

Reaktoplastické lisovací hmoty

Bc. Iva Hartlová

Diplomová práce
2015



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Iva Hartlová**
Osobní číslo: **T13602**
Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**
Studijní obor: **Inženýrství polymerů**
Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Reaktoplastické lisovací hmoty**

Zásady pro vypracování:

- 1) Vypracujte literární studii na téma reaktoplastických lisovacích hmot (BMC)
- 2) Na základě literární studie navrhnete vhodný laboratorní způsob přípravy lisovacích hmot a navrženým postupem připravte směsi BMC
- 3) Připravené směsi vylisujte
- 4) Vyhodnoťte vizuální vlastnosti vylisku
- 5) Diskutujte dosažené výsledky

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1) Jančář, J.: Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů. VUT Brno, 2003, ISBN 80-214-2443-5.

2) Ehrenstein, G. W., Polymerní kompozitní materiály. Scientia 2009, ISBN 978-80-86960-29-6.

4) Odborné články a publikace dostupné v databázích knihovny UTB

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Simona Mrkvičková, Ph.D.

Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání diplomové práce:

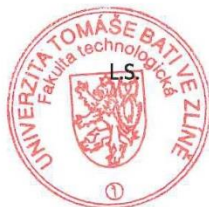
16. ledna 2015

Termín odevzdání diplomové práce:

15. května 2015

Ve Zlíně dne 2. března 2015


doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan




Ing. Lubomír Beníček, Ph.D.
ředitel ústavu

Příjmení a jméno: *HARTLOVA IVA*

Obor: *INŽENÝRSTVÍ
POLYMERŮ*

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně *6.5.2015*

..... *Hartlova*

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlídně k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Diplomová práce se v teoretické části zabývá popisem jednotlivých složek kompozitu a jejich klasifikací obecně a posléze je uvedeno složení, výroba a běžné zpracování samotné BMC směsi. V praktické části se práce věnuje samotné přípravě BMC směsí v podmínkách školní laboratoře a následně pozorování jejich vlastností v závislosti na složení a přípravě směsi. Všechny tyto výsledky jsou porovnávány se standardní směsí, používané pro výrobu světlometů.

Klíčová slova: reaktoplasty, kompozit, polyesterové pryskyřice, skelná výztuž, částicové plnivo, lisování, BMC

ABSTRACT

The diploma thesis describes individual components of the composite and their classification and then shows the composition, production and common processing of BMC blend in its theoretical part. The practical part is dedicated to the actual preparation of BMC blends in terms of school laboratories and then observing their properties depending on the composition and preparation of the blend. All these results are compared with the standard blend used for the production of headlights.

Keywords: thermosets, composite, polyester resins, glass reinforcement, particulate filler, compression molding, BMC

Velice děkuji svojí vedoucí práce Ing. Simoně Mrkvičkové, Ph.D. za odborné vedení, poskytování cenných rad, připomínek a doporučení. Děkuji za její ochotu a čas, který mi při zpracování diplomové práce věnovala. Dále bych chtěla poděkovat svému nadřízenému Mariánovi Kaholkovi, Ph.D. za možnost využití laboratorního vybavení pro účely mé diplomové práce a také kolegovi Ing. Petrovi Veselému za rady a doporučení ohledně vyhodnocování výsledků mechanických zkoušek. A v neposlední řadě také děkuji své rodině za morální podporu, pomoc a bezesporu také za trpělivost během psaní práce.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské/diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

OBSAH

ÚVOD	11
I TEORETICKÁ ČÁST	13
1 KOMPOZITNÍ MATERIÁLY	14
1.1 SLOŽENÍ KOMPOZITNÍCH MATERIÁLŮ	15
1.2 KLASIFIKACE KOMPOZITNÍCH MATERIÁLŮ	15
1.3 MATRICE	17
1.3.1 Kompozity s termoplastickou maticí	18
1.3.2 Kompozity s reaktoplastickou maticí	19
1.4 VÝZTUŽ.....	20
1.4.1 Krátkovláknové kompozity	21
1.5 VLÁKNA	22
1.5.1 Typy vláken.....	22
1.5.1.1 Skleněná vlákna	22
1.5.1.2 Aramidová vlákna	25
1.5.1.3 Uhlíková vlákna	26
1.5.2 Vyztužující účinky krátkých vláken.....	26
1.6 HYBRIDNÍ KOMPOZITY	27
1.7 POŠKOZENÍ KOMPOZITŮ	27
1.7.1 Přetrhávání vláken.....	28
1.7.2 Přetvoření a trhlinkování matrice	28
1.7.3 Oddělování vláken	29
1.7.4 Vytahování vláken	29
1.7.5 Delaminace.....	29
2 NENASYCENÉ POLYESTEROVÉ PRYSKYŘICE	30
2.1 POLYESTERY OBECNĚ	30
2.2 NENASYCENÉ POLYESTEROVÉ PRYSKYŘICE (UP)	30
2.3 PŘÍPRAVA NENASYCENÝCH POLYESTEROVÝCH PRYSKYŘIC.....	31
2.3.1 Polyesterifikace	31
2.3.2 Rozpuštění nenasyceného polyesteru v reaktivním monomeru	33
3 BULK MOULDING COMPOUND - BMC	34
3.1 STRUKTURA A SLOŽENÍ SMĚSI	35
3.1.1 Polyesterová matrice	36
3.1.2 Plnivo - CaCO ₃	36
3.1.3 Výztuž – skelná vlákna	38
3.1.4 „Low-Profile“ aditiva.....	39
3.1.5 Separátor – release agent.....	40
3.2 VÝROBA BMC	41
3.2.1 Zrání směsi	42
3.3 ZPRACOVÁNÍ BMC	43
3.3.1 Lisování BMC za tepla.....	43
II PRAKTICKÁ ČÁST	46
4 POUŽITÉ MATERIÁLY	47

4.1	POLYESTEROVÁ PRYSKYŘICE E-96.....	47
4.2	LPA	47
4.3	DALŠÍ PŘÍPADY.....	48
5	PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH TĚLES.....	49
5.1	MÍCHÁNÍ BMC SMĚSI	49
5.2	HNĚTENÍ BMC SMĚSÍ.....	51
5.2.1	Receptura 1.....	52
5.2.2	Receptura 2 a 3.....	54
5.3	LISOVÁNÍ BMC.....	58
5.3.1	Vizuální kontrola výlisků.....	62
6	POUŽITÉ ZKUŠEBNÍ METODY	66
6.1	OPTICKÁ MIKROSKOPIE	66
6.2	STANOVENÍ OBSAHU TEXTILNÍHO SKLA A MINERÁLNÍHO PLNIVA – KALCINAČNÍ METODA	68
6.2.1	Princip metody	69
6.2.2	Příprava vzorků	69
6.3	STANOVENÍ OHYBOVÝCH VLASTNOSTÍ	69
6.3.1	Princip zkoušky	69
6.3.2	Zkušební přístroj	70
6.4	STANOVENÍ RÁZOVÉ HOUŽEVNATOSTI METODOU CHARPY	71
6.4.1	Základní pojmy a princip zkoušky	71
6.4.2	Přístroj pro měření rázové houževnatosti.....	72
7	VÝSLEDKY A DISKUZE.....	73
7.1	STANOVENÍ OBSAHU TEXTILNÍHO SKLA A MINERÁLNÍHO PLNIVA – KALCINAČNÍ METODA	73
7.1.1	Postup a výsledky zkoušky	73
7.1.2	Vyhodnocení a diskuze	76
7.2	SLEDOVÁNÍ SKELNÝCH VLÁKEN POMOCÍ OPTICKÉHO MIKROSKOPU	79
7.2.1	Míra degradace vláken v závislosti na délce hnětení	79
7.2.2	Tloušťka skelných vláken v jednotlivých směsích	82
7.3	STANOVENÍ OHYBOVÝCH VLASTNOSTÍ	84
7.3.1	Postup zkoušky a výsledky	84
7.3.2	Vyhodnocení a diskuze	93
7.4	STANOVENÍ RÁZOVÉ HOUŽEVNATOSTI METODOU CHARPY	97
7.4.1	Postup zkoušky a výsledky	97
7.4.2	Vyhodnocení a diskuze	97
	ZÁVĚR	100
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	102
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	106
	SEZNAM OBRÁZKŮ	107
	SEZNAM TABULEK.....	109
	SEZNAM PŘÍLOH.....	110

ÚVOD

Každý z nás je denně kompozity obklopen a můžeme říci i tvořen, protože celé naše tělo je tvořeno mnoha jejich typy, které utváří naše tkáně, svaly, cévy i kosti. Lidstvo samo také tento typ materiálu začalo využívat mnohem dříve, než vůbec nastalo povědomí o uměle připravených polymerech. Mluvím o předmětech, se kterými se denně setkáváme v běžném životě a to o dřevotřísece, překližkách, železobetonu nebo například o cihlách – tzv. vepřovicích, které jsou vyrobené z hlíny a slámy. Sláma zde funguje jako vyztužovací složka a hlína je složkou, držící slámu pohromadě. Tyto cihly dosahují až 3x lepších pevnostních charakteristik, než samotná nepálená hlína [1]. Tím se dostávám ke zjednodušené definici kompozitního materiálu, kdy jedna složka plní funkci výztuže, druhá zajišťuje vzájemné propojení vyztužovací složky a další složky mohou dodat požadované mechanické nebo optické vlastnosti. Podrobným složením a klasifikací kompozitních materiálů se tato práce zabývá ve své teoretické části.

Velký rozvoj kompozitů na bázi polymerů se datuje do 20. století, kdy se objevila v rámci průmyslového rozvoje poptávka po materiálech, dosahujících dobrých mechanických charakteristik, ale levnějších a lehčích, než je ocel a další kovy. Vznikaly proto první lamináty, jejichž široké spektrum využití proniklo do mnoha oblastí lidské výroby od vojenských aplikací přes automobilový průmysl, až po sportovní potřeby. V současnosti se v drtivé většině používají vlákna vyztužené materiály, které poskytují dostatečné mechanické vlastnosti a je možné je využít pro technicky jednoduché až po extrémně složité konstrukce. Pro zlevnění kompozitu se přidává většinou ještě další složka, kterou je minerální částicové plnivo. Vývoj kompozitů však určitě ještě není u konce a stále se objevují nové možnosti, jak tento systém využít. Jednou z těchto možností je systém BMC, což jsou krátko-vláknové kompozity určené pro zpracování lisováním.

Praktická část se bude věnovat přípravě celkem 7 směsím vycházejícím ze tří receptur, jejich zpracování a dalšímu zkoumání v porovnání s BMC směsí, standardně používanou v automobilovém průmyslu pro výrobu světlometů. Vzhledem k tomu, že součástí výroby je fáze, kdy dochází k destrukci vyztužujících vláken vmíchávaných do BMC směsi, budou na výliscích testovány hlavně mechanické vlastnosti – konkrétně chování materiálu při rázovém a ohybovém namáhání s ohledem na dobu trvání této výrobní fáze.

V neposlední řadě budou studovány také ztráty plniva a výztuže materiálu v procesu výroby oproti původním recepturám a již zmíněná míra degradace vláken. Všechny získané výsledky budou zpracovány a diskutovány ve zvláštní kapitole poznatkům věnované.

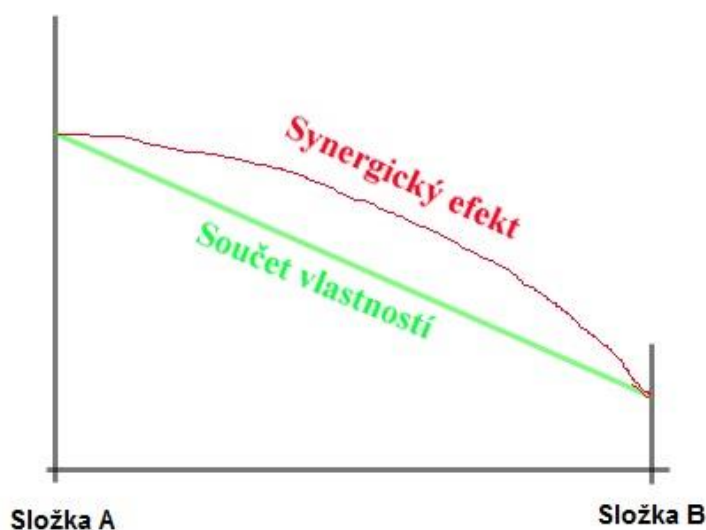
I. TEORETICKÁ ČÁST

1 KOMPOZITNÍ MATERIÁLY

Co je to vlastně kompozit? Existuje několik různých definicí. Nejstarší z nich uvádí, že jde o libovolný vícefázový materiál, který společně utváří pevnou látku. Příkladem takového kompozitu je dřevo, beton nebo litina. Další definice zase říká, že jednotlivé fáze si ponechávají své vlastnosti, ale v systému se uplatní pouze jejich přednosti a dojde k potlačení jejich nedostatků. Dalo by se tedy říci, že fáze, které kompozit utvářejí, se v něm doplňují svými užitnými vlastnostmi. [2]

Definice MIL – NASA (USA) kompozit popisuje jako kombinaci minimálně dvou materiálů, které tvoří výztužné elementy, výplň a spojovací matrice lišící se svým tvarem nebo složením. V kompozitu si jednotlivé složky sice zachovávají svoji identitu – tzn. vzájemně se nerozpouštějí ani neslučují, přestože na své okolí působí v součinnosti. Stále tedy může být každá ze složek identifikována a je mezi nimi patrné rozhraní. [2]

Existují i další definice popisující kompozit, ale pro účely diplomové práce je zbytečné je dále rozvádět. Pro shrnutí může být uvedeno, že kompozitní materiál je heterogenní pevná látka, složená nejméně ze dvou fází (přirodních, uměle vytvořených či jejich kombinací) s rozdílnými vlastnostmi a chemickým složením, kdy je snaha dosahovat vcelku takových vlastností, které samostatné složky nemají a nedá se jich dosáhnout ani jejich sumací. Cílem pro vytvoření kompozitu je tedy dosažení synergického (spolupracujícího efektu) jednotlivých složek (viz Obrázek 1). [2,3]



Obrázek 1 – Synergický účinek složek v kompozitu [2]

1.1 Složení kompozitních materiálů

Kompozit se obvykle skládá minimálně ze dvou složek. Bývá to nejméně jedna spojitá fáze, fungující jako pojivo a držící látku pohromadě – matrice. Další fáze již mohou být nespojitě a v kompozitu by měly být rovnoměrně rozptýlené. Takové složky se nazývají disperze, výztuže nebo také plniva. [4]

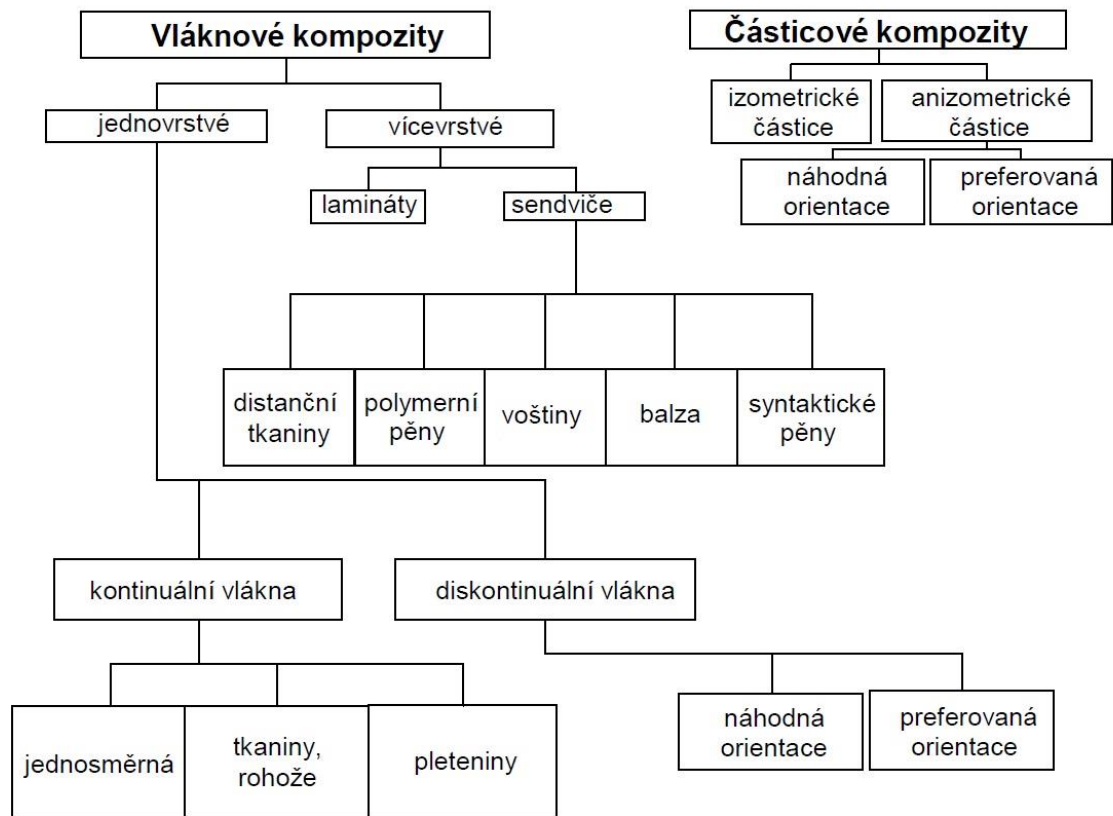
Obsah plniva musí být vyšší než 5%, aby mohl být materiál považován za kompozit. Nelze tedy považovat za kompozit plast obsahující malá procenta přísad, jakými mohou být barviva nebo pigmenty, stabilizátory, retardéry hoření, antioxidanty, antiozonanty a další. [5]

1.2 Klasifikace kompozitních materiálů

Existuje mnoho různých možností klasifikace kompozitů. Může se jednat například o rozdělení podle původu jednotlivých složek na přírodní a syntetické. Pro účely práce postačí rozdělení vycházející z tvaru a velikosti výztužné fáze. [5]

První skupinou jsou makrokompozity, které obsahují výztuž o velikosti příčného rozměru $10^0 - 10^2$ mm a využívají se hlavně ve stavebnictví. Jde například o železobeton (beton zpevněný ocelovými lany nebo pruty) nebo asfaltovou vozovku. [5]

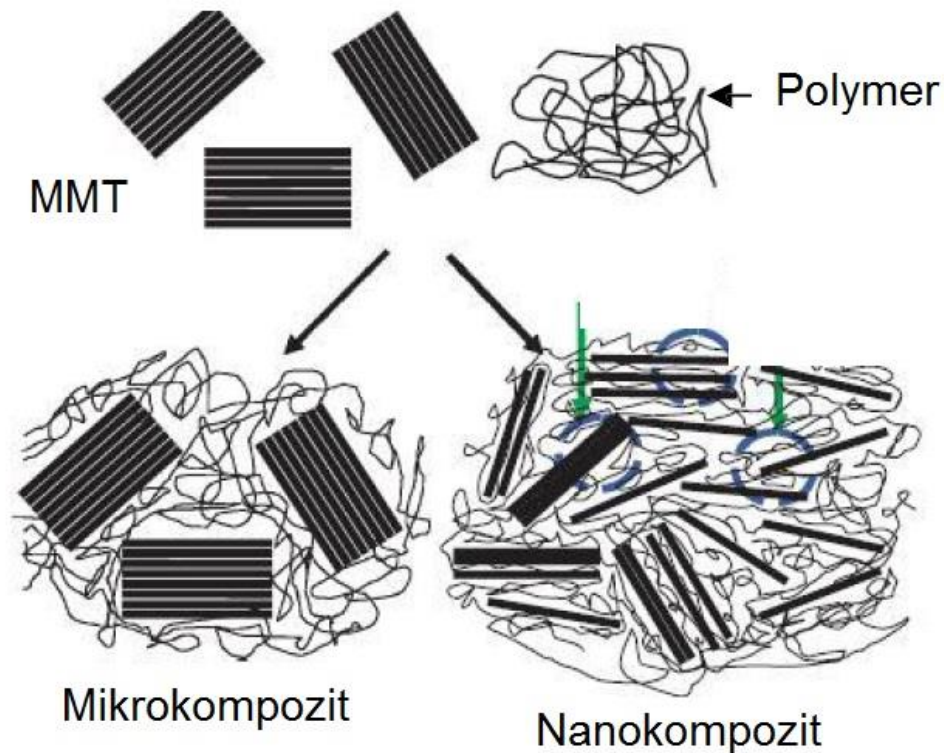
Další skupina – mikrokompozity mají největší význam v průmyslu, kde se příčný rozměr výztuže pohybuje v rozmezí $10^0 - 10^2$ μm . Rozdělení mikrokompozitních materiálů je z hlediska geometrie a orientace výztuže patrné z následujícího Obrázku 2. [5]



Obrázek 2 – Klasifikace kompozitů [5]

Poslední skupina kompozitů dle použité klasifikace nese název nanokompozity. Rozměr výztuže se pohybuje v jednotkách nm. Patří sem polymery plněné například destičkovými částicemi jílu – montmorillonitu a dalších fylosilikátů. Jako matrice se často využívá HDPE, LDPE, PP, polyamidy nebo PVDC. [6]

Rozdíl mezi mikro- a nanokompozitem lze vidět na Obrázku 3.



Obrázek 3 – Rozdíl mezi mikro- a nanokompozitem [5]

1.3 Matrice

Hlavní funkcí matrice je spojení výztužné fáze, její ochrana před okolními vlivy a to například abrazí a zprostředkování přenosu sil na výztuž s lepšími mechanickými vlastnostmi. Rozdělujeme přírodní, polymerní, kovové, skleněné, sklokeramické, keramické a uhlíkové typy matric. [5,8]

Ochrannou funkci by si měla matrice udržet i potom, co dojde k prvním narušením vláknité výztuže. Matrice je také výrazně flexibilnější než vlákna, její mezní prodloužení je zpravidla řádově vyšší než mezní prodloužení výztuže, zatímco pevnost v tahu je u všech matric až o dva řády nižší než u vláken – pozn.: Platí pouze pro polymerní typ matric. [5,7]

Mezi další funkce matrice patří podpora distribuce napětí, kontrola elektrických a chemických vlastností a zajištění interlaminární pevnosti. [8]

Jako polymerní matrice se používají jak reaktoplastické, tak termoplastické polymery. Termoplastické kompozity se využívají hlavně v aplikacích, kde je potřeba, aby výrobek měl vysokou houževnatost a chemickou odolnost. Výhodou tohoto typu kompozitu je také, že vyztužené dílce jsou za tepla tvarovatelné a je zde kratší doba výrobního cyklu, protože

odpadá nutnost vytvrdit matici, avšak mezi nevýhody patří problém se smáčivostí výztužných vláken viskózní taveninou termoplastu, což vyžaduje speciální přípravu prepregů. [7]

Více než 90% matic se však připravuje z reaktoplastů, které se běžně zpracovávají při pokojové teplotě a nebývá tedy problém se smáčivostí jako v případě termoplastů. Stejně tak nebývá při použití reaktoplastické matrice problém s poklesem pevnosti při zvýšené teplotě. Druh polymerní pryskyřice se volí dle jejich vlastností, ceny a také uvažované aplikace. Nejčastěji sledované vlastnosti jsou chemická a tepelná odolnost, navazující nehořlavost, houževnatost a jiné. Mezi nepoužívanější typ matic patří nenasyčené polyesterové pryskyřice, epoxidové pryskyřice, vinylesterové, polyimidové, melaminofenolické a další typy pryskyřic. Volba je prováděna také na základě požadovaných vlastností konečného výrobku. Hlavní nevýhodou však může být omezená skladovatelnost polotovaru a uvolňování par často nebezpečných rozpouštědel (např. styrenu) pro snížení viskozity při jejich zpracování. [7,8,9]

V následující Tabulce 1 jsou uvedeny základní mechanické a fyzikální vlastnosti vybraných matic.

Tabulka 1 – Mechanické vlastnosti vybraných matic [8]

Druh pryskyřice	Epoxidové	Polyesterové	Fenolové	Polyimidové
Modul pružnosti E_m (MPa)	4 500	4 000	3 000	4 000 - 19000
Poissonova konst. ν_m (-)	0.4	0.4	0.4	0.35
Modulu pružnosti ve smyku G_m (MPa)	1 600	1 400	1 100	1 100
Pevnost v tahu σ_{pm} (MPa)	130	80	70	70
Hustota ρ (kgm ⁻³)	1 200	1 200	1 300	1 400
Maximální teplota T_{max} (°C)	90 -200	60 - 100	120 - 200	250 - 300

1.3.1 Kompozity s termoplastickou maticí

Termoplastický typ kompozitu je oproti reaktoplastickému houževnatější a v neposlední řadě také o 25 – 80 % levnější. Nižší cena termoplastických matic je dána především jejich snazší výrobou, jelikož se nemusí vytvrzovat. Mluvím zde však o běžných termoplas-

tech, které je možné vyztužit dlouhými vlákny. V případě, že bychom požadovali kvalitní konstrukční termoplastický kompozit s vlastnostmi, které nabízí reaktoplastický ekvivalent, šplhá cena podstatně výš. [9]

Hlavní funkcí částicového plniva v termoplastickém kompozitu je často pouze snížení ceny (mastek), ale i snížení smrštění a závislosti na teplotě, zvýšení tuhosti, tlumící efekty (polystyren a celulóza) a speciální použití, jakým může být použití olova v polyetylenu, což zajistí ochranu proti RTG a γ záření. [4]

Vláknitá výztuž má v termoplastu funkcí více. Vlákna zvyšují pevnost, tuhost a houževnatost. Dále potlačují viskoelastické chování a uhlíková vlákna například i snižují koeficient tření. [4]

Mezi nejčastěji používané termoplastické matrice patří polyamidy (nylon), polyetylen, polypropylen, polykarbonát, polyester, polysulfon, polyethersulfon, polyfenylsulfid, polyvinylidenfluorit a tavitelné kopolymery tetrafluorethylenu. [9]

1.3.2 Kompozity s reaktoplastickou maticí

Reaktoplasty při pokojové teplotě mají pevnost v tahu 20 – 80 MPa a modul pružnosti v rozmezí 2 – 5,2 GPa. O výběru vhodného typu matrice rozhodují většinou požadované mechanické vlastnosti a odolnost kompozitu vůči teplu, chemikáliím a případně požadavky kladené na výrobek jako zdravotní nezávadnost či kluzné vlastnosti. [9]

Použití částicové výztuže v reaktoplastické maticí může zvýšit pevnost asi o 10%, což je oproti použití vláknité výztuže nepodstatné, ale významnější funkcí je potlačení vrubového účinku, zvýšení tuhosti a tlumení růstu trhlin. Také se používá SiO_2 , pro zvýšení elektroizolačních vlastností pro vybrané aplikace a další plniva pro zvýšení zhášivosti apod. [4]

Daleko důležitější funkci u reaktoplastů však plní výztuž pomocí vláken, která při vhodné orientaci razantně mění mechanické vlastnosti materiálu. Je však nutné zvolit vhodný typ vlákna a jeho objemový podíl v kompozitu. Reaktoplastické pryskyřice vyztužené skleněnými, uhlíkovými, bórovými, keramickými, kovovými nebo aramidovými vlákny patří mezi nejrozšířenější konstrukční kompozity. [9,10]

Pro vláknitý typ výztuže je typická anizotropie vlastností, ve směru osy mají velmi vysokou pevnost v tahu i modul pružnosti, proto mají vlákny vyztužené kompozity nejlepší mechanické vlastnosti ve směru orientace vláken. [11]

1.4 Výztuž

Jak je patrné z Obrázku 2, výztuž může mít buď částicový, nebo vláknitý charakter. Částicové výztuže mohou být různého tvaru (kulovitá, destičkovitá, tyčinkovitá i nepravidelná). Jeden rozměr u částice nepřesahuje rozměry ostatní. Naproti tomu vlákna mají v jednom směru výrazně odlišný rozměr a tedy i výsledné vlastnosti. Dle délky vláken kompozity dále dělíme na krátkovláknové, kde je délka vláken podstatně menší v porovnání s velikostí výrobku a na dlouhovláknové, kde je délka srovnatelná s velikostí výrobku. Uspořádání vláken v kompozitech má také řadu možností – orientace v jednom či více směrech, či úplně nepravidelně. Vlákna mohou být skleněná, která jsou v současnosti nejpoužívanější z důvodu velmi dobrého poměru mezi cenou a mechanickými vlastnostmi nebo také uhlíková, borová, polymerní, keramická, přírodní nebo proteinová. [5,11]

V Tabulce 2 jsou uvedeny fyzikální a mechanické vlastnosti běžně používaných typů výztužných vláken. [10]

Tabulka 2 – Vybrané vlastnosti běžně používaných výztužných vláken [10]

vlákno	modul pružnosti $\frac{E}{\text{GPa}}$	pevnost v tahu $\frac{\sigma_{Pt}}{\text{GPa}}$	hustota $\frac{\rho}{\text{kg m}^{-3} \cdot 10^{-3}}$	pořadí výhodnosti podle kritéria	
				(E/ρ)	(σ_{Pt}/ρ)
sklo E*)	70	3 až 4	2,5	7	2
sklo S**)	80	4,5	2,5	6	1
uhlík***) – typ 1	385	2,0	1,9	1	2
uhlík***) – typ 2	260	2,5	1,9	4	4
uhlík***) – typ 3	200	2,5	1,8	5	3
bor	450	2,4	2,4	2	5
ocel	210	2,5	7,8	8	7
beryllium	315	1,3	1,8	3	6
wolfram	350	2,5	19,0	9	8
Kevlar 49****)	120	2,75	1,5	6	2

*) Eutektický systém o složení 62 % SiO₂; 14,7 % Al₂O₃; 23,3 % CaO.

***) Eutektický systém o složení 65 % SiO₂; 25 % Al₂O₃; 10 % MgO.

****) Se vzrůstajícím číslem roste pevnost v tahu, klesá modul pružnosti E .

*****) Vysoce orientované vlákno z poly(*p*-fenylenreftalamidu).

1.4.1 Krátkovláknové kompozity

Krátkovláknový typ kompozitu tvoří přechod mezi nevyztuženými plasty a dlouhovláknovými kompozity s kontinuální výztuží. Vyztužující vlákna mají v tomto případě poměr délky k průměru menší než 100. [12]

U dlouhovláknových kompozitů se většina zatížení působící na kompozit přenáší z matrice jen na vlákna, zatímco u krátkovláknových je toto zatížení rozděleno mezi vlákna a matici a zčásti je také přenášeno na rozhraní vlákno-matrice. Při opakovaném (dynamickém) zatěžování musí tedy matrice snášet větší zatížení a vznikají v ní lokální poruchy, což zpřičňuje mnohem menší odolnost únavovému poškození než u dlouhovláknových kompozitů. Při únavovém poškození dochází k narušení celistvosti kompozitu lokálními poruchami v matici a nikoliv poškozením vláken. Tato poškození vznikají převážně ztrátou adheze mezi maticí a vlákny, zatímco rozvoj únavových trhlin je řízen tuhostí materiálu matrice. Dalším důležitým zdrojem poškození tohoto typu kompozitu je tepelná degradace teplem uvolněným v materiálu během výroby v důsledku hysterezní ztráty a nízké tepelné vodivosti. [13]

Mezi jejich výhody patří odolnost proti stárnutí, dobrá rozměrová stabilita a nízký creep. Další výhodou v případě náhodné orientace vláken mohou být (oproti dlouhovláknovým kompozitům) jejich téměř izotropní vlastnosti. Využívají se tedy hlavně v aplikacích, kde je napětí ve všech směrech přibližně stejné nebo se nedá směr působení předem určit a uplatňují se také tam, kde jsou požadavky na snadnou zpracovatelnost a zároveň dostatečné mechanické vlastnosti. Vzhledem k širokému spektru výztuže i matic jako i volby procesních parametrů se dají namodelovat krátkovláknové kompozity v širokém spektru jejich vlastností. [14]

Jako výztuž pro krátkovláknové kompozity se používají především skelná vlákna vyrobená z E-skloviny, dále standardní typy uhlíkových vláken a další typy, v této práci uváděné v kapitole 1.5.1. [15]

Krátkovláknové kompozity se mnohdy zpracovávají podobně jako samotné matrice, a to vstříkáváním, lisováním nebo přetlačováním. Na technice zpracování také mimo jiné závisí orientace vláken ve výrobku. Náhodnou orientaci tedy můžeme předpokládat při výrobě kompozitu vstříkáváním (přestože může dojít k částečné orientaci vlivem technologických podmínek a tokových vlastností materiálu). Naproti tomu při lisování a přetlačování vznikají kompozity s plošně orientovanými vlákny. [14]

Na závěr můžeme říci, že vlastnosti výsledného kompozitu závisí především na druhu, orientaci, délce a množství vláken, dále na typu polymerní matrice a v neposlední řadě také na zpracovatelských podmínkách. Nesmíme ovšem zapomenout, že i schopnost adheze mezi vlákny a matricí či defekty mikrostruktury mohou nepříznivě ovlivnit výsledné vlastnosti konečného výrobku. [16]

Všeobecně jsou krátkovláknové kompozity pokládány za zesílené náhrady plastů a jejich vlastnosti jsou obvykle porovnávány s vlastnostmi nevyztužených plastů či kovů. [17]

Vyztužujícím účinkům krátkých vláken se práce podrobněji věnuje v kapitole 1.5.2.

1.5 Vlákna

1.5.1 Typy vláken

Existuje mnoho typů vláken používaných pro vyztužení kompozitů s polymerní matricí. V práci jsou blíže popsány jen 3 nejběžnější a to skleněná, aramidová a uhlíková vlákna. V praxi se ale určitě můžeme setkat i s polymerními, přírodními a jinými vlákny [5].

1.5.1.1 Skleněná vlákna

Ve výrobě kompozitních materiálů byla skleněná vlákna poprvé použita v roce 1893. Jedná se o jedny z nejatraktivnějších vláken a to z důvodu jejich nízké ceny a jejich dobrých mechanických a dalších užitných vlastností (dobrá odolnost vůči ohni – dlouhodobě snáší až 450 °C, vysoká pevnost v tahu a nízký modul pružnosti). Jejich E-modul je přibližně stejně velký jako u hliníku, což je asi třetina hodnoty E-modulu oceli. Pevnost v tahu je vyšší než u většiny všech existujících vláken a často podstatně vyšší než u oceli, což je vzhledem k nižší hustotě skla velmi užitečné. Z jejich nevýhod je vhodné uvést nízkou odolnost oděru a snížení pevnosti ve vlhkém prostředí. [18,19]

Textilní skleněná vlákna označují skupinu tenkých vláken o průměru 3,5 – 24 μm s kruhovým průřezem. Nejčastěji používaná (obsazují až 90% trhu) jsou skleněná vlákna z bezalkalické skloviny, která jsou výborným elektrickým izolantem s vysokou průhledností pro záření a označují se jako E-vlákna a jejich sklovina jako E-sklovina. Další používaná skleněná vlákna jsou vyrobena ze skloviny s vyšším obsahem SiO₂, MgO a Al₂O₃, která má o 40 – 70% vyšší pevnost. Tato sklovina a vlákna se v USA označují jako S-sklovina (strength), v Evropě jako R-sklovina (resistence) a v Japonsku jako T-sklovina. Na trhu se vyskytují i další typy vláken a skloviny jako například C-sklovina s vysokou

odolností vůči kyselinám a proti chemicky agresivním látkám, ECR-sklovina s vysokou odolností vůči chemikáliím, vysokou pevností a bez přítomnosti bóru nebo bezalkalická AR-vlákna s vysokou odolností proti alkáliím, využívající se pro vyztužení betonu. [19]

V Tabulce 3 jsou uvedeny některé vlastnosti neupravených vláken.

Tabulka 3 – Vlastnosti neupravených skleněných vláken [19]

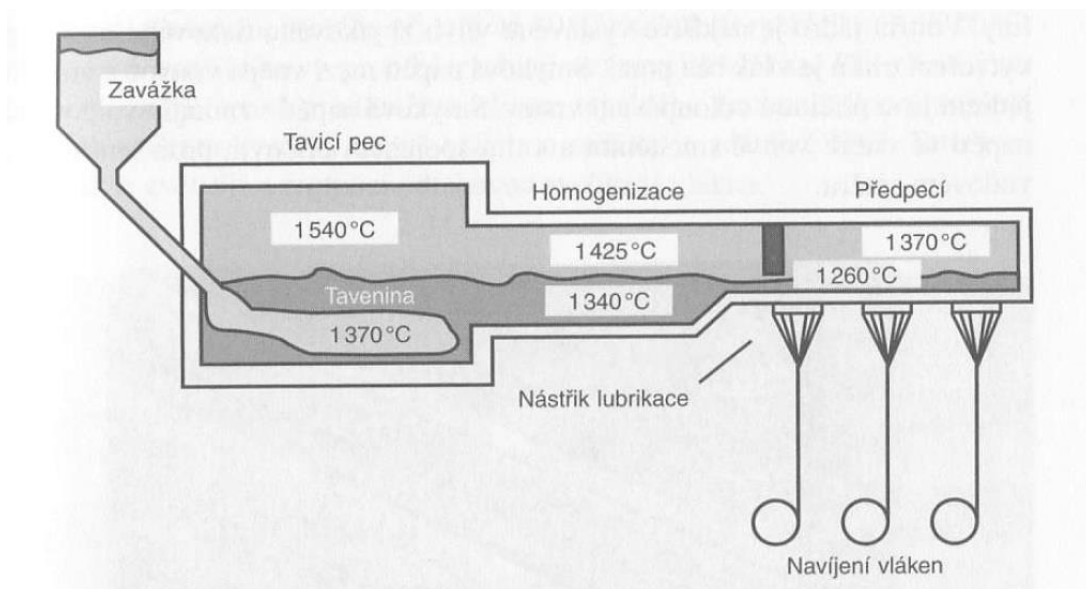
Typ vláken	E	R nebo S	C	ECR	AR
Vlastnosti					
Hustota [g.cm-3]	2,60	2,53	2,52	2,72	2,68
Mez pevnosti v tahu [N.mm2]	3 400	4 400	2 400	3 440	3 000
E-modul [N.mm2]	73 000	86 000	70 000	73 000	73 000
Poměrné prodloužení při přetržení [%]	< 4,8	< 4,6	< 4,8	< 4,8	< 4,4
Součinitel teplotní roztažnosti [K-1]	$5,8 \cdot 10^{-6}$	$4,0 \cdot 10^{-6}$	$6,3 \cdot 10^{-6}$	$5,9 \cdot 10^{-6}$	$6,5 \cdot 10^{-6}$
Teplota měknutí [°C]	850	980	750	880	770

- **Výroba skleněných E-vláken**

Celý výrobní proces začíná roztavením křemičitého písku (SiO_2), vápence (CaCO_3), kaolínu ($\text{Al}_4[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_8$), dolomitu ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), kyseliny borité H_3BO_3 a kazivce (CaF_2) při teplotě blízké $1400\text{ }^\circ\text{C}$ ve sklářské peci na E-sklovinu, která se několik dní čiří. Následně se vede pomocí kanálků předpecí do platinových spřádacích trysek, které jsou zahřáté na takovou teplotu, aby z nich sklovina pomalu vytékala a rychle tuhla do tvaru vláken. V tuto chvíli mají viskózní vlákna průměr asi 2 mm a teprve při dloužení se na velmi rychle rotujícím zařízení kalibrují na vhodný průměr (pro vyztužování plastů $9 - 24\text{ }\mu\text{m}$) a protahují se až na 40 000 násobnou délku. Rychlost odtahování vláken dosahuje až $50\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$. Teprve spřádáním těchto elementárních vláken vzniká ohebné spřádací vlákno. V průběhu tažení také dochází k impregnaci vláken vodní emulzí. Úkolem této impregnace je spojit elementární vlákna do vlákna spřádacího, chránit jejich citlivý povrch, připravit je na další zpracovatelský proces a v neposlední řadě, je připravit na spojení s organickou prysky-

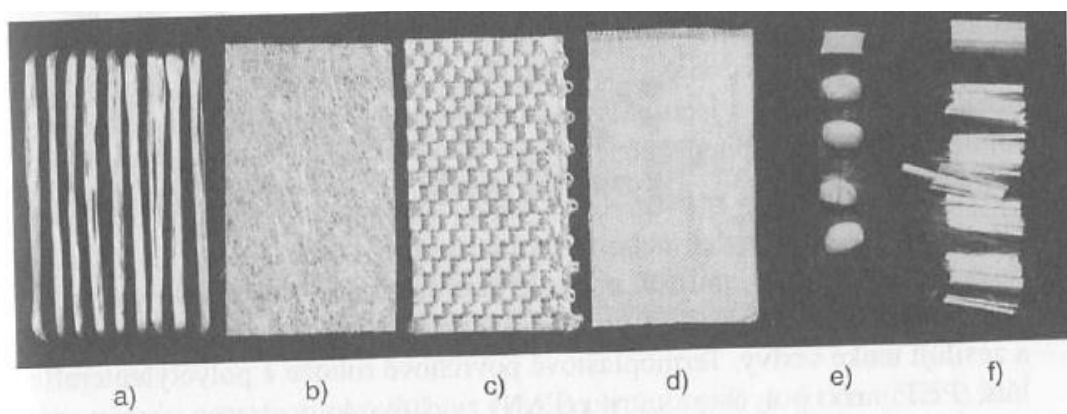
řící. Tato impregnace obsahuje 4 základní složky: filmotvornou složku, která zajišťuje ochranu vláken (vinylacetáty, polyestery a jiné pryskyřice), maziva poskytující dostatečné kluzné vlastnosti, apretaci (obvykle na silanové bázi) a antistatika odvádějící elektrostatický náboj. [19]

Schématické znázornění výroby vláken je uvedeno na Obrázku 4.



Obrázek 4 – Výroba skleněných vláken tažením z trysek [19]

Textilní skleněná vlákna se do výroby kompozitů dodávají ve formě příze, skané příze, pramenců, rohoží, sekaných pramenců nebo krátkých vláken. Nejčastěji používané formy výztuží ze skleněných vláken jsou vidět na Obrázku 5. [19]

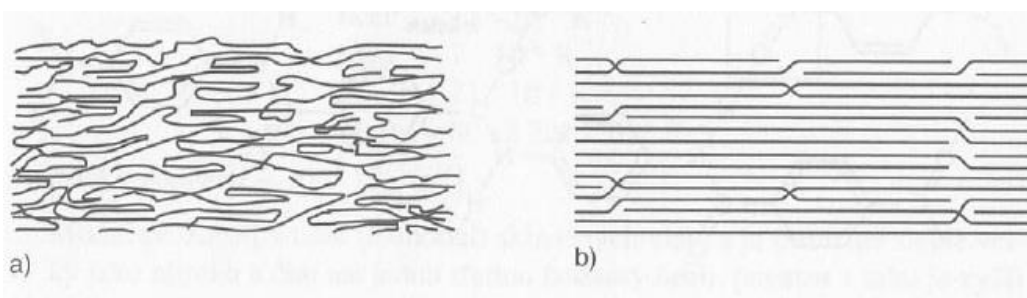


Vysvětlivky: a) pramenec, b) rohož, c) tkanina z pramenců, d) tkanina z vláken, e) krátká vlákna (0,22 mm), dlouhá vlákna (5 mm)

Obrázek 5 – Nejčastější formy sklovláknité výztuže. [19]

1.5.1.2 Aramidová vlákna

Aramidová vlákna jsou známa hlavně pod obchodním názvem Kevlar. Jejich hlavním znakem je tuhý hlavní řetězec tvořený lineárními organickými polymery s aromatickými jádry, jejichž kovalentní vazby jsou orientovány podle osy vlákna, což zajišťuje mimo jiné tuhosti i vysokou pevnost. Jejich vysoká pevnost je způsobena vysokou orientací jejich řetězců a často vodíkovými můstky mezi molekulami vlákna (viz Obrázek 6). Jejich výroba spřádáním z taveniny není možná, protože teplota tání je vyšší než teplota tepelného rozkladu. Při výrobě se tedy aramidová vlákna spřádají z vysokoviskózního 20% roztoku v koncentrované kyselině sírové. Jednotlivá vlákna se následně spojují a mnohokrát propírají, neutralizují a opatřují přípravky pro zlepšení zpracovatelských a kluzných vlastností. [19]



Vysvětlivky: a) normální organická vlákna s řetězci se záhyby a kolísáním jejich orientace (krystalické a amorfní oblasti), b) aramidové vlákno s dlouhými přímými úseky bez záhybů, orientovanými podél osy vlákna (struktura vysoce krystalická)

Obrázek 6 – Orientace aramidových řetězců [19]

Aramidové kompozity jsou s hustotou $1,45 \text{ g.cm}^{-3}$ nejlehčími vyztužujícími vlákny. Ve srovnání se skleněným vláknem mají vysokou odolnost vůči abrazi a také silně anizotropní vlastnosti a mez pevnosti v tahu je ve směru vláken velmi vysoká ($80\,000 \text{ N.mm}^{-2}$), ale v případě namáhání kolmo na vlákno pevnost řádově klesá ($6\,500 \text{ N.mm}^{-2}$). Proto nejsou kompozity vyztužené aramidem vhodné pro konstrukce namáhané ohybem nebo tlakem. [19]

Přesto, že mají aramidová vlákna řadu skvělých vlastností, existuje i několik nevýhod, kam patří například nízká povrchová energie, chemická inertnost zapříčiňující nižší adhezi k matici a poškození vlivem ultrafialového záření. Krátká aramidová vlákna se uplatňují jako výztuž termoplastů a také v aplikacích, kde jsou potřeba dobré kluzné vlastnosti a vysoká odolnost proti opotřebení – např. v brzdách. [20]

1.5.1.3 Uhlíková vlákna

Uhlíková vlákna jsou tvořena standardně více než z 90 % z uhlíku a dále dusíku, kyslíku a vodíku. Mají průměr mezi 5 a 10 μm . Připravují se karbonizací za vysokých teplot z celulóзовých či polyakrylonitrilových vláken nebo smoly, kdy je sice výroba vláken nákladná, ale vzhledem k nízké ceně vstupní suroviny je konečná cena stále výhodná. Při výrobě z PAN a celulózy se za postupně se zvyšujících teplot dochází k odštěpování téměř všech prvků, až na uhlík. Při teplotě nad 1 800 $^{\circ}\text{C}$ je tvorba grafitové struktury ukončena. [12,19]

Uhlíková vlákna vykazují velmi vysokou pevnost a tuhost, ale také nízkou tažnost, dobrou tepelnou odolnost a to při relativně nízké hustotě. V praxi se rozlišují na vysokopevnostní a vysokomodulová vlákna, které mají nižší pevnost v tahu, ale vysoký E-modul. Předpokladem pro tyto typy vláken je co nejtěsněji uložená kontinuální síť silných vazeb. Uhlíková vlákna jsou taktéž silně anizotropní, což se projevuje například na tepelné roztažnosti, která dosahuje ve směru osy vlákna dokonce mírně záporných hodnot. [12,19]

Za zmínku ještě stojí, že i přesto, že jsou uhlíková vlákna hořlavá, je rychlost hoření jejich kompozitu velmi pomalá (při 90% obsahu vláken). [19]

1.5.2 Vyztužující účinky krátkých vláken

Při splnění podmínky, že výztuž musí být pevnější, než matrice dochází při vložení výztuže ke zvýšení tuhosti a pevnosti kompozitu. Mechanické zatížení nepůsobí přímo na vlákna, ale je přenášeno z matrice prostřednictvím jejich konců a povrchem vláken. [19]

Při zatížení kompozitu tahem se vlákno snaží prodloužit, ale vlivem vyšší hodnoty modulu pružnosti je prodloužení vlákna nižší než prodloužení matrice. V důsledku toho v kompozitu vzniká mezifázové smykové napětí. V oblasti středu vlákna je toto napětí téměř nulové, které se směrem ke konci vlákna zvyšuje, ale také klesá s radiální vzdáleností od povrchu do středu vlákna. Na konci vláken (v oblasti nejvyššího smykového napětí) dochází k prokluzu, který umožňuje přenášet jen malé třecí síly mezi maticí a vlákny. Při pokračujícím a zvyšujícím se namáhání může dojít až k vytažení vlákna z matrice. V případě nižší schopnosti matrice přenášet zatížení na vlákna, je potřeba použít vlákna delší, aby bylo využito jeho pevnosti. Minimální délka pro využití je tzv. kritická délka vlákna, závisující na kvalitě adheze a smáčení. [14,19]

Krátká vlákna mají také tu výhodu, že brzdí růst počátečních trhlin kolmých k vyztužení, proto jsou krátkovláknové kompozity zpravidla velmi odolné vůči lomu. [13]

1.6 Hybridní kompozity

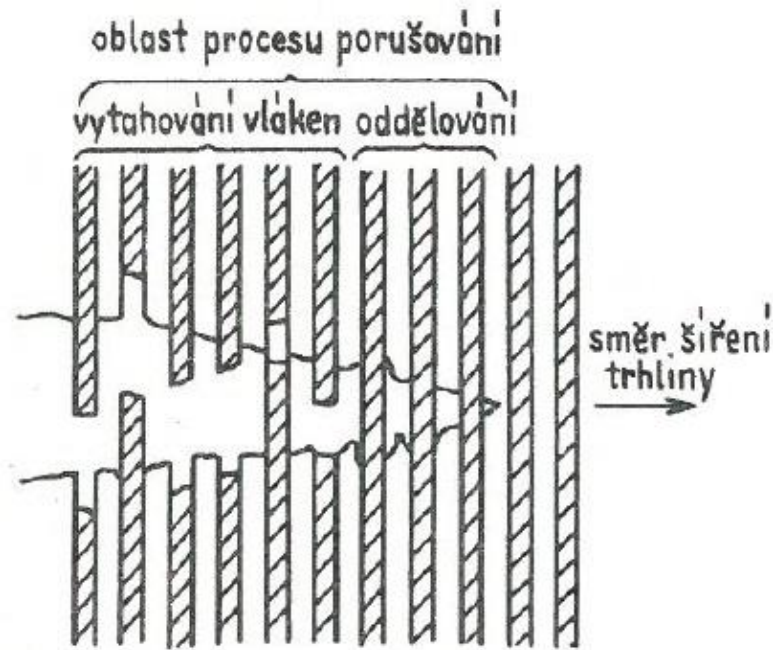
Jako hybridní kompozit označujeme materiály, které vzniknou použitím dvou a více typů vyztužovacího materiálu do matrice. Nejčastěji se používá kombinace částicové a vláknité výztuže. [21]

1.7 Poškození kompozitů

Při mechanickém zatížení kompozitů může na danou energii materiál reagovat dvěma způsoby. Přetvořením materiálu nebo tvorbou nových povrchů. Přetvoření nastává dříve a při dodání dostatečně velké energie dojít ke vzniku trhliny, která následně dále roste, kde se uplatní i druhý mechanismus a to tvorba nových povrchů. Absorpce energie probíhá různě u materiálů s rozdílnou houževnatostí. U křehkých materiálů dochází k nízkému přetvoření, a tedy je nízká i absorbovaná energie, zatímco u materiálů houževnatých dochází k velkému plastickému přetvoření a absorbovaná energie je také vysoká. Větší houževnatosti můžeme v kompozitech dosáhnout přidáním složky s vyšší absorpcí (například hybridní kompozity, kde dojde k záměně části uhlíkových vláken, za vlákna skleněná). [17]

Na základě studia běžných materiálů, např. kovů, lze také předpokládat, že porušení vzniká v místech malých vrozených defektů, což mohou u kompozitů být zlomená vlákna, chyba v matrici nebo uvolněný styk fází. [17]

K poškození může docházet některými z následujících mechanismů, přičemž je potřeba uvést, že nikdy se mechanismus neuplatní samostatně, ale dochází k jejich kombinacím. Poškození kompozitu s několika různými mechanismy je znázorněno na Obrázku 7. [17]



Obrázek 7 – Trhlina ve vláknitém kompozitu s různými mechanismy poškozování [17]

1.7.1 Přetrhávání vláken

Přetržení vláken v matrici je problémem hlavně pro křehká vlákna s nízkou houževnatostí, jako jsou např. grafitová. Tato vlákna mají nízké mezní přetvoření a tedy nízkou schopnost absorpce energie. Je důležité také uvést, že ačkoliv vlákna zajišťují vysokou pevnost materiálu, jejich porušení představuje pouze malou část celkové absorbované energie. Bylo prokázáno, že počet porušených vláken má jen velmi malý vliv na celkovou rázovou energii, ale jejich samotná přítomnost velmi výrazně ovlivňuje mechanismus, kterým dojde k porušení, a tím ovlivňuje celkovou rázovou energii. [17]

1.7.2 Přetvoření a trhlinkování matrice

K úplnému porušení kompozitu dochází ve chvíli, kdy dojde k poškození nejen vláken, ale i samotné matrice. Kovové matrice jsou schopny se ve značném rozsahu plasticky přetvářet, zatímco polymerní reaktoplastické matrice (epoxidy, polyestery) jsou křehké a schopné přetvoření pouze do určité míry. energii absorbuje jak trhlinkování tak přetváření, ale energie potřebná pro plastickou deformaci je značně vyšší než příspěvek povrchové energie. Proto je příspěvek polymerních matric relativně nevýznamný s ohledem na celkovou rázovou energii kompozitu. [17]

Docházet může také k rozvětvení vzniklé trhliny v případě, že se trhlina při svém postupu setká se silným vláknem. Trhlina se dále šíří ve směru kolmém na původní směr porušení a šíří se tedy rovnoběžně s vláknem. Tato povrchová plocha vzniklé trhliny je mnohdy podstatně větší než plocha vytvořena primární trhlinou, což může násobně zvýšit lomovou energii. [17]

1.7.3 Oddělování vláken

V případě oddělování se hovoří o mezifázových trhlinách běžících rovnoměrně s vlákny. Dochází k porušení chemických nebo sekundárních vazeb mezi maticí a výztuží. Dochází k němu v případě silných vláken a slabého styku s maticí. Trhlina může běžet buď na styku vlákna s maticí, nebo v okolní matici. Opět dochází ke vzniku nového povrchu a je-li oddělování rozsáhlé, značně se zvyšuje lomová energie. Jak bylo uvedeno v předchozím odstavci, mohou být stykové trhliny považovány za sekundární trhliny vzniklé rozvětvením z trhliny primární. [17]

1.7.4 Vytahování vláken

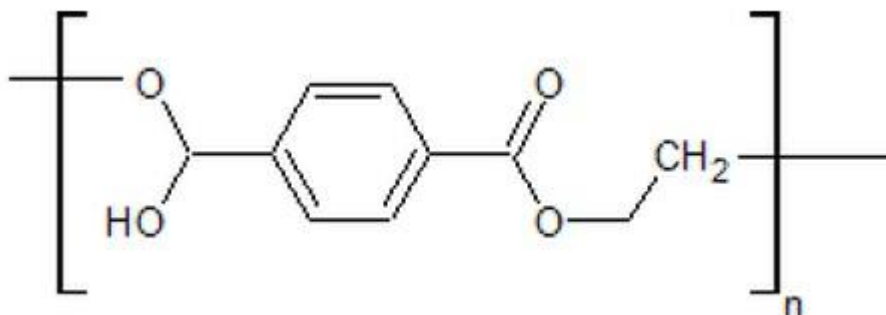
K vytahování vláken může docházet v případě, že jsou křehká či nespojitá vlákna vložena do houževnaté matrice. Vlákna se přetrhnou ve svém nejslabším místě, které nutně nemusí být v místě lomu kompozitu. Obvykle je vytahování provázeno rozsáhlým přetvořením matrice. Vytahování vláken se může zdát podobné oddělování, protože dochází k poškození na styku matrice a vláken, ale každý ze způsobů má své specifické podmínky. Oddělování začíná, když není trhlina schopna pokračovat přes vlákno, zatímco vytahování je výsledek neschopnosti trhliny vzniklé při přetržení vlákna pokračovat skrze houževnatou maticí. Důležité však u obou těchto jevů je, že výrazně zvyšují lomovou energii kompozitu. [17]

1.7.5 Delaminace

Vznik delaminačních trhlín je problém často se vyskytující u laminátů, a to hlavně při namáhání v ohybu. Dochází ke vzniku trhliny v jedné vrstvě a při dalším pokračování trhlina naráží na vlákna sousední vrstvy. Pokud je absorbována další energie, musí trhlina zareagovat rozvětvením, vedoucím ve směru rovnoběžném s vrstvou, na kterou narazila. [17]

2 NENASYCENÉ POLYESTEROVÉ PRYSKYŘICE

2.1 Polyestery obecně



Obrázek 8 – Polyethylterefthalát (PET) [22]

Polyestery jsou velkou skupinou polymerů, které charakterizuje přítomnost esterové vazby v hlavním řetězci. Tradičně je můžeme rozdělit na polyestery termoplastické nebo také lineární polyestery kyseliny tereftalové a uhličitě (známé spíše jako polykarbonáty) a polyestery reaktoplastické, které jsou rozvětvené a v konečném stavu aplikace zesíťované. [23]

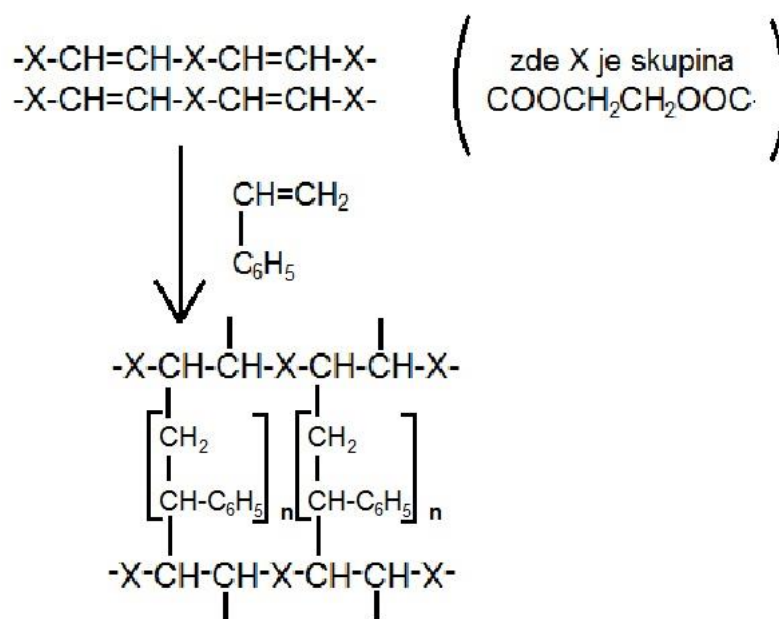
Nejvýznamnějším zástupcem lineárních polyesterů je polyethylterefthalát (PET) na Obrázku 8, který se připravuje dvoustupňově z výchozích látek, kterými jsou dimethylester kyseliny tereftalové a ethylenglykol. [23]

Mezi dalšími lineárními polyestery ještě stojí za zmínku polybutylterefthalát (PBT), který má sice slabší mechanické vlastnosti, ale za to výbornou zpracovatelnost při nižších teplotách než PET. Jde o materiál odolný oděru a chemikáliím, vykazuje dobré kluzné vlastnosti a vysokou rozměrovou stabilitu, což ve spojení s relativně snadným zpracováním umožňuje jeho aplikace v technice. [23]

2.2 Nenasycené polyesterové pryskyřice (UP)

První nenасыčené polyesterové pryskyřice vyvinula v USA firma Ellis těsně před druhou světovou válkou, a ty během krátké doby nabyly velkého technického významu. Označení „nenасыčené polyesterové pryskyřice“ by se však dalo označit jako nesprávné, protože ve skutečnosti jde o roztok nenасыčeného polyesteru v kapalném nenасыčeném monomeru, který je za určitých podmínek s polyesterem schopen reagovat. V následném kroku zpracování – vytvrzování, dochází ke spojení jednotlivých nenасыčených polyesterových řetězců v nerozpustný a netavitelný produkt. Při vytvrzování tedy dochází ke kopolymeraci dvojných vazeb polyesteru s dvojnými vazbami monomeru. Schematicky je proces vytvr-

zení ethylglykolmaleinátového polyesteru se styrenem znázorněn na Obrázku 9. [24]



Obrázek 9 – Schéma vytvrzení nenasyceného polyesteru se styrenem [24]

Práce s roztokem nenasyceného polyesteru a kapalného monomeru přináší řadu výhod. Roztok je viskózní a můžeme s ním při zpracování snadno manipulovat, vytvrzování s přísadkou iniciátorů probíhá snadno a výsledné vlastnosti produktů jsou velmi dobré. [23]

2.3 Příprava nenasycených polyesterových pryskyřic

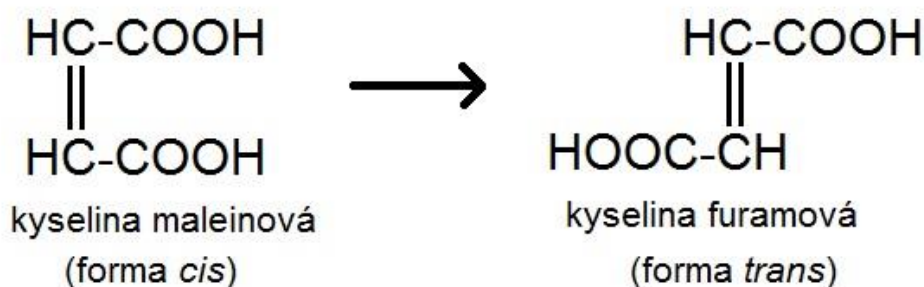
Nenasycené polyesterové pryskyřice se v podstatě připravují ve dvou krocích a to: polyesterifikace a rozpouštění nenasyceného polyesteru v reaktivním monomeru. [24]

2.3.1 Polyesterifikace

Nenasycené polyestery se připravují polyesterifikací nenasycených dikarboxylových kyselin s glykoly. Možná by byla i opačná kombinace – nasycené karboxylové kyseliny a nenasycené dioly, ale kvůli obtížné dostupnosti nenasycených diolů se nepoužívá. Největší význam z nenasycených dikarboxylových kyselin má maleinanhydrid a z diolů 1,2-propylenglykol a etylenglykol. Kvůli příliš vysoké reaktivitě se nepřipravují čisté glykolmaleinátové polyestery, ale smíšené nenasycené polyestery, které obsahují i nasycenou dikarboxylovou kyselinu. Nejčastěji se pro tyto účely používá ftalanhydrid, ostatní dikarboxylové kyseliny pouze pro speciální účely. Poměr nasycené a nenasycené kyseliny ve směsi nabývá hodnot 0,5 až 30 a volí se dle účelu, ke kterému je pryskyřice určena. Obvykle se poly-

esterifikace ukončuje po dosažení čísla kyselosti kolem 50. Získané polyestery jsou polotuhé až tuhé látky s bodem měknutí do 100 °C s relativní molekulovou hmotností 1500 – 3000. [24]

Samotný způsob přípravy pak probíhá v tavenině při teplotách 180 – 230 °C v atmosféře oxidu uhličitého nebo dusíku nebo za přítomnosti inertního rozpouštědla. Příprava nenasycených polyesterů vykazuje, naproti jejich nasyceným ekvivalentům, určité problémy. Například izomerace dvojně vazby znázorněná na Obrázku 10, nebo problém s neúměrným zvyšováním viskozity taveniny, které v některých případech vede ke zgelování látky. Stupeň izomerace můžeme ovlivnit pomocí vhodně zvolené teploty, použitím vhodných acidobazických katalyzátorů, strukturou použitého polyalkoholu a také použitím polykarboxylové modifikující kyseliny. Při běžných podmínkách polyesterifikace v tavenině přechází kyselina maleinová z více než 90 % na kyselinu fumarovou, která je reaktivnější a způsobí rychlejší zgelování a tedy zkracuje dobu následného vytvrzování pryskyřice, zvyšuje výsledný stupeň zesítnění a zlepšuje fyzikální vlastnosti vytvrzených produktů. [24]



Obrázek 10 – Izomerie kyseliny maleinové a kyseliny fumarové [24]

Problém se zgelováním (a tedy s vysokou molekulární hmotností) je vysvětlován tím, že během polyesterifikace dochází i k jiným reakcím na úkor nenasycené dikarboxylové kyseliny. Za určitých podmínek totiž dochází k aktivaci dvojně vazby v polyesteru a k její kopolymeraci s kyslíkem, přičemž závisí na koncentraci kyslíku v inertním plynu a na teplotě. Kromě toho riziko enormního zvyšování relativní molekulové hmotnosti, až zgelování polymeru, závisí i na nenasycenosti polyesteru. Čím menší je podíl nenasycených kyselin v kombinaci s nasycenými, tím menší význam mají tyto reakce. Optimální teplota pro polyesterifikaci je kolem 210 °C, protože při nižší se izomeruje málo maleinátu na fumarát a při vyšší zase ztrácíme příliš fumarátu i maleinátu vedlejšími reakcemi. [24]

2.3.2 Rozpouštění nenasyceného polyesteru v reaktivním monomeru

Zpravidla se jako monomer pro rozpouštění nenasyceného polyesteru využívá styren, ve kterém jsou polyestery na bázi etylenglykolu omezeně mísitelné a polyestery na bázi propylenglykolu dostatečně mísitelné. Mísitelnost lze zvýšit například zmenšením polarity polyesteru terminací jednosytným alkoholem. [24]

3 BULK MOULDING COMPOUND - BMC

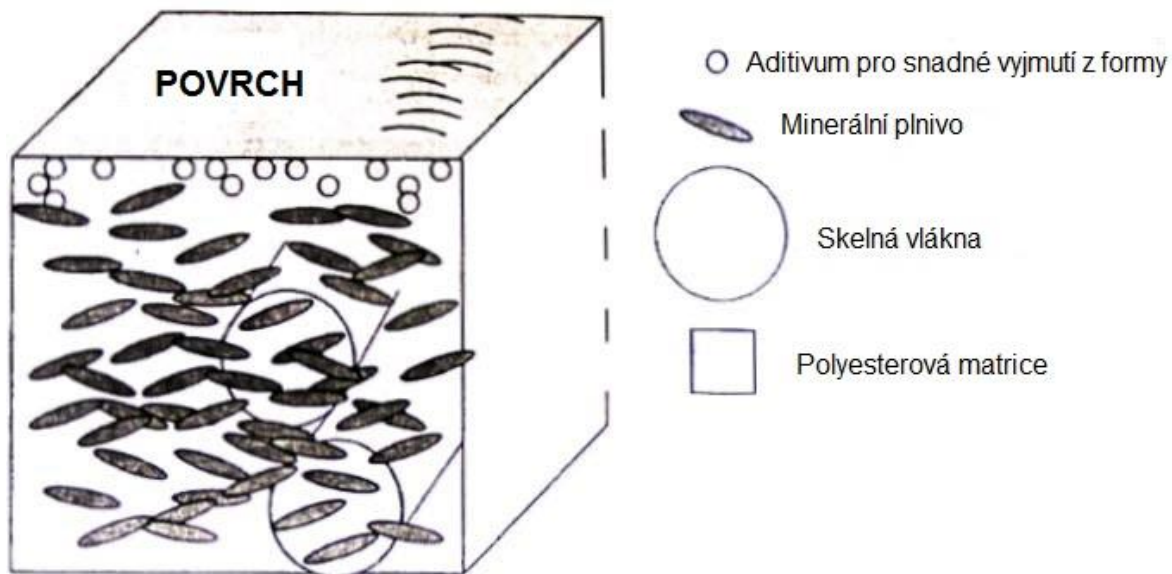
Bulk moulding compound je název pro vyztužený reaktoplastický kompozitní materiál uzpůsobený pro vstřikování nebo lisování průmyslových výrobků s detailem na přesnost rozměrů. Pojem „bulk“ značí, že materiál od výrobce přichází ke zpracovateli ve formě bloku. Tyto bloky bývají samostatně vakuově zavařeny v průhledném LDPE sáčku, odkud jsou v zájmu bezpečnosti vyjmuty bezprostředně před zpracováním, protože tyto směsi uvolňují styren. [25]

Ve světě existuje mnoho společností, které se výrobou BMC zabývají. Najdeme je například v Německu, Francii, Itálii nebo v Číně. Většinou se však jedná o podobné směsi, rozdíly nacházíme v typu plniva, vyztužujícího materiálu nebo také v procentuálním zastoupení jednotlivých složek. [25]

Směsi, které byly pro účely práce a dalších výzkumů získány od společnosti zpracovávající BMC, se používají pro výrobu reflektorů do aut. Zpracovatelské podmínky tedy musí být čisté, povrch výrobků je lakován a je na něj nanášen hliníkový povlak, aby byl povrch dostatečně hladký a měl vysokou odrazivost pro světlo. [25]

BMC (bulk moulding compound) a SMC (sheet moulding compound) jsou dvě různé formy v základu shodného materiálu. Mnohdy bývá jediným rozdílem forma, kterou má materiál, při doručení ke zpracovateli. SMC bývá dodávána ve formě plátů, často navinutých na rolích. [24]

3.1 Struktura a složení směsi



Obrázek 11 – Obvyklá struktura výrobku z BMC [25]

Už bylo uvedeno, že jde o kompozitní materiál. Jeho obvyklou strukturu ukazuje Obrázek 11. Funkci matrice nejčastěji zaujímá nenasycená polyesterová pryskyřice, jako výztuž se používá skleněných či jiných vláken. Dále jsou ve směsi různá aditiva, plniva nebo například pigmenty. Jednotlivé složky budou podrobněji probrány v následujících kapitolách. V následující Tabulce 4, je uvedeno typické hmotnostní zastoupení základních složek BMC. [25]

Tabulka 4 – Typické složení BMC směsi [19]

Pryskyřice a přísady	Hmotnostní díly
Nenasycená polyesterová pryskyřice	100
Styren	10
Iniciátor	1
Inhibitor	Podle reaktivity a doby zatékání
Barevné pigmenty	Podle zabarvení
Plniva	80 až 210
Mazivo (vnitřní separátor)	2 až 5
Separátor	5
Zahušťovací složka (MgO)	1,5
Kompensátor smrštění	20 až 40

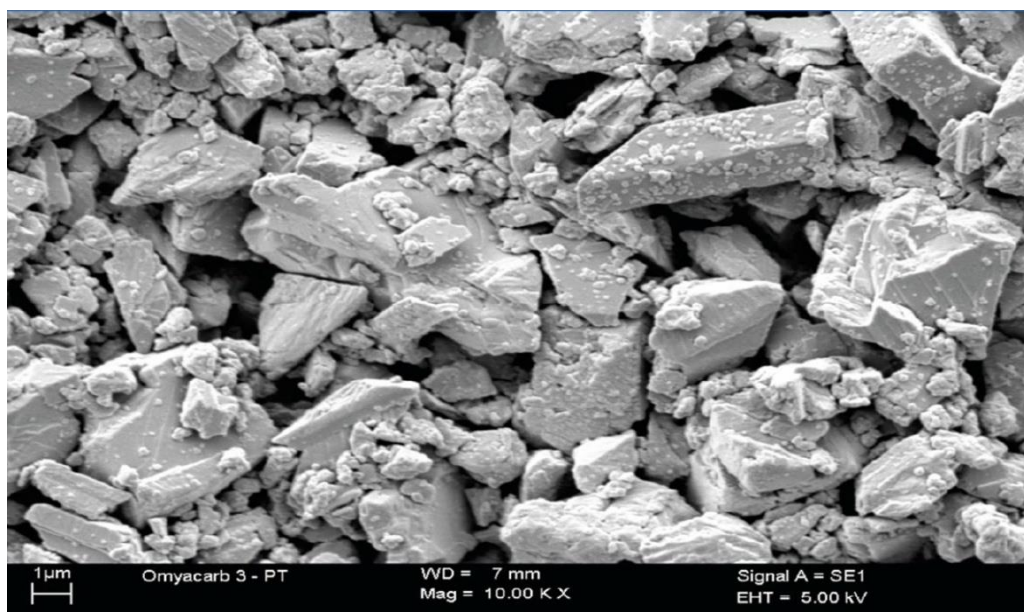
3.1.1 Polyesterová matrice

Nejdůležitější složkou BMC směsi je nenasycená polyesterová pryskyřice, která tvoří její matrici, kde se stýkají všechny další komponenty. Pro speciální aplikace lze vyvinout i různé modifikace, které neobsahují žádné plnivo ani vlákna, ale také nesplňují požadavky na BMC kladené. Čistá polyesterová pryskyřice má vynikající odolnost proti creepu a skvělé optické vlastnosti (např. vysoký lesk), které jsou využívány právě pro lesklý vzhled povrchu finálního výrobku. [26]

Polyesterová pryskyřice se nejčastěji vyrábí ve speciálním zařízení kondenzační reakcí mezi nenasycenou dikarboxylovou kyselinou a diolem či polyolem, při které se uvolňuje voda, která se pro správný průběh esterifikace musí průběžně odstraňovat. Technologové jsou schopni značně modifikovat výsledné vlastnosti (včetně lesku) výběrem vhodné kombinace kyseliny a glykolu, výběr jejich typů, přidavek nasyceného typu kyseliny a podmínkami zpracování. Z kyselin se obvykle používá kyselina ftalová, maleinová, furamová a jejich anhydridy. Z alkoholů to je nejčastěji 1,2-propylenglykol, etylenglykol nebo neopentylglykol. Po následném přidání nenasyceného monomeru – zpravidla styrenu je nenasycená pryskyřice připravena pro použití v BMC. [26,27,28]

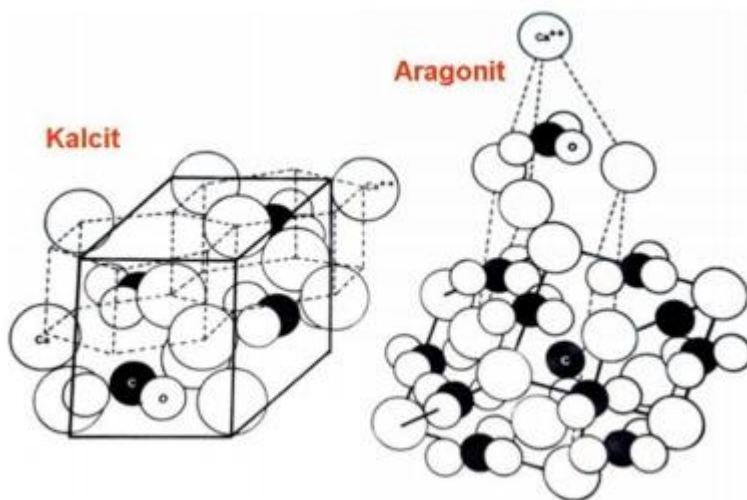
Podrobněji se nenasyceným polyesterovým pryskyřicím práce věnuje v kapitole 2.

3.1.2 Plnivo - CaCO_3



Obrázek 12 – Mikroskopický snímek CaCO_3 [29]

Uhličitan vápenatý CaCO_3 (viz Obrázek 12) je jedním z nejpoužívanějších minerálních plniv vůbec. V přírodě se vyskytuje ve formě vápence, křídly, mramoru a dolomitu. Jde o polymorfní materiál, tzn., nachází se v několika různých krystalických formách, z nichž se v oblasti plniv nejčastěji používá kalcit a aragonit (viz Obrázek 13). [31]



Obrázek 13 – Struktura kalcitu a aragonitu [31]

Více než 90 % používaného CaCO_3 je vyroben suchým nebo mokřým mletím. Technologie pro výrobu mletím byla vytvořena hlavně za účelem získání požadované distribuce velikosti částic. Velikost částic se pohybuje mezi 2 – 80 μm (suchá metoda); 0,5 – 11 μm (mokrá metoda). [25]

CaCO_3 je možné připravit i synteticky a to srážením $\text{Ca}(\text{OH})_2$ s CO_2 . Rozměr získaných částic se pak pohybuje v rozmezí 0,02 – 2 μm . [30,32]

Vysoce plněný BMC materiál může obsahovat až 80 % hm. minerálního plniva. I přesto, že jedním z prvních důvodů použití plniva bylo snížení ceny, díky mnohým výzkumům zaujímají minerální plniva daleko důležitější funkce, jako jsou samozhášivé vlastnosti některých systémů, což vedlo k použití BMC materiálů například v elektrických skříních, dále vliv na mechanické, tokové a optické vlastnosti. [26]

Částice CaCO_3 zakomponované v UP matrici zvyšují tuhost, pevnost, houževnatost, tepelnou odolnost, rozměrovou stálost a mají vliv i na další vlastnosti. Mechanické vlastnosti dodané kompozitu se zvyšují poměrně s rostoucím specifickým povrchem částic plniva. Mezní hodnota specifického povrchu se pohybuje kolem 6 $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, poté již z důvodu interakcí mezi částicemi dochází k aglomeraci částic, které naopak mechanické vlastnosti sni-

žují. Kromě jiného poskytuje CaCO₃ kompozitům vysoký jas a lesk, což může být pro odběratele také důležitou vlastností. [30]

Vybrané vlastnosti uhličitanu vápenatého jsou uvedeny v následující Tabulce 5.

Tabulka 5 – Vybrané vlastnosti CaCO₃ [25,30]

Fyzikální vlastnosti	Hodnota	Jednotka
Měrná hmotnost	2,7 - 2,9	g/cm ³
Teplota tání	1 339	°C
Teplota rozkladu	1 150	°C
Povrchová energie	207	mJ/m ²
Tepelná vodivost	2,4 - 3	W/°C.m
Koeficient lineární roztažnosti	4,3 - 10 . 10 ⁻⁶	1/°C
Modul pružnosti (E-modul)	35 000	MPa
Tvrdość (dle Mohsovy stupnice)	3 - 4	
Měrný specifický povrch	5 - 24	m ² /g
Chemické vlastnosti		
Obsah vlhkosti	0,01 - 0,5	%
Rozpuřnost v H ₂ O	0,99 . 10 ⁻⁸	%
pH vodní suspenze	9 - 9,5	
Odolnost vůči zásadám	dobrá	
Odolnost vůči kyselinám	slabá	

3.1.3 Výztuž – skelná vlákna



Obrázek 14 – Skelná vlákna pro BMC [33]

Skelná vlákna jsou na světové přední příčce v použití vyztužování kompozitů. Jde o levný materiál, který se používá buď ve formě krátkých, nebo kontinuálních vláken a vyztužují se jimi jak reaktoplastické tak termoplastické matrice. Ve výsledném kompozitu zlepšují mechanické vlastnosti, tepelnou stabilitu, odolnost vůči korozi, dielektrické vlastnosti a další. Jsou dodávány v mnoha různých formách a často jsou před použitím také modifikovány nebo impregnovány, kvůli ochraně proti poškozením a úpravě některých vlastností jako je například elektrická vodivost. [25]

Podrobněji se skelným vláknům obecně věnuje kapitola 1.5.1.1.

Do BMC směsí se používají výhradně krátká skelná vlákna zobrazena na Obrázku 14, která se vyrábí řezáním kontinuálních vláken nebo jsou vyrobená přímo jako krátká vlákna. Jejich délka se pohybuje v rozmezí 6 – 50 mm, pro směsi BMC se obvykle používají délky 12 – 15 mm. [25]

3.1.4 „Low-Profile“ aditiva

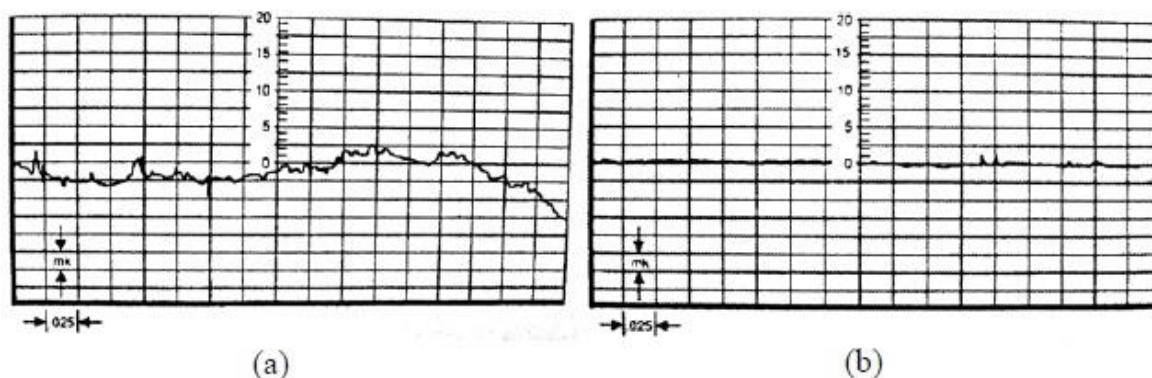
Nenasycené polyesterové pryskyřice během vytvrzování podléhají asi 5-12% smrštění, což může způsobovat různé materiálové deformace jako je zvlnění povrchu, pórovitost materiálu a praskliny, a to zejména u vláken vyztužených kompozitů. Výrobky tedy musí být po vyjmutí z formy podrobeny různým povrchovým úpravám. Dobrý způsob, jak vyřešit problém se smrštitivostí je směs doplnit o takzvané „low-profile“ nebo „low-shrink“ (LPA) materiály, které patří do skupiny termoplastů a ve směsi BMC jsou zastoupeny asi 3 – 5 procenty. [34]

Mezi nejčastěji používaná LPA seřazená od nejméně po nejvíce efektivní patří: polyetylen, polystyren, polymethylmetakrylát a polyvinylacetát. [29]

Princip funkce LPA spočívá v opačné reakci termoplastu na teplo. Při postupující výrobě se v důsledku zvýšení teploty dosáhne roztavení polymeru, při kterém vytváří vnitřní tlak, který kompenzuje smrštění kompozitu. Po ochlazení a vyjmutí výrobku z formy se poté, co posloužil svému účelu, termoplast vrací zpět do pevného stavu. [26]

Jednotlivé složky, ze kterých je BMC směs složená, mají různé koeficienty teplotní roztažnosti. Bylo zjištěno, že mezi těmito složkami probíhají různé separace (na mikroskopické úrovni). Oblasti, bohaté na pryskyřici se smrští více, než oblasti, které obsahují větší množství inertního plniva a výtzuže. Termoplastická LPA snižují také tyto nesrovnalosti a zároveň zlepšují profil povrchu, jak je vidět na Obrázku 15. BMC s příliš malým nebo do-

konce žádným přídavkem LPA může vykazovat se smrštěním související zvlnění a tokové značky, zatímco kompozity, které LPA obsahují, vykazují velmi hladký profil. [25,26]



Obrázek 15 – Výstup z profilometru pro BMC bez použití LPA (a) a BMC s použitím LPA (b) [28]

Nicméně, výběr LPA musí být velmi pečlivý, protože kromě pozitivních účinků mají i ty negativní. Termoplasty se po ochlazení výrobku obvykle smršťují více než BMC. Při chladnutí se termoplastické částice odloučí od polyesteru a zanechají mikro-trhlínky. Při plánování procesu a složení směsi je tedy třeba zcela porozumět koeficientu teplotní roztažnosti uvažovaných termoplastů. „Příliš expanzivní“ přísada může zanechat mikro-dutiny, které jsou dostatečně velké, aby rušili povrchový lom světla. [26]

Podpovrchové mikro-trhlínky jsou neprůhledné a mohou způsobit, že části výrobku působí mlhavě i přesto, že má dobrý povrchový profil. LPA musí být vybírány ještě pečlivěji, pokud jde o vysoce pigmentovaný produkt. Pigment absorbuje všechny barvy, kromě své vlastní, kterou odráží. Neprůhledné mikropóry světlo rozptýlí a zapříčiní, že pigmentovaný materiál působí mléčným, vybledlým nebo špatně probarveným – obsahuje tmavší a světlejší části – dojmem. [29]

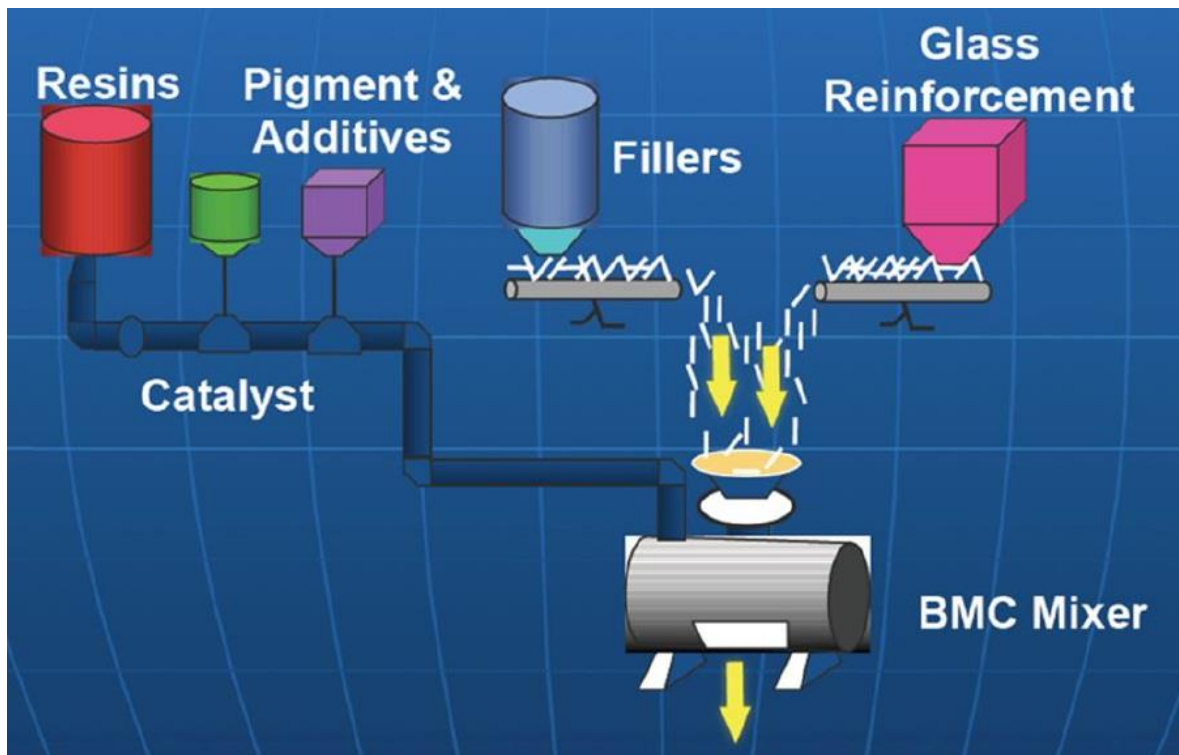
3.1.5 Separátor – release agent

Nejčastěji používanými separátory jsou stearat vápenatý a stearat zinečnatý. Funkcí separátoru je snadné vyjmutí výrobku z formy. [25]

Vytvrzování pryskyřic může být klasifikováno jako relativně rychlý proces, během kterého dochází k zapouzdření jednotlivých složek BMC do tuhé reaktoplastické matrice tvořené polyesterovou pryskyřicí. Vytvrzování samotného se však neúčastní celých 100 % obsažené pryskyřice, ale její významné množství společně s odlučovacími činidly migruje k po-

vrchu a vytváří hladký povrch budoucího výrobku. Během této reakce také začínají expandovat směrem dovnitř LPA, takže je zajištěno, aby nedošlo ke smrštění nebo jiné nežádoucí změně tvaru, než dojde k úplnému vytvrzení kompozitu. [25]

3.2 Výroba BMC



Obrázek 16 – Výroba BMC [29]

Premix BMC se připravuje ve dvou krocích. Schematicky je příprava znázorněna na Obrázku 16. V prvním kroku dojde ke smísení všech složek směsi s výjimkou skleněných vláken. Tato směs se následně přepravuje cisternou a případně se uskladní ve skladovacích nádržích. V případě kontinuálního okruhu je směs dopravena k dalšímu zpracování potrubím. [19]

Čerpadla poté dávkuje ve správném poměru pryskyřici a iniciátor do míchacího zařízení, kde dojde k promísení a poté prochází přes jemné síto, aby se zamezilo znečištění cizorodými látkami. [19]

Následně se do směsi přidá plnivo, směs se opět promísí a poté jsou do pastovité směsi přidána skelná vlákna a celá směs je krátce promíchána v hnětiči (viz Obrázek 17). V tuto chvíli je nutné nevolit příliš dlouhou dobu zpracování, protože hnětením dochází

k poškozování a lámání skelných vláken, což by následně zapříčinilo zhoršení mechanických vlastností výrobku. [19]



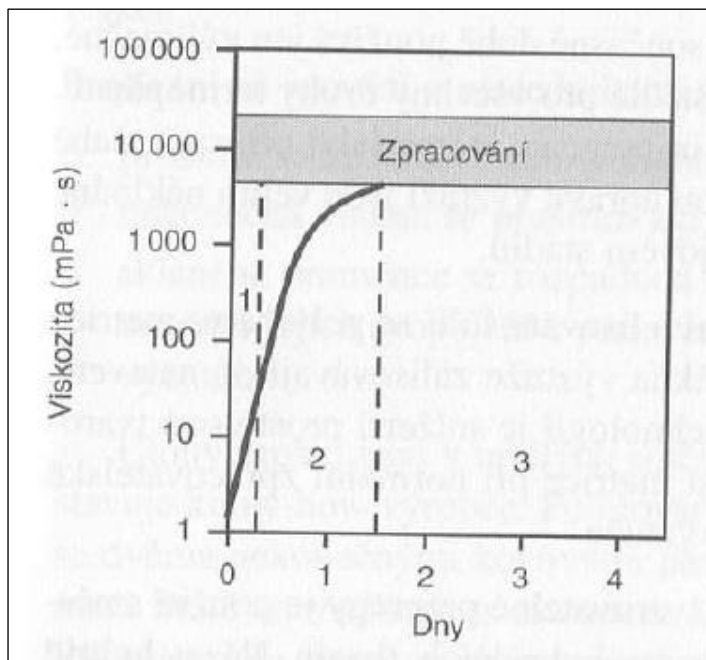
Obrázek 17 – Hnětič pro výrobu BMC [29]

3.2.1 Zrání směsi

Po průchodu hnětací zónou se polotovar transportuje do skladů, kde probíhá zrání, při kterém se uplatní zhušťovací složka MgO nebo případně $Mg(OH)_2$, reagující s polyesterovou pryskyřicí. Hořčík je schopen vázat na sebe kyslík obsažený v polyesterové pryskyřici i ve vodě vzniklé při polykondenzaci. Základní reakcí je vazba hořčíku se dvěma konci řetězce, při které dochází k prodloužení řetězce a nárůstu viskozity. Proces zrání je tedy závislý na parametrech složek směsi, jako je například obsah karboxylových skupin. [19]

Proces zrání můžeme také ovlivnit volbou teploty. Doba zrání směsi, která obsahuje nepříliš reaktivní iniciační systém, můžeme urychlit zahřátím na 30 °C, ale v případě, že toto není z důvodu velmi reaktivního iniciačního systému možné, probíhá zrání obvykle při 15 °C. [19]

Doba zrání se pohybuje od 1 do 7 dnů a jejím výsledkem je BMC směs s vhodnou viskozitou připravená na další zpracování na vstřikovacím nebo lisovacím zařízení. Změnu viskozity v průběhu přípravy a zpracování BMC směsi znázorňuje Obrázek 18. Před samotným transportem ke zpracovateli se BMC směs vakuově balí do fólie nepropouštějící styren. [19]



1 – přidání vláken, 2 – zrání, 3 – zpracování

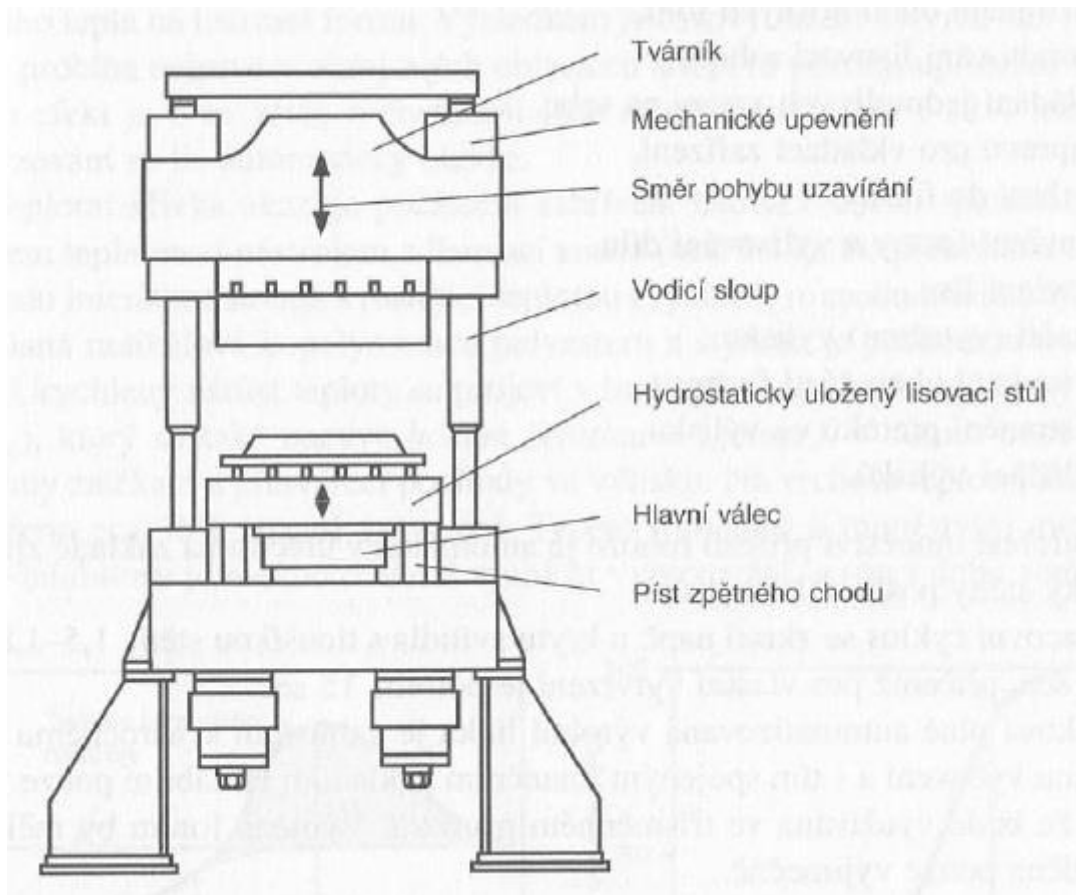
Obrázek 18 – Změna viskozity BMC [19]

3.3 Zpracování BMC

Pro výrobu BMC kompozitů se používají hlavně lisování za tepla a vstřikování v závislosti na velikosti série výrobků a jejich aplikacích. [29]

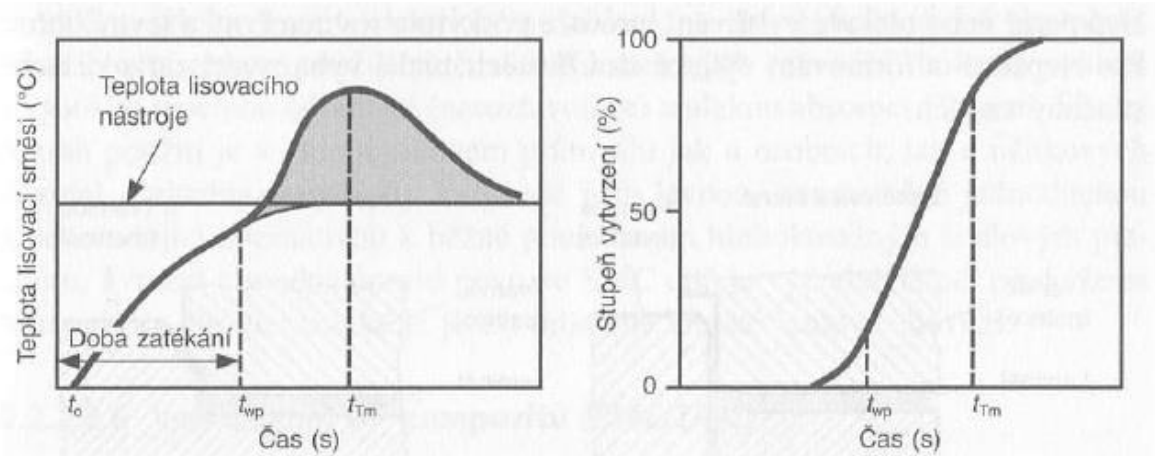
3.3.1 Lisování BMC za tepla

Při lisování BMC se používají výhradně hydraulické lisy s krátkým zdvihem, u kterých jsou tvárník a lisovací stůl odděleny a ocelové formy. Povrch těchto forem obvykle bývá tvrdě pochromován a vyleštěn, kvůli dosažení kvalitního povrchu výlisku. Nejčastěji jsou vyhřívány olejem nebo parou, které poskytují rovnoměrný a levný ohřev. Standardní hydraulický lis je znázorněn na Obrázku 19. [19]



Obrázek 19 – Hydraulický lis s krátkým zdvihem [19]

Teplota lisování směsi s polyesterovými pryskyřicemi pohybuje v rozmezí 130 – 160 °C, lisovací tlak dosahuje obvykle 30 – 140 barů. V případě vyššího obsahu minerálních plniv nebo skleněné výztuže je nutno zvolit vyšší lisovací tlak. Rychlost uzavírání formy musí být volena s ohledem na to, aby nedocházelo k poškození výztužných skelných vláken. Viskozita směsi musí být volena, aby bylo pojivo schopné se roztéct po celé ploše formy spolu se skleněnými vlákny, obvykle 20 – 150 mPa.s. Po vyplnění volného prostoru formy, začne působit lisovací tlak, který je udržován až do ukončení vytvrzovací reakce. Musíme si uvědomit, že dochází k časovému rozdílu vytvrzovací reakce z důvodu rozdílné teploty uprostřed formy a na čele zatékání, v důsledku nízké tepelné vodivosti lisovací hmoty, která zpomaluje odvod reakčního tepla na formu. V praxi tedy dochází k tomu, že vytvrzovací reakce proběhne nejdříve v okrajových oblastech a teprve později uprostřed formy. Tento efekt se zvyšuje s tloušťkou stěny výlisku. Proces vytvrzování probíhá asi 1 – 4 minuty, poté dojde k automatickému otevření lisu a vyjmutí výlisku pomocí mechanického vyhazovacího zařízení nebo stlačeného vzduchu. [19]



t_{wp} – čas dosažení bodu želatinace, t_{Tm} – čas při nejvyšší teplotě

Obrázek 20 – Exotermní vytvrzovací reakce UP [19]

Počátek křivky na Obrázku 20 znázorňuje zahřívání směsi od formy. K dosažení bodu želatinace (t_{wp}) dochází při teplotě, kdy se začíná rozpadat iniciátor a teplota se dále zvyšuje, protože v důsledku rozpadu iniciátorů začíná probíhat exotermní síťovací kopolymerace polyesteru a styrenu. V tuto chvíli končí všechny zatékací a přetvářecí pochody ve směsi. Na vrcholu teplotní křivky je dosaženo asi 95% konverze. Volbou typu iniciátoru lze ovlivnit jak rychlost síťování, tak i dobu zatékání. [19]

Povrchové úpravy

Povrch výlisků z BMC je z důvodu aplikací v automobilovém průmyslu často potřeba upravovat nejprve základním a následně krycím nátěrem. Nerovnosti povrchu (póry a trhlinky) musí být uzavřeny speciální vrstvou. Používá se postup IMC (in-mould-coating), při kterém se na výlisek nanese povrchová úprava ve druhém lisovacím cyklu. Po ukončení síťování se otevře forma lisu, do ní se vstříkne látka pro povrchovou úpravu a forma se opět uzavře. Tímto způsobem jsme schopni dosáhnout vysoké kvality povrchového profilu. [19]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 POUŽITÉ MATERIÁLY

V první kapitole praktické části se krátce věnuji materiálům, které byly použity pro výrobu studovaných vzorků.

4.1 Polyesterová pryskyřice E-96

Jako základní složka matrice byla použita nenasycená polyesterová pryskyřice, založená na maleinové kyselině, určená pro BMC a SMC aplikace od firmy Erco. V následujících odstavcích uvádím výpis některých údajů z technického listu, který firma spolu s pryskyřicí dodává, a který je k práci přiložen jako Příloha I.

E-96 vykazuje velmi dobrou smáčivost, a z toho důvodu může být ve směsi použit vysoký podíl plniv a výztuže. Technický list také slibuje velmi dobré mechanické vlastnosti a vysokou teplotní odolnost. Její použití je doporučeno v kombinaci s LPA, za účelem dosažení kvalitního povrchu výrobku.

Dále je uvedeno doporučení pro SMC aplikace v kombinaci se skelnou výztuží pro výrobu interiérových a exteriérových prvků konstrukce automobilů, kde jsou požadovány právě dobré mechanické vlastnosti.

4.2 LPA

Aditivum zabraňující smršťení, LPA, bylo použito taktéž od firmy Erco. Technický list naleznete v Příloze II této práce.

V základě se jedná o PMMA rozpuštěný ve styrenu a je doporučeno ho používat právě ve spojení s pryskyřicí E-96. V této kombinaci slibuje vysokou kvalitu povrchového profilu. Doporučení pro aplikaci je shodné s uvedeným v odstavci 4.1.

4.3 Další přísady

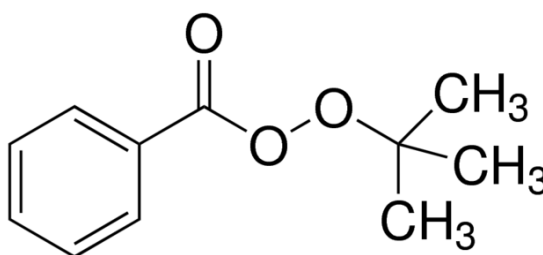
V následujícím odstavci uvádím seznam ostatních přísad s veškerými informacemi, které se mi v době zpracování diplomové práce podařilo získat. Bohužel se mi pro některé z nich nepodařilo sehnat technické listy, proto uvádím alespoň informace volně dostupné na internetu.

- MgO – LUVATOL MK35, šarže: 0000131879 – firma: Lehmann & Voss & Co.
- Mletý CaCO₃ – 5 μm a 2 μm – firma: OmyaCarb VA

Jedná se o jemný prášek bílé barvy používaný jako plnivo pro mnoho různých aplikací. Technický list je uveden jako Příloha III.

- TBPB – *tert*-Butyl peroxybenzovát

Jeho hlavní aplikací je iniciace radikálové polymerace PVC a také síťování nenasycených polyesterových pryskyřic. Jedná se o nažloutlou aromatickou tekutinu s hustotou 1,04 g/cm³. Struktura TBPB je znázorněna na Obrázku 21. [35]



Obrázek 21 – Struktura TBPB [36]

- Skelná vlákna 6 mm – Typ I

K prvnímu typu vláken se bohužel nepodařilo dohledat technický list.

- Skelná vlákna 6, 12 mm – Typ II

Produktová specifikace k sekaným skleněným vláknům označeným jako Typ II je k práci přiložena jako Příloha IV. Jedná se o produktovou specifikaci pro delší, 12mm, vlákna. Jediný rozdíl oproti 6mm vláknům je v délce, proto uvádím pouze 1 produktovou specifikaci pro obě délky vláken.

5 PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH TĚLES

5.1 Míchání BMC směsi

Při experimentu bylo použito několik různých BMC směsí pro výrobu vzorků. První ze směsí byla dodána firmou zpracovávající BMC, která se běžně používá pro výrobu nepohledové části světlometů pro automobily. Ostatní směsi již byly připraveny přímo pro účely této práce.

Připraveno bylo celkem sedm různých směsí, lišících se složením či podmínkami zpracování. Navrhnuty byly 3 základní receptury, ze kterých se dále vycházelo. Přehled složení jednotlivých receptur je znázorněn v Tabulce 6.

Tabulka 6 – Složení základních výchozích směsí pro přípravu vzorků

Složky	Rec. 1		Rec. 2		Rec. 3	
	m [g]	hmotnostní díly *)	m [g]	hmotnostní díly *)	m [g]	hmotnostní díly *)
E-96	360,0	100,0	300,0	100,0	360,0	100,0
LPA	240,0	66,7	200,0	66,7	240,0	66,7
TBPB	9,0	2,5	7,5	2,5	9,0	2,5
MgO	6,0	1,7	-	-	-	-
stearan Zn ²⁺	30,0	8,3	25,0	8,3	30,0	8,3
CaCO ₃ (5 μm)	600,0	166,7	500,0	166,7	400,0	111,1
CaCO ₃ (2 μm)	600,0	166,7	500,0	166,7	400,0	111,1
m_{teor} [g]	1845,0	512,5	1532,5	510,8	1439,0	399,7

*) vyjádřeno jako hmotnost přísady v g na 100 g polymeru

Receptura 1 byla určena pro studování vlivu doby hnětení na výsledné vlastnosti výlisku, receptura 2 a 3 pro vyzkoušení jiného dodavatele a jiné délky skelných vláken. Receptura 3 se od ostatních odlišuje množstvím přidaného minerálního plniva.

Při samotné přípravě bylo postupováno následovně: Viskózní přísady (pryskyřice, LPA a TBPB) byly naváženy na analytických vahách a následně přemístěny do lopatkového míchacího zařízení s regulací otáček znázorněného na Obrázku 22. Zde se míchaly tak dlouho, než došlo k homogenizaci, a poté se začaly přidávat přísady sypké (MgO, stearan zinečnatý a oba typy vápence).



Obrázek 22 – Míchací zařízení pro BMC směsi

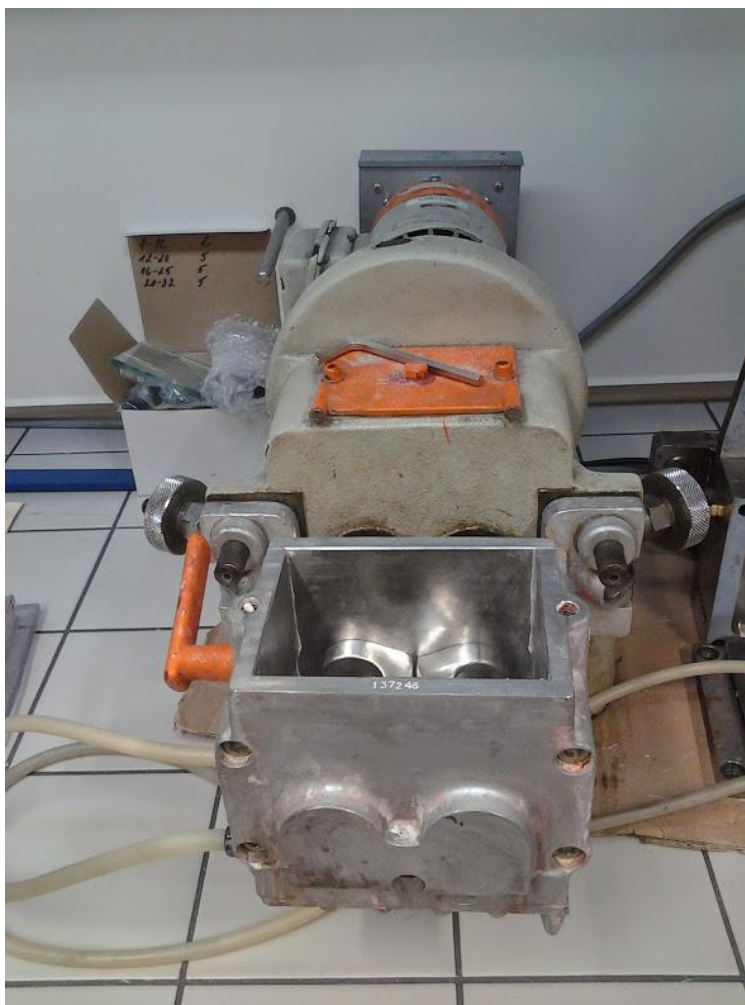
Vápenec bylo nutné přidávat na několik částí, a to proto, že hodně práší a také se jeho přidáním zvýšila viskozita a tedy vnitřní tření směsi. Tím se dostávám k tomu, že bylo potřeba hlídat teplotu směsi, aby nepřekročila 50 °C a nezačala předčasně síťovací reakce. Po přidání celého množství vápence se směs míchala tak dlouho, než byla homogenní. Jak vypadala směs před přidáním poslední dávky vápence lze vidět na Obrázku 23.



Obrázek 23 – Míchání pasty BMC s vápencem

5.2 Hnětení BMC směsí

Po zamíchání směs vytvořila vysoce viskózní pastu, kterou bylo obtížné z míchacího zařízení kompletně vyzískat, a proto zde nastaly velké materiálové ztráty. Další fáze přípravy – hnětení a přidání skelné výztuže, již může velmi ovlivnit výsledné vlastnosti výlisku, proto bude další postup rozčleněn do několika částí dle jednotlivých receptur, aby byly dostatečně zaznamenány a zpřehledněny technologické rozdíly mezi jednotlivými recepturami. Hnětič, na kterém tato fáze přípravy probíhala, je pro všechny společný a je tedy znázorněn na Obrázku 24 a v detailu na Obrázku 25. Jednalo se o vodou chlazený hnětič s regulovatelnými otáčkami. Nejprve se do hnětiče přidala předpřipravená BMC pasta a nechala se promíchat při nízkých otáčkách, aby došlo k rozmístění pasty po hnětacích metlách a v prostoru hnětací komory. Poté byl hnětič zastaven, byly přidány vlákna a za postupného zvyšování otáček se uhnětla výsledná směs.



Obrázek 24 – Vodou chlazený hnětič



Obrázek 25 – Detail míchacího prostoru hnětiče

V následující Tabulce 7 je přehled výsledných BMC směsí získaných hnětením. Jednotlivé rozdíly jsou vysvětleny v následujících kapitolách.

Tabulka 7 – Přehled složení a přípravy výsledných směsí

	Rec. 1			Rec. 2		Rec. 3	
	A	B	C	A	B	A	B
Hmotnost BMC pasty [g]	550	550	550	600	600	600	600
Množství E96 ve směsi [g]	107,3	107,3	107,3	117,5	117,5	150,1	150,1
Typ vláken	I	I	I	II	III	II	III
Délka vláken [mm]	6	6	6	6	12	6	12
Množství vláken [g]	100	100	100	109,4	109,4	150,1	150,1
Délka míchání [min.]	3,5	10	1,5	3	3	3	3
Doba zrání [dny]	14	14	14	0	0	0	0

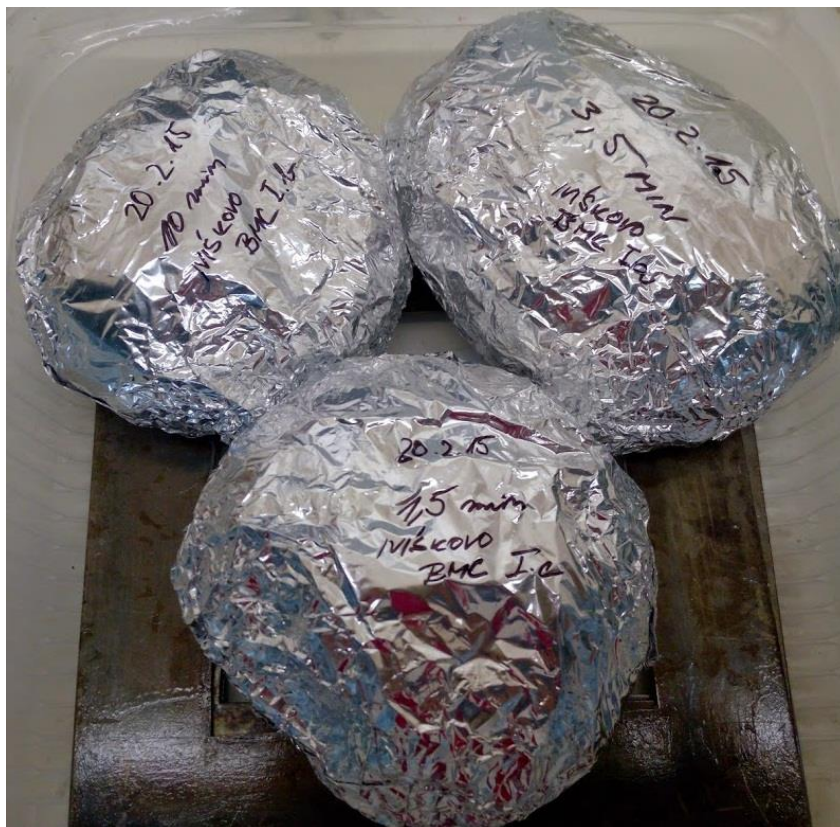
5.2.1 Receptura 1

Jedním z cílů diplomové práce bylo optimalizovat dobu hnětení směsi z důvodu degradace skelných vláken lámáním, ke které při hnětení dochází. K tomu byla určena směs, vyrobená dle první receptury, která byla následně rozdělena na 3 části po 550 gramech. Do každé z těchto směsí poté bylo na hnětiči přidáno 100 g skelných vláken o délce 6 mm zobrazených na Obrázku 26.



Obrázek 26 – Skelná vlákna pro recepturu 1

První z těchto směsí - 1A byla míchána po dobu 3,5 minuty, směs 1B po dobu 10 minut a směs 1C po dobu 1,5 minuty. Následně byly všechny 3 připravené směsi zavakuovány do HDPE pytlíku, obaleny hliníkovou fólií a uloženy do temné místnosti na 14 dní zrát (Obrázek 27).



Obrázek 27 – Připravené směsi: 1A, 1B a 1C

5.2.2 Receptura 2 a 3

U této receptury 2 a 3 byl použit jiný typ sekaných vláken (Typ II), který bylo potřeba otestovat a porovnat se standardně používaným „Typem I“ a také byla pozorována změna v případě vynechání zhušťovací složky - MgO. Důvod vynechání MgO je blíže vysvětlen v kapitole: 5.3. Receptura 2 je proto poměrově shodná s recepturou 1. Naproti tomu u receptury 3 bylo testováno přidání menšího množství částicového plniva (vápence). V první řadě bylo nutné vypočítat množství vláken, jaké je potřeba do směsi přidat, aby množství vláken odpovídalo množství pryskyřice, použité v první receptuře. Toto množství se snadno vypočítalo pomocí přímé úměry a nápomocná je v tomto případě také Tabulka 6 – Složení základních výchozích směsí pro přípravu vzorků.

Receptura 2: Výpočet množství skelných vláken pro 600 g BMC pasty:

V receptuře 1 bylo v 550 g směsi přesně 100 g vláken.

Výpočet množství pryskyřice E96 v 550 g směsi (rec. 1):

1 845 g směsi ... 360 g E96

550 g směsi ... x g E96

$$x = \frac{360 * 550}{1845} = 107,3171 \text{ g E96}$$

Výpočet množství pryskyřice E96 ve směsi 2:

1 532,5 g směsi ... 300 g E96

600 g směsi ... x g E96

$$x = \frac{300 * 600}{1532,5} = 117,4551 \text{ g E96}$$

Výpočet vláken pro 600 g směsi 2:

107,3171 g E96 (směs 1)... 100 g vláken

117,4551 g E96 (směs 2)... x g vláken

$$x = \frac{117,4551 * 100}{107,3171} = 109,4468 \text{ g vláken}$$

Do každé směsi z receptury 2 (tedy 2A a 2B) bylo použito 109,4 g skelných vláken. Pro směs 2A to byla 6-ti milimetrová vlákna, a pro směs 2B 12-ti milimetrová vlákna.

Receptura 3: Výpočet množství skelných vláken pro 600 g BMC pasty:

Vycházelo se opět ze stejného předpokladu, že pro 550 g směsi 1 bylo použito 107,3171 g pryskyřice a 100 g skelných vláken.

Výpočet množství pryskyřice E96 ve směsi 3:

1 439 g směsi ... 360 g E96

600 g směsi ... x g E96

$$x = \frac{360 * 600}{1439} = 150,1042 \text{ g E96}$$

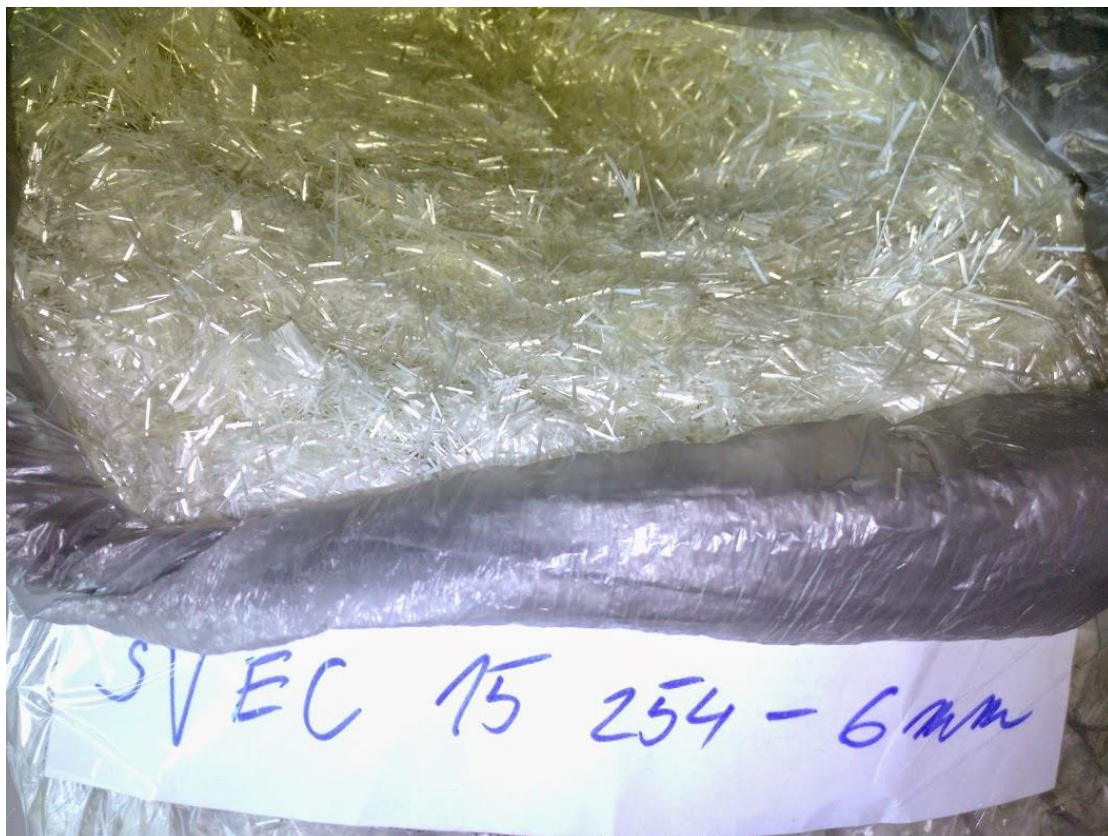
Výpočet vláken pro 600 g směsi 3:

107,3171 g E96 (směs 1)... 100 g vláken

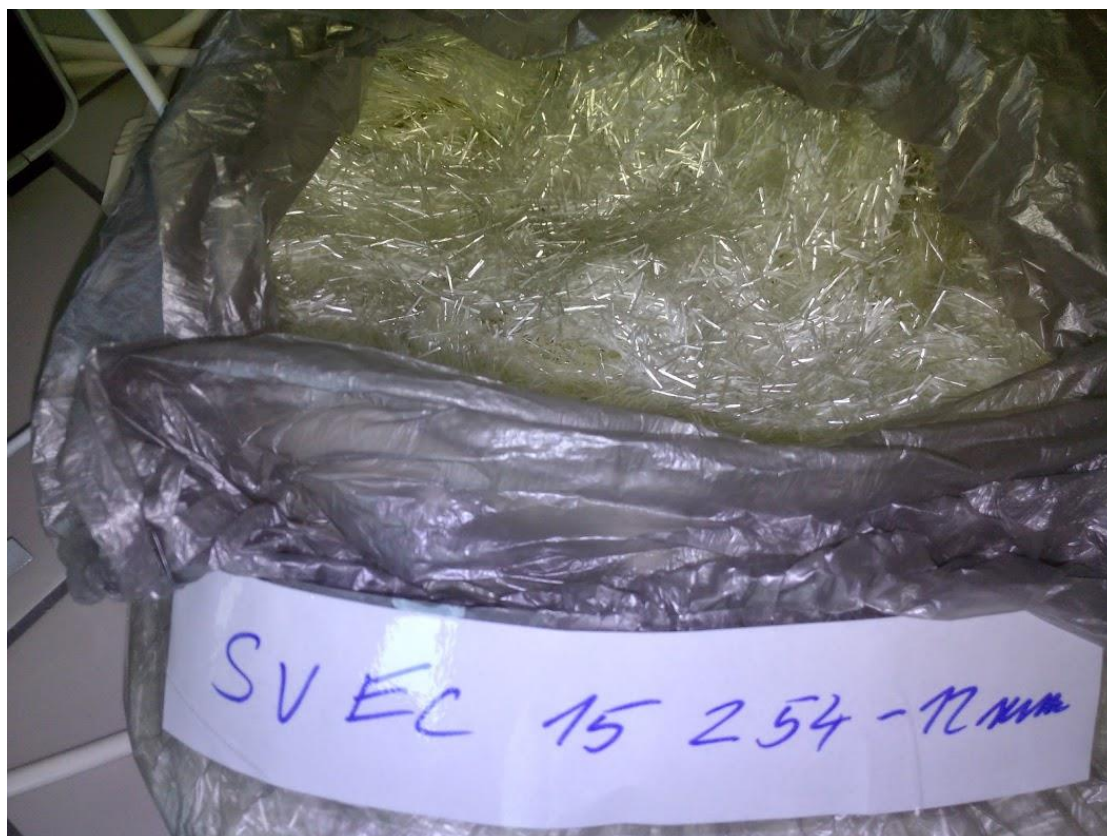
150,1042 g E96 (směs 3)... x g vláken

$$x = \frac{150,1042 * 100}{107,3171} = 139,8698 \text{ g vláken}$$

Do každé směsi z receptury 3 (tedy 3A a 3B) mělo být použito 139,9 g skelných vláken. Bohužel mou chybou při samotné přípravě došlo k přehlédnutí ve výpočtech a ve skutečnosti bylo do směsi použito 150,1 g skelných vláken pro každou ze směsí vyrobených s pomocí receptury 3. Pro směs 3A to byla 6-ti milimetrová vlákna, a pro směs 3B 12-ti milimetrová vlákna. Vlákna použitá pro receptury 2 a 3 lze vidět na Obrázcích 28 a 29.



Obrázek 28 – Skelná vlákna použitá pro směsi 2A a 3A



Obrázek 29 – Skelná vlákna použitá pro směsi 2B a 3B

5.3 Lisování BMC

Podmínky lisování byly pro všechny receptury stejné. Směsi se lisovaly na školním hydraulickém lisu s dolním přítlačným pístem zobrazeném na Obrázku 30. Lisovací forma, která byla použita, měla tvar rámečku pro vylisování destičky o níže uvedených rozměrech.

Podmínky lisování: Teplota: 150 °C

Lisovací tlak: přibližně 20 bar

Čas lisování: 5 minut

Rozměr lisovací formy: 125 x 125 x 4 mm

Navážka směsi (odhadnuta dle velikosti formy): 150 g

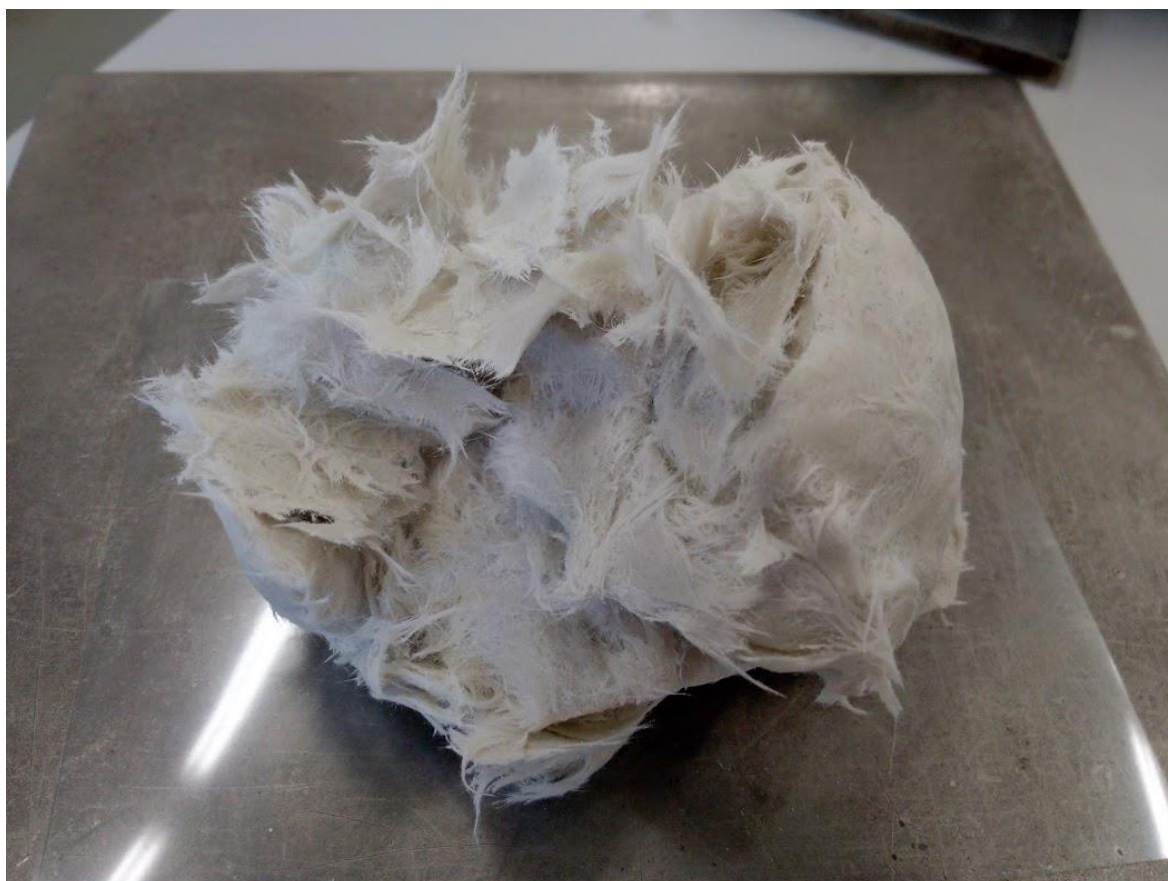


Obrázek 30 – Školní hydraulický lis

Při zpracování standardní směsi a směsi 1A-C byl při ručním zpracování velký problém s příliš vysokou viskozitou. Tato viskozita je způsobena přidáním zhušťovací složky MgO. Proto byla v recepturách 2 a 3 vynechána, protože bylo předpokládáno, že jinou, než zhušťovací funkci MgO neplní. Problém by se pravděpodobně dal vyřešit také zvýšením lisovacího tlaku, což však na školním hydraulickém lisu nebylo možné.

Pro lepší vzhled povrchu výlisku byla, pro oddělení kovových lisovacích desek od materiálu, použita PET fólie. Skladba, která se dávala do lisu, tedy vypadala následovně: Lisovací deska – PET fólie – forma + navážka BMC směsi – PET fólie – lisovací deska. Tyto lisovací desky se předem nechaly nahřát v lisu na požadovanou teplotu, aby byly podmínky pro všechny vzorky stejné. Ze stejného důvodu se také používaly stále stejné lisovací desky a stejná forma. PET fólie byla použita vždy jedna pro jednu recepturu.

Na následujících Obrázcích 31 a 32 jsou znázorněny lisované BMC směsi. Obrázky jsou pouze 2, protože standardní směs a směsi z receptur 1 a 2 vypadaly vizuálně stejně a jediný rozdíl vykazovala směs 3, kde byl obsažen vyšší podíl skelných vláken. (I v případě použití rozdílné délky vláken vypadaly směsi 2A a 2B resp. 3A a 3B před lisováním stejně.) Proto je zbytečné přidávat více snímků.



Obrázek 31 – Vzhled BMC směsi 1A



Obrázek 32 – Vzhled BMC směsi 3A

Na Obrázku 32 lze vidět, že s vlákny používanými pro receptury 2A a 3A není něco v pořádku. Tato vlákna mají být 6 mm dlouhá a z fotky je jasně patrné, že některá vlákna jsou i několikanásobně delší. Také se zdá, že nejsou dobře dispergovány, ale stále tvoří shluky.

Ze standardní směsi byly vylisovány celkem 4 destičky a ze všech směsí připravených za účelem práce vždy po třech destičkách. Přebytky materiálu (přetoky), které na destičkách byly po vyjmutí z formy, byly odstraněny pomocí nůžek a pilníku.

Následně už bylo nutné pouze nařezat destičky na normované rozměry pro jednotlivé zkoušky. K tomuto účelu byla použita stolní pila s diamantovým kotoučem znázorněná na Obrázku 33.



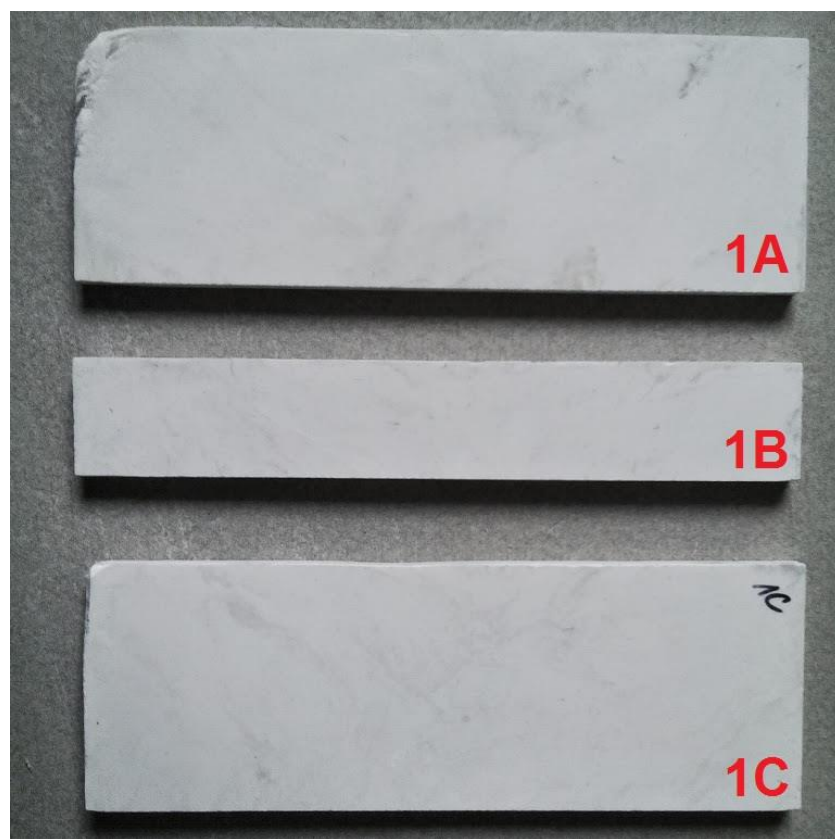
Obrázek 33 – Stolní pila pro řezání vzorků

5.3.1 Vizuální kontrola výlisků

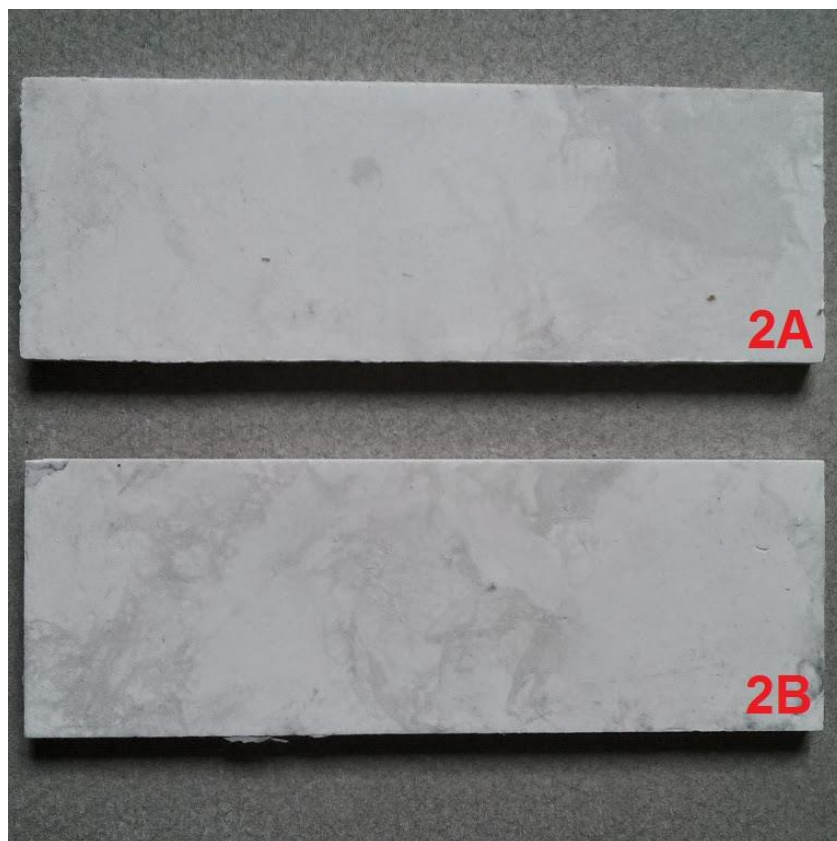
Jedním z cílů práce byla vizuální kontrola výlisků. Jeden z výlisků za každou směs byl ihned po zchlazení a vyjmutí z formy vyfocen, ale bohužel došlo ke ztrátě těchto fotek z důvodu rozbití mobilního telefonu, kterým byly pořízeny. Snímky na následujících Obrázcích 34 - 37 jsou tedy ze zbytků vylisovaných destiček, kromě fotky standardní směsi, kde bylo destiček vylisováno více a nebylo potřeba všechny rozřezat pro mechanické a další zkoušky.



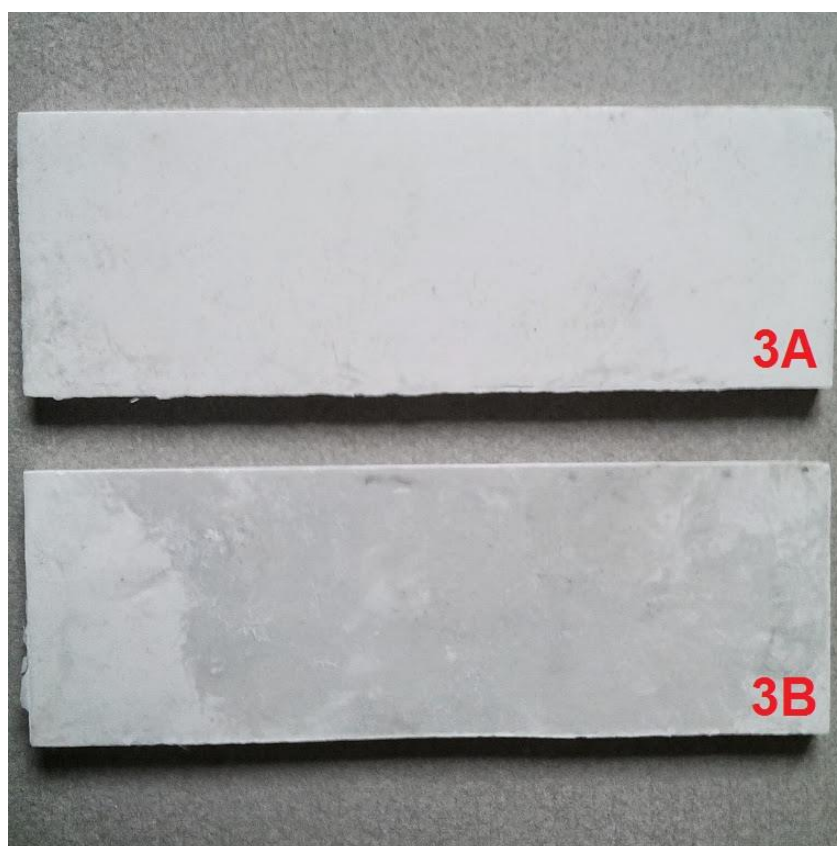
Obrázek 34 – Vylisovaná destička ze standardní směsi



Obrázek 35 – Vylisované destičky ze směsí založených na receptuře 1



Obrázek 36 – Vylisované destičky ze směsí založených na receptuře 2



Obrázek 37 – Vylisované destičky ze směsí založených na receptuře 3

Na Obrázku 34 je zachycena jedna z destiček vylisovaná ze standardní směsi. Vylisované destičky měly na povrchu patrné šedé a béžové skvrny. Ty ale nebyly předmětem diplomové práce, pravděpodobně byly způsobeny nevhodnou technologií zpracování – pro lisování byl použit dostupný laboratorní gumárenský lis, který nemá dostatečný dotlak a rychlost uzavírání formy pro tyto materiály. Tato směs se běžně zpracovává na vstříkolisu a tam tyto vady nevykazuje.

Tyto skvrny byly přítomny i na destičkách vylisovaných z laboratorně připravených směsí znázorněných na Obrázcích 35 - 37. Znečištění od lisovací formy bylo minimalizováno, protože mezi desky lisovací formy byla vždy vložena nová PET fólie, která bez potíží lisovací teplotě odolává. Pracovalo se v rukavicích a nástroje byly očištěny, ale znečištění směsi při přípravě nelze úplně vyloučit, protože jsme pracovali v laboratořích a na zařízeních, kde se běžně zpracovávají gumárenské směsi se sazemi.

Na Obrázku 35 vidíme část vylisované destičky směsi 1A, která v levém horním rohu obsahuje defekt, kde lze vidět nedostatek materiálu. Tento defekt byl způsoben špatným umístěním bloku materiálu do formy, čímž bylo způsobeno, že na pravé spodní straně byl materiál naopak přebytek a způsobil v místě větší přetoky. Také se může jednat o problém, způsobený již dříve zmíněnou vysokou viskozitou směsi. Jednalo se o první vylisovanou desku z této směsi, proto bylo při dalších kusech postupováno opatrněji a defekt se již neopakoval. Na výlisku ze směsi 1C (na tomtéž obrázku) se může zdát, že došlo k podobnému problému – opět v levém horním rohu, ale je to pouze zdání. V tomto místě došlo k odštípnutí materiálu při následné manipulaci a odstraňování přetoků.

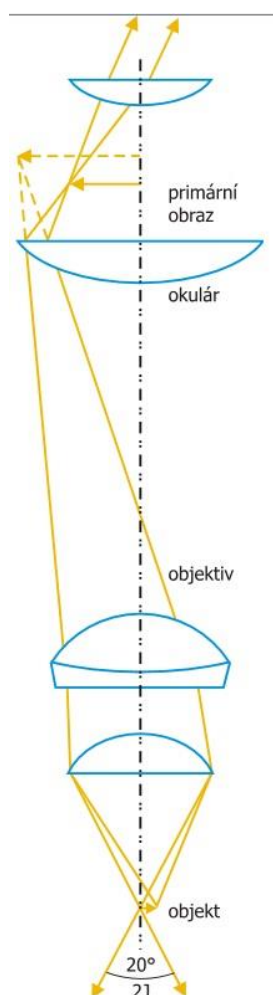
Na závěr kapitoly je nutné ještě uvést, že jakékoliv části desek, kde došlo k vadám způsobeným manipulací, byly nejprve oříznuty, než došlo k samotnému řezání zkušebních těles na jednotlivé zkoušky. Proto není možné, že by se tyto vady projevíly v dalším testování materiálu.

6 POUŽITÉ ZKUŠEBNÍ METODY

6.1 Optická mikroskopie

Běžně se optický mikroskop skládá ze dvou částí, a to: optické a mechanické. Optická část zajišťuje vznik a promítání obrazu, zatímco mechanická chrání optickou část a tvoří tělo mikroskopu. [37]

Mechanickou část tvoří stativ, držící tělo mikroskopu, stolku, osvětlení a makro a mikrošroubu, sloužícího k zaostření na vzorek. Stolek mikroskopu, používaného k účelům práce, je křížový – má tedy šrouby, které umožňují jeho posuv ve čtyřech směrech a také jsou na něm zvýrazněné souřadnice, pro snazší orientaci. Další mechanickou částí je hlavice s revolverovým nosičem, která umožňuje měnit objektivy s různým zvětšením. [37]



Obrázek 38 – Schéma optického mikroskopu [37]

Na Obrázku 38 je znázorněna optická část mikroskopu a tedy čočky, které tvoří okuláry, kterými se díváme na vzorek a objektivy, které zachycují obraz vzorku a také osvětlení

[37]. Součástí v práci používaného mikroskopu je i polarizační filtr, umožňující sledování vzorku v polarizovaném světle, ale ten jsem pro účely práce nevyužila.

Čočky (objektivy i okuláry) zajišťují různá zvětšení, přičemž výhodnější je vždy kombinace většího zvětšení u objektivu, kde se obraz tvoří a menšího u okuláru. V oblasti okuláru také bývá zabudované měřítko či čtvercová síť určená například k lepšímu počítání a naorientování sledovaných objektů. Jednoduchý mikroskop se často skládá ze dvou spojných soustav čoček se společnou optickou osou. Objektiv má malou ohniskovou vzdálenost (řádově v milimetrech), vzorek se tedy umísťuje blízko před předmětové ohnisko, čímž umožní vznik skutečného, zvětšeného a převráceného obrazu. Tento obraz vzniká mezi okulárem a jeho předmětovým ohniskem. Vzniklý obraz poté můžeme pozorovat okulárem podobně jako například lupou, a tím získáváme další zvětšení. Ohnisková vzdálenost okuláru se na rozdíl od objektivu pohybuje v řádu centimetrů. Obrazové ohnisko objektivu a předmětové ohnisko okuláru nesplývají, ale jsou od sebe vzdáleny o hodnotu optického intervalu, jehož hodnota nabývá u běžného typu mikroskopu asi 15 – 20 cm. [37]

Mikroskop, který jsem pro pozorování vzorků pro účely diplomové práce používala je binokulární mikroskop (obsahuje 2 okuláry, je tedy možno vzorek pozorovat pohodlně oběma očima) Olympus BH2. Tento mikroskop je zobrazen na Obrázku 39.



Obrázek 39 – Mikroskop Olympus BH2

6.2 Stanovení obsahu textilního skla a minerálního plniva – Kalcinační metoda

V případě stanovování obsahu textilního skla a minerálního plniva ve vzorku kalcinační metodou bylo postupováno v souladu s normou ČSN EN ISO 1172, metodou B pro vzorky obsahující jak skelnou výztuž, tak minerální plnivo. Tato metoda je určena pro následující typy materiálů: prepregy vyztužené skelnou přízí, rovingem, strižemi či textiliemi, dále pro SMC, BMC a DMC lisovací směsi, sklem vyztužené termoplasty a granuláty a v neposlední řadě také plněné a neplněné lamináty s maticí z termoplastických nebo reaktoplastických pryskyřic. [38]

6.2.1 Princip metody

Vzorek materiálu se zváží a následně se spálí v muflové peci při definované teplotě, poté se znovu zváží, čímž získáme obsah nespalitelného zbytku (plniva + výztuže). V případě, že je v materiálu použito jak minerální plnivo, tak skelná výztuž, je dále nutné rozpustit plnivo v kyselině chlorovodíkové, poté ho z vláken vymýt a vlákna usušit. Jejich zvážením a přepočtem získáme jejich obsah v materiálu. [38]

6.2.2 Příprava vzorků

Aby byly výsledky plně reprezentativní, musí být stanovení provedeno z minimálně 2 vzorků, odebraných ze shodného materiálu. Tvar a velikost pro prepregy a lisovací hmoty se volí v rozmezí 2 – 20 gramů o tvaru, který se vhodně vmístí do skleněného kelímku. [38] Před umístěním kelímku se vzorkem do muflové pece je také nutné vzorek vyžít nad kahanem, z důvodu možné přítomnosti například nezreagovaného monomeru. Žihání probíhá po dobu, kdy vzorek hoří plamenem nebo čadí.

6.3 Stanovení ohybových vlastností

Stanovení a vyhodnocení ohybových vlastností u vláken vyztužených kompozitů BMC, o kterých práce pojednává, bylo provedeno dle normy ČSN EN ISO 14125 metody A (Stanovení ohybových vlastností třibodovým ohybem).

6.3.1 Princip zkoušky

Zkušební těleso ve tvaru hranolu je umístěno do zkušebního přístroje a je ohýbáno konstantní rychlostí do doby, než dojde k porušení tělesa. V průběhu zkoušky se zaznamenává síla působící na těleso a jeho průhyb. [39]

Metodou můžeme zhodnotit ohybové vlastnosti jako je pevnost v ohybu, ohybový modul a další parametry vycházející ze vztahu ohybového napětí a deformace za definovaných podmínek. Geometrie zkoušky se volí takovým způsobem, aby došlo k minimalizaci smykové deformace a vyloučeno porušení v důsledku mezilaminárního smyku. [39]



Obrázek 40 – Zwick 1456

6.3.2 Zkušební přístroj

Ke zkoušce byl použit univerzální zkušební přístroj Zwick 1456 (Obrázek 40), který je sestaven ze základové desky, stolu, rámu s pojezdovými tyčemi, na kterých je umístěn příčník a k přístroji je také připojen počítač s programem TestXpert určeným pro vyhodnocení naměřených hodnot. K přístroji je možno připojit různé druhy čelistí, jak pro tahové zkoušky, tak pro zkoušky tlakem či ohybem. Spodní čelist je vždy pevně uchycena ke stolu stroje a horní na pohyblivém se příčníku. Maximální rychlost horní čelisti při zkoušce je 800 mm/min a dokáže vyvinout sílu až 20 kN.

6.4 Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy

Rázová houževnatost metodou Charpy byla testována a posuzována v souladu s normou ČSN EN ISO 179-1 – Část 1: Neinstrumentovaná rázová zkouška.



Obrázek 41 – CEAST Resil Impactor pro měření rázové houževnatosti

6.4.1 Základní pojmy a princip zkoušky

Pokud mluvíme o rázové houževnatosti daného materiálu, mluvíme o rázové energii spotřebované k přeražení zkušební tělesa bez vrubu, vztažená na původní průřez zkušební tělesa. Zkušební těleso je během zkoušky umístěno na podpěrách a je přeraženo úderem rázového kyvadla, přičemž směr rázu je veden středem vzdálenosti mezi podpěrami a zkušební těleso je tedy přeraženo vysokou, nominálně konstantní rychlostí. [40]

Mohou nastat 4 případy přeražení vzorku [40]:

- úplné přeražení: těleso je rozděleno na 2 nebo více kusů
- kloubové přeražení: dvě části zkušební tělesa drží pohromadě pouze tenkou obvodovou vrstvou v podobě kloubu bez zbytkové tuhosti

- částečné přeražení – neúplné přeražení, které neodpovídá definici kloubového přeražení
- nepřeraženo – stav, kdy nedojde k přeražení tělesa a to je pouze ohnuto a protlačeno mezi podpěrami [40]

Rázová houževnatost Charpy zkušebních těles bez vrubu se vypočte podle následující rovnice:

$$a_{cU} = \frac{W_b}{hb} \cdot 10^3 \left[\frac{kJ}{m^2} \right]$$

kde: W_b je energie při přeražení [J]

h tloušťka zkušebního tělesa [mm]

b šířka zkušebního tělesa [mm]

6.4.2 Přístroj pro měření rázové houževnatosti

Měření rázové houževnatosti probíhalo na přístroji CEAST Resil Impactor (Obrázek 41) vybaveném počítačovým programem, který zpracovává získaná data, ze kterých získáme výslednou hodnotu rázové houževnatosti vyjádřenou v $\text{kJ} \cdot \text{m}^{-2}$ pro každý jeden vzorek.

7 VÝSLEDKY A DISKUZE

Následující kapitoly práce budou věnovány konkrétním podmínkám a postupům jednotlivých zkoušek, jejich výsledkům a zhodnocení těchto výsledků.

7.1 Stanovení obsahu textilního skla a minerálního plniva – Kalcinační metoda

Tato zkouška byla prováděna pro kontrolu obsahu skelné výztuže a vápence ve výliscích, aby mohla být u dalších zkoušek vyloučena lidská chyba udělaná při přípravě vzorků a také, aby mohl být určen jejich přesný obsah, vzhledem ke ztrátám, které mohly nastat zachycením vláken na součásti hnětiče nebo částic plniva na součástech lopatkového míchacího zařízení.

7.1.1 Postup a výsledky zkoušky

V první části zkoušky byly na stolní pile (Obrázek 33) připraveny vzorky o rozměru přibližně 25 x 25 mm. Tato velikost byla volena s ohledem na velikost žihacích kelímků a také na příslušnou normu. Byly vyříznuty 3 vzorky pro každou ze směsí a to vždy ze stejné vylisované destičky. Následně byly na analytických vahách zváženy vysušené žihací kelímky, do nich vloženy připravené vzorky a znovu zváženy. Poté byly žihací kelímky vloženy do plamene nad plynovým kahanem a tímto způsobem spalovány, než vzorek přestal hořet plamenem a čadit. Během spalování vzorků nad kahanem byla nahřívána muflová pec na teplotu 625 °C, kam se po vyžihání kelímky se vzorky vložily na dobu alespoň dvou hodin, během kterých došlo ke shoření veškerých spalitelných zbytků. Následně byly kelímky přemístěny do exsikátoru, kvůli zchlazení a následně opět zváženy. Rozdílem hmotnosti původního vzorku a spáleného zbytku jsme získali množství minerálního plniva a vláken ve výrobku. Hodnoty získané v této části zkoušky jsou uvedeny v Tabulce 8.

Tabulka 8 – Výsledky první části zkoušky pro stanovení obsahu skelných vláken a CaCO_3 ve vzorcích

	$m_{\text{žihacího kelímku}}$	m_{vzorku}	$m_{\text{kelímku + spáleného zbytku}}$	$m_{\text{CaCO}_3 + \text{vláken}}$
	[g]	[g]	[g]	[g]
Standard	22,5729	4,7058	26,3285	3,7556
	25,2197	4,5253	28,7874	3,5677
	21,3822	4,6380	25,0676	3,6854
1A	23,0815	4,2022	26,1168	3,0353
	17,2720	4,1426	20,2496	2,9776
	20,6809	4,1150	23,6745	2,9936
1B	23,5622	4,1657	26,5592	2,9970
	25,1413	4,1535	28,1326	2,9913
	12,7703	4,0541	15,6917	2,9214
1C	12,6096	4,1058	15,6035	2,9939
	13,6007	4,2250	16,7245	3,1238
	12,2322	4,1592	15,2731	3,0409
2A	22,5735	3,7331	25,2185	2,6450
	21,3824	3,5632	23,8860	2,5036
	23,5624	3,7380	26,2558	2,6935
2B	25,1410	3,7003	27,7500	2,6090
	23,0795	3,5403	25,5072	2,4277
	20,6805	3,6666	23,2768	2,5963
3A	17,2663	3,6686	19,7161	2,4498
	12,2317	3,6385	14,6453	2,4136
	12,7705	4,0591	15,6830	2,9125
3B	13,5964	3,4485	15,8850	2,2887
	15,0926	3,4826	17,3769	2,2843
	12,6097	3,5216	14,9690	2,3593

V druhé fázi zkoušky bylo podle již zmíněné normy ČSN EN ISO 1172, uvádějící poměr 5 ml 35% HCl na gram spáleného zbytku, vypočteno množství HCl, nutné k rozpuštění vápence v kelímku. Po jeho rozpuštění byly vlákna několikrát vypláchnuty nejprve destilovanou vodou a poté etanolem, do úplné čistoty, vysušeny v horkovzdušné sušárně a nechané zchladnout v exsikátoru. Nakonec byly opět zváženy a z rozdílu byl vypočten obsah skelných vláken. Vypočtené hodnoty pro druhou část zkoušky a hodnoty získané vážením vysušeného vzorku jsou uvedeny v Tabulce 9 a hodnoty vypočteného obsahu skelných vláken, CaCO_3 a pro kontrolu obsahu plniv společně jsou uvedeny v Tabulce 10.

Tabulka 9 – Výsledky druhé části zkoušky pro stanovení obsahu skelných vláken a CaCO_3 ve vzorcích

	V_{HCl} nutné pro rozpuštění CaCO_3	$m_{\text{filtrační fity}}$	$m_{\text{fity + vysuše-ných vláken}}$	$m_{\text{skleněnýchvláken}}$	m_{CaCO_3}
	[ml]	[g]	[g]	[g]	[g]
Standard	18,78	37,0436	37,5333	0,4897	3,2659
	17,84	40,7297	41,2487	0,5190	3,0487
	18,43	35,4638	36,0192	0,5554	3,1300
1A	15,18	39,0853	39,7478	0,6625	2,3728
	14,89	40,9000	41,5432	0,6432	2,3344
	14,97	39,3871	40,0296	0,6425	2,3511
1B	14,99	41,0108	41,6472	0,6364	2,3606
	14,96	45,7120	46,3491	0,6371	2,3542
	14,61	38,7024	39,3252	0,6228	2,2986
1C	14,97	37,4464	38,0528	0,6064	2,3875
	15,62	38,6403	39,3452	0,7049	2,4189
	15,20	46,9840	47,5888	0,6048	2,4361
2A	13,23	39,1993	39,8644	0,6651	1,9799
	12,52	40,9536	41,5458	0,5922	1,9114
	13,47	39,5255	40,0933	0,5678	2,1257
2B	13,05	41,1109	41,6368	0,5259	2,0831
	12,14	45,7708	46,2882	0,5174	1,9103
	12,98	38,7575	39,2943	0,5368	2,0595
3A	12,25	37,4517	38,3455	0,8938	1,5560
	12,07	38,7082	39,6427	0,9345	1,4791
	14,56	47,0726	48,2895	1,2169	1,6956
3B	11,44	40,8000	41,6744	0,8744	1,4143
	11,42	35,5257	36,3516	0,8259	1,4584
	11,80	37,0040	37,8978	0,8938	1,4655

Tabulka 10 – Obsah minerálního plniva a vláknité výztuže v BMC vzorcích

	obsah plniva + výztuže ve vzorku	obsah CaCO ₃ ve vzorku	průměr	směrodatná odchylka	obsah skl. vláken ve vzorku	průměr	směrodatná odchylka
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
Standard	79,81	69,40	68,09	1,14	10,41	11,28	0,80
	78,84	67,37			11,47		
	79,46	67,49			11,97		
1A	72,23	56,47	56,65	0,42	15,77	15,64	0,12
	71,88	56,35			15,53		
	72,75	57,13			15,61		
1B	71,94	56,67	56,68	0,02	15,28	15,33	0,04
	72,02	56,68			15,34		
	72,06	56,70			15,36		
1C	72,92	58,15	57,99	0,67	14,77	15,33	1,18
	73,94	57,25			16,68		
	73,11	58,57			14,54		
2A	70,85	53,04	54,52	2,06	17,82	16,54	1,31
	70,26	53,64			16,62		
	72,06	56,87			15,19		
2B	70,51	56,30	55,48	1,31	14,21	14,49	0,24
	68,57	53,96			14,61		
	70,81	56,17			14,64		
3A	66,78	42,41	41,61	0,89	24,36	26,68	2,94
	66,34	40,65			25,68		
	71,75	41,77			29,98		
3B	66,37	41,01	41,50	0,44	25,36	24,82	0,95
	65,59	41,88			23,72		
	66,99	41,61			25,38		

7.1.2 Vyhodnocení a diskuze

Z Tabulky 10 je patrné hned několik zajímavých věcí, které stojí za zmínku. Jako první upoutá sloupec s celkovým množstvím plniva a výztuže v jednotlivých materiálech. Ve standardní směsi bylo použito téměř 80 % plniva a výztuže, zatímco u laboratorně připravených vzorků se podařilo dosáhnout jen přibližně 70% plnění, aby materiál bylo možné ručně zpracovávat. Přidání dalšího množství vápence nebo skelných vláken by mohlo způsobit nemožnost zpracování v důsledku příliš vysoké viskozity.

Jako další lze u standardní směsi vidět rozdílný poměr mezi plnivem a výztuží, oproti našim směsím. Ve standardním materiálu byl použit poměr vlákna : plnivo asi 1 : 6,03, zatímco u našich směsí v případě 1A – 2B byl vypočten poměr 1 : 3,30 – 3,83 (pokud budu pro výpočet uvažovat reálně naměřené hodnoty a ne teoretické ze zápisu receptur) a u směsí 3A a 3B byl poměr dokonce 1 : 1,56 – 1,67. V dalším kroku jsme se zaměřili, na rozdíly v mechanických vlastnostech způsobené použitím rozdílného množství částicového plniva a vláknité výztuže.

Jako další je v Tabulce 10 vidět vliv délky míchání resp. hnětení na rovnoměrnost distribuce a dispergace částic a vláken ve směsi. Tomuto testu byla věnována receptura 1. Při bližším pohledu na sloupec se směrodatnými odchylkami lze zjistit, že rovnoměrnost distribuce skelných vláken (vápence) v materiálech 1A – 1C naprosto odpovídá délce míchání. Materiál 1B byl v hnětiči celých 10 minut a odchylka má hodnotu pouhých 0,04 (0,02) %, zatímco u směsi 1C, která se hnětla pouze 1,5 minuty je odchylka nejvyšší a to 1,18 (0,67) %. Takzvaný zlatý střed v tuto chvíli představuje směs 1A, kde odchylka dosahuje 0,12 (0,42) %, která byla hnětena po dobu 3,5 minuty. Oproti standardní směsi, která dosahuje odchylek 0,8 % pro vlákna a 1,14 % pro vápenec, se i ve směsi míchané pouze 3,5 minuty dosáhlo lepší rovnoměrnosti distribuce pro oba typy plniv. Nesmíme však opomenout negativní vliv dlouhé doby hnětení na výsledné mechanické vlastnosti, který spočívá v postupném lámání vláken při prodlužující se hnětací době, lépe řečeno, je možné, že i přesto, že náš materiál je zamíchán „lépe“, nemusí mít ve výsledku lepší vlastnosti než standardní směs. A ze stejného důvodu si myslím, že je zbytečné materiál v hnětiči nechávat 10 minut, což prokazují rozdíly hodnot směrodatných odchylek mezi směsí 1A hnětenou 3,5 minuty a 1C hnětenou 1,5 minuty, ne však u směsi 1B, míchané 10 minut, kde sice odchylka dále klesá, ale v porovnání se způsobeným přelámaním vláken a vlivem zpřelámaní na mechanické vlastnosti (viz kapitola 7.2), je tento pokles zanedbatelný a zbytečný.

Překvapením však byly hodnoty směrodatných odchylek u směsí 2A a 3A, kde byla použita skelná vlákna stejných parametrů ve stejném množství, ale od jiného dodavatele. Jsou totiž obvykle vyšší při velmi podobné délce míchání. Mohlo by to být způsobeno většími shluky, které vlákna tvoří, které se mi bohužel na Obrázcích 28 a 29 nepodařilo zachytit. U směsi 2A, by pravděpodobně stačilo upravit pouze dobu hnětení. U směsi 3 si horší distribuci vysvětlují snížením procentuálního plnění, v důsledku čehož měly obě směsi (3A i 3B) nižší viskozitu a ta mohla způsobit nižší rychlost zapracování vláken a vápence do své

struktury. Pro upřesnění: Podle mého mínění se na začátku po přidání vápence/vláken do struktury dostane velký shluk, který je materiálem s nižší viskozitou spíše obcházen, než aby byl zapracován. K rozdílům mezi směsmi označenými A a B se dostanu v dalších odstavcích.

Při porovnání směsí A s 6mm vlákny a B s 12mm vlákny (pouze receptury 2 a 3), si lze všimnout rozdílů v kvalitě distribuce. Vysvětluji si to tím, že je to právě rozdílnou délkou vláken. Delší vlákna se na hnětiči snáze zapracovávají, jejich větší délka umožňuje vzájemné zapletení a snazší vtažení dalších vláken mezi lopatky hnětiče. Další možností by mohlo být také to, že u delších vláken, nebyl takový problém se shluky, jako jsem zmínila v předcházejícím odstavci.

Jako další lze zmínit ztráty materiálu v procesu míchání a hnětení směsí a to odprášením mletého vápence v míchacím zařízení a stejně tak zachycením skelných vláken na nepohyblivých součástech hnětiče.

Na závěr této kapitoly proto uvádím ještě procentuální ztráty, které v důsledku míchání a hnětení nastaly, oproti teoretickému obsahu výztuže a plniva z uvedených receptur. Tyto ztráty jsou uvedeny v Tabulce 11 a pro jejich výpočet byly použity hodnoty z Tabulek 6 a 7 s rozepsaným složením směsí a Tabulka 10 se skutečně zjištěnými hodnotami ve výliscích.

Tabulka 11 – Ztráty CaCO_3 a skelných vláken v důsledku přípravy směsí

	Standard	Receptura 1			Receptura 2			Receptura 3		
		Teoretická	Skutečná	Ztráty	Teoretická	Skutečná	Ztráty	Teoretická	Skutečná	Ztráty
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
CaCO_3	68,09	61,70	57,11	-4,59	61,26	55,00	-6,26	51,98	41,56	-10,42
Skł. vlákna	11,28	18,18	15,43	-2,75	18,23	15,52	-2,72	25,02	25,75	0,73
Plniva celkem	79,37	79,88	72,54	-7,34	79,49	70,51	-8,98	77,00	67,30	-9,70

Z výše uvedené Tabulky 11 zjišťujeme, že ztráty u receptur 1 a 2 byly přibližně stejné jak pro vlákna tak pro CaCO_3 . Rozdíl je však patrný v receptuře 3, kde nejsou žádné ztráty u skleněných vláken, naopak je jich přebytek, což je způsobeno dříve zmiňovanou chybou ve výpočtu. Dále jsou u této receptury vyšší ztráty CaCO_3 , což by mohlo být způsobeno chybou v navažování, protože jinak si tento rozdíl nedokážu rozumně vysvětlit. Pro zajímavost jsem do této tabulky také uvedla, skutečné procentuální množství plniv pro standardní

směs. Dá se říci, že díky ztrátám na skelných vláknech jsem se svými vzorky více přiblížila standardu, zatímco ztráty CaCO_3 mě od něj opět oddělili.

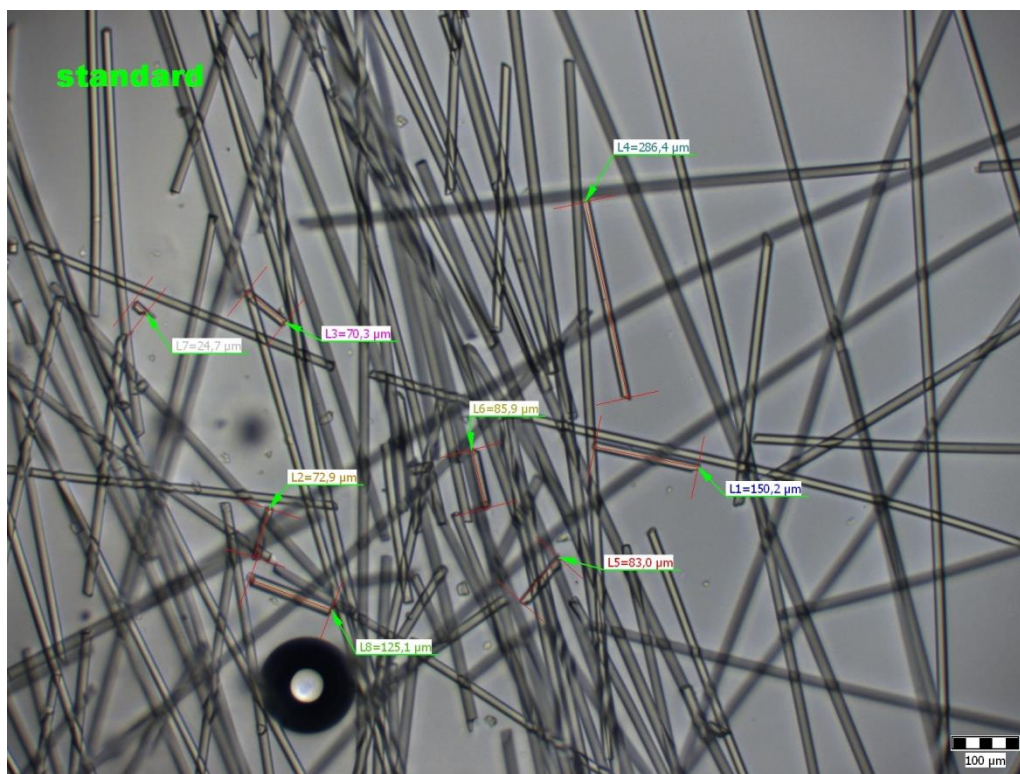
7.2 Sledování skelných vláken pomocí optického mikroskopu

Stanovením obsahu nespalitelných vláken v předchozí zkoušce byly získány více či méně poškozená skelná vlákna. Účelem jejich studování pomocí optické mikroskopie (princip kapitola 6.1) bylo, porovnat vlákna použitá ve standardní směsi s vlákny, které byly použity v našich recepturách a případně se pokusit zjistit míru jejich degradace hnětením.

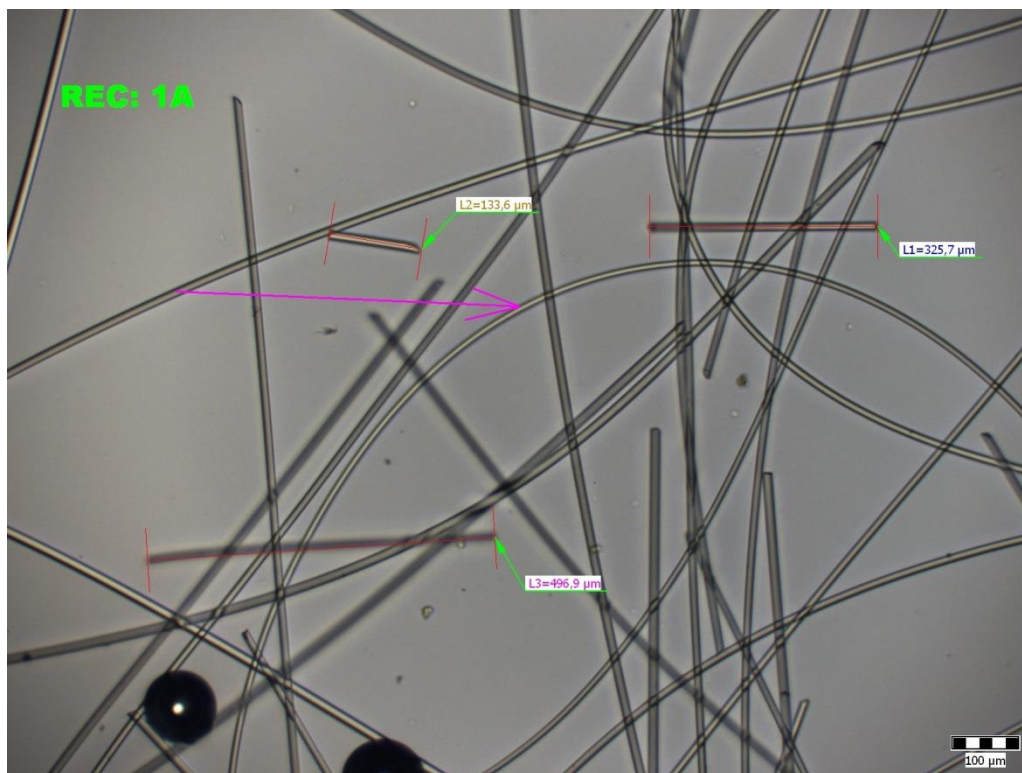
Na následujících Obrázcích 42 – 49 jsou 2 typy pohledu na skelná vlákna. Jeden z nich ukazuje míru jejich zpřelámání a druhý tloušťku použitých vláken. V popisku obrázku je vždy uvedeno použité zvětšení, které jsem ve formě měřítka uvedla také přímo do každého z nich.

7.2.1 Míra degradace vláken v závislosti na délce hnětení

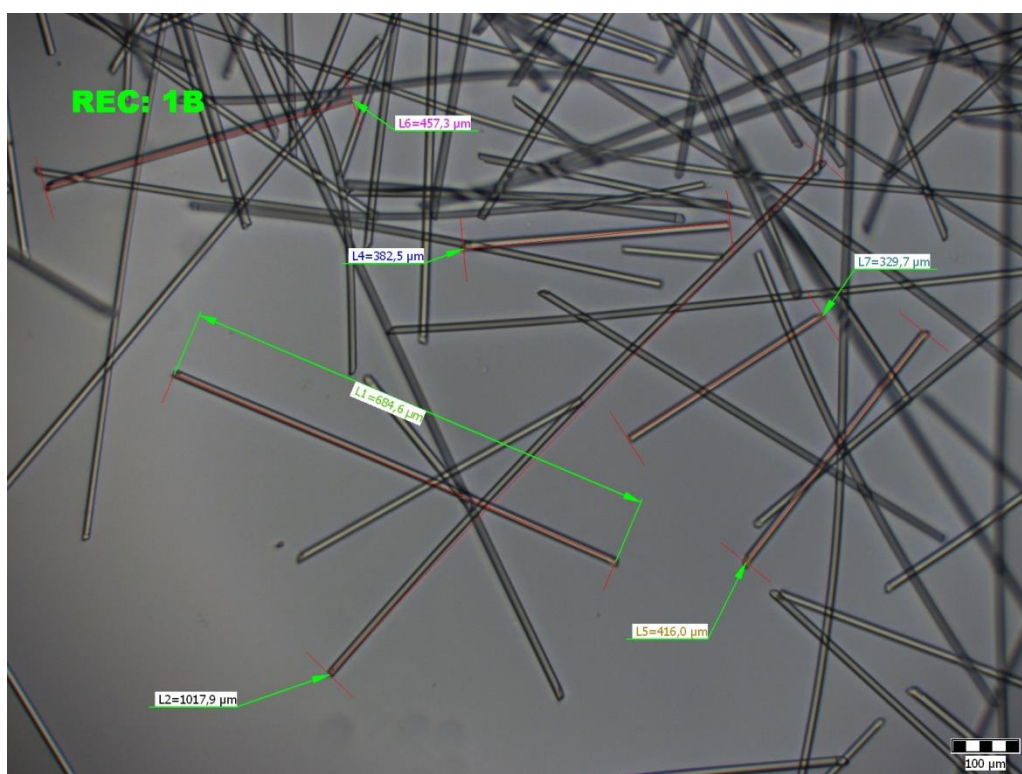
Studování vlivu hnětení na zpřelámání vláken a další vlastnosti byla určena receptura č. 1. Proto byly mikroskopicky studovány pouze směsi 1A, 1B, 1C a standardní směs.



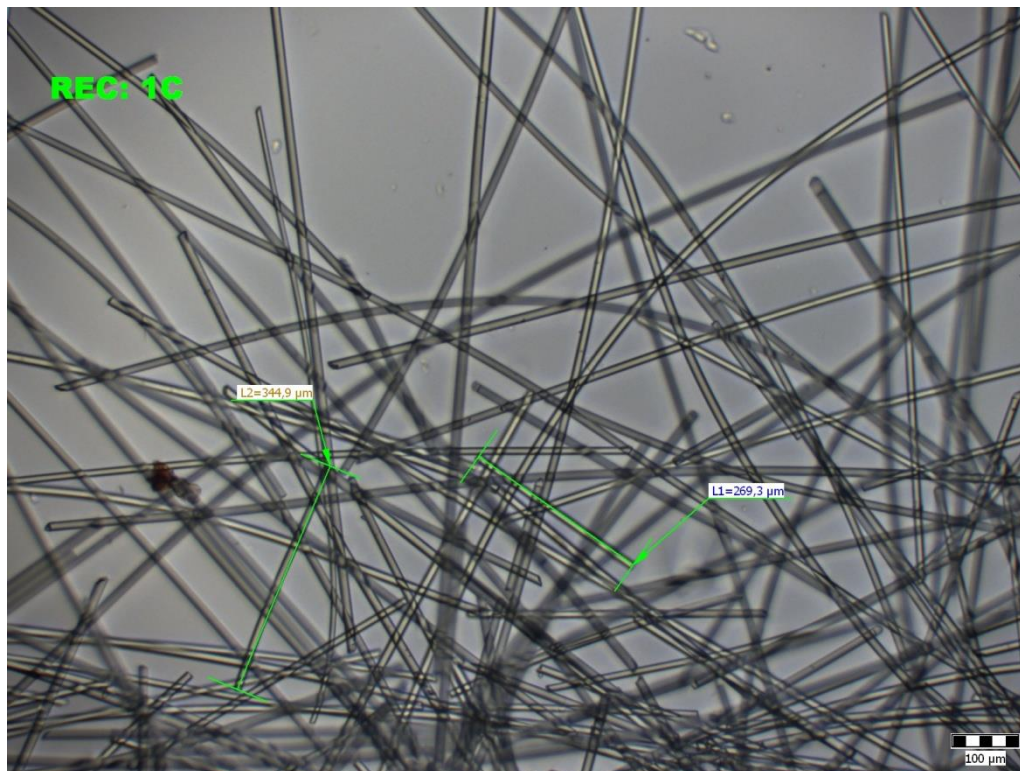
Obrázek 42 – Skelná vlákna ze standardní směsi (100x)



Obrázek 43 – Skelná vlákna ze směsi 1A (100x)



Obrázek 44 – Skelná vlákna ze směsi 1B (100x)



Obrázek 45 – Skelná vlákna ze směsi 1C (100x)

Na Obrázku 42 můžeme vidět vlákna získaná ze standardní směsi. Je patrné, že některá jsou velmi zlámaná až na délky 20 – 300 μm , ale je jich zde také mnoho delších než několik mm, což na snímcích z mikroskopu není patrné. S ohledem na studium dalších směsí mě však překvapil vysoký podíl velmi zlámaných vláken, bohužel však neznáme přesné podmínky výroby tohoto materiálu, proto z toho nemohu vyvodit další závěry.

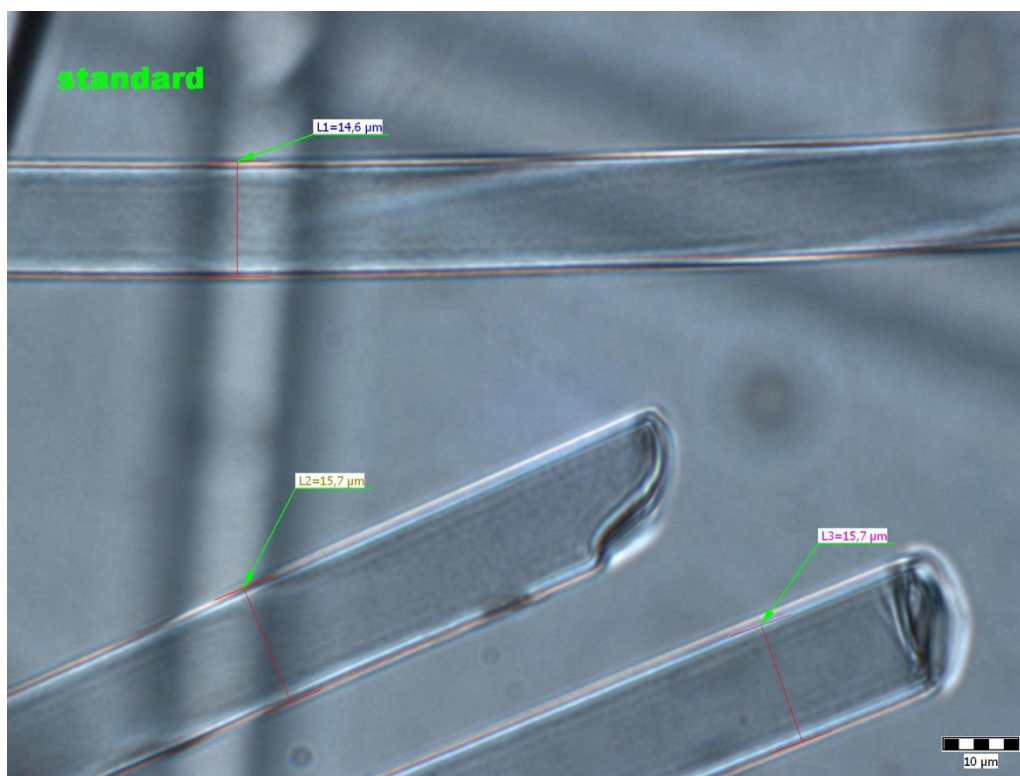
Obrázek 43 ukazuje vlákna ze směsi 1A hnětené 3,5 minuty. Také jsou zde vlákna, která jsou zlámaná na délku kratší než 1 mm, avšak není jich tak vysoký podíl jako u standardní směsi. Většina vláken v této směsi byla delší než několik mm a zdá se, že hodně jich také na namáhání reagovalo svým ohnutím - v obrázku označeno růžovou šipkou. Pravděpodobně by na další namáhání tato ohnutá vlákna reagovala zlomením.

Nejdéle hnětená směs (10 minut) je znázorněna na Obrázku 44. Je zde největší procentuální zastoupení vláken zlámaných na méně než 1 mm ze všech zkoumaných směsí. Překvapivé však bylo, že zlámaná vlákna v této směsi mají stále délku 300 – 500 μm (0,3 – 0,5 mm) a výskyt vláken zlomených na délku kratší než 200 μm , jako u standardní směsi, byl výjimečný. Může to být způsobeno jinou technologií hnětení používanou ve standardní výrobě oproti našim laboratorním podmínkám a také určitě podstatně vyšším množstvím materiálu, které se ve standardní výrobě zpracovává v jednom cyklu.

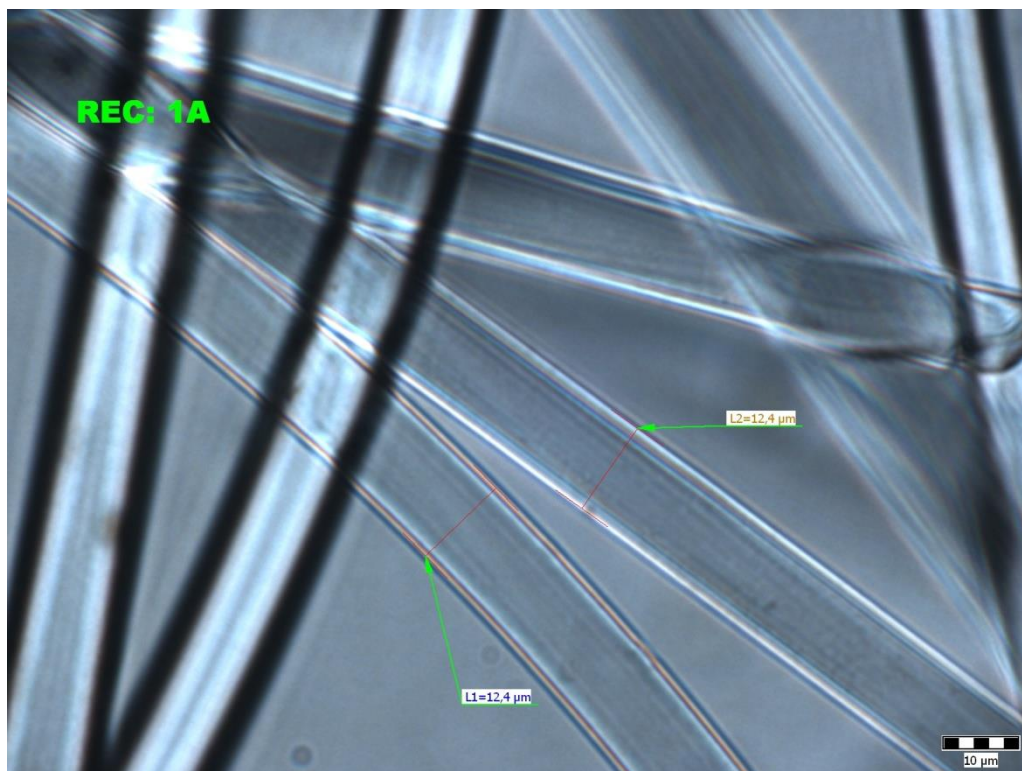
Na Obrázku 45 jsou zachycena vlákna separované ze směsi 1C. Zde je oproti směsi 1B spíše výjimkou nalézt vlákno kratší než 1 mm. Většina vláken si tedy při hnětení trvajícím 1,5 minuty stále zachovává délku několika milimetrů.

7.2.2 Tloušťka skelných vláken v jednotlivých směsích

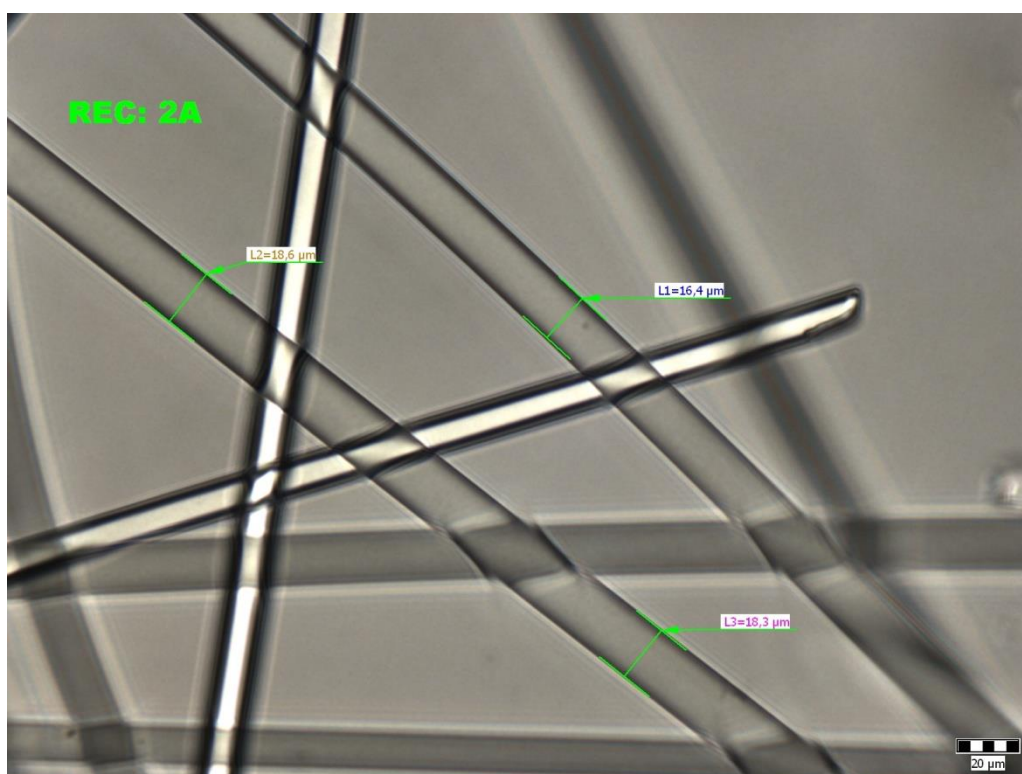
Další postup při studování vláken pomocí optického mikroskopu byl zaměřen na tloušťku jednotlivých typů použitých vláken. V osmi zkoumaných směsích byly použity celkem 4 typy vláken, proto byly studovány jmenovitě tyto směsi: standardní směs s neznámým typem vláken; směs 1A s 6mm vlákny (Typ I), které se v laboratorních podmínkách UTB standardně používají pro výrobu BMC směsí určených pro studium; 2A, kde byly použity 6mm vlákna od jiného dodavatele a 2B, kde byly použity vlákna o délce 12 mm od stejného dodavatele jako vlákna pro směs 2A (pro směs 2A a 2B šlo o vlákna označená jako „Typ II“).



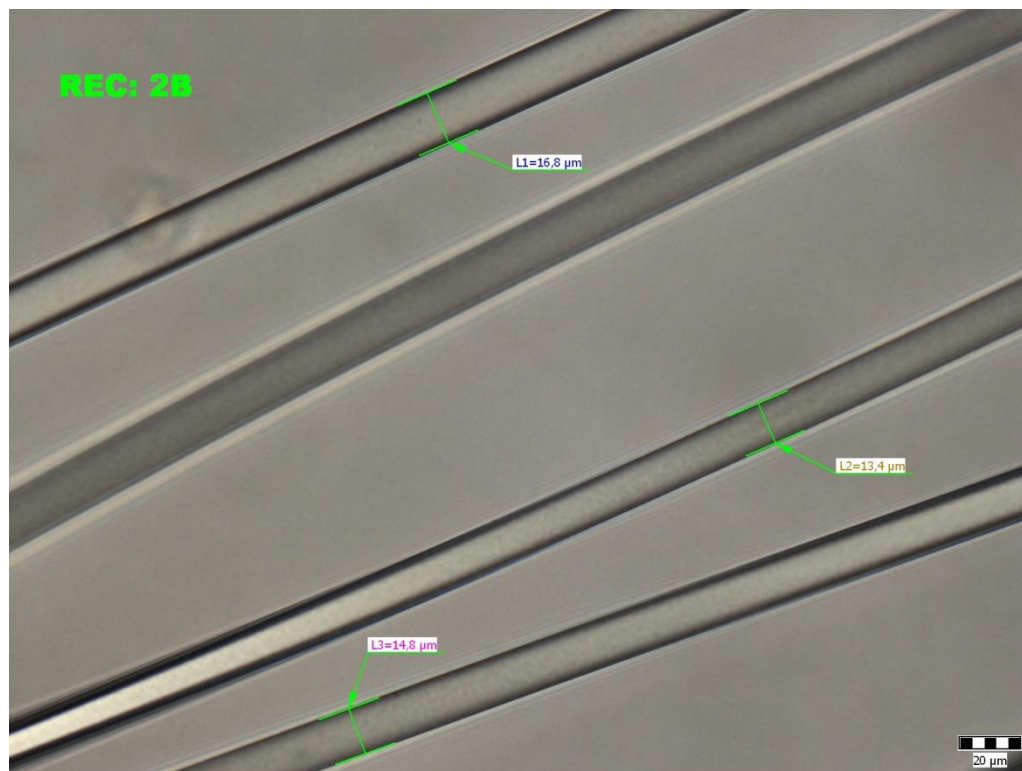
Obrázek 46 – Detail vláken standardní směsi (1000x)



Obrázek 47 – Detail vláken směsi 1A (1000x)



Obrázek 48 – Detail vláken směsi 2A (400x)



Obrázek 49 – Detail vláken směsi 2B (400x)

Ve standardní směsi bylo zjištěno použití vláken o tloušťce 14 – 16 μm (viz Obrázek 47). Na Obrázku 47 lze vidět, že vlákna, použitá do směsí 1A, 1B a 1C, měla tloušťku pohybující se kolem 12 μm . Byly tedy použity vlákna o přibližně 2 – 4 μm tenčí, než u standardní směsi. Při studování vláken ze směsi 2A (viz Obrázek 48) bylo zjištěno, že změnou dodavatele také došlo ke změně tloušťky vláken. Vlákna v této směsi dosahují tloušťky 16 – 19 μm , což je o 0 – 3 mikrony více, než standardní směs a o 4 – 7 mikronů více, než ve směsích připravených na základě receptury 1. Při pohledu na Obrázek 49 můžeme spatřit, že ve směsích 2B a 3B byly použity vlákna s tloušťkou 13 – 17 mikronů, což by nejvíce odpovídalo tloušťce vláken použitých ve standardní směsi. Je zde však také největší rozptyl mezi tloušťkami jednotlivých vláken.

7.3 Stanovení ohybových vlastností

7.3.1 Postup zkoušky a výsledky

V případě zkoušky ohybových vlastností bylo postupováno podle normy ČSN EN ISO 14125, uvedené v kapitole 6.3. Pro každou směs bylo vyhotoveno 7 zkušebních těles, které byly podloženy na podpěrách a uprostřed příčnickem posunujícím se dolů, postupně ohýbány, než došlo ke zlomení zkušebního tělesa. Vyhodnocováno bylo maximální ohybové

napětí (pevnost v ohybu) v MPa, ohybový modul v MPa a ohybová deformace při maximálním napětí v % (jedná se o nominální prodloužení úseku prohýbaného tělesa uprostřed mezi podpěrami).

Rozměr zkušebního tělesa: 80 x 15 x 4 mm (d x š x h)

Nastavení stroje: vzdálenost podpěr: 64 mm

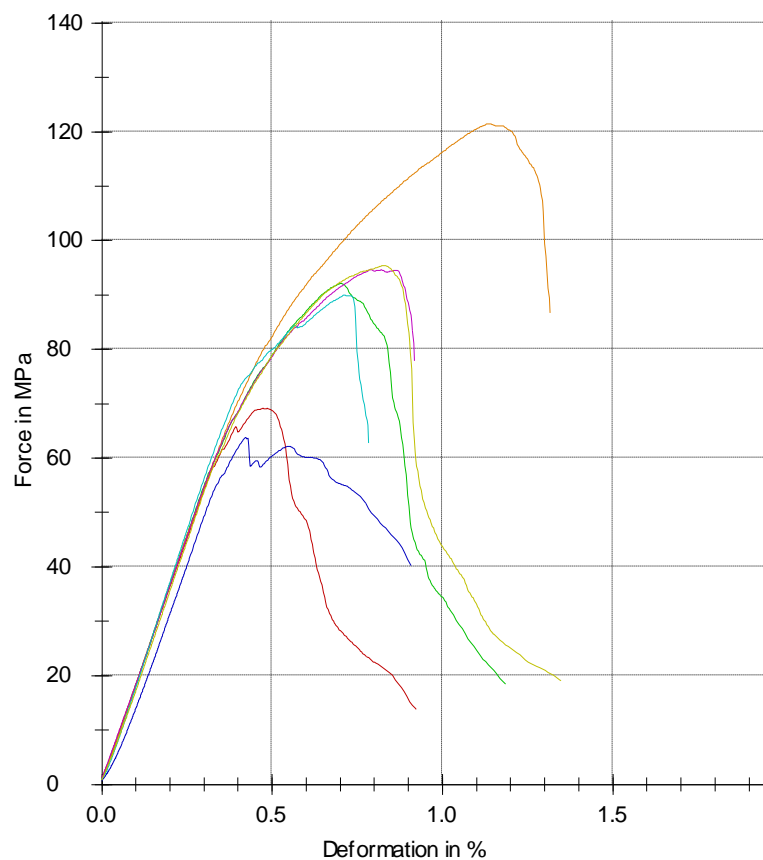
počáteční výška příčnicku: 6 mm

rychlost posunu příčnicku: pro měření modulu: 1 mm/min

po změření modulu: 5 mm/min

Poznámka k rozměrům zkušebního tělesa: Forma pro lisování měla tloušťku přibližně 4 mm, avšak finální výlisek dosahoval tloušťky kolem 5 mm.

Na následujících grafech je znázorněna závislost napětí na deformaci pro každou sérii vzorků a v tabulkách získané hodnoty z programu TestXpert pro vyhodnocení mechanické zkoušky ohybem.

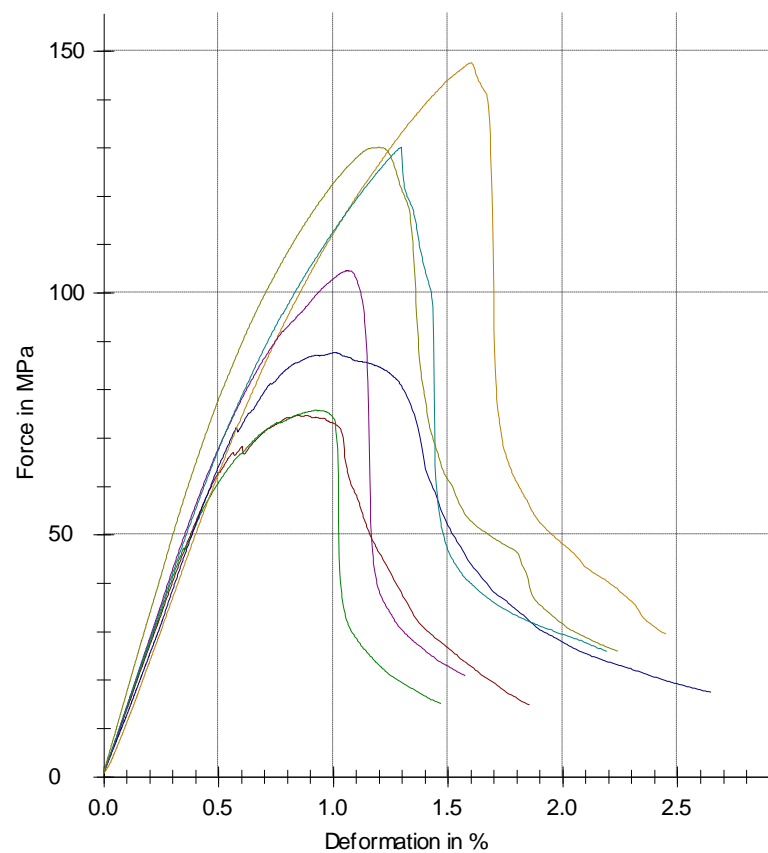


Obrázek 50 – Standard: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 12 – Standard: Výsledky zkoušky ohybem

Standard	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
ST1	5,3	17 900	69,1	0,5
ST2	5,3	18 400	92,1	0,7
ST3	5,2	17 200	63,8	0,4
ST4	5,3	18 300	122,0	1,1
ST5	5,3	18 100	94,7	0,8
ST6	5,2	19 300	90,0	0,7
ST7	5,3	18 200	95,4	0,8
průměr	5,3	18 200	89,6	0,7
sm. odchylka	0,05	627	19,2	0,2

Z Obrázku 50 a Tabulky 12 jsou patrné výsledky a průběh zkoušky ohybem materiálu ze standardní směsi. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 17 200 – 19 300 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 63,8 – 122,0 MPa.

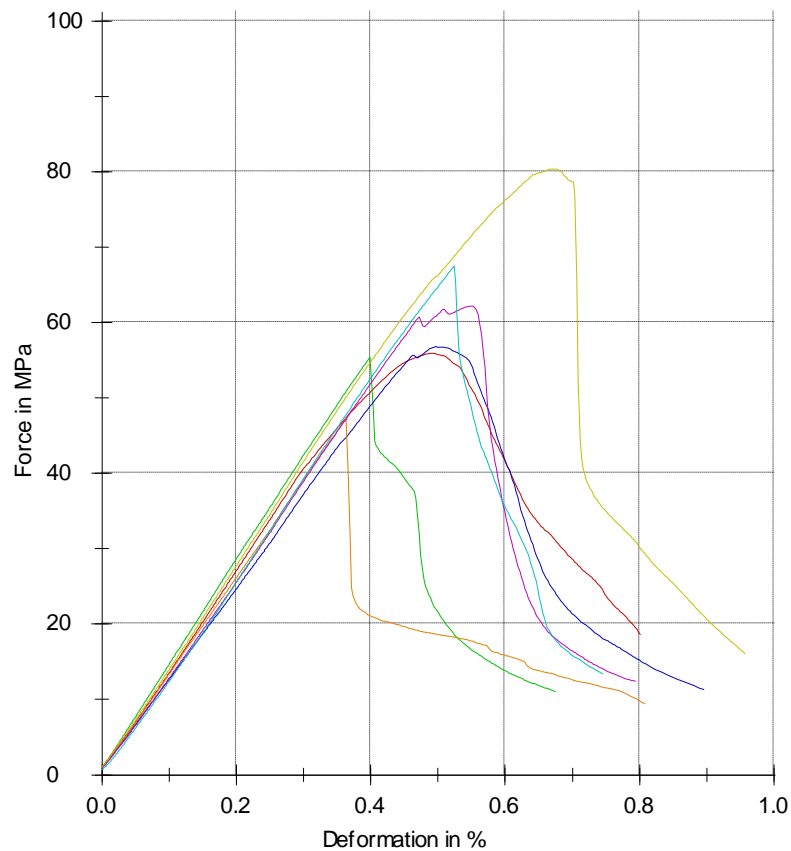


Obrázek 51 – 1A: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 13 – 1A: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 1A	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
1A1	5,0	13 200	74,7	0,9
1A2	5,0	13 500	75,8	0,9
1A3	5,0	12 500	87,7	1,0
1A4	5,0	12 600	148,0	1,6
1A5	5,0	14 100	105,0	1,1
1A6	5,0	13 700	130,0	1,3
1A7	4,9	16 200	130,0	1,2
průměr	5,0	13 686	107,3	1,1
sm. odchylka	0,04	1 248	29,2	0,3

Na Obrázku 51 a v Tabulce 13 jsou patrné výsledky a průběh zkoušky ohybem materiálu ze směsi 1A. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 12 500 – 16 200 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 74,7 – 148,0 MPa.

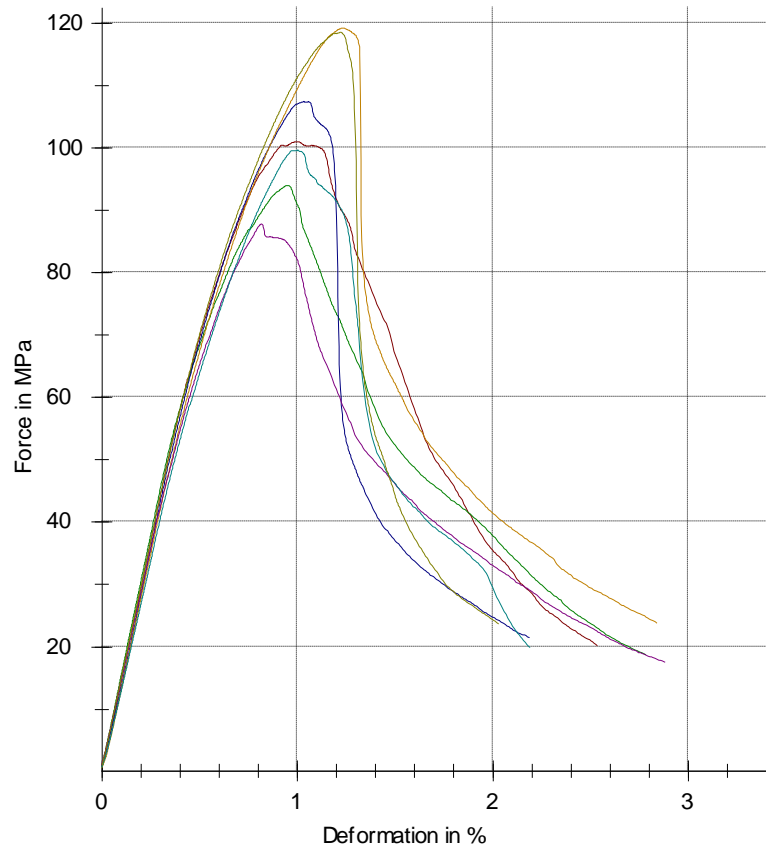


Obrázek 52 – 1B: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 14 – 1B: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 1B	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
1B1	5,1	13 500	55,9	0,5
1B2	5,0	13 900	55,4	0,4
1B3	5,1	12 000	56,8	0,5
1B4	5,1	12 800	47,3	0,4
1B5	5,1	12 800	62,2	0,5
1B6	5,0	13 100	67,4	0,5
1B7	5,1	13 700	80,4	0,7
průměr	5,1	13 114	60,8	0,5
sm. odchylka	0,05	652	10,7	0,1

Na Obrázku 52 a v Tabulce 14 vidíme hodnoty získané zkouškou materiálu ze směsi 1B. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 12 000 – 13 900 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 47,3 – 80,4 MPa.

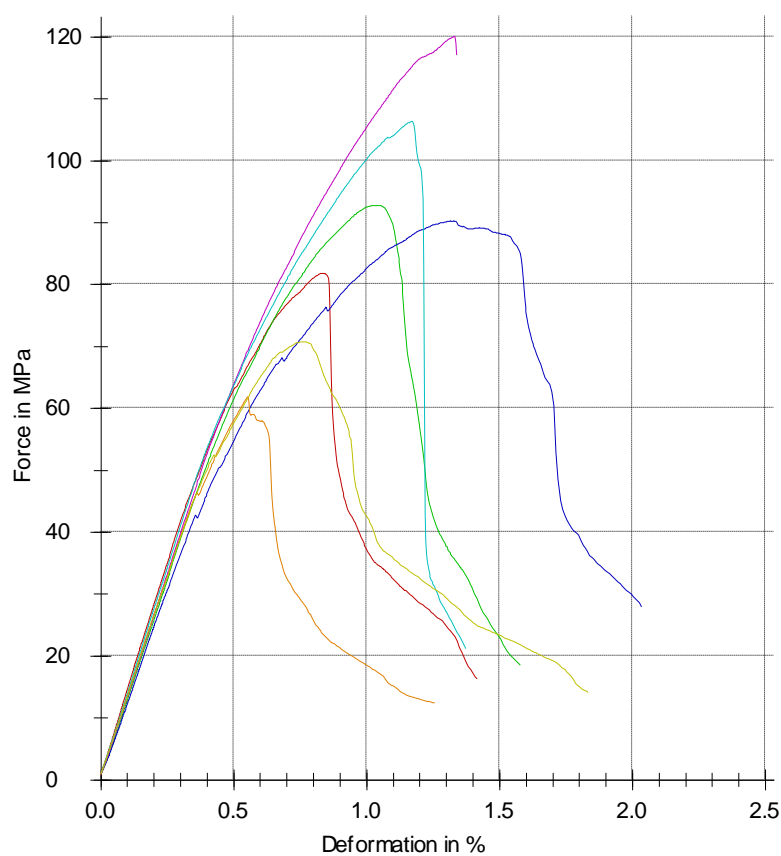


Obrázek 53 – 1C: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 15 – 1C: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 1C	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
1C1	5,1	14 800	101,0	1,0
1C2	5,1	15 000	94,0	0,9
1C3	5,1	14 500	107,0	1,0
1C4	5,1	14 500	119,0	1,2
1C5	5,1	14 000	87,8	0,8
1C6	5,0	13 700	99,7	1,0
1C7	5,1	14 600	119,0	1,2
průměr	5,1	14 443	103,9	1,0
sm. odchylka	0,04	450	11,9	0,1

Na Obrázku 53 a v Tabulce 15 jsou uvedeny výsledky a průběh zkoušky ohybem zkušebních těles ze směsi 1C. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 13 700 – 15 000 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 87,8 – 119,0 MPa.

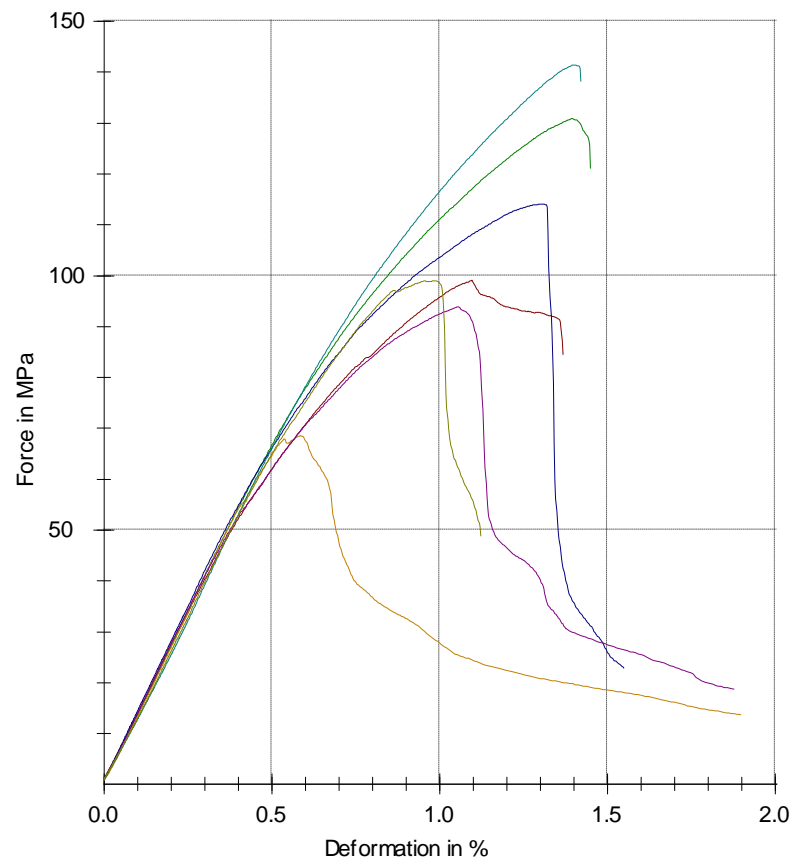


Obrázek 54 – 2A: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 16 – 2A: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 2A	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
2A1	5,1	13 700	81,9	0,8
2A2	5,2	12 900	92,8	1,0
2A3	5,1	12 400	90,3	1,3
2A4	5,2	13 000	61,9	0,6
2A5	5,2	13 100	120,0	1,3
2A6	5,2	13 600	106,0	1,2
2A7	5,1	13 000	70,8	0,8
průměr	5,2	13 100	89,1	1,0
sm. odchylka	0,05	440	19,9	0,3

Na Obrázku 54 a v Tabulce 16 jsou uvedeny výsledky ohybové zkoušky a její průběh pro materiál ze směsi 2A. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 12 400 – 13 700 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 61,9 – 120,0 MPa.

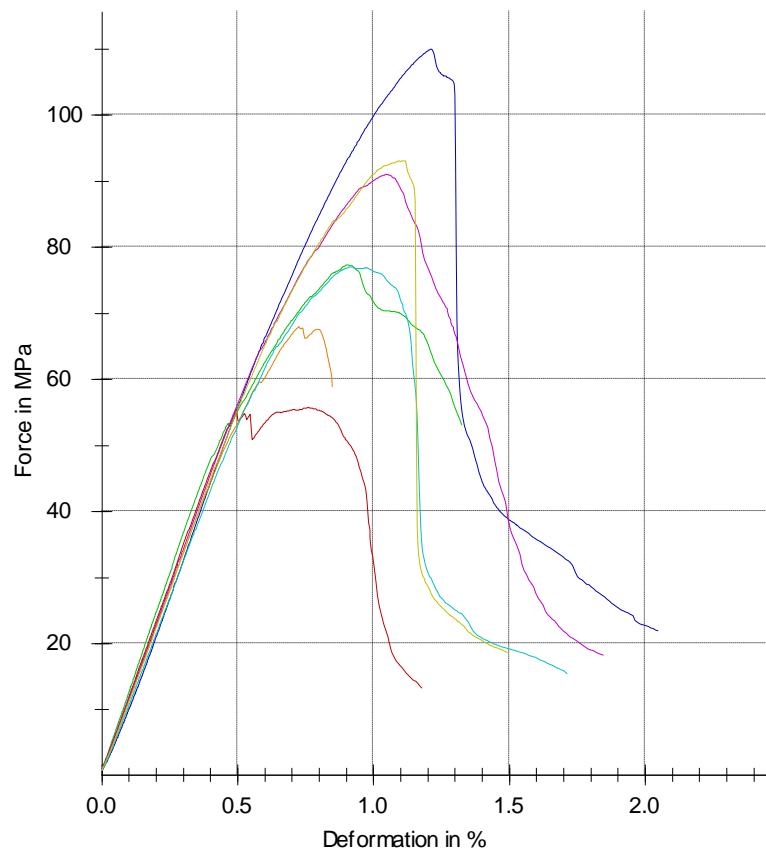


Obrázek 55 – 2B: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 17 – 2B: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 2B	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
2B1	5,2	13 300	99,1	1,1
2B2	5,1	13 500	131,0	1,4
2B3	5,2	13 700	114,0	1,3
2B4	5,2	13 600	68,5	0,6
2B5	5,2	13 600	93,9	1,1
2B6	5,1	12 700	141,0	1,4
2B7	5,2	13 100	99,0	1,0
průměr	5,2	13 357	106,6	1,1
sm. odchylka	0,05	355	24,4	0,3

Na Obrázku 55 a v Tabulce 17 jsou znázorněny výsledky a průběh ohybové zkoušky pro vzorky ze směsi 2B. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 12 700 – 13 700 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 68,5 – 141,0 MPa.

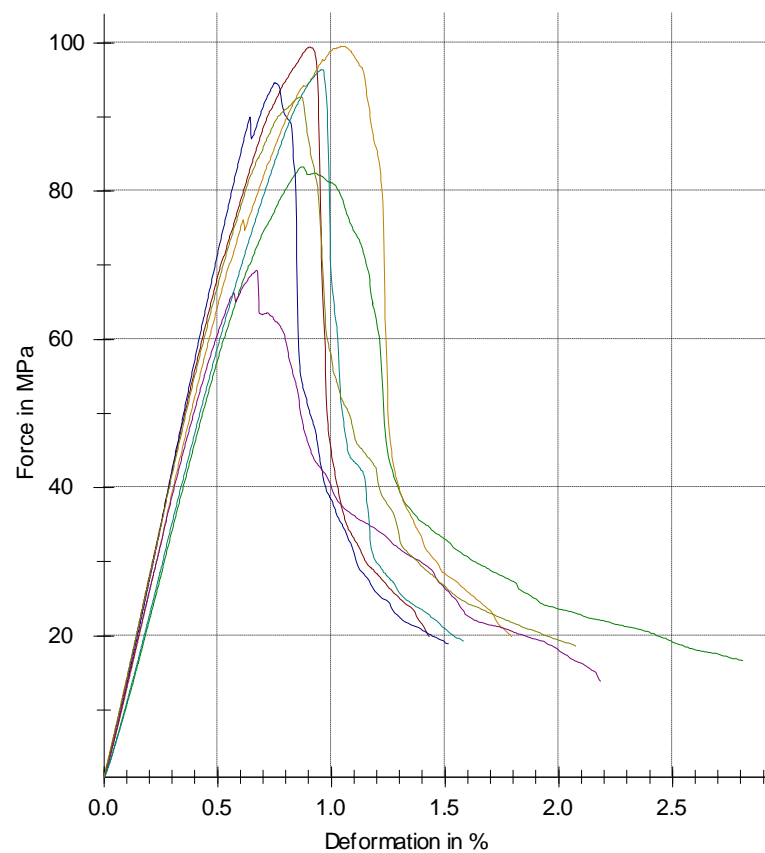


Obrázek 56 – 3A: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 18 – 3A: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 3A	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
3A1	5,3	11 500	55,7	0,8
3A2	5,1	12 000	77,4	0,9
3A3	5,2	10 900	110,0	1,2
3A4	5,3	11 000	68,0	0,7
3A5	5,2	11 200	91,0	1,0
3A6	5,3	10 700	77,1	0,9
3A7	5,3	11 200	93,1	1,1
průměr	5,2	11 214	81,8	0,9
sm. odchylka	0,08	430	17,9	0,2

Na Obrázku 56 a v Tabulce 18 lze vidět průběh a výsledky ohybové zkoušky pro materiál vylisovaný ze směsi 3A. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 10 700 – 12 000 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 55,7 – 110,0 MPa.



Obrázek 57 – 3B: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce

Tabulka 19 – 3B: Výsledky zkoušky ohybem

Směs 3B	h	E_r	σ_{fM}	ϵ_{fM}
Vzorek	[mm]	[MPa]	[MPa]	[%]
3B1	5,1	13 900	99,4	0,9
3B2	5,1	11 400	83,3	0,9
3B3	5,1	14 100	94,6	0,7
3B4	5,2	13 100	99,5	1,1
3B5	5,2	13 000	69,3	0,7
3B6	5,1	11 800	96,4	1,0
3B7	5,2	13 600	92,7	0,9
průměr	5,1	12 986	90,7	0,9
sm. odchylka	0,05	1 032	10,9	0,1

Na Obrázku 57 a v Tabulce 19 jsou uvedeny výsledky a průběh ohybové zkoušky pro vzorky ze směsi 3B. Hodnoty ohybového modulu se pohybují v rozmezí 11 400 – 14 100 MPa a hodnoty pevnosti v ohybu v rozmezí 69,3 – 99,5 MPa.

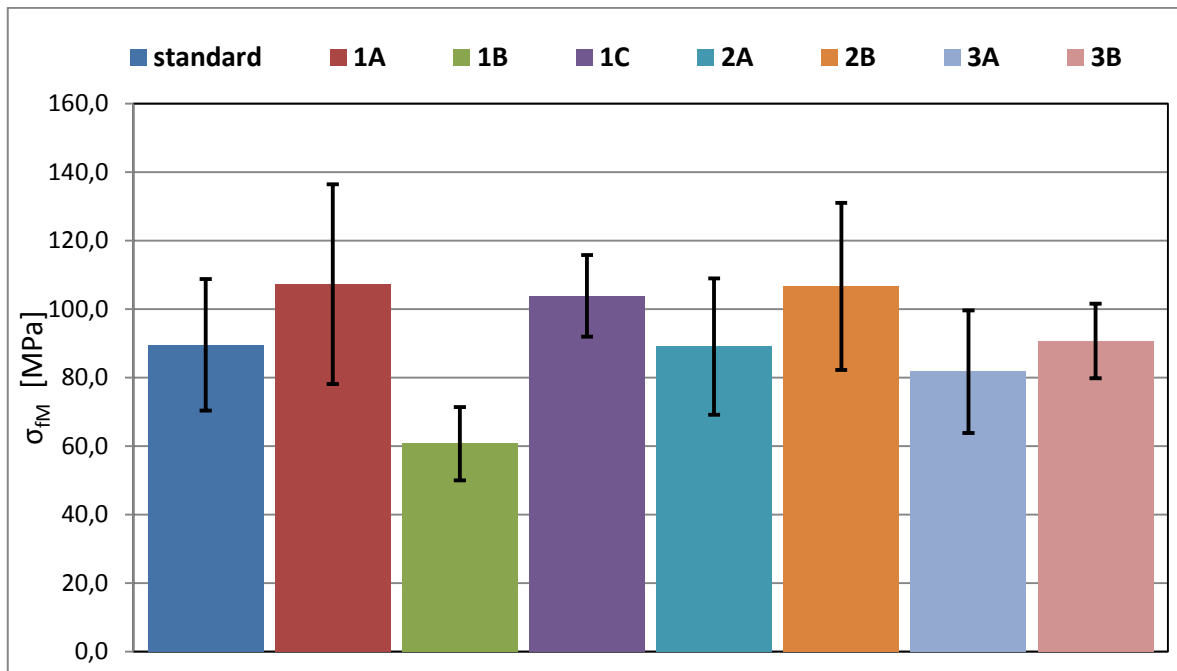
7.3.2 Vyhodnocení a diskuze

V následující Tabulce 20 je přehled průměrných hodnot vyhodnocovaných veličin a směrodatných odchylek pro vzorky ze všech zkoumaných směsí. Červeným podbarvením je označena nejnižší průměrná hodnota pro danou veličinu a zeleně nejvyšší hodnota.

Tabulka 20 – Přehled průměrných hodnot získaných ohybovou zkouškou

Směs	E_f		σ_{fM}		ϵ_{fM}	
	průměr	směrodatná odchylka	průměr	směrodatná odchylka	průměr	směrodatná odchylka
	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
standard	18 200	627	89,6	19,2	0,7	0,2
1A	13 686	1 248	107,3	29,2	1,1	0,3
1B	13 114	652	60,8	10,7	0,5	0,1
1C	14 443	450	103,9	11,9	1,0	0,1
2A	13 100	440	89,1	19,9	1,0	0,3
2B	13 357	355	106,6	24,4	1,1	0,3
3A	11 214	430	81,8	17,9	0,9	0,2
3B	12 986	1 032	90,7	10,9	0,9	0,1

V následujícím grafu (Obrázek 58) je vidět srovnání průměrné ohybové pevnosti σ_{fM} jednotlivých materiálů včetně jejich směrodatných odchylek.



Obrázek 58 – Srovnání ohybové pevnosti jednotlivých směsí

Přípravou mých BMC směsí se mi v několika případech podařilo dosáhnout vyšší ohybové pevnosti, než jaké dosahuje standardní materiál. Jmenovitě jde o tyto směsi: 1A, 1C, 2B a 3B. Pro větší přehlednost je v následujících odstavcích komentována ohybová pevnost dle jednotlivých receptur.

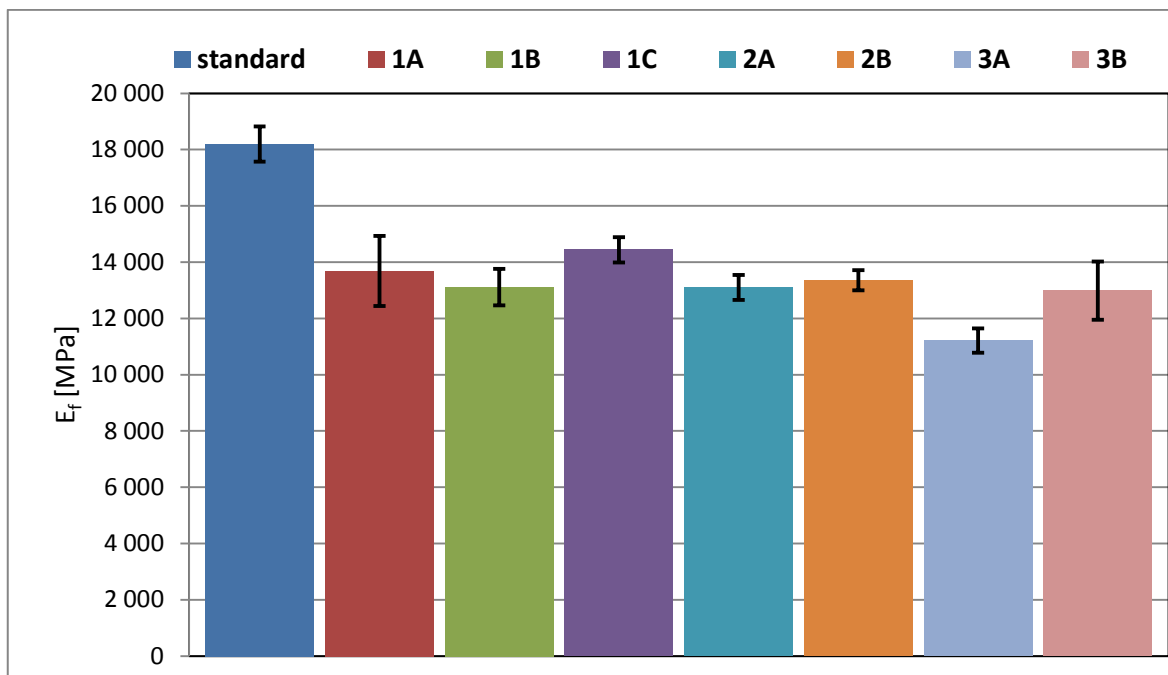
Zajímavá je podobnost ohybové pevnosti mezi materiálem 1A a 1C. Rozdíl mezi těmito materiály je pouze v délce přípravné fáze. Směs pro materiál s označením 1A byla hnětena 3,5 minuty a 1C 1,5 minuty. Tím zřejmě u směsi 1A došlo k lepší distribuci a dispergaci vláken, ale zároveň jejich mírnému polámání, zatímco u směsi 1C nebyly vlákna tolik polámana, ale také nebyla tak dobrá distribuce a dispergace. Ve výsledku oba materiály vykazují velmi podobnou ohybovou pevnost (1A – 107,3 MPa; 1C – 103,9 MPa), ale směs 1A s lépe distribuovanými vlákny se jeví pevnější. Nejnížší pevnosti v ohybu dosáhl materiál 1B, což se dalo předpokládat, z důvodu dlouhého hnětení směsi, jak jsem uvedla v předchozí kapitole. Během hnětení došlo k přelámání vláken a tím i zhoršení mechanických vlastností a mezi nimi i ohybové pevnosti.

Dále je na řadě receptura 2. Směs 2A dosáhla ohybové pevnosti 89,1 MPa, což je téměř stejně jako hodnota standardu, ale směs 2B je na tom o poznání lépe, dosahuje 106,6 MPa, což je po směsi 1A (107,3 MPa) druhá nejlepší hodnota. Mezi směsí 2A a 2B je patrný rozdíl, který odpovídá rozdílným vláknům do jednotlivých materiálů použitých. Směs 2B obsahovala 12mm vlákna a dosáhla lepší ohybové pevnosti, než směs 2A, která obsahovala

6mm vlákna. Zvláštní však opět je, že v receptuře 2A bylo použito stejné množství všech výchozích látek, jako v receptuře 1A (kromě MgO, který by na mechanické vlastnosti neměl mít vliv), míchání a hnětení trvalo také velmi podobnou dobu, ale hodnoty ohybové pevnosti jsou podstatně nižší. Jsou dvě možná vysvětlení, proč tomu tak je. Prvním by mohlo být právě vynechání MgO, který se do BMC přidává za účelem zvýšení viskozity kvůli zpracování, tudíž mohla snížená viskozita zapříčinit anizotropii mechanických vlastností a jejich zhoršení v příčném směru. Další možností je vliv skelných vláken, která jsou v BMC právě za účelem zlepšení mechanických vlastností. Ve směsi 2A byla použita vlákna od jiného dodavatele než u receptur 1. Již v předchozí kapitole jsem zmínila problém, kterého jsem si u těchto vláken všimla a nižší ohybová pevnost mohla být způsobena právě problémem s jejich distribucí a dispergací.

U materiálů připravených z receptury 3, je vidět podobný trend jako u receptury 2. Směs 3B s delšími vlákny má vyšší pevnost v ohybu než materiál 3A s vlákny kratšími. Přesto je zde však znatelný pokles oproti materiálům 2A a 2B se stejným typem vláken. Typ vláken je však téměř jediný, čím se receptura 2 této receptuře podobá. Rozdíl je v poměru použitých výchozích látek. V receptuře 3 bylo použito v poměru k pryskyřici o třetinu méně CaCO_3 a vláken o 27,7 % více (viz: Tabulka 6 – Složení základních výchozích směsí pro přípravu vzorků a Tabulka 7 – Přehled složení a přípravy výsledných směsí). Rozdíl samotný by nemusel být problém, protože funkce skelných vláken ve směsi je právě zlepšení mechanických vlastností, ale jejich snížení by pravděpodobně mohlo být spojeno s nižší viskozitou směsi, způsobenou menším množstvím vápence. Z důvodu této nižší viskozity mohlo v průběhu lisování dojít k částečné orientaci skelných vláken a anizotropii vlastností v důsledku čeho by mohla být ohybová pevnost v příčném směru nižší. Tuto anizotropii by bylo potřeba potvrdit dalšími zkouškami – například statickou tahovou zkouškou, kterou jsem však v rámci diplomové práce neprováděla. I přes komplikace s viskozitou u této receptury bylo dosaženo podobných hodnot ohybové pevnosti jako u standardního materiálu.

V následujícím grafu (Obrázek 59) jsou znázorněny průměrné hodnoty ohybového modulu E_f pro každou směs, vypovídajícího o chování materiálů při zatížení ohybem včetně jejich směrodatných odchylek.



Obrázek 59 – Srovnání ohybového modulu jednotlivých směsí

První věc, která je z grafu ihned patrná, je že standardní směs má podstatně vyšší ohybový modul (18 200 MPa), než mnou připravené směsi, které dosahují ohybového modulu 11 200 – 14 400 MPa. Z toho lze usoudit, že materiál připravený ze standardní směsi je více tvarově stálý, ale na ohybovou deformaci reaguje křehčeji než ostatní, laboratorně připravené, směsi.

Ohybový modul a tedy míru deformační reakce materiálu na ohybové napětí ovlivňuje v BMC směsích hlavně množství přidaného plniva a v další řadě také obsah výztuže, v našem případě vápence a skelných vláken. Množství vápence v jednotlivých zkoumaných směsích je uvedeno v Tabulce 10.

Na první pohled je patrné, že standardní směs obsahuje téměř 70 % CaCO_3 , zatímco směsi 1A – 2B dosahují asi 55 % a směsi 3A a 3B pouze asi 40 %. Z grafu lze vidět, že hodnoty ohybového modulu s klesajícím plněním opravdu klesají. Znamená to tedy, že mnou připravený materiál nepotřebuje tak vysoké ohybové napětí jako standardní směs, aby došlo k jeho ohnutí a tedy deformaci a není tedy tolik tvarově stálý, při namáhání ohybem, což by při shodné aplikaci mohlo způsobit problémy.

Hodnoty všech laboratorně připravených směsí dosahují přibližně stejných hodnot, kromě směsi 3A, která má nejnižší ohybový modul a to 11 214 MPa. Vzhledem k nižšímu podílu vápence, oproti recepturám 1 a 2, se tento pokles dal předpokládat. Překvapením je tedy spíše ohybový modul materiálu 3B, který je podobný ostatním – více plněným směsím.

Dle mého mínění se v obou směsích založených na receptuře 2 se 40% obsahem CaCO_3 do vlivu ohybového modulu více uplatňují skelná vlákna. Již několikrát jsem zmiňovala, že ve směsích vycházejících z receptur 2 a 3 s označením B byla použita 12mm vlákna, zatímco pro směsi A byla použita dvakrát kratší 6mm vlákna. Delší vlákna ve směsích B tedy pravděpodobně dále zvyšují ohybový modul. I u směsí připravených z receptury 2 je tento trend mírně patrný, zde však převládá vliv CaCO_3 , a proto není rozdíl mezi moduly směsí 2A a 2B tolik výrazný.

Toto tvrzení mohou podpořit i výsledky směsí připravené dle první receptury. Nejvyššího modulu z těchto tří směsí dosahuje směs 1C, kde při hnětení došlo k nejméně výraznému polámání vláken, zatímco u směsi 1B, kde jsou vlákna hodně zpřelámaná je hodnota ohybového modulu nejnižší.

7.4 Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy

Při stanovování rázové houževnatosti bylo postupováno dle normy ČSN EN ISO 179-1, uvedené podrobněji v kapitole 6.4. Odlišností od normy je pouze rozpětí podpěr, které mělo být 62,5 mm, ale z důvodu, že získané hodnoty slouží pouze k vzájemnému porovnání výsledků jednotlivých směsí a nemají dalšího významu, nebyla přestavba stroje nutná.

7.4.1 Postup zkoušky a výsledky

Pro každou z 8 směsí bylo připraveno 10 zkušebních těles, které byly umístěny do přístroje uvedeného v kapitole 6.4.2. a přeraženy zkušebním kladivem. Během přeražení byla počítačem vypočtena hodnota rázové houževnatosti v kJ.m^{-2} .

Rozměr zkušebního tělesa: 80 x 10 x 4 mm (d x š x h)

Parametry stroje: vzdálenost čelistí: 31,4 mm

hmotnost kladiva: 2,186 kg

Poznámka k rozměrům zkušebního tělesa: Forma pro lisování měla tloušťku přibližně 4 mm, avšak finální výlisek dosahoval tloušťky kolem 5 mm.

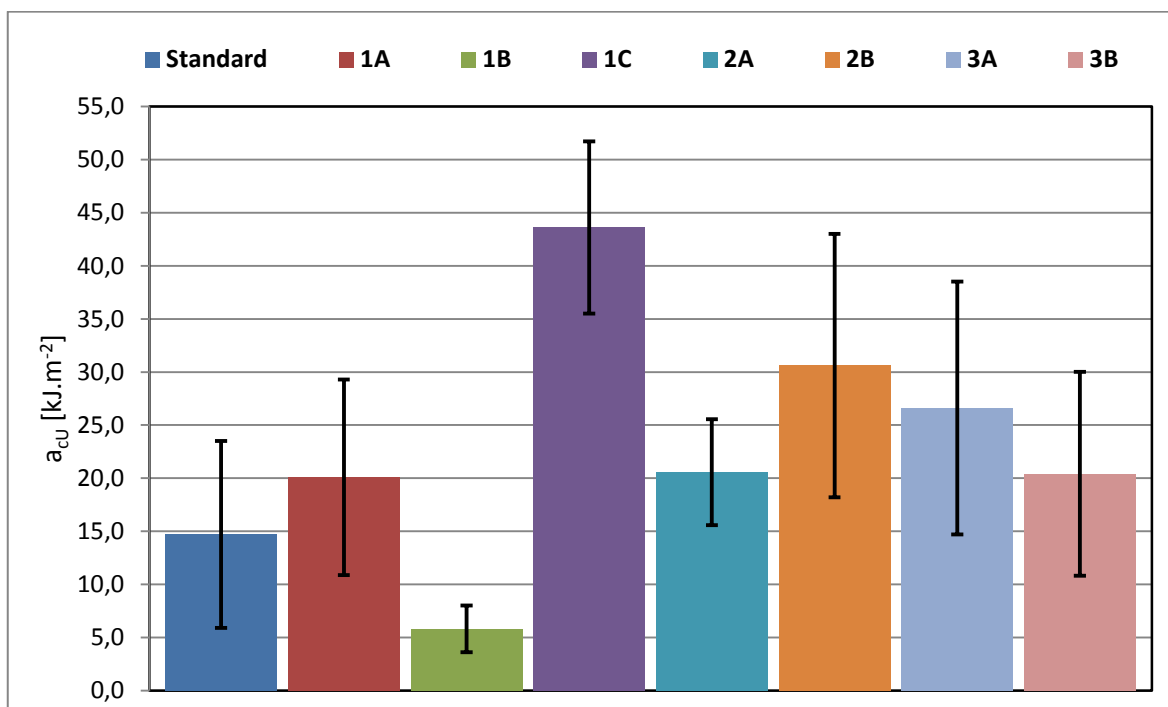
7.4.2 Vyhodnocení a diskuze

Při zkoušce byly všechny tělesa úplně přeraženy, kromě dvou směsí, jmenovitě: 2B a 3B. U směsi 2B došlo u 2 zkušebních těles z 10 ke kloubovému přeražení, ostatní přeraženy úplně a u směsi 3B bylo kloubově přeraženo 5 těles a 5 přeraženo úplně.

V následující Tabulce 21 jsou uvedeny počítačem vypočtené hodnoty rázové houževnatosti pro všechny vyhodnocované směsi, včetně vypočtených aritmetických průměrů a směrodatných odchylek. Viz také Obrázek 60 s vyhodnocenými průměry a odchylkami.

Tabulka 21 – Výsledky rázové houževnatosti

Číslo měření	Standard	1A	1B	1C	2A	2B	3A	3B
	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]	a_{cU} [kJ/m ²]
1	12,4	21,7	9,9	27,8	20,5	27,0	19,8	4,8
2	34,8	15,6	3,2	36,7	21,7	35,2	24,2	40,4
3	9,7	21,1	3,9	45,1	17,4	46,7	14,2	15,3
4	18,1	25,1	4,9	38,8	12,4	26,7	47,8	19,8
5	6,7	41,8	4,9	41,5	20,0	16,2	26,8	21,8
6	11,3	13,3	5,9	57,5	20,2	23,2	33,8	28,6
7	12,4	19,1	6,5	44,5	18,0	45,7	44,8	17,7
8	18,8	21,0	5,5	45,7	19,1	45,2	19,9	11,8
9	19,5	7,1	9,2	50,2	31,4	28,7	20,8	22,0
10	3,4	15,2	4,1	48,3	24,8	11,5	14,0	22,1
průměr	14,7	20,1	5,8	43,6	20,6	30,6	26,6	20,4
směrodatná odchylka	8,8	9,2	2,2	8,1	5,0	12,4	11,9	9,6



Obrázek 60 – Rázová houževnatost pro jednotlivé směsi

Rázová houževnatost standardní směsi dosáhla $14,7 \text{ kJ/m}^2$. Je to druhá nejnižší hodnota v tabulce. Horší rázové houževnatosti dosáhla pouze směs 1B, ke které se dostanu v následujícím odstavci. Z výsledků standardu usuzuji, že vyšší rázová houževnatost není pro aplikaci příliš důležitá, mimo jiné také z důvodu vysokého rozptylu výsledků, což ukazuje hodnota směrodatné odchylky, dosahující u standardu $8,8 \text{ kJ/m}^2$.

U směsi připravených na základě receptury 1, lišících se pouze dobou hnětení je opět vidět spojitost s přelámaním skelných vláken v hnětiči. Nejdéle hnětená směs s nejvíce přelámanými vlákny dosáhla nejnižší hodnoty rázové houževnatosti a to $5,8 \text{ kJ/m}^2$. Nejkratší dobu hnětení (1,5 minuty) a tedy nejméně zlámanou výztuž měla směs 1C, která dosáhla vůbec nejlepší hodnoty rázové houževnatosti ze všech směsí, $43,6 \text{ kJ/m}^2$. Je vidět rapidní pokles hodnoty u směsi 1A, která byla hnětená po dobu 3,5 minuty a dosáhla $20,1 \text{ kJ/m}^2$. V případě zanedbání směrodatných odchylek, by se tedy dalo usuzovat o přímém vlivu přelámaní vláken na hodnotu rázové houževnatosti. Bohužel však odchylky byly velmi vysoké, což v praxi znamenalo i rozptyl mezi měřeními $34,7 \text{ kJ/m}^2$ (pro směs 1A), takže toto tvrzení nemohu potvrdit.

Hodnoty dalších směsí na základě receptur 2 a 3 mají taktéž příliš vysoké směrodatné odchylky, proto si nedovolím z nich cokoliv usuzovat. Pro shrnutí jen uvádím, že jejich hodnoty rázové houževnatosti se pohybovaly nad hodnotou dosaženou u standardu a ze všech podrobněji vyhodnocovaných směsí se nejvíce blížily směsi 1A, která se směsím i nejvíce podobá dobou hnětení.

Na závěr ještě mohu uvést, že nebyl potvrzen žádný vliv rozdílné délky vláken na výsledné hodnoty rázové houževnatosti. Když se však zaměříme na spojitost hodnot rázové houževnatosti a výsledků zkoušky pro stanovení množství výztuže a vápence v materiálech (viz Tabulka 10), dalo by se uvažovat o vlivu procentuálního podílu výztuže. Standardní směs obsahuje 11,3 % skelných vláken, což je nejméně ze všech směsí a dosáhla nejnižší hodnoty rázové houževnatosti, v případě, že zanedbáme směs 1B s příliš zlámanými vlákny. Laboratorně připravené směsi obsahují 15,3 – 26,7 hmotnostních % skelných vláken a dosahují vždy lepších hodnot. Pro další sledování by však byl potřeba podrobnější výzkum na rázovou houževnatost zaměřený a příprava více směsí s rozdílným množstvím výztuže. Nemyslím si však, že pro aplikaci, ke které se standard používá, by byla tato vlastnost prioritní, protože výrobek ze směsi připravený nebývá často rázově namáhán.

ZÁVĚR

Cílem práce bylo navrhnout a v laboratorních podmínkách připravit několik BMC směsí a ty následně porovnat s BMC směsí standardně používanou pro výrobu světlometů v automobilech.

V rámci diplomové práce tedy bylo vylisováno několik desek od každé z 8 navržených BMC směsí. Sedm těchto směsí vycházelo z 3 základních receptur. První receptura byla určena pro studium míry degradace výztužných vláken v závislosti na podmínkách přípravy, druhá pro studování odlišného dodavatele skelné výztuže a ve třetím došlo k úpravě poměrů výchozích složek.

Na všech vylisovaných deskách bylo provedeno několik zkoušek, jmenovitě: stanovení obsahu výztuže a plniva kalcinační metodou, studování separovaných skelných vláken pomocí optického mikroskopu, zkouška ohybem a zkouška rázové houževnatosti. Většina z těchto zkoušek poskytla zajímavé poznatky, které by se v dalším výzkumu mohly dále prohlubovat.

Při stanovení nespalitelných látek bylo například zjištěno, že byl zvolen mírně odlišný podíl výztuže a minerálního plniva oproti standardní směsi, což ovlivnilo výsledky ohybové zkoušky. Vzhledem k vyššímu obsahu výztužných skelných vláken oproti standardu jsme dokázali dosáhnout vyšší pevnosti materiálu při ohybovém namáhání, ale také z důvodu nižšího obsahu minerálního plniva dosahují laboratorně připravené směsi mnohem nižšího ohybového modulu. Tento ohybový modul má velký vliv na tvarovou stálost konečného výrobku. Proto by bylo zajímavé zaměřit se v dalším výzkumu na tuto vlastnost, kdy by se navrhly receptury s rozdílným podílem minerálního plniva, které má na ohybový modul nejvyšší vliv a sledovat jeho změny. Také by se mohlo provést další zkoumání ohybového modulu při různých teplotách, když budu uvažovat využití směsi pro aplikaci ve světlometech, kde je materiál namáhán při různých teplotách v závislosti na ročním období a zahřátí vlivem žáru z použitých žárovek. A v neposlední řadě by se dalším výzkumem mohlo potvrdit nebo naopak vyvrátit, zda MgO kromě viskozity směsi ovlivňuje i výsledné mechanické vlastnosti.

Stejně tak se nám z důvodu vyššího podílu výztuže podařilo dosáhnout lepší odolnosti vůči rázu, než dosahovala standardní směs. Opět zde ale platí výrazná závislost na době hnětení směsi, nejlepších hodnot bylo dosaženo při hnětení po dobu 1,5 minuty. Tato směs však měla horší distribuci plniva a výztuže, a proto otázkou zůstává nakolik je pro aplikaci dů-

ležitá vysoká odolnost materiálu vůči rázu, když z důvodu horší distribuce může dojít ke zhoršení jiných mechanických vlastností. Určitě by také bylo zajímavé provést zkoušky s dalším typem zatížení – například tahem či tlakem.

Dále byl zjištěn velmi výrazný vliv doby hnětení směsi na výsledné mechanické vlastnosti. Směs 1B, která byla hnětena po nejdelší dobu, dosahovala podstatně horších mechanických charakteristik, než ostatní směsi, hnětené kratší dobu. Není však možné určit ideální dobu pro hnětení směsi, pouze z několika výsledků prací získaných, tuto ideální dobu totiž ovlivňují další parametry, jako je například procentuální podíl minerálního plniva. Bylo totiž zjištěno, že u receptury 3, kde byl oproti ostatním směsím nižší podíl plniva a tedy nižší viskozita, došlo k horší distribuci a dispergaci vláken ve směsi při stejné době hnětení jako u směsí založených na recepturách 1 a 2.

Závěrem mohu říci, že se mi sice podařilo přiblížit vlastnostem standardní směsi, ale vhodnost jeho použití pro shodnou aplikaci nejsem schopna posoudit. Z výsledků také plyne, že BMC směsi jsou ještě velmi neprobádanou oblastí a z mé práce je vidět hned několik možností, kam by se další výzkum na toto téma mohl vydat.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] LAŠ, Vladislav. Mechanika kompozitních materiálů – 1, In: *Úvod do modelování v mechanice* [online]. Fakulta aplikovaných věd, Západočeská univerzita v Plzni, 2009. [cit. 2015-02-24].
Dostupné z <<http://www.kme.zcu.cz/download/predmety/229-umm-6.pdf>>
- [2] DAĐOUREK, Karel. *Kompozitní materiály definice a rozdělení* [online]. Technická univerzita v Liberci, 2008. [cit. 2015-02-24]. Dostupné z <http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/KM/Kompozity%20Dad/02defrozd.pdf>
- [3] Kompozitní materiál. *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. 2001, poslední aktualizace 5.2.2015 [cit. 2015-02-24].
Dostupné z: http://cs.wikipedia.org/wiki/Kompozitn%C3%AD_materi%C3%A1l
- [4] DAĐOUREK, Karel. *Kompozitní materiály* [online]. Technická univerzita v Liberci, 2010. [cit. 2015-02-24]. Dostupné z <http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_bakalari/ZMI/06kompozityzmi.pdf>
- [5] KOŘÍNEK, Zdeněk. Definice a historie kompozitů, In – *Kompozity* [online]. 2005. [cit. 2015-02-24]. Dostupné z <<http://mujweb.cz/zkorinek/historie.pdf>>
- [6] PONÍŽIL, Petr. *Nanokompozity na bázi polymer/jíl* [online]. Fakulta technologická, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2013. [cit. 2015-02-24]. Dostupné z <<http://ufmi.ft.utb.cz/texty/nano/nano6.pdf>>
- [7] KOŘÍNEK, Zdeněk. Matrice, In – *Kompozity* [online]. 2005. [cit. 2015-02-24]. Dostupné z <<http://mujweb.cz/zkorinek/matrice.pdf>>
- [8] SKŘIVÁNEK, Petr. *Kompozity typu polymer/částicové plnivo* [online]. Fakulta strojní, Západočeská univerzita v Plzni, 2014. [cit. 2015-02-24]. Dostupné z <http://nemat.zcu.cz/MN/Prezentace/Skrivanek_Polymerni%20kompozity_text.pdf>
- [9] MACHEK, Václav a Jaromír SODOMKA. *Nauka o materiálu*. Vyd. 1. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2008. 86 s. ISBN 978-80-01-03927-4.
- [10] MEISSNER, Bohumil a Václav ZILVAR. *Fyzika polymerů: Struktura a vlastnosti polymerních materiálů*. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1987. 306 s.
- [11] KRATOCHVÍL, Bohumil, Václav ŠVORČÍK a Dalibor VOJTĚCH. *Úvod do studia materiálů*. Vyd. 1. Praha: VŠCHT, 2005. 190 s. ISBN 80-708-0568-4.

- [12] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. 1. vyd. Brno: VUT, 2003. 194 s. ISBN 80-214-2443-5.
- [13] BAREŠ, Richard A. *Kompozitní materiály*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1988. 325 s.
- [14] MALLICK, P.K. Particulate and Short Fiber Reinforced Polymer Composites. *Comprehensive Composite Materials* [online]. Elsevier, 2000. 291-331 [cit. 2015-02-26]. DOI: 10.1016/B0-08-042993-9/00085-1.
Dostupné z <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B0080429939000851>>
- [15] WHITE, J.R. (ed.) a S.K. DE (ed.). *Short fibre-polymer composites*. Cambridge, England: Woodhead Publishing Limited, 1996. 256 s., ISBN 18-557-3220-3.
- [16] KROČOVÁ, Blanka. *Částicové kompozity vyztužené krátkými vlákny* [online]. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta chemická, 2012. 65 s. [cit. 2015-02-26] Diplomová práce. VÚT v Brně. Dostupné z <https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=50582>.
- [17] AGARWAL, Bhagwan D. a Lawrence J. BROUTMAN. *Vláknové kompozity*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1987. 294 s.
- [18] HULL, D.; CLINE, T. W. *An Introduction to Composite Materials*. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1996. 326 s. ISBN 0-521-38855-4.
- [19] EHRENSTEIN, Gottfried W. 2009. *Polymerní kompozitní materiály*. V ČR 1. vyd. Praha: Scientia, 351 s. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [20] MUKHERJEE, M., C.K. DAS a A.P. KHARITONOV. Fluorinated and oxyfluorinated short Kevlar fiber-reinforced ethylene propylene polymer. *Polymer Composites* [online]. 2006, vol. 27, issue 2, s. 205-212 [cit. 2015-02-26]. DOI: 10.1002/pc.20195. Dostupné z <<http://doi.wiley.com/10.1002/pc.20195>>
- [21] FRIEDRICH, Klaus, Stoyko FAKIROV a Zhong ZHANG. *Polymer composites: from nano-to-macro-scale*. New York: Springer, 2005, 367 p. ISBN 978-038-7263-120.
- [22] Tým Mojechemie.cz. *Organická chemie: Makromolekulární látky. Polyethylentereftalát PET*. [online]. Mojechemie.cz ©2011 - 2015, poslední aktualizace 18.6.2012 [cit. 2015-02-26].
Dostupné z <<http://www.mojechemie.cz/Soubor:Polyethylentereftalat.png>>
- [23] MLEZIVA, Josef. *Polymery: výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přeprac. vyd. Praha: Sobotáles, 2000, 537 s. ISBN 80-859-2072-7

- [24] MLEZIVA, Josef. *Polyestery, jejich výroba a zpracování*. 2. přeprac. a rozš. vyd. Praha: SNTL, 1978, 405 s.
- [25] JUŘÍK, Michal. *Dependence of aging of bulk moulding compounds on their rheological and processing properties* [online]. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická, 2009. 91 s. [cit. 2015-03-02] Diplomová práce. UTB v Brně. Dostupné z <https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/10431/ju%20%EDk_2009_dp.pdf?sequence=1&isAllowed=n>.
- [26] Aesthetically Critical Bulk Molding Compound: Material Composition, Mold Design And Processing Techniques. *Bulk Molding Compounds* [online]. ©2014 [cit. 2015-03-12]. Dostupné z <http://www.bulkmolding.com/_uploads/pdf/AestheticallyCritical%20.pdf>
- [27] ZASKE, O.C., a S.H. Goodman: Unsaturated Polyester and Vinyl Ester Resins. In: *Goodman S.H.: Handbook of Thermoset Plastics (2nd Edition)* [online]. William Andrew Publishing/Noyes, 1998. [cit. 2015-03-12] Dostupné z <http://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpAPPO0005/viewerType:toc/root_slug:advanced-polymer-processing/url_slug:advanced-polymer-processing/?>
- [28] MRKVIČKOVÁ, Simona: *Modifikace nenasycených polyesterových pryskyřic* [disertační práce]. Fakulta Technologická – Univerzita Tomáše Bati, Zlín, 2005.
- [29] Intro to BMC. *Bulk Molding Compounds* [online]. ©2014 [cit. 2015-03-12]. Dostupné z <http://www.bulkmolding.com/_uploads/Intro_to_bmc.html>
- [30] HUCZALA, Vít. *Vliv fyzikální úpravy sráženého CaCO₃ na vlastnosti kompozitu na bázi PP* [online]. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta chemická, 2014. 74 s. [cit. 2015-03-12]. Diplomová práce. VÚT v Brně. Dostupné z <<https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/30888/DP-Huczala.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>.
- [31] ČERNÝ, Vít. *Srovnání vlivu kaolínu a uhličitanu vápenatého v měkčených PVC směsích* [online]. Zlín: UTB ve Zlíně, Fakulta technologická, 2009. 109 s. [cit. 2015-03-12]. Diplomová práce. UTB ve Zlíně. Dostupné z <https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/10341/%C4%8Dern%C3%BD_2009_dp.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [32] MALÁČ, J. *Gumárenská technologie*. Zlín: UTB ve Zlíně, 2007. 250 s. Interní studijní materiály UTB ve Zlíně.

- [33] Skelná vlákna nasekaná 3mm. In: *Rcmarket.cz* [online]. Rcmarket.cz, © 2010 [cit. 2015-03-14]. Dostupné z <<http://www.rcmarket.cz/zbozi/chemicke-pripravky/plniva/skelna-vlakna-nasekana-3mm-200g.html>>
- [34] GÜNDÜZ, G: Processing of Unsaturated Polyesters. In: *Advanced Polymer Processing Operations* [online]. William Andrew Publishing/Noyes, 1998. [cit. 2015-03-14] Dostupné z <http://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpAPPO0005/viewerType:toc/root_slug:advanced-polymer-processing/url_slug:advanced-polymer-processing/?>.
- [35] GPS Safety Summary. *Functional Additives – Tert-butyl peroxybenzoate*. [online]. Arkema, 2013, poslední aktualizace 30.11.2013 [cit. 2015-04-24]. Dostupné z <<http://www.arkema.com/export/shared/.content/media/downloads/socialresponsability/safety-summuries/Functional-Additives-Tert-butyl-peroxybenzoate-GPS-2013-11-30-V0.pdf>>.
- [36] Sigma-Aldrich Co. *Luperox® P, tert-Butyl peroxybenzoate*. [online]. Sigma-Aldrich Co., © 2015 [cit. 2015-04-24]. Dostupné z <<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/159042?lang=en®ion=CZ>>
- [37] Mikroskop. *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. 2001, poslední aktualizace 29.1.2015 [cit. 2015-04-26].
- [38] ČSN EN ISO 1172. *Textilní sklo - Vyztužené prepregy (předimpregnovaný laminát) lisovací směsi a lamináty - Stanovení obsahu textilního skla a minerálního plniva - Kalinační metoda*. Praha: Český normalizační institut, 1999.
- [39] ČSN EN ISO 14125. *Vlákny vyztužené plastové kompozity - Stanovení ohybových vlastností*. 1999. Praha: Český normalizační institut.
- [40] ČSN EN ISO 179-1. *Plasty - Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy - Část I: Neinstrumentovaná rázová zkouška*. 2001. Praha: Český normalizační institut.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

BMC	Bulk moulding compound
HDPE	Vysokohustotní polyetylen
LDPE	Nízkohustotní polyetylen
PP	Polypropylen
PVDC	Polyvinylidenchlorid
MMT	Monmorillonit
USA	Spojené státy americké
PAN	Polyakrylonitril
PET	Polyethylentereftalát
PBT	Polybutylentereftalát
UP	Polyesterová pryskyřice
SMC	Sheet moulding compound
LPA	Low-profile Aditivum
IMC	In mould rating
PMMA	Polymethylmetakrylát
TBPB	Tert-Butyl peroxybenzoát
PVC	Polyvinylchlorid
DMC	Dough moulding compound

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1 – Synergický účinek složek v kompozitu [2]	14
Obrázek 2 – Klasifikace kompozitů [5]	16
Obrázek 3 – Rozdíl mezi mikro- a nanokompozitem [5]	17
Obrázek 4 – Výroba skleněných vláken tažením z trysek [19]	24
Obrázek 5 – Nejčastější formy sklovláknité výztuže. [19]	24
Obrázek 6 – Orientace aramidových řetězců [19]	25
Obrázek 7 – Trhlina ve vláknitém kompozitu s různými mechanismy poškozování [17]	28
Obrázek 8 – Polyethylentereftalát (PET) [22]	30
Obrázek 9 – Schéma vytvrzení nenasyceného polyesteru se styrenem [24]	31
Obrázek 10 – Izomerie kyseliny maleinové a kyseliny fumarové [24]	32
Obrázek 11 – Obvyklá struktura výrobku z BMC [25]	35
Obrázek 12 – Mikroskopický snímek CaCO ₃ [29]	36
Obrázek 13 – Struktura kalcitu a aragonitu [31]	37
Obrázek 14 – Skelná vlákna pro BMC [33]	38
Obrázek 15 – Výstup z profilometru pro BMC bez použití LPA (a) a	40
Obrázek 16 – Výroba BMC [29]	41
Obrázek 17 – Hnětič pro výrobu BMC [29]	42
Obrázek 18 – Změna viskozity BMC [19]	43
Obrázek 19 – Hydraulický lis s krátkým zdvihem [19]	44
Obrázek 20 – Exotermní vytvrzovací reakce UP [19]	45
Obrázek 21 – Struktura TBPB [36]	48
Obrázek 22 – Míchací zařízení pro BMC směsi	50
Obrázek 23 – Míchání pasty BMC s vápencem	50
Obrázek 24 – Vodou chlazený hnětič	51
Obrázek 25 – Detail míchacího prostoru hnětiče	52
Obrázek 26 – Skelná vlákna pro recepturu 1	53
Obrázek 27 – Připravené směsi: 1A, 1B a 1C	54
Obrázek 28 – Skelná vlákna použitá pro směsi 2A a 3A	57
Obrázek 29 – Skelná vlákna použitá pro směsi 2B a 3B	57
Obrázek 30 – Školní hydraulický lis	59
Obrázek 31 – Vzhled BMC směsi 1A	60

Obrázek 32 – Vzhled BMC směsi 3A	61
Obrázek 33 – Stolní pila pro řezání vzorků	62
Obrázek 34 – Vylisovaná destička ze standardní směsi	63
Obrázek 35 – Vylisované destičky ze směsí založených na receptuře 1	63
Obrázek 36 – Vylisované destičky ze směsí založených na receptuře 2	64
Obrázek 37 – Vylisované destičky ze směsí založených na receptuře 3	64
Obrázek 38 – Schéma optického mikroskopu [37].....	66
Obrázek 39 – Mikroskop Olympus BH2	68
Obrázek 40 – Zwick 1456.....	70
Obrázek 41 – CEAST Resil Impactor pro měření rázové houževnatosti	71
Obrázek 42 – Skelná vlákna ze standardní směsi (100x)	79
Obrázek 43 – Skelná vlákna ze směsi 1A (100x)	80
Obrázek 44 – Skelná vlákna ze směsi 1B (100x)	80
Obrázek 45 – Skelná vlákna ze směsi 1C (100x)	81
Obrázek 46 – Detail vláken standardní směsi (1000x).....	82
Obrázek 47 – Detail vláken směsi 1A (1000x).....	83
Obrázek 48 – Detail vláken směsi 2A (400x).....	83
Obrázek 49 – Detail vláken směsi 2B (400x).....	84
Obrázek 50 – Standard: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce	85
Obrázek 51 – 1A: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce	86
Obrázek 52 – 1B: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce.....	87
Obrázek 53 – 1C: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce.....	88
Obrázek 54 – 2A: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce	89
Obrázek 55 – 2B: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce.....	90
Obrázek 56 – 3A: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce	91
Obrázek 57 – 3B: Závislost napětí na deformaci při ohybové zkoušce.....	92
Obrázek 58 – Srovnání ohybové pevnosti jednotlivých směsí	94
Obrázek 59 – Srovnání ohybového modulu jednotlivých směsí	96
Obrázek 60 – Rázová houževnatost pro jednotlivé směsi	98

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1 – Mechanické vlastnosti vybraných matric [8].....	18
Tabulka 2 – Vybrané vlastnosti běžně používaných výztužných vláken [10].....	20
Tabulka 3 – Vlastnosti neupravených skleněných vláken [19]	23
Tabulka 4 – Typické složení BMC směsi [19]	35
Tabulka 5 – Vybrané vlastnosti CaCO ₃ [25,30]	38
Tabulka 6 – Složení základních výchozích směsí pro přípravu vzorků	49
Tabulka 7 – Přehled složení a přípravy výsledných směsí	52
Tabulka 8 – Výsledky první části zkoušky pro stanovení obsahu skelných vláken a CaCO ₃ ve vzorcích	74
Tabulka 9 – Výsledky druhé části zkoušky pro stanovení obsahu skelných vláken a CaCO ₃ ve vzorcích	75
Tabulka 10 – Obsah minerálního plniva a vláknité výztuže v BMC vzorcích.....	76
Tabulka 11 – Ztráty CaCO ₃ a skelných vláken v důsledku přípravy směsi	78
Tabulka 12 – Standard: Výsledky zkoušky ohybem	86
Tabulka 13 – 1A: Výsledky zkoušky ohybem.....	87
Tabulka 14 – 1B: Výsledky zkoušky ohybem	88
Tabulka 15 – 1C: Výsledky zkoušky ohybem	89
Tabulka 16 – 2A: Výsledky zkoušky ohybem.....	90
Tabulka 17 – 2B: Výsledky zkoušky ohybem	91
Tabulka 18 – 3A: Výsledky zkoušky ohybem.....	92
Tabulka 19 – 3B: Výsledky zkoušky ohybem	93
Tabulka 20 – Přehled průměrných hodnot získaných ohybovou zkouškou	93
Tabulka 21 – Výsledky rázové houževnatosti	98

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha P I: Technický datový list – E-96

Příloha P II: Technický datový list – LPA

Příloha P III: Technický datový list – CaCO₃

Příloha P IV: Specifikace produktu – SKELNÁ VLÁKNA „TYP II“

PŘÍLOHA P I: TECHNICKÝ DATOVÝ LIST – E-96

erco[®]

TECHNICAL DATA SHEET E-96

Product Description and Properties

E-96 is a maleic based SMC/BMC type unsaturated polyester resin which has high reactivity and high viscosity.

Due to its high wetting property, E-96 can be used with high amounts of fillers. It is recommended to use E-96 with Low Profile Additives. It has very high mechanical properties and high heat resistance. When properly used with Erco LPA, Class A surfaces are obtained.

E-96 can be used in a lot of business sectors with Sheet Moulding Compound applications where fiber glass is present. It is commonly used in production of interior and exterior automotive parts and other industries where high mechanical values and Class A are desired.

This product is non-thixotropic and non-accelerated.

Application

SMC/BMC	Suitable
---------	----------

Chemical Properties

Acid	Maleic
Accelerator	No
Reactivity	High
Glycol	Standard
Modification	No

Liquid Resin Properties

Test	Method		Value
Color	ISO 2211	-	1 Gardner
Acid Value	ISO 2114	±%20	20 mg KOH/gr
Viscosity	ISO 2555	±%20	3550 cps
Thixotropy	-	-	-
Gel Time	ISO 2535	±%20	5'30"
Peak Exotherm	-	±%5	220 °C
Solids Content	-	±%3	69%
Flash Point	Abel-Pernsky	-	33 °C
Stability, no init.,	dark, 20 °C	-	3 months

- Measured with Brookfield spindle 3, 50 rpm at 20 °C.
- Measured with 0,2 % ml Cobalt Octoate (6 %), 2 % ml MEK-P (50 %) at 20 °C.

Storage Guidelines

The product should be stored in a dark and dry place at temperatures between 5°C and 20°C. Shelf life is reduced at higher temperatures. The shelf life of styrene containing unsaturated polyesters will be significantly reduced when exposed to light. Store in dark and in 100% light tight containers only. Keep away from ignition sources: flames, pilot lights, electrical sparks and sparking tools. No smoking. Store separately from oxidising materials, peroxides and metal salts.

Material Safety

A material safety data sheet for the product is available.

Test Methods

Test methods for this product are available upon request.



PŘÍLOHA P II: TECHNICKÝ DATOVÝ LIST – LPA



TECHNICAL DATA SHEET LPA

Product Description and Properties

LPA is a polymethylmethacrylate (PMMA) resin dissolved in styrene for low profile SMC applications.

It is recommended to use LPA with Erco E-96. Applications made by these components result as products which have very low shrinkage (sometimes extensions) and Class A surfaces (when properly used). Using pigment pastes is not preferred, since it may not lead to homogeneous dispersion.

LPA can be used in a lot of business sectors with Sheet Moulding Compound applications where fiber glass is present. It is commonly used in production of interior and exterior automotive parts and other industries where high mechanical values and Class A are desired.

This product is non-thixotropic and non-accelerated.

Application

SMC/BMC	Suitable
---------	----------

Liquid Resin Properties

Test	Method	Value
Appearance	-	Transparent
Acid Value	ISO 2114	±%20 2 mg KOH/gr
Viscosity	ISO 2555	±%20 1150 cps
Solids Content		±%3 34%
Flash Point	Abel-Pernsky	- 33 °C
Stability, no init.,	dark, 20 °C	- 6 months

- Measured with Brookfield spindle 3, 50 rpm at 20 °C.

Storage Guidelines

The product should be stored in a dark and dry place at temperatures between 5°C and 20°C. Shelf life is reduced at higher temperatures. The shelf life of styrene containing unsaturated polyesters will be significantly reduced when exposed to light. Store in dark and in 100% light tight containers only. Keep away from ignition sources: flames, pilot lights, electrical sparks and sparking tools. No smoking. Store separately from oxidising materials, peroxides and metal salts.

Material Safety

A material safety data sheet for the product is available.

Test Methods

Test methods for this product are available upon request.



PŘÍLOHA P III: TECHNICKÝ DATOVÝ LIST – CaCO₃

DATA SHEET

MATERIÁLOVÝ LIST

OMYACARB 2VA, 5VA, 15VA

OMYACARB 2 VA, 5 VA, 15 VA

Chemical name - CaCO₃

Form - fine powder of white colour

Physico-chemical properties - Carbonate filler Omyacarb is clearly white marble powder acquired by grinding, milling and sorting of a natural crystalline calcite.

Usage - It is used in production of paints, binders, rubber and plastic mixtures, building materials, disperse and mineral plasters, fine ceramic etc.

Packing - 2VA - 40 kg, 5VA - 50 kg, 15VA - 50 kg paper bags, 1 pallet / 1200 kg

Technical characteristic / Technická charakteristika	2VA	5VA	15VA
CaCO ₃ + MgCO ₃	% min 98,5	98,5	98,5
from that MgCO ₃ / z toho MgCO ₃	% max 0,8	0,8	0,8
SiO ₂	% max 0,8	0,8	0,8
Al ₂ O ₃ + Fe ₂ O ₃	% max 0,4	0,4	0,4
from that Fe ₂ O ₃ / z toho Fe ₂ O ₃	% max 0,1	0,1	0,1
Insoluble residue in HCl / nerozpustný zbytek v HCL	% max 1,5	1,5	1,5
MnO	% max 0,01	0,01	0,01
SO ₃	% max 0,05	0,05	0,05
Whiteness Ry / Bělost Ry	% min 93,7	92±2	88-
Average particles size / Průměrná velikost částic	µm 2	5	12
Moisture / Vlhkost	% max 0,2	0,3	0,5

OMYACARB 2 VA, 5 VA, 15 VA

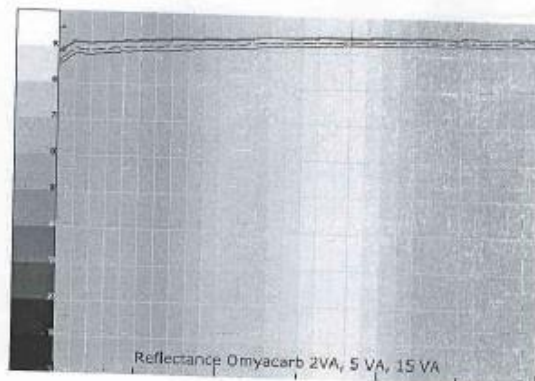
Chemický vzorec - CaCO₃

Forma - jemný prášek bílé barvy

Fyzikálně-chemické vlastnosti - Karbonátové plnidlo Omyacarb je čistě bílá mramorová moučka získaná drčením, mletím a tříděním přírodního krystalického vápence.

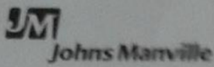
Použití - Používá se k výrobě barev, tmelů, gumárenských a plastikařských směsí, stavebních hmot, disperzních a minerálních omítek, jemné keramiky atd.

Balení - 2VA - 40 kg, 5VA - 50 kg, 15VA - 50 kg papírové pytle, 1 paleta / 1200 kg



PŘÍLOHA P IV: SPECIFIKACE PRODUKTU – Skelná vlákna „Typ II“

1,26 EUR/kg - VEŠTĚNE DOPLAVY

	General Product Specification GPS 116-132	Page: 1/2
	Product: Chopped strand StarStran® SV EC 15 254 12 mm	Version: 3 Issued: 4.12.2013

1. GENERAL DESCRIPTION

Chopped strand SV EC 15 254 12 mm is produced by chopping glass fibres coated with sizing. The product is suitable for reinforcement of polyester resins.

2. PRODUCT DESIGNATION

Product name	SV EC	15	254	12 mm
Product symbol	X			
Nominal filament diameter in μm		X		
Code of sizing			X	
Length of chopped strand				X

3. PRODUCT PROPERTIES

3.1. TYPE OF GLASS

The product is made of E-glass which is characterized as aluminoborosilicate glass (DIN 1259-1, ASTM D 578)

3.2. MEASUREABLE PARAMETERS

	Method	Min	Target	Max
Loss on ignition (%)	STN EN ISO 1887	0.80	1.00	1.20
Moisture content (%)	STN EN ISO 3344	-	-	0.15
Length of chopped strand (mm)	QPP 6-4-3-M18	10.5	12.0	13.5

The nominal value of filament diameter is 15.0 μm according to standard STN EN ISO 1888.

Max. 2% of chopped strands can be of length out of the specified range.

Max. 0.1% (w/w) of chopped strand may have double length.

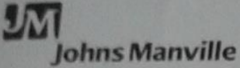
Max. 0.02% (w/w) of chopped strand may have the length up to 50 mm.

3.3. VISUAL STANDARDS

Visual faults include

- dirty strands
- fuzzy agglomerates
- filaments or strands longer than 50 mm
- foreign objects (e.g. pieces of metal, paper, textile)

	Name	Function
Authority for change	Pavol Jansky	Product Engineer
Johns Manville Slovakia, a.s., Strojárska 1, 917 99 Trnava, Slovakia		

	General Product Specification GPS 108-032	Page: 2/2 Version: 3
	Product: Chopped strand StarStran® SV EC 15 254 12 mm	Issued: 4.12.2013

4. PACKAGING AND LABELING

The product SV EC 15 254 12 mm is packed in PE bags 20 ± 2.5 kg each. Each bag is hermetically sealed immediately after filling. The PE bags are transported in cardboard boxes containing from 640 kg.

Each packaging unit must bear the following information

- manufacturer
- product name
- brutto and net weight
- identification number
- date of packaging

5. TRANSPORT AND STORAGE CONDITIONS

The product is transported in roofed vehicles protected against moisture. Each delivery is accompanied by a Quality Certificate. Each package is protected against mechanical damage due to movement during transport.

The product is stored in original packing in dry and clean warehouses. The temperature recommended for storage is 10 - 30°C and relative air humidity 50-75%. When maintaining the recommended storing conditions, the shelflife of the product is 12 months in original packaging.

6. REFERENCES

The above mentioned specification is derived from the standard STN EN 12971 "Reinforcements – Specification for textile glass chopped strands."

	Name	Function
Authority for change	Pavol Janský	Product Engineer
Johns Manville Slovakia, a.s., Strojárska 1, 917 99 Trnava, Slovakia		