozích dvou metod byla dále provedena analýza infračervenou spektroskopií s Fourierovou transformací. Této analýze byly podrobeny obě složky kompozitu.

V tomto případě by příprava vzorku pro prozařovací techniky měření byla značně obtížná, proto byla zvolena technika odrazová, konkrétně tzv. ATR (Attenuated Total Reflection) neboli zeslabení úplného odrazu. Tato metoda je založena na principu úplného odrazu záření na rozhraní měřeného vzorku a měřicího krystalu z materiálu propustného pro infračervené záření s dostatečně vysokým indexem lomu. Vzorek musí být v dokonalém kontaktu s ATR krystalem. Část infračerveného záření pronikne do hloubky několika  $\mu\text{m}$  do vzorku, kde jsou absorbovány ty vlničky, které odpovídají frekvencím vibrace molekul vzorku. Výstupem měření je absorpční spektrum analogické běžnému infračervenému spektru. Rozdíl je pouze v intenzitách získaných pásů, protože průnik infračerveného záření do vzorku závisí na vlnové délce záření (dlouhé vlnové délky pronikají hlouběji). Intenzita pásů při kratších vlnových délkách (vyšších vlničkách) je tedy menší než v transmisním spektru. [34]

Měření bylo realizováno na přístroji NICOLET iS5. Pro vyhlazení šumů výsledného spektra bylo provedeno 32 skenů vzorku fólie i vláken textilie. Spektrální rozlišení, tedy nejmenší vzdálenost dvou píků spektra, které lze od sebe odlišit bylo nastaveno na  $4 \text{ cm}^{-1}$ . Vyhodnocení výsledku proběhlo na základě identifikace jednotlivých funkčních skupin dle absorpčních pásů a srovnáním se spektry v databázi, jimiž je vybaven software přístroje.



Obrázek 26: Infračervené spektrum materiálu fólie (matrice)



Obrázek 27: Infračervené spektrum materiálu textilie (vláken)

Na základě FT-IR měření byl materiál fólie určen ve shodě s termickými analýzami jako kopolymer etylen-propylen. Materiál druhé složky kompozitu (netkané textilie) byl pomocí infračervené spektroskopie určen jako polyethyltereftalát.



## 7 Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena podle normy EN ISO 527-4 při teplotách 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140 a 160 °C.

### 7.1 Použité přístroje a zařízení

**Zwick Roell Z250** [37]

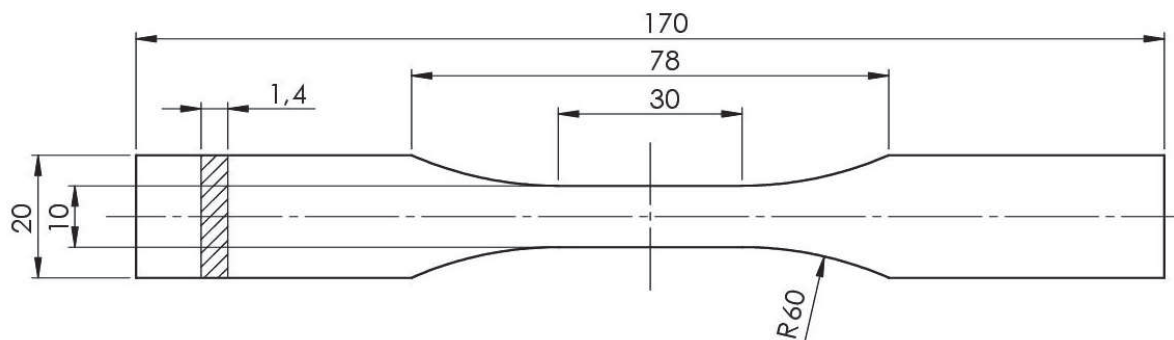
Zwick Roell Z250 je univerzální zařízení pro statické zkoušky materiálů. Umožňuje provádět statickou zkoušku tahem, tlakem, ohybem, dále určování modulu pružnosti v tahu, určování koeficientu deformačního zpevnění při tahu, provádění technologických zkoušek, testování mechanických vlastností trubek, plechů, svarových spojů atd.

Základní parametry přístroje:

- maximální zátěžná síla na vzorek: 250 kN
- rychlost zatěžování vzorku: 0,0001–600 mm/min
- minimální tloušťka plochého vzorku: 0,1 mm
- minimální průměr vzorku kruhového průřezu: 4 mm
- součástí zařízení je pec pro zkoušky za zvýšených teplot

### 7.2 Zkušební vzorky

Vzorky pro zkoušku tahem byly připraveny dle normy EN ISO 527-4. Z důvodu vysoké tažnosti materiálu byla použita zkušební tělesa zkrácených rozměrů typu 1B (viz obr. 28). Vzorky byly vyřezány pomocí vodního paprsku.



Obrázek 28: Rozměry zkušebního tělesa pro zkoušku tahem

### 7.3 Provedení a výsledky zkoušky tahem

Po upnutí vzorku do čelistí zkušebního zařízení, byl vzorek zatížen předzatěžovací silou, tak aby bylo při pokojové teplotě vyvoláno předepsané napětí  $\sigma_0$ :

- pro měření modulu pružnosti v tahu  $E_t$ :  $\sigma_0 \leq \frac{E_t}{2000}$
- pro měření meze pevnosti  $\sigma_m$ :  $\sigma_0 \leq \frac{\sigma_m}{100}$

Použitá hodnota napětí  $\sigma_0$  je 0,1 MPa.

Zatěžovací rychlost, tedy rychlost pohybu čelistí zkušebního zařízení, byla nastavena na normou stanovenou hodnotu 2 mm/min.

Při teplotách 20 až 80 °C byly použity vždy tři vzorky, viz tabulka 6. Při vyšších teplotách, kdy z důvodu rostoucí tažnosti materiálu k lomu nedochází, byl počet vzorků omezen na dva.

Teplota [°C]	Modul pružnosti $E_t$ [MPa]	Mez pevnosti $\sigma_m$ [MPa]	Deformace na mezi pevnosti $\epsilon_m$ [%]	Poznámka
24,2	1150 ± 20	17,0 ± 0,4	7,9 ± 0,4	
39,5	1043 ± 30	15,2 ± 0,3	8,2 ± 0,9	
60,7	649 ± 11	11,4 ± 0,4	8,7 ± 0,5	
80,8	397 ± 35	8,5 ± 0,3	7,9 ± 1,8	*
100,6	256 ± 8	5,75 ± 0,2	10,9 ± 0,8	*
121,0	175 ± 9	4,7 ± 0,3	9,61 ± 0,6	*
141,1	96 ± 8	3,4 ± 0,3	69,7 ± 11,4	*
160,8	60 ± 7	2,3 ± 0,1	79,5 ± 5,67	*

Tabulka 6: Průměrné hodnoty mechanických vlastností zjištěných zkouškou tahem, (\* k lomu nedošlo)

Změřené hodnoty mechanických vlastností lze brát pouze jako přibližné, neboť nízký počet testovaných vzorků nezaručuje dostatečnou věrohodnost. Nicméně hodnoty zjištěné při pokojové teplotě přibližně odpovídají vlastnostem kopolymeru ethylen-propylen nalezeným v literatuře. [38], [39]

Průměrný modul pružnosti klesal od 40 °C při každém teplotním kroku o 30 až 40 %. Podobně se snižovala mez pevnosti: po překročení 40 °C klesla v každém kroku o 20 až 30 %. K výraznému nárůstu relativního prodloužení na mezi pevnosti došlo až nad teplotou 120 °C.

## 8 Mikroskopické metody

Techniky světelné mikroskopie a skenovací elektronové mikroskopie byly použity pro charakterizaci a kvantitativní hodnocení mikrostruktury experimentálního materiálu. Kromě vlastního popisu struktury bylo provedeno i hodnocení lomových ploch vzorků získaných z tahových zkoušek. Dále byly sledovány změny mechanismu porušování materiálu v závislosti na teplotě.

### 8.1 Světelná mikroskopie

#### 8.1.1 Použité přístroje a zařízení

##### Světelný mikroskop Olympus BX61

- zvětšení 50x až 1000x
- zobrazení: světlé pole, tmavé pole, fázový kontrast, polarizované světlo, fluorescenční kontrast, fázový kontrast
- optické filtry Olympus: polarizátor U-PO3, analyzátor U-AN-2, Nomarského DIC prisma
- softwarové vybavení Olympus Stream Motion

##### Světelný mikroskop Zeiss Axio Lab.A1

- zvětšení 50x až 500x
- zobrazení: světlé pole, tmavé pole,

##### Zařízení pro broušení a leštění metalografických vzorků Struers Tegramin-30

- brusný/lešticí disk o průměru 300 mm
- přídržná hlava pro šest vzorků
- otáčky disku: 40 až 600/min
- otáčky přídržné hlavy: 50 až 150/min

#### 8.1.2 Příprava vzorků

Pro pozorování materiálu v základním stavu byly odebrány vzorky z nepoužitých zkušebních těles pro tahové zkoušky. Výbrus byl zhotoven tak, aby bylo možné pozorovat jak matici, tak vlákna textilie a rozhraní matrice a vláken (viz obr. 30).

Vzhledem k poměrně nízké teplotě tání materiálu (cca 160 °C) není vhodné provádět zalévání vzorků za tepla. Bylo tedy nutné použít fixační hmotu pro zalévání při pokojové teplotě. Zvažované varianty byly následující:

- a) epoxidová pryskyřice EpoFix Resin (výrobce firma Struers)
- b) akrylátová pryskyřice VariDur 200 (výrobce firma Buehler)

VariDur 200 je tmavě modrá neprůhledná hmota s pórovitou mikrostrukturou. Kruhové póry by mohly být matoucí vzhledem k tomu, že na výbrusu je třeba sledovat nejen kompaktní hmotu vzorku, ale i jemné detaily na rozhraní s fixační hmotou (například volná vlákna na povrchu fólie).

Epoxidová pryskyřice Struers EpoFix je čirá průhledná hmota s nízkou viskozitou, která dobře vyplňuje dutiny a praskliny na povrchu zalévaného materiálu.

Jako vhodnější fixační hmota byla zvolena epoxidová pryskyřice s tvrdidlem v poměru 4:1. Před zalitím ve válcové formě o průměru 30 mm byly vzorky zajištěny ve vertikální poloze listovou pružinou. Doba nutná pro dokonalé vytvrzení je cca 24 hodin.



Obrázek 29: Vzorek a zalévací forma



Obrázek 30: Výbrus vzorku v epoxidové pryskyřici

Broušení bylo provedeno pomocí přístroje Struers Tegamin-30. Byly použity diamantové brusné kotouče Struers MD-Piano o zrnitosti 80, 220, 500 a 1200. Doba broušení na kotoučích o zrnitosti 80 až 500 byla vždy jedna minuta. Při broušení kotoučem o zrnitosti 1200 byl výbrus vždy po půl minutě kontrolován na světelném mikroskopu. Proces broušení byl zastaven, když bylo dosaženo uspokojivého obrazu. Jemnější broušení a leštění se neukázalo jako vhodné, neboť jeho vlivem klesá kontrast mezi vzorkem a zalévací hmotou při zobrazení ve světlém poli. Parametry přípravy výbrusů shrnuje tabulka 7.

Typ kotouče	Zrnitost	Čas broušení [min]	Přítlačná síla [N]	Otáčky [ $\text{min}^{-1}$ ]	
				kotouč	přídržná hlava
Struers MD Piano	80	1	30	300	120
	220	1	25		
	500	1	25		
	1200	individuálně	25		

Tabulka 7: Parametry přípravy výbrusů

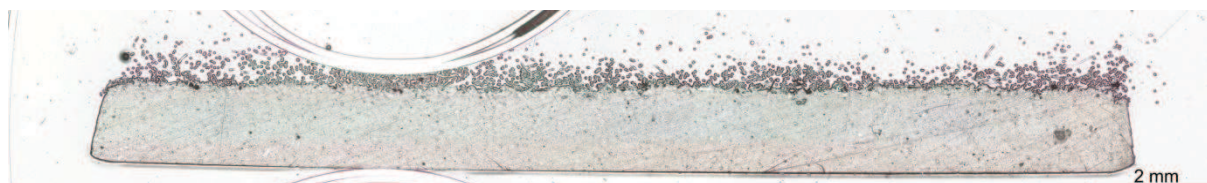
Byl zhotoven jeden výbrus materiálu v základním stavu a osm výbrusů ze vzorků podrobených zkoušce tahem, tedy jeden pro jednu konkrétní teplotu zkoušky (20, 40, 60, 80, 100, 120, 140 a 160°C). U vzorků zkoušených při teplotách 20, 40 a 60 °C byl výbrus zhotoven kolmo na lomovou plochu. Ze vzorků, u nichž k lomu nedošlo, byla pouze odebrána část materiálu o délce 1 cm ze středu namáhané délky a z ní byl výbrus zhotoven. Přehled vzorků uvádí tabulka 8.

Označení vzorku	Popis	Teplota při zkoušce tahem [°C]
00	základní stav	-
20	výbrus kolmo na lomovou plochu	20
40		40
60		60
80	pouze výbrus deformovaného materiálu	80
100		100
120		120
140		140
160		160

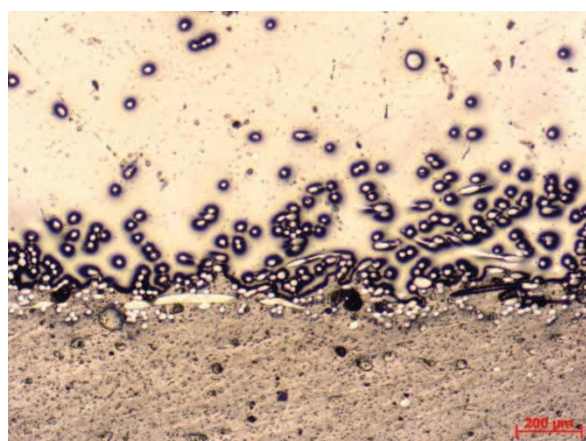
Tabulka 8: Přehled vzorků pro světelnou mikroskopii

### 8.1.3 Výsledky

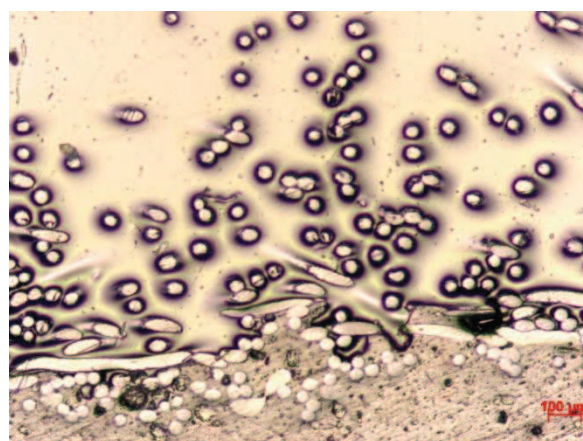
Obrázky 31 až 36 zachycují materiál v základním stavu pozorovaný ve světlém poli. Při tomto zobrazení je možné dobře pozorovat vrstvu prosycenou vlákny, tvar průřezu vláken a jejich rozmístění v matrici. Samotná matrice se nejeví jako zcela homogenní, je patrná přítomnost cizích částic, které ale touto metodou nelze dobře barevně odlišit. Vrstva s vlákny je velmi členitá. Je vidět, že při tomto spojení matrice a vláken vzniká na povrchu velké množství vrubů. Z toho lze usuzovat, že pevnost kompozitu bude nižší než pevnost samotné matrice.



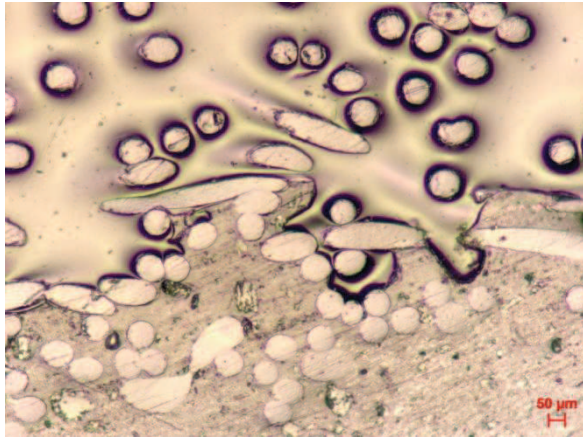
Obrázek 31: Vzorek 00, celkový pohled



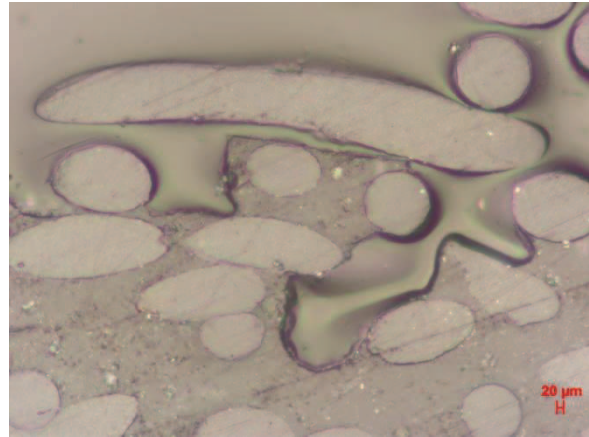
Obrázek 32: Vzorek 00, 50x



Obrázek 33: Vzorek 00, 100x

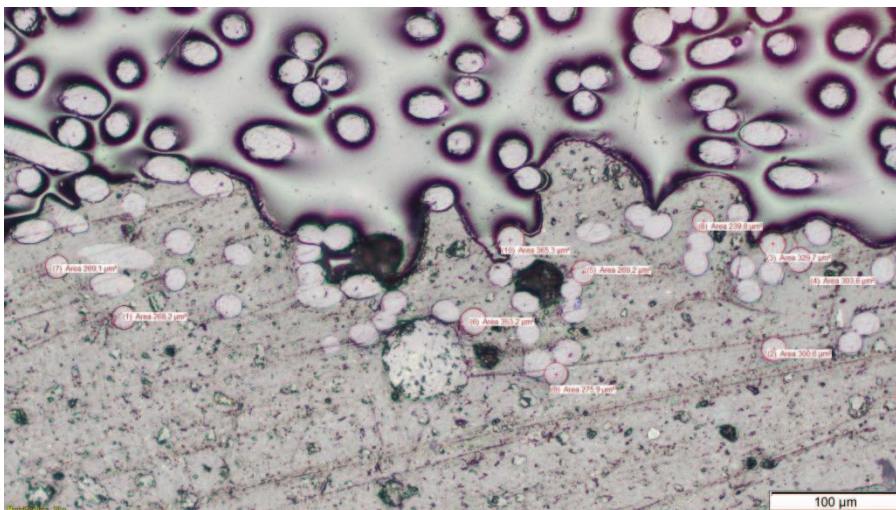


Obrázek 34: Vzorek 00, 200x



Obrázek 35: Vzorek 00, 500x

Na vzorku 00 bylo dále provedeno stanovení průměrů vláken textilie v softwaru Olympus Stream Motion. Měření bylo provedeno v patnácti oblastech výbrusu, na snímku při zvětšení 100x. Průměr vláken byl pak určen z vložených třibodových kružnic, viz obr. 36. Na každém snímku bylo změřeno deset vláken, a to pouze v oblasti matrice, protože v oblasti zalévací hmoty může být obraz zkreslen halo efektem.

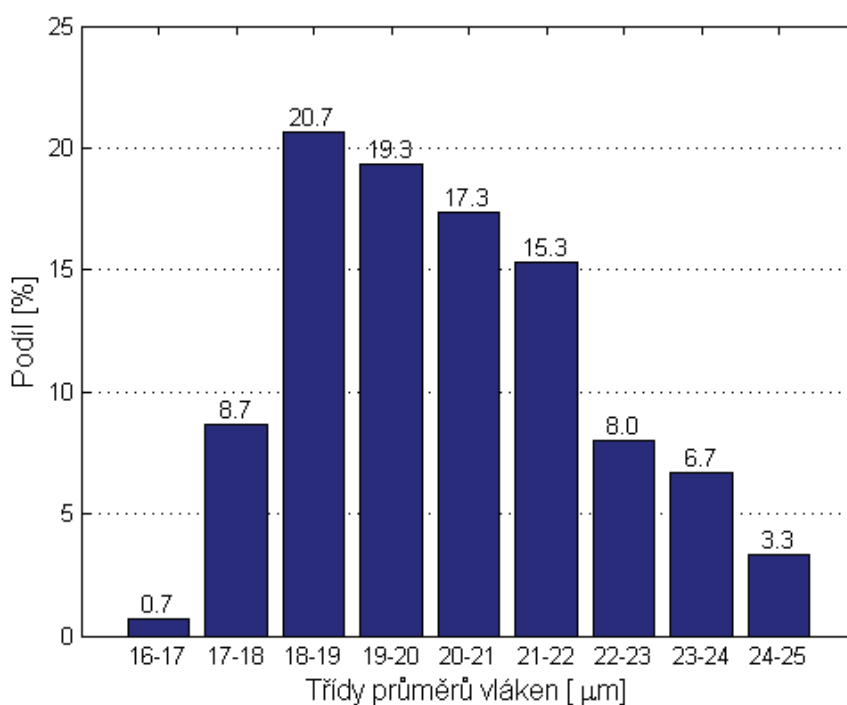


Obrázek 36: Vzorek 00, měření průměrů vláken

Naměřené hodnoty shrnuje tabulka 9 a histogram na obrázku 37. Je patrné, že naprostá většina hodnot leží v rozmezí od 19 do 22  $\mu\text{m}$ . Zjištěný průměr vlákna lze zapsat v zaokrouhleném tvaru  $20,0 \pm 2 \mu\text{m}$ .

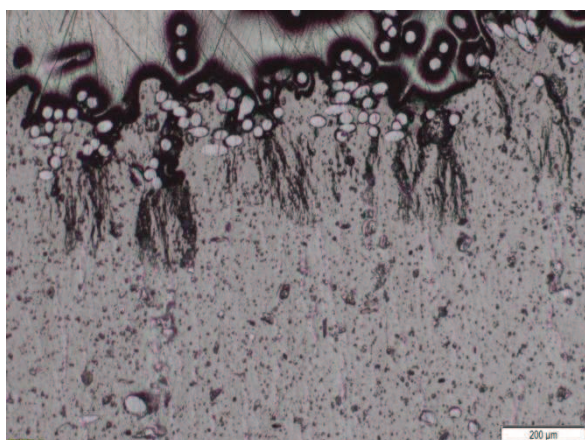
Počet	Průměr [ $\mu\text{m}$ ]	Maximum [ $\mu\text{m}$ ]	Minimum [ $\mu\text{m}$ ]	Rozptyl [ $\mu\text{m}$ ]	Směrodatná odchylka [ $\mu\text{m}$ ]
150	20,27	24,74	16,99	3,42	1,85

Tabulka 9: Průměry vláken – naměřené hodnoty

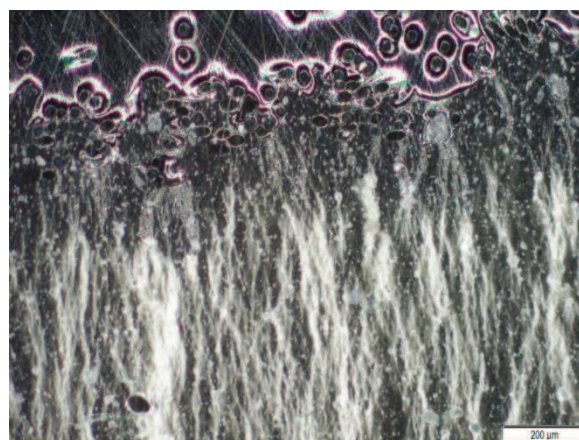


Obrázek 37: Průměry vláken – histogram

Následující snímky vzorků podrobených zkoušce tahem zachycují způsob porušování materiálu v závislosti na teplotě.



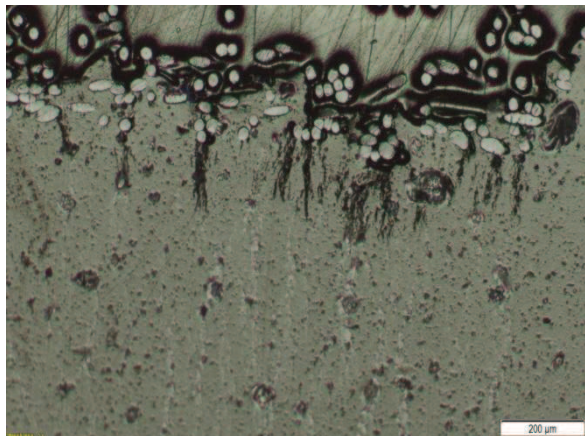
Obrázek 38: Vzorek 20, světlé pole, 50x



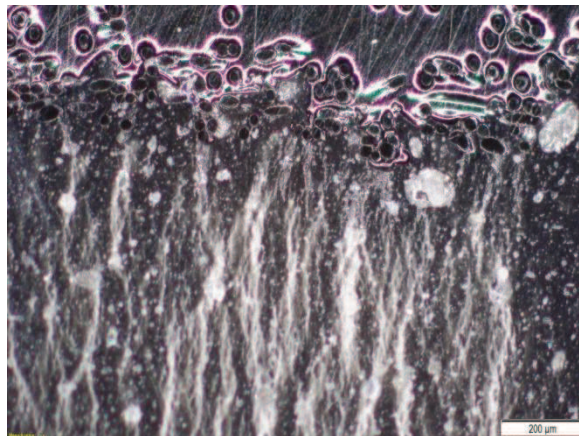
Obrázek 39: Vzorek 20, tmavé pole, 50x

Na vzorku namáhaném při teplotě 20 °C (obr. 38) je vidět, že ve vrstvě prosycené vlákny dochází ke koncentraci napětí a na rozhraní matrice a vláken se iniciují trhliny. Tyto trhliny se šíří kolmo na směr namáhání a zasahují jen do velmi malé hloubky pod povrch. Vzniku trhlín předchází praskání matrice, které mění optické vlastnosti materiálu, což je nejlépe patrné při zobrazení v tmavém poli.

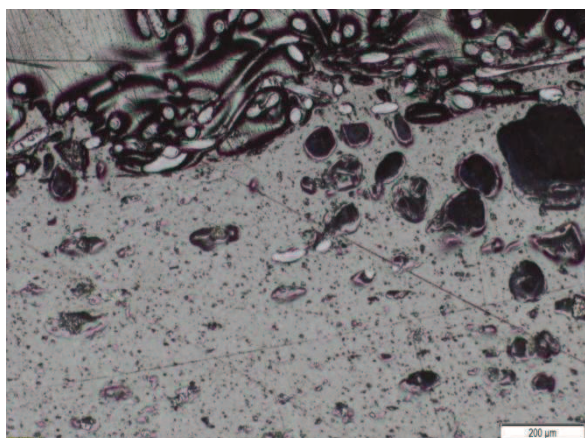
Stejný mechanismus porušování se uplatňuje i při teplotě 40 °C.



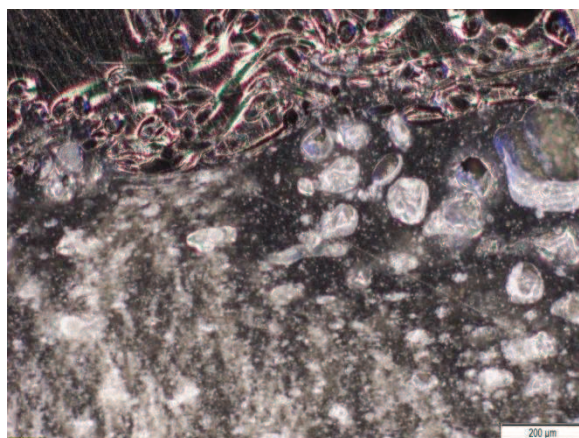
Obrázek 40: Vzorek 40, světlé pole, 50x



Obrázek 41: Vzorek 40, tmavé pole, 50x



Obrázek 42: Vzorek 60, světlé pole, 50x

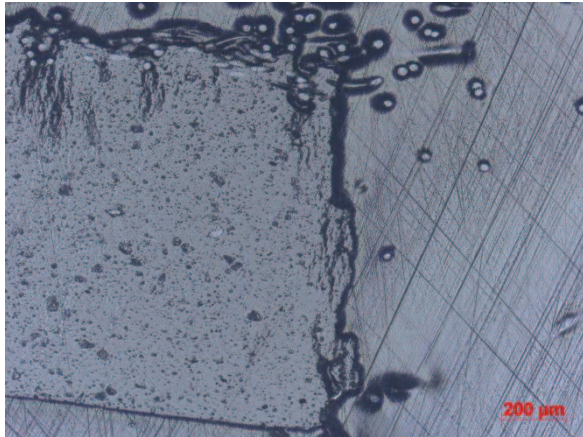


Obrázek 43: Vzorek 60, tmavé pole, 50x

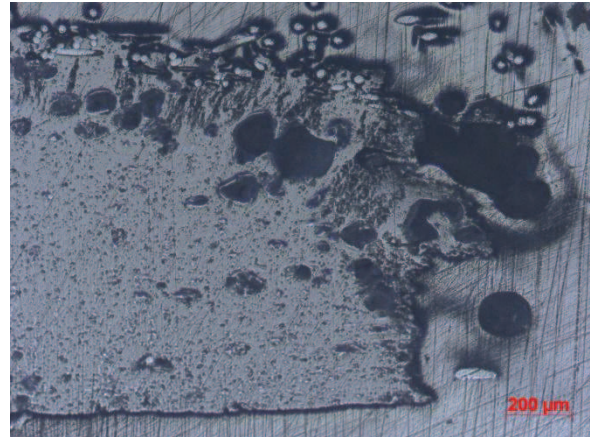
Při 60 °C se charakter deformace mění. Na povrchu již nejsou patrné trhliny ani popraskání v příčném směru. V blízkosti lomové plochy dochází k vzniku dutin – v pravém horním rohu obrázku 43 je vidět postupné vypraskávání matrice. V porovnání s předchozími vzorky a s materiálem v základním stavu se zde ztenčila vrstva prosycená vlákny, neboť s rostoucí teplotou roste i tažnost materiálu. Během zkoušky tedy dochází k větší deformaci a k postupnému odtrhávání textilie od matrice.

Obrázky 44 až 46 přinášejí srovnání lomů při teplotách 20, 40 a 60 °C. Při 20 °C probíhá lom přímo ve směru kolmém na směr zatěžování. Při 40 °C je patrný nárůst tažnosti, neboť lom v rovině výbrusu je již členitější. Pod povrchem na straně vláken se tvoří dutiny, jejichž rozměry směrem k lomu narůstají. Při 60 °C lom probíhá šikmo vzhledem ke směru zatěžování a dutiny se zde vytvořily téměř po celé tloušťce vzorku.

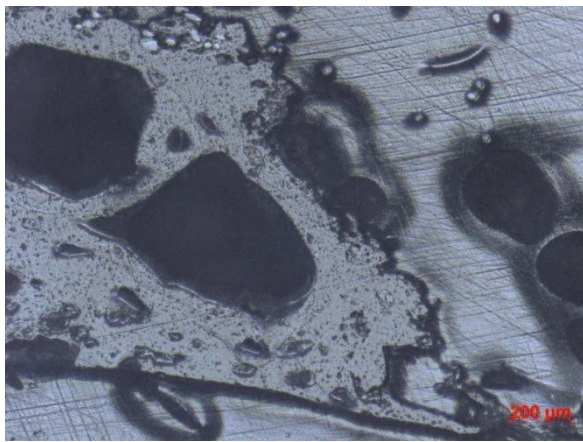




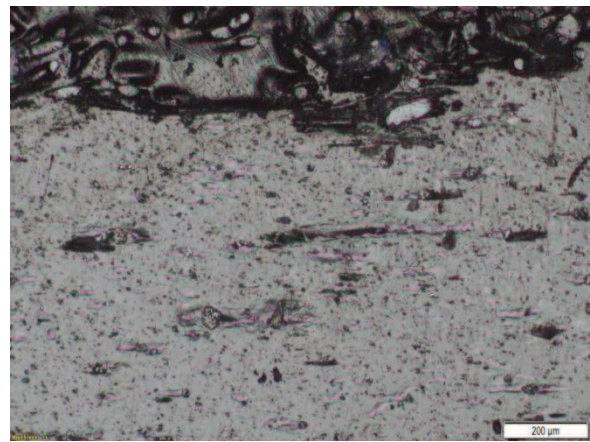
Obrázek 44: Vzorek 20, oblast lomu 50x



Obrázek 45: Vzorek 40, oblast lomu, 50x



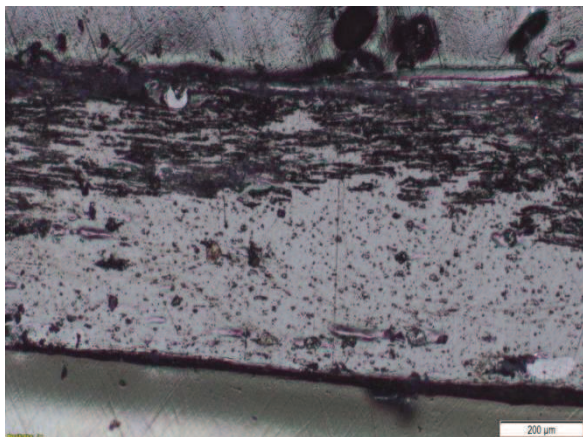
Obrázek 46: Vzorek 60, oblast lomu, 50x



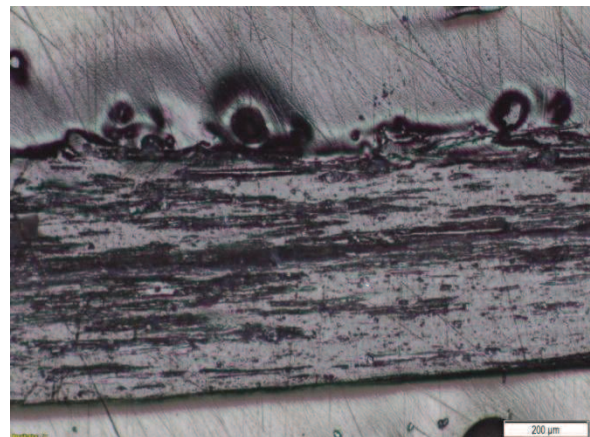
Obrázek 47: Vzorek 80, světlé pole, 50x

Při 80 °C (obr. 47), kdy již k lomu nedošlo, se dutiny začínají orientovat shodně se směrem namáhání. Tento jev zesiluje při 100 °C (obr. 48), kdy došlo k úplnému odtržení vrstvy textilie. Podélné trhliny se zde koncentrují zejména v horní vrstvě, pravděpodobně vlivem vrubů.

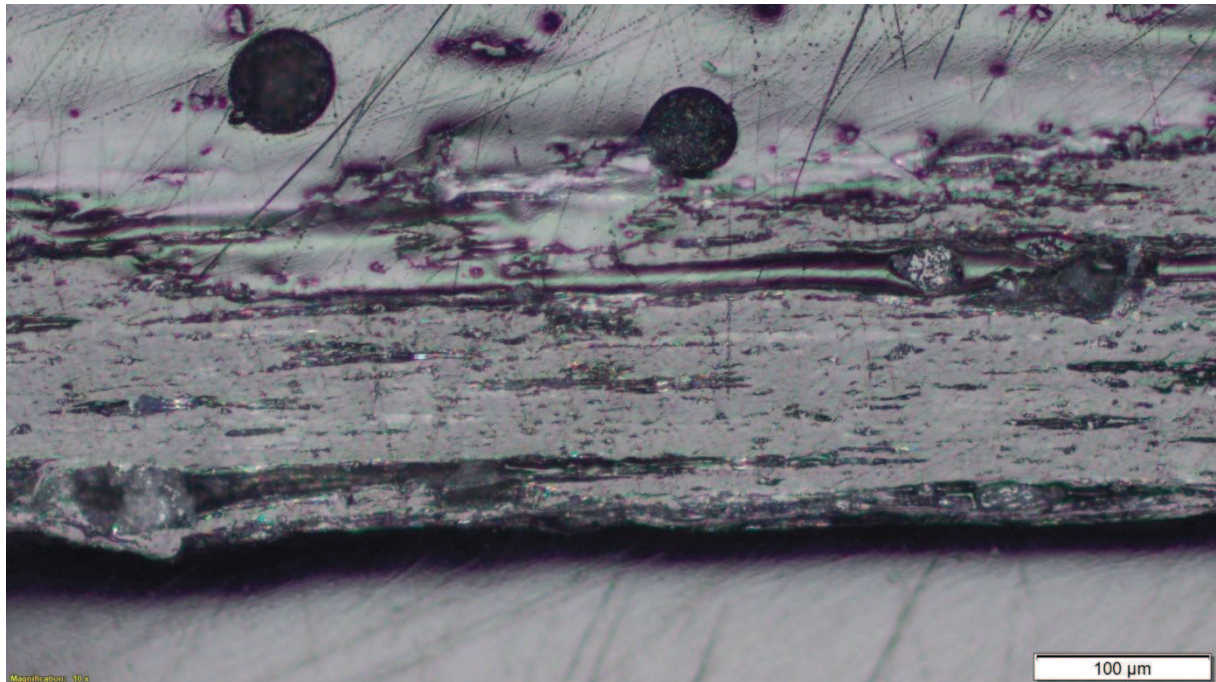
Při 120 °C (obr. 49) se podélné trhliny rozšiřují a objevují se již v celé ploše vzorku.



Obrázek 48: Vzorek 100, světlé pole, 50x



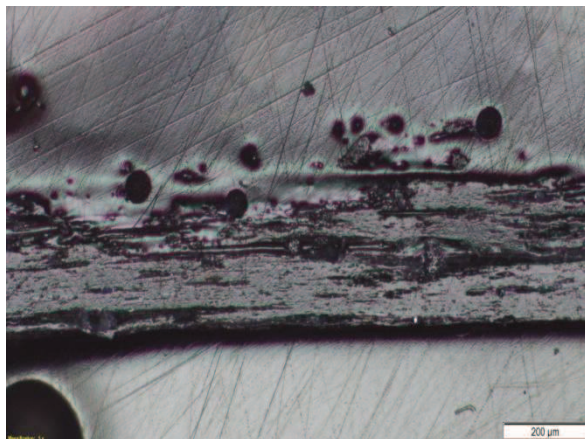
Obrázek 49: Vzorek 120, světlé pole, 50x



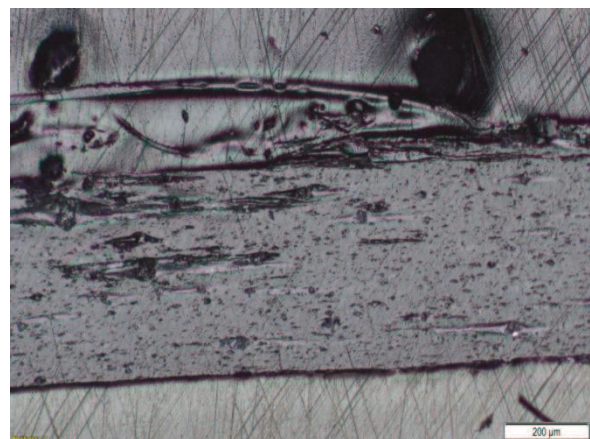
Obrázek 50: Vzorek 140, světlé pole, 100x

Při 140 °C (obr. 50 a 51) dochází i k příčnému porušování – materiál se třepí na tenká vlákna, která praskají. Zde je nejlépe viditelné, že podélné praskliny vznikají v okolí částic, které jsou přítomné v matici. Tyto částice budou identifikovány níže v kapitole „Skenovací elektronová mikroskopie“.

Při 160 °C (viz obrázek 52), kdy byl materiál namáhán při teplotě blízké teplotě tání, je patrné zmírnění procesů porušování. Zvýšená houževnatost materiálu zde kompenzuje vrubový účinek cizích částic a členitého povrchu.



Obrázek 51: Vzorek 140, světlé pole, 50x



Obrázek 52: Vzorek 160, světlé pole, 50x

## 8.2 Skenovací elektronová mikroskopie

Metody skenovací elektronové mikroskopie bylo použito pro studium morfologie lomových ploch a pro odlišení oblastí s rozdílným chemickým složením na výbrusu.

### 8.2.1 Použité přístroje a zařízení

#### Skenovací elektronový mikroskop Zeiss Evo MA 25

- zvětšení 5x až 1 000 000x
- rozlišení až 1,9 nm (pro zpětně odražené elektrony)
- urychlovací napětí elektronů 0,2 až 30 kV
- maximální průměr vzorku 300 mm, maximální výška 210 mm

### 8.2.2 Příprava vzorků a podmínek experimentu

Pozorování elektronovým mikroskopem byl podroben již hotový výbrus materiálu v základním stavu v epoxidové pryskyřici.

Vzorky pro studium lomových ploch byly odebrány ze zkušebních těles namáhaných při 20, 40 a 60 °C. Jedná se o druhé poloviny vzorků, z nichž byly zhotoveny výbrusy pro světelnou mikroskopii.

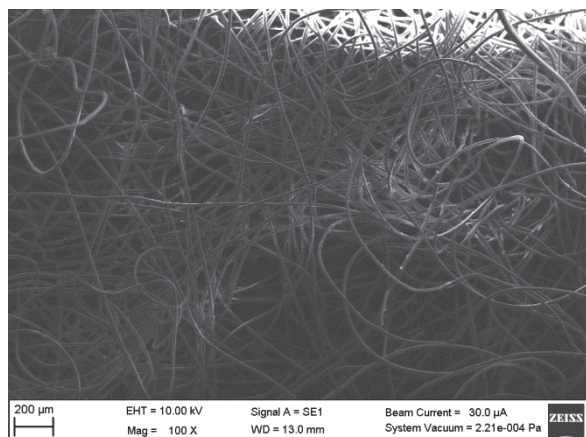
Označení vzorku	Popis	Teplota při zkoušce tahem [°C]
00	základní stav – zalito v epoxidu	–
20L	vzorek s lomovou plochou	20
40L		40
60L		60

Tabulka 10: Přehled vzorků pro elektronovou mikroskopii

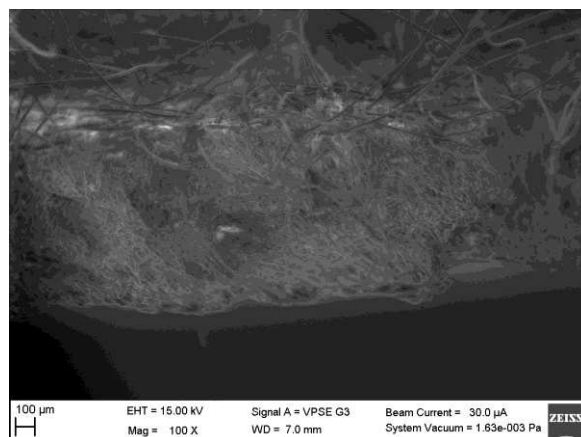


Obrázek 53: Vzorek 60L

Vzhledem k tomu, že zkoumaný materiál je elektricky nevodivý, nebylo při použití vysoké úrovně vakua v komoře vzorku dosaženo uspokojivých výsledků (viz obr. 54). Na vzorku dochází k hromadění záporného náboje a na snímku vznikají oblasti se zvýšenou úrovní jasů.



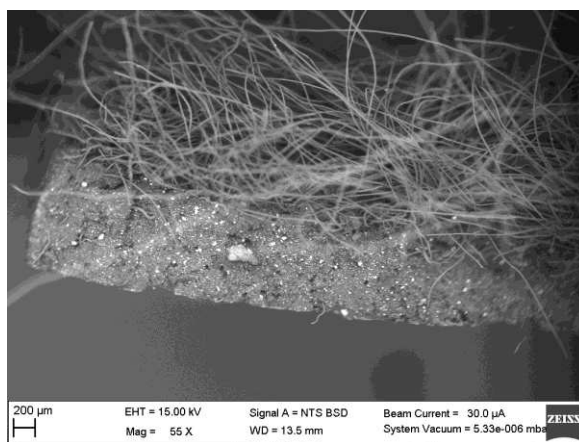
Obrázek 54: Vzorek 20L vysoké vakuum



Obrázek 55: Vzorek 20L, nízké vakuum, sekundární elektrony

Jev nabíjení se podařilo eliminovat v režimu nízkého vakua. Z komory vzorku byl nejprve odčerpán vzduch na úroveň vysokého vakua (řádově  $10^{-4}$  Pa). Následně byla komora napuštěna dusíkem na hodnotu tlaku 30 Pa. Záporný náboj tak byl částečně odváděn atmosférou uvnitř komory. Tento způsob je výhodný i z toho důvodu, že odpadá náročný proces pokrytí vzorku vodivou vrstvou, který by navíc mohl zakrýt drobné detaily povrchu.

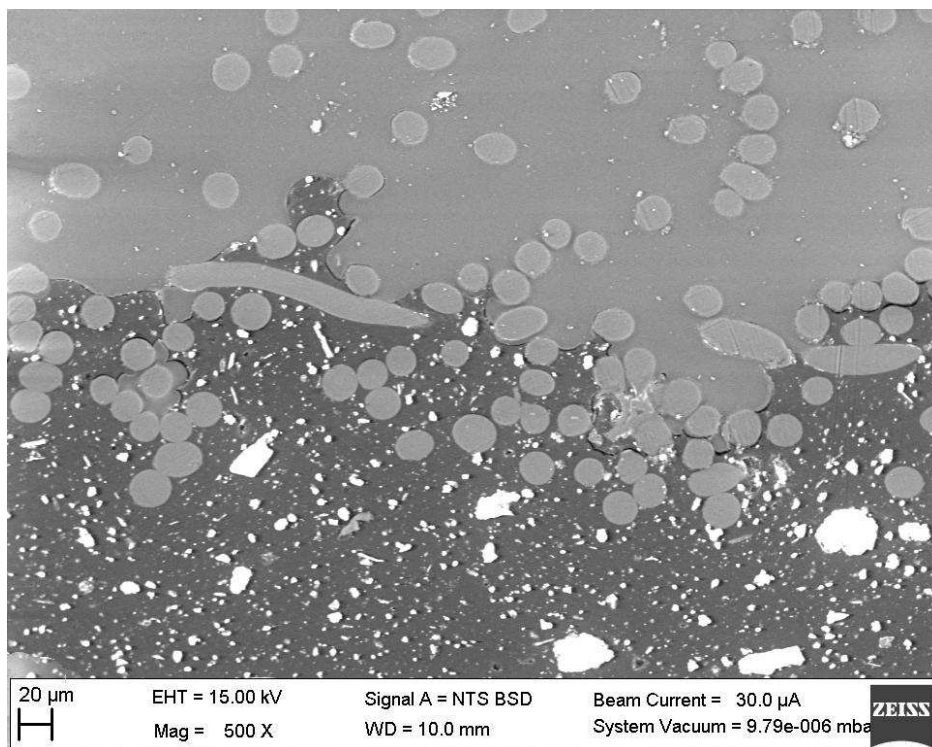
Obrázky 55 a 56 srovnávají použití detektoru sekundárních elektronů a detektoru zpětně odražených elektronů při pozorování vzorku 20L v nízkém vakuu. Zde je vidět, že jednoznačně kvalitnějších výsledků bylo dosaženo v druhém případě. Z tohoto důvodu byl následně při dokumentaci lomových ploch i výbrusu použit výhradně detektor zpětně odražených elektronů.



Obrázek 56: Vzorek 20L, nízké vakuum, zpětně odražené elektrony

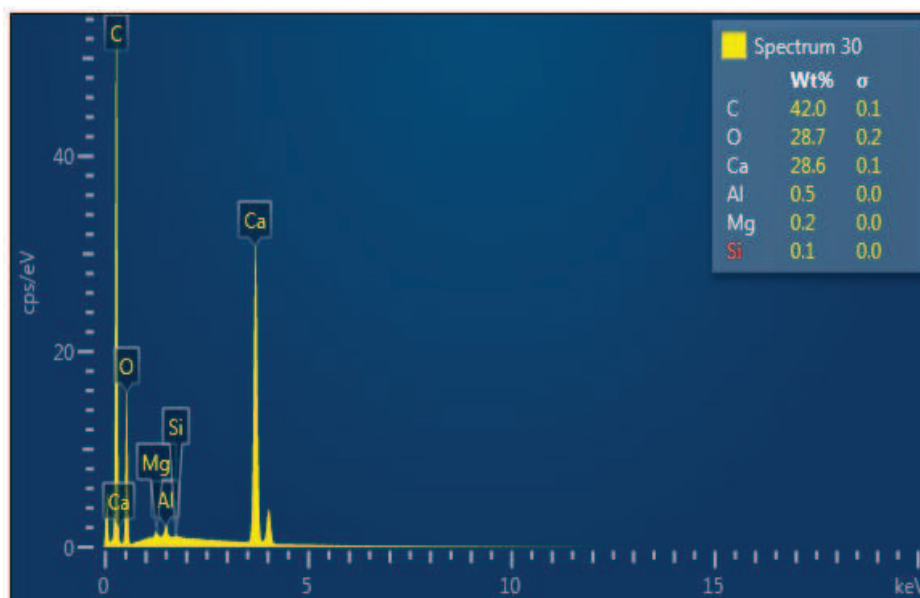
### 8.2.3 Výsledky

Obrázek 57 zachycuje výbrus materiálu v základním stavu. Zde je možné jasně rozlišit tři fáze kompozitu – černá matrice (kopolymer ethylen-propylen), šedá vlákna (PET) a bílé částice, které byly slabě patrné i na snímcích ze světelného mikroskopu (obr. 50). Tyto částice jsou rozptýleny rovnoměrně v celé ploše vzorku a jedná se pravděpodobně o plnivo. Jejich přibližné složení bylo určeno metodou energeticky disperzní rentgenové spektrometrie, která využívá primární rentgenové záření buzené dopadem urychlených elektronů na vzorek.



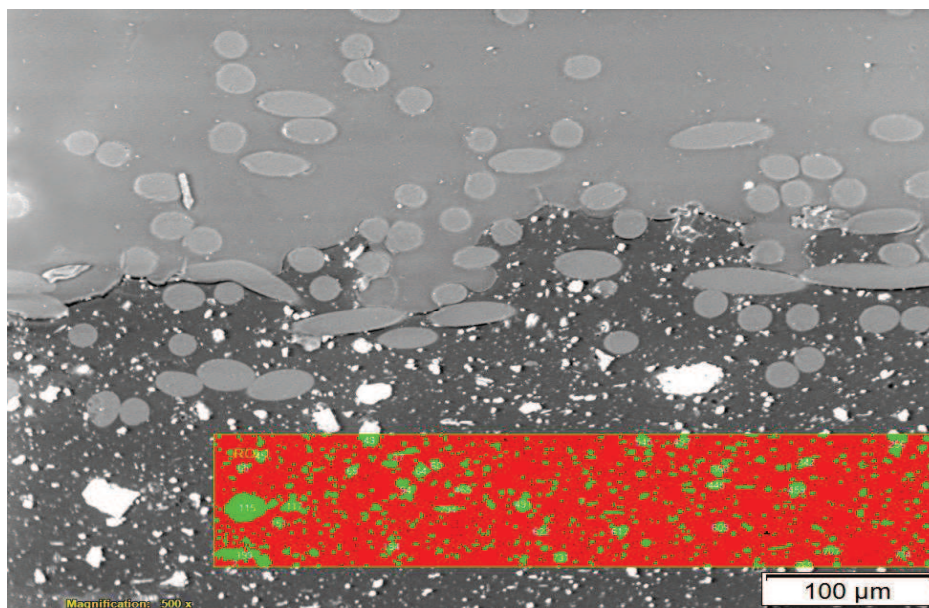
Obrázek 57: Vzorek 00, 500x

Výsledné spektrum částic plniva ukazuje obrázek 58. Zjištěné procentuální zastoupení prvků je pouze orientační, neboť měření v nízkém vakuu může být ovlivněno atmosférou v komoře vzorku. Nicméně výrazné zastoupení vápníku (28,6 % hmotnostních) napovídá, že by se mohlo jednat o uhličitan vápenatý, který se jako plnivo polymerů hojně používá. [1]



Obrázek 58: Rentgenové spektrum materiálu plniva

Dále bylo provedeno měření objemového podílu plniva v matrici. Bylo pořízeno deset snímků při zvětšení 500x, kde byly vybrány oblasti měření tak, aby se vyhnuly vláknům a případným nečistotám. Pomocí softwaru Olympus Stream Motion byly na snímku identifikovány sledované fáze a bylo provedeno vyhodnocení jejich podílu ve sledovaných oblastech. Ve stejných oblastech bylo provedeno i měření maximálního Feretova průměru částic plniva.

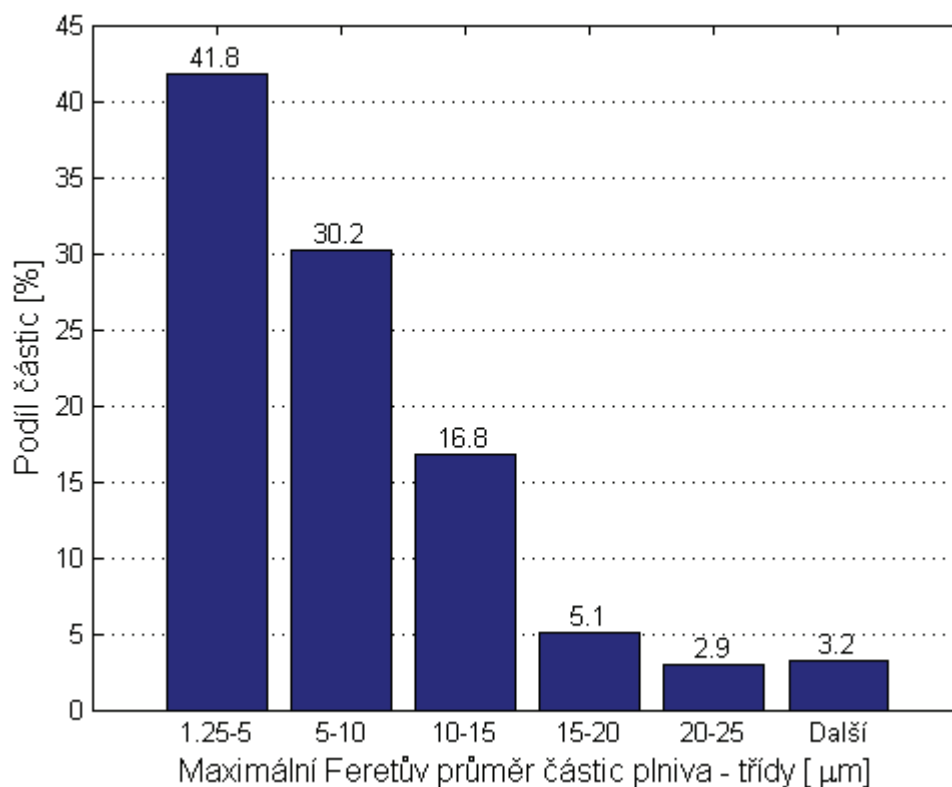


Obrázek 59: Vzorek 00, měření podílu fází, 500x

Naměřené hodnoty objemového podílu plniva se pohybují mezi deseti a dvaadvaceti procenty. Průměrné hodnoty maximálního Feretova průměru spadají do rozmezí 3,88 až 13,99  $\mu\text{m}$  (viz tabulka 11). Průměrné výsledky obou měření jsou značně zkresleny přítomností menšího počtu částic velkých rozměrů nepravidelně rozmístěných v matrici. Přehlednější informaci o zastoupení jednotlivých velikostních tříd částic plniva dle maximálního Feretova průměru podává histogram na obr. 60. Je patrné, že převážná většina částic (72 %) je menší než 10  $\mu\text{m}$ .

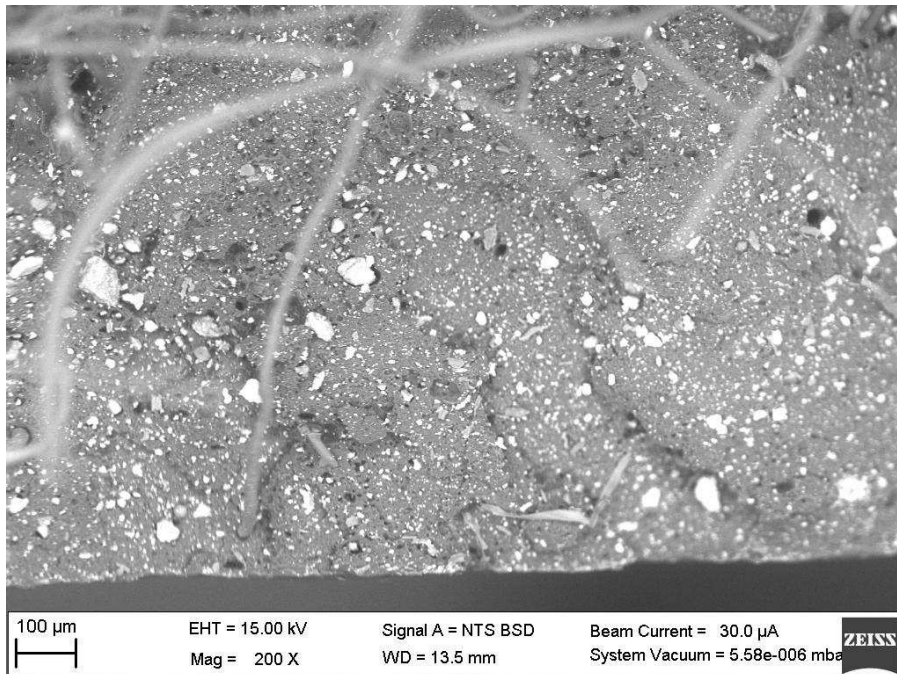
Č. měření	Objemový podíl [%]	Maximální Feretův průměr [ $\mu\text{m}$ ]			
		Průměr	Směrodatná odchylka	Maximum	Minimum
1	16,04	5,57	4,28	37,14	2,49
2	14,84	5,85	4,82	50,40	6,23
3	14,08	13,99	6,23	67,41	6,23
4	14,75	13,01	7,72	61,91	1,25
5	12,66	4,38	3,93	31,09	2,49
6	10,33	6,17	3,74	25,31	1,25
7	21,48	3,88	5,52	67,86	1,25
8	14,02	4,43	4,61	35,69	1,25
9	19,63	4,92	6,04	36,73	1,25
10	13,01	4,22	3,78	31,12	1,25
průměr	15,1 ± 3,1				

Tabulka 11: Objemový podíl plniva v matrici, maximální Feretův průměr částic plniva – naměřené hodnoty

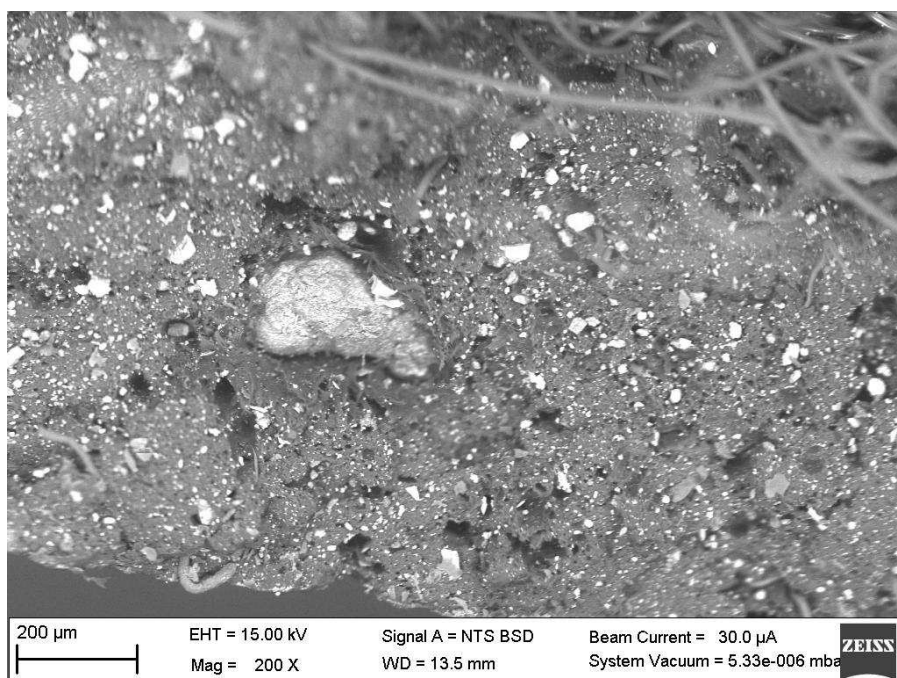


Obrázek 60: Procentuální zastoupení jednotlivých velikostních tříd částic plniva – hodnoty z deseti měření

Následující snímky ukazují lomové plochy vzorků 20L, 40L a 60L. Při 20°C a 40°C docházelo u materiálu ke křehkému i tvárnému lomu. Oblast křehkého lomu je zachycena na obrázcích 61 a 62. Lomová plocha je zde relativně rovná, patrné jsou drobné dutiny na rozhraní plniva a matrice.



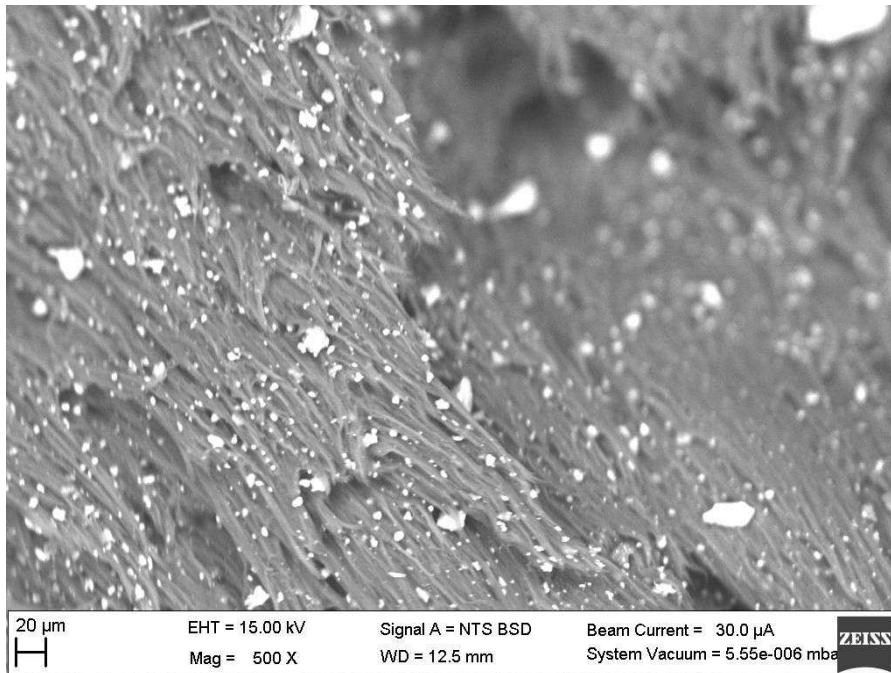
Obrázek 61: Vzorek 20L, oblast křehkého lomu, 200x



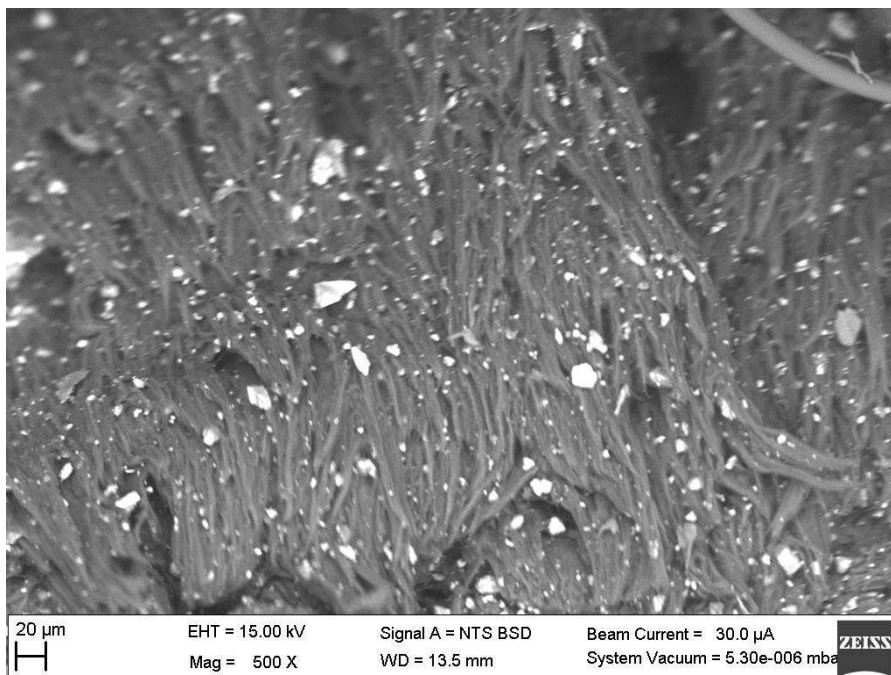
Obrázek 62: Vzorek 40L, oblast křehkého lomu, 200x



Snímky 63 a 64 zobrazují oblast tvárného lomu. Zde je vidět, jak se matrice třepila na jemné nitky orientované ve směru namáhání.

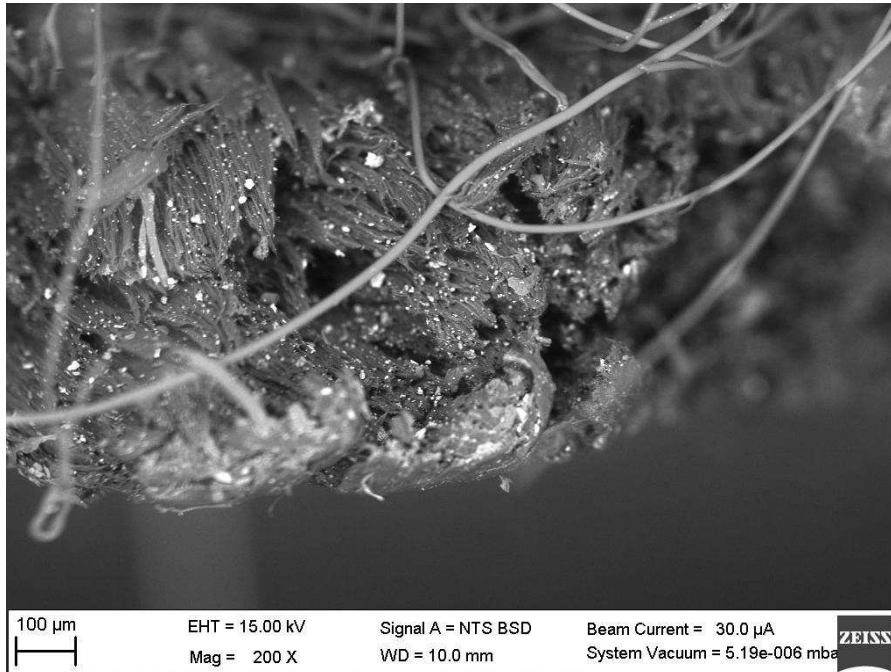


Obrázek 63: Vzorek 20L, oblast tvárného lomu, 500x



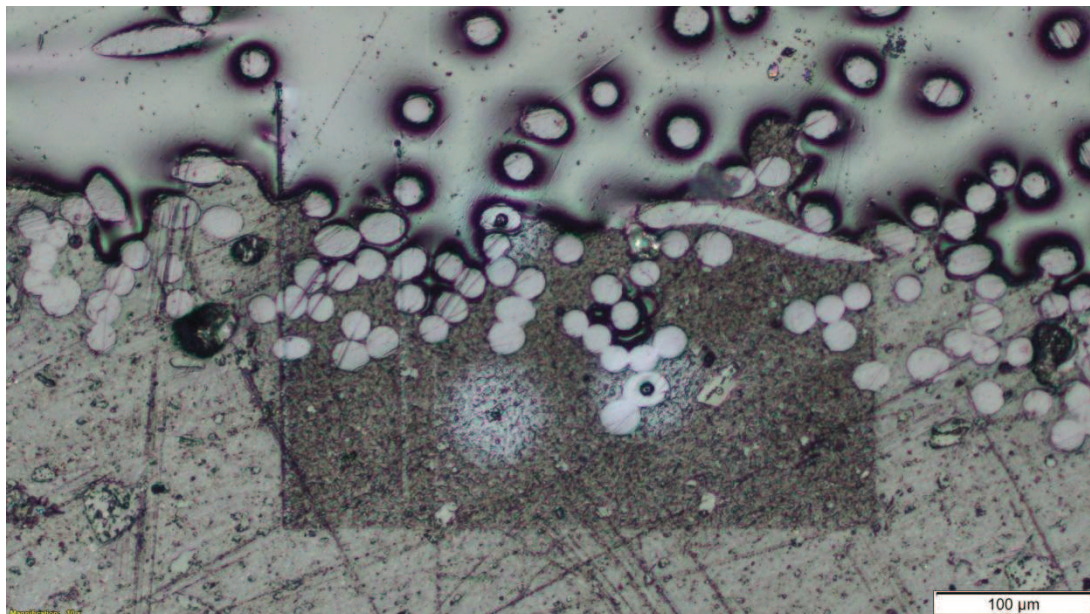
Obrázek 64: Vzorek 40L, oblast tvárného lomu, 500x

Na lomové ploše vzorku 60L namáhaného při 60 °C (viz obr. 65) již naprosto převažuje tvárný lom. Ten je také výrazně členitější než při nižších teplotách. Dochází k podélnému porušování. Tento fakt koresponduje s výrazným snížením modulu pružnosti po překročení 40 °C, viz kapitola „Zkouška tahem“.



Obrázek 65: Vzorek 60L, lomová plocha, 200x

Při pozdější prohlídce vzorku 00 pod světelným mikroskopem byly na výbrusu nalezeny oblasti, kde došlo k natažení povrchu materiálu elektronovým svazkem (obr. 66).



Obrázek 66: Vzorek 00, světlé pole, 100x, ovlivnění elektronovým svazkem

## 9 Diskuze výsledků

Z metodického hlediska je výsledek experimentu následující:

Podarilo se nalézt vhodný způsob přípravy vzorků kompozitního materiálu na polymeroorganické bázi pro světelnou mikroskopii. Jako fixační hmota se osvědčila epoxidová pryskyřice. Příprava výbrusů probíhala pouze broušením na kotoučích s diamantovým brusivem do zrnitosti 1200. Výbrusy byly zhotoveny z nedeformovaných i deformovaných vzorků. Epoxidová pryskyřice zaručí kvalitní vyplnění prostor mezi vlákny i jemných trhlin deformované struktury a tím přispívá k snadné identifikaci jednotlivých detailů.

V případě elektronové mikroskopie bylo kvalitních výsledků dosaženo použitím nízkého vakua (30 Pa) v komoře vzorku a detektoru zpětně odražených elektronů. Komplikací je zde pouze ovlivnění povrchu materiálu elektronovým svazkem, které bylo pozorováno na výbrusu v epoxidové pryskyřici.

Pro zkoumaný materiál lze pak uvést následující zjištění:

Pomocí termických analýz a infračervené spektrometrie byl materiál matrice identifikován jako kopolymer ethylen-propylen a materiál textilie jako polyethylentereftalát.

Průměrná hodnota meze pevnosti v tahu při pokojové teplotě je 17 MPa, průměrný modul pružnosti v tahu je 1150 MPa. Lze předpokládat, že přítomnost druhé fáze kompozitu (PET vlákna) výslednou pevnost snižuje tím, že vnáší vrubový účinek. První výrazný pokles pevnostních charakteristik nastal při 60 °C.

Průměr vláken PET textilie změřený na snímcích ze světelného mikroskopu je  $20 \pm 2 \mu\text{m}$ .

Na výbrusech vzorků z tahových zkoušek byly sledovány změny charakteru deformace v závislosti na teplotě. Do 40 °C je matrice křehká, patrně jsou praskliny v celé ploše vzorku, šíří se kolmo na směr zatěžování. Iniciátory porušení jsou vruby na povrchu s vlákny. Od 60 °C je materiál tvárný, trhliny vznikají uvnitř, orientují se podélně, tedy shodně se směrem namáhání. Iniciátory porušení jsou částice plniva. Maximální poškození bylo pozorováno při 140 °C. Další zvýšení teploty má patrně za následek nárůst houževnatosti a zmírnění procesu porušování.

Snímky pořízené elektronovým mikroskopem prokázaly přítomnost třetí fáze – plniva. Metodou rentgenové spektrometrie bylo zjištěno, že jde pravděpodobně o uhličitán vápenatý. Průměrný objemový podíl částic plniva byl stanoven na  $15,1 \pm 3,1$  %. Maximální Feretův průměr 70 % částic je menší než 10  $\mu\text{m}$ . Ve struktuře se vyskytuje i malé procento výrazně větších částic o maximálním Feretově průměru až 67  $\mu\text{m}$ . Jak napověděly snímky ze světelného mikroskopu, tyto částice by mohly způsobovat nežádoucí porušení materiálu při jeho dalším zpracování.

Snímky lomových ploch potvrdily výsledky tahových zkoušek i světelné mikroskopie. Materiál začíná ztrácet své původní vlastnosti mezi 40 a 60 °C. Dochází k prvnímu výraznému poklesu pevnosti, nárůstu tažnosti i plasticity.

## 10 Závěr

V rámci této práce byla navržena metodika pro metalografické hodnocení kompozitů na polymero-organické bázi a následně byla otestována na experimentálním materiálu. Výše popsanými postupy bylo dosaženo uspokojivých výsledků při pořizování obrazové dokumentace vzorků ve formě výbrusů i lomových ploch. Pořízené snímky byly podrobeny obrazové analýze (měření podílu fází, měření rozměrů částic). Jako námět pro další výzkum připadá v úvahu optimalizace parametrů pozorování elektronovým mikroskopem tak, aby se zmírnilo nebo zamezilo poškození vzorku elektronovým svazkem.

Dále byla nastíněna metoda hodnocení postupných změn mechanismu porušování materiálu v závislosti na teplotě. Výsledky této metody by před případným využitím v praxi bylo nutné ověřit na větším počtu vzorků, aby se potvrdila nebo vyvrátila hypotéza uvedená v diskuzi výsledků.

Experiment s pozitivním výsledkem prověděl možnosti přístrojového vybavení metalografické laboratoře RTI při práci s polymerními kompozity. Získané zkušenosti by bylo možné aplikovat na řešení konkrétních problémů spojených s výrobou nebo zpracováním daného typu materiálu.

## Citovaná literatura

- [1]. JANČÁŘ, JOSEF. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2003. ISBN: 80-214-2443-5.
- [2]. EHRENSTEIN, GOTTFRIED W. *Polymerní kompozitní materiály*. Praha : Scientia, 2006. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [3]. PETRIE, EDWARD M. globalspec.com. [Online]  
<http://www.globalspec.com/reference/60915/203279/chapter-2-epoxy-resin-chemistry>.
- [4]. BARBEO, EVER J. *Introduction to composite materials design*. Boca Raton : CRC Press, 2011.
- [5]. WILSON, DOUG, STENZENBERGER, HORST D. A HERGENROTHER, PAUL M. *Polyimides*. New York : Springer Science & Business Media, 2013. ISBN 978-94-010-96-63-8.
- [6]. JANOVEC, JIŘÍ, CEJPL, JIŘÍ A STEIDL, JOSEF. *Perspektivní materiály*. Praha : České vysoké učení technické v Praze, 2008.
- [7]. [Online] [http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/08/6\\_kompozitni-materialy.pdf](http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/08/6_kompozitni-materialy.pdf).
- [8]. textilelearner.blogspot.cz. [Online]  
<http://textilelearner.blogspot.cz/2013/01/polypropylene-fiber-and-its.html>.
- [9]. csrbraids.com. [Online] <http://csrbraids.com/index.php/hi-tech-fibers.html>.
- [10]. fiber-line.com. [Online] <http://www.fiber-line.com/en/fibers/zylon-pbo>.
- [11]. oskole.sk. [Online] <http://www.oskole.sk/pages/printpage.php?clanok=4711>.
- [12]. chemistry.about.com. [Online] <http://chemistry.about.com/od/polymers/a/How-Teflon-Sticks-To-Nonstick-Pans.htm>.
- [13]. HARGITAI, HAJNALKA A RÁCZ, ILONA. *Polymer composites, Volume 1: Macro and microcomposites*. Weinheim : Wiley-VCH, 2012. ISBN 978-3-527-32624-2.
- [14]. PETERS, S.T. *Handbook of Composites*. místo neznámé : Springer Science & Business Media, 2013. ISBN 978-0-412-54020-2.
- [15]. dsm.com. [Online] [http://www.dsm.com/products/dyneema/en\\_GB/home.html](http://www.dsm.com/products/dyneema/en_GB/home.html).
- [16]. sternandstern.com. [Online] <http://www.sternandstern.com/category/54/Teflon-Fabric.html>.
- [17]. gore-tex.cz. [Online] <http://www.gore-tex.cz/cs-cz/technologie/co-je-gore-tex>.
- [18]. WESTON, NORMAN A WALLENBERG, FREDERICK T. *Natural Fibers, Plastics and Composites*. New York : Springer Science & Business Media, 2011. ISBN 978-1-4419-9050-1.
- [19]. matweb.com. [Online] <http://www.matweb.com/reference/izod-impact.aspx>.
- [20]. sciepub.com. [Online] <http://pubs.sciepub.com/ajme/3/4/5/figure/2>.
- [21]. ptli.com. [Online] <http://www.ptli.com/testlopedia/tests/BarcolHardness-d2583.asp>.
- [22]. BERGMAN, TIM, HEIMBS, SEBASTIAN A MAIER, MARTIN. Mechanical properties and energy absorption capability of woven fabric composites under 45° off axis tension. *Composite Structures*. Únor 2015.

- [23]. SERETIS, G.V. On the strength and failure mechanism of woven para-amid protection fabrics. *Mechanics of Materials*. Březen 2016.
- [24]. Microscopy of Composites. *welshcomposites.co.uk*. [Online] leden 2011. [www.welshcompositec.co.uk](http://www.welshcompositec.co.uk).
- [25]. Nikon. *Základní metody světelné mikroskopie*. Brno : autor neznámý, 2004.
- [26]. VODÁREK, VLASTIMIL. *Metody studia struktury*. Ostrava : VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5.
- [27]. KUBÍNEK, ROMAN, ŠAFÁŘOVÁ, KLÁRA A VŮJTEK, MILAN. *Elektronová mikroskopie*. Olomouc : Univerzita Palackého v Olomouci, 2011. ISBN 978-80-244-2739-3.
- [28]. ZADRAŽIL, MARTIN. *Zobrazování nevodivých preparátů metodou nenabíjecí elektronové mikroskopie*. Brno : Vysoké učeí technické v Brně, 2002. ISBN 80-214-2139-8.
- [29]. MADSEN, BO, ASLAN, MUSTAFA A LILHOLT, HANS. Fractographic observations of the microstructural characteristics of flax fibre composites. *Composites Science and Technology*. 2016, 123.
- [30]. BABKOVÁ, PETRA. Využití strukturálních analýz při charakterizaci tepelného rozkladu elektroizolačních materiálů. *Diplomová práce*. Plzeň : ZČU, 2013.
- [31]. SUŠÍR, JOSEF. Aspekty určení stavu exponovaného dvousložkového kompozitu. *Disertační práce*. Plzeň : ZČU, 2010.
- [32]. Termická analýza – termogravimetrie. *Chempoint*. [Online] 2011. <http://www.chempoint.cz/kucerik-1>.
- [33]. ZEMEROVÁ, ALENA. Diplomová práce. *DSC analýza léčiv*. Hradec Králové : Univerzita Karlova v Praze, 2006.
- [34]. NĚMCOVÁ, IRENA, ČERMÁKOVÁ, LUDMILA A RYCHLOVSKÝ, PETR. *Spektrometrické analytické metody*. Praha : Univerzita Karlova v Praze, 2004. ISBN 80-246-0776-X.
- [35]. RACEK, STANISLAV. Diplomová práce. *Využití infračervené spektrometrie v rámci hasičského záchranného sboru*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, 2012.
- [36]. Heavy snow: IR spectroscopy of isotope mixed crystalline water ice . *Royal Society of Chemistry*. [Online] 2016. <http://pubs.rsc.org/is/content/articlelanding/2016/cp/c5cp06756a>.
- [37]. Zwick/Roell Z250 strength testing device. *Experts and Equipment: Instytut Metalurgii Żelaza*. [Online] [http://www.imz.pl/en/news/BL\\_\\_\\_Department\\_of\\_Investigations\\_of\\_Properties/Zwick\\_Roell\\_Z250\\_strength\\_testing\\_device\\_\\_strength/\[30,291,,,\]](http://www.imz.pl/en/news/BL___Department_of_Investigations_of_Properties/Zwick_Roell_Z250_strength_testing_device__strength/[30,291,,,]).
- [38]. GOMEZ DEL RÍO, T., SALAZAR, A. A RODRÍGUEZ, J. Effect of strain rate and temperature on tensile properties of ethylene-propylene block copolymers. *Materials and Design*. 2012.
- [39]. Ethylene-Propylene rubbers and elastomers. *International Institute of Synthetic Rubber Producers, Inc*. [Online] <http://www.iisrp.com/webpolymers/10epdmsep11.pdf>.

## Seznam obrázků

Obrázek 1: Epoxidová skupina [3].....	6
Obrázek 2:Příklady uspořádání vláknové výztuže v kompozitech a) jednosměrné uspořádání b) tkanina c) rohož d) víceosá výztuž z kontinuálních vláken e) krátká vlákna jednosměrně orientovaná f) krátká vlákna s nahodilou orientací [7] .....	9
Obrázek 3: Základní vazby tkanin: a) plátno b) kepr c) atlasová vazba [8].....	9
Obrázek 4.: Struktura molekuly aramidu (aromatického polyamidu) [2] .....	9
Obrázek 5. Struktura molekuly PBO [10].....	10
Obrázek 6: Struktura molekuly polyetyleny [11].....	10
Obrázek 7: Struktura molekuly polyesterového vlákna [10] .....	11
Obrázek 8: Struktura molekuly polypropylenu [8] .....	11
Obrázek 9: Struktura molekuly polytetrafluorethylenu [12].....	11
Obrázek 10: Příklad zkušebního tělesa pro zkoušku tahem jednosměrně, izotropně a anizotropně vyztuženého polymerního kompozitu dle doporučení ČSN EN ISO 527 [2] .....	17
Obrázek 11: Namáhání NOL-kroužků prostřednictvím kovových segmentů při zkoušce tahem. [2] .....	18
Obrázek 13: Zařízení pro zkoušení rázové houževnatosti IZOD [19] .....	18
Obrázek 14: Znázornění principu zkoušky retenční schopnosti děr [20].....	19
Obrázek 15: Znázornění principu zkoušky smykové pevnosti kompozitního materiálu. [1] ..	19
Obrázek 16: Přístroj pro měření tvrdosti Barcol [21] .....	20
Obrázek 17: Vzorek pro zkoušku tahem tkaného kompozitu (rozměry uvedeny v mm) s naznačenou orientací vláken. Tloušťka vzorku t závisí na parametrech konkrétního materiálu. [22].....	21
Obrázek 18: Mikroskopický snímek vláknového kompozitu a) světlé pole b) tmavé pole c) fázový kontrast d) polarizované světlo [24].....	22
Obrázek 19: Schéma skenovacího elektronového mikroskopu s termoemisní tryskou [27] ...	24
Obrázek 20: Snímek lomové plochy vláknového kompozitu pořízený pomocí skenovací elektronové mikroskopie [29] .....	25
Obrázek 21: Křivky TGA (černá) a DTG (červená), testovaná sloučenina: šřavelan vápenatý. [32] .....	26
Obrázek 22: Znázornění DSC křivky [33] .....	27
Obrázek 23: Příklad infračerveného spektra - závislost absorpance na vlnočtu záření [36]....	28
Obrázek 24: Experimentální materiál .....	29
Obrázek 25: TGA křivka vzorku fólie .....	31
Obrázek 26: DSC křivky dvou vzorků fólie.....	32
Obrázek 27.: Infračervené spektrum materiálu fólie (matrice).....	33
Obrázek 28:Infračervené spektrum materiálu textilie (vláken).....	33

Obrázek 29: Rozměry zkušebního tělesa pro zkoušku tahem.....	34
Obrázek 31: Vzorek a zalévací forma.....	33
Obrázek 32: Výbrus vzorku v epoxidové pryskyřici .....	37
Obrázek 33: Vzorek 00- celkový pohled.....	38
Obrázek 34: Vzorek 00, 50x.....	35
Obrázek 35: Vzorek 00, 100x .....	38
Obrázek 36: Vzorek 00, 200x.....	35
Obrázek 37: Vzorek 00, 500x .....	39
Obrázek 38: Vzorek 00, měření průměrů vláken .....	39
Obrázek 39: Průměry vláken - histogram .....	40
Obrázek 40: Vzorek 20, světlé pole, 50x.....	36
Obrázek 41: Vzorek 20, tmavé pole, 50x.....	40
Obrázek 42: Vzorek 40, světlé pole, 50x.....	37
Obrázek 43, vzorek 40, tmavé pole, 50x.....	41
Obrázek 44: Vzorek 60, světlé pole, 50x.....	37
Obrázek 45: Vzorek 60, tmavé pole, 50x.....	41
Obrázek 46: Vzorek 20, oblast lomu 50x.....	38
Obrázek 47: Vzorek 40, oblast lomu, 50x.....	42
Obrázek 48: Vzorek 60, oblast lomu, 50x.....	38
Obrázek 49: Vzorek 80, světlé pole, 50x .....	42
Obrázek 50: Vzorek 100, světlé pole, 50x.....	38
Obrázek 51: Vzorek 120, světlé pole, 50x .....	42
Obrázek 52: Vzorek 140, světlé pole, 100x .....	43
Obrázek 53: Vzorek 140, světlé pole, 50x.....	39
Obrázek 54: Vzorek 160, světlé pole, 50x .....	43
Obrázek 55: Vzorek 60L.....	44
Obrázek 56: Vzorek 20L vysoké vakuum.....	41
Obrázek 57: Vzorek 20L, nízké vakuum, sekundární elektrony.....	45
Obrázek 58: Vzorek 20L, nízké vakuum, zpětně odražené elektrony .....	45
Obrázek 59: Vzorek 00, 500x .....	46
Obrázek 60: Rentgenové spektrum materiálu plniva .....	47
Obrázek 61: Vzorek 00, měření podílu fází, 500x .....	47
Obrázek 62: Procentuální zastoupení jednotlivých velikostních tříd částic plniva – hodnoty z deseti měření.....	48
Obrázek 63: Vzorek 20L, oblast křehkého lomu, 200x .....	49
Obrázek 64: Vzorek 40L, oblast křehkého lomu, 200x .....	49
Obrázek 65: Vzorek 20L, oblast tvárného lomu, 500x .....	50
Obrázek 66: Vzorek 40L, oblast tvárného lomu, 500x .....	50



Obrázek 67: Vzorek 60L, lomová plocha, 200x .....	51
Obrázek 68: Vzorek 00, světlé pole, 100x, ovlivnění elektronovým svazkem .....	51

## Seznam tabulek

Tabulka 1: Vlastnosti vybraných termoplastických materiálů pro matrice polymerních kompozitů (*mez kluzu) [4] .....	8
Tabulka 2: Mechanické vlastnosti vybraných syntetických organických (polymerních) vláken [4] .....	12
Tabulka 3: Mechanické vlastnosti nejpoužívanějších přírodních vláken [2] .....	12
Tabulka 4: Komponenty z polymerních kompozitů s přírodními vlákny v interiéru vozu Mercedes-Benz řady C [18] .....	15
Tabulka 5: Zastoupení polymerních kompozitů s přírodními vlákny v interiérech vybraných automobilů [18] .....	15
Tabulka 6: Průměrné hodnoty mechanických vlastností zjištěných zkouškou tahem, (*k lomu nedošlo) .....	35
Tabulka 7: Parametry přípravy výbrusů .....	37
Tabulka 8: Přehled vzorků pro světelnou mikroskopii .....	38
Tabulka 9: Průměry vláken – naměřené hodnoty .....	40
Tabulka 10: : Přehled vzorků pro elektronovou mikroskopii .....	44
Tabulka 11: Objemový podíl plniva v matrici, maximální Feretův průměr částic plniva - naměřené hodnoty .....	48