

Dynamická mechanická analýza vstříkovaných polypropylenových kompozitů se skleněnými vlákny

Bc. Martin Novák

Diplomová práce
2017

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav fyziky a mater. inženýrství
akademický rok: 2016/2017

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Martin Novák**
Osobní číslo: **T15268**
Studijní program: **N2808 Chemie a technologie materiálů**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Dynamická mechanická analýza vstřikovaných polypropylenových kompozitů se skleněnými vlákny**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracovat rešerši se zaměřením na dynamické mechanické vlastnosti kompozitů.
2. Ověřit vhodnou metodiku měření frekvenčních a teplotních závislostí na přístroji DMA Mettler Toledo pro vstřikované vzorky.
3. Měřit dynamické mechanické charakteristiky ve zvoleném režimu.
4. Charakterizovat strukturu zkoumaných materiálů vybranými metodami.
5. Zpracovat a kriticky vyhodnotit experimentální data.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

1. Nielsen L.E., Landel, L.F.: Mechanical properties of polymers and composites, sec. ed. CRC Press 2009.
2. Manard, K.P.: Dynamic mechanical analysis, CRC Press 2008.
3. Ehrenstein, G.W.: Polymerní kompozitní materiály, Scientia 2009.
4. Meissner, B., Zilvarm V.: Fyzika polymerů, SNTL Praha 1987.

Vedoucí diplomové práce:

RNDr. Marta Sližová, CSc.

Ústav fyziky a mater. inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

3. února 2017

Termín odevzdání diplomové práce:

19. května 2017

Ve Zlíně dne 10. února 2017



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.
děkan



doc. Mgr. Aleš Mráček, Ph.D.
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

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

Ve Zlíně 19.5.2017

.....*Novák*.....

³¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

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

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

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

³²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

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

³³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

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

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

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

ABSTRAKT

Tato práce je zaměřena na studium dynamicko-mechanických vlastností a struktury vstříkovaných vzorků polypropylenových kompozitů se skleněnými vlákny.

Teoretická část se zabývá především kompozity s vlákny se zaměřením na strukturu a dynamické mechanické vlastnosti v závislosti na délce a úpravě vláken. Popsány jsou použité charakterizační metody – dynamická mechanická analýza (DMA), rentgenová difrakční analýza (XRD), skenovací elektronová mikroskopie (SEM).

Praktická část obsahuje popis vzorků kompozitů s krátkými a dlouhými skleněnými vlákny skrze jejich souřadný a ztrátový modul, $\tan \delta$, jejich změny v závislosti na teplotě a frekvenci a dále byla hodnocena XRD spektra a SEM fotografie pro studium lomové plochy a struktury kompozitu.

Klíčová slova: polypropylen, polypropylenový kompozit, kompozity s vlákny, Dynamická mechanická analýza (DMA), úprava vláken, délka vláken.

ABSTRACT

This work is dedicated to study of dynamical mechanical properties and structure of injection moulded samples of polypropylene composites with glass fibers.

Theoretical part aims foremost to study fiber composites, mainly their structure and dynamical mechanical properties in relation to length and treatment of fibres. Described are used characterization methods – Dynamical Mechanical Analysis (DMA), X ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (SEM).

Practical part contains description of composites through storage and loss modulus, $\tan \delta$, their changes depending on temperature and frequency and as next were evaluated X-ray diffraction spectras and SEM photographs for study of fault area and structure of composite.

Keywords: polypropylene, polypropylene composite, fibre composites, Dynamical Mechanical Analysis (DMA), fibre treatment, fibre length.

Rád bych tímto poděkoval mé vedoucí diplomové práce, RNDr. Martě Sližové, CSc. za podněty, rady, pomoc a odborné vedení v průběhu tvorby této práce. Poděkování dále patří Ing. Martinu Juříčkovi, Ph.D. za radu a mé rodině za nepřetržitou podporu v mém studiu.

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

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	12
1 POLYPROPYLEN	13
1.1 STRUKTURA A VLASTNOSTI POLYPROPYLENU	13
1.2 VÝROBA IZOTAKTICKÉHO POLYPROPYLENU	16
2 VLÁKNOVÉ POLYMERNÍ KOMPOZITY	17
2.1 VLASTNOSTI POLYMERNÍCH KOMPOZITŮ.....	17
2.2 DĚLENÍ POLYMERNÍCH KOMPOZITŮ.....	18
2.2.1 Typy polymerních matic	19
2.2.2 Typy výztuží.....	19
2.2.3 Vyztužující vlákna	20
2.2.4 Základní předpoklady pro vyztužující vlákna.....	21
2.2.5 Vliv délky vlákna	22
2.2.6 Vliv orientace vlákna	25
2.3 KOMPOZITY PLNĚNÉ SKLENĚNÝM VLÁKNEM.....	26
2.3.1 Výroba skleněného vlákna	26
2.3.2 Vlastnosti a typy skleněného vlákna	27
2.3.3 Fázové rozhraní vlákno-matrice.....	28
2.3.4 Modifikace povrchu skleněných vláken.....	30
3 POLYPROPYLEN PLNĚNÝ SKLENĚNÝMI VLÁKNY	32
3.1 VÝROBA.....	32
3.2 MECHANICKÉ VLASTNOSTI.....	33
3.2.1 Viskoelasticita	33
3.2.2 Mechanické chování.....	33
3.2.3 Vliv vláken na nukleaci matrice.....	34
3.3 METODY MĚŘENÍ.....	35
3.3.1 Dynamická mechanická analýza	35
3.3.2 XRD	41
3.3.3 Mikroskopie	43
II PRAKTICKÁ ČÁST	46
4 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE	47
5 ZKUŠEBNÍ TĚLESA	48
5.1 POUŽITÉ MATERIÁLY A PŘÍPRAVA VZORKŮ	48
6 METODIKA MĚŘENÍ	50
6.1 MIKROSKOPIE	50
6.1.1 Optický mikroskop.....	50
6.1.2 SEM.....	51
6.2 XRD	52
6.3 DMA.....	52
6.3.1 Přístroj.....	52

6.4	METODIKA MĚŘENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ A REPRODUKOVATELNOST VÝSLEDKŮ.....	53
6.4.1	Vliv upínání.....	54
6.4.2	Vliv velikosti deformace na měření	55
6.4.3	Další vlivy	58
7	VÝSLEDKY A DISKUZE	62
7.1	STRUKTURA	62
7.1.1	Mikroskopie	62
7.1.2	XRD	66
7.2	FREKVENČNÍ ZÁVISLOST	69
7.2.1	Superpozice teplota-frekvence	69
7.3	TEPLOTNÍ ZÁVISLOST	76
7.3.1	Vlastnosti polypropylenové matrice	76
7.3.2	Anizotropie kompozitu.....	80
7.3.3	Vliv délky vláken	83
7.3.4	Vliv množství vláken	86
7.3.5	Vliv podmínek přípravy	88
7.3.6	Srovnání komplexních modulů	92
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	94
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	100
	SEZNAM OBRÁZKŮ	102
	SEZNAM TABULEK.....	107
	SEZNAM PŘÍLOH.....	108

ÚVOD

Polypropylen (PP) je materiál, jehož vlastnosti značně závisí na jeho struktuře. Jako první byl připraven s ataktickou strukturou Bertholdem [1] již v roce 1869 a je tedy jedním z nejmladších plastů. Jeho stereoregulární formy (syndiotaktický, izotaktický) se objevily teprve později a výroba izotaktického polypropylenu byla zvládnuta až v roce 1954 na základě práce Zieglera. Proces produkce stereoregulárních forem polypropylenu byl zdokonalen profesorem Giulio Nattainem v Itálii. Od jmen těchto dvou osobností pochází název Ziegler-Nattových katalyzátorů. Jeho komerční produkce začala v roce 1957 a postupně se stal jedním z nejpoužívanějších polymerů [2, 3].

Kompozity samotné jsou využívány v průmyslu již řadu let. Své uplatnění nachází v automobilovém, vojenském, stavebním, leteckém i obuvnickém průmyslu a mnoha dalších. Obvykle se jedná o materiál obsahující matici a výztuž. Spojením těchto dvou materiálů lze dosáhnout vlastností nedosažitelných nebo alespoň obtížně dosažitelných pro jediný materiál. Kompozity jsou tak levnější a svými mechanickými vlastnostmi atraktivnější než většina tradičních materiálů, jako je například kov či keramika. Studium těchto vlastností je však vzhledem k takřka nekonečnému množství kombinací různých matic a výztuží přinejmenším časově náročné, a pochopení chování kompozitu vyžaduje znalosti značného množství různých disciplín. Pro studium je tedy nutné se zaměřit vždy na pouze velmi úzký okruh jak vlastností, tak vybraných vzorků a případně navázat na předchozí poznatky.

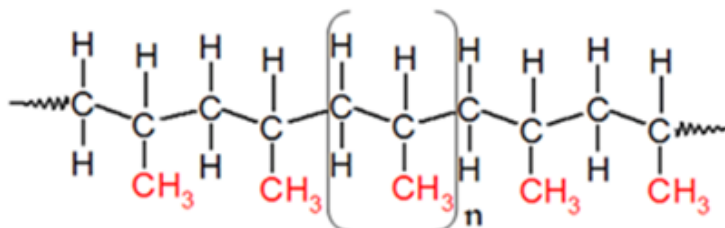
Cílem práce je studium dynamických mechanických vlastností polypropylenových kompozitů plněných dlouhými skleněnými vlákny dynamickou mechanickou analýzou (DMA). Jelikož vstříkované vzorky polypropylenu byly relativně tuhé, bylo potřeba nalézt vhodnou metodiku měření teplotních a frekvenčních závislostí. Měření pobíhalo na přístroji DMA Mettler Toledo v ohybu (metoda dual cantilever bending). Na základě získaných dat byly vytvořeny křivky superpozice teplota-frekvence. Pomocí superpozice lze předpovídat chování polymeru při frekvencích nedosažitelných přístrojem. Těmito frekvencím je přitom v praxi daný výrobek často vystavován a jeho vlastnosti za těchto podmínek je potřeba zdokumentovat. Pro získání informací o struktuře bylo použito XRD, kdy je možné hodnotit krystalinitu polymerní matrice kompozitu a dokonce i typ krystalitů. SEM mikroskopem lze studovat lomovou plochu kompozitu, což poskytne představu o vazbách mezi vláknem

a maticí a lze zde také pozorovat orientaci vláken. Pomocí optického mikroskopu byl studován nespalitelný zbytek kompozitu, pozorována byla orientace, rozměry vláken a barva zbytku. Orientace vláken má podstatný vliv na vlastnosti kompozitu v určitém směru.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYPROPYLEN

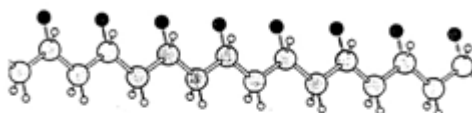
1.1 Struktura a vlastnosti polypropylenu



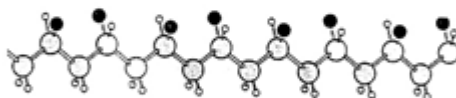
Obr. 1.: Struktura polypropylenu [4]

Polypropylen má stejné složení hlavního řetězce jako polyethylen, na každý druhý uhlíkový atom hlavního řetězce však připadá metylová skupina v konfiguracích hlava-hlava, hlava-pata, pata-pata. Vyskytuje se v několika konfiguracích, z nichž nejběžnější je jeho izotaktická forma. Míra pravidelnosti konfigurace řetězce se nazývá také index izotakticity. Tento index bývá uváděn výrobcem [5].

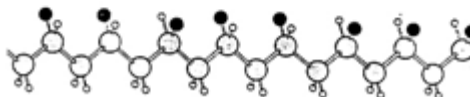
Izotaktický



Syndiotaktický



Ataktický



Obr. 2.: Konformace polypropylenu [2]

- a) Izotaktický PP (iPP): metylové skupiny jsou umístěny jen na jedné straně hlavního uhlíkového řetězce. Má šroubovicový tvar, kdy pro vytvoření jednoho celého závitu (360° rotace) je potřeba tří monomerních jednotek. Šroubovicové uspořádání umožňuje tvorbu krystalitů [1, 6, 7].

- b) Syndiotaktický PP (sPP): methylové skupiny se pravidelně střídají po obou stranách hlavního řetězce. Vykazuje vyšší ohebnost řetězce než iPP, což umožňuje vznik molekulárních zapletenin v tavenině. Výsledkem je zlepšení jeho vlastností oproti iPP jako odolnost UV záření, elasticita a odolnost proti přetržení. Je schopný krystalizovat [1, 6, 7].
- c) Ataktický PP (aPP): methylové skupiny se náhodně střídají podél hlavního uhlovodíkového řetězce. Ataktický PP má tedy zcela amorfni strukturu. Je rozpustný v široké škále rozpouštědel, je lepivý a má nízkou molekulovou hmotnost. Z těchto důvodů je nepoužitelný jako konstrukční materiál a používá se například jako speciální tmel [1, 6, 7].

S polypropylenem se nejběžněji setkáváme jako s semikrystalickým, semi-rigidním termoplastem. Bývá translucenční s dobrou chemickou a teplotní odolností. Je houževnatý a odolný vůči opotřebení. Jeho chemická odolnost zůstává dobrá i za zvýšených teplot a vykazuje také dobré elektroizolační vlastnosti [1].

Přítomnost methylové skupiny činí řetězec náchylnější k oxidaci. Terciární uhlík totiž poskytuje místo pro oxidaci a PP je tedy méně stabilní než PE přičemž peroxidy a radiace řetězec místo síťování štěpí. Zároveň jej dělá o něco tužším – zvyšuje se teplota tání (T_m) oproti případu, kdy se na hlavním řetězci methylová skupina nevyskytuje jako např. u PE. Substituenty ale mohou zároveň bránit symetrickému uspořádání – snižuje se jeho schopnost krystalizace. Se zvyšující se mírou krystalinity roste T_m a naopak [2].

Tab. 1.: Vlastnosti různých forem polypropylenu [5]

Polypropylen	Hustota [g/cm ³]	Teplota tání [°C]	Mez pevnosti [MPa]	Rozpustnost v uhlovodících při 23 °C
Izotaktický (čistý)	0,905 + 0,920	176	vysoká	nerozpustný
Syndiotaktický	0,890 + 0,910	135	střední	středně rozpustný
Ataktický (kašovitý stav)	0,850 + 0,900	nemá	velmi nízká	snadno rozpustný

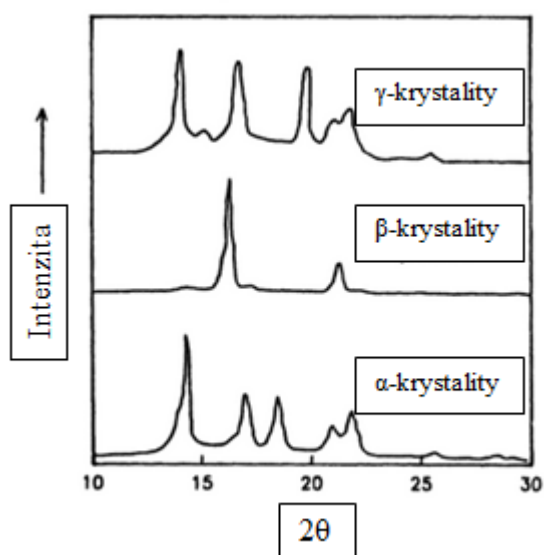
Jednou z nejdůležitějších vlastností polypropylenu je jeho krystalinita. Ta vykazuje zásadní vliv na mechanické vlastnosti materiálu. Vlastnosti izotaktického polypropylenu lze vidět v Tab. 2 [1].

Tab. 2.: Typické vlastnosti izotaktického polypropylenu [5]

Polypropylen	Stupeň krystalinity [%]	Hustota [g/cm ³]	Teplota tání [°C]	Modul pružnosti [MPa]	Mez pevnosti [MPa]
izotaktický	60 + 70	0,905 + 0,920	160 + 176	1100 + 1500	34 + 38

Krystalinita v polymeru modifikuje modul amorfního polymeru nad jeho T_g alespoň dvěma způsoby. Vyšší obsah krystalitů usnadňuje zasíťování jednotlivých molekul dohromady. Krystality také mají velmi vysoké moduly ve srovnání s jeho amorfními částmi při teplotách nad T_g . Chovají se tedy jako rigidní složky amorfni matrice. Čím vyšší podíl pevných složek, tím pevnější bude matrice celkově [8].

Rozdílné geometrie uspořádání vedou ke čtyřem dobře známým krystalickým strukturám. Patří zde nejčastěji se vyskytující α -krystality (monoklinické), a méně časté β -krystality (hexagonální), γ -krystality (triklinické) a rychle zchlazená „quenched“ struktura. Zmiňována je i pátá δ forma obsahující vysoké procento amorfni složky. β -krystality se mohou při zahřátí přeměňovat na α -krystality a naopak při rekrystalizaci za zvýšené teploty se mohou α -krystality přeměnit na β formu. γ -krystality se vyskytují u nízkomolekulárního iPP, iPP krystalizujícího za tlaku nad 200 MPa a také mohou koexistovat s α -krystality na nichž nukleují. Tyto krystalické formy vykazují specifická spektra při použití širokoúhlé rentgenové difrakce (WAXD) [7].



Obr. 3.: Spektra WAXD různých krystalických forem iPP [7]

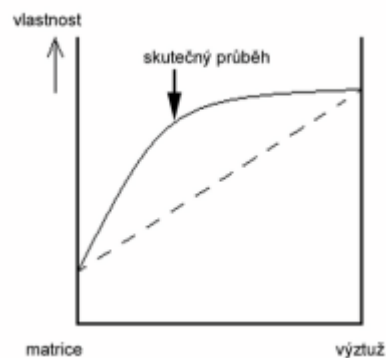
1.2 Výroba izotaktického polypropylenu

Izotaktický polypropylen se vyrábí iontovou suspenzní polymerací nebo polymerací v plynné fázi s aplikací Ziegler-Nattových katalyzátorů. V současnosti jsou používány katalyzátory čtvrté generace na bázi ftalát/křemičitanových donorů a sférický nosič, nebo nejmodernější metallocenové katalyzátory (např. methylaluminiumoxid) představující pátou generaci katalyzátorů. Použití metallocenových katalyzátorů umožňuje přípravu polymerů s užší distribucí molekulových hmotností, lepšími mechanickými vlastnostmi, a lze je také kombinovat s Ziegler-Nattovými katalyzátory, což vede k novým možnostem využití PP [9, 10].

2 VLÁKNOVÉ POLYMERNÍ KOMPOZITY

2.1 Vlastnosti polymerních kompozitů

Kompozit je typ materiálu, ve kterém je specifickým způsobem zkombinováno dva a více komponentů, výrazně se lišících mechanickými, fyzikálními a chemickými vlastnostmi. Jejich výsledné vlastnosti jsou kombinací vlastností všech obsažených složek v závislosti na jejich objemových podílech. Vykazuje však synergické chování, což je efekt, kdy kompozit dosahuje lepších vlastností, než by odpovídalo pouhému poměrnému sečtení vlastností jeho jednotlivých složek. Tento efekt ukazuje Obr. 4. Nepředčí-li materiál vlastnosti jednotlivých součástí, je alespoň ekonomicky výhodnější [11].



Obr. 4.: Synergie vlastností kompozitu [11]

Hlavní složky kompozitu jsou matrice a výztuž. Matrice má za úkol obklopovat, chránit a vzájemně spojovat výztuž. Přenáší zatížení mezi jednotlivými vlákny, formuje a fixuje plnivo a udává tvar výsledného profilu. Kombinací komponentů vhodným způsobem lze získat materiál s vynikajícími vlastnostmi v požadovaném směru díky anizotropii. Zde hraje roli zkušenost designéra a je používáno množství modelovacích softwarů jako je např. Samcef [12, 13].

Výhody kompozitních materiálů:

- Vysoká odolnost napětí v tahu ve směru výztuže
- Dobré vlastnosti při statických i dynamických zkouškách
- Relativně nízká hustota
- Možnost výroby tvarově složitých dílů
- Možnost vyrobit materiál na míru
- Synergické chování

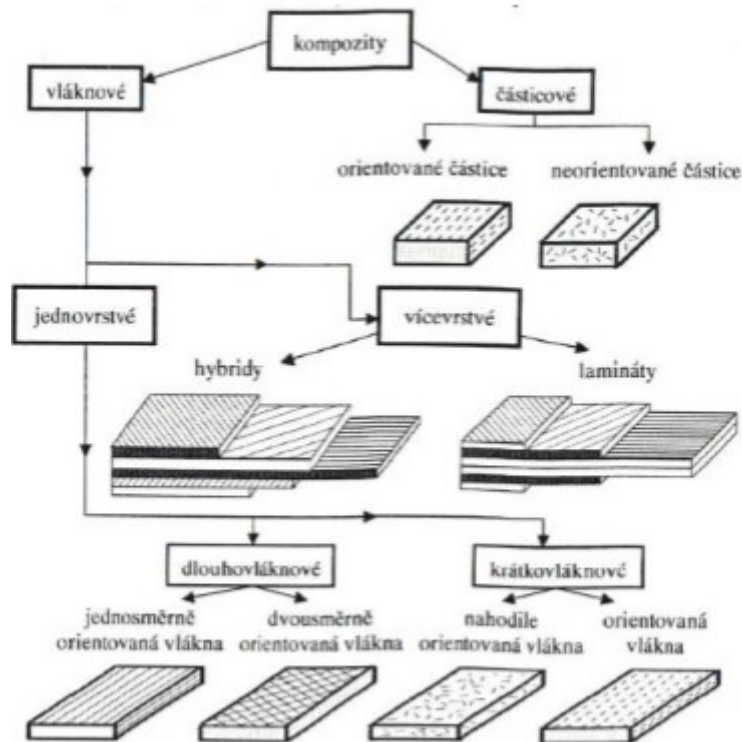
Nevýhody kompozitních materiálů:

- Často složité způsoby výroby a zpracování

- b) Horší mechanické vlastnosti ve směru kolmo k orientaci uložení vláken u vlákniny vyztužených kompozitů
- c) Vysoké náklady při dimenzování náročných konstrukcí
- d) Lokální poškození, např. po nárazu, se obtížně identifikuje a opravuje ve srovnání s konvenčními materiály [14].

Především identifikovatelnost lokálního poškození je podstatným problémem polymerních kompozitů. Svazek vláken v matrici se totiž nechová jako volný svazek, nýbrž při vystavení lokálnímu napětí dosáhne ve svém slabém místě maximální hodnoty napětí. Toto vede k prasknutí vlákna a lokální napětí se přenáší dále do sousedních oblastí matrice [15].

2.2 Dělení polymerních kompozitů



Obr. 5.: Typy kompozitu [16]

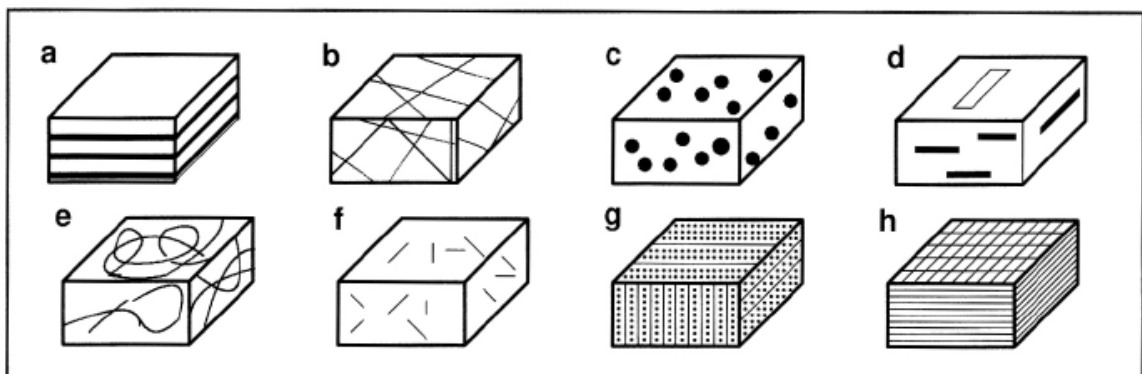
Kompozity lze dělit dle několika kritérií. Patří mezi ně například typ matrice (termoplast, termoset, keramická, kovová), typ výztuže (vlákna, částice a jejich materiál). Dle geometrie výztuže kompozity dělíme na částicové, vláknové a skeletové.

2.2.1 Typy polymerních matric

Matrice polymerních kompozitů se dělí do dvou skupin:

- Termosety jsou typem plastu, který pro přechod do pevného stavu vyžaduje většinou zvýšení teploty či jiný vnější vliv. Tato změna je nevratná, jelikož dochází k chemické reakci mezi molekulami. V dnešní době se většina termosetů používá spolu se skleněnými vlákny. Jako příklad lze uvést epoxy a polyesterové pryskyřice.
- Termoplasty jsou materiály přecházející při zahřívání do tekutého stavu. Pevnými se stanou po zchlazení pod teplotu tání T_m u semikrystalických polymerů respektive teplotu viskózního toku T_f v případě amorfních. Cyklus tavení a tuhnutí lze u termoplastů opakovat. Používáno je velké množství různých termoplastů jako polypropylen, nylon, termoplastické polyestery, polykarbonáty, polysulfony atd. Volba závisí na druhu aplikace, prostředí, ceně a množství dalších faktorů. Jejich kompozity lze v mnoha případech tvarovat standartními procesními technikami pro termoplasty [11, 13, 17, 18].

2.2.2 Typy výztuží



Obr. 6.: Typy výztuží [19]

V praxi se setkáváme s mnoha typy výztuží. Kde na obrázku lze vidět a) laminát s jedno- či dvousměrně orientovanými vrstvami, b) nepravidelné vyztužení dlouhými vlákny, c) je vyztužení částicemi, d) vyztužení destičkami, e) náhodně uspořádané kontinuální vlákno, f) náhodně uspořádané krátké vlákna, g) třírozměrné vyztužení h) vyztužení pomocí tkanin [19].

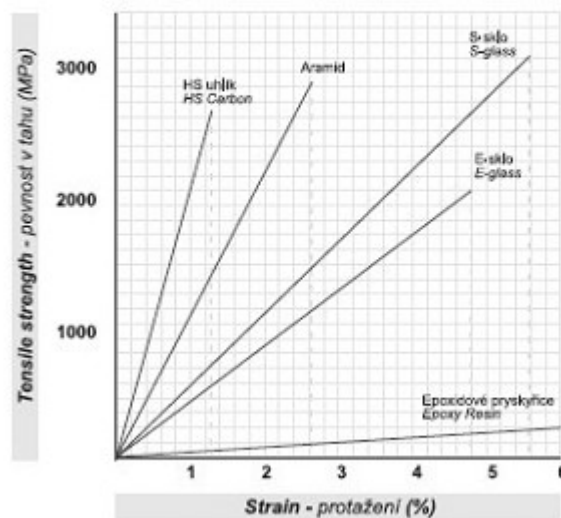
2.2.3 Vyztužující vlákna

Jako výztuž jsou obvykle používány vlákna. Pro jejich výrobu lze využít rozdílných amorfních a krystalických materiálů. Mezi tyto patří například sklo, uhlík, silika a boronová vlákna - vlákna vyrobená deposicí amorfního elementárního bóru na obvykle tenký wolframový drát [20].

V současnosti se používají i syntetická polymerní vlákna jako Kevlar a PET [17].

Typ vybraného vlákna hraje v kompozitu velmi důležitou roli.

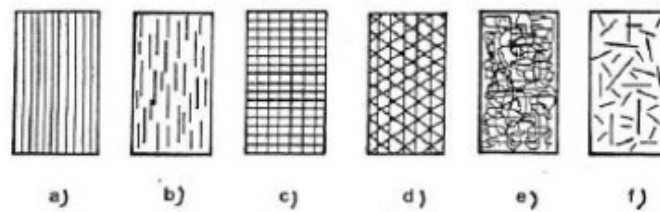
Vlastnosti složek kompozitů / properties of composite components



Obr. 7.: Vliv vybraných vláken na mechanické vlastnosti kompozitu [21]

Kromě samotného typu vlákna je délka vláken a jejich orientace jedním z hlavních faktorů ovlivňujících mechanické vlastnosti. Pokud částice mají určitý přednostní směr, dělíme tyto kompozity ještě na orientované a neorientované [22].

Vláknové kompozity můžeme dělit dle počtu vrstev na jedno a vícevrstevné. Mezi vícevrstevné kompozity se řadí hybridy a lamináty. Dále definujeme krátko a dlouhovláknové kompozity, kdy poměr mezi délkou a tloušťkou vlákna (L/D) krátkovláknového kompozitu je <100 a L/D dlouhovláknového je >100 . Tyto kompozity lze dělit taktéž podle orientace vláken.



Obr. 8.: Orientace vláken v kompozitu [23]

kde:

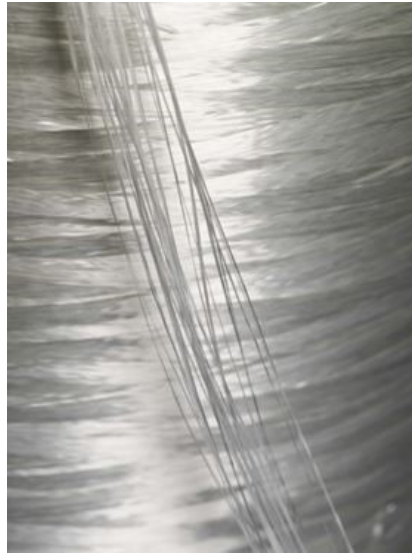
- a) jednosměrná dlouhá vlákna
- b) jednosměrná krátká vlákna
- c) dvousměrné vyztužení
- d) vícesměrné vyztužení
- e) náhodná orientace dlouhých vláken
- f) náhodná orientace krátkých vláken

2.2.4 Základní předpoklady pro vyztužující vlákna

Úlohou vláken v kompozitu je zajistit jeho materiálové vlastnosti jako je pevnost či tuhost. Na základě těchto vlastností jsou stanoveny podmínky vyztužujícího účinku, které musí být splněny: [12, 24]

- a) Vyztužující vlákna musí být pevnější než matrice – $\sigma_{FP} > \sigma_{mP}$
- b) Vyztužující materiál musí mít vyšší tuhost než matrice – $E_f > E_m$
- c) Matrice se nesmí porušit dřív než vyztužující vlákna – $\varepsilon_{mP} > \varepsilon_{FP}$

Kompozit musí obsahovat určité objemové procento výztuže, přičemž samotná vlákna jsou křehká, lámavá a špatně se s nimi manipuluje. Proto se nejčastěji setkáváme s tzv. rovingem – svazek vláken bez zákrutu, či pouze s minimálním zákrutem.



Obr. 9.: Roving vláken [25]

Roving může být v kompozitu orientován v libovolném směru. Uplatnění nachází v případech, kdy je konstrukce namáhána na tah podél směru vláken rovingu. Pokud je namáhána podél i napříč, využití najdou spíše rohože či tkaniny zhotovené z rovingu.

2.2.5 Vliv délky vlákna

Pokud na kompozit působíme silou, je určitá část napětí přenášena na vlákna.

Vlákno v matrici se při zatížení kompozitu tahem deformuje. Vlivem rozdílných deformací matrice a výztuže vzniká mezifázové smykové napětí, které roste od středu, kde je minimální, směrem ke konci vlákna [26].

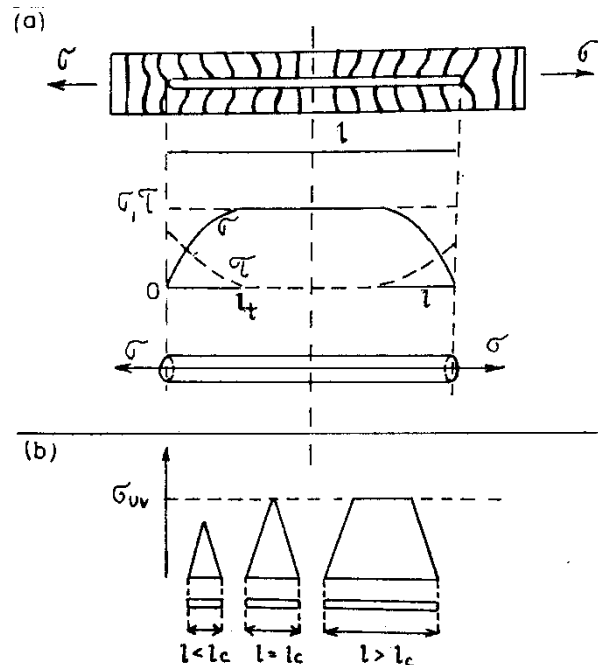
Tento pokles je úměrný rozdílu v deformaci matrice a v deformaci vlákna. Tahové napětí σ působící ve směru podélné osy vlákna od jeho konců ke středu vzrůstá úměrně integrální hodnotě přenesených smykových sil [27].

V oblasti maxima smykového napětí vlákna v matrici prokluzují, v důsledku čehož je omezena schopnost konců vláken přenášet třecí síly mezi výztuží a matricí. Vliv konců vláken se pro výpočty proto často zanedbává. Na tuto skutečnost poukazuje fakt, že v praxi dochází k vytažení vlákna z matrice při nadměrném namáhání daného kompozitu. Hlavní vliv má tedy adheze mezi vláknem a matricí [12].

Je žádoucí, aby vlákno přenášelo co největší možný podíl z celkového zatížení. S rostoucí délkou vláken roste efektivita vyztužení a definujeme taktéž l_c což je kritická délka vláken. Tato veličina představuje minimální délku vlákna, při které vlákno přenese maximum zatí-

žení, jelikož bylo dosaženo meze pevnosti vlákna. Při překročení hodnoty tohoto maximálního zatížení již vlákno praskne [28].

Tuto závislost ukazuje Obr. 10.



Obr. 10.: Vliv délky vláken na schopnost vlákna přenášet napětí [27]

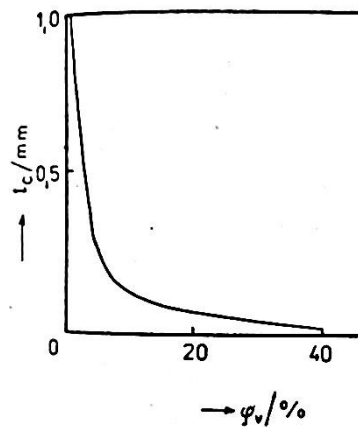
kde σ je napětí; σ_{uv} je pevnost vlákna v tahu; l_c – kritická délka vlákna; l – délka vlákna a τ – smykové napětí působící na povrchu vlákna.

Kritická délka vlákna závisí také na objemovém podílu vláken a relativní tuhosti. Odvodit kritickou délku vlákna lze z rovnováhy působící tahové síly ve středu vlákna, kterou vyvozuje smykové napětí τ a síly potřebné k přetržení vlákna dle rovnice:

$$\pi d \left(\frac{l_c}{2} \right) \tau_u = \pi \left(\frac{d}{2} \right)^2 \sigma_{uv} \quad (1)$$

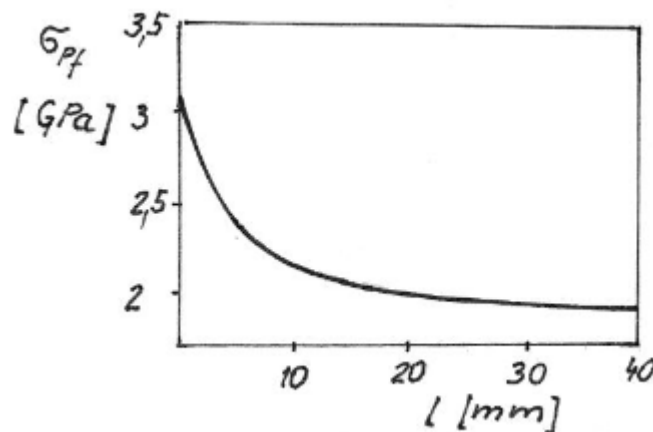
Kde d je průměr; l_c – kritická délka vlákna; τ_u – menší z hodnot smykové pevnosti matrice nebo adhezní pevnosti na rozhraní; σ_{uv} je pevnost vlákna v tahu.

Toto je ovšem pouze požadavek na kritickou délku izolovaného vlákna. V kompozitech, kde objemový podíl vláken dosahuje desítek procent je situace o něco složitější, jak ukazuje Obr. 11.



Obr. 11.: Závislost kritické délky vlákna (l_c) na objemovém podílu (ϕ_v) vláken v polyamidové matrici [29]

Samotné vlákno se svými vlastnostmi liší v závislosti na jeho délce a tloušťce. Čím větší je poměr mezi délkou a tloušťkou vlákna L/D , a zároveň čím kratší vlákno je, tím vyšší pevnost vykazuje. To je připisováno nižší pravděpodobnosti tvorby vady v daném vláknu a taktéž zvýšení povrchové energie. Velmi vysokou pevnost vykazují například tzv. whiskery, což jsou monokrystalická vlákna kovu [30].



Obr. 12.: Vliv délky samostatného vlákna na jeho pevnost [23]

Toto chování popisuje Grifitův vztah:

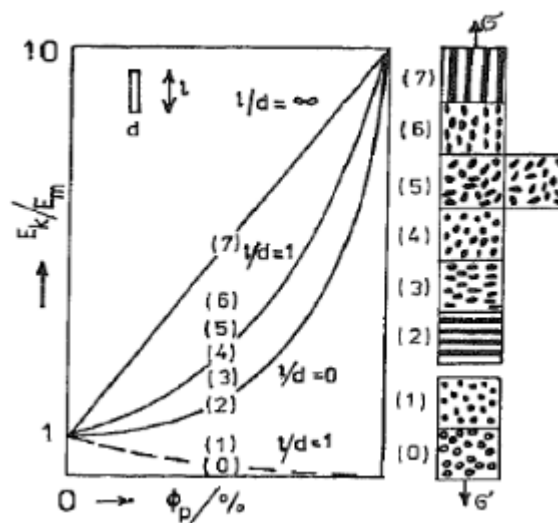
$$\sigma_{fP} = A + \frac{B}{d} \quad (2)$$

Kde A a B jsou materiálové konstanty a d je průměr vlákna. Tento vztah samozřejmě nepatří v jeho krajních polohách, kdy by vlákno o nulovém průměru mělo nekonečnou pevnost. Ve skutečnosti nelze překročit tzv. teoretickou pevnost $\sigma_{\text{teor.}} \approx E/10$ [23].

2.2.6 Vliv orientace vlákna

Při měření mechanických vlastností kompozitu je třeba vzít v úvahu anizotropii. Materiál se chová výrazně odlišně v závislosti na směru namáhání. Na anizotropní chování má obecně nejvýraznější vliv orientace vlákna. Nízký stupeň anizotropie budou vykazovat kompozity s krátkými, náhodně orientovanými vlákny. Při tradičních zpracovatelských procesech pro krátká vlákna anizotropii způsobuje v podstatě přednostní orientace vláken po směru toku. Naopak dlouhoválnkové jednosměrné vyztužení vláken bude pravděpodobně vykazovat vysokou anizotropii.

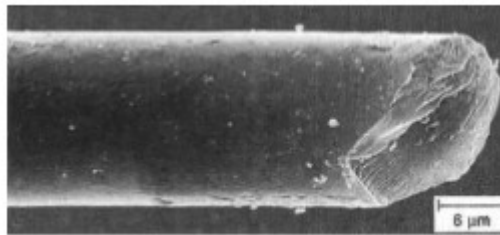
Krátkoválnkové kompozity mohou mít téměř izotropní vlastnosti a používají se tak především v aplikacích, kde nejde předem určit směr působení napětí, nebo je toto napětí ve všech směrech přibližně stejné. Jsou lehce zpracovatelné a dají se snadno namodelovat v širokém spektru jejich vlastností volbou různých konstrukčních proměnných a procesních parametrů [26].



Obr. 13.: Vliv délky vyztuže na relativní změnu modulu pružnosti kompozitu [31]

Na Obr. 13 lze vidět změnu modulu pružnosti kompozitu v závislosti na poměru délky ku průměru vlákna a stupni plnění. 0 představuje matici s dutinami (tuhá pěna), 1 je kompozit s elastomerní vyztuží, kde matrice má modul pružnosti vyšší než je modul pružnosti plni-va. 2,7 jsou dlouhá vlákna v příčném a podélném směru ke směru napětí respektive. 3 a 6 jsou naproti tomu krátká vlákna uspořádaná obdobně. 5 představuje krátká náhodně orientovaná vlákna a 4 je vyztuž kulového tvaru [31].

2.3 Kompozity plněné skleněným vláknem



Obr. 14.: Skleněné vlákno [12]

Průmyslově vyráběná skleněná vlákna mívají průměr 5-20 μm (nejčastěji 12-15 μm), tvoří součást nosící zatížení v kompozitu a dodávají mu tuhost a pevnost. Výhodou skleněných vláken je jejich nízká cena a dobré mechanické vlastnosti. Nevýhodou je jejich relativně nízký modul pružnosti (72 GPa u E-skla a 85 GPa u S2-skla) a křehkost ve srovnání s kovy. Manipulace s nimi je tedy o něco obtížnější a jejich využití je částečně omezeno [18].

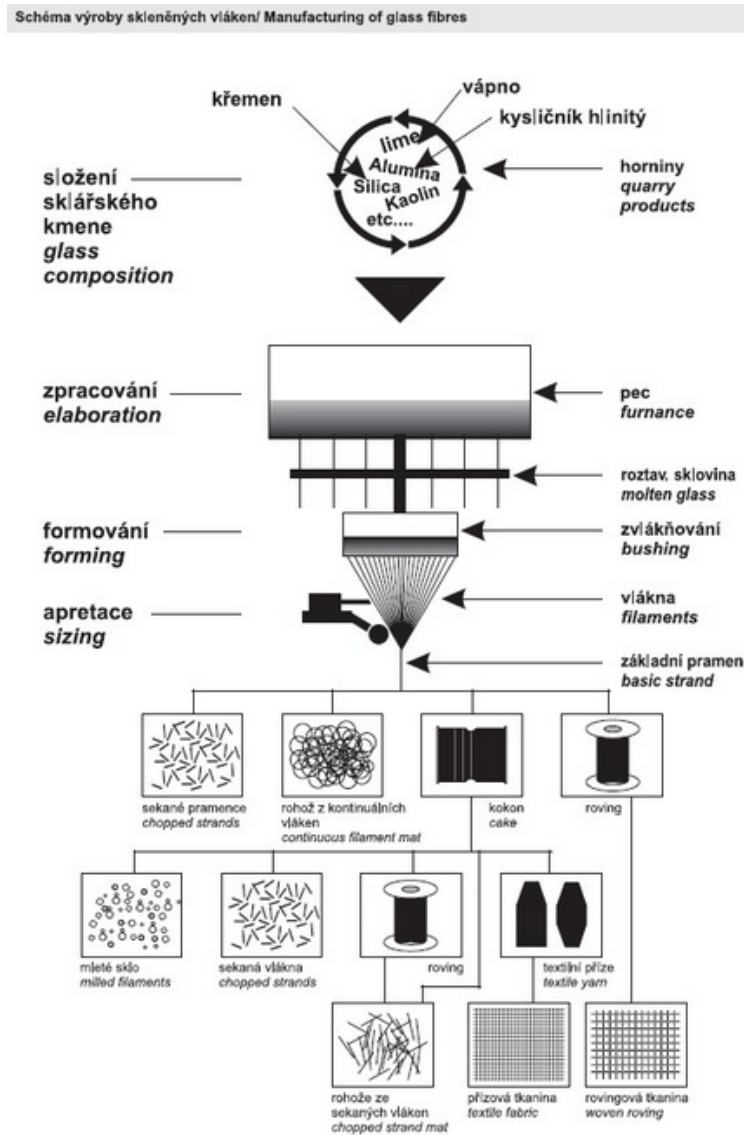
2.3.1 Výroba skleněného vlákna

Skleněná vlákna jsou nejčastěji používanou výztuží ve vláknových kompozitech. Vyráběna bývají nejčastěji tažením a navíjením [13].

Mezi postupy pro výrobu skla patří např.:

- a) Tažení z trysky: Sklo je roztaveno a zahřáto v kádi na 1250–1400°C. Poté se objeví na spodu tavné kádě z děr trysky o průměru 1–25 mm, načež je odebíráno a dlouzeno. Vlákna ztuhnou a jsou navíjena již ve své finální podobě. Tomuto produktu se říká “glass silk”.
- b) Vyfukování z trysky: Podobně jako u tažení z trysky, skleněné kuličky jsou roztaveny v kádi. Místo odvíjení je tavenina odfukována stlačeným vzduchem čímž se vlákna dlouzí na průměr 6–10 μm. Vlivem stlačeného vzduchu vlákna vlní („fluttering effect“) a jejich délka se pohybuje od 50 do 300 mm. Takto vyrobená vlákna jsou často ještě lubrikována.
- c) Tažení z prutů: Pomocí hořáku jsou svazky skleněných prutů roztaveny na jejich spodních koncích. Vzniklé kapky taveniny postupně odpadávají a táhnou za sebou vlákna. Tyto jsou odebírána rotujícím bubnem a ukládány pomocí stěrky na odběrný pás [32].

Vlákna jsou velmi abrazivní a lámavá a vytažený pramének („roving“) se tedy lubrikuje a je opatřen aperturou. Samotná lubrikace je pro použití v kompozitech nevhodná. Zlepšuje sice manipulovatelnost s vlákny, ty ovšem mají prakticky nulovou adhezi k polymerní matici. Apertura (apretační vrstva) zlepší vazbu mezi vláknem a pryskyřicí. Jedná se nejčastěji o organické silany [33].



Obr. 15.: Schéma výroby skleněného vlákna[33]

2.3.2 Vlastnosti a typy skleněného vlákna

Skleněná vlákna se dělí do několika typů:

- E-sklo – Je nejběžněji používané sklo pro výrobu skleněných vláken ve světě a také vlákno použité při výrobě plněného PP studovaného v této práci. Skládá se z SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO a B_2O_3 .

- b) S-sklo – Používané je především pro vojenské účely zatímco jeho komerční verze jsou značeny S2 či R. Základem je soustava SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO . Ve srovnání s E-sklem vykazuje vyšší pevnost v tahu (33%) a vyšší modul pružnosti (12%), využití tak naleznou například v raketové technice.
- c) D-sklo – Má horší mechanické vlastnosti než E-sklo, avšak jeho dielektrická konstanta je velmi nízká. Uplatňuje se především v elektrotechnice, elektronice, energetice.
- d) C-sklo – Tato zkratka představuje chemicky odolné sklo složené z SiO_2 , CaO , MgO , B_2O_3 , Al_2O_3 . Oproti E sklu vykazuje vysokou odolnost proti kyselinám, jeho mechanické vlastnosti jsou ovšem horší.
- e) L-sklo – Jako L-sklo se označuje speciální sklo s vysokým obsahem olova. Olovo zapříčiňuje nepropustnost vyrobeného laminátu rentgenovému záření a uplatní se v lékařství, vědeckých přístrojích a vojenství [18].
- f) A-sklo – Je sodno-vápeno-křemičité sklo (SiO_2 , CaO , Na_2O) neobsahující bór. Ve srovnání s E-sklem má chudší elektrické vlastnosti a nižší výrobní teplotu.

Tab. 3.: Vlastnosti různých druhů skla [34]

Typ skla	Hustota [$\text{g}\cdot\text{cm}^3$]	Pevnost v tahu [MPa]	Modul pružnosti [GPa]	Tažnost [%]
E-sklo	2,58	3445	72,3	4,8
S-sklo	2,46	4890	86,9	5,7
D-sklo	2,11	2415	51,7	4,6
C-sklo	2,52	3310	68,9	4,8

Tab. 4.: Složení různých druhů skla [upraveno z 34]

Příměs [%]	E-sklo	S-sklo	D-sklo	C-sklo	A-sklo
SiO_2	52-56	64-66	72-75	64-68	63-72
Al_2O_3	12-16	24-25	0-1	3-5	0-6
B_2O_3	5-10	-	21-24	4-6	0-6
CaO	16-25	0-0,1	0-1	11-15	6-10
MgO	0-5	9,5-10	-	2-4	0-4
Na_2O , K_2O	0-2	0-0,2	0-4	7-10	14-16
Jiné oxidy	0-1	0-1	0-1	0-1	0-2

2.3.3 Fázové rozhraní vlákno-matrice

Jak bylo řečeno, základní úlohou výztuže je přenášet napětí. Razantní vliv na schopnost přenosu napětí z matrice do vyztužujících vláken má tenká hraniční vrstva na rozhraní výztuž-matrice, nazývaná mezifáze. Při dokonalé adhezi vlákna k polymerní matrici by byla

vyztužující vlákna schopna přenášet v podstatě veškeré napětí v kompozitu a deformovatelná matrice napětí zanedbatelné.

Bez povrchové úpravy vyztužujících vláken pak polymerní matrice může nebo nemusí být ovlivněna jejich přítomností. Jedná se o tzv. neřízenou mezifázi. Neřízená mezifáze obsahuje pouze interdifuzní modifikovanou matrici.

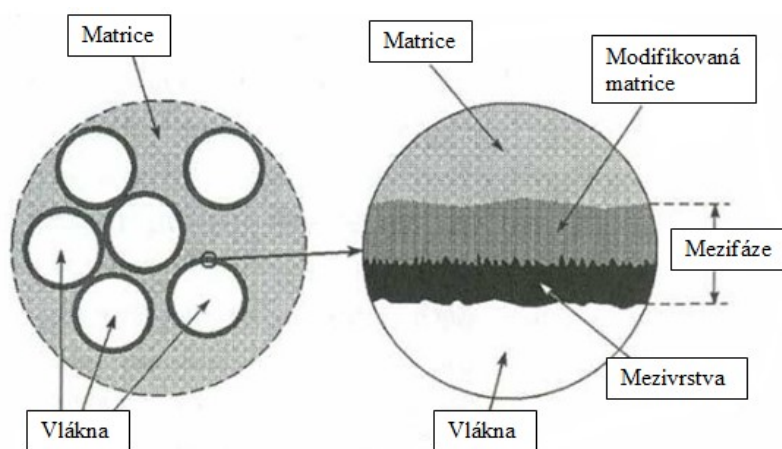
Vzhledem k faktu, že adheze povrchově neupravených vláken k matrici je většinou slabá, je nutné tvorbu mezifáze řídit.

Slabá adheze k matrici je zapříčiněna hydrofilním charakterem povrchu skleněných vláken. Současně některé oxidy jako SiO_2 a Al_2O_3 reagují za přítomnosti vody s hydroxylovými skupinami. Voda je povrchově sorbována a v důsledku snížení povrchové energie vlákna dále snižuje adhezi k matrici [35].

Na povrchu skleněného vlákna lze předpokládat přítomnost kyslíku (skleněné vlákno obsahuje 60-70 % kyslíku). Povrch tak bude obohacen vysokou koncentrací silanových skupin Si-OH, které se tvoří při výrobním procesu díky ochlazování vláken vodní mlhou. [36]

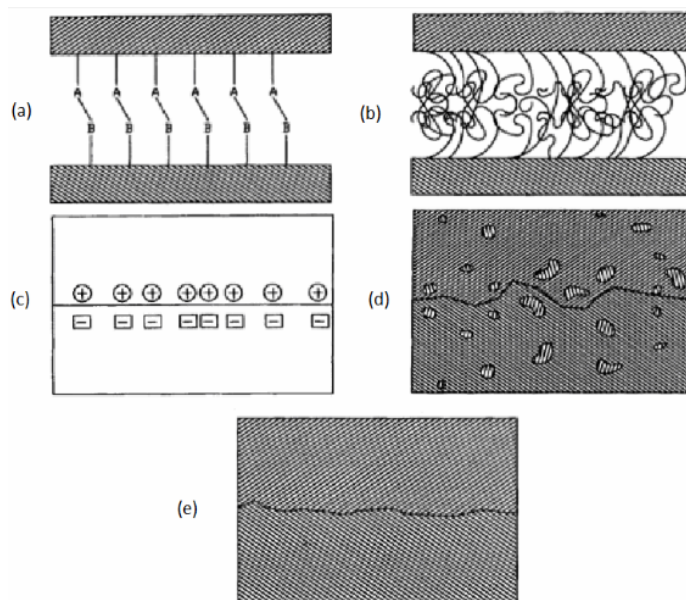
Řízenou mezifází zajistíme dokonalou adhezi mezi vláknem a matricí při vytvoření vazeb mezifáze jak k výztuži, tak k matrici [37].

Řízená mezifáze obsahuje dvě základní části, a to tzv. chemicky vázanou mezivrstvu a oblast s modifikovanou matricí, která je formována vzájemným pronikáním, neboli interdifuzí, atomů a molekul o stejném chemickém složení jako polymer, mikrostruktura je ovšem odlišná. Tloušťka interdifuzní vrstvy se pohybuje okolo 10-100 nm [38, 39].



Obr. 16.: Řízená mezifáze - schéma [40]

Adheze je obecně soubor dílčích mechanismů. Těmito mechanismy jsou adsorpce, smáčení, elektrostatické interakce a kovalentní vazby mezi povrchem vláken a matricí. Doplňují je slabé ne vazebné interakce jako např. vodíkové můstky a Van der Waalsovy síly. Vliv hraje i rozptýlení prvků a morfologie vláken v jednotlivých součástech kompozitu. Tyto mechanismy lze pozorovat na Obr. 17 [39].



Obr. 17.: Mezi fázové vazby [39]

Kde (a) je chemická interakce, (b) molekulové zapleteniny, (c) představuje elektrostatickou interakci, (d) interdifuzi a (e) mechanické spojení.

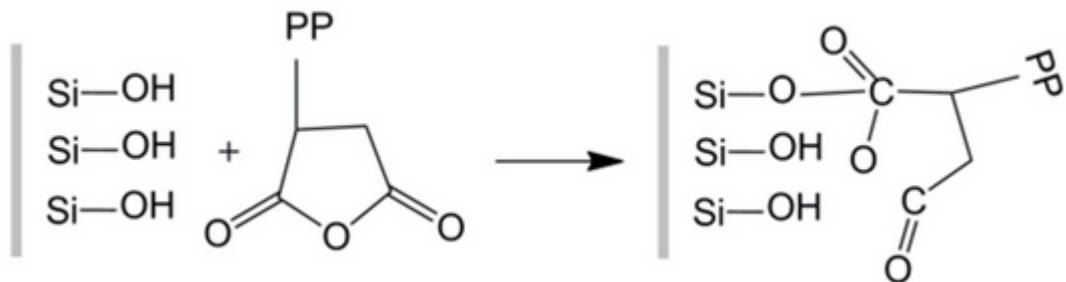
2.3.4 Modifikace povrchu skleněných vláken

Povrch skleněných vláken lze za účelem vytvoření řízené mezifáze modifikovat několika způsoby.

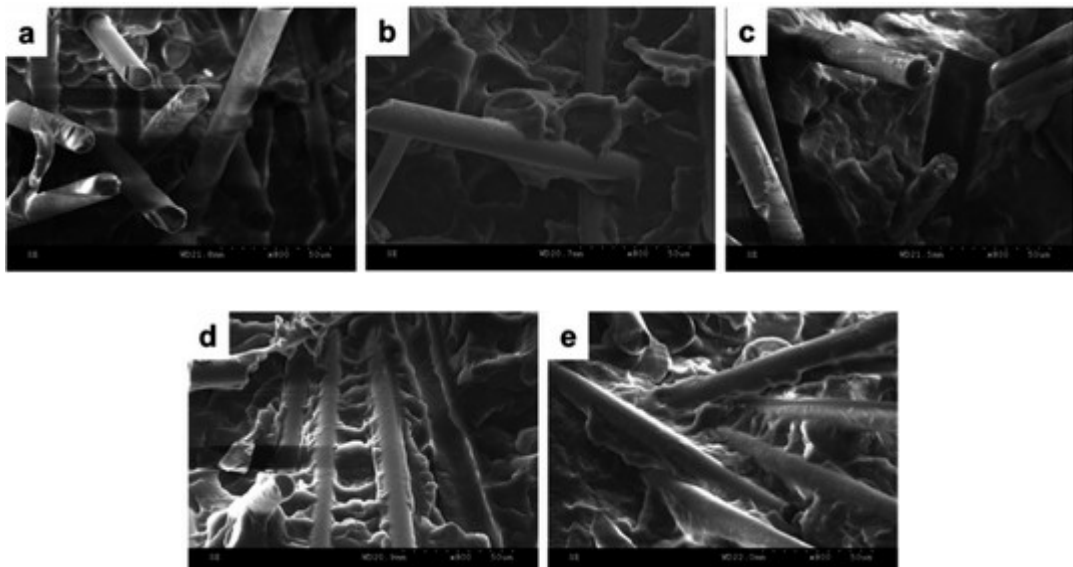
Nejčastěji používaným postupem je modifikace organosilanovými vazebnými činidly typu $R-Si-X_3$, kdy dojde k vytvoření pevné vazby mezi oxidy na povrchu vlákna a molekulami polymeru matrice. X jsou v tomto případě hydrolyzovatelné skupiny a uhlovodíkový zbytek odpovídá matrici. Matrice musí nutně obsahovat funkční skupiny schopné reakce s funkčními skupinami organosilanu a nelze tedy organosilany použít u nepolárních polymerů jako jsou například polyolefiny.

Povrchy lze taktéž upravit aplikací reaktivních činidel jako je reaktivní chlorid křemičitý ($SiCl_4$) či můžeme použít kopolymer. Například při kopolymeraci polypropylenu roubováním řetězce anhydridem kyseliny maleinové (MA) dosáhneme zvýšení adheze k polárním

plnivům. PP-g-MA kopolymer interaguje s plnivý pomocí svých bočních skupin, jak lze vidět na Obr. 18 [41].



Obr. 18.: Schéma reakce PP-g-MA s povrchem skla [42]



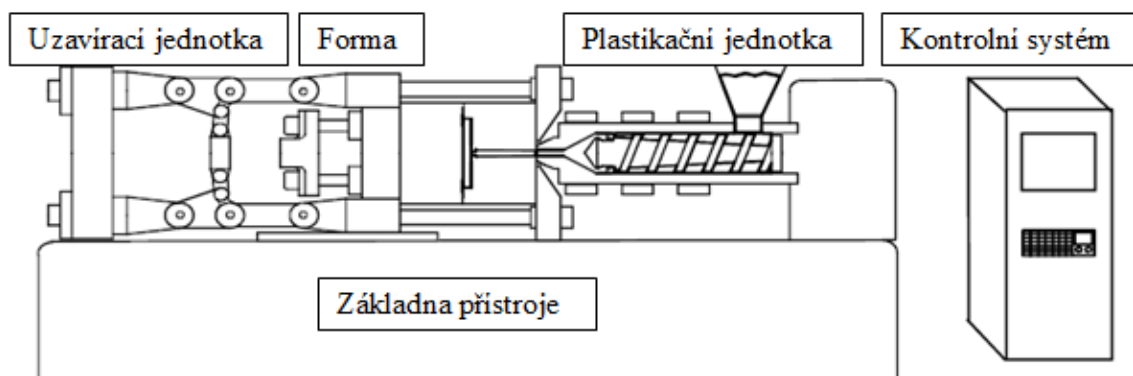
Obr. 19.: SEM fotografie kopolymeru PP-g-MA s SGF při a) 0 w% MA, b) 2 w% MA c) 4 w% MA, d) 6 w% MA a e) 8 w% MA [42]

3 POLYPROPYLEN PLNĚNÝ SKLENĚNÝMI VLÁKNY

3.1 Výroba

I přes množství možných výrobních procesů pro výrobu nevyztužených plastů, minimálně 50 % světové produkce krátkovláknových kompozitů dle hmotnosti, je produkováno vstříkovaním. U malých produkcí se můžeme setkat například i s lisováním, litím a tvarováním [43].

Vstříkování polypropylenu, a termoplastů obecně spočívá v tavení materiálu ve vyhřívané plastikační jednotce, za jehož současného dopravování směrem k formě pomocí rotujícího šroubu. Materiál je přetvořen na taveninu pomocí vyhřívání a tření. Vzniklá tavenina je poté vstříknuta pod vysokým tlakem do formy, kde zaujme svůj požadovaný tvar a ztuhne. Hotový výrobek je poté vyhozen z formy a cyklus se opakuje [44].



Obr. 20.: Schéma vstříkování [upraveno z 44]

Tento typ výroby se dá využít pro výrobu krátkovláknových kompozitů bez podstatných úprav běžných vstříkovacích strojů. U krátkovláknových kompozitů dosahují vlákna délky do 3 mm, dlouhovláknové kompozity jsou dodávány, mezi jinými, jako podlouhlé granule s podélně orientovanými vlákny o délce 10 mm [5]. Skleněná vlákna jsou náchylnější k lomu s jejich rostoucí délkou. Pro zajištění dobrých vlastností při zpracovávání granulátu dlouhovláknového kompozitu je tedy potřeba dodržovat jistá doporučení, aby bylo maximální měrou zabráněno jejich lámání.

Při navrhování dílů platí stejné zásady jako při zpracování jiných termoplastů, navíc je však třeba zohlednit délku vláken, která vyžaduje tloušťku stěny min. 3 mm, zaoblené rohy, konstantní tloušťku stěny a vnitřní rádius velikosti poloviny tloušťky stěny.

Doporučené je používat šneky s minimálním namáháním materiálu, tj. délka šneku (L) 20-26 D, kompresní poměr 2:1 až 3:1, průměr šneku (D) 45 mm a L/D poměr 18:1 až 22:1. Špička šneku by měla dobře těsnit, být leštěna a mít naddimenzované drážky. Například pro granule Celstran výrobce garantuje zpracovatelnost na komerčních vstřikovacích strojích s doporučením používat relativně velké plastikační stroje a průměr šneku větší než 40 mm z důvodu relativně dlouhých pelet, které Celstran dodává. Kompresní poměr v tomto případě by měl být 1,8:1 až 2,5:1 a ocel, z níž je šnek zhotovený by měla být odolná opotřebení s tvrdostí HRC ≥ 56 [45, 46].

3.2 Mechanické vlastnosti

3.2.1 Viskoelasticita

Viskoelasticita je podstatným aspektem chování polymerních kompozitů a ani skleněnými vlákny plněný polypropylen není výjimkou. Při nízkých frekvencích a naopak velmi vysokých frekvencích se kompozity chovají jako látky elastické. Přejít mezi těmito dvěma elastickými stavy se nazývá přechodová frekvenční oblast a právě zde se projevuje viskoelastický charakter látky – ztrátový modul a ztrátový faktor zde dosahují maxima [27, 47].

3.2.2 Mechanické chování

Pro pochopení dějů probíhajících v kompozitu bylo navrženo několik jednoduchých modelů. Dva ze základních se zabývají chováním kompozitu při podélném a příčném zatížení. Jedná se o kompozit s jednosměrně orientovanými vlákny s dokonalou adhezí k povrchu. Zároveň je ignorována možnost časově závislé deformace, např. creepu. Pro polypropyleny plněný skleněnými vlákny předpokládáme Youngův modul polypropylenové matrice (E_{PP}) 1,3 GPa a výztuže (E_{GF}) 75 GPa [48].

Poté za předpokladu, že součet objemové frakce matrice V_{PP} a výztuže V_{GF} je roven 1, zatížení kompozitu je sdíleno mezi těmito dvěma fázemi a deformace kompozitu (ϵ_c) je rovna deformaci vlákna a deformaci matrice – $\epsilon_c = \epsilon_{GF} = \epsilon_{PP}$ je možno psát:

$$\sigma_c A_c = \sigma_{GF} A_{GF} + \sigma_{PP} A_{PP} \quad (3)$$

$$\frac{\sigma_c A_c}{\epsilon_c} = \frac{\sigma_{GF} A_{GF}}{\epsilon_{GF}} + \frac{\sigma_{PP} A_{PP}}{\epsilon_{PP}} \quad (4)$$

$$E_l = E_{GF} V_{GF} + E_{PP}(1 - V_{GF}) \quad (5)$$

Tato rovnice je obecně nazývána jako směšovací pravidlo a platí, pokud na kompozit působí napětí podél směru vláken. A zde představuje plochu průřezu daného komponentu. Pro příčné napětí platí inverzní směšovací pravidlo. Předpokladem je místo rovnosti deformace rovnost napětí - $\sigma_c = \sigma_{GF} = \sigma_{PP}$ a v tomto modelu je celková deformace rovna součtu deformací dvou komponentů.

$$\varepsilon_c L_c = \varepsilon_{GF} L_{GF} + \varepsilon_{PP} L_{PP} \quad (6)$$

Poté z podmínek rovnosti napětí, rovnosti plochy průřezů ($L \equiv V$) a stále platící ($V_{PP} + V_{GF} = 1$) dostaneme:

$$\frac{\varepsilon_c}{\sigma_c} = \frac{\varepsilon_{GF} L_{GF}}{\sigma_{GF}} + \frac{\varepsilon_{PP} A_{PP}}{\sigma_{PP}} \quad (7)$$

Inverzní směšovací pravidlo (Reussův odhad) je pak psán:

$$E_t = \frac{E_{GF} E_{PP}}{E_{PP} V_{GF} + E_{GF}(1 - V_{GF})} \quad (8)$$

V polypropylenu plněném skleněnými vlákny je E_{PP} mnohem menší než E_{GF} a jeho tuhost je tak v podélném směru určována modulem vláken, v příčném se projeví převážně modul matice. Užitečný odhad představují rovnice 9 a 10 [15].

$$E_l = E_{GF} V_{GF} \quad (9)$$

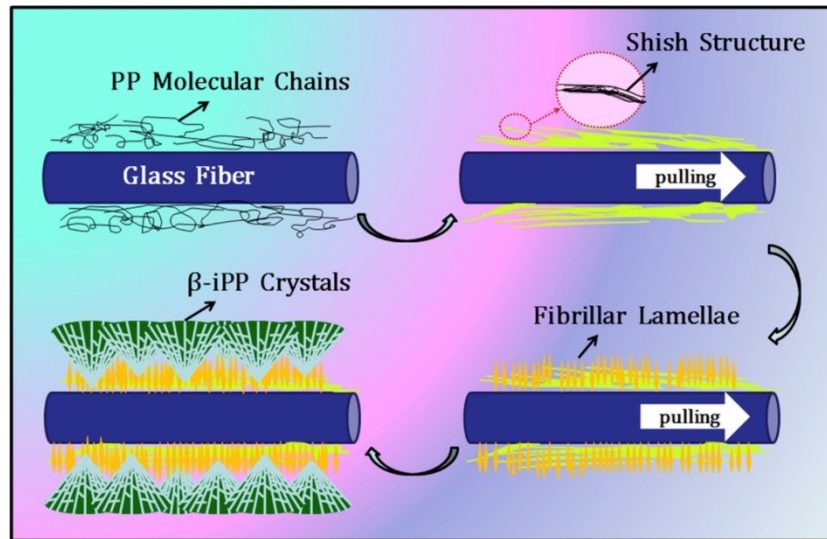
$$E_t = E_{GF} V_{GF} \quad (10)$$

Po dosazení do rovnic 9 a 10, získáme pro kompozit plněný z 50 % $E_l = 37,5$ GPa a $E_t = 2,6$ GPa. Pro PP s 30 % skleněných vláken je $E_l = 22,5$ GPa a $E_t = 1,9$ GPa.

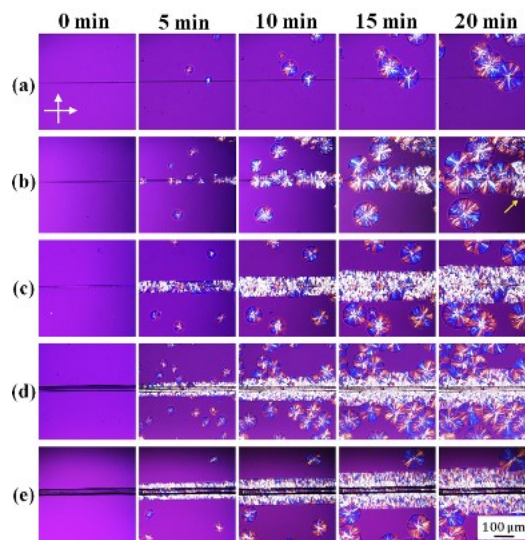
Na velikost modulu matrice a tím i kompozitu má vliv typ krystalitů a krystalinita.

3.2.3 Vliv vláken na nukleaci matrice

Díky smykovému napětí při vstřikování se vlákna mohou zapouzdřovat v matrici. Tato struktura je tvořena z dynamicky nejstabilnějších α -krystalitů podporujícím tvorbu β -cylindritů [49].

Obr. 21.: Schéma vzniku β -krytalitů na vlákně [49]

Úroveň tloušťky a orientace pouzdra se zvyšuje s vzrůstajícím smykovým napětím. Pouzdro je složeno z poskládaných tzv. šiš-kebab krystalitů a lamelárních β -iPP krystalitů ukotvených v nich. Bez vytvoření pouzdra dostatečně vysokou smykovou rychlostí skleněné vlákno nevykazuje vliv na nukleaci PP [49].



Obr. 22.: Vliv smykové rychlosti na nukleaci podél skleněného vlákna [49]

3.3 Metody měření

3.3.1 Dynamická mechanická analýza

Jedním z nejběžnějších použití DMA při charakterizaci polymeru je odhalování oblastí polymerních přechodů. DMA například vykazuje vyšší citlivost na oblast T_g než diferenční

skenovací kalorimetrie (DSC) a diferenciální termická analýza (DTA). Pomocí DMA je možno zkoumat i relaxační procesy polymeru [50].

Základem pro určení T_g polymeru je vychlazení vzorku na danou teplotu a jeho postupné zahřívání, přičemž je nuceně oscilován na dané frekvenci. Síla (napětí) nebo výchylka (amplituda deformace) je měřena a získány jsou dynamické charakteristiky jako moduly (soufázový, ztrátový, komplexní), ztrátový faktor ($\tan \delta$) a jiné [8, 13, 50].

Komplexní dynamický modul pružnosti v tahu (tlaku) je definován poměrem komplexního napětí (σ^*) a komplexní deformace (γ^*).

$$E^* = \frac{\sigma^*}{\gamma^*} \quad (11)$$

Jeho složkami jsou soufázový (E') a ztrátový modul (E'') kde:

$$E' = E^* \cos \delta \quad (12)$$

$$E'' = E^* \sin \delta \quad (13)$$

Soufázový modul představuje reálnou složku komplexního modulu a ukazuje elastické vlastnosti materiálu. Ztrátový modul je imaginární složkou komplexního modulu a dává přehled o viskózním chování. Úhel δ zvaný fázový posuv poukazuje na míru zpoždění deformace za napětím. Veličina $\tan \delta$ je ztrátový faktor získaný z poměru ztrátového a soufázového modulu:

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (14)$$

Pomocí těchto modulů lze popsat viskoelastické chování látek [8, 13, 27].

Především u objemných vzorků je nutné rychlost zahřívání zvolit co nejnižší za účelem minimalizace rozdílu teploty vzorku ve středu a na povrchu.

Závislost dynamických vlastností na frekvenci je testována z několika různých důvodů. Mezi tyto patří testování vzorků při frekvencích, kterým budou vystaveny v praxi. Tyto frekvence často leží mimo rozsah, ve kterém jsou dostupné přístroje schopné měřit. Na řadu pak přijde předpovídání vlastností metodou superpozice teplota-frekvence. Často se setkáme s arbitrárně zvolenou frekvencí, kdy je daný materiál následně porovnán s vybranými standardy. U tohoto případu je nejčastěji používána frekvence 1 Hz či 10 rad/s a takovéto měření vyžaduje shodu frekvence, napětí a teplotního programu mezi všemi vzorky.

Kromě oblasti skelného přechodu (β -přechod) se u semikrystalických polymerů vyskytuje ještě α -přechod v oblasti mezi T_g a T_m a γ -přechod při teplotách pod T_g . γ -přechodu je přiřazováno uvolnění drobných konformačních pohybů v hlavním či vedlejším polymerním řetězci. α -přechod ukazuje na pohyby segmentů řetězce v krystalitech, pohyby krystalických lamel a děje v amorfních oblastech. Kompatibilizace například maleinanhydridem může toto maximum posunout. Je zvýšena adheze a imobilizována amorfní fáze. Amorfní fáze se poté může uvolnit až při vyšší teplotě [27, 53, 68].

Při měření čistého iPP a iPP plněného 29 % kontinuálních skleněných vláken (Obr. 26 a 27) bylo zjištěno, že soufázový modul kompozitu je u nižších teplot téměř dvojnásobný a u ztrátového faktoru se při měření kompozitu vytrácí α -přechod existující v oblasti okolo 110 °C. Vrcholy oblasti skelného přechodu PP byly zjištěny v okolí 0-10 °C [60, 66, 67].

Frekvence použitá při teplotním skenu ovlivní teplotu relaxačních přechodů a naopak při použití jiné teploty je třeba zvolit také jinou frekvenci k získání stejné hodnoty modulu. Této závislosti mezi teplotou a frekvencí lze využít a vytvořit křivku superpozice teplota-frekvence. Vytvoření této křivky spočívá ve zvolení jisté referenční teploty a posouvání získaných křivek frekvenčních závislostí modulů při různých teplotách buď doleva či doprava v logaritmických souřadnicích těchto hodnot. V současné době pro tuto operaci existuje řada softwarů [50].

Veličina, o kterou tyto křivky musíme posunout, se nazývá posuvný faktor (a_T) a je definována takto: Jestliže se v době t_0 při teplotě T_0 dosáhne hodnoty modulu $E(t_0, T_0)$ a v době t při teplotě T dosáhne stejné hodnoty modulu $E(t, T)$, pak:

$$a_T = \frac{t}{t_0} \quad (15)$$

Používány jsou logaritmické souřadnice, takže:

$$\log a_T = \log t - \log t_0 \quad (16)$$

V případě frekvence:

$$a_T = \frac{\omega_0}{\omega} \quad (17)$$

Pro posuvný faktor teplota-frekvence pak platí:

$$\log a_T = \log \omega_0 - \log \omega \quad (18)$$

U amorfních polymerů probíhá v oblasti nad T_g relaxace napětí zpožděně a to elastickým mechanismem konformačních změn. Poměrná rychlost relaxace $1/a_T$ souvisí s obsahem volného objemu a je dobře vystižena WLF rovnicí. Pod T_g WLF selhává, ale i v této oblasti lze vlastnosti popsat upravenou (generalizovanou) WLF rovnicí ve tvaru:

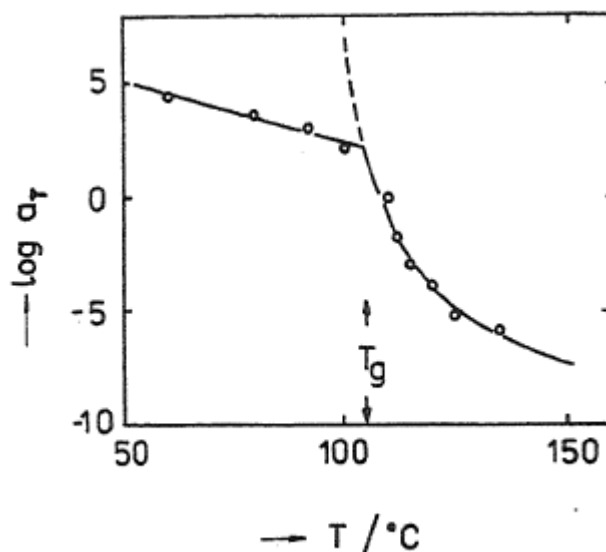
$$\log a_T = \log a_{\tilde{T}_0} - C_1 \frac{(T - \tilde{T}_0)}{C_2 + T - \tilde{T}_0} \quad (19)$$

pro

$$T > \tilde{T}_0: C_2 = C_{2,L}$$

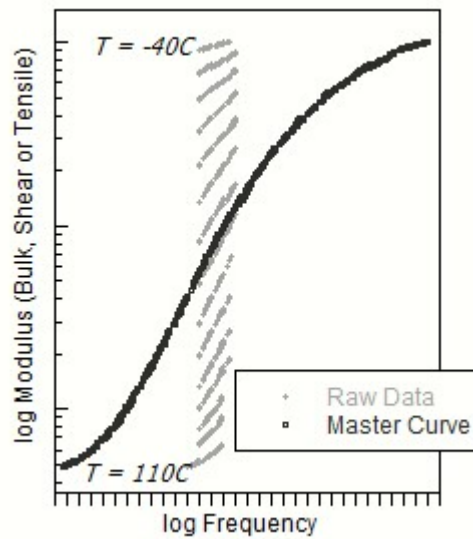
$$T < \tilde{T}_0: C_2 = C_{2,G}$$

Generalizovaná WLF rovnice (gWLF) má čtyři nastavitelné parametry C_1 , $C_{2,L}$, $C_{2,G}$ a \tilde{T}_0 . \tilde{T}_0 je teplota, při které se koeficient posuvného faktoru změní skokem [27].



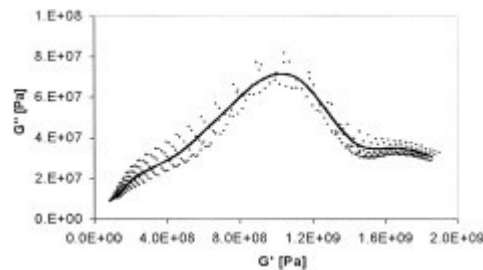
Obr. 23.: Závislost logaritmu posuvného faktoru na teplotě polymethylmethakrylátu. Plná čára zakreslena pomocí generalizované WLF rovnice, přerušovaná čára dle této rovnice s použitím pouze $C_{2,L}$ [27]

Kromě horizontálního posuvu je možné aplikovat taktéž vertikální posuv pro kompenzaci změn hustoty polymeru oproti stavu při referenční teplotě. Tuto hodnotu získáme z poměru teploty daného měření T v Kelvinech (K) a referenční teploty T_0 (K). Tím, že jednotlivé získané křivky horizontálně posuneme a vynásobíme T_0/T , získáme řídicí křivku (anglicky Master curve) vypovídající o chování materiálu při frekvencích a časech, které lze pouze obtížně měřit nebo jsou přímo neměřitelné [53].



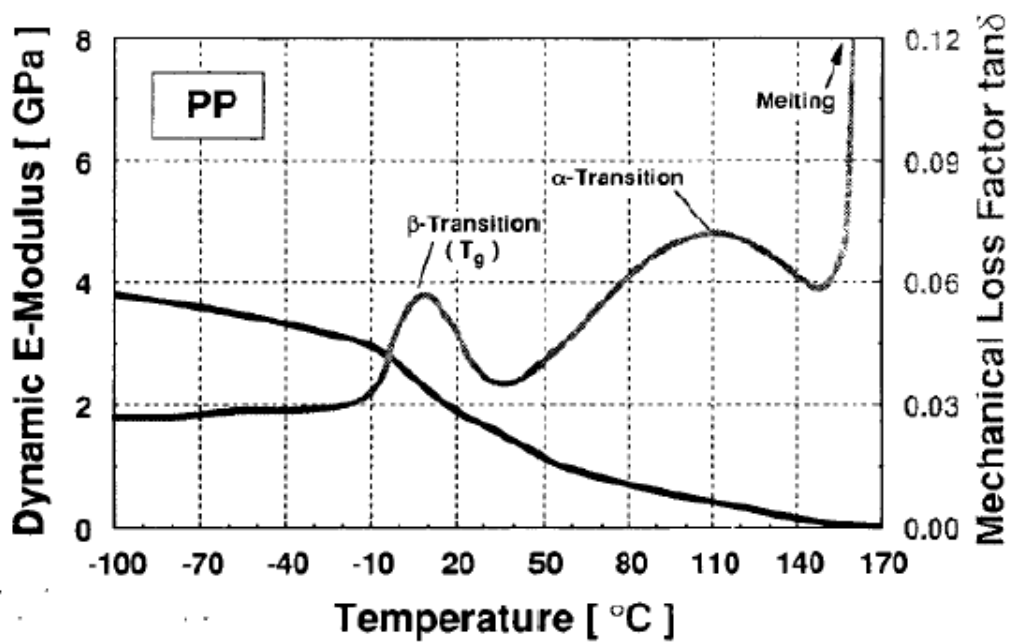
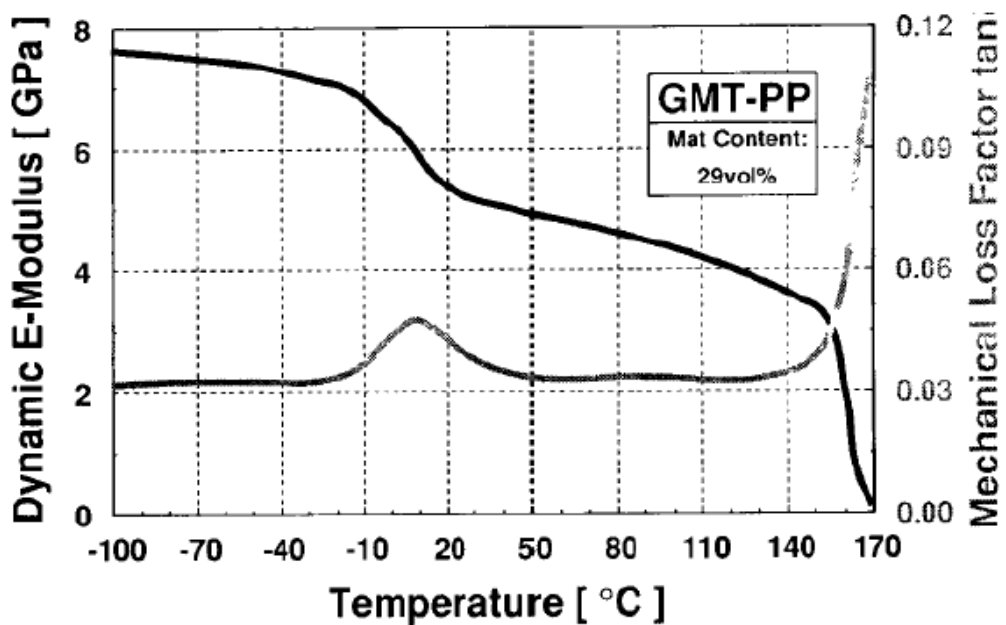
Obr. 24.: Superpozice teplota-frekvence [51]

Ne každý materiál lze superpozicí charakterizovat. Přestože je superpozice mocným nástrojem, někdy křivky nelze navázat horizontálním posuvem. Poté se doporučuje sestavit graf vzájemné závislosti složek komplexního modulu při dané frekvenci tzv. Wicketův graf. Tento by měl mít tvar obdobný Obr. 25 [50].

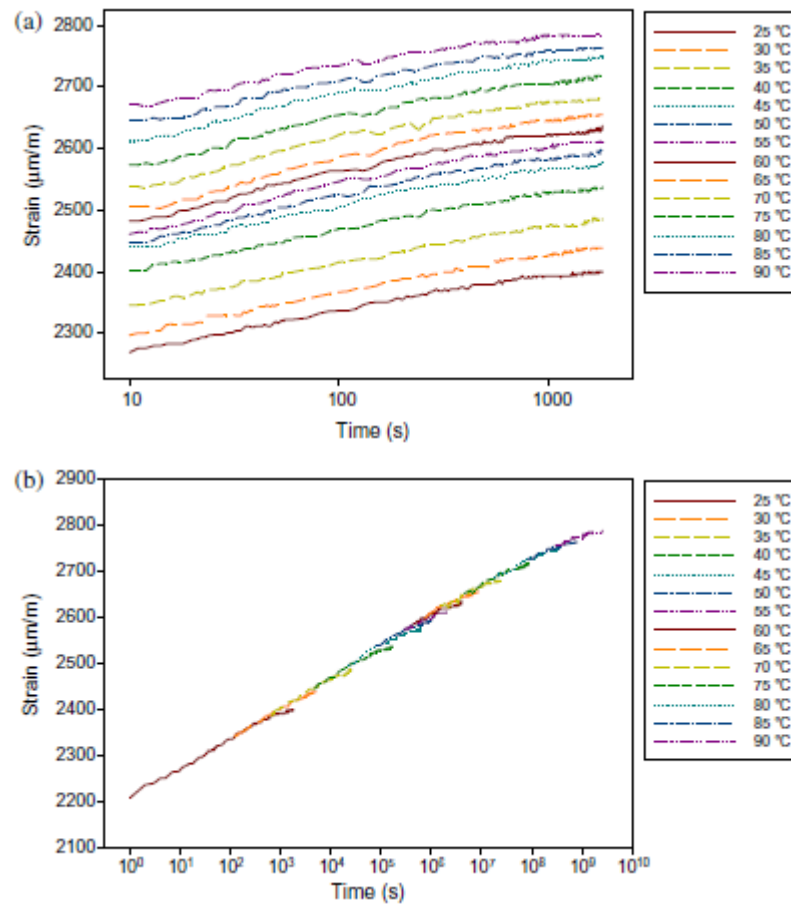


Obr. 25.: Wicketův graf izotaktického polypropylenu měřený reometrem při teplotách -70 až +90 °C[52]

U semikrystalických polymerů lze superpozici provést jen omezeně v intervalu teplot, kde se neprojeví rekrystalizace, rotace krystalitů vlivem napětí apod. [27].

Obr. 26.: Srovnání závislosti E' a ztrátového faktoru čistého PP na teplotě [60]Obr. 27.: Srovnání závislosti E' a ztrátového faktoru PP/LGF na teplotě [60]

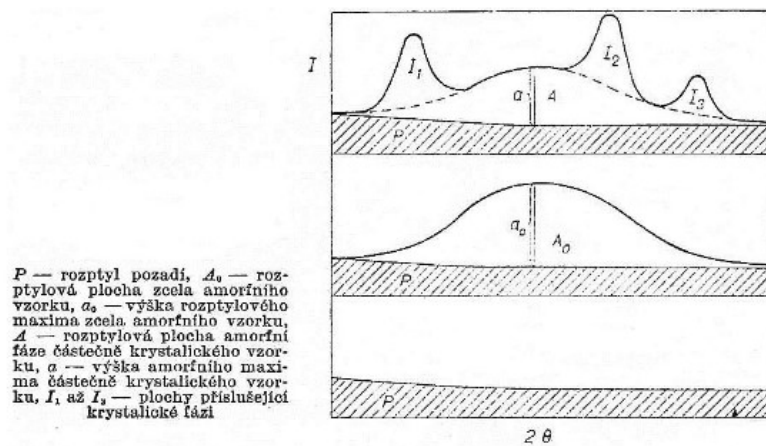
Při měření křepového chování PP kompozitu měla křivka superpozice kvazi-lineární průběh. Viz Obr. 28.



Obr. 28.: Studium křívového chování PP plněného kontinuálním skelným vlákem a vzniklá křívka superpozice pro deformaci [61]

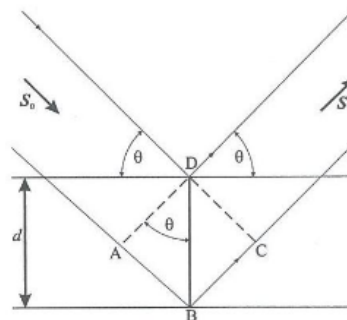
3.3.2 XRD

Rentgenová difrakce může podat informace o dokonalosti krystalové struktury polymerů. U běžných krystalizujících polymerů lze pozorovat kromě odrazu z krystalické fáze i přítomnost amorfního difúzního rozptylu. Podíl zastoupení krystalických a amorfních složek měřeného polymeru získáme porovnáním intenzit zmíněných složek rozptylu. Účelem při vyhodnocování je oddělit difúzní záření vyvolané amorfni složkou od krystalických odrazů [54].



Obr. 29.: Schéma rozdělení intenzity odraženého záření amorfní, krystalické složky a pozadí

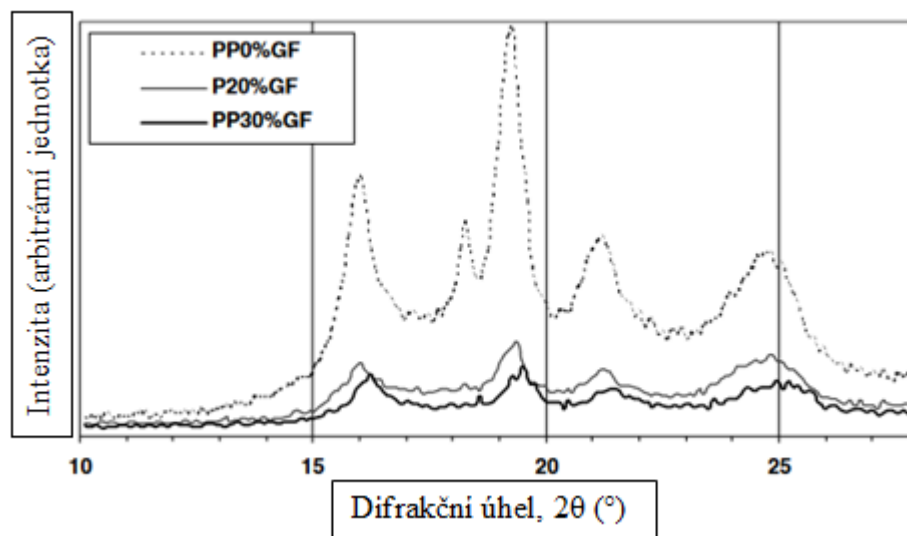
Podstatou této metody je difrakce RTG záření po jeho dopadu na krystal díky jeho periodičnosti. Pro praxi se používá interpretace difrakčních jevů dle Braggovy rovnice odvozené z Obr. 29 [55].



Obr. 30.: Odvození Braggovy rovnice

A má tvar:

$$2d \sin \theta = n \lambda \tag{20}$$

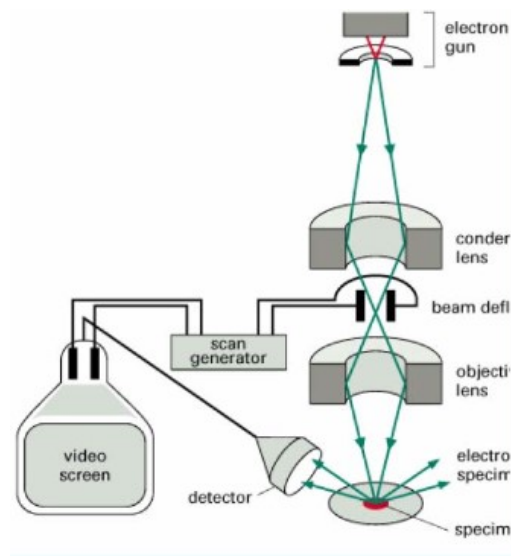


Obr. 31.: Vliv stupně plnění iPP kompozitu na intenzitu odraženého záření [56]

Jak lze pozorovat z Obr. 30, se vzrůstajícím plněním klesá u polypropylenu intenzita difrakce, což může naznačovat nižší krystalinitu. Čistý PP má největší píky a jeví se tak jako nejvíce krystalický. Jeho kompozity vykazují sníženou krystalinitu [56].

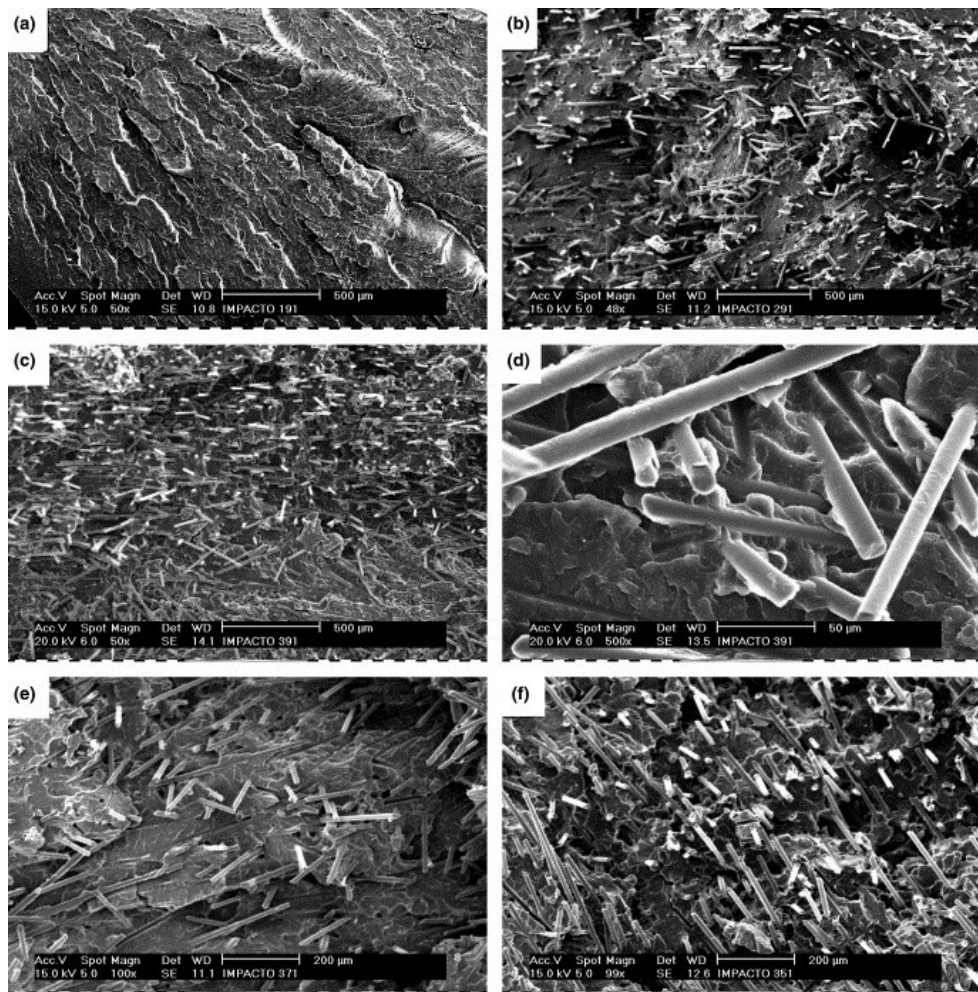
3.3.3 Mikroskopie

Orientace vláken výztuže je pozorovatelná po odstranění matrice i pod jednoduchým optickým mikroskopem, jak již předtím předvedla Navrátilová [58]. Pro studium krystalizace na vlákně zmiňované výše byl použit optický polarizační mikroskop (viz kapitola 3.2.3). Vybranou metodou pro studium zlomové plochy kompozitu je SEM. Jedná se o nepřímou metodu pozorování povrchu vzorku, kdy je obraz tvořen sekundárním signálem. Vyznačuje se vysokou hloubkou ostrosti, která vytváří třírozměrný efekt. Při SEM jsou vyráženy elektrony z vnější elektronové slupky atomů preparátu. Při dopadu elektronů na preparát je šance, že se uvolní elektron – některý z elektronů přejde z vyšší energetické hladiny do vakance a emituje se kvantum energie ve formě Augerova elektronu, charakteristického rentgenovského záření a občas dojde k emisi fotonů = katodoluminiscence [57]. Zjednodušená konstrukce SEM lze vidět na Obr. 31.



Obr. 32.: Schématická konstrukce SEM [57]

Při studiu polypropylenu plněného krátkými skleněnými vlákny byla díky SEM pozorována změna obsahu prázdných míst v kompozitu, kdy se zvyšujícím se obsahem skleněných vláken klesal obsah prázdných míst, a podobně například i vliv geometrie formy na rozložení vláken. SEM naznačuje, že při přetržení kompozitu dochází k porušení vláken a jejich vytažení z matrice [56].



Obr. 33.: SEM fotografie zlomové plochy vzorků testovaných nárazem. a) PP0%GF vstříknutý za 190 °C; b) PP20%GF vstříknutý za 190 °C; c) PP30%GF vstříknutý za 190 °C; d) PP30%GF vstříknutý za 190 °C a při vyšším zvětšení; e) PP30%GF vstříknutý za 170 °C; f) PP30%GF vstříknutý za 270 °C [56]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem je studium mechanických vlastností skleněnými vlákny vyztuženého polypropylenu a to skrze dynamickou mechanickou analýzu. Studovány jsou teplotní a frekvenční závislosti komplexního, soufázového, ztrátového modulu a teplotní závislosti ztrátového činitele.

Struktura kompozitů byla charakterizována pomocí rentgenové difrakce a mikroskopie.

Porovnávány jsou vzorky kompozitů s krátkými a dlouhými skleněnými vlákny o plnění 30 a 50% a také čistě polypropylenové matrice typu Mosten a Tatren připravené vstříkovaním za různých podmínek. Hodnocena je změna dynamických mechanických vlastností kompozitu zapříčiněná zkracováním vláken při doporučeném základním nastavení a zvýšení otáček šneku na 300 ot./min.

5 ZKUŠEBNÍ TĚLESA

Tělesa použitá v této práci byla připravena vstřikováním v r. 2013 [58]. Použity byly komerčně dostupné granuláty a vzorky relaxovaly ve tmě a suchu při laboratorní teplotě.

5.1 Použité materiály a příprava vzorků

Byla porovnávána řada vzorků iPP a iPP se skleněnými vlákny. Tab. 5 ukazuje přehled jejich zkratk a charakteristik. Bližší informace viz Příloha I.

Tab. 5.: Přehled použitých materiálů [58, 59]

Název	Označení	Délka vláken	Obsah vláken	Barva
Celstran PP-GF30 0403P10	PP/LGF30	dlouhá	30%	černá
Celstran PP-GF50 0403P10	PP/LGF50	dlouhá	50%	černá
Thermofil HP F910X	PP/SGF50	krátká	50%	černá
Syntegum 1030AFV	PP/SGF30	krátká	30%	černá
Slovalen PH 61 GF 30	Slovalen	krátká	30%	bílá - nažloutlá
Mosten 58412	Mosten	-	0%	bílá - nažloutlá
Tatren TI 924	Tatren	-	0%	bílá - nažloutlá

Vstříknuty byly lopatky a destičky na vstřikovacím stroji Mitsubishi 180MEtIII. Průměr šneku činil 46 mm, průměr vstřikovací trysky 3 mm, kompresní poměr 2:1, L/D = 20. K temperaci formy bylo použito temperační zařízení Regoplast 90 Smart.

Lopatky mají tloušťku 4 mm a šířku 10 mm. Použité vzorky byly vstřikovány při dvou různých nastaveních. Nastavení 1 představuje základní doporučené nastavení výrobcem a nastavení 2 zvýšené otáčky válce (300 ot./min).

Tab. 6.: Vstřikovací podmínky LGF [58]

Parametr	Jednotka	PP/LGF50		PP/LGF30	
		Nastavení		Nastavení	
		1	2	1	3
Sušení	-	nebyl sušen		nebyl sušen	
Teplota formy	°C	50		40	
Teplota válce	°C	200-255	180-240	180-240	
Otáčky šneku	ot./min	40	300	40	300
Zpětný tlak	MPa	0	0	0	0
Vstřík. Rychlost	mm/s	20; 23		20; 23	
Vstřikovací tlak	MPa	80		80	
Dotlak	MPa	60		64	
Doba dotlaku	s	12		12	
Doba plastikace	s	9,6	3,5	9,15	2,2
Poznámka		Sníženy teploty na válci		Sníženy teploty na válci, zpětný tlak zvolen 10 MPa kvůli dlouhé době dávkování	

Tab. 7.: Vstřikovací podmínky SGF [58]

Parametr	Jednotka	PP/SGF50		PP/SGF30	
		Nastavení		Nastavení	
		1	3	1	3
Sušení	-	nebyl sušen		nebyl sušen	
Teplota formy	°C	40		40	
Teplota válce	°C	200-250		180-220	
Otáčky šneku	ot./min	20	300	40	300
Zpětný tlak	MPa	2	2	2	0
Vstřik. Rychlost	mm/s	20; 23		20; 23	
Vstřikovací tlak	MPa	60		80	
Dotlak	MPa	75		65	
Doba dotlaku	s	12		12	
Doba plastikace	s	30	27	10	1,8
Poznámka		Snížen vstřikovací tlak kvůli přetokům		Snížena teplota na trysce kvůli vytékání taveniny	

Destičky byly vstříknuty o rozměru $60 \times 60 \times 2$ mm a z nich vyseknuty pomocí nože na vysekávacím stolním lisu ve směru podél a napříč ke směru toku pásy o šířce 10 mm [58].

6 METODIKA MĚŘENÍ

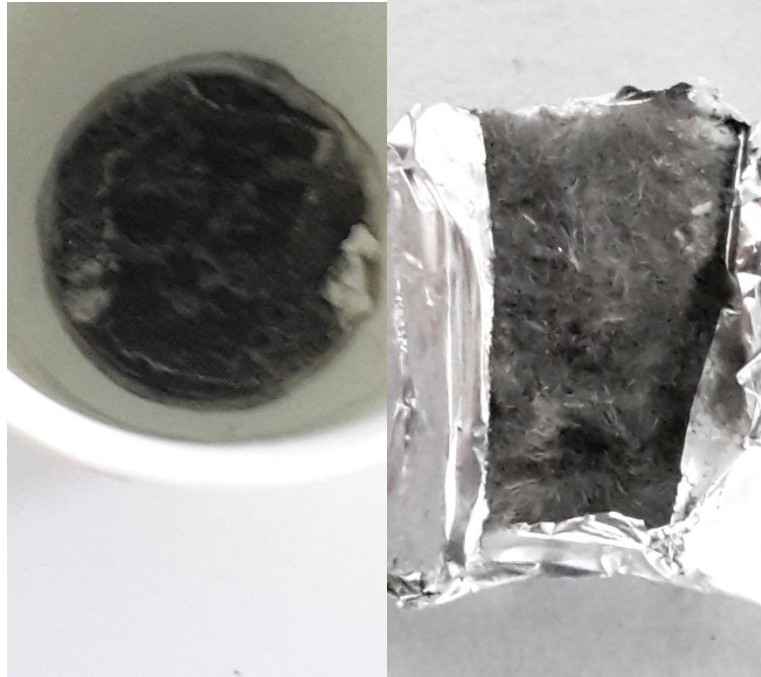
6.1 Mikroskopie

6.1.1 Optický mikroskop

Výztuž kompozitu byla pozorována optickým polarizačním mikroskopem PM 303 opatřeným digitálním fotoaparátem. Pro pozorování výztuže byla matrice kompozitu vypálena v pídce ESE K59. Vypalování probíhalo v keramických kalíšcích, doba vypalování 1 h, teplota byla nastavena na 500 °C.



Obr. 34.: Optický polarizační mikroskop PM 303 s digitálním fotoaparátem a pídca
Při vypalování docházelo k rozpadu 3D struktury výztuže, pravděpodobně v důsledku unášení vláken taveninou. Cílem bylo zachovat co nejpřesnější distribuci vláken, a proto byly vzorky obaleny aluminiíovou fólií, která poskytovala určitou strukturní podporu.



Obr. 35.: Vypálený vzorek bez podpory (vlevo) a vzorek se strukturální podporou (vpravo)

6.1.2 SEM

Pro studium lomové plochy byl použitý skenovací elektronový mikroskop Phenom Pro. Vzorky byly foceny při vysokém rozlišení (10 kV) a bodovém zaostření (point). Vzorky nebyly nijak upravovány, lomová plocha byla získána přetržením na trhacím stroji.



Obr. 36.: Skenovací elektronový mikroskop Phenom [63]

6.2 XRD

Rentgenová difrakce byla měřena přístrojem X'Pert Pro vyrobeným firmou PANanalytical. Získaná data byla zpracována v programu Excel a byla kvalitativně porovnána difrakční spektra jednotlivých vzorků s ohledem na krystalinitu a typů krystalitů.

Měření byla provedena za laboratorních podmínek, vlnová délka záření Cu K- α 0,154056 nm; Cu K- α 0,15418 nm.



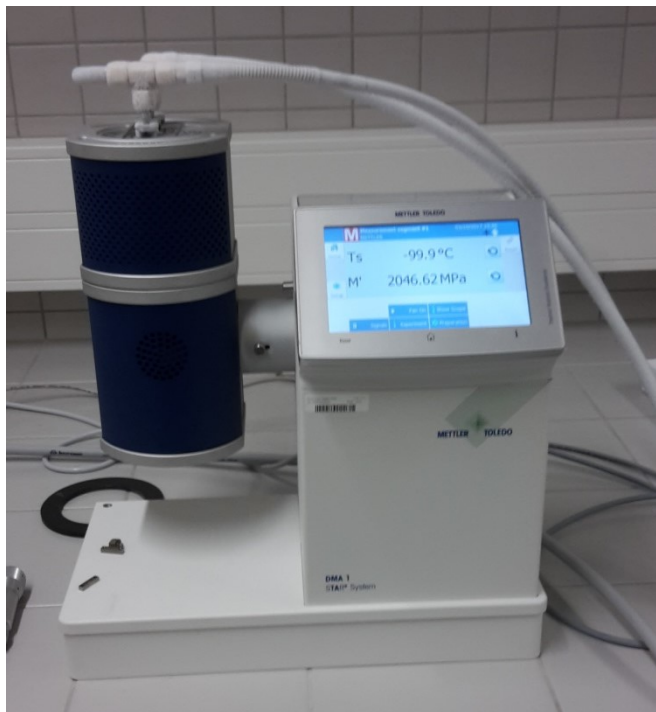
Obr. 37.: Přístroj X'Pert Pro pro rentgenovou difrakci [64]

6.3 DMA

6.3.1 Přístroj

Pro měření metodou dynamické mechanické analýzy byl použit přístroj DMA 1 METTLER TOLEDO umožňující měřit v několika různých módech, frekvencích 0,001 Hz až 300 Hz a teplotním rozsahu od -190 °C do 600 °C. Pro měření za nízkých teplot byl vzorek chlazený dusíkem uchovávaným v tepelně izolované nádobě, která byla součástí vybavení. Jednalo se o nádobu Carbagas air liquide o objemu 35 l. Výsledky byly zaznamenávány příslušným softwarem - Mettler: STARe Software 10.17.8.60, Default DB V9.20. Po exportu dat z daného softwaru v textové podobě bylo další vyhodnocení prová-

děno v MS Excel 2010. Šířka a tloušťka vzorků byly měřeny pomocí digitálního posuvného měřítka s přesností na setiny mm a mikrometru s přesností na tisícinny mm.

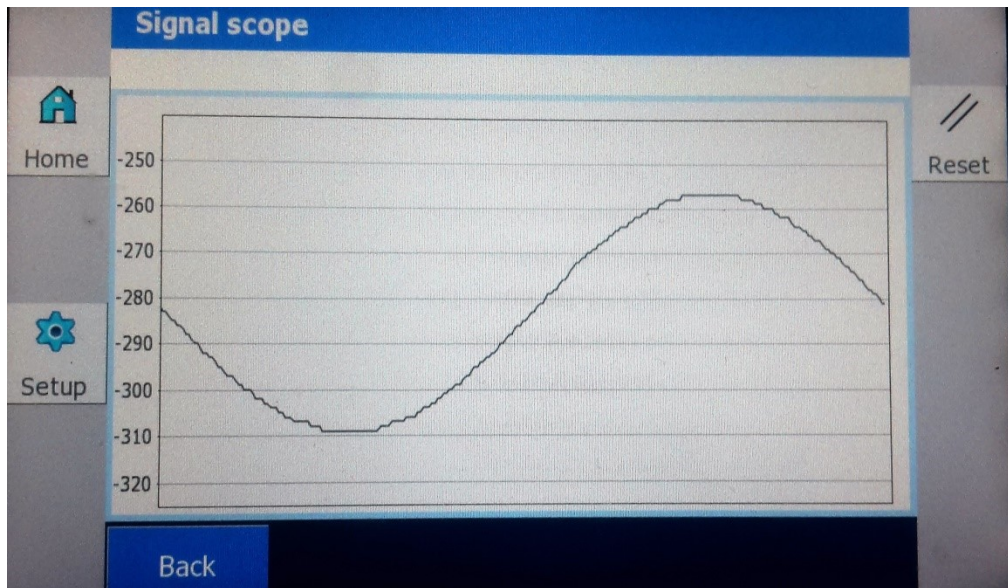


Obr. 38.: Přístroj DMA 1 METTLER TOLEDO

6.4 Metodika měření mechanických vlastností a reprodukovatelnost výsledků

Pro měření mechanických vlastností byl zvolen měřící mód dual cantilaver bending, při měření frekvenční závislosti bylo použito frekvencí od 0,01 Hz do 200 Hz a při měření teplotní závislosti teploty -100 až 130 °C a rychlost ohřevu 2 K/min při frekvenci 1 Hz. Pro vyhodnocení byly křivky ztrátového modulu a ztrátového faktoru vyhlazeny pomocí funkce klouzavého průměru. Jedná se o funkci programu Excel. V tabulkách byla vykreslena mřížka pro přesnější určení přechodových teplot. Vhodné je zajistit stejné podmínky pro všechna jednotlivá měření. Pro studium bylo použito vzorků PP/LGF a PP/SGF o tloušťce 2 mm a šířce 10 mm. Zkušební tělesa Mostenu měla rozměry 3 × 12 mm, Slovalenu a Taten 4 × 10 mm. Délka byla dána upínáním a je 20 mm.

Signál má sinusový průběh a je v módu dual cantilaver bending dosažen vychýlením střední části, která zaznamenávající působící sílu, z nulové hodnoty o příslušnou hodnotu.



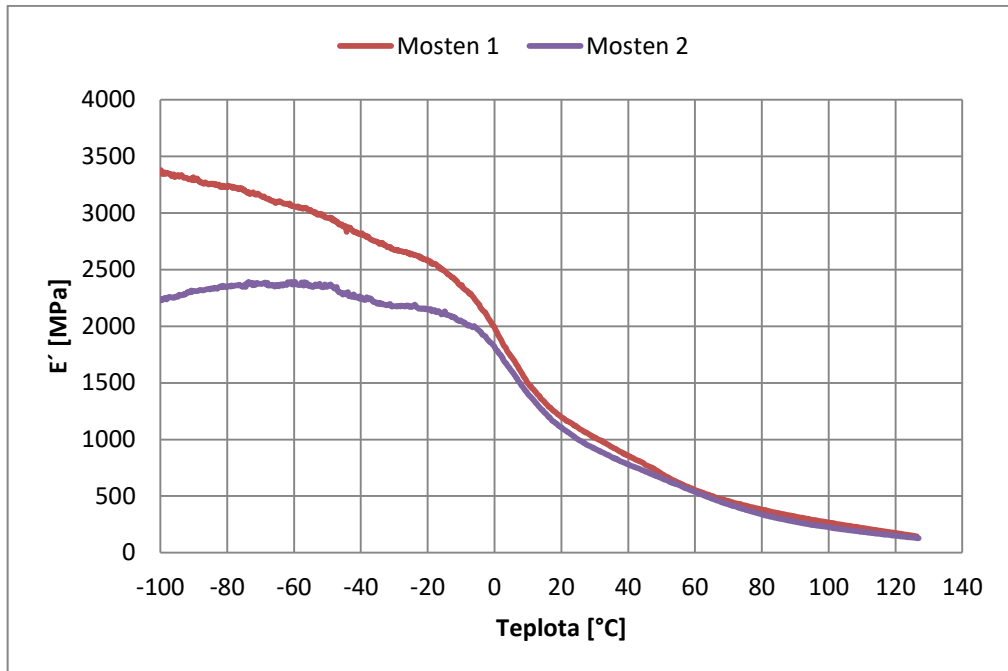
Obr. 39.: Sinusový průběh síly při měření (výchylka = amplituda deformace = 4 μm)

Vzorky o tloušťce 4 mm nebylo možné měřit s amplitudou deformace větší než 4 μm . Použitý přístroj dokáže vyvolat budící sílu maximálně 10 N, která vzhledem k tuhosti měřených vzorků není schopná natolik deformovat vzorek.

Tato skutečnost si v případech silnějších vzorků vynutila použití menší výchylky.

6.4.1 Vliv upínání

Upínání má zásadní vliv na přesnost získaných výsledků. Při měření byly vzorky utahovány při laboratorní teplotě (23 ± 2 °C). Při chlazení se ale mohou vlivem teplotní roztažnosti uvolnit a při nízkých teplotách jsou jedním ze zdrojů nepřesností měření. Proto by vzorky měly být dotahovány podruhé při nízkých teplotách a teplotní program započat při nejnižší teplotě. Rozdíl mezi utahením lze vidět na následujícím grafu.



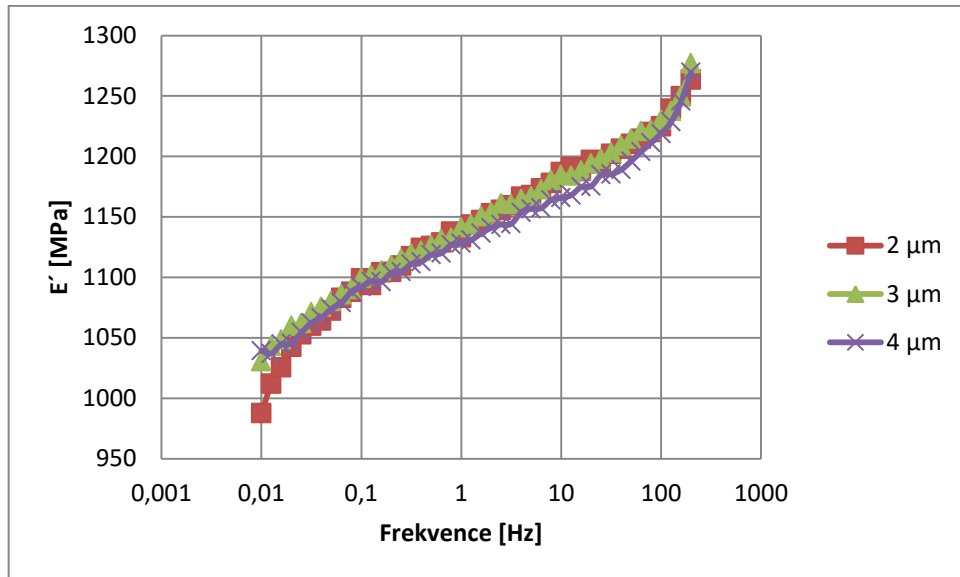
Obr. 40.: Srovnání závislosti E' Mostenu na teplotě při správném a špatném utažení
Vzorky měřené za stejných podmínek a lišící se o více než 20 % právě z důvodu upínání
byly z celkového vyhodnocení vyřazeny.



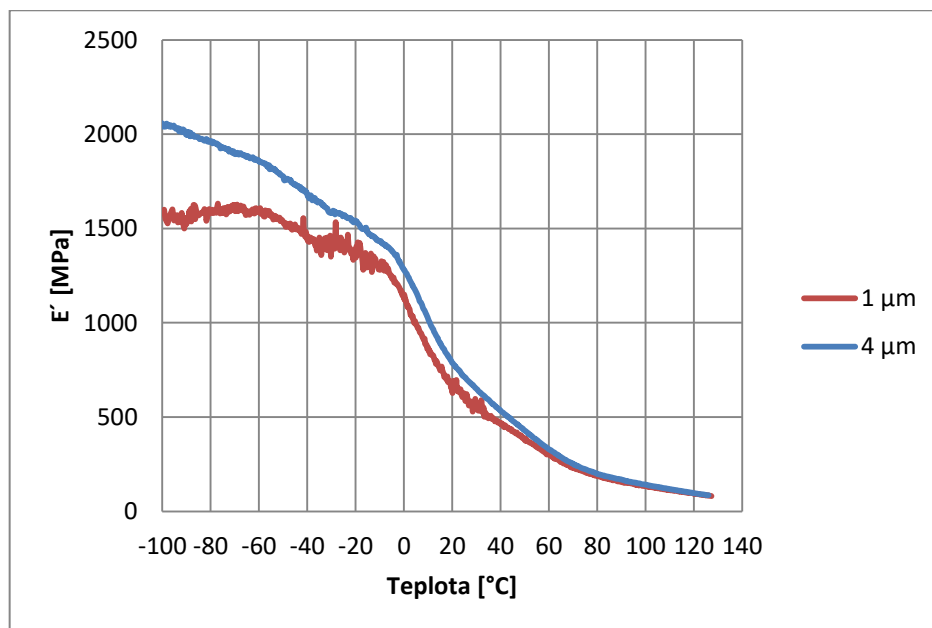
Obr. 41.: Upnutí vzorku pro dual cantilaver bending

6.4.2 Vliv velikosti deformace na měření

Pro potřeby vyhodnocení byla používána data získaná z měření při výchylce 4 μm u tepelné závislosti a 1 či 5 μm u frekvenční závislosti. U frekvenční závislosti byly zkoumány soufázové moduly, které se při změně výchylky výrazně nemění, viz následující graf:

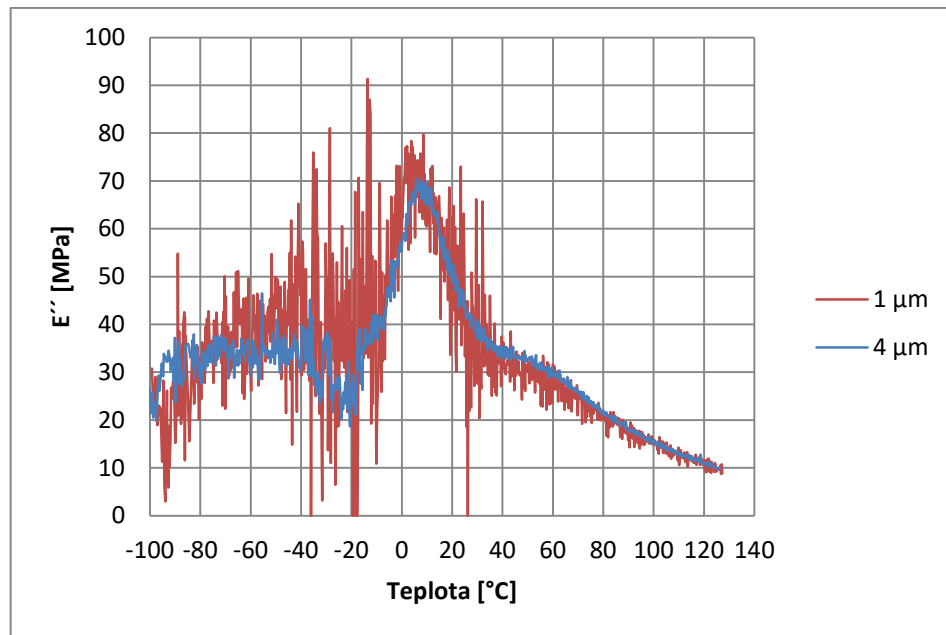


Obr. 42.: Srovnání závislosti E' PP/SGF30 300ot. na frekvenci při rozdílných výchylkách. Souřadový modul klesá s rostoucí teplotou. Rychlost daného poklesu se výrazně zvýší v oblasti skelného přechodu daného kompozitu. Ta je u polypropylenu kolem $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$ měřených dilatometricky [5]. V případě dynamického namáhání je o něco vyšší a bývá v okolí $0\text{--}10\text{ }^{\circ}\text{C}$ [60, 66, 67]. Při měření s amplitudou deformace $1\text{ }\mu\text{m}$ lze pozorovat nižší hodnotu souřadového modulu v nízkoteplotní oblasti a kolísání aktuálních hodnot. To může být způsobeno již diskutovaným mírným uvolněním vzorku v důsledku teplotní roztažnosti. Mohlo se zde ale projevit více různých faktorů. Při deformaci $4\text{ }\mu\text{m}$ je tento problém potlačen.



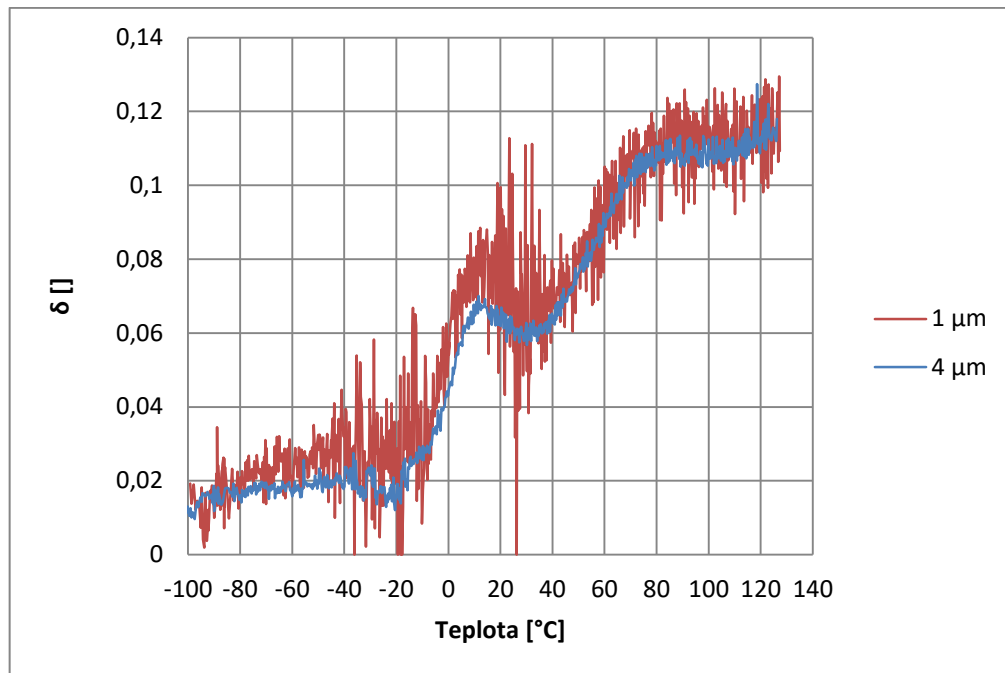
Obr. 43.: Srovnání závislosti E' Tatrenu na teplotě při výchylce $1\text{ }\mu\text{m}$ a $4\text{ }\mu\text{m}$

Rozdíl v kvalitě získaných dat při výchylce 1 a 4 μm u ztrátového modulu je jednoznačný. Především při vyšších teplotách se datový šum citelně zmenšuje. Vyšší výchylka tedy pomáhá omezit velikost rozptylu naměřených dat především v nízkoteplotní oblasti. Jednou ze zásad měření tuhých vzorků v tomto uspořádání by mělo být použití vhodné amplitudy deformace.



Obr. 44.: Srovnání závislosti E'' Tatrenu na teplotě při nucené výchylce o velikosti 1 a 4 μm

Při měření závislosti grafu ztrátového faktoru na teplotě je při 1 μm výchylce rozptyl hodnot značný v celém teplotním rozsahu. Přechody α a β jsou zaznamenány shodně při stejných teplotách u obou výchylek. β -přechod je mezi -20 a 30 °C s maximem kolem 10 °C. α -přechod je v oblasti 80 °C. Vzhledem k šumu je ale lepší použít hodnot při měření s vyšší výchylkou a pro optimalizaci použít funkci klouzavého průměru.



Obr. 45.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru Tatrenu na teplotě při nucené výchylce o velikosti 1 a 4 μm

6.4.3 Další vlivy

Mezi vlivy ovlivňující výsledky patří také přesnost, s jakou byl určen rozměrový faktor vzorku, jeho případné vnitřní nedokonalosti, distribuce skelných vláken, citlivost samotného přístroje atd.

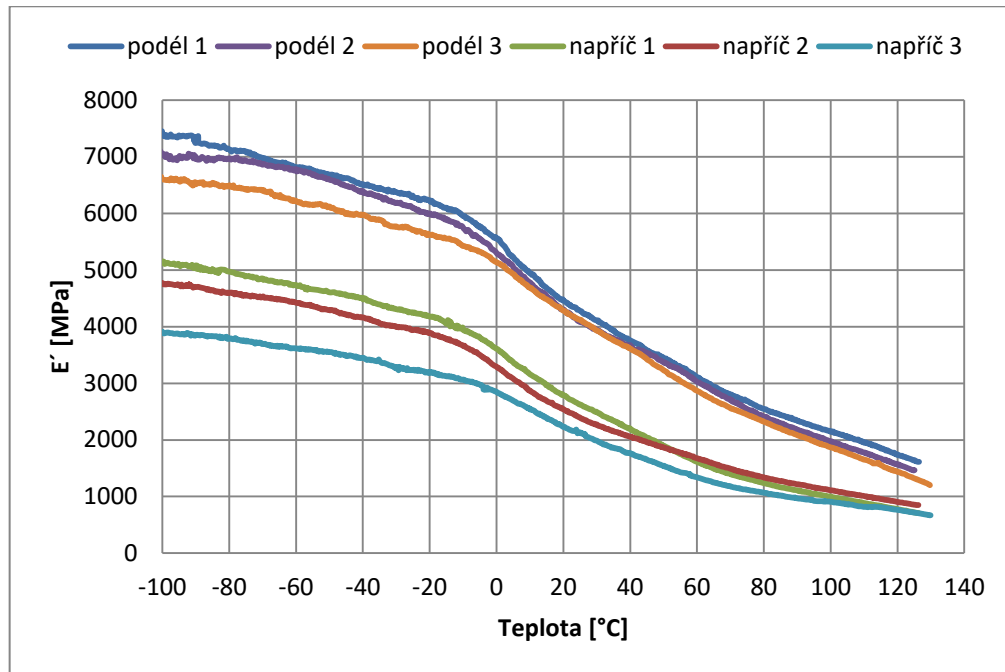
Soufázový modul vzorku ve směru podél toku taveniny nabývá při vyšších teplotách téměř dvojnásobných hodnot oproti příčnému směru jako u Babíkové [13]. Viz Tab. 8.

Tab. 8.: Soufázový modul kompozitu podél a napříč směru toku při různých teplotách pro tři různá zkušební tělesa

n	PP/LGF50 napříč			PP/LGF50 podél		
	-100	0	100	-100	0	100
1	4767	3290	1110	7400	5552	2151
2	5134	3609	992	7060	5308	1975
3	3903	2856	905	6631	5142	1867
Průměr	4600	3300	1000	7030	5346	2064
Odchylka	516	309	84	315	167	112
Odchylka [%]	7,9	6,7	5,9	4,5	3,1	5,4

Při $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ soufázový modul kompozitu napříč směru taveniny dosahuje pouze 4,6 GPa. E' podél směru taveniny je za této teploty 7,0 GPa. Chyba měření se pohybuje okolo 5 %, což zaručuje dobrou reprodukovatelnost výsledků. Jednotlivá měření byla ve výsledcích

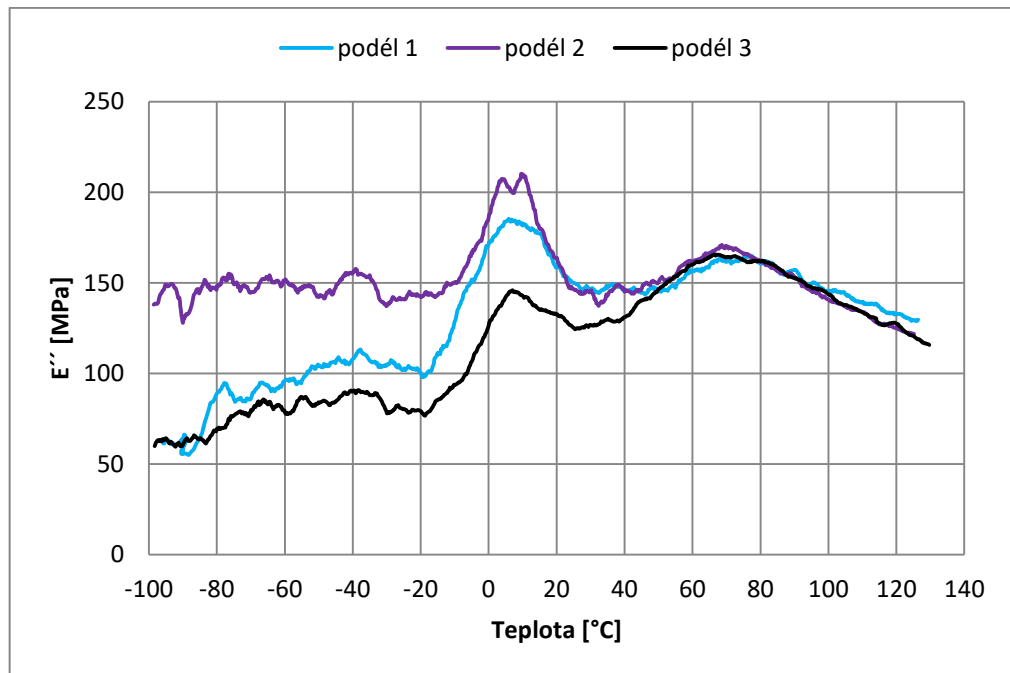
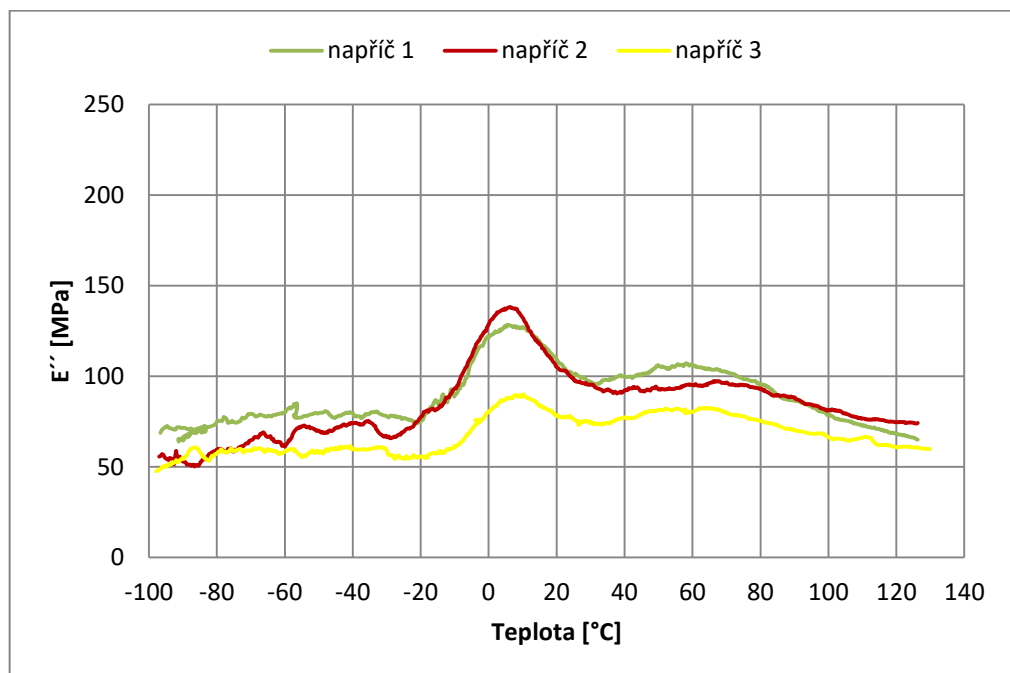
zprůměrována a diskutovány byly tyto průměry. Případně byly využity typické křivky pro daný vzorek.



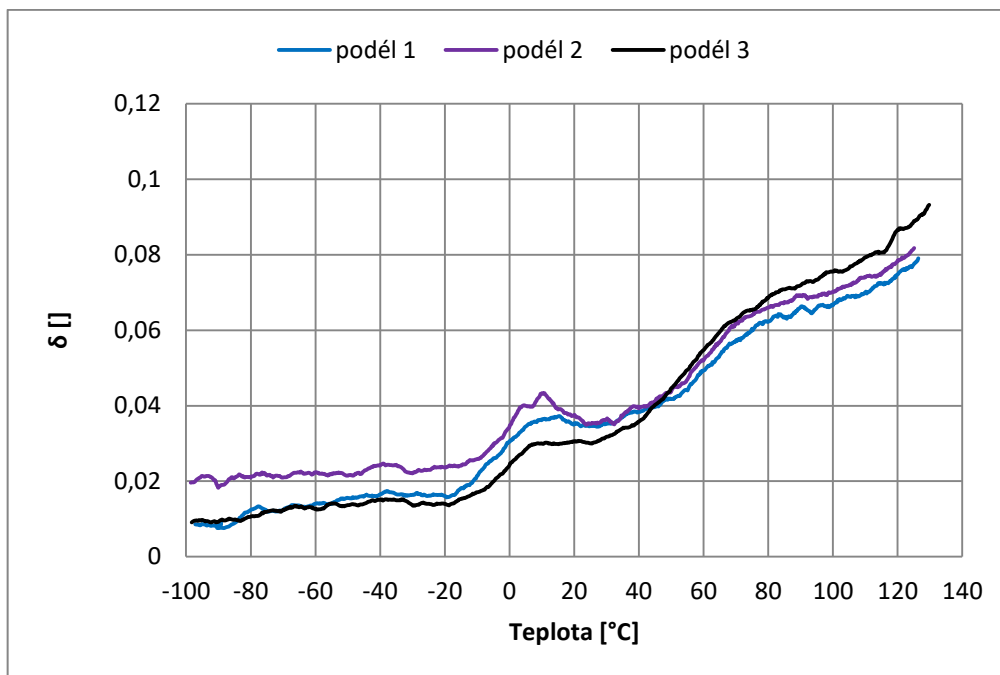
Obr. 46.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě pro různá zkušební tělesa

Ztrátový modul má složitý průběh viz Obr. 46. Především v nízkoteplotní oblasti u PP/LGF50 podél jsou viditelné velké rozdíly.

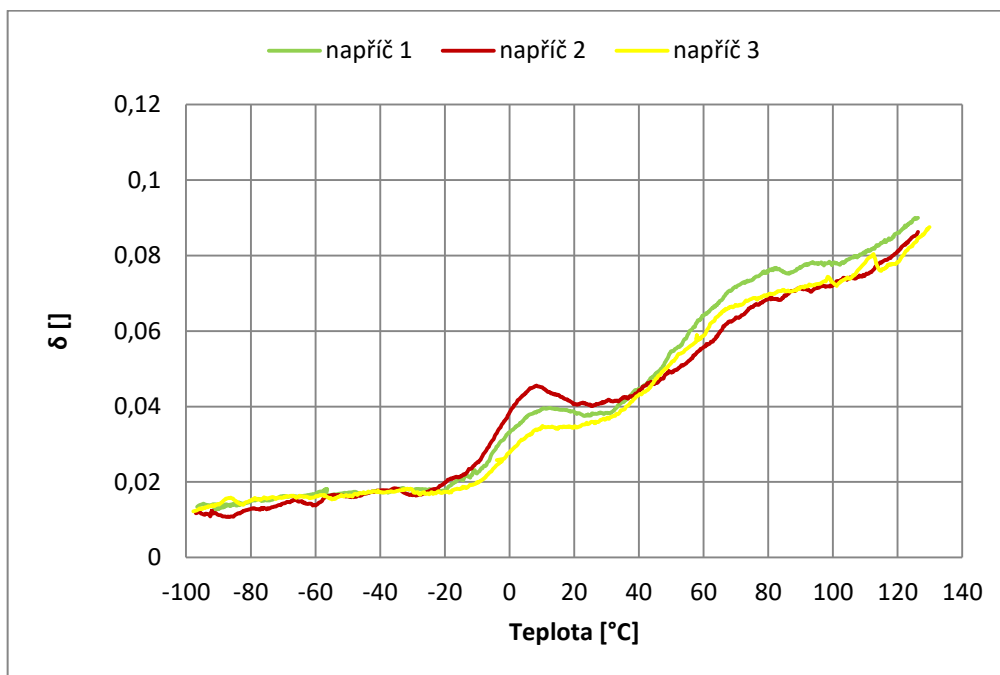
U teplot pod T_g křivka navíc není natolik hladká. Vliv zde hraje zvýšení tuhosti vzorku až k mezi schopností přístroje a upínání. Každá drobná chyba v upnutí vzorku se značnou měrou promítne do výsledku a změna hustoty při změně teploty ji umocní. Rozdíly jednotlivých měření se stírají při vyšších teplotách.

Obr. 47.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotěObr. 48.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 napříč toku taveniny na teplotě

Absolutní hodnoty ztrátového faktoru jsou odlišné, průběh křivky se však výrazně neliší. Obdobné rozdíly se vyskytovaly u všech měření a proto všude, kde to počet měření povolil, byly použity průměrné hodnoty.



Obr. 49.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě



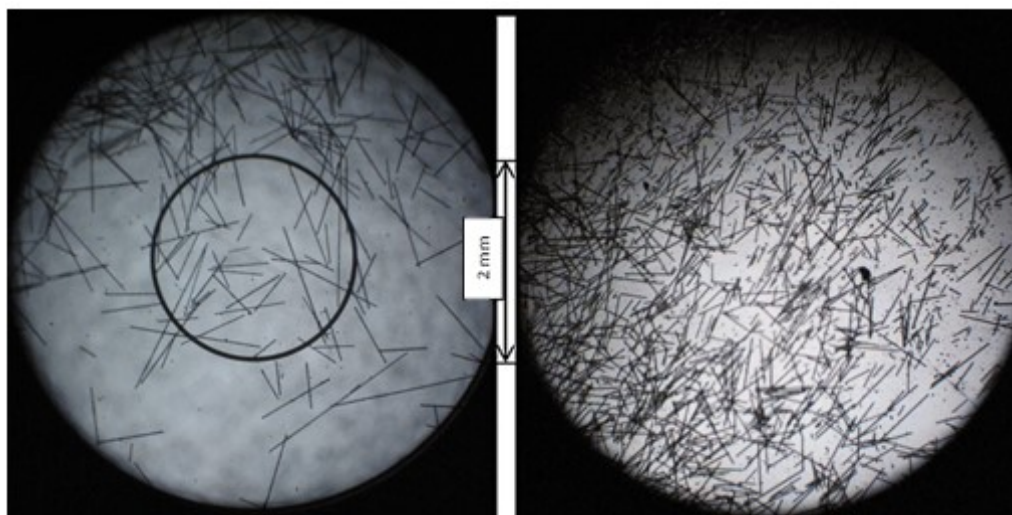
Obr. 50.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 napříč toku taveniny na teplotě

7 VÝSLEDKY A DISKUZE

7.1 Struktura

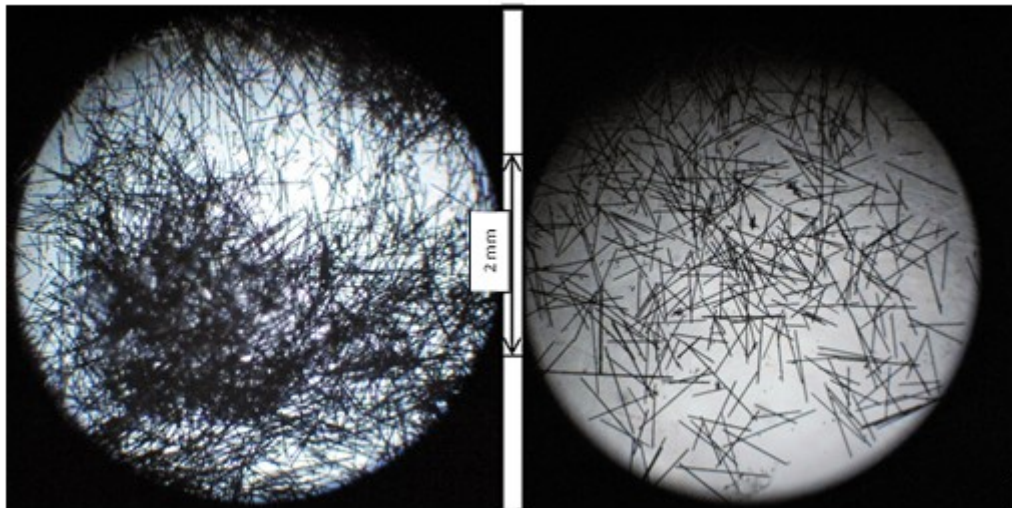
7.1.1 Mikroskopie

Po odstranění matrice byly výztuže vzorků pozorovány pod optickým mikroskopem. Vlákna PP/LGF50 si při dodržení výrobcem doporučeného vstřikovacího postupu zachovala značnou část své délky. Z 10 mm zbyla vlákna délky i více než 2 mm, zatímco při zvýšených otáčkách byla průměrná délka vlákna mnohem menší. Za pozornost stojí i širší distribuce délek vláken. U zvýšených otáček pozorujeme i velmi krátká vlákna.



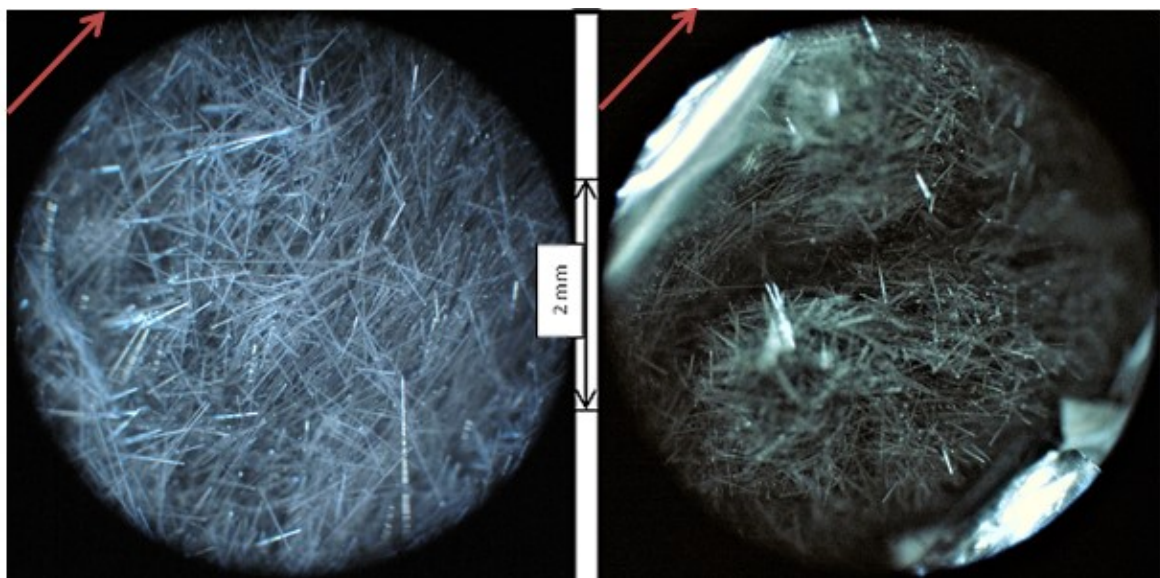
Obr. 51.: Srovnání vláken PP/LGF50 při základním nastavení (vlevo) a zvýšených otáčkách (vpravo)

Při nižším obsahu vláken jsou výsledná vlákna o něco delší. To platí u základního nastavení i při zvýšených otáčkách jak ukázala už Navrátilová [58]. Vlákna mají v tavenině více prostoru a pravděpodobnost jejich zlomu je o něco nižší. Změna mechanických vlastností u těchto dvou vlastností bude pravděpodobně nižší.



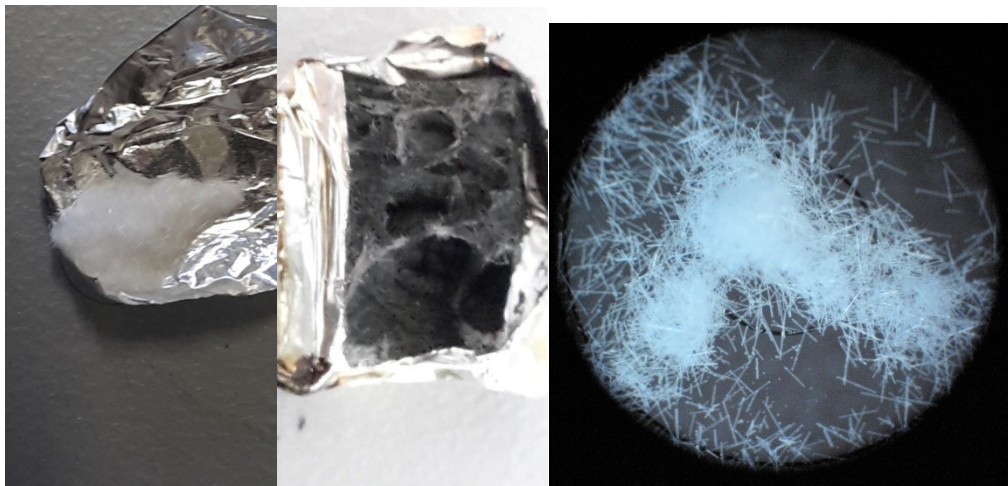
Obr. 52.: Srovnání vláken PP/LGF30 při základním nastavení (vlevo) a zvýšených otáčkách (vpravo)

Svá specifika mají i vzorky o různé tloušťce. U vzorků získaných z destičky o tloušťce 2 mm lze pozorovat mnohem uspořádanější vnitřní strukturu vláken než u vzorků získaných z lopatky o tloušťce 4 mm. Při vstřikování desky si vlákna zachovávají svou orientaci ve směru podél toku taveniny. Naproti tomu u vstřikování lopatek se projevuje fontánový tok a vlákna jsou méně orientovaná. Namísto orientace pozorujeme spíše 3D strukturu. I z tohoto pozorování lze usuzovat na skutečnou délku vláken, která nepřesahuje 4 mm.



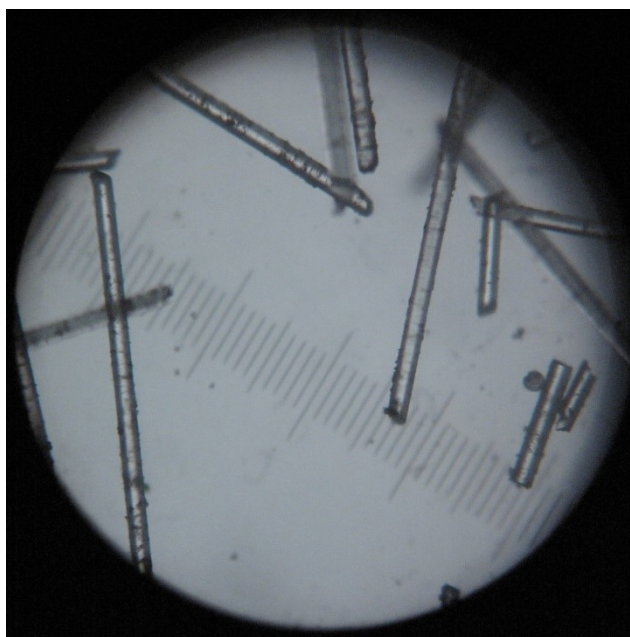
Obr. 53.: Srovnání struktury vzorků PP/LGF50 o tloušťce 2 (vlevo) a 4 (vpravo) mm (šipka značí směr toku)

Šedé barvy vláken po vypálení matrice a černá barva kompozitu ukazuje na umělé barvení. Barvivem u černé barvy bývají nejčastěji saze či Fe_3O_4 [12]. PP/SGF 30 se vypálený vyznačoval barvou bílou zapříčiněnou pravděpodobně plnivem (silika, CaCO_3) či úpravou vláken. Barvivo použité při jeho výrobě nebylo zjištěno. O který typ se jedná je možno zjistit například pomocí termogravimetrie (TGA).



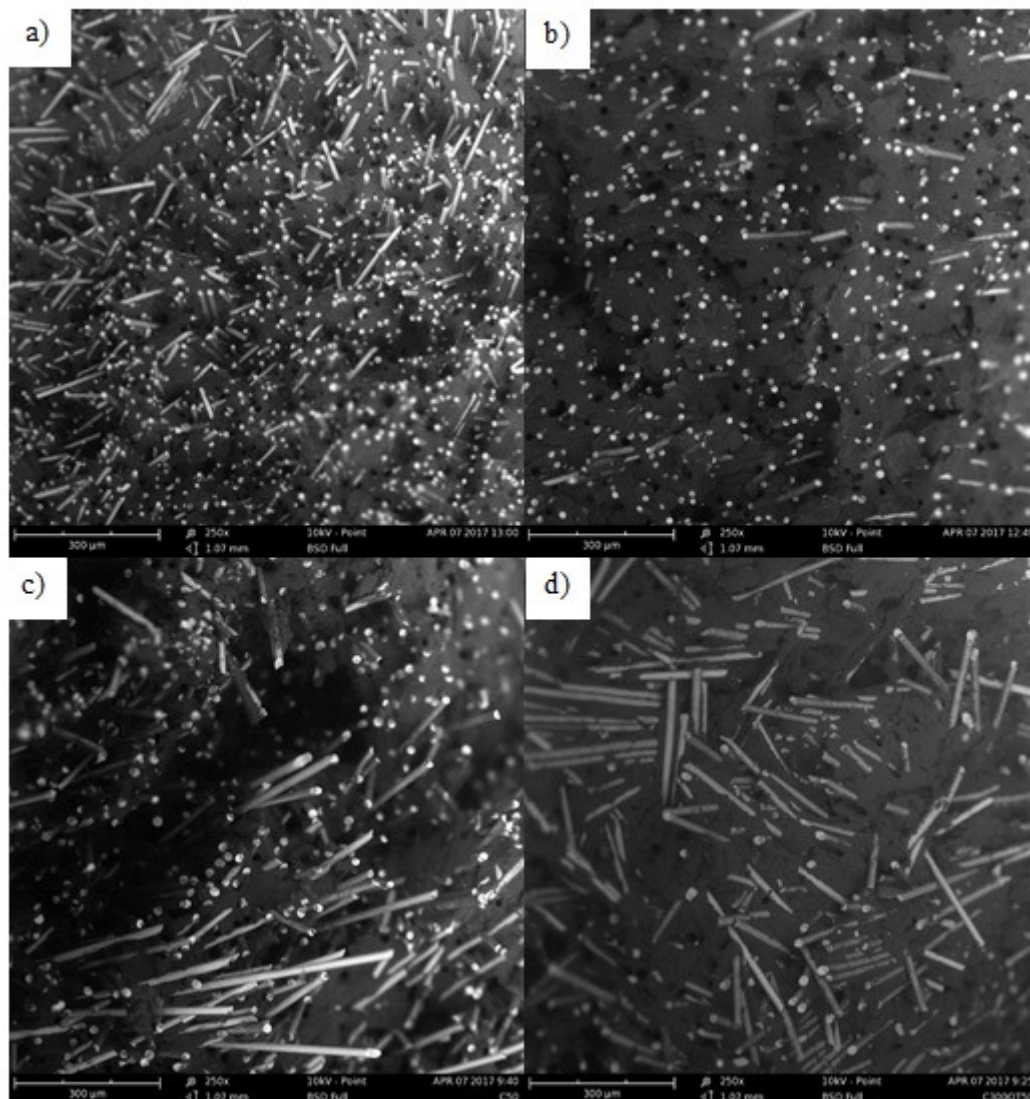
Obr. 54.: Srovnání reziduí po spálení kompozitu PP/SGF30 (vlevo)
a PP/LGF50 (uprostřed). Vpravo vlákna PP/SGF30.

Dle objektivového mikrometru (1 mm byl rozdělen na 100 dílků) byl stanoven průměr skleněných vláken přibližně na $16,5 \cdot 10^{-3}$ mm.



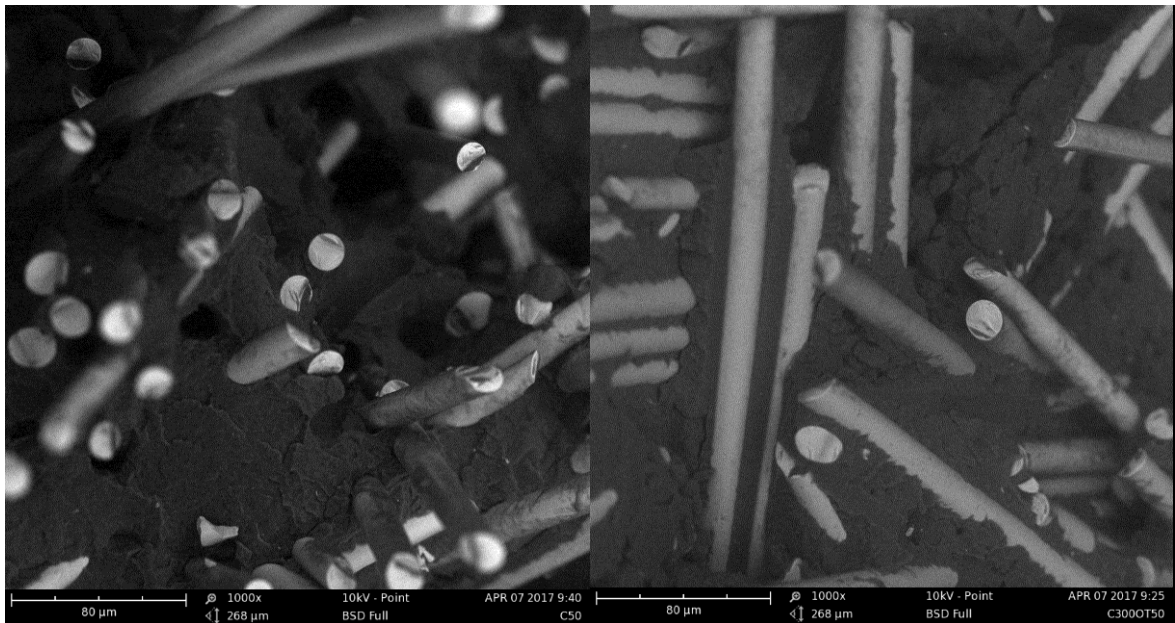
Obr. 55.: Tloušťka vláken (1 dílek stupnice = 0,01 mm)

U SEM fotografií PP/SGF je pozorovatelný poměrně hladký zlom s vytaženými vlákny, po nichž v matrici zůstávají díry. U PP/LGF zlom probíhá přednostně podél vláken, kdy selhává matrice, případně se vlákna přetrhnou.



Obr. 56.: Srovnání vláken a) PP/SGF50, b) PP/SGF30, c) PP/LGF50 a d) PP/LGF50 300ot. (250x zvětšeno)

Při základním nastavení si vlákna i přes fontánový tok udržují jisté přednostní uspořádání a mají tendenci se trhat. Vlákna u zvýšených otáček jsou uspořádána více náhodně. Při zvýšených otáčkách snižuje uspořádanost vláken, při přetržení selhává matrice a to v místech kde jsou vlákna orientována převážně napříč směru působící síly, v tomto případě napříč toku taveniny. Adheze mezi vláknem a matricí PP/LGF kompozitů se jeví jako nepřilíš dobrá. Je vidět jasný zlom matrice a vytažená vlákna, většina vláken je ale přetržena a na ležících vlákních matrice ulpívá. Adhezi tedy lze považovat za dostatečnou.

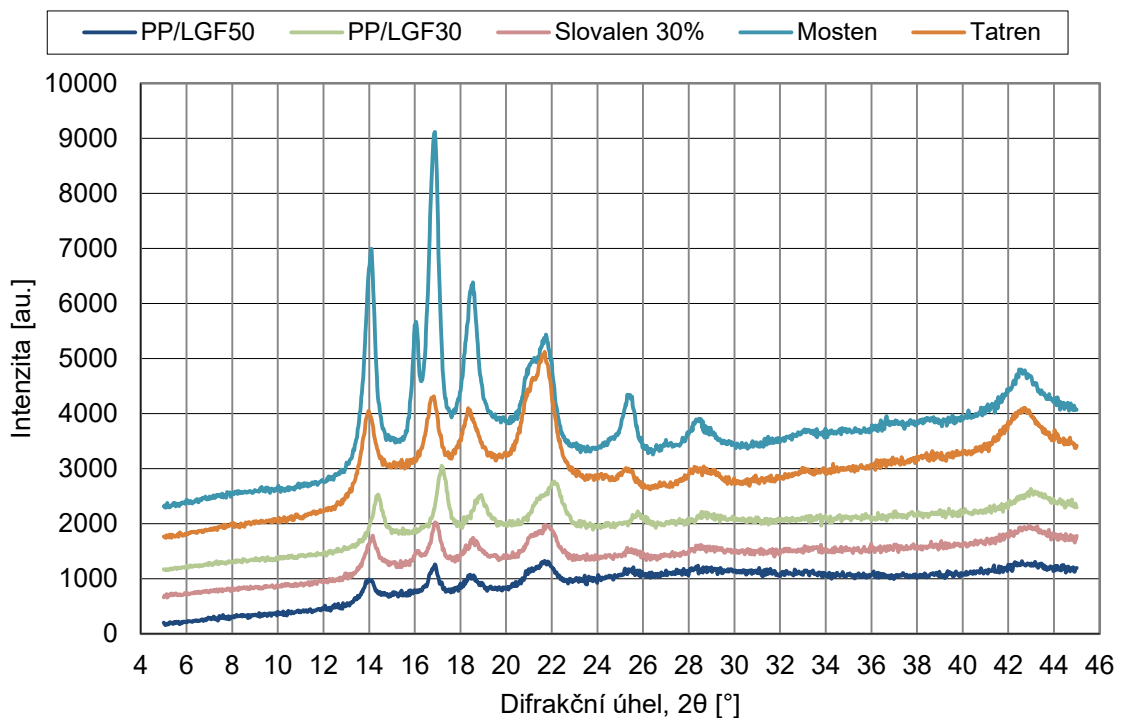


Obr. 57.: Srovnání vláken PP/LGF50 při základním nastavení (vlevo) a při zvýšených otáčkách (vpravo) (1000x zvětšeno)

7.1.2 XRD

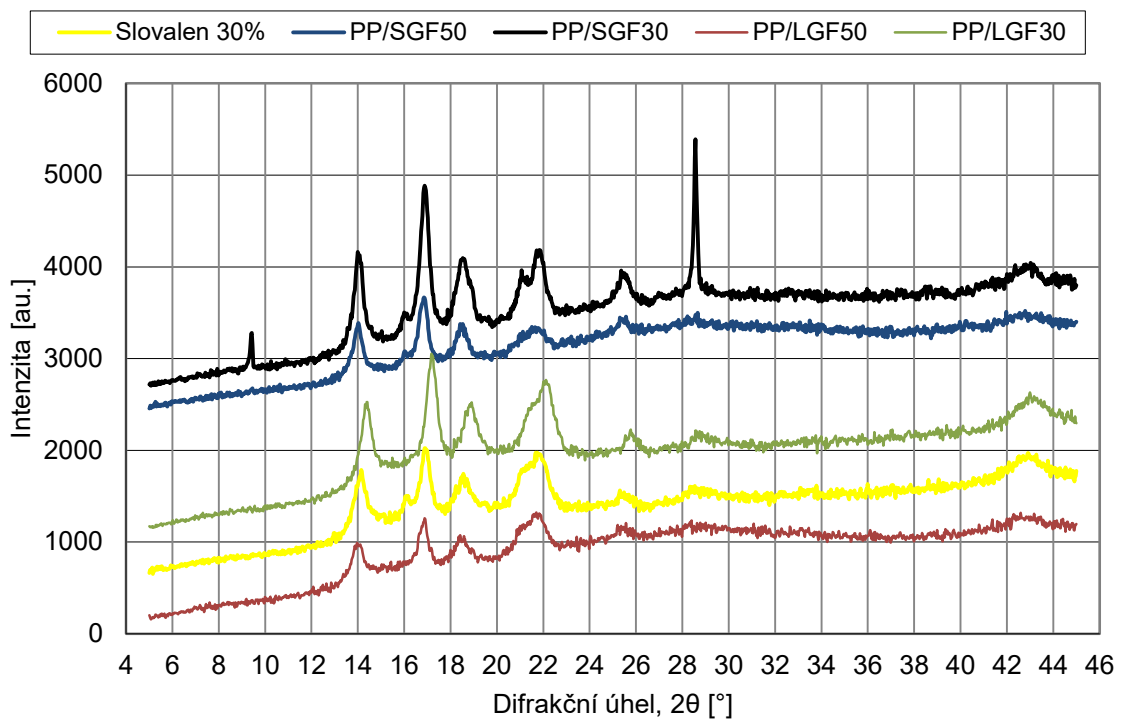
Při rentgenové difrakci plocha píků poukazuje na krystalinitu vzorku, zatímco poloha píků je specifická pro daný materiál. Různé formy krystalitů polypropylenu mají svá specifická spektra. Dle rentgenové difrakce (Obr. 58) všechny typy polypropylenové matrice obsahují α -krystality, zatímco Mosten má poměrně vysoký obsah β -krystalitů. Malé množství β -krystalitů se pravděpodobně vyskytuje i u všech krátkovláknových kompozitů (Obr. 59).

Se zvyšujícím se obsahem skelných vláken krystalinita klesá.

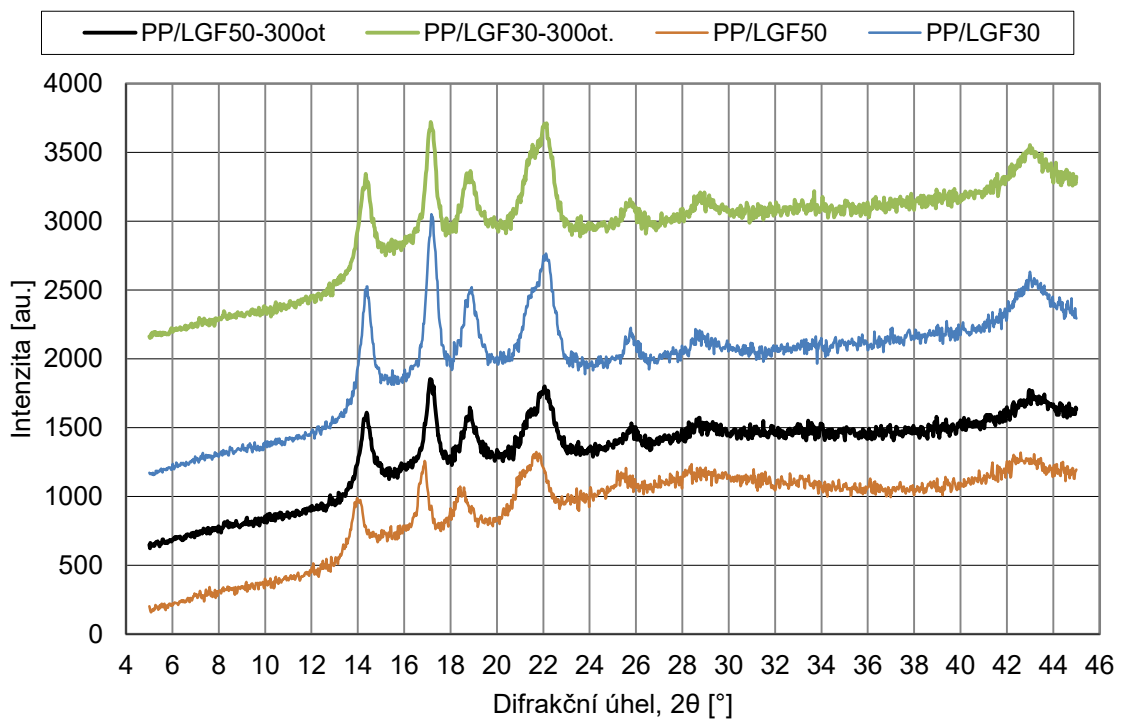


Obr. 58.: WAXD spektra matrice a PP/LGF kompozitů a Slovalenu

U PP/SGF30 se vyskytují ostré píky v okolí 9 a 29 °, které nejsou přítomny u jiných vzorků. Možná se jednalo o zmiňované plnivo, které po vypálení matrice zanechávalo bílý zbytek a barvilo vlákna. PP/SGF30 a PP/SGF50 obsahovaly nízký počet β -krystalitů jak ukazuje nižší pík v okolí 16 °. Nelze jednoznačně potvrdit, že zkrácení vláken při vyšších otáčkách (viz Obr. 60) podporuje krystalizaci. U vyšších otáček šneku přepokládáme vyšší smykové rychlosti, β -krystality přesto v WAXD spektru u dlouhovláknových vzorků nevy-skytují, což je v rozporu se zmiňovanou krystalizací na skleněném vlákně [49].

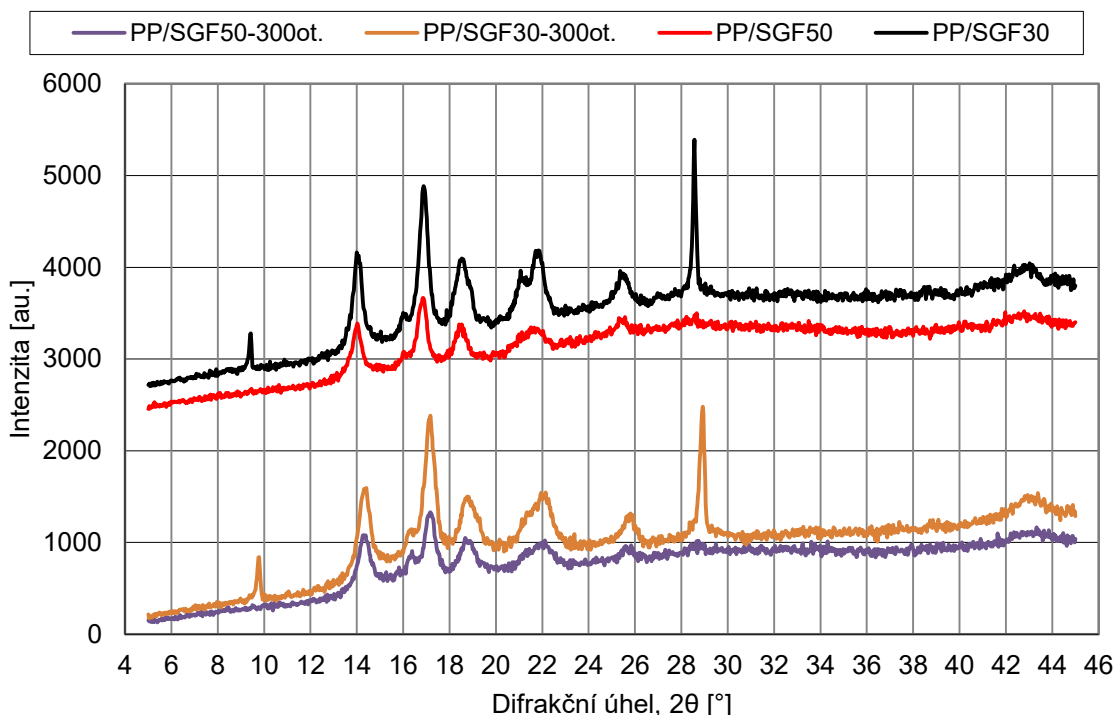


Obr. 59.: Srovnání WAXD spekter krátko a dlouhovláknových kompozitů



Obr. 60.: Srovnání WAXD spekter dlouhovláknových kompozitů při základních nastavení a zvýšených otáčkách

Krystalinita krátkovláknových kompozitů se zvyšujícím se stupněm plnění klesá stejně jako u dlouhovláknových, vyskytují se zde však β -formy krystalitů.

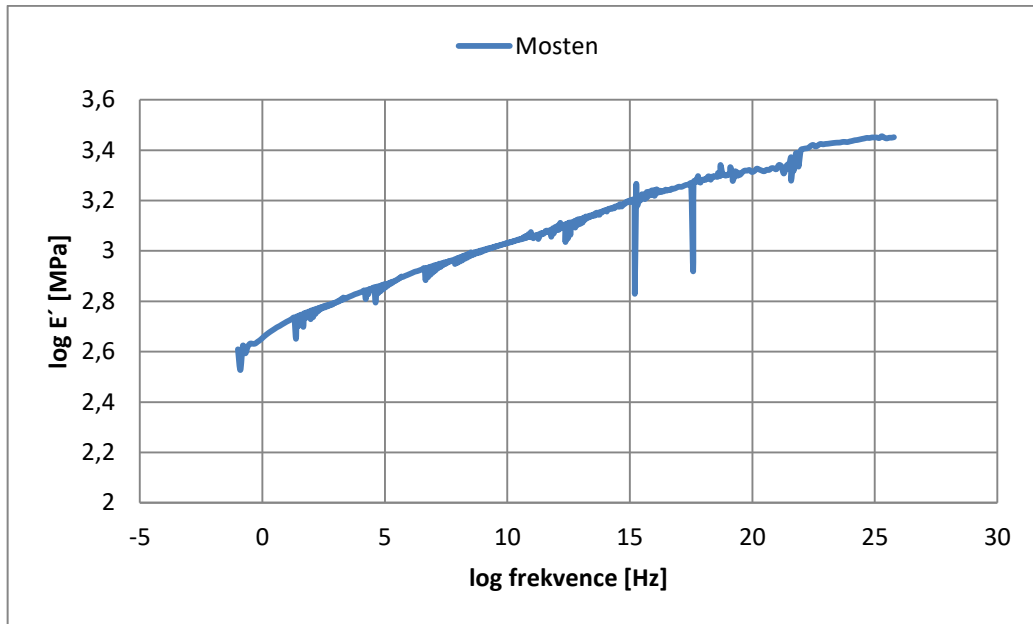


Obr. 61.: Srovnání WAXD spekter krátkovláknových kompozitů při základních nastavení a zvýšených otáčkách

7.2 Frekvenční závislost

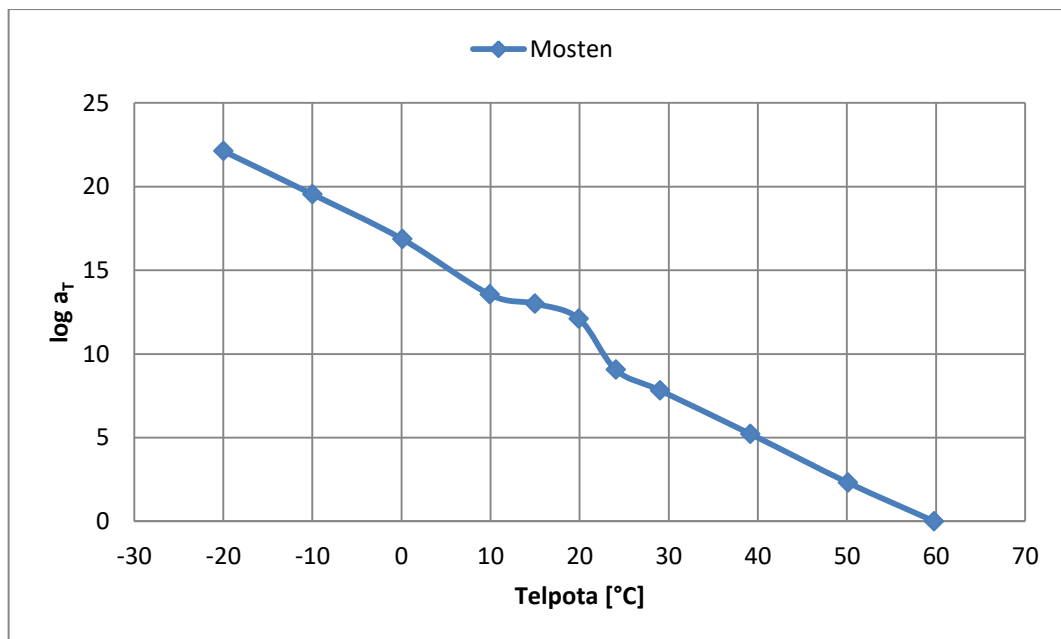
7.2.1 Superpozice teplota-frekvence

Při měření frekvenční závislosti byly výsledné hodnoty soufázového modulu použity pro sestrojení křivky superpozice teplota-frekvence. Bez úprav části křivky vykazovaly velké odchylky v oblasti nejnižších a nejvyšších frekvencí a pouze je navázat horizontálním posuvem představovalo problém. Rozsah frekvencí pro jednotlivé křivky byl omezen z 0,01-200 Hz na 0,1-100 Hz a přebytečné hodnoty vynechány. Křivky byly vertikálně posunuty o posuvný faktor získaný z poměru T_0/T . Poté byl proveden horizontální posuv, a křivky posunuty dokud se co nejlépe nepřekryly. V některých případech musel být vertikální posuv upraven kvůli rozdílům v hodnotách modulů jednotlivých měření.

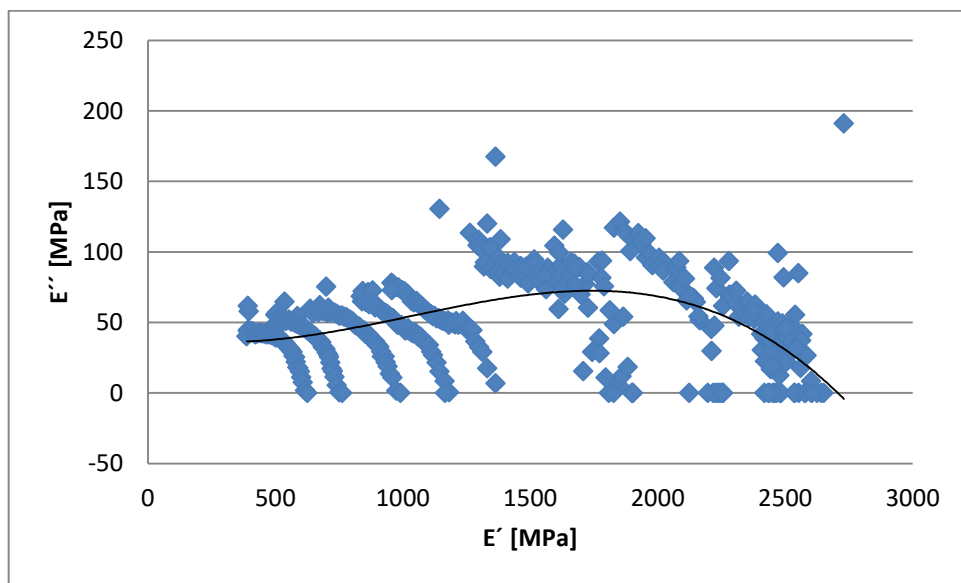


Obr. 62.: Neupravená křivka superpozice Mostenu

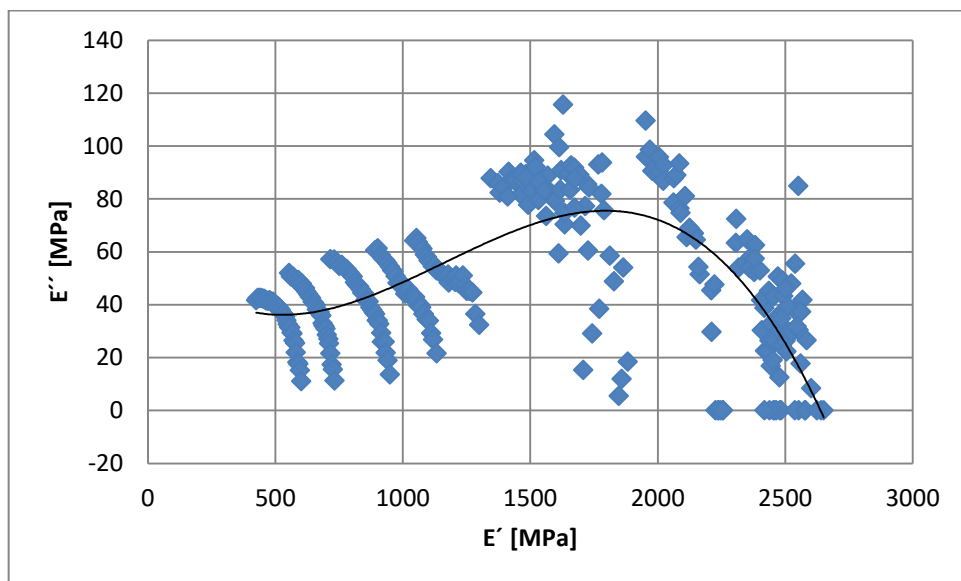
Jelikož je možnost použití superpozice pro semikrystalické polymery omezená a konstanty C_1 a C_2 liší v pro různé srovnávací teploty [62], jako test byla vytvořena křivka závislosti logaritmu posuvného faktoru na teplotě. Vztažná teplota byla zvolena dle doporučení $T_0 = T_g + 50$. Jelikož oblast skelného přechodu v měřeních teplotní závislosti byla v okolí 10°C , byla T_0 určena na 60°C . Při porovnání s křivkou deklarovanou Meissnerem, je naměřená křivka téměř lineární v celém průběhu teplot, možný skok se vyskytuje při teplotě okolo 20°C .

Obr. 63.: Závislost logaritmu posuvného faktoru Mostenu na teplotě ($T_0 = 60^\circ\text{C}$)

Dalším testem spolehlivosti superpozice byl Wicketův graf. Tento test je prováděn, pokud se jako v případě Mostenu nepodaří navázat křivky horizontálním posuvem. Při proložení polynomicou regresí třetího stupně vykazuje požadovaný tvar, oproti teoretickému tvaru pro iPP (Obr. 25) je mírně odlišný, podobnost se ale zvýší, pokud je Wicketův graf použitý pouze pro hodnoty frekvence od 0,1 do 100 Hz. V oblastech do 1300 MPa jsou při použití frekvence 0,1-100 Hz hodnoty dobré a obdobné jako v Obr. 25. Při vyšších hodnotách soufázového modulu získávaných z měření za nižších teplot se zvýší rozptyl, přesto je regrese ve správném tvaru a superpozici v daném omezeném rozmezí lze považovat za úspěšnou.

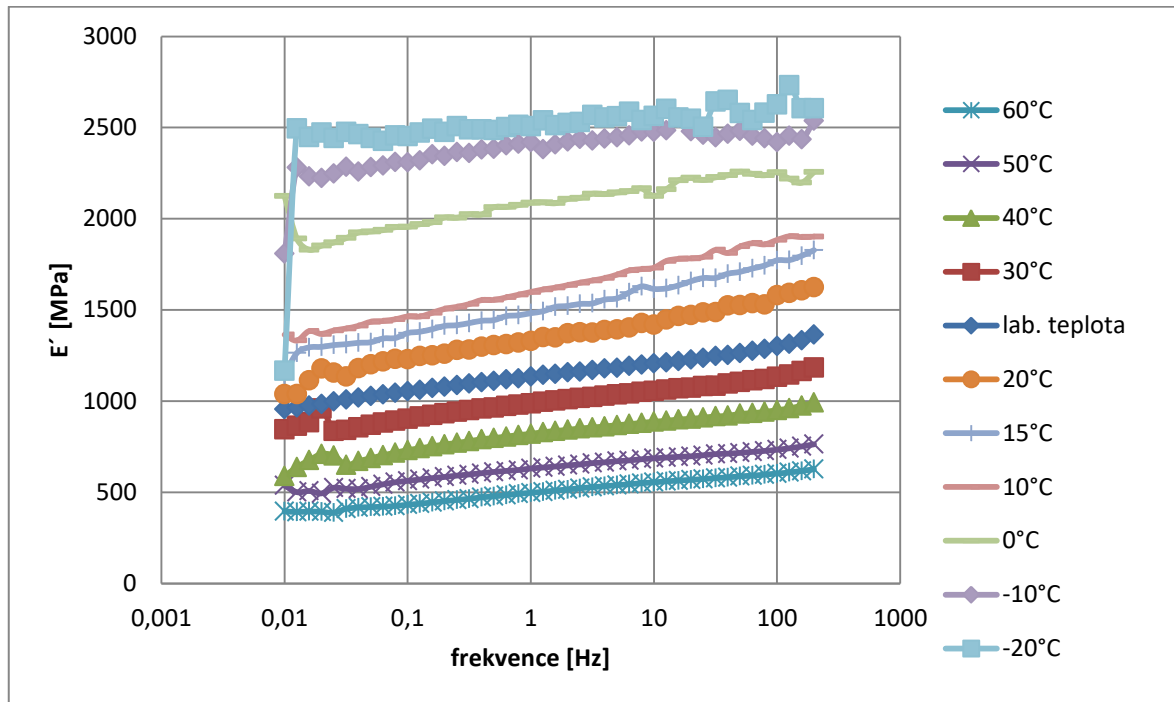


Obr. 64.: Wicketův graf Mostenu



Obr. 65.: Upravený Wicketův graf Mostenu (hodnoty frekvencí 0,1-100 Hz)

Při měření frekvenčních závislostí hodnota modulu klesá s rostoucí teplotou. U Mostenu lze pozorovat pětinašobný soufázový modul při teplotě $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ než při $60\text{ }^{\circ}\text{C}$. Mezi 0,01-0,1 Hz a 100-200 Hz křivky neměly lineární průběh. Jak již bylo diskutováno, i toto byl jeden z důvodů, proč byla tato data vyloučena při vytváření řídicích křivek



Obr. 66.: Srovnání E' Mostenu při různých teplotách a frekvenci 0,01-200 Hz

Pro porovnání řídicích křivek byly zvoleny typické křivky jednotlivých vzorků. PP/LGF50 má nejvyšší soufázový modul při zvyšující se frekvenci a vzhledem k jeho průběhu bude jeho výhoda růst se zvyšující se frekvencí. Závislost je však lineární a pevnost těchto vzorků by tak s rostoucí frekvencí rostla donekonečna. Lze podotknout, že se zvyšující se délkou vlákna a plněním kompozitu roste jeho soufázový modul a s rostoucí frekvencí se míra tohoto přírůstku zvyšuje. Zároveň se mění konstanty C_1 a C_2 WLF rovnice. Vertikální posuv b_T byl vypočítán jako:

$$b_T = \log \frac{T_0}{T} \quad (21)$$

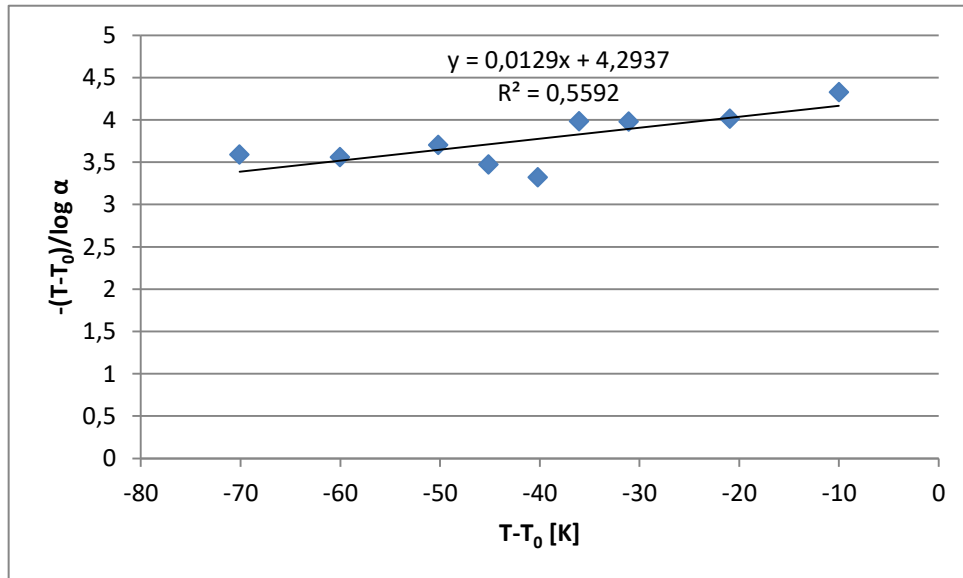
K soufázovému modulu v logaritmických souřadnicích ($\log E'$) jsem tedy přičetl $\log \frac{T_0}{T}$.

Konstanty C_1 a C_2 byly získány linearizací základního tvaru WLF rovnice a výpočtem z rovnice lineární regrese grafu.

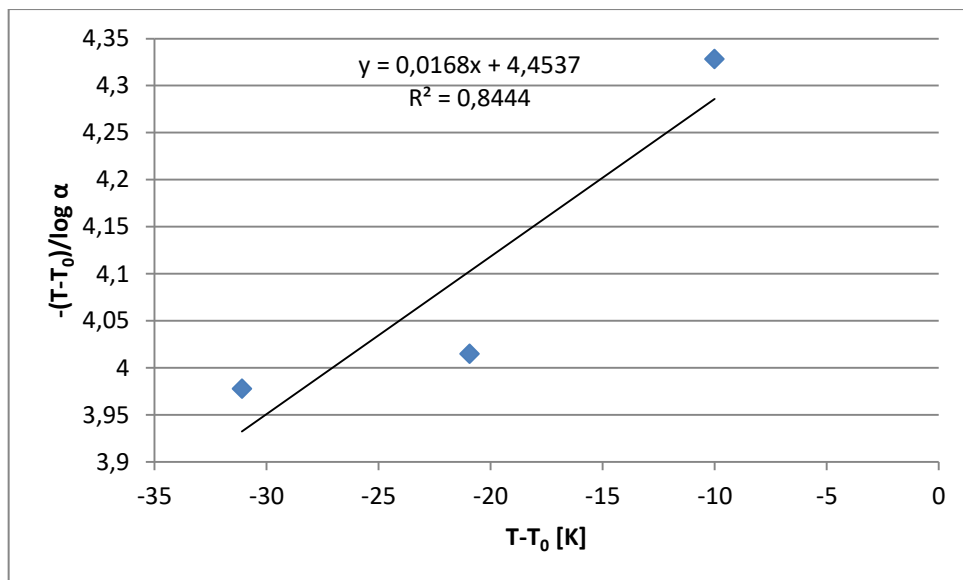
$$\log a_T = -\frac{C_1(T - T_0)}{C_2 + T - T_0} \quad (22)$$

$$-\frac{T - T_0}{\log a_T} = \frac{C_2}{C_1} + \frac{1}{C_1}(T - T_0) \quad (23)$$

C_1 a C_2 byly vypočteny pro různé intervaly teplot, kdy referenční teplota byla vždy 60 °C.



Obr. 67.: Graf závislosti $-\frac{T-T_0}{\log a_T}$ na $(T - T_0)$ Mostenu při použití hodnot z intervalu teplot -20 až +60 °C



Obr. 68.: Graf závislosti $-\frac{T-T_0}{\log a_T}$ na $(T - T_0)$ Mostenu při použití hodnot z intervalu teplot 30 až 60 °C

Při použití všech teplot jsou hodnoty $C_1 = 101,6$ a $C_2 = 426,1$ K získané z lineární regrese ($y = 0,0129x + 4,2937$). Při použití pouze křivek teplot 60, 50, 40 a 30 °C jsou hodnoty $C_1 = 59,6$ a $C_2 = 265,5$ K.

Ve vzácných případech se modul lišil od předpokladu a horizontální posuv nebylo možno provést. V tomto případě byl vertikální posuv proveden dle potřeby, aby byl rozdíl hodnot modulu napětí získaných při různých měřeních kompenzován. U vybraných dat se jedná o Mosten, kde byl b_T v případě -20 °C 0,91 namísto 1,12.

Tab. 9.: Horizontální posuvné faktory a vypočtený vertikální posuvný faktor vzorků pro zvolené teploty ($T_0 = 60\text{ °C}$)

T [°C]	a_T				b_T
	Mosten	PP/LGF50-napříč	PP/LGF50-podél	Slovalen	
-20	1,31E+22	1,01E+23	3,85E+18	8,42E+23	1,12
-10	3,46E+19	9,46E+19	9,68E+16	6,63E+21	1,10
0	7,25E+16	5,75E+16	1,08E+14	9,75E+18	1,09
10	3,54E+13	5,57E+13	1,02E+12	6,63E+16	1,07
15	1,02E+13	5,38E+12	7,35E+10	1,26E+15	1,06
20	1,29E+12	2,40E+11	3,94E+09	1,94E+13	1,06
25	1,14E+09	3,03E+08	7,97E+07	1,46E+10	1,05
30	6,55E+07	7,81E+06	4,88E+06	1,54E+07	1,04
40	1,64E+05	2,46E+04	1,95E+04	9,98E+04	1,03
50	204,38	100,91	63,25	315,01	1,01
60	1	1	1	1	1

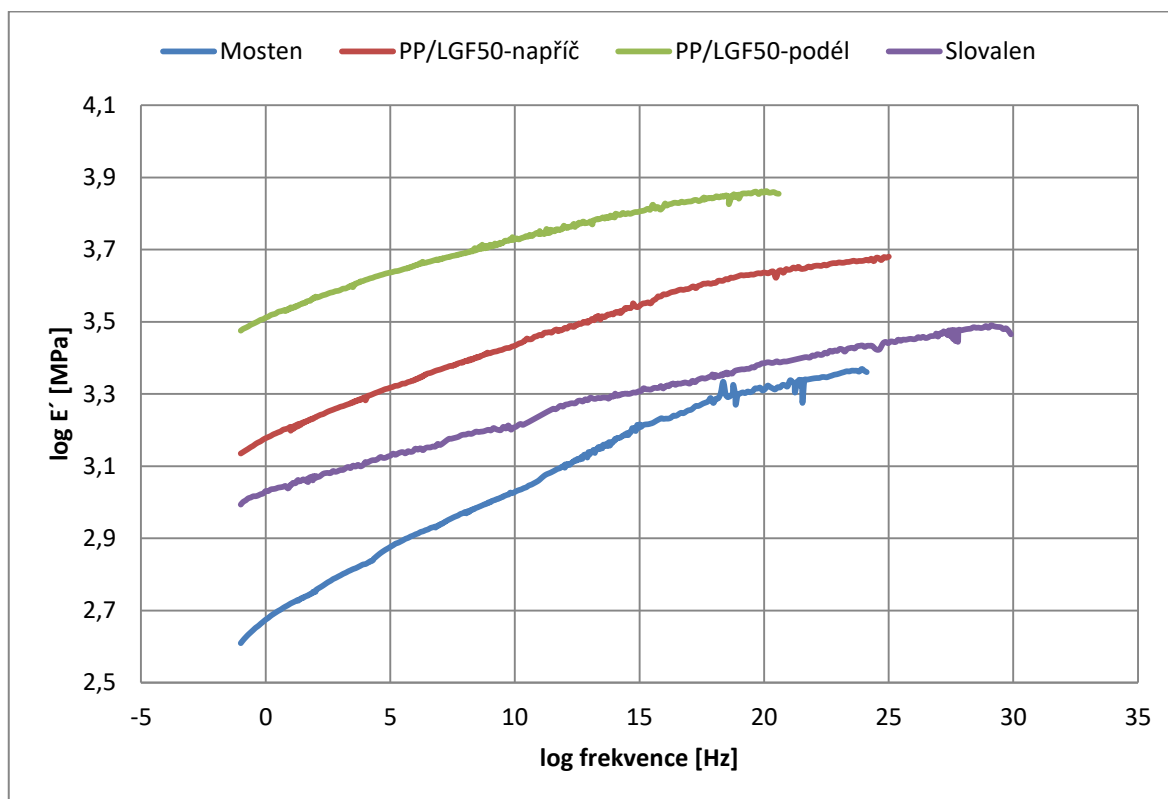
Tab. 10.: WLF konstanty vzorků

Interval teplot [°C]	Mosten		PP/LGF50-napříč		PP/LGF50-podél		Slovalen	
	C_1	C_2 [K]	C_1	C_2 [K]	C_1	C_2 [K]	C_1	C_2 [K]
60 až -20	101,6	426,1	45,0	222,2	70,2	355,7	37,1	161,4
60 až -10	77,4	332,3	37,3	190,0	50,9	266,6	27,3	127,3
60 až 0	60,2	265,1	30,9	162,3	41,1	220,8	20,9	104,1
60 až 10	49,8	224,1	25,9	140,5	30,4	170,5	16,6	88,3
60 až 15	40,0	184,5	23,6	130,0	26,3	150,5	14,6	80,5
60 až 20	40,7	187,3	24,6	134,4	23,4	136,4	13,0	73,7
60 až 25	77,2	339,3	35,2	184,9	22,0	129,3	12,0	69,8
60 až 30	59,6	265,5	29,8	159,1	18,3	110,1	15,4	84,9
60 až 40	34,9	161,1	20,6	114,2	12,2	77,7	9,8	59,2

Hodnoty získaných WLF konstant se začínají blížit hodnotám zjištěných pro jeho taveniny při vyšších teplotách. V taveninách PP kompozitů je tato hodnota deklarována jako $C_1 = 34,2$ a $C_2 = 51,6$. Tyto hodnoty byly získány pomocí počítačové simulace programu MOLDFLOW PLASTICS INSIGHT v.4.1[65].

Všechny křivky superpozice začínají na hodnotě 0,1 Hz. PP/LGF 50 má největší modul a jeho mechanické vlastnosti byly vyneseny do frekvence řádově 10^{20} Hz. Do nejvyšších frekvencí se dostal Slovalen, s řádově 10^{30} Hz. Slovalen má tedy největší rozdíly

v soufázovém modulu při určitém rozdílu teplot, zatímco PP/LGF 50 podél nejmenší. Jedná se o velmi vysoké frekvence, které připadají gamma záření a výše (řádově $>10^{18}$ Hz). Vysokofrekvenční zatěžování bývá prováděno při frekvencích pouze do 100 kHz [69].

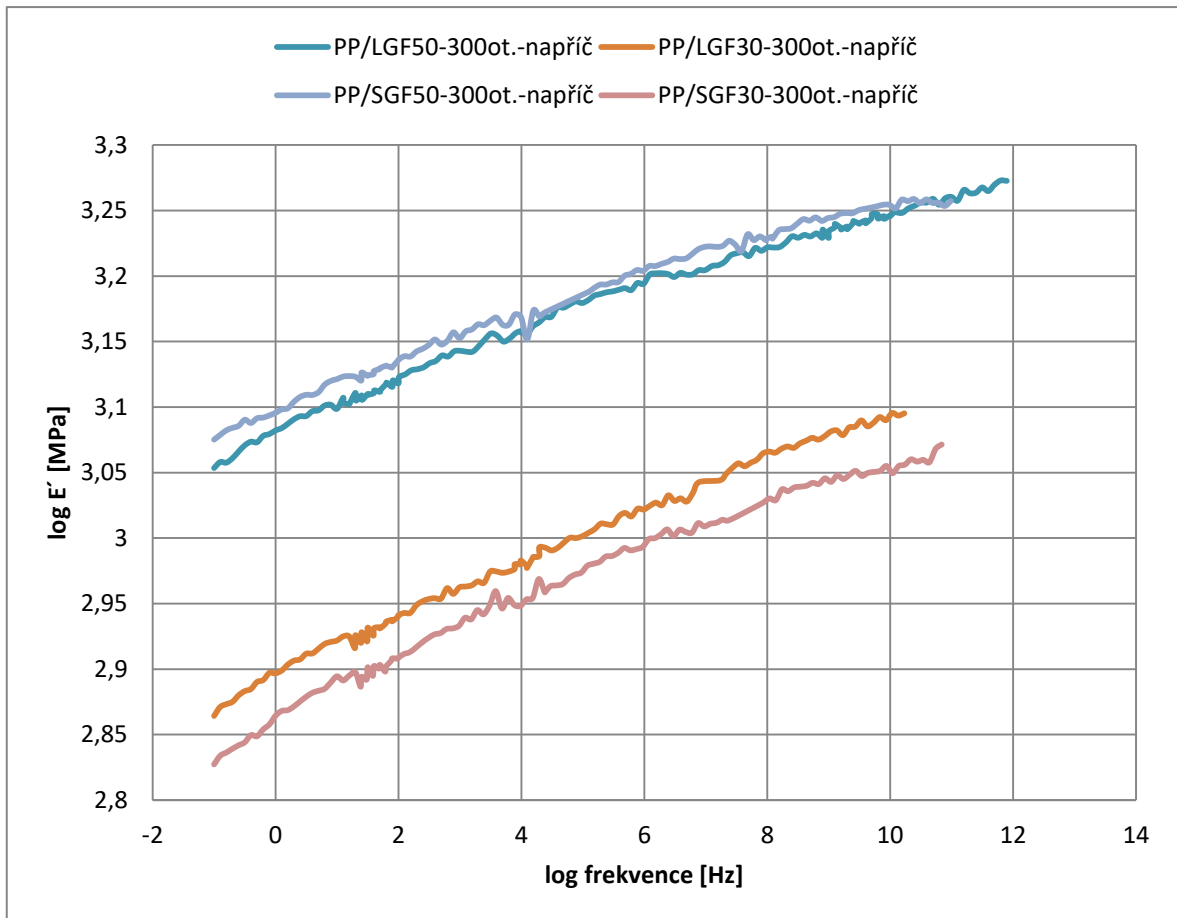


Obr. 69.: Řídící křivky kompozitů a matrice při $T_0 = 60\text{ °C}$

Při srovnání dlouho a krátkovláknových kompozitů vstřikovaných za zvýšených otáček jde pozorovat jen minimální výhodu dlouhovláknových při nižším plnění. Projevuje se zde anizotropie. Závislosti jsou opět lineární. Rozsah prozkoumaných frekvencí je postačující k popisu vlivu běžně se vyskytujících frekvencí na chování materiálu.

Tab. 11.: Horizontální a vertikální posuvné faktory vzorků se zvýšenými otáčkami a WLF konstanty ($T_0 = 60\text{ °C}$)

T [°C]	PP/LGF50-300ot.- napříč		PP/LGF30-300ot.- napříč		PP/SGF50-300ot.- napříč		PP/SGF30-300ot.- napříč	
	a_t	b_t	a_t	b_t	a_t	b_t	a_t	b_t
30	1,27E+08	1,04	1,71E+08	1,04	9,75E+08	1,04	6,92E+08	1,04
40	9,73E+04	1,03	7,78E+04	1,03	1210000	1,03	236870	1,03
50	128,55	1,01	195,93	1,01	248,68	1,01	241,89	1,01
60	1	1	1	1	1	1	1	1
Interval teplot [°C]	C1	C2 [K]	C1	C2 [K]	C1	C2 [K]	C1	C2 [K]
60 až 30	20,4	105,6	27,9	133,5	19,4	88,8	24,8	114,5
60 až 40	15,3	82,7	32,4	152,7	11,2	56,7	18,7	89,5

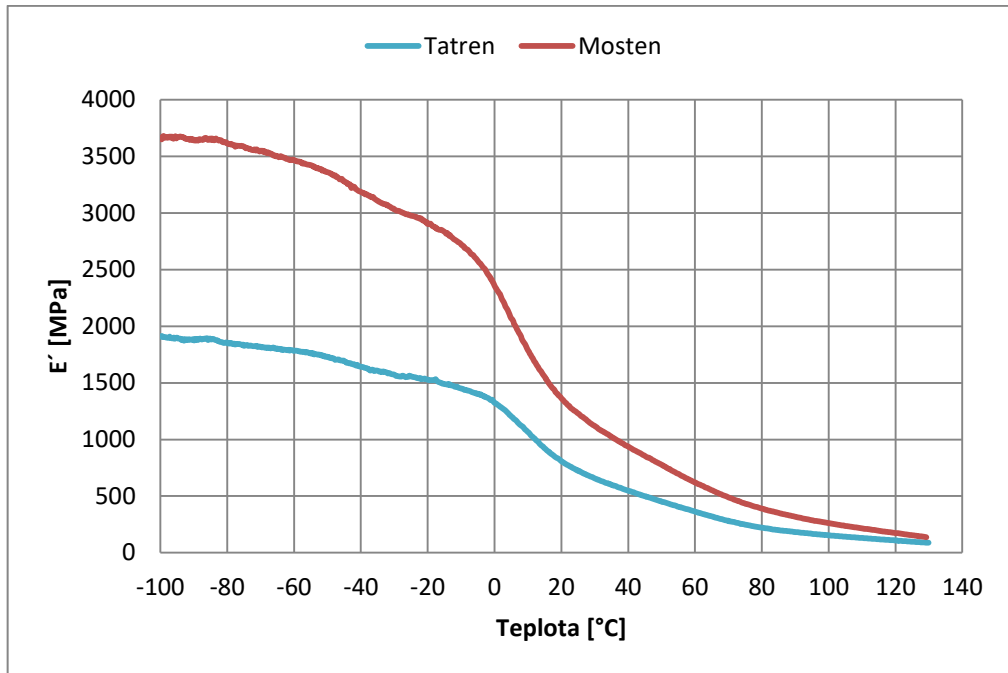


Obr. 70.: Řídicí křivky kompozitů napříč toku vstřikovaných při zvýšených otáčkách ($T_0 = 60\text{ °C}$)

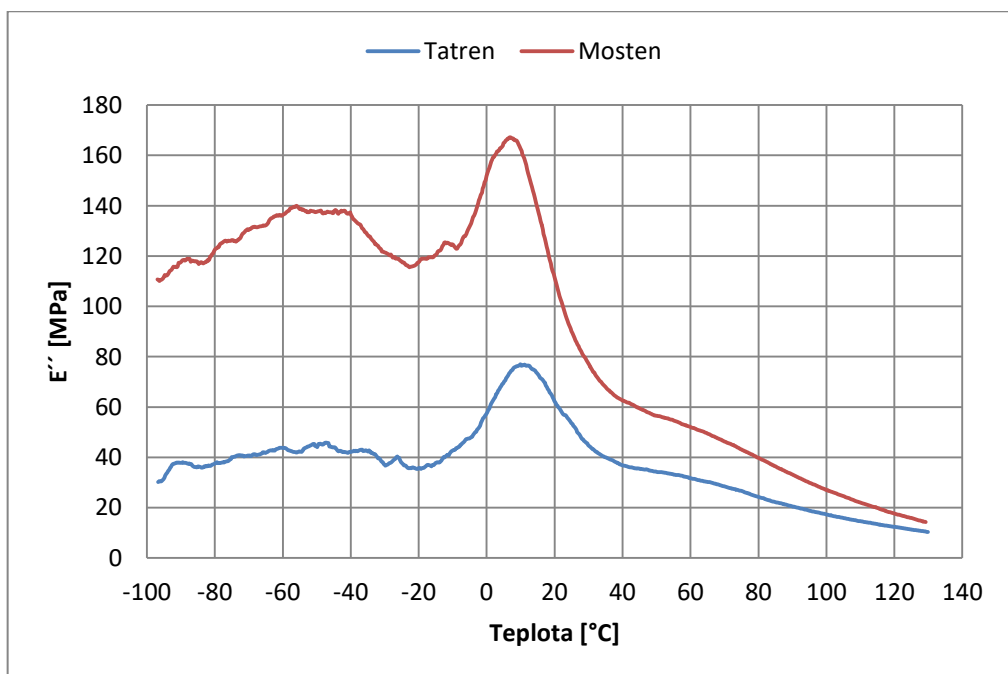
7.3 Teplotní závislost

7.3.1 Vlastnosti polypropylenové matrice

Soufázový modul Mostenu je vyšší než u Tatrenu, který má dle XRD nižší krystalinitu. Mosten si udržuje lepší mechanické vlastnosti téměř až do bodu tání (viz Obr. 71).

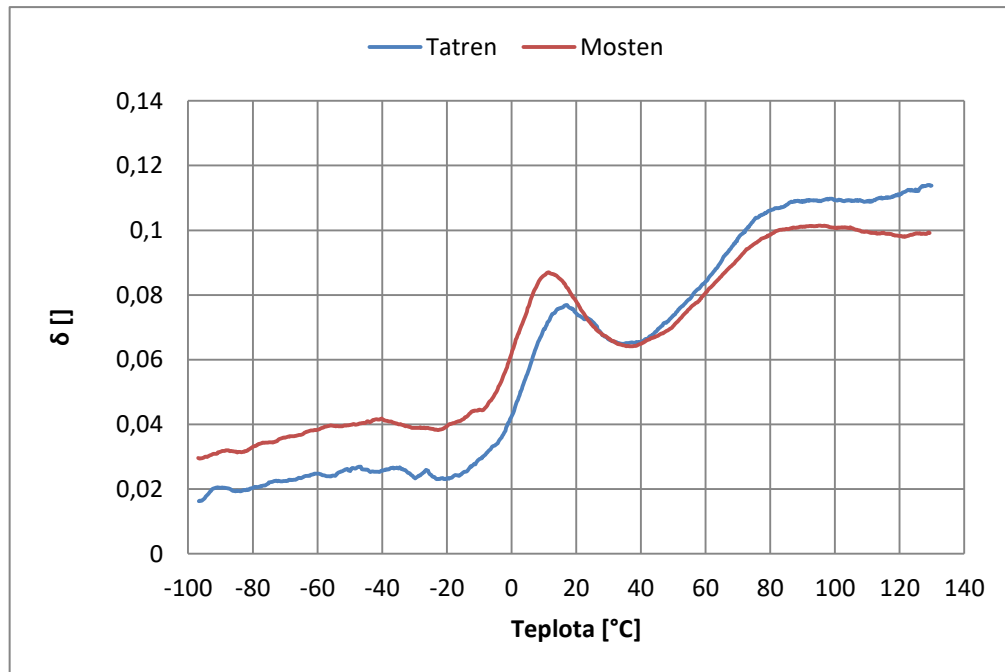
Obr. 71.: Srovnání závislosti E' matric Tatren a Mosten na teplotě

Mosten má výrazně vyšší ztrátový modul než Tatren a to především v nízkoteplotních oblastech. V okolí 40 °C se vyskytuje pík, nacházející se i u kompozitů níže. Jednat se bude nejspíše o drobné konformační pohyby v řetězci.

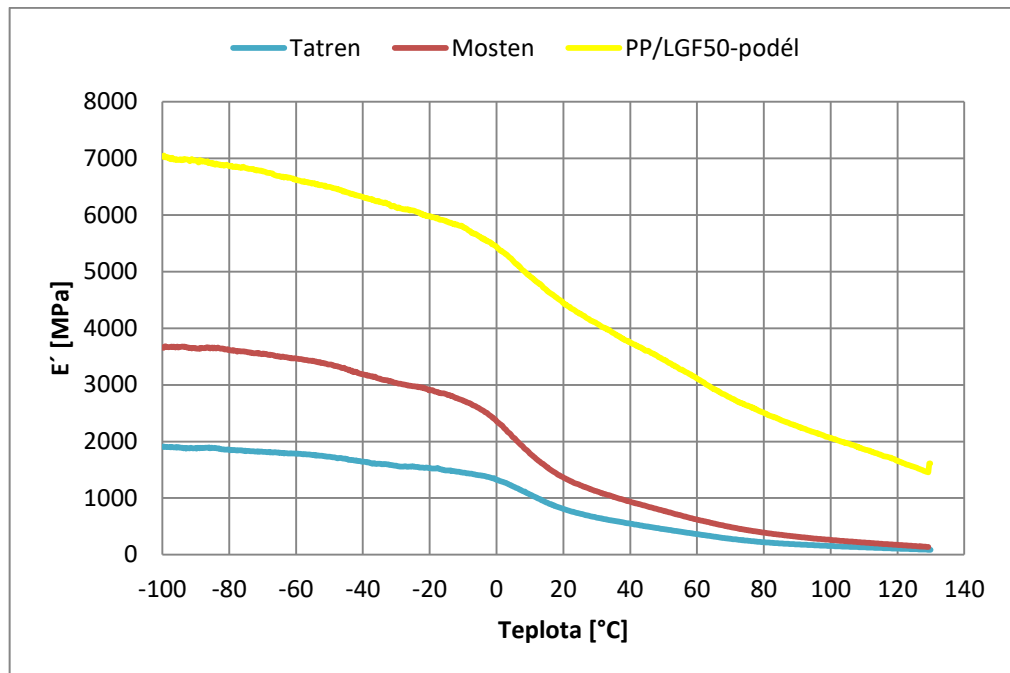
Obr. 72.: Srovnání závislosti E'' matric Tatren a Mosten na teplotě

Ztrátový faktor samotné matrice je zajímavý svým rychlým vzrůstem za oblastí skelného přechodu. Nad teplotou 80 °C se zde vyskytuje jisté plató, které by pravděpodobně pokračovalo.

čovalo až do oblasti tání polypropylenu, jak je vidět na Obr. 73. Od 80 °C dle tohoto měření dosáhl polypropylen svého maximálního ztrátového faktoru a deformace se tedy do maximální možné míry zpožďuje za napětím. Další zvyšování $\text{tg } \delta$ by již představovalo počátek tání polymeru.

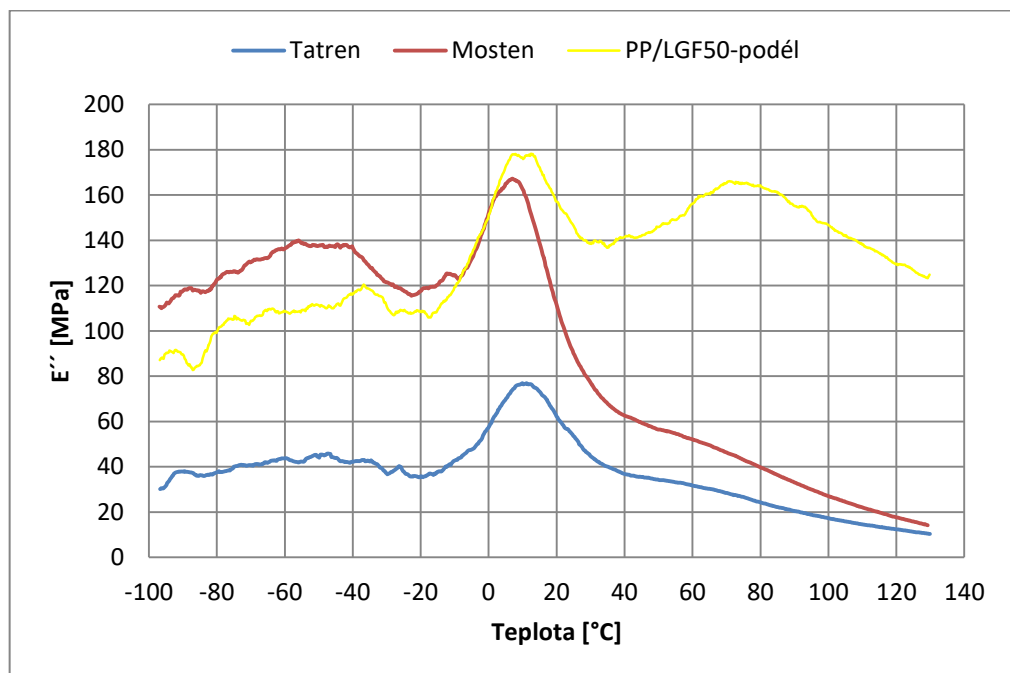


Obr. 73.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru matric Tatren a Mosten na teplotě. Soufázový modul PP/LGF50 podél toku taveniny je v celém teplotním rozmezí přibližně dvojnásobný oproti soufázovému modulu čisté matrice Mosten a více než trojnásobný oproti matrici Tatren (Obr. 74). Pokles v oblasti skelného přechodu je méně výrazný než u čisté matrice a kompozit si zachovává vyšší soufázový modul v širším rozsahu teplot.



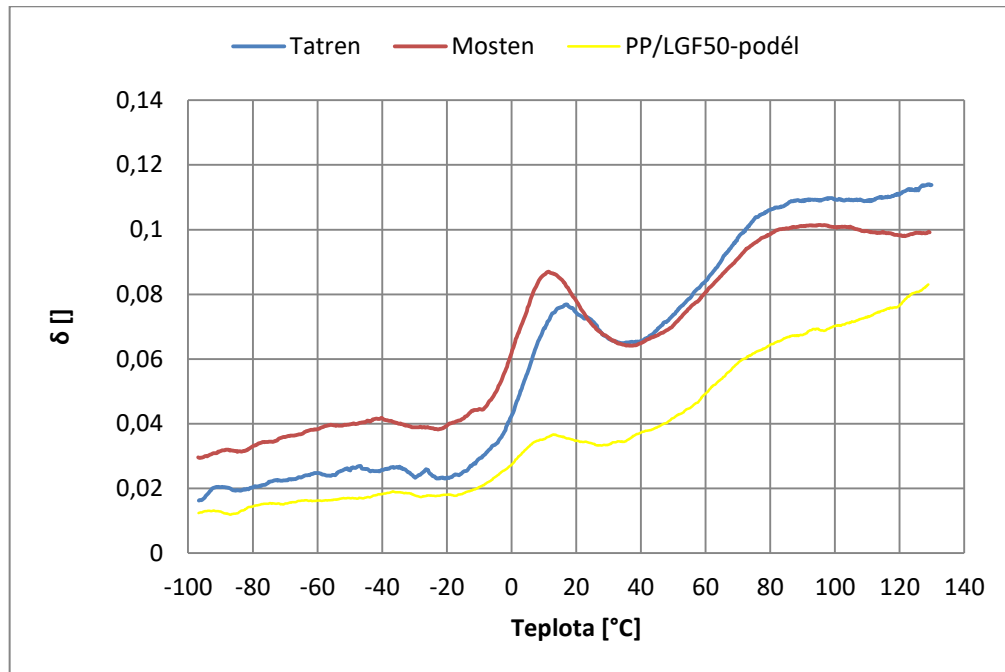
Obr. 74.: Srovnání závislosti E' matric a kompozitu PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě

Ztrátový modul PP/LGF50 je v nízkoteplotní oblasti o něco nižší než u Mostenu, vyšší však než u Tatrenu. Ve vysokoteplotních oblastech je modul kompozitu vyšší a má patrný α -přechod v oblasti 80 °C (viz Obr. 75).



Obr. 75.: Srovnání závislosti E'' matric a kompozitu PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě

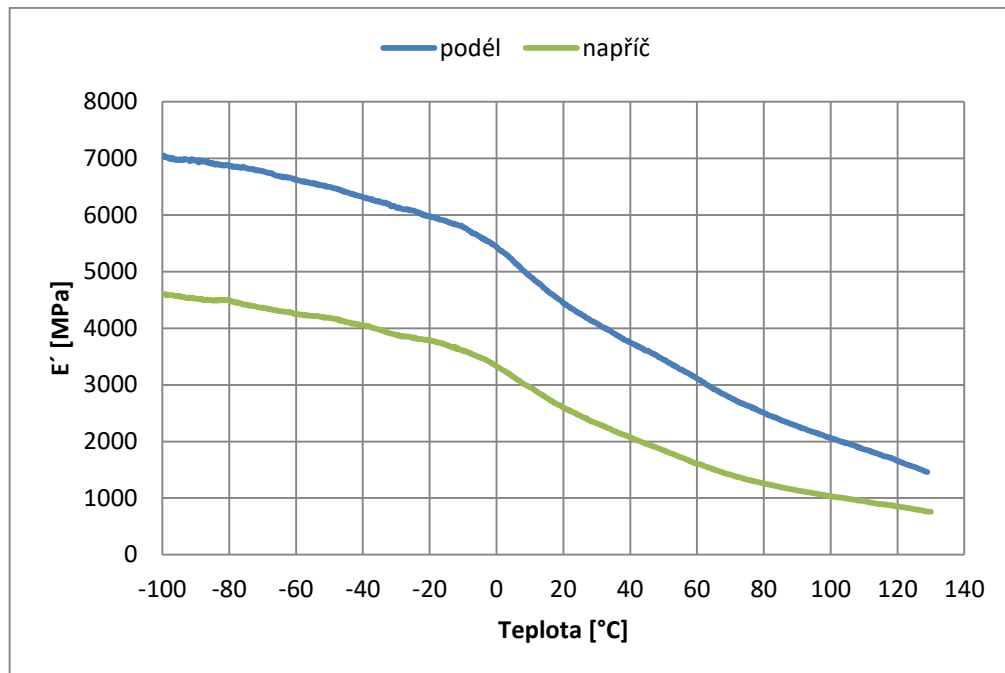
Ztrátový modul PP/LGF50 je mnohem nižší v celém teplotním rozsahu (Obr. 76). Vyztužen skleněnými vlákny tedy sníží zpoždění deformace za napětím.



Obr. 76.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru matric a kompozitu PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě

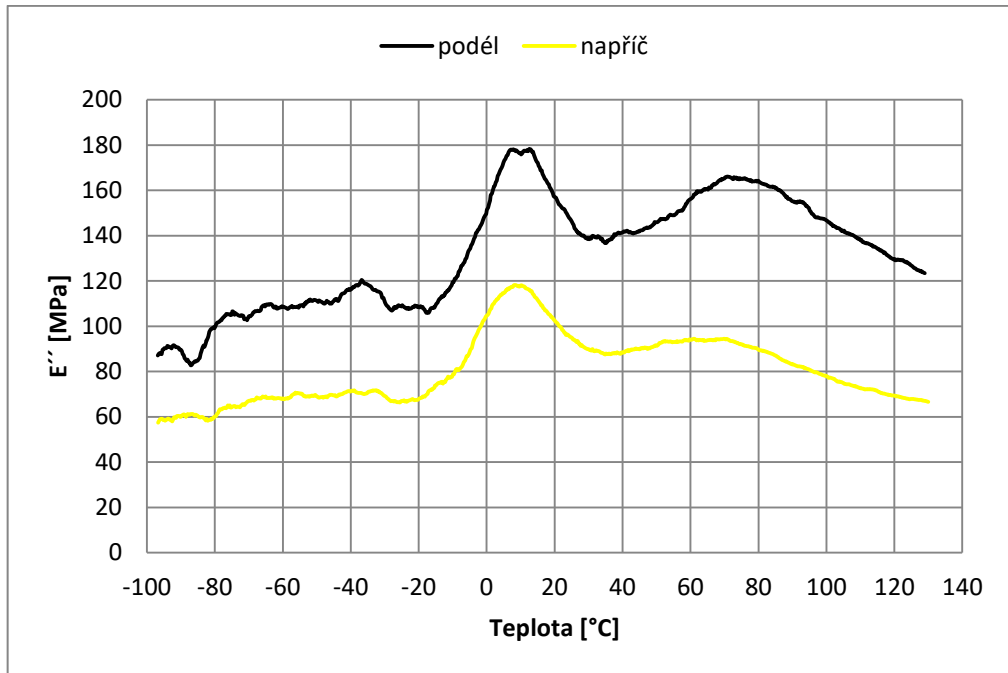
7.3.2 Anizotropie kompozitu

Při měření vlastností napříč toku taveniny lze pozorovat přibližně o polovinu menší ztrátový modul než podél toku taveniny v případě, že kompozit je nad oblastí svého skelného přechodu podobně jako u Babíkové [13]. Zlom u soufázového modulu značící T_g je v okolí 0 °C a je typicky nevýrazný jako u většiny semikrystalických polymerů. Toto je umocněno faktem, že se jedná o kompozit, kdy rychlému poklesu modulu brání kromě krystalických oblastí ještě i skleněná vlákna (viz Obr. 77).

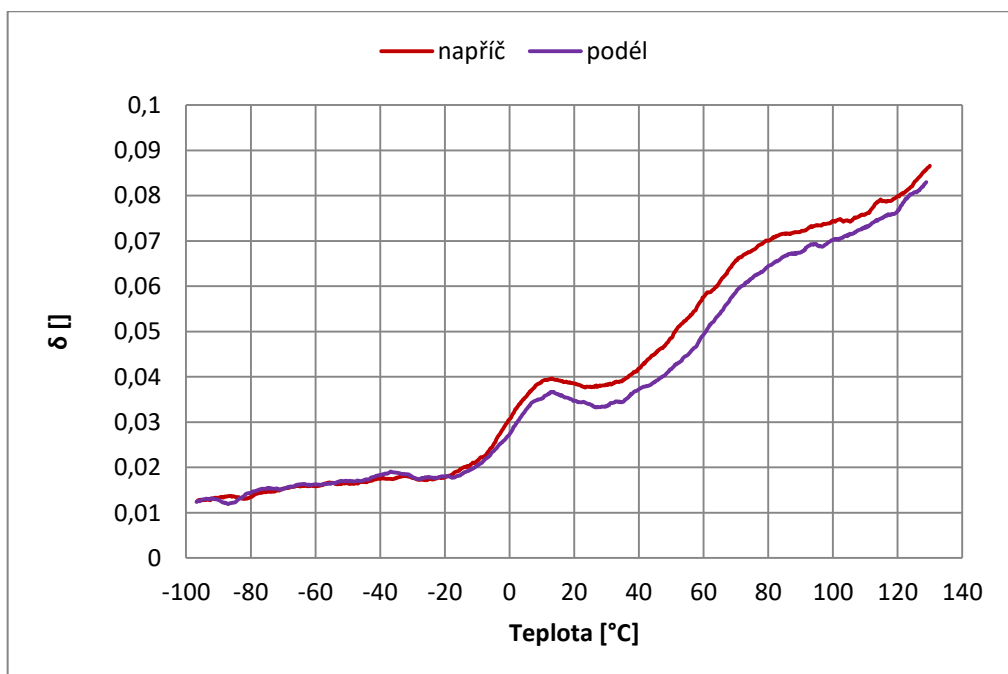


Obr. 77.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě. Ztrátový modul vzorků podél toku je vyšší (Obr. 78). Oblast skelného přechodu (β -přechod) zde vyznačují široké relaxační maxima (píky) v oblasti -20 až 30 °C. Vrchol píku se nachází kolem 10 °C. Zajímavým je také α -přechod, přisuzovaný relaxaci krystalických lamel, který je při pozorování vlastností napříč toku taveniny širší a nemá natolik výrazné maximum jako při pozorování vlastností podél toku taveniny, kde jeho oblast připadá na rozmezí teplot 60-80 °C.

Probíhá zde pravděpodobně následující mechanismus: Vlákná jsou elastická a jejich deformace je okamžitá. Energie se disipuje v matrici, eventuálně na rozhraní vlákno-matrice [12]. U kompozitu napříč se více projevují viskoelastické vlastnosti matrice a průběh křivky vzorku PP/LGF50 napříč je tak matrici podobnější.



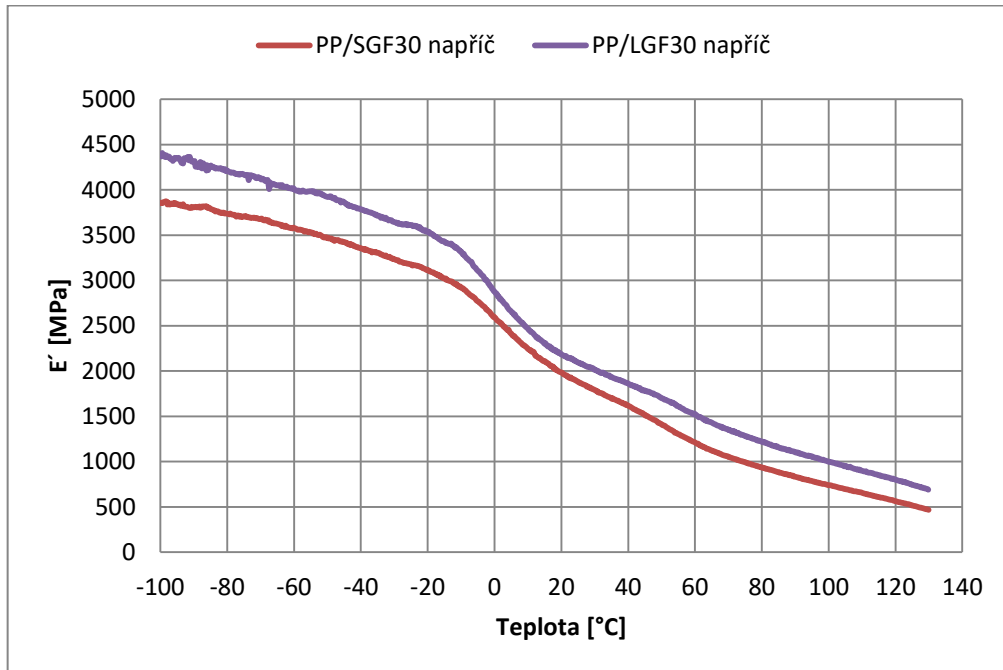
Obr. 78.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě. Ztrátový faktor je po dosažení oblasti skelného přechodu u kompozit podél toku po celou dobu nižší, jejich hodnoty se ale přibližují, když se teplota blíží T_m a převládá vliv matrice (viz Obr. 79).



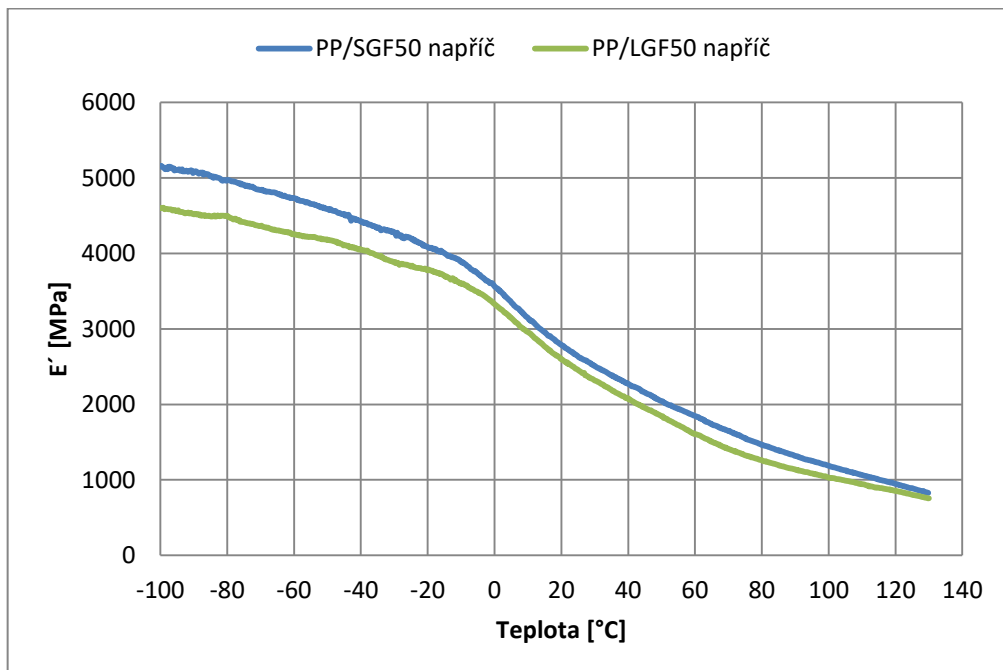
Obr. 79.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě

7.3.3 Vliv délky vláken

Při 30 % plnění u příčné orientace vláken je souřazový modul krátkých vláken pozorovatelný nižší (viz Obr. 80). Při plnění z 50 % vlákniny je situace odlišná.

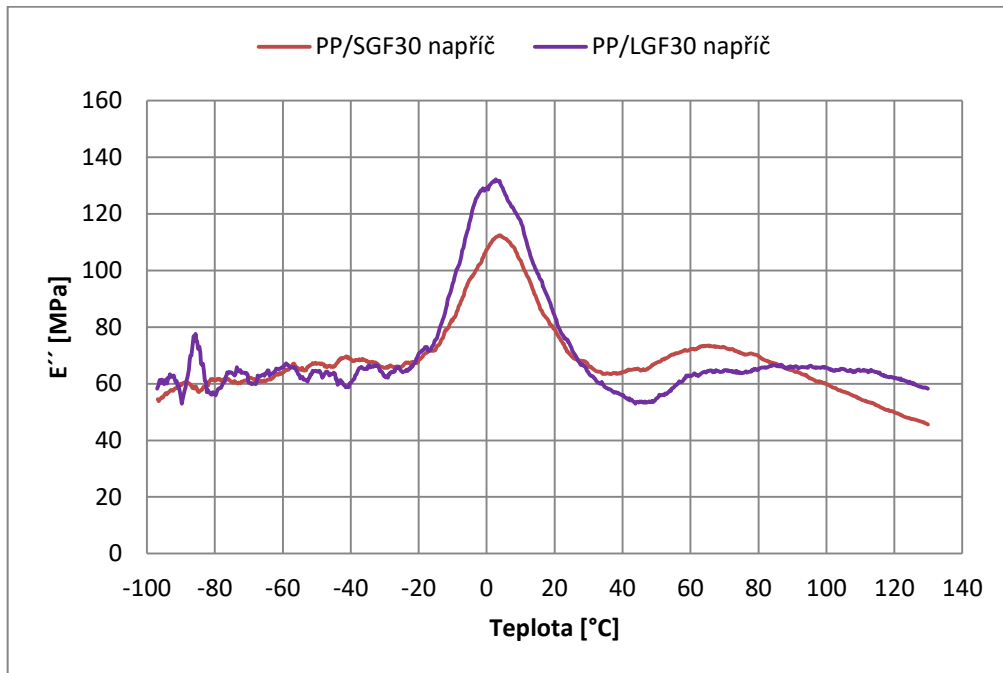


Obr. 80.: Srovnání závislosti E' PP/LGF30 a PP/SGF30 napříč toku taveniny na teplotě
Modul PP/LGF50 je pouze o několik málo procent vyšší než u PP/SGF30 (Obr. 81).

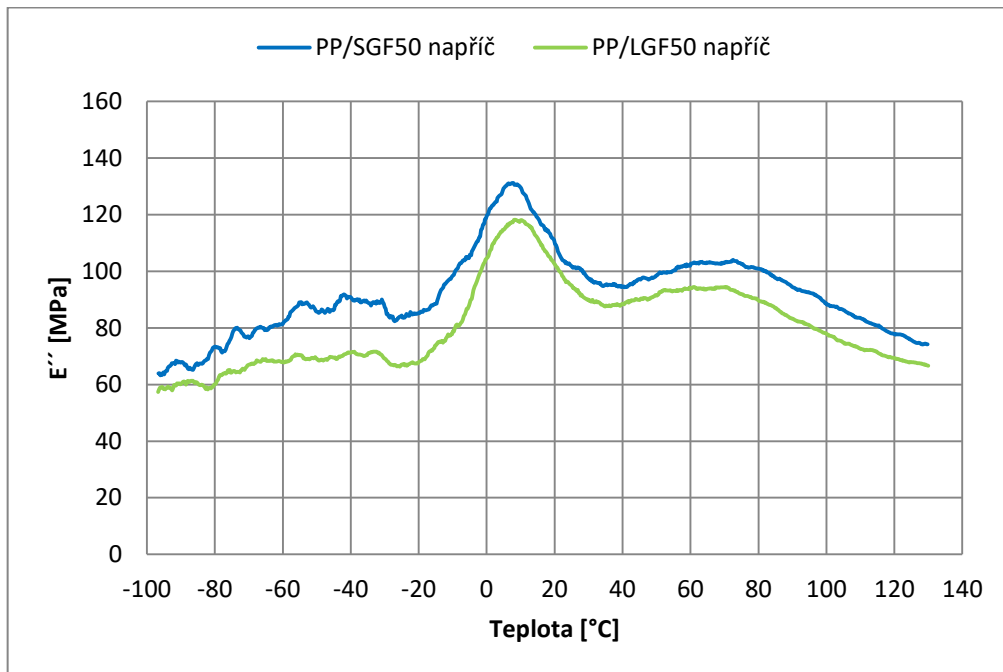


Obr. 81.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 a PP/SGF50 napříč toku taveniny na teplotě

V Obr. 82 je ztrátový modul PP/SGF30 napříč v oblasti T_g a od teploty 80 °C nižší a má výraznější α -přechod než PP/LGF30 napříč. Toto lze vysvětlit náhodnější orientací vláken v kompozitu. PP/SGF50 napříč má v celém teplotním rozsahu ztrátový modul vyšší než PP/LGF50 napříč. V okolí T_g (Obr. 83) jsou navíc pozvolnější.

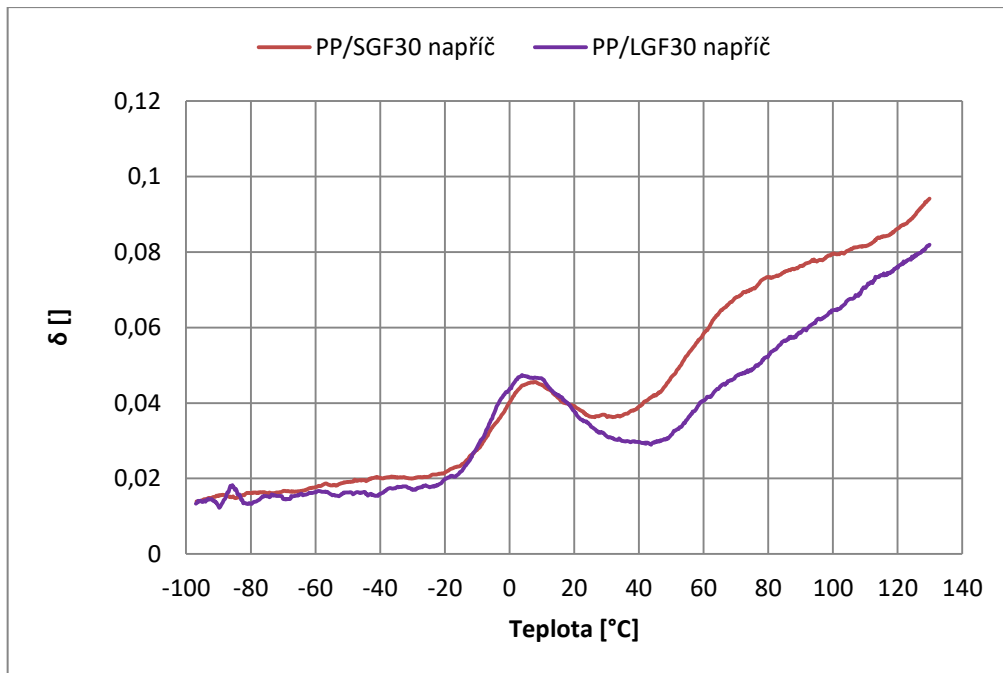


Obr. 82.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF30 a PP/SGF30 napříč toku taveniny na teplotě

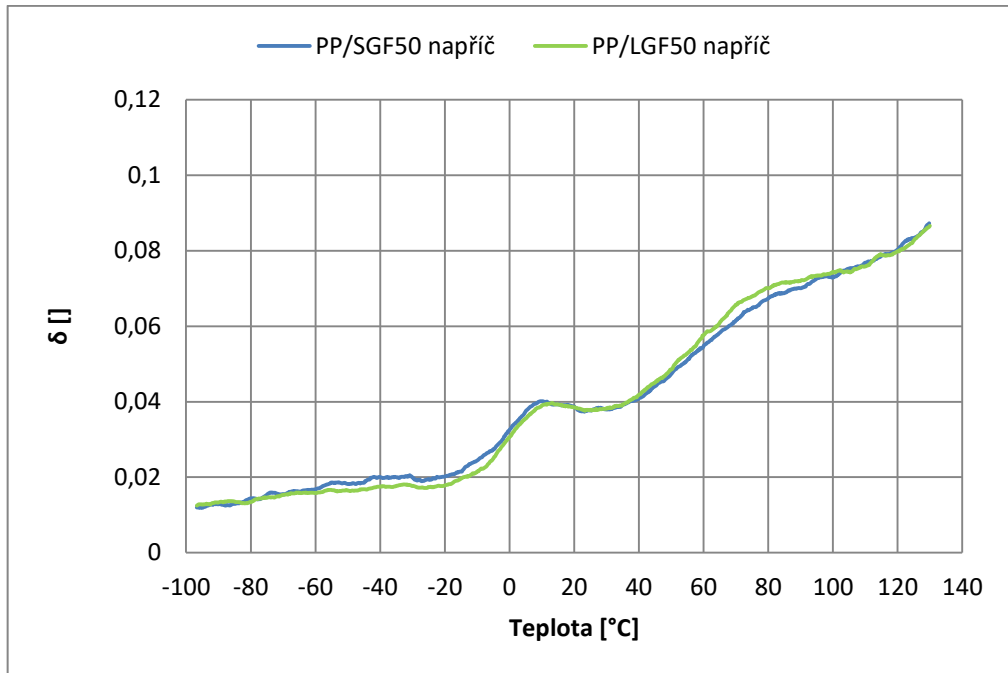


Obr. 83.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 a PP/SGF50 napříč toku taveniny na teplotě

Na Obr. 84 lze pozorovat, že délka vláken má u ztrátového faktoru malý vliv na oblast skelného přechodu a nízkoteplotní oblasti. Ovlivňuje vysokoteplotní oblasti krátkých vláken kdy u PP/SGF 30 je patrný α -přechod v oblasti 80 °C, který u PP/LGF30 téměř chybí. Ztrátový faktor PP/LGF30 je nižší než PP/SGF30 od 20 °C výše. Při vyšším plnění, jak je vidno na Obr. 85, je ztrátový faktor téměř shodný v celém rozsahu měření. Bez ohledu na délku vláken tak mají podobnou odezvu na napětí.



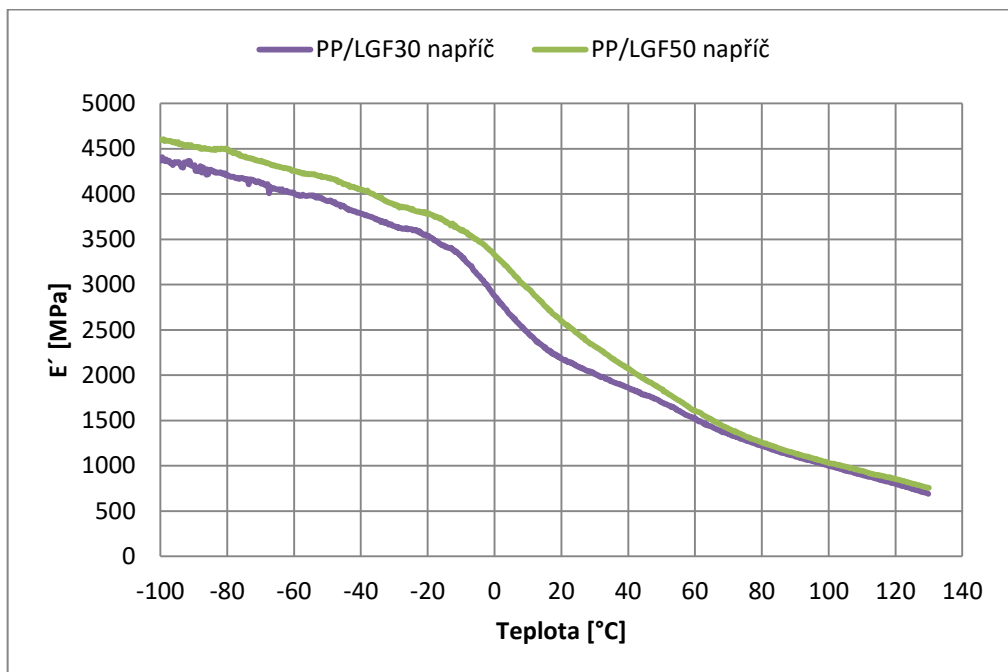
Obr. 84.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF30 a PP/SGF30 napříč toku taveniny na teplotě



Obr. 85.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 a PP/SGF50 napříč toku taveniny na teplotě

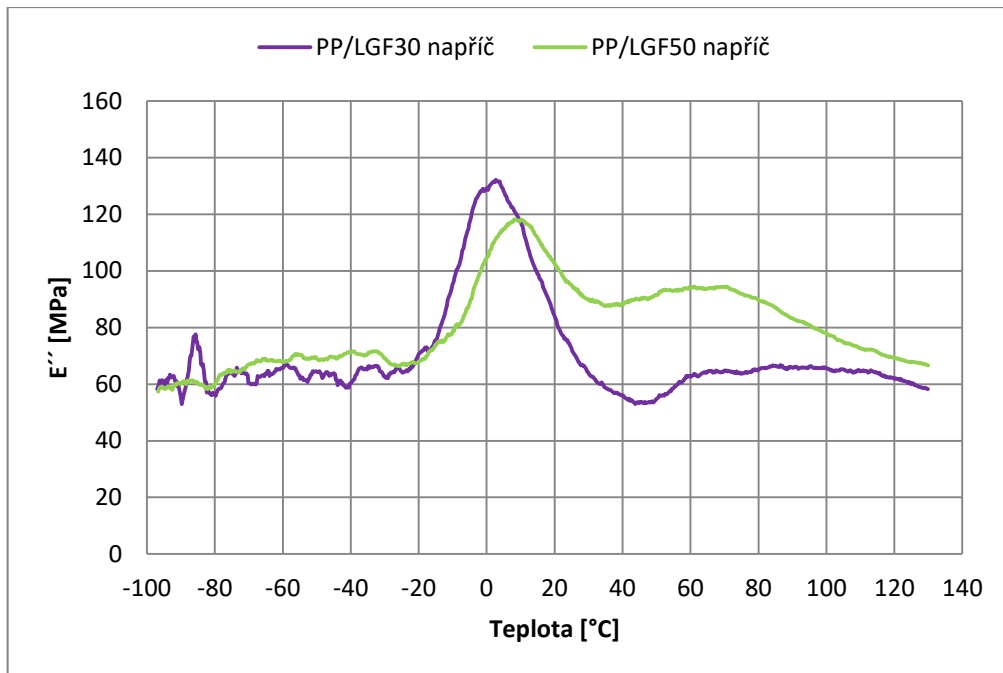
7.3.4 Vliv množství vláken

Obr. 86 ukazuje, že souřadkový modul je při plnění 50 % dlouhými skleněnými vlákny vyšší než u 30 % plnění dlouhými vlákny. Při zahřívání ale postupně převládá vliv matrice.

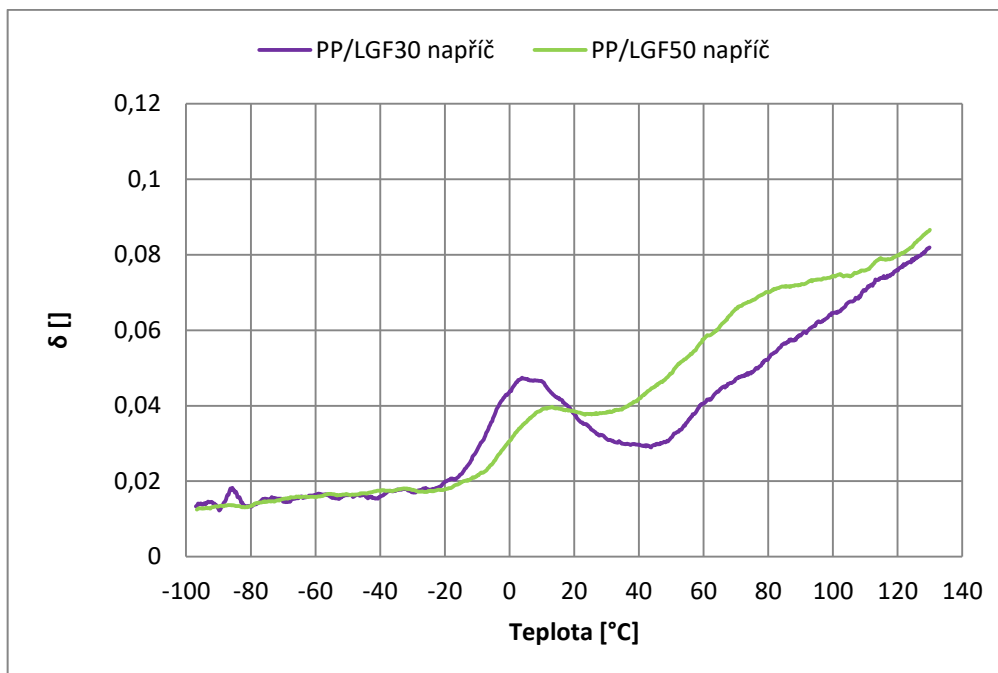


Obr. 86.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny na teplotě

Průběh ztrátového modulu je při vyšších teplotách (nad T_g) u méně plněných kompozitů značně odlišný oproti kompozitům s vyšším plněním (Obr.87). Maximum β -přechodu je u PP/LGF30 napříč posunuto do nižších teplot. Uvolnění řetězců zpočátku probíhalo rychleji, do minima ztrátového modulu se ale PP/LGF30 dostal až při vyšších teplotách než kompozit s vyšším plněním. α -přechod PP/LGF30 je výraznější a ztrátový modul od 10 °C celkově vyšší.



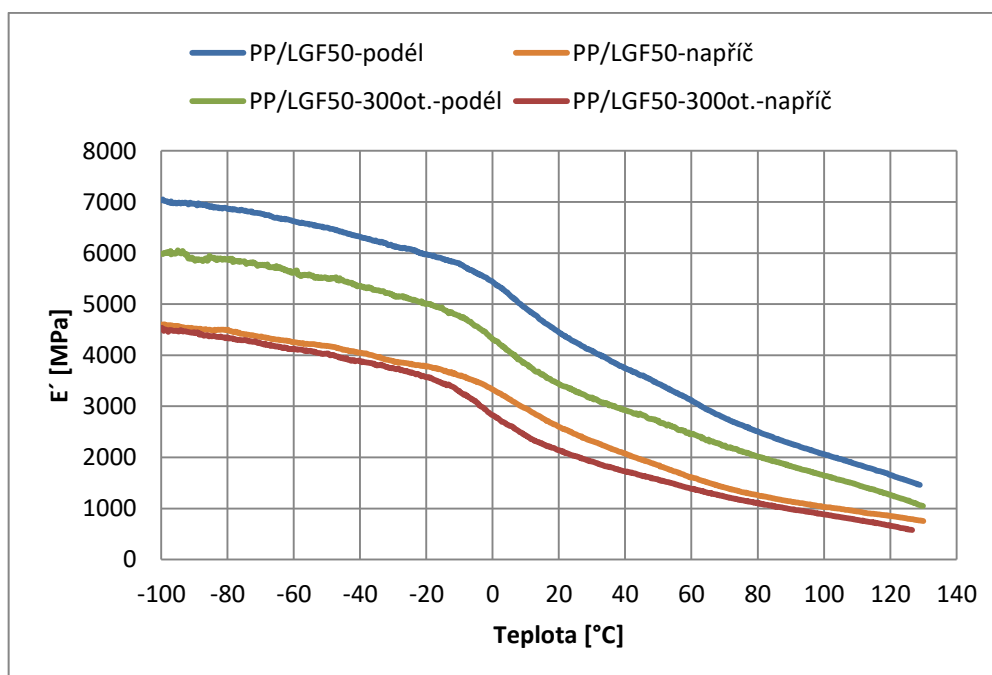
Obr. 87.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny na teplotě. Ztrátový faktor PP/LGF30 má vyšší maximum v oblasti skelného přechodu, od 20 °C je ale nižší. V oblasti vysokých teplot se hodnoty $t_g \delta$ blíží k sobě. To spolu s výrazným α -přechodem PP/LGF50 ukazuje na snižující se vliv obsahu vlákna. Nad 80 °C se uvolňují i jinak vázané amorfní podíly matrice (viz Obr. 88).



Obr. 88.: Srovnání závislosti $\text{tg } \delta$ PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny na teplotě

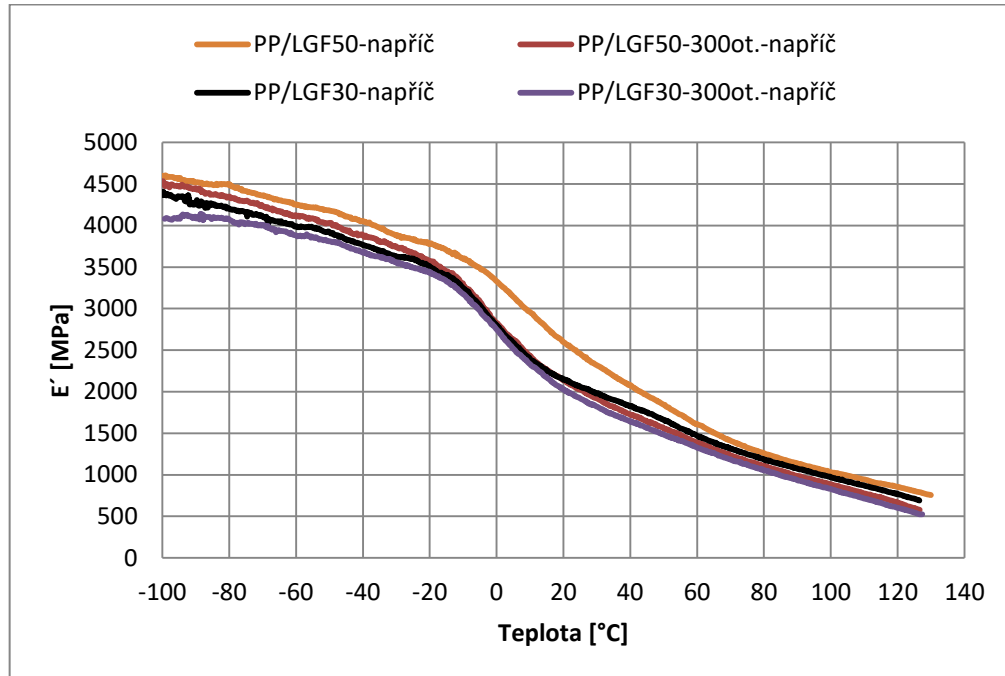
7.3.5 Vliv podmínek přípravy

Se zvyšujícím se plněním a při správných podmínkách přípravy je modul vyšší. Rozdíly se výrazněji projevují u vyššího plnění a očividným je tento rozdíl při přednostním podélném uspořádání vláken o stejném zastoupení jak je vidět na Obr. 89.



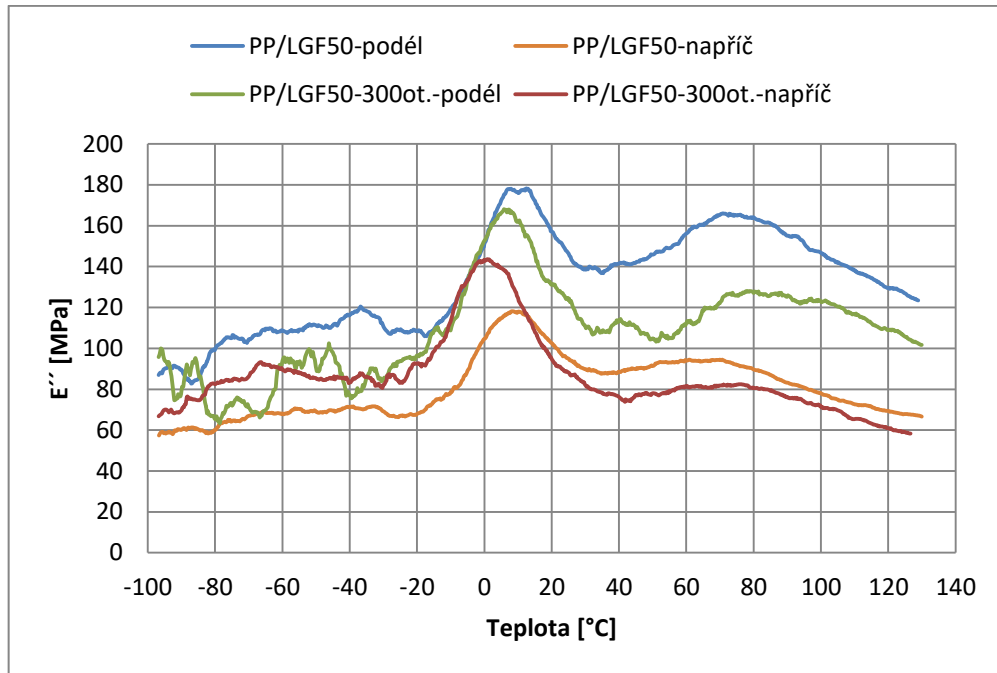
Obr. 89.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 při základních a zvýšených otáčkách podél a napříč toku taveniny na teplotě

Vliv otáček se projevil především u kompozitu s 50 % vláken (viz Obr. 90), kdy došlo k poklesu v přechodové oblasti -20-50 °C. Patrný je zde vliv rozlámání vláken. U zbylých vzorků modul určuje především matrice.

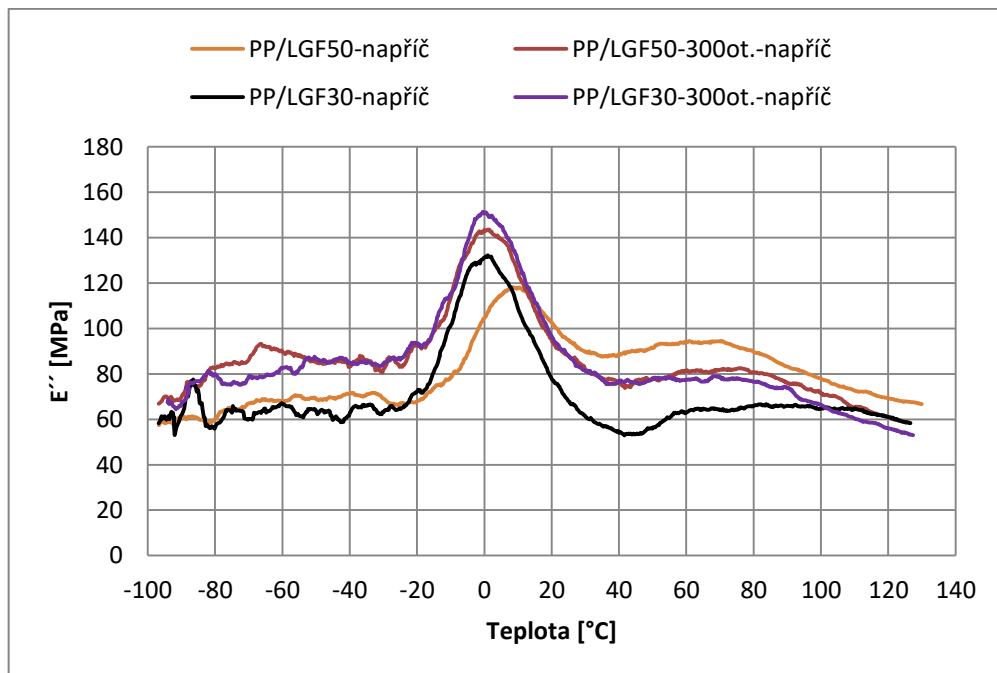


Obr. 90.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě

Ztrátový modul vzorků (Obr. 91 a 92) napříč má složitý průběh. Zajímavým je rozdíl PP/LGF 50 oproti všem ostatním vzorkům, které mají vrchol píku v okolí 0°C, kdežto tento kompozit má vrchol 10 °C. Dlouhá vlákna a vysoké plnění zpomalují dosažení maxima E'' . Výsledky měření PP/LGF50 s podélnou orientací tuto možnost podporují. Při změně procesních podmínek jsou píky rovněž posunuté k nízkým teplotám.



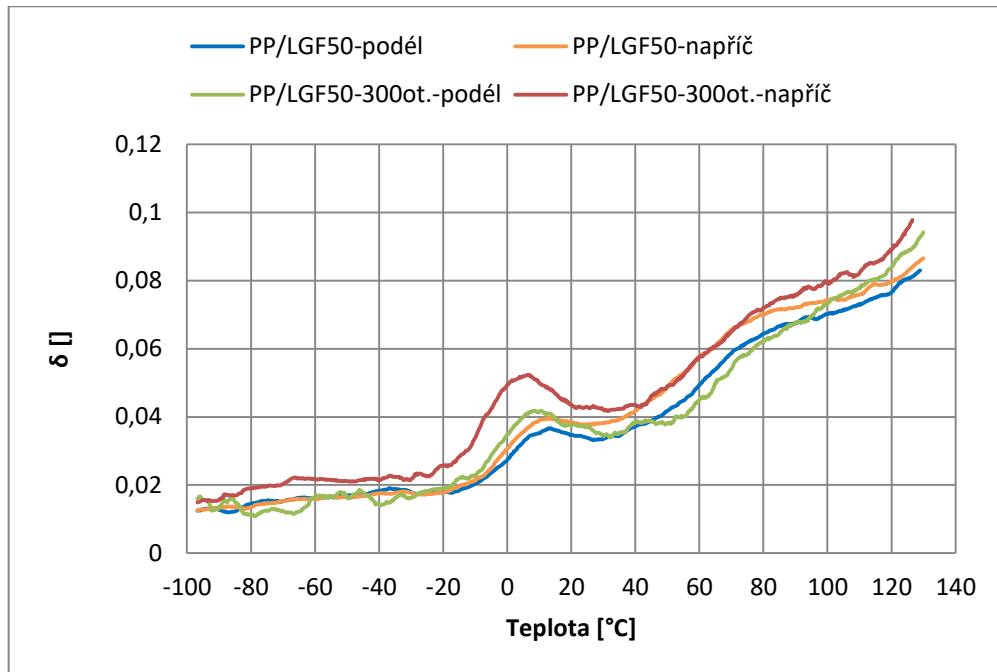
Obr. 91.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě



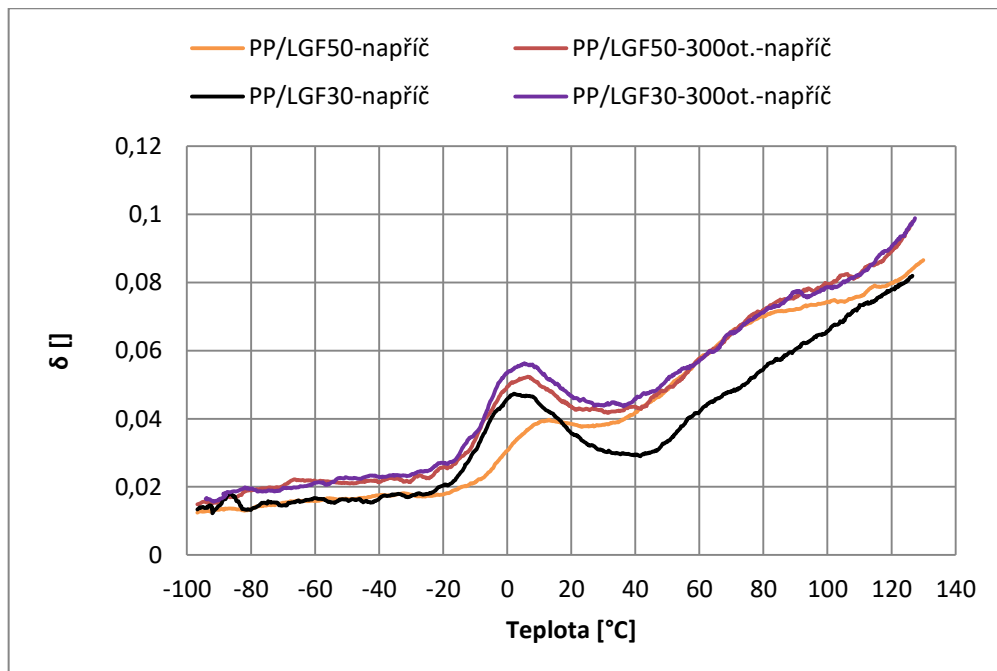
Obr. 92.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě

Na Obr. 93 a 94 lze pozorovat, že ztrátový faktor v oblasti skelného přechodu při zvýšení otáček vzrostl u kompozitů napříč. U kompozitů podél není vzrůst natolik výrazný. Rozdíly mezi plněními jsou v případě zvýšených otáček zanedbatelné. Ztrátový faktor je nejnižší

ze všech měření u PP/LGF30 v teplotách nad 20 °C do teploty tání. Se zvyšující se délkou vláken se snižuje hodnota ztrátového faktoru, zatímco vliv stupně plnění je složitější.



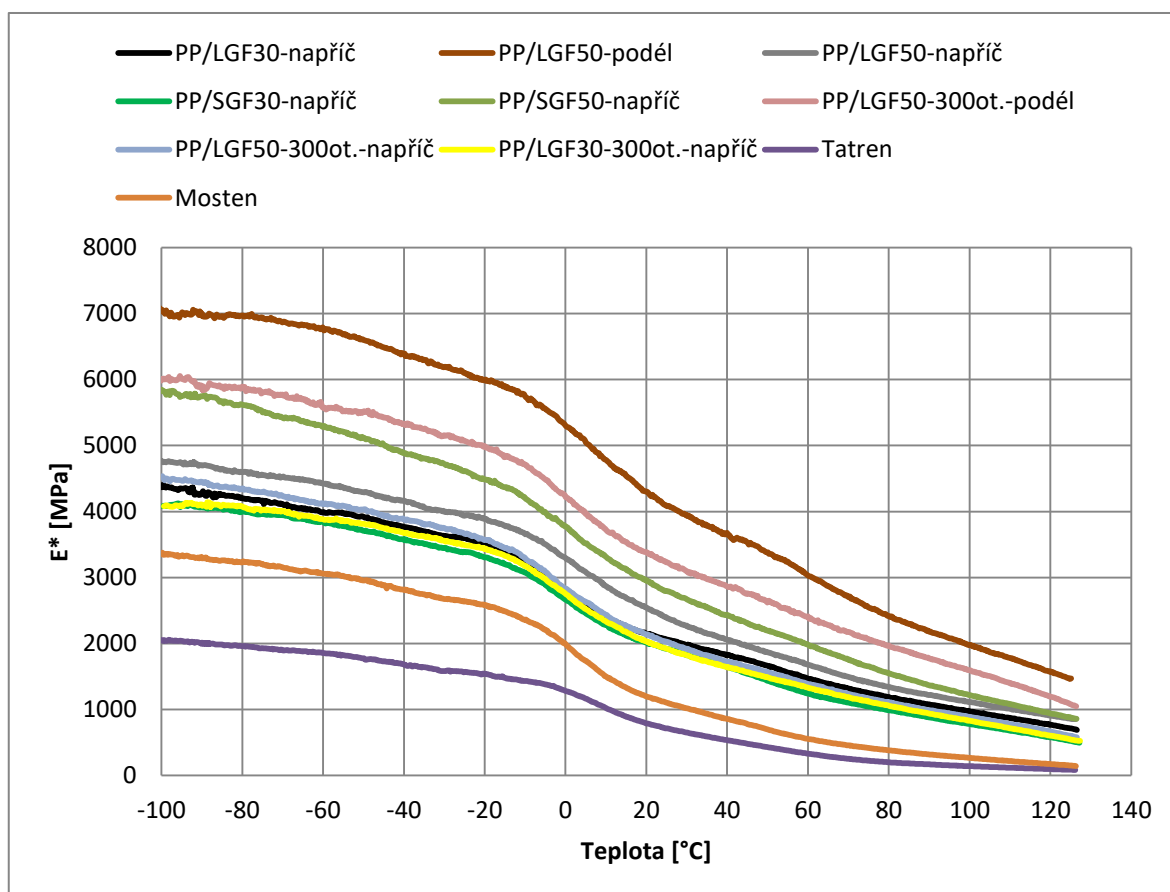
Obr. 93.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě



Obr. 94.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě

7.3.6 Srovnání komplexních modulů

Byly srovnány typické křivky komplexních modulů vzorků. Nejnižší modul patří Tatrenu. Je to matrice s vysokou hodnotou indexu toku. Mosten má modul vyšší. Následují příčně ke směru toku měřené málo plněné kompozity s krátkým vláknem a vláknem zkráceným nedodržením výrobcem doporučených zpracovatelských podmínek. Měření napříč zakončují PP/LGF50 se zvýšenými otáčkami šneku, PP/LGF50 zpracovaný v základním nastavení a PP/SGF50 s rostoucím modulem v tomto pořadí. Nejvyšší modul má PP/LGF50 měřený podél toku taveniny při dodržení doporučení. PP/LGF50 300ot. měřený podél je výrazně nižší a má jen o něco vyšší modul než PP/SGF50 napříč. Tento modul je tedy ovlivňován množstvím, délkou, typem a orientací použitých vláken, použitou matricí, adhezí vláken k matrici, zpracovatelskými podmínkami, teplotou při které je výrobek používán a frekvencí s jakou je zatěžován. Dynamické vlastnosti všech kompozitů tedy musí být pečlivě zkoumány, a z daného důvodu doporučuji pro srovnání použít jiných způsobů upínání (např. měření v tahu, tříbodový ohyb).



Obr. 95.: Srovnání komplexních modulů kompozitů

ZÁVĚR

Cílem práce bylo charakterizovat strukturu a dynamické mechanické vlastnosti kompozitu polypropylenu plněného dlouhými skleněnými vlákny.

Pro studium výplně byla okolní matrice vypálena a studována pod optickým mikroskopem. Krystalinita a formy krystalitů byly pozorovány pomocí rentgenové difrakce. Dynamické mechanické vlastnosti byly studovány pomocí přístroje DMA Mettler Toledo.

PP/LGF50 a 30 vyrobené z granulí Celstran po vypálení matrice zanechávají vlákna šedá, zatímco u PP/SGF30 jsou vlákna bílá. Při dodržení výrobcem doporučených zpracovatelských podmínek zbývají po vstříkovaní vlákna i o délce více než 2 mm. Při zvýšení otáček šneku jsou tato vlákna krácena více. Krácení je menší u krátkovláknových kompozitů a při nižším plnění. Největší krácení proběhlo u PP/LGF50. Vlákna použitá v kompozitu mají průměr $16,5 \cdot 10^{-3}$ mm.

Při zvyšování obsahu vláken klesá krystalinita matrice, největší část krystalické fáze je tvořena α formou krystalitů. β krystality se ve výrazném množství vyskytovaly pouze u kompozitů s krátkými skleněnými vlákny. U kompozitů s dlouhými vlákny byly pozorovány pouze píky náležející α -krystalitům.

Byl sestrojen Wicketův graf, který potvrzuje relevanci získaných dat pro sestrojení superpozice. Konstanty C_1 a C_2 se změnou rozsahu teplot měnily. Největší frekvenční rozsah superpozice vykazoval v teplotním intervalu -20 až 60 °C Slovalen a to od $0,1$ Hz do 10^{30} Hz. Nejmenší rozsah měl v daném intervalu PP/LGF 50 podél vyskytující se v rozmezí od $0,1$ do řádově 10^{20} Hz. Prakticky lze využít výsledků této superpozice do frekvence 100 kHz a při $T_0 = 60$ °C tedy pro měření frekvencí nad $0,1$ Hz postačí interval teplot $30-60$ °C. Vliv délky vláken se výrazně projevil při měření ztrátového faktoru u vybraných kompozitů s 30 % vláken. PP/LGF30 napříč má od 20 °C mnohem menší ztrátový faktor než PP/SGF30 a jeho α -přechod je minimální.

Zajímavým se jevil vliv anizotropie, vyšetřovaný u vzorků vyseknutých ve směru napříč toku taveniny, kdy u PP/SGF50 napříč byl soufázový modul vyšší než u PP/LGF50 napříč. Toto je důsledkem nižší anizotropie vlastností PP/SGF50 oproti PP/LGF50.

Roli hraje i stupeň plnění. Při zvýšení stupně plnění na 50 % se u PP/LGF napříč znovu objevil α -přechod a soufázový modul byl také vyšší. Se zvyšující se teplotou ale převládá vliv matrice.

V diplomové práci se podařilo prokázat vliv zpracovatelských podmínek, anizotropie, délky vláken a stupně plnění na mechanické vlastnosti kompozitů.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] VILČ, Ladislav: *Vliv teploty a času na podíl krystalické a amorfni fáze v polypropylenmu*. Brno, 2010. Disertační práce. Vysoké učení technické v Brně, fakulta chemická.
- [2] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW:
<http://www.bpf.co.uk/plastipedia/polymers/pp.aspx>
- [3] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW:
<http://www.reisenthel.cz/polypropylen.php>
- [4] HISHAM A. MADDAH: *Polypropylene as a Promising plastic: A Review*. American Journal of Polymer Science, 2016. doi:10.5923. Dostupné z:
<http://article.sapub.org/10.5923.j.ajps.20160601.01.html>
- [5] BĚHÁLEK, Luboš: *Polymery*. 2016, 978-80-88058-68-7. Dostupné z:
<https://publi.cz/books/180/18.html>
- [6] NAVRÁTILOVÁ, Věra: *Materiály na bázi polypropylenu v automobilovém průmyslu*. Zlín, 2011. 60 s. Bakalářská práce. UTB ve Zlíně, fakulta technologická.
- [7] KARGER - KOCSIS J.: *Polypropylene structure, blends and composites, Vol. 1: Structure and Morphology*. Chapman & Hall, London, 1995.
- [8] NIELSEN L.E., LANDEL, L.F.: *Mechanical properties of polymers and composites*. sec. ed. CRC Press 2009.
- [9] PROKOPOVÁ, Irena: *Makromolekulární chemie [online]*. Vyd.2., Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2007, 207 s. [cit. 2017-03-20]. ISBN 978-807-0806-623. Dostupné z:
http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_isbn-978-80-7080-662-3
- [10] <http://www.petroleum.cz/vyroby/polypropylen-vyroba.aspx>
- [11] KRATOCHVÍL, Bohumil, Václav ŠVORČÍK a Dalibor VOJTĚCH: *Úvod do studia materiálů [online]*. Vyd. 1. Praha: VŠCHT, 2005, 190 s. [cit. 2017-02-28]. ISBN 80-7080-568-8. Dostupné z: http://vydavatelstvi.vscht.cz/katalog/uid_isbn-807080-568-8
- [12] EHRENSTEIN, Gottfried W.: *Polymerní kompozitní materiály*. V ČR1.vyd. Praha: Scienta, 2009, 351s. ISBN 978-808-6960-296
- [13] BABÍKOVÁ, Jitka: *Studium fyzikálních vlastností polypropylenových kompozitů se skleněnými vlákny*. Zlín, 2015. 102 s. Diplomová práce. UTB ve Zlíně, fakulta technologická.

- [14] BAČOVSKÝ, Marek: *Použití kompozitních materiálů v automobilovém průmyslu*. Brno, 2012. 57s. Bakalářská práce. VUT v Brně, fakulta strojního inženýrství.
- [15] HARRIS, B.: *Engineering composite materials*. The institute of materials, London, 1999.
- [16] LAŠ, Vladislav: *Mechanika kompozitních materiálů*. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2004, 154 s. ISBN 80-704-3273-X
- [17] CRAWFORD, R. J.: *Plastics engineering*. 3rd ed. Boston: Butterworth-Heinemann, 1998. ISBN 0750637641
- [18] JANČÁŘ, Josef: *Úvod do materiálového inženýrství polymerních materiálů*. 1 vydání Brno: Vysoké učení technické v Brně, fakulta chemická 2003. 194s. ISBN 80-214-2443-5
- [19] ALTENBACH H., ALTENBACH J. a KISSING W.: *Mechanics of Composite Structural Elements*. 2013, 470s., Springer Science & Business Media
- [20] E. NICHELATTI, F. BONFIGLI, M.A. VINCENTI, A. CECILIA, P. VAGOVIČ, T. BAUMBACH, R.M. MONTEREALI: *Broadband X-ray edge-enhancement imaging of a boron fibre on lithium fluoride thin film detector, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. Volume 833, 11 October 2016, Pages 68-76, ISSN 0168-9002, <http://doi.org/10.1016/j.nima.2016.07.005>.
- [21] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-25]. Dostupné z WWW: <http://www.altimabohemia.cz/vlastnosti-kompozitnich-materialu.html>
- [22] GHAZISAEIDI, H.: *A Description of the Anisotropic Material Behaviour of Short Glass Fibre Reinforced Thermoplastics Using FEA*. 2006, 94 s., Diplomová práce, Department of Mechanics Engineering, Blekinge Institute of Technology, Karlskrona, Sweden
- [23] VRBKA, Jan: *Mechanika kompozitů [online]*. Brno, 2008 [cit. 2014-09-23]. VUT Brno.
- [24] JANOVEC, J., CEJP, J., STEIDL, J.: *Perspektivní materiály*. ČVUT v Praze, 2008.
- [25] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW: <http://www.materialstoday.com/carbon-fiber/news/johns-manville-introduces-new-roving-and-glass/>

- [26] MALLICK, P. K.: *Particulate and short fiber reinforced polymer composites*. In *Comprehensive Composite Materials*. Elsevier, 2000. Volume 2, pp. 291–331.
- [27] MEISSNER, B., ZILVARM, V.: *Fyzika polymerů*. SNTL Praha 1987
- [28] VOJTĚCH D.: *Kovové materiály*. 1. Vyd. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze. Praha 2006. ISBN 80-7080-600-1
- [29] MENGES, G.: *Werkstoffkunde der Kunststoffe*. Hanser, Mnichov 1979
- [30] SODOMKA, Jaromír: *Nauka o materiálu. Struktury kovových materiálů*. Skripta. ČVUT v Praze.
Dostupné z: <https://www.fd.cvut.cz/personal/sodomjar/nauka%20o%20materialu.pdf>
- [31] NĚMEČEK, Jiří: *Odolnost kompozitů proti průstřelu*. Zlín, 2015. 60 s. Diplomová práce. UTB ve Zlíně, fakulta technologická.
- [32] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW: http://textilelearner.blogspot.cz/2011/08/glass-fiber-types-of-glass-fiber_3834.html
- [33] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW: <http://www.havel-composites.com/clanky/0-/74-A-kompozitgyartasban-hasznalatos-alapanyagok-altalanos-leirasa.html>
- [34] DWIGHT, D. W.: *Glass fiber reinforcements. Comprehensive Composite Materials (Ed. Kelly A., Zweben C.)*. Vol. 1. Amsterdam: Elsevier, 2000, pp. 231 – 261. ISBN 0-080437192.
- [35] HULL, D.; CLYNE, T. W.: *An introduction to composite material*. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1996. ISBN 0-521-38855-4.
- [36] FEUSTON, P.; GAROFALINI, S. H. J.: *Appl. Phys.* Vol. 68, 1990, pp. 4830–4836.
- [37] KNOB, Antonín: *Plazmochemické zpracování vláknových výztuží pro polymerní kompozity* [online]. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta chemická, 2012 [cit. 2017-03-27]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/4686>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta chemická. Ústav chemie materiálů.
- [38] ČECH, V: *Řízená mezifáze v dlouhovláknových polymerních kompozitech*. Vyztužené plasty. Karlovy Vary, 1999, str. 98-105
- [39] KIM, J. K.; MAI, Y. W.: *Engineerd interface in fiber reinforced composites*. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 1998. ISBN 0-08-042695-6.

- [40] CECH, V.: *New Progress in Composite Interphases: A Use of Plasma Technologies*. Proc. FRC 2000, Newcastle: Woodhead Publ., 2000, pp. 246-252. ISBN 1-85573-550-4.
- [41] BETÁK, Lukáš: *Příprava roubovaných PP s ruznou koncentrací MA a IA*. Brno, 2008. 30 s. Bakalářská práce. VUT v Brne, fakulta chemická.
- [42] JIA-HORNG Lin, CHIEN-LIN Huang, CHI-FAN Liu, CHIH-KUANG Chen, ZHENG-IAN Lin a CHING-WE Lou: *Polypropylene/Short Glass Fibers Composites: Effects of Coupling Agents on Mechanical Properties, Thermal Behaviors, and Morphology*; *Materials* **2015**, 8(12), 8279-8291; doi:10.3390/ma8125451
- [43] JONES, Roger F.: *Guide to Short Fibre Reinforced Plastics*. 1998, Hanser Gardner publication
- [44] MICHAELI, W.: *Einführung in die Kunststoffverarbeitung*. 1999, München, Wien, Carl Hanser Verlag
- [45] SABIC: *Stamax long fibre polypropylene: Injection moulding guide* [informační materiály]. 2011.
- [46] TICONA. *Celstran: Long-fiber-reinforced thermoplastics (LFRT)*. 2000, B 341 E BR-12.2000
- [47] WARD, IM., HADLEY, DW.: *An introduction to the mechanical properties of solid polymers*. Chichester (New York): John Wiley & Sons; 1993.
- [48] T. ITO, T. SUGANUMA, K. WAKASHIMA.: *Glass fiber/polypropylene composite laminates with negative coefficients of thermal expansion*. *Journal of Materials Science Letters* 18 (1999) 1363 – 1365
- [49] Yijing QIN, Yahu XU, Liying ZHANG, Guoqiang ZHENG, Kun DAI, Chuntai LIU, Xingru YAN, Jiang GUO, Zhanhu GUO: *Shear-induced interfacial sheath structure in isotactic polypropylene/glass fiber composites*. *Polymer*, Volume 70, 23 July 2015, Pages 326-335, ISSN 0032-3861, <http://doi.org/10.1016/j.polymer.2015.06.030>. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386115300525>
- [50] MANARD, K.P.: *Dynamic mechanical analysis*, CRC Press 2008
- [51] SPELLMAN, Ch.: *A Brief History of Reduced Time*. 2014, Psylotech, dostupné z: <https://www.psylotech.com/a-brief-history-of-reduced-time/>

- [52] N. WOICKE M. KEUERLEBER B. HEGEMANN P. EYERER.: *Three-dimensional thermorheological behavior of isotactic polypropylene across glass transition temperature*. Journal of Applied Polymer Science Volume 94, Issue 3, pages 877–880, 2004.
- [53] HAVRÁNEK, A.: *Úvod do bioreologie*. 2007, Karolinum, Praha, ISBN 978-80-246-1445-8
- [54] RYBNIKÁŘ, František: *Analýza a zkoušení plastických hmot*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1965, 418 s
- [55] ŽÁK, Zdirad: *Rentgenová difrakce a studium struktury látek*. 1. vyd. Praha: Státní pedagogické nakladatelství, 1982, 214 s.
- [56] W.N. OTA, S.C. AMICO, K.G. SATYANARAYANA: *Studies on the combined effect of injection temperature and fiber content on the properties of polypropylene-glass fiber composites*. Composites Science and Technology, Volume 65, Issue 6, May 2005, Pages 873-881, ISSN 0266-3538, <http://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.10.025>.
- [57] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW: http://nanosystemy.upol.cz/download/2009/12-ws/safarova_sem.pdf
- [58] NAVRÁTILOVÁ, Věra: *Vliv zpracovatelských vlastností na vlastnosti PP plněného dlouhým skelným vláknem*. Zlín, 2013. Diplomová práce. UTB ve Zlíně, fakulta technologická.
- [59] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW: <http://www.matweb.com/search/datasheettext.aspx?matguid=ba91a3991ba548a7a374e1df84b27e66>
- [60] SCHLEDJEWSKI, R., KARGER-KOCSIS, J.: *Dynamic Mechanical Analysis of Glass Mat-Reinforced Polypropylene (GMT-PP)*. Journal of Thermoplastic Composite Materials 1994, 7, 270
- [61] DASAPPA, P., LEE-SULLIVAN, P., XIAO, X.: *Temperature effects on creep behaviour of continuous fiber GMT composites*. Composites: Part A 40 (2009) 1071–1081.
- [62] VENKATA S. CHEVALI, DERRICK R. DEAN, GREGG M. JANOWSKI.: *Flexural creep behavior of discontinuous thermoplastic composites: Non-linear viscoelastic modeling and time-temperature-stress superpositio*. Composites: Part A 40 (2009) 870–877. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.04.012

[63] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW:

<http://frimat.unifr.ch/frimat/fr/page/482/>

[64] Internetové stránky. [on-line]. [cit. 2017-4-24]. Dostupné z WWW:

<http://www3.imperial.ac.uk/portal/page/portal/live/polymersandmicrofluidics/facilities/xraydiffraction>

[65] Dariusz KWIATKOWSKI, Adam GNATOWSKI, Jacek NABIAŁEK.: *Numerical Analysis of Residual Stresses and Deformation of Injection Moulded Parts Manufactured from Polymeric Composite with Different Processing Conditions*. *Kompozyty* 11: 4 (2011) 294-298.

[66] GUO, C., SONG, Y., WANG, Q. et al.: *Dynamic-mechanical analysis and SEM morphology of wood flour/polypropylene composites*. *J. OF FOR. RES.* (2006) 17: 315.

DOI:10.1007/S11676-006-0072-7

[67] AZIZ HASSAN, NORMASMIRA ABD. RAHMAN, ROSIYAH: *Extrusion and injection-molding of glass fiber/MAPP/polypropylene: effect of coupling agent on DSC, DMA, and mechanical properties*. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Vol 30, Issue 14, pp. 1223 – 1232, 10.1177/0731684411417916.

[68] PEDRAZZOLI, Diego: *Understanding the effect of nanofillers on the properties of polypropylene and glass fiber/polypropylene multiscale composites*. 2014. Disertační práce. University of Trento, Department of Industrial Engineering.

[69] KAŠPAR, Jan: *Vliv frekvence zatěžování na únavové vlastnosti konstrukčních materiálů*. Brno, 2008. Bakalářská práce. VUTB v Brně, fakulta strojního inženýrství.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

DMA	Dynamická mechanická analýza
XRD	Rentgenová difrakční analýza
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
$\text{tg } \delta$	Ztrátový faktor
PP	Polypropylen
iPP	Izotaktický polypropylen
sPP	Syndiotaktický polypropylen
aPP	Ataktický polypropylen
UV	Ultrafialové záření
PE	Polyethylen
T_m	Teplota tání
T_g	Teplota skelného přechodu
T_f	Teplota viskózního toku
PET	Polyethylentereftalát
L	Délka vlákna
D	Průměr vlákna
σ	Napětí v tahu/pevnost
σ_{fP}	Pevnost vlákna
σ_{mP}	Pevnost matrice
σ_{uv}	Pevnost vlákna v tahu
E_f	Youngův modul vlákna
E_m	Youngův modul matrice
ε_{mP}	Tažnost matrice
ε_{fP}	Tažnost vlákna

l_c	Kritická délka vlákna
τ	Smykové napětí
d	Průměr
φ_v	Objemový podíl vláken
MA	Anhydrid kyseliny maleinové
PP-g-MA	Kopolymer PP a MA
E_{GF}	Youngův modul skleněného vlákna
E_{PP}	Youngův modul polypropylenové matrice
ε_{GF}	Deformace skleněného vlákna
ε_{PP}	Deformace polypropylenové matrice
E^*	Komplexní modul
E'	Soufázový modul
E''	Ztrátový modul
σ^*	Komplexní napětí
γ^*	Komplexní deformace
a_T	Horizontální posuvný faktor
b_T	Vertikální posuvný faktor
ω	Frekvence
θ	Difrakční úhel
λ	Vlnová délka
T	Teplota
t	Čas
SGF	Krátké skleněné vlákno
LGF	Dlouhé skleněné vlákno

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1.: Struktura polypropylenu [4]	13
Obr. 2.: Konformace polypropylenu [2]	13
Obr. 3.: Spektra WAXD různých krystalických forem iPP [7]	15
Obr. 4.: Synergie vlastností kompozitu [11].....	17
Obr. 5.: Typy kompozitu [16].....	18
Obr. 6.: Typy výztuží [19]	19
Obr. 7.: Vliv vybraných vláken na mechanické vlastnosti kompozitu [21]	20
Obr. 8.: Orientace vláken v kompozitu [23]	21
Obr. 9.: Roving vláken [25].....	22
Obr. 10.: Vliv délky vláken na schopnost vlákna přenášet napětí [27]	23
Obr. 11.: Závislost kritické délky vlákna (l_c) na objemovém podílu (ϕ_v) vláken v polyamidové matici [29]	24
Obr. 12.: Vliv délky samostatného vlákna na jeho pevnost [23].....	24
Obr. 13.: Vliv délky výztuže na relativní změnu modulu pružnosti kompozitu [31].....	25
Obr. 14.: Skleněné vlákno [12].....	26
Obr. 15.: Schéma výroby skleněného vlákna[33].....	27
Obr. 16.: Řízená mezifáze - schéma [40].....	29
Obr. 17.: Mezifázové vazby [39]	30
Obr. 18.: Schéma reakce PP-g-MA s povrchem skla [42].....	31
Obr. 19.: SEM fotografie kopolymeru PP-g-MA s SGF při a) 0 w% MA, b) 2 w% MA c) 4 w% MA, d) 6 w% MA a e) 8 w% MA [42].....	31
Obr. 20.: Schéma vstřikování [upraveno z 44]	32
Obr. 21.: Schéma vzniku β -krystalitů na vlákně [49].....	35
Obr. 22.: Vliv smykové rychlosti na nukleaci podél skleněného vlákna [49].....	35
Obr. 23.: Závislost logaritmu posuvného faktoru na teplotě polymethylmethakrylátu. Plná čára zakreslena pomocí generalizované WLF rovnice, přerušovaná čára dle této rovnice s použitím pouze $C_{2,L}$ [27].....	38
Obr. 24.: Superpozice teplota-frekvence [51].....	39
Obr. 25.: Wicketův graf izotaktického polypropylenu měřený reometrem při teplotách -70 až +90 °C[52]	39
Obr. 26.: Srovnání závislosti E' a ztrátového faktoru čistého PP na teplotě [60]	40
Obr. 27.: Srovnání závislosti E' a ztrátového faktoru PP/LGF na teplotě [60]	40

Obr. 28.: Studium kríповého chování PP plněného kontinuálním skelným vláknem a vzniklá křivka superpozice pro deformaci [61].....	41
Obr. 29.: Schéma rozdělení intenzity odraženého záření amorfní, krystalické složky a pozadí	42
Obr. 30.: Odvození Braggovy rovnice.....	42
Obr. 31.: Vliv stupně plnění iPP kompozitu na intenzitu odraženého záření [56]	43
Obr. 32.: Schématická konstrukce SEM [57]	44
Obr. 33.: SEM fotografie zlomové plochy vzorků testovaných nárazem. a) PP0%GF vstříknutý za 190 °C; b) PP20%GF vstříknutý za 190 °C; c) PP30%GF vstříknutý za 190 °C; d) PP30%GF vstříknutý za 190 °C a při vyšším zvětšení; e) PP30%GF vstříknutý za 170 °C; f) PP30%GF vstříknutý za 270 °C [56].....	45
Obr. 34.: Optický polarizační mikroskop PM 303 s digitálním fotoaparátem a píčka	50
Obr. 35.: Vypálený vzorek bez podpory (vlevo) a vzorek se strukturální podporou (vpravo)	51
Obr. 36.: Skenovací elektronový mikroskop Phenom [63]	51
Obr. 37.: Přístroj X'Pert Pro pro rentgenovou difrakci [64].....	52
Obr. 38.: Přístroj DMA 1 METTLER TOLEDO.....	53
Obr. 39.: Sinusový průběh síly při měření (výchylka = amplituda deformace = 4 μm).....	54
Obr. 40.: Srovnání závislosti E' Mostenu na teplotě při správném a špatném utažení	55
Obr. 41.: Upnutí vzorku pro dual cantilaver bending	55
Obr. 42.: Srovnání závislosti E' PP/SGF30 300ot. na frekvenci při rozdílných výchylkách.....	56
Obr. 43.: Srovnání závislosti E' Tatrenu na teplotě při výchylce 1 a 4 μm.....	56
Obr. 44.: Srovnání závislosti E'' Tatrenu na teplotě při nucené výchylce o velikosti 1 a 4 μm.....	57
Obr. 45.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru Tatrenu na teplotě	58
při nucené výchylce o velikosti 1 a 4 μm	58
Obr. 46.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě pro různá zkušební tělesa	59
Obr. 47.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě.....	60
Obr. 48.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 napříč toku taveniny na teplotě.....	60
Obr. 49.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě	61

Obr. 50.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 napříč toku taveniny na teplotě	61
Obr. 51.: Srovnání vláken PP/LGF50 při základním nastavení (vlevo) a zvýšených otáčkách (vpravo).....	62
Obr. 52.: Srovnání vláken PP/LGF30 při základním nastavení (vlevo) a zvýšených otáčkách (vpravo).....	63
Obr. 53.: Srovnání struktury vzorků PP/LGF50 o tloušťce 2 (vlevo) a 4 (vpravo) mm (šipka značí směr toku).....	63
Obr. 54.: Srovnání reziduí po spálení kompozitu PP/SGF30 (vlevo)..... a PP/LGF50 (uprostřed). Vpravo vlákna PP/SGF30.	64
Obr. 55.: Tloušťka vláken (1 dílek stupnice = 0,01 mm)	64
Obr. 56.: Srovnání vláken a) PP/SGF50, b) PP/SGF30, c) PP/LGF50 a..... d) PP/LGF50 300ot. (250x zvětšeno)	65
Obr. 57.: Srovnání vláken PP/LGF50 při základním nastavení (vlevo) a při zvýšených otáčkách (vpravo) (1000x zvětšeno)	66
Obr. 58.: WAXD spektra matrice a PP/LGF kompozitů a Slovalenu	67
Obr. 59.: Srovnání WAXD spekter krátko a dlouhovláknových kompozitů.....	68
Obr. 60.: Srovnání WAXD spekter dlouhovláknových kompozitů při základních nastavení a zvýšených otáčkách	68
Obr. 61.: Srovnání WAXD spekter krátkovláknových kompozitů při základních nastavení a zvýšených otáčkách	69
Obr. 62.: Neupravená křivka superpozice Mostenu	70
Obr. 63.: Závislost logaritmu posuvného faktoru na teplotě ($T_0 = 60\text{ °C}$)	70
Obr. 64.: Wicketův graf Mostenu	71
Obr. 65.: Upravený Wicketův graf Mostenu(hodnoty frekvencí 0,1-100 Hz)	71
Obr. 66.: Srovnání E' Mostenu při různých teplotách a frekvenci 0,01-200 Hz.....	72
Obr. 67.: Graf závislosti $-T - T_0 \log aT$ na $(T - T_0)$ Mostenu při použití hodnot z intervalu teplot -20 až $+60\text{ °C}$	73
Obr. 68.: Graf závislosti $-T - T_0 \log aT$ na $(T - T_0)$ Mostenu při použití hodnot z intervalu teplot 30 až 60 °C	73
Obr. 69.: Řídící křivky kompozitů a matrice při $T_0 = 60\text{ °C}$	75
Obr. 70.: Řídící křivky kompozitů napříč toku vstřikovaných při zvýšených otáčkách ($T_0 = 60\text{ °C}$).....	76

Obr. 71.: Srovnání závislosti E' matric Tatren a Mosten na teplotě.....	77
Obr. 72.: Srovnání závislosti E'' matric Tatren a Mosten na teplotě	77
Obr. 73.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru matric Tatren a Mosten na teplotě.....	78
Obr. 74.: Srovnání závislosti E' matric a kompozitu PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě	79
Obr. 75.: Srovnání závislosti E'' matric a kompozitu PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě	79
Obr. 76.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru matric a kompozitu PP/LGF50 podél toku taveniny na teplotě	80
Obr. 77.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě	81
Obr. 78.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě	82
Obr. 79.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny na teplotě.....	82
Obr. 80.: Srovnání závislosti E' PP/LGF30 a PP/SGF30 napříč toku taveniny na teplotě.....	83
Obr. 81.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 a PP/SGF50 napříč toku taveniny na teplotě.....	83
Obr. 82.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF30 a PP/SGF30 napříč toku taveniny na teplotě.....	84
Obr. 83.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 a PP/SGF50 napříč toku taveniny na teplotě.....	84
Obr. 84.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF30 a PP/SGF30 napříč toku taveniny na teplotě.....	85
Obr. 85.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 a PP/SGF50 napříč toku taveniny na teplotě.....	86
Obr. 86.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny na teplotě.....	86
Obr. 87.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny na teplotě.....	87
Obr. 88.: Srovnání závislosti $\text{tg } \delta$ PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny na teplotě.....	88
Obr. 89.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 při základních a zvýšených otáčkách podél a napříč toku taveniny na teplotě.....	88

Obr. 90.: Srovnání závislosti E' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě	89
Obr. 91.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě	90
Obr. 92.: Srovnání závislosti E'' PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě	90
Obr. 93.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 podél a napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě.....	91
Obr. 94.: Srovnání závislosti ztrátového faktoru PP/LGF50 a PP/LGF30 napříč toku taveniny při základních a zvýšených otáčkách na teplotě.....	91
Obr. 95.: Srovnání komplexních modulů kompozitů	92

SEZNAM TABULEK

Tab. 1.: Vlastnosti různých forem polypropylenu [5]	14
Tab. 2.: Typické vlastnosti izotaktického polypropylenu [5]	15
Tab. 3.: Vlastnosti různých druhů skla [34].....	28
Tab. 4.: Složení různých druhů skla [upraveno z 34]	28
Tab. 5.: Přehled použitých materiálů [58, 59]	48
Tab. 6.: Vstřikovací podmínky LGF [58]	48
Tab. 7.: Vstřikovací podmínky SGF [58]	49
Tab. 8.: Souřadový modul kompozitu podél a napříč směru toku při různých teplotách pro tři různá zkušební tělesa	58
Tab. 9.: Horizontální posuvné faktory a vypočtený vertikální posuvný faktor vzorků pro zvolené teploty ($T_0 = 60\text{ °C}$)	74
Tab. 10.: WLF konstanty vzorků	74
Tab. 11.: Horizontální a vertikální posuvné faktory vzorků se zvýšenými otáčkami a WLF konstanty ($T_0 = 60\text{ °C}$)	75

SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA P I: Materiálové listy

PŘÍLOHA P I: MATERIÁLOVÉ LISTY



CELSTRAN® PP-GF50-0403 P10 | PP | Glass Reinforced

Description

Material code according to ISO 1043-1: PP

Heat stabilized polypropylene reinforced with 50 weight percent long glass fibers. The fibers are chemically coupled to the polypropylene matrix. The pellets are cylindrical and normally as well as the embedded fibers 10 mm long.

Parts molded of CELSTRAN have outstanding mechanical properties such as high strength and stiffness combined with high heat deflection. The notched impact strength is increased at elevated and low temperatures due to the fiber skeleton built in the parts. The long fiber reinforcement reduces creep significantly.

The very isotropic shrinkage in the molded parts minimizes the warpage.

Complex parts can be manufactured with high reproducibility by injection molding.

Application field: Functional/structural parts for automotive

Physical properties	Value	Unit	Test Standard
Density	1340	kg/m ³	ISO 1183

Mechanical properties	Value	Unit	Test Standard
Tensile modulus (1mm/min)	12000	MPa	ISO 527-2/1A
Tensile stress at break (5mm/min)	150	MPa	ISO 527-2/1A
Tensile strain at break (5mm/min)	2	%	ISO 527-2/1A

Thermal properties	Value	Unit	Test Standard
Melting temperature (10°C/min)	165	°C	ISO 11357-1,-2,-3

CELSTRAN® PP-GF30-0403 P10 | PP | Glass Reinforced

Description

Material code according to ISO 1043-1: PP

Polypropylene reinforced with 30weight percent long glass fibers. The fibers are chemically coupled to the polypropylene matrix. The pellets are cylindrical and normally as well as the embedded fibers 10 mm long.

Parts molded of CELSTRAN have outstanding mechanical properties such as high strength and stiffness combined with high heat deflection. The notched impact strength is increased at elevated and low temperatures due to the fiber skeleton built in the parts. The long fiber reinforcement reduces creep significantly.

The very isotropic shrinkage in the molded parts minimizes the warpage.

Complex parts can be manufactured with high reproducibility by injection molding.

Application field: Functional/structural parts for automotive

Physical properties	Value	Unit	Test Standard
Density	1120	kg/m ³	ISO 1183

Mechanical properties	Value	Unit	Test Standard
Tensile modulus (1mm/min)	7100	MPa	ISO 527-2/1A
Tensile stress at break (5mm/min)	123	MPa	ISO 527-2/1A
Tensile strain at break (5mm/min)	2.5	%	ISO 527-2/1A

Thermal properties	Value	Unit	Test Standard
Melting temperature (10°C/min)	166	°C	ISO 11357-1,-2,-3
DTUL @ 1.8 MPa	158	°C	ISO 75-1/-2
DTUL @ 8.0 MPa	134	°C	ISO 75-1/-2

TECHNICAL DATA SHEET



PRODUCT CODE:	THERMOFIL HP F910X
CATEGORY:	ADVANCED ENGINEERING

DESCRIPTION :	50% High Performance Glass Coupled Polypropylene with outstanding Tensile strength, impact strength and stiffness. The grade has improved retention of stiffness and creep properties at elevated temperature.
---------------	--

APPROVALS :	
-------------	--

TYPICAL APPLICATIONS:	Automotive and industrial. Long fibre glass PP, Glass polyamide and Glass PBT replacement.
-----------------------	--

Properties at 23°C	Test Method	Units	Value
Reinforcement Content	Internal Method	%	50
Specific Gravity (SG)	ISO R1183		1.33
Melt Flow Rate (MFR)	ISO R1133	g/10 minutes	3
Mould Shrinkage	Internal Method	%	0.1-0.9
Flammability Resistance	UL 94/1.0mm	-	HB
Tensile Strength	ISO R527	MPa	138
Elongation at Break	ISO R527	%	2.6
Tensile Modulus	ISO R527	GPa	13.0
Flexural Strength	ISO 178	MPa	182
Flexural Modulus	ISO 178	GPa	10.8
Izod Impact notched 23°C	ISO R180	KJ/m ²	16
Charpy Impact notched 23°C	ISO 179/1eA	KJ/m ²	10.5
Charpy Impact unnotched 23°C	ISO 179/1eU	KJ/m ²	60
Charpy Impact notched -30°C	ISO 179/1eA	KJ/m ²	9
Charpy Impact unnotched -30°C	ISO 179/1eU	KJ/m ²	66
Heat Distortion Temperature	ISO 75/0.45 MPa	°C	163
Heat Distortion Temperature	ISO 75/1.8 MPa	°C	154



Sumika Polymer Compounds

Sumika Chemical Group

Sumika Polymer Compounds (UK) Ltd.
28, New Lane, Havant Hampshire PO9 2NQ UK
Telephone : 00 44 (0) 23 02 48 63 50 Fax: 00 44 (0) 23 02 47 23 88

Information in this publication and otherwise supplied to users is based on our general experience and is given in good faith, but because of the many particular factors which are outside our knowledge and control and affect the use of the products, no warranty is given or to be implied with respect to such information. The property values and applications quoted are believed typical but do not constitute a specification. Users should make their own tests to determine the suitability of the information and products for any particular use. Users also assume all responsibility and liability for loss or damage arising from the processing and use of the information and products. Freedom under patents, copyright and registered designs cannot be assured.

Registered in England No 2504313

L.A.M.PLAST. s.a.s. di Aldo Redaelli e C.

Frazione Molino Principe - 20034 Giussano MI Italy

Tel. (+39)03623537.1 - Fax. (+39)0362332109 (+39)0362852409

E-mail lamplast@lamplast.it - Internet <http://www.lamplast.it>

Azienda certificata

Certificato n.800/2

Norma UNI-EN ISO 9001

Technical data sheet

SYNTEGUM 1030 AFV 00 is a 30% fiber glass chemically coupled reinforced homopolymer polypropylene compound.

Its main properties are:

- high dimensional stability,
- low shrinkage after injection moulding,
- high strength,
- high creep resistance also at high temperatures.

Thanks to these properties, SYNTEGUM 1030 AFV 00 is suitable for the production of high-technological products, which in normal working conditions are submitted to high temperatures and considerable mechanical solicitations.

Property	Measure method	UM	Value
Density (23°C)	ISO R 1183	g/cm ³	1.14
Melt flow index	ISO R 1133	g/10 min	5.0
Izod impact notched (23°C)	ISO R 180	kJ/m ²	9.0
Tensile strength at yield	ISO R 527	kg/cm ²	750
Vicat met. B 5 kg	ISO R 306	°C	125
Filler content 750°C-30 min	ISO R 3451	%	30

The quality manager