

# Optimalizace vytvrzovacího cyklu v autoklávu pro vysokopevnostní strukturální kompozity

Bc. Michal Grunt

---

Diplomová práce  
2021



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

Akademický rok: 2020/2021

## **ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE** (projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Michal Grunt**  
Osobní číslo: **T19496**  
Studijní program: **N0788A270002 Výrobní inženýrství**  
Studijní obor: **Stroje a nástroje pro zpracování polymerů a kompozitů**  
Forma studia: **Prezenční**  
Téma práce: **Optimalizace vytvrzovacího cyklu v autoklávu pro vysokopevnostní strukturální kompozity**

### **Zásady pro vypracování**

1. Literární rešerše na problematiku vytvrzování kompozitu,
2. Technologie vytvrzování kompozitu v autoklávu, princip, význam, aplikace.
3. Návrh podmínek vytvrzování pro zvolenou kompozitní strukturu.
4. Vytvrzovací cyklus a vliv na mechanické vlastnosti
5. Závěr a význam pro aplikační sféru.

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

Seznam doporučené literatury:

- BARBERO, E. J.: Introduction to composite materials design, Third edition, 2018, CRC Press, Taylor & Francis Group, ISBN-13: 978-1138196803.
- ŠUBA, O.: Mechanika polymerů a kompozitů, Zlín, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2011, ISBN 978-80-7454-015-8.
- ŠUBA, O.: Dimenzování a navrhování výrobků z polymerů. Vyd. 3. Zlín, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2010, 112 s., ISBN 978-80-7318-948-8.
- EHRENSTEIN G. W.: Polymerní kompozitní materiály, Praha, SCIENTIA v Praze, 351 s, 2009, ISBN 978-80-86960-29-6.
- LIPTÁKOVÁ, T.: Polymérní konstrukční materiály. University of Žilina, Žilina, 189 s, 2012, ISBN 978-80-554-0505-6.
- STRONG, A., B.: Fundamentals of Composites Manufacturing: Materials, Methods, and Application, Society of Manufacturing Engineers, 1989.
- SRINIVASAN, K.: Composite Materials: Production, Properties, Testing and Applications, Alpha Science International Limited, 2009, ISBN 1842654918, 9781842654910.

Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Soňa Rusnáková, Ph.D.**  
Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce: **5. ledna 2021**  
Termín odevzdání diplomové práce: **14. května 2021**

**prof. Ing. Roman Čermák, Ph.D. v.r.**  
děkan

L.S.

**prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D. v.r.**  
ředitel ústavu

Ve Zlíně dne 1. dubna 2021

## **PROHLÁŠENÍ AUTORA DIPLOMOVÉ PRÁCE**

Beru na vědomí, že:

- diplomová práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému a dostupná k nahlédnutí;
- na moji diplomovou 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;
- podle § 60 odst. 1 autorského zákona má Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užit své dílo – diplomovou 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);
- pokud bylo k vypracování diplomové práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tj. k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové práce využít ke komerčním účelům;
- pokud je výstupem diplomové 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.

### **Prohlašuji,**

- že jsem diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.
- že odevzdaná verze diplomové práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou obsahově totožné.

Ve Zlíně dne:

Jméno a příjmení studenta:

.....  
podpis studenta

## **ABSTRAKT**

Vytvrzování kompozitů v autoklávu je nezastupitelnou technologií i přes značně vysoké investiční náklady, energetickou a časovou náročnost výroby. Produkujeme totiž dílce té nejvyšší kvality, vhodné pro letectví a kosmonautiku. Předchozí studie se zabývaly optimalizací procesu z hlediska rozmístění dílů, či minimální spotřeby energií. V této diplomové práci byl stanoven přístup k optimalizaci vytvrzovacího procesu z hlediska nejvyšších mechanických vlastností výrobků. Byly zkoumány reologické vlastnosti použitých epoxidových pryskyřic, dle kterých byly určeny teploty, hodnoty tlaků a doby trvání jednotlivých částí cyklu. Mechanické vlastnosti výrobků neoptimalizovaného a optimalizovaného cyklu byly naměřeny a statisticky porovnány a bylo potvrzeno, že vytvrzovací cyklus je významně optimalizovat. Je třeba brát v úvahu, že kterákoliv optimalizace vytvrzovacího cyklu není univerzální. Zásadním faktem je, že každý tvar výrobku má jiné tepelně vodivé vlastnosti – jinak velkou teplosměnnou plochu. Proto je třeba přistupovat ke každému vytvrzovanému dílci individuálně. Problém nastává v případě, že vytvrzujeme více tvarově rozdílných dílců současně a to převážně z důvodů využití výrobních kapacit autoklávu. Je zde mnoho možných budoucích směrů pro rozšíření znalostí o vytvrzování kompozitů pomocí autoklávu. Potenciální studie by se mohly zabývat optimalizací procesu za účelem splnění vysokých požadavků, které jsou kladeny na výrobky uplatňované zejména v aeronautice.

**Klíčová slova:** Autokláv, vytvrzování kompozitů, prepreg, zkoušky mechanických a dynamických vlastností kompozitů

## **ABSTRACT**

Curing of composites in autoclaves is an irreplaceable technology, despite its high investment cost for the device, energy, and time consumption of the process. Autoclaves can produce parts of the highest achievable quality even suitable for aeronautics. Previous studies dealt with the optimization of the process in the aspect of parts placement in the autoclave or its power consumption. My diploma thesis defines an approach of the curing cycle optimization to produce parts having the best mechanical properties. Appropriate temperatures, pressures and their timings of the cure cycle were selected upon the rheological properties of processed epoxy resins. Mechanical properties of products manufactured by non-optimized and optimized cure cycle were compared using statistical methods. Reported data proved the importance of the process optimization. However no optimi-

zation is universal. Common complications result from the different heat exchange surface of each part. The issue occurs when more shape diverse parts are processed simultaneously. Thus, it is very common to utilize the production capacity due to the autoclaves time-consuming cure cycle. There are possible ways of future researches. It would be appropriate to deal with practical phenomena especially in aeronautics.

Keywords: Autoclave, composites curing, prepreg, tests of mechanical and dynamical properties of composites

Tímto děkuji své vedoucí diplomové práce paní doc. Ing. Soni Rusnákové, Ph.D. za její ochotný a vstřícný přístup, připomínky a cenné rady, které mi během tvorby diplomové práce poskytla. Dále děkuji panu Ing. Milanu Žaludkovi, Ph.D. a panu Ing. Aleši Mizerovi, Ph.D. za odbornou pomoc, kterou mi poskytli při měření mechanických vlastností kompozitů a při snímání jejich povrchu konfokální mikroskopií.

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>11</b>
<b>1 VYTVRZOVÁNÍ KOMPOZITŮ</b> .....	<b>12</b>
1.1 REAKTOPLASTY PRO PREPREGOVÉ APLIKACE.....	13
1.2 PREPREGY NA BÁZI REAKTOPLASTŮ .....	15
1.3 VYTVRZOVACÍ CYKLUS .....	18
1.4 METODIKY MĚŘENÍ STUPNĚ VYTVRZENÍ KOMPOZITŮ .....	21
1.4.1 Diferenční skenovací kalorimetrie .....	21
1.4.2 Dynamická mechanická analýza .....	24
<b>2 TECHNOLOGIE VYTVRZOVÁNÍ KOMPOZITŮ V AUTOKLÁVU</b> .....	<b>26</b>
2.1 KONSTRUKCE AUTOKLÁVU .....	26
2.2 ŘÍZENÍ PROCESU VYTVRZOVÁNÍ V AUTOKLÁVU .....	27
2.2.1 Praktický vytvrzovací cyklus v autoklávu .....	30
2.2.2 Časová a energetická optimalizace vytvrzovacího cyklu pro výrobu vysokopevnostních součástí .....	32
2.2.3 Optimalizace fáze ohřevu vytvrzovacího cyklu z hlediska minimalizace vzniku vnitřní porozity .....	34
2.2.4 Optimalizace tlaku vytvrzovacího cyklu z hlediska minimalizace vzniku vnitřní porozity .....	37
2.3 FORMY PRO VYTVRZOVÁNÍ KOMPOZITŮ V AUTOKLÁVU .....	40
<b>3 SHRUTÍ TEORETICKÉ ČÁSTI PRÁCE</b> .....	<b>44</b>
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>45</b>
<b>4 CÍLE PRAKTICKÉ ČÁSTI PRÁCE</b> .....	<b>46</b>
<b>5 PŘÍPRAVA VÝROBY LAMINÁRNÍCH KOMPOZITŮ</b> .....	<b>47</b>
5.1 ČIŠTĚNÍ A SEPARACE FORMY .....	47
5.2 KLADENÍ PREPREGŮ NA POVRCH FORMY .....	48
5.3 ZAVAKUOVÁNÍ FORMY .....	49
<b>6 VÝROBA LAMINÁRNÍCH KOMPOZITŮ POMOCÍ AUTOKLÁVU</b> .....	<b>51</b>
6.1 POPIS POUŽITÉHO AUTOKLÁVU.....	51
6.2 VYTVRZOVACÍ CYKLUS DLE VÝROBCE PREPREGU .....	52
6.3 OPTIMALIZACE VYTVRZOVACÍHO CYKLU .....	54
6.3.1 První optimalizace vytvrzovacího cyklu .....	55
6.3.2 Druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu.....	57
6.3.3 Třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu.....	58
6.3.4 Čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu.....	59
6.3.5 Pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu.....	60
6.3.6 Šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu .....	61
<b>7 ZKOUŠENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ</b> .....	<b>62</b>



7.1	ZKOUŠKA OHYBEM.....	62
7.1.1	Vyhodnocení ohybové zkoušky pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	63
7.1.2	Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě statické zkoušky v ohybu .....	74
7.2	ZKOUŠKA TAHEM .....	75
7.2.1	Vyhodnocení tahové zkoušky pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	77
7.2.2	Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě statické zkoušky v tahu .....	84
7.3	ZKOUŠKA RÁZOVÉ HOUŽEVNATOSTI METODOU CHARPY .....	86
7.3.1	Vyhodnocení rázové houževnatosti metodou Charpy pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	87
7.3.2	Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě dynamické zkoušky rázové houževnatosti Charpy .....	89
7.4	ZKOUŠKA ÚNAVY V CYKlickÉM OHYBU .....	90
7.5	INSTRUMENTOVANÁ RÁZOVÁ ZKOUŠKA PADACÍM TLOUKEM .....	93
7.5.1	Vyhodnocení instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	94
7.5.2	Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem .....	98
7.6	DISKUZE VÝSLEDKŮ MECHANICKÝCH ZKOUŠEK.....	101
<b>8</b>	<b>ZKOUMÁNÍ VNITŘNÍ STRUKTURY VYROBENÝCH LAMINÁTŮ.....</b>	<b>104</b>
8.1	KONFOKÁLNÍ MIKROSKOPIE VYROBENÝCH LAMINÁTŮ.....	104
8.2	RENTGENOVÁ MIKROTOMOGRÁFIE LAMINÁTU VYROBENÉHO DLE VYTVRZOVACÍHO CYKLU NAVRŽENÉHO VÝROBCEM PREPREGU.....	113
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>114</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>115</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>120</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>123</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>128</b>
	<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>131</b>

## ÚVOD

Za pomoci vhodně zvolené technologie je možné dosáhnout u budoucího produktu požadovaných vlastností. Každá technologie vnáší do výrobního procesu určitou složitost po ekonomické, technologické i produkčně-kvalitativní stránce.

Od technologií výroby laminárních kompozitů pomocí ruční laminace za mokra přes sofistikovanější technologie vakuové infuze až k technologiím užívajících autoklávu je možné se dostat od fyzicky náročné práce s nízkou kvalitou výrobku až k úplnému opaku, kde získáváme výrobky s použitím nižší fyzické práce, s nesrovnatelně vyšší kvalitou. Za to je však nezbytné vynaložit vysoké investiční náklady. Zvládnutí technologie je další podmínkou pro výrobu dílců v požadované kvalitě. I s výkonným strojním aparátem můžeme získat nekvalitní výrobky a vice versa.

Existuje celá řada možných optimalizací vytvrzování kompozitů v autoklávu. Některé cílí na vlastnosti výrobku, jiné na energetické či finanční parametry výroby. Je vhodné, když se tyto aspekty daří vzájemně kombinovat. Na začátku je k produkci výrobku dán požadavek a je potřeba najít způsob, jak jej splnit. V případě technologie vytvrzování kompozitů v autoklávu můžeme pracovat se vstupy jakožto materiálem budoucího výrobku, či médií a jejich spotřebou i se samotnými procesními parametry jako jsou teplota, tlak a jejich využití v čase.

Může se stát, že budeme-li optimalizovat jeden parametr výroby, či výrobku, bude na to vynaloženo neúměrné množství jiných zdrojů. Mnohdy zlepšení požadovaného parametru o 1 % může znamenat navýšení času či financí atd. o desítky %. Je třeba chápat hlubší souvislosti v dané technologii, ty je ovšem možné získat dostatečnou praxí a studiem. I přestože budeme optimalizovat jeden parametr, můžeme zhoršit ostatní. Proto je třeba najít správné metodiky měření a testování, aby tyto jevy bylo možné průběžně kontrolovat a korigovat.

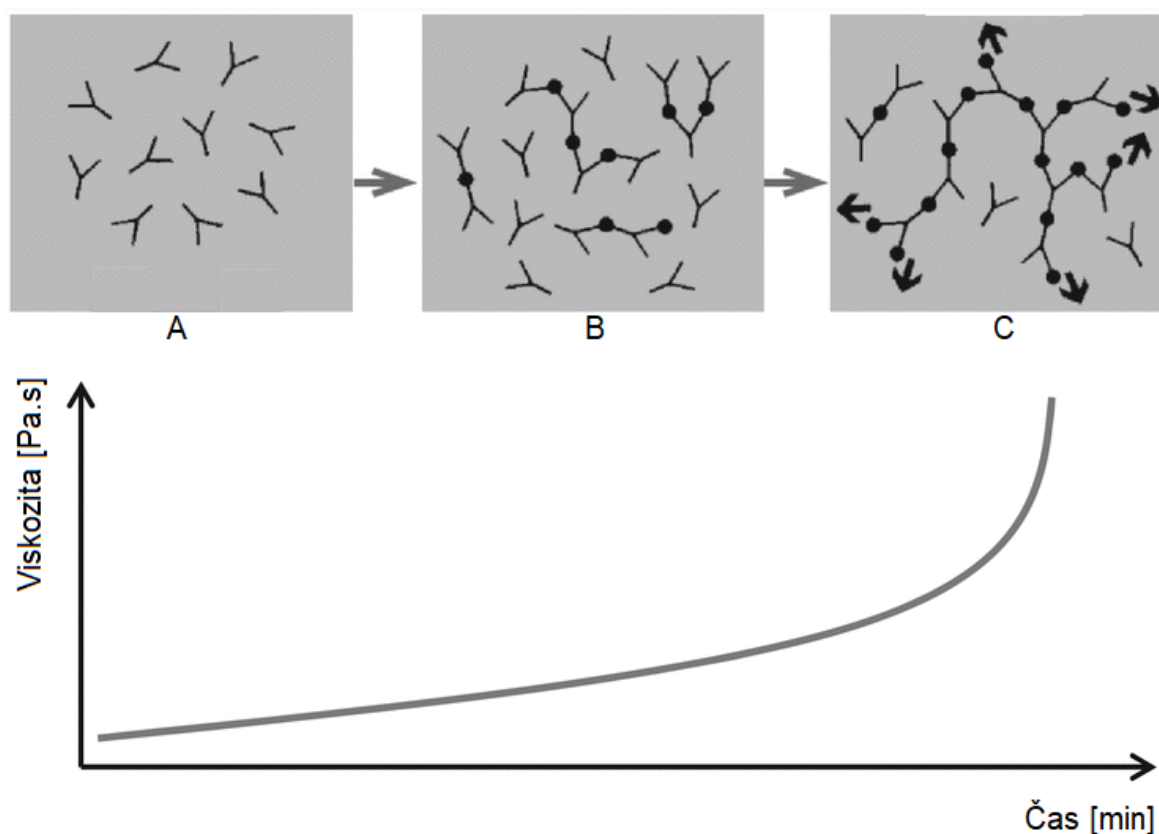
Následující text diplomové práce se zabývá optimalizací vytvrzovacího procesu v autoklávu z hlediska mechanických vlastností kompozitních laminátů.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 VYTVRZOVÁNÍ KOMPOZITŮ

Nejrozšířenější polymerní materiály využívané pro laminární kompozity bývají ze skupiny reaktoplastů. Ty jsou charakteristické skutečností, že jejich konečná molekulární struktura je získána až během jejich zpracování na výrobek. Tento proces je nazýván vytvrzování nebo také síťování. Tvorba strukturální prostorové sítě může být ovlivněna dobou či teplotou vytvrzování anebo následujícím dokončovacím zpracováním [2].

Reaktoplasty polymerizují díky reakci mezi nejméně dvěma makromolekulárními látkami: pryskyřicí a vytvrzovacím činidlem. Nárůst molekulární hmotnosti je způsoben reakcí mezi materiály za současného vzrůstu viskozity. Finální vlastnosti výrobku jsou značně ovlivněny druhem vytvrzovacího činidla a podmínkami vytvrzování [2].



Obr. 1. Schematické vyjádření průběhu změny viskozity v závislosti na stupni zesíťení (A, B, C – vznik prostorové sítě), dle [2]

Při přeměně kapalné pryskyřice na pevnou hmotu je možné sledovat stav vytvrzování, kdy vzniká molekula s nekonečně vysokou molekulární hmotností. Dochází k želatinaci při bodu gelace. Znamená to, že pryskyřice již není rozpustná v rozpouštědlech, čili už není dále v této konzistenci zpracovatelná jako tekutá hmota. Bod gelace se liší u jednotlivých

pryskyřic a druhů jejich polymeračních reakcí. Pojmy doba želatínace a doba zpracovatelnosti popisují dobu, dle které by měla být zpracována směs (pryskyřice a ostatních přísad) po jejím smísení. Způsoby určení doby zpracovatelnosti jsou popsány v několika normách např.: ČSN EN ISO 2535, ASTM D 2471 [19].

Teoreticky dojde k vytvrzení pryskyřice ve chvíli, kdy zreagují všechny reaktivní skupiny. Prakticky je velmi obtížné zjistit, kdy nastane 100% zesílení pryskyřice. Není možné, aby se všechny složky podílející na zesílení vzájemně setkaly. Některé vazby mohou být dokonce po svém vytvoření následně tepelně rozloženy ještě v průběhu vytvrzovacího procesu. Neexistuje vhodná metoda pro přímé kvalitativní zhodnocení počtu a rozdělení míst vhodných pro síťování. V praxi se užívají postupy jako: měření tepelného toku, dynamická mechanická analýza nebo diferenční snímací kalorimetrie (vybrané metody budou popsány v dalších kapitolách) a dávají pouze informaci o stupni konverze. Nedostatečné vytvrzení má negativní vliv na odolnost proti stárnutí, povětrnosti, chemickou odolnost ale i mechanické a ostatní vlastnosti. Je skutečností také to, že může dojít k dodatečnému vytvrzení výrobku později. Ten nejenže změní vlastnosti, ale může se také dodatečným smrštěním zdeformovat [19].

## 1.1 Reaktoplasty pro prepregové aplikace

Epoxidové pryskyřice jsou nejpoužívanějším reaktoplastem pro prepregy. Tvoří prostorovou síť pomocí polyadice z monomerů s epoxidovou skupinou a vhodným vytvrzovacím činidlem. Stupeň zesílení u epoxidových pryskyřic silně závisí na poměru mezi monomermi a vytvrzovacím činidlem. Maximální hustota sítě je dosažena při tzv. stoichiometrickém poměru. Při tomto poměru teoreticky každá reaktivní skupina zaujme místo v prostorové síti. Stavů úplného zesílení není možné dosáhnout, jelikož potřebný poměr je metrologicky nedosažitelný. Navíc ke konci vytvrzovacího cyklu je viskozita již tak vysoká a pohyblivost řetězců tak nízká, že není systému umožněno kompletní vytvrzení.

Nejběžnějším produktem epoxidových pryskyřic jsou produkty alkalické kondenzace dienu s epichlorhydrinem se strukturou. Epoxidové pryskyřice se vyskytují od konzistence kapalin až po tvrdé, křehké látky. Nízkomolekulární typy jsou rozpustné v aromatických uhlovodících, vysokomolekulární především v ketonech a esterech. Epoxidové pryskyřice odolávají velmi dobře zásadám i zředěným roztokům anorganických a organických kyselin. Jejich chemická odolnost roste s molární hmotností a stupněm zesílení. Velký vliv má druh

vytvrzovacího činidla [6]. Epoxidové pryskyřice mohou být vytvrzovány různými vytvrzovacími činidly. Nejčastěji používané pro prepregy bývají ze skupiny aminů. Běžně aromatické aminy jako např.: 4,4'-diaminodiphenyl sulfone (4,4'-DDS), dicyandiamide (DICY) nebo anhydridy. Tyto systémy umožňují relativně dlouhou dobu skladování a vytvrzování za vysokých teplot (běžně 180 °C) po dobu několika hodin. Přidáním urychlovačů nebo náhradou za aromatické cyklické alifatické aminy umožní vytvrzování kompozitů na bázi prepregů za nižších teplot (např. 120 °C). Lineární alifatické aminy nejsou vhodnými vytvrzovacími činidly pro epoxidové prepregy, protože vytvrzování s nimi začíná již při pokojové teplotě a neposkytují tím pádem možnost uskladnění [2].

Bismaleimidové pryskyřice jsou systémy vytvrzující pomocí aromatických aminů nebo thiolů obecně za vyšších teplot než epoxidové systémy. K využití plného potenciálu vlastností bismaleimidových systémů je zapotřebí je tepelně zpracovávat po vytvrzení za teplot vyšších přes 200 °C. Aplikace bismaleimidových kompozitů je nejčastěji tam, kde teplotní odolnost epoxidových systémů není dostačující [2]. Jsou značně křehké, ke snížení tohoto jevu se plní termoplasty nebo elastomery. Absorbují více vlhkosti než epoxidové pryskyřice. Bismaleimidové pryskyřice jsou náchylné k tvorbě a šíření prasklin pod vlivem opakovaného smršťování a expanze [7].

Fenolické pryskyřice byly první syntetické pryskyřice určené na mnohostranné použití. Pod pojmem fenoplasty jsou zahrnuty polykondenzáty aldehydů, nejčastěji formaldehydu s fenolem. Klasifikujeme je na dva základní typy: novolaky a rezoly. Novolaky jsou produkty polykondenzace fenolu s nedostatkem formaldehydu, které je možné vytvrdit až po přidání vytvrzovacího činidla v množství, které zajistí minimální ekvivalentní poměr obou vstupních složek reakční směsi (fenolu a formaldehydu). Jejich charakteristickým znakem je nepřítomnost reaktivních funkčních skupin a z nich pramenící nevytverditelnost zahřátím. Rezoly jsou produkty polykondenzace fenolu s přebytkem formaldehydu, které působením tepla nebo kyselin je možné snadno převést na nerozpustný a netavitelný materiál. Rezoly je možné vytvrzovat teplem anebo účinkem kyselin, eventuálně jinými polymery s reaktivními metylovými skupinami na makromolekulárních řetězcích [6]. Fenolické pryskyřice se vyznačují velmi dobrou odolností vůči hoření a doutnání. Tato matrice je často aplikována v interiérech: ať už u automobilů, u vozidel hromadné přepravy nebo v letectví a kosmonautice. Kvůli nízké tuhosti a pevnosti jsou velmi zřídka fenolické systémy používány pro nosné výrobky. Fenolické pryskyřice jsou zpracovatelsky náročnější v průběhu vytvrzování, jelikož jejich polymerace produkuje těkavé složky, které je třeba odlučovat. Výrobky

z fenolických prepregů se mimo jiné vyznačují vyšší porozitou než výrobky z těch epoxidových nebo bismaleimidových [2].

Benzoxazinové pryskyřice jsou představiteli dalšího vývoje fenolických pryskyřic. Vznikají reakcí fenolu s aldehydem a aromatickým aminem. Na rozdíl od epoxidů mají tyto pryskyřice velmi malou navlhavost a jsou schopny si udržet mechanické vlastnosti i v horkém a vlhkém prostředí. Vyznačují se také nízkým koeficientem teplotní roztažnosti a malou relativní permitivitou [7]. Tyto systémy neprodukují žádné těkavé podíly během vytvrzování, čímž usnadňují výrobu kompozitu vysoké kvality. Ohnivzdorné vlastnosti jsou skoro tak dobré, jako u fenolických pryskyřic. Za pokojových teplot je prakticky nemožné iniciovat vytvrzování, což umožňuje bezpečný transport a následné uskladnění na více než 12 měsíců. Benzoxazinové pryskyřice mají vyšší viskozitu než ostatní běžné reaktoplasty, což může značně komplikovat výrobu a je třeba to zvážit při návrhu vytvrzovacího cyklu [2].

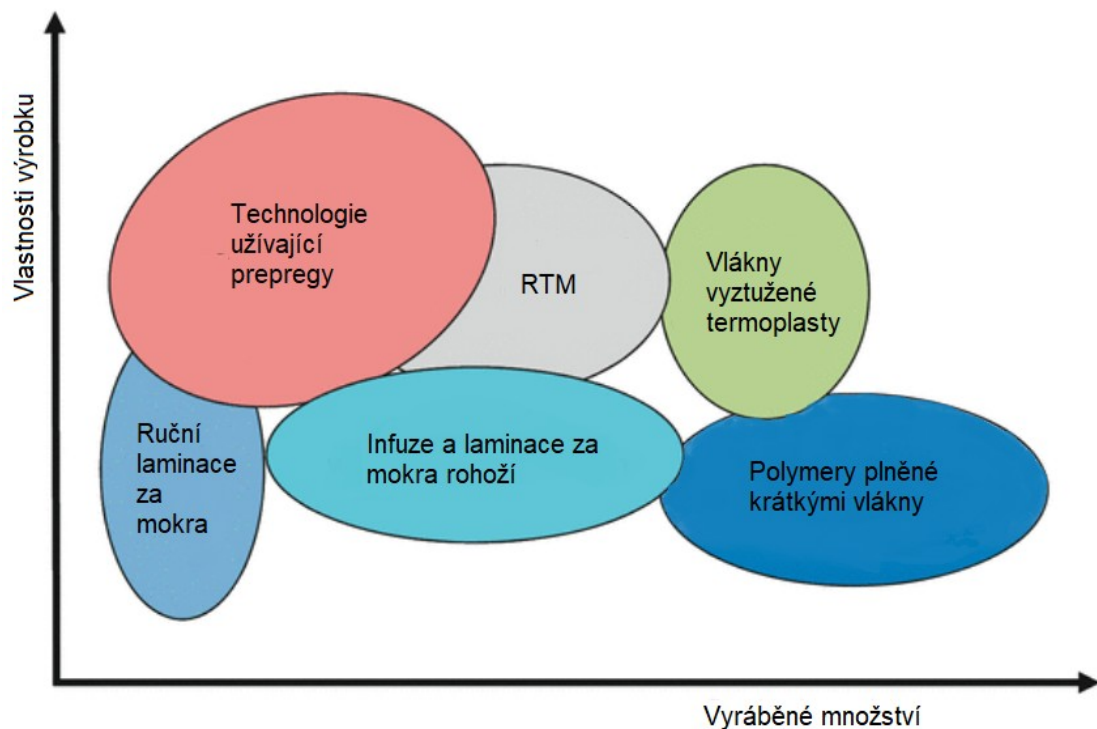
Shrnutí vlastností jednotlivých vybraných systémů používaných pro prepregy je uvedeno v *Tab. 1*.

*Tab. 1. Vlastnosti a aplikace vybraných reaktoplastů, dle [2]*

Pryskyřice	Vlastnosti	Příklady aplikací
Epoxidová	Velmi dobré mechanické vlastnosti, snadné zpracování	Sportovní náčiní, díly v automotive, rotorové lopatky větrných elektráren, obložení křidel a trupu a další součásti pro letectví
Bismaleimidová	Velice dobrá teplotní stálost	Motory v letectví a kosmonautice
Fenolická	Velmi dobrá odolnost proti hoření a doutnání	Části interiéru ve vlacích a kabiny letadel
Benzoxazinová	Velmi dobrá odolnost proti hoření a doutnání, výborná skladovatelnost	Potenciální aplikace v letectví a kosmonautice

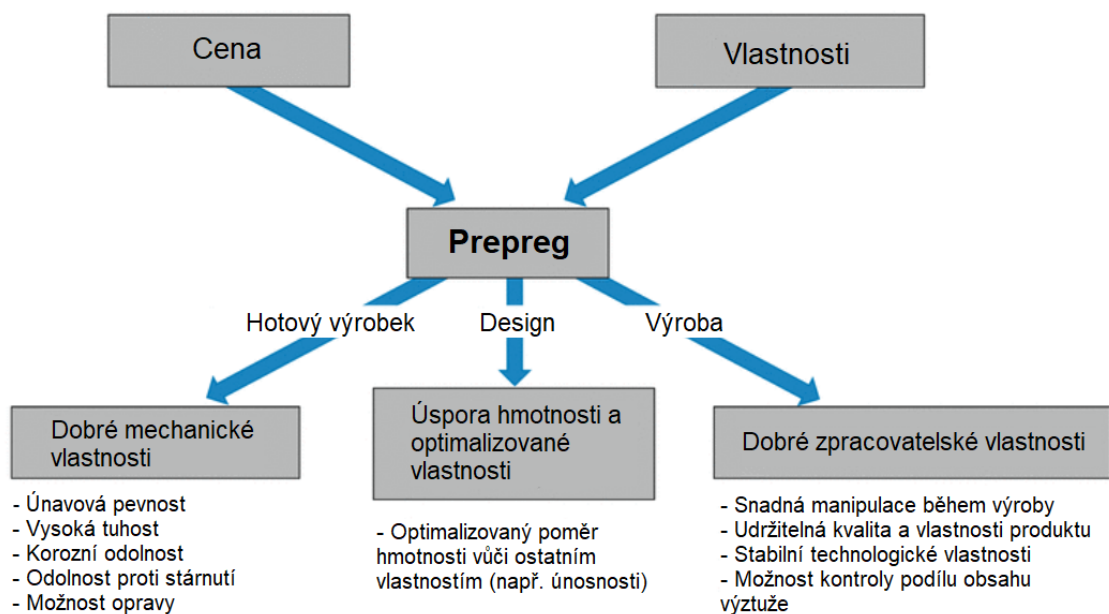
## 1.2 Prepregy na bázi reaktoplastů

S přihlédnutím k výkonu kompozitních výrobků jsou nesporně na vrchní pozici ty, které jsou vyrobené pomocí prepregů, viz *Obr. 2*. Tato skupina materiálů umožňuje výrobcům produkovat velmi lehké a vysoce únosné kompozitní díly. Výhodné výkonnostní charakteristiky prepregů jsou kompenzovány nižší výrobností, kvůli jejich vysoké ceně [2, 30].



Obr. 2. Srovnání výkonu a výrobnosti prepregů s ostatními technologiemi, dle [21]

Proto jsou využívány pro menší až střední série výrobků. Shrnutí parametrů prepregu a ovlivnění jednotlivých fází vývoje je znázorněno v Obr. 3. Navzdory jejich nízké produktivitě výroby v porovnání s infúzními technologiemi, prepregy vynikají ve smyslu jejich snadné a bezpečné zpracovatelnosti [2].



Obr. 3. Prepreg jako strategický materiál pro vysoko výkonné kompozitní součásti, dle [21]

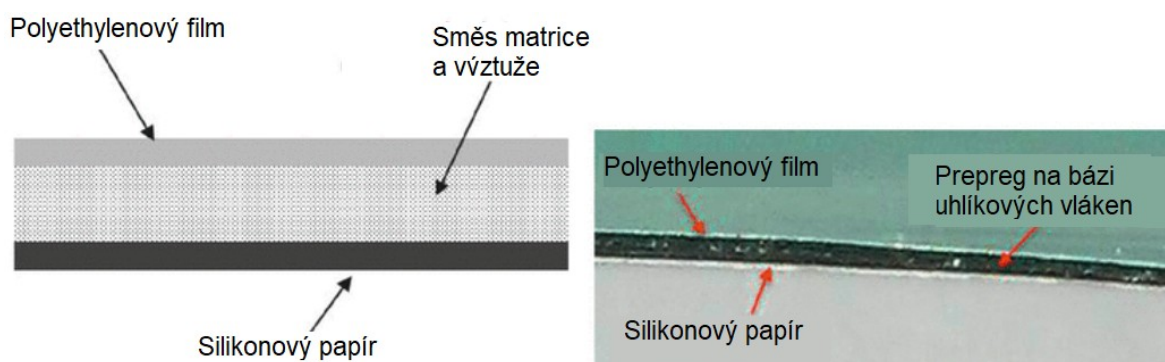


Cena výrobku je určena požadavky na finální výrobek. Je třeba brát v úvahu lidskou práci, cenu vybavení, energie atd. Můžeme říci, že cena výrobku klesne právě díky snížením zpracovatelské náročnosti, což prepregy např. oproti infúzní technologii vykazují [2].

Prepreg (před-impregnovaná vlákna) je hotový polovýrobek skládající se z vysoce viskózní matrice a kontinuální výztuže. Vzniká smáčením výztuže v matrici a navíjením na role, přičemž jsou dvě převažující varianty uspořádání výztuže [21].:

- Jednosměrné prepregy (UD), výztuž je jednosměrně uložená v matrici.
- Ortogonální prepregy, výztuž je ortogonálně uložená v matrici.

Typická skladba prepregu je znázorněna v řezu v *Obr. 4*. Z jedné strany je pokryt silikonovým papírem a z druhé polyethylenovou fólií. Tyto materiály chrání prepreg před kontaminací, fungují jako prevence proti slepení a usnadňují manipulaci během řezání na budoucí tvar výrobku [2].



*Obr. 4. Řez prepregem, dle [2]*

Rozměry prepregů se odvíjí od jejich druhu (jednosměrné nebo ortogonální). Přičemž šířka role závisí na šířce výrobní linky. Běžné rozměry jsou uvedeny v *Tab. 2*.

*Tab. 2. Příklady rozměrů prepregových rolí, dle [2]*

	Jednosměrný prepreg	Ortogonální prepreg
Šířka role [mm]	75 až 1500	900 až 1500
Délka role [m]	do 800	do 200
Hmotnost role [kg]	do 80	do 200

Poměr mezi obsahem výztuže a matrice je přesně definován u každého prepregu (s tolerancemi dle způsobu použití). Tolerance pro obsah pryskyřice se běžně pohybují od  $\pm 1\%$  do  $\pm 2,5\%$ . Obsah pryskyřice může být pozměněn do určitých limit, závisících na specifických požadavcích dané aplikace. Standardně je směs v poměru takovém, aby byl po vytvr-

zení obsah vláken cca 60 hm. %. Ve většině případů je matrice odsávána během technologie využívajících vakua, čímž je obsah výztuže navýšen. V závislosti na množství pryskyřice v prepregu se mění hodnota teoretické šířky vytvrzené vrstvy. Nadměrný úbytek pryskyřice během vytvrzování může vést k snížení šířky výrobku oproti hodnotě plánované, čímž může být výrobek znehodnocen. Naproti tomu, bude-li odsáto pryskyřice málo, bude teoretická šířka výrobku zase vyšší než plánovaná, což je rovněž nežádoucí. V následující tabulce (Tab. 3) jsou zobrazeny obsahové a rozměrové údaje pro vytvrzenou vrstvu různých uhlíkovými vlákny vyztužených prepregů [2].

Tab. 3. Příklady plošné hmotnosti vláken, obsahu pryskyřice a tloušťky vytvrzené vrstvy vybraných uhlíkových prepregů, dle [2]

Typ prepregu	Materiál výztuže	Plošná hmotnost vláken [g/cm <sup>2</sup> ]	Objem matrice [hm. %]	Tloušťka vytvrzené vrstvy [mm]
Jednosměrný (UD)	Uhlíkové vlákno	134	35	0,130
	Uhlíkové vlákno	134	40	0,143
	Uhlíkové vlákno	268	35	0,260
	Uhlíkové vlákno	268	40	0,286
Ortogonální	Uhlíkové vlákno	370	35	0,360
Jednosměrný (UD) „zero bleed“	Uhlíkové vlákno	134	34	0,129
	Uhlíkové vlákno	268	34	0,258

Dalším charakteristickým rysem prepregů je jejich skladovatelnost, kvůli reaktivním pryskyřicím. Většina prepregů musí být skladována za teplot -18 °C, aby došlo k dostatečnému zpomalení síťovací reakce. S odpovídajícím chlazením můžeme prepregy skladovat cca 6 až 18 měsíců. V poslední době jsou na trhu představovány prepregy se skladovatelností až 2 měsíce při pokojové teplotě, s určením pro běžné průmyslové a automotive aplikace [2, 30].

### 1.3 Vytvrzovací cyklus

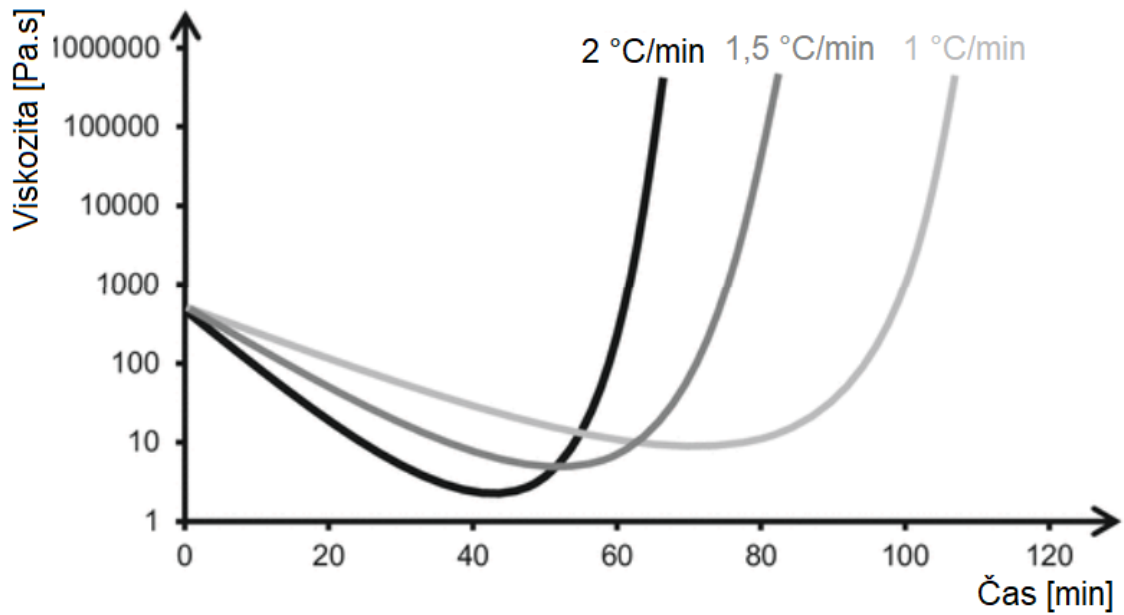
Chemické reakce běžných reaktoplastů byly popsány v kapitole 1.1. Prepregy jsou většinou transportovány a skladovány za teplot kolem -18 °C, měsíce ba dokonce roky, než začnou síťovat. Dokonce za pokojových teplot vytvrzují prepregy relativně pomalu, zde je maximální doba uchovávání prepregů v řádu týdnů [30]. Skladovatelnost je dána hodnotou viskozity, po dosažení určité hodnoty viskozity již není možné prepreg zpracovávat [2].

V návaznosti na požadavek co nejvyššího stupně zesílení jsou používány vysoké teploty, běžně 180 °C po dobu několika hodin. Vysoké teploty jsou nezbytné k iniciování chemických reakcí [29]. V ideálním případě není nutné žádné dodatečné tepelné zpracování, protože všechny reaktivní skupiny jsou zapojeny v řetězci po skončení vytvrzovacího cyklu.

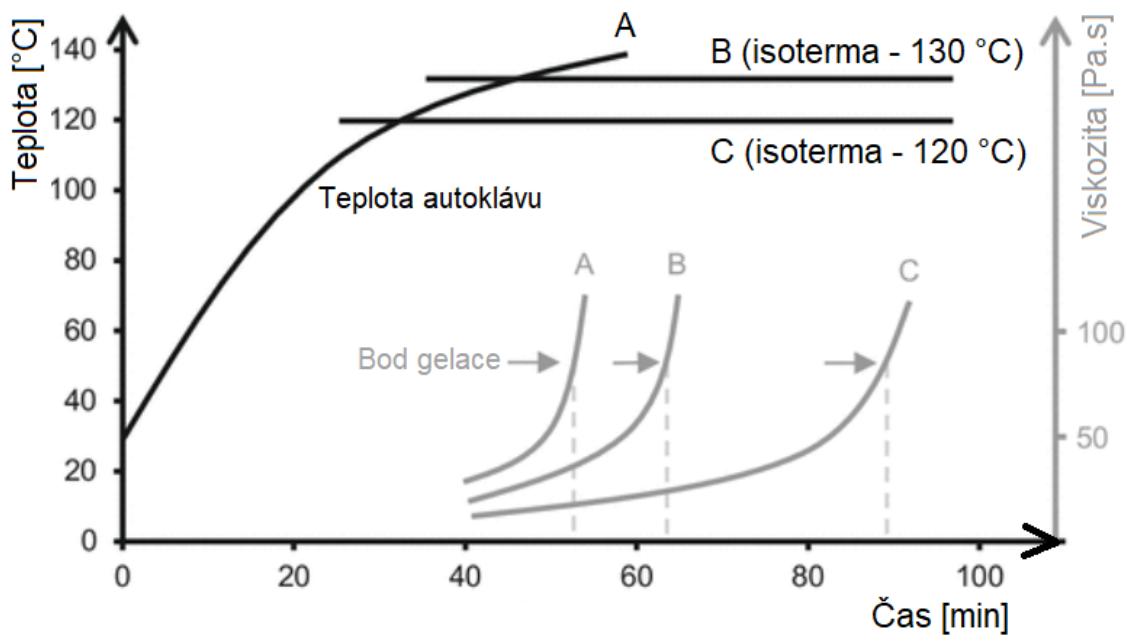
Chronologické působení teploty a tlaku na vytvrzovaný komponent se nazývá vytvrzovací cyklus. Při zvážení faktu, že míra produktivity zpracování prepregů na výrobek je závislá na délce vytvrzovacího cyklu, měl by být co nejkratší. Vytvrzovací cyklus je ovlivněn mnoha aspekty zahrnujícími: chemismus pryskyřice, druh urychlovačů a teplotu vytvrzování [2].

Chemické vytvrzovací reakce pryskyřic jsou exotermního charakteru. To znamená, že teplo je uvolňováno během vytvrzování, což je třeba brát v úvahu během fáze ohřevu. Pokud je fáze ohřevu příliš rychlá, vede to k prudkému nárůstu teploty laminátu. To může vést k nejednotné distribuci tepla ke komponentu a jeho nejednotné hustotě zesílení (vznik nehomogenních vlastností výrobku). Je možné taky lokálně překročit teplotu depolymerace, čímž se stane výrobek porézní a jeho mechanická odolnost značně klesne. Laminát může dokonce shořet, což má ekonomické a bezpečnostní následky. Fáze ohřevu musí být stanovena pro jednotlivé druhy prepregů jako i pro jednotlivé tloušťky výrobků [31].

Během první izotermy vytvrzovacího cyklu musí být odstraněna přebytečná pryskyřice, používají se k tomu odsávací tkaniny. Ke zvýšení účinnosti odsávání přebytečné pryskyřice se používá tlak. Pohyb molekul pryskyřice během vytvrzování je důležitý, protože vede k odstranění uzavřeného vzduchu a dalších těkavých podílů. To prospívá rovněž ke snížení porozity výrobku. Množství odsáté pryskyřice se odvíjí také od viskozity systému a poskytnutého času, což závisí na rychlosti ohřevu (viz *Obr. 5*). Nižší viskozita vede k většímu pohybu molekul systému až do bodu gelace. Snížením teploty první izotermy vytvrzovacího cyklu zpozdíme gelaci a tím poskytneme více času na odstranění přebytečné pryskyřice, vzduchu a těkavých podílů viz *Obr. 6* [2].



Obr. 5. Vliv rychlosti ohřevu na viskozitu systému, dle [2]



Obr. 6. Vliv teploty první izotermy vytvrzovacího cyklu na bod gelace, dle [2]

Posledních pár let byly na trhu více zastupovány prepregy typu „low bleeding“ (nebo zero-bleed prepregs), tedy takové, u kterých je nízký přebytečný podíl pryskyřice, který je potřeba odsát. U těchto prepregů je odsávání pozorovatelné pouze během první izotermy vytvrzovacího cyklu. Množství pryskyřice v prepregu je přesně stanoveno na požadovaný podíl výztuže finálního výrobku. Tím pádem je možné zkrátit, ba dokonce odstranit první izotermu vytvrzovacího cyklu (je-li zajištěna dostatečná difúze těkavých podílů pryč z vytvrzovaného dílu) [2].

## 1.4 Metodiky měření stupně vytvrzení kompozitů

Chápání způsobu vytvrzování pryskyřice či chemické reakce probíhající během vytvrzování hraje důležitou roli pro získání kvalitního kompozitního výrobku. Správně porozumění chemickým reakcím je jedním z nejdůležitějších předpokladů pro schopnost optimalizace výrobního procesu. Jednou z nejrozšířenějších metod studia průběhu vytvrzovacích reakcí je termální analýza pomocí diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) v izotermickém nebo dynamickém módu a dynamická mechanická analýza (DMA) [29]. Jsou zde také další techniky založené na spektroskopické analýze nebo elektromagnetické a dielektrické metody měření [8].

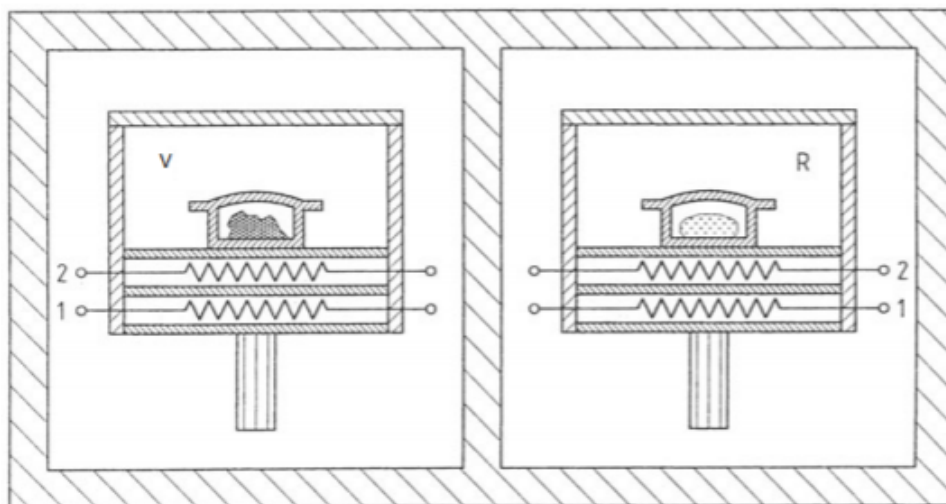
### 1.4.1 Diferenční skenovací kalorimetrie

Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) je jednou z řady metod termické analýzy. Metoda je spolehlivá s rozsáhlým polem uplatnění. Pomocí kalorimetrie můžeme zkoumat chemické reakce a fyzikální změny v materiálech, které souvisí se vznikem či pohlcením tepla. Diferenciální či diferenční vyjadřuje, že měřená teplota vzorku je porovnávána s teplotou referenčního materiálu. Tyto pochody probíhají v kalorimetrech, ty jsou schopny stanovit přesné množství tepla přijatého či vydaného vzorkem spolu se změnou teploty [10]. DSC dokáže navíc od jiných metod měřit tepelný průtok s přesnou teplotou chemické reakce či přeměny materiálu. Rychlost tepelného toku je měřena porovnáním zkoumaného materiálu s referenčním vzorkem, který prochází stejným procesem jako zkoumaný vzorek. Pokud mají obě tělesa stejnou teplotu, ve vzorku se neodehrávají žádné změny. Libovolná změna tepelného toku značí reakci ve zkoumaném materiálu (tuhnutí, tání, skelný přechod, sublimace, fázové změny atd.), která souvisí s vývinem či spotřebou tepla (endotermické či exotermické změny) [9].

Typickým znakem všech DSC systémů je přímé spojení mezi dvěma měřicími systémy stejného druhu. Jakákoli změna teploty proto působí na oba systémy stejně a je kompenzována po výskytu rozdílu mezi jednotlivými signály. Všechny typy měření mají výsledný signál úměrný tepelnému průtoku a nikoliv teplotu, jak to bývá u klasických kalorimetrů. To umožňuje sledovat časové závislosti a přeměny materiálů. Podle sestavení přístroje a principu měření tepelného toku rozdělujeme DSC do dvou kategorií [9]:

- DSC s kompenzací výkonu
- DSC s tepelným tokem

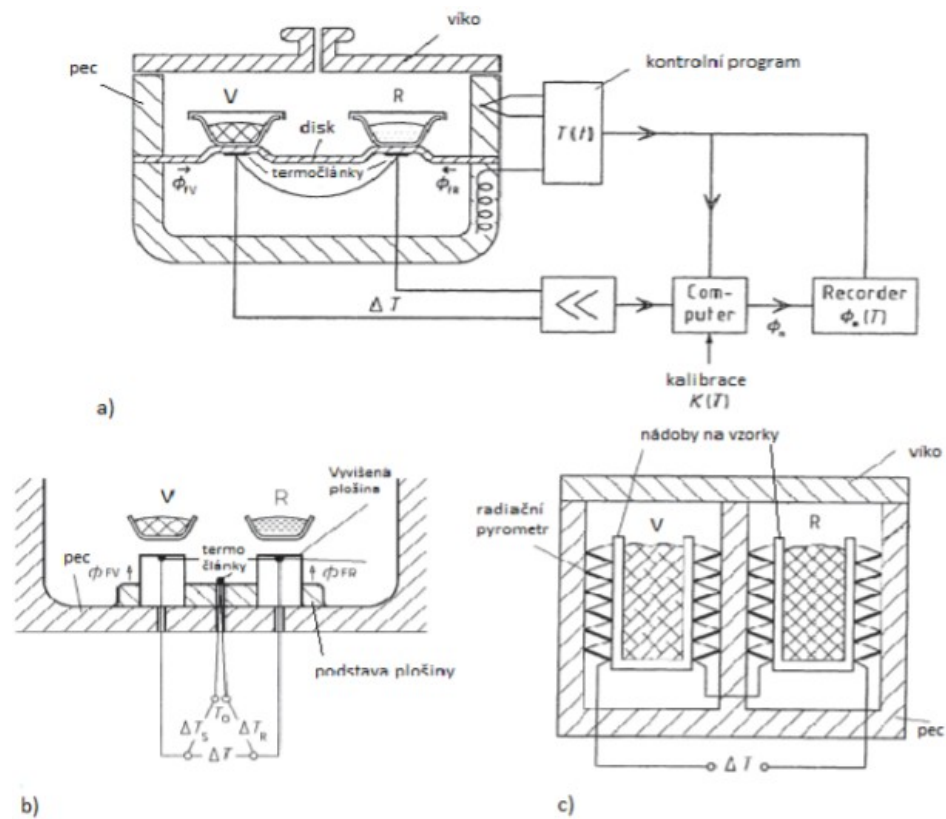
Při DSC s kompenzací výkonu udržujeme vzorek a referenční materiál na stejné teplotě, skrze kontrolu teplotního programu [10]. Oba materiály jsou umístěny v identických, oddělených pecích s vlastními topnými jednotkami a teplotními senzory. Do obou pecí je dodáváno stejné množství tepelné energie. V případě nestejné teploty materiálů dochází k reakci či přeměně vzorku. Řídící systém kompenzuje teplo reakce navýšením nebo snížením tepelné energie dodávané do vzorku. Toto množství tepelné energie je úměrné rozdílu teplot. Tepelný průtok je následně přiřazen měřenému rozdílu teplot na základě kalibrace [9]. Tento typ DSC má menší rozsah měřících teplot (maximální teplota činí cca 725 °C) než metoda DSC s tepelným tokem. Výhodou může být krátká dráha vedení tepla, což se projevuje okamžitou odezvou na vzorku. Reakční teplo je rovno celkové kompenzované energii [10].



*Obr. 7. Uspořádání DSC s kompenzací výkonu (V – měřící systém vzorku, R – měřící systém referenčního materiálu, 1 – topný drát, 2 – termistor) [9]*

Při DSC s tepelným tokem je vzorek a referenční materiál ve stejném prostředí, ale jsou vzájemně propojeny tzv. tepelným mostem, ten má vysokou tepelnou vodivost. Oba materiály jsou ohřívány společnou tepelnou jednotkou, přičemž každý má své vlastní teplotní senzory. Dojde-li k reakci nebo přeměně ve vzorku, nastane odchylka od tepelného programu a nastane výměna tepla mezi oběma materiály. Intenzita výměny je dána rozdílem teplot a tepelný průtok je pak úměrný tomuto rozdílu. Vyráběné DSC systémy s tepelným tokem jsou realizovány např. jako: diskový typ, věžový typ nebo válcový typ. Jednodušší konstrukce přístrojů DSC s tepelným tokem umožňuje větší rozpětí provozních teplot. Běžně je vyráběn pro teploty nad 1000 °C a je možno dosahovat až teplot 1500 °C. Dife-

renční kalorie je proto vhodná pro studium kovových materiálů. Nedílnou výhodou je také menší závislost na termických vlastnostech vzorku [9].



Obr. 8. Různé uspořádání DSC systémů s tepelným tokem (a – diskový typ, b – věžový typ, c – válcový typ, V – vzorek, R – referenční materiál,  $\phi_{FV}$  – tepelný tok z pece do vzorku,  $\phi_{FR}$  – tepelný tok z pece k referenčnímu materiálu,  $\phi_m$  – měřený tepelný průtok,  $\Delta T$  – rozdíl teplot mezi miskami [9])

Kvantifikace úplného stupně vytvrzení může být vyhodnocena stanovením zbytkového reakčního tepla materiálu pomocí DSC [30]. Z tepelného toku mezi vzorkem pryskyřice a referenční látkou je možné změřit entalpii nebo reakční teplo. Stupeň vytvrzení se určí z poměru ještě měřitelné zbytkové entalpie a celkové reakční entalpie (viz následující vztah), která se uvolní během vytvrzování nezreagované pryskyřice [19].

$$SV_{DSC} = \frac{\Delta H_R}{\Delta H_{\text{celk}}} \quad (1)$$

kde:

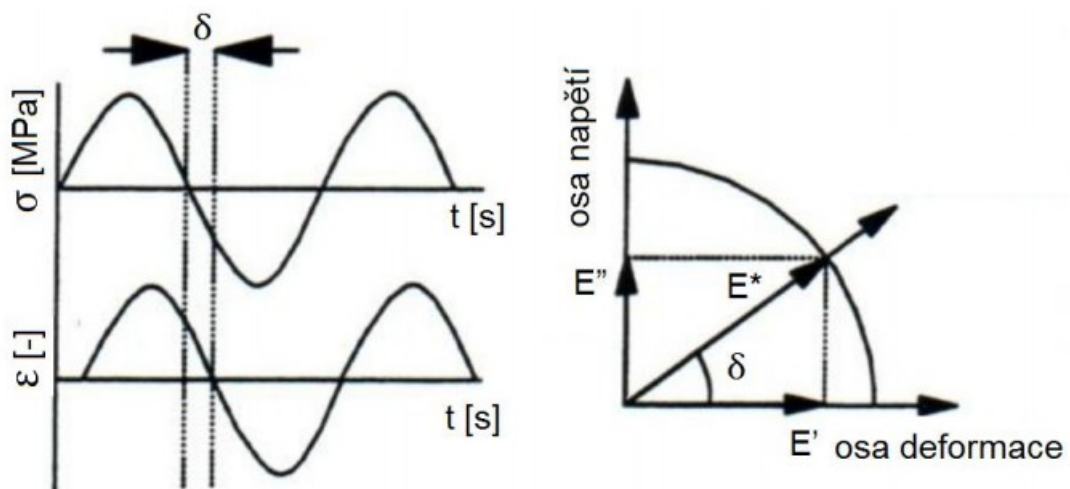
- $SV_{DSC}$  – stupeň vytvrzení dle metody DSC [-]
- $\Delta H_R$  – zbytková reakční entalpie [ $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ ]

- $\Delta H_{\text{celk}}$  – celková reakční entalpie [ $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ ]

#### 1.4.2 Dynamická mechanická analýza

Dynamická mechanická analýza (DMA) je metoda, pomocí které lze stanovit viskoelastické charakteristiky polymerních materiálů. Principem je dynamické, oscilační, cyklické zatěžování zkušebního tělesa. Výhodou je, že namáhání může být obdobně jako u statických zkoušek: tahové, tlakové, ohybové či smykové a samotné testování lze provádět za různých: teplot, frekvencí a velikostí silového působení [11]. Popis vlastností materiálu probíhá na základě změření charakteristik materiálu jako je: komplexní modul pružnosti  $E^*$ , elastický modul pružnosti  $E'$ , imaginární (ztrátový) modul pružnosti  $E''$  a ztrátový činitel  $\tan(\delta)$  závislých na teplotě či čase. Je třeba brát v úvahu, že měření je nutné provádět pouze v lineárních viskoelastických oblastech materiálu [13].

Charakteristickým rysem cyklického dynamického zatěžování tělesa je zpoždění deformace za napětím o fázový posun (ztrátový úhel)  $\delta$  (viz Obr. 9 vlevo). Průběh napětí a deformace se dá ovlivnit frekvencí zatěžování a tím i příslušné moduly pružnosti [14].



Obr. 9. Vlevo – opoždění deformace  $\varepsilon$  za napětím  $\sigma$  o ztrátový úhel  $\delta$  u viskoelastických těles, vpravo – vektorové znázornění modulů, dle [15]

Vektorové znázornění veličin umožňuje rozložit napětí na dvě složky (viz Obr. 9 vpravo). Jedna složka ( $E'$ ) představuje deformaci (elastické odezvy materiálu), druhá složka ( $E''$ ) náleží mechanickým ztrátám. Složka mechanických ztrát je úměrná množství energie přeměněné na teplo během jednoho deformačního cyklu. Fázový úhel  $\delta$  definuje zpoždění deformace za napětím. Nabývá hodnot od  $0^\circ$  (pro čistě elastické materiály) do  $90^\circ$  (pro čistě viskózní materiály). Ztrátový činitel  $\tan(\delta)$  je měřítkem energetických ztrát. Charak-



terizuje míru mechanického tlumení či vnitřního tření materiálu. Pomocí *Obr. 9* a základních goniometrických funkcí je možné tyto veličiny vzájemně popsat (rovnice 2 až 5) [14].

$$E' = E^* \cdot \cos(\delta) \quad (2)$$

$$E'' = E^* \cdot \sin(\delta) \quad (3)$$

$$\tan(\delta) = \frac{E''}{E'} \quad (4)$$

$$E^* = E' + iE'' \quad (5)$$

kde:

- $E'$  – elastický modul pružnosti [MPa]
- $E''$  – imaginární (ztrátový) modul pružnosti [MPa]
- $E^*$  – komplexní modul pružnosti [MPa]
- $\delta$  – ztrátový úhel [-]
- $\tan(\delta)$  – ztrátový činitel [-]

Za pomoci DMA můžeme určit např. teplotu skelného přechodu, teplotu tání a měknutí, mechanické ztráty materiálu (ve smyslu mechanicko-tlumících vlastností), stupeň krystalinity, tečení metodou kríp, dlouhodobou teplotní stabilitu (stárnutí materiálu), přítomnost plniv či stupeň zesílení [11, 13].

V oblasti kompozitních materiálů se DMA využívá hojně nejen k zjištění stupně zesílení [29], ale sleduje se např. vliv frekvence zatěžování na teplotu skelného přechodu. Dále se zjišťují mechanické vlastnosti kompozitů jako funkce teploty, tedy např. jaký vliv má teplota na modul pružnosti materiálu [11]. Pomocí DMA byl studován také vliv ošetření povrchu výztuže z čediče na ztrátový modul, elastický modul a ztrátový činitel. Ze studie vyšlo najevo, že neošetřený povrch výztuže z čediče má tyto charakteristiky nejvyšší [12].

## 2 TECHNOLOGIE VYTVRZOVÁNÍ KOMPOZITŮ V AUTOKLÁVU

Nejrozšířenější metoda pro vytvrzování prepregů je za využití autoklávu [2]. Důvodem je získání vysoce prosycené a vytvrzené struktury kompozitu s nižším potenciálem výskytu vad [20]. Autokláv je vhodný pro výrobky se složitou prostorovou geometrií, protože tlak v něm působí na dílce rovnoměrně, nehledě na jejich rozměry. Mokrý procesy laminace využívají autokláv méně [1].

Autoklávy umožňují současné působení tepla a tlaku na součást. Nevýhodou autoklávů je vysoká pořizovací cena způsobená složitostí, velikostí, bezpečností a nutnou kvalitou zařízení [20]. Tím, že je možné zároveň vytvrzovat několik výrobků, dochází ke snížení nákladů na jednu součást a samotná výroba nemusí být zpravidla finančně náročná [1].

Využití autoklávů je rovněž při spojování dílců v sestavy. V této aplikaci je principem využití tlaku k vytvoření co nejtěsnějšího kontaktu vrstev dílců [1].

Ve srovnání s ostatními současnými vytvrzovacími technologiemi prepregů, dostáváme pomocí autoklávu výrobky s nejlepšími mechanickými vlastnostmi. Vzduch a těkavé látky v matrici jsou efektivně odváděny vakuem. Zbytkový obsah plynu, který nemůže být odveden vakuem, je úměrně redukován pomocí přetlaku. Přetlak také zlepšuje rozpustnost těkavých látek v matrici, což snižuje porozitu výrobku [2].

Výsledkem vytvrzování v autoklávu jsou vysoce kvalitní součásti s vysokým stupněm zesílení. Za pomoci autoklávu jsme schopni vyrábět lamináty s obsahem výztuže vyšším než 55 % a s obsahem dutin nižším než 2 % [3]. Toto předurčuje využití autoklávů především ve výrobě komplexních a vysokopevnostních součástí nejen pro letectví a kosmonautiku [1].

### 2.1 Konstrukce autoklávu

Autoklávy se vyrábějí v průměru až 9 metrů široké a až 30 metrů dlouhé. Typický autokláv se skládá z tlakové komory, elektrických digitálních kontrolních systémů, generátoru horkého plynu, temperančního a vakuového systému (viz *Obr. 10*) [2]. Zájmem je, aby zařízení bylo schopné v celém svém objemu zajistit: jednotnou distribuci tepla, těsnost, tepelnou izolaci, snadné řízení technologických podmínek. Zařízení musí být bezpečné, bez rizika vzniku požáru z důvodů vysoké teploty a tlaku (proto je součástí vytvrzovacího prostředí inertní plyn, který potlačuje vzplanutí). Teperace autoklávu může být zajištěna: elektric-

ky, plynem, olejem či vodní párou (není-li požadována příliš vysoká teplota) [1]. V zařízení je možné vytvrzovat individuálně velké výrobky, či několik malých a to dělá autoklávy vysoce výrobně flexibilní [2, 31].



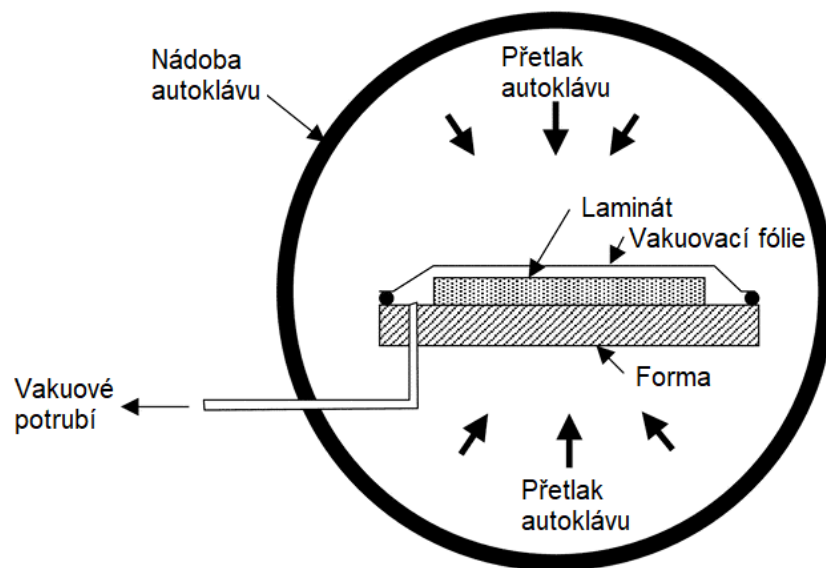
Obr. 10. Autokláv značky Maroso [2]

## 2.2 Řízení procesu vytvrzování v autoklávu

Technologické zásady pro volbu optimální teploty a tlaku jsou [2]:

- Pryskyřice je síťována rovnoměrně a dosáhne požadovaného stupně vytvrzení v nejkratším možném čase.
- V žádné části výrobního procesu nesmí být překročena maximální dovolená teplota materiálu (teplota depolymerace).
- Vytvrzovací tlak musí být dostatečně vysoký, tak aby zajistil vytlačení nadbytečného množství pryskyřice ze všech vrstev prepregů.

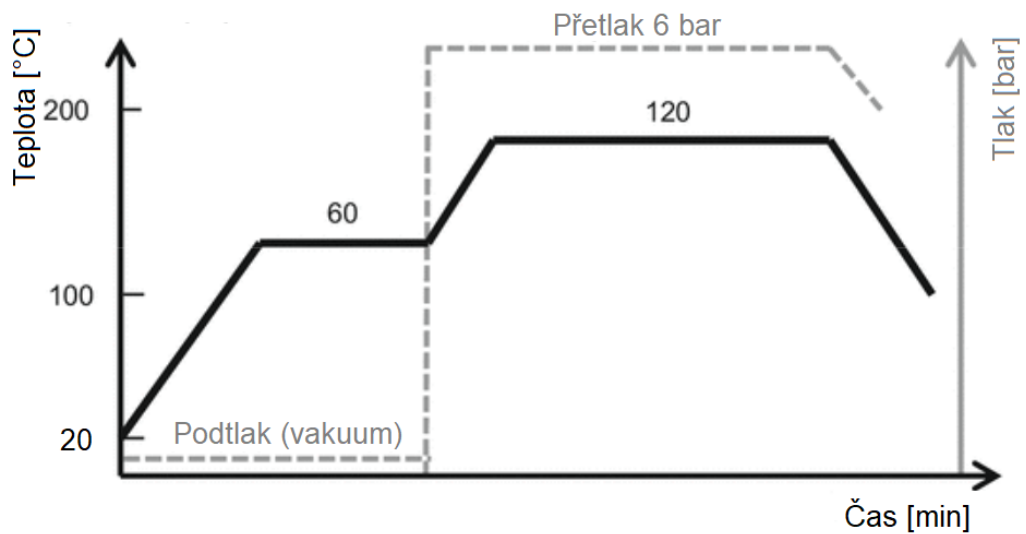
Autoklávy pracují na principu difference tlaků plynů, tak jak je znázorněno v *Obr. 11*. Pod vakuovací fólií je odsán vzduch a v autoklávu je vyvolán přetlak inertního plynu na vytvrzovanou součást [4].



Obr. 11. Schéma procesu vytvrzování kompozitu v autoklávu, dle [4]

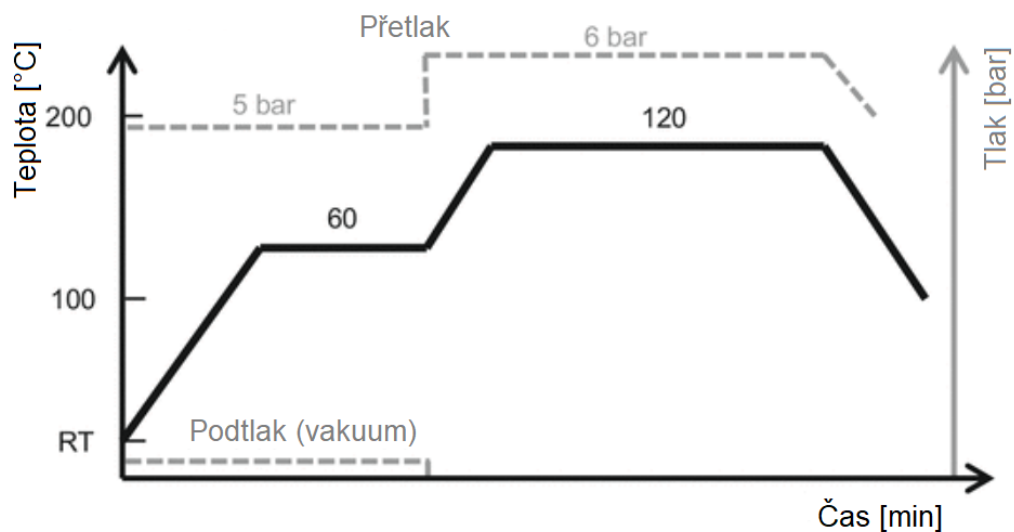
Ve většině případů je tlak uvnitř autoklávu vyvolán netečným plynem jako např.  $N_2$  či  $CO_2$ . Může být použit také vzduch, ale ten zvyšuje riziko požáru, obzvláště za vysokých vytvrzovacích teplot [31]. Ke stabilizaci rozměrů a snížení porozity výrobku se používá tlak do cca 7 bar. Navíc, za vyššího tlaku je dosaženo požadované vytvrzovací teploty rychleji. Přestup tepla je účinnější díky vyššímu tlaku, rychlosti a silnějším turbulentním jevům (cirkulace plynu prostřednictvím větráků uvnitř autoklávu) [4, 31]. Tlak vytváří smykové síly, které zvyšují tok pryskyřice a smáčivost vláken. Účinnost přenosu tlaku na součástku je dána např.: objemem vláken, stavbou laminátu a typem vakuovací fólie. Tyto faktory mají za následek výborné mechanické vlastnosti laminátů vytvrzených pomocí autoklávu [2].

Konvenční vytvrzovací cyklus je graficky znázorněn v Obr. 12. Během první fáze ohřevu a první výdrži na izotermě je výrobek pod působením vakua. Při druhé fázi ohřevu je tlak navýšen na cca 6 až 7 bar. Tlak sjednocuje jednotlivé laminy k sobě, což je navíc usnadněno nízkou viskozitou pryskyřice. Takovýto tvar tlakového profilu zajistí odstranění těkavých látek a vzduchu z výrobku. Kdyby byl tlak navýšen předčasně, vzduch a těkavé látky zůstanou uzavřeny uvnitř výrobku [2].



Obr. 12. Konvenční vytvrzovací cyklus laminátu v autoklávu, dle [2]

Využití výše popsaného vytvrzovacího cyklu je ale v praxi kontroverzní. Vytlačení přebytečné pryskyřice není možné, pokud začne během první izotermy vytvářet gel. Poté tlak nebude schopen snížit porozitu výrobku nebo zvýšit jeho celkovou kvalitu. Navíc pod účinkem vakua je zpomalen ohřev dílce (ohřev je účinnější za vyššího tlaku, jak bylo popsáno výše). Další problém zmíněného tlakového profilu je jeho srovnávání s hydrostatickým tlakem pryskyřice. Ten je ale nižší, kvůli značné spotřebě tlakové energie na povrchu vláken. Hydrostatický tlak pryskyřice určuje rozpustnost těkavých látek v matrici. Pokud je hydrostatický tlak pryskyřice nižší než tlak par těkavých látek, tak se těkavé látky vyloučí z matrice a vytvoří póry. Pokud jsou prepregy pouze pod působením vakua, tak je hydrostatický tlak pryskyřice nízký nebo dokonce záporný. Při dlouhodobých vysokých teplotách vznikají vhodné podmínky pro tvorbu různých vad. Aby nedošlo k těmto problémům je v praxi běžné vytvořit přetlak (cca 60 až 80 % maxima) už na začátku vytvrzovacího cyklu viz Obr. 13. Maximální tlak by měl být vyvolán po první izotermě vytvrzovacího cyklu [2].



Obr. 13. Vytvrzovací cyklus laminátu v autoklávu s přetlakem od počátku, dle [2]

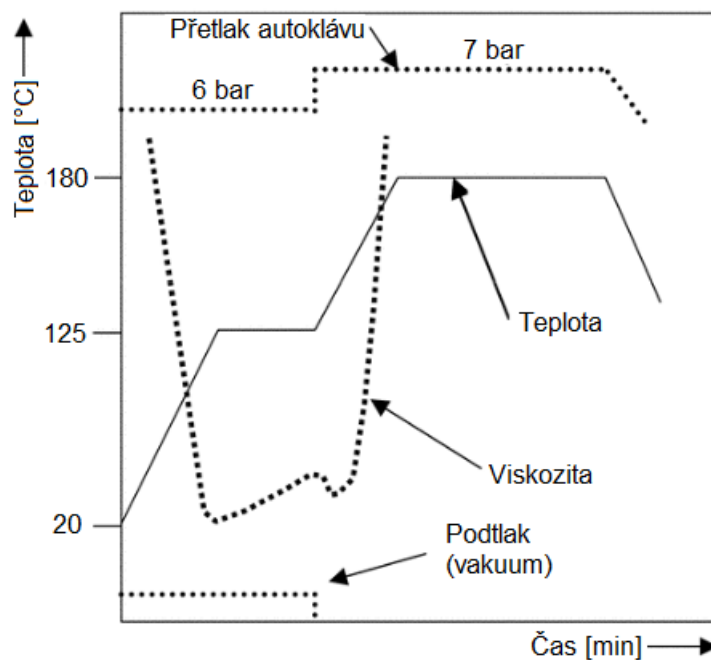
Načasování navýšení přetlaku má největší vliv na výsledné vlastnosti výrobku. Maximální tlak by měl být zaveden, jakmile viskozita matrice v nejvyšší vrstvě dostatečně klesne, aby zajistil její tok. Je-li maximální tlak aplikován příliš brzy, může se ztratit nadměrné množství pryskyřice z prepregu. V případě pozdního vývinu maximálního tlaku dojde vlivem nadměrně vysoké viskozity pryskyřice k jejímu nevhodnému toku. Správné načasování maximálního přetlaku závisí také na intenzitě nárůstu teploty v autoklávu. Čím je prudší nárůst, tím dříve by měl být zaveden maximální přetlak [2].

Celkově je technologie velmi časově náročná. Vyráběné množství se odvíjí od mnoha faktorů, zahrnujících použité nástroje, velikost součástí a počet vrstev. Nejdříve jsou ručně kladeny jednotlivé vrstvy prepregů. Poté dochází k vakuování, kdy jsou používány vývěvy k vyvolání podtlaku kolem 100 kPa při rychlosti od 60 do 400  $\text{dm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ , proto je rozhodujícím faktorem pro dobu vakuování i velikost součástí. Časová náročnost je samozřejmě ovlivněna také vytvrzovacím cyklem, dobou ohřevu, výdrže a ochlazování. Velikost nástroje ovlivňuje výrobnost také, protože i nástroje musí být temperovány. Malé dílce mohou být vytvrzeny za 3 až 5 hodin, zatímco ty velké i za 12 či 16 hodin [20].

### 2.2.1 Praktický vytvrzovací cyklus v autoklávu

Tradiční vytvrzovací cyklus pro epoxidový kompozit je schematicky znázorněn v Obr. 14. Obsahuje dva ohřevy a dvě výdrže. První fáze ohřevu je z pokojové teploty do 115 až 135 °C, následuje výdrž na této teplotě. Při této fázi výrobního cyklu je umožněn pryskyři-

ci dobrý tok a těkavým látkám únik ze struktury. Vložená viskozitní křivka v *Obr. 14* ukazuje přechod vysoce viskózního systému na nízko viskózní v průběhu fáze prvního ohřevu. Druhý ohřev a výdrž na teplotě 170 až 190 °C znázorňuje průběh síťování. Na počátku druhého ohřevu se opět skokově sníží viskozita systému vlivem navýšení teploty. Zanedlouho však dramaticky vzroste kvůli přechodu do gelového stavu a poté díky tvorbě prostorové polymerní sítě. Poslední výdrž trvá běžně 4 až 6 hodin, aby bylo zajištěno kompletní zesílení laminátu [4, 31].



*Obr. 14. Vytvrzovací cyklus epoxidového kompozitu, dle [4]*

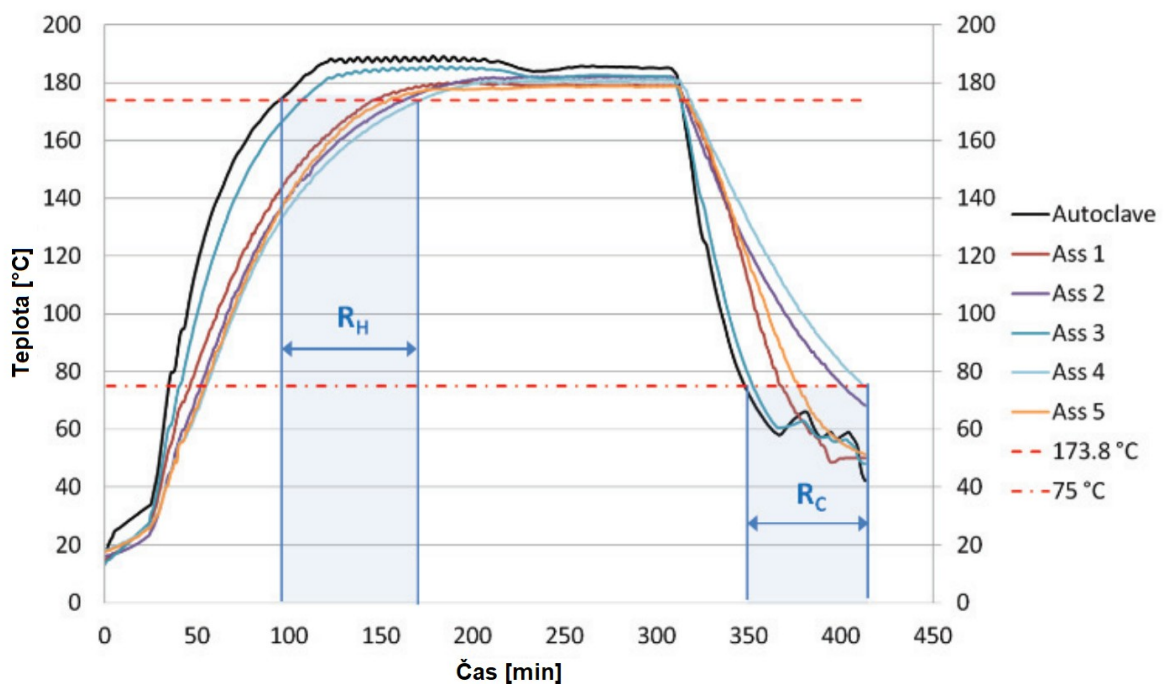
Dobu trvání první fáze ohřevu a výdrže není možné přesně stanovit, protože polymerní průmysl vyvíjí epoxidové systémy, kterým stačí velice krátká doba k homogennímu smočení vláken a eliminaci těkavých látek a prakticky probíhá od počátku ohřev na teplotu druhé výdrže [4, 31].

Vysoké tlaky jako 7 bar jsou standardně používány k zajištění sjednocení vrstev laminátu a potlačení vzniku dutin. Vysoký tlak vyvolaný autoklávem je převeden na výrobek díky vysokému rozdílu tlaku vně a pod vakuovací fólií. Účinnost přenosu tlaku na laminát závisí na několika faktorech jako např. podíl vláken, stavba laminátu či množství odsávací tkaniny. Ačkoliv může být během vytvrzování použit relativně vysoký tlak (7 bar), tak skutečný tlak v pryskyřici může být znatelně nižší [4, 31].

### 2.2.2 Časová a energetická optimalizace vytvrzovacího cyklu pro výrobu vysokopevnostních součástí

V letectví a kosmonautice je běžné, že se vyrábí menší množství dílů současně, od kterých požadujeme vysokopevnostní vlastnosti. Při vytvrzování kompozitů v autoklávu se kvalita součástí odvíjí od správného nastavení vytvrzovacího cyklu. Modelování a řízení vytvrzování v autoklávu bylo pro výrobce vysokopevnostních dílů vždy náročné, obzvláště v případech součástí o větší, či různé tloušťce. Platí totiž, že každé součásti náleží vhodný vytvrzovací diagram teploty a tlaku. Přestože je pro danou součást možné najít konkrétní teplotní a tlakové profily, tak už je obtížné je během cyklu dodržet. Při vytvrzování několika odlišných dílců současně tento problém nabývá na ještě větším významu. Má-li být vytvrzováno více součástí najednou, tak je celkový cyklus v autoklávu řízen právě tou součástí, která se ohřívá a ochlazuje nejdéle a současně tak, aby u každé součásti proběhla nejkratší požadovaná výdrž na vytvrzovací izotermě. To vede k tomu, že narůstají nejen výrobní časy, ale také spotřeba energie [16].

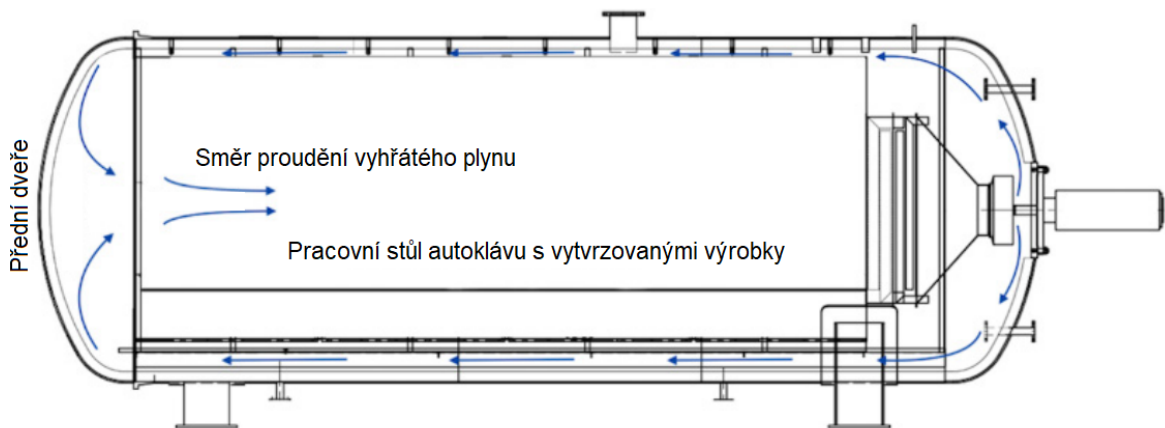
V současné praxi bývá většinou vytvrzovací plán řízen dle seskupování dílců se stejnými polymerizačními charakteristikami (mající stejnou vytvrzovací teplotu), velmi málo se zvažuje tvar, velikost či druh materiálu nástroje (formy).



Obr. 15. Teplotní profil sestav nástroj – výrobek (barevné křivky) a prostředí v autoklávu (černá křivka) během vytvrzovacího cyklu, dle [16]



Pro časovou i energetickou optimalizaci vytvrzovacího cyklu je důležité, aby náběh na vytvrzovací teplotu  $R_H$  a chlazení výrobku  $R_C$  trvalo co nejkratší dobu (Obr. 15). Obě prodlevy ( $R_H$  a  $R_C$ ) představují čas mezi dosažením požadované teploty prostředím autoklávu a posledním z vytvrzovaných dílců. Na vznik i redukci těchto časových prodlev má největší vliv materiál formy, jakožto i materiál samotného dílce. Dále má značný vliv rozložení součástí v patře uvnitř autoklávu. Jedná se o rozložení dílců v různé vzdálenosti ode dveří směrem dozadu v tělese autoklávu. Důvodem je nehomogenní proudění výhřevného média (plynu) v různých místech v autoklávu viz Obr. 16.



Obr. 16. Směr proudění výhřevného plynu uvnitř autoklávu, dle [16]

Pro optimalizaci těchto prodlev bylo stanoveno a experimentálně ověřeno tzv. S-kritérium. To zhodnocuje sestavy dílců s nástroji z hlediska tepelných, ale také geometrických vlastností. Na základě hodnoty tohoto kritéria je možné dílce optimálně rozmístit v patře autoklávu. Kritérium je možné určit na základě toho vztahu [16].:

$$S_i = T \cdot \frac{(h_{\max} - h_{\min})}{h_i} \quad (6)$$

$$T = \frac{V}{A_p + \alpha \cdot A_t} \quad (7)$$

kde:

- $S_i$  – S-kritérium i-té sestavy formy s dílcem [-]
- $T$  – termální parametr [-]
- $h_i$  – výška i-té sestavy formy s dílcem [mm]
- $h_{\max}$  – výška nejvyšší sestavy formy s dílcem [mm]
- $h_{\min}$  – výška nejnižší sestavy formy s dílcem [mm]

- $V$  – objem formy [ $\text{mm}^3$ ]
- $A_p$  – velikost povrchu dílce [ $\text{mm}^2$ ]
- $A_t$  – velikost povrchu formy [ $\text{mm}^2$ ]
- $\alpha$  – porovnávací součinitel účinnosti prostupu tepla povrchu formy oproti povrchu dílce,  $\alpha > 1$  [-]

Bude-li spočítáno pro jednotlivé sestavy dílců s nástrojem toto S-kritérium, je možné je seřadit ode dveří (resp. od výfuku výhřevného plynu) dál. Pořadí sestav je dáno následovně: sestava s nejvyšší hodnotou kritéria bude nejbližší ke dveřím (zdroji výhřevnému plynu) a sestava s nejnižší hodnotou bude nejdále.

Pomocí této metodiky byl zkrácen čas ohřevu vytvrzovacího cyklu pro šest různých součástí o 20 %, což činilo 15 minut a čas ochlazování byl zkrácen o 47 %, což činilo 32 minut (oproti vytvrzovacímu cyklu s náhodným – neoptimalizovaným uspořádáním dílů). Zkrácení fáze ohřevu a chlazení umožňuje zvýšit produktivitu autoklávu. Dojde rovněž k významnému snížení spotřeby energie související s provozem topného a chladicího systému [16].

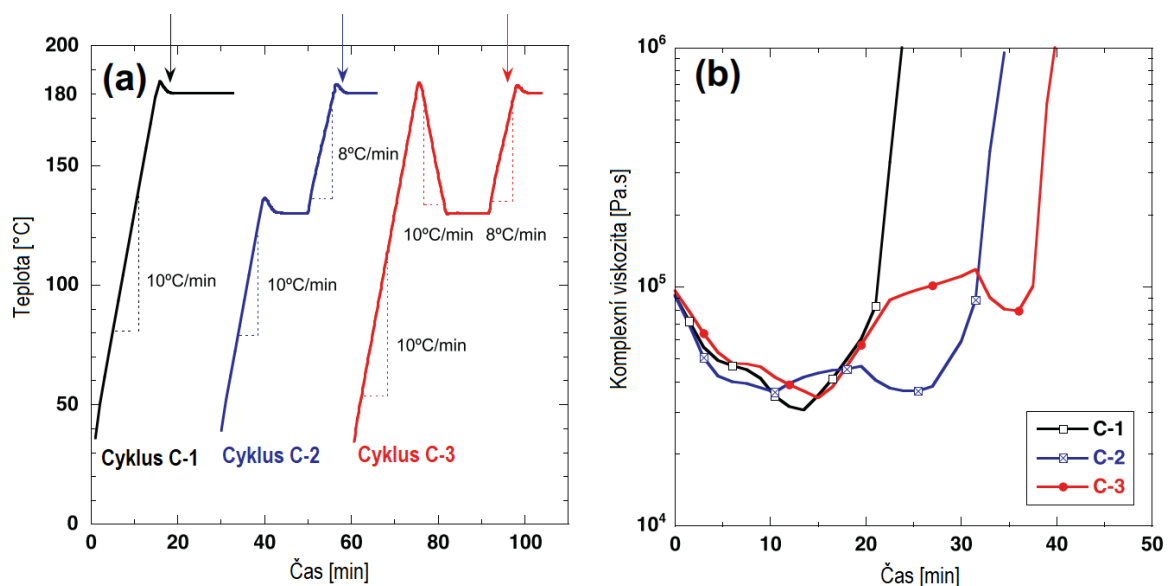
### 2.2.3 Optimalizace fáze ohřevu vytvrzovacího cyklu z hlediska minimalizace vzniku vnitřní porozity

Vysokopevnostní laminární kompozity jsou většinou vyráběny za vysokých teplot z vrstev prepregů s různou orientací vyztužujících vláken. Prostředí autoklávu dokáže běžně zaručit dostatečné zhutnění vrstev laminátu, které vede k vysokému obsahu vláken ve výrobku se zanedbatelnou porozitou a tím pádem optimálním mechanickým vlastnostem. Technologie vytvrzování v autoklávu má ale také své zápory např.: dlouhé procesní časy, značně limitované vyráběné množství společně s velikostí výrobku a vysoké investiční náklady. To vede k razantnímu zájmu o optimalizaci procesu za účelem navýšení produkce vysokopevnostních dílů a snížení nákladů.

Vytvrzování laminátu v autoklávu využívá hnacích sil v podobě teploty a tlaku. Ty zaručí odstranění přebytečné pryskyřice, stlačí jednotlivé vrstvy k sobě a sníží obsah pórů. Zpočátku teplota iniciuje snížení viskozity, což spěje k lepšímu smáčení výztuže. Později začne díky teplotě probíhat samotné síťování, které způsobí gelaci pryskyřice. Vnější přetlak zaručí odstranění přebytečné pryskyřice, jakožto i vnitřních bublin z laminátu. V průběhu historie se mnoho vědců zabývalo studiem kinetiky vytvrzování, mechanismem vzniku

porozity. Dokázali objevit některé strategické postupy z hlediska optimalizace mechanických vlastností vyrobených laminátů. Bylo zjištěno, že delší procesní okno (čas před gelací) u jednoduchého vytvrzovacího cyklu (jednostupňový ohřev, výdrž a chlazení) vede k obsahu nižšího množství vnitřních pórů. U komplexnějších cyklů (zahrnující skokové změny v teplotách) má na finální objem pórů vliv průběh viskozity.

V rámci experimentu [17] byly provedeny tři různé vytvrzovací cykly (C-1, C-2, C-3) pro stejné druhy laminátových prepregů (viz *Obr. 17*). Byly vyráběny desky o tloušťce 4,4 mm z prepregů  $[0]_{10}$ ,  $[45_3/0_3/-45_3/90_3]_s$  a  $[45/0-45/90]_{3s}$  na bázi stejného druhu epoxidové pryskyřice. Cyklus C-1 byl proveden dle výrobce prepregu. V tomto cyklu byl laminát zahříván na teplotu 180 °C konstantní rychlostí (doba ohřevu činila 20 minut). Cykly C-2 a C-3 byly navrženy dle předchozích studií reologického chování. Záměrem bylo prodloužit procesní okno, pomocí udržení co nejnižší viskozity systému (aby difúze a transport vnitřních bublin probíhal co nejsnáze). V případě cyklu C-2 byl laminát ohříván konstantní rychlostí na teplotu 130 °C, kde proběhla výdrž po dobu 10 minut před finálním ohřevem na 180 °C. Cyklus C-3 začínal konstantním ohřevem na teplotu 180 °C (jako v případě cyklu C-1), ale ihned po dosažení této teploty byla teplota snížena na 130 °C s výdrží po dobu 10 minut, poté proběhl opětovný ohřev na teplotu 180 °C. U všech tří vyšetřovaných vytvrzovacích cyklů byla provedena po posledním dosažení teploty 180 °C výdrž na této teplotě po dobu 120 minut a ochlazení na okolní teplotu rychlostí 10 °C/min [17].



*Obr. 17. (Vlevo – A) Profily tří vytvrzovacích cyklů (počátky cyklů C-2 a C-3 jsou posunuty o 30 a 60 minut) – bod gelace u každého cyklu je vyznačen šipkou, u křivek jsou*

uvedené rychlosti ohřevu a ochlazování, (Vpravo – B) Průběh komplexní viskozity pro provedené vytvrzovací cykly, dle [17]

Z Obr. 17 je pozorovatelné, že bod gelace v žádném cyklu nenastal dříve, než bylo dosaženo 180 °C (v případě cyklu C-3 až po druhém dosažení této teploty). To poskytlo pryskyřici dostatek času pro její distribuci a evakuaci pórů. V případě cyklu C-1 (doporučeného výrobcem prepregu) viskozita v prvních 15 minutách značně klesala (nárůst teploty byl dominantnější než síťovací reakce). Po této době se trend viskozity změnil, síťování zapříčinilo její prudký nárůst. Důsledkem cyklu C-1 je krátké procesní okno. Cyklus C-3 měl v prvních 20 minutách stejný průběh, jako cyklus C-1. Ovšem po dosažení teploty 180 °C následovalo ochlazení, které způsobilo, že hodnota viskozity byla i po 30 minutách stejná jako na počátku vytvrzování. Cyklus C-2 prokázal nejlepší výsledky. Procesní okno je široké, od 10 do 30 minuty cyklu se viskozita pohybuje kolem  $4 \cdot 10^4$  Pa · s.

Tab. 4. Doba želatiny ( $T_{gel}$ ), stupeň vytvrzení ( $\alpha$ ) a teplota skelného přechodu ( $T_g$ ) pro jednotlivé vytvrzovací cykly, dle [17]

Vytvrzovací cyklus	$T_{gel}$ [min]	$\alpha$ [-]	$T_g$ [°C]
C-1	17	$0,891 \pm 0,013$	$207,6 \pm 1,6$
C-2	28	$0,895 \pm 0,022$	$210,4 \pm 0,3$
C-3	36	$0,896 \pm 0,018$	$210,6 \pm 0,7$

Doba želatiny, stupeň vytvrzení a teplota skelného přechodu byla pro každý z cyklů stanovena pomocí DSC (viz Tab. 4). Výsledné hodnoty jsou stanoveny na základě dvou provedených cyklů. U všech cyklů jsou hodnoty stupně vytvrzení a teploty skelného přechodu podobné [17].

Tab. 5. Objemové zastoupení pórů pro jednotlivé orientace vrstev laminátů v rámci různých vytvrzovacích cyklů, dle [17]

Vytvrzovací cyklus	$[0]_{10}$ [%]	$[45_3/0_3/-45_3/90_3]_s$ [%]	$[45/0-45/90]_{3s}$ [%]
C-1	2,9	1,30	1,78
C-2	0,4	0,24	0,12
C-3	1,1	0,26	0,60

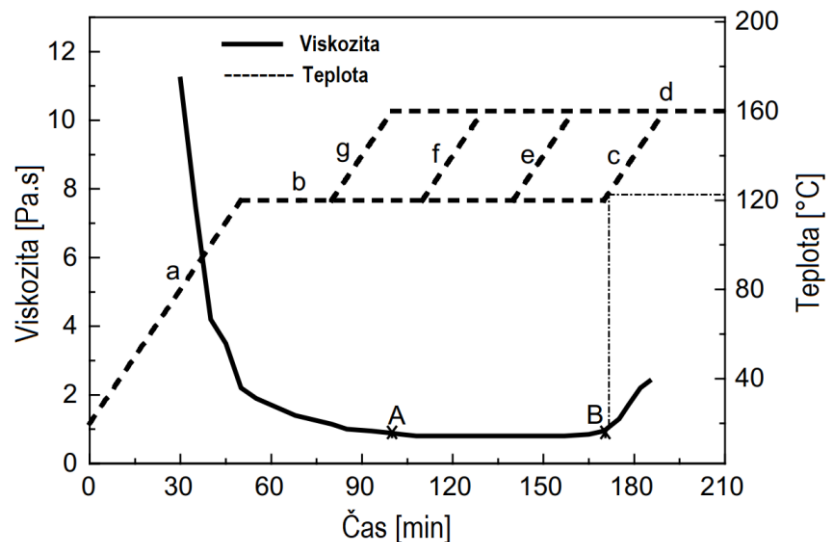
Odhady dat o objemovém zastoupení pórů v laminátech (*Tab. 5*) byly pořízeny pomocí rentgenové mikrotomografie. Ze získaných dat je patrný vzájemný vztah procesního okna s vnitřní porozitou. Minimální zastoupení pórů bylo získáno v cyklu C-2, zatímco nejvyšší zastoupení pórů bylo získáno v cyklu C-1. Výsledek cyklu C-3 byl lepší než u cyklu C-1 ale horší než u cyklu C-2 [17].

#### **2.2.4 Optimalizace tlaku vytvrzovacího cyklu z hlediska minimalizace vzniku vnitřní porozity**

Přítomnost vnitřní porozity je i v případě technologie výroby kompozitů nevyhnutelný fakt. Bubliny uvnitř výrobků vznikají převážně kvůli mechanickému uzavření vzduchu během skládání jednotlivých vrstev prepregů či z vlhkosti působící na ně při skladování. Obsah bublin ve výrobku má negativní dopad na výsledné mechanické vlastnosti výrobku. Jsou-li vhodně zvoleny hodnoty tlaku a teploty během vytvrzovacího cyklu, dojde k vytlačení uzavřeného vzduchu, vodních par i přebytečné pryskyřice z laminátu a je tím pádem možné obdržet výrobek s nízkou porozitou a s vysokou pevností [18].

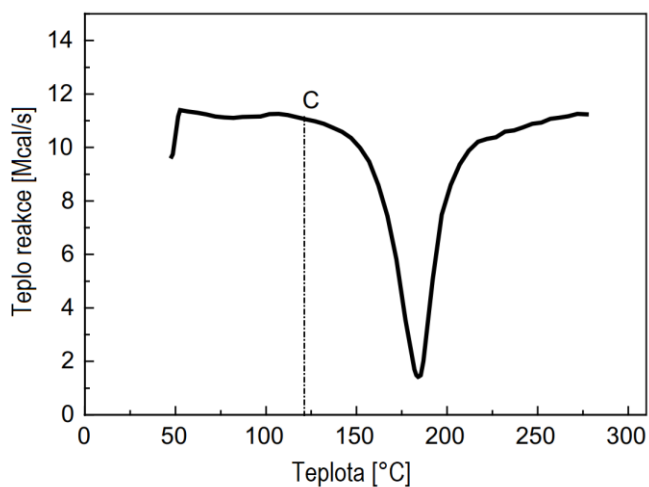
V mnoha aplikacích kompozitních výrobků je 1 % obsahu vnitřních pórů netolerovatelné, jindy opět 5 % i více je možné tolerovat. Optimalizace procesu může mít vážné ekonomické dopady. Někdy je totiž možné dosáhnout výrobek s 90 % požadovaných vlastností za 60 % ceny, zbylých 10 % požadovaných vlastností může činit i 40 % všech nákladů. Bude-li výrobce znát akceptovatelné množství vnitřních pórů v dané aplikaci, může výrobek správně nacenit [18].

Při experimentu [18] byl zkoumán vliv velikosti tlaku a době jeho působení během vytvrzovacího cyklu na obsah vnitřních pórů. Nejdříve bylo provedeno reologické testování za účelem zjištění průběhu viskozity v čase za určité teploty. Bylo nalezeno plató (*Obr. 18 – body A, B*), kdy viskozita setrvala na nízké hodnotě. Díky tomu byla určena vhodná chvíle pro účinnou aplikaci přetlaku.



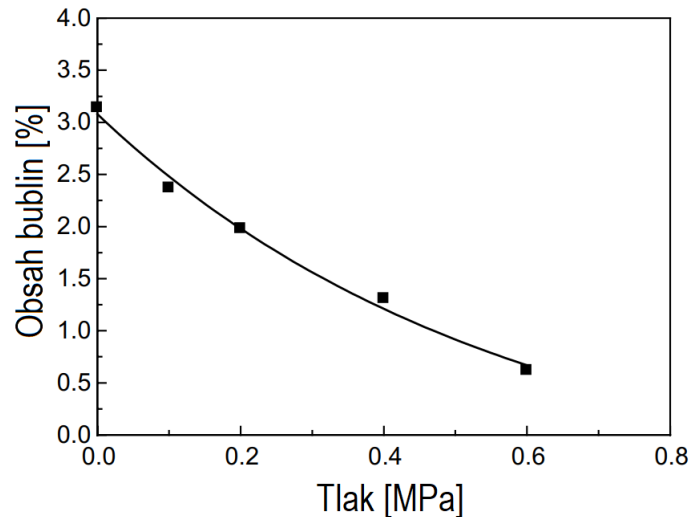
Obr. 18. Průběh viskozity v čase při dané teplotě (plná čára), průběh vytvrzovacího cyklu (čárkovaná čára), dle [18]

Údaje byly ověřeny také DSC (viz Obr. 19), pomocí které byla dále stanovena optimální doba působení přetlaku.



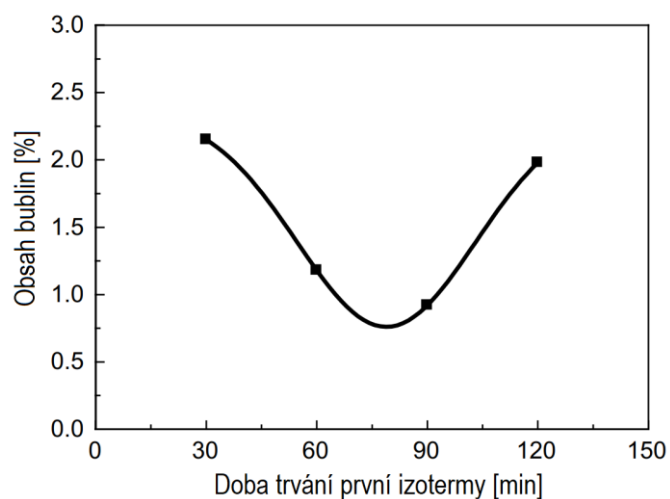
Obr. 19. DSC analýza laminátu (bod C – počátek síťování), dle [18]

Pro zkoumané vytvrzovací cykly byly zvoleny tlaky 0,0; 0,1; 0,2; 0,4 a 0,6 MPa. Obsah vnitřních pórů v jednotlivých laminátech je vyobrazen v Obr. 20, naměřená data jsou zde aproximována exponenciální křivkou, která popisuje předpokládaný vztah mezi použitým tlakem a obsahem bublin.



*Obr. 20. Naměřené množství bublin v laminátu při určité velikosti tlaku během vytvrzování (body), (křivka – předpoklad obsahu bublin pro jednotlivé hodnoty tlaku), dle [18]*

Průběh teploty vytvrzovacího cyklu je vyznačen v *Obr. 18* (úsečky: a, b, c, d), tento průběh byl zvolen dle doporučení výrobce epoxidového prepregu s výztuží z uhlíkových vláken. Působení přetlaku začalo po skončení první izotermy cyklu. Cílem bylo zjistit potřebnou (minimální) délku této izotermy. Byly provedeny vytvrzovací cykly s dobou trvání první izotermy: 30, 60, 90 a 120 minut. V *Obr. 21* jsou výsledky mezi dobou první izotermy a obsahem bublin v laminátu.



*Obr. 21. Naměřený obsah bublin v laminátu jako funkce doby trvání první izotermy ohřevu vytvrzovacího cyklu, dle [18]*

Bylo zjištěno, že optimální doba trvání první izotermy je 90 minut, 120 minut je už příliš mnoho. V rámci rozsahu mezi 50 a 90 minutami je možné vyrobit laminát o obsahu pórů nižším, než 1,5 %. Výsledkem experimentu je optimalizovaný cyklus, včetně počátku druhé fáze ohřevu viz *Obr. 18* (čáry a, b, e, d). Takový vytvrzovací cyklus je výhodný z finanční i časové stránky.

### 2.3 Formy pro vytvrzování kompozitů v autoklávu

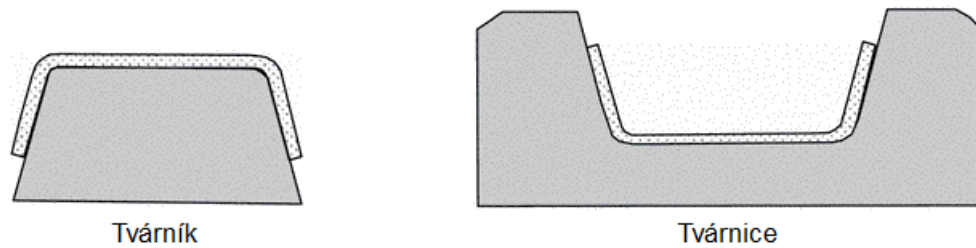
Nejběžnějšími materiály forem pro vytvrzování v autoklávu jsou: oceli, slitiny hliníku, slitiny na bázi niklu či kompozit typu uhlík / epoxid nebo sklo / epoxid [4]. Zásadní je, aby dokázaly odolat tlakovým působením, teplotám uvnitř zařízení, zajistily co nejúčinnější sdílení tepla do vytvrzovaného výrobku a vydržely potřebný vyráběný počet cyklů. Forma musí také zajistit požadované povrchové vlastnosti a rozměry výrobku [5]. Trendem jsou formy trvalého charakteru, oproti běžným formám z laminátů. Typ materiálů, skladba a velikost forem může značně ovlivnit proces vytvrzování. Příčinou je nerovnoměrná temperance formy či přestup tepla do dílce. Někdy jsou formy přehřívány samostatně, což vede k dřívějšímu vyhřátí dílce na vytvrzovací teplotu. Dojde ke zkrácení výrobního času a sníží se také riziko nerovnoměrně vytemperované formy [1, 31].

Jsou zde i další faktory, které musí být zváženy při návrhu nástroje. Zásadní je nejen počet výrobků (cyklů) a skladba laminátu. Nebylo by ekonomické dělat levný prototypový nástroj, který by dokázal vydržet pouze malé množství výrobků, když je požadované množství vysoké a vice versa. Skládání vrstev laminátu a tvarová složitost rovněž ovlivňují návrh nástroje. Např. svařované ocelové formy jsou používány na rozměrné ploché dílce (jako třeba povrchy křidel letadel), ale nejsou používány na výrobu forem vysoce tvarově proměnlivých dílů (např. trupů letadel) kvůli vysoké výrobní ceně a celkové náročnosti [4]. Do forem jsou často implementovány teplotní čidla, dále vakuovací, vyztužující a manipulační prvky [20].

Jedno z prvních rozhodnutí návrháře nástroje musí být, jestli bude formován vnější nebo vnitřní povrch výrobku. Zdáli tedy bude forma tvárníkem nebo tvárnicí viz *Obr. 22*. Pomocí tvárnice můžeme získat výrobky s vynikající povrchovou kvalitou vnější strany výrobku. Tvárníkem s výhodou vyrábíme dílce, které se přišroubovávají do větších sestav z nepohledové strany. Jejich povrch zaručí lepší dosednutí na kontaktní plochu sestavy



s méně mezerami pro možné prosvítání. Zásadní důvod je zjednodušení výroby, skládat laminát na tvárník je mnohem jednodušší než na tvárnici [4].



Obr. 22. Základní druhy formování, dle [4]

Ocel je materiál relativně levný s dobrou odolností. Je dobře slévateľný a svařovateľný. Je známo, že formy z oceli vydrží přes 1500 výrobních cyklů v autoklávu a jsou stále schopny vyrábět dostatečně kvalitní dílce. Nicméně ocel má vysokou hustotu a nástroj je tedy těžký. Formy mají pak také vyšší koeficient teplotní roztažnosti než vyráběné lamináty typu uhlík / epoxid [5]. V případě rozměrných forem jsou velice náročné na ohřev. Selže-li ocelová forma, bývá většinou důvodem prasklina v blízkosti svaru [4].

Hliníkové slitiny jsou značně lehké a mají vyšší koeficient tepelné vodivosti [5]. Jsou snáze obrobiteľné než oceli, ale je složitější je odlévat či svářet. Dvěma největšími nevýhodami forem z hliníkových slitin jsou: nízká tvrdost vedoucí k snadnému poškrábání, tvorbě dutin či zářezů a vysoká teplotní roztažnost. Formy ze slitin na bázi niklu nemusí být ani pro tvarově složité výrobky tlustostěnné, což značně zvyšuje rychlost ohřevu, ale pro jejich vytváření je vyžadován model [4].

Laminátové formy typu uhlík / epoxid či sklo / epoxid také vyžadují model pro jejich výrobu. Značnou předností laminátových forem je, že mají prakticky stejný koeficient teplotní roztažnosti jako vytvrzovaný výrobek [5]. Jsou lehké a dobře se ohřívají. Na druhou stranu existuje mnoho negativních zkušeností s kompozitními formami vystavenými teplotám kolem 180 °C v prostředí autoklávu. Mají tendenci po více cyklech praskat a vytvářet netěsnosti. Rozměrnější formy z těchto materiálů musí být řádně lokálně vyztuženy, aby byly dostatečně rozměrově stabilní [20]. Dalším zvažováním může být nutnost sušení laminátových forem kvůli absorpci vlhkosti při delším skladování. Nevysušená laminátová forma vložená do autoklávu vyhřátého na 180 °C by mohla po chvíli na povrchu obsahovat póry či uvnitř delaminaci [4].

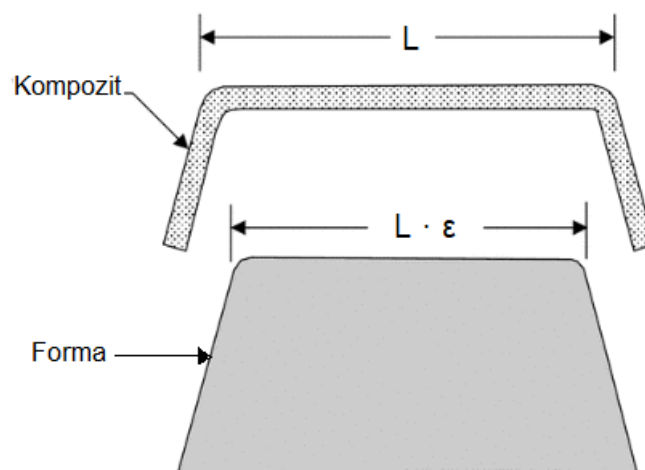
Celá řada běžných formovacích materiálů jako slitiny hliníků či oceli se může tepelně roztažovat více, než vytvrzované kompozity uvnitř. Je proto nutné kompenzovat rozdíly

v tepelné roztažnosti materiálů viz *Obr. 23*. Během ohřevu se taková forma roztahuje více než vytvrzovaný kompozit a při chladnutí se zase více smršťuje. Oba tyto stavy mohou způsobit problémy od nesprávných rozměrů po celistvostní vady výrobku [31]. Teplotní roztažnost je běžně řešena zmenšením nástroje (za pokojové teploty) dle rovnice č. 8. Například forma ze slitiny hliníku pro výrobu dílce 120 mm dlouhého by měla být vyrobena jako 119,7 mm dlouhá (při vytvrzovací teplotě 180 °C) [4].

$$\varepsilon = L \cdot (\alpha_v - \alpha_f) \cdot (T_{\text{gel}} - T_{20}) \quad (8)$$

kde:

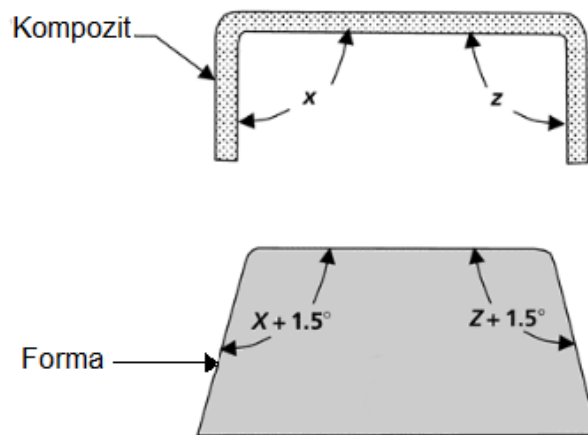
- $\varepsilon$  – Teplotní rozměrový součinitel [-]
- $L$  – Navrhovaná délka výrobku [mm]
- $\alpha_v$  – Koeficient teplotní roztažnosti materiálu výrobku [K<sup>-1</sup>]
- $\alpha_f$  – Koeficient teplotní roztažnosti materiálu formy [K<sup>-1</sup>]
- $T_{\text{gel}}$  – Teplota želatinace pryskyřice [K]
- $T_{20}$  – Pokojová teplota (20 °C) [K]



*Obr. 23. Kompenzace teplotní roztažnosti při návrhu nástroje, dle [4]*

Další kompenzací geometrie forem je redukce úhlové deformace. Kompozitní materiály mají tendenci se smršťovat během vytvrzování. Tím pádem je nutné kompenzovat úhly součástí, zvětšením úhlů nástroje viz *Obr. 24*. Přesná hodnota úhlu závisí na orientaci tkanin a tloušťce laminátu. Spolehlivé výsledky byly dosaženy prostřednictvím programů užívajících metodu konečných prvků. Tato metoda ale i tak potřebuje některé experimentální

údaje o: materiálu, podmínkách vytvrzování, orientaci tkanin a tloušťce laminátu. Běžné hodnoty zkosení stěn nástroje pohybují od 0 do 5 ° (dle materiálu nástroje) [4, 31].



Obr. 24. Kompenzace odpružení při návrhu nástroje, dle [4]

### 3 SHRNU TÍ TEORETICKÉ ČÁSTI PRÁCE

První část diplomové práce se zabývá popisem vytvrzování laminárních kompozitů, především z hlediska chemismu materiálu a vytváření prostorové sítě. Následuje kapitola, ve které jsou popsány vybrané pryskyřice, které se používají pro prepregové aplikace. Dále jsou charakterizovány samotné prepregy. Je zde popsáno, při kterých technologiích a výrobcích se používají, spolu s vyplývajícími výhodami a nevýhodami. V neposlední řadě je v textu zařazen také popis vytvrzovacího cyklu, v němž je zmíněno, co se s materiálem děje při chronologickém působení tlaku a teploty. Další kapitola se zabývá metodikami měření stupně vytvrzení kompozitů, jsou zde uvedeny nejrozšířenější způsoby pro jeho určení. Následující část textu, která se věnuje vytvrzování kompozitů v autoklávu, je zaměřena na popis samotného zařízení, řízení procesu vytvrzování a technologické zásady pro sestavení vytvrzovacího cyklu v autoklávu. Na tento text navazují kapitoly, jež se zabývají optimalizací vytvrzovacího procesu v autoklávu ve smyslu úspory energií, času, ale i navýšení mechanických vlastností výrobku. Poslední pasáž teoretické části diplomové práce popisuje formy pro vytvrzování kompozitů v autoklávu, použité materiály a jejich vliv na zpracovatelský proces.

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 4 CÍLE PRAKTICKÉ ČÁSTI PRÁCE

Cíle diplomové práce je možné shrnout do následujících bodů:

- 1) výběr materiálu ve formě prepregu vhodného pro zpracování v autoklávu,
- 2) experimentální výroba referenčního kompozitního vzorku dle vytvrzovacího cyklu doporučeného výrobcem,
- 3) výroba kompozitních vzorků na základě optimalizovaných procesních parametrů vytvrzovacího cyklu z důvodu zjištění jejich vlivu na mechanické vlastnosti,
- 4) příprava zkušebních těles pro mechanické testování dle stanovených norem, příprava zkušebních těles pro pozorování vnitřní struktury pomocí mikroskopie,
- 5) experimentální testování mechanických vlastností referenčních a optimalizovaných vzorků pomocí statických i dynamických zkoušek,
- 6) zkoumání vlivu procesních parametrů na mechanické vlastnosti kompozitů,
- 7) experimentální vyhodnocení naměřených dat v souladu příslušnými normami, vyhodnocení vnitřní struktury kompozitů,
- 8) porovnání dosažených výsledků, vyhodnocení optimálních procesních podmínek z pohledu mechanických vlastností,
- 9) závěr a přínos diplomové práce pro aplikační sféru.

## 5 PŘÍPRAVA VÝROBY LAMINÁRNÍCH KOMPOZITŮ

Před zpracováním laminátů v autoklávu je nezbytné správně připravit formu s prepregy. Postup se skládá z několika dílčích kroků, jejich metodika bude popsána v následujících kapitolách. Nejdříve bylo nutné si připravit všechny potřebné nástroje, pomocné formovací materiály a pak samotné zpracovávané materiály (prepregy).

Pro výrobu kompozitních desek byl vybrán a použit prepreg na bázi uhlíkové výztuže a epoxidové matrice (GG 204P IMP503Z) viz Tab. 6, vhodný ke zpracování v autoklávu.

Tab. 6. Vlastnosti vytvrzené pryskyřice a referenční vlastnosti prepregu GG 204P vytvrzeného pomocí technologie horkého lisování

Vlastnosti vytvrzené pryskyřice		
Vlastnost	Velikost	Jednotka
Hustota	1,15 ÷ 1,25	g/cm <sup>3</sup>
gel time při 125 °C	6 ÷ 9	min
gel time při 110 °C	20 ÷ 26	min
Lepivost	Střední ÷ Vysoká	-
Množství pórů	< 1	%
T <sub>g</sub> vytvrzené pryskyřice dle DMA	120	°C
Skladovatelnost při 23 °C	5	týdnů
Skladovatelnost při -18 °C	1	rok
Referenční vlastnosti prepregu GG204P vytvrzeného pomocí horkého lisu		
Vlastnost	Velikost	Jednotka
Pevnost v ohybu dle ASTM D790	810	MPa
Modul pružnosti v ohybu dle ASTM D790	53 000	MPa
Objemové zastoupení vláken	59	%

### 5.1 Čištění a separace formy

Tento krok se skládá z čištění formy po předchozím výrobku a následným nanesením vyplňovače mikropóru a separátoru. Zde jsou potřebnými nástroji: škrabky a suché papírové ubrousky. Pomocné materiály jsou čisticí a odmašťovače jako např.: technických líh, či přípravek na čištění forem ve spreji (Chem Trend Lusin Clean L 21), další pomocný materiál použitý pro přípravu formy byl vyplňovač mikropórů (Zyvax Sealer GP) a vysokoteplotní separátor (Chem Trend Chemlease 2191W). Pomocí škrabky, ubrousků, čisticidel a odmašťovadel byl povrch formy po předchozích výrobcích očištěn. Následovalo ošetření povrchu formy vyplňovačem mikropórů, ten se vždy nanaslel na suchý papírový ubrousek a rozetřel po povrchu formy, následně byl rozleštěn po povrchu formy. Dle postupu navrženého výrobcem následovala 15 minutová prodleva před nanesením další vrstvy příprav-

ku. Po nanesení a usušení čtyř vrstev vyplňovače mikropórů se přešlo k separaci formy pomocí vysokoteplotního separátoru. Separace povrchu formy probíhala stejně jako její ošetření vyplňovačem mikropórů.

## 5.2 Kladení prepregů na povrch formy

Velikost vyráběné desky měla zaručit, že z ní bude možné pomocí vodního paprsku vyrobit dostatečně množství zkušebních těles pro vybrané zkoušky. Současně se musela vlézt na skleněnou formu, proto byl zvolen rozměr 600 x 400 mm. Prepregy tedy byly pomocí nůžek a pravítka nastříhány na tento rozměr. Po připravení požadovaného počtu kusů prepregů bylo potřeba je vhodně umístit na neseparovaný povrch formy tak, aby zde zbylo ještě místo pro vakuovací ventil. Podmínkou bylo prepregy zbavit separačních polyethylenových fólií. Po jejich odtržení na sebe bylo kladeno celkem devět vrstev prepregů (rovnice 9), tento počet zajistil tloušťku budoucí vytvrzené desky cca 2 mm, která je optimální pro většinu plánovaných mechanických zkoušek (*Obr. 25*).



*Obr. 25. Navrstvené prepregy na formě*

$$T \approx m_s \cdot n \quad (9)$$

$$n \approx \frac{2}{0,22} = 9,09 \rightarrow \text{je zvoleno 9 vrstev prepregů}$$

kde:

- $T$  – tloušťka výrobky [mm]
- $m_s$  – plošná hmotnost [ $\text{kg} \cdot \text{m}^2$ ], dle [24]
- $n$  – počet vrstev [-]



Je třeba, aby i nepohledová strana výrobku byla neseparována. Za tímto účelem byla použita separační fólie. Během vytvrzovacího procesu, kdy je přebytečná pryskyřice odváděna z prepregu pryč pomocí tlaku, je potřeba zajistit její zachycení. Toto bylo zabezpečeno pomocí odsávací rohože. Poté, co byl výrobek překryt separační fólií a odsávací rohoží viz *Obr. 26*, bylo možné přejít ke kroku vakuování.



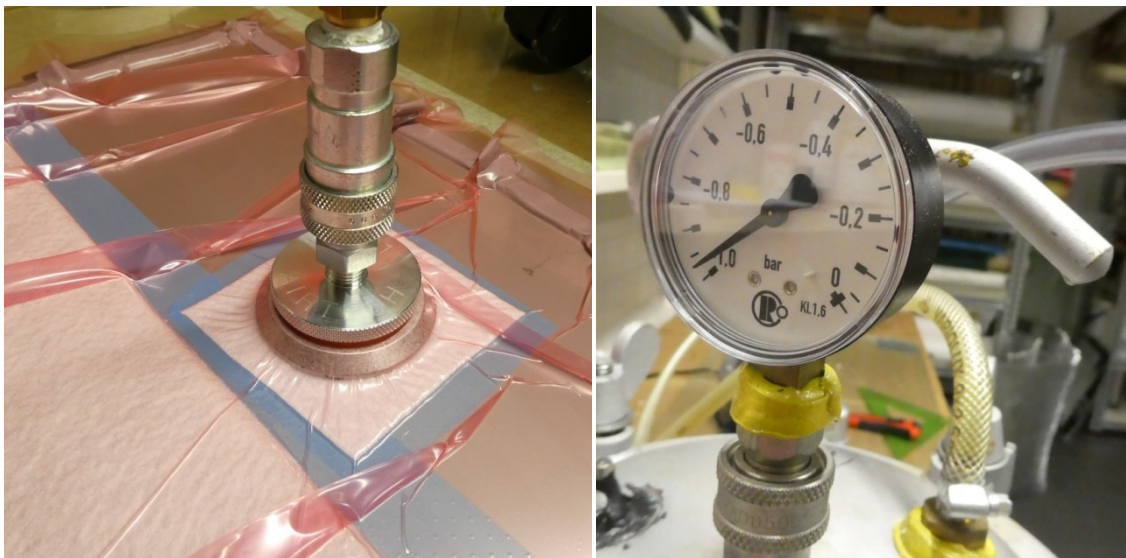
*Obr. 26. Prepregy překryté separační fólií a odsávací tkaninou*

### 5.3 Zavakuování formy

K zavakuování výrobku je potřeba vakuovací fólie, těsnící páska a přípoj na systém vakua – vakuovací ventil. Dle vnějších rozměrů formy byla ustřižena fólie, ta přesahovala na každé straně o cca 100 až 200 mm, tak aby měla možnost se nakřčit do prohlubní mezi výrobkem a formou a vyplnit je a tím zajistit rovnoměrný podtlak. Podél fólie, cca 20 mm od okraje, byla nalepena těsnící páska. Takto připravená fólie s těsnící páskou byla připojena druhou stranou těsnící pásky k povrchu formy (*Obr. 27*). Skrze ventil byla připojena hadice vývěvy. Ta následně byla spuštěna, byl vytvořen dostatečný podtlak cca -0,95 bar (*Obr. 28*). Tento podtlak musel být bez problémů udržen. Unikali-li někde vzduch, byla těsnící páska více přitlačena, jak na těsnící fólii, tak na povrch formy. Po tomto kroku je forma připravená na vložení do autoklávu a spuštění vytvrzovacího cyklu.



*Obr. 27. Zavakuovaný výrobek*



*Obr. 28. Vlevo – umístění vakuovacího ventilu, vpravo – ukazatel hodnoty vakua*

## 6 VÝROBA LAMINÁRNÍCH KOMPOZITŮ POMOCÍ AUTOKLÁVU

Jak již bylo popsáno v teoretické části, autokláv umožňuje řízení procesu vytvrzování pomocí přetlaku, podtlaku a teploty v čase.

Jednotliví výrobci autoklávů nabízejí svou technologii s odlišným způsobem řízení (softwarem). V této části práce bylo zapotřebí se důkladně seznámit s návodem k obsluze autoklávů tak, aby byl autokláv správně uveden do provozu.

Každý vytvrzovací cyklus se řídí programem, který je potřeba vytvořit. Tvorba programu probíhá v tabulkovém prostředí v PLC přímo na kontrolním panelu stroje. Zde se vytvoří sloupce znázorňující časově ohraničené, vzájemně navazující fáze vytvrzovacího cyklu. Dále se vyplní řádky, ty znázorňují fyzikální veličiny jako: tlak, teplota nebo maximální povolený rozdíl mezi nastavenou a skutečnou veličinou v autoklávě, některé řádky umožňují zapnutí resp. vypnutí kontrolního alarmu pro vybranou veličinu. Každý cyklus se skládá z fází, ve kterých probíhá: ohřev, tlakování, vakuování, výdrž těchto parametrů, ochlazování, odtlakování a odvakuování (to může probíhat až např. po vyjmutí formy a nemusí být tedy součástí programu). Celý vytvrzovací cyklus si je třeba časově rozdělit dle všech bodů, kde probíhá nějaká změna ve smyslu výdrže, či nárůstu nebo poklesu. Když potřebujeme např. během fáze výdrže na teplotě měnit tlak, tak je třeba i samotnou fázi výdrže rozdělit na více částí.

Po spuštění autoklávů je nezbytné uvolnit ventil pro vstup chladicí měkčené vody a ventil přívodu tlakového vzduchu. Nyní je možné otevřít dveře autoklávů a vložit do něj formu s připraveným nevytvrzeným dílcem. Následně je třeba formu napojit na vakuovací systém autoklávů a uzavřít jeho dveře. Nebyla-li forma dříve kontrolována na těsnost vakua, je možné provést to i teď, avšak je k tomu nutné přepnout vývěvu na manuální režim a je třeba počítat s časovou ztrátou, protože autokláv již mohl vytvrzovat dílec. Nyní by měly být splněny všechny podmínky pro spuštění vytvrzovacího programu. Po skončení vytvrzovacího cyklu je možné dveře otevřít a vyjmout formu s výrobkem. Je však třeba, aby teplota v autoklávě byla nižší než 50 °C. Nyní už jen rozebereme vak, odstraníme odsávací a separační tkaninu a vyjmemme vytvrzený výrobek.

### 6.1 Popis použitého autoklávů

Autokláv využitý pro výrobky v této diplomové práci je od výrobce OP Panini S.r.l., model G00300572. Maximální možný pracovní přetlak v autoklávě je až 10 bar, přičemž prošel

zkouškou, kde byl zatížen 17,1 bar. Byl navržen tak, aby během pracovního cyklu dokázal vyvinout teplotu 0 až 250 °C.

Ohřev vzduchu v autoklávu zajišťují elektrické odpory. Ventilátor zajišťuje rychlou recirkulaci vzduchu, čímž je dosaženo rovnoměrnějšího rozložení tepla. Následné chlazení probíhá obdobně pomocí chladicího radiátoru, do kterého je přiváděna studená voda. Řada pneumatických ventilů zajišťuje regulaci teploty a tlaku uvnitř komory.

System ovládání a řízení polymerizačních cyklů je řízen řídicím panelem prostřednictvím PLC, obslužným panelem a volitelně kontrolním systémem v počítači. Různé výrobky se realizují za pomoci forem, na které se nanese první vrstva materiálu impregnovaného pryskyřicí, který se má zpracovávat, a následně druhá krycí inertní vrstva. Krycí vrstva se hermeticky uzavře do formy tak, aby vytvořila vak. Na krycí vrstvu, která je v kontaktu s vnitřkem, se zavedou jedna nebo více hadiček, v závislosti na rozměrech a tvaru vaku, aby bylo uvnitř dosaženo vakua nebo odvzdušnění. Všechna tato vedení (vakuum / odvzdušnění a kontrola) jsou vyvedena ven za pomoci připojení umístěných na plášti autoklávu. Venku je vakuové / odvzdušňovací vedení přivedeno do dvou sběračů: jeden je pro vakuum a druhý pro odvzdušňování (vypouštění do ovzduší). Sběrač pro vakuum je napojený na vývěvu. Podle požadovaného stupně automatizace může být toto přepínání ruční pomocí uzavíracích ventilů nebo plně automatické pomocí pneumatických ventilů řízených procesem. Kontrolní vedení je řízeno vakuoměrem nebo snímačem tlaku. Autokláv je napojený na centrální rozvod tlakového vzduchu z kompresorovny.

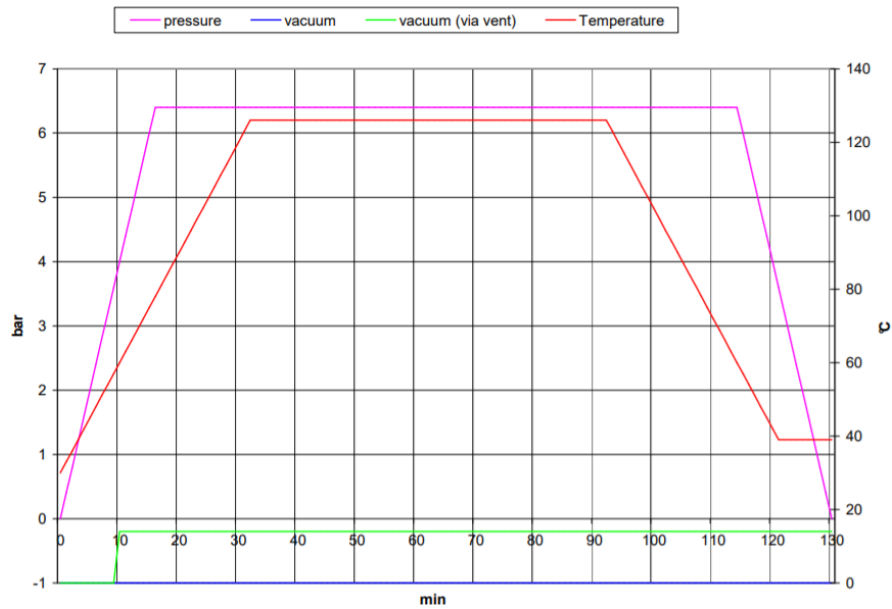
Během procesu se neustále kontroluje: teplota okolního vzduchu, tlak a teplota v konkrétních bodech uvnitř vaku. Pro případ výpadku kteréhokoli zdroje napájení nebo energie je zařízení vybaveno alarmy a blokováním. [22]

## 6.2 Vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu

Výrobce prepregu uvádí ve svém materiálovém listu doporučený vytvrzovací cyklus pro autoklávování, viz *Obr. 29*. Tento vytvrzovací cyklus se skládá z několika kroků [23].

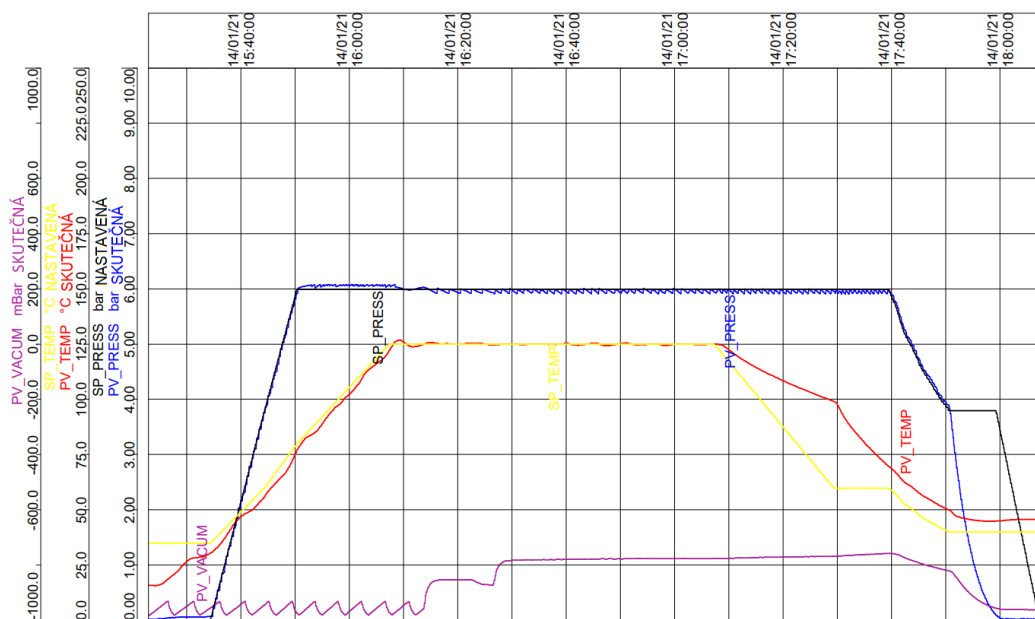
- 1) Na výrobek aplikujte vakuum o hodnotě -0,9 až -1,0 bar.
- 2) Proveďte ohřev na 125 °C rychlostí 1 až 3 °C / min
- 3) Aktivujte přetlak tak, aby maximální hodnota (4,0 až 7,0 bar) byla dosažena dříve, než bude teplota uvnitř autoklávu 80 °C. Dosažením přetlaku je možné (nikoliv nutné) snížit hodnotu vakua na -0,2 bar.

- 4) Po dosažení teploty 125 °C provedte výdrž na této teplotě za stálého přetlaku po dobu 1 hodiny.
- 5) Ochlaďte na teplotu 60 °C pod působením přetlaku, poté odtlakujte.
- 6) Za pokojové teploty vyjměte výrobek z autoklávu.



Obr. 29. Vytvrzovací cyklus navržený výrobcem prepregu [23]

Tento vytvrzovací cyklus byl vytvořen v prostředí softwaru na řídicím panelu autoklávu a byla pomocí něj vyrobena deska o rozměrech 600 x 400 x 2 mm. Průběh vytvrzovacího cyklu je uveden v Obr. 30.



Obr. 30. Průběh vytvrzovacího cyklu dle parametrů výrobce

Na *Obr. 30* můžeme vidět vlevo vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUM v mbar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP ve °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas.

Je možné vidět, jak probíhalo vakuování (fialová křivka), zde byla nastavena hodnota -0,98 bar, ta kolísá o 0,05 bar kladným směrem, což bylo přednastaveno v programu, jako maximální možná výchylka. V cca 50 minutě cyklu došlo k porušení těsnosti vaku a hodnota vaku klesla (na cca -0,80 bar). Ačkoliv je to vada, není v rozporu s navrženým cyklem výrobce, který navrhoval, že vakuum může být po dosažení teploty 80 °C deaktivováno.

Průběh teploty je vyznačen červenou (skutečná teplota) a žlutou (nastavená teplota) křivkou. Ohřev z 15 °C na 125 °C probíhal rychlostí cca 2,5 °C / min. Následovala výdrž na této teplotě po dobu 1 hodiny. Po té probíhalo chlazení na 50 °C rychlostí 1,9 °C, nebylo úplně plynulé. Systém si předem rozpočítá, jak rychle musí ochlazovat, aby dokázal takovou teplotní diferenci uskutečnit, avšak se mu to nemusí tak dobře podařit. Proto zde vznikla časová prodleva, kdy systém čekal, než dosáhne určité teploty, aby mohl přejít na další fázi cyklu (to bylo také chlazení). Chlazení bylo třeba v programu rozdělit na více kroků, jelikož se během něj měnila hodnota tlaku. Do 60 °C bylo třeba přetlak udržet, poté bylo nutné jej uvolnit.

Průběh tlaku je znázorněn modrou (skutečná hodnota) a černou (nastavená hodnota) křivkou. Aby byla splněna podmínka výrobce prepregu, byla maximální hodnota přetlaku (6 bar) dosažena při cca 75 °C. Přetlak byl ustálen na této hodnotě až do chvíle, kdy teplota při ochlazování klesla pod 60 °C, pak začal klesat až na 0 bar.

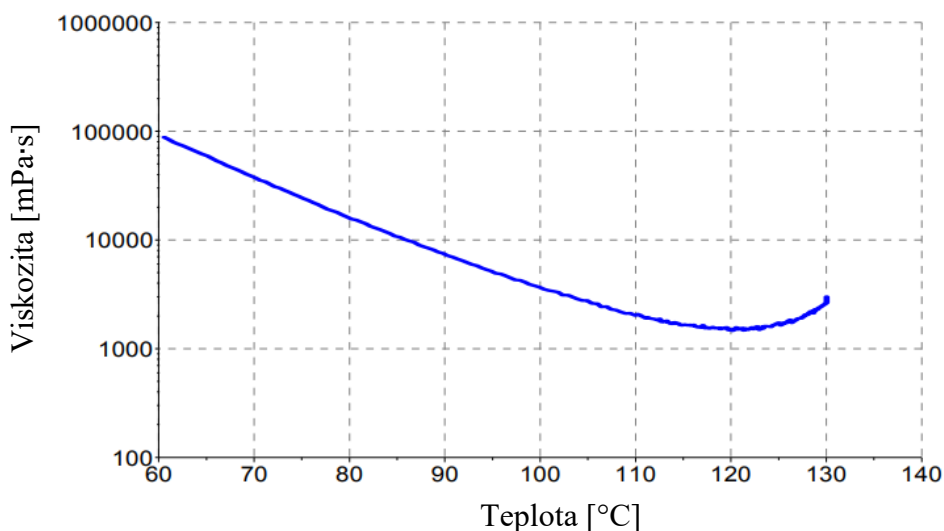
Vytvrzovací cyklus nastavený dle doporučení výrobce, trval 165 minut.

### 6.3 Optimalizace vytvrzovacího cyklu

Od začátku bylo cílem cyklus optimalizovat směrem k vyšším mechanickým vlastnostem a nižším množství vnitřních pórů v laminátu, které jsou velmi často potenciálním místem pro vznik poruch soudržnosti či jiných vad. Výrobce prepregu uvádí, že jím stanovený vytvrzovací cyklus je pouze návrhem ke zpracování prepregu a není jediným způsobem, jak správně zpracovat surový materiál.

### 6.3.1 První optimalizace vytvrzovacího cyklu

K potenciálnímu splnění optimalizačního kritéria bylo třeba prodloužit zpracovatelskou oblast, kdy má pryskyřice nízkou viskozitu. V té chvíli lépe prosytí vlákna, umožní únik bublin z laminátu a zároveň její přebytek oteče do odsávací tkaniny. Zde se vycházelo z průběhu viskozity měřeného výrobcem prepregu [23] a z experimentu [17]. Z průběhu viskozity v závislosti na teplotě (*Obr. 31*) vychází, při jaké teplotě je viskozita dostatečně nízká a zároveň není limitně blízko k tomu, aby začala síťovat.



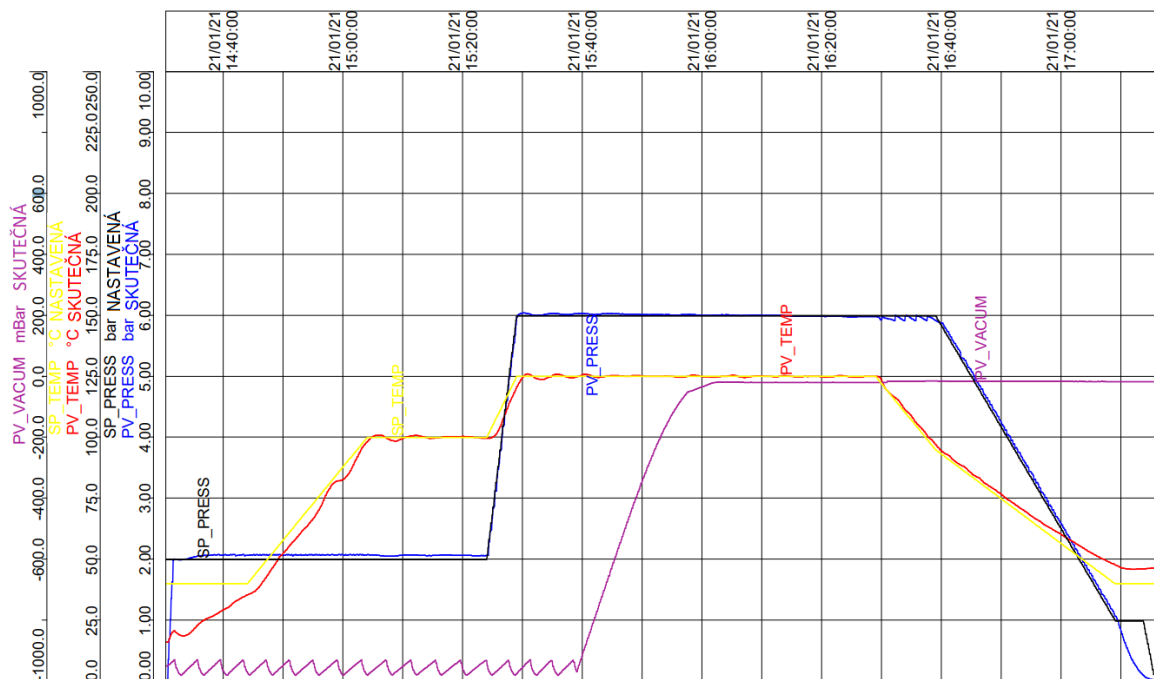
*Obr. 31. Průběh závislosti viskozity na teplotě pryskyřice IMP 503Z při rychlosti ohřevu 3 °C/min*

Ve studii [17] se z hlediska minimalizace vnitřních pórů osvědčil dvoustupňový ohřev. V kombinaci s daty z grafu v materiálovém listu výrobce bylo dosaženo závěru, že bude proveden dvoustupňový ohřev na 110 °C rychlostí cca 2,5 °C / min, výdrž na této teplotě po dobu 20 minut a pak proběhne druhý ohřev na teplotu 125 °C rychlostí 5 °C / min (*Obr. 32*). Teplotní výdrž bude trvat 1 hodinu, stejně jako u cyklu navrženého výrobcem prepregu. Chlazení bude plynulé ze 125 °C na 45 °C rychlostí 2,1 °C / min.

Návrh tlakového profilu nebyl jednoznačný. Teoretická studie se v kapitolách 2. 2, 2. 2. 1 a 2. 2. 4 výkladem nastavení tlakového profilu liší, resp. jeho nastavením, od začátku cyklu po konec první izotermy. Zde je prostor pro zjištění, jaký tlakový profil je pro optimální vlastnosti ten nejvhodnější. Tento vytvrzovací cyklus měl nastavený přetlak působící během prvního ohřevu a první izotermy na hodnotu 2 bar. Následující vytvrzovací cykly se od tohoto liší právě nastavením přetlaku od začátku cyklu (první ohřev a první izoterma) po výdrž na vytvrzovací teplotě, kdy je hodnota přetlaku vždy maximální možná (6 bar).

Tato hodnota je nastavena až do chvíle, kdy teplota v autoklávu klesne na cca 85 °C, pak začne plynule klesat až na 0 bar.

Nastavení vakua bylo pozměněno tak, aby zbytečně vývěva nepracovala. Z teoretické studie vychází, že vakuum je vhodné aplikovat, aby byly odsáty vnitřní bubliny. Bubliny ale není možné odsát, pokud viskozita pryskyřice vzroste (začne vytvářet prostorovou síť). Pokud je tedy zřejmé, že již započalo vytvrzování, nemá smysl, aby na výrobek působilo vakuum. Cca 10 minut po dosažení vytvrzovací teploty, bylo tedy vakuum deaktivováno, viz *Obr. 32*.



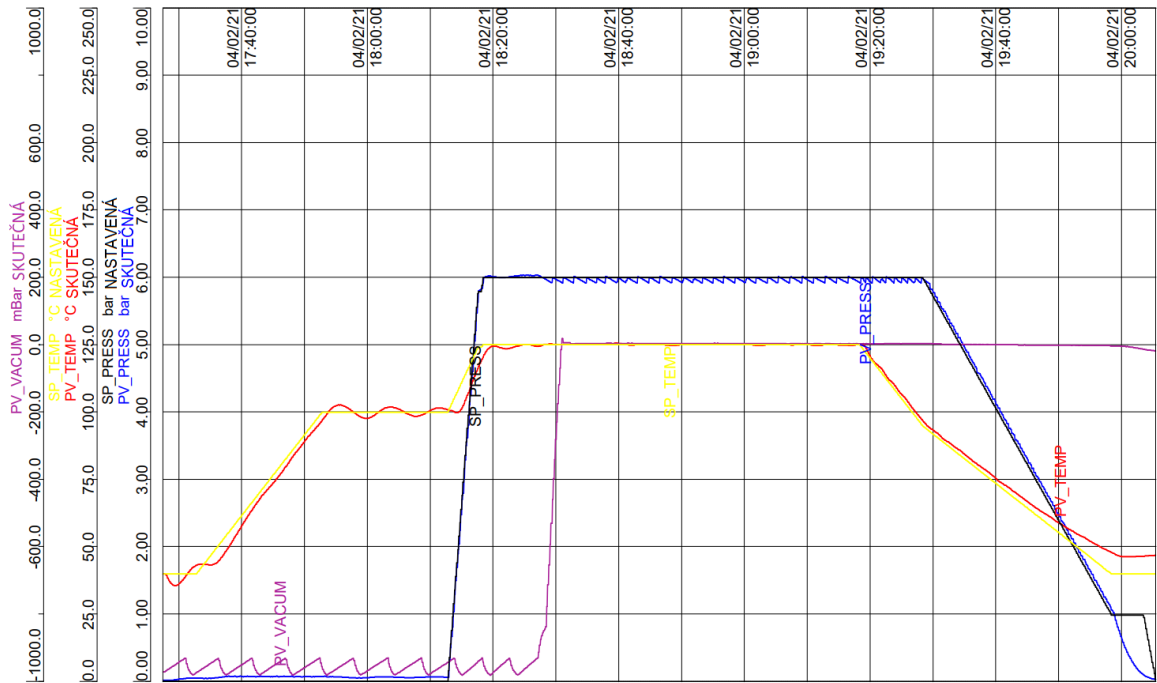
*Obr. 32. Průběh první optimalizace vytvrzovacího cyklu*

Na *Obr. 32* můžeme vidět vlevo vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUM, v mbar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP, v °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS, v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas. Vyobrazený cyklus s menšími odchylkami odpovídal nastaveným hodnotám popsáním výše. Tento vytvrzovací cyklus trval stejně jako cyklus dle doporučení výrobce a to 165 minut.



### 6.3.2 Druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu

Tento vytvrzovací cyklus se liší od první optimalizace hodnotou přetlaku během prvního ohřevu, první izotermy. Zde byla hodnota nastavena na 0 bar.

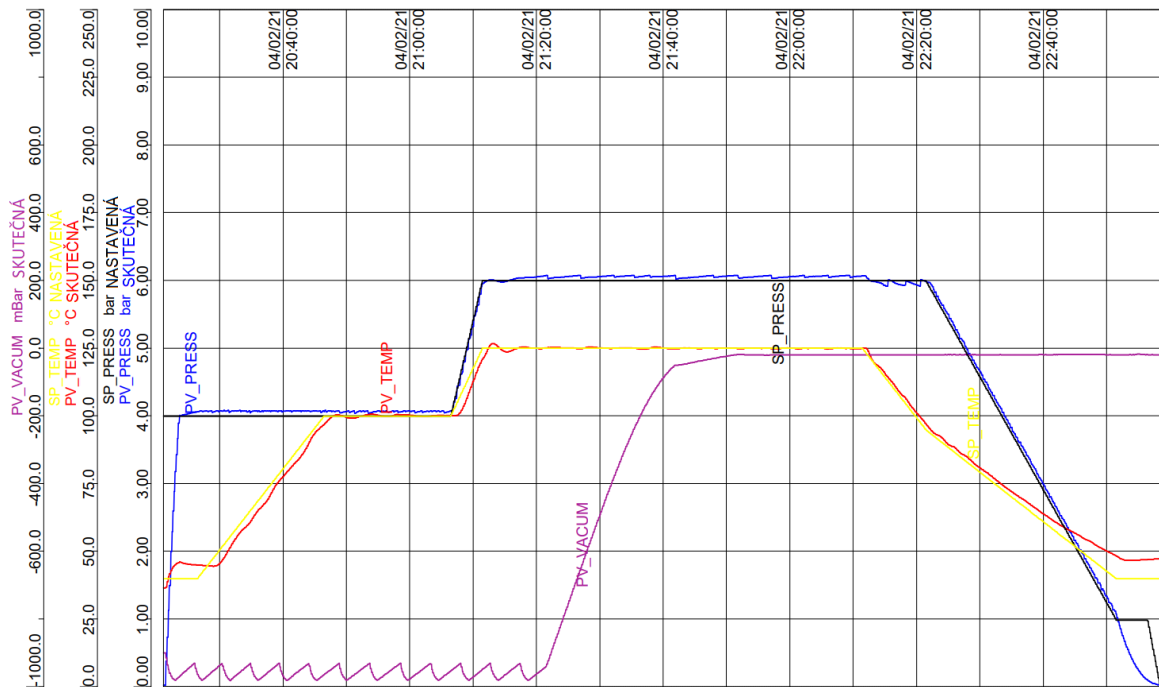


Obr. 33. Průběh druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu

Na Obr. 33 vlevo jsou vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUUM, v mBar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP, v °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS, v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas. Vyobrazený cyklus s menšími odchylkami odpovídal nastaveným hodnotám popsaným v kapitole 6. 3. 1. Tento vytvrzovací cyklus trval stejně jako cyklus dle doporučení výrobce a to 165 minut.

### 6.3.3 Třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu

Tento vytvrzovací cyklus se liší od ostatních optimalizací hodnotou přetlaku během prvního ohřevu a první izotermie. Zde byla hodnota nastavena na 4 bar.

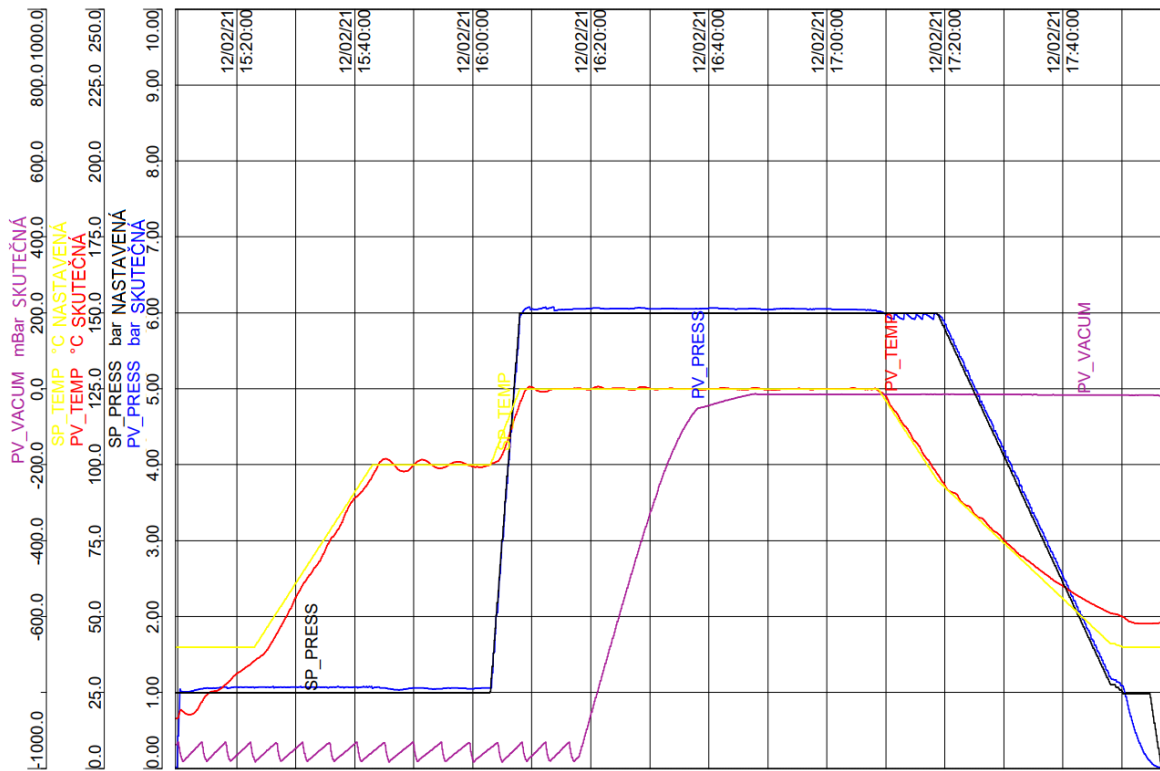


Obr. 34. Průběh třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu

Na Obr. 34 je možné vlevo vidět vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUUM, v mbar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP, v °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS, v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas. Vyobrazený cyklus s menšími odchylkami odpovídal nastaveným hodnotám popsaným v kapitole 6. 3. 1. Tento vytvrzovací cyklus trval stejně jako cyklus dle doporučení výrobce a to 165 minut.

### 6.3.4 Čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu

Tento vytvrzovací cyklus se liší od ostatních optimalizací hodnotou přetlaku během prvního ohřevu a první izotermie. Zde byla hodnota nastavena na 1 bar.

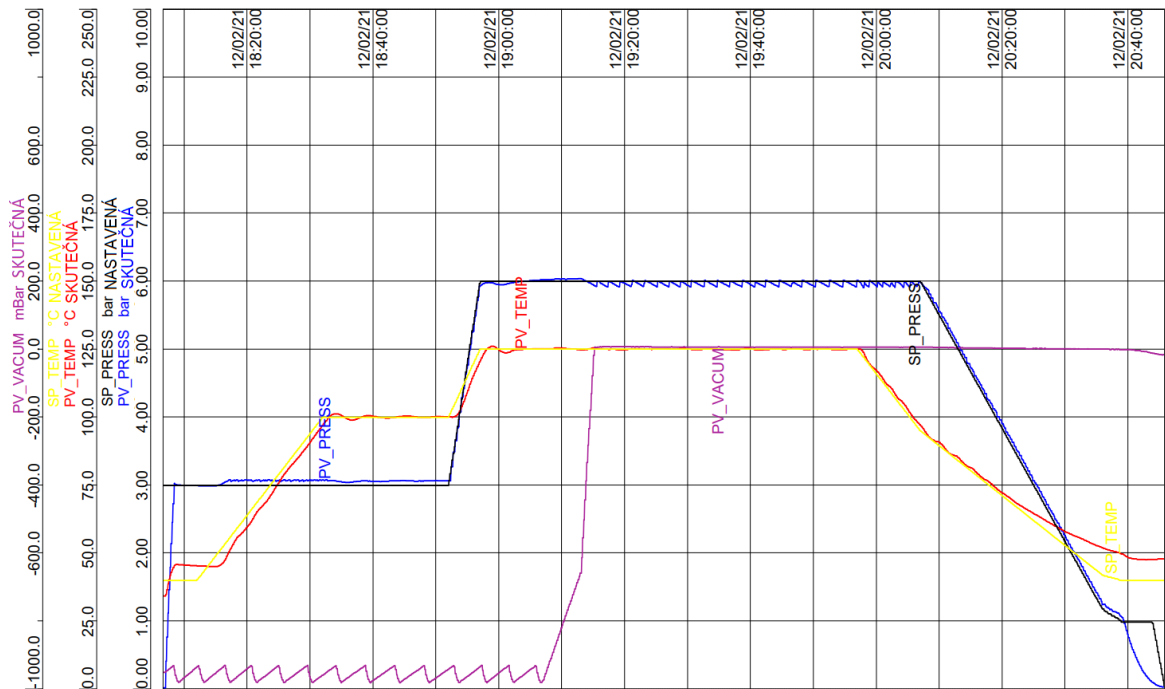


Obr. 35. Průběh čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu

V Obr. 35 je možné vlevo vidět vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUUM, v mbar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP, v °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS, v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas. Vyobrazený cyklus s menšími odchylkami odpovídal nastaveným hodnotám popsaným v kapitole 6. 3. 1. Tento vytvrzovací cyklus trval stejně jako cyklus dle doporučení výrobce a to 165 minut.

### 6.3.5 Pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu

Tento vytvrzovací cyklus se liší od ostatních optimalizací hodnotou přetlaku během prvního ohřevu a první izotermie. Zde byla hodnota nastavena na 3 bar.

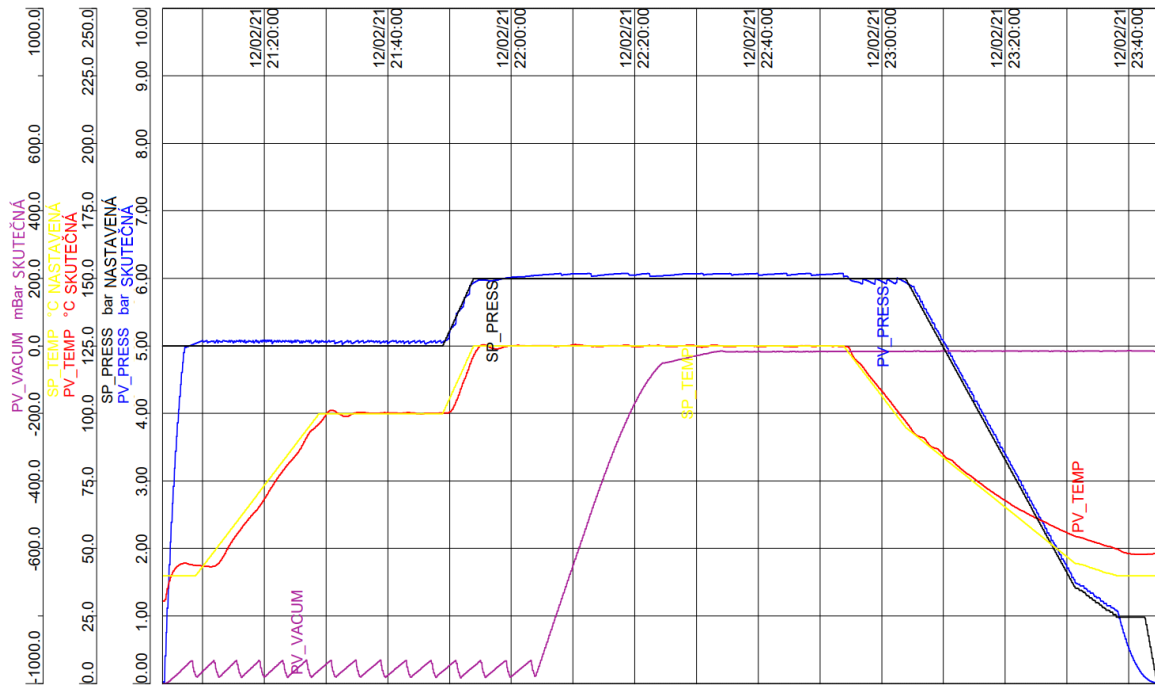


Obr. 36. Průběh páté optimalizace vytvrzovacího cyklu

V Obr. 36 je možné vlevo vidět vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUUM, v mbar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP, v °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS, v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas. Vyobrazený cyklus s menšími odchylkami odpovídal nastaveným hodnotám popsaným v kapitole 6. 3. 1. Tento vytvrzovací cyklus trval stejně jako cyklus dle doporučení výrobce a to 165 minut.

### 6.3.6 Šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu

Tento vytvrzovací cyklus se liší od ostatních optimalizací hodnotou přetlaku během prvního ohřevu a první izotermie. Zde byla hodnota nastavena na 5 bar.



Obr. 37. Průběh šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu

V Obr. 37 je možné vlevo vidět vertikální osy s uvedenými hodnotami pro vakuum (PV\_VACUUM, v mbar), pro teplotu (SP\_TEMP a PV\_TEMP, v °C) a pro tlak (SP\_PRESS a PV\_PRESS, v bar). Horizontální osa je umístěna nahoře a znázorňuje čas. Vyobrazený cyklus s menšími odchylkami odpovídal nastaveným hodnotám popsaným v kapitole 6. 3. 1. Tento vytvrzovací cyklus trval stejně jako cyklus dle doporučení výrobce a to 165 minut.

## 7 ZKOUŠENÍ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ

Pro porovnání materiálů vyrobených za odlišných podmínek vytvrzovacího cyklu byly provedeny mechanické zkoušky v laboratořích Fakulty technologické Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně. Realizovány byly zkoušky: třibodový ohyb, statický tah, rázová houževnatost metodou Charpy, rázová zkouška padacím tlukem a dynamická únava v ohybu.

### 7.1 Zkouška ohybem

Z každé vytvrzené desky byla vodním paprskem vyřezána zkušební tělíska o rozměrech 80 x 15 x 2 mm pro zjištění ohybových vlastností. Následuje porovnání jednotlivých vytvrzovacích cyklů z hlediska vyhodnocených ohybových vlastností. Zkouška byla realizována (Obr. 38) dle normy ČSN EN ISO 14125 pro třibodový ohyb [25] na zkušebním stroji Zwick 1456.



Obr. 38. Realizace třibodového ohybu

Nejdříve je zkušební těleso položeno symetricky vzhledem k ohybovému trnu na podpory od sebe vzdálené 64 mm. Poté trn ohýbá těleso, dokud nedojde k porušení. Během toho se měří materiálové vlastnosti v ohybu vycházející z následujících vztahů.:

$$\sigma_o = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (10)$$

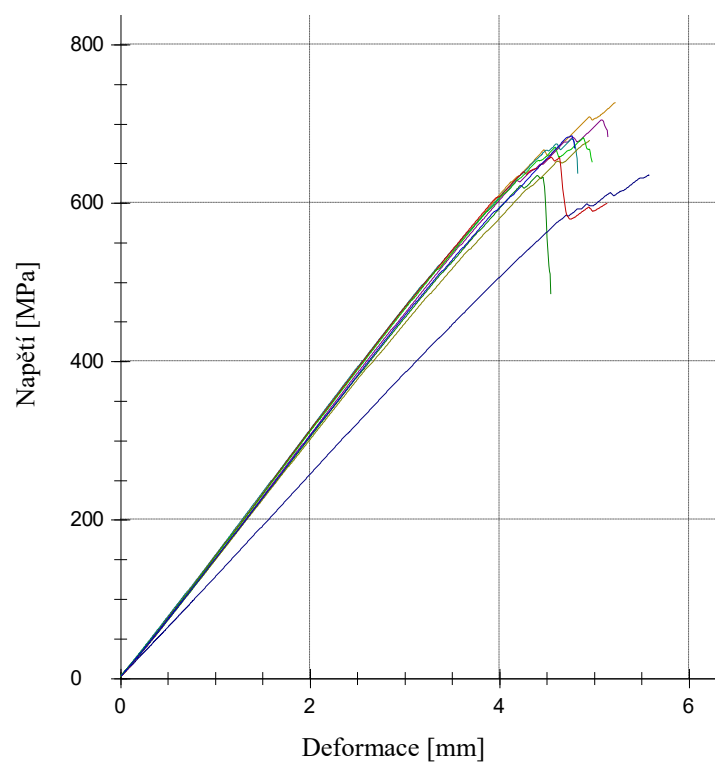
$$E_o = \frac{L^3}{4 \cdot b \cdot h^2} \cdot \left( \frac{\Delta F}{\Delta y} \right) \quad (11)$$

kde:

- $\sigma_o$  – napětí v ohybu [MPa]

- $F$  – ohybová síla [N]
- $L$  – vzdálenost podpěr [mm]
- $b$  – šířka tělesa [mm]
- $h$  – tloušťka tělesa [mm]
- $E_o$  – modul pružnosti v ohybu [MPa]
- $\Delta F$  – rozdíl mezi dvěma silami při dvou různých průhybech [N]
- $\Delta y$  – rozdíl mezi dvěma průhyby při dvou různých silách [mm]

### 7.1.1 Vyhodnocení ohybové zkoušky pro jednotlivé vytvrzovací cykly



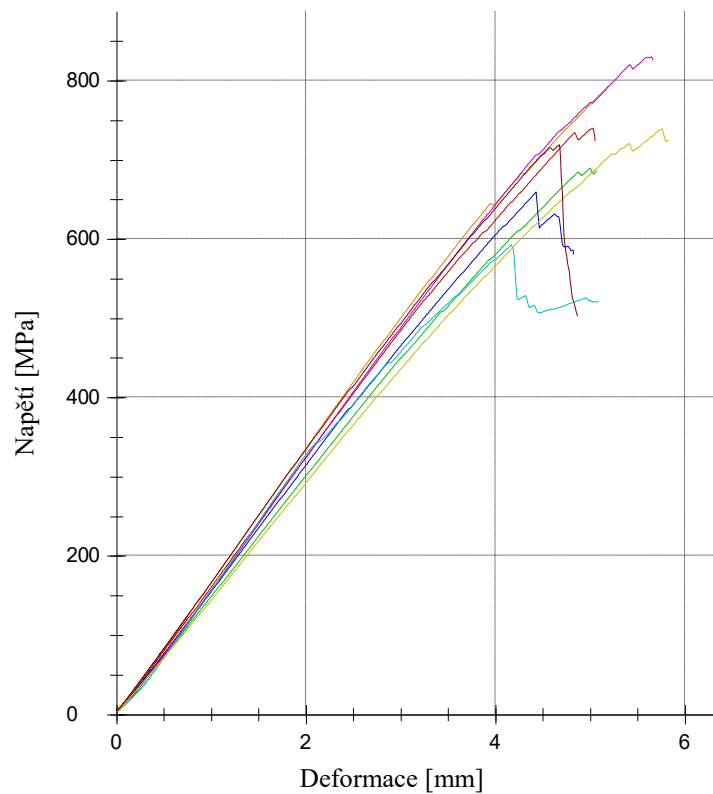
Obr. 39. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle vytvrzovací cyklu navrženého výrobcem

Tab. 7. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle vytvrzovacího cyklu výrobce

Vytvrzovací cyklus dle výrobce					
n = 9	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	38400	635	1304,1	2,31	15,09
2	37200	636	1627,7	2,31	15,09
3	39800	728	1782,5	2,27	15,10
4	39300	706	1681,2	2,28	15,07
5	40600	682	1514,6	2,28	15,04
6	37400	679	1701,7	2,38	15,05
7	39600	658	1485,8	2,32	15,08
8	39400	683	1592,2	2,29	15,08
9	38100	685	1562,8	2,34	15,09
$\bar{x}$	38867	677	1583,6	2,31	15,08
$s_{\bar{x}}$	1152	30	140,5	0,03	0,02
$u_a$	384	10	47	0,01	0,01
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	3	4	8,9	1,51	0,13

Z Obr. 39 a Tab. 7 je možné pozorovat průběh měření a z něj získaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 9 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_o$  činí  $38867 \pm 1152$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{po}$   $677 \pm 30$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1583,6 \pm 140,5$  Nmm.



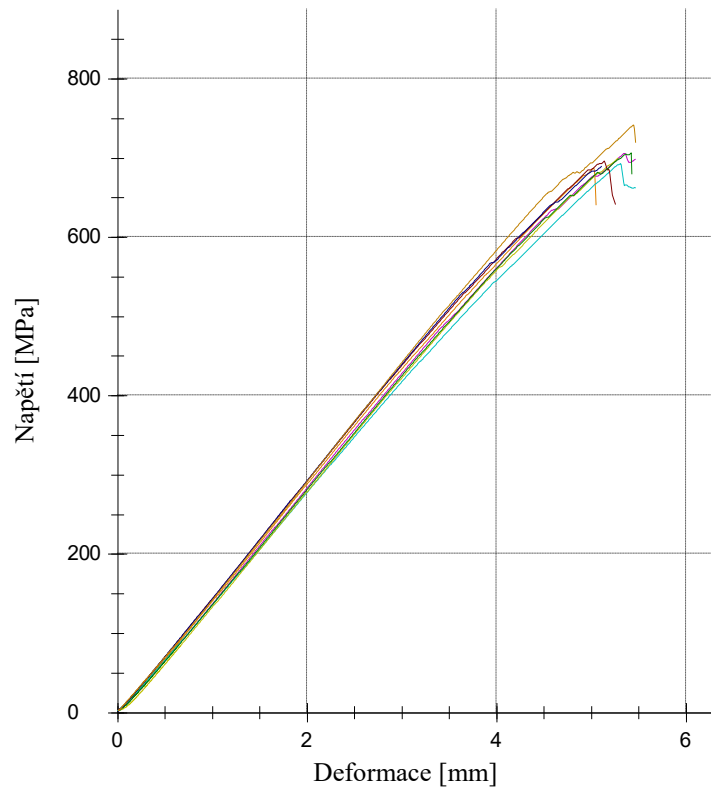


Obr. 40. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle prvního optimalizovaného vytvrzovací cyklu

Tab. 8. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle prvního optimalizovaného vytvrzovacího cyklu

První optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 8	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	46000	741	1268,5	2,08	13,19
2	42800	690	1314,0	2,08	14,94
3	44300	660	993,7	2,08	13,66
4	47000	794	1417,1	2,10	13,21
5	46200	831	1587,9	2,08	13,10
6	46300	593	850,2	2,08	13,31
7	41300	740	1671,8	2,08	14,95
8	49600	720	1053,4	1,99	13,43
$\bar{x}$	45438	721	1269,6	2,07	13,72
$s_{\bar{x}}$	2585	75	289,2	0,03	0,77
$u_a$	914	26	102,3	0,01	0,27
$v_{\bar{x}}$ [%]	6	10	22,8	1,62	5,63

V Obr. 40 a Tab. 8 je možné vidět průběh měření a z něj získaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 8 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_o$  činí  $45438 \pm 2585$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{po}$   $721 \pm 75$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1269,6 \pm 289,2$  Nmm.

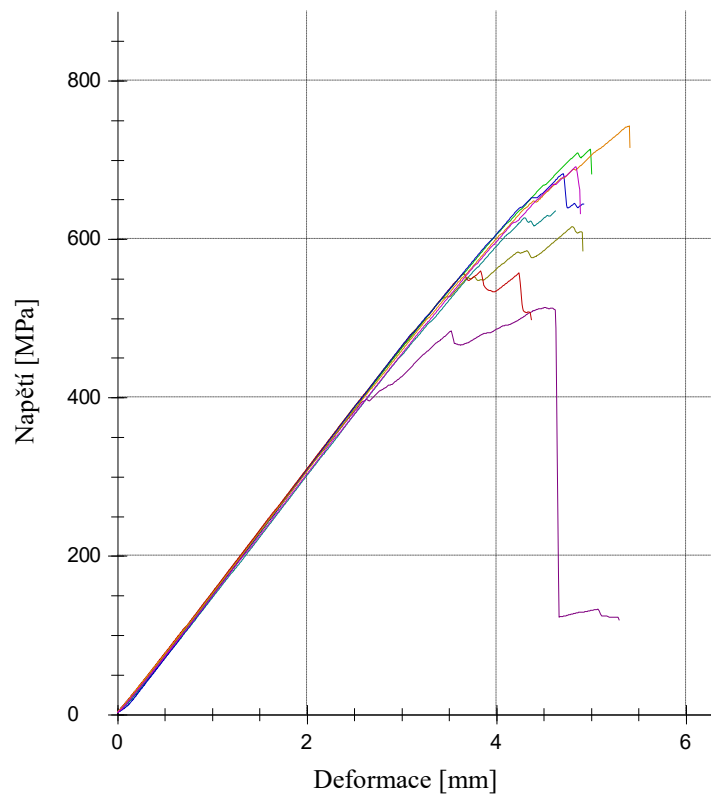


Obr. 41. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle druhého optimalizovaného vytvrzovací cyklu

Tab. 9. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle druhého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu

Druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 8	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	35600	687	1687,4	2,37	15,11
2	35100	706	1876,5	2,37	15,10
3	33900	693	1837,8	2,39	15,11
4	35100	700	1795,3	2,36	15,10
5	36800	696	1727,7	2,34	15,05
6	34700	707	1912,9	2,37	15,09
7	35800	690	1824,8	2,41	15,12
8	35800	742	1958,2	2,34	15,09
$\bar{x}$	35350	703	1827,6	2,37	15,10
$s_{\bar{x}}$	864	17	90,6	0,02	0,02
$u_a$	305	6	32,0	0,01	0,01
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	2	2	5,0	0,99	0,14

V Obr. 41 a Tab. 9 je možné vidět naměřená a zpracovaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 8 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_o$  činí  $35350 \pm 864$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{po}$   $703 \pm 75$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1827,6 \pm 90,6$  Nmm.

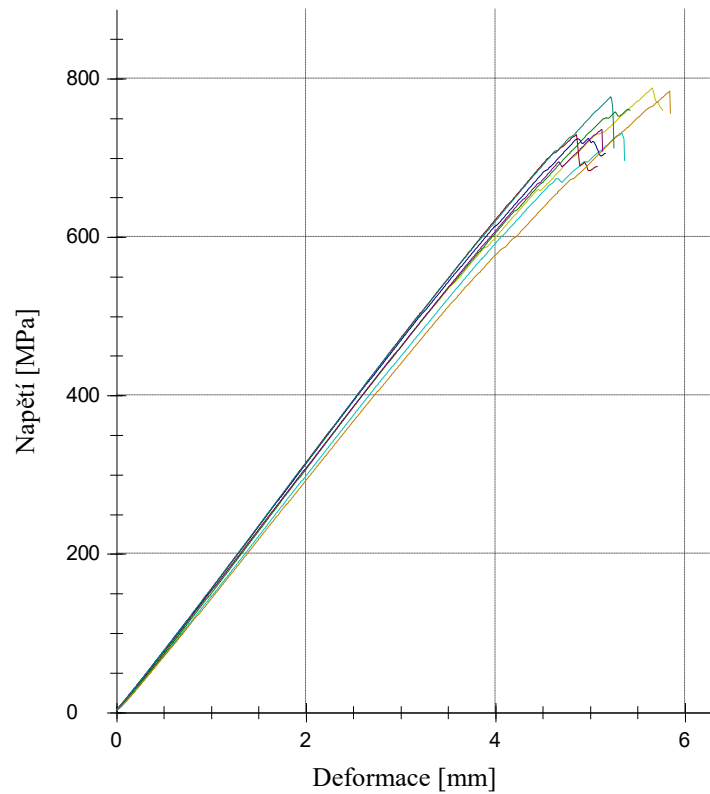


Obr. 42. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle třetího optimalizovaného vytvrzovací cyklu

Tab. 10. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle třetího optimalizovaného vytvrzovacího cyklu

Třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 8	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	38900	514	1234,8	2,29	15,08
2	39600	636	1342,7	2,25	15,05
3	41300	616	1392,4	2,22	15,05
4	40100	561	991,1	2,29	15,04
5	40300	714	1559,4	2,23	15,00
6	41000	683	1461,3	2,27	15,18
7	40400	743	1819,9	2,24	15,03
8	38600	691	1564,0	2,31	15,10
$\bar{x}$	40025	645	1420,7	2,26	15,07
$s_{\bar{x}}$	947	78	246,9	0,03	0,06
$u_a$	335	28	87,3	0,01	0,02
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	2	12	17,4	1,43	0,37

V Obr. 42 a Tab. 10 jsou uvedena naměřená a zpracovaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 8 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_o$  činí  $40025 \pm 947$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{po}$   $645 \pm 78$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1420,7 \pm 246,9$  Nmm.

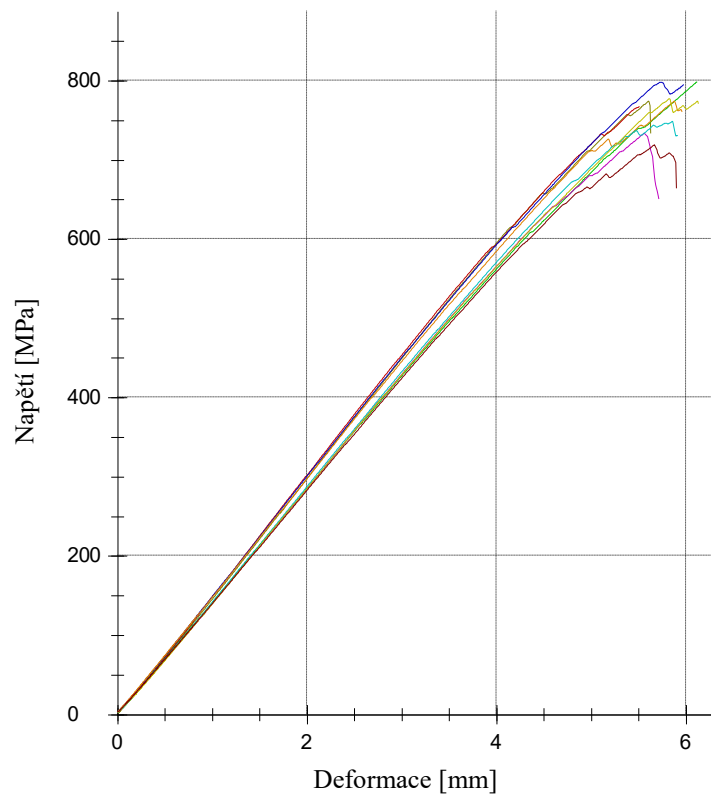


Obr. 43. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle čtvrtého optimalizovaného vytvrzovací cyklu

Tab. 11. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle čtvrtého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu

Čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 8	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	41900	732	1555,3	2,11	15,08
2	43200	789	1760,9	2,10	15,09
3	45300	730	1290,0	2,05	15,04
4	42100	762	1640,7	2,12	14,99
5	43100	725	1466,7	2,14	15,08
6	40700	785	1820,5	2,12	15,03
7	43900	737	1411,3	2,06	15,04
8	45600	778	1453,2	2,03	15,04
$\bar{x}$	43225	755	1549,8	2,09	15,05
$s_{\bar{x}}$	1682	27	180,9	0,04	0,03
$u_a$	595	9	64,0	0,01	0,01
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	4	4	11,7	1,89	0,22

V Obr. 43 a Tab. 11 jsou zaznamenána naměřená a zpracovaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 8 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_o$  činí  $43225 \pm 1682$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{po}$   $755 \pm 27$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1549,8 \pm 180,9$  Nmm.

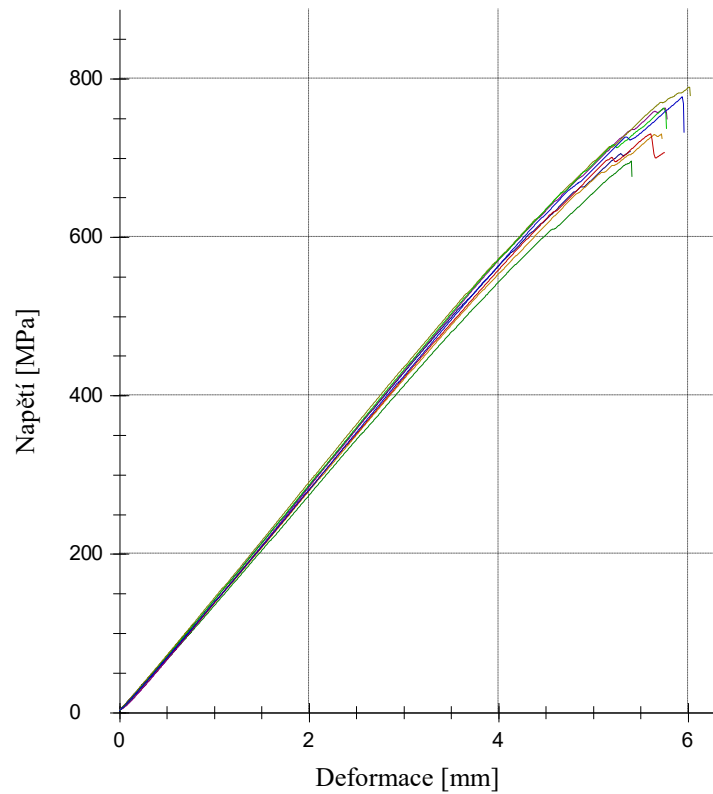


Obr. 44. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle pátého optimalizovaného vytvrzovací cyklu

Tab. 12. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle pátého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu

Pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 9	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	45900	775	1716,9	2,18	15,12
2	47800	768	1587,5	2,12	15,12
3	44500	799	1901,6	2,16	15,09
4	48100	799	1672,0	2,10	15,11
5	47900	775	1710,1	2,09	15,12
6	44200	734	1573,9	2,15	15,10
7	45800	749	1707,1	2,12	15,14
8	44600	778	1729,7	2,15	15,14
9	44500	720	1595,5	2,14	15,15
$\bar{x}$	45922	766	1688,2	2,13	15,12
$s_{\bar{x}}$	1618	27	100,6	0,03	0,02
$u_a$	539	9	33,5	0,01	0,01
$v_{\bar{x}}$ [%]	4	4	6,0	1,37	0,13

V Obr. 44 a Tab. 12 jsou uvedena naměřená a zpracovaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 9 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_0$  činí  $45922 \pm 1618$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{p0}$   $766 \pm 27$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1688,2 \pm 100,6$  Nmm.



Obr. 45. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle šestého optimalizovaného vytvrzovací cyklu



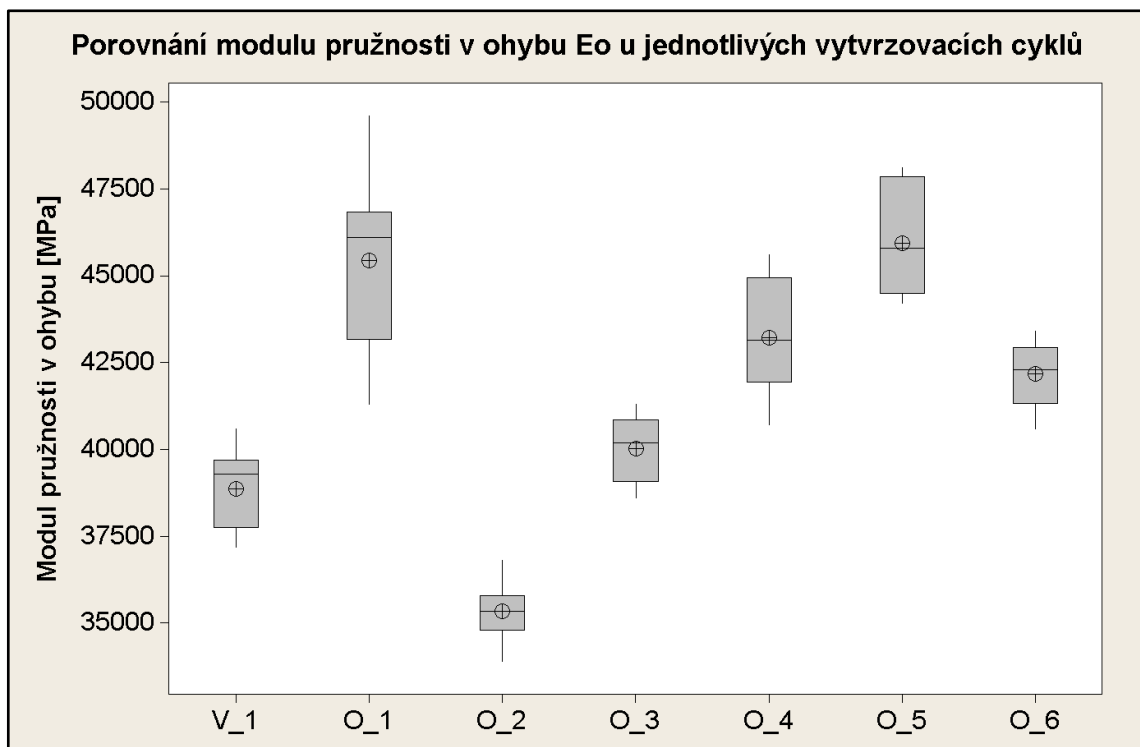
Tab. 13. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle šestého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu

Šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 9	$E_o$	$\sigma_{po}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	40600	696	1574,5	2,25	15,15
2	42700	708	1609,1	2,24	15,13
3	42000	731	1791,5	2,25	15,18
4	42600	764	1861,4	2,25	15,17
5	43400	790	2025,0	2,24	15,18
6	41100	730	1778,1	2,28	15,16
7	43000	763	1840,3	2,24	15,17
8	42000	777	1944,3	2,25	15,10
$\bar{x}$	42175	745	1803,0	2,25	15,16
$s_{\bar{x}}$	951	34	153,3	0,01	0,03
$u_a$	317	11	51,1	0,004	0,01
$v_{\bar{x}}[\%]$	2	5	8,5	0,58	0,18

V Obr. 45 a Tab. 13 je možné vidět naměřená a zpracovaná data. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 9 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v ohybu  $E_o$  činí  $42175 \pm 951$  MPa, pro pevnost v ohybu  $\sigma_{po}$   $745 \pm 34$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $1803,0 \pm 153,3$  Nmm.

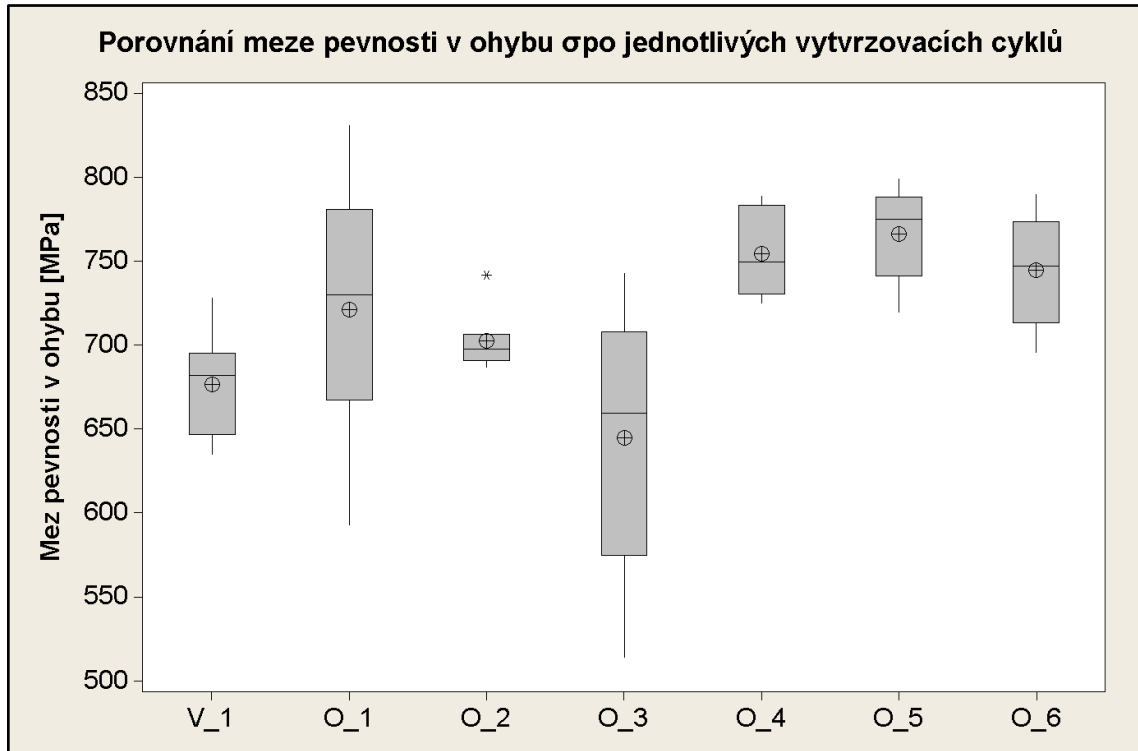
### 7.1.2 Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě statické zkoušky v ohybu

Na základě *Obr. 46* a *Obr. 47* můžeme porovnat dosažené výsledky ze statické zkoušky v ohybu pro jednotlivé vytvrzovací cykly. Pro přehlednost jsou výsledky graficky vyhodnoceny formou boxplotových diagramů, kde můžeme vidět rozdělení měřeného souboru na dílčí kvartily. Čarou uvnitř obdélníku je vyznačen medián a malou kružnicí se znaménkem plus uvnitř je vyznačen aritmetický průměr.



*Obr. 46. Boxplotové diagramy znázorňující modul pružnosti v ohybu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly*

Z *Obr. 46* je patrné, že nejnižší modul pružnosti v ohybu vykazovala série vyrobená pomocí druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu, zde byl přetlak v první fázi ohřevu a první výdrže nulový. Srovnatelné a nejvyšší výsledky byly dosaženy pomocí první a páté optimalizace vytvrzovacího cyklu. Přetlak u první optimalizace činil 2 bar a u páté optimalizace 3 bar. Vytvrzovací cyklus dle výrobce má v porovnání s ostatními naměřenými soubory (kromě druhé optimalizace) nižší modul pružnosti v ohybu, ale poměrně uspokojivě se přibližuje třetí optimalizaci vytvrzovacího cyklu.



Obr. 47. Boxplotové diagramy znázorňující mez pevnosti v ohybu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Dle Obr. 47 je možné usoudit, že nejvyšší meze pevnosti s nejmenšími rozptyly dosáhly optimalizace 4, 5, 6. Velké rozptyly meze pevnosti jsou pozorovatelné u optimalizace 1 a 3. Vytvrzovací cyklus dle výrobce má vyšší průměrnou mez pevnosti než třetí optimalizace. Oproti ostatním vytvrzovacím cyklům je jeho mez pevnosti v ohybu nižší.

## 7.2 Zkouška tahem

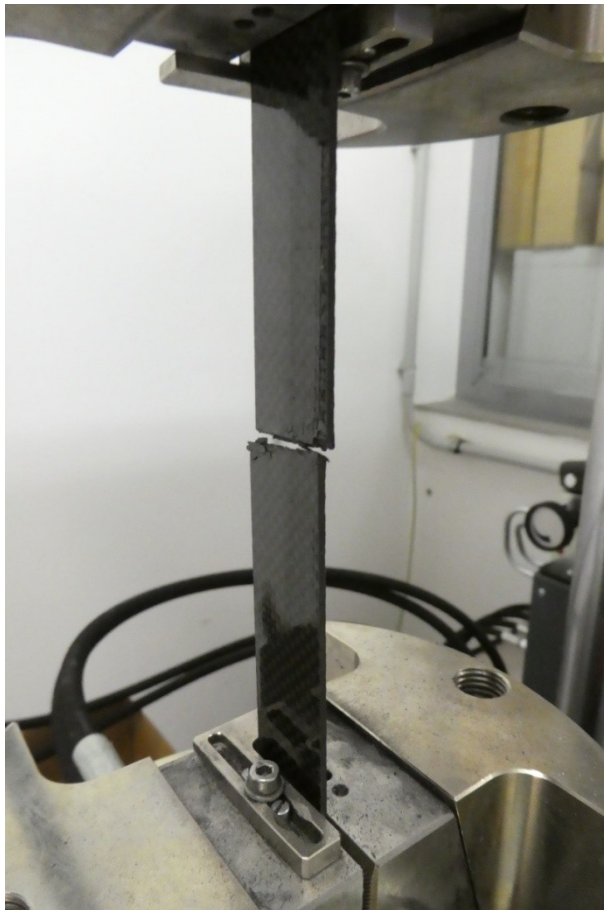
Z každé desky bylo vodním paprskem vyřezáno 5 zkušebních těles o rozměrech 250 x 20 x 2 mm, určených pro zkoušku tahem. Zkouška probíhala dle normy ČSN EN ISO 527-4 [26] na zkušebním stroji Zwick Vibrophore 100. Zkušební těleso bylo pomocí hydraulických čelistí uchyceno tlakem 30 bar. Na začátku zkoušky byl na těleso připnut extenzometr, který v rozsahu 0 – 0,25 %  $L_0$  změřil modul pružnosti v tahu. Poté byl z tělesa odejmut a zkouška pokračovala bez něj. Až do prasknutí tělesa (Obr. 48) probíhalo měření tahových vlastností vycházející z následujících vztahů.:

$$\sigma_t = \frac{F_t}{b \cdot h} \quad (12)$$

$$E_t = \frac{\sigma_t}{\varepsilon} = \frac{F_t \cdot l_0}{b \cdot h \cdot (l - l_0)} \quad (13)$$

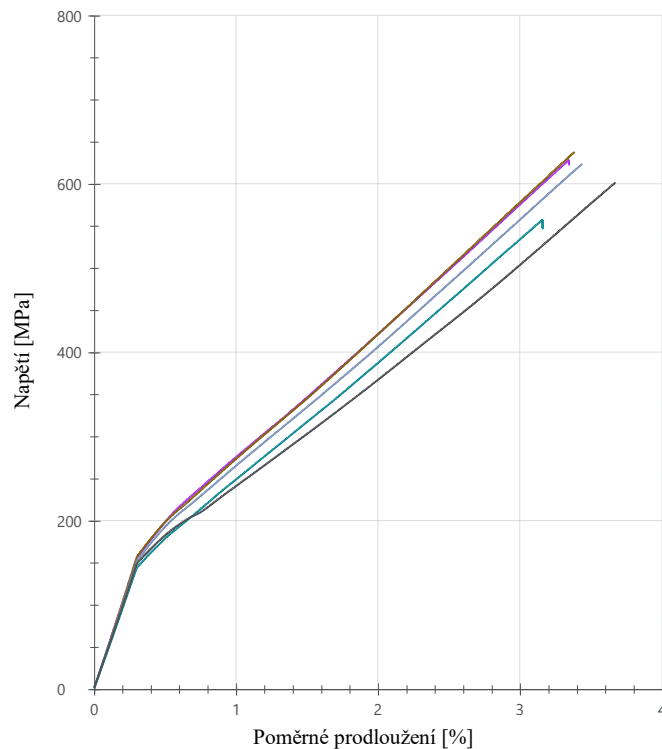
kde:

- $\sigma_t$  – smluvní napětí v tahu [MPa]
- $\varepsilon$  – smluvní deformace v tahu [-]
- $F_t$  – tahová síla [N]
- $l$  – délka zatíženého tělesa v daný okamžik danou silou [mm]
- $l_0$  – délka tělesa před zatížením [mm]
- $h$  – tloušťka tělesa [mm]
- $b$  – šířka tělesa [mm]
- $E_t$  – modul pružnosti v tahu [MPa]



*Obr. 48. Prasklé zkušební těleso po zkoušce tahem*

## 7.2.1 Vyhodnocení tahové zkoušky pro jednotlivé vytvrzovací cykly



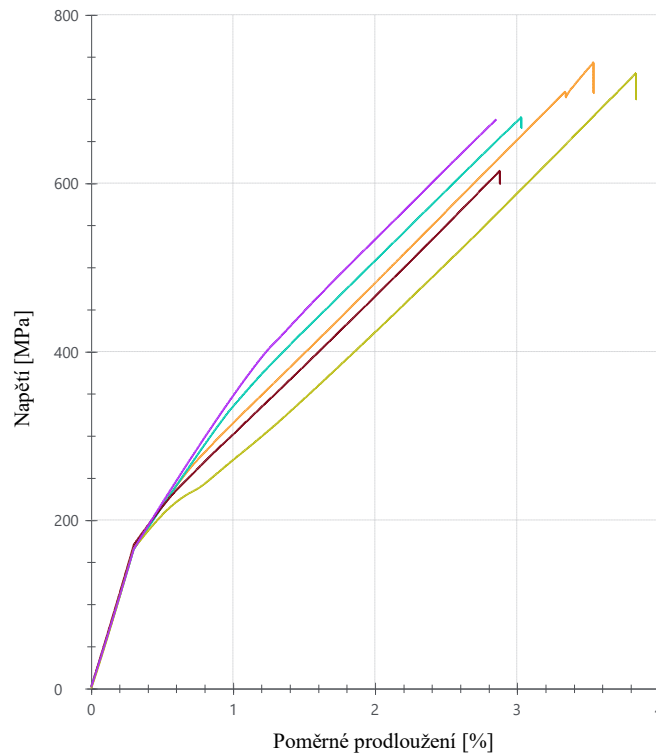
Obr. 49. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených dle vytvrzovacího cyklu výrobce

Tab. 14. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených dle vytvrzovacího cyklu výrobce prepregu

Vytvrzovací cyklus dle výrobce					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	51400	628	35370,7	2,28	25,21
2	52200	638	35163,8	2,23	25,09
3	50300	624	36308,7	2,32	25,10
4	47900	557	30218,2	2,35	25,10
5	49000	602	38475,7	2,40	25,25
$\bar{x}$	50160	610	35107,4	2,32	25,15
$s_{\bar{x}}$	1744	32	3031,7	0,07	0,07
$u_a$	581	11	1010,6	0,02	0,02
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	3,48	5,30	8,64	2,81	0,30

V Obr. 49 a Tab. 14 je možné vidět naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodat-

né odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $50160 \pm 1744$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $610 \pm 32$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $35107,4 \pm 3031,7$  Nmm.



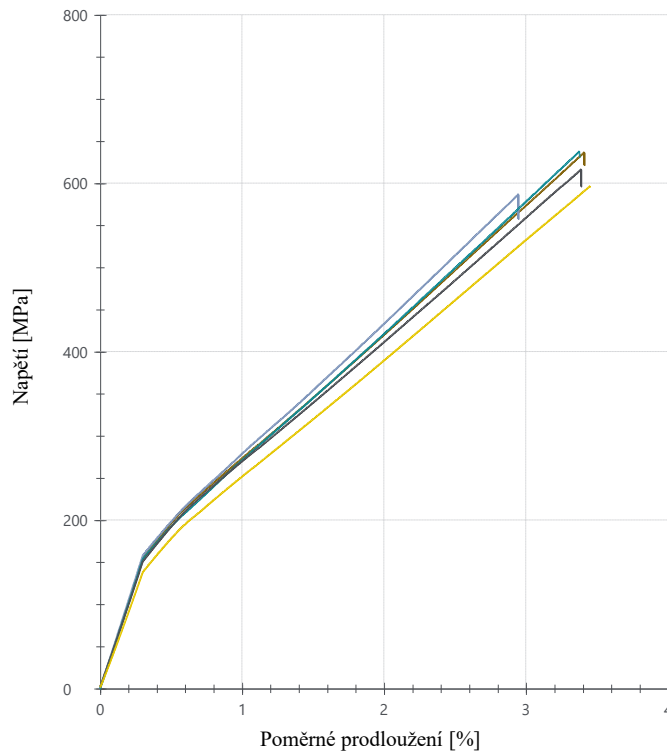
*Obr. 50. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených první optimalizací vytvrzovacího cyklu*

*Tab. 15. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených první optimalizací vytvrzovacího cyklu*

První optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	55900	743	40102,1	2,08	25,08
2	54700	679	32897,0	2,12	25,09
3	56400	615	27616,8	2,10	25,00
4	55700	731	41379,4	2,08	25,15
5	54800	676	31230,0	2,13	25,15
$\bar{x}$	55500	689	34645,0	2,10	25,09
$s_{\bar{x}}$	731	51	5900,1	0,02	0,06
$u_a$	259	18	2086,0	0,01	0,02
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	1,32	7,41	17,03	1,08	0,25

V Obr. 50 a Tab. 15 jsou uvedena naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodat-

né odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $55500 \pm 731$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $689 \pm 51$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $34645,0 \pm 5900,1$  Nmm.

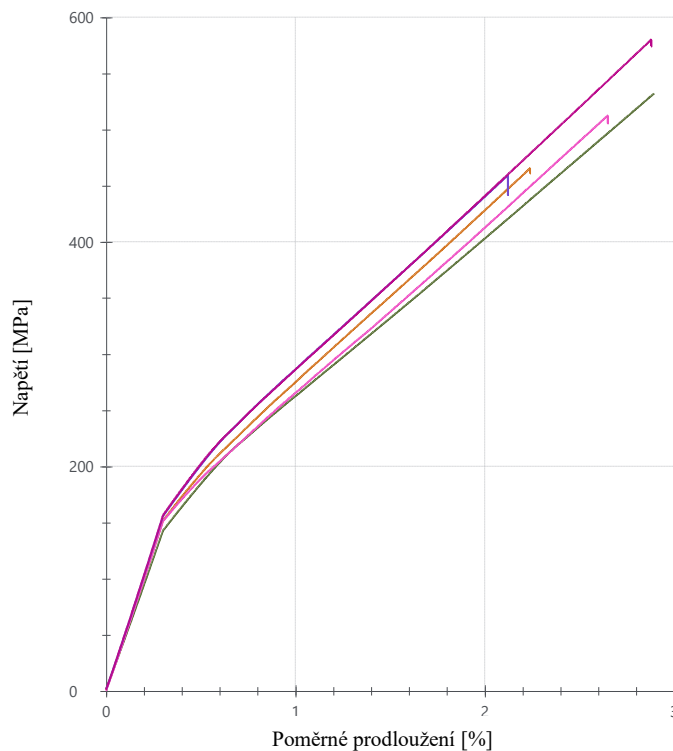


*Obr. 51. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených druhou optimalizací vytvrzovacího cyklu*

V Obr. 51 a Tab. 16 jsou zaznamenána naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $50160 \pm 2571$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $615 \pm 23$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $34290,2 \pm 3972,6$  Nmm.

Tab. 16. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených druhou optimalizací vytvrzovacího cyklu

Druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	51100	637	36507,6	2,29	25,18
2	52500	587	27414,4	2,15	25,10
3	51500	638	34290,1	2,20	25,00
4	49800	616	36415,8	2,36	25,17
5	45900	596	36823,0	2,45	25,15
$\bar{x}$	50160	615	34290,2	2,29	25,12
$s_{\bar{x}}$	2571	23	3972,6	0,12	0,07
$u_a$	909	8	1404,5	0,04	0,03
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	5,12	3,78	11,59	5,27	0,29



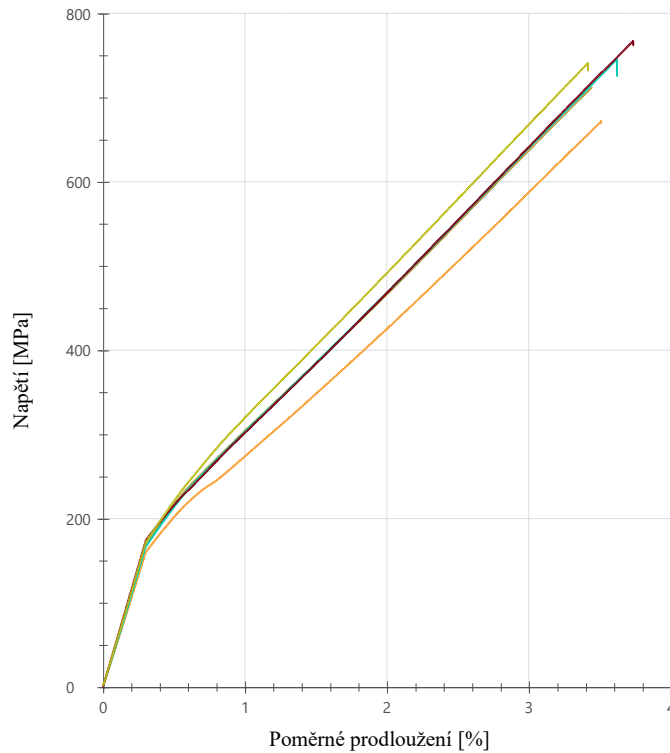
Obr. 52. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu

V Obr. 52 a Tab. 17 je možné vidět naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $50300 \pm 1907$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $510 \pm 50$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $22815,1 \pm 5372,1$  Nmm.



Tab. 17. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu

Třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	47100	532	28256,1	2,45	25,15
2	50400	466	17877,4	2,25	25,10
3	50500	513	22885,1	2,25	25,15
4	51600	459	16993,0	2,26	25,08
5	51900	580	28064,0	2,25	25,09
$\bar{x}$	50300	510	22815,1	2,29	25,11
$s_{\bar{x}}$	1907	50	5372,1	0,09	0,03
$u_a$	674	18	1899,3	0,03	0,01
$v_{\bar{x}} [\%]$	3,79	9,77	23,55	3,86	0,13

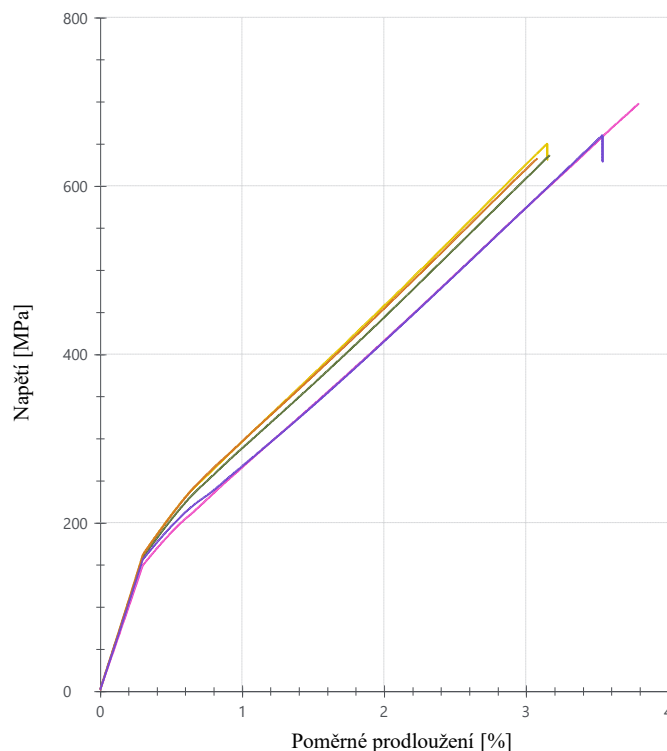


Obr. 53. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených čtvrtou optimalizací vytvrzovacího cyklu

Tab. 18. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených čtvrtou optimalizací vytvrzovacího cyklu

Čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	56000	713	37908,0	2,11	25,09
2	53200	672	36011,7	2,12	25,06
3	55200	746	41513,7	2,12	25,08
4	57800	768	42510,6	2,05	25,10
5	56800	741	38103,1	2,05	25,10
$\bar{x}$	55800	728	39209,4	2,09	25,09
$s_{\bar{x}}$	1744	37	2708,8	0,04	0,02
$u_a$	616	13	957,7	0,01	0,01
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	3,12	5,07	6,91	1,76	0,07

V Obr. 53 a Tab. 18 jsou uvedena naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $55800 \pm 1744$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $728 \pm 37$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $39209,4 \pm 2708,8$  Nmm.

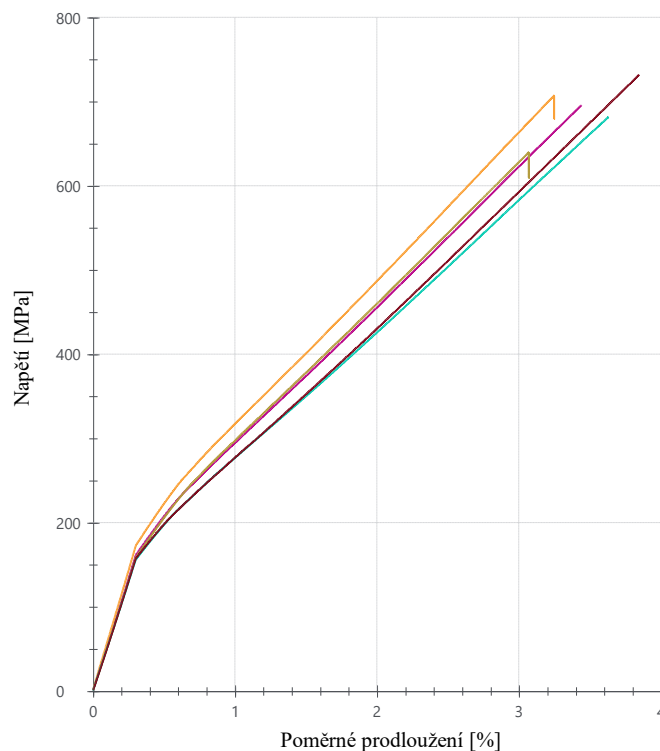


Obr. 54. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených pátou optimalizací vytvrzovacího cyklu

Tab. 19. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených pátou optimalizací vytvrzovacího cyklu

Pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	53400	650	32577,1	2,16	25,09
2	52200	637	32364,8	2,18	25,19
3	53100	633	31714,7	2,19	25,19
4	49200	698	42814,5	2,25	25,20
5	51500	660	37165,5	2,20	25,20
$\bar{x}$	51880	656	35327,3	2,20	25,17
$s_{\bar{x}}$	1675	26	4712,4	0,03	0,05
$u_a$	558	9	1570,8	0,01	0,02
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	3,23	3,97	13,34	1,53	0,19

V Obr. 54 a Tab. 19 jsou zaznamenána naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $51880 \pm 1675$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $656 \pm 26$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $35327,3 \pm 4712,4$  Nmm.



Obr. 55. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených šestou optimalizací vytvrzovacího cyklu

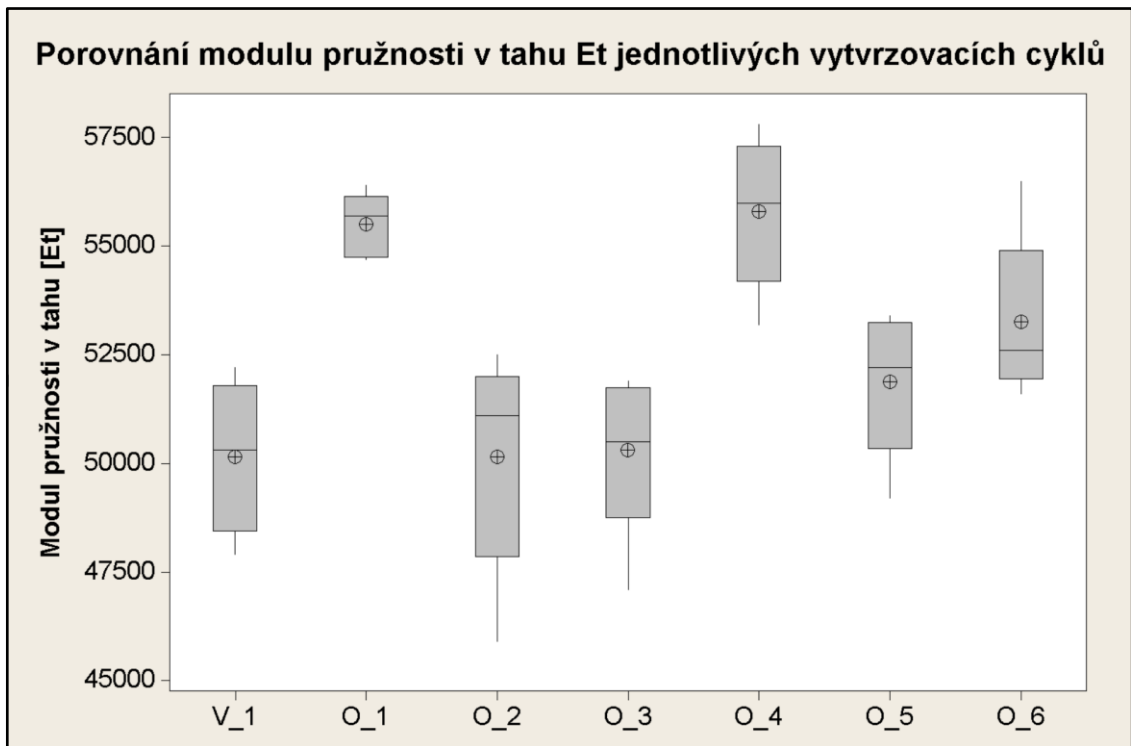
Tab. 20. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených šestou optimalizací vytvrzovacího cyklu

Šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu					
n = 5	$E_t$	$\sigma_{pt}$	W	h	b
	[MPa]	[MPa]	[Nmm]	[mm]	[mm]
1	53300	696	38302,2	2,18	25,25
2	52600	640	31732,0	2,19	25,13
3	56500	707	35268,0	2,08	25,15
4	51600	681	41431,9	2,30	25,20
5	52300	732	44268,5	2,20	25,10
$\bar{x}$	53260	691	38200,5	2,19	25,17
$s_{\bar{x}}$	1911	34	4942,5	0,08	0,06
$u_a$	637	11	1647,5	0,03	0,02
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	3,59	4,94	12,94	3,57	0,24

V Obr. 55 a Tab. 20 jsou uvedena naměřená a zpracovaná data ze zkoušky tahem. Odhad aritmetického průměru výběrového souboru stanovených z 5 měření s odhadem směrodatné odchylky pro modul pružnosti v tahu  $E_t$  činí  $53260 \pm 1911$  MPa, pro pevnost v tahu  $\sigma_{pt}$   $691 \pm 34$  MPa a pro vykonanou práci  $W$   $38200,5 \pm 4942,5$  Nmm.

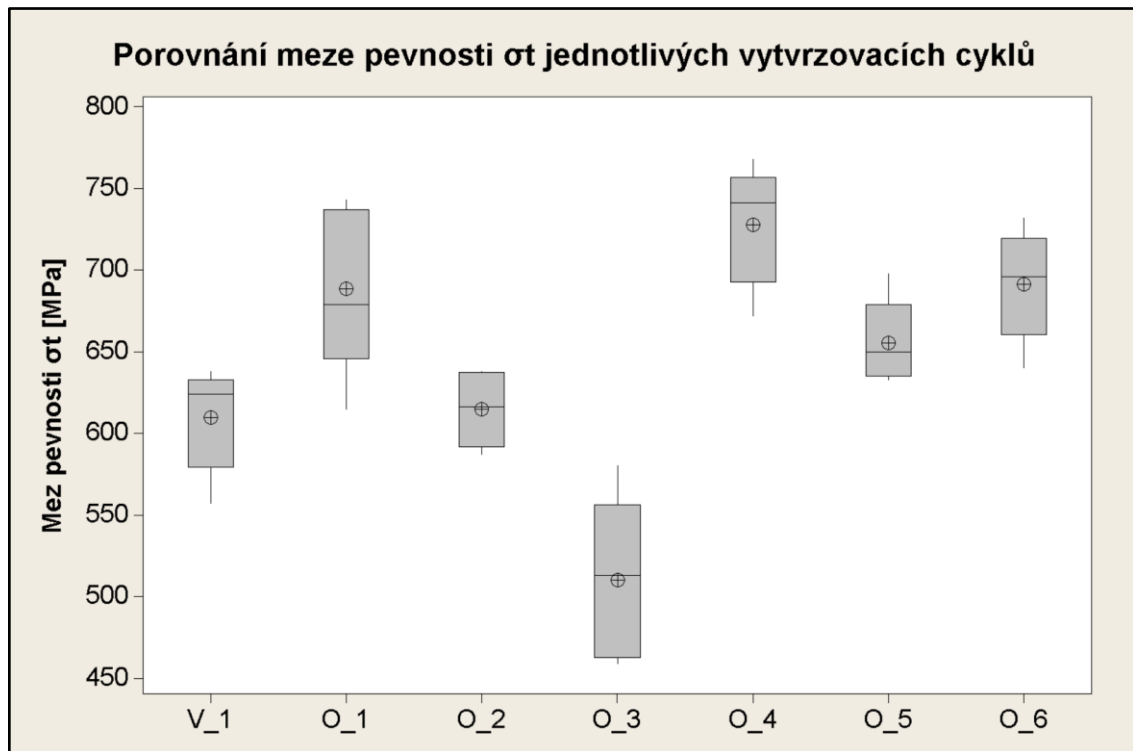
### 7.2.2 Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě statické zkoušky v tahu

Na základě Obr. 56 a Obr. 57 můžeme porovnat dosažené výsledky ze statické zkoušky v tahu pro jednotlivé vytvrzovací cykly. Pro přehlednost jsou výsledky graficky vyhodnoceny formou boxplotových diagramů, kde můžeme vidět rozdělení měřeného souboru na dílčí kvartily. Čarou uvnitř obdélníku je vyznačen medián a malou kružnicí se znaménkem plus uvnitř je vyznačen aritmetický průměr.



Obr. 56. Boxplotové diagramy znázorňující modul pružnosti v tahu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Z Obr. 56 je patrné, že srovnatelné výsledky byly dosaženy pomocí druhé a třetí optimalizace spolu s vytvrzovacím cyklem navrženým výrobcem. Středně vysoký modul pružnosti v tahu byl změřen u série optimalizace pět a šest. Nejvyšší modul pružnosti v tahu byl pak naměřen u první a čtvrté optimalizace.

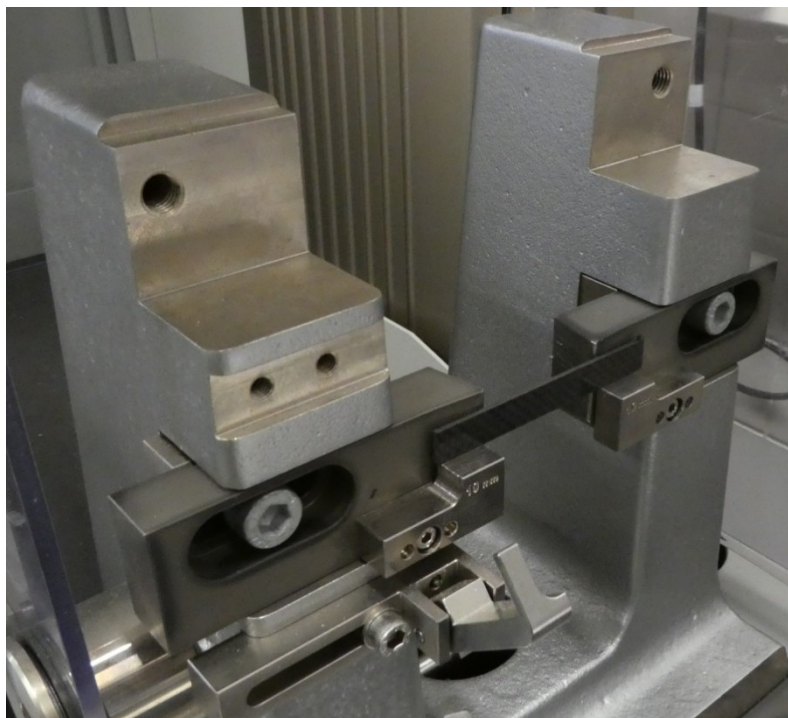


Obr. 57. Boxplotové diagramy znázorňující mez pevnosti v tahu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Dle Obr. 57 je možné usoudit, že nejvyšší meze pevnosti dosáhly optimalizace 1, 4, 6. Čtvrtá optimalizace tedy měla i nejvyšší modul pružnosti v tahu i mez pevnosti v tahu. Vytvrzovací cyklus navržený výrobcem se mezi pevnosti pohybuje zhruba uprostřed mezi nejvyšší a nejnižší mezí pevnosti, stejně jako druhá optimalizace. Snížení meze pevnosti bylo dosaženo v rámci souboru vyrobeného třetí optimalizací.

### 7.3 Zkouška rázové houževnatosti metodou Charpy

Z vytvrzených desek byla vodním paprskem vyřezána tělíska o rozměru 80 x 10 x 2 mm určené pro změření rázové houževnatosti metodou Charpy. Zkouška probíhala na základě normy ČSN EN ISO 179 [27]. Rozpětí podpěr, o které se opíralo zkušební těleso, bylo nastaveno na hodnotu 43 mm  $\approx$  20h, průměrná tloušťka těles se pohybovala kolem 2,15 mm. Měření (Obr. 58) probíhalo tzv. rázem na širší stranu, který byl veden normálově na jednotlivé laminy. Zkušební tělesa nebyla opatřena vrubem. Samotná zkouška byla provedena na zkušebním stroji Zwick HIT25P.



Obr. 58. Ustavení zkušebního tělesa před měřením rázové houževnatosti metodou Charpy

### 7.3.1 Vyhodnocení rázové houževnatosti metodou Charpy pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Tab. 21. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu

Vytvrzovací cyklus dle výrobce														
n = 9		1	2	3	4	5	6	7	8	9	$\bar{x}$	$s_x$	$u_a$	$v_x$ [ % ]
S	[mm <sup>2</sup> ]	22,55	22,36	23,41	23,03	22,36	23,53	22,29	22,31	22,57	22,71	0,49	0,16	2,1
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	52,84	49,75	52,34	53,08	50,85	49,59	52,73	50,83	50,01	51,34	1,42	0,47	2,8

Z Tab. 21 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchylky rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vytvrzovaného dle výrobce činí  $51,34 \pm 1,42$  kJ/m<sup>2</sup>.

Tab. 22. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro první optimalizaci vytvrzovacího cyklu

První optimalizace vytvrzovacího cyklu													
n = 8		1	2	3	4	5	6	7	8	$\bar{x}$	$s_x$	$u_a$	$v_x$ [ % ]
S	[mm <sup>2</sup> ]	20,70	20,02	21,65	20,58	22,61	20,90	19,80	17,60	20,48	1,47	0,52	7,2
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	49,26	40,70	55,19	54,17	54,80	59,16	60,20	68,19	55,21	8,07	2,85	14,6

Z Tab. 22 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchylky rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vyráběného první optimalizací vytvrzovacího cyklu činí  $55,21 \pm 8,07 \text{ kJ/m}^2$ .

Tab. 23. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro druhou optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu														
n = 9		1	2	3	4	5	6	7	8	9	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	$u_a$	$v_{\bar{x}} [ \% ]$
S	[mm <sup>2</sup> ]	23,69	22,63	23,82	20,18	22,75	20,63	24,14	23,21	24,47	22,84	1,51	0,50	6,6
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	48,67	51,20	50,39	56,34	50,95	59,11	53,40	48,28	55,21	52,62	3,67	1,22	7,0

Z Tab. 23 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchylky rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vyráběného druhou optimalizací vytvrzovacího cyklu činí  $52,62 \pm 3,67 \text{ kJ/m}^2$ .

Tab. 24. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro třetí optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu													
n = 8		1	2	3	4	5	6	7	8	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	$u_a$	$v_{\bar{x}} [ \% ]$
S	[mm <sup>2</sup> ]	22,81	21,71	22,41	21,63	22,70	21,94	22,55	22,25	22,25	0,45	0,16	2,0
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	54,69	56,30	55,66	50,27	54,34	51,55	47,39	49,24	52,43	3,28	1,16	6,3

Z Tab. 24 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchylky rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vyráběného třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu činí  $52,43 \pm 3,28 \text{ kJ/m}^2$ .

Tab. 25. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro čtvrtou optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu														
n = 9		1	2	3	4	5	6	7	8	9	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	$u_a$	$v_{\bar{x}} [ \% ]$
S	[mm <sup>2</sup> ]	20,10	20,50	20,04	20,62	19,92	20,33	20,70	19,96	20,68	20,32	0,32	0,11	1,6
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	60,13	53,86	55,77	54,34	58,17	65,34	59,87	56,41	61,82	58,41	3,76	1,25	6,4

Z Tab. 25 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchylky rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vyráběného čtvrtou optimalizací vytvrzovacího cyklu činí  $58,41 \pm 3,76 \text{ kJ/m}^2$ .



Tab. 26. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro pátou optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu														
n = 9		1	2	3	4	5	6	7	8	9	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	$u_a$	$v_{\bar{x}} [ \% ]$
S	[mm <sup>2</sup> ]	20,50	21,37	21,78	21,79	22,11	21,80	20,93	21,62	21,09	21,44	0,51	0,17	2,4
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	66,45	46,84	57,78	64,88	55,66	54,16	52,23	57,44	63,12	57,62	6,34	2,11	11,0

Z Tab. 26 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchyly rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vyráběného pátou optimalizací vytvrzovacího cyklu činí  $57,62 \pm 6,34$  kJ/m<sup>2</sup>.

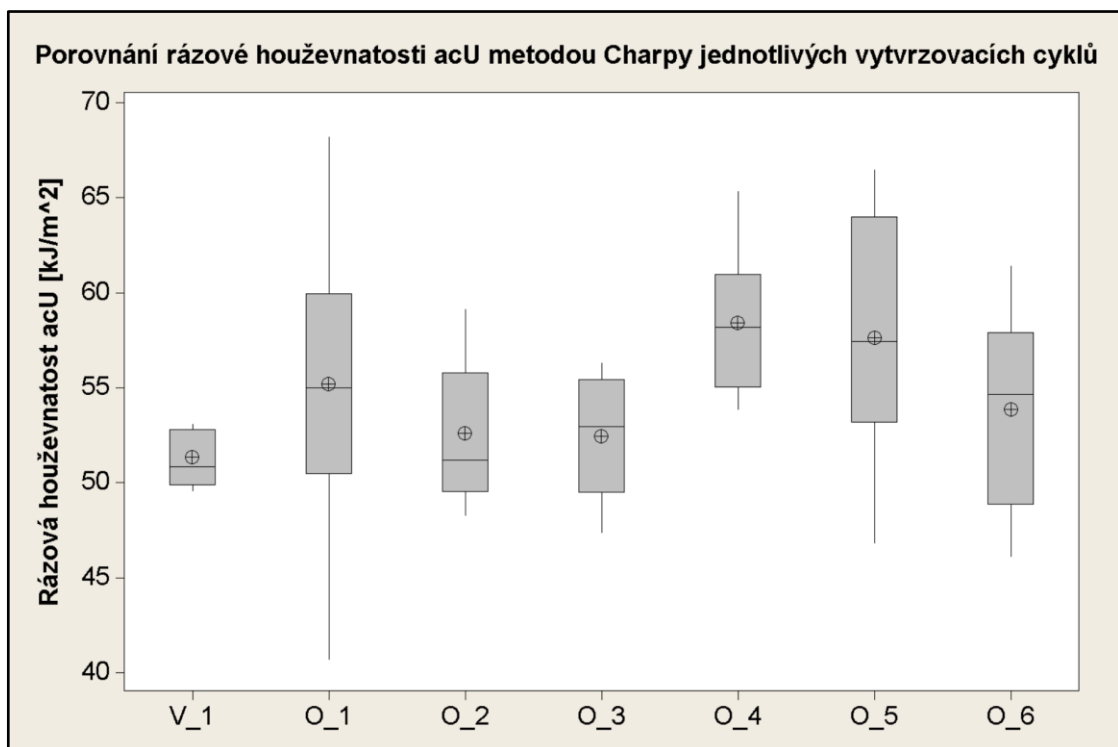
Tab. 27. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro šestou optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu														
n = 9		1	2	3	4	5	6	7	8	9	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	$u_a$	$v_{\bar{x}} [ \% ]$
S	[mm <sup>2</sup> ]	23,14	22,88	22,88	22,29	22,86	22,46	22,72	22,93	22,88	22,78	0,26	0,09	1,1
$a_{cU}$	[kJ/m <sup>2</sup> ]	52,94	59,29	61,40	56,22	48,05	46,12	56,49	54,65	49,68	53,87	5,14	1,71	9,5

Z Tab. 27 můžeme vidět, že odhad aritmetického průměru a směrodatné odchyly rázové houževnatosti Charpy  $a_{cU}$  u souboru vyráběného šestou optimalizací vytvrzovacího cyklu činí  $53,87 \pm 5,14$  kJ/m<sup>2</sup>.

### 7.3.2 Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě dynamické zkoušky rázové houževnatosti Charpy

Na základě Obr. 59 můžeme porovnat dosažené výsledky z dynamické zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro jednotlivé vytvrzovací cykly. Pro přehlednost jsou výsledky graficky vyhodnoceny formou boxplotových diagramů, kde můžeme vidět rozdělení měřeného souboru na dílčí kvartily. Čarou uvnitř obdélníku je vyznačen medián a malou kružnicí se znaménkem plus uvnitř je vyznačen aritmetický průměr.

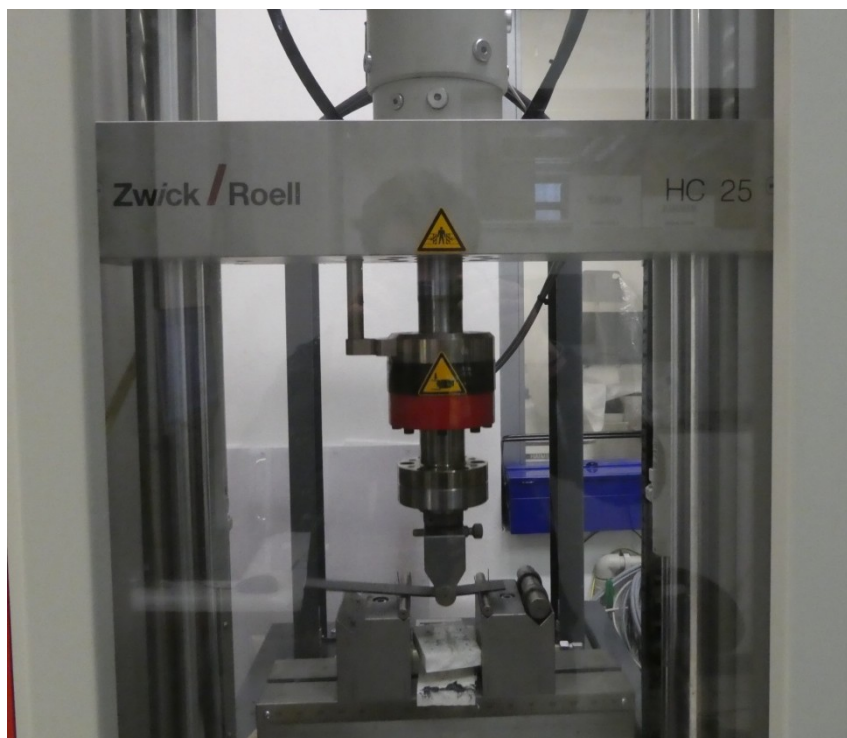


Obr. 59. Boxplotové diagramy znázorňující rázovou houževnatost Charpy zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Z Obr. 59 je zřejmé, že střední hodnoty rázové houževnatosti Charpy jsou si u jednotlivých vytvrzovacích cyklů relativně blízké. Je však možné konstatovat, že nejvyšší střední hodnoty rázové houževnatosti dosáhl soubor čtvrté optimalizace. Nejnižší střední hodnota rázové houževnatosti Charpy byla dosažena u vytvrzovacího cyklu dle výrobce prepregu. Nejvyšší i nejnižší zaznamenaná hodnota rázové houževnatosti Charpy byla naměřena u souboru první optimalizace, což značí vyšší nehomogenitu materiálu, než u ostatních měřených souborů.

#### 7.4 Zkouška únavy v cyklickém ohybu

Z každé vytvrzené desky byla vodním paprskem vyřezána zkušební tělíska o rozměrech 200 x 25 x 2 mm pro porovnání únavových vlastností v ohybu tělísek vyrobených pomocí různých vytvrzovacích cyklů. Tyto cykly budou dále porovnány z hlediska provedených počtu cyklů při jednotném zatížení. Zkouška byla realizována (Obr. 60) na zkušebním stroji Zwick HC25.



Obr. 60. Stroj Zwick HC25 ve kterém byly testovány zkušební tělíska v cyklickém ohybu

Pro stanovení patřičného zatížení byla provedena statická zkouška v třibodém ohybu se třemi zkušebními tělisky. Pro stejně velká tělíska uložená na podpěrách o rozteči 80 mm byla změřena mez pevnosti v ohybu, té odpovídá průměrná síla 779 N. Pro cyklické zatížení pak byla zvolena síla 585 N, která činí cca 75 % síly na mez pevnosti. Zatěžování probíhalo při frekvenci 5 Hz.

Tab. 28. Naměřená a zpracovaná data ze zkoušky v cyklickém ohybu pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Porovnání vytvrzovacích cyklů v cyklickém ohybu							
	V_1	O_1	O_2	O_3	O_4	O_5	O_6
	n [-]	n [-]	n [-]	n [-]	n [-]	n [-]	n [-]
n = 5	43520	1448	219121	13691	1965	39478	5722
	78312	4953	204	15742	1171	4536	4322
	10614	1014	20634	15922	1751	3047	1547
	39908	2701	66314	8310	317	1913	7432
	9730	476	51731	4703	1517	3764	3008
$\bar{x}$	36417	2118	71601	11674	1344	10548	4406
$s_{\bar{x}}$	28266	1785	86429	4964	645	16201	2293
$u_a$	12641	798	38652	2220	289	7245	1025
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	77,6	84,2	120,7	42,5	48,0	153,6	52,0
Med (x)	39908	1448	51731	13691	1517	3764	4322

Při pohledu do *Tab. 28* a *Obr. 62* je možné vidět, jak se lišily jednotlivé vytvrzovací cykly v cyklickém namáhání v ohybu. Je vhodné konstatovat, že měřené soubory mají velké rozptyly zapříčiněné i nízkým počtem provedených měření. I když jsou tyto rozptyly pravděpodobně také zapříčiněny nehomogenitou materiálu (vnitřními vadami). Odlišný počet cyklů, ať už v rámci jednoho měřeného souboru nebo mezi soubory navzájem, může souviset s množstvím odsáté „nadbytečné“ pryskyřice (viz *Obr. 61*).



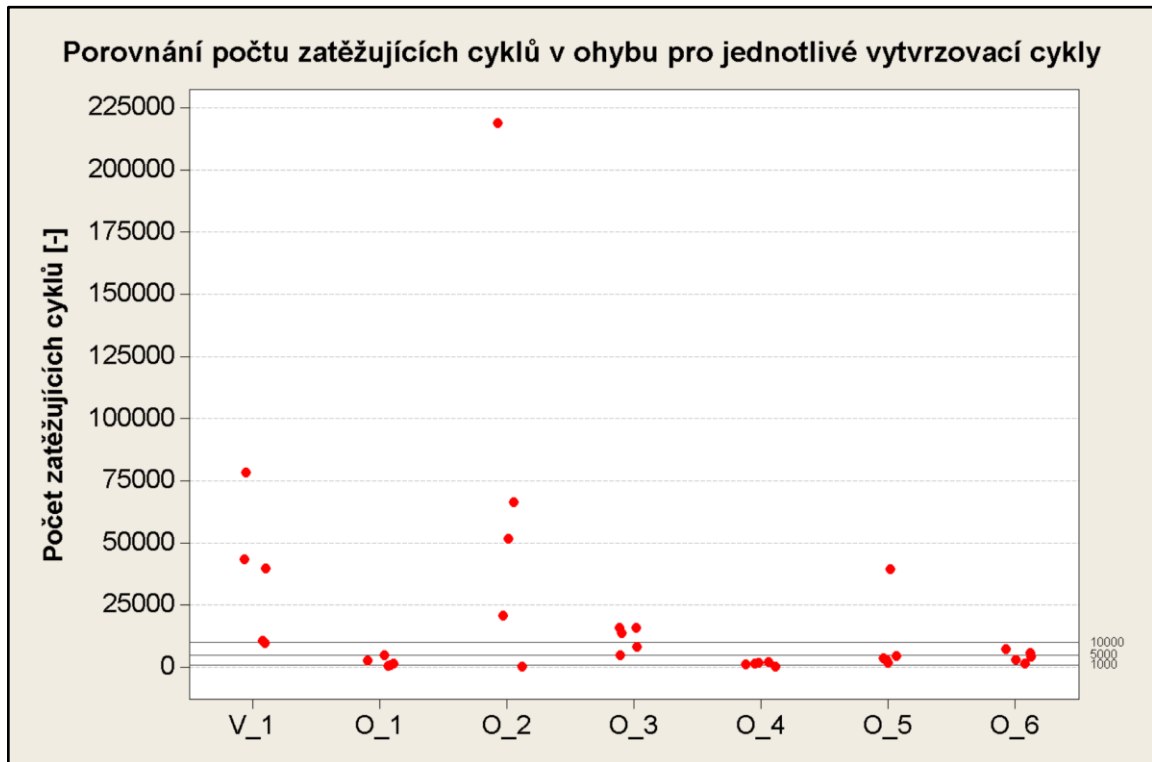
*Obr. 61. Rozdílné smočení odsávací tkaniny v případě první optimalizace vytvrzovacího cyklu (vlevo) a cyklu provedeného dle výrobce prepregu (vpravo)*

Často je cílem dosáhnout co nejvyššího poměru výztuže vůči matici. Samotná matrice, ale také tvoří materiál obsažený v průřezu výrobku. Napětí vychází ze zatěžující síly, resp. momentu a průřezové charakteristiky. Je-li průřez vyšší, napětí je nižší. Pokud bylo odsáto více pryskyřice, byl tento průřez zmenšen a při stejné síle bylo dané tělísko zatíženo vyšším napětím a prasklo tedy dříve. Při pohledu do *Tab. 7* až *Tab. 13* na hodnotu tloušťky zkušebních tělísek vidíme, že se tento rozměr v některých případech lišil až o téměř 15 %.

Nahlédnutím a porovnáním *Obr. 61* a *Obr. 46* (znázorňující modul pružnosti v ohybu) je možné vidět, že vytvrzovací cykly, které měly nižší modul pružnosti v ohybu (*V\_1*, *O\_2* a *O\_3*) mají lepší výsledky, co týče cyklického zatížení v ohybu. Tělíska vyrobená pomocí těchto vytvrzovacích cyklů měla současně největší tloušťku. Naopak nejméně zatěžujících cyklů vydržela tělíska vyrobená čtvrtou optimalizací vytvrzovacího cyklu, která si ve statických zkouškách vedla velmi dobře. Podobně, byť trochu lépe, odolávaly počtu zatěžujících cyklů i první, pátá a šestá optimalizace.

Je vhodné zmínit, že cyklické zatížení na cca 75 % meze pevnosti je poměrně vysoké a v praxi nejsou zpravidla výrobky na toto zatížení dimenzovány. Při takové výši zatížení se projev vad ve struktuře objeví dříve, než při nižším zatížení. Pravděpodobně i rozptyly

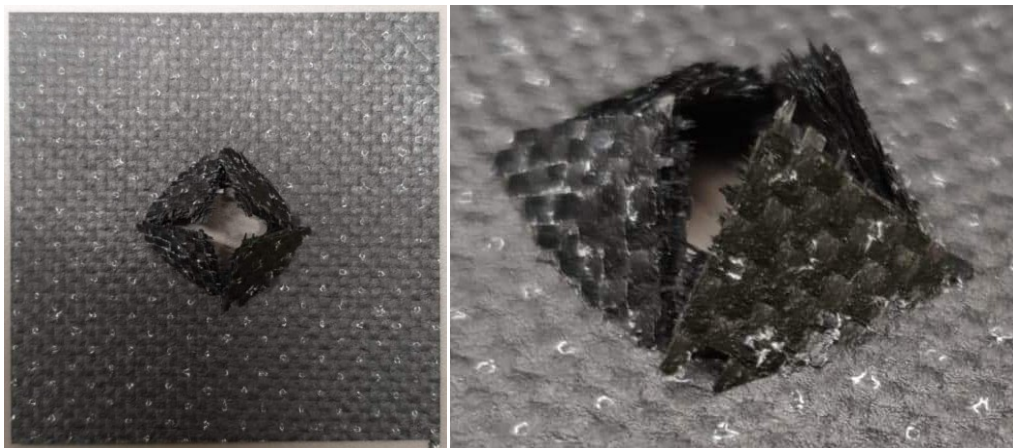
v počtu cyklů by nebyly tak vysoké. Pro porovnání únavových vlastností materiálů vytvrzených za různých podmínek toto měření bylo dostatečně vypovídající a potřebný přehled byl dosažen.



Obr. 62. Dotplotové diagramy znázorňující počet zatěžujících cyklů v ohybu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly

## 7.5 Instrumentovaná rázová zkouška padacím tloukem

Z vytvrzených desek byla vodním paprskem vyřezána tělíska o rozměrech 80 x 80 x 2 mm určena k porovnání rázového chování jednotlivých laminátů. Zkouška probíhala dle normy ČSN EN ISO 6603-2 [28] na zkušebním stroji Zwick HIT230F. Nosičem rázové energie byl tlouk o hmotnosti 23,77 kg s leštěnou půlkulovou plochou o průměru  $20,0 \pm 0,2$  mm. Podpěrný kroužek měl vnitřní průměr 40 mm a výšku 12 mm. Rychlost padajícího tlouku byla  $2,901 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Porušení zkušebního tělesa je patrné z Obr. 63.



Obr. 63. Porušené zkušební tělíčko po instrumentované rázové zkoušce padacím tlukem (vlevo – pohled shora, vpravo – detail porušení)

### 7.5.1 Vyhodnocení instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro jednotlivé vytvrzovací cykly

Tab. 29. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu

Vytvrzovací cyklus dle výrobce			
n = 5	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	7,36	1840,70	19,91
2	7,52	1938,75	20,01
3	7,36	1932,50	20,38
4	7,54	1910,53	20,99
5	7,13	1980,57	19,67
$\bar{x}$	7,38	1920,61	20,19
$s_{\bar{x}}$	0,16	51,36	0,51
$u_a$	0,07	22,97	0,23
$v_{\bar{x}}$ [ % ]	2,2	2,7	2,5

Dle naměřených hodnot u vytvrzovacího cyklu (Tab. 29) dle výrobce prepregu je odhad průměrného průhybu při průrazu  $7,38 \pm 0,16$  mm, odhad průměrné síly při průrazu  $1920,61 \pm 51,36$  N a odhad průměrné energie při průrazu  $20,19 \pm 0,51$  J.

*Tab. 30. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro první optimalizaci vytvrzovacího cyklu*

První optimalizace vytvrzovacího cyklu			
n = 5	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	7,65	1709,72	18,80
2	7,83	1745,22	18,96
3	7,53	1745,45	18,49
4	6,60	1677,92	15,65
5	7,03	1814,20	17,33
$\bar{x}$	7,33	1738,50	17,85
$s_{\bar{x}}$	0,50	50,80	1,38
$u_a$	0,23	22,72	0,62
$v_{\bar{x}}$ [ % ]	6,9	2,9	7,8

Z naměřených hodnot u první optimalizace vytvrzovacího cyklu (Tab. 30) plyne, že odhad průměrného průhybu při průrazu je  $7,33 \pm 0,50$  mm, odhad průměrné síly při průrazu činí  $1738,50 \pm 50,80$  N a odhad průměrné energie při průrazu je  $17,85 \pm 1,38$  J.

*Tab. 31. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro druhou optimalizaci vytvrzovacího cyklu*

Druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu			
n = 6	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	7,75	1997,32	21,70
2	7,10	2047,59	20,00
3	6,93	2042,33	19,88
4	8,24	1856,24	21,86
5	7,75	1803,28	19,34
6	7,96	1996,21	22,45
$\bar{x}$	7,62	1957,16	20,87
$s_{\bar{x}}$	0,51	102,40	1,28
$u_a$	0,21	41,81	0,52
$v_{\bar{x}}$ [ % ]	6,64	5,23	6,15

Na základě naměřených hodnot u druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu (*Tab. 31*) je odhad průměrného průhybu při průrazu  $7,62 \pm 0,51$  mm, odhad průměrné síly při průrazu  $1957,16 \pm 102,40$  N a odhad průměrné energie při průrazu  $20,87 \pm 1,28$  J.

*Tab. 32. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloučkem pro třetí optimalizaci vytvrzovacího cyklu*

Třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu			
n = 6	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	6,52	1976,86	18,28
2	8,39	1810,91	22,16
3	7,76	1853,44	19,81
4	7,11	1970,93	19,61
5	6,68	1927,25	18,01
6	6,08	2013,27	16,71
$\bar{x}$	7,09	1925,44	19,10
$s_{\bar{x}}$	0,85	78,40	1,88
$u_a$	0,35	32,01	0,77
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	12,05	4,07	9,85

Dle naměřených hodnot u třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu (*Tab. 32*) je odhad průměrného průhybu při průrazu  $7,09 \pm 0,85$  mm, odhad průměrné síly při průrazu  $1925,44 \pm 78,40$  N a odhad průměrné energie při průrazu  $19,10 \pm 1,88$  J.



Tab. 33. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro čtvrtou optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu			
n = 6	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	8,30	1821,95	20,46
2	7,82	1766,17	19,99
3	7,67	1830,52	19,60
4	7,59	1893,63	20,32
5	6,97	1785,45	17,74
6	8,08	1762,69	19,83
$\bar{x}$	7,74	1810,07	19,66
$s_{\bar{x}}$	0,46	49,64	0,99
$u_a$	0,19	20,26	0,40
$v_{\bar{x}}$ [ % ]	5,94	2,74	5,04

Z naměřených hodnot u čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu (Tab. 33) plyne, že odhad průměrného průhybu při průrazu činí  $7,74 \pm 0,46$  mm, odhad průměrné síly při průrazu je  $1810,07 \pm 49,64$  N a odhad průměrné energie při průrazu činí  $19,66 \pm 0,99$  J.

Tab. 34. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro pátou optimalizaci vytvrzovacího cyklu

Pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu			
n = 5	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	7,47	1886,59	19,69
2	7,11	1838,71	18,39
3	7,05	1768,98	17,57
4	7,55	1864,79	19,46
5	7,62	1757,78	19,44
$\bar{x}$	7,36	1823,37	18,91
$s_{\bar{x}}$	0,26	57,46	0,90
$u_a$	0,12	25,70	0,30
$v_{\bar{x}}$ [ % ]	3,6	3,2	4,8

Na základě naměřených hodnot u páte optimalizace vytvrzovacího cyklu (Tab. 34) je odhad průměrného průhybu při průrazu  $7,36 \pm 0,26$  mm, odhad průměrné síly při průrazu  $1823,37 \pm 57,46$  N a odhad průměrné energie při průrazu  $18,91 \pm 0,90$  J.

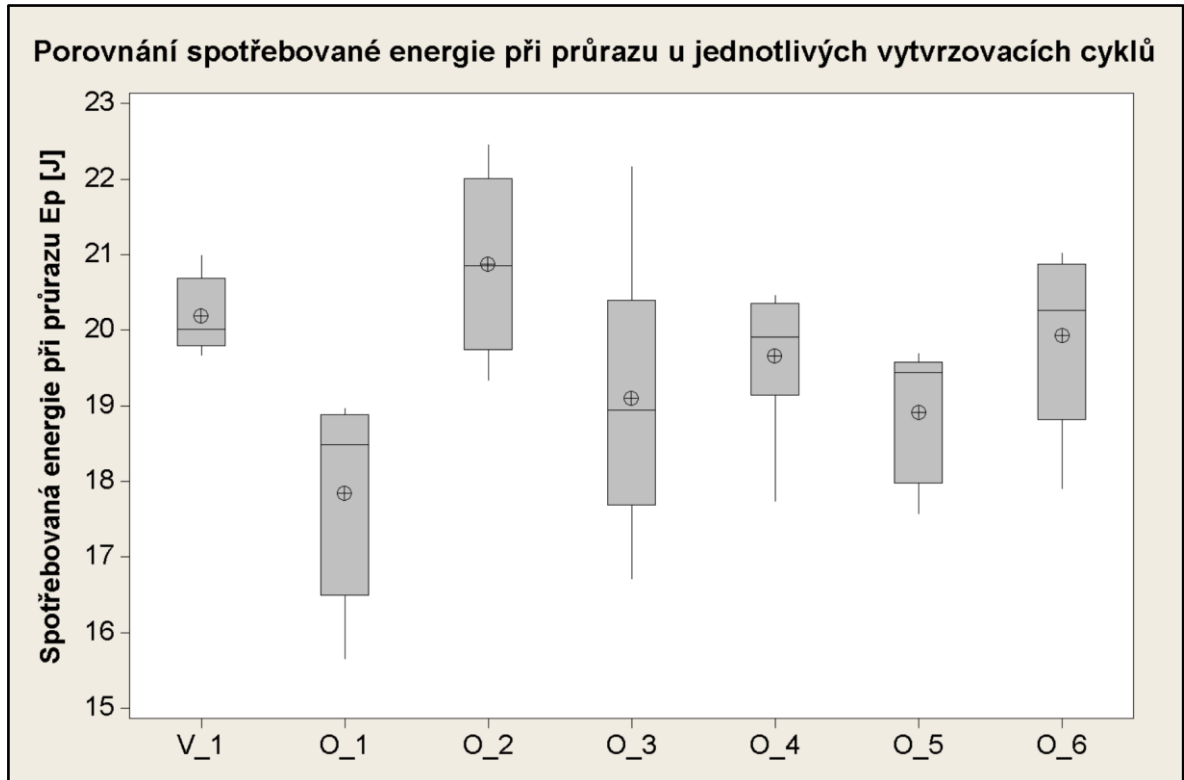
*Tab. 35. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro šestou optimalizaci vytvrzovacího cyklu*

Šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu			
n = 5	$l_p$	$F_p$	$E_p$
	[mm]	[N]	[J]
1	7,92	1826,49	20,73
2	6,73	1892,62	17,90
3	7,88	1864,83	21,02
4	7,54	1873,47	19,73
5	7,74	1807,94	20,26
$\bar{x}$	7,56	1853,07	19,93
$s_{\bar{x}}$	0,49	34,86	1,23
$u_a$	0,22	15,59	0,55
$v_{\bar{x}} [ \% ]$	6,5	1,9	6,2

Dle naměřených hodnot u šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu (Tab. 35) je odhad průměrného průhybu při průrazu  $7,56 \pm 0,49$  mm, odhad průměrné síly při průrazu  $1853,07 \pm 34,86$  N a odhad průměrné energie při průrazu  $19,93 \pm 1,23$  J.

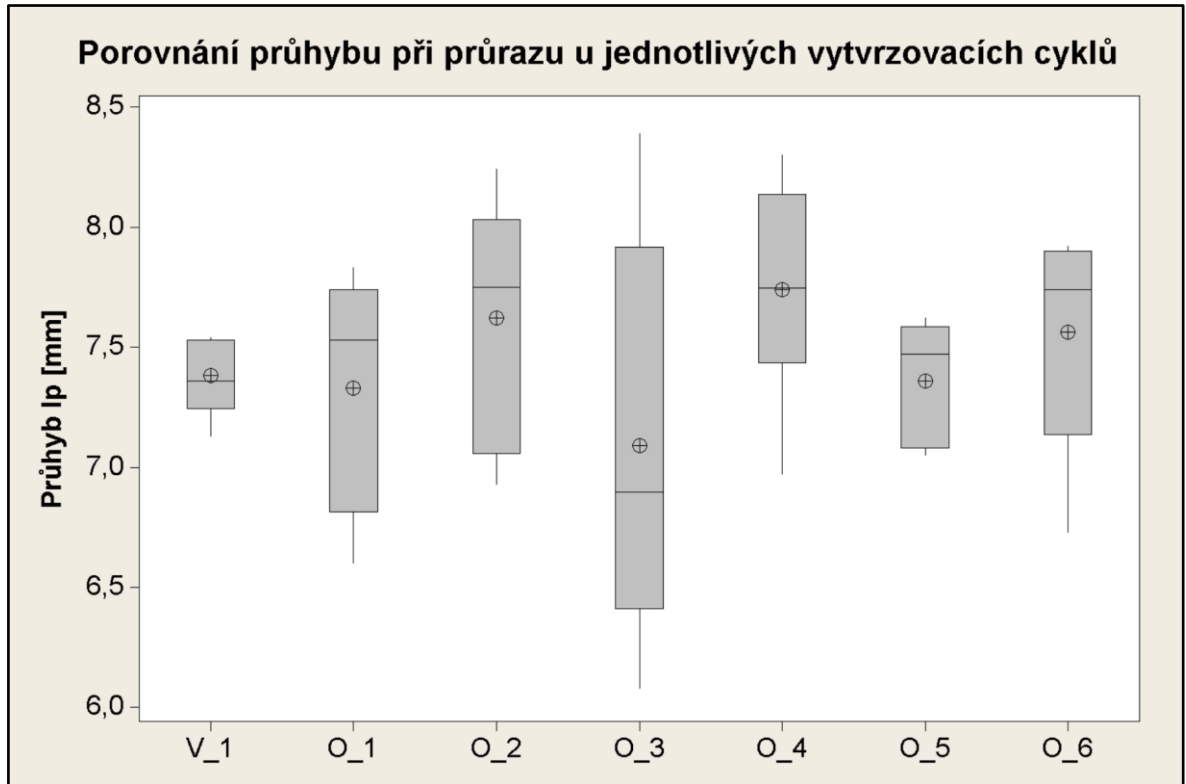
### 7.5.2 Porovnání vytvrzovacích cyklů na základě instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem

Na základě Obr. 64, Obr. 65 a Obr. 66 je možné vzájemně porovnat vytvrzovací cykly z hlediska míry spotřebované energie a průhybu při průrazu padacím tloukem. Pro přehlednost jsou výsledky graficky vyhodnoceny formou boxplotových diagramů, kde můžeme vidět rozdělení měřeného souboru na dílčí kvartily. Čarou uvnitř obdélníku je vyznačen medián a malou kružnicí se znaménkem plus uvnitř je vyznačen aritmetický průměr.



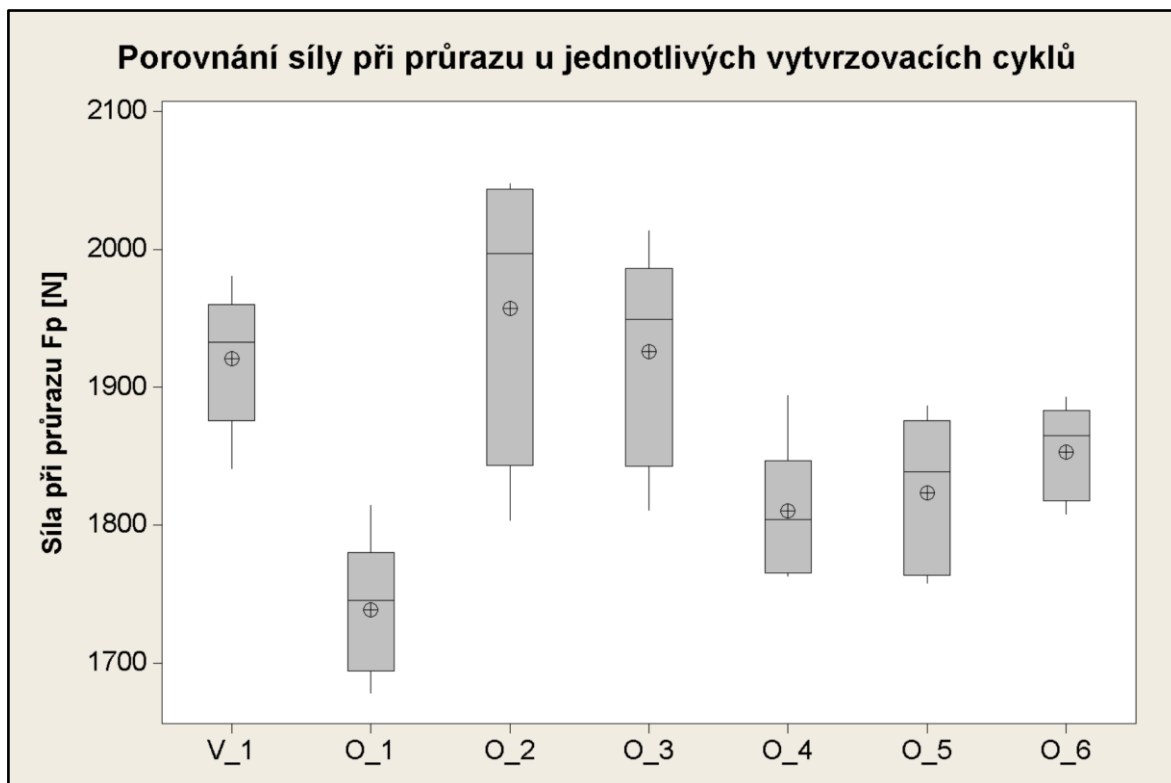
Obr. 64. Boxplotové diagramy znázorňující míru spotřebované energie při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů

Míra absorbované energie zkušebním tělesem vypovídá o jeho houževnatosti. Je možné konstatovat, že čím více energie bylo spotřebováno, tím je materiál vůči tomuto namáhání odolnější. Nejlepší výsledky prokázal soubor těles vyrobený pomocí druhé optimalizace, naopak ty nejhorší byly dosaženy první optimalizací vytvrzovacího cyklu. Velmi dobré výsledky byly dosaženy pomocí vytvrzovacího cyklu navrženého výrobcem prepregu, navíc naměřené hodnoty spotřebované energie při průrazu u tohoto souboru mají nejmenší rozptyl. Zbylé optimalizace mají o něco nižší míru spotřebované energie při průrazu než u vytvrzovacího cyklu dle výrobce prepregu.



Obr. 65. Boxplotové diagramy znázorňující průhyb při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů

Dle Obr. 65 je možné konstatovat, že průhyb při průrazu u vytvrzovacích cyklů se pohyboval od cca 6,0 mm do cca 8,5 mm. Největší rozptyl průhybu měl vytvrzovací cyklus O\_3 (třetí optimalizace). Nejmenší rozptyl měl vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu. Nejvyšších hodnot průhybu při průrazu dosáhly soubory druhé a čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu.



Obr. 66. Boxplotové diagramy znázorňující velikost síly při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů

Z Obr. 66 je pozorovatelné, jaká byla u jednotlivých zkoumaných souborů potřebná síla pro proražení padacím tloučkem. Nejmenší hodnoty síly při průrazu byly zaznamenány u souboru první optimalizace vytvrzovacího cyklu. Největší hodnoty síly při průrazu byly naměřeny u souboru druhé optimalizace. Větší hodnota síly při průrazu byla taky naměřena u souboru vyrobeného vytvrzovacím cyklem navrženým výrobcem a u třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu.

Srovnáme-li na základě provedených měření sílu, energii a průhyb při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů je možné říct, že nejlepší výsledky byly dosaženy u druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu a u vytvrzovacího cyklu navrženým výrobcem prepregu.

## 7.6 Diskuze výsledků mechanických zkoušek

Pro komplexní zhodnocení vlivu vytvrzovacího cyklu na mechanické vlastnosti kompozitního laminátu byly vybrány statické a dynamické zkoušky. Jmenovitě se jednalo o tyto: statická zkouška v ohybu, statická zkouška v tahu, rázová zkouška houževnatosti Charpy, rázová zkouška padacím tloučkem a únavová zkouška v cyklickém ohybu. Po provedení těchto zkoušek je možné vyrobené soubory rozdělit na ty které měly nejlepší výsledky ve

statických zkouškách a na ty, které měly nejlepší výsledky v dynamických zkouškách. Bylo očekáváno, že žádná z optimalizací nebude univerzální.

Co se týká statické zkoušky v ohybu a tahu, tak nejvyšší hodnoty modulu pružnosti v daném namáhání a pevnosti v daném namáhání měly vytvrzovací cykly: O\_1, O\_4, O\_5 a O\_6. Přičemž jako úplně nejlepší se ukázal vytvrzovací cyklus O\_1, těsně za ním vytvrzovací cyklus O\_4. Naopak nejnižší hodnoty modulů pružnosti a pevnosti v daných namáháních měly vytvrzovací cykly V\_1, O\_2 a O\_3. Jako úplně nejhorší vytvrzovací cyklus se ukázal cyklus O\_2.

Rázové zkoušky, metoda Charpy a padací tlouk ukazují, na jiné cykly jako na ty nejvhodnější. V případě metody Charpy se ukázal jako nejlepší vytvrzovací cyklus O\_4 a O\_5, nejhorší pak cyklus V\_1. Jako vhodný se neukázal ani cyklus O\_1, jehož měřený soubor měl velké rozptyly a obsahoval jak vysoké, tak nízké hodnoty rázové houževnatosti. Ze zkoušky padacím tloukem vychází nejlepší výsledky u vytvrzovacího cyklu V\_1 a O\_2, opačně jako u statických zkoušek v tahu a ohybu.

Posledním hodnotícím kritériem z hlediska mechanických vlastností byla únava v cyklickém ohybu. Zde si vedly nejlépe vytvrzovací cykly V\_1, O\_2 a O\_3, ostatní vytvrzovací cykly na tom byly hůře. Co ovšem bylo zajímavé, byly velikosti rozptylů v počtu cyklů do prasknutí. I když tyto cykly prokázaly ty nejvyšší hodnoty počtu cyklů, byly mezi nimi značné rozptyly. Za to mnohem menší rozptyly byly u ostatních vytvrzovacích cyklů.

Je možné říci, že po provedení všech vybraných mechanických zkoušek se napříč všemi cykly jeví jako optimální vytvrzovací cyklus O\_4. Obstál výborně ve statických zkouškách a také v rázové houževnatosti Charpy. Měl nadprůměrné výsledky v případě pohlcení energie při průrazu u rázové zkoušky padacím tloukem. V případě cyklického namáhání v ohybu obstál sice hůře, ale je možné kladně zhodnotit, že měl nejmenší rozptyly v počtu provedených cyklů do chvíle prasknutí. V rámci aplikace by pak bylo alespoň možné oproti jiným vytvrzovacím cyklům s větší jistotou zaručit, že daný produkt skutečně vydrží požadovaný počet zatěžovacích cyklů.

Numerické výsledky jsou jednoznačně kvantifikovaným výsledkem. Avšak je dobré zmínit, že v některých případech namáhání, zvláště v cyklickém ohybu, hrála významnou roli tloušťka vzorku. Optimalizací vytvrzovacích cyklů byl dosažen rozptyl tloušťky vzorků mezi jednotlivými vytvrzovacími cykly až 15 %. Tento rozptyl souvisí s množstvím odsáté pryskyřice a tím pádem maximalizováním zastoupení výztuže v kompozitu. V rámci apli-

kační sféry je toto možné zhodnotit jako velice pozitivní zjištění. V případech, kdy bude úkolem vyrobit produkt o dané tloušťce, je možné v rámci optimalizace vytvrzovacího cyklu navýšit počet vrstev v daném výrobku. Je zřejmé, že kdyby pak byly mechanicky testovány výrobky o stejné tloušťce, ale jiném počtu vrstev, byly by výsledky významněji rozdílné.

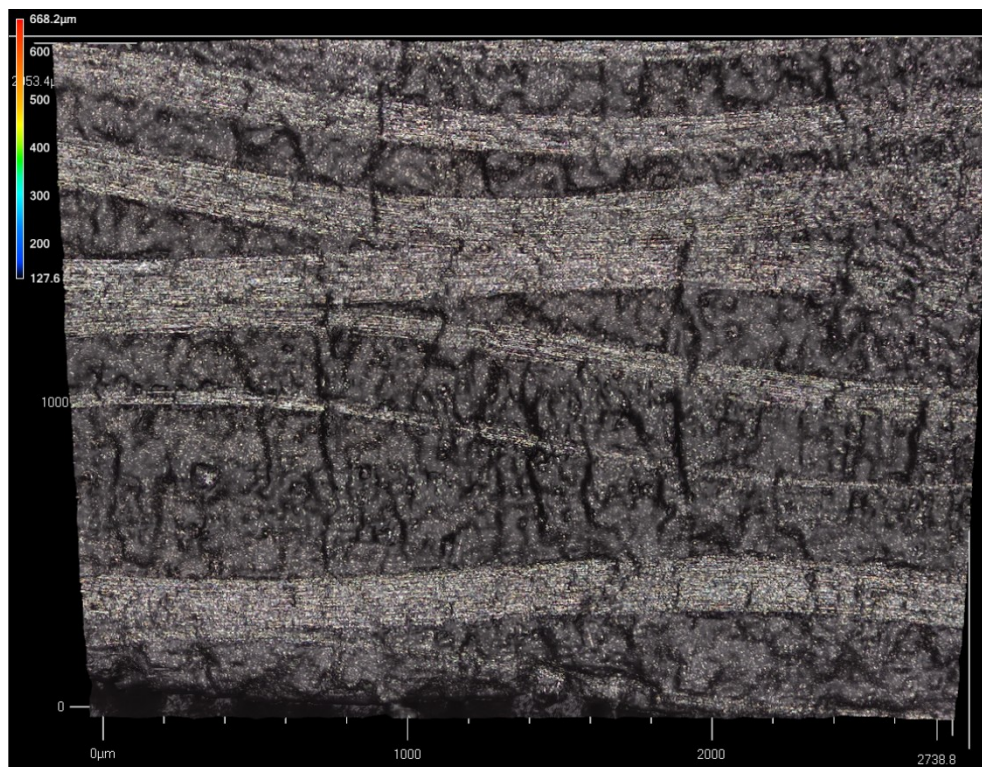
## 8 ZKOUMÁNÍ VNITŘNÍ STRUKTURY VYROBENÝCH LAMINÁTŮ

Pro ucelení získaných výsledků bylo provedeno zkoumání vnitřní struktury vyrobených laminátů. Byla vybrána metoda tzv. konfokální mikroskopie, pomocí které byly pozorovány všechny vytvrzené soubory. Další provedená metoda byla rentgenová mikrotomografie, tou bylo pozorováno pouze jedno tělísko z vytvrzovacího cyklu dle výrobce prepregu. Důvodem byla časová a finanční náročnost měření, které bylo prováděno externě.

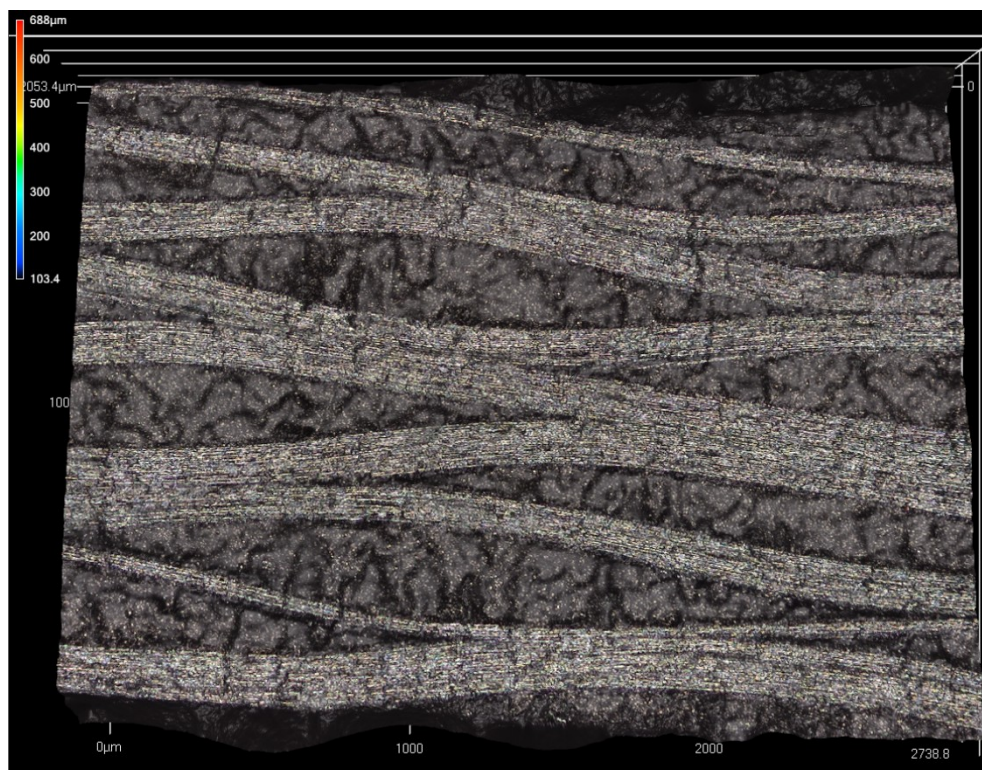
### 8.1 Konfokální mikroskopie vyrobených laminátů

Za účelem získání bližšího poznatku o vnitřní struktuře vyrobených laminátů bylo provedeno pozorování pomocí konfokálního mikroskopu Keyence VK1000. Pozorována byla náhodně vybraná místa po obvodu zkušebních tělísek, která byla vyřezána vodním paprskem. Pozorování bylo provedeno při přiblížení 5 x a 50 x (*Obr. 67 až Obr. 80*). U jednoho z tělísek, ze série třetí optimalizace, bylo nalezeno okem místo, kde byla vidět strukturální nehomogenita. Bylo zjištěno, že se jedná o vytržená vlákna (*Obr. 81*). Příčinou je mechanické dělení vodním paprskem. Na ostatních tělískách nebylo naznáno žádné podezření na vadu a tak byly jejich povrchy v řezu pozorovány náhodně.

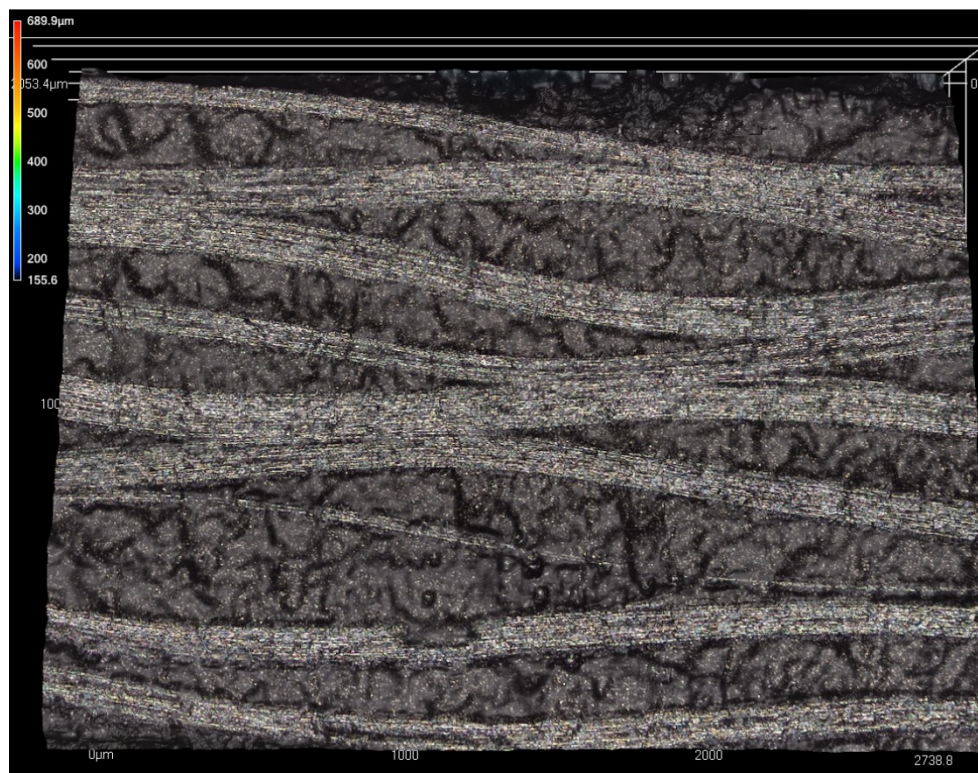




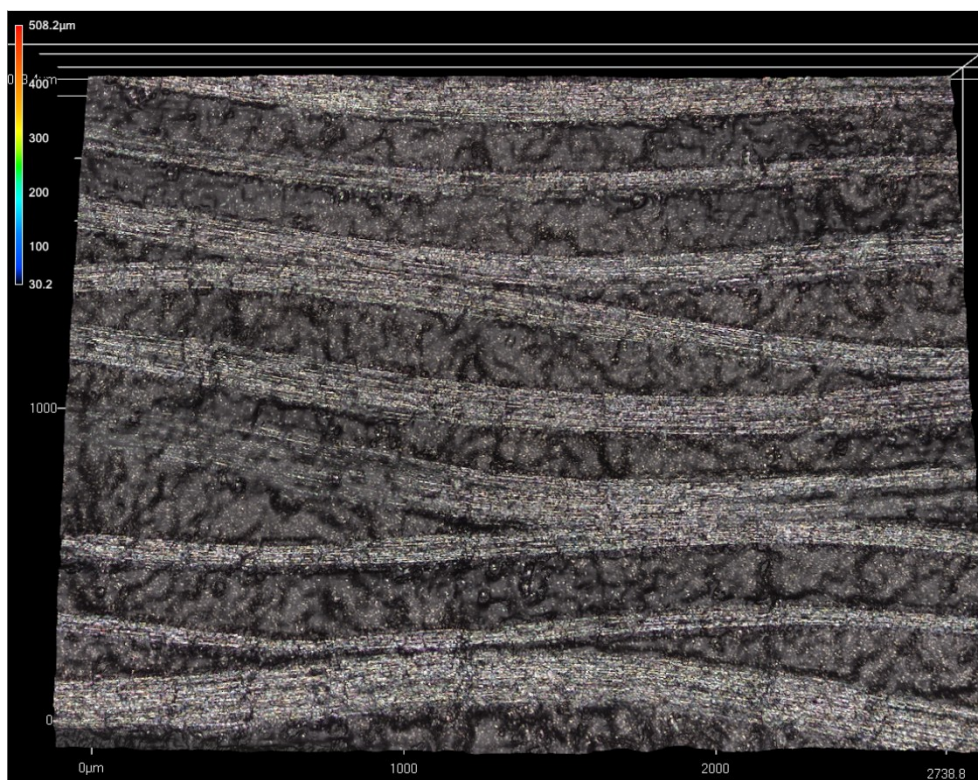
Obr. 67. Struktura tělíska vyrobeného dle vytvrzovacího cyklu nevrženého výrobcem prepregu, zvětšeno 5 x



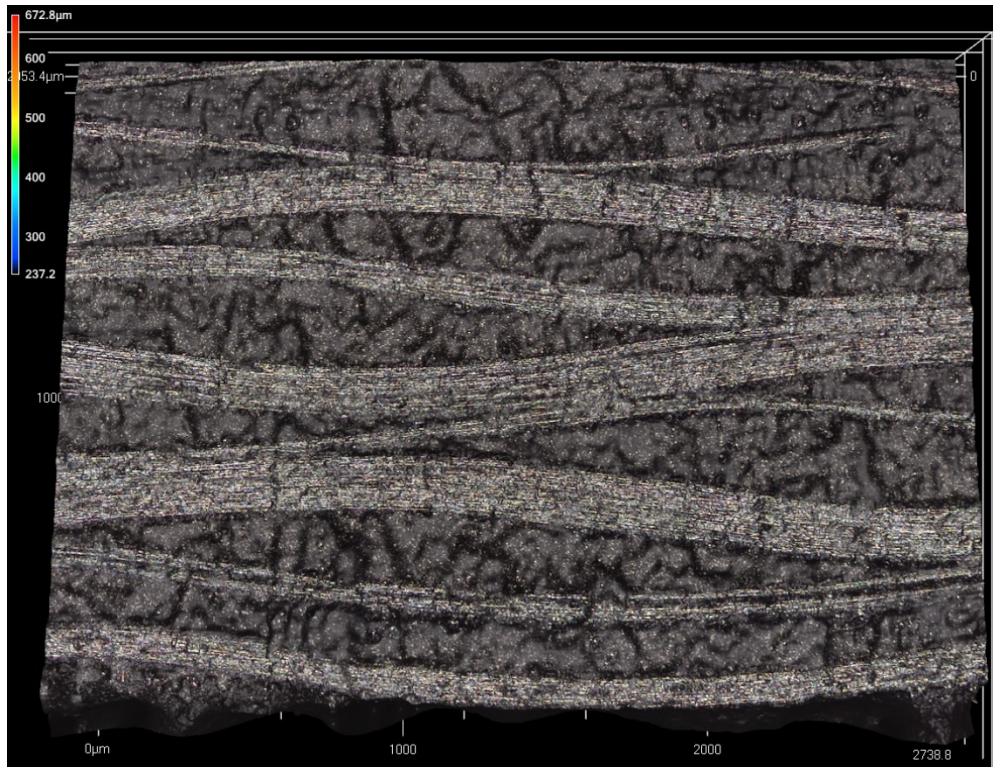
Obr. 68. Struktura tělíska vyrobeného pomocí první optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x



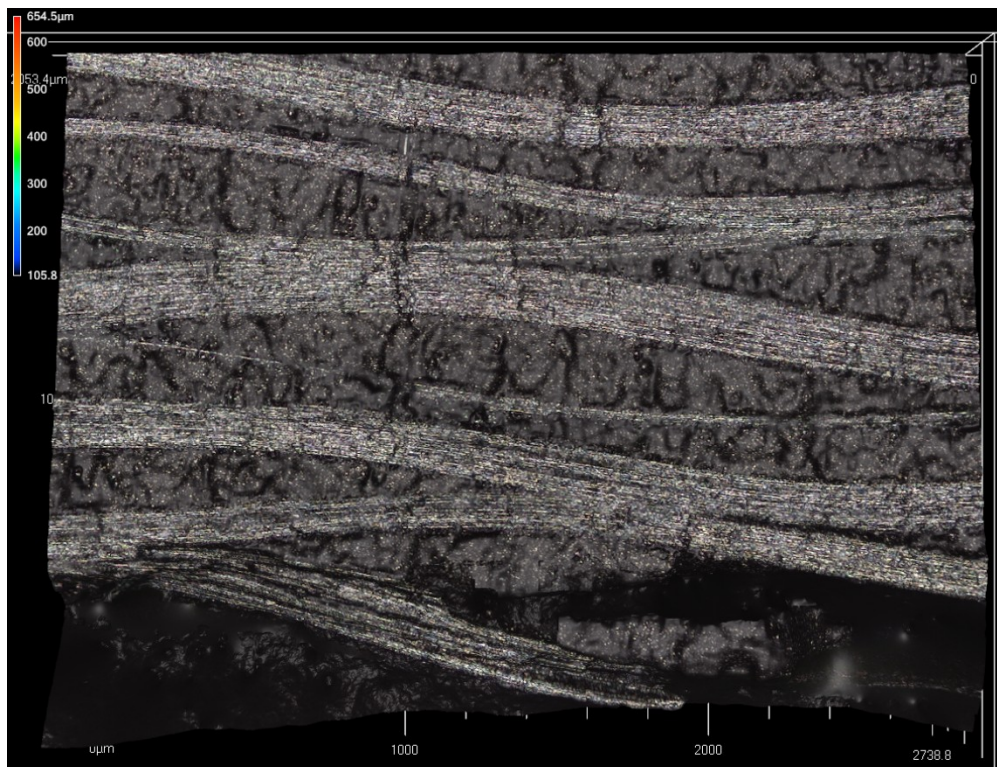
Obr. 69. Struktura tělíska vyrobeného pomocí druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x



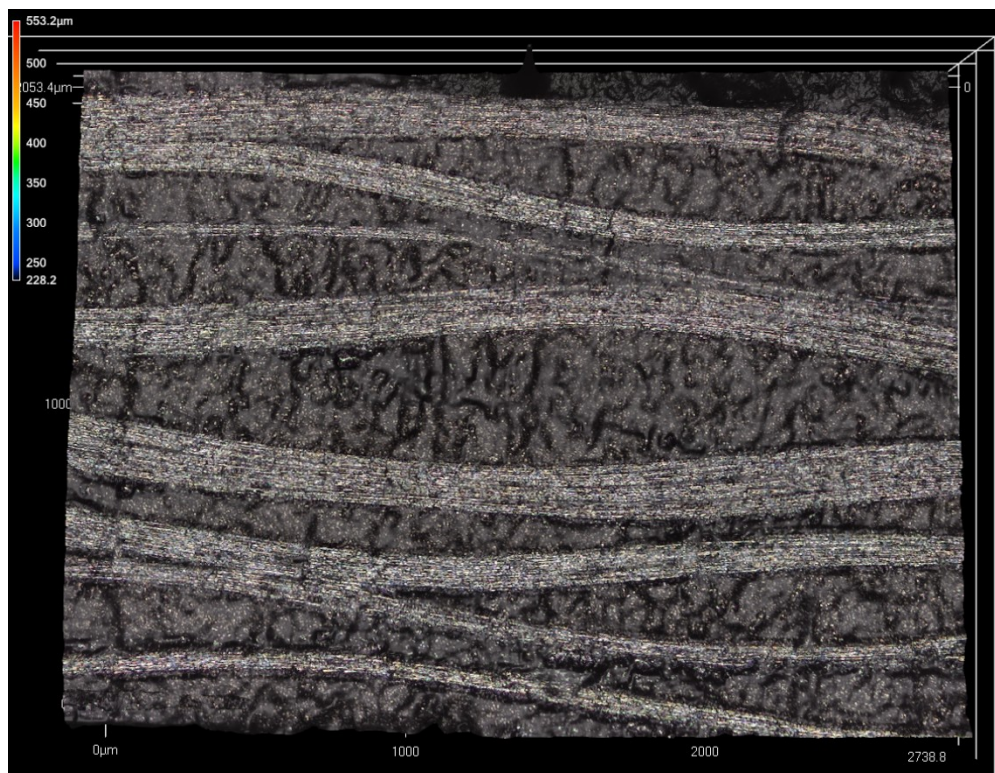
Obr. 70. Struktura tělíska vyrobeného pomocí třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x



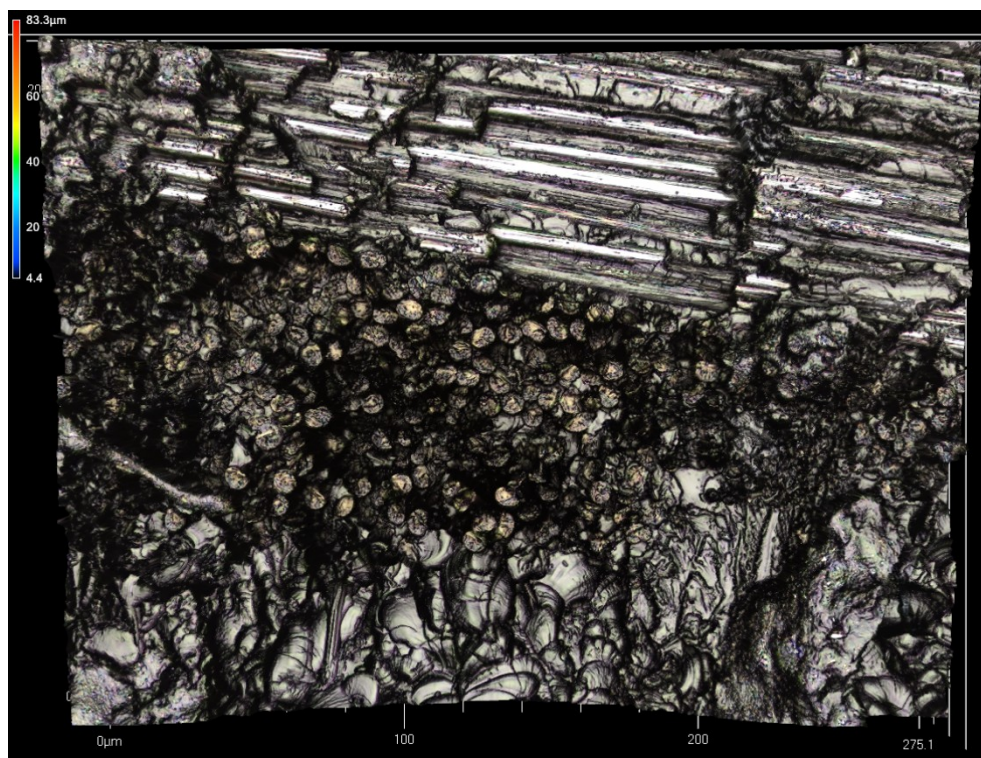
Obr. 71. Struktura tělíska vyrobeného pomocí čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x



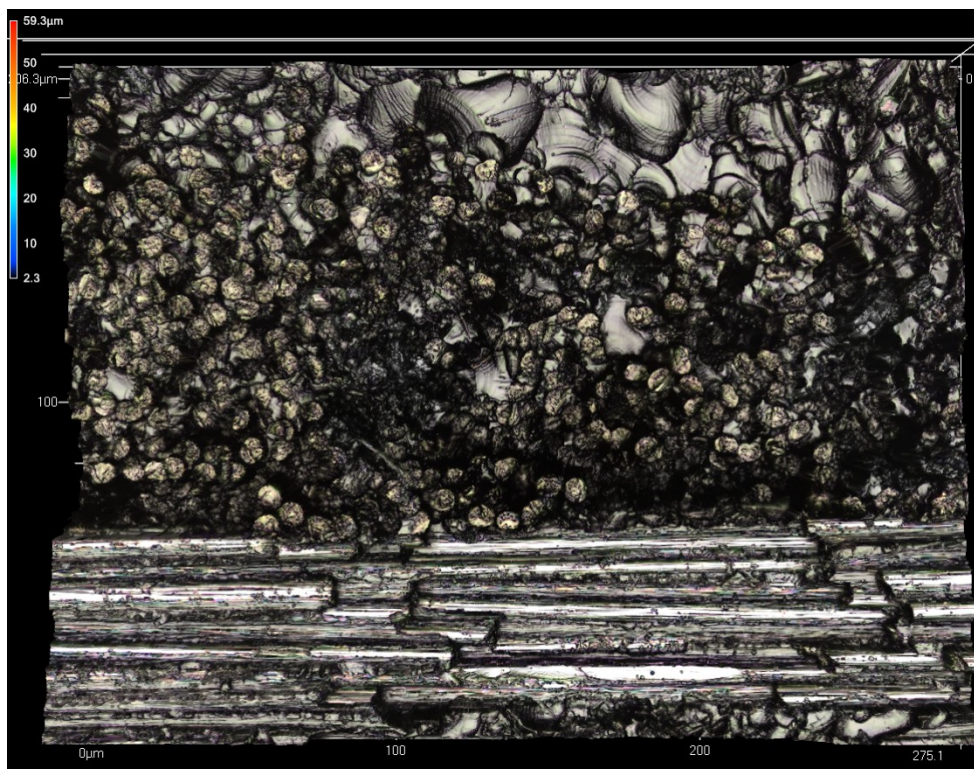
Obr. 72. Struktura tělíska vyrobeného pomocí páté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x



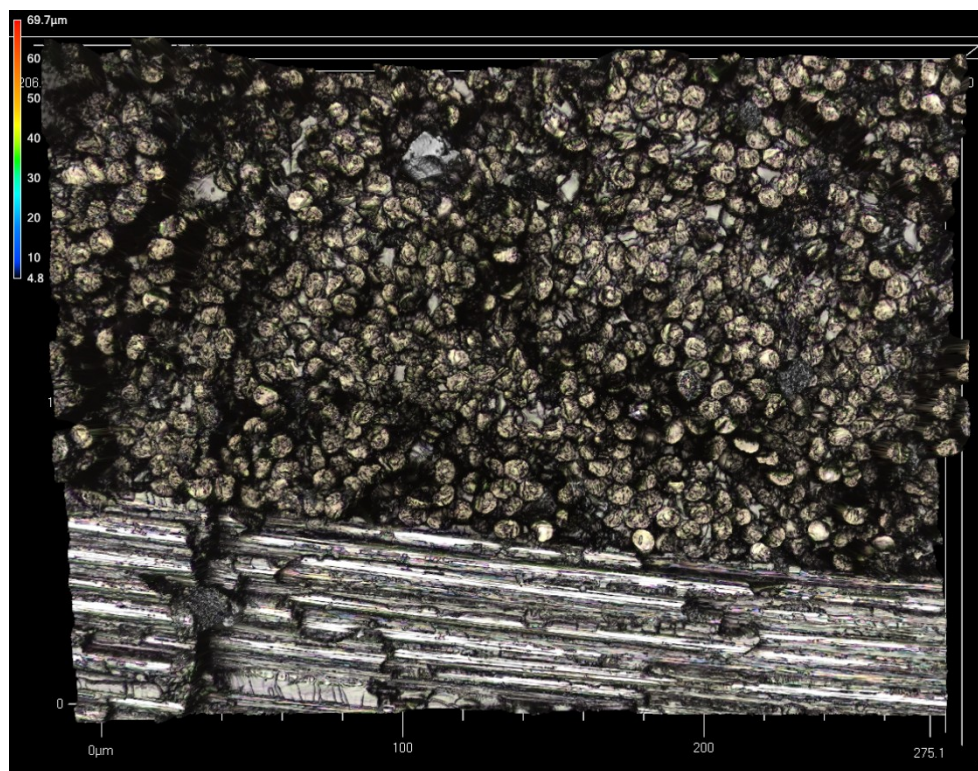
Obr. 73. Struktura tělíska vyrobeného pomocí šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x



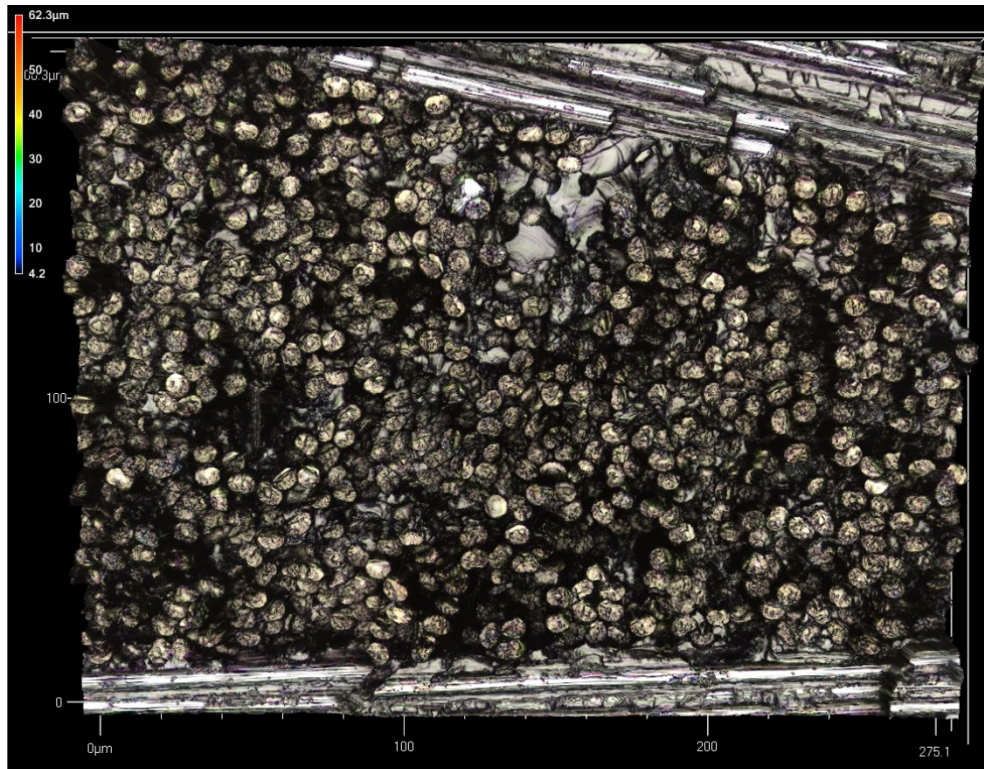
Obr. 74. Struktura tělíska vyrobeného dle vytvrzovacího cyklu nevrženého výrobcem prepregu, zvětšeno 50 x



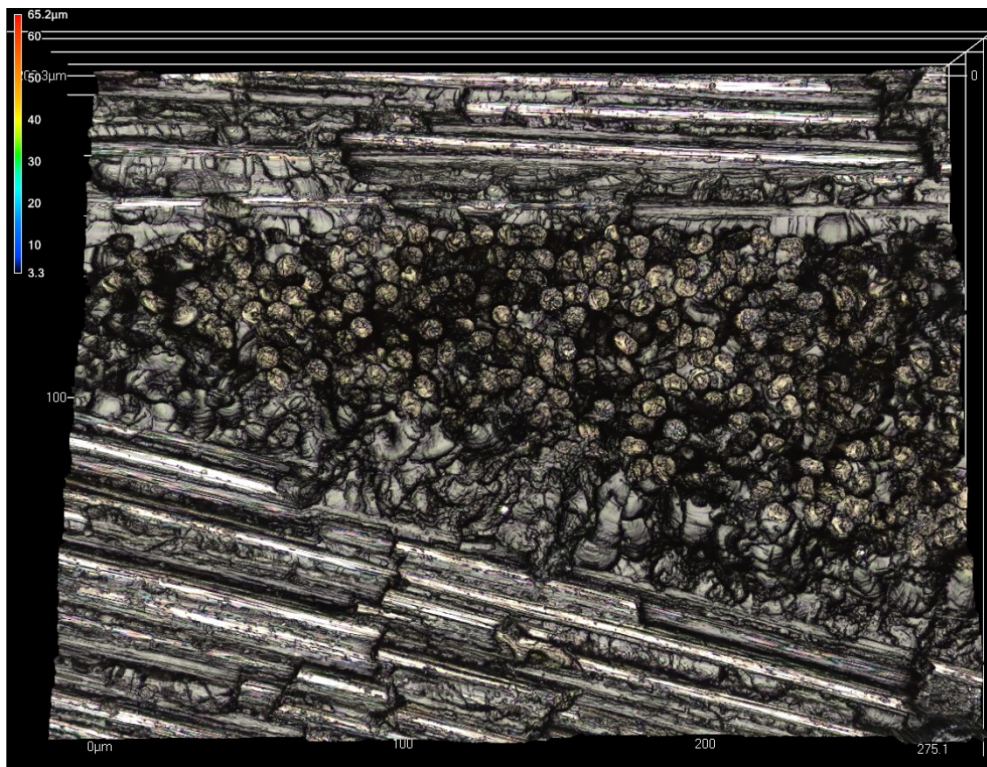
*Obr. 75. Struktura tělíska vyrobeného pomocí první optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x*



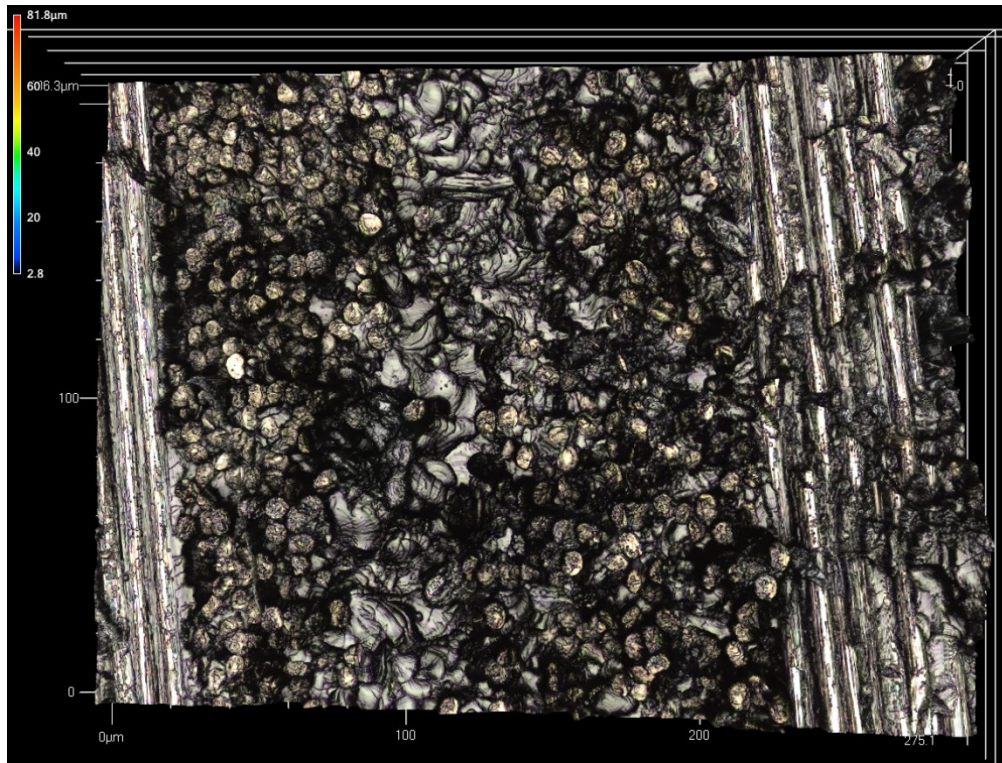
*Obr. 76. Struktura tělíska vyrobeného pomocí druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x*



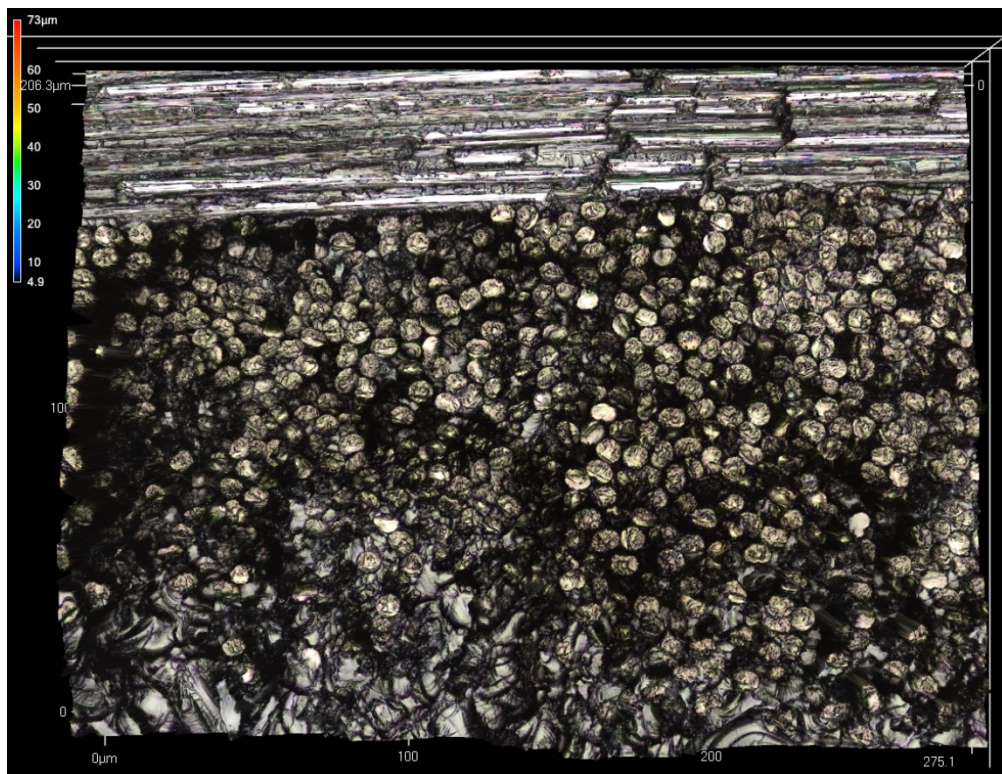
*Obr. 77. Struktura tělíska vyrobeného pomocí třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x*



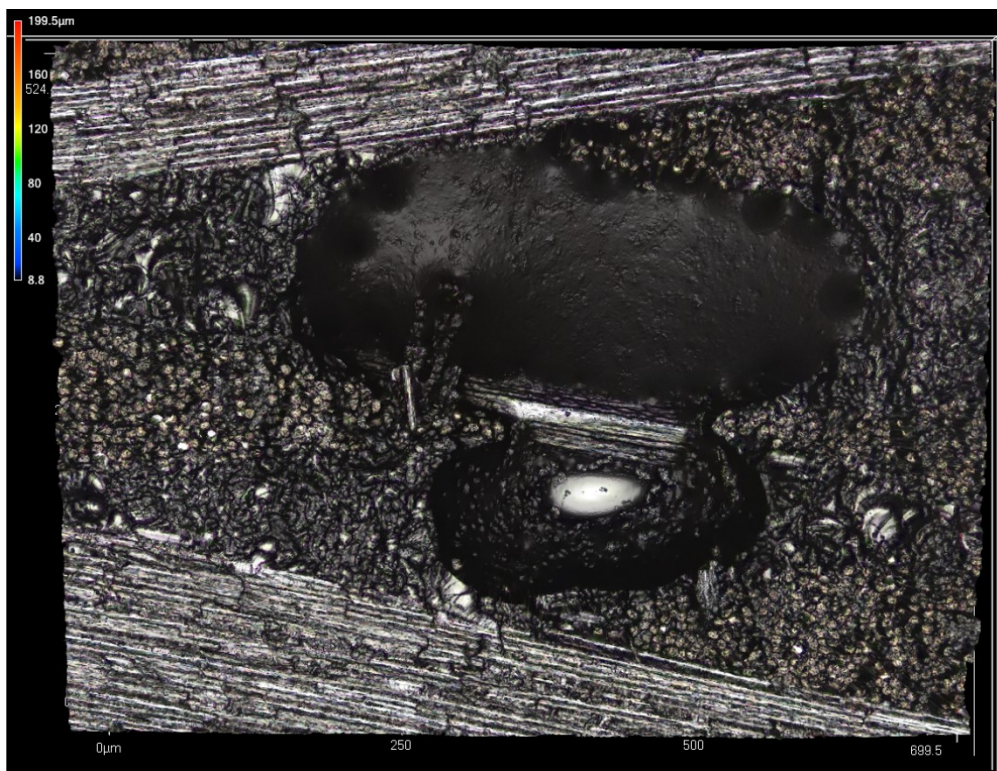
*Obr. 78. Struktura tělíska vyrobeného pomocí čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x*



Obr. 79. Struktura těliska vyrobeného pomocí páte optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x



Obr. 80. Struktura těliska vyrobeného pomocí šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x



*Obr. 81. Povrchová vada – vytržená vlákna u tělíska vyrobeného třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 20 x*

Ze získaných snímků při zvětšení 5 x je především patrné, jak jsou jednotlivé vrstvy poskládány a zvlněny. To je dáno jednak typem tkaní (plátnová vazba) a pak samotnými parametry technologie. Je známo, že pomocí vytvrzování v autoklávu je možné jednotlivé laminy velice dobře stlačit k sobě pomocí přtlaku a tím pádem zvlnění minimalizovat. Míra zvlnění vláken limituje mechanické vlastnosti.

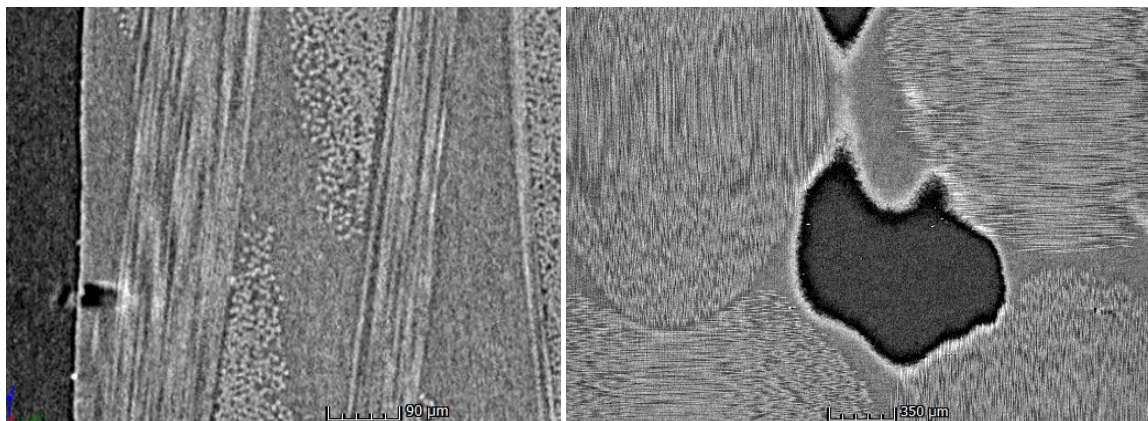
Snímky při zvětšení 50 x byly pořizovány z místa rozhraní příčných a podélných vláken. Pozorovat je možné, že někde je více spojitě fáze matrice, někde méně. Nejvíce jí je v místech rozhraní.

Z pořizovaných snímků nejsou patrné žádné výrazné strukturální odlišnosti. Snímky byly pořizeny pouze za účelem pochopení a nahlédnutí do vnitřní struktury, nikoli za účelem porovnání jednotlivých vytvrzovacích cyklů.

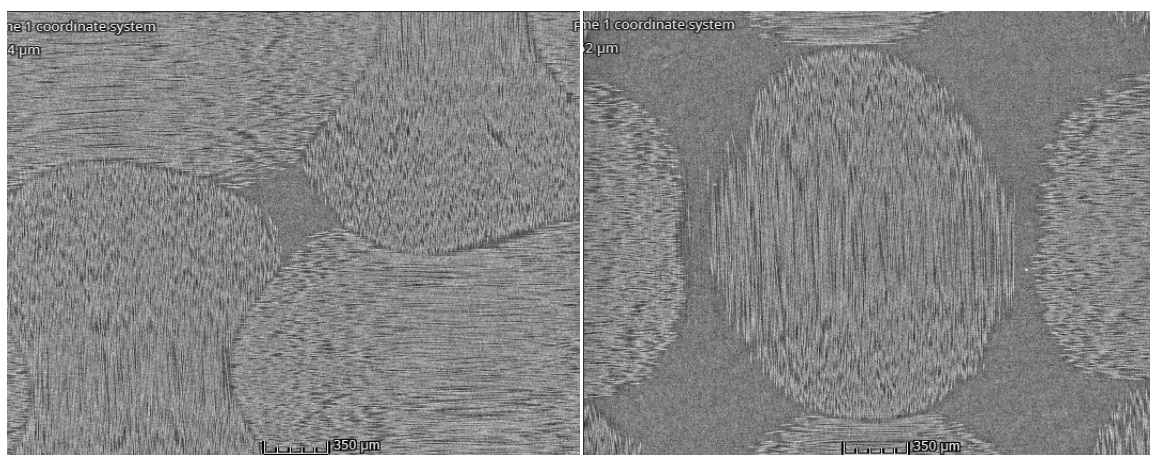


## 8.2 Rentgenová mikrotomografie laminátu vyrobeného dle vytvrzovacího cyklu navrženého výrobcem prepregu

Tato metoda umožňuje analyzovat vnitřní strukturu laminátu, aniž by došlo k jakémukoli porušení materiálu. Po skenování s přesností 2,5 voxel byla provedena analýza vnitřních pórů. U vybraného pozorovaného tělíska byla nalezena pouze jediná vada, viz *Obr. 82* (pór – dutina) a to poměrně ve značné blízkosti k povrchu vzorku.



*Obr. 82. Nalezená dutina uvnitř výrobku vyrobeného pomocí vytvrzovacího cyklu dle výrobce prepregu (vlevo – z boku, vpravo – čelně)*



*Obr. 83. Pohled do různých míst uvnitř laminátu vyrobeného vytvrzovacím cyklem dle výrobce prepregu (vlevo – vzájemně stlačená vlákna, vpravo – volně uložená vlákna)*

Pomocí rentgenové mikroskopie bylo realizováno jedno pozorování s analýzou pórů zkušebního tělíska vyrobeného vytvrzovacím cyklem dle výrobce prepregu. Na základě tohoto pozorování byla odhalena jedna vnitřní vada a byly získány pohledy do vnitřní struktury. V pohledech (*Obr. 83*) jde vidět, jak jsou jednotlivá vlákna uložena v matrici v různých místech laminátu.

## ZÁVĚR

V teoretické části diplomové práce byl popsán proces vytvrzování kompozitů a metody ověření stupně jejich vytvrzení. Dále jsou zde popsány prepregy a jejich užité charakteristické vlastnosti. V práci je uvedena kapitola popisující reaktoplasty používané pro prepregové aplikace. Na tuto část navazuje text o vytvrzování kompozitů v autoklávu, v němž je popsána stavba autoklávu pro vytvrzování kompozitů. Další kapitola pojednává o řízení procesu vytvrzování v autoklávu a popisu nezbytných technologických zásad směřující k správnému nastavení vytvrzovacího cyklu. Do práce jsou zakomponovány kapitoly, které se opírají o současnou problematiku optimalizace vytvrzovacího procesu v autoklávu. V závěru teoretické části jsou zmíněny konstrukční a technologické požadavky na formy pro vytvrzování kompozitů v autoklávu, a to s ohledem na výsledné vlastnosti vyráběných dílců a řízení vytvrzovacího procesu.

Na základě teoretické části byly v praktické části vyrobeny laminární kompozity. Byl kompletně popsán postup výroby od přípravy formy po vyjmutí vytvrzených desek z formy. Referenční vytvrzovací cyklus byl nastaven dle výrobce prepregu. Od něj byly odvozeny optimalizované vytvrzovací cykly, jejichž technologické parametry byly voleny s ohledem na materiálové vlastnosti použité pryskyřice a na vytvořenou teoretickou studii. Ta se názorově rozcházela v rámci nastavení přetlaku v počátku vytvrzovacího cyklu, fázi ohřevu a případné první teplotní výdrže. Některé zdroje uvádějí, že je vhodné nastavit přetlak na cca 80 % maxima, v jiných studiích je přetlak v této fázi nulový. Proto se v této části procesu vzájemně lišily jednotlivé optimalizace vytvrzovacích cyklů. Na základě provedených statických i dynamických mechanických zkoušek byl vybrán optimální vytvrzovací cyklus O\_4, jež měl přetlak 1 bar během první fáze ohřevu a výdrže (cca 17 % max. přetlaku). Poslední kapitola práce je věnována pozorování vnitřní struktury vytvrzených kompozitů. Jejím účelem je ucelit poznání o vyrobených laminátech.

Zásadní bylo zjištění, že již při první optimalizaci se podařilo prodloužit zpracovatelskou oblast použité pryskyřice. Při odformování bylo patrné významné prosycení odsávací rohože. Z toho plyne, že byl navýšen poměr výztuže vůči matici (aniž by vznikla suchá místa), což zvyšuje mechanické vlastnosti materiálu. S tím je spojené i to, že ze stejného počtu vrstev byly vyráběny rozdílně silné desky, jejichž tloušťka se lišila i o téměř 15 %. To může v praxi znamenat možnost navýšení počtu vrstev při zachování stejné tloušťky výrobku, což povede ke zvýšení mechanických vlastností.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

[1] STRONG, A. Brent. *Fundamentals of composites manufacturing: materials, methods and applications* [online]. 2nd ed. Dearborn, Mich.: Society of Manufacturing Engineers, 2008 [cit. 2020-10-30]. ISBN 0872638545. Dostupné z: [https://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=aCm9yvodiJcC&oi=fnd&pg=PR11&ots=qgenF35R8k&sig=3nEfcv79d5Z\\_R0iv-sEnv2A9qrk&redir\\_esc=y#v=onepage&q&f=false](https://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=aCm9yvodiJcC&oi=fnd&pg=PR11&ots=qgenF35R8k&sig=3nEfcv79d5Z_R0iv-sEnv2A9qrk&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false)

[2] LENGSELD, Hauke. *Composite technology: prepregs and monolithic part fabrication technologies* [online]. Cincinnati: Hanser Publications, 2016 [cit. 2020-10-30]. ISBN 978-1-56990-599-9.

Dostupné z:

[https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpEGAFRE03/viewerType:toc//root\\_slug:composite-technology/url\\_slug:autoclave-curing](https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpEGAFRE03/viewerType:toc//root_slug:composite-technology/url_slug:autoclave-curing)

[3] ABRAHAM, D., S. MATTHEWS a R. MCILHAGGER. A comparison of physical properties of glass fibre epoxy composites produced by wet lay-up with autoclave consolidation and resin transfer moulding. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* [online]. 1998, 29(7), 795-801 [cit. 2020-10-30]. ISSN 1359835X. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-835X(98)00055-4

[4] CAMPBELL, F. C. *Manufacturing technology for aerospace structural materials* [online]. Boston: Elsevier, 2006 [cit. 2020-10-30]. ISBN 978-1-85-617495-4.

Dostupné z:

[https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMTASM00V/viewerType:toc//root\\_slug:manufacturing-technology/url\\_slug:curing](https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMTASM00V/viewerType:toc//root_slug:manufacturing-technology/url_slug:curing)

[5] NIU, Michael Chun-Yung. *Airframe structural design* [online]. 2nd ed. Hong Kong: Hong Kong Conmilit Press Ltd., 1999 [cit. 2020-10-30]. ISBN 978-962-7128-09-0.

Dostupné z:

[https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpASDPDID1/viewerType:toc//root\\_slug:airframe-structural-design/url\\_slug:quality-assurance-qa](https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpASDPDID1/viewerType:toc//root_slug:airframe-structural-design/url_slug:quality-assurance-qa)

[6] LIPTÁKOVÁ, T.: *Polymérne konštrukčné materiály*. University of Žilina, Žilina, 189 s, 2012, ISBN 978-80-554-0505-6.

[7] KORŮNEK, Zdeněk. *Matrice. Kompozity* [online]. © 2016 [cit. 2020-10-30]. Dostupné z: <https://kompozity.webnode.cz/>

[8] UM, Moon-Kwang, Isaac M DANIEL a Byung-Sun HWANG. A study of cure kinetics by the use of dynamic differential scanning calorimetry. *Composites Science and Technology* [online]. 2002, 62(1), 29-40 [cit. 2020-10-30]. ISSN 02663538. Dostupné z: doi:10.1016/S0266-3538(01)00188-9

[9] HÖHNE, G., W. HEMMINGER a H.-J. FLAMMERSHEIM. *Differential scanning calorimetry: an introduction for practitioners* [online]. 2nd rev. and enl. ed. New York: Springer, c2013 [cit. 2020-10-30]. ISBN 978-3-540-00467-7.

Dostupné z:

htt-

[ps://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=0mzmCAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA1&dq=H%C3%88HNE,+G.,+W.+HEMMINGER+a+H.-J+FLAMMERSHEIM.+Differential+scanning+calorimetry:+an+introduction+for+practitioners.#v=onepage&q=H%C3%88HNE%20G.%20W.%20HEMMINGER%20a%20H.-J%20FLAMMERSHEIM.%20Differential%20scanning%20calorimetry%3A%20an%20introduction%20for%20practitioners.&f=false](https://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=0mzmCAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA1&dq=H%C3%88HNE,+G.,+W.+HEMMINGER+a+H.-J+FLAMMERSHEIM.+Differential+scanning+calorimetry:+an+introduction+for+practitioners.#v=onepage&q=H%C3%88HNE%20G.%20W.%20HEMMINGER%20a%20H.-J%20FLAMMERSHEIM.%20Differential%20scanning%20calorimetry%3A%20an%20introduction%20for%20practitioners.&f=false)

[10] BROWN, Michael E. *Introduction to thermal analysis: techniques and applications* [online]. 2nd ed. Dodrecht: Kluwer Academic Publishers, 2004 [cit. 2020-10-30]. ISBN 978-0-306-48404-9.

Dostupné z:

htt-

[ps://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=plDCYVQBQ4C&oi=fnd&pg=PR9&dq=BROWN,+Michael+E.+Introduction+to+thermal+analysis:+techniques+and+applications.+2nd+&ots=q7yrx4S44R&sig=Jk3JO5b9rUVLykyEtwSy\\_TV1vXk&redir\\_esc=y#v=onepage&q=BROWN%20Michael%20E.%20Introduction%20to%20thermal%20analysis%3A%20techniques%20and%20applications.%202nd&f=false](https://books.google.cz/books?hl=cs&lr=&id=plDCYVQBQ4C&oi=fnd&pg=PR9&dq=BROWN,+Michael+E.+Introduction+to+thermal+analysis:+techniques+and+applications.+2nd+&ots=q7yrx4S44R&sig=Jk3JO5b9rUVLykyEtwSy_TV1vXk&redir_esc=y#v=onepage&q=BROWN%20Michael%20E.%20Introduction%20to%20thermal%20analysis%3A%20techniques%20and%20applications.%202nd&f=false)

[11] KARVANIS, Konstantinos, Soňa RUSNÁKOVÁ, Ondřej KREJČÍ a Milan ŽALUDEK. Preparation, thermal analysis, and mechanical properties of basalt fiber/epoxy

composites. *Polymers* [online]. 2020, vol. 12, iss. 8 [cit. 2020-10-30]. ISSN 2073-4360. Dostupné z: <https://www.mdpi.com/2073-4360/12/8/1785>.

[12] AMUTHAKKANNAN, P.; MANIKANDAN, V. Free vibration and dynamic mechanical properties of basalt fiber reinforced polymer composites. *Indian J. Eng. Mater. Sci* [online]. 2018, **25**, 265–270 [cit. 2020-10-30].

Dostupné z: <http://nopr.niscair.res.in/handle/123456789/44932>

[13] ÚSTAV POLYMERŮ, VŠCHT PRAHA. *Přístroje pro stanovení fyzikálně-mechanických vlastností polymerních materiálů* [online]. 10. 12. 2014 [cit. 2020-10-30].

Dostupné z: <https://pol.vscht.cz/vyzkum/vybaveni/mechanicke>

[14] EHRENSTEIN, Gottfried W., RIENDEL G., TRAWIEL P., *Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen* [online]. München: Hanser, c2003 [cit. 2020-10-30]. ISBN 9783446223400.

Dostupné z: <https://books.google.cz/books?id=xythvkmwJxIC>

[15] DETIGER, Suzanne E.L., Roel J.W. HOOGENDOORN, Albert J. VAN DER VEEN, Barend J. VAN ROYEN, Marco N. HELDER, Gijsje H. KOENDERINK a Theo H. SMIT. Biomechanical and rheological characterization of mild intervertebral disc degeneration in a large animal model. *Journal of Orthopaedic Research* [online]. 2013, **31**(5), 703-709 [cit. 2020-10-30]. ISSN 07360266.

Dostupné z: doi:10.1002/jor.22296

[16] NELE, Luigi, Alessandra CAGGIANO a Roberto TETI. Autoclave Cycle Optimization for High Performance Composite Parts Manufacturing. *Procedia CIRP* [online]. 2016, **57**, 241-246 [cit. 2020-10-30]. ISSN 22128271.

Dostupné z: doi:10.1016/j.procir.2016.11.042

[17] HERNANDEZ, S., F. SKET, C. GONZÁLEZ a J. LLORCA. Optimization of curing cycle in carbon fiber-reinforced laminates: Void distribution and mechanical properties. *Composites Science and Technology* [online]. 2013, (85), 73-82 [cit. 2020-11-02].

Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2013.06.005>

[18] LIU, Ling, Bo-Ming ZHANG, Dian-Fu WANG a Zhan-Jun WU. Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates. *Composite Structures*. 2006, (73), 303-309.

Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2005.02.001>

[19] EHRENSTEIN, Gottfried W. *Polymerní kompozitní materiály*. V ČR 1. vyd. Praha: Scientia, 2009. ISBN 978-80-86960-29-6.

[20] BARBERO, E. J.: *Introduction to composite materials design*, Third edition, 2018, CRC Press, Taylor & Francis Group, ISBN-13: 978-1138196803.

[21] Hexcel., *HexPly® Prepreg Technology* [online]. ©2020 Hexcel Corporation [cit. 2020-11-9]. Dostupné z: [https://www.hexcel.com/user\\_area/content\\_media/raw/Prepreg\\_Technology.pdf](https://www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/Prepreg_Technology.pdf)

[22] Panini S.r.l., *Uživatelský návod: Autokláv Formula 1, Autokláv pro polymerizaci kompozitních materiálů*, 2014

[23] Impregnatex compositi S.r.l., *IMP 503Z Matrix product data*, 2015

[24] G. Angeloni S.r.l., *GG 204 P Woven fabric data sheet*, 2012

[25] ČSN EN ISO 14125, *Vlákny vyztužené plastové kompozity – Stanovení ohybových vlastností*, Český normalizační institut, 1999

[26] ČSN EN ISO 527-4, *Plasty – Stanovení tahových vlastností – Část 4: Zkušební podmínky pro izotropní a ortotropní plastové kompozity vyztužené vlákny*, Český normalizační institut, 1998

[27] ČSN EN ISO 179, *Plasty – Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy*, Český normalizační institut, 1998

[28] ČSN EN ISO 6603-2, *Plasty – Stanovení chování tuhých plastů při vícetahovém namáhání – Část 2: Instrumentovaná rázová zkouška*, Český normalizační institut, 2001

[29] KHAN, Laraib A., Ayesha KAUSAR a Richard J. DAY. Aerospace composite cured by quickstep and autoclave processing techniques: Evaluation and comparison of reaction progress. *Aerospace Science and Technology* [online]. 2017 [cit. 2021-03-22]. ISSN 12709638. Dostupné z: [doi:10.1016/j.ast.2017.02.014](https://doi.org/10.1016/j.ast.2017.02.014)

[30] DE ANDRADE RAPONI, Olivia, Lorena Cristina Miranda BARBOSA, José Everardo Baldo JUNIOR, Antonio Carlos Ancelotti JUNIOR a Alessandro GUIMARÃES. Effects of the exposition of an autoclave prepreg to the processing environment on its properties, curing cycle and final composite behavior. *The International Journal of Advanced*

*Manufacturing Technology* [online]. 2020 [cit. 2021-04-12]. ISSN 0268-3768. Dostupné z: doi:10.1007/s00170-020-05022-5

[31] CAMPBELL, F.C. *Manufacturing processes for advanced composites*. Oxford: Elsevier, 2004. ISBN 978-1-85617-415-2. Dostupné z:

[https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMPAC0002/viewerType:toc//root\\_slug:manufacturing-processes/url\\_slug:manufacturing-processes?b-q=Campbell%20-%20Manufacturing%20Processes%20for%20Advanced%20Composites](https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMPAC0002/viewerType:toc//root_slug:manufacturing-processes/url_slug:manufacturing-processes?b-q=Campbell%20-%20Manufacturing%20Processes%20for%20Advanced%20Composites)

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

ČSN	Česká technická norma
EN	Evropská norma
ISO	Mezinárodní norma
ASTM	Americká společnost pro zkoušení a materiály
UD	jednosměrné
DSC	diferenciální skenovací kalorimetrie
DMA	dynamická mechanická analýza
$SV_{DSC}$	stupeň vytvrzení dle metody DSC
$\Delta H_R$	zbytková reakční entalpie
$\Delta H_{celk}$	celková reakční entalpie
$E'$	elastický modul pružnosti
$E''$	imaginární (ztrátový) modul pružnosti
$E^*$	komplexní modul pružnosti
$\delta$	ztrátový úhel
$\tan(\delta)$	ztrátový činitel
$R_H$	náběh na vytvrzovací teplotu
$R_C$	náběh na pokojovou teplotu
$S_i$	S-kritérium i-té sestavy formy s dílcem
$T$	termální parametr
$h$	výška
$V$	objem
$A_p$	velikost povrchu dílce
$A_t$	velikost povrchu formy
$\alpha$	porovnávací součinitel účinnosti prostupu tepla povrchu formy oproti po-



---

	vrchu dílce
$\varepsilon$	teplotní rozměrový součinitel
$L$	délka
$\alpha_v$	koeficient teplotní roztažnosti materiálu výrobku
$\alpha_f$	koeficient teplotní roztažnosti materiálu formy
$T_{gel}$	teplota želatinace pryskyřice
$T_{20}$	pokojová teplota
$m_s$	plošná hmotnost
PLC	programovatelný logický automat
PV_VACUM	skutečná hodnota vakua
SP_TEMP	nastavená hodnota teploty
PV_TEMP	skutečná hodnota teploty
SP_PRESS	nastavená hodnota tlaku
PV_PRESS	skutečná hodnota tlaku
$\sigma_o$	napětí v ohybu
$F$	síla
$b$	šířka
$E_o$	modul pružnosti v ohybu
$\Delta F$	rozdíl mezi dvěma silami při dvou různých průhybech
$\Delta y$	rozdíl mezi dvěma průhyby při dvou různých silách
$W$	práce
$\sigma_t$	smluvní napětí v tahu
$\varepsilon$	smluvní deformace v tahu
$l_0$	délka tělesa před zatížením
$E_t$	modul pružnosti v tahu

---

$a_{cU}$	rázová houževnatost Charpy
V_1	vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu
O_1	první optimalizace vytvrzovacího cyklu
O_2	druhá optimalizace vytvrzovacího cyklu
O_3	třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu
O_4	čtvrtá optimalizace vytvrzovacího cyklu
O_5	pátá optimalizace vytvrzovacího cyklu
O_6	šestá optimalizace vytvrzovacího cyklu
$\bar{x}$	odhad aritmetického průměru výběrového souboru
$s_{\bar{x}}$	odhad směrodatné odchylky aritmetického průměru
$u_a$	odhad nejistoty měření typu a
$v_{\bar{x}}$	variační koeficient
$n$	počet prvků

## SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Schematické vyjádření průběhu změny viskozity v závislosti na stupni zesítnění (A, B, C – vznik prostorové sítě), dle [2].....	12
Obr. 2. Srovnání výkonu a výrobnosti prepregů s ostatními technologiemi, dle [21].....	16
Obr. 3. Prepreg jako strategický materiál pro vysoko výkonné kompozitní součásti, dle [21] .....	16
Obr. 4. Řez prepregem, dle [2] .....	17
Obr. 5. Vliv rychlosti ohřevu na viskozitu systému, dle [2].....	20
Obr. 6. Vliv teploty první izotermy vytvrzovacího cyklu na bod gelace, dle [2].....	20
Obr. 7. Uspořádání DSC s kompenzací výkonu (V – měřící systém vzorku, R – měřící systém referenčního materiálu, 1 – topný drát, 2 – termistor) [9].....	22
Obr. 8. Různé uspořádání DSC systémů s tepelným tokem (a – diskový typ, b – věžový typ, c – válcový typ, V – vzorek, R – referenční materiál, $\phi_{FV}$ – tepelný tok z pece do vzorku, $\phi_{FR}$ – tepelný tok z pece k referenčnímu materiálu, $\phi_m$ – měřený tepelný průtok, $\Delta T$ – rozdíl teplot mezi miskami [9] .....	23
Obr. 9. Vlevo – opoždění deformace $\varepsilon$ za napětím $\sigma$ o ztrátový úhel $\delta$ u viskoelastických těles, vpravo – vektorové znázornění modulů, dle [15].....	24
Obr. 10. Autokláv značky Maroso [2] .....	27
Obr. 11. Schéma procesu vytvrzování kompozitu v autoklávu, dle [4].....	28
Obr. 12. Konvenční vytvrzovací cyklus laminátu v autoklávu, dle [2].....	29
Obr. 13. Vytvrzovací cyklus laminátu v autoklávu s přetlakem od počátku, dle [2] .....	30
Obr. 14. Vytvrzovací cyklus epoxidového kompozitu, dle [4].....	31
Obr. 15. Teplotní profil sestav nástroj – výrobek (barevné křivky) a prostředí v autoklávu (černá křivka) během vytvrzovacího cyklu, dle [16].....	32
Obr. 16. Směr proudění výhřevného plynu uvnitř autoklávu, dle [16].....	33
Obr. 17. (Vlevo – A) Profily tří vytvrzovacích cyklů (počátky cyklů C-2 a C-3 jsou posunuty o 30 a 60 minut) – bod gelace u každého cyklu je vyznačen šipkou, u křivek jsou uvedené rychlosti ohřevu a ochlazování, (Vpravo – B) Průběh komplexní viskozity pro provedené vytvrzovací cykly, dle [17].....	35
Obr. 18. Průběh viskozity v čase při dané teplotě (plná čára), průběh vytvrzovacího cyklu (čárkovaná čára), dle [18].....	38
Obr. 19. DSC analýza laminátu (bod C – počátek síťování), dle [18].....	38

Obr. 20. Naměřené množství bublin v laminátu při určité velikosti tlaku během vytvrzování (body), (křivka – předpoklad obsahu bublin pro jednotlivé hodnoty tlaku), dle [18] .....	39
Obr. 21. Naměřený obsah bublin v laminátu jako funkce doby trvání první izotermy ohřevu vytvrzovacího cyklu, dle [18].....	39
Obr. 22. Základní druhy formování, dle [4] .....	41
Obr. 23. Kompenzace teplotní roztažnosti při návrhu nástroje, dle [4].....	42
Obr. 24. Kompenzace odpružení při návrhu nástroje, dle [4].....	43
Obr. 25. Navrstvené prepregy na formě .....	48
Obr. 26. Prepregy překryté separační fólií a odsávací tkaninou .....	49
Obr. 27. Zavakuovaný výrobek .....	50
Obr. 28. Vlevo – umístění vakuovacího ventilu, vpravo – ukazatel hodnoty vakua .....	50
Obr. 29. Vytvrzovací cyklus navržený výrobcem prepregu [23] .....	53
Obr. 30. Průběh vytvrzovacího cyklu dle parametrů výrobce .....	53
Obr. 31. Průběh závislosti viskozity na teplotě pryskyřice IMP 503Z při rychlosti ohřevu 3 °C/min .....	55
Obr. 32. Průběh první optimalizace vytvrzovacího cyklu .....	56
Obr. 33. Průběh druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu.....	57
Obr. 34. Průběh třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu .....	58
Obr. 35. Průběh čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu.....	59
Obr. 36. Průběh páté optimalizace vytvrzovacího cyklu .....	60
Obr. 37. Průběh šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu .....	61
Obr. 38. Realizace tříbodového ohybu .....	62
Obr. 39. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle vytvrzovacího cyklu navrženého výrobcem.....	63
Obr. 40. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle prvního optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	65
Obr. 41. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle druhého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	66
Obr. 42. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle třetího optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	68
Obr. 43. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle čtvrtého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	69

Obr. 44. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle pátého optimalizovaného vytvrzovací cyklu .....	71
Obr. 45. Průběh ohybového napětí v závislosti na deformaci pro tělíska vyrobené dle šestého optimalizovaného vytvrzovací cyklu .....	72
Obr. 46. Boxplotové diagramy znázorňující modul pružnosti v ohybu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	74
Obr. 47. Boxplotové diagramy znázorňující mez pevnosti v ohybu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	75
Obr. 48. Prasklé zkušební těleso po zkoušce tahem .....	76
Obr. 49. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených dle vytvrzovacího cyklu výrobce .....	77
Obr. 50. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených první optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	78
Obr. 51. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených druhou optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	79
Obr. 52. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	80
Obr. 53. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených čtvrtou optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	81
Obr. 54. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených pátou optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	82
Obr. 55. Průběh závislosti napětí na poměrném prodloužení u zkušebních těles vyrobených šestou optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	83
Obr. 56. Boxplotové diagramy znázorňující modul pružnosti v tahu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	85
Obr. 57. Boxplotové diagramy znázorňující mez pevnosti v tahu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	86
Obr. 58. Ustavení zkušební tělesa před měřením rázové houževnatosti metodou Charpy .....	87
Obr. 59. Boxplotové diagramy znázorňující rázovou houževnatost Charpy zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	90
Obr. 60. Stroj Zwick HC25 ve kterém byly testovány zkušební tělíska v cyklickém ohybu .....	91

Obr. 61. Rozdílné smočení odsávací tkaniny v případě první optimalizace vytvrzovacího cyklu (vlevo) a cyklu provedeného dle výrobce prepregu (vpravo) .....	92
Obr. 62. Dotplotové diagramy znázorňující počet zatěžujících cyklů v ohybu zkušebních těles pro jednotlivé vytvrzovací cykly.....	93
Obr. 63. Porušené zkušební tělísko po instrumentované rázové zkoušce padacím tlukem (vlevo – pohled shora, vpravo – detail porušení) .....	94
Obr. 64. Boxplotové diagramy znázorňující míru spotřebované energie při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů .....	99
Obr. 65. Boxplotové diagramy znázorňující průhyb při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů .....	100
Obr. 66. Boxplotové diagramy znázorňující velikost síly při průrazu u jednotlivých vytvrzovacích cyklů .....	101
Obr. 67. Struktura tělíska vyrobeného dle vytvrzovacího cyklu nevrženého výrobcem prepregu, zvětšeno 5 x.....	105
Obr. 68. Struktura tělíska vyrobeného pomocí první optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x .....	105
Obr. 69. Struktura tělíska vyrobeného pomocí druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x .....	106
Obr. 70. Struktura tělíska vyrobeného pomocí třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x .....	106
Obr. 71. Struktura tělíska vyrobeného pomocí čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x .....	107
Obr. 72. Struktura tělíska vyrobeného pomocí páté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x .....	107
Obr. 73. Struktura tělíska vyrobeného pomocí šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 5 x .....	108
Obr. 74. Struktura tělíska vyrobeného dle vytvrzovacího cyklu nevrženého výrobcem prepregu, zvětšeno 50 x.....	108
Obr. 75. Struktura tělíska vyrobeného pomocí první optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x .....	109
Obr. 76. Struktura tělíska vyrobeného pomocí druhé optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x .....	109

- Obr. 77. Struktura tělíska vyrobeného pomocí třetí optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x ..... 110
- Obr. 78. Struktura tělíska vyrobeného pomocí čtvrté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x ..... 110
- Obr. 79. Struktura tělíska vyrobeného pomocí páté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x ..... 111
- Obr. 80. Struktura tělíska vyrobeného pomocí šesté optimalizace vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 50 x ..... 111
- Obr. 81. Povrchová vada – vytržená vlákna u tělíska vyrobeného třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu, zvětšeno 20 x ..... 112
- Obr. 82. Nalezená dutina uvnitř výrobku vyrobeného pomocí vytvrzovacího cyklu dle výrobce prepregu (vlevo – z boku, vpravo – čelně) ..... 113
- Obr. 83. Pohled do různých míst uvnitř laminátu vyrobeného vytvrzovacím cyklem dle výrobce prepregu (vlevo – vzájemně stlačená vlákna, vpravo – volně uložená vlákna)..... 113

**SEZNAM TABULEK**

Tab. 1. Vlastnosti a aplikace vybraných reaktoplastů, dle [2] .....	15
Tab. 2. Příklady rozměrů prepregových rolí, dle [2] .....	17
Tab. 3. Příklady plošné hmotnosti vláken, obsahu pryskyřice a tloušťky vytvrzené vrstvy vybraných uhlíkových prepregů, dle [2] .....	18
Tab. 4. Doba želatinace ( $T_{gel}$ ), stupeň vytvrzení ( $\alpha$ ) a teplota skelného přechodu ( $T_g$ ) pro jednotlivé vytvrzovací cykly, dle [17] .....	36
Tab. 5. Objemové zastoupení pórů pro jednotlivé orientace vrstev laminátů v rámci různých vytvrzovacích cyklů, dle [17] .....	36
Tab. 6. Vlastnosti vytvrzené pryskyřice a referenční vlastnosti prepregu GG 204P vytvrzeného pomocí technologie horkého lisování .....	47
Tab. 7. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle vytvrzovacího cyklu výrobce .....	64
Tab. 8. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle prvního optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	65
Tab. 9. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle druhého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	67
Tab. 10. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle třetího optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	68
Tab. 11. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle čtvrtého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	70
Tab. 12. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle pátého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	71
Tab. 13. Naměřené a zpracované výsledky z ohybové zkoušky tělísek vyrobených dle šestého optimalizovaného vytvrzovacího cyklu .....	73
Tab. 14. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených dle vytvrzovacího cyklu výrobce prepregu .....	77
Tab. 15. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených první optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	78
Tab. 16. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených druhou optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	80
Tab. 17. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených třetí optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	81



Tab. 18. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených čtvrtou optimalizací vytvrzovacího cyklu .....	82
Tab. 19. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených pátou optimalizací vytvrzovacího cyklu.....	83
Tab. 20. Naměřené a zpracované výsledky ze zkoušky tahem u zkušebních těles vyrobených šestou optimalizací vytvrzovacího cyklu.....	84
Tab. 21. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu.....	87
Tab. 22. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro první optimalizaci vytvrzovacího cyklu.....	87
Tab. 23. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro druhou optimalizaci vytvrzovacího cyklu .....	88
Tab. 24. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro třetí optimalizaci vytvrzovacího cyklu.....	88
Tab. 25. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro čtvrtou optimalizaci vytvrzovacího cyklu .....	88
Tab. 26. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro pátou optimalizaci vytvrzovacího cyklu .....	89
Tab. 27. Naměřená a vyhodnocená data ze zkoušky rázové houževnatosti metodou Charpy pro šestou optimalizaci vytvrzovacího cyklu .....	89
Tab. 28. Naměřená a zpracovaná data ze zkoušky v cyklickém ohybu pro jednotlivé vytvrzovací cykly .....	91
Tab. 29. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro vytvrzovací cyklus dle výrobce prepregu .....	94
Tab. 30. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro první optimalizaci vytvrzovacího cyklu.....	95
Tab. 31. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro druhou optimalizaci vytvrzovacího cyklu.....	95
Tab. 32. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro třetí optimalizaci vytvrzovacího cyklu.....	96
Tab. 33. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro čtvrtou optimalizaci vytvrzovacího cyklu.....	97

---

Tab. 34. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro pátou optimalizaci vytvrzovacího cyklu .....	97
Tab. 35. Naměřená a vyhodnocená data instrumentované rázové zkoušky padacím tloukem pro šestou optimalizaci vytvrzovacího cyklu .....	98

## SEZNAM PŘÍLOH

### Tištěné, součástí textu práce:

- I. Materiálový list prepregu, Impregnatex compositi S.r.l., *IMP 503Z Matrix product data*, 2015
- II. Materiálový list tkaniny z uhlíkových vláken, G. Angeloni S.r.l., *GG 204 P Woven fabric data sheet*, 2012

## Příloha č. 1 – Materiálový list prepregu



Via Tiepolo, 19 20022 CASTANO PRIMO (MI) Tel. +39 0331 880564 [www.impregnatex.it](http://www.impregnatex.it)

**MATRIX PRODUCT DATA**

**IMP503Z**

ST-130213-rev7-09/01/2015

### DESCRIPTION

Modified epoxy resin IMP503Z is suitable for prepping of carbon/glass and aramid fabrics. IMP503Z with his high transparency is suitable for "carbon look" composite part where high cosmetical requirements are needed. IMP503Z can be used with carbon or metallic mould with the standard technologies: Hot Press, Wrapping, Autoclave and Vacuum Bag.

### BENEFITS AND FEATURES

- Field of applications: automotive, sporting goods, marine, industrial
- Different curing cycles are possible
- Good mechanical properties
- UV resistance improved

### RESIN PROPERTIES

TYPE		TOUGHENED
Cured resin density	gr/cm <sup>3</sup>	1,15 ÷ 1,25
Gel Time at 125 °C (257 °F)	minuti	6'-9'
Gel Time at 110 °C (221 °F)	minuti	20 ÷ 26
<b>TACK</b>		<b>MEDIUM/HIGH</b>
Resin VOC on prepreg	%	< 1
Tg fully cured (Tan Delta DMA)	°C (°F)	120 (248)
Shelf life at room temperature (23 °C)	weeks	5
Shelf Life (-18°C approx)	years	1

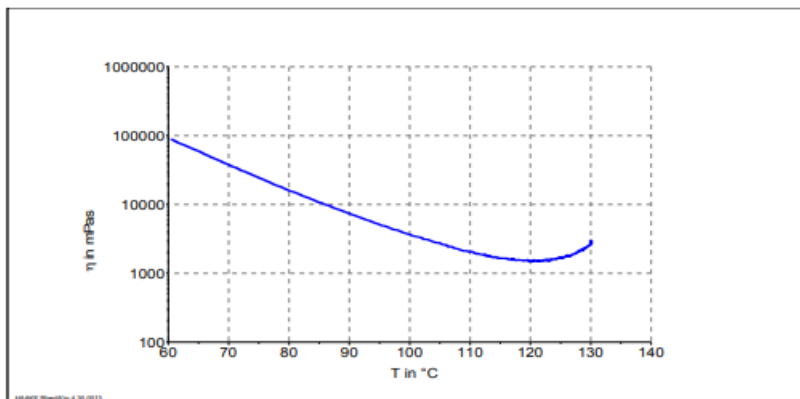
**MATRIX PRODUCT DATA**

**IMP503Z**

ST-130213-rev7-09/01/2015

**VISCOSITY VS TEMPERATURE BEHAVIOUR**

The plot under depicted below is performed with cone-plate rehometer starting from 60°C until viscosity kick off. Parameters: frequency 0.2 Hz and heating rate 3 °C/ min.



**CURING CYCLES SUGGESTED**

TEMPERATURES	TIME	Tg ( TanDelta DMA, °C)
110	2h	120-125
125	1h	120-125

## MATRIX PRODUCT DATA

## IMP503Z

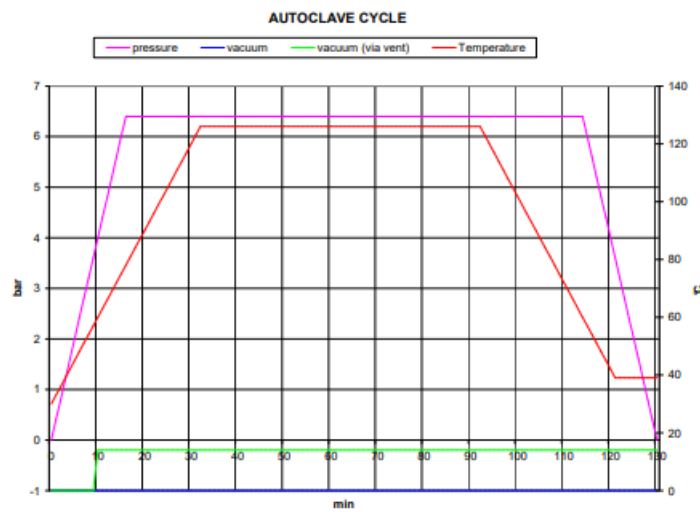
ST-130213-rev7-09/01/2015

## PROCESS DESCRIPTIONS

## Autoclave:

## 125°C cycle

1. After making the bag put it in the autoclave and apply -0.9 ÷ -1.0 bar vacuum
2. Heat to 125°C at 1-3 min/°C rate
3. Apply the pressure, with quick increment slope, in order to reach the maximum possible value (ex. 4÷7 bar) before 80°C. Reached the process pressure is possible reduce the vacuum value to -0.2 bar (via vent). This option depend on the evaluations of the autoclave driver.
4. When 125°C temperature is reached dwell it and the pressure for 1h
5. Cool to 60°C under pressure, then release the pressure
6. At room temperature get the part out of the autoclave



## Hot Press:

## 125°C cycle:

1. Put the prepreg material into the mould at room temperature and close the mould at 1Bar pressure
2. Heat to 125°C a 1-3°C/min (3-5°C/min for small part if possible)
3. When 100-110°C is reached apply 2-3 Bar or over if the flow can be controlled
4. When 125°C temperature is reached dwell it and the pressure for 1h
5. Cool to 40-50°C under pressure and pull the part out

**IMP503 Z** is a reactive epoxy formulation, too high heat up rate and/or too high temperature dwell can give out of control temperature inside the stack lay up when thick laminate are processed (thickness over 1 cm)

*These autoclave and hot press cycle are only suggestions based on Impregnatex Compositi experiences and are not absolute way to process properly the material. Different equipments may need different curing cycle conditions.*

## MATRIX PRODUCT DATA

## IMP503Z

ST-130213-rev7-09/01/2015

## TYPICAL MECHANICAL PROPERTIES

The mechanical data below were performed on laminate cured by hot press technology at 125°C curing cycle (see above).

FABRIC	Flexural Strength ASTM D790 [Mpa]	Flexural Modulus ASTMD790 [GPa]	G1c mod. ASTM D5528 [J/m <sup>2</sup> ]	ILSS ASTM 2344 [N/mm <sup>2</sup> ]	Volume of fibre [%]
GG630T	730	57	800	56	64
GG428T	800	52	-	64	59
GG204T-V (1)	800	54	-	64	59
GG205T	810	55	750	68	58
GG245T	800	54	760	65	56
GG380T	800	55	730	64	62
GG90P	655	52	-	70	65
GG204P	810	53	-	66	59
CX400	938	56	-	54	62 (provini ricavati in direzione +45°)
GG800T	822	60	-	52	64
GG285T4	805	51	-	61	65
VV290T	630	27	-	57	64.8
VV380	710	23	-	64	60

## MATRIX PRODUCT DATA

## IMP503Z

ST-130213-rev7-09/01/2015

FABRIC	Flexural Strength ASTM D790 [Mpa]	Flexural Modulus ASTM D790 [GPa]	G1c mod. ASTM D5528 [J/m <sup>2</sup> ]	ILSS ASTM 2344 [N/mm <sup>2</sup> ]	Volume of fibre [%]
VV580T	760	30	1160	60	56
VV700	750	25	-	56	64
KK300	440	21	-	44	56
GV330UD	1150	115	700	73	66
GV335UD	650	250	-	62	54

The values are to be understood as the average of the experimental values observed.

- (1) is also available as stabilized WF1, for exposed areas where high aesthetic of textile construction must be maintained during the process.

*These mechanical data were obtained by hot press technology. With different curing cycle technology these data can be different.*



**MATRIX PRODUCT DATA****IMP503Z**

ST-130213-rev7-09/01/2015

**PREPREG STORAGE LIFE**

This prepreg should be stored as received in a cool dry place or in a refrigerator. Storage life at different temperatures:

- 12 Months at -18 °C
- 5 weeks at +23 °C

After removal from refrigerator storage, prepreg should be allowed to reach room temperature before opening the polythene bag to prevent water condensation.

**PRECAUTIONS FOR USE**

To handle properly the prepreg product observe the established precautions.

Operators working with this prepreg should wear clean and impervious gloves to reduce the possibility of skin contact and to prevent the prepreg contamination  
Safety data sheet is available for this product.

**NOTE**

The above mentioned technical informations are based on our actual knowhow and accurate, reproducible laboratories tests but due to the product complexity and its further processing, is not possible guarantee these.  
Impregnatex Compositi will reserve to made further modification to this paperwork

## Příloha č. 2 – Materiálový list tkaniny z uhlíkových vláken



# Balanced Carbon Fabric

## WOVEN FABRIC DATA SHEET

**G. Angeloni**  
REFERENCE

**GG 204 P**

CHARACTERISTICS		Nominal	Tolerance	Normative
Mass per unit area	g/m <sup>2</sup>	220	± 5%	ISO 4605
Weave		Plain		ISO 2113
Width	mm	1000/1200	± 2,5%	ISO 22198
Thickness	mm	0,16	± 2,5%	ISO 5084(**)
Other informations		Loomstate		

Nominal Construction		WARP		WEFT	
Fiber Description		HR Carbon Fiber 3K 200 tex		HR Carbon Fiber 3K 200 tex	
Thread Count	ends/cm	5,5	ISO 4602	5,5	ISO 4602
Weight Distribution	g/m <sup>2</sup>	3K Carbon	110	3K Carbon	110
	%		50%		50%
Selvages		Weaving style	LENO	Type of Fiber	HM polyester 22 tex

(\*\*) Theoretical thickness for an epoxy laminate with 40% of reinforcement in volume.

Date of Issue	05/10/2012	No. of Pages	1
---------------	------------	--------------	---

Note : Technical information furnished is based on laboratory findings and believed to be correct. No warranties of any kind are made except that the materials supplied are of standard quality. All risk and liabilities arising from handling, storage and use of products, as well as compliance with applicable legal restrictions, rests with the user.

**G. Angeloni srl**

via Abate Tommaso , 72/A5 - 30020 Quarto d'Altino (VE) - ITALY

Tel. +39 0422 823801 - 780580 Fax +39 0422 782782

E-Mail : info@g-angeloni.com