

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**

**FAKULTA TEXTILNÍ**



**Doktorská disertační práce**

**2002**

**Ing. Martin Palán**

KTM

104 s.

1361

T

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**

**FAKULTA TEXTILNÍ**

textilní materiálové inženýrství

kombinovaná forma studia

Katedra textilních materiálů

**Tepelné vlastnosti kompozitů C/C  
vyzkužených textilní tkanou výzkumu**

**The effective thermal properties of textile  
reinforced C/C composites**

Martin Palán

KTM

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA  
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



3146071299

Školitel: Doc. Ing. Bohumila Košková, CSc.

Rozsah práce:

počet stran	104
počet obrázků	40
počet tabulek	14

*Poděkování*

**Prohlášení:**

Prohlašuji, že jsem doktorskou disertační práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Jihlavě 3.6..2002

*Martin Palán*

Ing. Martin Palán

## ***Poděkování:***

*Děkuji Doc. Ing. Bohumile Koškové, CSc. a Prof. RNDr. Koškovi, CSc. za cenné rady a připomínky z oblasti kompozitních materiálů.*

*Děkuji Doc. Ing. Bohdaně Marvalové, CSc. za konzultace a informace v oblasti tepelné vodivosti, MKP a programování v programu MATLAB. Dále bych chtěl poděkovat za zapůjčení literatury v dané oblasti.*

*Děkuji Ing. Janu Grégrovi za konzultace a informace v oblasti uhlikových vláken a kompozitních materiálů.*

*Dále bych chtěl poděkovat Dr. Janu Šafandovi z Ústavu Geofyziky AV ČR za ochotu a pomoc při měření na přístroji pro stanovení tepelné vodivosti.*

## INFORMAČNÍ ZÁZNAM O VÝZKUMNE ZPRAVĚ - DISERT.

Zašlete do třiceti dnů po oponentu nebo schválení zpravy na adresu UVTEI - Státní technická knihovna oddělení specializovaných fondů, 113 07 Praha 1 - Klementinum

P81	P82	P85 Zpracovatelské číslo záznamu S2 VZ 01	P87 Zpracovatelská instituce S11 SPZV SPEV	P88 Druh dokumentu S8J SBF	P89 P153 P18 2
1 Druh plánu výzkumu (zahrněte) TR / státní ressortní obory (podnikový)		2 Datum oponentního jednání S8J 26.5.2003		3 Číslo vědního sboru disertace S0J 3106 V007	
4 Plánovací úroveň výzkumného úkolu (zahrněte) úkol S13 hlavní úkol (THU)		5 Lze zprávu základit do MSIS VVP (zahrněte) S84 ano (1) ne (0)		6 Práce se poskytuje (zahrněte) zdarma za užívání	
7 Číslo výzkumného úkolu S88		8 Koordinaciří orgán S12			
9 Název výzkumného úkolu (hlavního úkolu) SBS					
10 Koordinaciří ředitelské pracoviště úkolu. Pracoviště obhajoby, disertace název S14 fakulta textilní Technická univerzita S15 SAH v Liberci		adresa S16 Hallkova 6 461 17 Liberec 1		11 Kardinální osídlení S17 MSMT	
12 Název dilička úkolu - kontrolované etapy S8H					
13 Odpořední ředitel imeno S21		14 Pracoviště odpoředního ředitelství název S22		15 Kardinální osídlení S23	
16 Název výzkumné zpravy / disertace S24				Druh výzkumné zpravy S25	
17 Autori zpravy disertace imeno S26 Martin PALA'N		18 Pracoviště autorů název S27 Bosch Diesel s.r.o.		19 Kardinální osídlení S28 Pavov 121 586 06 JIHLAVA CR	
20 Místo vydání zpravy S29 LIBEREC		21 Vydavatel fak. textilní S30 Technická univerzita V Liberci		22 Rok vydání S31 2002	
				23 Počet stran S32 10	

24. Kreditníček pracovníků na úrovni výzkumné zprávy název: adresa:	25. Kreditníček uskutečnění orgánů	
SOF	SOF	
26. Pracovník zpřístupňující výzkumnou zprávu - /dissertaci/ název: Univerzitní knihovna Voroněžská Technická univerzita Liberec 1 v Liberci SOU	27. Signatura výzkumné zprávy /dissertace/ SOF U 365 SEL	
28. Uskutečnění orgán praco-vník zpřístupňujícího zprávu - /dissertaci/ MSMT		
29. Cílem této práce bylo vytvořit model kompozitních materiálů typu uhlík-uhlík využívaných tkaninou, který by sloužil k výpočtu efektivní tepelné vodivosti. Model zahrnuje vliv geometrie výztuže a rozdílných tepelných vodivostí matrice a výztuže, nezahrnuje vliv pórů, trhlin a vliv rozhraní mezi matricí a výztuží. Efektivní tepelné vodivosti jsou stanoveny z objemových průměrů tepelného toku a teplotního gradientu v reprezentativním objemovém elementu (RVE), který se skládá ze základní buňky textilní výztuže a odpovídajícího objemu matrice. RVE je rozdělen do souboru malých geometricky identických pravoúhlých kvádrů s různými teplotními vlastnostmi. Vektor tepelného toku v RVE je vypočten prostřednictvím variačních principu a metody konečných prvků. Model je určen pro kompozitní materiály typu uhlík-uhlík využívané tkaninou, ale může být docela dobře použitelný i pro další textilní výztuže.		
30. Tematické řady		
SOU		
31. Tematické skupiny		
SOU		
32. Tematické deskriptory		
SOU		
33. Předpokládaný způsob realizace		
		Realizováno (zatrhněte) ano ne
SOU		
34. Kreditníček k (zatrhněte): prodej licence patentování		
Realizováno: ano ne ano ne		Země:
SOU		
35. Charakteristika realizačního výstupu (zatrhněte)		
1 - nový stroj, přístroj nebo zařízení (případně jeho součást) 2 - nová technologie 3 - nový materiál		4 - nehmotný realizační výstup 5 - automatizované systémy řízení (kromě ASR technologických procesů) 6 - ASR technologických procesů
SOU		
36. Údaje o organizaci opoenného řízení		
		37. Místo konání opoenného řízení
SOU		SOU

Silně orámované části nevyplňujte

## **Obsah:**

Seznam použitých symbolů .....	4
1. Úvod .....	5
1.2 Přehled současného stavu řešené problematiky .....	6
1.2.1. Teoretický výzkum .....	7
1.2.1.1. Jednosměrné vlákenné kompozity .....	7
1.2.1.2. Kompozity vyztužené tkaninou .....	10
1.2.2. Experimentální výzkum .....	12
2. Kompozitní materiály .....	14
2.1. Definice kompozitních matriálů .....	14
2.2. Rozdělení kompozitních materiálů .....	15
2.3. Kompozity C/C .....	15
2.3.1. Uhlíková vlákna .....	16
2.3.2. Uhlíková matrice .....	20
2.3.2.1. Fenolická pryskyřice – prekurzor C matrice .....	20
2.3.3. Technologie přípravy tkaninového kompozitu C/C .....	21
2.3.4.1. Popis kompozitních vzorků .....	22
2.3.4.2. Proces přípravy prepregu .....	22
2.3.4.3. Lisování .....	23
2.3.4.4. Karbonizace .....	23
2.3.4.5. Reimpregnace a rekarbonizace kompozitů .....	24
2.3.4.6. Grafitizace .....	24
2.3.4. Použití kompozitů C/C .....	26
3. Geometrické aspekty struktury tkaninových kompozitů C/C .....	30
3.1. Plošná tkaná výztuž .....	30
3.1.1. Výška a délka vazné vlny .....	30
3.1.2. Úhel sklonu .....	31
3.3. Uhlíkový multifilní svazek (délkový element výztuže) .....	32
3.3.1. Objemové podíly .....	33
3.3.2. Struktura vlákenného svazku .....	35
3.4. Měření strukturních parametrů pomocí obrazové analýzy .....	35
4. Tepelné vlastnosti uhlíkových materiálů .....	37
4.1. Tepelná a teplotní vodivost uhlíku .....	37
4.2. Sdílení tepla uhlíkovým materiálem .....	39
4.3. Teplotní roztažnost a transportní (přenosové) vlastnosti .....	40
4.4. Odolnost vůči tepelným šokům .....	42
4.5. Efektivní teplotní vlastnosti .....	43
4.5.1. Termoelasticita, stavová rovnice .....	43
4.6. Tepelná vodivost .....	44
4.6.1. Anizotropní prostředí – transversálně izotropní materiál .....	46
5. Použití variačního principu s MKP k určení tepelné vodivosti kompozitu C/C vyztuženého textilní matricí .....	47
5.1. Geometrie základní buňky .....	47
5.2. Model stanovení tepelné vodivosti .....	51

5.3. Výpočet efektivních tepelných vodivostí kompozitu v plátnové vazbě (Pomocí programu vytvořeného v MATLABu) .....	54
5.3.1. Struktura programu v prostředí MATLAB.....	54
5.3.2. Výpočet efektivní tepelné vodivosti v programu MATLAB .....	56
6. Experimentální metody zjišťování tepelné vodivosti .....	71
6.1. Metoda stanovení tepelné vodivosti dle Y. Gowayeda a J.-C Hvanga .....	71
6.1.1. Popis testovacího zařízení.....	71
6.1.2. Výpočet tepelné vodivosti.....	72
6.1.3. Teoretická analýza stanovení tepelné vodivosti .....	72
6.2. Metoda stanovení tepelné vodivosti dle Geofyzikálního ústavu AVČR .....	75
6.2.1. Metoda měření tepelné vodivosti .....	75
6.2.2. Princip funkce přístroje.....	78
6.2.3. Mechanická část .....	80
6.2.4. Elektronika .....	81
6.2.5. Kalibrování přístroje a výsledků testu měření .....	84
6.2.5.1. Časová konstanta přístroje .....	84
6.2.5.2. Kalibrování přístroje .....	85
6.2.5.3. Měrná vodivost .....	86
6.3. Metoda, vyvinutá na TU v Liberci .....	87
7. Experiment a naměřené hodnoty .....	89
8. Diskuse výsledků.....	95
9. Závěr .....	98
10. Literatura .....	100

## Seznam použitých symbolů

3D	Prostorové uspořádání
Btu	Britská tepelná jednotka – je definována jako množství tepla, potřebného k vzestupu teploty 1 libry vody o $1^{\circ}$ Fahrenheita, 1 Btu = 1055,06 J
Btu/hr – ft – $^{\circ}$ F (British thermal units per hour- feet – degrees Fahrenheit)	Britská tepelná jednotka vztažená na hodinu, stopu a stupeň Fahrenheita
C/C	Kompozit typu uhlík/uhlík, tj. uhlíková matrice, vyztužená uhlíkovými vlákny
C/P	Kompozit uhlík/polymer tj. polymerní matrice, vyztužená uhlíkovými vlákny
CFRP (carbon fiber reinforced plastic)	kompozit uhlíková vlákna/ plastová matrice
CVD („chemical vapour deposition“)	Technologie přípravy vlákna kondenzací v plynné fázi
CVP („chemical vapour plating“)	Technologie přípravy vlákna kondenzací látky na vláknový substrát.
D.C.	Převodník
DFT (discrete Fourier transform)	diskrétní Fourierova transformace
FEM („finite-element-method“)	Metoda konečných prvků
GINA	Model numerické analýzy
HM ("high modulus").	Vysoko modulová vlákna
IM („intermediate modulus“)	Vlákna se středním modulem
MKP	Metoda konečných prvků
PAN	Polyakrylonitrilová vlákna
Prekurzor	Výchozí látka
PUC (predic unit cell)	základní buňka periodické struktury tkané výztuže
roving	Pramenec, vlákkenný svazek
RTG	Rentgenové paprsky
RVE	Reprezentativní objemový element

## 1. Úvod

Při studiu vlastností kompozitních materiálů typu C/C a C/P se v současné době dostává větší pozornosti oblasti stanovení efektivních tepelných vlastností. Hlavní cíl výzkumu v této oblasti směřuje k vývoji modelů a experimentálnímu výzkumu efektivní tepelné vodivosti kompozitů uhlík-uhlík.

Tato doktorská disertační práce se zabývá studiem tepelných vlastností kompozitních materiálů typu uhlík-uhlík s textilní tkanou výztuží v plátnové vazbě. Hlavním cílem práce je navržení teoretického a výpočtového modelu pro stanovení efektivní tepelné vodivosti těchto kompozitů, který by umožnil sledování vlivu geometrie výztuže a tepelných vlastností matrice a výztuže na výslednou efektivní tepelnou vodivost kompozitu.

Druhým cílem této disertační práce je navržení a ověření vhodného experimentálního měření tepelné vodivosti kompozitu. Experimentální stanovení efektivní tepelné vodivosti kompozitního materiálu typu C/C využitěho 8 vrstvami uhlíkového kepru Carr 2/2 bylo provedeno dvěma dostupnými měřícími zařízeními na Ústavu Geofyziky AV ČR. Jednak sondou ISOMET slovenské výroby a jednak přístrojem na principu dělené tyče, který byl vyvinut na Ústavu Geofyziky. Obě tato měřící zařízení dělají přibližně stejné hodnoty tepelné vodivosti, které jsou velmi nízké ve srovnání s hodnotami uváděnými v literatuře z důvodu vysoké pórositosti zkoumaného kompozitního materiálu.

Stěžejním problémem při formulaci výpočtových modelů je definice základních parametrů geometrické buňky struktury. V současné době probíhají na Katedře textilních materiálů TF podrobná měření geometrie výztuže daných kompozitů. V době vypracování této disertační práce však data z těchto měření nebyla k dispozici a proto je geometrie základní buňky výztuže approximována tzv. sinusovým modelem. Pomocí sinusového modelu jsou stanoveny v pravidelné síti souřadnice bodů povrchu nití osnovy a útku tj. souřadnice ploch, které oddělují výztuž, matrici a plochy, která odděluje zkřížené nitě osnovy a útku výztuže. Další zpracování geometrických dat a výpočty jsou již na sinusovém modelu zcela nezávislé. To umožňuje zpracování geometrických dat získaných podrobnějším měřením na skutečných vzorcích, popř. použití jiného spojitého geometrického modelu, kterých lze nalézt v odborné literatuře celou řadu. Spojité modely geometrie výztuže většinou předpokládají sinusový průběh vazné vlny a kruhový, polygonální či eliptický průřez nitě. Při jejich použití je třeba jisté opatrnosti, neboť jejich společnou nečistotou bývá nižší objemový podíl výztuže, než je ve skutečné kompozitní struktuře.

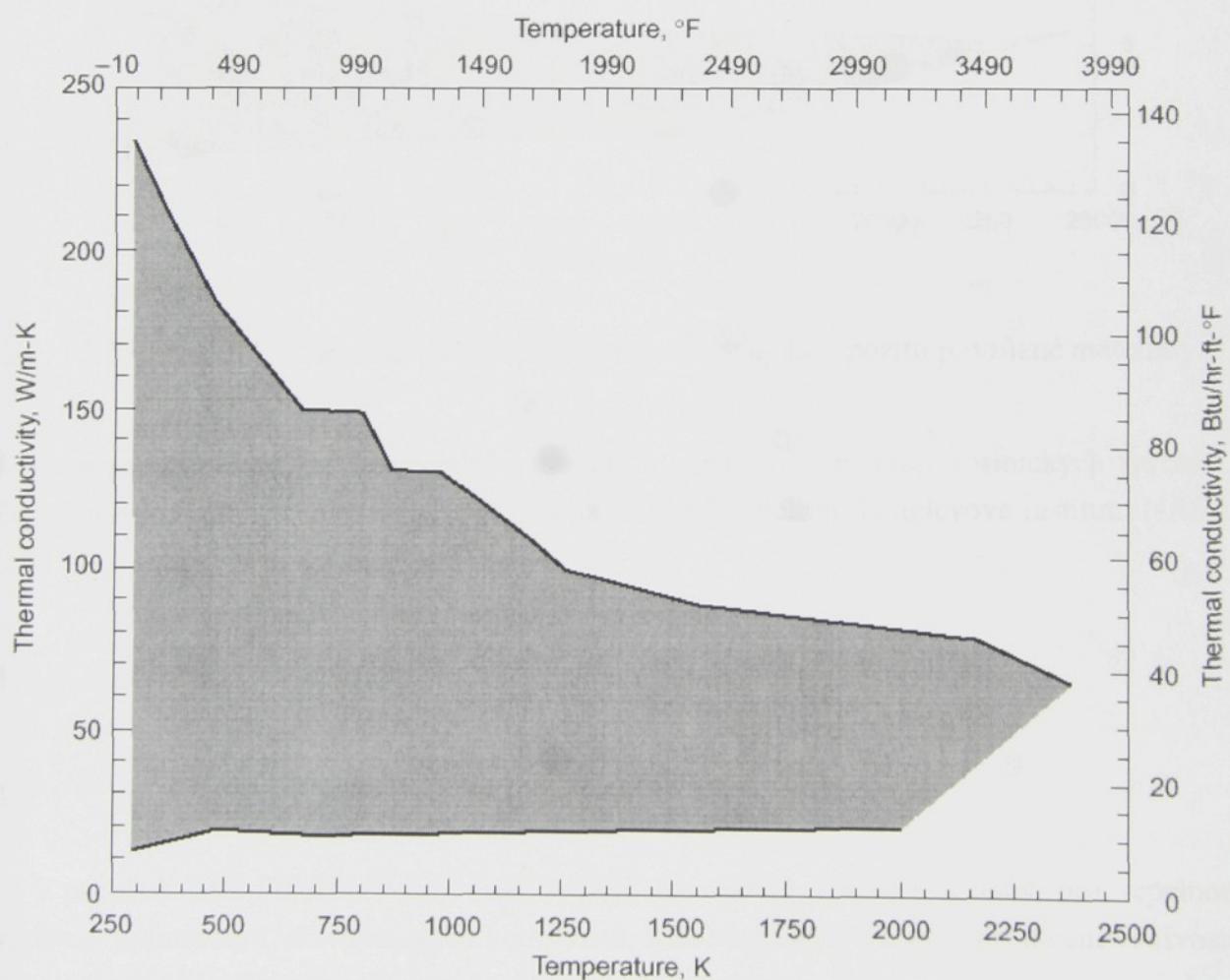
Navržený výpočtový model pro stanovení efektivní tepelné vodivosti nezahrnuje vliv pórů, trhlin a vliv rozhraní mezi matricí a výztuží. Efektivní tepelné vodivosti jsou stanoveny z objemových průměrů tepelného toku a teplotního gradientu v reprezentativním objemovém elementu (RVE), který se skládá ze základní buňky textilní výztuže a odpovídajícího objemu matrice. Výpočtový model pro výpočet efektivní tepelné vodivosti využívá variačních principů a metody konečných prvků (MKP).

## 1.2. Přehled současného stavu řešené problematiky

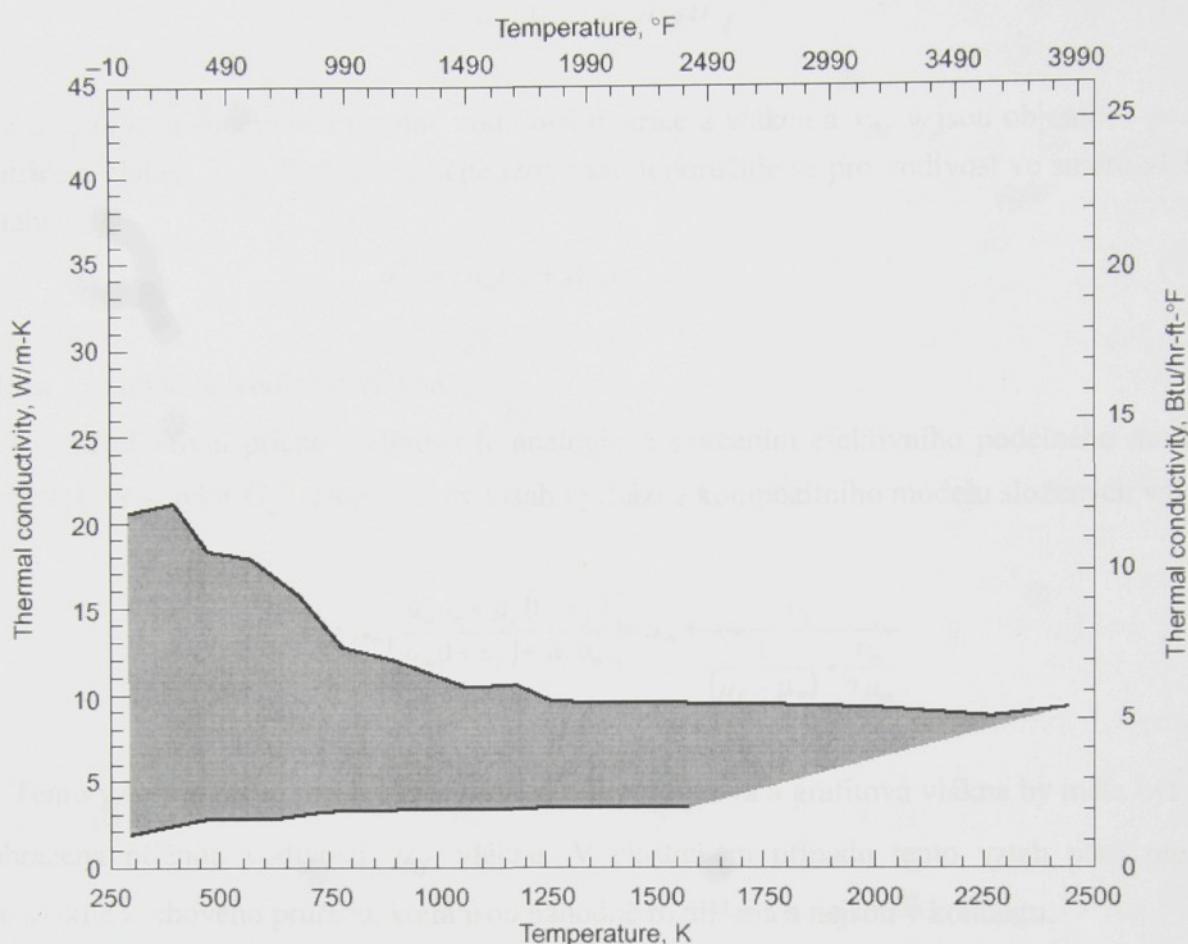
V oblasti kompozitních materiálů využitých textilní tkanou výzvuží se výzkum zabývá převážně studiem mechanických vlastností, méně pak studiem tepelných vlastností.

V současné době se sice dostává větší pozornosti i oblasti stanovení tepelné vodivosti kompozitních materiálů typu C/C, většina výzkumu je však nasměrována k vývoji výpočtových modelů a k experimentálnímu stanovení efektivní tepelné vodivosti jednosměrných a částicových kompozitů.

Velmi dobrou představu o hodnotách tepelné vodivosti u kompozitů uhlík-uhlík využitých tkaninou podává zpráva z *NASA (1997)* [57], která uvádí naměřené hodnoty pro 28 materiálů v rozmezí teplot 20-1700 °C. Jednotlivé materiály se liší typem uhlíkových vláken, strukturou tkané výzvuže, prekurzorem matrice a teplotou její grafitizace. Široký rozsah hodnot tepelné vodivosti je přehledně uveden v následujících grafech:



Obr. 1.1 Rozsah hodnot tepelné vodivosti ve směru vrstev pro různé materiály [57]



Obr. 1.2 Rozsah hodnot tepelné vodivosti ve směru tloušťky kompozitu pro různé materiály [57]

Poznamenejme, že jde o speciální materiály vyvíjené pro ochranu kosmických zařízení. Podrobnosti o jejich technologii lze nalézt na webovém archivu Langleyova institutu NASA [58].

## 1.2.1. Teoretický výzkum

### 1.2.1.1. Jednosměrné vlákenné kompozity

V příručce *MIL-HDBK-17-3E*, (1997) [59] lze nalézt základní vztahy pro tepelnou vodivost jednosměrných vláknových kompozitů, z těchto vztahů lze vyjít při určení vodivosti subelementů jednotkové buňky kompozitu s textilní výztuží.

Analýza tepelné vodivosti je analogická s analýzou prosakování, elektrické vodivosti a řídí se podobnými rovnicemi, pro každou z těchto oblastí mohou být aplikovány podobné postupy pro určení efektivních vlastností kompozitů. Pro vodivost  $\mu_1^*$  ve směru vláken jednosměrného vláknového kompozitu s izotropní matricí i vlákny se zde uvádí vztah :

$$\mu_1^* = \mu_m v_m + \mu_f v_f \quad (1.1)$$

kde  $\mu_m$ ,  $\mu_f$  jsou součinitelé tepelné vodivosti matice a vláken a  $v_m$ ,  $v_f$  jsou objemové podíly matrice a vláken. Jsou-li vlákna příčně izotropní doporučuje se pro vodivost ve směru vláken vztah:

$$\mu_1^* = \mu_m v_m + \mu_{L_f} v_f \quad (1.2)$$

kde  $\mu_{L_f}$  je podélná vodivost vlákna.

Určení efektivní příčné vodivosti je analogické s určením efektivního podélného modulu pružnosti ve smyku  $G_L^*$ . Doporučený vztah vychází z kompozitního modelu složených válců:

$$\mu_2^* = \mu_m \left[ \frac{\mu_m v_m + \mu_f (1 + v_f)}{\mu_m (1 + v_f) + \mu_f v_m} \right] = \mu_m + \frac{v_f}{\frac{1}{(\mu_f - \mu_m)} + \frac{v_m}{2\mu_m}} \quad (1.3)$$

Tento vztah je určen pro izotropní vlákno. Pro uhlíková a grafitová vlákna by měla být  $\mu_f$  nahrazena příčnou vodivostí  $\mu_{T_f}$  vlákna. V elastickém případu tento vztah platí přesně pro vlákna kruhového průřezu, která jsou náhodně rozdělena a nejsou v kontaktu.

V článku *R. Rolfes (1995)* [60] autor popisuje mikro-mechanický approximační vztah pro předpověď příčné tepelné vodivosti jednosměrného CFRP laminátu (uhlíkovými vláknami vyztužené plasty) a tento výpočet je srovnán s výsledky výpočtu pomocí metody konečných prvků. Výpočty jsou porovnány s výsledky experimentálního měření dvěma různými metodami. Práce se omezuje na jednosměrný laminát. Tepelná vodivost v jednosměrném laminátu ve směru vlákna  $\lambda_1$ , je vypočtena z pravidla směsi:

$$\lambda_1 = V_f \lambda_f^P + V_m \lambda_m \quad (1.4)$$

kde  $V_m$  je objemový podíl matrice,  $\lambda_m$  je tepelná vodivost matrice,  $V_m$  je objemový podíl vláken a  $\lambda_f^P$  je tepelná vodivost vláken. Autor uvažuje příčně izotropní vlákna. Aproximační rovnice a výpočet metodou konečných prvků jsou založeny na předpokladech, že vlákna mají kruhový průřez, všechna vlákna jsou identická, vlákna jsou v matrici rozložena rovnoměrně a vlákno i matrice je homogenní.

Autoři článku *O. Allix, N. Bahlouli, Ch. Cluzel, L. Perret (1995)* [61] se zabývají mechanickým chováním nekonečných vláken v kompozitu uhlík-epoxid v teplotním rozsahu  $-120^0\text{C}$  až  $+120^0\text{C}$ . Pozornost je soustředěna na vliv teploty na mechanické chování, až do porušení materiálu. Porušující mechanismy jsou zavedeny pomocí veličiny mesopoškození, která souvisí s měknutím vrstvy. Analýza vlivu teploty ukazuje, že experimenty provedené při třech vhodně zvolených teplotách jsou dostačující k tomu, aby bylo možné

identifikovat jednotlivé vrstvy modelu v plném teplotním rozsahu. Autoři se zabývají studiem laminátového kompozitu složeného z vysoko modulových uhlíkových vláken M55J, M18 a epoxidové matrice.

Práce *M. R. Kulkarni & R. P. Brady (1996)* [64] se zabývá jednosměrnými laminami a lamináty vytvořenými z těchto různě orientovaných lamin. Všechny laminy mají stejnou tloušťku a stejný objem vláken. Autor uvádí vztahy pro podélnou a příčnou tepelnou vodivost, které vzchází z [12] a jsou uváděny v řadě článků jiných autorů. Autor předpokládá izotropní tepelnou vodivost (v podélném a v příčném směru vlákna je tepelná vodivost stejná). Autor uvádí vztahy pro přibližný výpočet tepelné vodivosti v rovině laminy v různých směrech. Používá elektrickou analogii k výpočtu efektivní vodivosti.

Autor *A G Fokin (1996)* [66] se ve svém článku zabývá makroskopickou vodivostí nehomogenních médií jako jsou polykrystaly a kompozity s náhodným rozložením nehomogenit, které se výrazně liší svými vlastnostmi od nehomogenních materiálů s periodickým rozložením nehomogenit. Přístup je založen na funkcionální analýze a teorii pravděpodobnosti.

Autoři *J.W. Klett , V.J. Ervin , D.D. Edie (1998)* [70] vyvinuli model založený na metodě konečných prvků, který předpovídá tepelnou vodivost jednosměrného kompozitu uhlík/uhlík ve směru podélném i příčném k ose vlákna. V tomto mnohostraném modelu je zahrnuta morfologie vlákna, matrice, vazba vlákno-matrice, nepravidelná distribuce vláken, pórovitost a trhliny. Model nejprve zkoumá účinky těchto parametrů na tepelnou vodivost na mikroskopické úrovni a pak využije tyto výsledky pro určení celkové tepelné vodivosti. Model je schopen předpovídat průměrnou tepelnou vodivost u kompozitu uhlík/uhlík na bázi smoly. Model také sleduje účinek různé struktury kompozitu na výslednou tepelnou vodivost. Byly zkoumány efekty vlákkenné morfologie, rozhraní vlákna-matrice, poměr příčné vodivosti vlákna a vodivosti matrice na celkovou vodivost kompozitu. Autoři ukázali, že lze využít model FEM pro modelování anizotropie třífázové struktury kompozitu uhlík/uhlík. Modelováním morfologie vlákna, matrice, rozhraní vlákno-matrice, dutin a nepravidelných distribucí trhlin, póru a vláken, lze předpovídat tepelné chování kompozitu jak ve směru podélném tak ve směru kolmém k vláknu.

V svém článku *Vincent J. Ervin (1999)* [71] představuje způsob homogenizace-pro approximaci efektivní tepelné vodivosti jednosměrného kompozitu uhlík-uhlík. Stanovuje horní hranici pro efektivní vodivost. Pro odhad vodivosti paralelně k ose vlákna používá jednoduchý vážený průměr složek. V případě vodivosti kolmé k ose vlákna je matrice převážně odpovědná za teplotní transport, vlákna, póry a trhliny narušují proudění tepla kompozitem. Účinek pórovitosti (prázdná místa a trhliny uvnitř kompozitu) je výraznější u vodivosti kolmé k ose vlákna.

Autor *A. Agbossou, J. Pastor (1996)* [67] popisuje tepelný samosouhlasný model pro nvrstvý vlákkenný kompozit. Základní objemový prvek je tvořený z vlákna pokrytého několika vrstvami a je obklopen nekonečným homogenním prostředím s ekvivalentní vodivostí. Autor

vychází z principu ekvivalentních energií. Jsou uvedena explicitní vyjádření tepelných napětí a tepelných koeficientů roztažnosti ve vícevrstvém kompozitu.

Autor *Y. I. Dimitrienko* (1998) [69] svým článkem přispívá k vývoji a ověření strukturálního modelu textilních kompozitních materiálů s polymerní matricí při vysokých teplotách. Za pomocí modelu, analytických vztahů mezi pružnými moduly a napětími v textilním kompozitu při teplotách až do  $1800^{\circ}\text{C}$  byly odvozeny meze pevnosti matice a vláken a geometrické strukturální parametry kompozitu. Vypočtené výsledky byly srovnány s experimentálními daty pro uhlík a sklo-fenolitické kompozity jako příklad. Autorem byl navržen model pro výpočet pružných a pevnostních vlastností a tepelných roztažností kompozitních materiálů z vlastností vláken a matrice. Model bere v úvahu nejen pravidelné struktury kompozitu, ale také porušené struktury jako porušené monofily, delaminace v matrici, vychýlení monofilu, ohýbání vláken v látce atd.. Pomocí modelu lze popsat degradaci pružných a pevnostních vlastností kompozitu ve směru výztuže, závislost tepelných vlastností kompozitu nejen na teplotě, ale také na době působení tepla. Dále lze vysvětlit smršťování kompozitu při zahřívání na vysoké teploty ap..

V článku *M. Šejnoha, J. Zeman, J. Šejnoha* (2002) [73] je navržena metoda stanovení efektivních materiálových termoelastických vlastností pro nepravidelné vláknové kompozitní systémy. Byl zvolen systém grafitových pramenců v polymerní matrici, jako zástupce dvoufázového neuspořádaného kompozitního média. Byly nalezeny efektivní termoelastické vlastnosti pro vláknový grafit-epoxi kompozitní systém s náhodně rozdělenými vlákny uvnitř kompozitního celku. V práci byly studovány dva modely, které se liší svojí formulací. První model vycházel z variačních principů podle Hashina a Shtrikmana, které byly dále rozšířeny. Byla navržena velmi účinná numerická procedura založená na DFT, která by mohla využít digitalizaci obrazu skutečné mikrostruktury. Byla aplikována Fourierova transformace pro řešení vyplývajících rovnic. Druhý model je založený na stavbě modelu periodické elementární buňky v kombinaci s metodou konečných prvků. Komplikovanost skutečné mikrostruktury se projevila v komplikovanějších elementárních buňkách majících větší množství elementů. Potřebné množství elementů a jejich uspořádání bylo předurčeno makroskopickou odezvou elementární buňky, která by měla být identická s chováním skutečného kompozitu. Jednoduchý a intuitivní přístup založený na statistikách mikrostruktury byl navržen a odvozen podobně pro periodické elementární buňky. Je uveden výpočet efektivních termoelastických vlastností vybraného kompozitního systému.

### 1.2.1.2. Kompozity vyztužené tkaninou

*Christensen R. M* (1982) se ve své monografii [8] zabývá i efektivními tepelnými vlastnostmi. Uvádí zde přehled výpočtu efektivních koeficientů tepelné vodivosti a teplotní roztažnosti heterogenního materiálu, který vychází z prací Hashina a Shtrikmana [50] a Rozena a Hashina. Výpočet efektivní tepelné vodivosti v této disertační práci vychází z Christensenova modelu objemového zprůměrování :

$$\bar{q}_i = -k_{ij} \bar{\theta}, j \quad (1.5)$$

kde  $\bar{q}_i$  a  $\bar{\theta}, j$  jsou objemové průměry veličin  $q_i$  a  $\theta_j$  v reprezentativním objemovém elementu. Rovnice se vztahuje k makroskopicky anizotropnímu materiálu, kde  $k_{ij}$  závisí na směru.

Autoři článku *Q. G. Ning, T. W. Chou (1995)* [62] vyvinuli mikro-mechanický model pro předpověď efektivní tepelné vodivosti kompozitu vyztužených tkaninou, založený na tepelné a elektrické analogii. Pomocí tohoto modelu jsou předpovídány efektivní tepelné vodivosti pro epoxi kompozity vyztužené tkanou textilií ze Skla, Grafitu a Kevlaru49. Autoři používají tepelně-elektrickou analogii, která využívá podobnost mezi diferenciálními rovnicemi tepelného potenciálu a elektrického potenciálu. Z důvodu této podobnosti tepelný odpor  $R$  a tepelný tok  $q = \Delta T/R$  v tepelném systému jsou analogické k elektrickému odporu  $r$  a toku proudu  $i = \Delta E/r$  v elektrickém systému. V mikro-mechanickém modelu, je materiál osnovy a útku identický, rozteč a tloušťka může být variována. Z důvodu nedostatku experimentálních dat je těžké stanovit obecnou použitelnost současného modelu pro široký okruh vláken s různým objemovým podílem. Byla odvozená předpověď efektivní tepelné vodivosti kompozitu vyztužených tkaninou v plátnové vazbě. Pro čtyři kompozitní systémy uvádějí autoři vynikající shodu mezi předpovídanými hodnotami a existujícími analytickými, numerickými a experimentálními výsledky.

Autoři *Ph. Vandurzen, J. Ivens, I. Verpoest (1996)* [63] navrhují geometrický popis pro 3D tkaninu, který slouží jako základ pro modelování pevnosti a tuhosti kompozitu. Autoři navrhují schéma pro vypočet geometrie obecných vlákenných architektur. Geometrický model, založený na čočkovitém průřezu vlákna, předpovídá pro každou tkanou strukturu zakrytí tkaniny, globální a lokální objemové podíly vlákna a vlákenné orientace.

Ve druhé části se autoři zabývají předpovědí inženýrských konstant založených na předchozím matematickém popisu makro a mikro buňky. Model předpovídá i modul ve smyku pro kompozity vyztužené tkaninou. Geometrický model a matematická analýza byla realizována programem TEXCOMP vytvořeným v uživatelském prostředí Microsoft Excel.

Autoři *A. Dasgupta, R. K. Agarwal & S. M. Bhandarkar (1996)* [65] stanovují efektivní mechanické a tepelné vlastnosti laminátových kompozitů vyztužených 3D tkaninami. Vycházejí z mikro-mechanických rozborů a z teorie binárních asymptotických homogenizací elementární buňky, která se periodicky opakuje v dané tkanině. Ortotropní tenzor pro efektivní mechanickou tuhost, součinitel tepelné roztažnosti a tepelné vodivosti je získán z numerického řešení okrajové úlohy pro elementární 3D buňku s použitím metody konečných prvků. Uvádějí i další analytické modely sestávající ze sériově paralelní tepelné odporové sítě pro výpočet ortotropního tenzoru tepelné vodivosti. Do numerických a analytických modelů vstupují vlastnosti materiálů a trojrozměrná geometrie tkaniny.

Rovnice jsou řešeny pro čtvrtinu elementární buňky pro získání efektivní tepelné vodivosti. Tato analýza připouští simulaci lineárního a nelineárního chování vrstvené desky jako funkci proměnného objemového podílu vlákna. Tyto informace jsou velmi důležité pro návrháře laminátu z hlediska variability, která je očekávána ve vrstvené desce z důvodu různého obsahu pryskyřice. V této předložené práci je model nelineární z důvodu nonlinearity matrice a poškození vláken. Byla zkoumána degradace v mechanickém chování kompozitu pomocí metody "knee behavior", využívající Tsai-Hilova kritéria předpovědi postupujících poruch příčných vláken. Výsledek ukazuje dobrou shodu s experimentálními daty a s daty v literatuře.

Autoři *R. Akkerman & R.S. de Vries (1998)* [68] ve své práci analyzují termoelastické chování kompozitů vyztužených tkaninou. K analýze chování je využito kombinace mikromechaniky spolu s metodou konečných prvků. Reprezentativní objemový element je rozdělen na malé elementy, u kterých se pro určení termoelastických vlastností využívá mikromechaniky. Autor v práci využívá třech úrovní materiálové struktury: mikro, mezo a makro – úroveň. Mezo úroveň je založena na Kirchhoffových teoriích desky. 2D model, který autor ve své práci popisuje je vytvořen pro tkaninu s atlasovou vazbou 5 HS, může být však snadno přizpůsoben pro jiné typy tkanin. K popisu geometrických parametrů autor používá tvarových funkcí na základě goniometrických funkcí.

Autoři *J. Zeman, M. Šejnoha (2002)* [72] uvádí postup pro stanovení periodické elementární buňky (PUC) pro kompozit vyztužený nedokonalou tkaninou. Stanovují vybrané geometrické parametry PUC tak, aby PUC se podobala skutečné geometrii kompozitu. Geometrické parametry mohou být získané z digitalizace mikrosnímku typického vzorku horizontální projekcí. Jsou navrženy dva různé způsoby jak stanovit kvalitu periodické elementární buňky a parametry PUC. V prvním přístupu, je snaha o nalezení odpovídajícího binárního obrázku skutečného materiálu a PUC. Ve druhém přístupu, se hledá postup pro optimální PUC. Hledá se pravděpodobnostní funkce, která je statisticky ekvivalentní ke skutečné mikrostrukturě. Jsou nalezeny požadované geometrické charakteristiky. Model konečných prvků pro kompozity vyztužené tkaninou je formulován tak, předpověď celkovou elastickou odezvu kompozitu pomocí homogenizační metody.

## 1.2.2. Experimentální výzkum

Výzkum zabývající se experimentální stanovením tepelné vodivosti různých textilních struktur kompozitu je velmi obtížný. Je to především z důvodu vysokých hodnot tepelné vodivosti, která je ve směru vláken řádově srovnatelná s vodivostí kovů. V současné době není mnoho pracovišť, která by se zabývala stanovením tepelné vodivosti. Jedním z pracovišť je Kloknerův ústav ČVUT, Ústav Geofyziky AV ČR a katedra netkaných textilií TUL, ze které je i autor následujícího článku.

Autoři *O. Jirsák, T. Gok, B. Ozipek, N. Pan (1998)* [74] ve svém článku uvádějí dynamickou a statickou metodu pro měření tepelné vodivosti textilií. V případě statické

metody jde o měření ustáleného stavu tepelného toku, v případě dynamické metody je sledována křivka teplotní časové závislosti popisující průběh ohřevu vzorku a určuje se tepelná vodivost a následně tepelná vodivost materiálu. Kombinace statických a dynamických metod může být použita pro studium vlastností póravitých médií.

Autor *Kia Moh Teo a Khalid Lafdi (1998)* [75] ve svém článku popisuje metodu stanovení tepelné vodivosti a tepelné difuzivity metodou tzv. foto-teplné techniky. Fyzikální model je založen na teplotní odezvě polonekonečné desky s bodovým zdrojem na povrchu. Dvě metody měření jsou založeny buď na teplotních změnách v pevné vzdálenosti od bodového zdroje, nebo na změně tepelné difuzivity povrchu materiálu. Autor popisuje experimentální stanovení tepelné difuzivity při použití optického mikroskopu a termistoru.

Autoři *N.C. Gallego , D.D. Edie , B. Nysten , J.P. Issi , J.W. Treleaven , G.V. Deshpande (1999)* [76] ve svém článku popisují stanovení tepelné vodivosti uhlíkových vláken dvěma metodami. První metoda sleduje míru tepelné odezvy vláken na fluktuaci tepelného výkonu. Toto zařízení bylo využito pro stanovení tepelné vodivosti vláken za pokojové teploty. Druhá metoda sleduje teplotní odezvy vlákenných vzorků na řízený teplotní gradient. Toto zařízení bylo využito pro měření teplotní závislosti tepelné vodivosti vybraných vláken.

Z rozboru vědecko-výzkumných výsledků publikovaných v odborné literatuře v posledních letech [57-76] vyplývá, že všechny strukturní modely, jak pro jednosměrné, tak pro dvousměrné využití kompozitní systémy vycházejí z teoretických značně zidealizovaných představ o struktuře V žádném z nich se nevyskytují reálná data, získaná mikroskopickou analýzou skutečných struktur. Proto byla předložena práce orientovaná na využití dat, jež byla získána obrazovou analýzou skutečné mikrostruktury kompozitů C/C, dvousměrně využitých tkaninou. Skutečná geometrie výzvuze popsána souřadnicemi bodů, získaných digitalizací průběhů vlákenných svazků [78].

## **2. Kompozitní materiály**

### **2.1. Definice kompozitních materiálů**

Přirozený evoluční vývoj realizoval tvorbu materiálů převážně na kompozitním základu. Většina materiálů jsou materiály heterogenní. Homogenní, čisté materiály se vyskytují jen ojediněle. Pojem kompozit byl do materiálových disciplín zahrnut již ve čtyřicátých letech. Někteří odborníci přisuzují této třídě materiálů široký význam, jiní ji omezují velmi specifickými definicemi..

Nejčastěji se uvádí definice: „Jakýkoli materiál, který není čistá látka a obsahuje více než jednu složku, může být teoreticky klasifikován jako kompozitní materiál“ [33,16]. Tím by mezi kompozitní materiály patřily téměř všechny přírodní látky (dřevo, kosti, lastury atd.) a také většina materiálů vytvořených člověkem (některé výrobky práškové metalurgie, elektrické izolátory, materiály pojené pryskyřicí, plasty plněné prášky, papírové lamináty atd.). Nedostatkem definice je, že do kompozitů zahrnuje jakoukoliv směs materiálů, bez označení její specifickosti nebo zákonů, které by ji odlišily od běžné heterogenní materiálové směsi. Kompozity nemohou být jednoduše označeny za kombinaci dvou materiálů; kombinací se získávají vlastní, odlišné vlastnosti, než jaké může poskytnout některá ze složek sama, nebo jejich prostý součet.

Proto je první definice založená pouze na součtu skladebních složek chybná, neboť jako kompozity klasifikujeme většinu materiálů, které však se skutečnými moderními kompozity nemají nic společného. Je proto třeba brát v úvahu jiné, přesnější definice kompozitu.

První definice kompozitu se týká především rozdílu mezi slitinou a kompozitem: „Kompozity jsou složené materiály, které se liší od slitin tím, že jednotlivé složky si ponechávají své charakteristiky, ale jsou tak vloženy do materiálového systému, že se uplatní pouze jejich přednosti a potlačí jejich nedostatky, aby se získalo zlepšení jeho vlastností“ [16].

Druhá definice kompozitu zdůrazňuje více jejich funkčnost: „Kompozity jsou multifunkční materiálové systémy, které mají charakteristiky neobdržitelné žádným z jednotlivých materiálů. Jsou to kohezivní struktury, vytvořené fyzikální kombinací dvou nebo více kompatibilních materiálů, lišících se složením a vlastnostmi a někdy tvarem.“

Třetí definice kompozitu klade větší důraz na návrhovou filozofii: „Kompozity jsou takové heterogenní materiály, u kterých se po smíšení materiálů se zcela odlišnými vlastnostmi vytvoří jediná struktura; jestliže se tyto vlastnosti doplňují, vzniká kompozitní materiál s přídavnými nebo lepšími vlastnostmi, než mají jednotlivé složky samy, nebo smíšené dohromady“. Z předchozí definice kompozitu jasně vyplývá, že během návrhu a výroby kompozitního materiálu má být vyvolán synergický účinek v jeho struktuře tak, aby bylo možno získat „nový materiál s lepšími vlastnostmi, než mají vlastnosti jednotlivých složek samy nebo ve směsi“.

Z uvedených údajů pak můžeme následně definovat kompozitní materiál:

„Kompozit je každý materiálový systém, který je složen z více (nejméně dvou) fází, z nichž alespoň jedna je pevná, s makroskopicky rozeznatelným rozhraním mezi fázemi, a který dosahuje vlastnosti, které nemohou být dosaženy kteroukoli složkou (fází) samostatně ani prostou sumací.“ [30,16]

## 2.2. Rozdelení kompozitních materiálů

Rozdělit kompozitní materiály je možno podle různých hledisek. Podle materiálové matrice, tedy podle základní spojité fáze, rozeznáváme kovové kompozity (např. slitiny, kovy zpevněné disperzem, kovy využívané částicemi, cermety, kovy využívané vlákny), polymerní kompozity (s termoplastovou, reaktoplastovou nebo elastomerní matricí, zpevněné jinými polymery, partikulárními nebo fibrilárními plnivy), keramické kompozity a ostatní anorganické kompozity (obvykle silikátové, nebo na síranové bázi), popř. jejich kombinace, nejčastěji u dvoustrukturních nebo vícestrukturálních systémů.

Jiným hlediskem může být struktura, nebo geometrická charakteristika dispergované (vložené) fáze do matice. Podle toho rozeznáváme disperzní kompozity (disperzně zpevněné kovy), částicové kompozity (partikulové, granulární) s částicemi pravidelných tvarů (koule, destičky) nebo nepravidelných tvarů nebo s plynými inkluzem (lehčené polymery) a vláknové kompozity s dlouhými vlákny (obvykle usporádanými) nebo s krátkými vlákny (obvykle neusporádanými nebo jen částečně orientovanými). Granulární částice mohou být z látek různého druhu, dlouhá vlákna jsou obyčejně skleněná, uhlíková nebo polymerní, krátká také uhlíková, borová, wolframová a další.

Úlohou vložené (vnitřní) složky v kompozitním materiálu je „zesílení“ matriční substance, zlepšení jejích vlastností, jako např. pevnost, tuhost, modul pružnosti, atd. U řady kompozitních matriálů se jako využívající vnitřní složka používají textilní vlákna. Kromě uhlíkových vláken se pro výztuž kompozitů používají i další materiály. Jedná se o vlákna:

- Anorganická (skleněná, ocelová, borová, keramická a další)
- Organická (z polyamidů a aromatických polyamidů, dále vysocepevná PES vlákna, atd.)

## 2.3. Kompozity C/C

Pojem kompozit C/C označuje kompozitní materiál, kde matrice i výztuž mají podobnou strukturu na uhlíkové bázi. V této práci se nadále budu zabývat výhradně jen kompozity C/C.

### 2.3.1. Uhlíková vlákna

Uhlíková vlákna jsou anorganická vlákna obsahující až 99,9% uhlíku. Získávají se strukturální přeměnou výchozích organických materiálů pomocí pyrolyzy. První informace o uhlíkových vláknech se objevily v roce 1880. Poprvé se podařilo získat ohebná a pevná uhlíková vlákna až v 50. letech z viskózového hedvábí, pak následovala uhlíková vlákna získaná pyrolyzou polyakrylonitrilových vláken.

Uhlíková vlákna můžeme charakterizovat:

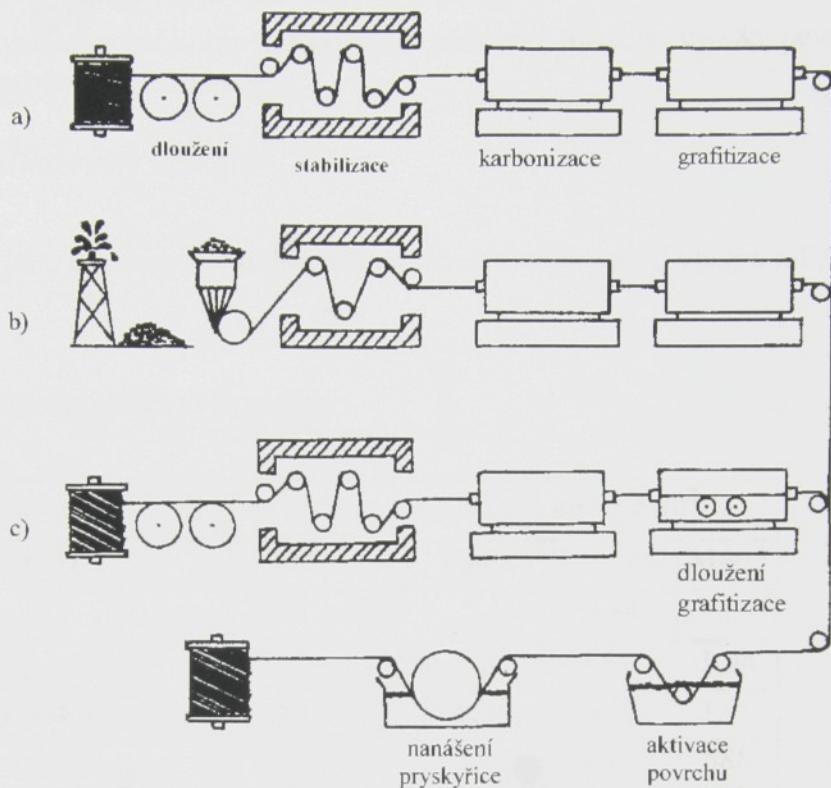
1. Podle výchozích surovin (prekurzoru, obr.2.1) :

- **na bázi viskózy** - patří mezi historicky nejstarší. Výrobní postup zahrnuje dehydrataci a rozklad při teplotách do  $400^{\circ}\text{C}$ , karbonizaci při teplotě do  $1500^{\circ}\text{C}$  a grafitizaci za současného dloužení při teplotách nad  $2800^{\circ}\text{C}$ . V současné době se již běžně nevyrábějí.
- **na bázi PAN** - Výroba uhlíkových vláken z PAN prekurzoru je nejrozšířenější technologií výroby uhlíkových vláken. Skládá se z následujících fází [16, 18, 30].
  - **Zvlákňování PAN** - se provádí suchým nebo mokrým způsobem z polárních organických rozpouštědel nebo solných roztoků. Suché zvlákňování je nevhodné, protože způsobuje značné rozdíly ve struktuře povrchu a vnitřní struktuře vlákna. Při tomto procesu je vyžadována maximální čistota prostředí (jemná filtrace roztoků i plynů). Koagulace probíhá rovnoměrně a pomaleji než u běžných textilních vláken. Také stupeň dloužení je vyšší než pro běžná textilní vlákna. Rovnoběžné PAN kabílky o 1000, 3000, 6000 nebo 12000 monofilech jsou dále vystaveny tepelnému zpracování.
  - **Stabilizace PAN** - V tomto stádiu zpracování se PAN vlákna upraví tak, aby mohla být dále zpracovávána při vyšších teplotách. Vlákno se stává nehořlavým. Struktura termoplastických PAN vláken se přeměňuje v trojrozměrnou zesítěnou strukturu. Stabilizace PAN vláken se realizuje cyklizací a oxidačním zesítěním. Polyakrylonitril při zahřívání nad teplotu skelného přechodu  $T_g$  ( $\sim 70^{\circ}\text{C}$ ) měkne a smršťuje se, nad  $200^{\circ}\text{C}$  se škvaří a exotermicky rozkládá. To znamená, že ohřev PAN suroviny je nutné provádět pod mechanickým napětím (tahem), čímž se zabrání smrštění vláken. Aby nedošlo k spontánnímu rozběhu rozkladních exotermních reakcí, musí se řídit i rychlosť ohřevu. Jde o relativně pomalý ohřev nad teplotu  $200^{\circ}\text{C}$ . Stabilizace probíhá v prostředí vzdušného kyslíku řádově několik hodin. Barva vláken se mění přes žlutou, oranžovou, okrovou a hnědou až na černou, což svědčí o vzniku a prodlužování konjugovaných systémů dvojných vazeb ve struktuře vláken. Z

fyzikálních vlastností se kromě barvy mění hustota, která se zvyšuje. Změnou struktury se mění i mechanické vlastnosti – sníží se tažnost do přetržení a tedy i pevnost v tahu. Pokud se nezhorší orientace struktury vlákna, nedochází k zřetelné změně modulu pružnosti.

- **Karbonizace:** Podstatou je vznik materiálu s vysokým obsahem uhlíku. Stabilizovaná černá vlákna jsou ohřívána v inertní atmosféře při teplotě 1000 - 1500 °C řádově desítky minut. Při zahřívání nad 270 °C dochází k odštěpení malých jednoduchých molekul ( $H_2O$ ,  $HCN$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $H_2$ ,  $NH_2$ ), vzájemnému spojování žebříčkovitých polymerů a vytváření polykondenzovaných aromatických makromolekul, které se postupně rovnají tak, aby vytvořily základ grafitické struktury. Díky strukturním změnám ve vlákně se podstatně mění všechny fyzikální i mechanické vlastnosti.
- **Grafitizace** – vytváření vrstevnaté hexagonální (grafitické) struktury – probíhá v argonové atmosféře při teplotách 2000 – 3000 °C řádově několik desítek sekund. Při zahřívání karbonizovaných vláken na teploty 1400 – 2000 °C dochází k odštěpování posledních atomů dusíku vázaných ve vznikající grafitické struktuře vlákna. Nad teplotou 2000 °C získávají uhlíková vlákna plastický charakter, takže v nich může docházet k zvětšování krystalických celků a změně jejich orientace. Působením vnějšího napětí (tahu) na vlákna dojde ke zvýšení orientace jejich vnitřní struktury a tím ke zvýšení anizotropie mechanických, tepelných a elektrických vlastností. Tento efekt se zvyšuje s teplotou. Tímto způsobem lze dosáhnout nejvyšších hodnot modulu pružnosti.
- **Povrchové úpravy:** V technologii výroby uhlíkových vláken rozlišujeme dva typy povrchových úprav. Nejdříve je nutné zvýšit povrchovou energii vláken a potom vlákna opatřit tzv. sizingem (lubrikací). Zvýšení povrchové energie představuje obvykle částečnou oxidaci povrchu uhlíkových vláken za vzniku funkčních skupin, které jsou schopny vázat pojiva silnějšími chemickými vazbami. Zároveň dochází i ke zvětšení velikosti povrchu. Nejpoužívanější je elektrolytická povrchová úprava. Konečnou povrchovou úpravou je nanášení ochranné vrstvy – sizingu. Sizing je vrstvička látek, která uhlíkové vlákno chrání před poškozením, snižuje tření, má antistatický účinek, drží pohromadě monofily v kabílkách, ale současně usnadňuje pronikání pojiv k povrchu vláken a zajišťuje tak optimální podmínky pro jejich další zpracování do kompozitů nebo zpracovatelských útvarů tj. tkanin, prepregů a podobně. Jako sizing je běžně používán cca 1% nános nevytvřené epoxidové pryskyřice.
- **na bázi smol** - v posledních letech roste podíl uhlíkových vláken vyráběných ze smol různého původu a chemického složení. Používají se především smoly zbylé po destilaci černého uhlí a ropy. Špičková vlákna poskytují pouze smoly s kapalnými krystaly tzv. mezofázové smoly.

- na bázi dalších polymerních vláken (polyacetyleny, polyimidy atd.)



Obr. 2.1 Schéma postupu výroby uhlíkových vláken a) z PAN prekurzoru; b) ze smoly; c) z viskózových vláken(v současné době se už běžně nevyrábějí).

## 2. Podle technologie výroby :

- vlákna připravená karbonizací (tj. do  $1500^{\circ}\text{C}$ )
- vlákna připravená grafitizací (tj. do  $2200^{\circ}\text{C}$ )
- vlákna připravená rozkladem par uhlovodíků

## 3. Podle mechanických vlastností :

- **vysoko pevná uhlíková vlákna** - vyrábějí se převážně z PAN a mají nejširší použití. Jejich parametry se pohybují v těchto rozmezích pevnost 4 - 7 GPa, modul pružnosti 200 - 300 GPa.
- **vysokomodulová grafitová vlákna** - značená symbolem HM ("high modulus"). Vyrábějí se z PAN a mezofázových smol. Modul pružnosti těchto vláken se pohybuje mezi 300 až 800 GPa, pevnost od 1,7 - 3,9 GPa. Používají se především pro náročnější aplikace.
- **vlákna se středním modulem** – označované IM, vyrábějí se z PAN, pevnost 5,5 GPa, modul pružnosti 300 GPa.
- **nízkomodulová vlákna** - jsou nejlevnějším typem vláken, jsou vyrobena z izotropních smol, jejich hlavní použití je pro izolaci a těsnění.

4. Podle konečného použití:

- vlákna izolační (nízký modul pružnosti)
- vlákna pro vyztužování kompozitů (vysoké elastické moduly, vysoké pevnosti)
- vlákna se sorpčními vlastnostmi

### *Vlastnosti uhlíkových vláken*

V tabulce I. jsou uvedeny nejdůležitější vlastnosti uhlíkových vláken z PAN při teplotě  $20^{\circ}\text{C}$  [35].

Tabulka I. Vlastnosti uhlíkových vláken

Typ vlákna	Vlákna z PAN (při teplotě $20^{\circ}\text{C}$ )				
Vlastnost	T300	M40J	T800H	T1000G	M60J
<b>Průměr [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	6,92	5,19	5,1	5,34	4,67
<b>Hustota [<math>\text{g.cm}^{-3}</math>]</b>	1,77	1,77	1,81	1,80	1,94
<b>Pevnost v tahu [GPa]</b>	3,53	4,41	5,49	6,37	3,92
<b>Modul E [GPa]</b>	230	377	294	294	588
<b>Prodloužení [%]</b>	1,53	1,17	1,87	2,17	0,67
<b>Tepelná vodivost [<math>\text{W.m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}</math>]</b>	8,5	70	7	--	--

Z údajů o vlastnostech vláken dodaných výrobci a z tabulek vyplývají tyto obecné zvláštnosti uhlíkových vláken [22,35]:

- Anizotropie mechanických i fyzikálních vlastností – vlákna ve směru kolmém k ose vlákna mají modul pružnosti výrazně menší, na úrovni hodnot polykristalického grafitu.
- Křehkost – prodloužení při přetržení je menší než u vláken skleněných. Větší křehkost vláken se projevuje i při ohybu vláken. Poloměr ohybu, při kterém se vlákna zlomí, je větší než u vláken skleněných stejného průměru.
- Záporný koeficient délkové teplotní roztažnosti  $\alpha$ , tj. při ohřevu se vlákno zkracuje. Ve směru kolmém má  $\alpha$  kladnou hodnotu a je větší než u vláken skleněných.
- Dobrá tepelná vodivost.
- Anizotropie se projevuje i ve fyzikálních vlastnostech – tepelná a elektrická vodivost. Tepelná vodivost v podélném směru je větší u vysokomodulových vláken ze smol.
- Malý elektrický odpor.

### **2.3.2. Uhlíkové matrice**

Uhlík má velmi atraktivní vlastnosti pro materiálové inženýrství. Matrice mohou být grafitizovatelné nebo negrafitizovatelné podle typu *prekurzoru*, tj. látky, ze které uhlíková matrice karbonizací vzniká. Může být připravena několika způsoby, a tím docílit požadovaných mechanických vlastností.

Způsoby výroby uhlíkových matric [30, 32, 38]:

- a) ze syntetických pryskyřic
- b) z uhelných smol
- c) z plynné fáze metodou termického rozkladu uhlovodíků (CVD)

Syntetické pryskyřice jako prekurzor matrice kompozitu C/C se během tepelného působení transformují do podoby skelného uhlíku s amorfní strukturou a nízkou hustotou okolo  $1,5 \text{ g.cm}^{-3}$ , která po opakovaných cyklech impregnace a karbonizace vznrůstá. Vysoce používané jsou polyimidové a polyfenylenové pryskyřice, které při pyrolýze dosahují až 75% uhlíkového zbytku po prvním cyklu impregnace. K dalším významným prekurzorním materiálům patří furan-formaldehydové pryskyřice. Výsledný kompozit nemá po prvním cyklu impregnace dobré mechanické vlastnosti v důsledku přenášeného napětí z matrice na vlákna. Opakováním cyklů lze dosáhnout zlepšení mechanických vlastností, kdy matrice snáze pronikne do porézní struktury kompozitu [30].

Uhelné smoly se získávají jako vedlejší produkt koksování černého uhlí. Matrice tvořené prekurzorem z termoplastických uhelných smol mají vysoký výtěžek uhlíku a jsou dobře grafitizovatelné.

V posledním případě lze uhlíkové matrice získávat zhutňováním z plynné fáze vzniklé termickým rozkladem uhlovodíku (CVD). Uhlík se nejprve infiltruje a pak následně usazuje na polovodičové vrstvě. Technologie je velmi náročná, ale poskytuje velmi kvalitní a drahé kompozity. V porovnání s prekurzory na bázi termoplastických pryskyřic nedochází k vzniku vysokých napětí vlivem tepelného působení [32].

#### **2.3.2.1. Fenolické pryskyřice jako prekurzor uhlíkové matrice**

Mají velice dobrou prostorovou stálost a i za zvýšených teplot mohou přenášet zatížení nad teploty  $T_g$  v důsledku velké hustoty zesítění. Jsou nehořlavé, čisté fenolické pryskyřice jsou křehké a za normální teploty jsou v tuhém stavu. Výchozí základní surovinou pro výrobu fenolických pryskyřic je fenol a jeho homology, směsi jednomocných fenolů z destilace černouhelného a hnědouhelného dehtu, vícesytné fenoly a formaldehyd ve formě vodného roztoku. Za přítomnosti kyselých nebo alkalických katalyzátorů reagují fenoly s aldehydy za vzniku kondenzačních produktů, jsou-li na benzenovém jádře volné orto- a para- polohy vzhledem k fenolické hydroxylové skupině. Základem reakcí při tvorbě fenolických pryskyřic je adice formaldehydu na fenol. Průběh adice však nebyl nikdy úplně vysvětlen.

Fenol a formaldehyd se spojují navzájem za katalytického působení kyselého nebo alkalického katalyzátoru. Působíme-li na fenoly formaldehydem v kyselém nebo alkalickém prostředí, vznikají polykondenzační produkty, které jsou ze všech plastických hmot nejdéle známé. Označují se jako fenoplasty nebo fenolformaldehydové pryskyřice. Výsledný produkt polykondenzace nemá lineární a trojrozměrnou síťovanou strukturu. Tyto pryskyřice vznikají rovněž při elektrofilní substituci fenolu, kdy elektrofilním činidlem je formaldehyd se svým elektronově deficitním uhlíkem. Uvažuje-li se reakce formaldehydu jako substrátu a fenolu jako činidla, jde o nukleofilní adici fenolu na aldehydickou skupinu.

Fenoly jsou stálé sloučeniny s hydroxylovou skupinou v aromatickém jádru. Formálně se podobají vinylalkoholu, protože v jejich rezonančních strukturách je hydroxyl vázán na uhlíku s dvojnou vazbou. Fenoly jsou krystalické sloučeniny, které obsahují jednu nebo více hydroxylových skupin. Podle toho se dělí na jednosytné a vícesytné. Přítomnost hydroxylových skupin v molekule zvyšuje polaritu, a proto jsou dobře rozpustné ve vodě.

Fenol může být substituován a formaldehyd nahrazen vysokomolekulárními aldehydy pro zvýšení ohebnosti, zvýšení reaktivity za nižších teplot a pro zlepšení kompatibility s dalšími pryskyřicemi při výrobě hybridních fenolických pryskyřic.

Fenolické pryskyřice je možné rozdělit na *novolaky* a *rezoly*. Novolaky jsou směsi homologů dihydroxydifenylmetanu. K vytvrzení těchto termoplastických pryskyřic se používá paraformaldehydu a hexametylentetraminu v kyselém prostředí. Rezoly jsou směsi fenolalkoholů obsahující reaktivní skupiny schopné vytvrzovat se za vyšších teplot v alkalickém prostředí. Fenolické pryskyřice jsou negrafitizovatelné s trojrozměrnou netavitelnou izotropní strukturou. Jsou tuhé, křehké a mají nepatrnu plastickou deformaci. Největší význam pro tvorbu laminátů mají novolakové pryskyřice, které obsahují přebytek fenolu. Novolakové pryskyřice, které obsahují kyselé katalyzátory, se vytvrzují pomocí aminů (hexamethylenamin) za zvýšených teplot při relativně vysokých tlacích. Pro výrobu prepregů se používají roztoky fenolických pryskyřic nebo emulzí.

Fenolické pryskyřice jsou nejstarší a u nás nejrozšířenější umělá hmota používaná prakticky ve všech průmyslových oborech. Díky svým výborným elektroizolačním vlastnostem byla využívána zejména v elektrotechnickém průmyslu, avšak v poslední době nacházejí uplatnění především v oblasti kompozitních materiálů a materiálů inženýrských aplikací [22, 25].

### 2.3.4. Technologie přípravy tkaninového kompozitu C/C

Technologické postupy přípravy kompozitních vzorků jsou vypracovány podle interních materiálů Ústavu struktury a mechaniky hornin Akademie věd v Praze, kde byly zkoumané kompozity připraveny.

#### 2.3.4.1. Popis kompozitních vzorků

Výzvuž studovaných kompozitních vzorků je tvořena 8 vrstvami uhlíkových tkanin. Tyto tkaniny jsou vyrobeny z uhlíkového multifilu Torayca T 800 HB. Vybrané parametry tohoto multifilu a uhlíkové tkaniny před tepelně-mechanickým zpracováním jsou v tabulce (tab. II.)

Tab. II. Parametry uhlíkového multifilu a uhlíkové tkaniny

Multifil z uhlíkových vláken		Uhlíková tkanina	
typ	T 800 HB	typ tkaniny	Kepr Carr 2/2
počet vláken	6000	tloušťka tkaniny	0,37 mm
délková hmotnost	222 tex	plošná měr. Hmotnost	200 g.m <sup>-2</sup>
pevnost v tahu	5490 MPa	pórovitost	70 %
modul pružnosti	295 GPa	dostava osnovy	45 nití / 100 mm
tažnost	1,9 %	dostava útku	45 nití / 100 mm
hustota	1,81 g.cm <sup>-3</sup>	setkání osnovy	1 %
		setkání útku	2 %

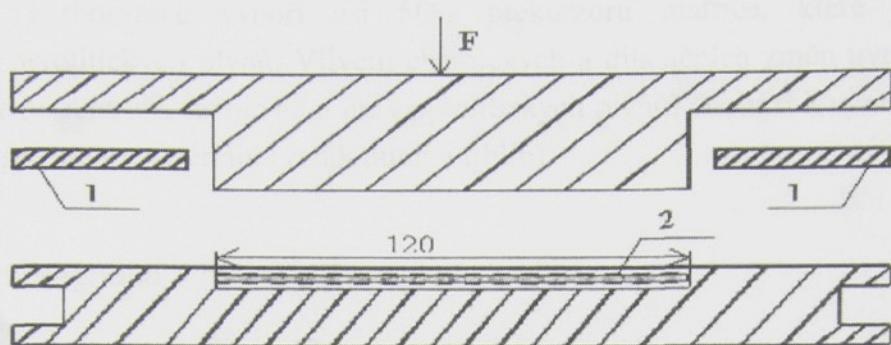
Připravené kompozitní desky o velikosti 120 x 120 a tloušťce cca 2,5 mm byly po lisování nařezány speciální pilou na proužky velikosti 60 x 12 mm. Tyto řezy jsou vedeny ve směru osnovy (obr. 2.2).



Obr. 2.2 Dělení připravené kompozitní desky

#### 2.3.4.2. Proces přípravy prepregu

Na uhlíkovou tkaninu je pomocí štětce nanesena fenolická pryskyřice Umaform LE. Po této úpravě je tkanina uložena na voskovém papíře po dobu 48 hodin, kdy dojde k prosycení tkaniny a zavadnutí pryskyřice. Takto upravená tkanina je rozřezána na osm čtverců o rozměru 120 x 120 mm. Tyto čtverce jsou kladený na sebe při zachování směru osnovy a útku (0° / 90°), následně uloženy do formy a připraveny na lisování (obr. 2.3)



Obr. 2.3 Forma pro lisování kompozitní desky, 1 – distanční plechy, 2 – kompozitní deska

#### 2.3.4.3. Lisování

Ve formě připravená kompozitní deska je nejprve zahřívána a po té lisována při tlaku cca 0,3 MPa dle následujícího časově-teplotního režimu (tab. III.):

Tab. III. Časově-teplotní režim při lisování kompozitní desky (obr. 2.4 a)

Rychlosť ohrevu	Konečná teplota	Prodleva	Lisování
400 °C / h	87 °C	85 min	Ne
Ne	87 °C	55 min	Ano
60 °C / h	117 °C	60 min	Ano
Ochlazení na vzduchu	20 °C	24 h	Ne

V průběhu lisování dochází k odtoku nadbytečné matrice, při kterém může dojít ke vzniku pórů. Produktem procesu lisování je tzv. zelený kompozit, tj. kompozit s uhlíkovou výztuží a polymerní matricí.

#### 2.3.4.4. Karbonizace

Vzorky zeleného kompozitu jsou umístěny do karbonizační pece na grafitovou podložku. Elektrická karbonizační pec dosahuje maximální teploty 1200 °C a výkonu 6 kW. Uvnitř pece je křemenná trubka, ve které cirkuluje vysoko čistý dusík N<sub>2</sub> (99,99 %) s rychlosťí průtoku 40 dm<sup>3</sup>/h. Takto připravené vzorky jsou karbonizovány dle následujícího časově teplotního režimu.

Tab. IV. Časově-teplotní režim karbonizace (obr. 2.4 b)

Rychlosť ohrevu	Konečná teplota	Prodleva
50 °C / h	1000 °C	60 min
Rychlosť chlazení		
50 °C / h	20 °C	24 h

V průběhu karbonizace vyhoří asi 50% prekurzoru matrice, které je provázeno uvolňováním pyrolytických plynů. Vlivem chemických a dilatačních změn uvnitř kompozitu (smrštění objemu matrice, rozpínání a únik pyrolytických plynů) dochází k výraznému nárůstu porozity kompozitního materiálu (vznik dutin a trhlin).

#### 2.3.4.5. Reimpregnace a rekarbonizace kompozitu

Pro snížení porozity karbonizovaného kompozitu se používá vakuová reimpregnace vzorků roztokem fenolické pryskyřice Umaform LE s následnou rekarbonizací.

Tento cyklus je dle potřeby několikrát opakován, většinou jsou provedena dvě až tři opakování. Experimentálně bylo zjištěno, že po dalších cyklech reimpregnace a rekarbonizace už nedochází k výrazným změnám otevřené pórovitosti.

#### 2.3.4.6. Grafitizace

Po posledním cyklu reimpregnace a rekarbonizace vzorků následuje proces grafitizace vybraných kompozitních vzorků.

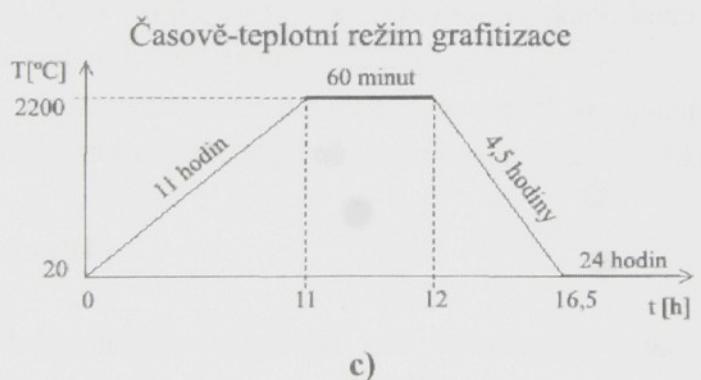
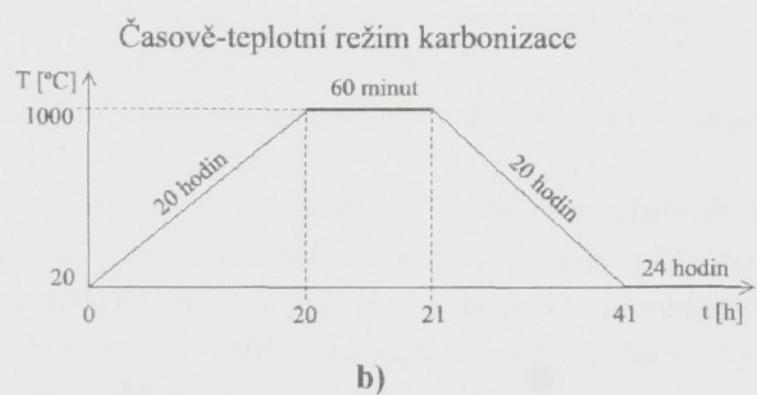
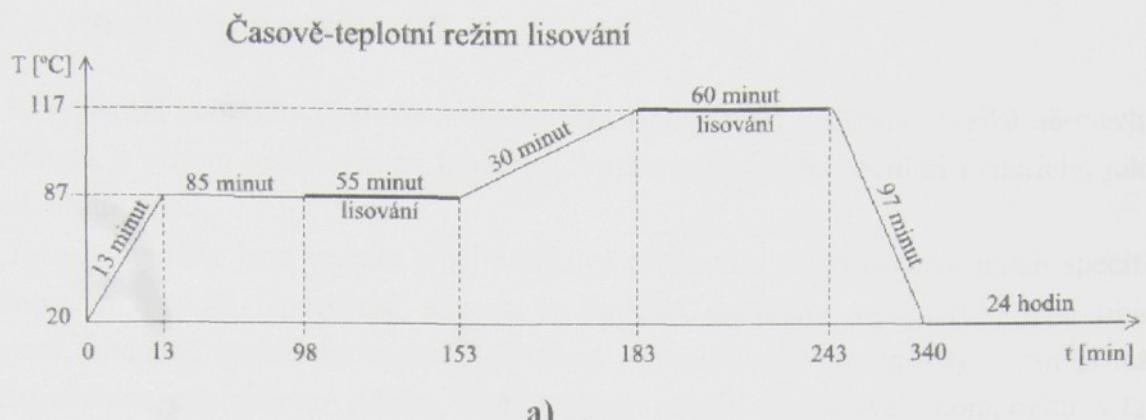
Proces grafitizace probíhá ve speciální peci, kde jsou vzorky umístěny v uhlíkové formě. Následuje vakuování vzorků, aby byla vyloučena přítomnost kyslíku, který za působení vyšších teplot poškozuje strukturu kompozitu. Pak je do pece vpuštěn velice čistý argon (99,996 %, 12 dm<sup>3</sup>/min), aby byla zachována čistota prostředí (zabránění průniku vzdušného kyslíku ke vzorkům, apod.), a spuštěn proces grafitizace (tab. V.):

Tab. V. Časově- teplotní režim grafitizace (obr. 2.4 c)

Rychlosť ohrevu	Konečná teplota	Prodleva
200 °C / h	2200 °C	60 min
Rychlosť chlazení		
500 °C / h	20 °C	24 h

V průběhu grafitizace se mění struktura matrice, která sama o sobě vytváří izotropní skelný uhlík, ale v kombinaci s uhlíkovými vlákny v kompozitu vykazuje grafitickou strukturu v místech fázového rozhraní matrice - vlákna.

Vzniklý grafitizovaný kompozit je tedy tvořen téměř čistým uhlíkem. Tyto kompozity vykazují značnou pevnost i za vysokých teplot, odolnost vůči termálním šokům, výbornou tepelnou vodivost. Jejich nevýhodou je značná křehkost, nižší odolnost vůči oxidaci.



Obr. 2.4 Průběhy tepelného zpracování kompozitní desky a) při lisování, b)při karbonizaci, c)při grafitizaci

### **2.3.5. Použití kompozitů C/C**

Kompozitní materiály využitě uhlíkovými vlákny mají vynikající fyzikálně-mechanické vlastnosti, a přitom velmi nízkou hmotnost, ve srovnání s konvenčními materiály, jako jsou oceli, hliník apod..

Tyto kompozity jsou vesměs lepší než kovy především při porovnání jejich specifických pevností a modulů (specifická pevnost = pevnost materiálu v poměru k jeho objemové hustotě, obdobně specifický modul). Uvedené parametry činí kompozity velmi přitažlivým konstrukčním materiálem. Z toho také vyplývá použití uhlíkových kompozitů v letectví, kosmonautice, dopravních prostředcích a dalších oblastech strojírenského průmyslu, kde jejich hlavní předností je úspora materiálu a úspory energie (u všech dopravních prostředků znamená úspora hmotnosti současně úsporu energie a tím pohonného hmot).

Pevnost a nízká hmotnost také byla podnětem pro použití uhlíkových kompozitů k výrobě sportovního zboží [18, 40].

K těmto uvedeným účelům se používají kromě kompozitních materiálů s uhlíkovou výztuží i materiály s výztuží ze skleněných, aramidových nebo vysoce pevných polyethylenových vláken. Uhlíková vlákna však mají některé mimořádné vlastnosti, které je staví do zvláštní kategorie. Patří sem jednak jejich vlastnosti vysokoteplotní (teplotní odolnost, odolnost vůči tepelnému šoku). Dále chemická odolnost (kromě oxidačního prostředí nad 500 °C) a vynikající kompatibilita k živé tkáni, která nabízí využití kompozitů typu C/C ve zdravotnictví, např. jako kostní implantáty [18, 40].

Oblast využití uhlíkových vláken a z nich zhotovených kompozitů typu C/C a C/P je velmi široká, proto ani následující přehled nemůže obsáhnout všechny příklady jejich použití:

#### ***Letectví, kosmonautika***

Především v kosmonautice a letectví jsou vyžadovány lehké a současně velmi pevné materiály, jejichž cena je až druhotním činitelem. Díky tomu vědeckovýzkumné laboratoře těchto oborů mohly odvést průkopnickou práci týkající se analýzy vlastností kompozitních matriálů, a jejich uplatnění. Kompozitní materiály typu C/P se osvědčily a dnes se jich v letectví využívá např. k využití výztužování nákladních prostorů cestovních letadel nebo mezistropu oddělujícího pasažerský prostor od nákladního a k výrobě celé řady konstrukčních prvků, u kterých je využito hlavně vysoké pevnosti v tahu uhlíkových vláken. Dokonce bylo vyrobeno i lehké dvoumístné dopravní letadlo, jehož celý korpus byl zhotoven z uhlíkových kompozitních materiálů. V kosmonautice se laminátů používá pro výrobu raketových trysek, tepelných štítů, skříní raketových motorů, atd. [18, 40].

Zkušenosti nasbírané v aviatechnice, byly využity i v dalších oborech, ovšem ke skutečnosti expanzi těchto materiálů i do jiných odvětví přispělo hlavně snížení výrobních cen uhlíkových vláken.

## **Automobilový průmysl, dopravní prostředky**

V automobilovém průmyslu se používají kompozitní materiály s uhlíkovými, skleněnými nebo aramidovými vlákny. Uhlíkové kompozitní matriály typu C/P se nejvíce používají pro součástky vyžadující zvýšenou tuhost, např. pružiny, hnací hřídele, a některé části rámu. Počítá se i s uplatněním v některých dílech motoru. Kompozitních materiálů typu C/C se např. používá pro výrobu brzdných kotoučů. Dosahovanými výhodami jsou zde až 50% úspora hmotnosti, která se projeví snížením jízdních odporů a tím i snížením spotřeby pohonné energie, dále lepší únavová pevnost oproti kovům i menší citlivost na vrypy a trhliny a také vyhovující vlastnosti z hlediska hlučnosti [18, 40].

## **Sportovní náčiní a nářadí**

Uhlíkové kompozitní materiály typu C/P se prosadily především v těch druzích sportu, kde výsledky vrcholových sportovců jsou silně ovlivněny vlastnostmi nářadí. Proto je najdeme u tenisových raket, lyžařských holí apod. – snížení hmotnosti náčiní znamená menší fyzické vyčerpání sportovce a tím i jeho lepší výkon. Dále lze uvést golfové hole, rybářské pruty, lyže, badmintonové rakety, kajaky a závodní čluny, rámy jízdních kol, windsurfingová prkna, hokejky [18, 40].

## **Strojírenství**

Nelze přehlédnout ani použití uhlíkových kompozitních materiálů ve strojírenství, kde je účelné používat je pro rychle se pohybující strojní součásti. Jejich odlehčením se sníží setrvačnost a zvýší výkon či účinnost. Pozitivní roli zde hraje i vysoká tuhost materiálu, dobré únavové vlastnosti, schopnost tlumení mechanických vibrací a také snížení hlučnosti. Uvádí se hned několik úspěšných aplikací uhlíkových kompozitních materiálů typu C/P v textilním průmyslu: pro tkalcovská brda, bydleny, prohozní ramena a kluzná ložiska. Laminátových prohozních ramen, jejichž hmotnost je ve srovnání s provedením ze dřeva poloviční, se provozně používá několik let [18, 40].

Použití uhlíkových kompozitních materiálů u nepohybujících se součástí je rentabilní tam, kde je nutná vysoká tuhost, velmi nízký koeficient teplotní roztažnosti a vysoká odolnost vůči korozívnímu prostředí [18, 40].

## **Chemický průmysl**

Uhlíková vlákna mají velmi vysokou odolnost vůči působení koncentrovaných horkých vodních roztoků kyselin a zásad. Chemická a antikorozní odolnost uhlíkových kompozitních materiálů je pak určena především odolností dané matrice. Např. kompozitní materiál na bázi uhlíkových vláken a polyfenzylensulfidu se používá k sériové výrobě záklopek

korozivzdorných potrubí pro kyseliny a zásady s pracovní teplotou od  $-40^{\circ}\text{C}$  do  $+140^{\circ}\text{C}$  a tlakem do 1,4 MPa [18, 40].

Samotná uhlíková vlákna se také používají ve formě plstí pro těsnění a ucpávky. Uhlíkové kompozitní materiály lze použít i pro pláště potrubí a nádrží s chemickými činidly, které mohou být vyrobeny relativně tenké [18, 40].

Vyrábějí se také „aktivovaná“ uhlíková vlákna s vysokou adsorpční schopností, která je v některých případech dokonce vyšší než u aktivovaného dřevěného uhlí. Tato vlákna se používají ve filtroch pro odstraňování toxických nebo jiných, vzduch znečistujících plynných látek [18, 40].

### **Jaderná technika**

V jaderných elektrárnách jsou uhlíková vlákna ve formě kompozitů typu C/C užívána jako roury ve výměnicích tepla, částí heliových vysokoteplotních turbín a u vysokoteplotních záření jako topné elementy. Toto použití umožňuje žáruvzdornost kompozitů typu C/C [18, 40].

### **Zdravotnictví**

Uhlíkové kompozitní materiály se pro lékařské účely využívají ve dvou oblastech. Tou první je oblast lékařských přístrojů a pomůcek, kam spadá např. odlehčený invalidní vozík, jehož nosná konstrukce je zhotovena z uhlíkových kompozitních materiálů typu C/P [18, 40].

Větší význam je ale přikládán druhé oblasti: použití uhlíkových vláken a kompozitních materiálů s uhlíkovými vlákny pro implantaci. Uhlíkové kompozitní materiály typu C/C jsou jako biomateriály velmi perspektivní, neboť vykazují vynikající kompatibilitu s živou tkání, jejich tuhost a pevnost je dostatečná a mají i nízký koeficient pohlcování RTG paprsků [18, 40]. Dosud byly uhlíkové kompozitní materiály zkoušeny a použity v těchto případech:

- Pro celkové endoprotezy kyčelního kloubu (obr.2.5). Nejprve se pro umělé klouby používaly kovy, jejichž vlastnosti zprvu lékaře plně uspokojovaly. Přesto mají kovy řadu nedostatků, jako je podléhání korozi a nízké únavové charakteristiky. Z těchto důvodů bylo nutné u mladých pacientů po čase chirurgickým zákrokem protézy vyměnit. Dalším záporem kovů je značný rozdíl mezi jejich mechanickými charakteristikami a vlastnostmi kostí. Vysoká tuhost kovu způsobuje vysokou koncentraci napětí v blízkosti kostí, což nakonec vede k jejich dystrofii. To vše podněcovalo při hledání nového materiálu, s menší tuhostí a vyšší trvanlivostí [18, 40].



Obr. 2.5 Kyčelní kloub – vlevo: uhlík/uhlík, vpravo kov [18]

- V srdeční – cévní chirurgii. Zde vyvstává problém biokompatibility velmi ostře s ohledem na složité vzájemné působení krve a cizorodých těles. Díky biokompatibilitě uhlíku s krví a měkkými tkáněmi byly zkonstruovány umělé srdeční chlopně z izotropního uhlíku a provedeno více než 200 000 operací těchto chlopní [18, 40].
- Objevily se i pokusy s použitím uhlíkových kompozitních materiálů jako náhrady zubních kořenů nebo armováním polyakrylátového cementu uhlíkovými vlákny, aby se časově prodloužila jeho pevnost při fixaci zubních protéz [18, 40].
- Samotná uhlíková vlákna se začala používat jako umělé šlachy a vazky. Sledování reakcí organismu na implantovaná uhlíková vlákna ukázalo, že se na jejich povrchu vytváří kolagenu podobná vláknitá tkáň orientovaná podél směru uložení uhlíkových vláken. Na ovcích byly vyzkoušeny šlachy ze splétaného svazku sestávajícího ze 32 nití uhlíkových vláken. Úhel splétání byl roven  $43^0$  a konec svazku byly upevněny v kostech.

Při pozdějším sledování implantovaného svazku se zjistilo, že zpevnění bylo dostatečně spolehlivé, přičemž v místě upevnění ke kosti byla vlákna "obrostlá" vazivovou tkání a část jich dokonce vrostla do kosti. Na povrchu uhlíkových vláken se objevila kolagenu podobná vláknitá tkáň. Pevnost nově vzniklého vaziva však byla několikrát nižší než pevnost normálních vazů [18, 40].

### 3. Geometrické aspekty struktury tkaninových kompozitů C/C

Cílem této práce není zjišťování geometrie vlákenných kompozitů, proto v další části bude jen stručná zmínka o parametrech tkané výztuže (výška a délka vazné vlny, úhel sklonu atd.)

#### 3.1. Plošná tkaná výztuž

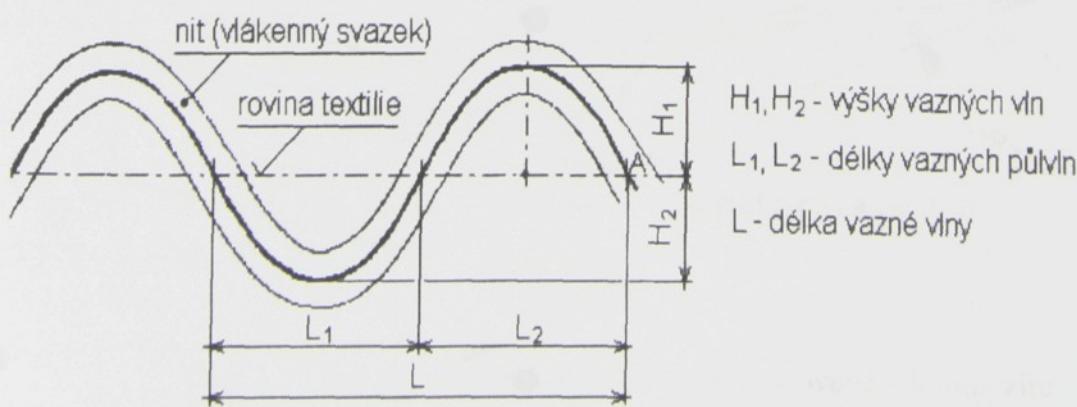
V rovině tkané výztuže je elementárním prvkem zvlněný zatkaný vlákenný svazek (roving). Struktura výztuže je dána textilní vazbou a dostavou multifilních svazků. Kompozity jsou připravovány lisováním za tepla a tlaku ve formě. Hustě provázané tkaniny jsou lisovací formou pevně drženy, a tak nedochází k větším deformacím. Jedním z parametrů, který se nemění je dostava tkaniny. Charakter zvlnění i počet nití ve střídě vazby (strukturní jednotka) zůstává zachován. K popisu struktury a jejího charakteru jsou zavedeny následující parametry [42].

##### 3.1.1. Výška a délka vazné vlny

Základním strukturním parametrem tkaných výztuží kompozitních materiálů je výška a délka vazné vlny. Tyto parametry jsou také nazývány, vzhledem k periodickému charakteru zvlnění, periodou a amplitudou vazné vlny.

Výška vazné vlny  $H_1, H_2$  je uvažována jako maximální kolmá vzdálenost mezi neutrální osou vlákenného svazku a rovinou textilie (obr.3.1). Rovina zdeformované textilie je pomyslná plocha, tvořená všemi inflexními body jedné vrstvy textilní výztuže. Délka vazné vlny  $L$  je kolmá vzdálenost mezi sudými nebo lichými inflexními body periodického průběhu. Vzdálenosti dvou sousedních inflexních bodů se nazývají délky vazných půlvln (polovina periody). Je zřejmé, že celková délka vazné vlny je rovna součtu délek vazných půlvln  $L_1, L_2$ .

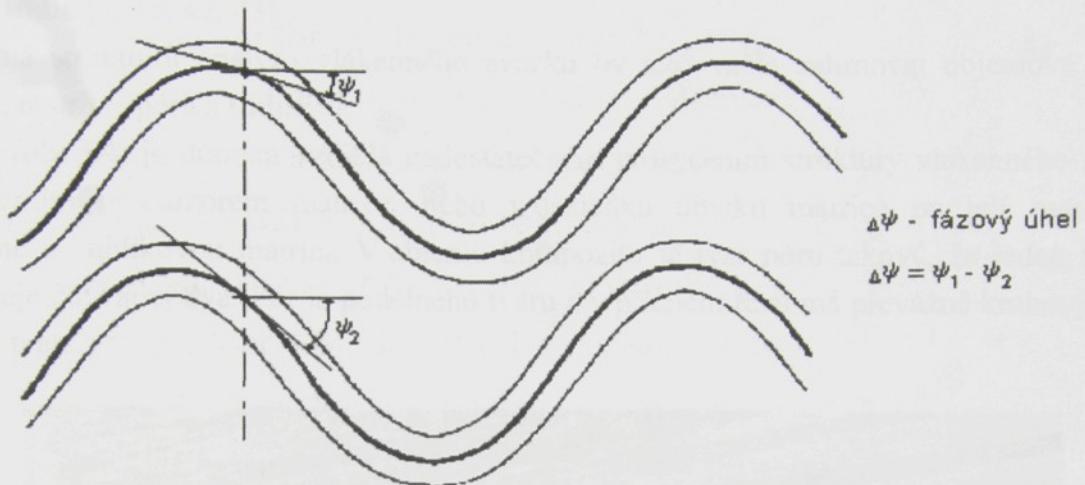
Oba tyto parametry charakterizují pravidelnost struktury tkané výztuže, tj. rozdíly základní opakující se strukturní jednotky, které jsou označovány jako parametry periodicity [44].



Obr. 3.1 Výška a délka vazné vlny

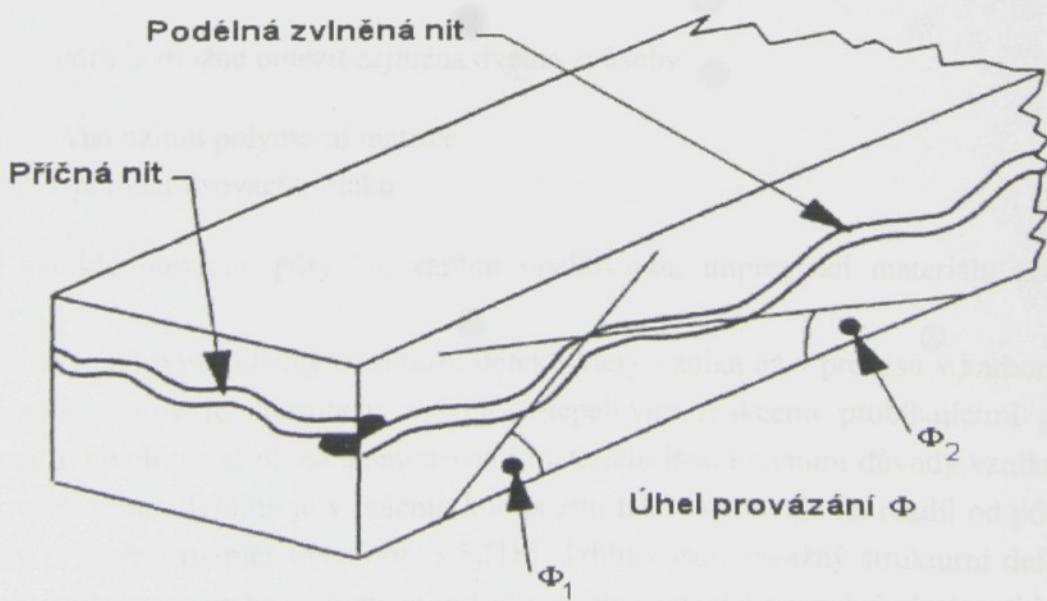
### 3.2. Úhel sklonu

Fázový úhel  $\Delta\psi$  (obr.3.2) je definován jako rozdíl fází sousedních vrstev textilní výztuže [42, 43].



Obr. 3.2 Fázový úhel provazujících nití textilní výztuže

Úhly  $\psi_1$  a  $\psi_2$  jsou tzv. úhly sklonu zvlněné provazující nitě, které charakterizují lokální deformaci nití v tkané výztuži. Jsou definovány jako úhly, které v daném bodě svírá tečna k neutrální ose zvlněné nitě s rovinou textilie. Maximální hodnota úhlu sklonu je v inflexním bodě periodického průběhu a nazývá se úhel provázání  $\phi$  (obr. 3.3)



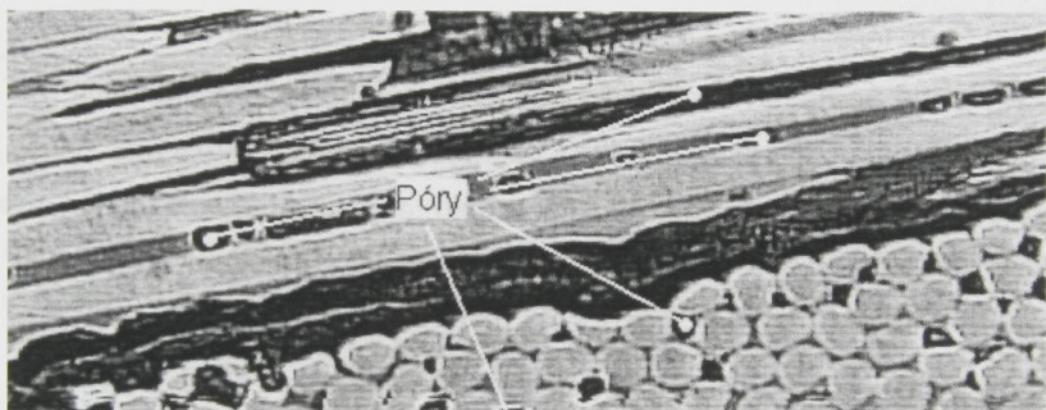
Obr. 3.3 Úhel provázání tkané výztuže zapracované v kompozitu

### **3.3. Uhlíkový multifilní svazek (délkový element výztuže)**

Délkový element textilní výztuže – vlákenný svazek lze v principu považovat za jednosměrně orientovaný kompozit. Kromě dvou základních strukturních složek vlákenné výztuže a matrice jsou součástí takové kompozitní struktury i strukturní defekty ve formě pórů a trhlin [3, 38, 42, 43].

Úplná strukturní analýza vlákenného svazku by tedy měla zahrnovat objemové podíly vláken, matrice, pórů a trhlin.

Pór (obr.3.4) je dutinka vzniklá nedostatečným prosycením struktury vlákenného svazku polymerním prekurzorem matrice, nebo v důsledku úbytku matrice po její pyrolitické přeměně na uhlíkovou matici. V objemu kompozitu je tvar póru takový, že jeden rozměr převyšuje zbývající dva. Pór je podélného tvaru a v příčném řezu má převážně kruhový, nebo oválný tvar.



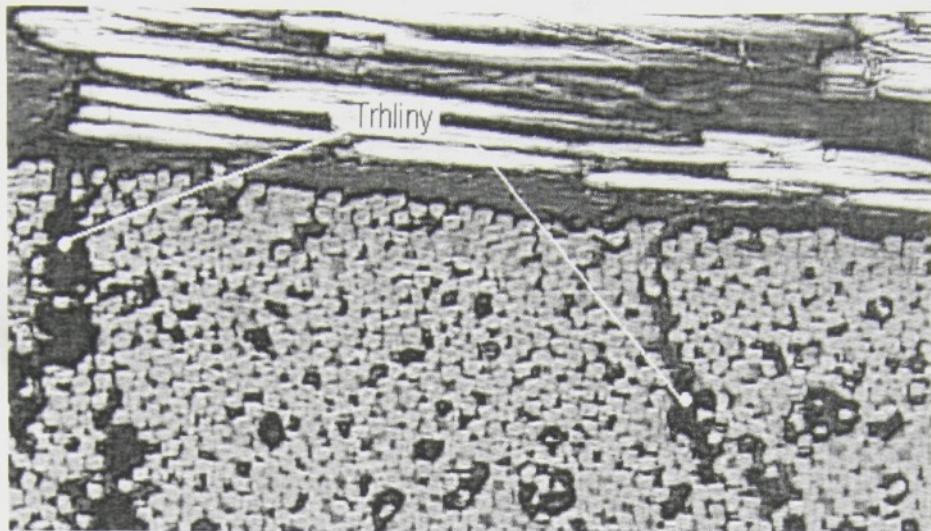
Obr. 3.4 Pory ve struktuře uhlíkového C/C kompozitu

Vznik pórů je možné omezit zejména dvěma způsoby:

1. viskozitou polymerní matrice
2. pomocí lisovacího tlaku

Již vzniklé otevřené pory lze zaplnit opakovánou impregnací materiálu prekurzorem matrice.

Trhлина je od póru odlišný strukturní defekt, který vzniká až v procesu v karbonizaci [38, 41]. Vznik trhliny je způsobený chemicko-tepelnými reakcemi probíhajícími při výrobě kompozitu. Uvolňování plynů a smršťování materiálu jsou hlavními důvody vzniku příčných svazkových trhlin. Trhлина je v objemu kompozitu také dutina, ale na rozdíl od póru její dva rozměry převyšují rozměr třetí (obr. 3.5)[18]. Trhliny jsou závažný strukturní defekt, neboť narušují strukturu výztuže, což může mít vliv na mechanické a tepelné vlastnosti kompozitu. Trhлина ve struktuře kompozitu typu C/C je vždy zárodkem křehkého porušení materiálu. Vedle trhlin uvnitř vlákenného svazku existují i trhliny delaminační. Ty vznikají v místě přechodu dvou strukturních složek [3, 17].



Obr. 3.5 Trhliny ve struktuře multifilních svazků

### 3.3.1. Objemové podíly

Objemové podíly jednotlivých složek jsou důležitým parametrem popisujícím jeho strukturu. Objemový podíl vláken  $v_f$  výrazně předurčuje mechanické chování kompozitu při tahovém namáhání. Velký objemový podíl vláken vede k nedostatečné soudržnosti kompozitu. Materiál se štěpí a rozpadá na jednotlivá vlákna. Naopak při malém objemovém podílu vláken je materiál nehomogenní a ztrácí na pevnosti.

Objemový podíl trhlin  $v_{cr}$  a objemový podíl pórů  $v_p$  patří k dalším důležitým parametry charakterizujících kompozitní strukturu. K stanovení objemových podílů trhlin  $v_{cr}$  a objemových podílů pórů  $v_p$  se používá sejmutý obraz kompozitu, který se musí zpracovávat dvakrát, zvlášť pro trhliny a zvlášť pro pory. Existence trhlin a pórů výraznou měrou, stejně jako objemový podíl vláken, ovlivňuje chování materiálů.

Pro potřebu odlišení trhlin a pórů je využívána tvarová odlišnost obou defektů struktury. Pory jsou kratší a širší, svým tvarem se většinou přibližují zploštělé elipse. Trhliny jsou dlouhé a poměrně úzké tvary, jejich tloušťka je většinou zanedbatelná vzhledem k jejich délce.

Empiricky jsou stanoveny hranice pro jejich rozlišení, vycházející z poměru tloušťky defektu  $T$  (měřené ve vertikálním směru v nejširším místě) a délky defektu  $D$  (měřené v horizontálním směru), tzv. tvarový součinitel [56] (obr. 3.6):

$$\frac{T}{D} < 0,18$$

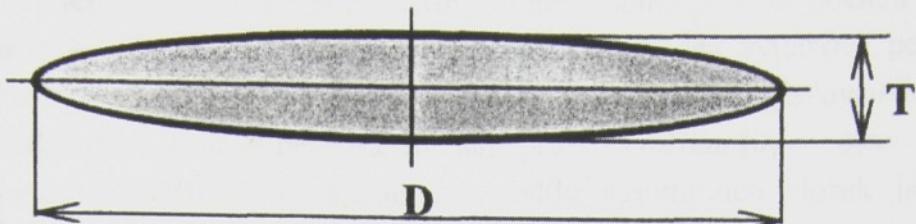
- pory

$$\frac{T}{D} < 0,20$$

- trhliny

$$\frac{T}{D} = \langle 0,18; 0,20 \rangle$$

- pory i trhliny (určení subjektivně)



Obr. 3.6 Stanovení tvarového součinitele (poměr tloušťky  $T$  a délky  $D$  strukturního defektu)

Objemový podíl matrice  $v_m$  je posledním z měřitelných parametrů. Matrice vyplňuje ten objem materiálu, který není zastoupen vlákny, póry ani trhlinami. Vztah pro výpočet objemového podílu strukturní složky je roven podílu objemu dané složky a celkovému objemu kompozitu.

$$v_x = \frac{v_x}{v_c} \quad (3.1)$$

kde  $v_x$  objem dané složky  
 $v_c$  celkový objem kompozitu

Celkový objem kompozitu  $v_c$  je dán součtem objemů jednotlivých složek.

$$v_c = v_f + v_m + v_p + v_{cr} \quad (3.2)$$

kde  $v_f$  objem vláken  
 $v_m$  objem matrice  
 $v_p$  objem póru  
 $v_{cr}$  objem trhlin.

Pro objemové podíly platí následující vztah

$$v_f + v_m + v_p + v_{cr} = 1 \quad (3.3)$$

Existuje mnoho metod ke zjišťování objemového podílu strukturních složek kompozitu. K nejméně přesným patří metody nepřímé. Nepřímé metody určují objemový podíl vláken z předem naměřených rozměrových veličin, hustot, hmotností vláken a samotného kompozitu. Mezi tyto metody patří metoda stereometrická a výtlaková pro stanovení pórovitosti kompozitu [45].

Metoda stereometrická spočívá v přímém geometrickém proměření jednoduchého a dokonalého tělesa bez pórů. Celkový objem kompozitu je počítán jako součin obecného kvádru – plocha podstavy násobená výškou. Metoda výtlaková počítá celkový objem kompozitu z objemu kapaliny vytlačené tělesem. Objem je zjišťován bez předchozí izolace otevřených pórů, čímž se nepatrně zhoršuje přesnost měření [3].

Přímé metody ke zjišťování objemového podílu strukturních složek jsou mnohem náročnější, ale o to přesnější. Nejdůležitější z přímých metod je založena na studiu struktury pomocí světelné mikroskopie a analýze obrazu, podpořené příslušným hardwarovým i softwarovým vybavením.

### **3.3.2. Struktura vlákkenného svazku**

V práci [77] byly naměřeny tyto průměrné hodnoty parametrů:

	Objemové podíly			
	Trhlin	pórů	vláken	Matrice
Útek	0,08	0,15	0,60	0,17
Osnova	0,06	0,11	0,60	0,23
Variační koef. [%]	14	12	2	9

V matrici [56] byl naměřen objemový podíl dutin v matrici kompozitu 20 až 25 %.

## **3.4. Měření strukturních parametrů pomocí obrazové analýzy**

Důležitým předpokladem pro získání objektivních dat je výběr reprezentativního vzorku a příprava kvalitního nábrusu. Nařezané vzorky kompozitu jsou zality do epoxidové pryskyřice, (vakuově jsou odstraněny vzduchové bublinky) a broušeny na příslušném zařízení. Kompozity C/C jsou tvořeny vrstvami tkané výztuže z uhlikových vláken umístěných v uhlíkové matrici. Uhlíkový multifilní svazek obsahuje 6000 nekonečných vláken o průměru 6-8  $\mu\text{m}$ . Vzhledem ke stejnemu chemickému složení mají obě základní složky kompozitu vlákna i matrice stejné optické vlastnosti. Jejich rozlišení pod objektivem mikroskopu je tudíž velmi obtížné. Tento nepříznivý jev je možné částečně eliminovat polarizací vhodným osvětlením. K získání jednotlivých parametrů je nutné obraz zpracovat v systému obrazové analýzy podle předem vytvořených postupů zaznamenaných do speciálně vytvořených maker. Tvorba takového postupu je dosti složitá, neboť daný postup je vždy vztažen k určitému snímku. Aplikace makra na široké spektrum kvality snímků vyžaduje vysokou variabilitu možných postupů. Takovéto makro je nutné vytvářet tak, aby bylo možné interaktivně zasahovat do jeho procesu a cíleně měnit jeho parametry k získání nejlepších výsledků. Systém obrazové analýzy pracuje s obrazem v binární podobě. Transformace do dvousložkového obrazu je základní operací každého strukturního rozboru a přímo ovlivňuje kvalitu samotného měření. Jádrem každé transformace je funkce tzv. naprahování. Tento

proces přiřazuje jednotlivým komponentám obrazu v závislosti na stupni šedi jednu ze dvou složek (bílá nebo černá). Kvalita naprahouvání je přímo závislá na typu nábrusu, osvětlení, nastavení mikroskopu včetně vhodného zvětšení, zaostření apod.

V případě špatné kvality obrazu je možné provést korekci pomocí nástrojů obrazové analýzy (ostrost obrazu, jas a kontrast, poměrů barevných složek RGB, zesílení výstupního signálu z kamery apod.). Všechny tyto operace zanášejí do měření elektronický šum a mohou negativně ovlivnit výsledky měření. Je proto nutné při převodu do binárního obrazu provést zásahy pro jeho dokreslení a zpřesnění. Někdy jsou tyto korekce pracnější než samotná transformace obrazu. Do korekčních operací je možné zařadit funkce jako dilatace, eroze, vyčištění, zaplnění děr, vyhlazení, morfologická separace objektů a další.

První fází zpracování představuje sejmutí obrazu. Ve druhé fázi je obrázek převeden do binární podoby a poslední fáze znázorňuje podobu binárního obrazu po celém procesu makra. Tento obraz je již připraven k automatickému proměření požadovaných veličin.

Program umožňující odečet souřadnic bodů zvlněné neutrální osy vlákenných svazků je podrobně popsán v [79]. Získané hodnoty souřadnic bodů jsou vstupními daty pro výpočet efektivních tepelných vodivostí v modelu prezentovaném v této práci.

## 4. Tepelné vlastnosti uhlíkových materiálů

Jedny z nejvýhodnějších vlastností uhlíkových materiálů jsou jejich tepelné vlastnosti. Uhlíkové materiály mají například vysokou odolnost vůči tepelným šokům (při teplotních výkyvech řádově ve stovkách  $^{\circ}\text{C}$ , které mohou proběhnout v časovém rozmezí několika minut), výbornou tepelnou vodivost apod..

Parametry uhlíku je možné měnit v širokém rozmezí, s čím souvisí jejich další využití v různých oblastech průmyslu. Tyto parametry jsou závislé na typu výchozí suroviny a technologii jejího zpracování. Se stoupajícím obsahem grafitu souvisí i anizotropie uhlíkových materiálů..

### 4.1. Tepelná a teplotní vodivost uhlíku

#### Tepelná vodivost

Je schopnost přenášet určité množství tepla přes nějakou plochu, za určitý čas, při daném rozdílu teplot. Koeficient tepelné vodivosti:

$$\bar{q} = -\lambda \text{ grad } T \quad (4.1)$$

$$q_i = \lambda \frac{\partial T}{\partial x_i} \quad i = 1, 2, 3 \quad (4.2)$$

kde  $\bar{q} = (q_1, q_2, q_3)$  hustota tepelného toku [ $\text{W.m}^{-2}$ ]  
 $T$  průběh teploty [K]  
 $\lambda$  koeficient tepelné vodivosti [ $\text{W.m}^{-1}.K^{-1}$ ]

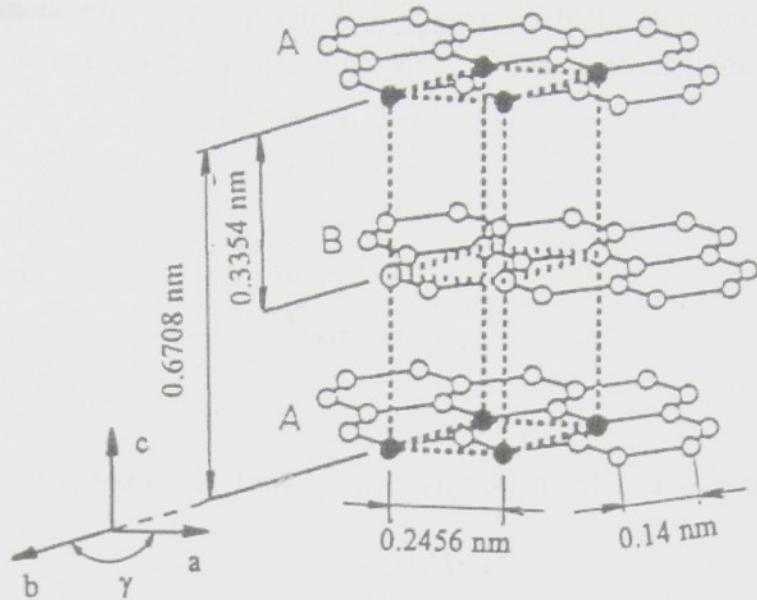
Tepelná vodivost se pro různé uhlíkové materiály uvádí v katalogích výrobců. V důsledku anizotropie uhlíku, jsou hodnoty ve směru vrstev vyšší, než ve směru kolmém. Teplo se šíří lépe ve směru hexagonálních ploch grafické struktury (obr. 4.1.) [21, 30]

- Tepelná vodivost  $\lambda$  [ $\text{W.m}^{-1}.K^{-1}$ ] 

ve směru	$H$	..... 1740
	$\perp$	..... 8,2

Anizotropie mechanických, tepelných a elektrických vlastností grafitu je způsobena rozdílem mezi vazebními silami v rovinách a mezi rovinami. Vodivost grafitu je způsobena  $\pi$  - elektrony, které jsou delokalizovány nad a pod rovinami uhlíku, kde se mohou pohybovat.

Mezi rovinami existují pouze vazby van der Waalsovy a v rovinách existují pouze  $\sigma$  - vazby (kovalentní vazby).



Obr. 4.1 Struktura ideálního grafitu

### **Tepelní vodivost**

Vyjadřuje, jak rychle se v tělese šíří teplotní změny. Vztah pro určení teplotní vodivosti [21]:

$$\alpha = \frac{\lambda}{c \cdot \gamma} \quad (4.3)$$

- kde  $\alpha$       teplotní vodivost [ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ]  
 $\lambda$       tepelná vodivost [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]  
 $c$       měrné teplo [ $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]  
 $\gamma$       hustota [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ]

Tabulka VI. Hodnoty tepelné a teplotní vodivosti pro určité druhy materiálů

Materiál	Teplotní vodivost $\alpha$ [ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ]	Tepelná vodivost $\lambda$ [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]
Měď	$1,2 \cdot 10^{-4}$	400
Ocel	$(2,4 - 14,6) \cdot 10^{-6}$	10 - 55
Hliník	$9,6 \cdot 10^{-5}$	229
PVC	$\approx 1 \cdot 10^{-7}$	-
Tuhý grafit	-	11-174

## 4.2. Sdílení tepla uhlíkovým materiálem

**Sdílení tepla prouděním (přestup tepla)** – je výměna tepla mezi tuhou stěnou a okolo proudící kapalinou nebo plynem. Vztah pro určení sdílení tepla prouděním:

$$\bar{q} = \alpha_{12} \Delta T \quad (4.4)$$

kde  $\bar{q}$  hustota tepelného toku [ $\text{W.m}^{-2}$ ]  
 $\alpha_{12}$  koeficient přestupu tepla [ $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ]  
 $\Delta T$  rozdíl teplot [K]

Velikost koeficientu přestupu tepla závisí na různých činitelích jako jsou např. :

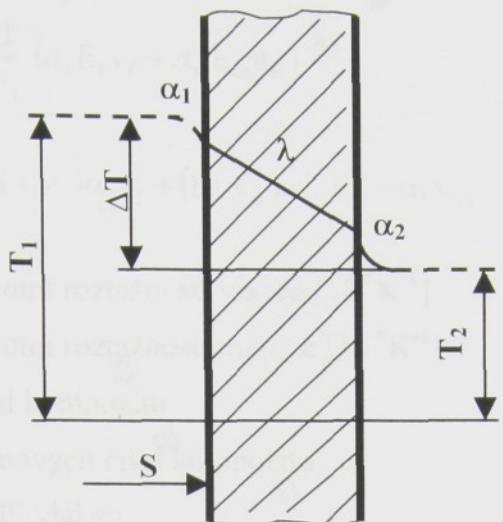
- Stav povrchu stěn
- Rychlosť proudění kapaliny nebo plynu kolem stěn
- Druh proudícího média okolo stěn

Číselné hodnoty se získávají měřením, dost obtížně se dají odhadnout průměrné hodnoty. Měření se provádí např. na hotových výměnicích.

**Sdílení tepla vedením (přechod tepla)** – nastává tehdy, jedná-li se o výměnu tepla, např. z kapaliny přes tuhou stěnu výměníku do dalšího prostředí (obr. 4.2). Vztah pro určení sdílení tepla vedením [21]:

$$\bar{q} = k \Delta T \quad (4.5)$$

kde  $\bar{q}$  hustota tepelného toku [ $\text{W.m}^{-2}$ ]  
k koeficient přechodu tepla [ $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ ]  
 $\Delta T$  rozdíl teplot [K]



Obr. 4.2. Sdílení tepla vedením (přechod tepla)

Koeficient přechodu tepla se vypočítá ze vztahu:

$$k = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_{12}} + \frac{s}{\lambda} + \frac{1}{\alpha_2}} \quad (4.6)$$

- kde    k        koeficient přechodu tepla [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ ]  
        $\alpha_{12}$     koeficient přestupu tepla [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ ]  
       s        tloušťka stěny [m]  
        $\lambda$         tepelná vodivost stěny [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]

### 4.3. Teplotní roztažnost a transportní (přenosové) vlastnosti

Lineárně orientované kompozity mají dva hlavní součinitele teplotní roztažnosti podélný  $\alpha_L$  a příčný součinitel teplotní roztažnosti  $\alpha_T$ . Podélný teplotní součinitel  $\alpha_L$  je obecně nižší, protože vlákna, která mají tento součinitel obvykle nižší než polymerová matrice, omezují mechanické protahování materiálu matrice. Příčný součinitel  $\alpha_T$  při malých objemových podílech vláken může být vyšší než součinitel vláknyn nezpevněných polymerů, neboť matrice, v níž je omezena roztažnost v podélném směru, je nucena se rozširovat do příčného směru více než je obvyklé.

Shapery [48] odvodil jednoduché vztahy pro podélný a příčný součinitel teplotní roztažnosti ve tvaru

$$\alpha_L = \frac{1}{E_L} (\alpha_f E_f v_f + \alpha_m E_m v_m) \quad (4.7)$$

$$\alpha_T = (1 + v_f) \alpha_f v_f + (1 + v_m) \alpha_m v_m - \alpha_L v_{LT}$$

kde	$\alpha_f$	součinitel teplotní roztažnosti vláken [ $10^{-6} K^{-1}$ ]
	$\alpha_m$	součinitel teplotní roztažnosti matrice [ $10^{-6} K^{-1}$ ]
	$E_L$	podélný modul kompozitu
	$v_{LT}$	větší z Poissonových čísel kompozitu
	$v_f$	objemový podíl vláken
	$v_m$	objemový podíl matrice
	$V_f$	objem vláken
	$V_M$	objem matrice
	$E_f$	modul pružnosti vláken
	$E_m$	modul pružnosti matrice
	$V_C$	celkový objem kompozitu

Větší z Poissonových čísel lze rovněž vyčíslit směšovacím pravidlem tvaru

$$v_{LT} = v_f v_f + v_m v_m \quad (4.8)$$

Při odvozování vztahu předpokládáme, že Poissonova čísla vláken a matrice jsou přibližně stejná. Pro objemový podíl vláken větší než 0,25 je možné vztah pro tepelnou roztažnost approximovat výrazem

$$\alpha_T = \alpha_f v_f + (1 + v_m) \alpha_m v_m \quad (4.9)$$

Lze pozorovat, že teplotní součinitele v podélném a příčném směru jsou pro jednosměrně využívané kompozity s běžnými obsahy vláken zcela odlišné. Tato anizotropie teplotních součinitelů jednosměrných kompozitů způsobuje v jejich vrstvách zbytková teplotní pnutí. Podélný součinitel teplotní roztažnosti kompozitu z grafitových vláken je velmi nízký, v některých případech dokonce negativní pro určité charakteristiky vláken. Některé grafitové krystalografické modifikace mohou v určitých směrech vytvářet záporný součinitel teplotní roztažnosti. Je obvyklé, že součinitel teplotní roztažnosti závisí na teplotě. Podobných výsledků bylo dosaženo s vysoce orientovanými polymerovými vlákny Kevlaru. V obou případech jsou vlákna silně anizotropní a součinitel příčné teplotní roztažnosti vláken a z nich vytvořených kompozitů, je mnohem větší. Nulová teplotní roztažnost ve směru osy vlákna je velmi významnou vlastností, neboť pak je možné vytvářet lamináty, které mají v určitých směrech nulovou teplotní roztažnost. To jsou velmi důležité požadavky kladené na výrobky, u

nichž vyžadujeme velkou rozměrovou stabilitu, neboť většina užívaných materiálů má značně vysoké součinitele teplotní roztažnosti.

Kompozity se velmi často uplatňují v technických aplikacích, v nichž je využíváno jejich přenosových vlastností, jako je přenos elektrické nebo tepelné vodivosti, propustnost kapalin nebo plynů materiálem. Proto je nezbytné znát souvislosti a vztahy mezi strukturou a takovými fyzikálními vlastnostmi, jako jsou permitivita, elektrická a tepelná vodivost, magnetická permeabilita a difúzní součinitel. Bylo navrženo, aby přenosové součinitele v podélném směru,  $k_L$ , byly počítány podle směšovacího pravidla ve tvaru [17, 49]

$$k_L = v_f K_f + v_m K_m \quad (4.10)$$

Příčný přenosový součinitel  $k_T$  lze počítat podle Halpinovy-Tsaiovy rovnice [49]

$$\frac{k_T}{K_m} = \frac{1 + \xi \eta v_f}{1 - \eta v_f} \quad (4.11)$$

kde

$$\eta = \frac{\left( \frac{K_f}{K_m} \right) - 1}{\left( \frac{K_f}{K_m} \right) + \xi} \quad (4.12)$$

$$\log \xi = \sqrt{3} \log \left( \frac{a}{b} \right) \quad (4.13)$$

- |     |        |                                                  |
|-----|--------|--------------------------------------------------|
| kde | $K_f$  | přenosový součinitel vláken                      |
|     | $K_m$  | přenosový součinitel matrice                     |
|     | $a, b$ | rozměry vláken v podélném a příčném směru měření |

Pro kruhový průřez vláken je poměr  $a/b = 1$  v případě, že počítáme příčný přenosový součinitel.

#### 4.4. Odolnost vůči tepelným šokům

Míra odolnosti mezi teplotou ohřátí a rychlostí ochlazení. Teplotní cykly se opakují do chvíle, kdy se na povrchu uhlíku objeví trhliny. Uhlík má značně vysokou odolnost vůči tepelným šokům, což se vysvětluje expanzí komponentů uhlíku do jednotlivých pórů a mikrotrhlin tohoto materiálu. Tím nenastává skoro žádné pnutí v uhlíku. Tato vlastnost je velmi důležitá např. u vysokých pecí, které musí v praxi vydržet poměrně vysoké tepelné změny během krátké doby [21].

Tabulka VII. Hodnoty šokového odporu pro různé materiály

Materiál	Šokový odpor [ $\text{kJ}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ ]
Reaktorový elektrografit	2,386
Uhlík lisovaný za tepla	10,465
Uhlík pyrolitický	18,000
Karbid titanu	0,145
Oxid berylia	0,005

Z této tabulky je vidět, že takto odolné vůči tepelným šokům nejsou žádné jiné materiály. Proto se uhlíkové materiály používají např. pro výrobu raket, kde dochází k rychlým změnám teploty. Zajímavý je pokus s rozžhavenou uhlíkovou deskou [21]:

- Ponoříme-li desku do vody – nepraskne
- Ponoříme-li do vody jen konec této desky, uhlíková deska – vlivem pnutí napříč - praskne

## 4.5. Efektivní teplotní vlastnosti

### 4.5.1. Termoelasticita, stavová rovnice

Rovnice lokální bilance energie je dána vztahem [8]:

$$\rho r - \rho U + \sigma_{ij} d_{ij} - q_{i,i} = 0 \quad (4.14)$$

- kde  $\rho$  hustota  
 $r$  funkce zdroje tepla na jednotku hmotnosti  
 $U$  vnitřní energie na jednotku hmotnosti  
 $\sigma_{ij}$  tenzor napětí  
 $d_{ij}$  tenzor rychlosti deformace  
 $q_i$  vektor tepelného toku

### Clausius-Duhemova nerovnost:

Analytická formulace II. zákona termodynamiky [8, 47]:

$$\frac{DS}{Dt} \geq \int_{\Delta\Omega} \frac{\rho r}{T} dV - \int_{\partial\Delta\Omega} \frac{1}{T} q_n dS \quad (4.15)$$

První integrál na pravé straně nerovnosti představuje přírůstek entropie z vnitřních zdrojů tepla. Jejich vydatnost je označena symbolem  $r$  [J.kg<sup>-1</sup>.s<sup>-1</sup>] (vydatnost vnitřních zdrojů tepla). Druhý integrál je pak změna entropie způsobená tepelným tokem přes hranici uvažované podoblasti kontinua. Znaménko (-) je důsledek toho, že  $n$  je vnější normála k hranici příslušné oblasti. Použijeme-li Gaussovou-Ostrogradskou větu na povrchový integrál a současně zavedeme měrnou entropii, nerovnost přejde v tvar:

$$\frac{D}{Dt} \int_{\Delta\Omega} \rho \eta dV - \int_{\Delta\Omega} \frac{\rho r}{T} dV + \int_{\Delta\Omega} \frac{\partial}{\partial y^i} \left( \frac{q^i}{T} \right) dV \geq 0 \quad (4.16)$$

Toto je Clausiusova-Duhemova nerovnost v integrálním tvaru. Lokální tvar získáme, když nejprve provedeme materiálovou derivaci objemového integrálu.

$$\rho T \eta - \rho r + \frac{\partial q^i}{\partial y^i} - \frac{q^i}{T} \frac{\partial T}{\partial y^i} \geq 0 \quad (4.17)$$

## 4.6. Tepelná vodivost

Fourierův zákon vedení tepla má následující tvar [8]

$$q_i = -k_{ij} \frac{\partial \theta}{\partial x_j} \quad (4.18)$$

Zanedbáme-li vzájemnou vazbu mezi teplotními a mechanickými jevy, pak rovnice vedení tepla bude ve tvaru:

$$q_{i,i} = 0 \quad (4.19)$$

Efektivní koeficienty tepelné vodivosti heterogenního materiálu stanovíme z následujícího vztahu [8]:

$$\bar{q}_i = -k_{ij}^{ef} \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_j} \quad (4.20)$$

kde  $\bar{q}_j$  a  $\frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_j}$  jsou objemové průměry veličin  $q_i$  a  $\frac{\partial \theta}{\partial x_j}$  v reprezentativním objemovém elementu a  $k_{ij}^{ef}$  efektivní tenzor tepelné vodivosti. Rovnice se vztahuje k makroskopicky anizotropnímu materiálu, kde  $k_{ij}^{ef}$  závisí na směru. Za předpokladu dvousložkového kompositu lze psát:

$$\bar{q}_j = \bar{q}_j^{(f)} v_f + \bar{q}_j^{(m)} v_m \quad (4.21)$$

- kde  $\bar{q}_j$  průměrný vektor tepelného toku  
 $\bar{q}_j^{(f)}$  průměrný vektor tepelného toku ve vláknech  
 $\bar{q}_j^{(m)}$  průměrný vektor tepelného toku v matrici  
 $v_f$  objemový podíl vláken  
 $v_m$  objemový podíl matrice

Ze vztahu (4.20) získáváme rovnici:

$$\bar{q}_j = -v_f k_f \frac{\partial \bar{\theta}^f}{\partial x_j} - v_m k_m \frac{\partial \bar{\theta}^m}{\partial x_j} \quad (4.22)$$

Na základě vztahů (4.22) a (4.20) obdržíme rovnici:

$$-v_f k_f \frac{\partial \bar{\theta}^f}{\partial x_j} - v_m k_m \frac{\partial \bar{\theta}^m}{\partial x_j} = k_{ij}^{ef} \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_i} \quad (4.23)$$

Na základě vztahu (4.22) můžeme analogicky odvodit rovnici:

$$\frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_j} = v_f \frac{\partial \bar{\theta}^f}{\partial x_j} + v_m \frac{\partial \bar{\theta}^m}{\partial x_j} \quad (4.24)$$

Vyjádřením  $\frac{\partial \bar{\theta}^m}{\partial x_j}$  ze vztahu (4.24) a následným dosazením do vztahu (4.23) obdržíme rovnici:

$$k_{ji} \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_i} - k_m \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_j} = v_f (k_f - k_m) \frac{\partial \bar{\theta}^f}{\partial x_j} \quad (4.25)$$

Řešení v závislosti na  $k_{ij}$  pro daný stav  $\bar{\theta}_{,j}$  je nutné stanovit na základě střední hodnoty gradientu teploty v inkluzi, tj. ve složce označené indexem I.

#### 4.6.1. Anizotropní prostředí – transversálně izotropní materiál

Považujeme-li matrici za izotropní z hlediska tepelné vodivosti a grafitová orientovaná vlákna jsou příčně izotropní, potom výsledné vlastnosti kompozitu budou rovněž příčně izotropní. Pro transversální izotropii prostředí, které tento model popisuje, můžeme napsat vztah [8]:

$$q_i = -k_{ij} \frac{\partial \theta}{\partial x_j} \quad (4.26)$$

kde jsou pouze dvě nezávislé složky tenzoru  $k_{ij}$ :

$$\begin{bmatrix} q_1 \\ q_2 \\ q_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -k_{11} & 0 & 0 \\ 0 & -k_{22} & 0 \\ 0 & 0 & -k_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \theta_{,1} \\ \theta_{,2} \\ \theta_{,3} \end{bmatrix} \quad (4.27)$$

Řešení pro součinitel tepelné vodivosti  $k_{II}$  můžeme vyjádřit pomocí vztahu [8]:

$$k_{II} = \sum_{n=1}^N v_n k_n \quad (4.28)$$

kde  $v_n$  objemové podíly pro N fází

$k_n$  tepelná vodivost pro N fází

$k_{II}$  součinitel tepelné vodivosti ve směru vláken (v podélném směru)

Součinitel tepelné vodivosti  $k_{22}$  můžeme vyjádřit analogicky jako u sférických inkluzí [8].

$$k_{22} = k_m \left[ 1 + \frac{\frac{v_i}{k_m}}{\frac{k_f - k_m}{2} + \frac{1-v_i}{k_f - k_m}} \right] \quad (4.29)$$

kde  $k_{22}$  součinitel tepelné vodivosti ve směru kolmém k vláknům (v příčném směru)

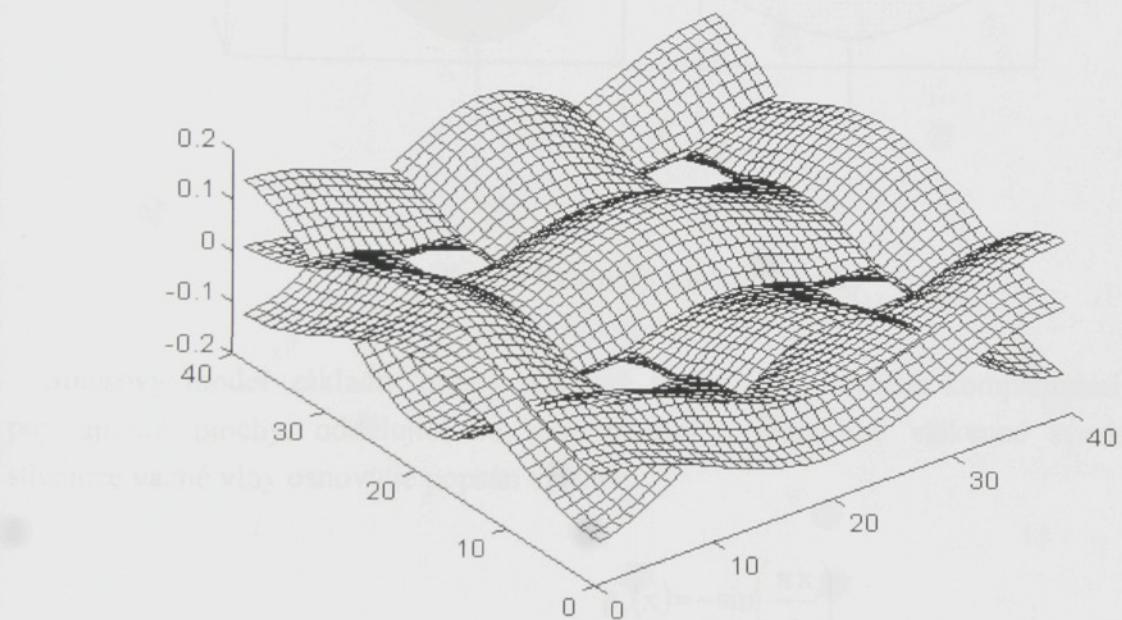
$v_i$  objemový podíl inkluzí

$k_m$  tepelná vodivost matrice

$k_f$  tepelná vodivost vlákna

## 5. Použití variačního principu s MKP k určení tepelné vodivosti kompozitu C/C vyztuženého textilní matricí

Model zahrnuje vliv geometrie výzvuže a rozdílných tepelných vodivostí matrice a výzvuže, nezahrnuje vliv pórů, trhlin a vliv rozhraní mezi matricí a výzvuží. Efektivní tepelné vodivosti jsou stanoveny z objemových průměrů tepelného toku a teplotního gradientu v reprezentativním objemovém elementu (RVE) obr.5.1, který se skládá ze základní buňky textilní výzvuže a odpovídajícího objemu matrice. Pro plátnovou vazbu rozměry RVE zpravidla nepřesahují několik málo milimetrů a jeho tloušťka se pohybuje v rozmezí několika desetin milimetru.



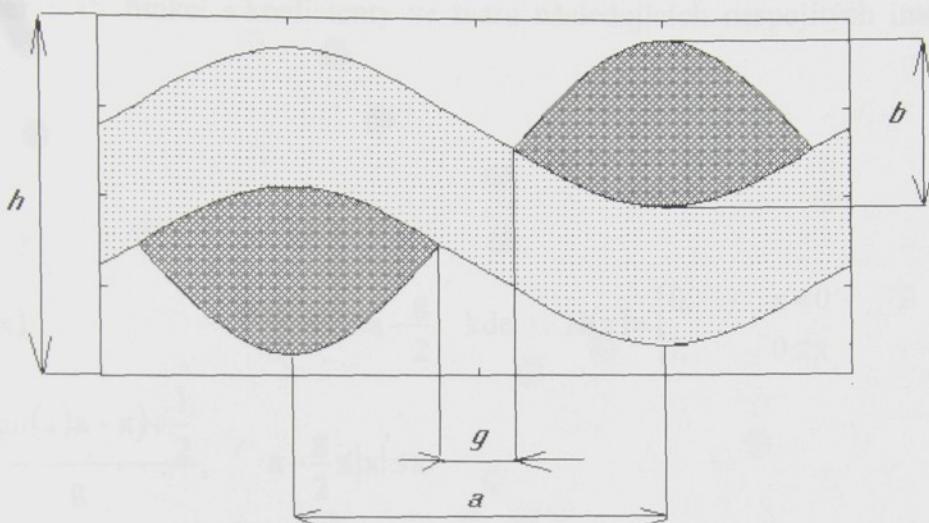
Obr.5.1 RVE (reprezentativní objemový element) výzvuže s plátnovou vazbou)

### 5.1. Geometrie základní buňky

Navrhovaný model výpočtu efektivních tepelných vodivostí je určen pro kompozitní materiály typu C/C zkoumané na Katedře textilních materiálů FT TU.

V současnosti jsou prováděna podrobná měření mikrostruktury těchto kompozitů a v závislosti na technologii výroby kompozitu jsou kvantifikovány základní parametry geometrie výzvuže, které tvoří vstupní data pro výpočet efektivních tepelných vodivostí. Je zjišťován průběh vazné vlny, perioda a průběh sklonu vlákenného svazku, tvar průřezu vlákenného svazku a jeho rozměry a podíl matrice v pramenci. Zároveň jsou sledovány vnitřní vady kompozitních materiálů – pórovitost matrice, dutiny bez matrice ve vlákenných svazcích i v prostoru mezi vlákennými svazky, přetrhy, trhliny apd.

Vzhledem k tomu, že nejsou k dispozici parametry výztuže naměřené v dostatečně husté prostorové síti, byla geometrie základní buňky výztuže approximována tzv. sinusovým modelem [6], s periodou vazné vlny  $l$ , výškou průřezu vlákenného svazku  $b$ , roztečí vlákenného svazku  $a$ , šírkou mezery mezi svazky  $g$  a tloušťkou  $h$  jako vstupními parametry (viz obr.5.2). Tyto parametry byly změřeny na skutečných vzorcích kompozitu.



Obr.5.2 Rozměry základní buňky

Sinusový model základní buňky plátnové vazby [6] je tvořen kompaktními funkcemi popisujícími plochy, oddělující od sebe matrici a jednotlivé vlákenné svazky. Průběh střednice vazné vlny osnovy je popsán vztahem

$$p_c(x) = -\sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \quad (5.1)$$

Tato rovnice může být použita k popisu průběhu střednice každého vlákenného svazku osnovy i útku, změníme-li znaménko a x-ovou souřadnici za y-ovou. Vnitřní profil průřezu vlákenného svazku má stejný tvar jako střednice a je dán následující funkcí

$$p_l(x) = -\sin\left(\frac{\pi|x|}{a}\right) \quad (5.2)$$

Vnější profil vlákenného svazku je rovněž sinusový, ale jeho amplituda je modifikována, neboť je nutné zahrnout vliv šírky mezery mezi vlákennými svazky  $g$  a nesymetrii průřezu vlákenného svazku:

$$p_E(x) = (1+\beta) \sin \left( \frac{\pi \left( |x| - \frac{g}{2} \right)}{a-g} \right) - \beta, \quad \text{kde } \beta = \sin \left( \frac{\pi g}{2a} \right) \quad (5.3)$$

Povrch vlákenných svazků osnovy a útku v oblasti  $-a \leq x \leq a$  a  $-a \leq y \leq a$  tvoří lineární kombinace těchto tří funkcí s koeficienty ve tvaru následujících nespojitych interpolačních funkcí:

$$R(x) = \begin{cases} \frac{x+1}{g}, & |x| < \frac{g}{2} \\ H(x), & \frac{g}{2} \leq |x| \leq a - \frac{g}{2} \\ \frac{(\text{sign}(x)a-x)+\frac{1}{2}}{g}, & a - \frac{g}{2} \leq |x| \leq a \end{cases} \quad \text{kde } H(x) = \begin{cases} 0, & x < 0 \\ 1, & 0 \leq x \end{cases} \quad (5.4)$$

$$F_H(x) = H\left(|x| - \frac{g}{2}\right) - H\left(|x| + \frac{g}{2} - \alpha\right), \quad F_R(\eta \text{sign}(y)x) \quad (5.5)$$

kde parametr  $\eta = \begin{cases} -1 & \text{pro horní a dolní povrch vlákenného svazku} \\ +1 & \end{cases}$ . Základní rovnice povrchu je ve tvaru:

$$s_n(\eta, x, y) = \frac{b}{2} F_H(y) [ \text{sign}(y) p_C(x) + \eta F_R(\eta, x, y) p_i(y) + \eta F_R(-\eta, x, y) p_E(y) ] \quad (5.6)$$

Povrch vlákenných svazků osnovy a útku lze vyjádřit pomocí této základní funkce

$$\begin{aligned} s_u(\eta, x, y) &= s_n(\eta, x, y) && \text{- pro útek} \\ s_o(\eta, x, y) &= -s_n(-\eta, x, y) && \text{- pro osnovu} \end{aligned}$$

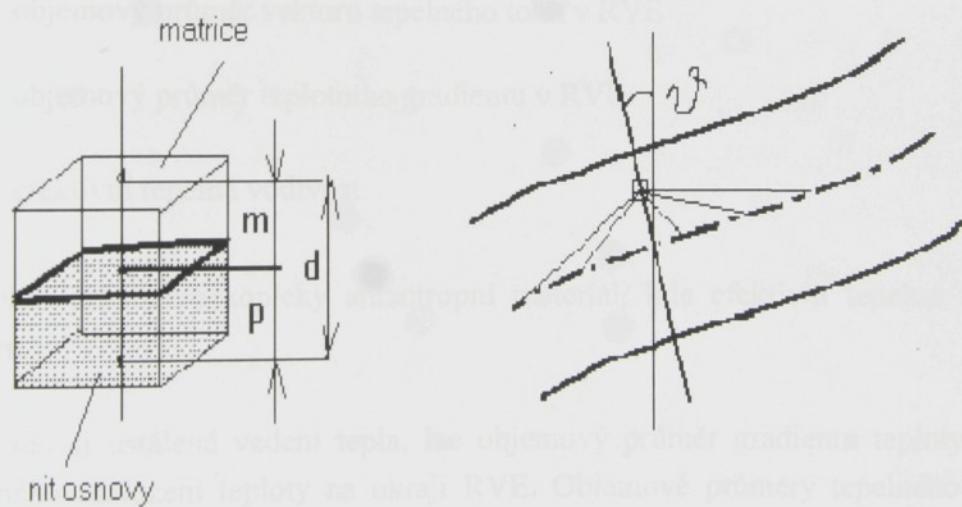
Pomocí sinusového modelu jsou stanoveny souřadnice bodů povrchu vlákenných svazků osnovy a útku v pravidelné síti tj. souřadnice ploch, které oddělují výzvuž a matrici a plochy, která odděluje zkřížené vlákenné svazky osnovy a útku výzvuže [6, 10, 11].

Reprezentativní objemový element byl rozdělen na řadu elementárních kvádrů stejných rozměrů. Každý element je charakterizován souřadnicemi  $x_i, y_i, z_i$  svého středu, svými

objemovými podíly  $v_m$ ,  $v_x$ ,  $v_y$  matrice a vlákenného svazku výztuže ve směru  $x$  a  $y$ , sklonu vlákenných svazků výztuže ve středu elementu v obou směrech a složkami tenzoru vodivosti elementu vzhledem ke zvolenému souřadnému systému  $x$ ,  $y$ ,  $z$ , kde osy  $x$  a  $y$  jsou zvoleny ve směru osnovy a útku tkaniny výztuže a osa  $z$  ve směru tloušťky.

### Určení objemových podílů

Objemové podíly jednotlivých složek v elementech [10, 11] jsou určovány postupně pro sloupce elementů napříč tloušťkou kompozitní vrstvy. Nejprve jsou pro  $i$ -tý sloupec určeny  $z$ -ové souřadnice rozhraní mezi jednotlivými složkami kompozitu. Např. souřadnice rozhraní mezi horní matricí a vlákenným svazkem na ose  $i$ -tého sloupce je vypočtena jako průměr  $z$ -ových souřadnic čtyř okolních bodů plochy, oddělující matrice od svazku. Postupně je zjišťována poloha středu každého elementu  $i$ -tého sloupce vzhledem k hraničním plochám (viz obr.5.3) a určeny objemové podíly jednotlivých složek v daném elementu jako poměr délky úseků, které vytínají hraniční plochy na ose elementu, ku výšce elementu:  $v_m = m/d$ ,  $v_x = p/d$ , atp..



Obr.5.3 Určení objemových podílů a sklonu

### Určení úhlu sklonu výztuže

Nejprve byly vypočteny  $z$ -ové souřadnice střední plochy vlákenného svazku výztuže ve směru osnovy a útku jako průměr souřadnic horní a dolní hraniční plochy. Těmito body byly proloženy kubické spline a z nich pak následně vypočteny souřadnice střední plochy v desetkrát hustším dělení. Pro jednotlivé elementy pak byla numericky nalezena nejkratší spojnica jejich středu se střednicí příslušného vlákenného svazku. Předpokládáme, že její sklon je totožný se sklonem průřezu nitě ve středu daného elementu, obr. 5.3 [10,11].

## 5.2. Model stanovení tepelné vodivosti

Model pro stanovení tepelné vodivosti vychází z Fourierova zákona pro vedení tepla anizotropního tělesa [8], který můžeme vyjádřit následujícím vztahem:

$$q_i = -k_{ij} \frac{\partial \theta}{\partial x_j} \quad (5.7)$$

kde  $q_i$  vektor tepelného toku

$k_{ij}$  tenzor tepelné vodivosti anizotropního materiálu

$\frac{\partial \theta}{\partial x_j}$  teplotní gradient.

Efektivní koeficienty tepelné vodivosti heterogenního materiálu můžeme pak následně stanovit ze vztahu:

$$\bar{q}_i = -k_{ij}^{ef} \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_j} \quad (5.8)$$

kde  $\bar{q}_i$  objemový průměr vektoru tepelného toku v RVE

$\frac{\partial \bar{\theta}}{\partial x_j}$  objemový průměr teplotního gradientu v RVE

$k_{ij}^{ef}$  efektivní tepelná vodivost.

Rovnice platí pro makroskopicky anizotropní materiál, kde efektivní tepelná vodivost závisí na směru.

Předpokládáme-li ustálené vedení tepla, lze objemový průměr gradientu teploty snadno stanovit z daného rozložení teploty na okraji RVE. Objemové průměry tepelného toku je nutné stanovit z teplotních gradientů uvnitř RVE. Pro tento účel rozdělíme RVE na malé elementy typu "cihly". Jednotlivé elementy obsahují bud' matrici, nebo matrici a různě orientovanou výztuž v závislosti na poloze tohoto elementu v RVE. Každý z těchto smíšených elementů považujeme za jednosměrný kompozit a jeho tepelnou vodivost stanovíme z tepelné vodivosti jednotlivých složek.

Pro kompozit s izotropní matricí a příčně izotropními vlákny lze tepelnou vodivost ve směru vláken (podélném) stanovit podle vztahu [12]

$$k_l = k_m v_m + k_f v_f \quad (5.9)$$

kde	$k_I$	tepelná vodivost ve směru vláken
	$k_m$	tepelná vodivost matrice
	$k_{fl}$	tepelná vodivost vlákna v osovém směru
	$v_m$	objemový podíl matrice
	$v_f$	objemové podíl vláken

Pro tepelnou vodivost ve směru kolmém k vláknům (příčném) použijeme vztah:

$$k_{II} = k_{III} = k_m \frac{k_m v_m + k_{fl} (1 + v_f)}{k_m (1 + v_f) + k_{fl} v_f} \quad (5.10)$$

kde	$k_{II}$	tepelná vodivost ve směru kolmém k vláknům
	$k_{fl}$	příčná tepelná vodivost vláken.

Tenzor tepelné vodivosti elementu lze napsat pomocí matice ve tvaru:

$$\begin{bmatrix} k_I & 0 & 0 \\ 0 & k_{II} & 0 \\ 0 & 0 & k_{III} \end{bmatrix} \quad (5.11)$$

Vzhledem k tomu, že sklon vláken významně se liší v jednotlivých elementech, je třeba tenzor tepelné vodivosti každého elementu transformovat do základního souřadného systému.

Dále můžeme předpokládat, že mezi tepelným tokem  $q$  a gradientem teploty  $\frac{\partial \theta}{\partial x_j}$  v každém elementu existuje následující vztah:

$$\begin{bmatrix} q_x \\ q_y \\ q_z \end{bmatrix}^{\text{el}} = - \begin{bmatrix} k_{11} & k_{12} & k_{13} \\ k_{21} & k_{22} & k_{23} \\ k_{31} & k_{32} & k_{33} \end{bmatrix}^{\text{el}} \begin{bmatrix} \frac{\partial \theta}{\partial x_x} \\ \frac{\partial \theta}{\partial x_y} \\ \frac{\partial \theta}{\partial x_z} \end{bmatrix} \quad (5.12)$$

kde složky tenzoru tepelné vodivosti splňují podmínky symetrie  $k_{ij} = k_{ji}$ . Předpokládejme, že na části povrchu RVE jsou zadány teploty:

$$\theta = \theta_0 \text{ na } S_1 \quad (5.13)$$

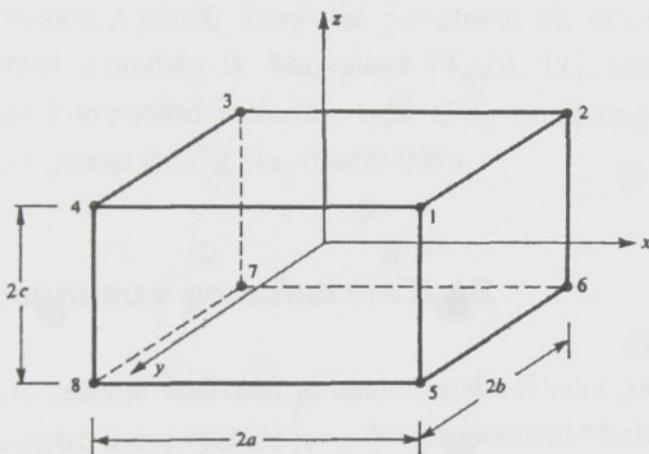
a zbytek povrchu  $S_2$  je tepelně izolován, potom rozložení teplot můžeme získat z podmínky minima funkcionálu [13]

$$\Pi = \frac{1}{2} \iiint_V [k_{11}\theta_{,x}^2 + k_{22}\theta_{,y}^2 + k_{33}\theta_{,z}^2 + 2k_{23}\theta_{,y}\theta_{,z} + 2k_{31}\theta_{,z}\theta_{,x} + 2k_{12}\theta_{,x}\theta_{,y}] dV \quad (5.14)$$

kde je variaci podrobena funkce  $\theta(x,y,z)$ . Variační úloha je řešena pomocí metody konečných prvků. Dostáváme pak soustavu lineárních rovnic

$$\begin{aligned} \frac{\partial \Pi}{\partial \theta_i} &= 0, \\ \theta_j &= \theta_{0j} \end{aligned} \quad (5.15)$$

kde  $\theta_i$  teploty v uzlových bodech  
 $\theta_{0j}$  zadané teploty v uzlových bodech na povrchu RVE.



Obr. 5.4 Osmiužlový element, kde a,b,c jsou parametry elementu

Pro osmužlové elementy (obr.5.4) typu "cihly" použijeme následující tvarové funkce [14]

Použití bezrozměrných souřadnic:

$$\theta^{el}(x', y', z') = \frac{1}{8} \begin{Bmatrix} (1+x')(1+y')(1+z') \\ (1+x')(1-y')(1+z') \\ (1-x')(1-y')(1+z') \\ (1-x')(1+y')(1+z') \\ (1+x')(1+y')(1-z') \\ (1+x')(1-y')(1-z') \\ (1-x')(1-y')(1-z') \\ (1-x')(1+y')(1-z') \end{Bmatrix}^T \begin{Bmatrix} \theta_k \\ \theta_l \\ \theta_m \\ \theta_n \\ \theta_p \\ \theta_q \\ \theta_r \\ \theta_s \end{Bmatrix}^{el} \quad (5.16)$$

Zadáme-li postupně teploty na protilehlých stěnách RVE, můžeme vypočítat objemové průměry teplotních gradientů, vstupujících do vztahu (5.8), jako podíl teplotního spádu a vzdálenosti těchto stěn. Po stanovení teplot v jednotlivých uzlech z rovnic (5.15) můžeme vypočítat teplotní gradienty a dále vektory tepelného toku v Gausových bodech pro každý element ze vztahu (5.12). Závěrem vypočteme objemový průměr složek vektoru tepelného toku v RVE a složky tenzoru efektivní vodivosti ze vztahu (5.8).

### **5.3. Výpočet efektivních tepelných vodivostí kompozitu v plátnové vazbě (Pomocí programu vytvořeného v MATLABu)**

Na základě předcházejícího modelu a úvah, byl vytvořen výpočtový model v programu Matlab pro stanovení efektivní tepelné vodivosti kompozitních materiálů typu C/C, vyztužených textilní tkanou výztuží, který lze považovat za ortotropní materiál. Tento výpočtový model vychází z modelu B. Marvalové [9, 10, 11], který slouží pro výpočet efektivních modulů pro kompozitní materiály typu C/C, zkoumané na Katedře textilních materiálů FT TU v rámci grantu GAČR No. 106/99/0096.

#### **5.3.1. Struktura programu v prostředí MATLAB**

Pro výpočet efektivní tepelné vodivosti je nutné zadat základní parametry tkané výztuže. Zadání základních parametrů tkané výztuže je ve dvou souborech Matlabu, tzv. m-files.

- tparabunk.m - zadání parametru geometrie základní buňky tkaniny ze získaných dat a následné zadání hodnot pro dělení na jednotlivé elementy.
- tepkonst.m - zadání parametrů tenzoru vodivosti matrice a vodivosti vlákna

Dále je nutné provést sekvenci souborů pro výpočet efektivní tepelné vodivosti kompozitního materiálu v následujícím pořadí:

- BUNPL8.m - výpočet objemových podílů matrice a vlákkenných svazků v jednotlivých elementech. V příkazovém okně programu MATLAB se po provedení tohoto souboru objeví objemové podíly matrice a vlákkenných svazků. Je možné vykreslit buňku a objemové podíly jednotlivých fází v jednotlivých rovinách pomocí programu kreslení. Hodnoty se uloží do souboru: *tepldata.mat*
- VODELEM.m - výpočet tenzoru vodivosti elementu, tenzory jednotlivých elementů se uloží do souboru *elemtep.mat* v pořadí ve kterém jsou číslovány elementy v konečných prvcích.

- tBMATICE.m - výpočet matice B pro metodu konečných prvků, tento program není nutné při opakování sekvence znovu provádět, pokud nedošlo ke změně geometrie buňky a nezměnil se počet elementů.
- tTUHOSTELEM.m - výpočet matice tuhosti elementu, není nutné při opakování sekvence znovu provádět, pokud nedošlo ke změně geometrie buňky a nezměnil se počet elementů, typ materiálu matrice a vlákenných svazků.
- tKONEKTIVITA.m - výpočet konektivity pomocí metody MKP, není nutné při opakování sekvence znovu provádět pokud nedošlo ke změně počtu elementů.
- tSOUSTUH.m - výpočet matice tuhosti celé soustavy, není nutné opakovat provádět pokud se nezměnil žádný z předchozích parametrů tkaniny.
- tOKRELEM.m – výběr elementů na okraji RVE
- tOKRPODI.m - výpočet a řešení pole teplot pro různé okrajové podmínky, v závěru výpočet tepelných toků ve směru y a z, nakreslení gradientů teplot.
- TOKY.m – výpočet tepelného toku a efektivní tepelné vodivosti.

Programy využívají funkce:

- hopn.m
- zubn.m
- tkoly.m - otáčení souřadnic kolem osy y
- tkolx.m – otáčení souřadnic kolem osy x

Seznam potřebných souborů :

1. tparabunk.m
2. tepkonst.m
3. bunpl8.m
4. vodelem.m
5. tbmatice.m
6. ttuhostelem.m
7. tkonektivita.m
8. tsoustuh.m
9. tokrelem.m
10. tokrpopdi.m
11. toky.m
12. hopn.m
13. zubn.m
14. tkoly.m
15. tkolx.m

- 16. startup.m
- 17. Krkonuy.m
- 18. Krkonuz.m
- 19. kive.m
- 20. Gradkresl.mat

Výpočtový model je přiložen na CD mediu k této práci.

### **5.3.2. Výpočet efektivní tepelné vodivosti v programu Matlab**

Nejprve zadáme parametry geometrie základní buňky tkaniny ze získaných dat a poté zadáme hodnoty pro dělení na jednotlivé elementy.

Parametry geometrie základní buňky tkaniny (*tparabunk.m*):

<b>Perioda</b>	$l = 3 \text{ [mm]}$
<b>Rozteč</b>	$a = l/2 = 1,5 \text{ [mm]}$
<b>Mezera</b>	$g = 0,2 \text{ [mm]}$
<b>Výška</b>	$b = 0,2 \text{ [mm]}$
<b>Tloušťka vrstvy</b>	$h = 0,4 \text{ [mm]}$

Hodnoty pro dělení na jednotlivé elementy:

<b>dělení v rovině xy (sudé)</b>	dělení=30
<b>dělení v tloušťce (sudé)</b>	děleníz=6

Pro určení objemových podílů je nutné znát i objemový podíl matrice uvnitř vlákenného svazku. Tento parametr, který lze určit z obrazové analýzy průřezu vlákenného svazku, nebo kvalifikovaně odhadnout, pro potřeby výpočtu byl zvolen  $v_{mv} = 0,25$ .

Dále musíme zadat parametry tenzoru vodivosti matrice a vodivosti vlákna (*tepkonst.m*).

Tenzor vodivosti matice (Izotropní je ve všech směrech stejná. Všechny hodnoty jsou v  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ):

$$\begin{bmatrix} 3 & 0 & 0 \\ 0 & 3 & 0 \\ 0 & 0 & 3 \end{bmatrix}$$

Tenzor vodivosti vlákna (První je hodnota vodivosti ve směru vlákna, další dvě ve směru kolmém na směr vlákna. Všechny hodnoty jsou v  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ):

$$\begin{bmatrix} 150 & 0 & 0 \\ 0 & 10 & 0 \\ 0 & 0 & 10 \end{bmatrix}$$

Dále je nutné provést sekvenci souborů pro výpočet efektivní tepelné vodivosti kompozitního materiálu, jak bylo uvedeno v předchozí části.

Nejprve provedeme výpočet objemových podílů matrice a vlákenných svazků v jednotlivých elementech (*bunpl8.m*). V našem případě budou objemové podíly dle zadaných hodnot následující:

**objemový podíl matrice** = 0,5862

**objemový podíl nity** = 0,2069

**objemový podíl nitx** = 0,2069

**Celkový objemový podíl** = 1,0000

Dále se provede výpočet tenzoru vodivosti všech elementů (*vodelem.m*) Následně provedeme pomocí metody MKP výpočet pole teplot pro dané okrajové podmínky a stanovíme objemové průměry gradientů teplot a tepelných toků ve směrech *x*, *y* a *z*. Tím obdržíme hodnoty efektivní tepelné vodivosti pro kompozitní materiál typu C/C využitý tkanicou v plátnové vazbě.

**$k_{11}=k_{22} = 28,17 \text{ [W.m}^{-1}.\text{K}^1]$**  (tepelná vodivost ve směru osnovy a útku)

**$k_{33} = 4,93 \text{ [W.m}^{-1}.\text{K}^1]$**  (tepelná vodivost ve směru tloušťky)

Výsledné vypočtené hodnoty efektivní tepelné vodivosti stanovené výpočtovým modelem v prostředí Matlab, jsou závislé na přesném zadání parametrů geometrie základní buňky tkaniny, tenzorů vodivosti matrice a vodivosti vlákna. Výpočtový model nezahrnuje vliv delaminačních poruch, pórů, trhlin a vlivy rozhraní mezi matricí a výztuží, což má za následek rozdílnost vypočtených hodnot efektivní tepelné vodivosti od hodnot efektivní tepelné vodivosti reálného kompozitu, který obsahuje různé defekty (delaminační poruchy, pory, trhliny atd.). Vypočtené hodnoty pomocí výpočtového modelu jsou v souladu s hodnotami uváděnými v literatuře pro ideální kompozit, a to jak ve směru osnovy a útku tak i ve směru tloušťky.

Pomocí uvedených programů lze zobrazit:

## 1. Distribuce gradientu teplot pro každou z rovin x, y v RVE – vykresleno pomocí programu (*tokrpodi.m*)

Soubor *tokrpodi.m* je závěrem výpočtu teplot v jednotlivých uzlech prostorové sítě. Jedná se o řešení teplotního pole v základní buňce z podmínky minima funkcionálu, která je řešena pomocí metody konečných prvků.

Jsou vypočteny teploty v uzlech pro dvě úlohy:

1. Tepelný tok teče buňkou ve směru osy  $z$ , kde jsou tepelně izolovány strany rovnoběžné s osou  $z$ , a na zbývajících dvou stranách kolmých k ose  $z$  je předepsaná teplota (na jedné straně 0 a na druhé straně 1), není důležité na které straně, ale je důležitý teplotní spád (gradient), který je dán vztahem:

$$\text{teplotní spád} = \frac{1}{h}$$

kde  $h$  tloušťka buňky

2. Tepelný tok teče ve směru osnovy (útku), protože se předpokládá vyvážená tkanina tak oba tepelné toky budou stejné. Okrajové podmínky jsou: izolované plochy kolmé k ose  $z$  a izolované dvě plochy rovnoběžné s osou  $z$  a zároveň rovnoběžné s tepelným tokem. Na dvou protilehlých stranách je opět předepsaná teplota 0 a 1. Teplotní spád (gradient) ve směru osnovy (útku) je dán vztahem:

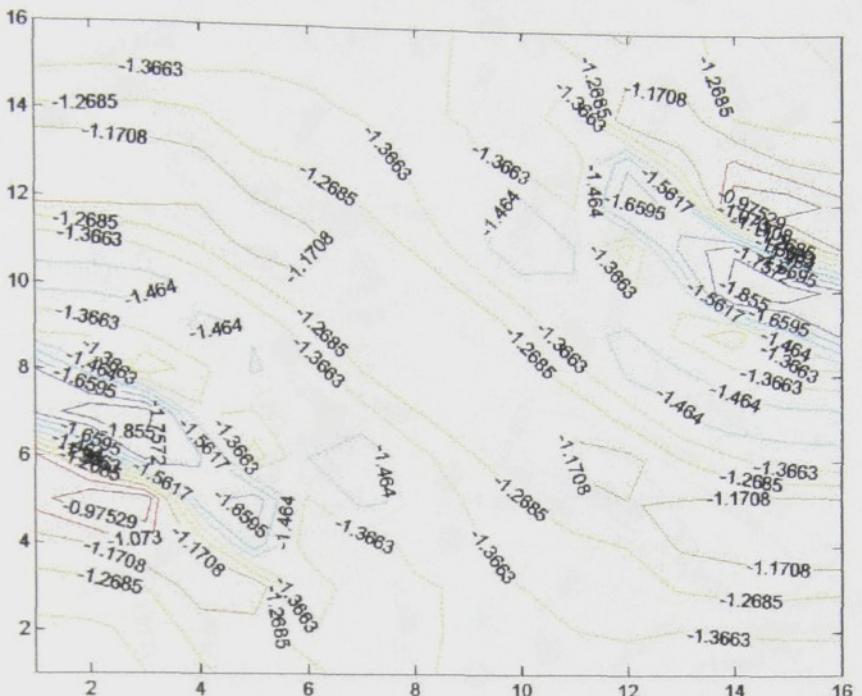
$$\text{teplotní spád} = \frac{1}{d}$$

kde  $d$  délka buňky

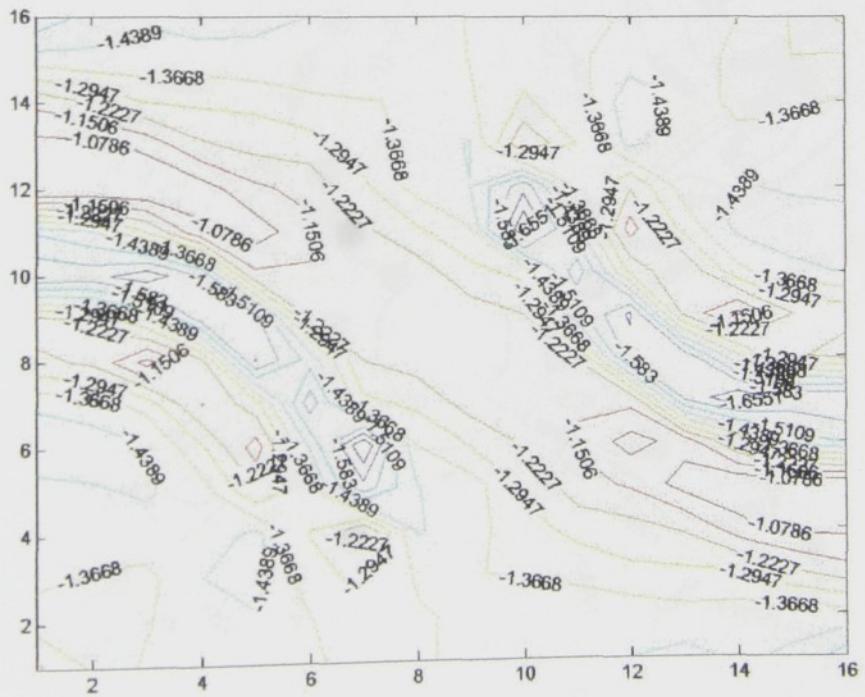
Výsledkem řešení metody konečných prvků je tedy teplota v uzlech prostorové sítě 15 x 15 x 6 elementů. Teplota je funkcí 3 proměnných (x, y a z) a lze vypočítat numericky gradienty této funkce ve směrech x, y a z.

Z programu *tokrpodi.m* lze vykreslit gradienty ve směru  $z$  v případě ad 1) a gradienty ve směru  $y$  v případě ad 2) a to v jednotlivých rovinách buňky rovnoběžných s rovinou (x, y) (na tloušťku je 6 elementů, tj. 7 rovin).

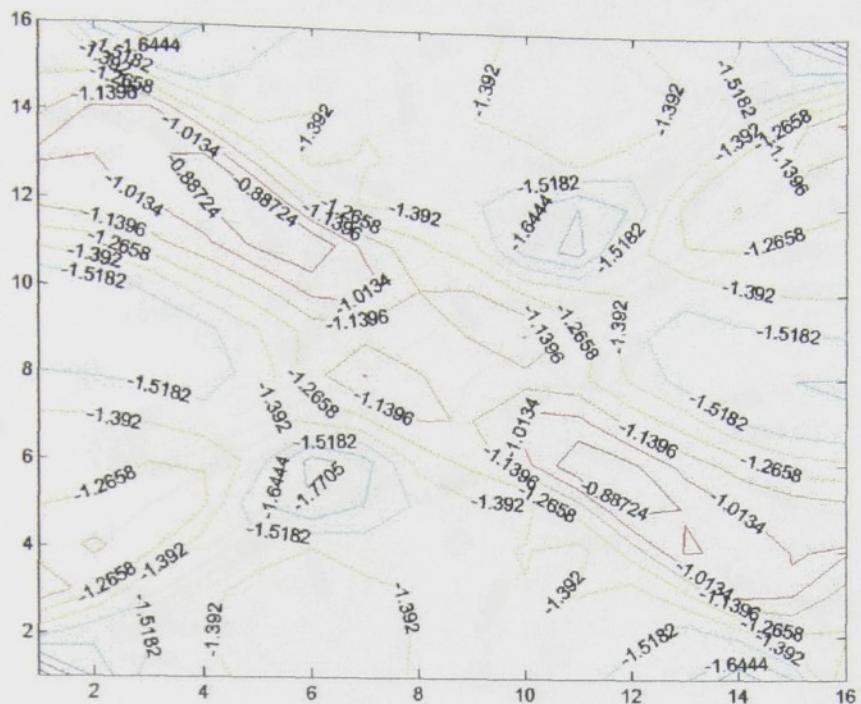
a) Rozložení gradientů teplot ve směru  $y$  v jednotlivých rovinách buňky (obr. 5.5 a-g)



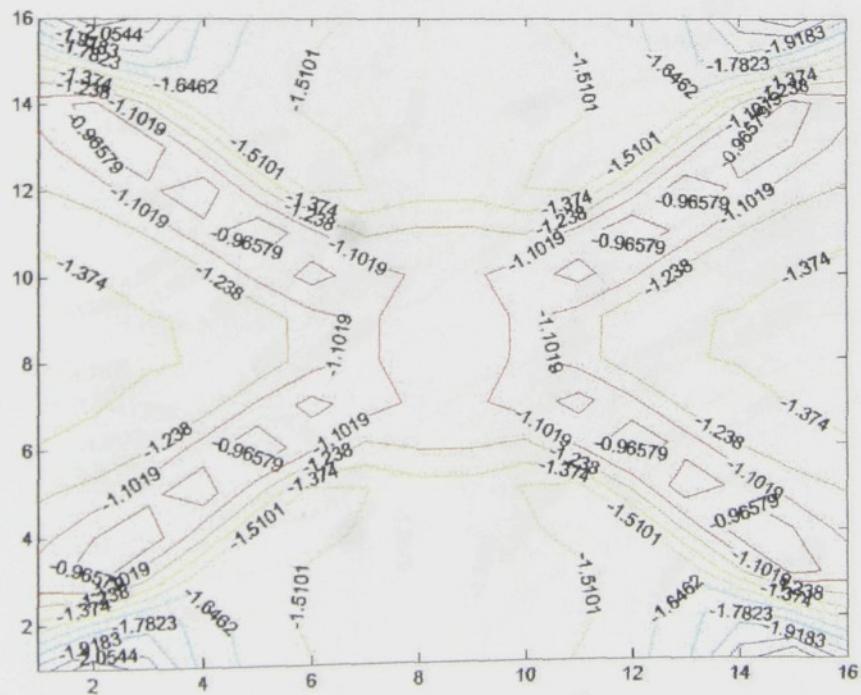
a) 1 rovina



b) 2 rovina

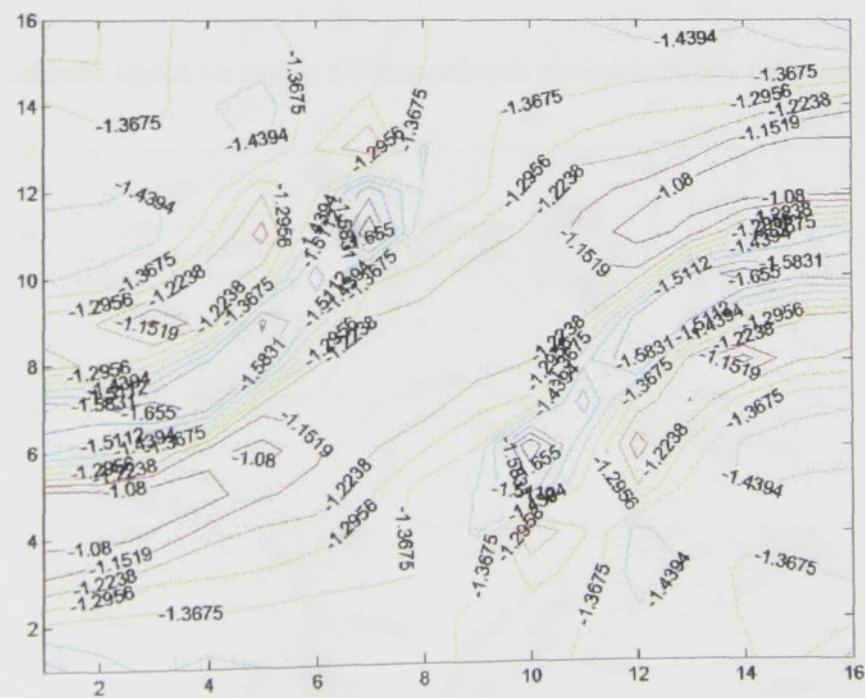
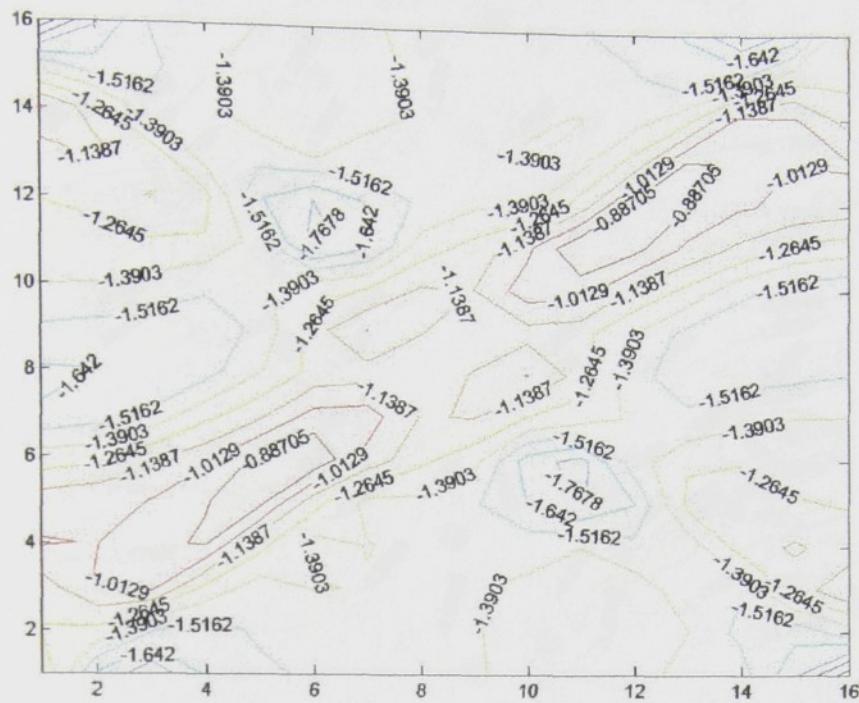


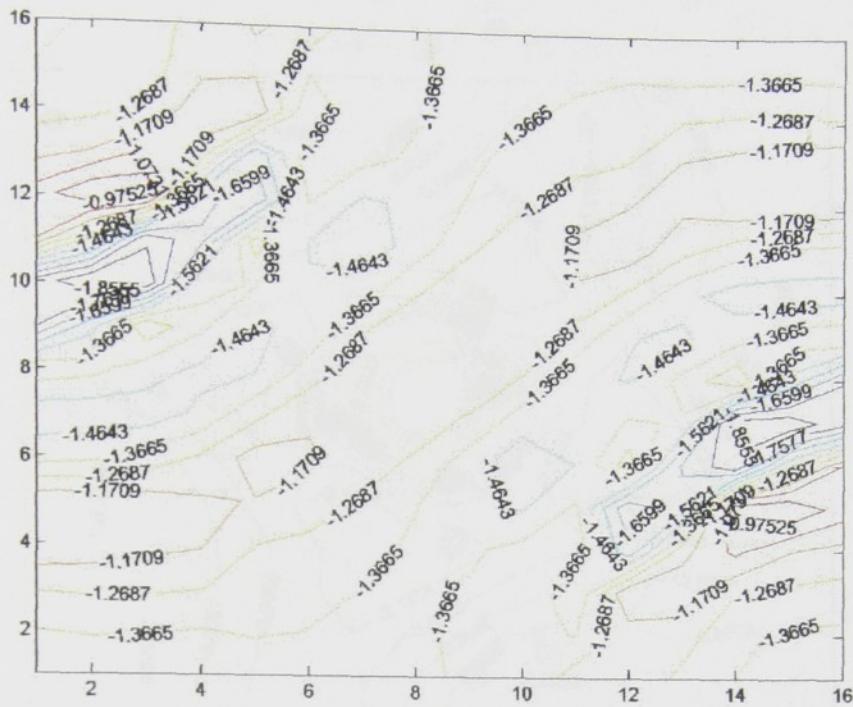
c) 3 rovina



d) 4 rovina

6 rovina

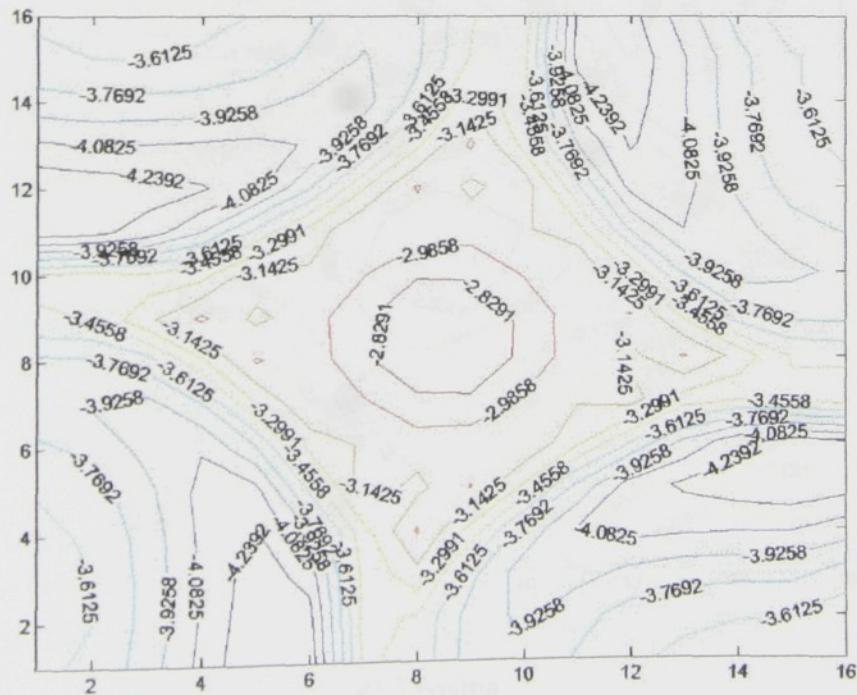




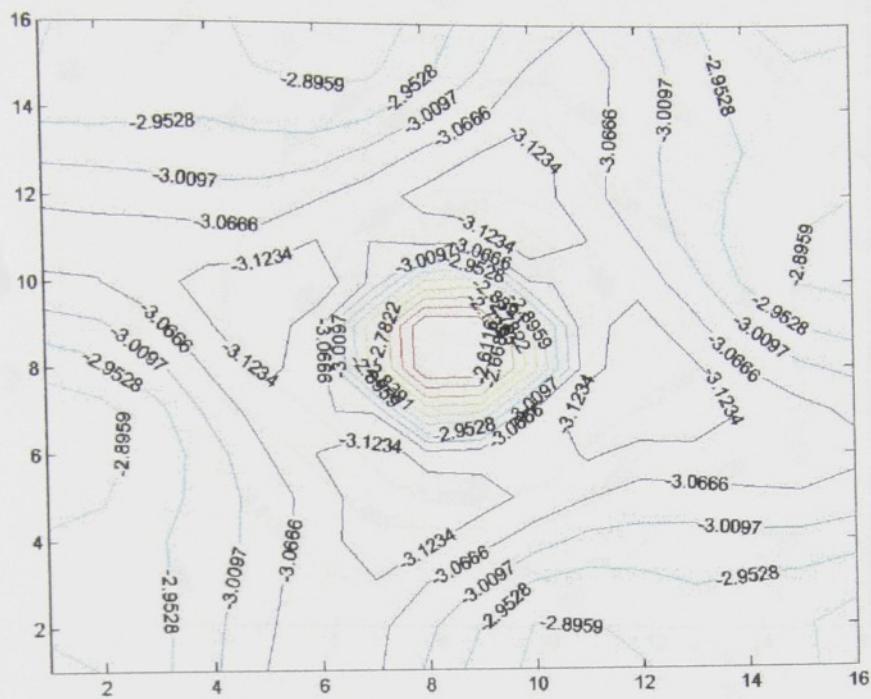
g) 7 rovina

Obr. 5.5 Rozložení gradientů teplot ve směru  $y$  v jednotlivých rovinách buňky (a-g)

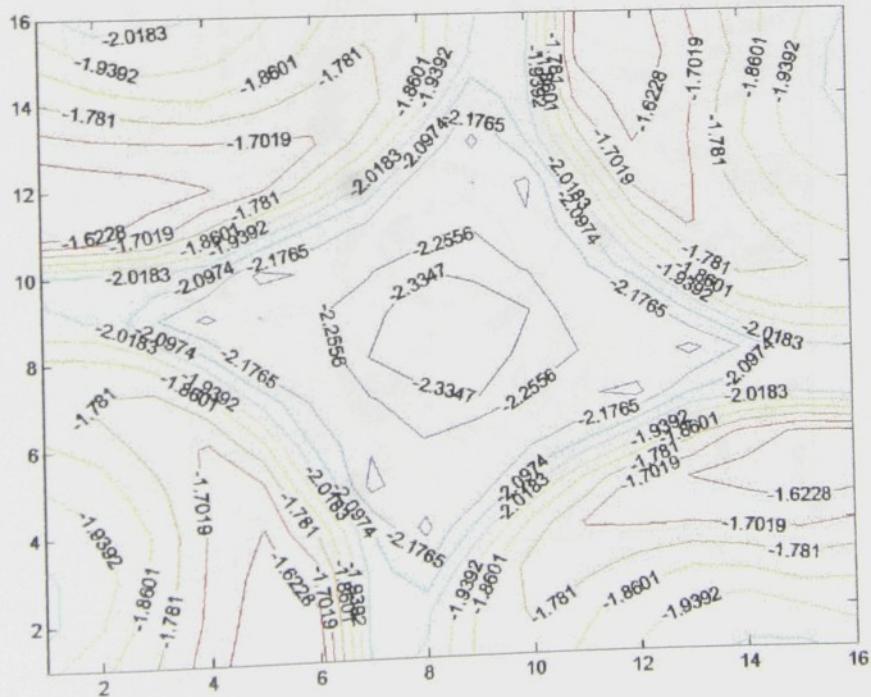
b) Rozložení gradientů teplot ve směru  $z$  v jednotlivých rovinách buňky (obr. 5.6 a-g)



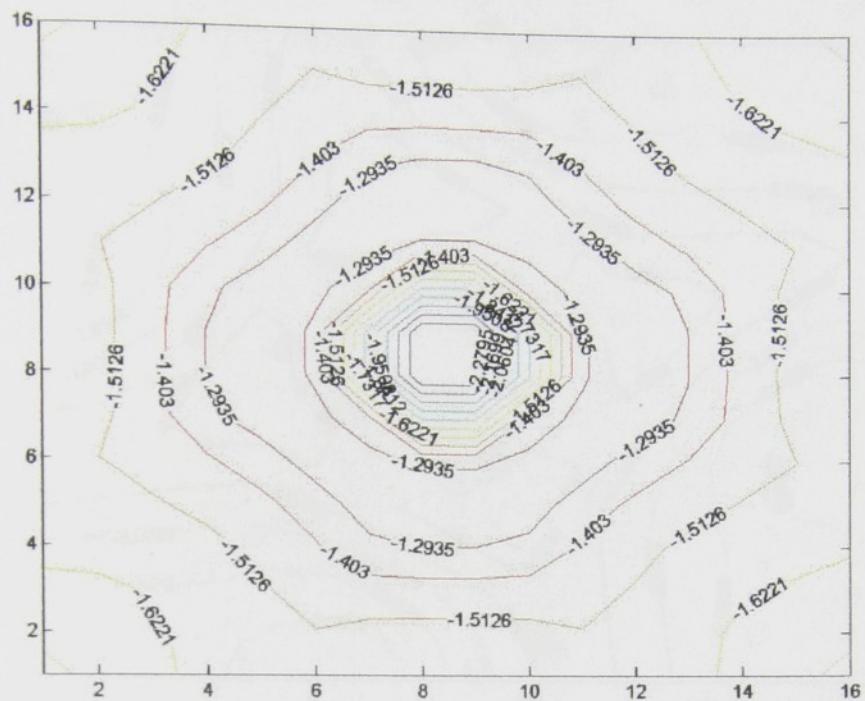
a) 1 rovina



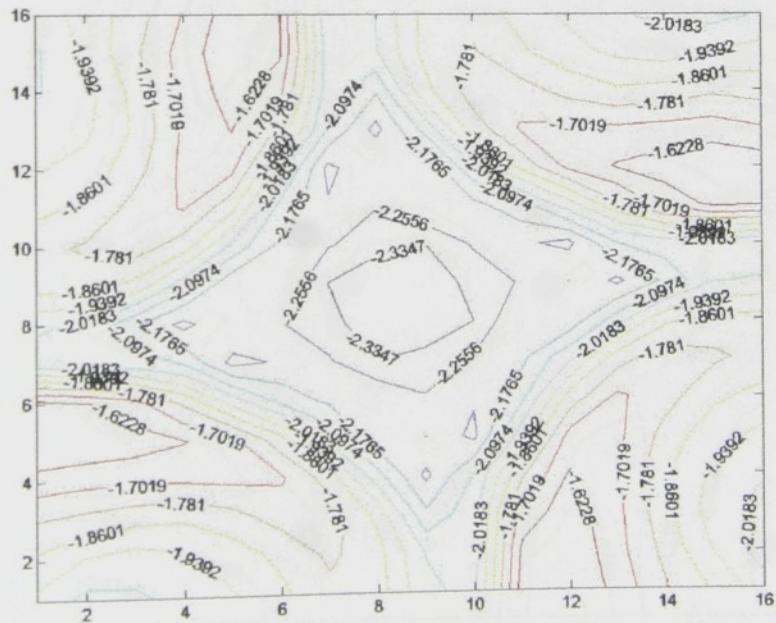
b) 2 rovina



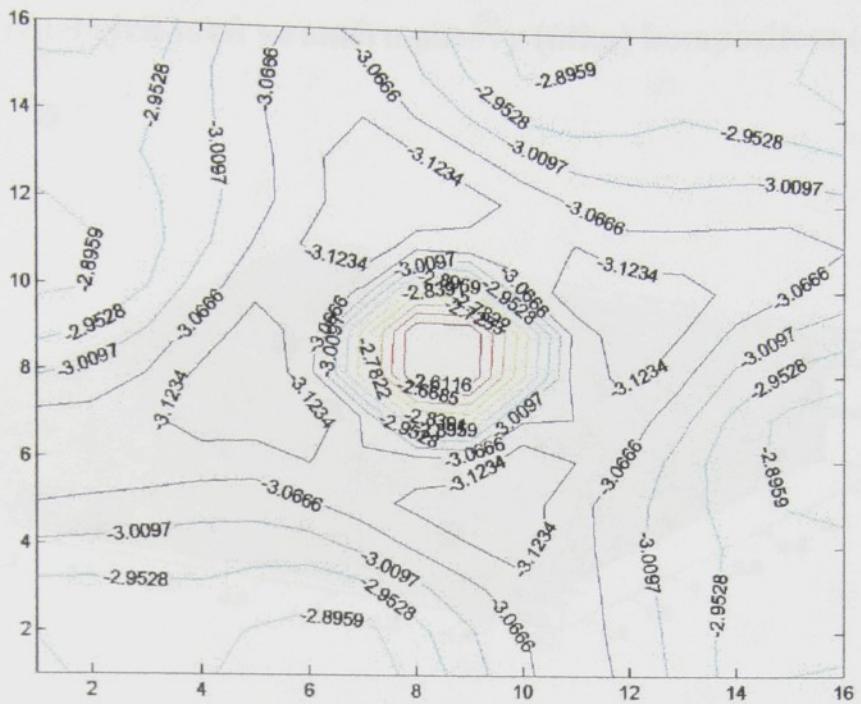
c) 3 rovina



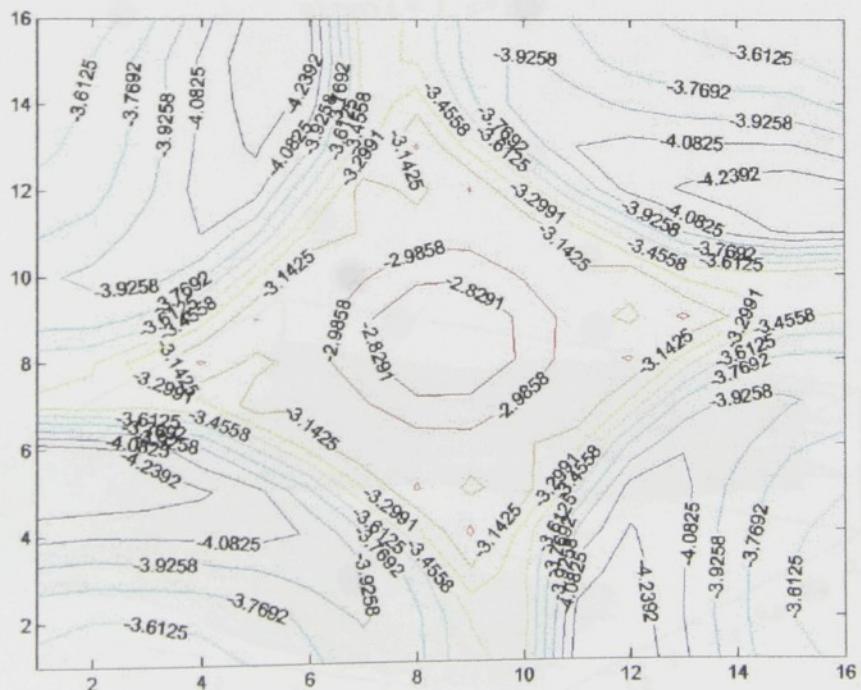
d) 4 rovina



e) 5 rovina



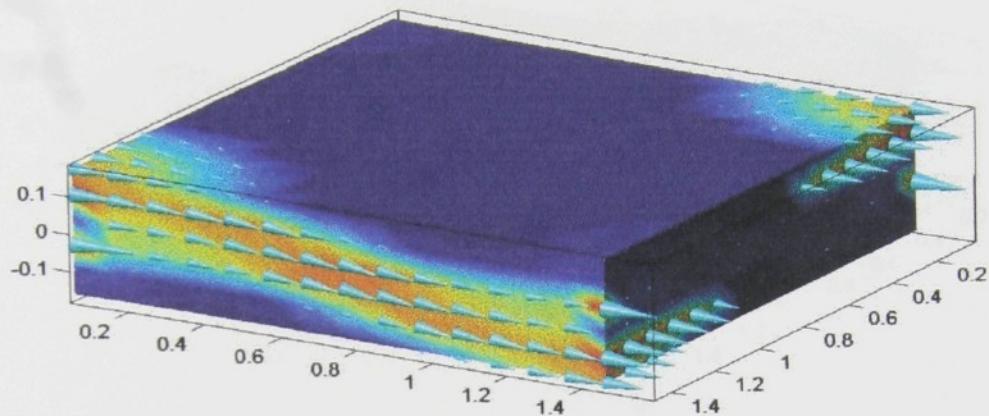
f) 6 rovina



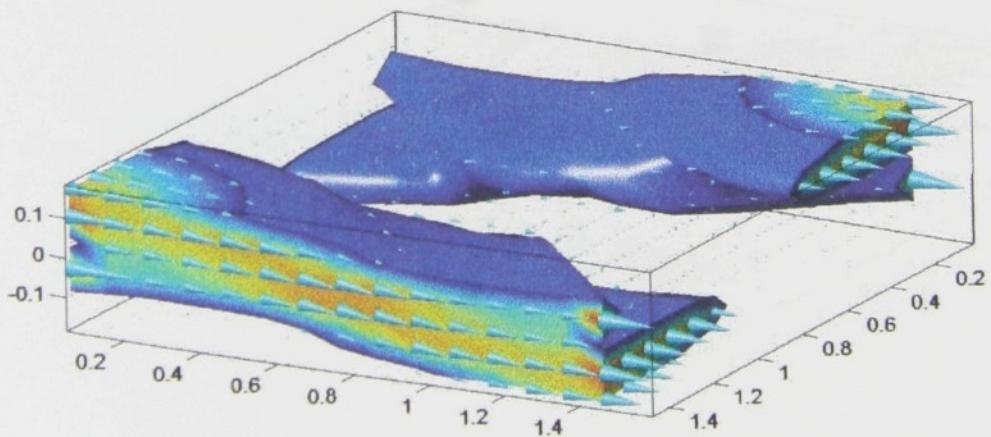
g) 7 rovina

Obr. 5.6 Rozložení gradientů teplot v směru  $y$  v jednotlivých rovinách buňky (a-g)

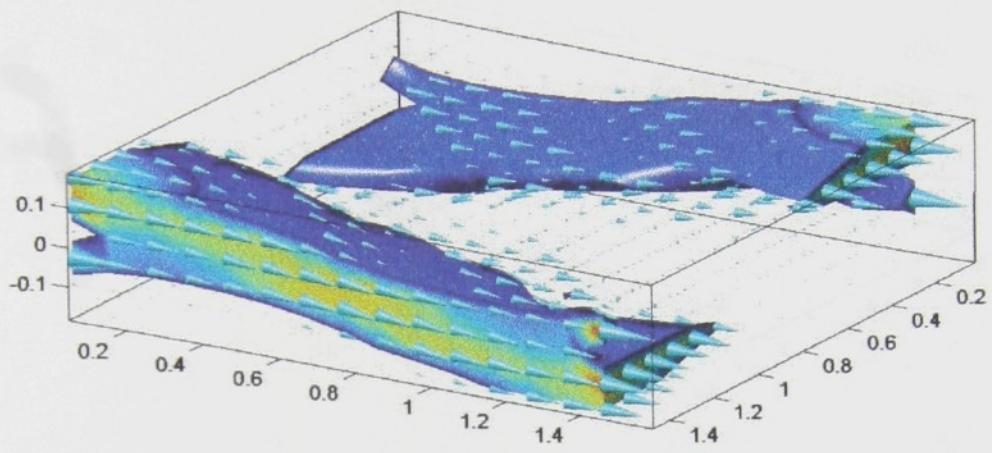
**2. Zobrazení tepelných toků ve směru osnovy (útku) kompozitem (obr.5.7 a-f)**



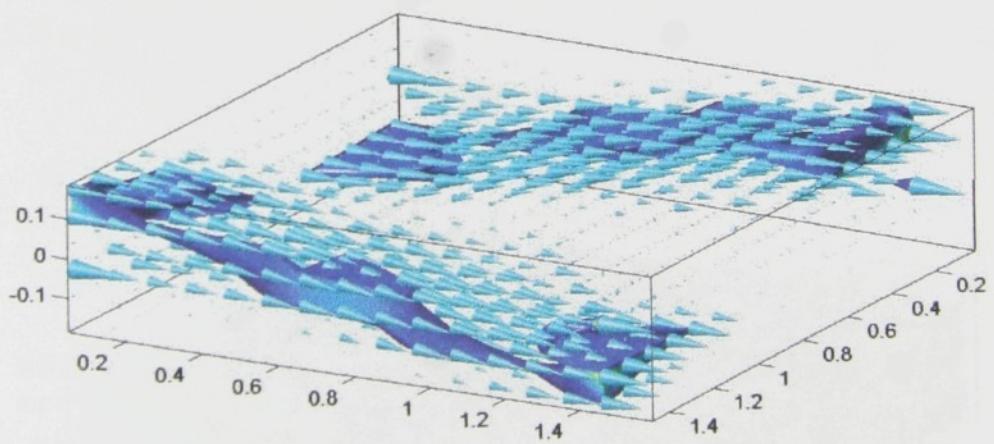
a) pro  $t = 1$ ,  $s = 0,9$



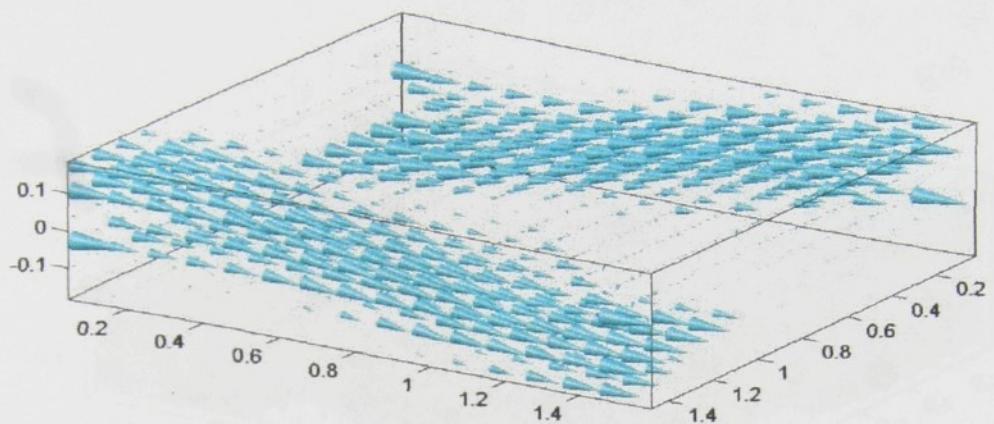
b) pro  $t = 25$ ,  $s = 20$



c) pro  $t = 50$ ,  $s = 40$



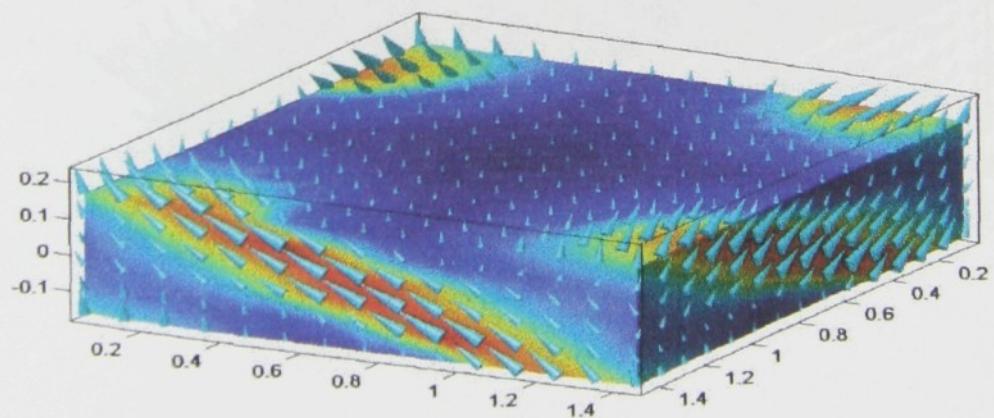
d) pro  $t = 75$ ,  $s = 70$



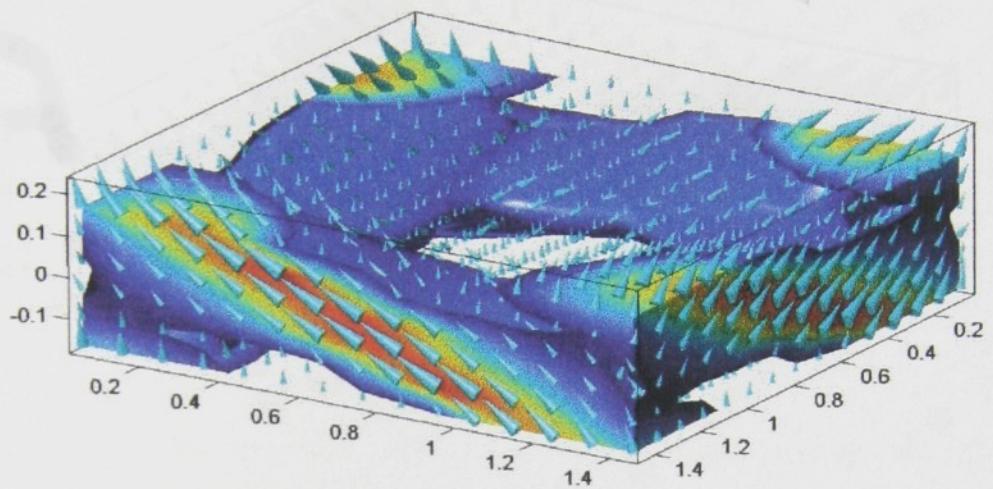
f) pro  $t = 100$ ,  $s = 90$

Obr. 5.7 Zobrazení tepelných toků ve směru osnovy (útku) kompozitem. Kde  $t$  - hodnota tepelného toku, který představuje modrá izoplocha a  $s$  - hodnota tepelného toku pro největší kónus

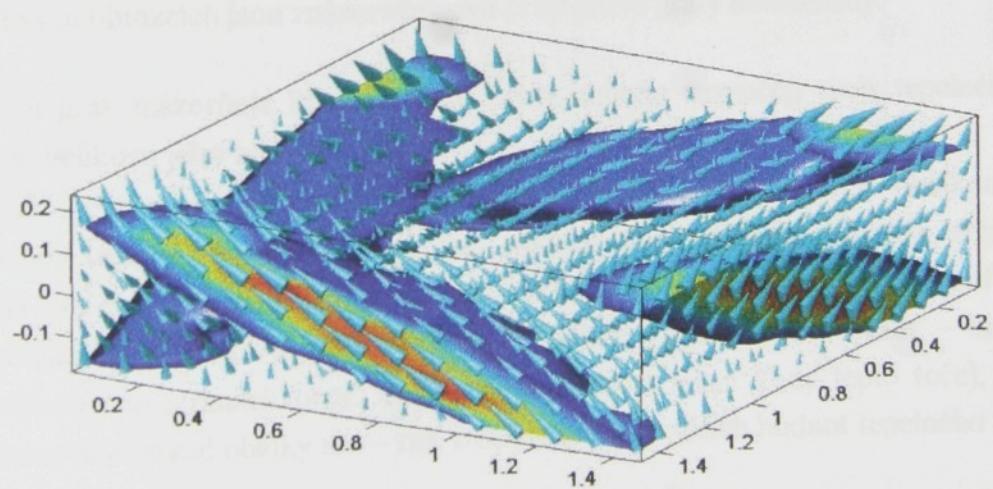
### 3. Zobrazení tepelných toků kompozitem ve směru $\perp$ na osnovu a útek (obr.5.8 a-d)



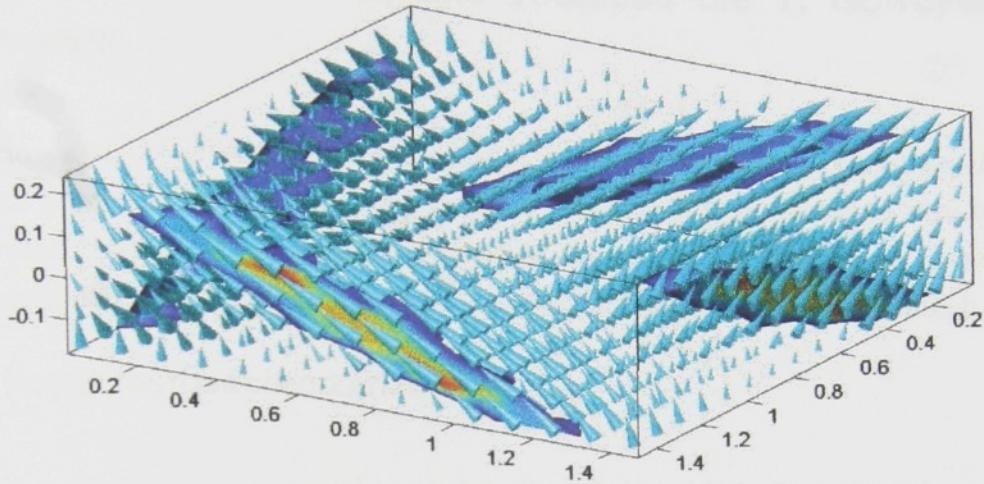
a) pro  $t = 5$ ,  $s = 4$



b) pro t = 20, s= 15



c) pro t = 30, s= 25



d) pro  $t = 40$ ,  $s = 35$

Obr. 5.8 Zobrazení tepelných toků kompozitem ve směru  $\perp$  na osnovu a útek. Kde  $t$  - hodnota tepelného toku, který představuje modrá izoplocha a  $s$  - hodnota tepelného toku pro největší kónus

Na jednotlivých obrázcích jsou znázorněny dva prostorové grafy dohromady.

- První graf znázorňuje kónusy, které svým směrem naznačují směr tepelného toku a svou velikostí jeho hodnotu.
- Druhý graf znázorňuje modré plochy a barvy. Modrá plocha je obálkou bodu se stejnou velikostí tepelného toku, tedy jakousi izoplochou (v roviném případě by to byla vrstevnice = izolinie). Barvy označují velikost tepelného toku uvnitř obálky – červená barva značí největší hodnoty. Nejdříve vidíme modrý kvádr – tzn. nejnižší hodnotu (po stranách popř. nahoře jsou barevná místa kudy teplo teče), potom se hodnotu postupně objevují obálky nití – tzn. izoplochy stále vyšších hodnot tepelného toku.

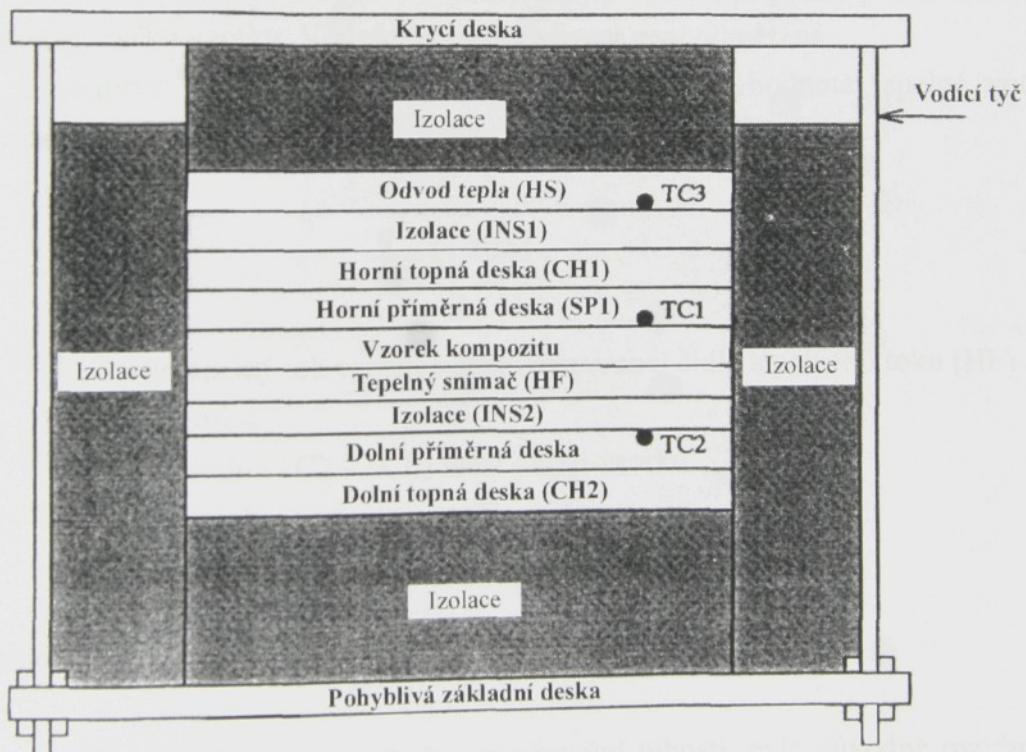
## 6. Experimentální metody zjišťování tepelné vodivosti

### 6.1. Metoda stanovení tepelné vodivosti dle Y. Gowayeda a J.-C Hvanga

V této části, je přiblížen jeden z mnoha experimentálních výzkumů tepelné vodivosti textilních kompozitů vyrobených z plátna a 3D tkanin [7]. Je zkoumán vliv typu vlákna a objemového podílu vlákna na tepelnou vodivost textilního kompozitu. Dále „snadná aplikace“ průměrovací techniky, která je přizpůsobená výpočtu tepelné vodivosti textilních kompozitů.

#### 6.1.1. Popis testovacího zařízení

Komora použitá pro stanovení tepelné vodivosti je k-Matic 75, zařízení vyráběné firmou Holometrix, a.s. Design tohoto přístroje je podle ASTM zkušební metody C518 (1985) pro ustálený stav měření tepelného toku a přenosu vlastností tepla prostřednictvím měřiče proudění tepla [7].



Obr. 6.1 Schematický pohled na průřez testovací komorou pro tepelnou vodivost.

Obr. 6.1 znázorňuje příčný řez testovací komorou. Testovací komora je sestavena ze dvou částí: nehybné horní části a pohyblivé spodní části pro umístění vzorků o různých tloušťkách. Horní část testovací komory se skládá z chlazení, odvodu tepla (HS) odděleného izolací (INS1) od řízené topné desky (CH1) a z hliníkové příměrné desky (SP1). Spodní část testovací komory se skládá čidla tepelného toku (HF) s kontaktní plochou 10 x 10 cm k

měření tepelného toku, odděleného od spodní příměrné desky (SP2) tenkými vrstvami tepelné izolace (INS2). Ta je následována topnou deskou (CH2). Tepelný pár (TC1) a (TC2) je instalován po obou stranách vzorku k měření teplotního rozdílu  $\Delta T$ .

Chlazení (odvod tepla) teplotně aktivuje bezpečnostní spínač, který slouží k přerušení napájení k okruhu ohříváče. Kvůli odvodu tepla (TC3) nebo vystoupí-li teplota nad 2°C během testu.

Na pravé straně testovací komory je pohyb kompenzátoru lineární pro stanovenou tloušťku vzorků  $\Delta x$  během testu. Kompenzátor krytu je připojený k pohyblivé spodní části. Testovací komora je obklopená izolací k omezení přenosu tepla nebo elementů z šachty.

### 6.1.2. Výpočet tepelné vodivosti

Měření tepelné vodivosti pro různé kompozitní vzorky je provedeno umístěním vzorků mezi dvěma povrhy desek o známé teplotě. Z důvodu rozdílu teplot, teplo proudí vzorkem z ohřívané strany k chladné straně. Kvantita toku tepla vzorkem je měřena pomocí čidla tepelného toku. Je očekávána velká dimenze čidla tepelného toku, pro minimalizaci tepelných ztrát by měly být rozměry vzorku přinejmenším 20 x 20 cm. Velikost převodníku zajistí vlastnosti kompozitu nad danou oblastí. Velké rozměry vzorku připouští pouze měření tepla vedeného skrz tloušťku vzorku. V ploše tepelná vodivost není odměřená.

Přístroj je nejprve kalibrován za použití vzorku o známé hodnotě tepelné vodivosti. Tepelná vodivost  $k$  je měřena na základě vztahu [7]:

$$\frac{q}{A} = k \left( \frac{\Delta T}{\Delta x} \right) \quad (6.1)$$

kde	$q$	celkový tepelný tok vzorku naměřený pomocí čidla tepelného toku (HF)
	$A$	plocha vzorku
	$\Delta T$	teplotní rozdíl ( $TC_2 - TCL$ ) mezi okraji vzorku
	$\Delta x$	tloušťka vzorku
	$k$	tepelná vodivost

### 6.1.3. Teoretická analýza stanovení tepelné vodivosti

Model geometrie tkaniny, nebo metoda průměrování tuhosti, byla původně rozvinuta pro předpověď mechanických vlastností textilních kompozitů [7]. Výchozí myšlenkou modelu geometrie tkaniny je, že s vlákny a matricí je nutné zacházet jako se souborem kompozitních materiálů majících různou prostorovou orientaci. Každá kompozitní tyč reprezentuje vyztužený systém. Pro každou z těchto tyčí je vypočítán tenzor lokální tuhosti a jsou vhodně transformovány globální osy kompozitu v prostoru.

Snahou současných výzkumů je přizpůsobit přístup k předpovědi tepelné vodivosti textilních kompozitů. Kroky metody [7] jsou zobrazeny na obr.6.2

Prvním krokem metody je výpočet lokálního tenzoru tepelné vodivosti pro každý vyztužený systém. Tenzor lokální vodivosti lze reprezentovat maticí:

$$k_l = \begin{bmatrix} k_{11} & k_{12} & k_{13} \\ k_{21} & k_{22} & k_{23} \\ k_{31} & k_{32} & k_{33} \end{bmatrix} \quad (6.2)$$

kde  $k_{ij}$  složky symetrického tenzoru vodivosti ( $i, j = 1, 2, 3$ )  
 $k_l$  lokální tenzor tepelné vodivosti

Dalším krokem metody je transformace lokálního tenzoru tepelné vodivosti  $k_l$  pro každý vyztužený systém do globálního souřadného systému. To je provedeno pomocí transformačního vztahu:

$$k_{gl} = T^{-1} k_l T \quad (6.3)$$

kde  $k_{gl}$  globální tenzor tepelné vodivosti  
 $T$  matice transformace ze směrových kosinů

Matici transformace ze směrových kosinů lze vyjádřit:

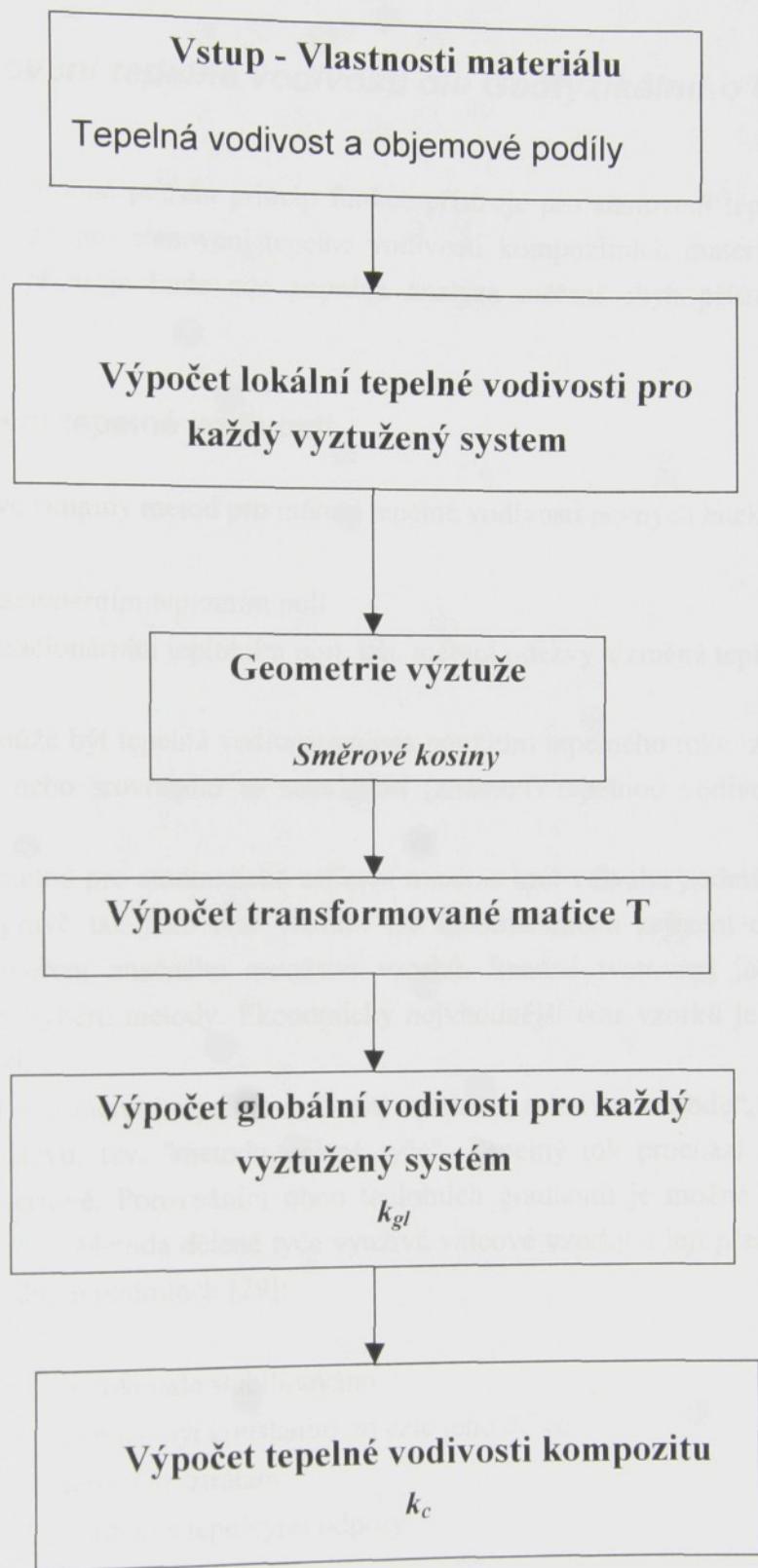
$$T = \begin{bmatrix} l_1^2 & l_2^2 & l_3^2 \\ m_1^2 & m_2^2 & m_3^2 \\ n_1^2 & n_2^2 & n_3^2 \end{bmatrix} \quad (6.4)$$

Vyjádření transformační matice závisí na směrových kosinech  $l_i$ ,  $m_i$  a  $n_i$  ( $i = 1, 2, 3$ ). Tyto směrové kosiny mohou být vyjádřeny jako složky základního jednotkového vektoru souvisejícího s osou vlákna [7].

Konečná tepelná vodivost kompozitu  $k_c$  je vypočtena:

$$k_c = \sum_{i=0}^N k_{gl,i} v_i \quad (6.5)$$

kde  $k_{gl}$  celková vodivost vyztuženého systému  $i$   
 $v_i$  relativní objemový podíl výztužného systému  $i$   
 $N$  celkový počet výztužných systémů.



Obr.6.2 Metoda pro předpověď tepelné vodivosti. [7]

## **6.2. Metoda stanovení tepelné vodivosti dle Geofyzikálního Ústavu AVČR**

V další části bude podrobně popsán princip funkce přístroje pro stanovení tepelné vodivosti hornin, který se dá využít pro stanovení tepelné vodivosti kompozitních materiálu typu C/C. Kromě popisu funkce přístroje bude zde popsána analýza měření chyb přístroje, kalibrace přístroje.

### **6.2.1. Metoda měření tepelné vodivosti**

V podstatně, jsou dvě skupiny metod pro měření tepelné vodivosti pevných látek:

- měření ve stacionárním teplotním poli
- měření v nestacionárním teplotním poli, tzn. měření odezvy k změně teploty

V obou případech může být tepelná vodivost určena použitím tepelného toku známé hodnoty („*absolutní metoda*“), nebo srovnáním se standardní (známou) tepelnou vodivostí („*relativní metoda*“).

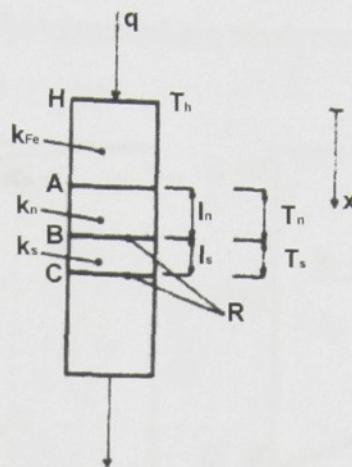
Při výběru jedné z metod pro automatické zařízení musíme brát v úvahu podmínky pro odhad a přesnost výsledků, právě tak jako tvar vzorku. Od automatického zařízení očekáváme, že provede dlouhodobá měření značného množství vzorků. Snadné tvarování jádra vzorku je důležitým kritériem při výběru metody. Ekonomicky nejvhodnější tvar vzorků je svislý válec s paralelními základy [29].

Jednoduchý přístroj pro měření tepelné vodivosti využívá „*relativní metodu*“, která aplikuje podmínu ustáleného stavu, tzv. „metodu dělené tyče“. Tepelný tok prochází skrz vzorek a standard, uspořádaný sériově. Porovnáním obou teplotních gradientů je možné určit tepelnou vodivost měřeného vzorku. Metoda dělené tyče využívá válcové vzorky a její přesnost závisí na dodržení několika základních podmínek [29]:

- tepelné pole musí být dokonale stabilizováno
- příčný řez dělené tyče musí být konstantní po celé jeho délce
- musí být zabráněno tepelným ztrátám
- nezbytnost vyloučit kontakt s tepelnými odpory

Jestliže tepelná vodivost standardu je teplotně závislá, musí být tato závislost známa. Detailní analýza měření chyb již byla popsána [52]. Požadavky na trvalé proudění tepla a na shodný příčný řez mohou být snadno dodrženy. Tepelné ztráty mohou být snížené na minimum vhodnou

volbou izolace, a kontakt s odpory může být vyloučený matematicky po několika měřeních shodných vzorků o různých tloušťkách..



Obr. 6.3 Uspořádání dělené tyče [29].

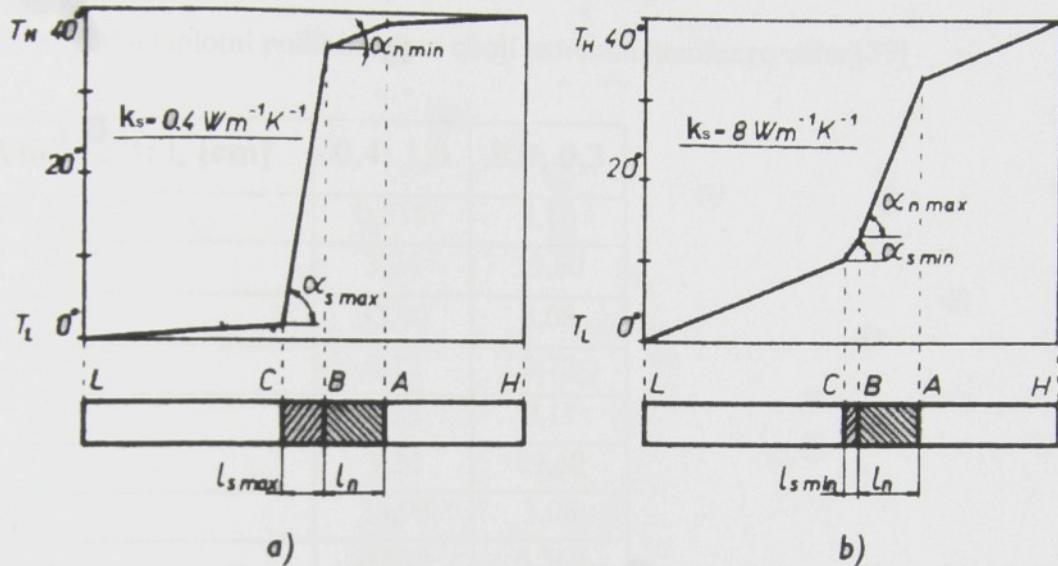
Schéma uspořádání dělené tyče je uveden na obr.6.3. Vzorek o tepelné vodivosti  $k_s$  a délce  $l_s$ , spolu se standardem o tepelné vodivosti  $k_n$  a délce  $l_n$ , jsou přitisknuty mezi ocelovými měřícími svorkami, kde příčný řez je shodný s příčným řezem vzorku a standardu. Dva vodní ultra-termostaty, teploty  $T_h$  a  $T_L$ , jsou zdrojem proudění tepla. Dvojice termočlánků v mědi jsou umístěny v příčných průřezech  $A$ ,  $B$ ,  $C$  v kontaktech jednotlivých částí. Termočlánky jsou rozdílně pevně připojeny pro měření teploty,  $\Delta T_n = T_A - T_B$ , a  $\Delta T_s = T_B - T_C$ .

Při výběru tloušťky vzorku by mělo být splněno několik protikladných požadavků. V tloušťce vzorku je podstatný tepelný odpor, který je větší než kontaktní odpor. Na druhé straně, s tloušťkou rostou potíže s izolací a roste ztráta tepelného toku, je tedy nezbytné prodloužit interval linearity elektronických okruhů a zvýšit řízené zvednutí mechanicky sevřené části zařízení.

Podobné požadavky platí pro výběr teplot  $T_H$  a  $T_L$ . Musí se také uvažovat o požadavku pro minimum teplotního gradientu způsobeného teplotní závislostí standardu a vzorku.

Podle požadavků by měla být tloušťka vzorků v intervalu 3 až 10 mm a rozdíly teplot  $T_H - T_L = 40 K$ . Tepelná vodivost standardu krystalu zhotoveného z přírodního křemene, osa válce je rovnoběžná s optickou osou krystalu, délka  $l_n = 15 mm$ , tepelná vodivost  $k_n = 6,573 \cdot 10^{-7} W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ,  $^0C$ . Měřící svorky jsou zhotovené z konstrukční oceli  $k_{Fe} = 55,68 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ . Termočlánky v sekcích,  $B$  a  $C$  jsou vložené a upevněné lepidlem do radiálních otvorů v měděné desce, tloušťka  $2 mm$ ,  $k_{Cu} = 376,8 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ . Průměr dělené tyče je  $21,5 mm$  a je odvozený z průměru řezacího nástroje.

Rozsah měření přístroje zahrnuje všechny typy hornin:  $k_{smin} = 0,4 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$ ,  $k_{smax} = 8 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1}$  [29]. Tloušťky standardu byly zvoleny tak, aby pro horniny o  $K_s = 1/2(K_{smin} + K_{smax})$  a  $l_s = (l_{smin} + l_{smax})$ ,  $\Delta T_n / \Delta T_s \doteq 1$ , která je významná pro návrh poměrné elektronické jednotky.



Obr. 6.4 Distribuční teplota podél dělené tyče. (a) - vzorek s extrémně nízkou tepelnou vodivostí, (b) - vzorek s extrémně vysokou tepelnou vodivostí [29].

Pro rovnovážný stav předpokládáme, že měření není vystaveno chybám,

$$k_s = k_n \left( \frac{\Delta T_n}{\Delta T_s} \right) \left( \frac{l_s}{l_n} \right) \quad (6.6)$$

Kontaktní odpor mezi jednotlivými částmi dělené tyče má značný vliv na přesnost měření. Bereme v úvahu kontaktní odpory v sekcích  $A$ ,  $B$  a  $C$  a odpory  $R_A$ ,  $R_B$  a  $R_C$ . Kontaktní odpor  $R_A$  je nalepený kontakt termočlánku-standardu a termočlánek také zahrnuje tepelný odpor mědi. Jeho velikost je zanedbatelná a konstantní a proto může spadat do velikosti hodnoty  $k_n$ , kdy je přístroj kalibrován. Odpory  $R_B$  a  $R_C$  reprezentují kontaktní odpor vzorku-mědi a také zahrnují tepelný odpor měděné desky. Detailní zkoumání kontaktního odporu v [52] ukazuje, že velikost kontaktního odporu je uvnitř limitů, odpovídající tepelné vodivosti křemenného krystalu.

Souhrn kontaktních odporů  $R_k = R_B + R_c$ , rovnost tepelného okruhu dělené tyče [29] je

$$\rho_s l_s + R_k = k_n^{-1} l_n \Delta T_s / \Delta T_n \quad (6.7)$$

Hodnota  $\rho_s = k_s^{-1}$  reprezentuje specifický tepelný odpor vzorku a  $\rho_s l_s$  souhrnný tepelný odpor vzorku. Velikost  $\rho_s l_s + R_K$  je definitivní výsledek jednotlivých měření. Výsledek z několika měření vzorků stejné horniny, ale různých tloušťek může být pak použit pro vypočet tepelné vodivosti, například regulovaná metoda nejmenších čtverců.

Tab. VIII. Napětí a teplotní podmínky pro obojí extrémní hranice rozsahu [29]

$k_s \text{ [Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}\text{]}; l_s \text{ [cm]}$	0,4; 1,0	8,0; 0,3
Q [W]	0,515	3,10
$\Delta T_n$	3,24	19,60
$\Delta T_s$	33,90	3,08
$u_n$	0,12	0,72
$u_s$	1,25	0,11
$U_n$	3,24	19,60
$U_s$	33,90	3,08
$\Delta T_n / \Delta T_s$	0,098	6,360
$\Delta T_s / \Delta T_n$	10,200	0,157
$\frac{1}{2}(T_A + T_B) [\text{°C}]$	$T_H - 3$	$T_H - 18$

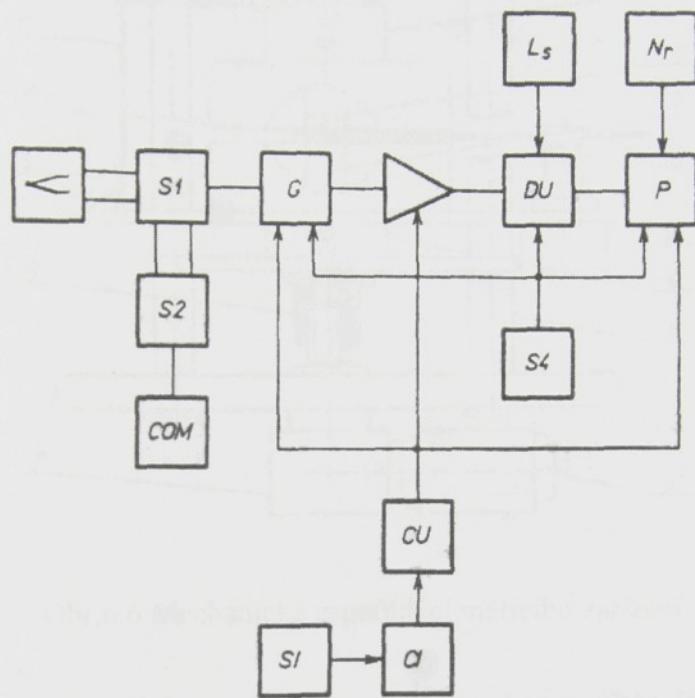
Obr.6.4., který je grafickým vyjádřením rovnice (6.6) pro dvě hranice rozsahu tepelné vodivosti, ukazuje změnu teploty podél dělené tyče. Křivka (a) odpovídá vzorku o tloušťce 10 mm,  $k_s = 0,4 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$ , a křivka (b) vzorku o tloušťce 3 mm,  $k_s = 8 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$ . Vodorovná osa představuje vzdálenost od studeného konce, svislá osa teplotní rozdíl poměru k chladnému konci. Změny teploty odpovídají hodnotám v tab.VIII.. Platí, že  $\tan \alpha_n = \Delta T_n / l_n$ ,  $\tan \alpha_s = \Delta T_s / l_s$ ,  $k_s = k_n \tan \alpha_n / \tan \alpha_s$ . Tyto matematické vztahy jsou snadno namodelovány automatickým elektronickým zařízením, které je potřebné pro metodu dělené tyče.

### 6.2.2. Princip funkce přístroje

Vzorky jsou uloženy do nádoby, která je podává v pravidelných intervalech mezi měřící svorky. Nejdřív jsou na vzorky přitisknuté obě plochy dotyku. Zároveň jsou automaticky navlhčené glycerínem za účelem snížení kontaktního odporu na minimum. Blokové schéma přístroje je na obr. 6.5; jednotlivé funkční elementy jsou uvedeny ve větším detailu na obr. 6.7 [29].

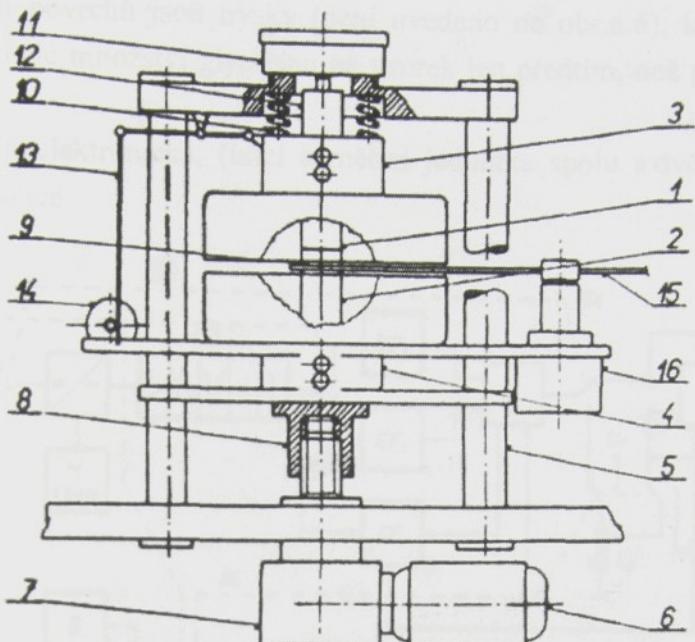
Napětí z C<sub>u</sub>-K<sub>o</sub> termočlánků je napájeno přes přepínač S<sub>1</sub> bránou G, která přepíná AB nebo BC termočlánkový pár k vstupu zesilovače. Po zesílení je signál zpracován analogovým počítačem.

Analogový počítač řeší rovnici (6.6) nebo (6.7) podle pozice přepínače  $S_4$ . Hodnoty konstant  $k_n$  a  $l_n$  jsou zahrnuté v počítači. Tloušťka vzorku je určená prostřednictvím odporu konvertoru  $L_s$ .



Obr.6.5 Blokové schéma přístroje

Výstup počítače je připojen k digitálnímu voltmetu s tiskem  $P$ . Podle pozice přepínače  $S_4$  je hodnota tepelné vodivosti  $k_s$ , podřízena buď chybě kontaktního odporu, která je tisknuta, nebo hodnotě celkového tepelného odporu  $\rho_s l_s + R_K$ . Tisk také udává tloušťku vzorku a jeho původní hodnotu  $N_r$  zároveň s výsledkem. Pomocný symbol signalizuje, zda se jedná o výsledek  $k_s$ , nebo  $R_s$ . Další symbol signalizuje, kdy naměřené množství překonalo linearitu rozsahu přístroje. Funkce přístroje je řízena řídicí jednotkou  $CU$ , řízený impulsy času  $CI$  v intervalech nastavených přepínači  $SI$ .



Obr.6.6 Mechanické uspořádání měřicího zařízení

Jestliže je jeden zesilovač užíván současně pro zesílení obou napětí a je získán  $U_{AB} = A \Delta T_{AB}$   
a  $U_{BC} = A \Delta T_{BC}$ , je to záruka přesné hodnoty jejich poměru, i když zesílení je časově proměnné.

Ruční kompenzátor napětí, který je zapnut přepínačem  $S_1$ , byl postaven pro kontrolu elektroniky.

### 6.2.3. Mechanická část

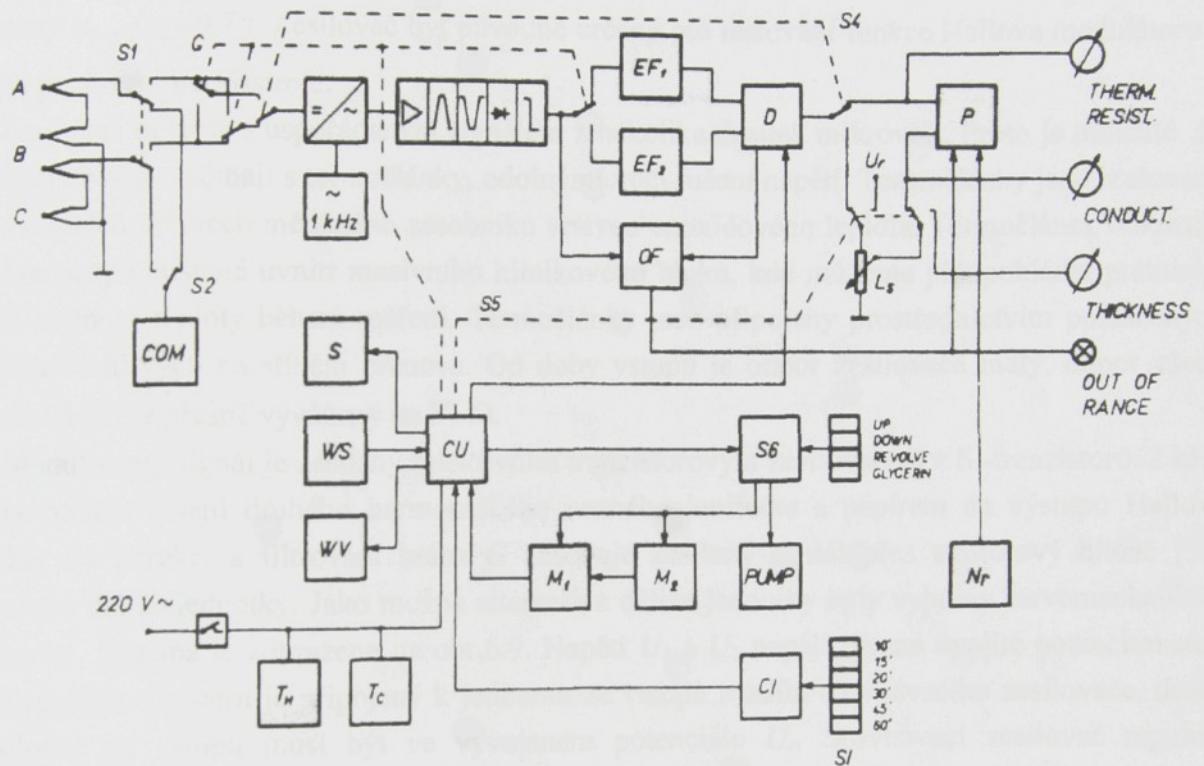
Mechanická část je schématicky zobrazena na obr.6.6 [29]. Měřící svorky 1, 2 jsou podporované dvěma tepelnými výměníky 3, 4, které jsou připojeny k vodnímu oběhu termostatů. Stabilita termostatů je 0,05 K. Spodní (chladné) části 2 a 4 jsou pohyblivé části, nasazené na vodících tyčích 5, a elektromotor 6 prostřednictvím nosné krabice 7 a šroub tlačí vzorek 9 mezi svorkami.

Výpad výkonu je symetrický u zdroje 10, zkrácení které slouží jako informace pro zastavení práce elektromotoru přes vypínač 12, poté co tlak přerušil kontrolu výstupu 11. Měřící svorky jsou izolované surovou bavlnou a chráněné hliníkovým krytem o průměru 180 mm. Páka 13 otáčí přesný kruhový potenciometr 14, který poskytuje informaci o tloušťce vzorku.

Vzorky jsou uložené v bedně kruhového tvaru 15 v držácích. Přístroj má několik nádob, které mohou mít až 20 vzorků, což značně urychlí jejich výměnu. Elektromotor 16 pomocí převodové skříně otáčí nádobou.

Blízko měření dvou povrchů jsou trysky (není uvedeno na obr.6.6), které prostřednictvím dvojice pump stříkají malé množství glycerínu na vzorek jen předtím, než přichází vzorek mezi svorky.

Kompenzátor napětí, elektronická, řídící a měřící jednotka spolu s dvěma termostaty, jsou vestavěny do kovové police.



Obr.6.7 Schéma zapojení elektrotechnické a řídící jednotky: A, B, C - termočlánky; S1-S6 - ručně ovládané přepínače; G - brána pro obrácení vstupu zesilovače; EF - emitorový hlídáč; OF - mimo-rozsah indikátoru; D - dělící jednotka; L<sub>s</sub> - potenciometr pro měření tloušťky; P - tiskárna; Nr - řadové množství vzorků; CU - řídící jednotka; CI - hodinové impulsy; SI - switch pro nastavení časového intervalu; M - hnací motory; TH, TL - termostaty; WV - vodní ventil, WS - snímač vody; S - stopky; COM - kompenzátor nízkého napětí; PUMP - dávkovací zařízení glycerinu.

#### 6.2.4. Elektronika

Cu-Ko termočlánky (teplotní součinitel  $\gamma = 37,4 \mu V.K^{-1}$ ) změří rozdíl teplot přes standard  $\Delta T_n$  a vzorek  $\Delta T_s$ . Sloupec na levé straně v tab.VIII. se týká dolního limitu rozsahu tepelného odporu, pravý sloupec horní meze. Můžeme zde vidět, jaký je rozsah napětí lineárního zesilovače

a interval ve kterém analogický dělič musí fungovat. Je také ukázán rozsah průměrných standardních teplot, který je důležitý pro určení měření chyb způsobených teplotní závislostí krystalu.

D.C. zesilovač pracuje na základě principu modulovaného zesilovače s nosným kmitočtem  $1000\text{Hz}$ [54]. Hallův generátor je užívaný pro modulátor, navržený speciálně pro D.C. zesilovače (Siemens RMY 11, vstupní a výstupní odpor je  $50 \Omega$ , impedance budícího vynutí  $4,5\Omega + 4,5j\Omega$  přenosy  $u_{2\text{eff}}/u_1 = 0,7$ ). Zesilovač byl původně určený pro testování funkce Hallova modulátoru a nebyl postaven pro přístroje.

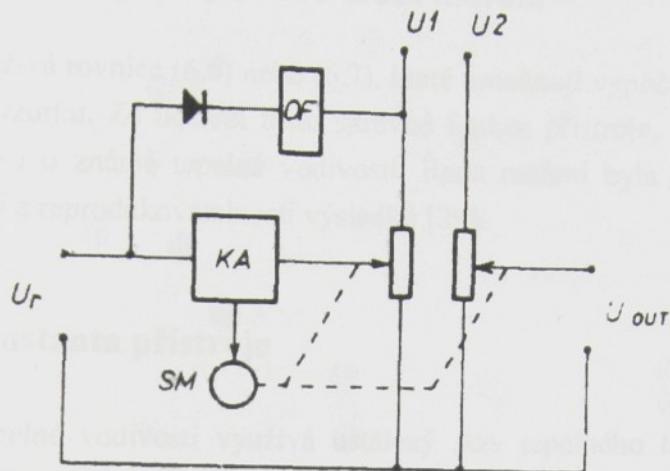
Zesilovač operuje s uspořádaným signálem z několika desítek mikrovolt. Proto je důležité že vstupní obvody začínají s termočlánky, odolnými vůči rušení napětí. Termočlánky jsou izolované ve vstupních otvorech měděného zásobníku vrstvou epoxidového lepidla. Termočlánek odkazuje na kontakty umístěné uvnitř masivního hliníkového bloku, kde můžeme předpokládat prakticky stálé hodnoty teploty během měření. Termočlánky jsou připojeny prostřednictvím pozlacených kontaktů citlivých na stínění přenosů. Od doby vstupu je odpor zesilovače malý, odpor všech termočlánků je přesně vyvážený na  $27 \Omega$ .

Modulovaný signál je zesílený selektivním tranzistorovým zesilovačem z Si-tranzistorů. 2 kHz filtry potlačí rušení druhého harmonického nosného kmitočtu s papírem na výstupu Hallova prvku. Po korekci a filtrování brána  $G$  zásobuje zesílený signál přes emitorový hlídac [55] k vstupu děliče jednotky. Jako možná alternativa děliče jednotky byly vybrány servomechanické jednotky. Schéma je zobrazeno na obr.6.9. Napětí  $U_1$  a  $U_2$  napájí přesné dvojité potenciometry. Jezdec potenciometru je připojený k jednomu ze vstupů rozdílu srovnávacího zesilovače, druhý zesilovač na vstupu musí být ve vyvolaném potenciálu  $U_r$ . Srovnávací zesilovač reguluje servomotor řídícího jezdce potenciometru.

Jestliže napětí v obou vstupech srovnávacího zesilovače je identické pak platí:

$$U_{out} = \frac{U_r U_2}{U_1}, \quad U_1 \geq U_r \quad (6.8)$$

Vzhledem k  $5 \text{ mV}$  citlivostem srovnávacího zesilovače k vyvolanému napětí  $U_r = 3 \text{ V}$ , necitlivost nastavení je lepší než  $1,7 \times 10^{-3}$ . Servomechanismus je stabilizovaný tachometrickou zpětnou vazbou.



Obr.6.8 Funkční diagram dělící jednotky.  $U_1$ ,  $U_2$  - dělené napětí;  $U_r$  - vyvolané napětí;  $KA$  - vyrovnávání zesilovače;  $SM$  - servomotor;  $OF$  - snímač pro  $U_1 < U_r$ .

Dělící jednotka také slouží jako mechanický sklad. Brána  $G$ , nejprve připojí jeden pář termočlánku k vstupu zesilovače a dále připojí jeho výkon k prvemu potenciometru děliče (napětí  $U_1$  v rovnici (6.8)). Pak je servomechanismus přizpůsobený druhému páru připojených termočlánků. Pozice jezdců zůstává nezměněná. Výkon děliče je poměr  $\Delta T_n / \Delta T_s$  nebo  $\Delta T_s / \Delta T_n$ , podle pozice  $S_4$ . Analogické napětí z děliče výstupu je připojené k digitálnímu voltmetu přímo, v případě měření celkového tepelného odporu, a přes potenciometr  $L$ , jestliže je měřena specifická tepelná vodivost.

Jestliže  $U_1 < U_r$ , dělící jednotka zastaví provoz. Tato podmínka je signalizována signálním světlem a také v tisku je označena pomocným symbolem. Signalizace je také ovládaná, jestliže výkon zesilovače napětí překračuje 35 V, tj. jestliže interval linearity je překonaný.

Funkce celého přístroje je řízena řídicí jednotkou. Tato jednotka přijímá impulsy z hodinového stroje poháněného synchronním motorem. Interval impulsu může být nastaven na rozsah mezi 5 a 30 minutami, je měřen elektrickými stopkami. Každý impuls dává příkaz k změření, vytisknutí tloušťky vzorku a tepelné vodivosti po změně vzorku.

V sousedství vodního systému jsou vlhkostní snímače  $WS$ , které dávají signál k elektromagnetickému ventilu, aby zastavil práci vodního systému a odpojil přístroj, jestliže je uzávěr potrubí porušený.

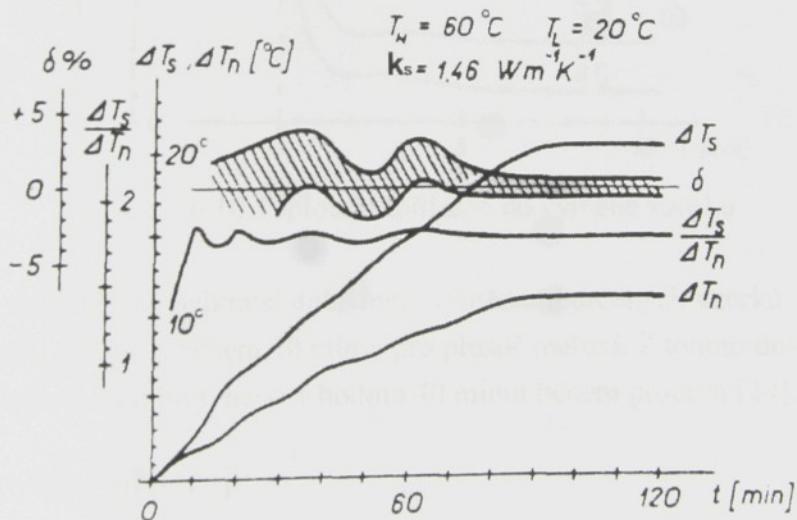
Když je vzorek vložený mezi čelisti, vypínač  $S_6$  vyřadí řídicí jednotku, pohyb měřících svorek a nádoby. Tyto jednotky mohou být ovládány čtyřmi tlačítky.

## 6.2.5. Kalibrování přístroje a výsledků testu měření

Metoda měření používá rovnice (6.6) nebo (6.7), které umožňují vypočítat výslednou tepelnou vodivost neznámého vzorku. Za účelem testu správné funkce přístroje, byl přístroj kalibrován pomocí kolekce vzorků o známé tepelné vodivosti. Řada měření byla provedena stanovením spolehlivosti, přesnosti a reprodukovatelnosti výsledků [29].

### 6.2.5.1. Časová konstanta přístroje

Metoda měření tepelné vodivosti využívá ustálený stav tepelného toku skrz dělenou tyč. Pro správnou funkci přístroje je nezbytné znát minimální dobu od zapnutí chladného přístroje až po dosažení požadovaného ustáleného stavu. Je také nezbytné znát dobu požadovanou pro stabilizaci v tepelném poli, které bylo porušené výměnou vzorků. Matematické určení je značně problematické, vzhledem ke komplikované povaze nevhodnějšího modelu tepla, s větším množstvím konstant, které jsou obtížně definovatelné. Proto časy potřebné k dosažení rovnovážného stavu byly stanoveny empiricky [29].

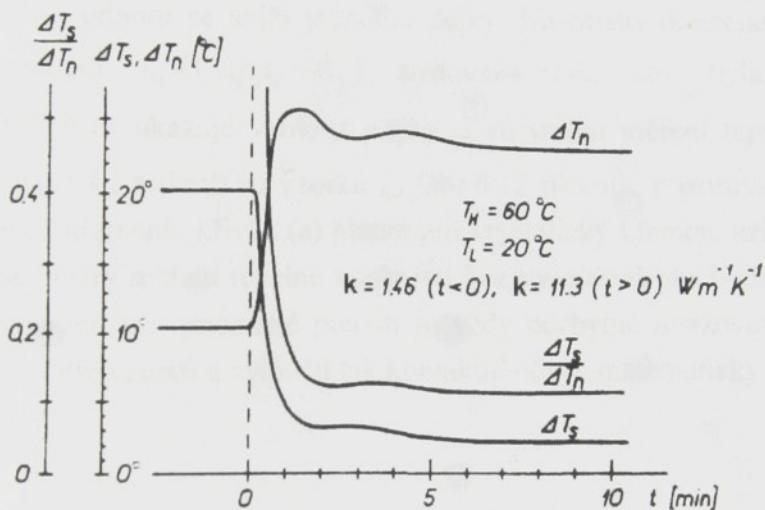


Obr. 6.9 Teplota stabilizace po zapnutí.

Do přístroje byl přednastavený vzorek o tepelné vodivosti  $k_s = 1,46 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$ . Po zapnutí byly rozdíly teplot  $\Delta T_s$  a  $\Delta T_n$  zaznamenávány po dobu 120 minut. Pozorované hodnoty byly využity pro vypočet poměru  $\Delta T_s / \Delta T_n$ . Naměřené hodnoty posledních 10 minut byly využity pro určení průměrné hodnoty poměru a pro vypočet odchýlení od průměru během celého postupu stabilizace. Teplotní vzor (obr.6.9) má mírně zvlněný charakter, který je způsoben sérií rozdílných časových konstant v tepelném vzoru. Zvlnění stejněho úseku může být také spatřeno

na poměru křivek. Časová konstanta tepelného výměníku na konci dělené tyče převládá. Ačkoli stabilizace trvá asi 100 minut (závislost na vstupu regulátoru teploty), poměr je stabilizovaný s přesností lepší než 5% po dvaceti minutách provozu. Obr. 6.9 zobrazuje chybu poměru prostřednictvím šíře pásu, který odpovídá chybě způsobené v napětí kompenzátoru.

Za účelem určit požadovaný čas pro výměnu vzorku, aby byl dosažen ustálený stav, byly vybrány přechody mezi dvěma vzorky s extrémními hodnotami tepelné vodivosti. Po vhodné stabilizaci byl automaticky vzorek změněn a zároveň byla zapsána teplota. Poté byl vypočten poměr. Podle obr. 6.10 je přístroj dostatečně stabilizovaný po 6 minutách a následuje výměna vzorku, nicméně po 1 minutě chyba poměru již neprekračuje 10%. Křivky jsou opět mírně zvlněné, tentokrát převažuje časová konstanta dělené tyče.



Obr. 6.10 Teplota stabilizace po výměně vzorku

Tyto výsledky se přibližují nejkratší době mezi výměnami určených vzorků, během 5 minut pro rychlé orientační měření a během 10 minut pro přesné měření. Z tohoto důvodu celá série vzorků zabere 3 hodiny 20 minut, nebo 1 hodinu 40 minut během procesu [29].

### 6.2.5.2. Kalibrování přístroje

Množství vložených vzorků je úměrné celkovému tepelnému odporu, včetně přechodového odporu. Jejich absolutní velikost je dána rozsahem použitého digitálního voltmetru, pro neznámý vzorek je vytištěn pouze poměr kvantity, z tohoto důvodu je kalibrování důležité.

Přístroj je kalibrován vzorkem o známé tepelné vodivosti  $k_{sn} = (\rho_{sn} l_{sn})^{-1}$ , odměřená velikost bude

$$N_{sn} = q_m \Delta T_{sn} / \Delta T_n \quad (6.9)$$

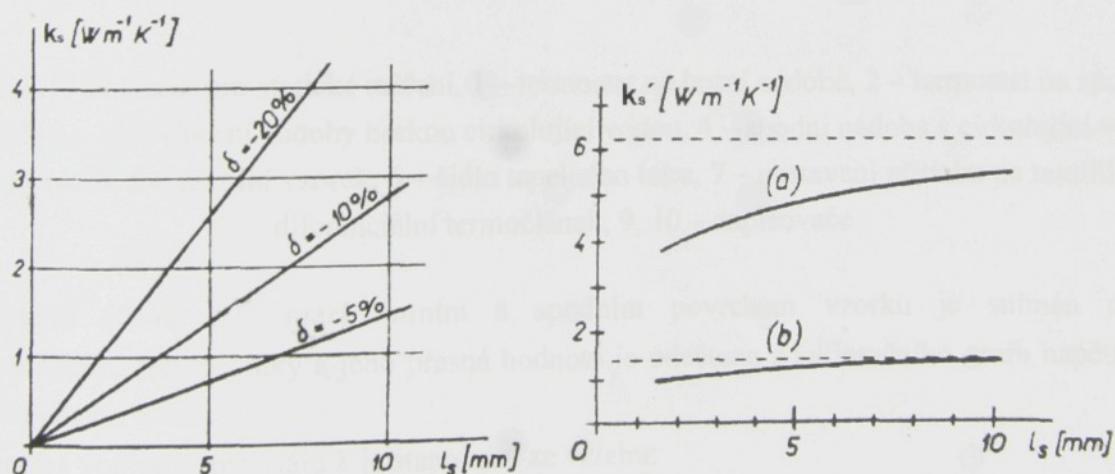
Z toho vyplývá že rovnice (6.9) dává

$$N_{sn} (\rho_s l_s + R_k) = N(\rho_{sn} l_{sn} + R_k) \quad (6.10)$$

Rovnice (6.10) neobsahuje koeficient  $q_m$ . (Je-li užíván voltmetr s 30V rozsahem,  $q_m=750$ ). [29].

### 6.2.5.3. Měrná vodivost

V tomto procesu se okamžitě tiskl koeficient tepelné vodivosti vzorku, nicméně s očekávanou chybou ke kontaktnímu odporu se sníží jednotka délky. Na místo skutečné tepelné vodivosti  $k_s = l_s / (\rho_s l_s)$ , je hodnota  $k_s' = l_s / (\rho_s l_s + R_k)$  sledována tak, aby byla relativní chyba  $\delta = R_k / (\rho_s l_s + R_k)$ . Obr.6.11 ukazuje velikost chyby  $\delta$  ve směru měření tepelné vodivosti pro danou tepelnou vodivost  $k_s$ , a tloušťku vzorku  $l_s$ . Obr.6.12 ukazuje pozorované hodnoty  $k_s'$  pro oba typy kalibrovaných křemenů, křivka (a) platná pro krystalický křmen, křivka (b) pro tavený křmen. Samozřejmě směry měření tepelné vodivosti bez vyloučení přechodového odporu mají jen informativní charakter. Pro praktické použití je vždy nezbytné uvažovat o měření tepelné vodivosti většího množství vzorků a vyloučit tak kontaktní odpor matematicky [29].

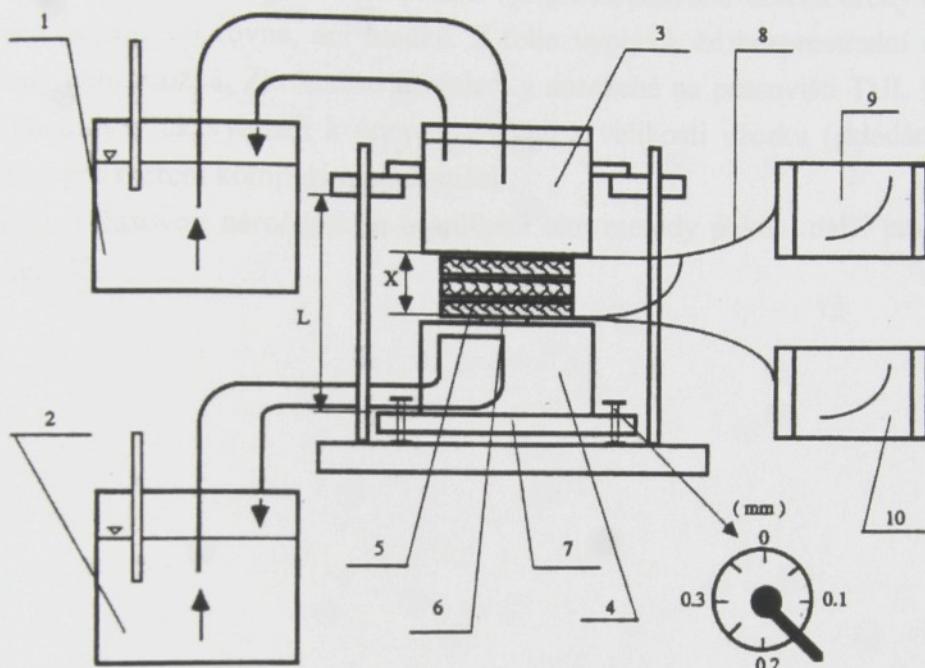


Obr.6.11 Vztahy mezi délkou vzorku  $l_s$  a chybou  $\delta$ , způsobenou kontaktním odporem a tepelnou vodivostí  $k_s$ , ihned naměřenou

Obr.6.12 Chyba tepelné vodivosti, tepelná vodivost je ihned naměřena.

### 6.3. Metoda, vyvinutá na TU v Liberci

Na katedře netkaných textilií TU v Liberci byla vyvinuta metoda pro statické a dynamické měření tepelné vodivosti materiálu [74], jehož princip je znázorněn na obr. 6.13



Obr. 6.13 Zařízení pro statické měření, 1 – termostat na horní nádobě, 2 – termostat na spodní nádobě, 3 – ohřev horní nádoby horkou cirkulující vodou, 4 – spodní nádoba s cirkulující vodou teploty okolí, 5 – textilní vzorek, 6 – čidlo tepelného toku, 7 – nastavení přítlaku na textilii, 8 – diferenciální termočlánek, 9, 10 – zapisovače

Teplotní rozdíl  $\Delta T$ , mezi horním a spodním povrchem vzorku je snímán dvěma diferenciálními termočlánky a jeho přesná hodnota je odečtena z kalibračního grafu napětí -  $\Delta T$  čidla tepelného toku.

Tepelná vodivost materiálu  $\lambda$  je stanovena ze vztahu:

$$\lambda = \frac{C L U}{\Delta T} \quad (6.11)$$

kde  $C$  [ $\text{Wm}^{-2}\mu\text{V}^{-1}$ ] je konstanta čidla tepelného toku,  $L$  [ $\text{m}$ ] je tloušťka vzorku a  $U$  je vstupní napětí senzoru.

Tato metoda byla vyvinuta pro měření tepelně-izolačních vlastností zejména objemných textilních materiálů (STRUTO), tloušťky 5 – 10 cm. Pro tento případ a v tomto experimentálním uspořádání je vliv okrajových podmínek minimalizován.

Vzorky kompozitù C/C tvoří destičky tloušťky 3 až 5 mm. Vzhledem k vysoké tepelné vodivosti vlákenné výztuže lze u nich předpokládat vodivost o několik řádu vyšší, než mají textilní vzorky Struta. Textilní výztuž kompozitů vytváří na povrchu vzorku určitý reliéf, tzn., že povrchy vzorků nejsou ani rovné, ani hladké. Z toho vyplývá, že bezprostřední aplikace výše uvedené metody není možná. Zkušenosti a výsledky dosažené na pracovišti TUL [74] a vysoká citlivost této metody však vybízejí k úpravě povrchu a velikosti vzorku (skládání destiček na sebe) i metodiky pro měření kompozitních destiček.

Pro odbornou i časovou náročnost se o aplikaci této metody pokusí další práce na katedře textilních materiálů.

## 7. Experiment a naměřené hodnoty

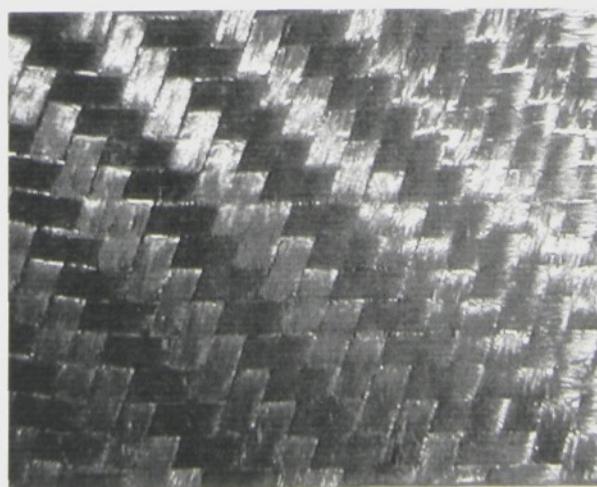
Vzorek kompozitního materiálu typu C/C vyztužený textilní výztuží, který byl použit pro stanovení efektivní tepelné vodivosti 359/I pochází z desky 359, jenž má výztuž z 8 vrstev uhlíkového kepru Carr 2/2, který se interně označuje jako TE. Jako prekurzor matrice, byla použita fenolická pryskyřice Umaform LE. Vzorek 359/I, byl karbonizován v dusíku při teplotě  $1000^{\circ}\text{C}$ , čímž se fenolická pryskyřice převedla na prakticky čistý uhlík – sklu podobnou uhlíkovou matrici. Vzorek kompozitního materiálu typu C/C už nebyl dále impregnován ani grafitizován, což znamená, že pórovitost kompozitního materiálu je dosti značná (cca. 50 %) [45, 56, 77, 78]..

Tab. IX. Vstupní parametry pro slisovanou kompozitní desku 359 (lisovací tlak  $\approx 1\text{ MPa}$ )

Parametry tkaniny Kepr Carr 2/2		
Plošná měrná hmotnost [ $\text{g.m}^{-2}$ ]		200
Objemová měrná hmotnost [ $\text{kg.m}^{-3}$ ]		540
Tloušťka dle ČSN za přítlaku [mm]		0,37
Pórovitost [%]		70
Dostava [nití/100 mm textilie]	Osnovy	45
	Útku	45
Stupeň provázání textilie		0,5
Použité vlákna	T800HB 6k	

Tab. X. Základní parametry kompozitní desky:

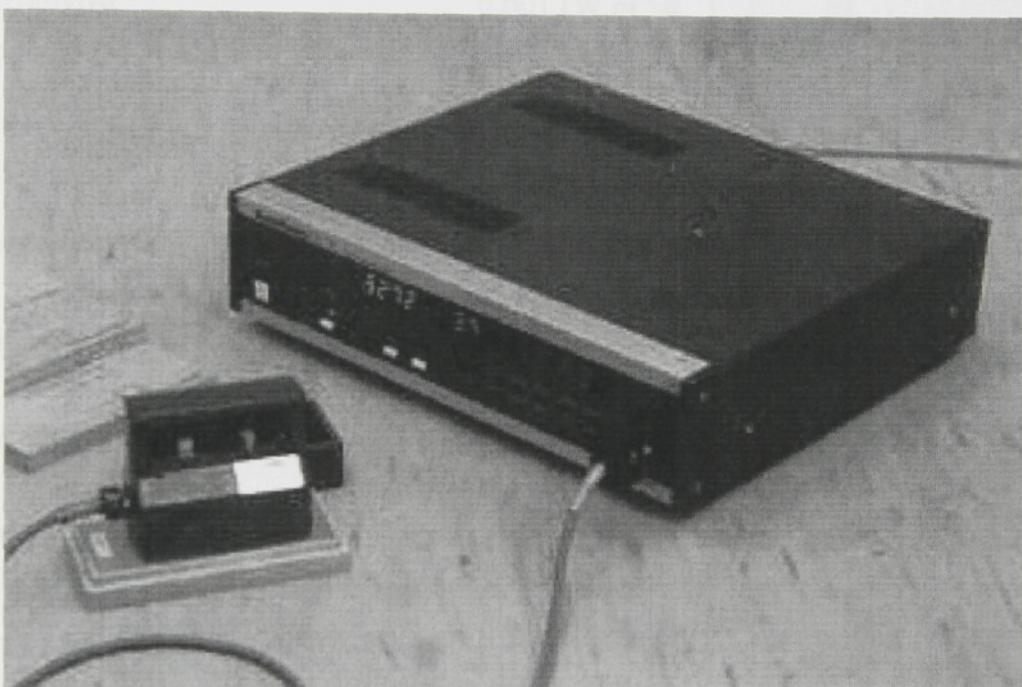
Vlastnosti	
Objemový podíl vláken [%]	65,7
Tloušťka kompozitní desky [mm]	1,34
Hmotnost textilu na jednotku objemu desky [ $\text{g.cm}^{-3}$ ]	1,19



Obr.7.1 Kompozitní deska 359/I

Efektivní tepelnou vodivost daného vzorku kompozitního materiálu typu C/C, využitěného textilní výztuží, nelze měřit všemi dostupnými měřicími zařízeními, které se používají pro stanovení tepelné vodivosti. Důvodem jsou vysoké hodnoty tepelné vodivosti kompozitních materiálů typu C/C. Nelze také použít některá měřící zařízení určená pro stanovení tepelné vodivosti a to z důvodu použití jiného typu měřeného vzorku (především jiný tvar a rozměr měřeného vzorku).

Příkladem takového měřícího zařízení pro stanovení efektivní tepelné vodivosti, kde je použit jiný tvar a rozměr vzorku je přístroj QTM-PD3 pro měření tepelné vodivosti tuhých látek. Jedná se o plně automatizovaný přístroj pro měření tepelné vodivosti viz. obr. 7.2.



Obr 7.2 Přístroj QTM-PD3

Základní parametry přístroje QTM-PD3:

Tepelná vodivost v rozsahu  $0,024 - 12 \text{ [W.m}^{-1}\text{K}^{-1}\text{]}$

Teplotní rozsah  $10 - 200 \text{ [}^{\circ}\text{C]}$

Přesnost výsledků je uvnitř 5% limitu

Efektivní tepelná vodivost daného vzorku kompozitního materiálu typu C/C se měřila na Ústavu Geofyziky AV ČR dvěma dostupnými měřicími zařízeními. Jedná sonda ISOMET slovenské výroby a jednak přístrojem, který byl vytvořen na Ústavu Geofyziky AV ČR na principu dělené tyče.

Specifikace slovenského přístroje ISOMET :

## Rozsah měřených hodnot :

Tepelná vodivost :

jehelní sonda:  $0,015 - 1 \text{ [W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}\text{]}$

povrchová sonda:  $0,015 - 3 \text{ [W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}\text{]}$

Objem tepelného kapacitního odporu:  $3 \times 10^3 - 5 \times 10^6 \text{ [J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}\text{]}$

Teplota :  $0 - 40 \text{ (-40 - 150)} ^\circ\text{C}$

## Rozlišení:

Tepelná vodivost :  $0,001 \text{ [W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}\text{]}$

Objem tepelného kapacitního odporu:  $1 \times 10^3 \text{ [J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}\text{]}$

Teplotní vodivost :  $1 \times 10^{-9} \text{ [m}^2.\text{s}^{-1}\text{]}$

Teplota:  $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$

**Provozní teplota :**  $0 - 40 \text{ }^\circ\text{C}$

**Komunikace :** sériová spojení RS 232, ECHO, 966 Bd

**Kapacita vnitřní paměti :** 600 měření

**Napájení :**

Sítí nebo NiCd bateriemi  $7 - 9 \text{ V / 300 mA}$

Kapacita akumulátoru 8 hodin

**Rozměry přístroje :**  $170 \times 95 \times 32 \text{ mm}$

**Váha přístroje :** 0,4 kg

## Software „ISOCOM“

Standardní software pro PC AT/XT:

- ISOMET řízení a vzdálené měření používající počítače,
- Podrobné zpracování z měření a dokumentace
- Záloha dat z ISOMET – disketa / pevný disk HDD

Na tomto přístroji byla naměřena efektivní tepelná vodivost, která je  $0,66 \text{ [W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}\text{]}$ . Bohužel se jedná jen o orientační hodnotu efektivní tepelné vodivosti, protože přístroj měří spolehlivě jen na destičkách silnějších než 1-2 cm, zatímco vzorek daného kompozitu má tloušťku kolem 1,34 mm.

Přístroj vytvořený na Ústavu Geofyziky AV ČR na principu dělené tyče vyžaduje k určení efektivní tepelné vodivosti měření na nejméně dvou různě silných destičkách, protože k určení vodivosti je třeba znát i konstantní tepelný odpor mezi čelistmi přístroje a vzorkem. To bohužel nebylo možné, protože byla k dispozici jen jedna destička. Byl proveden pouze dolní odhad efektivní tepelné vodivosti kompozitu, který je  $0,6 \text{ [W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{]}$ . Tato hodnota efektivní tepelné vodivosti neodporuje hodnotě zjištěné slovenským přístrojem ISOMET. K přesnému určení efektivní tepelné vodivosti (přesnějšímu než ISOMETem) bylo zapotřebí rozříznout kompozit na dva, ale ještě lépe na tři kusy, naskládat je na sebe a změřit jejich efektivní tepelnou vodivost. Tímto způsobem se dal eliminovat neznámý kontaktní odpor. Poté bylo provedeno měření na rozřezaných kouscích kompozitu na přístroji založeném na principu dělené tyče.

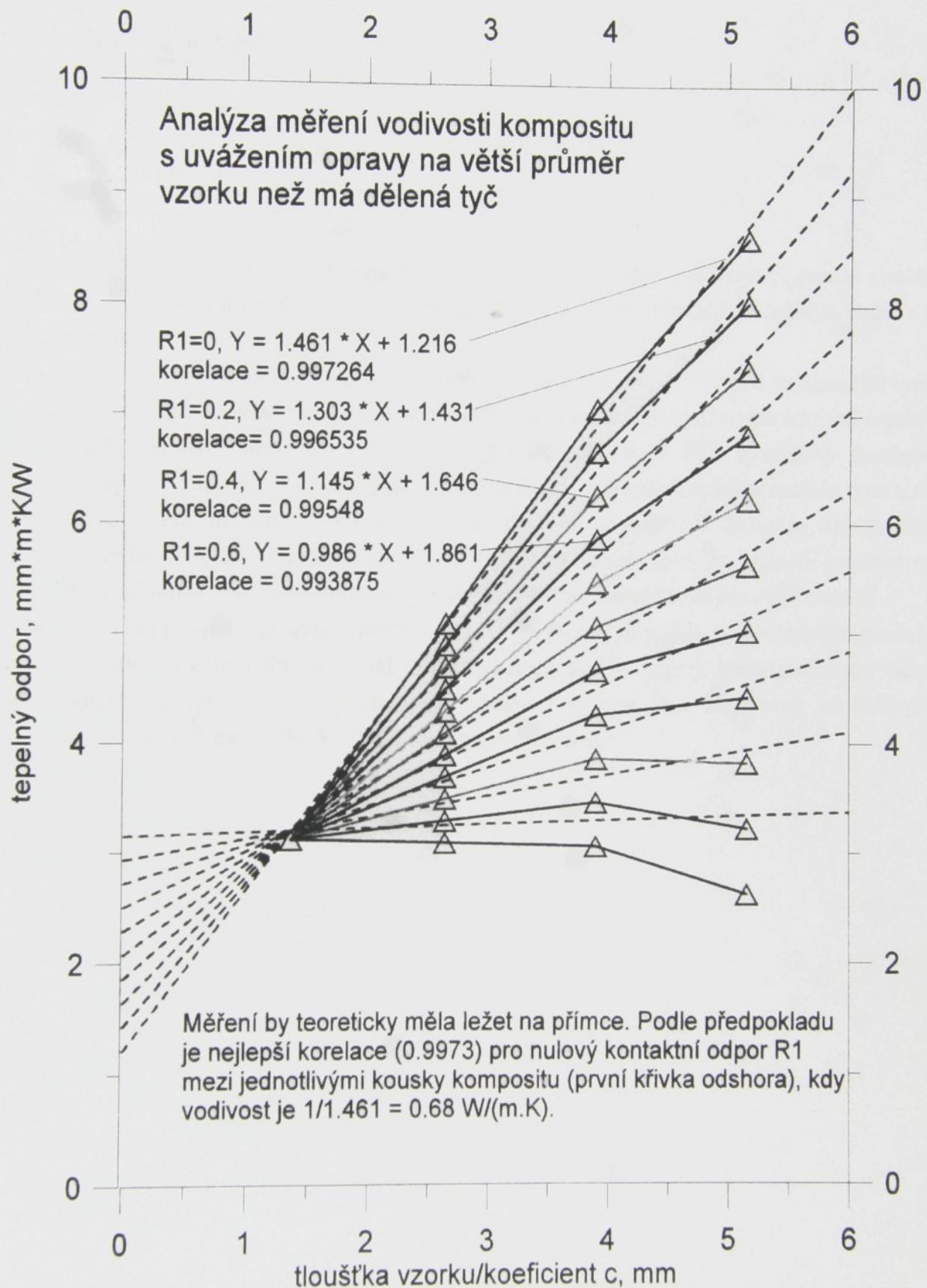
Jedná se o laboratorní metodu zjišťování efektivní tepelné vodivosti, kdy měřený vzorek materiálu je sevřen čelistmi tzv. dělené tyče, kde je mezi jejími opačnými konci je udržován konstantní rozdíl teploty. V tyči je zabudován referenční křemenný vzorek. Po několika minutách se teplotní pole v tyči ustálí a mezi konci měřeného i referenčního vzorku se ustálí spády teploty, jejichž poměr je úměrný jejich tepelnému odporu. Z této veličiny se spočítá efektivní tepelná vodivost námi měřeného vzorku. Jedná se tedy o metodu relativní a stacionární. Přístroj je popsán v části 6.2.

Zpracování výsledku měření efektivní tepelné vodivosti na čtyřech kouscích kompozitního materiálu C/C, které byly měřeny zvlášť i ve všech kombinacích dohromady dává hodnotu efektivní tepelné vodivosti  $0,68 \pm 0,03 \text{ [W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{]}$ , viz. graf. obr. 7.3.

Tab.XI. Naměřené hodnoty efektivní tepelné vodivosti

Metoda	Efektivní tepelná vodivost $[\text{W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}]$	
Přístrojem firmy ISOMET	0,66	
Přístrojem na principu dělené tyče	1 deska	0,6
	4 desky	$0,68 \pm 0,03$

Z naměřených hodnot efektivní tepelné vodivosti kompozitního materiálu typu C/C využitěného textilní tkanou výztuží v keprové vazbě lze pozorovat, že hodnoty efektivní tepelné vodivosti jsou velmi nízké v porovnání s hodnotami, které se uvádějí v literatuře pro kompozitní materiály typu C/C. Nízké hodnoty efektivní tepelné vodivosti mohou být způsobeny vysokým procentem pórositosti, delaminačními poruchami a trhlinami. Některé z poruch mohou být rovnoběžné s laminami a mohou vedení tepla podstatně snížit. V našem případě je pórositost kompozitního materiálu typu C/C, využitěného textilní tkanou výztuží v keprové vazbě značná (cca. 25-30%). Z tab. XI. lze vypozorovat, že hodnoty efektivní tepelné vodivosti naměřené přístrojem firmy ISOMET a hodnoty naměřené přístrojem na principu dělené tyče jednak jako 1 deska, nebo 4 desky se v zásadě moc neliší. Vliv neznámého kontaktního odporu je nepatrný.



Obr. 7.3 Graf z měření tepelné vodivosti.

Tab.XII. Porovnání vypočtených a naměřených hodnot efektivní tepelné vodivosti

Hodnoty efektivní tepelné vodivosti [W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ]			
Vypočtené	Naměřené		
4,93	Isomet		0,66
	Dělená tyč	1 deska	0,6
		4 desky	0,68 ± 0,03

Mezi naměřenými a vypočtenými hodnotami efektivní tepelné vodivosti je patrná značná rozdílnost (naměřená hodnota je cca 8x nižší!). Rozdílné hodnoty efektivní tepelné vodivosti jsou způsobeny:

- Výpočet hodnot efektivní tepelné vodivosti byl proveden pro kompozitní materiál typu C/C vyztužený tkaninou v plátnové vazbě, kdežto naměřené hodnoty efektivní tepelné vodivosti byly stanoveny pro kompozitní materiál typu C/C vyztužený tkaninou v keprové vazbě Carr 2/2. Měření bylo provedeno na kompozitním materiálu typu C/C vyztuženém tkaninou v keprové vazbě, protože už nebyl k dispozici kompozitní materiál typu C/C vyztužený tkaninou v plátnové vazbě, který by se mohl rozřezat na dva nebo tři kusy. Daný kompozit by se rozřezáním znehodnotil pro další použití.
- Výpočet hodnot efektivní tepelné vodivosti je proveden pomocí výpočtového modelu pro ideální kompozitní materiál, tzn. pro kompozit, kde nejsou žádné strukturní vady, kdežto naměřené hodnoty efektivní tepelné vodivosti jsou stanoveny na reálném kompozitním materiálu, který má značnou pórositost.

Obr. 8. Typická struktura kompozitu

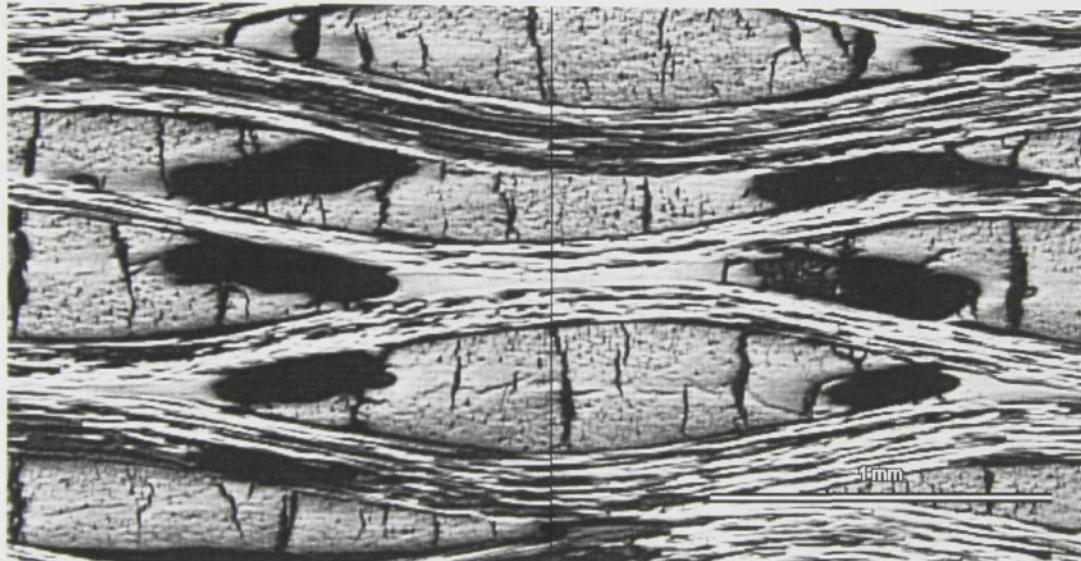
Objemovou analýzou byla na výšku kompozitního materiálu určena 20 % voda, 70 % vody a 10 % vody sestavou průstřikovou. Vzhledem k tomu, že voda je v kompozitu vysokou koncentrací, v kategorii makroporů materiál ještě může být označen za vodotěsný, když jeho vodotěsnost je výše než 2,5 cm.

Konečný výrobek kompozit voda je po výrobení vysušen až do výše 2,5 cm, což znamená, že voda v materiálu je vysokou koncentrací, v kategorii makroporů materiál je vodotěsný a má vodotěsnost 100 %.

## 8. Diskuse výsledků

Abychom mohli diskutovat shodu vypočtených a naměřených hodnot, je třeba se zamyslet nad strukturou zkoumaného kompozitu a procesem je získání.

Námi studovaný kompozit je v podstatě meziprodukt, vzniklý karbonizací. V této první etapě přípravy dochází k pyrolyze polymerního prekurzoru matrice. „Vyhorením“ všech heteroatomů dochází až k 50 % smrštění matice za vzniku otevřených i uzavřených pórů a rozsáhlých trhlin na rozhraní výztuže a matice. Typickou strukturu tohoto kompozitu ukazuje obr. 8.1 převzatý z práce [56], kde si můžeme povšimnout objemných pórů právě ve sloupcích kolmých k vrstvám výztuže, které byly po impregnaci bohaté matricí a ta při karbonizaci vyhořela.



Obr. 8.1 Typická struktura karbonizovaného kompozitu

Obrazovou analýzou byla na těchto kompozitech naměřena 17 % pórositost vlákkenných svazků [77] a 20 – 25 % pórositost matice [56], řadu pórů submikroskopické velikosti není možné touto metodou postihnout. Velikostí lze všechny mezivlákkenné pory v pramenci zařadit do kategorie makropórů neboť jejich poloměr je v intervalu 0,5 až 3,3,  $\mu\text{m}$ . Ojediněle se vyskytují hrubé pory větší než 7,5  $\mu\text{m}$ .

Konečný grafitizovaný kompozit vzniká až po několika cyklech reimpregnace a rekarbonizace, čímž dochází ke zhutnění matice, tj. k vzestupu její hustoty a poklesu otevřené pórositosti [38].

Vypočtené hodnoty tepelné vodivosti dokumentuje tab. XIII., měření bylo možné uskutečnit, vzhledem k rozměrům vzorku, pouze ve směru tloušťky kompozitu (viz. tab. XII.).

Tab. XIII. Vypočtené a naměřené hodnoty tepelné vodivosti karbonizovaného kompozitu C/C

	$\lambda$ [Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ]	
	Vypočtené	Naměřené
Tepelná vodivost ve směru osnovy a útku	$\lambda_{11} = \lambda_{22} = 28,17$	-
Tepelná vodivost ve směru tloušťky kompozitu kolmo k textilním vrstvám	$\lambda_{33} = 4,93$	0,6

Vypočtená hodnota tepelné vodivosti ve směru osnovy a útku tkaninového kompozitu velmi dobře koresponduje s experimentálními hodnotami NASA, publikovanými pro kompozit C/C ve speciální zprávě. Obr. 1.1 (viz str.6), převzatý z této zprávy zahrnuje podle teplot tepelného zpracování grafitizované kompozity. Proto nepřekvapuje, že hodnota tepelné vodivosti, vypočtená pro námi studovaný karbonizovaný meziprodukt se pohybuje při spodním okraji hodnot na obr. 1.1.

Dále je třeba zdůraznit, že ačkoliv vlastnosti daného typu vláken jsou dobře určeny, o struktuře a vlastnostech matrice v kompozitu není známo téměř nic. Uhlíková matrice totiž vzniká až v procesu přípravy kompozitu, její struktura a vlastnosti závisejí na mnoha aspektech celého procesu přípravy kompozitu.

Obecně lze říci, že matrice je tvořena skelným tzn. převážně amorfním uhlíkem. Protože její struktura je na rozhraní s vlákny, v tzv. mezifází, ovlivněna strukturou vláken, lze v této oblasti nalézt částečnou orientaci, která se však v dalším objemu matrice již nevyskytuje [38]. Z těchto důvodů má skelný uhlík, připravený izolovaně bez vláken, jiné vlastnosti než v kompozitu. Proto je u kompozitu C/C v současné době Klettem a dalšími pracovníky [70] doporučován ten postup, že ze známých vlastností vláken a změřených vlastností kompozitu je tepelná vodivost matrice dopočítána podle směšovacího pravidla. Pokud jsou takto odhadnuté parametry matrice zahrnuty do příslušného modelu, nemůže se vyskytnout problém nesouladu vypočtených a experimentálních hodnot. Podle Kletta [70] můžeme rozdíl tepelných vodivostí ve směru vláken a ve směru k ním kolmém u jednosměrně využitěho kompozitu překročit i rozsah jednoho rádu.

Tepelná vodivost námi sledovaného laboratorně připraveného karbonizovaného meziproduktu je výrazně ovlivněna vysokou pórositostí jeho struktury. Strukturní model, rozvinutý v této práci vychází z periodicity struktury tkaninového kompozitu a respektuje skutečnou geometrii pramenců výztuže, o níž dostatek kvalitních informací shromáždil S. Vopička [1, 2, 78, 79]. Výskyt pórů a trhlin ve struktuře je však stochastický a o jejich složitě prostorové struktuře v současné době není dostatek informací. Metodiku rekonstrukce jejich trojrozměrné struktury vyvíjí B. Tomková [81, 82]. Uvážením dutin jako překážek tepelného toku či oblastí s prakticky nulovým tepelným tokem (vzhledem k vysoké vodivosti toku

uhlíkových vláken), tak jak je doporučováno např. v práci [70] vyžaduje proto zcela jiný přístup a formulaci nového modelu, což se stalo tématem doktorské práce B. Tomkové [81].

Pro dokreslení vlivu vodivosti vláken a matrice na vodivost výsledného kompozitu byly ve výpočtovém modelu, vzhledem k vysoké půrovitosti, postupně snižovány hodnoty složek tenzoru vodivosti matrice a vláken v mezích, doporučovaných v práci [70], až bylo docíleno shody vypočtených a naměřených hodnot efektivní tepelné vodivosti (tab. XIV.).

Tab. XIV. Jedna podélná a dvě příčné složky tenzoru vodivosti izotropní matrice a příčně izotropních vláken pro výpočet efektivní tepelné vodivosti kompozitu.

Zadané složky tenzoru vodivosti [ $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ]		Tepelná vodivost [ $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ]	
Matrice	Vlákna	Ve směru osnovy a útku	Ve směru tloušťky
[3 3 3 ]	[150 10 10 ]	28,16	4,94
[2 2 2 ]	[130 6 6 ]	23,40	3,33
[1 1 1 ]	[120 2 2 ]	19,94	1,70
[0,5 0,5 0,5]	[100 1 1 ]	16,00	0,96
[0,2 0,2 0,2]	[80 0,8 0,8 ]	12,47	0,53

## 9. Závěr

Hlavním cílem disertační práce bylo navržení a realizace mikromechanického výpočtového modelu pro stanovení efektivní tepelné vodivosti kompozitních materiálů typu C/C využitý tkanou textilní výztuží v plátnové vazbě.

Výpočtový model vychází z Fourierova zákona vedení tepla, který platí pro makroskopicky anizotropní materiál, kde efektivní tepelná vodivost závisí na směru. Model zahrnuje vliv geometrie výztuže a rozdílných tepelných vodivostí matrice a výztuže, nezahrnuje vliv pórů, trhlin a vliv rozhraní mezi matricí a textilní výztuží. Z důvodu obtížného stanovení skutečné geometrie výztuže v kompozitu byla geometrie základní buňky výztuže approximována tzv. sinusovým modelem. Efektivní tepelné vodivosti jsou stanoveny z objemových průměrů tepelného toku a teplotního gradientu v reprezentativním objemovém elementu (RVE). Výpočtový model využívá pro stanovení vektoru tepelného toku v RVE variačních principů a metody konečných prvků (MKP).

V současné době lze model využít ke stanovení efektivní tepelné vodivosti kompozitních materiálů typu C/C využitých tkanou textilní výztuží v plátnové vazbě a ke studiu poměrného vlivu parametrů geometrie textilní výztuže na výsledné efektivní tepelné vodivosti kompozitu.

V další etapě výzkumu by měla být snaha přizpůsobit model pro výpočet efektivní tepelné vodivosti i pro jiné typy textilních výztuží, u kterých je přípustný předpoklad existence reprezentativního objemového elementu (RVE). Jsou to různé typy 2-D a 3-D tkanin a pletenin, pro které lze bud' sestrojit matematický model geometrie jejich periodicky se opakující základní buňky, nebo její parametry přímo odměřit s dostatečnou přesností na skutečných vzorcích kompozitu. Jistě jsou zde možnosti uplatnění modelu, které se v budoucnu mohou vytvořit.

Experimentální stanovení efektivní tepelné vodivosti kompozitních materiálů je z důvodů vysokých hodnot efektivní tepelné vodivosti velmi obtížné. Na Technické univerzitě v Liberci, nebyly k dispozici vhodné přístroje pro měření efektivní tepelné vodivosti. Dostupné přístroje, které byly určeny pouze pro stanovení nízkých hodnot tepelných vodivostí jsou nepoužitelné pro materiály C/C, jejichž teoretické hodnoty efektivních tepelných vodivostí, uváděné v literatuře přesahují rozsah těchto přístrojů řádově. Efektivní tepelné vodivosti daného vzorku kompozitního materiálu typu C/C se měřily dvěma dostupnými měřicími zařízeními na Ústavu Geofyziky AV ČR. Jednalo se o přístroj slovenské výroby ISOMET a přístroj na principu dělené tyče, vyrobený v Ústavu Geofyziky AV ČR. Na těchto přístrojích byly naměřeny hodnoty efektivní tepelné vodivosti ve směru tloušťky kompozitu. Hodnota efektivní tepelné vodivosti měřena přístrojem Isomet činí  $0,66 \text{ [W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{]}$  a přístrojem na principu dělené tyče  $0,68 \pm 0,03 \text{ [W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}\text{]}$ . Hodnoty efektivní tepelné vodivosti, které byly naměřeny, jsou nízké ve srovnání s údaji pro stejný typ materiálu uváděnými v literatuře, viz. např. Langley (NASA) [58]. Je to způsobeno zejména vysokou pórovitostí daného kompozitního materiálu, která činí 25-30% a případnými

delaminačními poruchami a trhlinami. V budoucnosti by bylo vhodné do výpočtového modelu pro stanovení efektivní tepelné vodivosti kompozitních materiálů typu C/C využených textilní tkanou výztuží zahrnout vliv pórovitosti, delaminačních poruch a trhlin.

- [1] Vepříká, M., Vepříká, S., Kliger, P.: Quantitative analysis of fiber volume fraction in fiber reinforced composites using inclination angle. In: *Proceedings of the Conference on Composites*, Orlando, 1990, 429-430.
- [2] Dusecká, M.: Klasifikace rezilencií pravu ve 3-D C/C kompozitních materiálech. In: *STRUCTEX 98*, Třebíč, 1998, 169-172.
- [3] Košček, M., Hojáková, H.: Identifikace a odhadem vlastností kompozitních materiálů s textilním výztužem. *Technika ŘF*, České 1996.
- [4] Vepříká, S., Košček, M., Kliger, P.: Anisotropic mechanical properties of fiber reinforced textile composites using cubic splines. *Proc. of IMAC 93*, 1993.
- [5] Kohn, M., Chenevrel, F.: Mechanical properties of plain woven carbon/carbon composites. *Composite Materials*, Vol. 10, No. 1, 1976, 180-190.
- [6] Li, Y., Guo, Y., Liang, Z.C.: Effect of microstructure on mechanical properties of carbon fiber reinforced polymer matrix composites. *Composites Processing*, Vol. 10, No. 1, 1998.
- [7] Chenevrel, F.: Mechanical properties of graphite fiber reinforced Whisker Reinforced Composites. *Composites*, Vol. 10, No. 1, 1976.
- [8] Matějková, H.: Vliv na průnikových charakteristikách kompozitních materiálů výroby pletenky kvalit. *Sborník* 99, 7L, v 1. části, 1999.
- [9] Matějková, H.: Základní vlastnosti a výroba kompozitních materiálů s textilní výztuží. *Sborník*, Sborník 8, 3. výroční konference Teorie a praxe v mechanice, Brno, 2000, 328-336.
- [10] Matějková, H.: Software pro analýzu průnikových charakteristik kompozitních materiálů výrobených pletenkou. *Sborník 8, 3. výroční konference Teorie a praxe v mechanice*, Brno, 2000, 171-174.
- [11] Hadou, Z.: Analysis of properties of fiber composites with different fiber orientations. *Int. J. Appl. Mech.*, Vol. 46, 1979, p. 543.
- [12] Washizu, K.: *Variational methods in elasticity and plasticity*. Pergamon Press, Oxford, 1975.
- [13] Zienkiewicz, O.C., Cheung, Y.K.: Finite element methods in engineering mechanics. McGraw-Hill, London, 1971.
- [14] Ieikawa, K.: *Finite element analysis of composite structures*. Wiley, New York, 1981.
- [15] Hashin, Z.: *Tensorial mechanics of isotropic fibre-reinforced materials*. J. Mech. Phys. Solids, 1961, 223.
- [16] Hashin, Z.: *Isotropic tensorial mechanics of isotropic fibre-reinforced materials*. J. Mech. Phys. Solids, 1961, 223.
- [17] Azamiya, P.T.: *Anisotropic tensorial mechanics of isotropic fibre-reinforced materials*. J. Mech. Phys. Solids, 1961, 223.
- [18] Hashin, Z.: *Tensorial mechanics of isotropic fibre-reinforced materials*. J. Mech. Phys. Solids, 1961, 223.
- [19] Fibet, J.: *Réseaux de fibres et propriétés des matériaux composites*. Hermann, Paris, 1970.

## 10. Literatura

- [1] Košek, M., Košková, B.: Analysis of yarn wavy path periodicity of textile composites using discrete Fourier transform, Proc.of ICCE/6, Orlando, 1999, 427-428.
- [2] Košková, B., Vopička, S., Glogar, P.: Quantitative description of yarn undulation in fabric reinforced composites using inclination angle distribution, ICCE/6, Orlando, 1999, 429-430.
- [3] Burešová, M.: Klasifikace rozdělení pórů ve 2-D C-C kompozitech, konference STRUTEX 98, TU v Liberci, 1998, 164-172.
- [4] Košková, M., Hejzlarová, H.: Identification of carbon textile reinforcements anisotropy , Technitex 96, Torino, 1996.
- [5] Vopička, S., Košková, B., Glogar, P.: Approximation of actual yarn shape in textile composites using cubic splines, Proc. of TEXSCI 98, Liberec, 1998, 580-3.
- [6] Kuhn, J.L., Charalambides, P.G.: Modeling of plain weave fabric composite, J. of Composite Materials, Vol.33, No.3, 1999, 188-220.
- [7] Gowayed, Y., Hwang, J.Ch.: Thermal conductivity of composite materials made from plain weaves and 3-D weaves, Composites Engineering, Vol. 5, No. 9, 1995.
- [8] Christensen, R. M.: Mechanics of composite materials, Wiley and Sons, NY, 1982
- [9] Marvalová, B.: Určení pružnostních charakteristik kompozitu využitěného tkaninou, Sborník příspěvků konf. Strutex 99, TU v Liberci, 1999.
- [10] Marvalová, B.: Užití MKP při určování efektivní tuhosti kompozitu využitěného tkaninou, Sborník 8. Mezinárodní konference Teorie strojů a mechanismů, TU v Liberci, 2000, 328-336.
- [11] Marvalová, B.: Software pro stanovení pružnostních charakteristik kompozitu využitěného tkaninou, Sborník příspěvků konf. Strutex , TU v Liberci, 2000, 161-164.
- [12] Hashin, Z.: Analysis of properties of fiber composites with anisotropic constituents, J. Appl. Mech., Vol. 46, 1979, p.543.
- [13] Washizu, K.: Variacionnye metody v uprugosti i plasticnosti, Mir, Moskva, 1987.
- [14] Zienkiewicz, O.C., Cheung, Y.K.: The finite element method in structural and continuum mechanics, McGraw-Hill, London, 1967.
- [15] Rektorys, K.: Variační metody v inženýrských problémech a v problémech matematické fyziky, SNTL, Praha, 1974.
- [16] Bareš, R.: Kompozitní materiály, SNTL, Praha 1988.
- [17] Agarwal, B. D., Broutman, L.J.: Vláknové kompozity, SNTL, Praha 1988.
- [18] Figueiredo, J. L., Bernardo, C. A. , Baker, R. T., Hüttiger, K. J.: Carbon Fibers Filaments and Composites, Kluwer Academic Publishers, 1990.
- [19] Fitzer, E.: Reinforcement for Composite Materials, Elsevier Science, Amsterdam 1988.

- [20] Marvalová, B, Palán, M. :Determination of the Efective Connductivity of Textile Reinforced Carbon-Carbon Composites, CMSE/1, Prague, 2001, str. 119-120, ISBN80-01-02378-8.
- [21] Tarina, E., Tarina, P.: Uhlíkové materiály v priemysle, Prima-print s.r.o., Topolčany, 1996.
- [22] Kořínek, Z.: Vlákna pro kompozity s polymerní matricí, Skripta ČVUT, Praha 1996.
- [23] Grégr, J., Krula, M., Palán M.: Experimentální hodnocení zpracovatelnosti uhlíkových vláken, Strutex 98, TU Liberec, 1998.
- [24] Grégr, J., Palán, M., Rousová, R.: Speciální testy pro výztužová vlákna, Transfer ' 99, Brno, (1999), str. H31 – H32.
- [25] Vlk, O.: Chemická struktura fenoplastů, Průmyslové vydavatelství, Praha, 1980.
- [26] Simamura, S., a kol.: Uglerodnyje volokna, Mir, Moskva, 1987.
- [27] Lubin, G.: Handbook of Fiberglass and Advanced Plastics Composites, Van Nostrand Reinhold, New York, 1969.
- [28] Olmsted, J., Williams G.M.: Chemistry – The Molecular Science, St. Louis, 1994.
- [29] Kresl, M., Vesely, I.: Instrument for the automatic measurement of the coefficient of heat conductivity of rocks. Trav. Inst. Geophys.Tchecosl. Acad. Sci., No. 361. Geofys. Sb. Academia, Praha, 1971, pp.317-334.
- [30] Seminář o uhlíkových materiálech, přednášky postgraduálního studia KTM, TU Liberec 1998.
- [31] Palán, M.: Zpracovatelské vlastnosti speciálních vláken, KTM TUL 1999.
- [32] Langley, M.: Carbon Fibres in Engineering, McGraw Hill, London 1973
- [33] Javitz, Z. E.: Design. 1965.
- [34] Prospekty firmy Vetrotex, 1998
- [35] Prospekty firmy Toray, 1998
- [36] Tompkins, T.L.: Ceramic Oxide Fibers: Building Blocks for new Applications: Ceramic Industry, April 1995
- [37] Chou, T. W., Ko, F. K.: Textile Structural Composites, Elsevier 1989
- [38] Savage, G.: Carbon – Carbon Composites, Chapman & Hall, London 1993
- [39] Orlt, J.: Technologie výroby vláknových kompozitů, Vláknové kompozity s polymerní matricí, Praha 1993
- [40] Palán, M.: Zpracování skleněných a uhlíkových materiálů na galonovém stávku, DP, Liberec, 1997.
- [41] Balík, K. a kol. : Technologie přípravy výrobků z vláknového kompozitního materiálu uhlík – uhlík, ÚSMH AV, Praha, 1993.
- [42] Jortner, J. : Microstructure of Cloth-Reinforced Carbon-Carbon Laminates, Carbon Vol.30, No.2, 1992.
- [43] Yurgartis, S. W., MacGibbon, B. S., Mulvaney, P.: Quantification of Microcracking in Brittle-Matrix Composites, Journal of materials Science, 27, 1992.

- [44] Vopička, S.: Diplomová práce, KTM-TM-335, TU Liberec 1998
- [45] Burešová, M.: Pórovitost kompozitů s tkanou výztuží, TU Liberec 1998.
- [46] Brdička, M.: Mechanika kontinua, Nakladatelství československé akademie věd, Praha 1959.
- [47] Rosenberg, J., Křen, J. : Mechanika kontinua, Fakulta aplikovaných věd, Zapadočeská univerzita, Plzeň 1998.
- [48] Schapery, R. A.: Thermal Expansion Coefficients of Composite Materials based of Energyprinciples, J. Compos. Mater., 2(3), 1968.
- [49] Hashin, Z.: Assessment of the Self-consistent Scheme Aproximation: Conductivy of Particulate Composites, J. Cmpos. Mater., 2(3), 1968.
- [50] Hashin, Z., Shtrikman, S. A.: Variational approach to the theory of the effective magnetic permaability of multiphase materials, J. Appl. Phys., 1962.
- [51] Kerner, E. H.: The electrical conductivity of composite materials, Proc. Phys. Soc., 1956.
- [52] Čermák, V., Krešl, M.: Thermal Conductivity of Rocks and its Measurement on The Divided-bar Apparatus, Travaux Inst. Acad. Tchécosl.. Sci. No 274, Geofyzikální sborník 1967, Praha 1968.
- [53] Rateliffe, E. H. : Thermal Conductivites of Fused and Crystalline Quartz, Brit. j. Appl. Phys., 1959.
- [54] Okenka, E.: Zesilovače malých ss. proudů s Hallovým modulátorem. Sdělovací technika, 1968.
- [55] Mihalka, P: Entwurf und Eigenschaften des Emitterfolgers, Int. Elektrotech. Rundsch., 1968.
- [56] Jalůvková, P: Obrazová analýza trhlin v tkaninových kompozitech s plátnovou vazbou, DP KTM-374, TU Liberec, 2001.
- [57] Ohlhorst, C.W.,: Thermal conductivity database of various structural carbon-carbon composite materials, NASA T.M. 4787, 1997.
- [58] Archiv Langleyova institutu NASA: <http://technoreports.larc.nasa.gov/>
- [59] Příručka MIL-HDBK-17-3E : <http://mil-17.udel.edu/>
- [60] Rolfes, R., Hammerschidt, U. :Transverse thermal conductivity of CFRP laminates: a numerical and experimental validation of approximation formulae, Composites Science and Technology 54, 1995, pp.45-54.
- [61] Allix, O., Bahlouli, N., Cluzel, Ch., Perret, L. : Modelling and identification of temperature-dependent mechanical behavior of the elementary ply in carbon/epoxy laminates, Composites Science and Technology 56, 1996, pp.883-888.
- [62] Ning ,Q., Chou, T. : Cloosed-form solutions of the in-plane effective thermal conductivities of woven-fabric composites, Science and Technology 55, 1995, pp.41-48.

- [63] Vandeurzen, Ph., Ivens, J., Vepoest, I. : A three-dimensional micromechanical analysis of Woven-fabric composites: I. Geometric analysis, Science and Technology 56, 1996, pp.1303-1315.
- [64] Kulkarni, M. R., Brady, R. P.: A model of global thermal conductivity in laminated carbon/carbon composites, Science and Technology 57, 1997, pp.277-285.
- [65] Dasgupta, A., Agarwal, R. K., Bhandarkar: Threedimensional modeling of woven-fabric composites for effective thermomechanical and thermal properties, Science and Technology 56, 1996, pp.209-223.
- [66] Fokin, A. G. : Macroscopic conductivity of random inhomogeneous media. Calculation methods, Physics - Uspekhi 39 (10), 1996, pp.1009 – 1032.
- [67] Agbossou, A., Pastor, J. : Thermal stress and thermal expansion coefficients of n-1 yered fiber-reinforced composites, Science and Technology 57 (1997), pp.249-260.
- [68] Akkerman, R., De Vries, R.S.: Thermomechanical properties of woven fabric composites, Newcastle upon tyne [UK], FRC98, 1998.
- [69] Dimitrenko, Yu.I. : A structural thermo-mechanical model of textile composite materials at high temperatures, Composites Science and Technology 59, 1999, pp. 1041-1053.
- [70] Klett, J.W, Ervin, V. J., Edie, D.D. : Finite-element modeling of heat transfer in carbon/carbon composites, Composites Science and Technology 59, 1999, pp. 593-607.
- [71] Ervin, V., Klett, J., Mundt, Ch. : Estimation of the thermal conductivity of composites, Journal of Materials Science 34 , 1999, pp. 3545-3553.
- [72] Šejnoha, M. : Nonlinear analysis of woven composites with reinforcement imperfections, 15th ASCE Engineering Mechanics Conference, June02, Columbia Universit, New York, 2002.
- [73] Šejnoha, M., Zeman, J., Šejnoha, J. : Evaluation of effective thermoelastic properties of random fibrous composites, Praha, 2002.
- [74] Jirsak, O., Ozipek, B., Gok, T., Pan, N. : Comparing Dynamic and Static Methods for Measuring Thermal Conductive Properties of Textiles, Textile Res. J. 68 (1), 1998, pp. 47-56.
- [75] Teo, K.M., Lafdi, K. : Thermal diffusivity mapping of carbon using photo-thermal technique, Center for Advacend Friction Studies, Southern Illinois University Carbondale, IL 62901, USA, 1998.
- [76] Gallego, N.C., Eddie, D.D., Nysten, B., Issi, J.P., Treleaven, J.W. : The thermal conductivity of ribbon-shaped carbon fibres, Carbon 38, 2000, pp. 1003-1010.
- [77] Bubeníková, D. : Obrazová analýza struktury příčných řezů multifilních vlákenných svazků v tkané výzvuži kompozitů. Diplomová práce KTM-370, TU Liberec, 2000.
- [78] Košková, B., Vopička, S. : Determination of yarn waviness parameters for c/c woven composites. Proc. Of International Conference Carbon 01, Lexington (KY, USA), 2001, pp. 1-6.

- [79] Vopička, S. : Popis geometrie vyztužujícího systému v tkaninových kompozitech. Pracovní verze doktorské práce, TUL, 2002.
- [80] Tomková, B., Tomek, P. : 3D rekonstrukce osnovních a útkových vlákenných svazlů ve struktuře tkaninových kompozitů. Sb. Konference STRUTEX 01, TU Liberec, 2001, s. 129-132.
- [81] Tomková, B.: 3D – reconstruction of voids in woven composite structure. Prac. Of ICCE/9, San Diago, California, USA, 2002 pp. 785-786.

Anotace disertační práce:

**TEPELNÉ VLASTNOSTI KOMPOZITŮ C/C  
VYZTUŽENÝCH TEXTILNÍ TKANOU VÝZTUŽÍ**

ANOTACE

Cílem této práce bylo vytvořit model kompozitních materiálů typu uhlík-uhlík vyztužených tkanicou, který by sloužil k výpočtu efektivní tepelné vodivosti. Model zahrnuje vliv geometrie výztuže a rozdílných tepelných vodivostí matrice a výztuže, nezahrnuje vliv pórů, trhlin a vliv rozhraní mezi matricí a výztuží. Efektivní tepelné vodivosti jsou stanoveny z objemových průměrů tepelného toku a teplotního gradientu v reprezentativním objemovém elementu (RVE), který se skládá ze základní buňky textilní výztuže a odpovídajícího objemu matrice. RVE je rozdělen do souboru malých geometricky identických pravoúhlých kvádrů s různými teplotními vlastnostmi. Vektor tepelného toku v RVE je vypočten prostřednictvím variačního principu a metody konečných prvků. Model je určen pro kompozitní materiály typu uhlík-uhlík vyztužený tkanicou, ale může být docela dobře použitelný i pro další textilní výztuže.

**EFFECTIVE THERMAL PROPERTIES OF TEXTILE REINFORCED C/C COMPOSITES**

SUMMARY

3-D model is developed for the determination of effective thermal conductivity of textile reinforced composites. Model takes into account the effects of the complex geometry of reinforcement and of different thermal properties of each composite component. The effects of porosity, cracks and fiber-matrix interface are not included. The effective thermal conductivity of composite material is determined from the volume average of the heat flux and the thermal gradients in the representative volumetric element (RVE). RVE consists of reinforcement plain weave unit-cell and of corresponding volume of matrix. RVE is partitioned into a set of small geometrically identical rectangular blocks of different thermal properties. The vector of heat flux in the RVE is calculated by means of variation principle and by the finite element method. The model is intended for Carbon-Carbon plain-weave fabric composites but it can be easily extended to other textile reinforced composites.