

Vlastnosti vytvrzených epoxidových pryskyřic

Kateřina Šimůnková

Diplomová práce
2005



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

akademický rok: 2004/2005

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Kateřina ŠIMŮNKOVÁ**

Studijní program: **M2808 Chemie a technologie materiálů**

Studijní obor: **Technologie a management – GPT**

Téma práce: **Vlastnosti vytvrzených epoxidových pryskyřic**

Zásady pro vypracování:

- 1.Literární práce
- 2.Příprava vzorků epoxidové pryskyřice a jejich vytvrzení
- 3.Měření mechanických vlastností vyrobených vzorků
- 4.Diskuse dosažených výsledků

Rozsah práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

dle doporučení vedoucího diplomové práce

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Jan Hrbáček

Ústav inženýrství polymerů

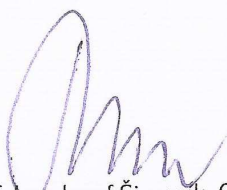
Datum zadání diplomové práce:

7. února 2005

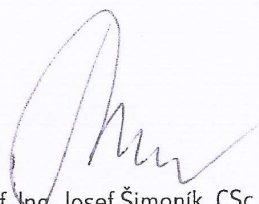
Termín odevzdání diplomové práce:

30. května 2005

Ve Zlíně dne 10. února 2005


prof. Ing. Josef Šimoník, CSc.
děkan




prof. Ing. Josef Šimoník, CSc.
ředitel ústavu

ABSTRAKT

Tato diplomová práce shrnuje základní poznatky o přípravě a vlastnostech epoxidových pryskyřic (EP). Byly zde popsány způsoby jejich přípravy, jejich chemické složení a materiálové vlastnosti. Pozornost byla také věnována samotným aplikacím epoxidových pryskyřic.

Cílem bylo porovnání dvou druhů epoxidových pryskyřic na základě vyhodnocení jejich fyzikálních vlastností po vytvrzení. Díky výsledkům získaných z množství experimentů bylo možné stanovit optimální parametry vytvrzování epoxidových pryskyřic.

K získání výsledků posloužil centrálně složený rotační experiment s dvěmi nezávisle proměnnými – teplotou a časem (T , t). Po vytvrzení za určitých podmínek (T , t) byl dosažen jistý stupeň konverze, kterému odpovídaly určité fyzikální vlastnosti jako jsou: teplota skelného přechodu, rázová houževnatost, pevnost v ohybu a modul pružnosti v ohybu.

ABSTRACT

This master thesis discourses basic findings about preparing and properties of epoxy resins. There were described kinds of preparation, chemical composition and other properties of this material. I also paid attention to the various kinds of epoxy resins application in this work.

The aim of the work was to determine optimal curing parameters based upon the number of performed experiments. The object was comparing two kinds of epoxy resins considering their physical properties evaluated after the resin's curing.

Results were acquired by using central compose site design with two kinds of independent variables – temperature and time (T , t). The samples of epoxy resin reached a specific level of conversion in particular curing conditions, which influenced material specific properties like: glass transition temperature, impact strenght, flexural strenght and modul of elasticity.

Tímto bych ráda poděkovala vedoucímu diplomové práce Ing. Janu Hrbáčkovi za technickou pomoc při experimentech, za poskytnuté konzultace a cenné rady týkající se vypracování této diplomové práce.

Zároveň velmi děkuji Ing. Richardu Pavlicovi, Ph.D. za podnětné diskuse a poskytnutí zkušebního materiálu, díky kterému mohla být tato diplomová práce uskutečněna.

OBSAH

OBSAH	6
ÚVOD.....	9
I. TEORETICKÁ ČÁST	11
1 EPOXIDOVÉ PRYSKYŘICE (EP).....	12
1.1 VÝROBNÍ METODY A POTŘEBNÉ SUROVINY	12
1.1.1 Pryskyřice glycidylového typu.....	12
1.2 VYTVRZOVÁNÍ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC	13
2 APLIKACE EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC.....	15
2.1 LEPIDLA	15
2.1.1 Základní vlastnosti epoxidových lepidel.....	15
2.1.2 Srovnání lepených spojů s jinými způsoby spojování	15
2.1.3 Podmínky správného lepení	16
2.1.4 Lepidla na bázi epoxidové pryskyřice – polyamidy	18
2.1.5 Hodnocení jakosti epoxidových lepidel.....	18
2.2 LICÍ PRYSKYŘICE	19
2.2.1 Přednosti epoxidových licích pryskyřic.....	19
2.2.2 Mechanické vlastnosti vytvrzených licích epoxidových pryskyřic	20
2.2.3 Způsoby zpracování epoxidových licích pryskyřic	20
2.3 LAMINÁTY.....	21
2.3.1 Vlastnosti epoxidových laminátů.....	21
2.3.2 Použití epoxidových laminátů.....	21
2.3.3 Druhy výrobních technologií	23
2.4 NÁTĚROVÉ HMOTY	24
2.4.1 Vlastnosti lakařských epoxidových pryskyřic	24
2.4.2 Nátěrové hmoty na bázi epoxidových pryskyřic, tvrzených aminy.....	25
2.4.3 Epoxidové pryskyřice tvrzené aminoamidovými pryskyřicemi	25
2.4.4 Estery epoxidových pryskyřic.....	26
3 RFI.....	27
3.1 NOVÁ APLIKACE EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC METODOU RFI.....	27
3.2 UŽITÍ MODERNIZOVANÉ TECHNOLOGIE RFI	28
3.2.1 Pracovní postup metodou RFI.....	28
3.2.2 Výhody	30
3.2.3 Využití.....	30
4 SHRUTÍ LITERÁRNÍ ČÁSTI A CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE	32
II. PRAKTICKÁ ČÁST	33
5 PŘÍPRAVA VZORKŮ A JEJICH HODNOCENÍ	34
5.1 PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH TĚLES.....	34
5.1.1 Použitý materiál	34
5.1.2 Použité přístroje	34
5.1.3 Centrálně složený rotační experiment pro vytvrzování epoxidů	36
5.1.4 Pracovní postup	39

5.1.5	Výroba zkušebních těles	41
5.2	HODNOCENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ.....	42
5.2.1	Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy	42
5.2.2	Stanovení ohybových vlastností.....	45
6	VÝSLEDKY VZORKU LFX 033	50
6.1	STANOVENÍ RÁZOVÉ HOUŽEVNATOSTI	50
6.2	STANOVENÍ MODULU PRUŽNOSTI V OHYBU	63
7	VYHODNOCENÍ EXPERIMENTU DVOU VZORKŮ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC – LFX 023 A LFX 033	76
7.1	ZÁVISLOST TEPLoty SKELNÉHO PŘECHODU NA ČASE A TEPLITĚ VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033	77
7.1.1	Vzorek LFX 023	77
7.1.2	Vzorek LFX 033	77
7.2	ZÁVISLOST RÁZOVÉ HOUŽEVNATOSTI NA ČASE A TEPLITĚ VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033.....	79
7.2.1	Vzorek LFX 023	79
7.2.2	Vzorek LFX 033	79
7.3	ZÁVISLOST PEVNOSTI V OHYBU NA ČASE A TEPLITĚ VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033.....	81
7.3.1	Vzorek LFX 023	81
7.3.2	Vzorek LFX 033	81
7.4	ZÁVISLOST MODULU PRUŽNOSTI V OHYBU NA ČASE A TEPLITĚ VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033	83
7.4.1	Vzorek LFX 023	83
7.4.2	Vzorek LFX 033	83
8	DISKUSE VÝSLEDKŮ POROVNÁNÍM FYZIKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ DVOU VZORKŮ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC PO VYTVRZENÍ – LFX 023 A LFX 033	85
8.1	POROVNÁNÍ ZÁVISLOSTI T_g NA ČASE A TEPLITĚ VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033.....	85
8.2	POROVNÁNÍ ZÁVISLOSTI RÁZOVÉ HOUŽEVNATOSTI NA ČASE A TEPLITĚ VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033	87
8.3	POROVNÁNÍ ZÁVISLOSTI PEVNOSTI V OHYBU NA TEPLITĚ A ČASE VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033	89
8.4	POROVNÁNÍ ZÁVISLOSTI MODULU PRUŽNOSTI V OHYBU NA TEPLITĚ A ČASE VYTVRZOVÁNÍ PRO LFX 023 A LFX 033	91
	ZÁVĚR.....	94
	SUMMARY	96
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	97
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	99
	SEZNAM OBRÁZKŮ	101

SEZNAM TABULEK.....	103
----------------------------	------------

ÚVOD

Dvacáté století je charakteristické spojením pronikavého technického rozvoje se vznikem konzumní společnosti v nejvyspělejších zemích. Pro konzumní společnost je typické hromadění spotřebních předmětů. Tento obecný trend se výrazně promítá právě do výroby a spotřeby plastů.

Na počátku třetího tisíciletí představují polymerní materiály nejvýznamnější segment ze všech materiálů podle objemu výroby a spotřeby. V konkurenci s klasickými materiály, zejména kovy, se polymery prosadily především svojí snadnou zpracovatelností, nízkou měrnou hmotností a obecně výhodným poměrem mezi užitnými vlastnostmi a cenou. Plasty patří mezi materiály se zcela specifickými vlastnostmi. Stále nové poznatky a zkušenosti v oblasti polymerních látek umožňují velké rozšíření těchto materiálů do mnoha různých průmyslových oblastí. Při všech aplikacích je nutné zabezpečit celou řadu požadavků, např. zdravotní nezávadnost, dobré mechanické a vzhledové vlastnosti atd.

V oblasti polymerních materiálů probíhá v současné době velmi zajímavý vývoj. Objevují se nečekané oblasti jejich aplikací a současně netušené možnosti modifikací jejich vlastností. Je zřejmé, že vývoj bude pokračovat jednak ve směru rozšiřování aplikací tzv. komoditních polymerů, které samozřejmě souvisejí s nejnovějšími výsledky vývoje a výzkumu jejich modifikací a také ve směru velmi intenzivního výzkumu polymerních materiálů pro speciální aplikace v elektronice nebo biolékařství. Je však zřejmé, že vývoj bude pokračovat paralelně v obou zmíněných směrech a úspěch jednotlivých materiálů vyvinutých základním a průmyslovým výzkumem bude v rozhodující míře ovlivněn cenou, přesněji řečeno poměrem mezi cenou a užitnou hodnotou.

Vlastnosti a odolnost polymerů jsou dány jejich základní chemickou a fyzikální strukturou, avšak mohou být do značné míry ovlivněny i výrobním a zpracovatelským procesem. Tato práce se zabývá stanovením optimálních vlastností u vytvrzených epoxidových pryskyřic, které se stávají stále více populárnějšími hlavně díky chemickým a elektroizolačním vlastnostem v poměrně široké oblasti teplot.

V průmyslovém měřítku se rozvinula výroba epoxidových pryskyřic za druhé světové války, kdy švýcarská firma Ciba uvedla na trh nový druh materiálů na bázi epoxidů. V poválečném období se výroba epoxidových pryskyřic velmi rozšířila a z evropských států, kromě již zmíněného Švýcarska, začala s průmyslovou výrobou těchto nových látek jako první Československá republika. S tuzemským výzkumem a vývojem se začalo již v r. 1949 a zanedlouho byl náš trh obohacen o nová lepidla, zalévací hmoty, tmely a nátěrové hmoty na bázi epoxidů .

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 EPOXIDOVÉ PRYSKYŘICE (EP)

Pod pojmem epoxidové pryskyřice se rozumí sloučeniny, které obsahují v molekule více než jednu epoxidovou skupinu. Tato skupina je velmi reaktivní a na její reaktivitě s velkým počtem látek, vedoucí k zesíťovaným makromolekulárním produktům, spočívají aplikace těchto pryskyřic jako lepidel, zalévacích a lisovacích hmot, laminátů a lakařských pryskyřic. Při vytvrzování se neodštěpují vedlejší produkty a dochází k malému smrštění. Vytvrzené produkty mají výbornou přilnavost na kovy, sklo, keramiku, dřevo. Mají velmi dobré chemické a elektroizolační vlastnosti v poměrně široké oblasti teplot, cenná je i jejich značná odolnost vůči vodě, roztokům alkálií a kyselin a některých rozpouštědlům.

1.1 Výrobní metody a potřebné suroviny

Epoxidové pryskyřice lze zásadně rozdělit na dvě skupiny:

- typy obsahující glycidylové (2,3-epoxypropylové) skupiny (1), připravené reakcí epichlorhydrinu s vhodnými surovinami,
- typy obsahující epoxidové skupiny (2), připravené epoxidací nenasycených sloučenin.



1.1.1 Pryskyřice glycidylového typu

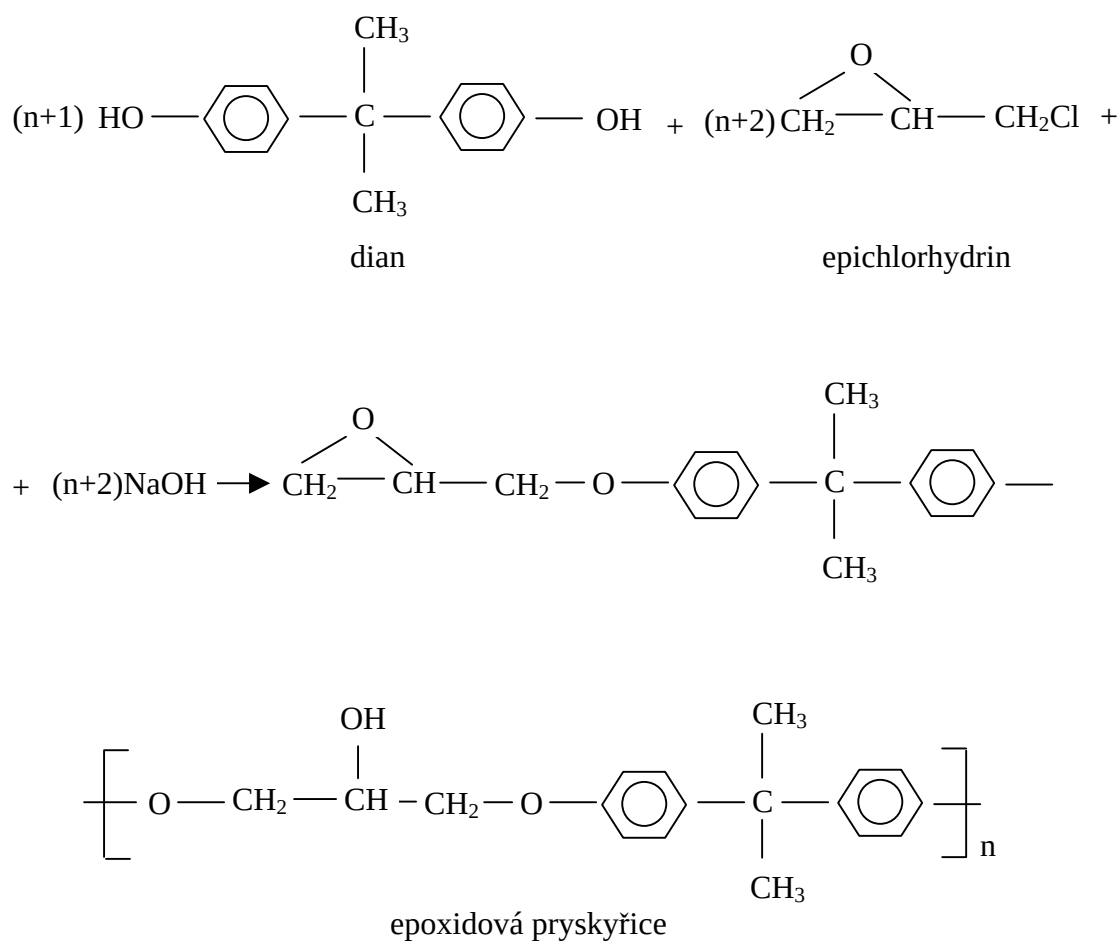
Základní suroviny pro výrobu epoxidových pryskyřic tvoří dian a epichlorhydrin nebo dichlorhydrin.

Dian, zvaný také bisfenol A, je 2,2 – bis(4 – hydroxyfenyl)propan, který se připravuje kondenzací fenolu a acetonu v přítomnosti kyselého katalyzátoru, většinou kyseliny sírové nebo chlorovodíku. Reakce je exotermní a probíhá za zvýšené teploty.

Epichlorhydrin se získá z dichlorhydrinu odnětím chlorovodíku hydroxidem vápenatým.

Základní dichlorhydrin se vyrábí buď sycením glycerínu chlorovodíkem, nebo z propylenu získaného krakováním ropy. Z propylenu se chlorací připraví allylchlorid, který se adicí kyselinou chlornou převede na dichlorhydrin.

Vlastní výrobní proces u epoxidových pryskyřic je založen na alkalické kondenzaci dianu (bisfenol A) s epichlorhydrinem nebo dichlorhydrinem (Obr. 1), kdy probíhá postupně jak kondenzace, tak i adice.[1]



Obr. 1. Výrobní proces epoxidových pryskyřic

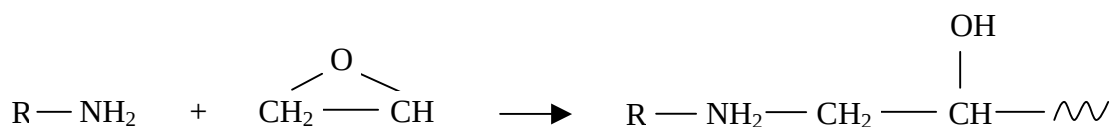
1.2 Vytvrzování epoxidových pryskyřic

Každá makromolekula epoxidové pryskyřice je zakončena reaktivní epoxidovou skupinou, schopnou reagovat s přimísenými katalyzátory, v tomto případě všeobecně nazývanými tvrdidly.

Vytvrzování EP lze uskutečnit různým způsobem:

- polyadici probíhající na epoxidových skupinách,
- polykondenzací na přítomných hydroxylových skupinách,
- polymerací epoxidových skupin

K adici na epoxidovou skupinu jsou vhodné v podstatě všechny sloučeniny s pohyblivými vodíkovými atomy. Největší význam má vytvrzování polyaminy (Obr. 2) a anhydridy polykarboxylových kyselin. [2]



Obr. 2. Reakce aminu s epoxidovým kruhem

Při vytvrzování nevznikají vedlejší produkty a epoxidová pryskyřice polymeruje za vzniku trojrozměrných makromolekul. [3]

Tímto vytvrzovacím procesem se řadí epoxidové pryskyřice do skupiny reaktoplastů. Výsledným produktem je tuhá vytvrzená pryskyřice, která přešla působením tvrdidla do nerozpustného a netavitelného stavu.

Tvrdidla se dělí podle druhu chemické reakce s epoxidovou skupinou na dvě hlavní skupiny: tvrdidla polyadiční a tvrdidla polymerační.

Tvrdidla se přidávají k epoxidové pryskyřici většinou v množství 3 až 8 % na množství použité základní pryskyřice.

V některých případech se při vytvrzování používají i tzv. urychlovače, sloužící ke zrychlení vytvrzovací reakce. Z chemického hlediska se jedná zejména o organické peroxidy. [4], [5]

2 APLIKACE EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC

2.1 Lepidla

2.1.1 Základní vlastnosti epoxidových lepidel

Epoxidová lepidla jsou vhodná pro lepení kovů, skla, porcelánu, pryže atd. Mezi technicky nejdůležitější použití patří spojování kovů.

Lepidlo pro spojování kovů musí mít tyto vlastnosti:

- Dobrou adhezi k hladkým plochám pokud možno všech kovů, ale i k porcelánu, sklu, keramice, kameni, dřevu, pryži. Špatně lpí jen na látkách s málo polárním povrchem, jako např. na polystyrénu, polyvinylchloridu a polyetylenu.
- Dobrou kohezi po vytvrzení, která je výsledkem přitažlivých sil mezi molekulami pryskyřice. Dodává filmu a lepidlu dobré mechanické vlastnosti.
- Během vytvrzování nesmějí v lepidle vznikat žádná namáhání oslabující adhezi. Reakce vytvrzování totiž probíhá za nepatrných objemových změn, při čemž nevznikají žádné tekavé zplodiny. Proto také u epoxidových pryskyřic není nutný při vytvrzování vysoký tlak. Stačí jen tlak potřebný k fixování lepených dílců.
- Musí mít dobré elektroizolační vlastnosti.
- Má co nejméně podléhat stárnutí a mít dobrou chemickou odolnost.
- Musí se dát jednoduchým způsobem zpracovávat a nesmí mít fyziologicky škodlivé účinky.

2.1.2 Srovnání lepených spojů s jinými způsoby spojování

Lepení jako způsob spojování materiálů je v současné době hodně rozšířeno. V mnoha průmyslových odvětvích je postaveno na úroveň klasickým způsobům, jako je nýtování, svařování, spojování šrouby a pájení.

Přednosti lepených spojů lze shrnout do těchto bodů:

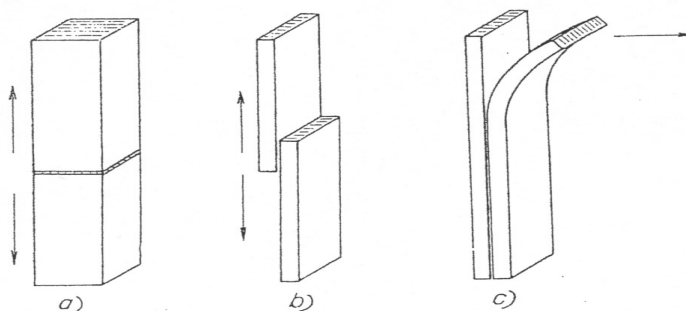
- Lepení nezeslabuje nosný průřez jako nýtování a šroubování.
- Spojovaný materiál je tepelně méně namáhán než při svařování.

- Při vhodném přeplátování je pevnost lepeného spoje lepší než pevnost lepeného materiálu.
- Lepený spoj lépe odolává povětrnostním vlivům.
- Plocha spojená lepením je nepoměrně hladší.
- Lepením lze spojovat různé kovy, aniž vzniknou korozní proudy.
- U lehkých kovů můžeme spojovat mnohem tenčí plechy než při nýtování a svařování.

2.1.3 Podmínky správného lepení

Lepení, zejména kovů, může být podobně jako svařování, pájení a spojování šrouby úspěšné jen tehdy, zachová-li se správný technologický postup.

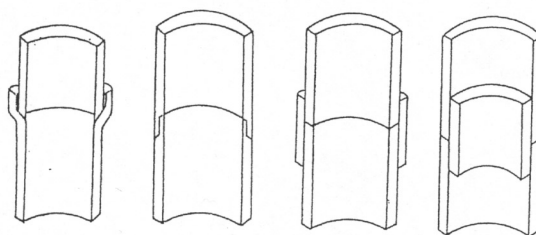
Mezi velmi důležitý faktor ovlivňující výslednou kvalitu lepení patří správná povrchová úprava před lepením. Čisté povrchy kovů mají velkou volnou povrchovou energii a mohou proto podle termodynamických zákonů poskytnout velmi dobré spoje s materiály s menší volnou povrchovou energií, např. s organickými lepidly. Povrch kovů se velmi rychle znečistí adsorbovanou vrstvou, čímž se zmenší volná povrchová energie a tedy i adheze lepeného filmu.[9]



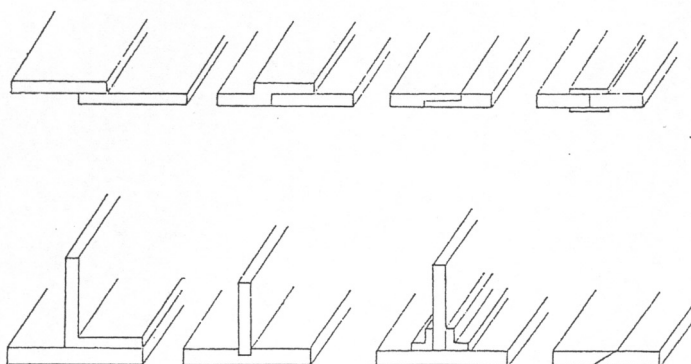
Obr. 3. Různé typy lepených spojů. Namáhané:

a) v tahu, b) ve smyku, c) v loupání

Další důležitou podmínkou přesného lepení je správná konstrukce spoje kovů. Ta se při lepení musí řešit jinak než při svařování, pájení nebo spojování šrouby. Lepené spoje mají sice velkou pevnost v tahu i ve smyku, ale jen nepatrnou pevnost v loupání. Tomuto druhu namáhání se proto musíme co nejvíce vyhýbat volbou vhodnější konstrukce spoje. Nejlepší spoj je trubkový.



Obr. 4. Trubkové spoje



Obr. 5. Příklady různých konstrukcí lepených spojů

Další důležité faktory správného lepení jsou založeny na dodržování správné tloušťky filmu a zachování vhodného technologického postupu, jelikož zvolená lepidla dosáhnou předepsaných fyzikálních vlastností jen tehdy, jsou-li správně zpracována. A u lepidel tvrditelných za tepla musíme volit správnou tvrdicí dobu a teplotu.

2.1.4 Lepidla na bázi epoxidové pryskyřice – polyamidy

Vynikající adhezní vlastnosti epoxidových pryskyřic polyamidového typu poskytují lepené spoje s vynikající pevností při namáhání ve smyku i rozlepení i při velmi nízkých teplotách, sahajících až k $-253\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Jedinou nevýhodou takových adhezních filmů je poněkud nižší odolnost proti působení alkoholů a vody, takže často je nutno provedené spoje opatřit vhodným nátěrem, zaručujícím izolaci spoje. Tyto typy adhesiv patří mezi finančně náročnější typy adhesiv, což omezuje jejich praktické použití pro automobilový a letecký průmysl pro spojování různých kovů. [6]

Uplatňují se při výrobě letadel pro subsonické i supersonické rychlosti, a dokonce pro spojování některých detailů tryskových motorů. Našly využití i při konstrukci vesmírných družic a kabin kosmických lodí a všude tam, kde spoje mají dobře odolávat extrémním vysokým i nízkým teplotám.

Z epoxidových pryskyřic se nejčastěji uplatňují v komerčně dostupných produktech glycidyletery bisfenolu A nebo resorcinu. Termoplastickou složkou nemůžou být běžné polyamidy pro svou špatnou rozpustnost ve většině přijatelných rozpouštědel. Proto se uplatňují spíše N-alkoxylované polyamidy. Tyto alkoxylované polyamidy mají poněkud omezenou skladovatelnost, neboť jejich roztoky při normální teplotě snadno přechází v gel.

2.1.5 Hodnocení jakosti epoxidových lepidel

Pro hodnocení epoxidových lepidel pokládáme vedle chemické analýzy, bodu měknutí nebo viskozity pryskyřic za nejdůležitější tyto vlastnosti: pevnost ve smyku za normální a zvýšené teploty, pevnost v lámání a pevnost v loupání.

Pevnost ve smyku při zatěžování v tahu

Pevností ve smyku se rozumí největší zatížení vztažené na jednotku plochy, při kterém nastane porušení spoje. Hlavní směr namáhajících sil je rovnoběžný s podélnou osou vzorku.

Pevnost v loupání

Tato zkouška je velmi důležitá zejména pro letecký průmysl, kde je snaha, aby pevnost v tomto směru byla co největší, někdy i na úkor pevnosti ve smyku.

Pevnost v lámání

Podstatou zkoušky je namáhání zkušebního spoje statickým tlakem ve směru kolmém na podélnou osu a plochu spoje, opět do porušení vzorku. [7]

2.2 LICÍ PRYSKYŘICE

2.2.1 Přednosti epoxidových licích pryskyřic

Studium vlastností epoxidových pryskyřic před jejich vytvrzením, během vytvrzování za použití nejrůznějších typů tvrdidel a po vytvrzení ukázalo, že určité typy těchto pryskyřic v kombinaci s některými tvrdidly jsou vhodným materiálem pro licí technologii. [8]

Proti ostatním licím pryskyřicím mají tyto přednosti:

- Epoxidové pryskyřice jsou při licí teplotě málo viskózní a velmi zatékavé, takže se z nich dají v jediné operaci zhotovit i velmi členité odlitky.
- Mohou se odlévat a tvrdit bez tlaku, neboť při reakci nedochází k odštěpování vedlejších zplodin.
- Některé typy epoxidových pryskyřic lze odlévat i tvrdit při obvyklé teplotě místnosti, aniž se podstatně zhorší jejich mechanické, chemické a elektroizolační vlastnosti.
- Pracovní postup při lití je jednoduchý a nevyžaduje kvalifikované pracovníky.
- Epoxidové pryskyřice mají po vytvrzení dobré mechanické i elektroizolační vlastnosti, malou hustotu a dobrou odolnost proti chemikáliím, rozpouštědlům a tukům.
- Po vytvrzení mají epoxidové pryskyřice minimální nasákavost a dobrou odolnost proti vodě.
- Odolnost v tropických podmínkách, přilnavost k polárním materiálům.

- Další výhodou epoxidové pryskyřic proti ostatním licím pryskyřicím je jejich dobrá přilnavost k různým materiálům, jako jsou kovy, sklo, keramika apod.
- Pro zlepšení některých vlastností lze epoxidové pryskyřice plnit plnivy i barvit anorganickými pigmenty nebo organickými barvivy. [9]

2.2.2 Mechanické vlastnosti vytvrzených licích epoxidových pryskyřic

Vzhledem k vhodnému dokonalému zesíťování makromolekuly mají licí pryskyřice pozoruhodné mechanické vlastnosti, a to i v případě, když obsahují velké množství plniva.

Dosažitelné konečné hodnoty pevnosti závisí všeobecně na stupni vytvrzení. Významnou úlohu má při tom tvrdicí teplota a doba tvrzení.

Za studena tvrditelné licí pryskyřice jsou mnohem méně odolné než pryskyřice tvrditelné za tepla. Tepelná roztažnost epoxidových pryskyřic tvrditelných za tepla je asi 2-3krát a u pryskyřic tvrditelných za studena 4-5krát větší než tepelná roztažnost kovů. Jako většina organických umělých pryskyřic mají i epoxidové licí pryskyřice pouze nepatrnou tepelnou vodivost, kterou však lze podstatně zvýšit přidáním vhodných plniv.

2.2.3 Způsoby zpracování epoxidových licích pryskyřic

Zpracování statickým litím

Nejprve se základní pryskyřice roztaví ve vyhřívané nádobě. Na povrchu taveniny se zpravidla vlivem nečistot tvoří vzdušné bubliny, které později při častém míchání většinou samy zmizí.

K úpravě vlastností vytvrzených licích pryskyřic a jejich zlevnění lze do taveniny základní pryskyřice přidávat vhodné plnivo. Jako plniv lze použít organických, anorganických nebo kovových látek. Viskozita licí pryskyřice nesmí být při lití příliš velká, aby při použití vakua mohly uniknout bublinky vzduchu.

Pro beztlakové lití epoxidových pryskyřic tvrzených za tepla se plnivo přidává do horké základní pryskyřice v takovém množství, aby vznikající hmota zůstala ještě tekutá. Pak se přidá tvrdidlo, při čemž viskozita hmoty přechodně klesne.

Za tepla tvrditelné pryskyřice odléváme do předehřátých forem během licí životnosti pryskyřice, nikoliv až ke konci této doby.

Při vytvrzování pryskyřic tvrditelných za tepla předpokládáme, že licí hmota je zprvu tekutá a v odlévatelném stavu. Změna stavu z kapalného do tuhého probíhá bez použití tlaku. Zpevnění licí hmoty začíná tvorbou zprvu lehce deformovatelného gelu. Tento gel se v dalším průběhu tvrzení stále více zpevňuje, až konečně vznikne netavitelný izolant.

Zpracování odstředivým litím

Trubice a podobná rotační tělesa z licí pryskyřice se mohou zhotovovat odstředivým litím. K výrobě těles s odstředivým litím se hodí nejen samotná čistá pryskyřice, ale i pryskyřice s plnivem. Licí hmota se připravuje stejným způsobem jako v předešlé kapitole. Při ochlazování izolačního tělesa může vznikat pnutí vedoucí ke vzniku trhlin, proto se při odstředivém lití musí do pryskyřice přidávat více plniva, než při lití statickém. [9]

2.3 LAMINÁTY

2.3.1 Vlastnosti epoxidových laminátů

Epoxidové lamináty mají četné přednosti, zejména dobrou adhezi ke sklu i bez úpravy, malé smrštění při tvrzení (0,5 – 2 %) a tedy i malé vnitřní pnutí, což je důležité hlavně při výrobě trubek, zásobníků a modelů. Další předností těchto laminátů je jejich malá navlhavost, značná chemická odolnost, především proti alkáliím, výborné elektroizolační vlastnosti a dobré mechanické vlastnosti, zejména pevnost v tlaku a v ohybu rázem. Dají se plnit velkým obsahem skleněných vláken i organickými plnivy a dlouho skladovat. Mohou se vyztužovat kovem, aniž dojde k odpojení výztuže při vibraci nebo při značnějším namáhání.

Lamináty velmi dobře odolávají rozpouštědlům, kyselinám a zásadám. Hodí se proto na výrobu ventilů, armatur atd. Lamináty s menším obsahem skla jsou chemicky odolnější.

Výhodou laminátů je také dobrá odolnost nejen při krátkodobém zatížení, ale i při dlouhodobém namáhání.

2.3.2 Použití epoxidových laminátů

Lamináty jsou materiály složené. V základní hmotě je určitý podíl výztužných částí. Takovým klasickým materiálem je např. sklolaminát, kde základní hmotou je epoxidová pryskyřice vyztužená skleněnými vlákny (tkaninou) (Obr. 6). Výrobky z laminátu jsou

lehké, pružné a poměrně pevné (ve směru vláken). Laminát tak začal konkurovat dřevu (nábytek), oceli (stroje a přístroje), sportovnímu náčiní (oštěpy, tyče pro skok o tyči) atd.



Obr. 6. Skelná tkanina

Pevnostní požadavky konstruktérů na tyto materiály s nízkou hmotností však stále narůstaly. Bylo nutno hledat jiný kompozitní materiál. Tím se v 60. letech minulého stol. stal bór. Tento nový materiál vyžadoval ovšem minimální poloměr kolem 25 mm (menší nebylo možno vytvořit – vlákna by to nevydržela) a maximální šířka polotovaru byla pouze cca 75 mm. Navíc byl materiál velmi drahý. Používal se tedy pouze ve specifických aplikacích, kde se vyžadovala velká pevnost a malá hmotnost bez ohledu na náklady. Tyto požadavky a možnosti měla výroba vojenské techniky.

Určitý pokrok nastal na konci 60. let minulého stol., kdy bórová vlákna byla nahrazena vlákny uhlíkovými. To dalo materiálu nové vlastnosti. Minimální použitelný poloměr – 1,5 mm – už byl zcela vyhovující, také šíře se zvětšila na více než 2,5 m a navíc byl materiál lépe opracovatelný. A to podstatné, jeho cena byla téměř 1/10 ceny materiálu z bórových vláken. To umožňovalo mnohem širší použití tohoto materiálu. Zpočátku na civilní dopravní prostředky, později i jinde. Další zefektivnění výroby pak umožnilo, že začátkem 80. let minulého stol. se tento materiál začal používat nejen z důvodu malé hmotnosti (při zachování dobré pevnosti) jako dříve, ale začal se používat i proto, že byl levnější než klasické konstrukční (kovové) materiály.

Kompozitní materiály jsou vhodné také pro elektrotechnický průmysl. Mohou se jimi vykládat drážky a uzavírací klíny turbogenerátorů, hodí se pro vysoce tepelně namáhané elektrické točivé stroje. Dále se z těchto materiálů zhotovují páky, táhla a spínače pro vlhké prostředí. Z epoxidových laminátů se vyrábějí trubky, láhve na vysokotlaký vzduch, karosérie automobilů, cisternové vozy, pračky atd.

2.3.3 Druhy výrobních technologií

Ruční laminace

Jedná se o klasickou metodu kontaktního ručního kladení, která spočívá v nanesení gelcoatu na vyčištěnou formu. Na zpolymerizovaný gelcoat se rozetře pryskyřice, do níž se postupně vkládají jednotlivé vrstvy sklovýztuže, které se následně prosycují pryskyřicí. Tento způsob je vhodný pro tvarově rozmanité výrobky a pro výrobu prototypů či malosériových zakázek. Předností této technologie je investiční nenáročnost s ohledem na cenu výrobního zařízení.

RTM

RTM technologie, označovaná také jako vstřikování, patří ke strojním technologiím, které jsou určeny pro složité a přesné výrobky ve větších sériích. Tato technologie se provádí v uzavřených vyztužených formách za použití směšovacího a plnicího zařízení, přičemž je nutné použít speciální typ sklovýztuže.

Laminace pod plachetkou

Tato technologie se v základních rysech podobá RTM technologii s tím rozdílem, že horní díl formy je nahrazen plachetkou (příp. skořepinou). Tato metoda je určena pro rozměrově větší díly, které musí splňovat přísnější pevnostní kritéria. Další výhodou je kvalitnější rubová strana výrobku a vyšší produktivita ve srovnání s ruční laminací.

Prepreg technologie

Prepreg technologie využívá předimpregnovaných materiálů, tzv. prepregů, které se skládají z matrice (pryskyřice) a sklovýztuže. Mezi přednosti prepreg technologie patří jednodušší výrobní proces, nízká objemová hmotnost produktu a jeho výborné mechanické vlastnosti. Toto je dáno použitím speciálních vnitřních výztuží tzv. voštin, které jsou lehké

ale přitom velmi pevné. Prepeg materiály se využívají v leteckém, železničním a námořním průmyslu, dále pro výrobu sportovních a rekreačních potřeb či větrných elektráren.

Vakuové tvarování termoplastů

Vakuové tvarování je technologie tepelného zpracování termoplastu. Výrobní proces spočívá v upnutí předem nařezané desky nebo folie do rámu vakuového lisu, její ohřátí na teplotu tvarování a po odsunutí vyhřívacích desek vlastní vytvarování dílu pomocí vakua. Mezi přednosti této metody patří nízké náklady na zhotovení výrobních forem a vysoká produktivita při využívání vícenásobných forem.[13]

2.4 NÁTĚROVÉ HMOTY

2.4.1 Vlastnosti lakařských epoxidových pryskyřic

Epoxidové nátěrové hmoty mají mnoho předností před jinými nátěrovými hmotami. Mají velmi dobrou přilnavost k podkladům, dávají tvrdý a pružný film značně chemicky, klimaticky i tepelně odolný (70 až 100 °C). Dají se nanášet v několika vrstvách nejrozličnějšími způsoby: natíráním, stříkáním, nanášením v elektrostatickém poli apod.

Epoxidových lakařských pryskyřic se mimo to využívá i v různých kombinacích s jinými druhy pryskyřic jak přírodních, tak i syntetických pro výrobu dalších druhů nátěrových hmot (epoxiesterové, epoxidehtové atd.). Využívají se podobně jako epoxidové tmely ve všech oborech technické praxe.

Epoxidové lakařské pryskyřice jsou při normální teplotě čiré, tvrdé až křehké. Typy s mol. hmotností 900-1400 jsou pro svou snadnou rozpustnost v různých rozpouštědlech, malou viskozitu, snadnou zpracovatelnost, značnou snášlivost s různými jinými lakařskými surovinami nejoblíbenější.

Lakařské epoxidové pryskyřice jsou rozpustné v běžných rozpouštědlech. K nejpoužívanějším rozpouštědlům patří ketony, estery, aceton atd. [1]

Epoxidové pryskyřice obsahují pouze chemické vazby uhlík-uhlík a éterovou vazbu uhlík-kyslík. Obě tyto vazby platí za neobyčejně pevné a určují základní charakter těchto pryskyřic. Nemají však samy o sobě dostatečnou molekulovou hmotnost, aby mohly po rozpuštění, nanesení na podklad a odtékání rozpouštědla vytvořit lakový film s dostatečnými mechanickými vlastnostmi. Je třeba pryskyřičné molekuly tzv. tvrdidly

vhodně propojit a spojit ve velké makromolekulární komplexy, které tyto vlastnosti mají. Toho se dosáhne reakcí aktivních skupin obsažených v molekule epoxidové pryskyřice.

2.4.2 Nátěrové hmoty na bázi epoxidových pryskyřic, tvrzených aminy

Pro tvrzení epoxidových pryskyřic se musí používat aminů s nejméně dvěma aminovými skupinami. Vzhledem k rychlosti tvrzení, sušiče laku a vlastnostem konečného filmu se v této formulaci nejlépe osvědčily epoxidové pryskyřice s mol. hmotností 900-1000.

Složení laků

K rozpuštění epoxidové pryskyřice se může použít lakařských rozpouštědel s výjimkou esterů, které by mohly s aminy reagovat za vzniku amidů, čímž by se zmenšila účinnost použitého tvrdidla. Platí zde jistá citlivost nátěru proti vodě, neboť nátěrové filmy, které byly vytvrzeny výhradně za chladu, houževnatě zadržují dlouhou dobu část rozpouštědel.

Vlastnosti laků

Životnost epoxidové pryskyřice a tvrdidla závisí na těchto okolnostech:

- skladovací teplotě,
- typu použité epoxidové pryskyřice,
- typu tvrdidla,
- druhu použitého rozpouštědla.

Životnost směsi se dá prodloužit několikerým způsobem, například ochlazením. [9]

2.4.3 Epoxidové pryskyřice tvrzené aminoamidovými pryskyřicemi

Aminoamidy používané k tvrzení epoxidových pryskyřic jsou látky pryskyřičného charakteru a velké viskozity. Základní surovinou k jejich přípravě je sójový nebo lněný olej a alifatické diaminy nebo polyamidy.

Životnost aminoamid-epoxidové kombinace je závislá na teplotě, koncentraci roztoku a na obsahu reaktivních skupin u obou typů pryskyřic. Všeobecně lze říci, že čím jsou pryskyřice reaktivnější, čím větší je koncentrace a čím vyšší je teplota směsi, tím kratší je její životnost.

2.4.4 Estery epoxidových pryskyřic

Estery epoxidových pryskyřic vznikají reakcí alkoholu s kyselinou nebo s jejím derivátem. Velká polarita molekul epoxidové pryskyřice způsobuje, že mají výbornou adhezi k různým podkladům, zejména kovovým, které se potahují pevnou vrstvičkou oxidu. V tom případě vlivem vedlejších valencí, hlavně vodíkových můstků, dosahujeme dobré přilnavosti filmu k podkladu.

Vliv jednotlivých složek na vlastnosti esterů epoxidových pryskyřic

Vlastnosti esterů epoxidových pryskyřic lze v širokém rozmezí výhodně měnit podle charakteru a vlastností použitých výchozích látek vstupujících spolu do reakce. Můžeme tedy vhodnou kombinací reakčních složek upravovat konečné vlastnosti nejen laku, nýbrž i vytvrzeného filmu.

Vlastnosti esterů epoxidových pryskyřic jsou především závislé na typu použité epoxidové pryskyřice a mastné kyseliny, na množství mastných kyselin a s tím souvisejícím množstvím hydroxilových skupin, na konečném čísle kyselosti a na reakčních podmínkách při přípravě.

Esterifikace epoxidových pryskyřic

Epoxidové pryskyřice se esterifikují vyššími mastnými kyselinami v uzavřených esterifikačních reaktorech z nerezavějící oceli. Esterifikace lze provádět buď v tavenině za současného uvádění inertního plynu, nebo rozpouštědlovým způsobem v přítomnosti xylenu.

Doba esterifikace je závislá na délce esteru, tj. na množství použitých mastných kyselin, na teplotě a katalyzátorech.

Vlastnosti a použití esterů epoxidových pryskyřic

Estery epoxidových pryskyřic mají z lakařského hlediska ve všech směrech výborné vlastnosti. Kromě rychlého zasychání a dobrého protvrzení lze u esterů schnoucích na vzduchu pozorovat dobré mechanické vlastnosti i chemickou odolnost. Přilnavost epoxidových esterů na kovy, papír a mnoho typů plastických hmot je výtečná. Vzhledem k těmto vlastnostem se epoxidových esterů používá pro základní nátěry praček a chladicích zařízení. Rychle schnoucí estery jsou velmi tvrdé, aniž mají sklon k tvoření trhlin.

3 RFI

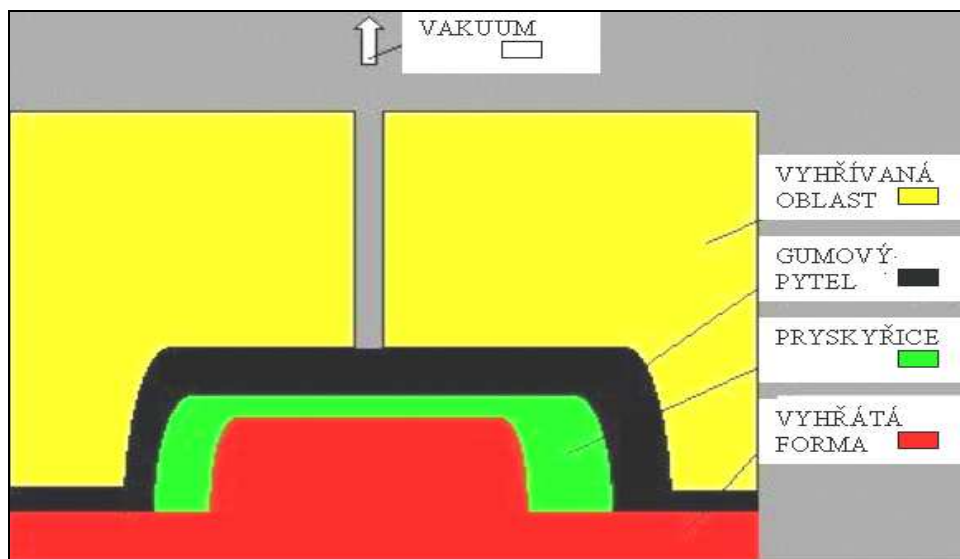
3.1 Nová aplikace epoxidových pryskyřic metodou RFI

Rychlý rozvoj průmyslu žádá stále nové a složitější tvary. V mnoha případech už dosud používané materiály (hliník, železo) nestačí na aplikace typu eliptického paraboloidu. Výsledkem je používání nových materiálů – polymerů, pryskyřic, a také nových technologií. Největší využití bylo nalezeno v leteckém průmyslu.

Tato příčina s sebou přináší nutnost zavedení nové technologie tak, aby bylo možné vyrobit i velmi složité součásti s dobrými materiálovými vlastnosti a dostupnou cenou. Jednou z možností je použití technologie RFI. Její postup je následující (Obr. 7).

Nejprve je třeba vytemperovat formu. Forma má tvar budoucího výrobku, např. tvar části křídla letadla. Na vyhřátou formu se vloží tlustá folie pryskyřice (prepreg). V následujícím kroku se odsává vzduch tak, aby se vakuová plachetka v podobě gumového pytle přisála na pryskyřici. Po určitý čas a po určitou teplotu nastává vyhřívání a formování pryskyřice. V průběhu této doby je pryskyřice vytvrzována.

Největší výhodou je úspora financí za negativní druhou polovinu velmi drahé formy. Z tohoto důvodu je metoda RFI jednou z nejrychleji se rozvíjejících v oblasti technologie pryskyřic. [11]



Obr. 7. Výroba pryskyřičné formy metodou RFI



Obr. 8. Část křídla letadla vyrobeného metodou RFI

3.2 Užití modernizované technologie RFI

Vakuové licí techniky se stávají stále více populárnějšími, a to zejména u materiálů pro vesmírný, vojenský, lodní a automobilový průmysl (Obr. 9).



Obr. 9. Sklolaminátový spoiler pro Škodu pick-up vyrobený metodou RFI

3.2.1 Pracovní postup metodou RFI

Při procesech podtlakového lití se podtlak používá jako řídicí síla, potřebná k naplnění mokrých výztuží tekutou pryskyřicí. V dnešní době existují různé druhy postupů a některé

z nich byly patentovány – například SCRIMP (pryskyřičné kompozity lité lisovací metodou).

Většinou se užívá tato varianta: suchá výztuž se uloží do formy a poté je přikryta podtlakovým pytle. Podtlakové zařízení je použito k podélnému tažení pryskyřice ze zásobníků do podtlakového pytle.

Cílem procesu podtlakového lití je dopravit pryskyřici na konečné místo co možná nejrychleji a vytvořit součástku s malou pórovitostí. Čas potřebný k naplnění součástky pryskyřicí je závislý na těchto faktorech:

- hustota pryskyřice,
- propustnost výztuže,
- rozdíl působícího tlaku,
- index toku pryskyřice.

Díky několika metodám můžeme provést zrychlení toku pryskyřice:

- nosná vrstva (prostřední vrstva) je umístěna mezi vrchní vrstvou výztuže a podtlakovým pytle,
- mezilaminární vrstva je umístěna mezi vrstvami výztuže.

Mezilaminární vrstva je propustná, proto umožňuje dobré protékání pryskyřice. Rozmístění pryskyřice po rovinné vrstvě je velmi rychlé. Poté začíná poměrně časově náročné proudění přes výztuž, které začíná v celé složce přibližně ve stejnou dobu.

Od té doby, kdy metoda RFI používá jen jednu stranu přístroje a druhou stranu tvoří polymerní pružný pytel, stala se vyhledávanější než metoda RTM. [12]

Metoda RTM je charakteristická vstřikováním. Patří ke strojním technologiím, které jsou určeny pro složité a přesné výrobky ve větších sériích. Tato technologie se provádí v uzavřených vyztužených formách za použití směšovacího a plnicího zařízení, přičemž je nutné použít speciální typ sklovýztuže. [13]

Stejně je tomu i u výroby metodou RTM, závisí přesná předpověď pryskyřičného prosakování vláknem na znalostech propustnosti vláknitého materiálu.

Jedním z nejdůležitějších hodnotících parametrů pro tok metodou RFI je propustnost. Ta popisuje postup při napouštění vlákna, kontroluje námok celého vlákna a v konečném důsledku zajišťuje vysokou kvalitu výroby.

V současnosti se několika vědcům daří provádět experimenty, které mají charakterizovat vláknité předlisky a najít vyjádření propustnosti jako funkci seřazení vlákna, obsahu vlákna ve frakci a průměru. Nejběžnější metoda měření propustnosti má základ v snímací technice toku. Experimenty jsou většinou prováděny vstříknutím Newtonovské kapaliny (silikonový olej, kukuřičný sirup) o známé viskozitě do tenké formy, ve které jsou na různých místech umístěny tlakové spínače. V průběhu doby, při které probíhá lisování náplně, kamera snímá průtok jako funkci času a tlaku. Nejvíce rozšířeny jsou dva druhy průtokových testů: jednoobjemový (rozměrový) a dvouobjemový. Abychom zaručili dobrou propustnost, musíme dodržovat jeden směr a tenzor propustnosti v rovině.

Novou a nadějnou metodou je měření propustnosti senzorem z optického vlákna, který umožňuje identifikovat tokové vlastnosti během samotné výroby. Senzor optického vlákna vložený do uhlíkového vlákna může poskytovat experimentální toková data z různých míst.

3.2.2 Výhody

V posledních letech si proces RFI získal velkou popularitu při výrobě smíšených polymerních materiálů pro vesmírný, automobilový a vojenský průmysl. RFI považujeme za alternativní a cenově výhodný technologický proces.

Náklady, které se používají na tento postup jsou poměrně nízké. Proto můžeme použít kvalitní podtlakový pytel a formy. Časový cyklus je poměrně dlouhý, ale může být urychlen již výše zmíněnými metodami.

Další výhodou je čistota pracoviště. Jedná se o uzavřený proces, proto nevznikají v okolí žádné styrenové emise.

3.2.3 Využití

Technicky může být proces využit pro výrobu součástí jakýchkoli velikostí ale prakticky to není vhodné řešení. Tahle technologie není příliš vhodná pro malé výrobky se složitými tvary nebo pro výrobky, kde se vyžaduje nízká hustota a vysoká pevnost.

Tenhle proces se nejvíce hodí pro velké výrobky zhotovované v malých výrobních sériích, jako např.:

- velké díly pro výrobu prostředků hromadné dopravy (*Obr. 10*),
- lodní trupy a paluby,
- lopatky větrných turbín.

V procesu jsou užity hlavně materiály, které mají vrstvenou strukturu. [12], [14]



Obr. 10. Vnější bok City Busu vyroben metodou RFI

4 SHRNU TÍ LITERÁRNÍ ČÁSTI A CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

V teoretické části byly shrnuty základní poznatky o přípravě a vlastnostech epoxidových pryskyřic (EP). Byly popsány způsoby jejich přípravy, jejich chemické složení a materiálové vlastnosti. Pozornost byla také věnována samotným aplikacím epoxidových pryskyřic.

Velmi důležitou pasáž teoretické části diplomové práce tvoří také seznámení se s novou výrobní technologií podtlakového lisování epoxidových pryskyřic označovanou anglickou zkratkou RFI.

Cílem této diplomové práce je nalezení optimálních parametrů vytvrzování u epoxidové pryskyřice LFX 033 na základě vyhodnocení fyzikálních vlastností po vytvrzení. A dále pak porovnání těchto vlastností s druhým vzorkem epoxidové pryskyřice LFX 023, jejíž hodnoty byly předem známy.

K získání výsledků bude použit centrálně složený rotační experiment s dvěma nezávisle proměnnými – teplotou a časem. Po vytvrzení bude dosažen jistý stupeň konverze, kterému budou odpovídat určité fyzikální vlastnosti jako jsou: teplota skelného přechodu, rázová houževnatost, pevnost v ohybu a modul pružnosti v ohybu.

Cíle diplomové práce se dají shrnout do 4 bodů:

- sestavení centrálně složeného rotačního experimentu pro LFX 033
- na základě naměřených vzorků vyrobit 3D graf pro LFX 023 a LFX 033
- porovnání dvou vzorků LFX 023 a LFX 033
- kritické vyhodnocení

II. PRAKTICKÁ ČÁST

5 PŘÍPRAVA VZORKŮ A JEJICH HODNOCENÍ

5.1 Příprava zkušebních těles

5.1.1 Použitý materiál

Pro pokus byla použita epoxidová pryskyřice Letoxit® LFX 033, která byla připravena z bisfenolu A s epichlorhydrinem. Jako tvrdidlo bylo použito terciálního aminu.

Letoxit® LFX 023 vyrábí firma 5M, s. r. o., která má sídlo v Boršicích.

Byla připravena sada devíti zkušebních výlisků ve tvaru desek, která byla lisována za různých časů t a teplot T . Tyto proměnné veličiny byly zjištěny použitím centrálně složeného rotačního experimentu.

5.1.2 Použité přístroje

Pneumatický lis VUGPT

Pro lisování desek z epoxidových pryskyřic byl použit pneumatický lis VUGPT. Toto zařízení je složeno ze dvou desek, které byly vyhřány na určitou teplotu. Teplotu bylo možno vyvinout od 50°C – 200°C. Velkou výhodou tohoto typu lisování bylo užití pneumatického systému, díky kterému, bylo možno udržet požadovaný tlak.

Pneumatický lis má dvě hlavní části:

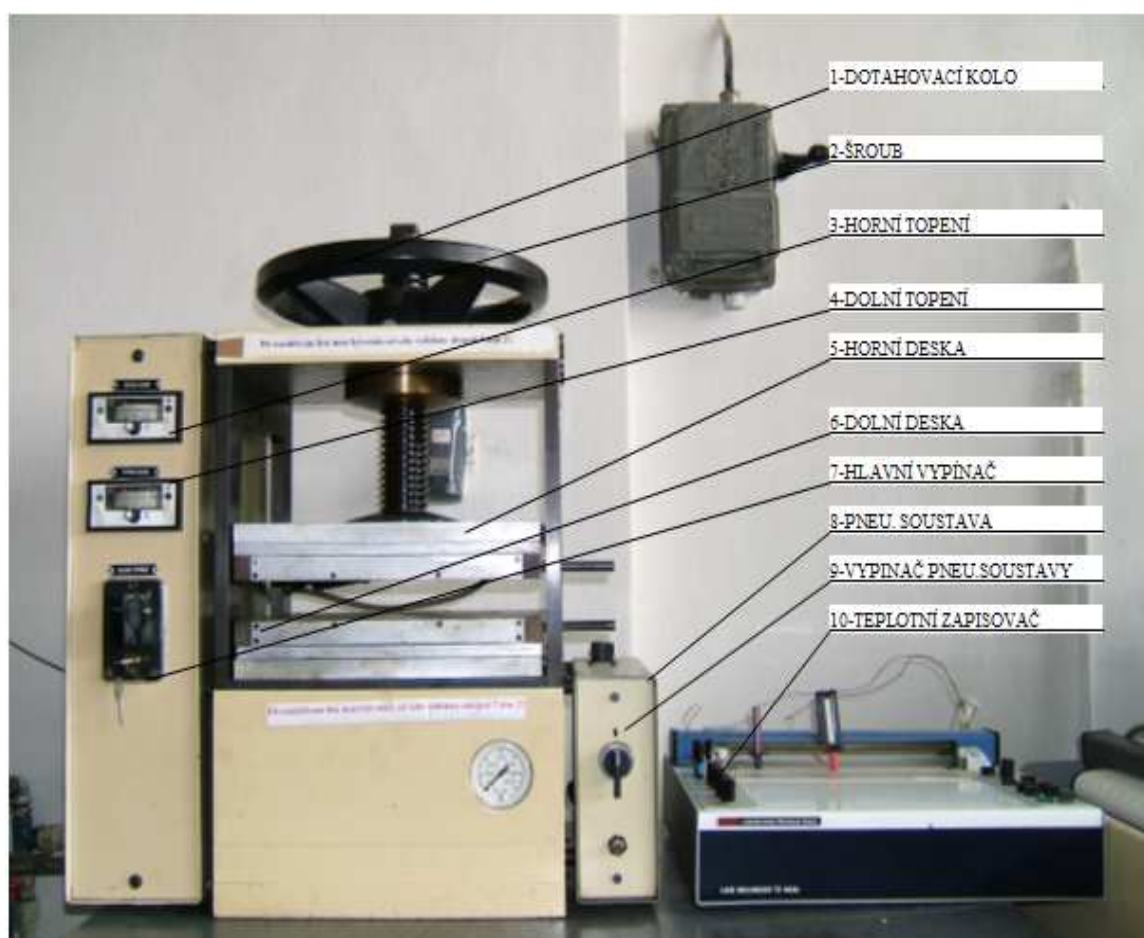
- lisovací komoru
- pneumatickou soustavu

Pneumatický lis (*Obr. 11*), se skládá z těchto částí:

- 1 dotahovací kolo
- 2 šroub
- 3 horní topení
- 4 dolní topení
- 5 horní deska
- 6 dolní deska

- 7 hlavní vypínač
- 8 pneumatická soustava
- 9 spínač pneumatické soustavy
- 10 teplotní zapisovač

Lisovaný materiál byl uložen do formy, která je umístěna na dolní desce. Po vložení materiálu byly lisovací desky uzavřeny a listování započalo. Během lisování byla teplota desky kontrolována a teplota materiálu zapisována na záznamové jednotce.

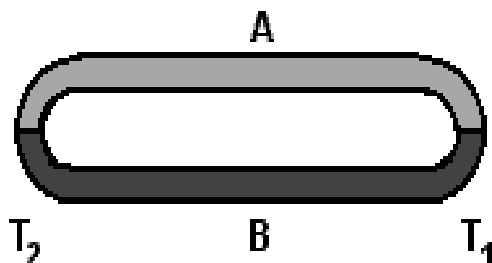


Obr. 11. Pneumatický lis VUGPT

Termoelektrický snímač teploty

Termoelektrické snímače teploty se řadí mezi kontaktní snímače používané k dálkovému měření teploty a jejich čidlo (termoelektrický článek) převádí teplotní změnu prostředí na změnu elektrického napětí. Využívá se přitom principu jednoduchého obvodu tvořeného dvěma vodiči z různých kovů (Obr. 12), kdy elektrický proud prochází v případě, pokud

byly oba jejich spoje A a B umístěny v prostředí se dvěma různými teplotami T_1 a T_2 . Obvod byl v určitém místě přerušen umístěním vhodného měřicího přístroje, kde byl naměřen malý rozdíl elektrických potenciálů, který byl funkcí rozdílu teplot $T_2 - T_1$. Tento rozdíl potenciálů je nazýván termoelektrické napětí. [15]



Obr. 12. Termoelektrický článek

Termoelektrické napětí vznikalo, jestliže byly navzájem spojeny vodiče ze dvou různých kovů. Z hlediska měření bylo však potřebné, aby generované termoelektrické napětí bylo co největší a aby oba kovy byly co nejodolnější proti vlivům okolního prostředí, tak aby se jejich vlastnosti co nejméně měnily v průběhu času.

V současné době se doporučuje používat termočlánky podle normy ČSN IEC 584-1. V České republice se nejčastěji používají termočlánky z obecných kovů "J" a "K".

Pro měření teploty při procesu lisování byl vybrán termočlánekový snímač typu J, který je vyráběn svařením termočlánekových vodičů v elektrickém výboji. Měřicí konec měl po svaření tvar kuličky o průměru 0,5 až 1mm.

Tyto termočlánky se vyznačují velmi rychlou odezvou na měřenou teplotu (jednotky sekund) a umožňují i měření teploty okolního vzduchu. Pro vyhodnocení měřené teploty bylo využito běžného liniového zapisovače.

Pro nejjednodušší měření teploty prostřednictvím termočláneků bylo využito zapojení se srovnávacím koncem. Termočlánek se pak skládal z měřicího konce, kterým byla měřena teplota a ze srovnávacího konce, který byl umístěn v prostředí s konstantní teplotou.

5.1.3 Centrálně složený rotační experiment pro vytvrzování epoxidů

Nejčastěji používané epoxidové pryskyřice jsou na bázi bisfenolu A (90 %). Jejich výhodou je relativně malé smrštění a dobré mechanické vlastnosti. Nejprve byl připraven

předpolymer a poté následovala síťovací reakce na reaktivních koncových skupinách a reaktivních $-OH$ skupinách. Předpolymer byl zesíťován pomocí terciárních aminů sloužících jako síťovací činidlo. Vytvrzování aminy probíhalo za zvýšené teploty po určitou dobu. Úkolem bylo nalézt optimální technologické parametry. Tyto optimální technologické parametry bylo možno nalézt pomocí vlastností koncového produktu – mechanických vlastností tj. ohybového modulu, ohybového napětí a rázové houževnatosti. To, kolik procent výsledného produktu bylo zesíťováno, určovalo stupeň konverze. Z toho plyne, že stupeň konverze určoval konečné vlastnosti produktu.

Stupeň konverze je dán tímto vztahem:

$$\frac{d\alpha}{dt} = k \cdot f(\alpha) \quad (3)$$

kde: k – frekvenční faktor. Je dán tímto vztahem:

$$k = k_o \exp\left(\frac{-E}{RT}\right) \quad (4)$$

kde: E – aktivační energie

R – univerzální plynová konstanta

T – teplota vytvrzování

Na základě uvedených faktů bylo zřejmé, že výsledky ovlivňoval čas a teplota vytvrzování tj. proces byl víceparametrový.

Pro vyhodnocení víceparametrového modelu bylo optimální použití centrálně složeného rotačního experimentu, který lze použít pro stanovení optimálních parametrů vytvrzování epoxidových pryskyřic vyhodnocením mechanických vlastností po vytvrzení. Tento experiment má široké uplatnění v nejrůznějších oblastech výzkumu. Jeho výhodou je úspora v počtu pokusů nutných pro zjištění vlivu jednotlivých faktorů.

Pro vyhodnocení byla převedena Arrheniova rovnice do bezrozměrného tvaru autoanalytickým modelem:

$$\frac{d\alpha}{dt} = (1 - \alpha)^n \cdot \alpha^m \quad (5)$$

kde: n a m – koeficienty

Zlogaritmováním bezrozměrného tvaru rovnice byl získán vztah:

$$\ln\left(\frac{d\alpha}{dt}\right) = \ln(f(\alpha) - E / RT) \quad (6)$$

Touto poslední úpravou byl postaven teoretický základ stavby centrálně složeného rotačního experimentu.[11]

Základem úspěšného provedení centrálně složeného rotačního experimentu bylo správné určení středu pokusu, ze kterého se vycházelo. Kolem takto zvoleného bodu se určily ostatními pokusy zbylé body, které byly symetricky rozloženy kolem něho. Nejvyšší bod a nejnižší bod odpovídaly maximálním a minimálním hodnotám procesních parametrů centrálně složeného rotačního experimentu.

Výsledkem byla plocha, která odpovídala rovnici:

$$y = \beta_0 + \beta_1 \cdot x_1 + \beta_2 \cdot x_2 + \beta_{11} \cdot x_1^2 + \beta_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 + e_j \quad (7)$$

Získané regresní koeficienty byly vypočítány metodou nejmenších čtverců. [16]

Pro sestavení centrálně složeného rotačního experimentu bylo třeba určit střed pokusu. Kolem takto zvoleného bodu byly určeny zbylé body. Provedeno bylo celkem devět pokusů, z toho jeden ve středu experimentu. Nejvyšší bod (+1,414) a nejnižší bod (-1,414) odpovídají maximálním a minimálním hodnotám procesních parametrů centrálně složeného rotačního experimentu. Body parametrů byly rovnoměrně symetricky rozloženy kolem středu.

Nejprve byl určen střed $t = 50$ min, $T = 110$ °C. Poté byly hodnoty i s předpokládaným krokem převedeny do logaritmických souřadnic a určen logaritmický dělicí krok. Tím byla sestavena tabulka v bezrozměrných souřadnicích (Tab. 1).

Tab. 1. Rozpis centrálně složeného rotačního experimentu pro vytvrzování epoxidů

Číslo pokusu	x_0	x_1	x_2	t (min)	T (°C)
1	+1	-1	-1	25	90
2	+1	+1	-1	100	90
3	+1	-1	+1	25	130
4	+1	+1	+1	100	130
5	+1	-1,414	0	18,75	110
6	+1	+1,414	0	133	110
7	+1	0	-1,414	50	82
8	+1	0	+1,414	50	140
9	+1	0	0	50	110

5.1.4 Pracovní postup

Lisováním se rozumí způsob tváření materiálu ve formě účinkem tlaku a zvýšené teploty. Vylisovaný tvar se fixuje chemickou nebo fyzikální změnou, která musí proběhnout ve tvářeném materiálu.

Proces lisování byl proveden pomocí dvou ocelových desek, které se nejdříve potřely separátorem Relis 79. Tento separátor, který po zavadnutí vytvořil průhledný film, byl vždy nanášen ve dvou vrstvách. Mezi dvě železné desky byl umístěn rámeček o rozměru 250x250x4 mm. Samotný proces byl prováděn na pneumatickém lisu VUGPT, který byl před lisováním vyhřát na požadovanou teplotu. Horní i dolní etáž lisu byly zahřáté na stejnou teplotu.

V průběhu temperace lisu byla určena hmotnost materiálu na předvážkách. Materiál měl tvar pevného žlutého koláče a formu předpolymeru, který bylo nutno vytvrdit. Nejdříve bylo umístěno na dolní železnou desku a rámeček formy předem navážené množství předpolymeru. Do tohoto materiálu byl umístěn termočlánek, který zaznamenával na teplotním zapisovači změnu teploty. Poté byla horní železnou deskou forma uzavřena.

Desky byly společně s formou vloženy do pneumatického lisu tak, aby střed formy byl pod utahovacím šroubem lisu, a aby tlak byl po celé formě stejný.

Při pomalém uzavírání hlavních etází lisu bylo třeba umístit druhý termočlánek, který zaznamenával teplotu mezi deskami. Nastal přehřev a materiál, který se začal tavit, zaujal tvar daný formou. Po přehřevu byl lis utáhnut, aby se materiál dostal rovnoměrně do celé části formy. Doba vytvrzování byla měřena od doby, kdy se teploty na zapisovači setkaly a začaly tvořit jednu teplotní přímku. Po uplynutí stanovené doby byla forma z lisu vyjmuta a poté nastalo chlazení. Po ochlazení byl vzorek ve tvaru desky vyjmut z formy a odstraněny přetoky (*Obr. 13*).

Celkem byla připravena sada 9 vylisovaných desek se stejnými rozměry a různými zpracovatelskými podmínkami při vytvrzování (*Tab. 2*).

Tab. 2. Pořadí, doby a teploty při vytvrzování výlisků

Číslo výlisku	Doba lisování t [min]	Teplota při lisování T [°C]
1	25	90
2	100	90
3	25	130
4	100	130
5	18,75	110
6	133	110
7	50	82
8	50	140
9	50	110



Obr. 13. Výlisek ve tvaru desky

5.1.5 Výroba zkušebních těles

K hodnocení optimálních vlastností epoxidových pryskyřic byla připravena zkušební tělesa v souladu s normami ČSN EN ISO 178 a ČSN EN ISO 179.

V souladu s normou ČSN EN ISO 178 o stanovení ohybových vlastností bylo odebráno z každého výlisku 5 zkušebních vzorků.

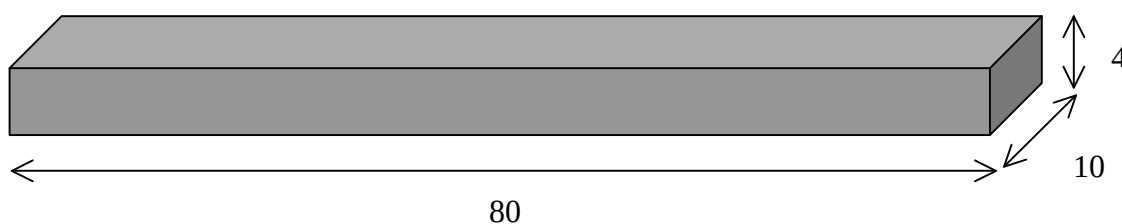
Pro vyhodnocení mechanických vlastností zkouškou rázové houževnatosti metodou Charpy podle normy ČSN EN ISO 179 bylo odebráno z každého výlisku 10 zkušebních vzorků.

Rozměry zkušebního tělesa byly u obou těchto norem totožné a jsou uvedeny v mm:

délka, l : 80 ± 2

šířka, b : $10,0 \pm 0,2$

tloušťka, h : $4,0 \pm 0,2$



Obr. 14. Tvar zkušebního tělesa

Zkušební tělesa byla obráběna z desek v souladu s ČSN EN ISO 2818. Zkušební vzorky nesměly být zkroucené a musely mít protější plochy vzájemně rovnoběžné a sousední plochy vzájemně kolmé. Okraje a hrany musely být bez rýh, důlků, vyštípnutí, zbytků třísek, propadlin a přetoků.

Shoda zkušebních těles s těmito požadavky musela být kontrolována vizuálně pomocí pravítka, úhelníku, rovinné desky a mikrometru.

U žádného zkušebního tělesa se tloušťka ve střední třetině jeho délky nesměla odchylovat od střední hodnoty více než o 2 %. Průřez zkušebního tělesa musel být pravoúhlý, bez zaoblených hran.

Výsledky na zkušebních tělesech, které se zlomily mimo střední třetinu rozpětí podpěr, se nesměly brát v úvahu a bylo nutné místo nich zkoušet nová zkušební tělesa.

Po splnění těchto podmínek, bylo možno začít ve vyhodnocování mechanických vlastností zadaného materiálu v závislosti na podmínkách lisování. [17]

5.2 Hodnocení mechanických vlastností

Pro stanovení optimálních parametrů vytvrzování epoxidových pryskyřic vyhodnocením mechanických vlastností po vytvrzení byla zvolena ohybová zkouška podle normy ČSN EN ISO 178 a zkouška rázové houževnatosti metodou Charpy podle normy ČSN EN ISO 179.

5.2.1 Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy

Definice houževnatosti

Houževnatost je soubor vlastností, které vyjadřují schopnost materiálu přestát příliv mechanické energie zvenčí a bránit šíření trhliny. Houževnatost se chápe jako vlastnost protikladná ke křehkosti, tedy jako schopnost materiálu odolávat křehkému lomu. Z toho vyplývá souvislost mezi houževnatostí a velikostí nárazu, neboli množstvím mechanické energie, kterou materiál absorbuje, než se poruší. energii potřebnou k přeražení zkušebního tělesa při rychlé zkoušce přímo stanoví rázové kladivo. [19]

Rázová zkouška

Rázová zkouška pomocí Charpyho kladiva je metoda, u které je zkušební těleso namáháno tříbodovým ohybem. Zkušební těleso umístěné vodorovně na podpěrách bylo přeraženo úderem rázového kladiva, přičemž směr nárazu byl veden středem vzdálenosti mezi podpěrami [20]

Unášený ukazatel na stupnici přístroje udával výšku, kam kyvadlo dokmitlo jednak volně, jednak po přeražení tělesa, takže energii spotřebovanou na porušení tělesa bylo možno snadno spočítat. Výsledek se udává jako energie vtažená na průřez zkušebního tělesa.

Energie spotřebovaná na přeražení zkušebního tělesa rázovým kladivem sestávala z několika příspěvků. Kromě energie potřebné k vytvoření nové lomové plochy se mohla značná část energie kladiva rozptýlit viskoelastickými nebo plastickými disipačními procesy v určitém objemu zkušebního tělesa obklopujícím lomovou plochu. Další část energie se změnila na kinetickou energii odletujících fragmentů a akustickou emisi nebo se pohltila ve zkušebním zařízení.

Při zkoušce se nespotřebovává všechna energie jen na deformaci zkušebního tělesa, můžeme ji rozložit na části [21].

$$w = w_i + w_p + w_z + w_k + w_h \quad (8)$$

kde: w – práce celková v kJ

w_i – práce spotřebovaná na iniciaci trhliny

w_p – práce spotřebovaná na propagaci trhliny

w_z – práce spotřebovaná na odmrštění přeražených částí tělesa

w_k – ztráty třením v ložiskách, ve vzduchu a vibracemi

w_h – zbývající energie, která vynese kyvadlo do určité výšky

Rázová houževnatost metodou Charpy

Rázová houževnatost Charpy zkušebních těles bez vrubu a_{cU} [kJ.m⁻²] se vypočte podle následující rovnice:

$$a_{cU} = \frac{W}{h \cdot b} \cdot 10^3 \quad (9)$$

kde: W – deformační energie spotřebovaná k přeražení tělesa v J

b – šířka střední části tělesa v mm

h – tloušťka střední části tělesa v mm

Pro studium rázové houževnatosti bylo použito 10 zkušebních vzorků pro každý z 9 výlisků.

Rozpětí mezi podpěrami bylo $L = 62$ mm.

Bylo použito kyvadlo o délce $l = 225$ mm, hmotnosti $m = 1,17$ kg, rázové energii $E = 5$ J a nárazové rychlosti $v_o = 2,93$ m/s.

Zkušební teplota byla nastavena na $T = 20$ °C a měřená doba na $t = 10$ ms.



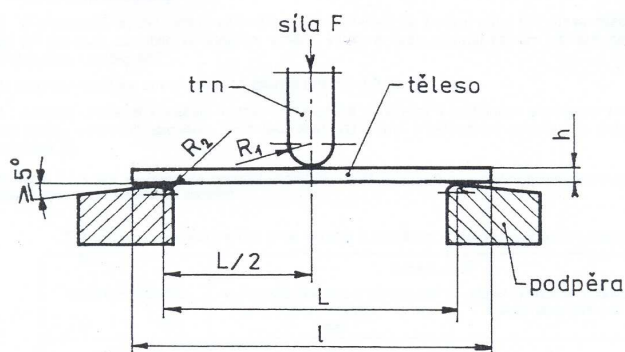
Obr. 15. Charpyho kladivo firmy Zwick Roell

5.2.2 Stanovení ohybových vlastností

Ohybová zkouška

Ohybová zkouška charakterizuje polymery z hlediska praktického využití. Podle chování během ohybové zkoušky lze polymery rozdělit na křehké (lámavé) a houževnaté. Křehké materiály při určitém napětí praskají, zatímco houževnaté materiály se při zkoušce deformují, až vyklouznou z podpěr trhacího stroje. Ohybová zkouška umožňuje stanovit modul pružnosti v ohybu E_f . [17]

Zkušební těleso, podepřené uprostřed jako nosník, bylo konstantní rychlostí prohýbáno trnem působícím uprostřed rozpětí podpěr tak dlouho, dokud se zkušební těleso nezlomilo nebo dokud deformace nedosáhla předem stanovené hodnoty. V průběhu tohoto postupu byla měřena síla působící na zkušební těleso.



Obr. 16. Poloha zkušebního tělesa na začátku zkoušky

Deformace ohybem

Deformace ohybem vyjadřuje jmenovitou poměrnou změnu délky elementu vnějšího povrchu zkušebního tělesa uprostřed rozpětí podpěr. Vyjadřuje se jako bezrozměrný poměr nebo v %.

Při ohybu je napětí rozloženo tak, že v horních vrstvách je napětí tahové, směrem k neutrální ose se zmenšuje a přes nulové napětí se mění v dolní polovině průřezu na tlakové. Neutrální vrstva je uprostřed průřezu a maximální napětí na povrchových nejvzdálenějších vrstvách.

Vlastní uspořádání zkoušky bylo zvoleno následovně. Zkušební vzorek byl umístěn na dvou podpěrách a uprostřed zatížen silou. Takové uspořádání se nazývá tříbodový systém.

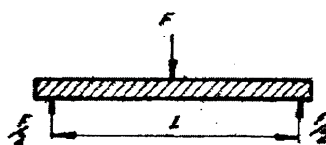
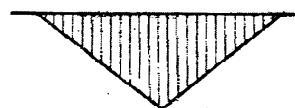


Schéma tříbodového systému ohybové zkoušky



Rozložení průřezového modulu



Rozložení ohybového momentu

Obr. 17. Schéma tříbodového systému ohybové zkoušky, průběh průřezového modulu a ohybového momentu

Deformace ohybem se vypočte z následujících rovnic:

$$\varepsilon_f = \frac{6 \cdot s \cdot h}{L^2} \quad (10)$$

$$\varepsilon_f = \frac{600 \cdot s \cdot h}{L^2} \% \quad (11)$$

kde: s – průhyb v mm

h – tloušťka zkušebního tělesa v mm

L – rozpětí v mm

Modul pružnosti v ohybu

V oblasti elastických deformací platí pro tříbodový systém, že průhyb y je přímo úměrný síle a délce podpěr, nepřímo úměrný modulu pružnosti a momentu setrvačnosti. Hodnotu modulu je možno vypočítat z oblasti namáhání, v níž je lineární závislost průhybu na zatížení.

Modul pružnosti v ohybu E_f [MPa] se vypočítá z rovnice:

$$E_f = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1}} \quad (12)$$

kde: σ_{f1} - napětí v ohybu v MPa měřené při průhybu s_1 , který je vyjádřen vztahem:

$$s_i = \frac{\varepsilon_{fi} \cdot L^2}{6h} \quad (i = 1,2) \quad (13)$$

kde: s_i – je jeden z průhybů v mm

ε_{fi} - odpovídající deformace ohybem

L – rozpětí v mm

h – tloušťka zkušebního tělesa v mm

σ_{f2} - napětí v ohybu v MPa měřené při průhybu s_2

Průhyb nemá obecně překročit hodnotu 4,5 tloušťky zkušebního tělesa, která odpovídá poměrnému prodloužení, resp. stlačení povrchových vláken o 0,5 % za popisovaných podmínek.

Pro studium ohybových vlastností bylo použito 5 zkušebních vzorků pro každý z 9 výlisků.

Pro ohybovou zkoušku bylo použito univerzálního trhacího přístroje Zwick typu 1456 podle normy ČSN EN ISO 178 (*Obr. 18*).



Obr. 18. Trhací stroj ZWICK 1456

Na tomto přístroji lze zkoušet pevnost a tažnost od nití až po geotextilie a textilní lana.

Tento stroj slouží pro nízké a vysoké zatížení s digitální technologií řízení a měření. Dominantním prvkem při práci se zkušební technikou Zwick typu 1456 je řídicí, měřicí a data zpracující softwarové vybavení testXpert®.

Na zkušební stroj byly kladeny značné nároky. Stroj musel umožňovat pevné a stabilní uchycení zkušebních vzorků a zaručit, že se bude deformovat pouze vzorek, a ne rám stroje.

Vzhledem k možnostem přístroje byl zvolen tříbodový systém ohybové zkoušky, kdy je zkušební těleso podepřeno jako nosník dvěma podpěrami a je konstantní rychlostí prohýbáno trnem působícím uprostřed rozpětí podpěr.

Rozpětí mezi podpěrami bylo $L = 64 \text{ mm}$ a bylo nastaveno tak, aby vyhovovalo vztahu v mm:

$$L = (16 \pm 1)h \quad (14)$$

Při měření byly nastaveny tyto počáteční parametry:

- rychlost zkoušky $v_o = 10 \text{ mm/min}$
- poloměr trnu $R_1 = 5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$
- poloměr podpěr $R_2 = 5 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$

6 VÝSLEDKY VZORKU LFX 033

Pro stanovení ohybového modulu pružnosti bylo odebráno vždy 5 vzorků z každého výlisku po vytvrzení a pro zkoušku rázové houževnatosti bylo odejmuto vždy 10 vzorků z každého vytvrzeného výlisku.

V experimentální části byl uveden rozpis rotačního centrálně složeného experimentu, ze kterého byly určeny proměnné veličiny teplota T a čas t potřebné pro jednotlivé série pokusů. Dále zde byl popsán způsob měření rázové houževnatosti, modulu pružnosti v ohybu a pevnosti v ohybu.

Naměřené hodnoty a to rozměry zkušebních těles a rázová houževnatost jsou uvedeny v *Tab. 3 až Tab. 11*. A hodnoty pevnosti v ohybu a modulu pružnosti v ohybu jsou uvedeny v *Tab. 12 až Tab. 20*.

U každé série měření byla vypočítána průměrná hodnota. Při vyhodnocování rázové houževnatosti a modulu pružnosti v ohybu i pevnosti v ohybu byla provedena statistika měření, která determinovala směrodatnou odchylku podle následujícího vzorce:

- směrodatná odchylka v MPa:

$$s_x = \frac{\sqrt{(x_i - \bar{x})^2}}{n - 1} \quad (15)$$

Při vyhodnocování naměřených hodnot bylo zjištěno, že některá čísla jsou statisticky odlehlá. Proto jsou hvězdičkou označeny ty hodnoty, které byly ze statistického vyhodnocování vyloučeny.

6.1 Stanovení rázové houževnatosti

Zkouška byla provedena podle normy ČSN EN ISO 179-2/1/p. Byla měřena rázová energie W spotřebovaná k přeražení zkušebního tělesa. Hodnota této energie je definována jako rozdíl mezi počáteční energií rázového kyvadla a energií kyvadla zbývající po přeražení zkušebního tělesa.

Z rázové energie W byla poté vypočítána rázová houževnatost a_{cU} , jejíž vzorec je popsán ve vztahu (9) a výsledky v *Tab. 3 až Tab. 11*.

Dále byly vyneseny závislosti síly [N] na čase [ms], které jsou znázorněny na *Obr. 19 až Obr. 27*.

Pro každý z 9 výlisků ve tvaru desky bylo použito 10 zkušebních těles, u kterých došlo vždy během zkoušky k úplnému přeražení, kdy bylo tělísko rozděleno na dva nebo více kusů. Lámání probíhalo pomocí kyvadla o rázové energii 5 J a nárazové rychlosti 2,93 m/s.

Pro práci bylo použito Charpyho kladivo se zkušební technikou od firmy Zwick Roell, společně s měřicím a data zpracujícím softwarovým vybavením testXpert®.

Z důvodů snížení náhodných chyb byly vyloučeny nejvýše dvě hodnoty z každé série deseti měření. Tyto hodnoty poté nebyly zahrnuty do statistických výpočtů sledovaných veličin.

Dvě série vzorků označené čísly 1 a 7 byly vlivem velmi nízkých vytvrzovacích teplot a časů stanoveny jako nezpracovatelné (*Tab. 1*). Vzorek číslo 1 byl vytvrzován při teplotě $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ a čase $t = 25\text{ min}$. Vzorek s číslem 7 podléhal vytvrzovací teplotě $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$ a času $t = 50\text{ min}$. Obě tyto série vykazovaly nevyhovující vlastnosti již od počátku výrobního procesu. Vlivem velké křehkosti vzorků nemohl být materiál doporučen pro další použití. Přesto byly zobrazeny pro oba vzorky grafické závislosti na *Obr. 19 a Obr. 25* i naměřené hodnoty *Tab. 3 a Tab. 9*.

Vysvětlivky k tabulkám:

* byly označeny ty hodnoty, které byly ze statistiky vyloučeny.

V následujících tabulkách jsou použity veličiny:

b – šířka (mm)

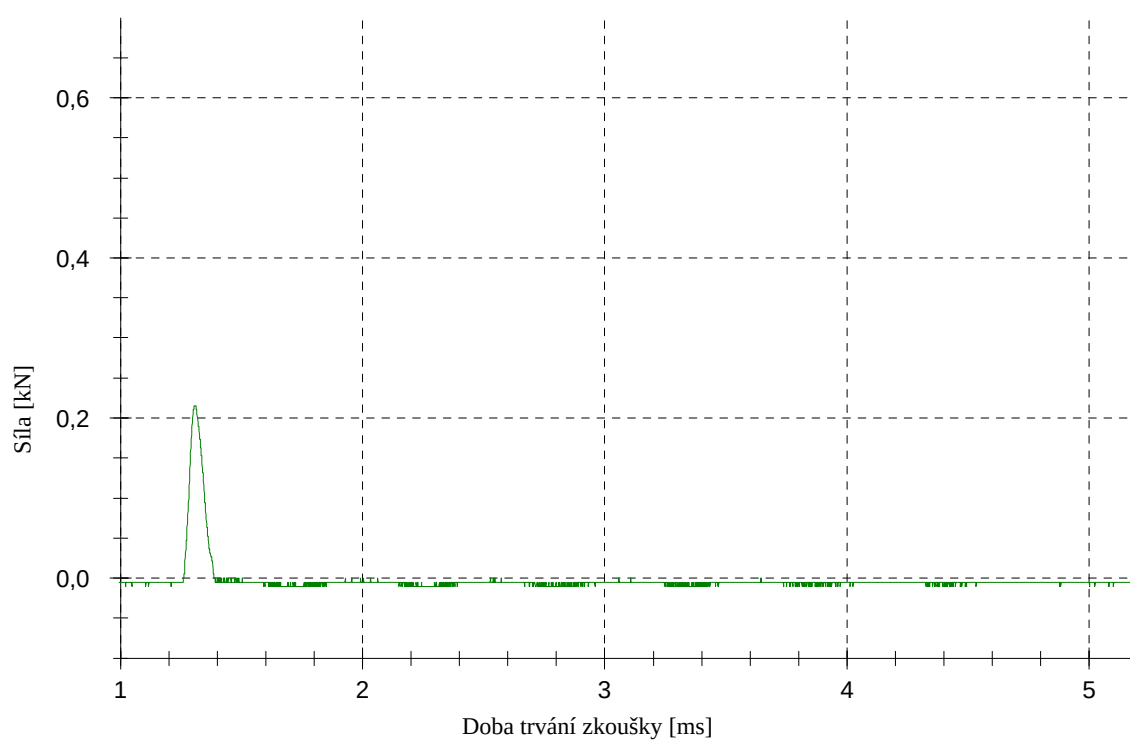
h – tloušťka (mm)

W – absorbovaná energie (J)

a_{cU} – rázová houževnatost (kJ/m^2)

Tab. 3. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

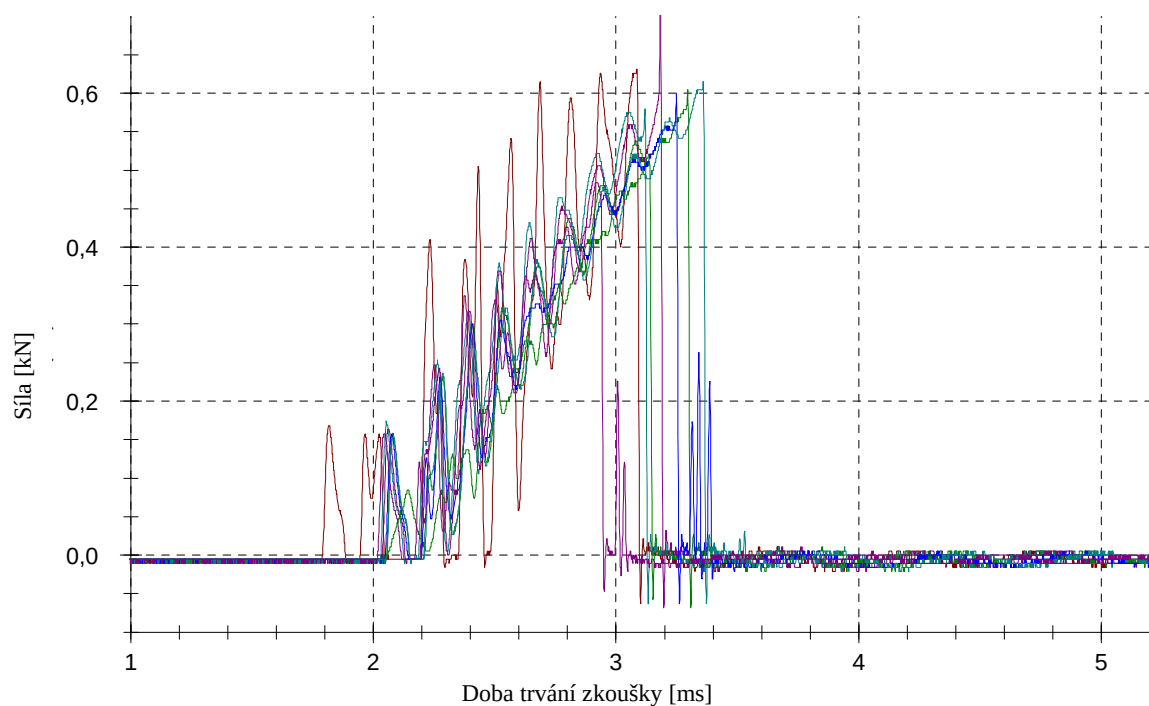
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10.12	4.05	0.05	0.71
$\bar{x}$	10,12	4,05	0,05	0,71
s_x	-	-	-	-



Obr. 19. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

Tab. 4. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

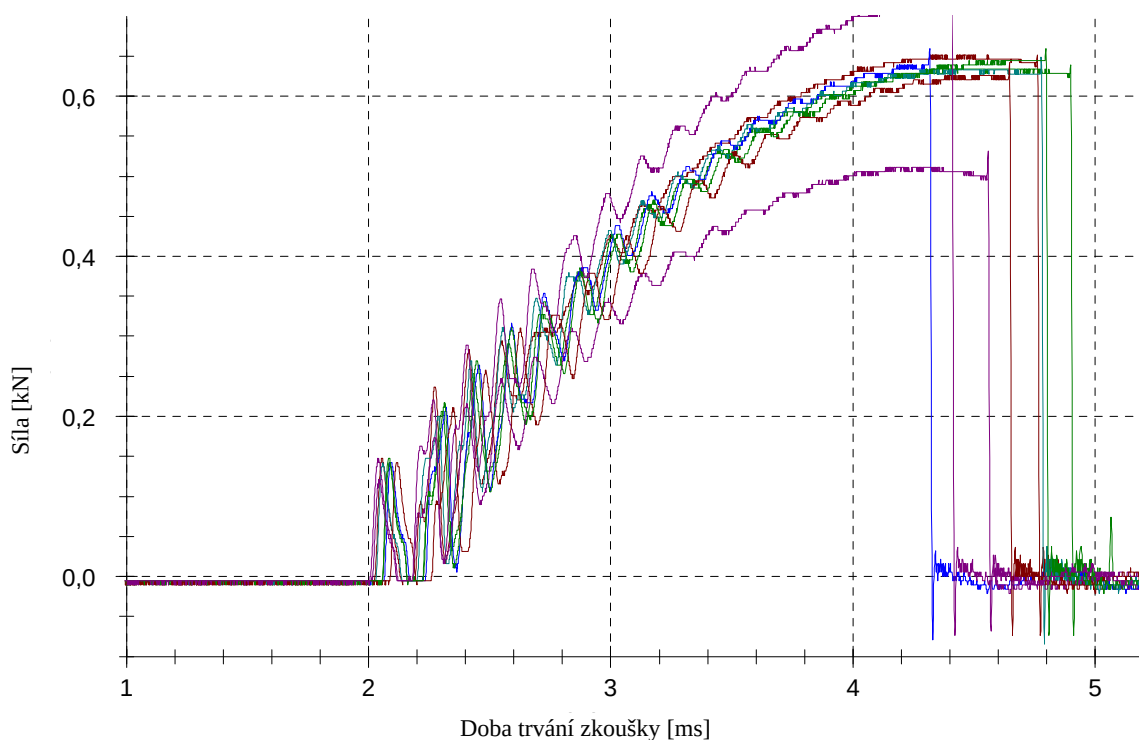
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10.10	4.01	0.89	18.5
2.	10,05	4,01	0,84	23,9
3.	10,11	4,08	1,55	46,9 *
4.	10,09	4,00	0,92	22,9
5.	10,06	4,10	0,96	25,4
6.	10,15	4,11	1,80	53,3 *
7.	9,96	4,03	1,04	23,6
8.	10,12	4,02	1,01	26,8
9.	10,11	3,88	1,12	31,4
10.	10,01	3,99	0,61	16,9
$\bar{x}$	10.08	4.02	0.92	23.7
s_x	0,06	0,07	0,15	4,6



Obr. 20. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T = 100\text{ min}$

Tab. 5. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

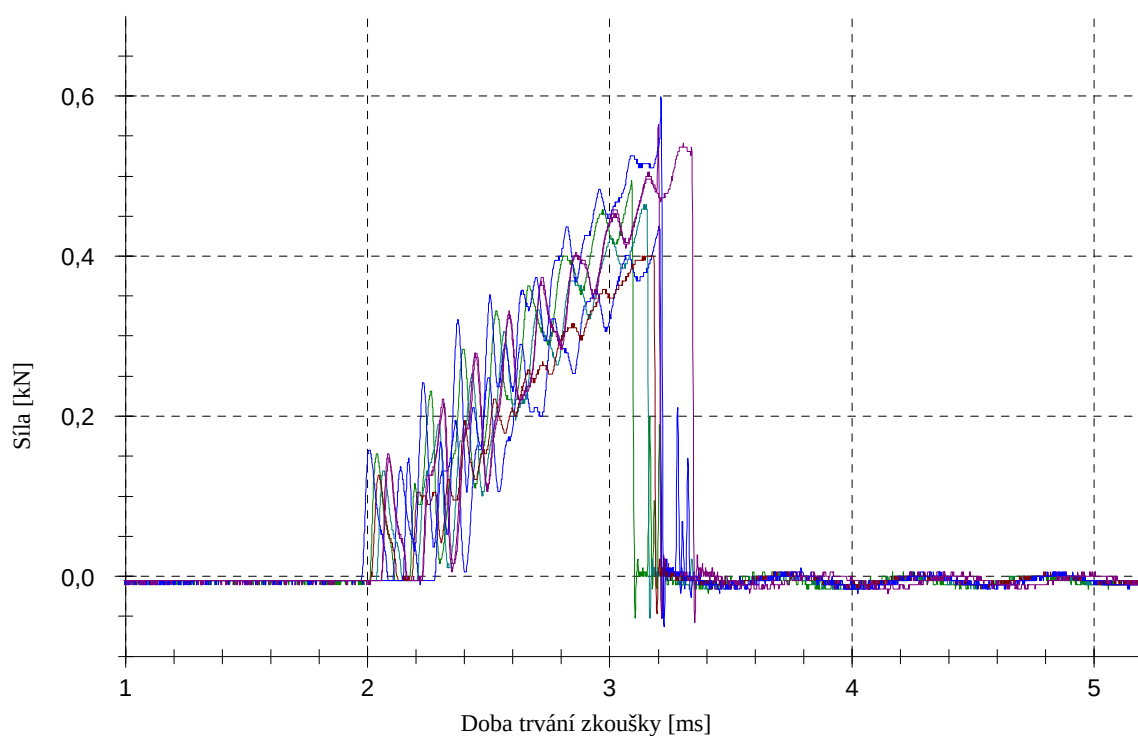
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10,02	4,02	2,92	82,9
2.	10,19	3,87	2,97	92,6
3.	10,10	3,95	2,31	65,6
4.	10,04	4,02	2,86	87,3
5.	10,02	4,03	2,20	80,3
6.	10,13	4,07	2,59	73,8
7.	9,98	4,11	2,87	78,9
8.	10,01	4,08	0,74	19,4 *
9.	10,11	4,01	0,63	16,3 *
10.	10,06	4,00	2,74	72,3
$\bar{x}$	10,07	4,02	2,68	79,2
s_x	0,07	0,07	0,29	8,6



Obr. 21. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

Tab. 6. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

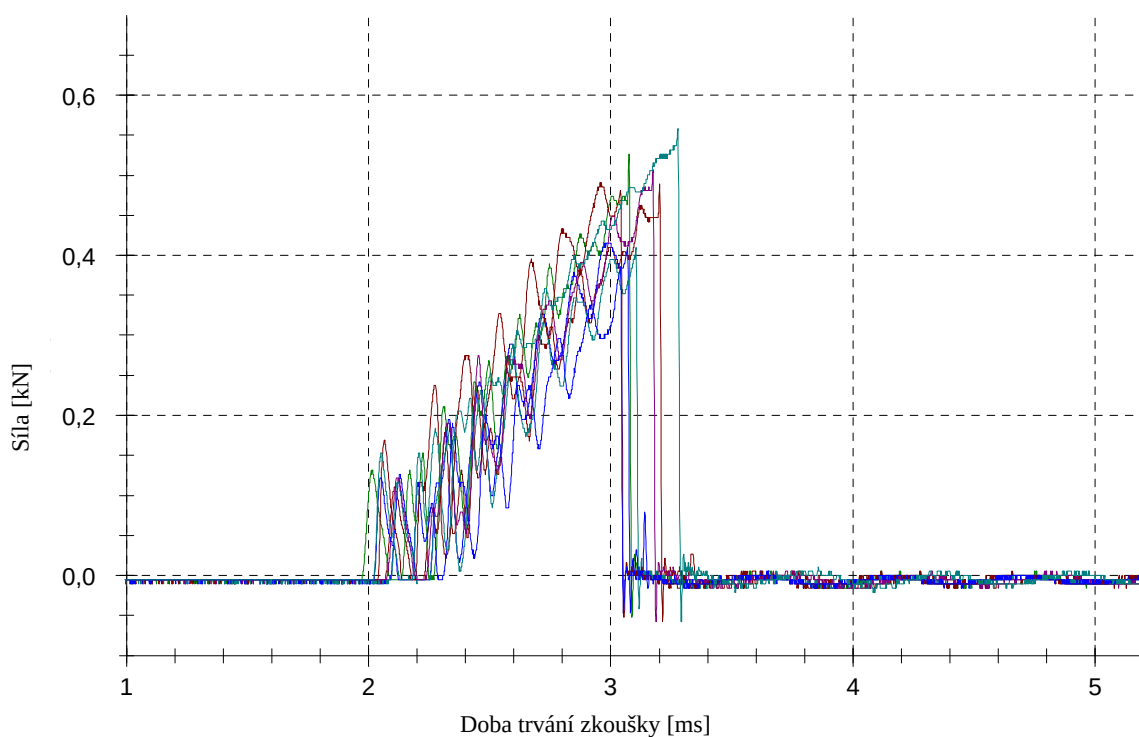
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10.00	4.07	2.37	72.4 *
2.	10,01	4,02	0,77	19,9
3.	10,05	4,01	0,68	19,8
4.	10,11	3,95	0,73	21,3
5.	10,05	3,98	0,84	21,4
6.	10,06	4,05	0,68	23,1
7.	10,02	4,02	1,78	51,5 *
8.	10,00	4,11	0,96	24,9
9.	9,95	4,12	2,96	82,4 *
10.	10,07	4,05	1,01	27,4
$\bar{x}$	10.03	4.04	0.81	22.6
s_x	0,05	0,05	0,12	2,8



Obr. 22. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

Tab. 7. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$

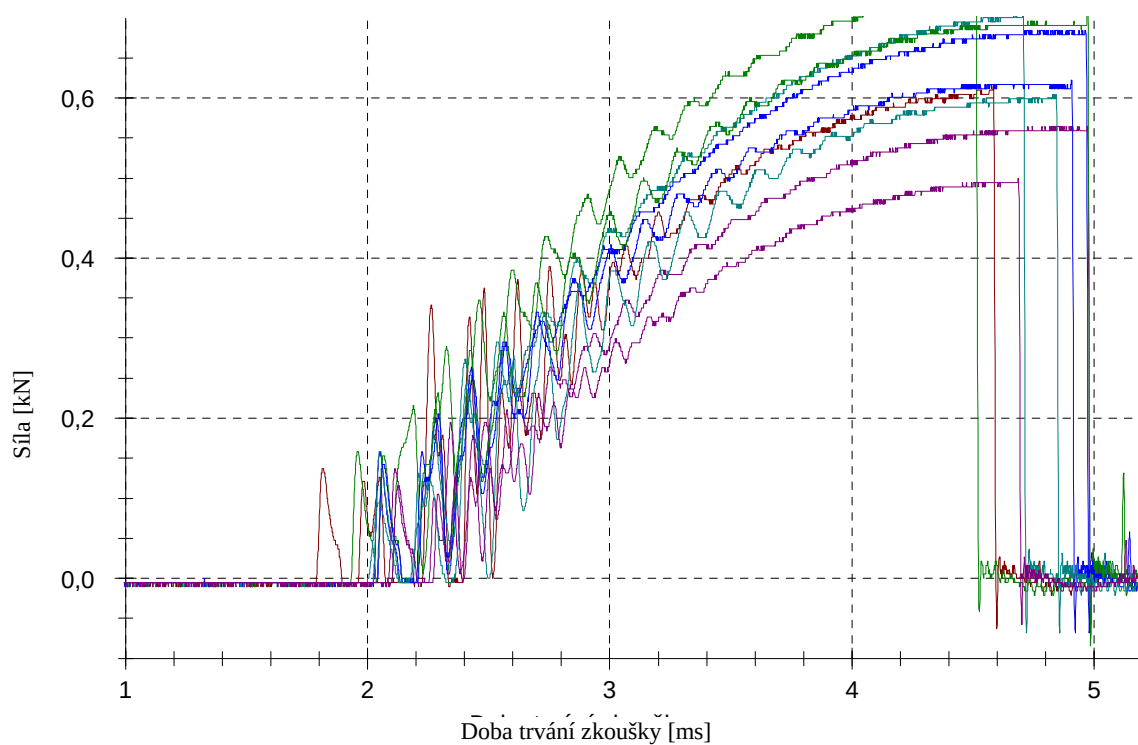
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10,00	3,96	0,74	23,0
2.	10,12	4,03	0,72	18,7
3.	10,11	4,05	0,59	18,6
4.	10,03	3,96	0,58	19,6
5.	10,00	4,08	0,73	21,6
6.	10,00	4,02	0,71	19,6
7.	10,03	4,01	1,01	30,3 *
8.	10,04	4,00	0,48	15,9
9.	10,10	3,98	0,97	28,6
10.	10,07	3,99	1,15	34,6 *
$\bar{x}$	10,05	4,01	0,69	20,7
s_x	0,05	0,04	0,15	3,8



Obr. 23. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 110^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$

Tab. 8. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 110^{\circ}\text{C}$, $t = 133 \text{ min}$

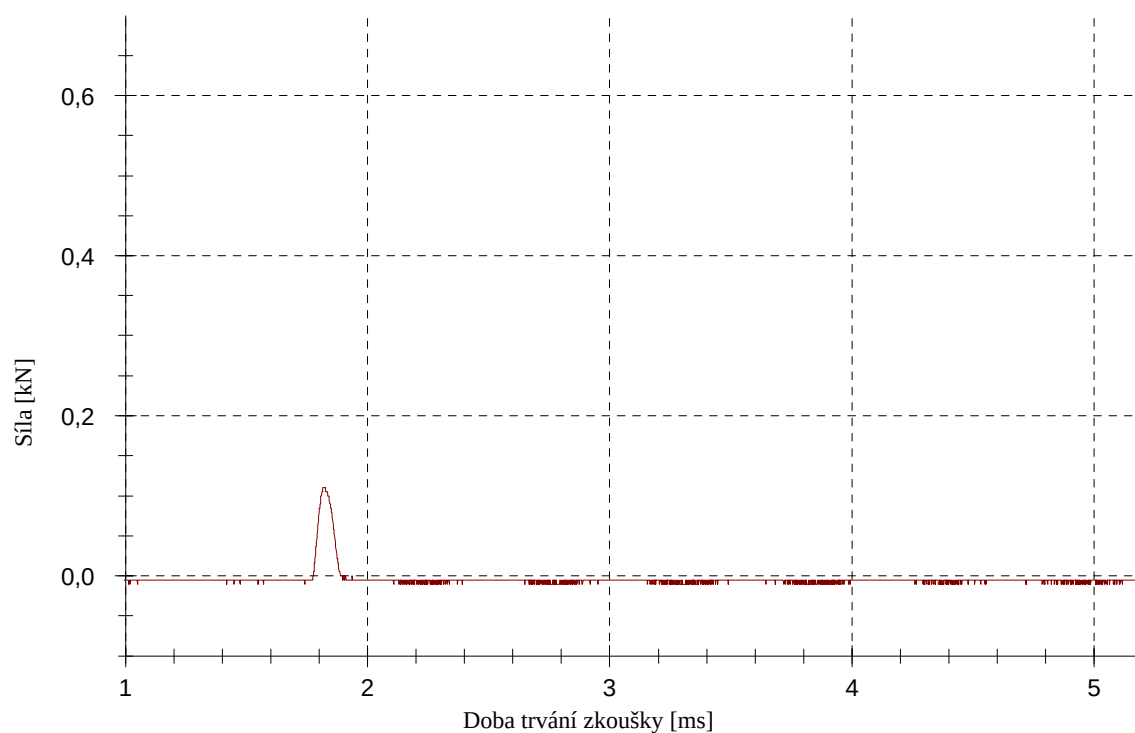
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10.02	4.03	2.51	71.5 *
2.	10,04	4,01	2,96	79,3
3.	10,12	4,02	3,22	87,8
4.	10,08	4,05	2,93	80,4
5.	10,14	4,12	2,67	82,4
6.	9,98	3,96	2,91	91,3 *
7.	9,95	4,08	3,27	88,5
8.	10,12	4,11	2,91	91,0
9.	10,07	4,10	2,75	78,7
10.	9,95	4,04	2,11	75,0
$\bar{x}$	10.04	4.03	2.85	82.9
s_x	0,06	0,08	0,36	5,6



Obr. 24. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 110^{\circ}\text{C}$, $t = 133 \text{ min}$

Tab. 9. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

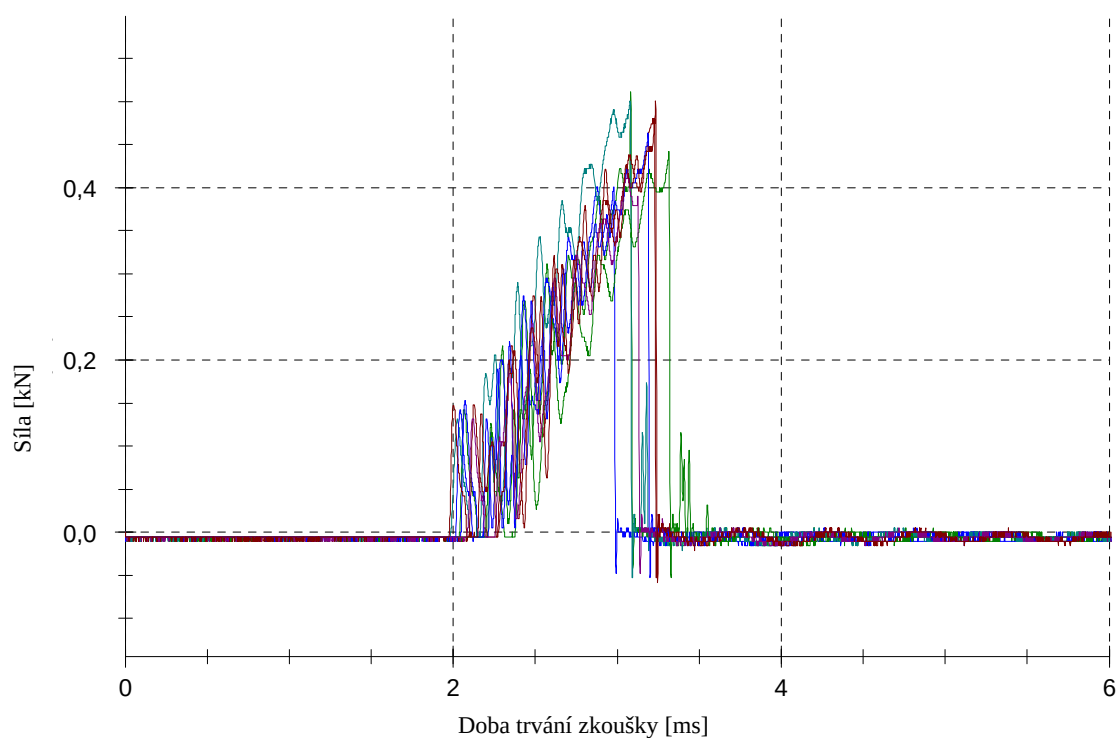
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10.15	4.05	0.03	0.56
$\bar{x}$	10.15	4.05	0.03	0.56
s_x	-	-	-	-



Obr. 25. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

Tab. 10. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

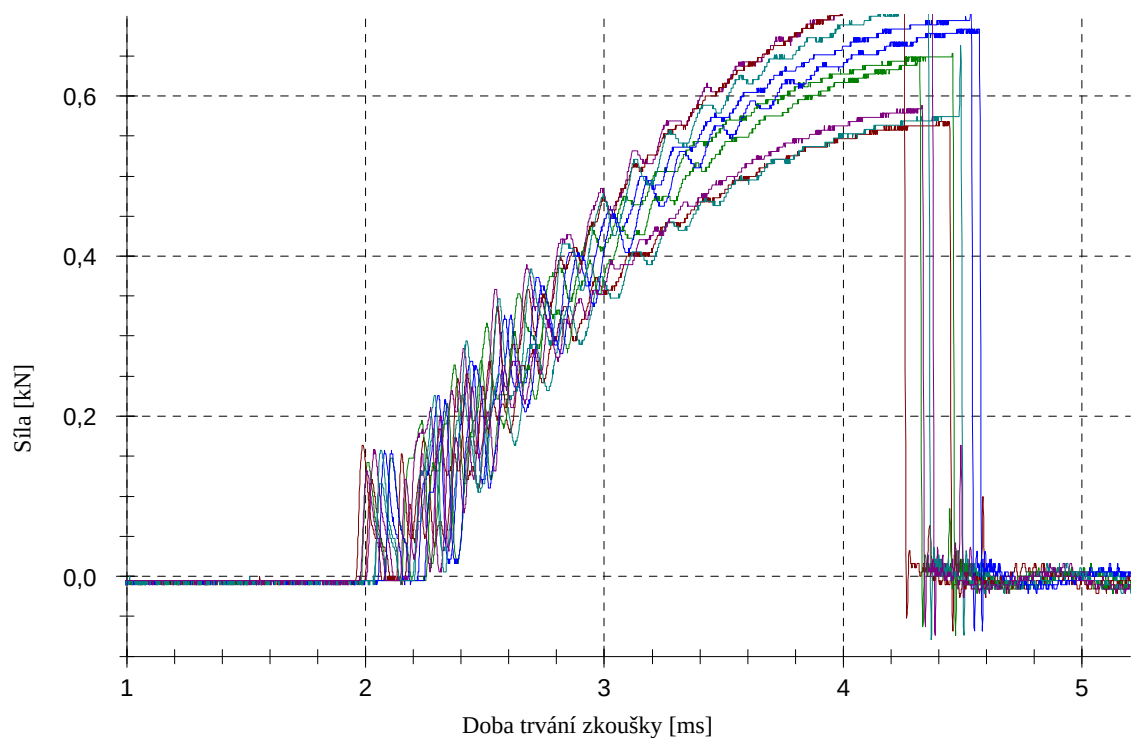
vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10,01	4,09	0,63	17,5
2.	10,11	4,06	0,53	14,7
3.	10,04	3,93	0,83	19,9
4.	10,00	4,05	0,56	14,3 *
5.	9,95	3,90	0,80	20,5
6.	9,97	3,94	0,74	19,0
7.	10,11	4,05	0,74	20,2
8.	10,01	4,02	0,91	25,8 *
9.	10,12	4,09	0,63	18,0
10.	10,05	4,12	0,77	20,6
$\bar{x}$	10,04	4,03	0,74	18,8
s_x	0,06	0,08	0,12	2,0



Obr. 26. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

Tab. 11. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

vzorek č.	b	h	W	a_{cU}
	[mm]	[mm]	[J]	[kJ.m ⁻²]
1.	10,16	3,95	2,30	73,2
2.	10,00	4,02	2,62	75,6
3.	10,16	4,12	2,77	75,8
4.	10,08	4,05	2,30	76,9
5.	10,16	4,03	2,69	70,0
6.	10,15	4,15	2,56	63,9
7.	10,06	3,99	2,28	64,9
8.	10,13	3,95	2,74	73,6
9.	10,00	4,02	2,64	66,2
10.	10,11	4,05	2,18	69,2
$\bar{x}$	10,10	4,03	2,51	70,9
s_x	0,06	0,07	0,22	4,8

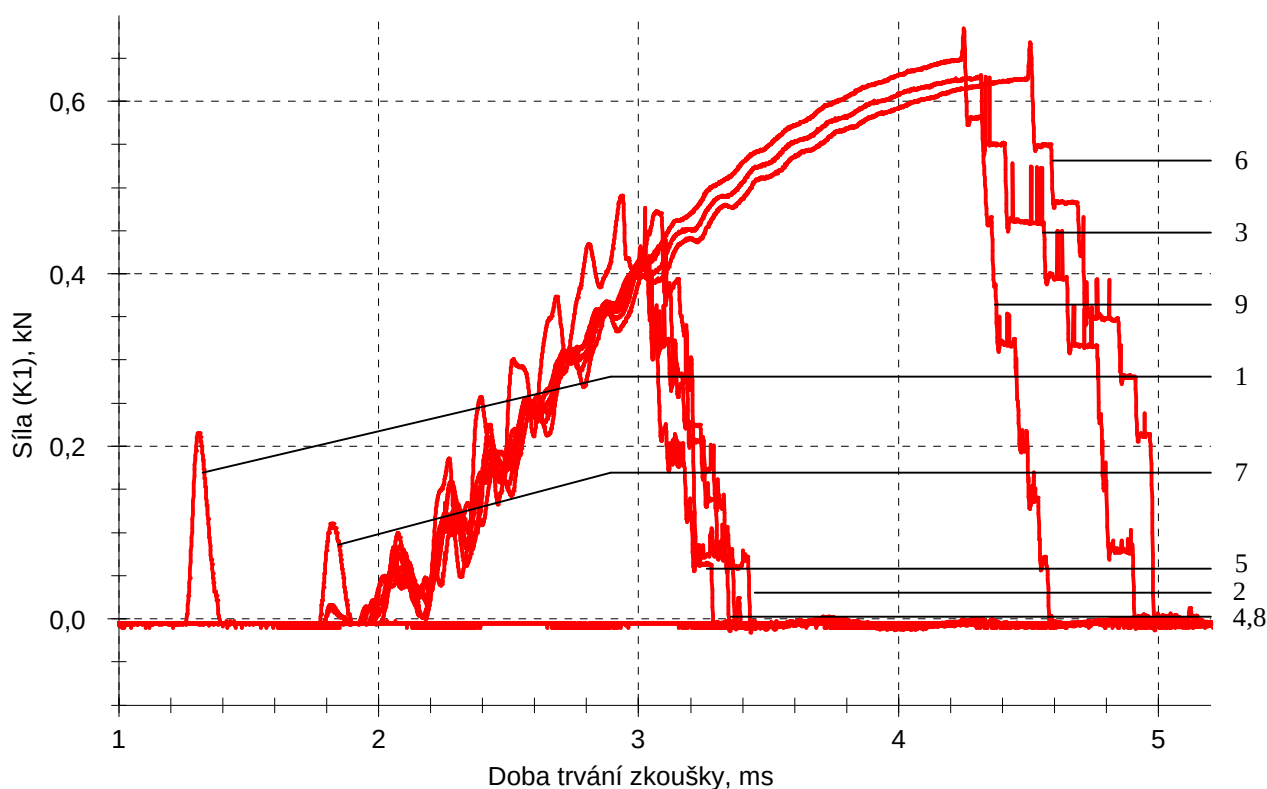


Obr. 27. Závislost síly na čase u vzorku připravovaného při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

Po grafickém vyhodnocení závislostí u výše znázorněných Obr. 19 až Obr. 27 a zprůměrování jednotlivých hodnot měření, které jsou uvedeny v Tab. 3 až Tab. 11, byly díky záznamovému zařízení testXpert® provedeny také střední hodnoty u křivek všech devíti sérií měření, které jsou znázorněny na

Obr. 28.

Čísla znázorňují jednotlivé výrobní podmínky při lisování všech devíti desek sloužící pro experiment: 1 – 90 °C, 25 min; 2 – 90 °C, 100 min; 3 – 130 °C, 25 min; 4 – 130 °C, 100 min; 5 – 110 °C, 18,75 min; 6 – 110 °C, 133 min; 7 – 82 °C, 50 min; 8 – 140 °C, 50 min; 9 – 110 °C, 50 min.



Obr. 28. Závislost síly (kN) na čase (ms) všech devíti sérií měření

Podle sumarizačního grafu na Obr. 28 je patrné, že série pokusů 3, 6 a 9 obstály nárokům kladeným na sílu v závislosti na čase lépe než ostatních 6 sérií měření.

Lze si také všimnout, že u těchto pokusů nebyl tak zdaleka rozhodující čas vytvrzování jako spíše teplota, která byla na materiál vyvinuta.

Série popsaná číslem 9 byla vytvrzována při stejné teplotě jako série s číslem 6, jen s tím rozdílem, že bylo použito téměř třetinového času. A u grafické závislosti na *Obr. 28* je patrné, že hodnoty popisující tyto křivky jsou téměř totožné.

Na závěr popisu vzorků 3, 6 a 9 lze prohlásit, že disponují velkou rázovou houževnatostí.

U pokusů s čísly 2, 4, 5 a 8 na *Obr. 28* byly naměřeny poměrně podobné hodnoty sil potřebné k úplnému přeražení tělesa. To mohlo být způsobeno hned několika faktory. Pro vzorky 4 a 8 byly použity příliš vysoké teploty.

U vzorku číslo 2 byla naopak použita teplota příliš nízká $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Materiál se z tohoto důvodu nevytvrdil v takovém rozsahu, jako tomu bylo u vzorků 3, 6 a 9, a tím nemohl odolávat stejné síle.

Vzorek číslo 5, který se vytvrzoval při teplotě $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ a čase $t = 18,75\text{ min}$, má opět podobnou grafickou závislost jako tři předchozí popisované vzorky.

Kvůli krátké době vytvrzování výsledky u vzorku 5 nedosahují tak příznivých hodnot jako tomu je u vzorků 3, 6 a 9. Tato doba byla zvolena jako jedna z nejkratších a tudíž ji lze hodnotit jako nevyhovující.

Poslední dva vzorky označené čísly 1 a 7 lze shledat díky svým nízkým teplotám při vytvrzování, jako naprosto nevhodné pro budoucí využití. Teplota u vzorku 1 byla určena na $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ a u vzorku 7 byla dokonce pod touto hranicí.

6.2 Stanovení modulu pružnosti v ohybu

Modul pružnosti v ohybu byl stanoven podle normy ČSN EN ISO 178. Zkouška byla provedena na každém výlisku v počtu 5 zkušebních vzorků na univerzálním trhačím stroji typu 1456 firmy Zwick Roell. Při měření byla nastavena rychlost zkoušky na 10 mm/min a počáteční vzdálenost čelistí trhačího stroje dle normy na 64 mm.

Pro ohybovou zkoušku byl stanoven tříbodový systém, kdy bylo zkušební těleso podepřeno jako nosník dvěma podpěrami o poloměrech $5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ a bylo konstantní rychlostí prohýbáno trnem o poloměru $5 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ působícím uprostřed rozpětí podpěr.

V průběhu zkoušky se zaznamenávala velikost síly a odpovídajícího průhybu automatickým záznamovým zařízením testXpert®, které poskytovalo úplnou křivku napětí v ohybu.

Z napětí v ohybu a odpovídající deformace ohybem byl vypočítán modul pružnosti v ohybu E_f [MPa], jehož vzorec je popsán ve vztahu (12) a výsledky v *Tab. 12 až Tab. 20*.

Dále byly vyneseny křivky závislosti napětí [MPa] na deformaci [%], které jsou znázorněny na *Obr. 29 až Obr. 34*.

Dvě série vzorků označené čísly 1 a 7 byly vlivem velmi nízkých vytvrzovacích teplot a časů stanoveny jako nezpracovatelné (*Tab. 1*). Vzorek číslo 1 podléhal vytvrzovací teplotě $T = 90^\circ\text{C}$ a času $t = 25 \text{ min}$. Vzorek s číslem 7 byl vytvrzován při teplotě $T = 82^\circ\text{C}$ a času $t = 50 \text{ min}$. Kvůli velké křehkosti vzorků nebyl materiál doporučen pro další využití. Přesto byly zobrazeny pro oba vzorky grafické závislosti na *Obr. 29 a Obr. 35* i naměřené hodnoty v *Tab. 12 a Tab. 18*.

Vysvětlivky k tabulkám:

b – šířka (mm)

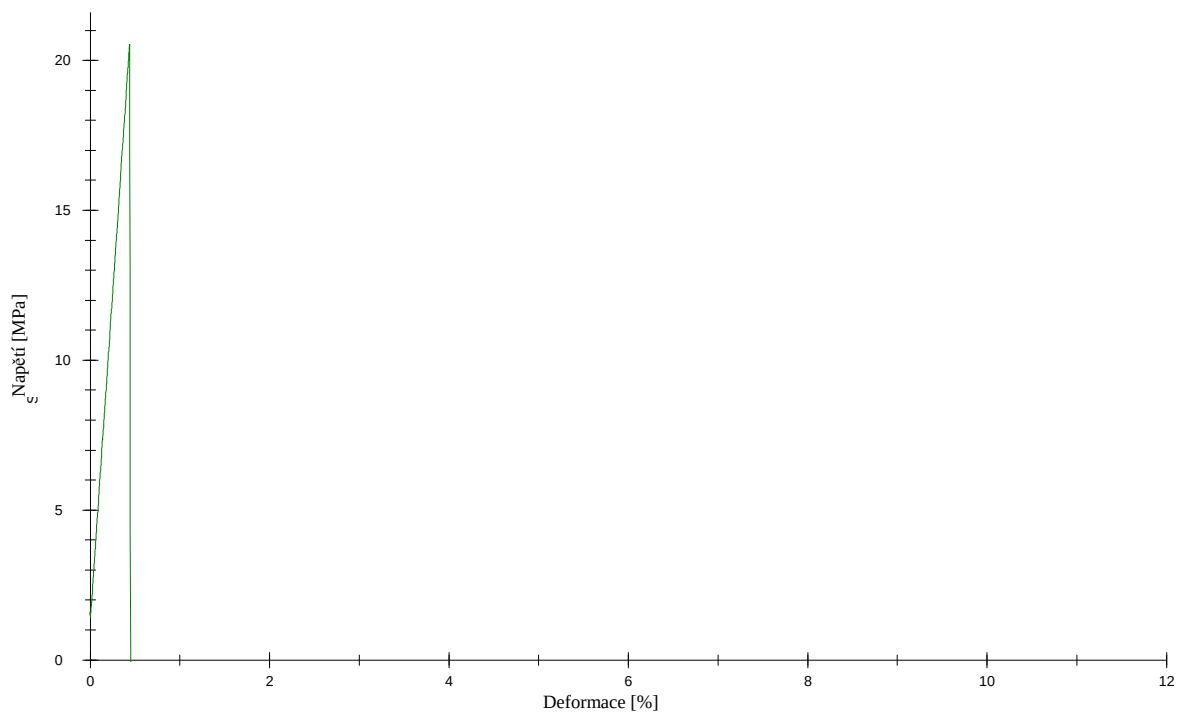
h – tloušťka (mm)

E_f – modul pružnosti v ohybu (MPa)

$\varepsilon(F_{\max})$ – deformace při maximálním napětí (%)

Tab. 12. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

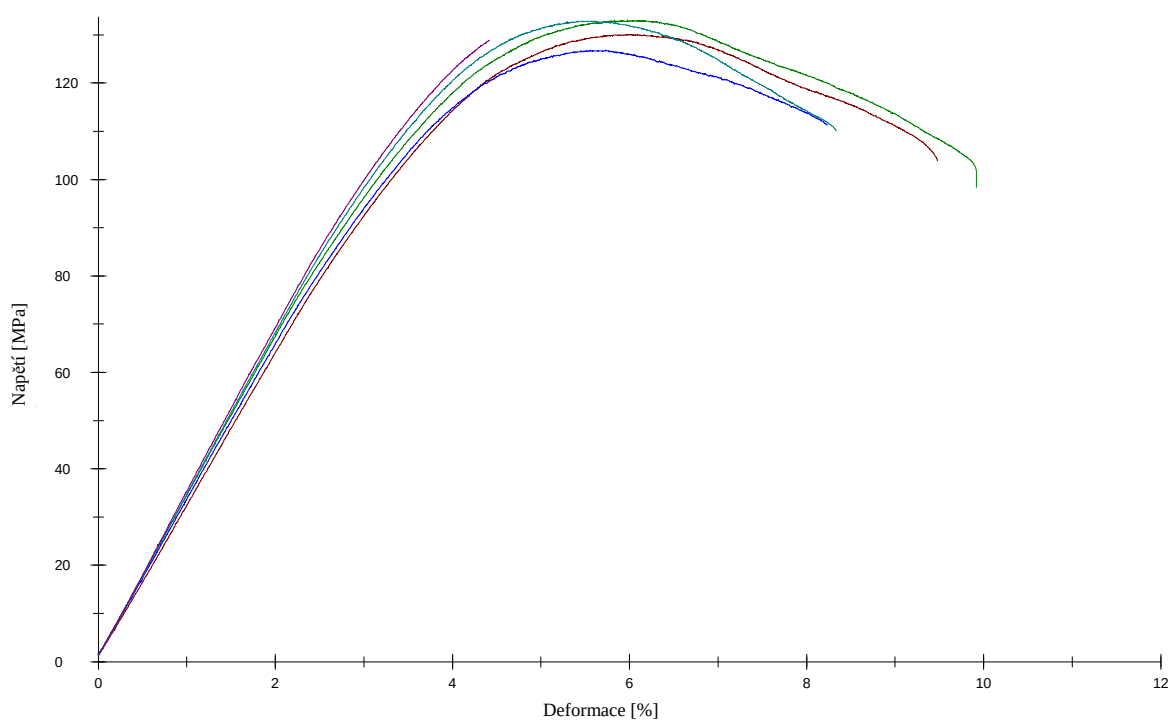
vzorek č.	b [mm]	h [mm]	σ_{fM} [MPa]	$\varepsilon(Fmax)$ [mm]	$\varepsilon(Fmax)$ [%]	E_f [MPa]
1.	10,05	4,02	20,5	0,80	0,44	2100
$\bar{x}$	10,05	4,02	20,5	0,80	0,44	2100
s_x	-	-	-	-	-	-



Obr. 29. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

Tab. 13. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

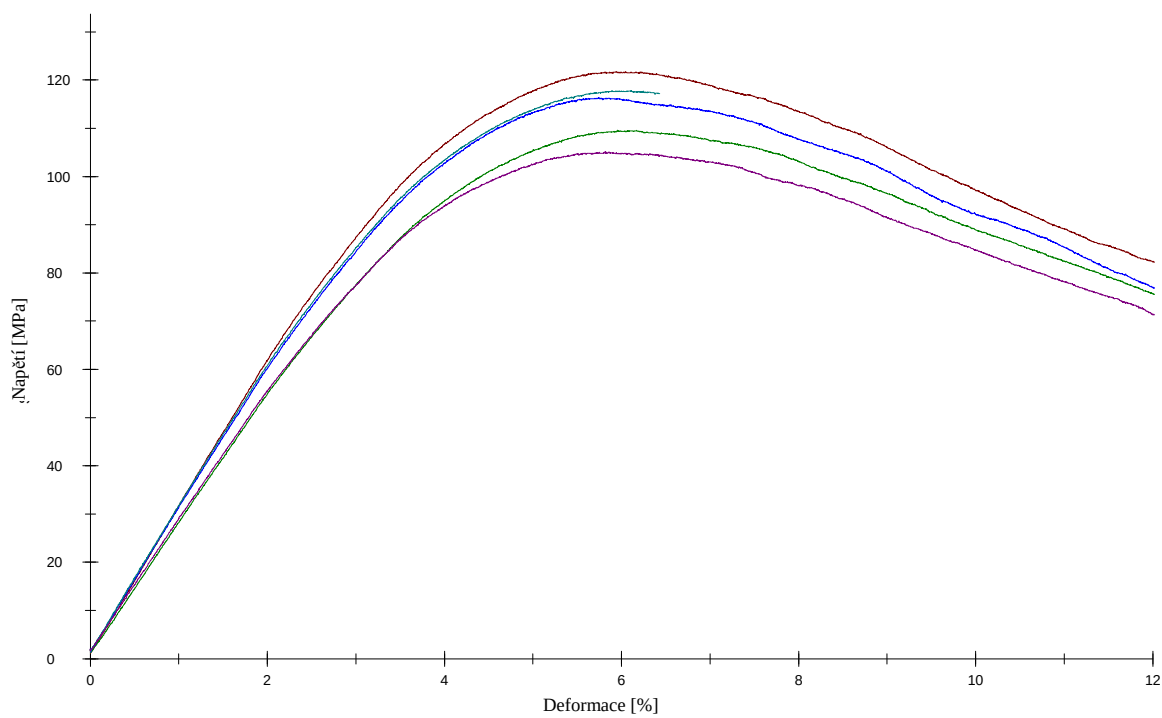
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	10,01	4,00	130,1	10,7	5,98	3013
2.	10,00	3,96	133,0	11,2	5,98	3292
3.	10,08	3,93	126,8	11,1	5,73	3160
4.	10,13	4,03	132,8	10,4	5,51	3250
5.	10,00	4,11	128,9	7,92	4,42	3291
$\bar{x}$	10,04	4,01	130,4	10,3	5,52	3202
s_x	0,06	0,07	2,7	1,3	0,65	118



Obr. 30. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

Tab. 14. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

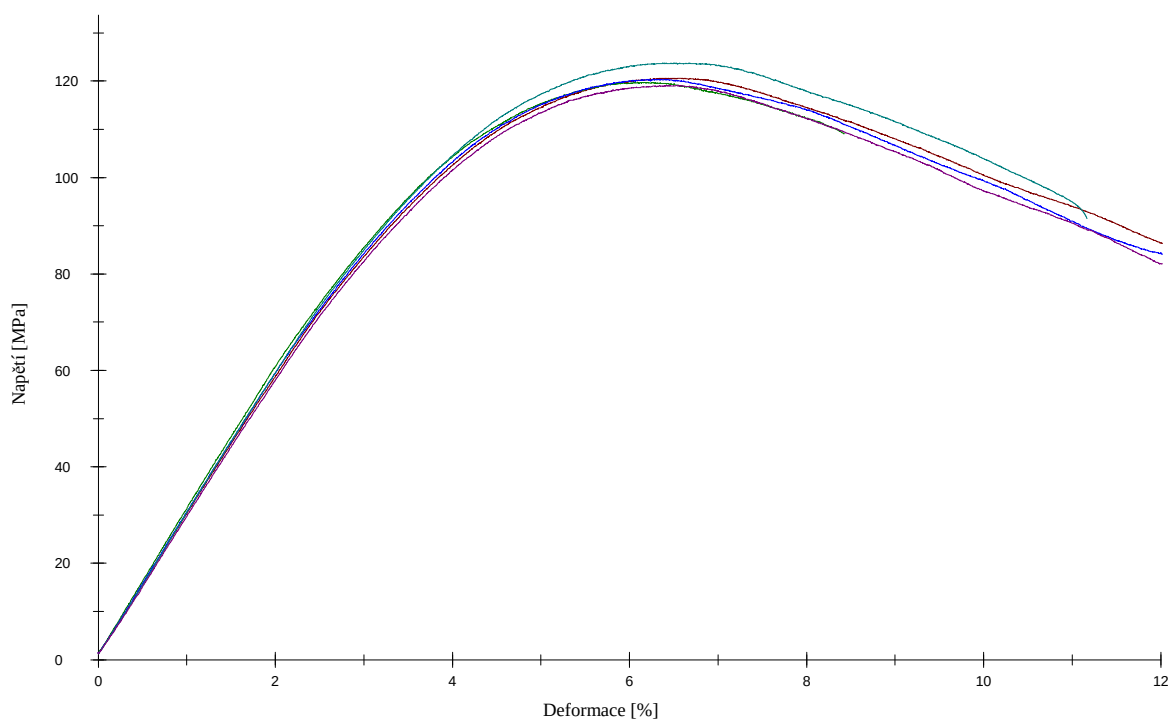
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	10,09	4,05	121,7	11,8	5,94	2957
2.	10,03	4,02	109,6	11,6	5,95	2572*
3.	10,00	3,96	116,3	12,0	5,74	3003
4.	10,07	3,99	117,9	12,4	6,11	3075
5.	10,09	4,09	105,1	11,9	5,82	2770
$\bar{x}$	10,06	4,02	115,2	12,0	5,90	2951
s_x	0,07	0,05	7,0	0,3	0,16	130



Obr. 31. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$

Tab. 15. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

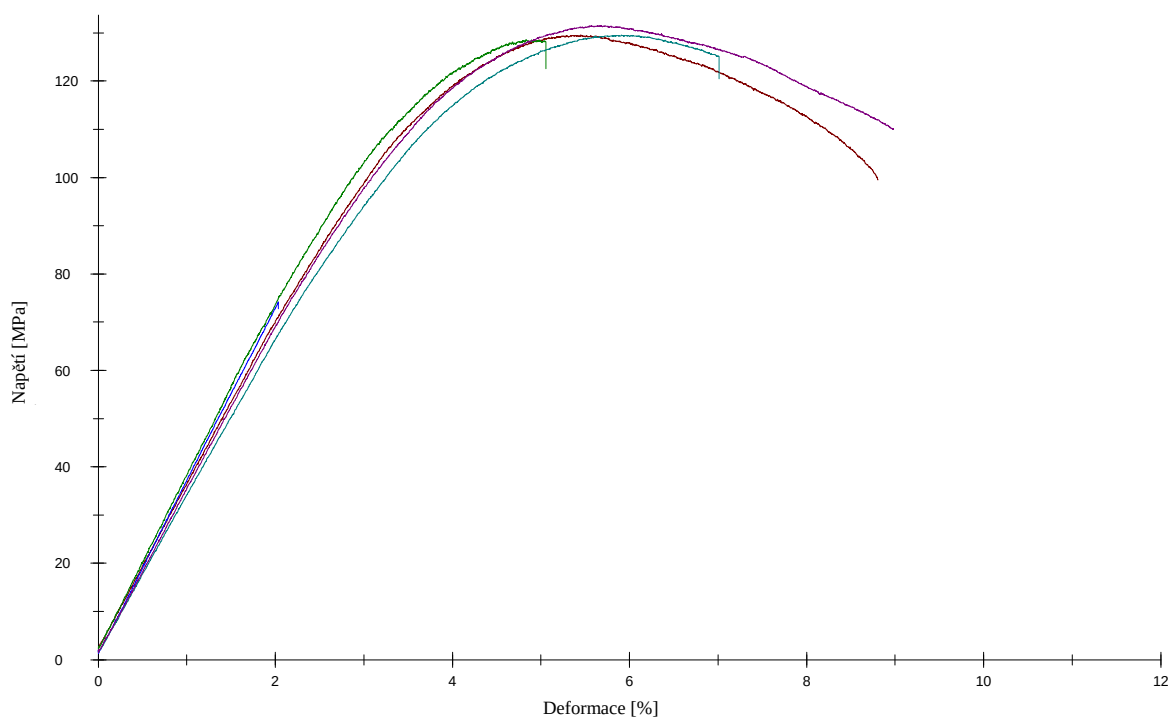
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	10,12	3,96	120,6	11,3	6,43	2780
2.	10,03	3,98	119,8	11,6	6,15	3007*
3.	10,00	4,05	120,4	11,3	6,20	2842
4.	9,95	4,00	123,8	10,8	6,38	2774
5.	10,05	4,08	119,1	11,5	6,42	2771
$\bar{x}$	10,03	4,01	121,0	11,2	6,36	2792
s_x	0,06	0,05	1,8	0,3	0,13	34



Obr. 32. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$

Tab. 16. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$

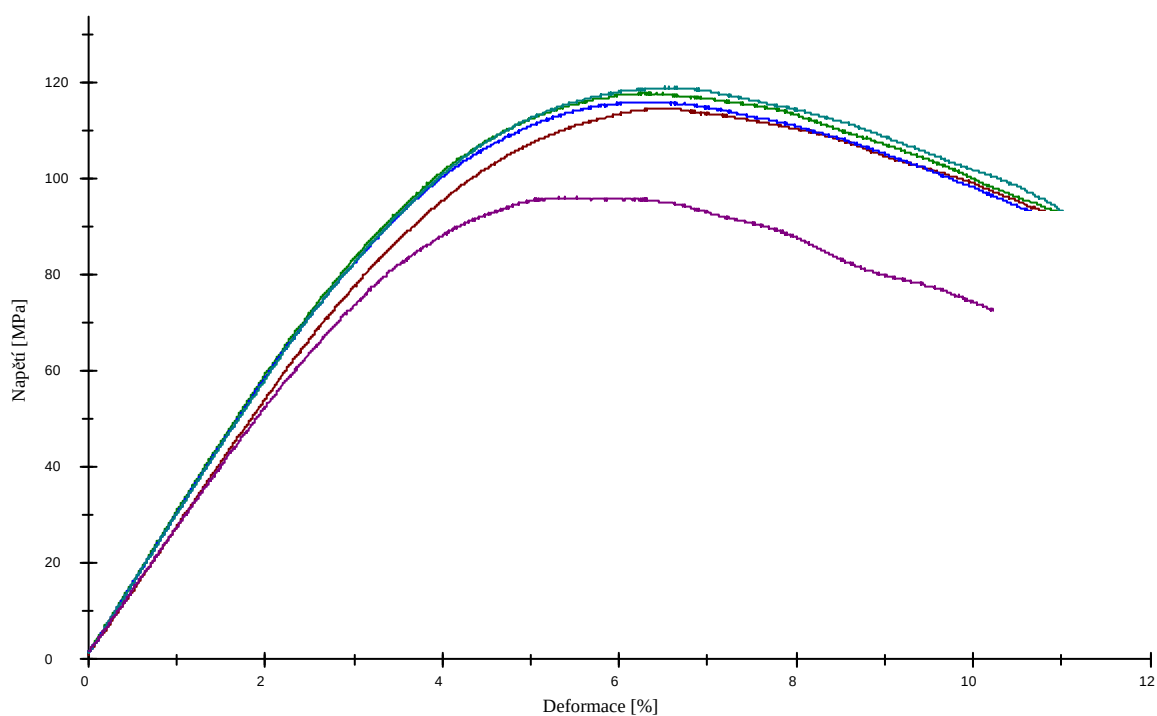
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	9,85	4,05	129,6	12,3	5,45	3397
2.	10,00	4,02	128,6	12,0	4,83	3355
3.	10,01	4,09	74,1	3,88	2,03	3425*
4.	10,08	4,10	129,6	11,7	5,91	3260
5.	10,05	3,95	131,5	11,8	5,73	3266
$\bar{x}$	10,00	4,04	129,8	12,0	5,48	3320
s_x	0,09	0,06	1,2	0,3	0,47	68



Obr. 33. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$

Tab. 17. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 133\text{ min}$

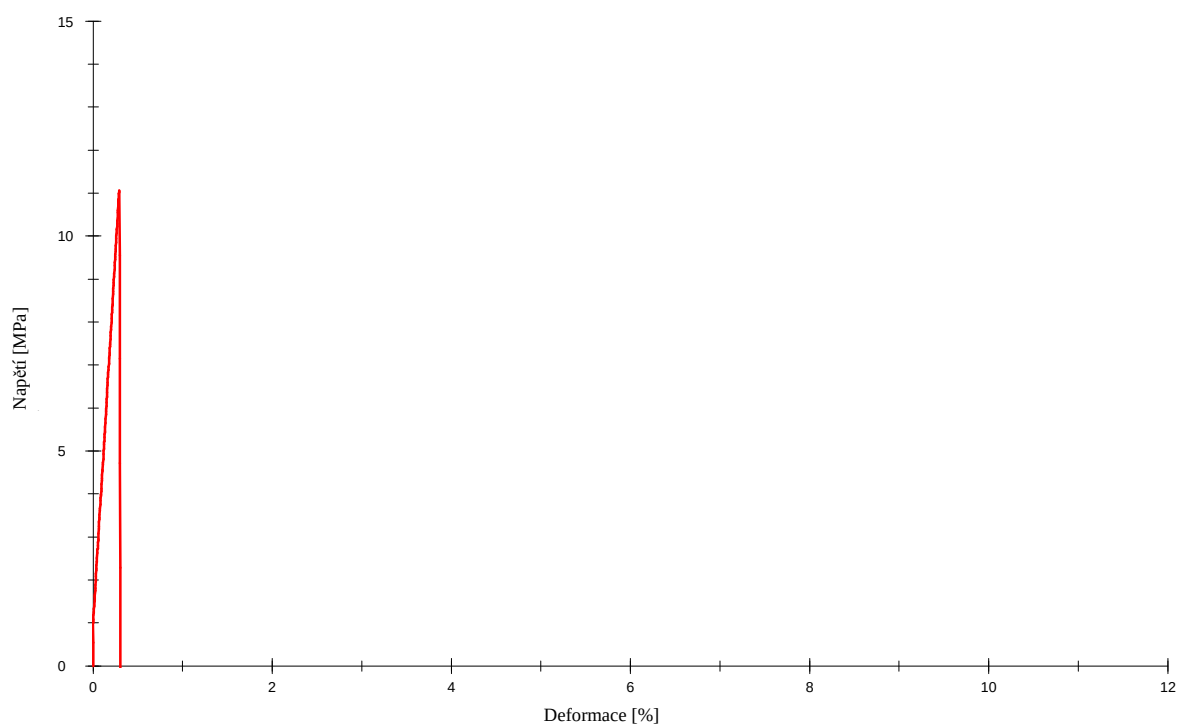
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	9,96	4,02	114,7	11,8	6,62	2614
2.	9,95	4,01	117,9	11,6	6,23	2880
3.	10,00	3,96	116,1	11,6	6,17	2923
4.	10,09	4,00	119,0	11,9	6,63	2878
5.	10,10	3,99	96,2	11,3	5,39	2565*
$\bar{x}$	10,02	4,00	116,9	11,7	6,41	2824
s_x	0,07	0,02	1,9	0,1	0,25	142



Obr. 34. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 133\text{ min}$

Tab. 18. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

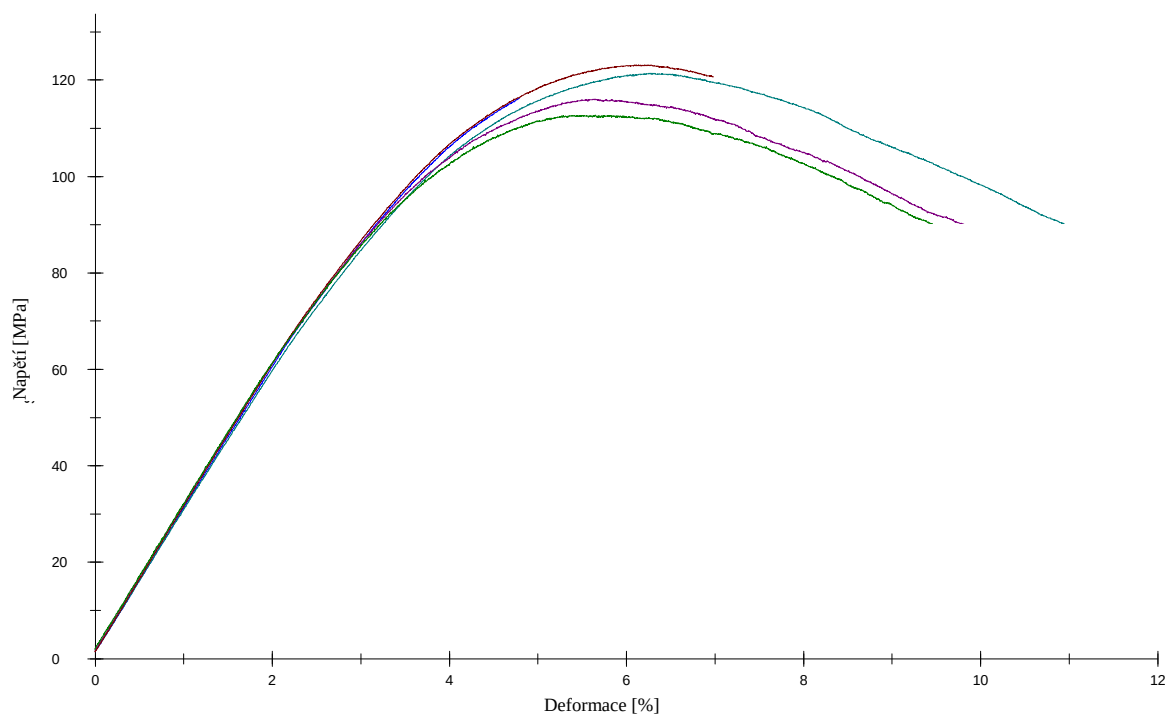
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	10,04	4,02	11,1	0,47	0,29	2050
$\bar{x}$	10,04	4,02	11,1	0,47	0,29	2050
s_x	-	-	-	-	-	-



Obr. 35. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

Tab. 19. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

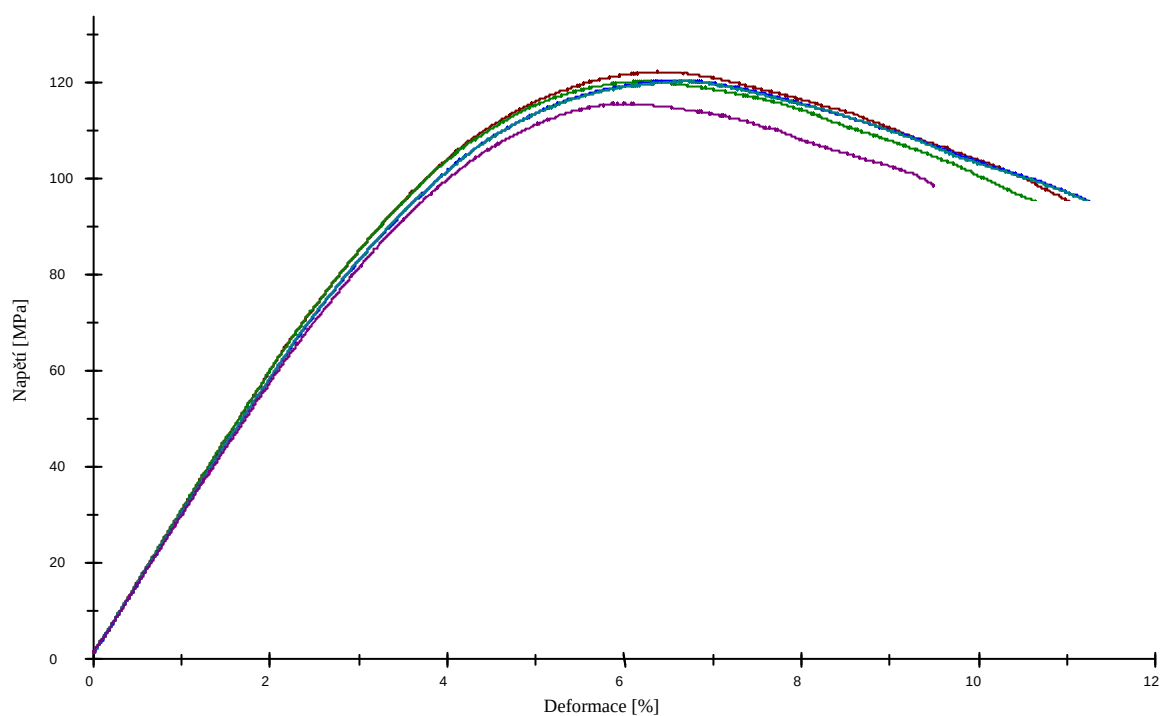
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	10,05	4,05	116,3	9,04	4,79	2864*
2.	9,96	4,04	121,4	11,7	6,26	2924
3.	10,02	4,02	116,0	11,8	5,64	3024
4.	10,08	3,99	123,1	11,9	6,25	2999
5.	9,96	4,00	112,7	12,6	5,65	2907
$\bar{x}$	10,01	4,02	119,2	12,0	5,95	2964
s_x	0,05	0,03	3,6	0,4	0,35	57



Obr. 36. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

Tab. 20. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

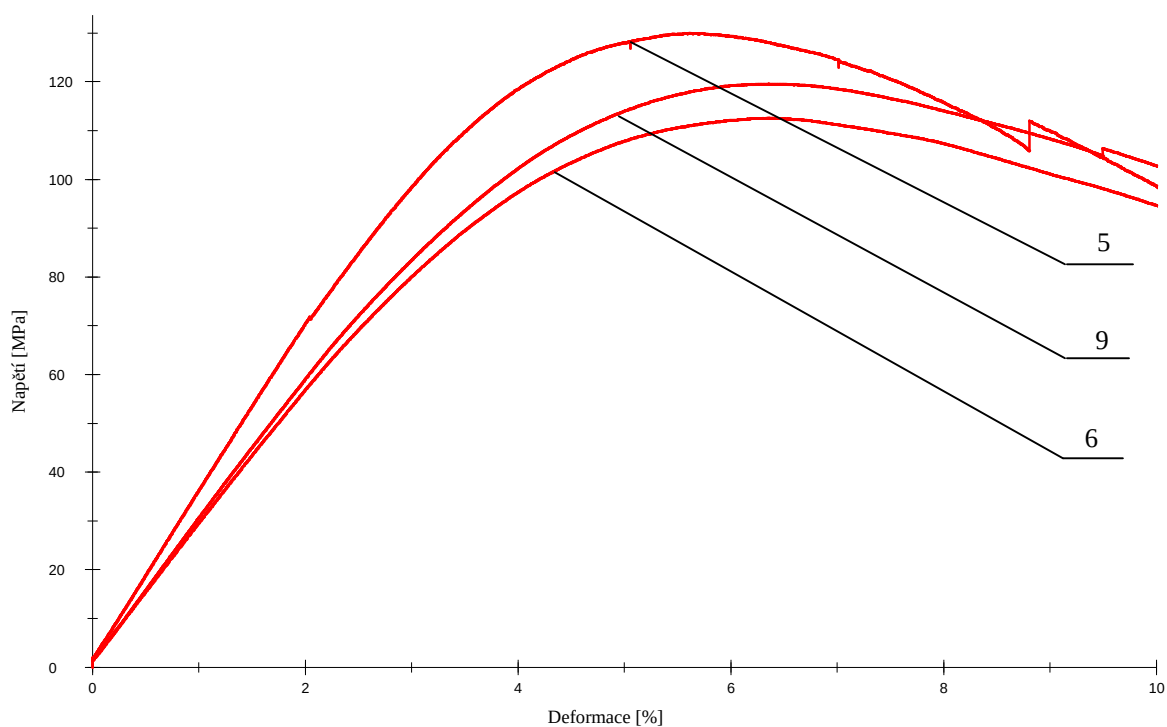
vzorek č.	b	h	σ_{fM}	$\varepsilon(Fmax)$	$\varepsilon(Fmax)$	E_f
	[mm]	[mm]	[MPa]	[mm]	[%]	[MPa]
1.	10,08	4,05	122,3	11,7	6,37	2837
2.	10,12	4,02	120,5	11,9	6,26	2918
3.	10,11	3,99	120,5	11,4	6,44	2858
4.	10,11	3,98	120,3	11,8	6,71	2915
5.	10,02	4,05	115,7	11,3	5,87	2807
$\bar{x}$	10,09	4,02	119,9	11,6	6,33	2867
s_x	0,04	0,03	2,5	0,3	0,30	49



Obr. 37. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$

Pro lepší názornost grafické závislosti napětí v ohybu na deformaci u každé série měření bylo provedeno rozmístění všech devíti křivek podle stejných teplot při vytvrzování. Křivky vystihují střední závislost hodnot pro každou sérii měření na Obr. 38 až Obr. 40.

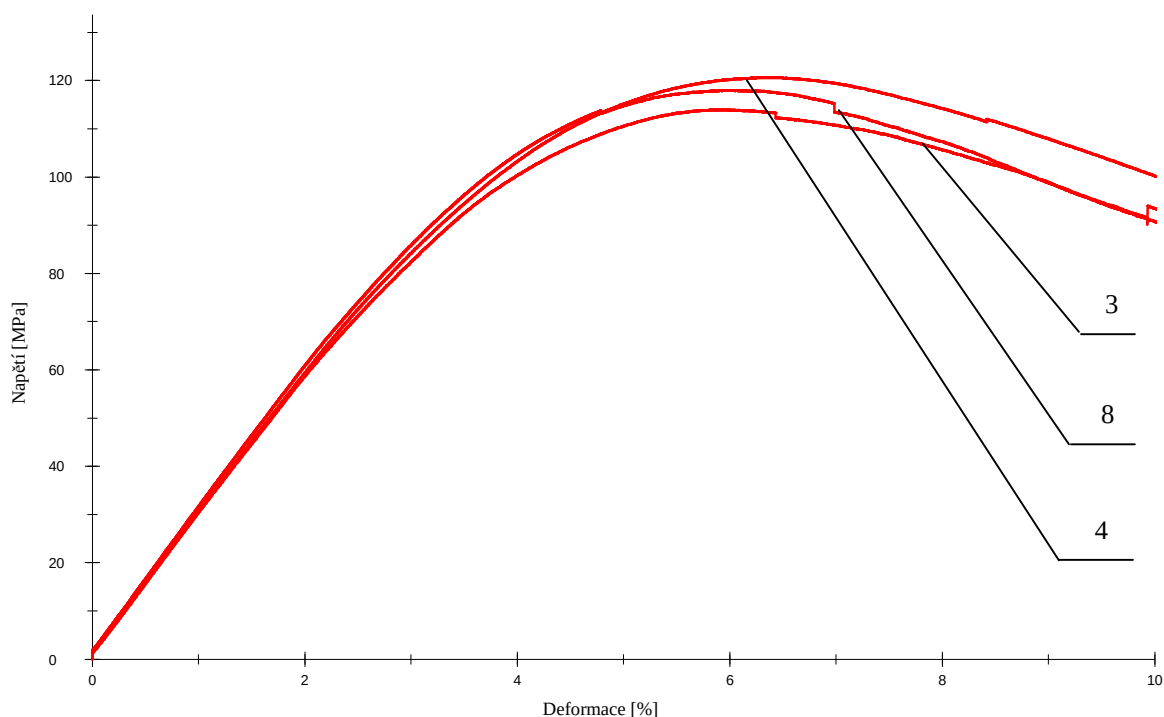
Na Obr. 38 jsou zobrazeny tři grafické závislosti, u kterých byla nastavena stejná teplota vytvrzování $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$. Rozdílné hodnoty vycházející ze závislosti napětí v ohybu na deformaci byly zapříčiněny různými časy, které byly stanoveny pro vytvrzování materiálu při lisování. Vzorek číslo 5 byl vytvrzován $t = 18,75\text{ min}$, u vzorku číslo 6 probíhalo vytvrzování $t = 133\text{ min}$ a u vzorku 9 byl čas stanoven na $t = 50\text{ min}$.



Obr. 38. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci u sérií pokusů 5, 6, a 9

Obr. 39 vykresluje opět tři grafické závislosti napětí v ohybu na deformaci vzorku. Tyto tři série byly vytvrzovány při téměř totožných teplotách $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $140\text{ }^{\circ}\text{C}$, ale nesterjně dlouhých časech.

Série označena číslem 4 byla vytvrzována po dobu $t = 100\text{ min}$, série s číslem 3 podléhala naopak době vytvrzování pouze $t = 25\text{ min}$ a poslední série 8 se v lisu vytvrzovala $t = 50\text{ min}$.

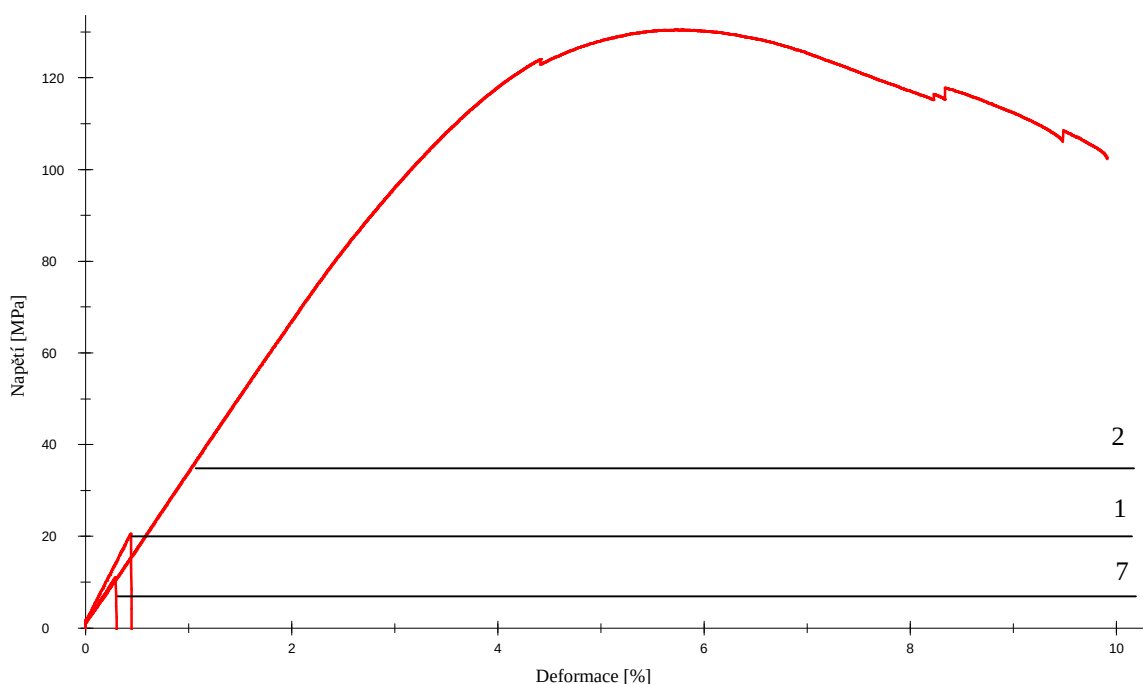


Obr. 39. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci u sérií pokusů 3, 4, a 8

Na Obr. 40 jsou v grafické závislosti napětí v ohybu na deformaci charakterizovány křivky jejichž teplota vytvrzování nepřesáhla $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Křivka číslo 2 má i při poměrně nízké teplotě $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, kdy je proces síťování teprve v počátku, velmi dobré vlastnosti při pevnosti v ohybu. Tato skutečnost vyplývá z faktu druhé proměnné veličiny a tou je doba vytvrzování, která byla stanovena na $t = 100\text{ min}$.

Oproti všem výše popisovaným sériím, mají křivky 1 a 7 naprosto nevyhovující vlastnosti, které byly zjištěny při zkoušce ohybových vlastností i při stanovení rázové houževnatosti. Vzorky těchto dvou sérií vykazovaly minimální hodnoty při měření závislosti pevnosti v ohybu na deformaci. Tělísko se roztříštilo, již při velmi malých závislostech napětí na deformaci. U křivky s číslem 7 byla teplota nastavena na $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$ a u křivky s číslem 1 na hodnotu $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nízká teplota v kombinaci s nízkou dobou vytvrzování se staly atributem, díky kterému lze říci, že jsou pro další výrobu naprosto nevyhovující.



Obr. 40. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci u sérií pokusů 1, 2, a 7

7 VYHODNOCENÍ EXPERIMENTU DVOU VZORKŮ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC – LFX 023 A LFX 033

Tab. 21. Rozpis rotačního centrálně složeného experimentu pro vytvrzování epoxidů
vzorku LFX 023

Číslo pokusu	x_0	x_1	x_2	T_g [°C]	a_{cU} [kJ.m ⁻²]	σ_{fM} [MPa]	E_f [MPa]	t [min]	T [°C]
1	+1	-1	-1	70.3	6.8	70.0	2500	45	90
2	+1	+1	-1	92,4	40,5	129,1	3048	180	90
3	+1	-1	+1	94,9	9,9	116,5	3017	45	130
4	+1	+1	+1	95,4	10,7	117,2	2931	180	130
5	+1	-1,414	0	93.6	16.5	126.7	3073	34	110
6	+1	+1,414	0	98,7	50,3	119,8	2874	240	110
7	+1	0	-1,414	56,7	39,5	124,7	2361	90	82
8	+1	0	+1,414	91,4	10,5	90,4	2972	90	140
9	+1	0	0	88.1	51.2	123.5	3000	90	110

Tab. 22. Rozpis rotačního centrálně složeného experimentu pro vytvrzování epoxidů
vzorku LFX 033

Číslo pokusu	x_0	x_1	x_2	T_g [°C]	a_{cU} [kJ.m ⁻²]	σ_{fM} [MPa]	E_f [MPa]	t [min]	T [°C]
1	+1	-1	-1	71.8	0.7	20.5	2100	25	90
2	+1	+1	-1	75,4	23,7	130,4	3202	100	90
3	+1	-1	+1	94,1	79,2	115,2	2951	25	130
4	+1	+1	+1	97,5	22,6	121,0	2792	100	130
5	+1	-1,414	0	85.3	20.7	129.8	3320	18.75	110
6	+1	+1,414	0	98,5	82,9	116,9	2824	133	110
7	+1	0	-1,414	39,6	0,6	11,6	2050	50	82
8	+1	0	+1,414	97,0	23,7	119,2	2964	50	140
9	+1	0	0	99.2	70.9	119.9	2867	50	110

7.1 Závislost teploty skelného přechodu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

7.1.1 Vzorek LFX 023

Obr. 41 znázorňuje, jak grafická závislost teploty skelného přechodu (T_g) na teplotě a čase vytvrzování vytvořila ve 3D grafu tzv. sedlo, ze kterého byly vyčteny jednotlivé závislosti.

Nejvyšších hodnot dosáhla T_g ve vzorku LFX 023 ve dvou případech. Prvních vrcholných hodnot T_g dosáhla, jestliže byla zvolena střední teplota vytvrzování v intervalu $T = 110$ až 130 °C v kombinaci s nejvyššími časy, které byly stanoveny na základě centrálně složeného rotačního experimentu $t = 240$ min. Touto kombinací teplot a časů při vytvrzování bylo dosaženo hodnot dosahujících téměř $T_g = 99$ °C.

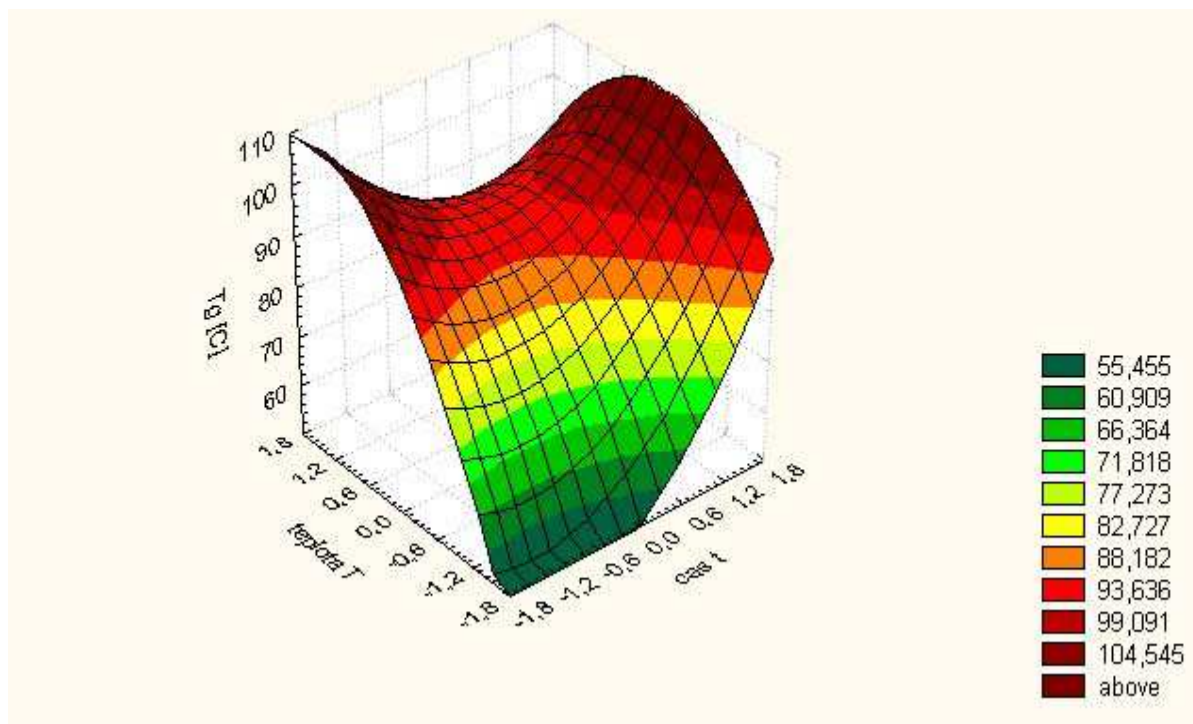
Podobných hodnot T_g dosáhla, jestliže byly spojeny nejvyšší teploty vytvrzování $T = 130$ °C až 140 °C s časy vytvrzování co nejnižšími $t = 35$ až 40 min.

7.1.2 Vzorek LFX 033

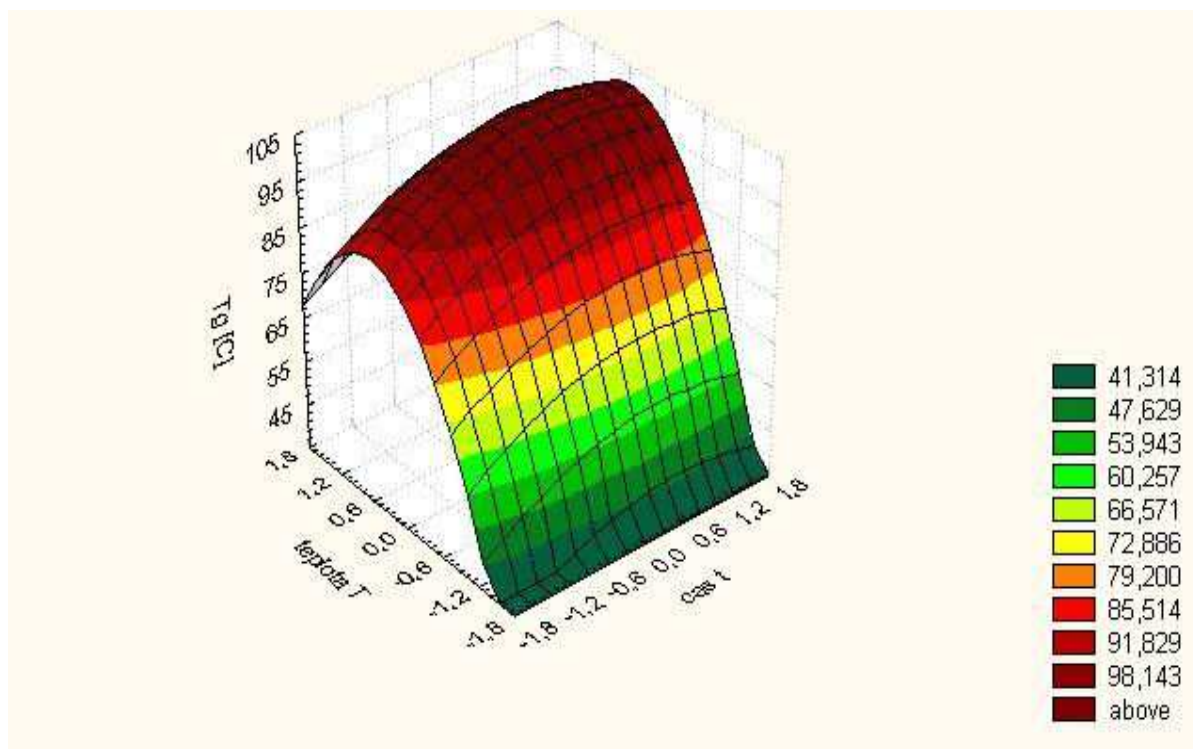
Obr. 42 vystihuje, jak se hodnota teploty skelného přechodu (T_g) u vzorku LFX 033 v závislosti s rostoucí teplotou vytvrzování prudce zvyšovala. Doba vytvrzování v tomto případě nehrála zásadní úlohu.

T_g u vzorku LFX 033 stoupala v závislosti na teplotě vytvrzování až do hodnoty téměř $T_g = 100$ °C, kde vytvořila své hodnotové maximum. Po dosažení této finální teploty v závislosti na teplotě vytvrzování, která byla $T = 125$ °C, hodnota T_g v závislosti na rostoucí teplotě bez výjimky klesala.

Nejvyšší hodnoty T_g byly dosaženy při teplotním rozmezí $T = 110$ až 130 °C v závislosti s poměrně širokým časovým rozpětím $t = 20$ až 130 min. Z této skutečnosti vyplývalo, že hodnota T_g byla na době vytvrzování poměrně nezávislá.



Obr. 41. Závislost teploty skelného přechodu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023



Obr. 42. Závislost teploty skelného přechodu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033

7.2 Závislost rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

7.2.1 Vzorek LFX 023

Maximální hodnoty rázové houževnatosti u vzorku LFX 023 byly naměřeny v závislosti na teplotách a časech, které byly pro vytvrzování stanoveny (*Obr. 43*). Je patrné, že rázová houževnatost u vzorku LFX 023 je v tomto případě závislá na čase i teplotě.

Hodnota rázové houževnatosti společně s časem stoupá až do doby $t = 200$ min, poté vykazuje závislost klesající. Maximální hodnot rázové houževnatosti bylo naměřeno v čase kolem $t = 180$ min v závislosti na teplotě, která zastupovala hodnotu $T = 90$ až 110 °C.

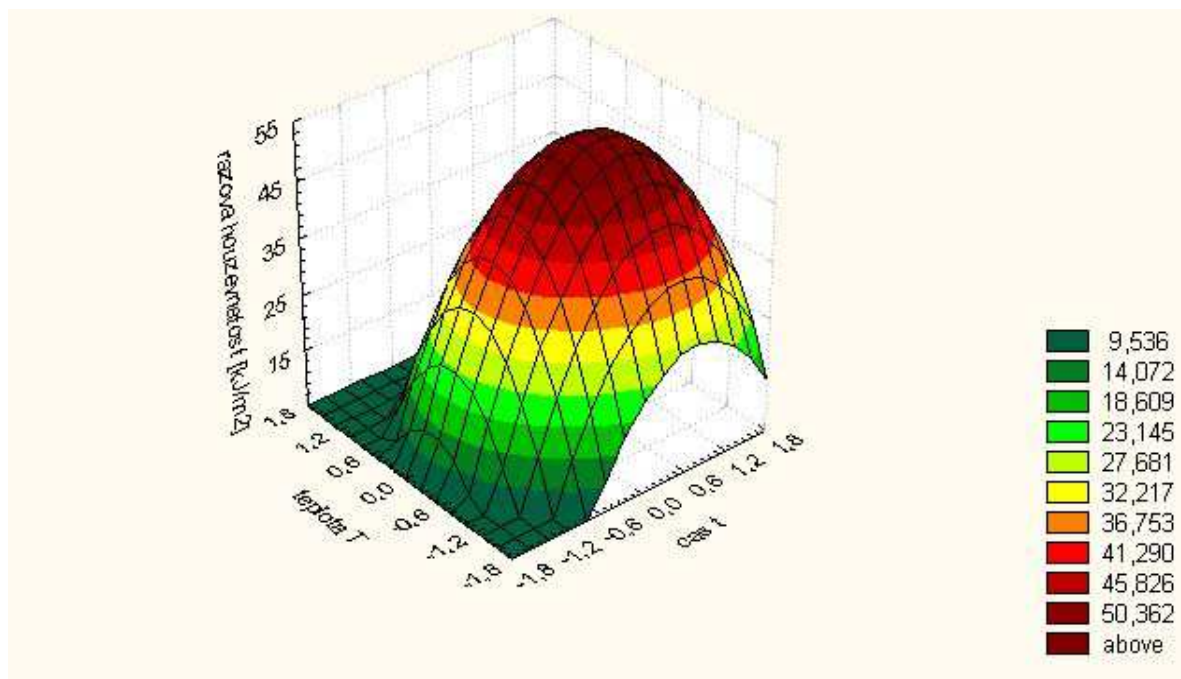
7.2.2 Vzorek LFX 033

Obr. 44 zobrazuje závislost rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro vzorek LFX 033. Zde se bylo možno přesvědčit, že při nízkých teplotách T a časech t byly naměřené hodnoty velmi nízké a z toho důvodu materiál nevykazoval vlastnosti, které byly vyžadovány.

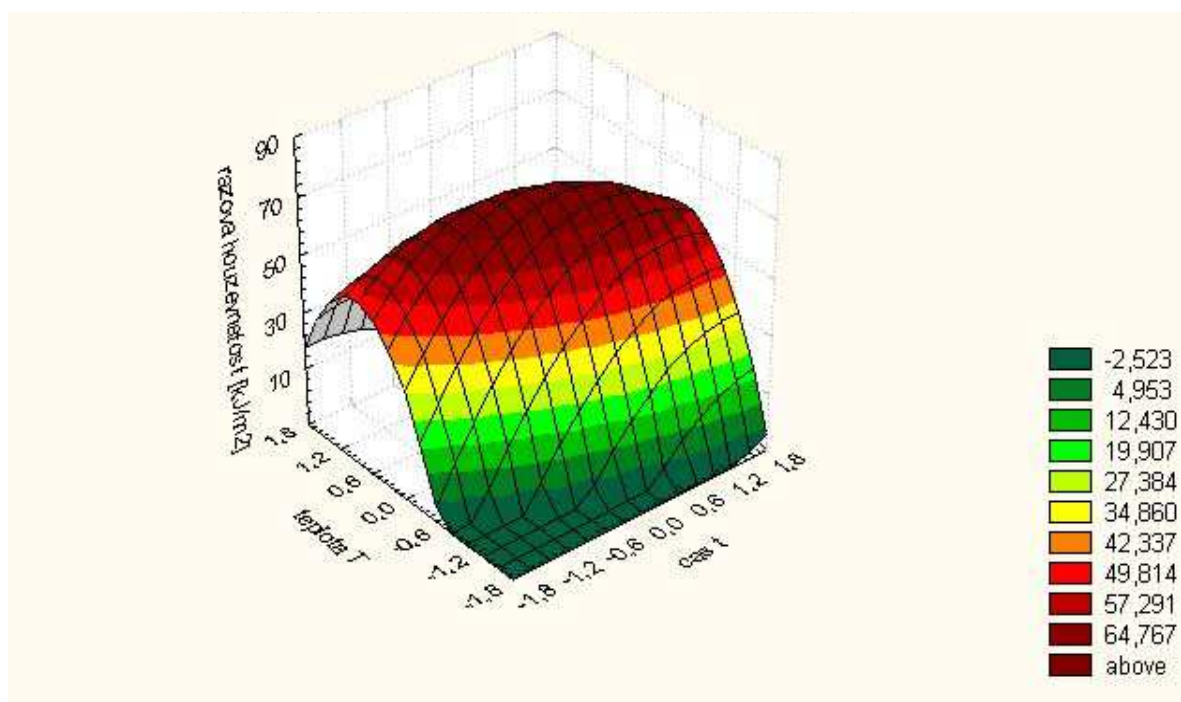
Bylo patrné, že hodnoty rázové houževnatosti byly různé v závislosti na teplotě než-li na čase. Nejvyšší hodnoty rázové houževnatosti byly dosaženy kombinacemi poměrně širokého časového intervalu. S rostoucí teplotou vytvrzování a tedy velmi malou závislostí na čase hodnoty rázové houževnatosti narůstaly.

Hodnota rázové houževnatosti při vytvrzování u vzorku LFX 033 stoupala úměrně s rostoucí teplotou do hodnoty $T = 120$ °C, poté vykazovala klesající tendenci.

Nejlepší hodnoty byly dosaženy při středních teplotách vytvrzování $T = 110$ až 120 °C. Za účelem získání co nejvyšších hodnot rázové houževnatosti bylo v tomto případě zjištěno, že lze zvolit poměrně široký rozptyl časů $t = 25$ až 110 min.



Obr. 43. Závislost rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023



Obr. 44. Závislost rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033

7.3 Závislost pevnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

7.3.1 Vzorek LFX 023

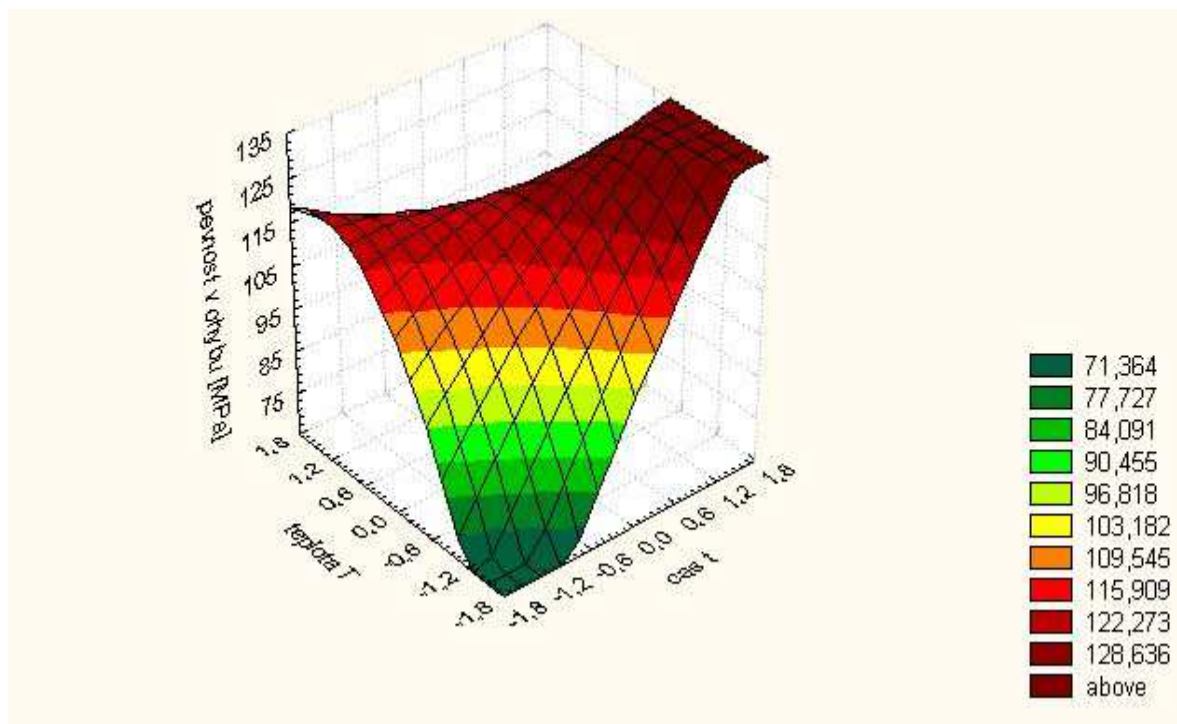
Bylo zjištěno, že vzorek LFX 023 dosáhl maximální hodnoty pevnosti v ohybu 130 MPa při vytvrzování na nejdelší doby v intervalu $t = 200$ až 240 min a teploty $T = 82$ až 110 °C, které byly na základě centrálně složeného rotačního experimentu stanoveny (*Obr. 45*). Nejvyšší hodnota pevnosti v ohybu byla tedy vyvozena z teplot, které byly určeny pro experiment jako nejnižší až střední.

Kombinace vysokých časů a teplot vytvrzování byla z hlediska závislosti na pevnosti v ohybu velmi nevhodná, jelikož se hodnoty znatelně snižovaly.

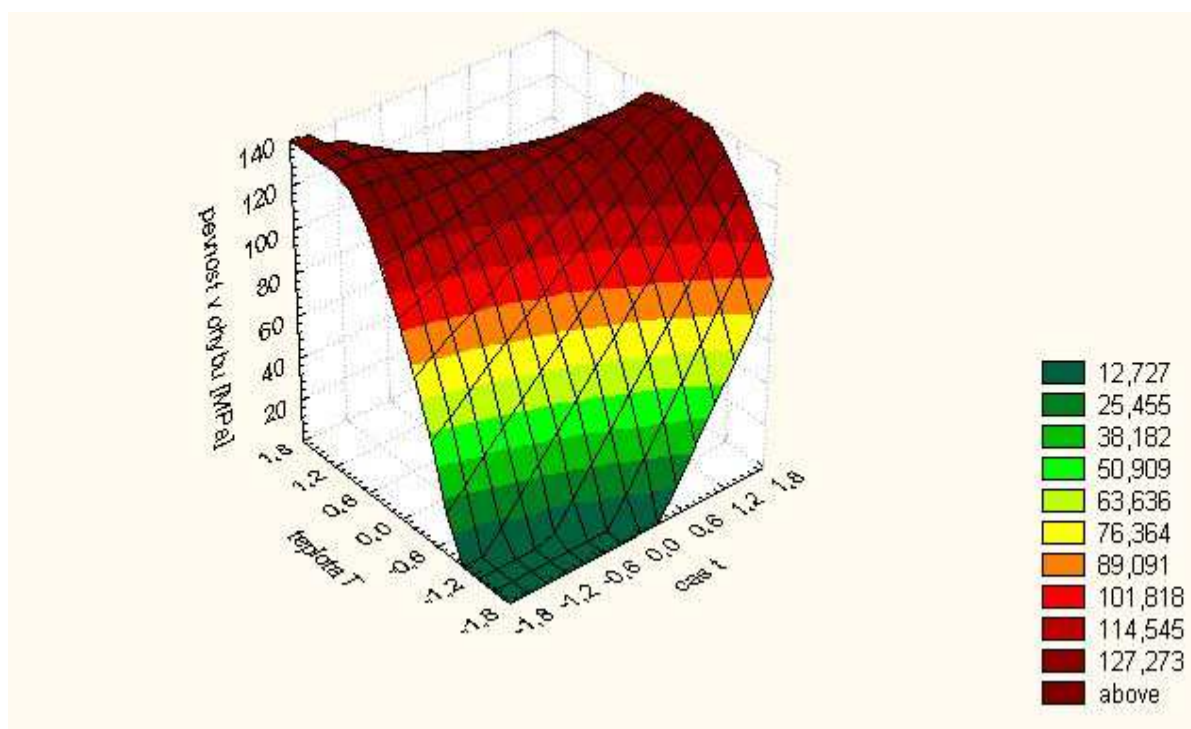
7.3.2 Vzorek LFX 033

Závislost pevnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro vzorek LFX 033 vypovídá o tom, že při nízkých teplotách T i časech t byla pevnost v ohybu velmi nízká (*Obr. 46*). Těleso bylo tím pádem velmi křehké a poměrně snadno se zlomilo.

Napětí v ohybu bylo rostoucí se zvyšující se hodnotou teploty a částečně i času vytvrzování. Nejvyšších hodnot pevnosti v ohybu 130 MPa bylo dosaženo u vzorku LFX 033 při vysokých teplotách vytvrzování, které byly charakterizovány rozsahem $T = 120$ až 140 °C a nízkým časem do $t = 50$ min. Druhou variantou pro získání nejvyšších hodnot bylo zvolení vysokých časů v rozmezí $t = 100$ až 130 min a středních hodnot teploty $T = 100$ až 115 °C.



Obr. 45. Závislost pevnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023



Obr. 46. Závislost pevnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033

7.4 Závislost modulu pružnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

7.4.1 Vzorek LFX 023

Nejlepší výsledky vzorku LFX 023 byly dosaženy ve 2 případech. První alternativou byla kombinace velmi vysokého času $t = 220$ až 240 min s teplotou co nejnižší $T = 90$ °C (Obr. 47).

Druhá varianta byla kombinací času co nejnižšího $t = 35$ až 40 min a teploty vytvrzování co nejvyšší $T = 140$ °C.

Při obou těchto kombinacích byla dosažena hodnota modulu pružnosti kolem 3400 MPa.

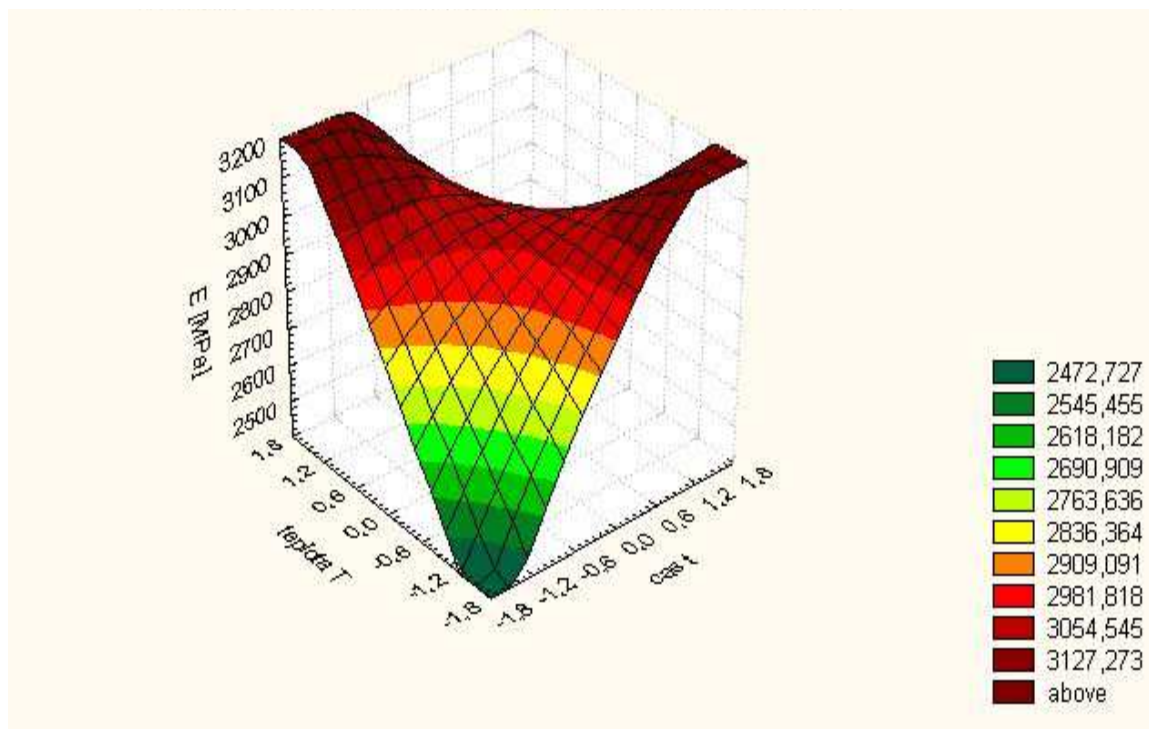
Z pohledu závislosti modulu pružnosti na čase a teplotě vytvrzování, byla kombinace vysokých teplot a vysokých časů opět nevyhovující (Obr. 47).

7.4.2 Vzorek LFX 033

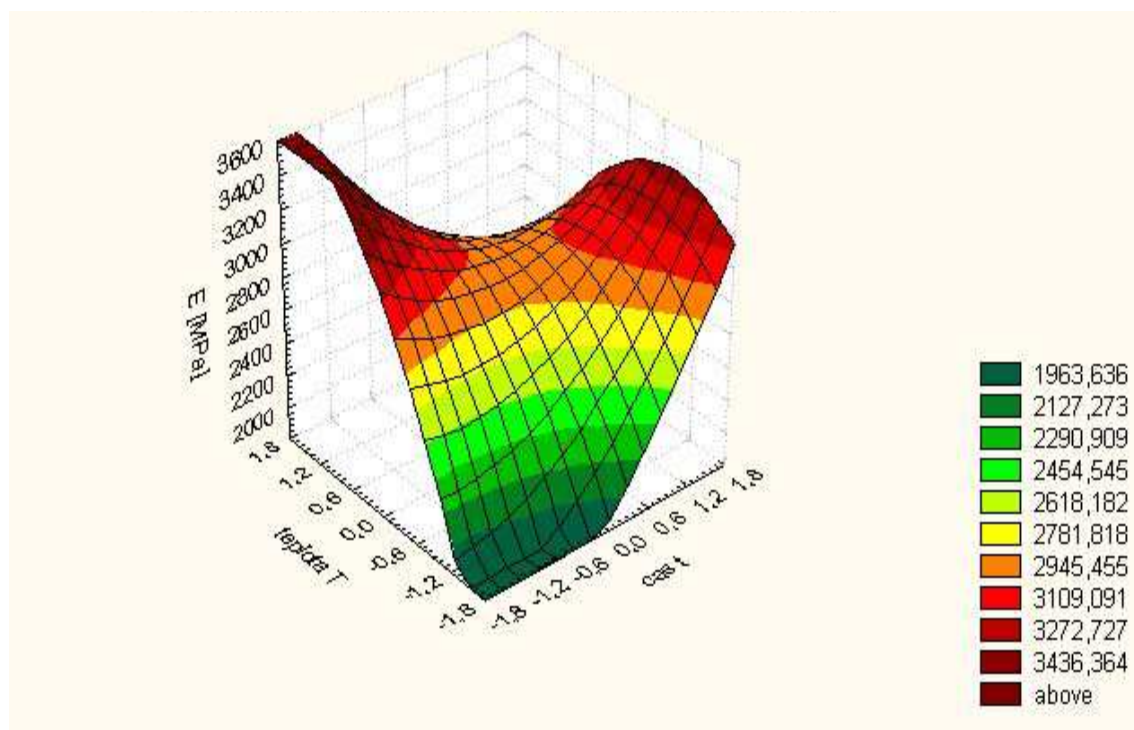
Nejvyšší hodnoty u vzorku LFX 033 byly dosaženy, když byl materiál vytvrzován za vyšších teplot $T = 110$ až 120 °C ale za těch nejnižších časů do $t = 25$ min (Obr. 48). Hodnota modulu pružnosti za výše zmíněných podmínek dosahovala hodnoty blížíící se 3400 MPa.

Druhou alternativou získání vysokých hodnot modulu pružnosti v materiálu u vzorku LFX 033 bylo zkombinování poměrně vysokého času vytvrzování a to $t = 100$ až 130 min se středním teplotním rozpětím $T = 90$ až 110 °C. U těchto hodnot modulu pružnosti v závislosti na čase a teplotě vytvrzování, ale nebylo dosaženo takových hodnot jako tomu bylo při kombinaci vysokých teplot a nízkých časů.

Jestliže byl spojen střední čas se střední teplotou vytvrzování, hodnota modulu pružnosti v ohybu spadla z maximální hodnoty 3400 MPa na hodnotu pod 3000 MPa. Tato skutečnost byla ilustrována tzv. sedlem (Obr. 48).



Obr. 47. Závislost modulu pružnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023



Obr. 48. Závislost modulu pružnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033

8 DISKUSE VÝSLEDKŮ POROVNÁNÍM FYZIKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ DVOU VZORKŮ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC PO VYTVRZENÍ – LFX 023 A LFX 033

8.1 Porovnání závislosti T_g na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

Teplota skelného přechodu (T_g) závisí na konverzi, která je definovaná jako procento polymeru, které vzniklo po určité době polymerace. Nejdůležitějším faktorem ovlivňujícím T_g je ohebnost řetězce.

U zkušebních těles LFX 023 a LFX 033 byla stanovena teplota skelného přechodu, protože se jedná o jednu ze základních a zcela nezbytných materiálových charakteristik v oblasti polymerů.

T_g byla stanovena pomocí diferenciální snímací kalorimetrie (DSC). Tato metoda měřila průběh přísunu tepelné energie tak, aby teploty vzorku polymeru a referenčního vzorku byly stejné. Metoda sledovala tepelné změny v závislosti na teplotě, stanovovala tepelné kapacity materiálů a určovala T_g .

Pro studium vztahu T_g v závislosti na čase a teplotě vytvrzování byly číselné hodnoty u vzorku LFX 023 převedeny do Tab. 23 a vyneseny do 3D grafu na Obr. 41.

Tab. 23. Výsledné hodnoty T_g vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	45	180	45	180	34	240	90	90	90
T [°C]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
T_g [°C]	70,8	92,4	94,9	95,4	93,6	98,7	56,7	91,4	88,1

Nejvyšších hodnot dosáhla T_g ve vzorku LFX 023 ve dvou případech kombinacemi různých hodnot teploty a času vytvrzování. Prvních vrcholných hodnot T_g dosáhla, jestliže byla zvolena poměrně střední teplota vytvrzování $T = 110$ až 120 °C v kombinaci s těmi nejvyššími časy $t = 240$ min. Touto kombinací vytvrzovacích teplot a časů bylo dosaženo hodnot dosahujících téměř $T_g = 99$ °C.

Podobných hodnot T_g dosáhla, jestliže byly spojeny nejvyšší teploty vytvrzování $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ s časy vytvrzování co nejnižšími $t = 35$ až 40 min.

Pro studium vztahu T_g v závislosti na čase a teplotě vytvrzování byly číselné hodnoty u vzorku LFX 033 převedeny do Tab. 24 a vyneseny do 3D grafu na Obr. 42.

Tab. 24. Výsledné hodnoty T_g vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	25	100	25	100	18,75	133	50	50	50
T [$^{\circ}\text{C}$]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
T_g [$^{\circ}\text{C}$]	71,8	75,4	94,1	97,5	85,3	98,5	39,4	97,0	99,2

Hodnota T_g se u vzorku LFX 033 v závislosti s rostoucí teplotou vytvrzování prudce zvyšovala. Nejvyšší hodnoty T_g byly dosaženy při teplotním rozmezí $T = 110$ až $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ v závislosti s poměrně širokým časovým rozpětím $t = 50$ až 130 min. Z této skutečnosti vyplývalo, že hodnota T_g byla na době vytvrzování poměrně nezávislá.

Hodnoty u vzorku LFX 033 vykazovaly při vyšších vytvrzovacích teplotách klesající tendenci. Tato skutečnost byla ovlivněna přidavkem tvrdidla, které bylo součástí materiálu a při teplotě přesahující $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ nastala degradace, čímž došlo k porušení sítě a poklesu hodnot T_g .

Tato skutečnost byla potvrzena také vizuálně. Vzorky, které byly vytvrzovány při teplotě $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, vlivem degradace tvrdidla zežloutly.

Z uvedených výsledků pro LFX 023 a LFX 033 vyplývá, že vyšší hodnoty T_g byly naměřeny u vzorku LFX 033, čímž se jeví jako přijatelnější. Tyto maximální hodnoty byly navíc naměřeny při vytvrzovacích časech, které byly stanoveny centrálně složeným rotačním experimentem jako střední $t = 50$ min, čímž lze tento materiál hodnotit pozitivně i z hlediska ekonomické využitelnosti.

8.2 Porovnání závislosti rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

Zkušební tělesa dvou různých typů epoxidových pryskyřic LFX 023 a LFX 033 byla připravena podle normy ČSN EN ISO 179. Zkušební vzorky byly lisovány ve formě desek při různých teplotách a časech (*Tab. 1*).

Zkouška rázové houževnatosti byla provedena metodou Charpy. Na jejím základě se stanovovala hodnota rázové houževnatosti pro oba zkoumané vzorky.

Byly naměřeny hodnoty síly v závislosti na čase z průběhu rázových vln, které byly převedeny do číselných hodnot a poté graficky zpracovány. Vzniklé závislosti poskytovaly důležité informace o vývoji lomu ve zkušebních tělesech.

Pro stanovení rázové houževnatosti a_{cU} byl použit vztah (9) (viz. kapitola 5.2.1). Naměřené hodnoty jsou uvedeny v kapitole 6.1. Stanovení rázové houževnatosti.

Z naměřených hodnot rázové houževnatosti byly vyneseny 3D grafy pro oba typy vzorků. Za proměnné byly dosazeny teploty a časy použité pro vytvrzování a dále pak výsledné hodnoty rázové houževnatosti zjištěné na Charpyho kladivě.

Proces změny hodnot rázové houževnatosti u vzorku LFX 023 byl sledován v závislosti na různých vytvrzovacích časech a teplotách (*Obr. 43*).

Maximální hodnoty rázové houževnatosti u vzorku LFX 023 byly naměřeny v odlišných časech (*Tab. 25*). Tyto doby byly charakterizovány hodnotami $t = 90$ min a $t = 240$ min. Je tedy evidentní, že nejvyšší hodnoty rázové houževnatosti nejsou tak podřízeny času ale spíše teplotě vytvrzování, která byla v obou těchto případech nastavena na teplotu $T = 110$ °C.

Tab. 25. Výsledné hodnoty rázové houževnatosti vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	45	180	45	180	34	240	90	90	90
T [°C]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
a_{cU} [kJ.m⁻²]	6,8	40,5	9,9	10,7	16,5	50,3	39,5	10,5	51,2

Vzorek LFX 023, který byl vytvrzován za teploty $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$ dosáhl na základě nízkých časů i teplot relativně vysokou hodnotu rázové houževnatosti. Z důvodu nízké vytvrzovací teploty mohla tedy ve vzorku převažovat složka, díky které se tento materiál choval stále jako viskoelastický.

Nejvyšší hodnoty rázové houževnatosti u vzorku LFX 033 (Obr. 44) byly naměřeny v intervalu teplot $T = 110$ až $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ a časů $t = 25$ až 130 min (Tab. 26). Zvýrazněné sloupce zobrazují nejvyšší naměřené hodnoty rázové houževnatosti v závislosti na čase a teplotě vytvrzování.

Tab. 26. Výsledné hodnoty rázové houževnatosti vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	25	100	25	100	18,75	133	50	50	50
T [$^{\circ}\text{C}$]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
a_{cU} [$\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$]	0,7	23,7	79,2	22,6	20,7	82,9	0,6	23,7	70,9

S rostoucí teplotou vytvrzování a velmi malou závislostí na čase se hodnoty rázové houževnatosti zvyšovaly. Se vzrůstající teplotou narůstala i konverze, která významně ovlivňovala vlastnosti materiálu. Konkrétně se zvyšovala pevnost a tuhost zkušebních těles.

Volba vyšších teplot vytvrzování u vzorku LFX 033 nebyla shledána jako vhodná. Vysoké teploty měly za následek degradaci tvrdidla, které bylo do materiálu přidáno. Toto tvrdidlo na bázi terciárního aminu, mělo totiž tu vlastnost, že za teplot vyšších než $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ degradovalo, což se poměrně negativně projevilo na pevnosti materiálu.

Vzorky, které byly vytvrzovány při nejnižších teplotách $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, byly shledány jako naprosto nevhodné pro budoucí využití. Vlivem těchto teplot, mohlo tudíž proběhnout jen velmi malé procento kontinuálního síťování, a tím se polymerace přerušila při relativně malém stupni konverze.

Při posouzení rozdílnosti naměřených hodnot bylo patrné, že u vzorku LFX 033 byly naměřeny daleko vyšší hodnoty rázové houževnatosti než u vzorku LFX 023. Tyto hodnoty, které v některých případech až dvakrát převyšovaly naměřené výsledky LFX 023, byly přitom určeny za poměrně totožných vytvrzovacích teplot. Tento hodnotový rozptyl u

dvou sledovaných vzorků je dán vlivem různorodých tvrdidel, které byly do vzorků přimíchány. Každé tvrdidlo vykazovalo v závislosti na čase a teplotě vytvrzování různorodé vlastnosti.

Vzorek LFX 033 můžeme přesto z hlediska závislosti rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování hodnotit jako vhodnější.

Z výsledných závislostí vyplývá, že při vytvrzování je materiál závislý především na teplotě vytvrzování než-li na jeho čase. Tato teplota se pohybuje v rozmezí $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ a je směrodatná pro oba vzorky.

8.3 Porovnání závislosti pevnosti v ohybu na teplotě a čase vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

Zkušební tělesa byla připravena podle normy ČSN EN ISO 178 ze dvou druhů epoxidových pryskyřic LFX 023 a LFX 033, které se lišily přísadkou odlišného tvrdidla. Tyto experimentální vzorky byly připraveny lisováním v ocelové formě a vytvrzeny za vymezených časů a teplot (*Tab. 1*).

Z každého měření bylo vždy odebráno 5 vzorků a podrobeno ohybové zkoušce podle normy ČSN EN ISO 178 na trhacím stroji Zwick 1456. V průběhu zkoušky byla zaznamenávána velikost síly a odpovídajícího průhybu automatickým záznamovým zařízením testXpert®, které poskytovalo úplnou křivku napětí v ohybu v závislosti na deformaci.

Z napětí v ohybu a odpovídající deformace ohybem byla vypočítána pevnost v ohybu σ_{FM} a modul pružnosti v ohybu E_f , jehož vzorec je popsán vztahem (10) (viz kapitola 6.2).

Ohybové zkoušky přinesly množství experimentálních dat, které podrobně vypovídaly o mechanických vlastnostech dvou různých epoxidových pryskyřic. Výsledné hodnoty jsou závislé na různých teplotách a časech určených pro vytvrzování vzorků.

Z naměřených hodnot modulu pružnosti a pevnosti v ohybu v závislosti na časech a teplotách vytvrzování byly vytvořeny 3D grafy pro oba typy vzorků LFX 023 a LFX 033.

Průběh změny hodnot pevnosti v ohybu u vzorku LFX 023 byl sledován v závislosti na různých vytvrzovacích časech a teplotách. Tyto závislosti vykresluje *Obr. 45*, u kterého lze pozorovat maximální hodnoty pevnosti v ohybu.

Maximální hodnoty pevnosti v ohybu u vzorku LFX 023 byly naměřeny do 130 MPa a převedeny do Tab. 27.

Tab. 27. Výsledné hodnoty pevnosti v ohybu vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	45	180	45	180	34	240	90	90	90
T [°C]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
σ_{fM} [MPa]	70,0	129,1	116,5	117,2	126,7	119,8	124,70	90,4	123,5

Vzorky s těmito hodnotovými maximy byly vytvrzovány za spojení středních až vysokých časů $t = 90$ až 240 min a nízkých až středních teplot $T = 82$ až 110 °C. Nejvyšší hodnota pevnosti v ohybu byla tedy vyvozena z teplot, které byly určeny pro experiment jako nejnižší až střední a dále pak časů, které byly stanoveny jako střední až vysoké.

Spojení vysokých časů a teplot, které bylo aplikováno při vytvrzování, bylo z hlediska závislosti na pevnosti v ohybu velmi nevhodné, jelikož se hodnoty znatelně snižovaly.

U vzorku LFX 033 byla závislost napětí v ohybu na teplotě a čase vytvrzování znázorněna na Obr. 40 a číselné hodnoty převedeny do Tab. 28.

Tab. 28. Výsledné hodnoty pevnosti v ohybu vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	25	100	25	100	18,75	133	50	50	50
T [°C]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
σ_{fM} [MPa]	20,5	130,4	114,1	120,7	118,7	112,8	10,5	119,2	119,9

Nejvyšší hodnoty 130 MPa bylo dosaženo kombinací poměrně nízké teploty $T = 90$ °C a vysokého času $t = 100$ min. Při posouzení ostatních výsledných hodnot, které se hodnotě 130 MPa přibližovaly, je možno prohlásit, že tyto hodnoty pevnosti v ohybu narůstaly v závislosti s rostoucí teplotou a na čase byly poměrně nezávislé.

Vzorky, které byly vytvrzovány při nízkých časech i teplotách, byly shledány jako naprosto nevhodné pro budoucí využití.

Po zhodnocení pevnosti v ohybu u obou vzorků bylo patrné, že si byly výsledné hodnoty ve svých maximech podobné u LFX 023 i LFX 033 (*Tab. 27 a Tab. 28*). Protože bylo třeba klasifikovat nejen mechanické vlastnosti, ale i podmínky, při kterých bylo těchto výsledných hodnot dosaženo, byl zhodnocen vzorek LFX 033 opět jako příhodnější. Tato skutečnost mohla být způsobena druhem tvrdidla, které bylo do vzorku přimícháno. Toto tvrdidlo totiž disponovalo vlastnostmi, které byly schopny rychleji a lépe vytvrdit daný materiál.

8.4 Porovnání závislosti modulu pružnosti v ohybu na teplotě a čase vytvrzování pro LFX 023 a LFX 033

Mechanické vlastnosti byly posuzovány nejen na základě technologických parametrů, které byly pro výrobu stanoveny, ale také v souvislosti se složením připravovaných směsí pro lisování, tj. s druhem přidaného tvrdidla.

Pro stanovení modulu pružnosti v ohybu byl použit vztah (10) (viz. kapitola 6.2).

Naměřené hodnoty modulu pružnosti v závislosti na čase a teplotě vytvrzování jsou uvedeny pro vzorek LFX 023 v *Tab. 29* a zobrazeny na *Obr. 47*.

Tab. 29. Výsledné hodnoty modulu pružnosti vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	45	180	45	180	34	240	90	90	90
T [°C]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
E_f [MPa]	2500	3048	3017	2931	3073	2874	2361	2972	3000

Nejlepší výsledky byly dosaženy ve 2 případech:

- kombinace vysokých časů $t = 180$ až 240 min s teplotami co nejnižšími $T = 90$ °C,
- spojení co nejnižších časů $t = 35$ až 40 min a teplot nad $T = 110$ °C.

Při obou těchto kombinacích byla dosažena hodnota modulu pružnosti přes 3000 MPa.

Při porovnání hodnot modulu pružnosti u vzorku LFX 023 bylo patrné, že se téměř všechny výsledky pohybovaly kolem 3000 MPa. Odchylka od této hodnoty byla u mnoha

výsledných měření téměř zanedbatelná. Lze tedy tvrdit, že modul pružnosti v ohybu není v tomto případě příliš závislý na teplotě ani na čase.

Z uvedených závislostí vyplývá, že bylo-li třeba dosáhnout u vzorku LFX 023 hodnotu modulu pružnosti 3000 MPa, mohla být získána z velice variabilních teplot a časů stanovených pro vytvrzování vzorku.

Naměřené výsledky modulu pružnosti v závislosti na čase a teplotě vytvrzování pro vzorek LFX 033 byly shrnuty v *Tab. 30* a pro srovnání těchto závislostí vykresleny na *Obr. 48*.

Tab. 30. Výsledné hodnoty modulu pružnosti vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování

Číslo pokusu	1	2	3	4	5	6	7	8	9
t [min]	25	100	25	100	18,75	133	50	50	50
T [°C]	90	90	130	130	110	110	82	140	110
E_f [MPa]	2100	3201	2875	2834	3400	2771	2050	2963	2867

Z hodnot v tabulce bylo patrné, že nejvyšších výsledků bylo dosaženo, když byl materiál vytvrzován za středních teplot v rozmezí $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ a za těch nejnižších časů $t = 25\text{ min}$. Hodnota modulu pružnosti za výše zmíněných podmínek dosahovala hodnoty 3400 MPa.

Druhou alternativou získání vysokých hodnot modulu pružnosti u vzorku LFX 033 bylo zkombinování poměrně vysokého času vytvrzování $t = 100\text{ až }130\text{ min}$ se středním teplotním rozpětím $T = 90\text{ až }110\text{ }^{\circ}\text{C}$. U těchto hodnot modulu pružnosti v závislosti na čase a teplotě vytvrzování ale nebylo dosaženo takových hodnot, jako tomu bylo při kombinaci vysokých teplot a nízkých časů.

Při spojení vysokých časů a teplot vytvrzování vykazovaly hodnoty modulu pružnosti klesající trend. Vlivem vysokých teplot a časů tvrdidlo degradovalo a ztrácelo získané vlastnosti při těchto podmínkách. Bylo tedy patrné, že zvyšující se teplota má spíše negativní vliv na pozdější mechanické vlastnosti vzorku.

Pro porovnání těchto dvou vzorků z hlediska závislosti modulu pružnosti na stanovených proměnných bylo třeba porovnávat nejen výsledné hodnoty, ale také technologické postupy, které byly základním pilířem pro jednotlivé experimenty. Studie těchto výsledků byla přínosem směřujícím k možnosti porovnání obou vzorků LFX 023 a LFX 033.

Z výsledků pro vzorky LFX 023 a LFX 033 vyplývá, že hodnoty, které byly vyčteny z mechanických vlastností při experimentu, vykazují u obou těchto vzorků rozdíly. Ze zvýrazněných sloupců bylo patrné, že hodnotovými maximy disponuje vzorek LFX 033 (*Tab. 29* a *Tab. 30*). Tyto rozdíly v hodnotách byly přitom naměřeny za podobných vytvrzovacích podmínek.

ZÁVĚR

Pro experiment byla použita epoxidová pryskyřice, která byla připravena z bisfenolové báze za použití tvrdidla na základě terciárního aminu.

Tato diplomová práce se zabývala stanovením optimálních parametrů vytvrzování epoxidových pryskyřic typu LFX 033 vyhodnocením fyzikálních vlastností po vytvrzení. A dále pak porovnáním těchto vlastností s fyzikálními vlastnostmi druhé epoxidové pryskyřice LFX 023.

Tyto optimální parametry vytvrzování bylo možno získat pomocí mechanických vlastností výsledného produktu. Rázová houževnatost byla určena rázovou zkouškou na Charpyho kladivě. Na zkušebních vzorcích byla dále provedena ohybová zkouška, která byla realizována na trhacím stroji Zwick typu 1456, kde byl změřen modul pružnosti a pevnost v ohybu.

Na základě změřených vzorků byly zhotoveny 3D grafy, které zobrazovaly závislost teploty skelného přechodu, modulu pružnosti, rázové houževnatosti a pevnosti v ohybu na předepsaných proměnných. Z těchto závislostí byly vyvozeny závěry pro oba typy vzorků LFX 023 a LFX 033.

Bylo zjištěno, že obsah různého tvrdidla ve vzorcích výrazně ovlivňuje mechanické vlastnosti. Z výsledků je patrné, že s rostoucí teplotou docházelo k výraznému vylepšení vlastností vzorku. Tyto teplotní hodnoty však nesměly přesáhnout hranici, kdy začalo tvrdidlo degradovat. Degradace tvrdidla ve vzorku byla rozpoznatelná i vizuálně. Tento fakt se projevoval zejména u vzorku LFX 033, kdy vyšší teplota výrazněji prohlubovala rozdíly v hodnotách. Optimálních parametrů vytvrzování vzorku bylo dosaženo jak při vysokých tak i nízkých vytvrzovacích časech. Z toho plyne, že naměřené hodnoty byly na době vytvrzování poměrně nezávislé.

Pro vzorek LFX 023 byla jako nejvhodnější shledána kombinace vytvrzovacích teplot kolem $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ a časů $t = 90\text{ min}$.

U vzorku LFX 033 byla jako nejvhodnější zvolena kombinace středních teplot kolem $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ a poměrně širokého časového intervalu. Spojením těchto proměnných, bylo dosaženo získání optimálních parametrů pro vytvrzování materiálu.

Vlivem vysokých teplot a časů tvrdidlo degradovalo a tím ztrácelo získané vlastnosti při těchto podmínkách. Zvyšující se teplota měla tedy od určité míry negativní vliv na pozdější fyzikální vlastnosti vzorku.

Při srovnávání těchto dvou vzorků z hlediska závislosti naměřených veličin na stanovených proměnných bylo třeba porovnávat nejen výsledné hodnoty, ale také technologické postupy při vytvrzování, které byly základním pilířem pro jednotlivé experimenty. Studie těchto výsledků byla přínosem směřujícím k možnosti porovnání obou vzorků LFX 023 a LFX 033.

Po klasifikaci všech fyzikálních vlastností ale i podmínek, při kterých bylo těchto výsledných hodnot dosaženo, byl zhodnocen vzorek LFX 033 jako vhodnější. Tato skutečnost mohla být způsobena druhem tvrdidla, které bylo do vzorku přimícháno. Toto tvrdidlo totiž disponovalo vlastnostmi, které byly schopny rychleji a lépe vytvrzovat daný materiál.

SUMMARY

This master thesis compare two kinds of epoxy resins considering their physical properties evaluated after the resin's curing. I could determine optimal curing parameters due to the number of performed experiments.

Physical properties of the samples were evaluated on the basis of changes of the following quantities commensurate with temperature and time of the curing: glass transition temperature, impact strength, flexural strenght and modul of elasticity.

The acquired test results show that increasing temperature positively influences testing material until the hardener starts to degrade. The best results were achieved during long and short curing periods as well. That means that acquired values were quite independent on the time of curing.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] ŠKEŘÍK, Jan. *Plasty v elektrotechnice a elektronice*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1991. 516 s. ISBN 80-03-00657-0
- [2] ŠTĚPEK, Jiří. *Technologie zpracování a vlastnosti plastů*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1989. 638 s. ISBN 04-602-89
- [3] VESELÝ, Karel. *Polymery – struktura, syntézy, vlastnosti, zpracování*. 1. vyd. Brno: ČSPCH – pobočka Uniplast Brno, 1992. 178 s. 80-02-00951-7
- [4] ČAUČÍK, P. a kolektiv. *Přísady do plastů*. 1. vyd. Bratislava: VTEL, 1985. 488 s.
- [5] BRUMMEL, Michal a kol. *Rozměrově přesné výrobky z plastů*. 1. vyd. Praha: Vydavatelství Úřadu pro normalizaci a měření, 1987. 272 s. 59-067-74
- [6] LANGMAIER, Ferdinand. *Adhese a adhesiva*. 1. vyd. Zlín: VUT Brno, FT Zlín, 1999. 106 s. ISBN 80-214-1373-5
- [7] TREBUŇA, F. ŠIMČÁK, F. JURICA, V. *Pružnost a pevnost I*. 1. vyd. Košice: VIENALA, 2000. 302 s. ISBN 80-7099-477-0
- [8] HUGO, J. a kol., *Konstrukční plastické hmoty*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1975. 528 s. 04-247-65
- [9] LIDARŽÍK, Miroslav. *Epoxidové pryskyřice*. 2. doplněné vyd. Praha: SNTL, 1961. 292 s. 05-146
- [10] *Objevy a vynálezy: kompozity* [online]. Dostupný z [www:<http://www.quido.cz/>](http://www.quido.cz/)
- [11] HRBÁČEK, J., PAVLICA, R., MRKVIČKOVÁ, S., BLÁHA, A. *2. evropská studentská konference organické a polymerní chemie*, Stanovení optimálních parametrů vytvrzování epoxidových pryskyřic vyhodnocením mechanických vlastností po vytvrzení, Vídeň 2004
- [12] Technology update: vacuum infusion. *Reinforced plastics*. 2004, č. 4, s. 28-29
- [13] *Technologie: lamináty a termoplasty* [online]. Dostupný z [www:<http://www.inext.cz/form/technologie.htm>](http://www.inext.cz/form/technologie.htm)
- [14] ANTONUCCI, V., GIORDANO, M., NICOLAIS, L., CALABRO, A., CUSANO, A., CUTOLO, A., INSERRA, S. Resin flow monitoring in resin film infusion process. *Elsevier Ltd*. 2003, s. 687-692

- [15] *Snímače teploty: Termočlánky pro měření teploty* [online]. Dostupný z www: <http://www.aterm.cz/teperm.htm>
- [16] PAVLICA, Richard. *Vytvrzování polymerní matrice kompozitů*. Doktorandská dizertační práce. Zlín: UTB, 2003
- [17] ČSN EN ISO 178 (64 0607) *Plasty – Stanovení ohybových vlastností* (norma)
- [18] ČSN EN ISO 179 (64 0607) *Plasty – Stanovení rázové houževnatosti metodou charpy* (norma)
- [19] MIKULCOVÁ, A. *Rázová houževnatost upravených polypropylenů*. Diplomová práce. Zlín: VUT v Brně, 1999
- [20] LAPČÍK, Lubomír. RAAB, Miroslav. *Nauka o materiálech II*. 2. rozšířené vyd. Zlín: UTB Zlín, 2004. 132 s.
- [21] DROZD, Robert. *Příprava a studium mechanických vlastností beta-fáze polypropylenů*. Diplomová práce. Zlín: VUT v Brně, 2000

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

σ_{fM}	pevnost v ohybu
σ_{f1}	napětí v ohybu měřené při průhybu s_1
σ_{f2}	napětí v ohybu měřené při průhybu s_2
ε_{fi}	odpovídající deformace ohybem
$\varepsilon(F_{max})$	deformace při maximálním napětí
$\bar{x}$	aritmetický průměr
a_{cU}	rázová houževnatost
b	šířka zkušebního tělesa
E	aktivační energie
E_f	modul pružnosti v ohybu
h	tloušťka zkušebního tělesa
k	frekvenční faktor
l	délka zkušebního tělesa
L	rozpětí mezi podpěrami
n, m	konstanty
R	univerzální plynová konstanta
R_1	poloměr trnu
R_2	poloměr podpěr
s	průhyb
s_x	směrodatná odchylka
T	teplota vytvrzování
t	čas vytvrzování
T_g	teplota skelného přechodu
v_o	rychlost zkoušky

w	práce celková
W	deformační energie spotřebovaná k přeražení tělesa
w_h	zbývající energie, která vynese kyvadlo do určité výšky
w_i	práce spotřebovaná na iniciaci trhliny
w_i	práce spotřebovaná na propagaci trhliny
w_k	ztráty třením v ložiskách, ve vzduchu a vibracemi
w_z	práce spotřebovaná na odmrštění přeražených částí tělesa

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Výrobní proces epoxidových pryskyřic.....	13
Obr. 2. Reakce aminu s epoxidovým kruhem.....	14
Obr. 3. Různé typy lepených spojů. Namáhané: a) v tahu, b) ve smyku, c) v loupání.....	16
Obr. 4. Trubkové spoje	17
Obr. 5. Příklady různých konstrukcí lepených spojů.....	17
Obr. 6. Skelná tkanina.....	22
Obr. 7. Výroba pryskyřičné formy metodou RFI	27
Obr. 8. Část křídla letadla vyrobeného metodou RFI.....	28
Obr. 9. Sklolaminátový spoiler pro Škodu pick-up vyrobený metodou RFI.....	28
Obr. 10. Vnější bok City Busu vyroben metodou RFI	31
Obr. 11. Pneumatický lis VUGPT	35
Obr. 12. Termoelektrický článek	36
Obr. 13. Výlisek ve tvaru desky	41
Obr. 14. Tvar zkušební tělesa	41
Obr. 15. Charpyho kladivo firmy Zwick Roell.....	45
Obr. 16. Poloha zkušební tělesa na začátku zkoušky	46
Obr. 17. Schéma tříbodového systému ohybové zkoušky, průběh průřezového modulu a ohybového momentu	46
Obr. 18. Trhací stroj ZWICK 1456.....	48
Obr. 19. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T=90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=25\text{ min}$	52
Obr. 20. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T=90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T=100\text{ min}$	53
Obr. 21. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T=130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t=25\text{ min}$	54
Obr. 22. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	55
Obr. 23. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$	56
Obr. 24. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T=110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 133\text{ min}$	57

Obr. 25. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	58
Obr. 26. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T=140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	59
Obr. 27. Závislost síly (kN) na čase (ms) u vzorku připravovaného při $T =110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	60
Obr. 28. Závislost síly (kN) na čase (ms) všech devíti sérií měření.....	61
Obr. 29. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$	64
Obr. 30. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	65
Obr. 31. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$	66
Obr. 32. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	67
Obr. 33. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$	68
Obr. 34. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 133\text{ min}$	69
Obr. 35. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	70
Obr. 36. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	71
Obr. 37. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	72
Obr. 38. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci u sérií pokusů 5, 6, a 9	73
Obr. 39. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci u sérií pokusů 3, 4, a 8	74
Obr. 40. Grafická závislost napětí v ohybu na deformaci u sérií pokusů 1, 2, a 7	75
Obr. 41. Závislost teploty skelného přechodu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023	78
Obr. 42. Závislost teploty skelného přechodu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033	78
Obr. 43. Závislost rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023	80
Obr. 44. Závislost rázové houževnatosti na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033	80
Obr. 45. Závislost pevnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023.....	82
Obr. 46. Závislost pevnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033.....	82
Obr. 47. Závislost modulu pružnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 023	84
Obr. 48. Závislost modulu pružnosti v ohybu na čase a teplotě vytvrzování pro LFX 033	84

SEZNAM TABULEK

Tab. 1. Rozpis rotačního centrálně složeného experimentu pro vytvrzování epoxidů.....	39
Tab. 2. Pořadí, doby a teploty při vytvrzování výlisků	40
Tab. 3. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$	52
Tab. 4. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	53
Tab. 5. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$	54
Tab. 6. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	55
Tab. 7. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$	56
Tab. 8. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 133\text{ min}$	57
Tab. 9. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	58
Tab. 10. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	59
Tab. 11. Výsledky rázové houževnatosti při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	60
Tab. 12. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$	64
Tab. 13. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	65
Tab. 14. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 25\text{ min}$	66
Tab. 15. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 100\text{ min}$	67
Tab. 16. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 18,75\text{ min}$	68
Tab. 17. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 133\text{ min}$	69
Tab. 18. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 82\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	70
Tab. 19. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 140\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	71
Tab. 20. Výsledky ohyb. zkoušky při $T = 110\text{ }^{\circ}\text{C}$, $t = 50\text{ min}$	72
Tab. 21. Rozpis rotačního centrálně složeného experimentu pro vytvrzování epoxidů vzorku LFX 023	76
Tab. 22. Rozpis rotačního centrálně složeného experimentu pro vytvrzování epoxidů vzorku LFX 033	76
Tab. 23. Výsledné hodnoty T_g vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování.....	85
Tab. 24. Výsledné hodnoty T_g vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování.....	86
Tab. 25. Výsledné hodnoty rázové houževnatosti vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování	87
Tab. 26. Výsledné hodnoty rázové houževnatosti vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování	88

Tab. 27. Výsledné hodnoty pevnosti v ohybu vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování	90
Tab. 28. Výsledné hodnoty pevnosti v ohybu vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování	90
Tab. 29. Výsledné hodnoty modulu pružnosti vzorku LFX 023 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování	91
Tab. 30. Výsledné hodnoty modulu pružnosti vzorku LFX 033 v závislosti na čase a teplotě vytvrzování	92