TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní

GEOPOLYMERNÍ KOMPOZITNÍ SYSTÉMY A JEJICH ODOLNOST K DYNAMICKÉMU NAMÁHÁNÍ

Diplomová práce

Studijní program: N2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 – Strojírenská technologie

Autor práce: **Bc. Pavel Láník**
Vedoucí práce: doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.

Liberec 2014

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu Studijní rok: 2013/2014

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení:	**Bc. Pavel Láník**
Studijní program:	**N2301 Strojírenství**
Obor:	**2303T002 Materiály a technologie**
Zaměření:	**Materiálové inženýrství**

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

Geopolymerní kompozitní systémy a jejich odolnost k dynamickému namáhání

Zásady pro vypracování:

(hlavní cíle diplomové práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznamte se s vlastnostmi geopolymerních materiálů a geopolymerních kompozitních systémů a možnostmi jejich využití.
2. Seznamte se s problematikou dynamického namáhání materiálů, respektive dynamického namáhání kompozitních systémů.
3. Navrhněte experiment pro ověření dynamických vlastností geopolymerních kompozitních systémů s vláknovou výztuží.
4. Připravte vzorky geopolymerních kompozitních systémů a proveďte experimenty.
5. Výsledky experimentů diskutujte a zformulujte závěry.

Forma zpracování diplomové práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 40 - 50 stran

- přílohy

Seznam literatury (uveďte doporučenou odbornou literaturu):

[1] DAVIDOVITS, J. 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer 2002 Conference, October 28-29 2002, Melbourne, Australia

[2] DAVIDOVITS, J. DAVIDOVITS, M. Conposite Materials with Geopolymer Matrix. Geopolymer ´88, Vol. 2, pp. 325-337.

[3] DAVIDOVITS, J. Geopolymer of Chemistry and Properties. Geopolymer ´88, Vol. 1, pp. 25-48

[4] DAVIDOVITS, J. Geopolymer of geopolymeric systems, terminology. Géopolymére´99 Proceedings, pp. 9-40

[5]Prud'homme, E. Defining existence domains in geopolymers through their physicochemical properties. Applied Clay Science. Elsevier 2013

[6]Provis, J. L., Stephanus, J. Deventer, J. Structure, Processing, Properties and Industrial Applications. Woodhead Publ. Limited, 2009

[7]Menard, K. P. Dynamic mechanical analysis. A practical introduction. CRC Press, 1999

[8] Bareš, R. Kompozitní materiály. SNTL, Praha, 1988.

Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.

Konzultant diplomové práce: Ing. Vladimír Kovačič
Ing. Totka Bakalová, Ph.D.

L. S.

prof. Ing. Petr LOUDA, CSc.
vedoucí katedry

doc. Ing. Miroslav MALÝ, CSc.
děkan

V Liberci dne 18. 10. 2013

Platnost zadání diplomové práce je 15 měsíců od výše uvedeného data (v uvedené lhůtě je třeba podat přihlášku ke SZZ).

Termíny odevzdání diplomové práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**

Studijní obor: **2303T002 Strojírenská technologie**

Zaměření: **Materiálové inženýrství**

GEOPOLYMERNÍ KOMPOZITNÍ SYSTÉMY A JEJICH ODOLNOST K DYNAMICKÉMU NAMÁHÁNÍ

GEOPOLYMER COMPOSITE SYSTEMS AND THEIR RESISTANCE TO THE DYNAMIC STRESS

Bc. Pavel Láník

Vedoucí práce: doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.

Konzultant: Ing. Vladimír Kovačič
Ing. Totka Bakalová, Ph.D.

Rozsah práce:

počet stran textu:	94
počet obrázků:	90
počet tabulek:	19
počet grafů:	5
počet příloh:	4
počet rovnic:	2

Datum: 21.5.2014

ANOTACE

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ: KATEDRA MATERIÁLU

Studijní program:	N2301 Strojní inženýrství
Obor:	2303T002 Strojírenská technologie
Zaměření:	Materiálové inženýrství
Student:	Bc. Pavel Láník
Vedoucí práce:	doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.
Konzultant:	Ing. Vladimír Kovačič, Ing. Totka Bakalová, Ph.D.

Téma: G**eopolymerní kompozitní systémy a jejich odolnost k dynamickému namáhání.**
Geopolymer composite systems and their resistance to the dynamic stress.

ANOTACE:

Cílem práce bylo zjistit vliv dynamického namáhání na připravené geopolymerní kompozitní systémy. Na základě komplexního rozboru všech dosažených výsledků lze říci, že dynamické namáhání aplikované na připravené vzorky geopolymerních kompozitních systémů vyztužených vybranými druhy vláken (skelných, čedičových, uhlíkových) i v různých strukturních uspořádáních (punčoška, podélná vlákna) zprostředkované vibracemi o kmitočtu 50 Hz aplikovanými po dobu 24 hodin mají vliv pouze na jisté typy vzorků v závislosti na chemickém složení vláken, adhezi vláken k matrici, rozložení vláken a kvalitě přípravy vzorků.

ABSTRACT:

The aim of the work was to determine the influence of dynamic loading on the prepared geopolymer composite systems. Based on a comprehensive analysis of the results obtained, we can say that the dynamic stress applied to the samples prepared geopolymer composite systems reinforced with selected types of fibers (glass, basalt, carbon) and in different structural configurations (stocking, longitudinal fibers). Mediated vibration frequency of 50 Hz applied for 24 hours only affect some types of samples. Depending on the chemical composition of the fibers, adhesion of the fibers to the matrix, fibers distribution and quality of the samples preparation.

KLÍČOVÁ SLOVA

Geopolymer
Dynamické namáhání
Geopolymerní kompozit
Skelná vlákna
Čedičová vlákna
Uhlíková vlákna

KEY WORDS

Geopolymer
Dynamic stress
Geopolymer composite
Glass fibers
Basalt fibers
Carbon fibers

Poděkování:

Srdečně děkuji doc. Ing. Doře Kroisové, Ph.D. za veškerou její ochotu, podporu a pomoc při tvorbě této práce. Mé poděkování patří také Ing. Vladimíru Kovačičovi a Ing. Totce Bakalové, Ph.D. za cenné pokyny a čas, který mi věnovali při práci v laboratořích. Dále chci poděkovat Ing. Marcele Kolínové, Ph.D. a Ing. Pavlu Kejzlarovi a Milanu Vyvlečkovi.

Přehled použitých symbolů a zkratek

H_2O	*ang. Water*	Voda
Al_2O_3	*ang. Aluminium trioxide*	Oxid hlinitý (korund)
KOH	*ang. Potassium hydroxide*	Hydroxid draselnatý
NaOH	*ang. Sodium hydroxide*	Hydroxid sodný
SiO_2	*ang. Silicon dioxide*	Oxid křemičitý
Fe_2O_3	*ang. Iron trioxide*	Oxid železitý
CaO	*ang. Calcium oxide*	Oxid vápenatý
MgO	*ang. Magnesium oxide*	Oxid hořečnatý
Na_2O	*ang. Sodium oxide*	Oxid sodný
TiO_2	*ang. Titanium dioxide*	Oxid titaničitý
K_2O	*ang. Potassium oxide*	Oxid draselný
B_2O_3	*ang. Boron trioxide*	Oxid boritý
F	*ang. Fluorine*	Fluór
PS	*ang. Polysialate*	Polysialát
PSS	*ang. Poly (sialate-siloxo)*	Poly (siloxo-sialát)
SEM (REM)	*ang. Scanning electron microscopy*	Rastrovací elektronová mikroskopie
EDX	*ang. Energy-dispersive X-ray spectroscopy*	Energicko-disperzní X-ray spektroskopie
T [°C]	*ang. Celsius temperature*	Teplota Celsia
ρ [g/cm^3]	*ang. Density*	Hustota
m [g]	*ang. Weight*	Hmotnost
b [mm]	*ang. Width*	Šířka (vzorku)
h [mm]	*ang. Depth*	Výška (vzorku)
l [mm]	*ang. Lenght*	Délka (vzorku)
A_{max} [mm]	*ang. Maximum sag*	Průhyb maximální (vzorku)
$\sigma_o(\sigma_{max})$ [MPa]	*ang. Stress bend (maximum)*	Napětí v ohybu (maximální = mez pevnosti v ohybu)
F [N]	*ang. Loading force bending*	Zatěžující síla v ohybu
L [mm]	*ang. Span*	Vzdálenost podpěr
W_o [mm^3]	*ang. Section modulus in bending*	Modul průřezu v ohybu
E [MPa]	*ang. Modulus of elasticity*	Modul pružnosti v ohybu
CT	*ang. Computer tomography*	Počítačová tomografie
PAN	*ang. Polyacrylonitrile*	Polyakrylonitril

OBSAH

1. Úvod 10
2. Geopolymer 11
2.1. Vytvrzování geopolymeru, geopolymerace 12
2.2. Struktura geopolymeru 14
2.3. Kompozity s geopolymerní matricí 17
2.4. Vyztužující vlákna 19
2.4.1. Uhlíková vlákna 20
2.4.2. Skelná vlákna 22
2.4.3. Čedičová vlákna 26
2.5. Aplikace geopolymeru v průmyslu 27
3. Experimentální část 31
3.1. Volba složení vzorků 31
3.2. Druhy použitých forem a jejich užití 33
3.3. Technologie výroby vzorků 33
3.3.1. Postup přípravy geopolymerní matrice (BAUCIS L160) 33
3.3.2. Postup přípravy geopolymerního kompozitu z rovingu 34
3.3.3. Postup přípravy geopolymerního kompozitu z punčošky 36
3.3.4. Geopolymerní kompozit s neodmaštěnými vlákny 37
3.3.5. Vzorky z čistého geopolymeru 38
3.3.6. Vytvrzování geopolymerního kompozitu 38
3.3.7. Úprava vzorků z geopolymerního kompozitu 39
3.4. Druhy a použití vyrobených vzorků 40
3.5. Vyhodnocení vzorků pomocí počítačové tomografie (CT) 41
3.6. Dynamické namáhání vzorků - vibrace 43
3.7. Pozorování povrchu a adheze vláken vyrobených vzorků 44
3.8. Ohybová zkouška geopolymerního kompozitu 45
3.9. Defekty vzniklé ve vzorcích při výrobě 48
3.10. Výsledky měření 49
3.10.1. Výsledky z pozorování povrchů 49
3.10.2. Výsledky SEM mikroskopie - adheze vláken, průřez, lom 57
3.10.3. Výsledky z ohybové zkoušky 66
3.10.4. Výsledky z počítačové tomografie (CT) 72
4. Diskuse a shrnutí výsledků 75
5. Závěr 83
6. Seznam obrázků, tabulek, grafů a rovnic 84
7. Použitá literatura 89
8. Přílohy 90
1. Příloha: Fotografie jednotlivých sad vzorků 90
2. Příloha: Ověření poměru Si:Al čistého geopolymeru L160 93
3. Příloha: Grafy jednotlivých vzorků z ohybové zkoušky 94
4. Příloha: Snímky povrchu a adheze vláken jednotlivých vzorků 94

1. Úvod

Geopolymery jsou relativně nové materiály, které nejsou v mnoha směrech dosud dostatečně prozkoumány. Jejich rozsáhlý výzkum nastal po roce 1970, kdy bylo po velkých požárech ve Francii potřeba nalézt materiál, který bude svou pevností, hustotou a cenou odpovídat plastům a zároveň bude nehořlavý a tepelně odolný [1, 2].

Joseph Davidovits v roce 1978 přichází po důkladném zkoumání syntézy fenolických plastů a také zeolitů s nápadem použít tyto minerály k výrobě nové skupiny minerálních pojiv a tzv. geopolymerů. Výsledkem jeho zkoumání byly amorfní nebo částečně krystalické třídimenzionální struktury hlinitokřemičitanu, nazvané "geopolymery". Podobný materiál byl od roku 1950 vyvíjen, ale i v Sovětském svazu pod názvem "gruntocementy" [2, 3].

Pro výrobu geopolymerů (geopolymerních materiálů) jsou charakteristické vytvrzovací (síťovací) procesy probíhající při normálních laboratorních teplotách nebo při mírně zvýšených teplotách ne však vyšších než 150°C, při normálním atmosférickém tlaku a za přítomnosti alkálií. Procesy síťování v případě geopolymerních materiálů jsou připodobňovány k polykondenzaci, která je popsána u organických polymerů [1, 2].

Tyto nové materiály jsou užívány buď jako čisté nebo jako matrice kompozitních systémů a nacházejí využití v mnoha oblastech průmyslu. Čistý materiál se využívá k zapouzdřování radioaktivního materiálu nebo jedovatých chemikálií. Přidává se jako pojivo do speciálních betonů nebo matrice kompozitů k výrobě forem a nástrojů ve zpracovatelském průmyslu hliníku. Mnoho dalších aplikací by se dalo najít v automobilovém, leteckém a kosmickém průmyslu a ve stavebnictví atd. [1, 2].

S dnešním vývojem naší civilizace, je stále více důležitý vliv technologií na životní prostředí. Ekologická příznivost materiálů je dána vztahem mezi technologií jejich zpracování, chemickou interakcí s prostředím a jejich využití [1, 2].

Procesy výroby a použití dnes užívaných materiálů jako je cement a plasty přispívají ke znečištění životního prostředí. Nové anorganické polymery - geopolymery umožňují nahrazení stávajících materiálů, což umožňuje snížení emisí CO_2 do atmosféry, vyplývající jak z průmyslových procesů výroby cementu, tak z požárů plastů. Také možnost nahrazení těžených materiálů, vytváří příležitost pro snížení znečištění zdrojů pitné vody. [1].

Kladnými vlastnostmi geopolymerů jsou nízká cena, snadná zpracovatelnost a nízká teplota při vytvrzování, zdravotní nezávadnost, vysoká teplotní odolnost, možnost využití jako matric kompozitních systémů pro krátká sekaná vlákna i pro vlákna kontinuální. Naopak zápornými vlastnosti, které jsou dané jejich podobností s keramickými materiály, je značná křehkost a častý vznik mikroskopických trhlin při vlastním procesu vytvrzování.

Tab. 1. Základní obecné vlastnosti geopolymerů [1].

Hustota [kg/m^3]	1500
Modul pružnosti [GPa]	14
Mez pevnosti v ohybu [MPa]	130
Teplotní odolnost [°C]	1000
Cena [Kč/kg]	20

Geopolymery, stejně jako každý nový materiál je nutné podrobit rozsáhlému spektru experimentů, aby se zjistilo, pro jakou oblast využití je optimální. **Tématem této práce je sledování geopolymerních kompozitů a jejich odolnost vůči dynamickému namáhání.** Téma práce v době jejího zadání vyšlo z faktu, že dosud všechny práce týkající se studia problematiky geopolymerních systémů byly zaměřeny na hodnocení statických mechanických vlastností a na otázku tepelné odolnosti a stability. Problematika studia geopolymerních kompozitních systémů namáhaných dynamicky byla dosud opomíjena, ale požadavek jejich využití za takových podmínek je vysoce aktuální a vychází přímo z průmyslové sféry.

2. Geopolymer

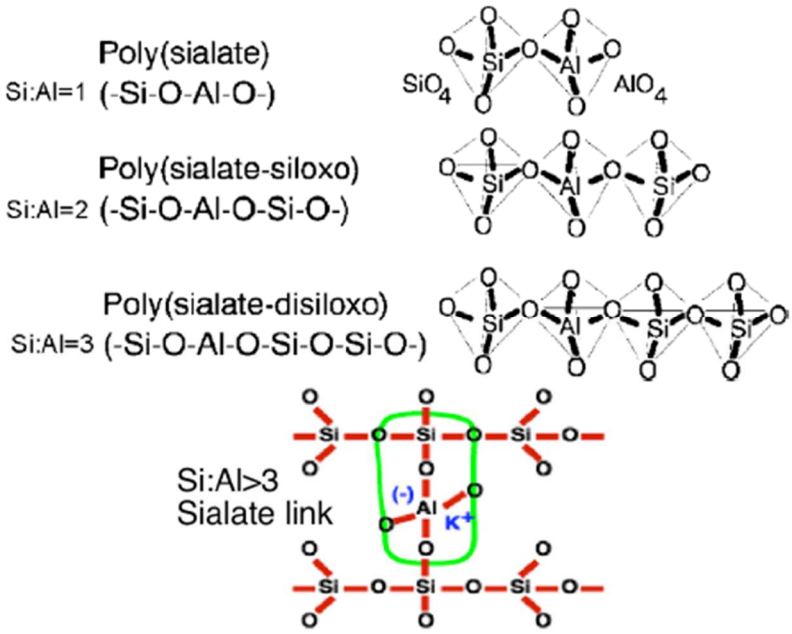
Tento název "geopolymer" byl navržen tvůrci polymeru, který je založený na hlinitokřemičitanech jako polysialát (ang. polysialate). Sialáty se skládají z tetraedrů SiO_4 a AlO_4 se střídavě spojenými atomy kyslíku, dohromady tvoří tzv. síť. Síť musí obsahovat ionty s kladnými náboji, jako jsou Na^+, K^+, Li^+, Ca^{2+}, Ba^{2+}, NH^{4+}, H_3O^+, aby vyrovnávaly náboj iontů hliníku Al^{3+} v tetraedrické koordinaci [1, 2].

<u>Polysialáty mají empirický vzorec:</u>

$$M_n(-(SiO_2)_z - AlO_2)_n \cdot wH_2O$$

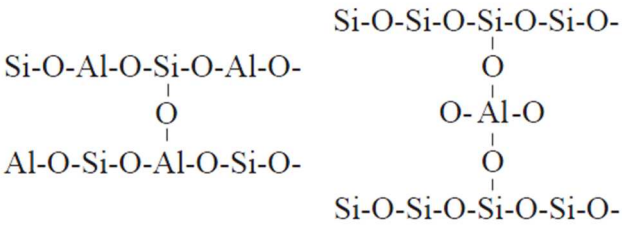
kde "z" je přirozené číslo (1, 2, 3, atd.), "M" stanoví jednomocný kation, draslík nebo sodík, "n" představuje stupeň polymerizace [1, 2].

Rozlišujeme základní druhy polysialátů:



Obr. 1. Příklady polysialátů a schéma molekulární struktury [6,7].

Polysialáty jsou řetězcovými polymery, ve kterých jsou atomy hliníku Al^{3+} a křemíku Si^{4+} v tetraedrickém uspořádání s atomy kyslíku. Jejich struktura se mění z amorfní do částečně krystalické. Mohou také vytvářet vazby v polymerním řetězci, to se označuje jako síťující prvek. Zesíťování může proběhnout tehdy, když je poměr atomů křemíku a hliníku v síti geopolymeru větší než 2 [1, 4].



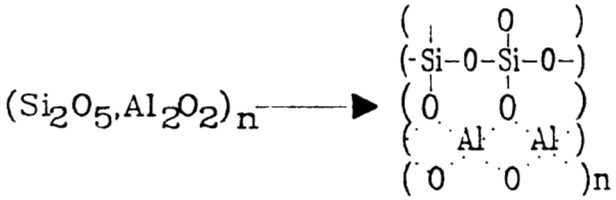
Obr. 2. Zesíťované řetězce geopolymeru [4].

2.1. Vytvrzování geopolymeru, geopolymerace

Geopolymerní materiály podléhají analogickému procesu jakým je proces polykondenzace známý v případě polymerních materiálů. Vytvrzování trvá několik hodin při teplotě 30°C, několik minut při teplotě 85°C a několik vteřin při použití mikrovln. Jedná se o materiály vyrobené za podobných podmínek jako plasty, ale s vlastnostmi podobnými keramickým materiálům [1, 2].

Jeden z hlavních mechanismů vzniku geopolymerů, je chemická reakce oxidů hlinitokřemičitanů (obsahující ionty hliníku v tetraedrické koordinaci Al^{3+}) s alkálií a alkalickými polykřemičitany. Způsobují to vazby v síti typu Si-O-Al.

Ke zdůraznění tetraedrického uspořádání iontů hliníku se užívá zápis $(Si_2O_5, Al_2O_2)n$ u těchto specifických oxidů hlinitokřemičitanů, které jsou prekurzorem k procesu polymerace příslušných geopolymerů [1, 2].



Obr. 3. Zobrazení molekulární struktury hlinitokřemičitanů užívaných jako prekurzor v procesu geopolymerizace [1].

Výroba prekurzoru $(Si_2O_5, Al_2O_2)n$ se provádí:

(a) vápněním hlinitokřemičitanových hydroxidů $(Si_2O_5,Al_2(OH)_4)$

$2(Si_2O_5,Al_2(OH)_4) \rightarrow 2(Si_2O_5,Al_2O_2)n + 4H_2O$

(b) kondenzací par SiO a Al_2O:

$4SiO(plyn) + 2Al_2O(plyn) + 4O_2 \rightarrow (Si_2O_5,Al_2O_2)n$

Současně při reakci vzniká:

$2SiO + O_2 \rightarrow 2SiO_2$ (zkondenzované páry silikátu)

$Al_2O + O_2 \rightarrow Al_2O_3$ (korund) [1, 2].

Geopolymerace je proces exotermní a probíhá podle určitého vzoru. Ten lze považovat za výsledek polykondenzací hypotetických monomerů orthosialátových nebo ortho(siloxo-sialátových). Dnes se užívá nejvíce sodný polysialát ((Na)-PS), draselnatý polysialát ((K)-PS), sodnodraselnatý poly(siloxo-sialát) ((Na, K)-PSS) a také draselnatý poly(siloxo-sialát) ((K)-PSS) [1, 2].

$$(Si_2O_5, Al_2O_2)_n + 3nH_2O \xrightarrow{NaOH/KOH} n(OH)_3Si - O - \overset{(-)}{Al}(OH)_3 \qquad \textit{(orthosialát)}$$

$$n(OH)_3Si - O - \overset{(-)}{Al}(OH)_3 \xrightarrow{NaOH/KOH} \left(-\underset{\underset{O}{|}}{\overset{|}{Si}} - O - \underset{\underset{O}{|}}{\overset{\overset{(-)}{|}}{Al}} - O - \right)_n + 3nH_2O \qquad \textit{(polysialát – PS)}$$

Rov. 1. Chemické reakce probíhající během vzniku polysialátů [1, 2].

$$\left(Si_2O_5, Al_2O_2\right)_n + nSiO_2 + 4nH_2O \xrightarrow{NaOH\,/\,KOH} n(OH)_3Si-O-\underset{\underset{(OH)_2}{|}}{\overset{(-)}{Al}}-O-Si(OH)_3$$

$$n(OH)_3Si-O-\underset{\underset{(OH)_2}{|}}{\overset{(-)}{Al}}-O-Si(OH)_3 \xrightarrow{NaOH\,/\,KOH} \left(-\underset{\underset{O}{|}}{\overset{|}{Si}}-O \quad -\underset{\underset{O}{|}}{\overset{(-)\,|}{Al}}-O-\underset{\underset{O}{|}}{\overset{|}{Si}}-O \right)_n + 4nH_2O$$

ortho(siloxo – sialát) *poly(siloxo – sialát) (PSS)*

Rov. 2. Chemické reakce probíhající během vzniku poly(siloxo-sialátů) [1, 2].

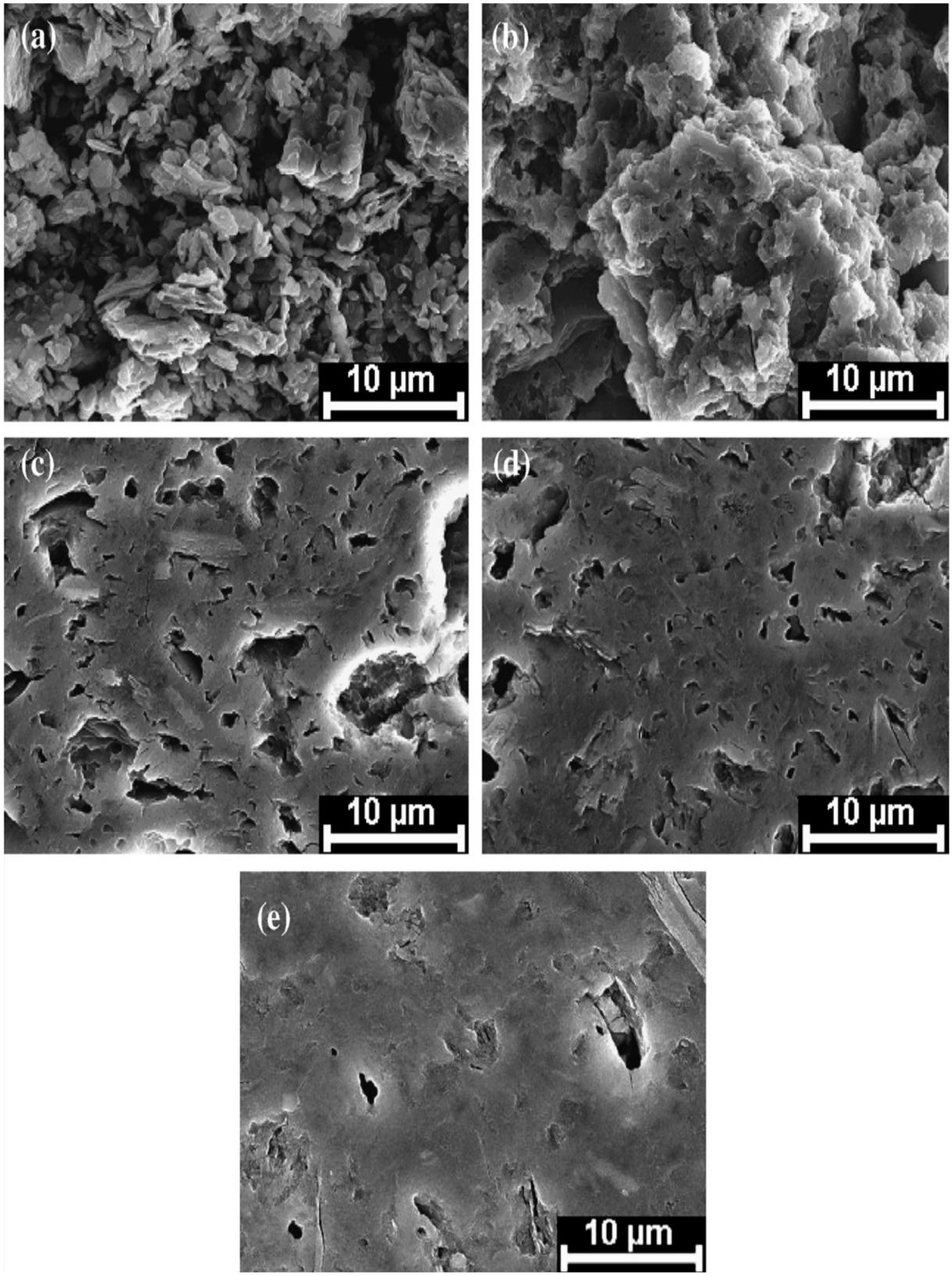
2.2. Struktura geopolymeru

Fyzikálně-chemická struktura geopolymeru je velmi variabilní v závislosti na poměru hlavních sloučenin, původu surovin a podmínek syntézy. Výzkum je v této oblasti zatím v počáteční fázi [1].

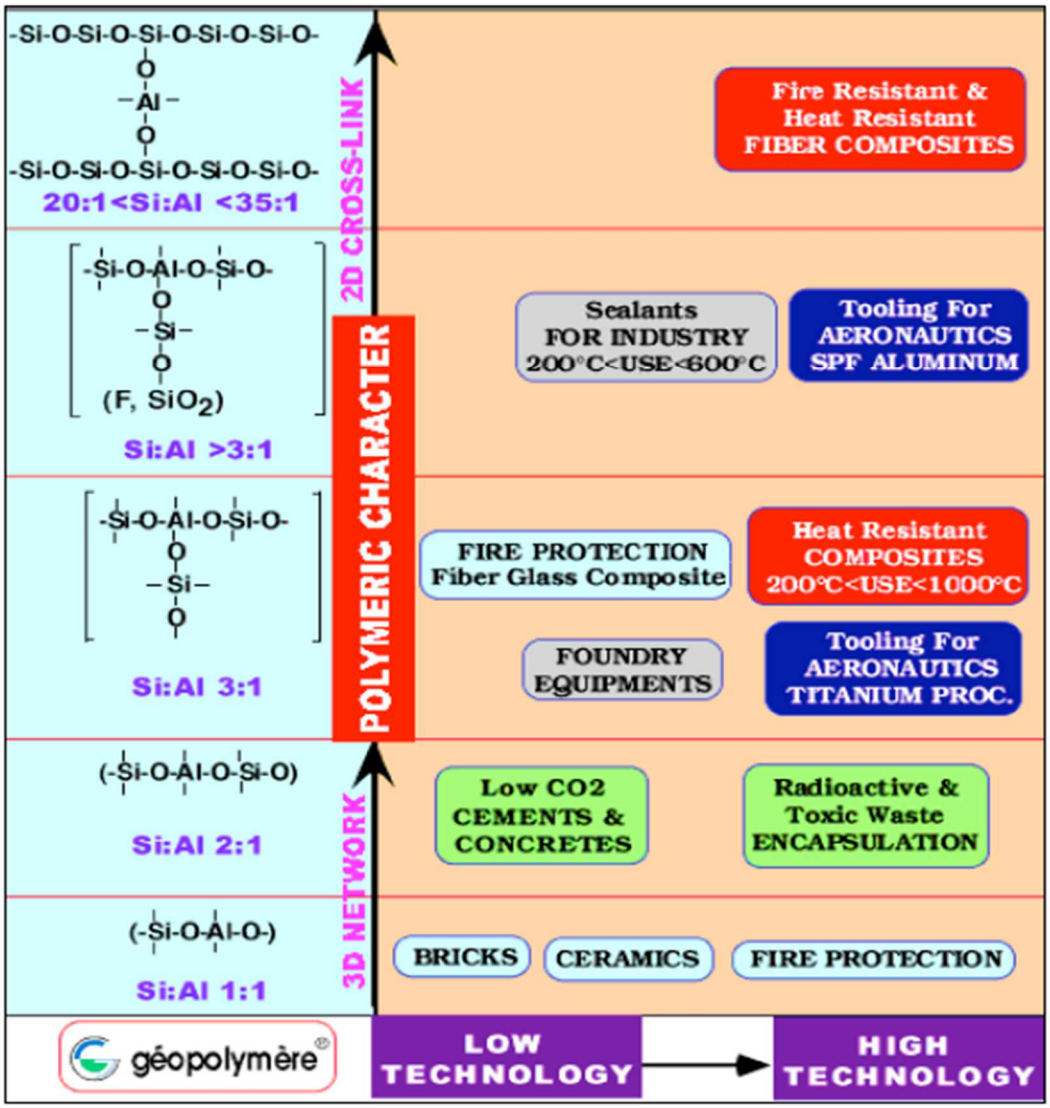
Chemické složení je závislé na poměru atomů Si:Al v geopolymerním řetězci, obsahu a typu alkalického aktivátoru, vody a dalších přídavků používaných při výrobě geopolymerních materiálů, má silný vliv na vlastnosti tohoto materiálu. Tyto faktory ovlivňují smrštění geopolymeru při syntéze, pórovitost, fyzikální a chemickou strukturu a také vlastnosti s nimi související, jako jsou vlastnosti tepelné, mechanické nebo tepelně-mechanické [2, 11, 12].

Při nízkých poměrech mezi atomem křemíku a hliníku (Si:Al < 1,4) je struktura geopolymerních materiálů nehomogenní a pórovitá. S vyšším poměrem Si:Al se zvětšuje homogenita materiálu a snižuje se pórovitost což má kladný vliv na mechanické vlastnosti [2, 20, 21].

Využitelné alkalické aktivátory jsou hydroxidy, alkalické soli (uhličitany) a vodní sklo. Druh alkalického aktivátoru je také důležitý. Aktivátor na bázi draslíku má větší citlivost struktury k poměru atomů Si:Al. Za použití směsi aktivátoru sodíku a draslíku nebo čistého aktivátoru sodíku se struktura mění méně s klesajícím poměrem Si:Al, což má za následek větší homogenitu a nižší pórovitost materiálu [2, 20, 21].



Obr. 4. Lomové plochy geopolymerních materiálů s rozdílným poměrem Si:Al pořízené rastrovacím mikroskopem (a) 1,15; (b) 1,40; (c) 1,65 ;(d) 1,90 a (e) 2,15 [11] REM.



Obr. 5. Použití geopolymerů s rozdílným poměrem Si:Al [6].

Anorganické polymerní materiály (geopolymery) mohou být syntetizovány z různých hlinitokřemičitanů – např. přírodně se vyskytujícího metakaolinu (výroba pomocí tepelné úpravy kaolinu při 650 až 900 °C – kalcinace, tvoří homogennější strukturu, méně pórovitá, užívá se nejčastěji) nebo produktu průmyslové činnosti jakým je např. popílek (je heterogenní, vlastnosti silně závisí na druhu uhlí a podmínkách spalování) nebo struska. Každá surovina má vlastní charakteristické minerální a fyzikální složení. V závislosti na použití dané suroviny se budou lišit vlastnosti konečného produktu [2].

Dané užití prekurzoru určuje chemické složení, ale i tvar a fázové složení částic. Má vliv na chemický a fyzikální průběh syntézy materiálu. Výsledkem je, že vyráběný materiál muže mít podobné chemické složení, ale velmi odlišnou strukturu [2].

Do geopolymerní matrice jsou jako výztuž přidávány různé druhy částic nebo vláken. V případě této diplomové práce se jedná o vlákna: uhlíková, čedičová a skelná.

2.3. Kompozity s geopolymerní matricí

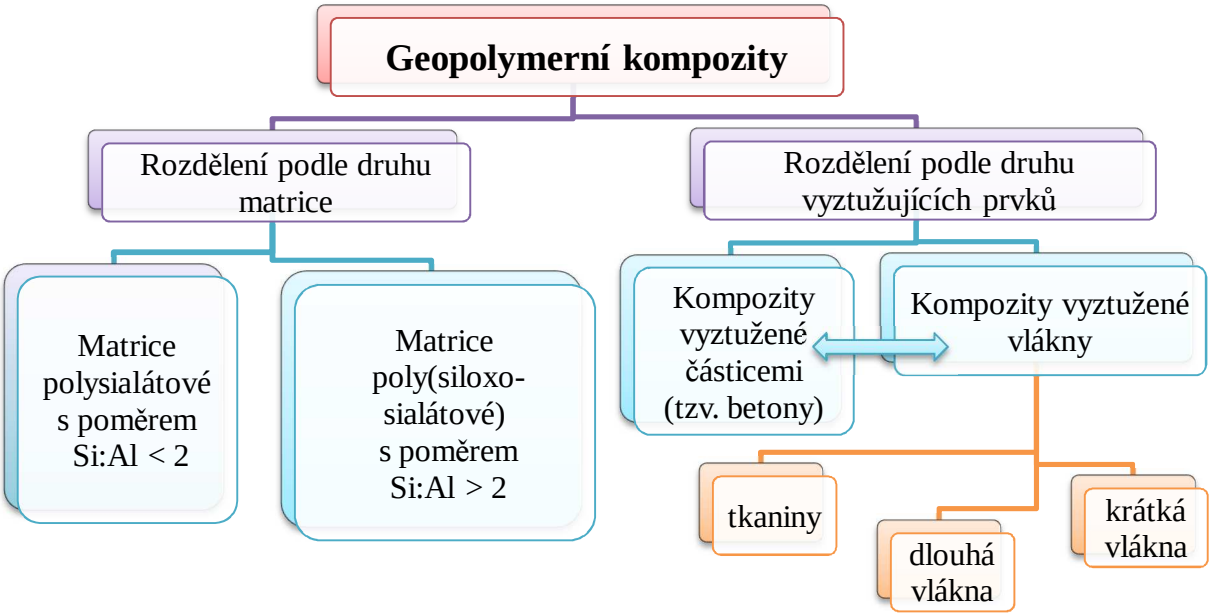
Volně v přírodě se vyskytující křemičitany (např. kaolin) podléhají transformaci při nízkých teplotách ve velmi krátké době do prostorové třídimenzionální struktury tzv. tekto-křemičitanů. Tepelné podmínky vytvrzování těchto materiálů jsou skoro shodné s podmínkami polykondenzace organických pryskyřic. Zároveň se řadí do oblasti tzv. geochemie. Tyto materiály se nazývají "geopolymery", tedy minerální polymery vzniklé procesem, který se nazývá geochemie nebo geosyntéza [2, 4].

Geosyntéza je založena na schopnosti hliníkových iontů (v koordinaci tetra nebo oktaedrické) způsobit krystalografické a chemické změny v síti křemičitanu, které umožňují jejich polymeraci [4].

V poslední době získaly geopolymerní materiály velkou popularitu díky relativně malé hustotě, ceně, nízké teplotě výroby a ekologickým vlastnostem. Tyto vlastnosti se nemění ani za zvýšených teplot [2].

Geopolymery lze použít jako matrice kompozitních materiálů spolu s vhodně vybranými vyztužujícími prvky. Tím dochází ke zvýšení jejich mechanických vlastností, často o několik desítek procent, aniž by došlo ke změně jejich vlastností při vyšších teplotách. Díky nízké hustotě a poměrně snadné výrobě je jejich použití možné v mnoha moderních inženýrských aplikacích. Jednotlivé složky nemění svou identitu (tzv. vzájemně se úplně nerozpouštějí ani neslučují), ale na své okolí působí v součinnosti [2, 5].

Geopolymerní kompozity lze rozdělit podle geopolymerní matrice nebo typu vyztužujících prvků – viz obr. 4 [2].



Obr. 6. Schéma přehledu geopolymerních kompozitů dle [2].

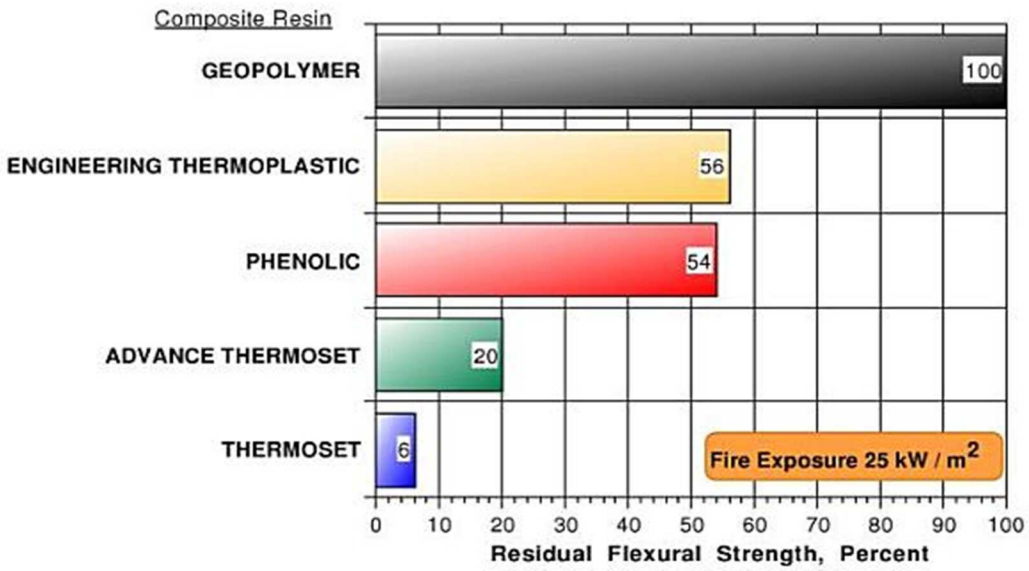
Rozdíl mezi geopolymerními matricemi je dán poměrem Si:Al. Materiály mají odlišné vlastnosti, které jsou současně dány různorodostí použitých matric [2, 6].

Nejčastěji používaná vlákna do geopolymeru jsou následující [2] :

- Uhlíková vlákna
- Skelná vlákna (E – sklo)
- Vlákna SiC
- Čedičová vlákna
- Kevlarová vlákna

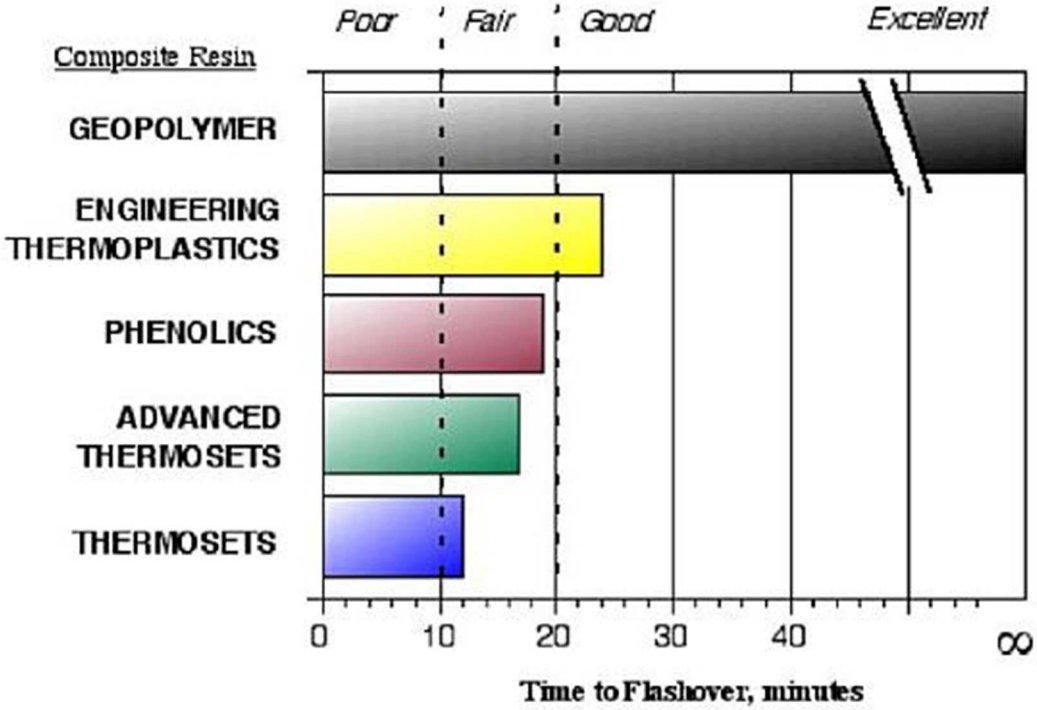
Tab. 2. Srovnání mechanických vlastností vybraných kompozitů [10].

Materiál	**Hustota [kg/m^3]**	**Youngův modul [GPa]**	**Specifický modul pružnosti [MPa*m^3/kg]**	**Pevnost v ohybu [MPa]**	**Specifická pevnost v ohybu [MPa*m^3/kg]**	**Maximální využitelná teplota [^{o}C]**
Ocel	~7800	200	25,4	400	0,053	500
Beton zpevněný vláknem	2300	30	13,0	14	0,006	400
Dural	2700	70	25,9	275	0,102	300
Kompozit reaktoplast/ uhlíková vlákna	1550	49	31,6	290	0,187	200
Kompozit reaktoplast/ skelná vlákna typu E	1900	21	11,0	150	0,074	200
Kompozit uhlíková vlákna/ geopolymer	**1850**	**76**	**41,0**	**245**	**0,132**	**>800**



Obr. 7. Procentní zbytková pevnost v ohybu, po expozici zdroje tepla o síle 25 kW/m2 [2,10].

S růstem teploty geoplymerní kompozit ztrácí část svých vlastností. Tyto poklesy však nejsou velké a tudíž můžeme říct, že se jedná o unikátní materiál, jelikož si zachovává svoje mechanické vlastnosti i za poměrně vysokých teplot.



Obr. 8. Čas od zapálení do rozhoření ohně podle ISO 9705 [2, 10].

Je to také materiál nespalitelný – pokud je vystaven oxidačnímu prostředí za vysokých teplot, neexistuje žádná chemická reakce uvolňující nebezpečné plyny [2,10].

V závěru je uvedeno shrnutí hlavních vlastností geopolymerních kompozitů [2, 10]:

- mají dobré mechanické vlastnosti i při vyšších teplotách
- jsou tepelně stabilní
- nepodléhají samozapálení
- jsou nehořlavé
- neuvolňují toxické plyny a dým
- jsou netoxické
- jsou poměrně dobrou tepelnou ochranou
- mají nízkou hustotou (~ 1,8 ÷ 2,5 kg/dm3)

2.4. Vyztužující vlákna

Na tvorbu geopolymerního kompozitu byla použita uhlíková, skelná a čedičová vlákna. Vlákna byla užita z rovingu a také v podobě tkané punčošky s úhlem vláken (svazků) 45°.

2.4.1. Uhlíková vlákna

Uhlíková vlákna jsou materiálem převážně z uhlíku s podílem grafitové fáze. Atomy uhlíku jsou uspořádány ve dvoudimenzionálních hexagonalních vrstvách ve vzdálenosti o délce 10 až 12 nm, uspořádaných ve svazcích o tloušťce 10 nm a tvořících mikrofibrily o délce větší než 20 nm, mezi kterými jsou podélné plynové bubliny o tloušťce asi 15 nm a délce větší než 30 nm. Uhlíková vlákna mají tvar válcový nebo tvar válcové trubice [2].

Uhlíková vlákna se dnes vyrábějí převážně z vláken polyakrylonitrilových - PAN (nejčastěji), vláken novoloidu a ze sulfonovaného polyethylenu [14].

Obr. 9. Uhlíková vlákna HTS z rovingu.

Obr. 10. Uhlíkové vlákno HT ve formě tkané punčošky s úhlem vláken 45°.

<u>Postup výroby uhlíkového vlákna z PAN:</u> [13, 14]

1. Stabilizace probíhá 1 až 2 hodiny při teplotách 200 až 300 °C, za působení tahového napětí a v oxidačním prostředí (vzduch) je PAN vlákno stabilizováno. Dojde k cyklizaci vazeb v řetězci makromolekuly PAN (vytvoření paralelních žebříkovitých makromolekul) a k vzájemnému zesítění makromolekul kyslíkovými můstky. Vlákno při této etapě ztmavne a stane se netavitelným.

2. Karbonizace se provádí 30 až 60 vteřin při teplotách od 1000 do 1800 °C v inertním prostředí (velice čistý dusík) ve vláknu proběhne karbonizace (odstraní se vodík a sníží se obsah dusíku a kyslíku, 80 až 95 % hmoty tvoří uhlík). Vlákno dosáhne maximální pevnosti v tahu.
3. Grafitizace probíhá 15 až 20 vteřin při teplotách od 2000 do 3000 °C v prostředí dusíku a argonu. Ještě více se zvětší obsah uhlíku a umožní se vznik dokonalejších mikrokrystalů. Vyvinutější mikrokrystaly vedou k zvětšení tuhosti vlákna.
4. Následují povrchové úpravy vláken – např. leptání kyselinou dusičnou

Základní vlastnosti uhlíkových vláken jsou následující: [2, 5, 13, 14]

- mají asi desetinásobnou tuhost a poloviční hustotu než skelná vlákna
- prodloužení při přetržení je menší než u skelných vláken
- pevnost v tahu s teplotou do 1000 ^{o}C neklesá
- pevnost v tahu se nachází v rozmezí od 1,2 do 6 GPa (záleží na formě vláken)
- hustota je v rozmezí 1,7 až 2 g/cm^3
- modul pružnosti v tahu je v intervalu od 200 do 650 GPa
- obsahují 90 až 95 % čistého uhlíku (obsah různého obsahu grafitu)
- vykazuji vynikající tepelné vlastnosti, pokud jsou chráněna před oxidací
- jsou stabilní do 1000 ^{o}C, při ochraně před oxidací do 2000 ^{o}C
- mají minimální teplotní roztažnost, někdy je i záporná (ve směru osy vláken)
- do 1000 ^{o}C jsou chemicky inertní
- na rozdíl od skelných vláken odolávají únavě, ale mají malou odolnost vůči ostrým ohybům
- uhlíková vlákna jsou elektricky vodivá
- nejlevnější stojí dvojnásobek proti vláknům skelným, nejkvalitnější až stonásobek
- jsou velmi silně anizotropní – ve směru osy a kolmo na osu je poměr vlastností až 100
- uhlík ve styku s méně ušlechtilým kovem vytváří galvanický článek, dochází k elektrochemické korozi, při níž koroduje kov

Hlavní druhy uhlíkových vláken jsou následující: [13, 14]

- karbonizovaná vlákna, která mají střední modul pružnosti a dobrou pevnost v tahu, lze považovat za standardní uhlíková vlákna (HS – “High Strength”, AS – “Average Strength”, HT nebo HTA “HighTenacity ” vše znamená pevnost v tahu, HTS jsou vlákna o stejném modulu pružnosti jako HS a HT, ale se zvýšenou pevností

- vysokomodulová grafitizovaná vlákna (HM – “High Modulus”)
- vlákna velmi pevná, se středním modulem pružnosti (IM – “Intermediate Modulus”)
- vlákna s velkým modulem pružnosti (VHM − “Very High Modulus”, UHM− “Ultra High Modulus”)
- oxidovaná uhlíková vlákna Pyron
- dutá uhlíková vlákna
- diskontinuální vlákna porušená tahem (SBCF, “Stretch-Broken Carbon Fiber”)
- mletá uhlíková vlákna
- recyklovaná uhlíková vlákna

2.4.2. Skelná vlákna

Skelná vlákna se používají především jako vyztužující prvky v kompozitních materiálech na bázi organických pryskyřic a plastů [2].

Skelná vlákna mají silikátový základ (SiO_2). Vyrábějí se tažením taveniny směsi oxidů Si (s příměsí oxidů Al, Ca, Mg, Pb a B) a většinou s malým podílem oxidů alkalických kovů Na a K. Potřebného průměru vláken se dosáhne dloužením proudu skla tekoucího platino-rhodiovými tryskami (průměr trysky je 1 mm) ve dnu zvlákňovací hlavy. Konečný průměr vlákna je dán rozdílem mezi rychlostí vytékání skloviny a rychlostí odtahování vlákna. Jednotlivá vlákna se po povrchové úpravě sdružují do pramene a navíjejí se na cívku. Sdružením pramenů vzniká roving (kabílek) a z něho se dá udělat tkanina (plátnová, keprová a atlasová) [14].

Úprava povrchu skelných vláken je nutná pro další manipulaci. S nechráněnými vlákny dochází při jejich vzájemném kontaktu k abrazi a následnému snížení pevnosti.
Proto se každé jednotlivé vlákno ihned po vytažení z trysky ve dnu zvlákňovací hlavy, po vydloužení a ochlazení na teplotu okolí pokrývá ochranným povlakem (tzv. “sizing”), jehož tloušťka odpovídá hmotnostnímu podílu 0,3 až 1,5 % [14].

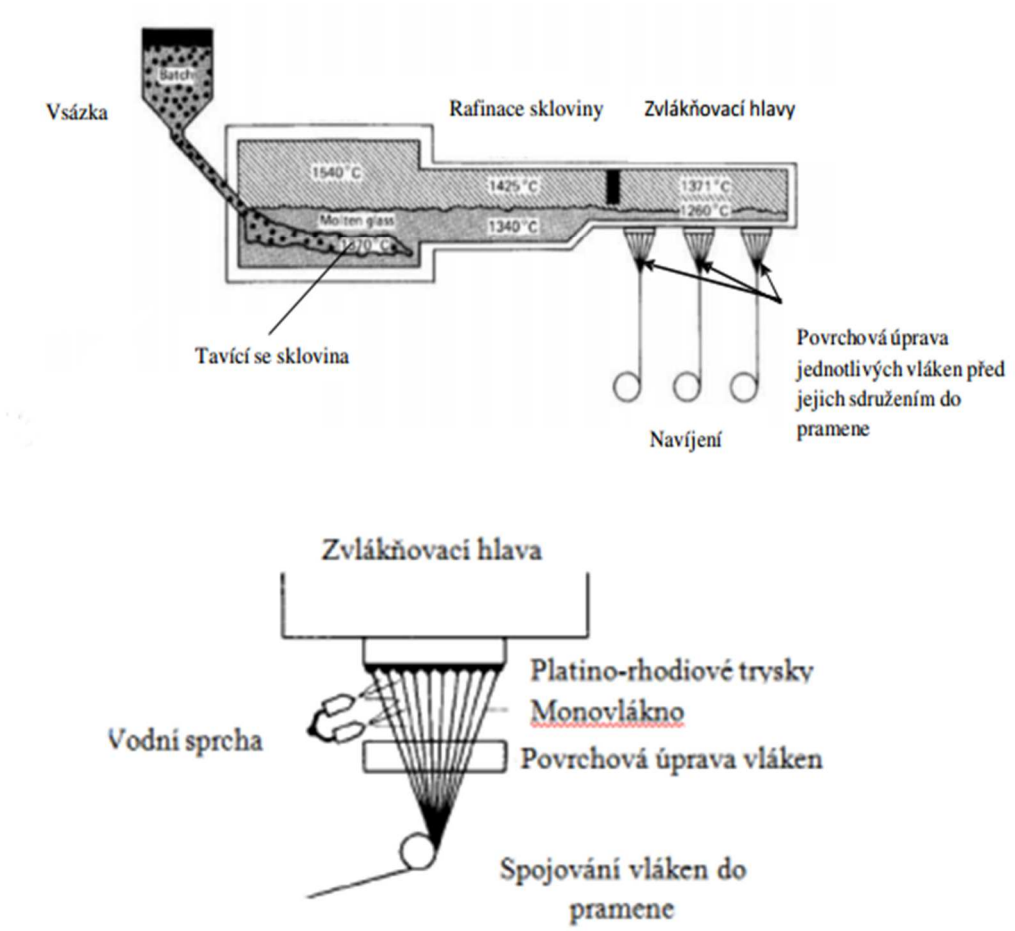
<u>Jsou používány:</u> [14]

- lubrikační látky (vosk, olej, škrob, želatina, polyvinylalkohol), které usnadňují další textilní zpracování vláken, lubrikační látku je nutno před výrobou kompozitu z povrchu vláken odstranit, aby bylo dosaženo potřebné soudržnosti vláken a matrice
- vazebné prostředky, které mají dobrou afinitu jak ke skelným vláknům, tak k polymerní matrici

K pozitivním účinkům ochranných prostředků patří snížení adsorbovaného podílu vody (mají určitý hydrofobizační účinek) a antistatické působení (vlákna méně přitahují prach). Běžné vazebné prostředky pro silikátová skla jsou organokovové sloučeniny (hlavně „chromkomplexy“, nejznámější je Volan a organosilany (zkráceně silany) [14].

V praxi jsou používané úpravy rozlišovány také podle tvrdosti: [14]

- měkká úprava - vinylsilanem nebo aminosilanem zajišťuje rychlou smáčivost vláken polyesterovou pryskyřicí a používá se u rovingů pro navíjení, tažení profilů a pro tkaniny určené k výrobě
- polotvrdá úprava
- tvrdá úprava - methakrylsilanem nebo chromkomplexem (je používán termín „tvrdý roving“) zaručuje dobrou sekatelnost rovingu a rovnoměrný rozpad vláken při sekání
- u dražších skel typu S, R S1, S2, používaných pro kompozity s epoxidovými matricemi, se užívá jiná úprava - epoxidové pryskyřice (epoxidový silan)



Obr. 11. Schéma linky na výrobu skelných vláken [12].

Obr. 12. Skelná vlákna typu AR z rovingu.

Obr. 13. Skelná vlákna typu E ve formě tkané punčošky s úhlem vláken 45°.

<u>Základní vlastnosti skelných vláken:</u> [19]

- hustota se pohybuje v rozmezí od 2,4 do 2,8 g/cm^3
- tuhost zhruba jako tuhost hliníku – 1/3 tuhosti oceli, E = 80 až 100 GPa
- malá odolnost skelných vláken vůči únavě
- rozpor mezi vysokou pevností a vysokou smáčivostí - pro zvětšení smáčivosti je žádoucí úprava povrchu (lubrikace), ta ale snižuje pevnost vláken.
- tepelná vodivost je o polovinu nižší než u oceli
- tepelná roztažnost je poloviční oproti tepelné roztažnosti oceli

Tab. 3. Nejčastěji používané druhy skel pro výrobu vláken [2, 5].

Označení skla	Použití	Složení [%]	Pevnost [GPa]	Prodloužení při lomu [%]
E	Elektrické izolace	55 SiO_2, 11 Al_2O_3, 6 B_2O_5, 18 CaO, 5 MgO	3	3
S	Vysokopevnostní kompozity	65 SiO_2, 25 Al_2O_3, 10 MgO	5	5
A	Tepelné izolace	72 SiO_2, 1 Al_2O_3, 3 MgO, 10 CaO, 14 K_2O	-	-
C (Pyrex)	Chemické aplikace	65 SiO_2, 4 Al_2O_3, 6 B_2O_3, 3 MgO, 14 CaO, 9 K_2O	2	2

Vlákna z E skloviny tzv. sklo Eutal má eutektické složení s nejmenší teplotou tavení, je nejlevnější a přitom má dobré mechanické a elektrické vlastnosti (nevodivost, velký povrchový odpor). Chemicky odolnější E skla jsou bez oxidu boru (B_2O_3) [14].

Vlákna ze skloviny S mají větší podíl oxidu křemíku a hliníku a jsou dražší, protože sklovina má větší teplotu tavení. Používají se většinou v kompozitech s epoxidovou matricí. Vlákna mají větší pevnost v tahu a větší modul pružnosti v tahu než standardní vlákna z E skla. Jsou bez oxidu boru (B_2O_3) [14].

Vlákna ze skloviny S-1 mají velkou pevnost, neobsahují B_2O_3 [14].

Vlákna ze skloviny R mají velkou pevnost, neobsahují B_2O_3, ochlazování skloviny se řídí vícesložkovým fázovým diagramem SiO_2-Al_2O_3-CaO-MgO [14].

Vlákna ze skloviny S-1 HM mají větší modul pružnosti než S-2, neobsahují B_2O_3 [14].

Vlákna ze skloviny S-2 mají největší pevnost, neobsahují B_2O_3 [14].

A sklo je určeno pro architekturu a na vlákna se moc nepoužívá [14].

Vlákna ze skloviny C s vyšším podílem alkálií, mají nižší teplotu měknutí, jsou méně pevná a jejich mechanické vlastnosti rychleji klesají s rostoucí teplotou. V prostředí obsahujícím kyseliny větší podíl alkalických prvků zlepšuje odolnost proti rozpouštění, v samotné vodě se však alkalické prvky rychle vyluhují [14].

Křemenná vlákna mají stejně nízkou relativní permitivitu jako polymerní aramidová vlákna, velmi malý součinitel délkové teplotní roztažnosti (vydrží teplotní šoky), má nulovou adsorpci vlhkosti a dobrou prostupnost pro UV paprsky světelného záření. Křemenné sklo měkne již při 1300°C, ale při větších teplotách se nestává kapalným [14].

Vlákna ze skloviny AR jsou vhodná pro alkalické prostředí. Sklovina je odolná vůči tomuto prostředí (používají se například pro výrobu střešních šablon s cementovým pojivem, tzv. „ekologický" eternit). Pokud nejsou vlákna k dispozici, vyhovuje i E sklo. [14]

Další druhy skel na vlákna: D, L, S-Q, dutá skelná vlákna z H – skla atd. [14].

2.4.3. Čedičová vlákna

Výroba začala během studené války, kdy vlákna nahrazovala skelná vlákna typu S v leteckých aplikacích. Vlákna mají vlastnosti podobné skelným vláknům typu S. Výhodou je však jejich cena, která činí asi 60 % skelných S vláken a dobrá chemická odolnost [14].

Čedič je přírodně se vyskytujícím minerálem, který můžeme najít v sopečných horninách. Používá se ho hlavně ve stavebnictví jako drcené horniny. Je surovinovým zdrojem pro výrobu minerálních vláken, kdy se čedič taví (při teplotách 1300 až 1700 °C) a stejně jako při výrobě skelných vláken, se čedičová hmota protahuje otvory malého průměru. Takto získané kontinuální vlákno se používá pro vyztužení kompozitů. Tato vlákna se používají také jako tepelná a zvuková izolace (čedičová vlna, izolace motorů), nebo jako výztuž betonu. Čedič je dobrým tepelným, elektrickým a akustickým izolátorem [2].

Základní vlastnosti čedičových vláken: [2, 14, 16, 17, 18]

- obvyklá pevnost čedičových vláken v tahu je asi od 2 - 4,7 GPa
- Youngův modul se pohybuje v rozmezí od 70 do 89 GPa
- hustota čedičových vláken je 2,6 až 2,8 g/cm^3
- pracovní rozsah teplot od -260 do 820 °C
- prodloužení při přetržení je 3,15%
- součinitel délkové teplotní roztažnosti je 5,5*10^{-6} 1/K
- chemická odolnost - úbytek hmotnosti za 3 hod - vařící voda/vařící NaOH: 0,2 /5%

Tab. 4. Přibližné chemické složení čedičových vláken [2, 14, 16, 17, 18].

Sloučenina	Hmotnostní podíl [%]
SiO_2	51,6÷57,5
Al_2O_3	16,9÷18,2
Fe_2O_3	4,0÷9,5
CaO	5,2÷7,8
MgO	1,3÷3,7
Na_2O	2,5÷6,4
TiO_2	0÷1,1
K_2O	0,8÷4,5
B_2O_3	-
F	-

Obr. 14. Čedičová vlákna BCF13 z rovingu.

2.5. Aplikace geopolymeru v průmyslu

Použití geopolymerních kompozitů se neustále rozšiřuje do dalších odvětví průmyslu. Do dnešní doby byl geopolymer aplikován například v těchto oblastech:

- stavitelství (tepelný izolátor)
- letecký průmysl
- jaderný průmysl – zapouzdření radioaktivního materiálu (Celsium)
- jako konstrukční materiál
- ve slévárenství
- atd. [6].

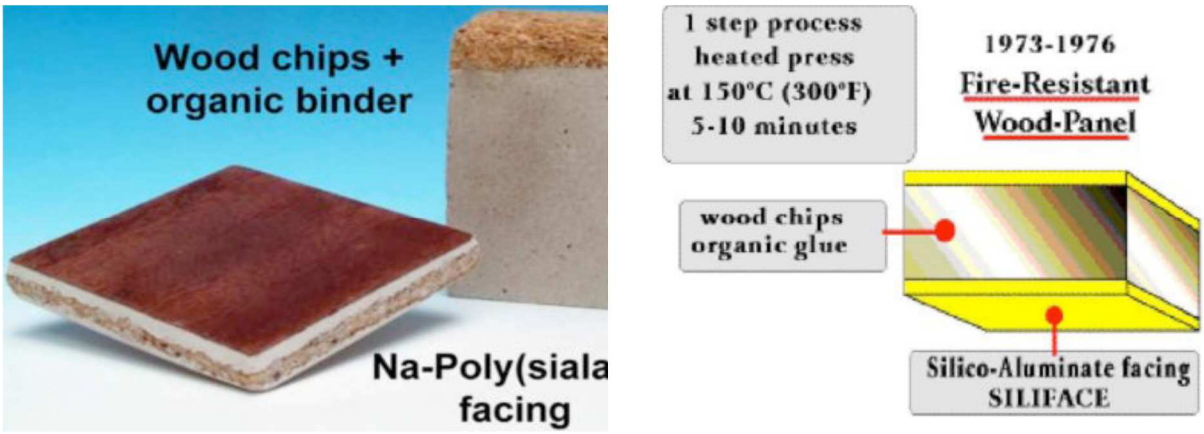
Ohni odolné dřevo-geopolymerní panely (1973-1976):

První aplikací byly stavební výrobky. Byly to desky, které měly dřevotřískové jádro a povrch byl potažen geopolymerem. Tento kompozit byl vyroben jednostupňovým procesem, jeho charakteristickým znakem bylo simultánní vyztužení (zpevnění) dřevotřísky, jakož i anorganického geopolymeru, při stejných teplotních parametrech [2, 6].

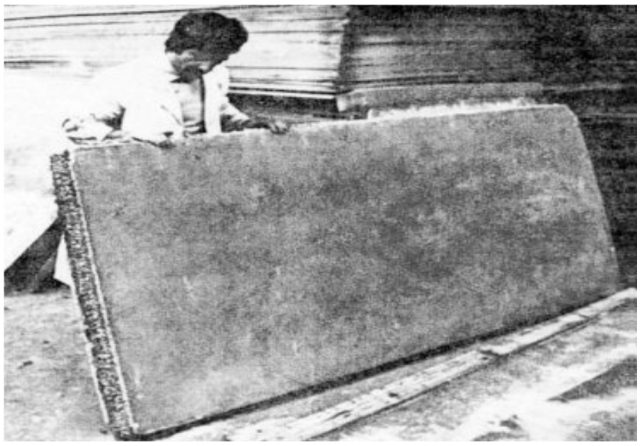
<u>Výroba těchto panelů probíhala při parametrech:</u>

- teplota: 130°C až 200°C
- použitý hydraulický tlak 1 až 3 MPa

Tyto panely se měly použít při stavbě středních a vysokých škol ve Francii, ale v roce 1976 byl projekt zrušen [2, 6].



Obr. 15. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel (struktura) [6].



Obr. 16. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel [2, 6].

Letecký průmysl:

Od roku 1986 francouzská společnost Dassault Aviation aeronautic využila geopolymer jako materiálu na nástroje a formy při vývoji nových technologií, dále geopolymer používá při vývoji stíhacího letounu Rafale [2, 6].

Obr. 17. Francouzské stíhací letadlo Rafale [2, 6].

Pro firmu Northtrop Aviation byly vyrobeny nástroje z geopolymerních kompozitů (kompozit uhlíková vlákna/SiC/geopolymer) používané při výrobě kompozitů určených pro nové tryskové bombardéry Amerických vzdušných sil [2, 6].

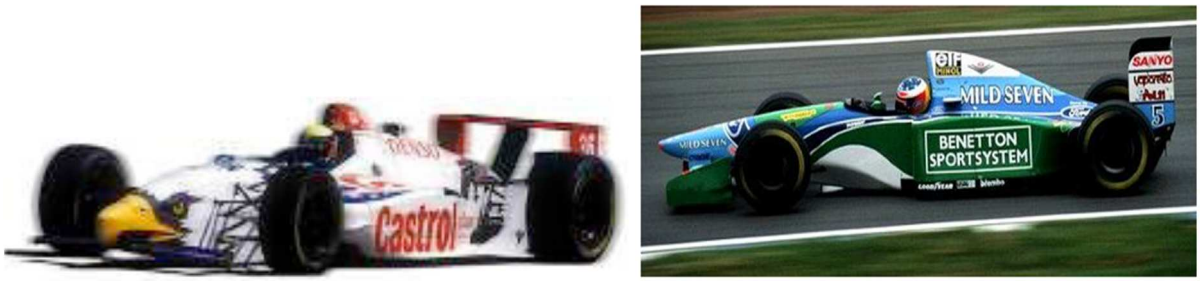
Dodnes byla vyrobena spousta nástrojů a mnoho jiných předmětů z geopolymerních kompozitů pro firmy z leteckého průmyslu, jako jsou: Airbus a SPF Aluminium processing [2, 6].

Obr. 18. Kompozit uhlíko-epoxidový (vlevo) hoří, zatímco kompozit uhlíkovo-geopolymerní (vpravo) stále udržuje teplotu 1200°C [2, 6].

Automobilový průmysl:

Během sezóny Grand Prix 1994 a 1995, tým Benetton Formule 1 navrhl unikátní tepelný štít vyrobený z kompozitního geopolymeru. Všechny části byly kolem oblasti výfuku nahrazeny tímto kompozitním geopolymerem na místo titanu, ten odolal silným vibracím i vysokým teplotám přes 700°C [2, 6, 19].

V roce 1999 byly geopolymerní kompozity také použity při konstrukci vozů americké závodní ligy C.A.R.T. (předtím tzv. Indy - Cart) na výfukový systém, který přecházel na carbon - geopolymerové kompozitní tělo [2, 6].



Obr. 19. Závodní vůz "The Eagle" jezdící v americké závodní lize C.A.R.T. v roce 1999 (vlevo), závodní vůz týmu Benetton roce 1994 až 1995 (vpravo) [1, 6, 19].

Infrastruktura a aplikace ve stavebním průmyslu:

Relativně nový a velmi atraktivní způsob aplikace geopolymeru je na opravy nebo výztuže pro stavby z betonu, cihel a kamene (restaurátorství). To se provádí obalením konstrukce dostatečným množstvím vláken, které se zajistí geopolymerní matricí. Takto lze vyztužit různé stavby např. mosty nebo opravit budovy poškozené zemětřesením nebo hurikánem. Pokud jde o prvky, které jsou uvnitř budov, je protipožární odolnost velmi žádanou vlastností. Kompozity z geopolymerů se v této oblasti dobře prosazují. Dále je možnost využití k zapouzdření odpadního materiálu do geopolymeru (popílek) a následné využití jako stavební materiál [2, 6].

V Evropě by geopolymerní kompozity měly najít využití při rekonstrukci budov, které jsou cenným kulturním dědictvím. Zde je požární bezpečnost hlavní prioritou [2, 6].

Obr. 20. Betonový nosník s uloženou vrstvou geopolymerního kompozitu na povrchu před pevnostní zkouškou [2, 6].

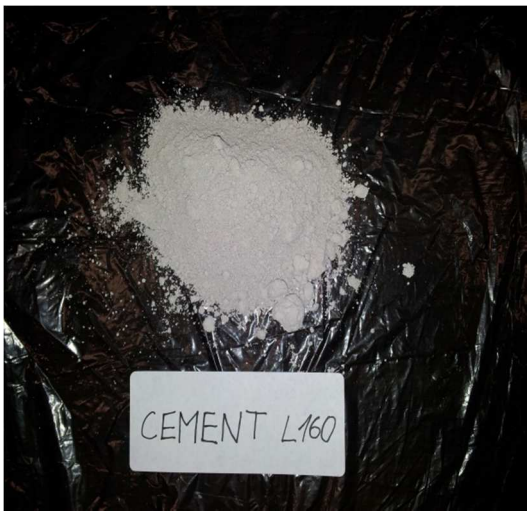
V roce 2013 v Austrálii na The University of Queensland's Global Change Institute (GCI) byla postavena celosvětově první stavba využívající geopolymerní beton jako konstrukční materiál na stavby. Tato čtyř patrová budova pro širokou veřejnost se skládá ze tří suspendovaných geopolymerních betonových podlah zahrnující 33 panelů. Ty jsou vyrobeny z geopolymerního betonu na bázi struska/popílek [20].

Obr. 21. 1 ze 33 podlahových panelů z geopolymerního betonu (vlevo), Queensland University GCI budova s podlahou vyrobená z geopolymerního betonu (vpravo) [20].

3. Experimentální část

3.1. Volba složení vzorků

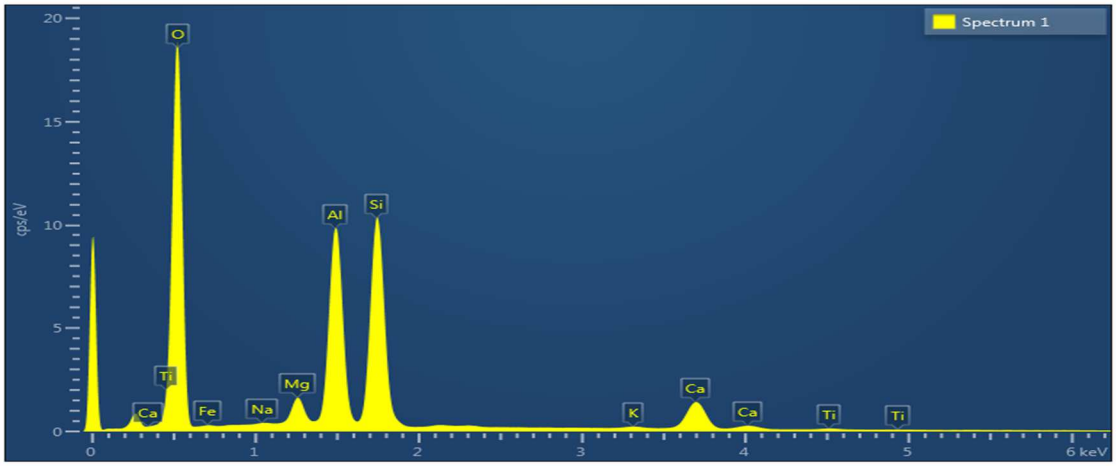
Byl vybrán geopolymer s obchodním označením BAUCIS L160, který vzniká smícháním dvou složek. Pevnou složkou je sypký aktivovaný metakaolin (založen na bázi jílovce) s označením Cement L160, kapalnou složkou je roztok vodního skla a NaOH s názvem Pojivo L160 (alkalický aktivátor). Tento geopolymerní materiál s označením BAUCIS L160 má poměr **Si:Al ≈ 2**. Takto namíchaným geopolymerním materiálem budou impregnována vybraná vlákna. Geopolymerní kompozit bude tvořit geopolymerní matrice a plnivo – dlouhá vyztužující vlákna odlišných typů a v odlišném uspořádání. Výrobcem geopolymeru jsou ČESKÉ LUPKOVÉ ZÁVODY a. s. .



Obr. 22. Složky BAUCISU L160: Cement L160 – aktivovaný metakaolin (vlevo), Pojivo L160 – alkalický aktivátor (vpravo).

Tab. 5. Přibližné chemické složení aktivovaného metakaolinu - Cementu L160.

Element	Line Type	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %
O	K series	45,43	0,22	60,75
Na	K series	0,11	0,03	0,10
Mg	K series	1,98	0,05	1,74
Al	K series	17,58	0,12	13,94
Si	K series	22,22	0,14	16,92
K	K series	0,49	0,06	0,27
Ca	K series	10,35	0,14	5,52
Ti	K series	0,78	0,11	0,35
Fe	K series	1,06	0,31	0,41
Total:		100,00		100,00



Graf 1. Energetické spektrum EDX aktivovaného metakaolinu – Cement L160.

Jako plnivo (disperze) byla zvolena dlouhá souvislá vlákna, která byla odebírána jak z rovingu tak ve formě pletené punčošky (vlákna svírají vzájemně úhel 45°).

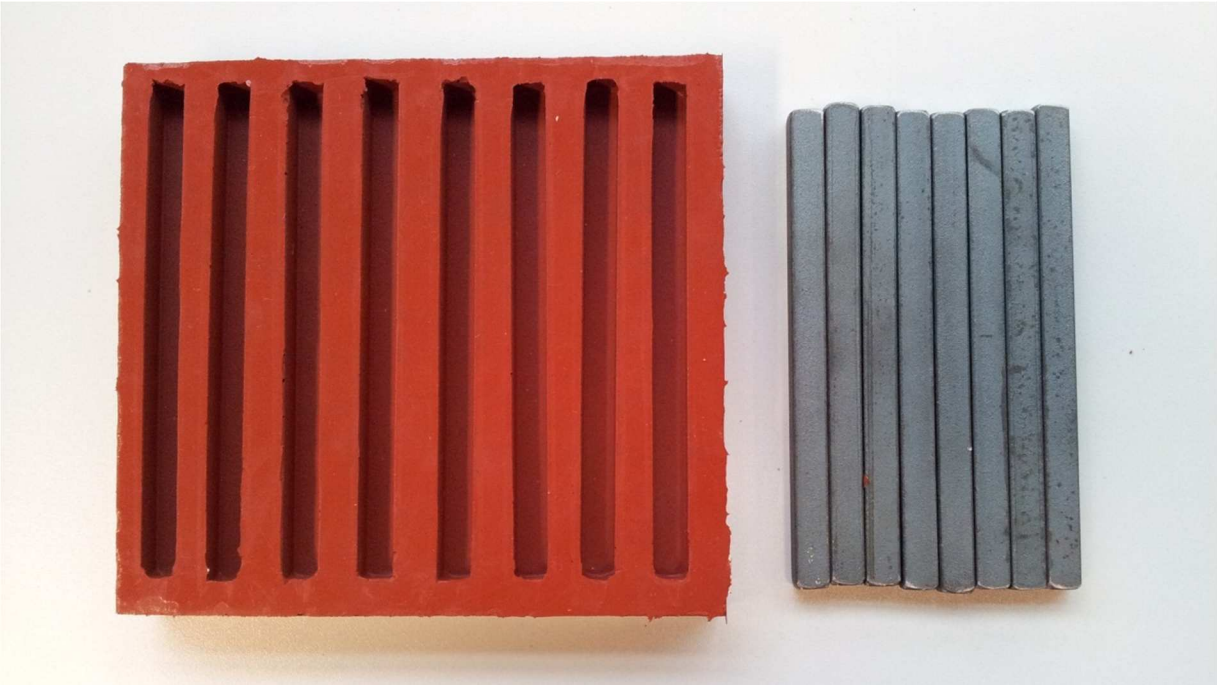
Druhy použitých vláken:

Tab. 6. Druhy a vlastnosti použitých vyztužujících vláken.

Druh	Forma	Průměr vláken [μm]	Pevnost vláken v tahu [GPa]	Youngův modul [GPa]	Hustota [kg/m^3]	Jemnost 1vrstvy [tex]	Počet vrstev v 1 vzorku	Celk. jemnost [tex]
HTS - Uhlíková vlákna HTS40 F13 30K (TohoTenax)	roving	7	4,3	238	1760	2000	5	10000
HT - Uhlíková vlákna T 300 (Siltex)	punčoška 25 mm 45° vl.	7	3,53	230	1760	9800	2	19600
AR - Skelná vlákna AR2500H-200 (NEG ARG Fibre)	roving	14	1,5	74	2800	2500	5	12500
E - Skelná vlákna EC13 300 Z20 (Siltex)	punčoška 30 mm 45° vl.	9	0,59	25	2600	7110	3	21330
Čedičová vlákna BCF13-2520-KV12 (Kamenný Vek)	roving	13	3,2	90	2670	2520	5	12600

3.2. Druhy použitých forem a jejich užití

Byly zhotoveny 4 silikonové formy, každá byla na 8 ks vzorků. Rozměry dutiny formy byly navrženy na 10x10x140 mm. Do každé dutiny zapadalo ocelové zatěžující a lisovací těleso o stejném rozměru jako je dutina formy.



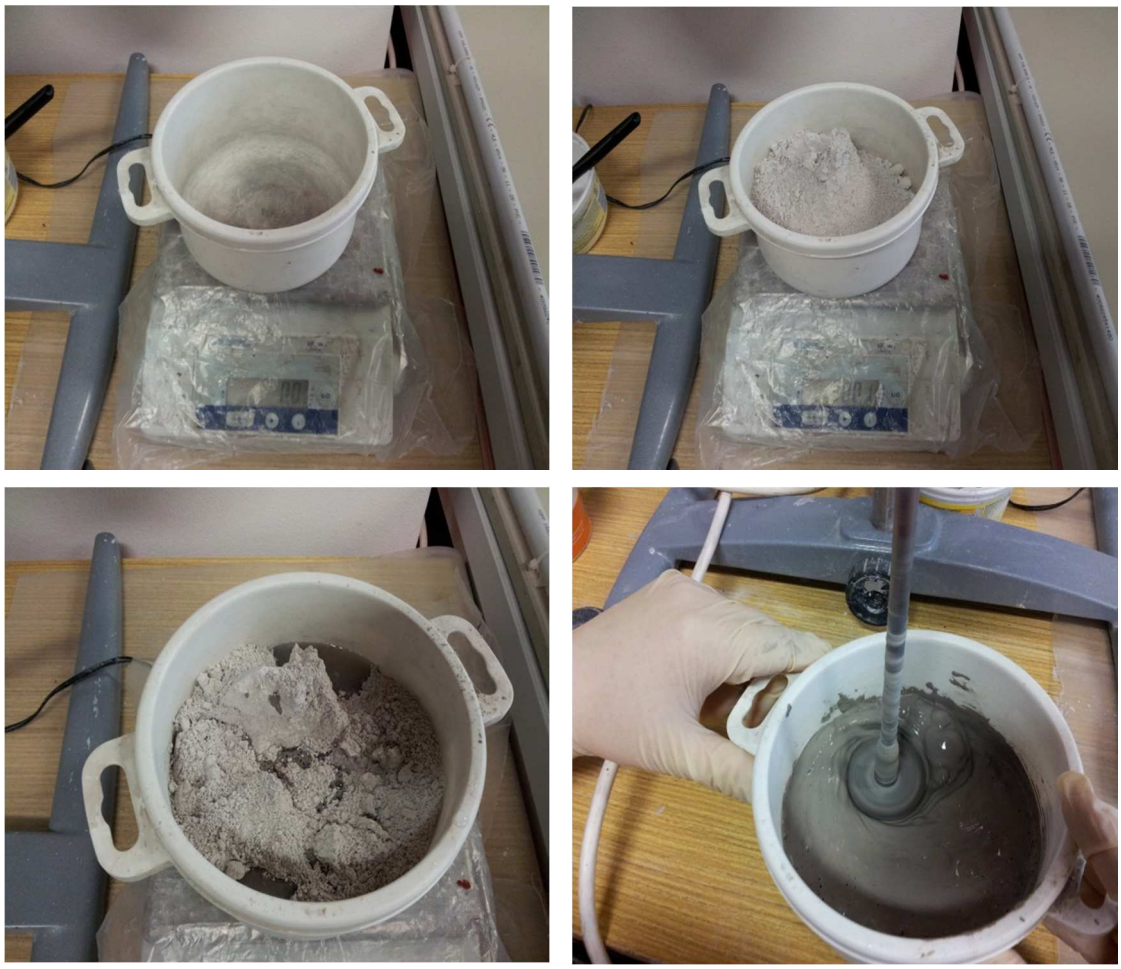
Obr. 23. Vzhled silikonové formy na vzorky (vlevo) a zatěžující tělesa (vpravo).

3.3. Technologie výroby vzorků

Postup výroby geopolymerního kompozitu probíhal v několika krocích, které jsou popsány v následujícím textu.

3.3.1. Postup přípravy geopolymerní matrice (BAUCIS L160)

Na váhu byla položena miska potřebné velikosti. Váha byla vynulována a do nádoby byl odvážen cement L160. Když bylo naváženo 300g, váha se opět vynulovala a začal se přidávat alkalický aktivátor, dokud se na váze neobjevila hodnota 240g. Celková hmotnost směsi byla zhruba 540g. Takto smíchaným složkám odpovídá 55.6 hm% pevné fázi BAUCISU (cement L160) a 44,4 hm% kapalné fáze (alkalický aktivátor). Zjednodušeně lze říci, že na vytvoření směsi geopolymeru potřebujeme 5 dílů cementu a 4 díly aktivátoru, toto je i doporučeno výrobcem BAUCISU L160 (čistý geopolymer L160). Tato směs byla míchána míchadlem po dobu cca 20 minut, dokud nebyla dokonale zhomogenizovaná v celém objemu. Tento objem směsi byl použit na impregnaci 32 vzorků.

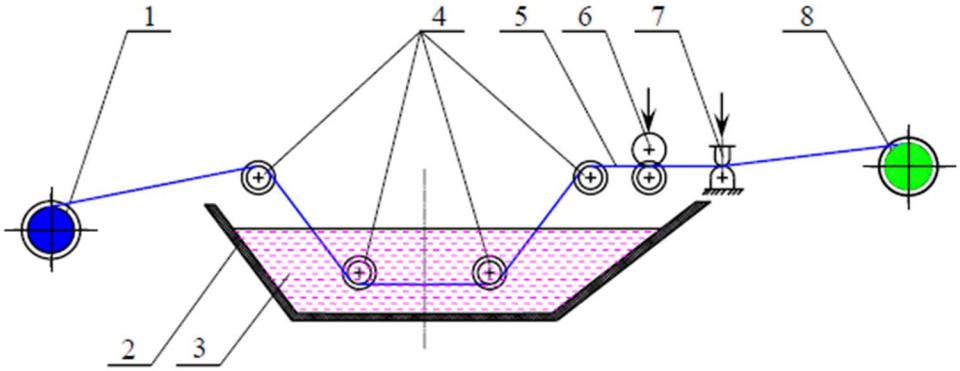


Obr. 24. Příprava geopolymerní matrice (BAUCIS L160) – čistý geopolymer L160.

3.3.2. Postup přípravy geopolymerního kompozitu z rovingu

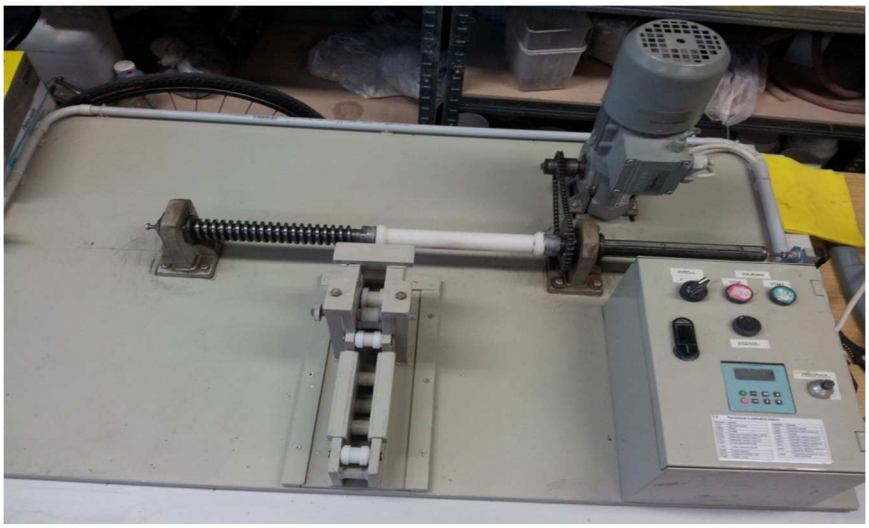
Z rovingu byl nastříhán určitý počet pramenů o délce cca 2,3 m (10 ks bylo na 32 vzorků). Následně byly nastříhané prameny vloženy do nádoby s acetonem (na každých 5 ks pramenů byl použit nový aceton) za účelem odmaštění vláken od lubrikantů a jiných mastných nečistot. Touto jednoduchou úpravou měla být zvýšena adheze vláken ke geopolymerní matrici. Namočená vlákna byla ponechána v acetonu cca 15 minut s tím, že byla jednou otočena. Poté byla vlákna vyjmuta a ponechána na vzduchu, aby uschla. Takto připravené prameny vláken byly postupně po jednom kuse provlékány impregnačním přístrojem. Pramen vláken procházel geopolymerní lázní přes vodící a impregnační kladky a následně byl navíjen na špulku. Navíjecí rychlost byla 50 m/h. Takto navinuté vlákno bylo odvíjeno a stříháno na délku 140 mm a kladeno do dutiny formy. Takto bylo do dutiny vloženo 5 vrstev. Každá vrstva byla po vložení do formy porovnána a uhlazena. Byla použita vlákna uhlíková, skelná a čedičová. Takto probíhala výroba i dalších geopolymerních kompozitů na bázi vláken z rovingu.

Naplněné dutiny formy byly přikryty mikrotenovou fólií a do každé dutiny bylo vloženo lisovací ocelové těleso, které srovnalo povrch a následně působilo jako zatížení. Ocelová tělesa byla mírně vtlačena do formy, aby došlo ke slisování jednotlivých vrstev mezi sebou. Potom byla forma vložena na vibrační zařízení a vibrována cca 2 minuty. Tímto byly částečně odstraněny vzduchové bubliny a zhutněny jednotlivé vrstvy vláken. Po vibraci byla opět ocelové tělesa zatížena mírným tlakem. Mezi jednotlivými vzorky byla mikrotenová fólie rozřezána, aby se vzorek lépe vytvrzoval. Mikrotenová fólie je na vzorku umístěna proto, aby nedošlo k přilepení geopolymeru k ocelovému tělesu a aby nedocházelo k prudkému vypaření vody, což by mohlo mít za následek rozpraskání povrchu. Takto připravené formy byly vloženy do polyetylenového uzavíratelného sáčku.



Obr. 25. Schéma impregnačního přístroje [15].

1 – navinutá vlákna z rovingu
2 – komora
3 – geopolymerní lázeň
4 – vodící (impregnační) kladky
5 – nasycený svazek vláken geopolymerem
6 – vtlačovací válec (vtlačení geopolymeru do svazku)
7 – hladící hrana (odstranění přebytečného geopolymeru)
8 – navinutá nasycená vlákna z rovingu



Obr. 26. Impregnační přístroj.

Obr. 27. Postup výroby vzorků s vláknem z rovingu.

3.3.3. Postup přípravy geopolymerního kompozitu z punčošky

Z punčošky byl nastříhán požadovaný počet vhodně dlouhých částí (skelná punčoška 48 ks - 3 vrstvy, uhlíková punčoška 32 ks – 2 vrstvy). Nastříhané části z punčošky byly opět očištěny acetonem stejným způsobem jako vlákna v přechozím případě s cílem dosáhnou lepší adheze ke geopolymerní matrici. Takto připravené části punčošky byly postupně po jednom kuse impregnovány pomocí válečku. Impregnace probíhala nejprve z jedné strany a potom byla impregnována z druhé strany. Takto impregnovaný odstřižek byl vložen do dutiny formy. Toto bylo opakováno pro každou část punčošky. Pro geopolymerní kompozit ze skelné punčošky byly do dutiny formy vkládány 3 vrstvy a pro uhlíkový geopolymerní kompozit z punčošky 2 vrstvy. Takto naplněné všechny dutiny formy byly přikryty mikrotenovou fólií a do každé dutiny bylo vloženo lisovací ocelové těleso, které srovnalo povrch a následně působilo jako zatížení.

Forma byla vložena na vibrační zařízení a vibrována cca 2 minuty. Tímto byly odstraněny vzduchové bubliny a zhutněny jednotlivé vrstvy punčošky. Po vibraci byla opět ocelové tělesa zatížena mírným tlakem. Následující postup byl analogický postupu v předchozím případě.

Obr. 28. Postup výroby vzorků s vláknem ve formě punčošky.

3.3.4. Geopolymerní kompozit s neodmaštěnými vlákny

Geopolymerní kompozit s neodmaštěnými vlákny se vyráběl úplně stejnou technologií jako s odmaštěnými vlákny, pouze s tím rozdílem, že se vlákna z rovingu a punčošky nedávala odmastit do acetonu. Tyto vzorky byly připraveny ze všech druhů vláken, forma byla stejná. Připravovaly se pouze 2 kusy od každého typu vláken pro porovnání se vzorky odmaštěnými.

3.3.5. Vzorky z čistého geopolymeru

Srovnávací vzorky byly připraveny pouze z čistého geopolymeru (neosahuje žádné plnivo). Jejich výroba spočívala v tom, že čistá geopolymerní hmota byla dána do injekční stříkačky a následně dávkována do dutiny formy. Vzorky vznikly tzv. odlitím. Po naplnění forem se do dutin nedávala polypropylenová fólie ani zatěžující tělesa, bylo použito pouze vibrování. Následně byly vzorky umístěny do polyetylenového uzavíratelného sáčku – minimalizace trhlin na povrchu vzorků. Vytvrzování probíhá stejně jako u ostatních vzorků.

3.3.6. Vytvrzování geopolymerního kompozitu

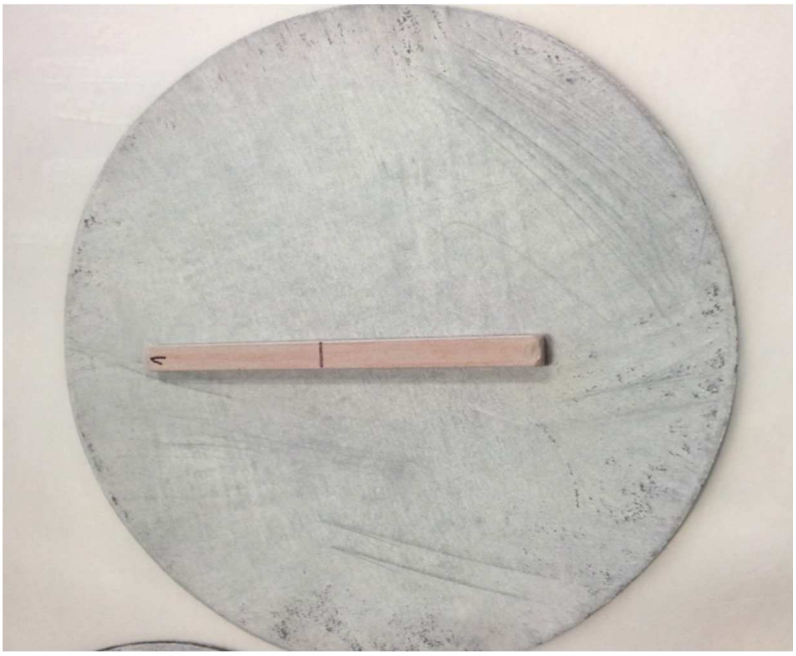
Vytvrzování probíhá při laboratorní teplotě 20°C a relativní vlhkosti 50 až 60%. Vytvrzování geopolymerního kompozitu probíhalo 1 den ve vakuu, tímto lze dosáhnout menšího počtu dutin a tedy větší homogenity vzorků. Po uplynutí této doby jsou vzorky vyjmuty a nechány vytvrzovat při laboratorní teplotě po dalších 27 dní. Celkem se tedy vzorky vytvrzují 28 dní.

Vakuum je vytvořeno pomocí uzavíratelných polyetylenových sáčků napojených na rotační olejovou vývěvu. V těchto uzavřených sáčcích jsou umístěny formy s připravenými vzorky na vytvrzování a ty jsou zatíženy. Vytvořené vakuum bylo 20 až 35 kPa.

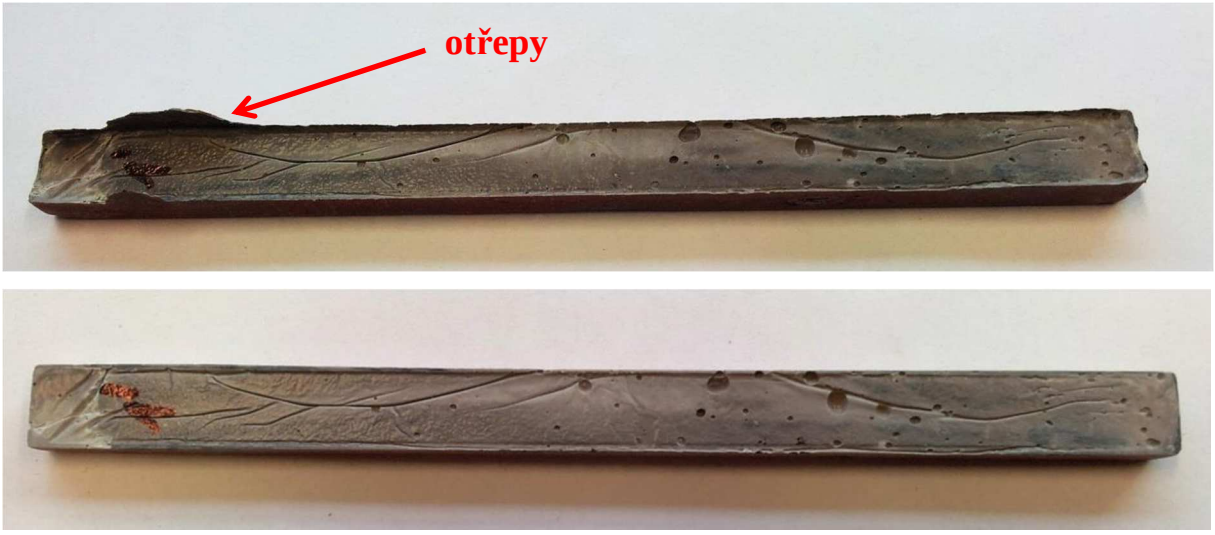
Obr. 29. Vakuování geopolymerního kompozitu po dobu 1 dne.

3.3.7. Úprava vzorků z geopolymerního kompozitu

Vytvrzené vzorky je nutné upravit, aby byly použitelné na měření. Před jakoukoli úpravou byly vždy vzorky zváženy (počáteční hmotnost). Dále následovali úpravy v podobě odříznutí koncových a postranních otřepů, které vznikly buď moc dlouhými vlákny položenými do formy nebo přetoky geopolymeru. Konečnou úpravou bylo zabroušení povrchových nerovností vzorků (hlavně přetoky). Byl použit metalografický brusný papír se zrnitostí 400. Po této úpravě byl vzorek opět zvážen a navíc byla změřena jeho šířka (b) a výška (h) uprostřed délky vzorku. Poslouží pro výpočet Wo (ohybový modul).



Obr. 30. Zabroušení vzorků na brusném papíře.



Obr. 31. Rozdíl vzhledu vzorku před (nahoře) a po úpravě (dole).

3.4. Druhy a použití vyrobených vzorků

Tab. 7. Přehled typů vyráběných vzorků z geopolymerního kompozitu.

Druh vlákna	Povrch vláken	Forma vlákna	Počet vrstev	Počet vzorků	Rozdělení
Uhlíková vlákna HTS – roving HT - punčoška	odmaštěné	roving	5	14	6- nenamáhané 6- namáhané 1-CT vyhodnocení U-ukázka
		punčoška	2	14	6- nenamáhané 6- namáhané 1-CT vyhodnocení U-ukázka
	neodmaštěné	roving	5	2	posouzení adheze a mech. vl. s odmaštěnými
		punčoška	2	2	
Skelná vlákna AR - roving E - punčoška	odmaštěné	roving	5	14	6- nenamáhané 6- namáhané 1-CT vyhodnocení U-ukázka
		punčoška	3	14	6- nenamáhané 6- namáhané 1-CT vyhodnocení U-ukázka
	neodmaštěné	roving	5	2	posouzení adheze a mech. vl. s odmaštěnými
		punčoška	3	2	
Čedičová vlákna BCF13	odmaštěné	roving	5	14	6- nenamáhané 6- namáhané 1-CT vyhodnocení U-ukázka
	neodmaštěné	roving	5	2	posouzení adheze a mech. vl. s odmaštěnými
Čistý geopolymer L160	-	-	-	12	5- nenamáhané 5- namáhané 1-CT vyhodnocení U-ukázka

Tab. 8. Přehled značení vzorků.

Označení vzorků	Význam označení	Prováděné pokusy
1, 2, 3, 4, 5	nenamáháno na vibrace	ohybová zkouška
1´, 2´, 3´, 4´, 5´	namáháno na vibrace	ohybová zkouška
N1	neodmaštěný (nenamáháno)	posouzení adheze a povrchu
N2	neodmaštěný (nenamáháno)	ohybová zkouška,
PR	nenamáháno na vibrace	posouzení adheze a povrchu
PO	namáháno na vibrace	posouzení adheze a povrchu

Obr. 32. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi se skelnými vlákny E ve formě punčošky.

Všechny sady vzorků jsou vyfotografovány v *Příloze 1*.

3.5. Vyhodnocení vzorků pomocí počítačové tomografie (CT)

Toto vyhodnocení se provádí za účelem zjištění rozložení vláken, posouzení pórovitosti vzorku a to jak u vzorků s vláknem z rovingu, tak i v podobě punčošky. Vzorky na CT vyhodnocení jsou odebrány vždy z odmaštěných a nenavibrovaných vzorků. Odběr byl prováděn pomocí pilového listu na kov a to tak, že vzorek byl rozřezán na 4 části, které byly dlouhé cca 30 mm.

Obr. 33. Odběr vzorků na CT vyhodnocení.

Obr. 34. Přístroj SKYSCAN 1272 na počítačovou tomografii (CT).

Popis funkce počítačové tomografie (CT):

Jedná se o nedestruktivní metodu pro pozorování vnitřní struktury materiálu jak ve 2D, tak i ve 3D rozměrech za pomocí aktivního (ozářením objektů externím zdrojem) způsobu zviditelnění struktury.

Je založeno na průchodu rentgenového záření ($10^{16} \div 10^{19}$ Hz) materiálem a jeho absorpci. Každý materiál pohlcuje záření více nebo méně v závislosti na jeho hustotě. Koeficient absorpce vyjadřuje schopnost materiálu pohlcovat rentgenové záření. Když je vyzařovaná energie konstantní, tak pohlcování rentgenových paprsků závisí pouze na materiálu. Prošlé záření materiálem je snímáno pomocí detektoru, který v závislosti na zachycené intenzitě záření generuje elektrické signály. Během vystavení rentgenového záření se snímací detektor otáčí kolem vzorku nebo se otáčí vzorek kolem své osy a generují se data, která se sestaví do matic. Následuje výpočet příslušných matic a přiřazení meřítka zobrazovaného bodu. Měřítko vyjadřuje v daném bodě platný koeficient absorpce záření [21].

Cílem je sestavení trojrozměrného rozdělení absorpčního součinitele μ (x, y, z) užitého záření v objemu vzorku za pomoci analýzy integrálních projekcí získaných prozářením vzorku ze všech směrů. Při zkoumání technických materiálů nebo součástí se většinou díl otáčí pod přesně definovaným úhlem mezi zdrojem a detektorem [21].

Popis vybavení přístroje SKYSCAN 1272:

- uzavřená, vzduchem chlazená rentgenka s napětím 20 – 100 kV, 0 – 250 μA (10 W max)
- 16 Mpx detekční CCD kamera
- motorizované držáky vzorků pro přesné nastavení polohy vzorku vůči zdroji záření a CCD kameře
- 2 kontrolní počítač s LCD monitory

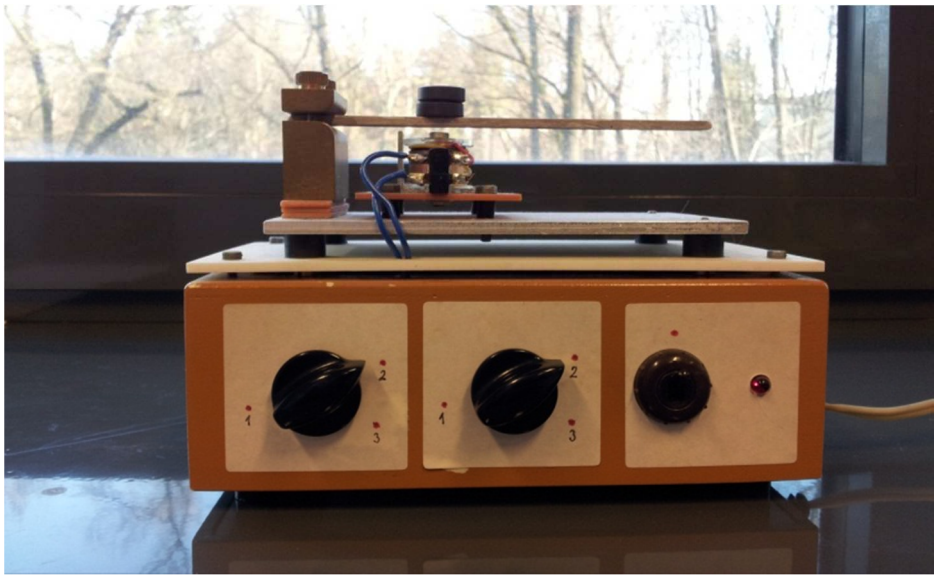
- softwarové vybavení pro kompletní 2D a 3D kvantitativní analýzu, pro morfometrii (měření tvarů) a denzitometrii (pro měření optických hustot zpracovávaných fotografických záznamů), pro realistické 3D vizualizace zkoumaných objektů
- rozlišení přístroje je až 0,35 µm, maximální velikost testovaného materiálu 75 mm v průměru a 70 mm na délku

Možnosti aplikací CT: [21]

- kontrola kompozitních materiálů a vrstevnatých konstrukcí: metodou CT se dá stanovit rozdělení hustoty, vyšetřovat relativní obsah složek v různých oblastech řezu, zviditelnit technologické defekty v různých stádiích výroby, racionalizovat technologický proces
- tomografie odlitků: kontrola vnitřku lopatek plynových turbín, motorových dílů se složitou vnitřní prostorovou strukturou
- tomografie svarů na dálkových potrubích
- tomografie vysoce namáhaných keramických dílů
- tomografie uměleckých a archeologických předmětů

3.6. Dynamické namáhání vzorků - vibrace

Zvolené dynamické namáhání geopolymerního kompozitu je namáhání na vibrace po dobu 1 den za laboratorní teploty a relativní vlhkosti 50 až 60%. Přístroj na vibrace je založen na principu zmagnetování měkkého jádra cívky, které vytváří proměnné magnetické pole díky střídavému proudu. Vzorek se upne na jedné straně přístroje, pod vzorkem je cívka a na vzorek se dají 2 permanentní magnety. Trvalé magnety mají stálé magnetické pole a cívka ho mění a tím dochází k přitahování a odpuzování vzorku. Kmitočet vibrací byl 50 Hz.

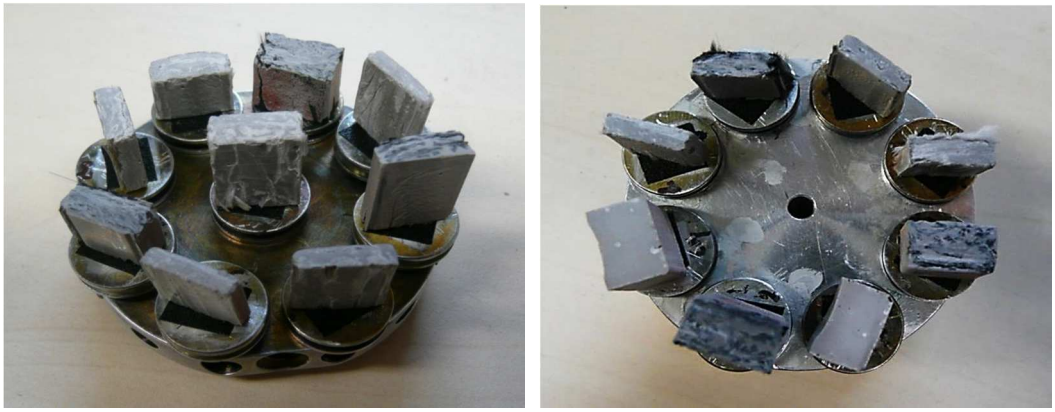


Obr. 35. Přístroj na vibrační namáhání.

3.7. Pozorování povrchu a adheze vláken vyrobených vzorků

Na povrchu vzorků lze sledovat nehomogenitu rozmístění vláken, velikost a množství prasklin v matrici a adhezi vláken ke geopolymerní matrici. Vzájemnou adhezi mezi vyztužujícími vlákny a geopolymerní matricí lze posoudit podle množství ulpělého geopolymeru na povrchu vláken, popřípadě podle toho, zda je kolem vláken volný prostor. Posuzována jsou jak jednotlivá vlákna, tak svazky vláken. Místo hodnocení bylo vybráno ve střední části odebraného vzorku, neboť předpokládáme, že zde došlo k nejnižší míře ovlivnění vzorku při jeho odběru. K hodnocení jsou určeny vzorky před vibrací a po vibraci, odmaštěných i neodmaštěných (nevibrovaných).

Odběr vzorků byl prováděn pomocí pilového listu na kov a to tak, že byl vzorek rozřezán na části, které byly dlouhé cca 8 mm. Veškerá pozorování je prováděno na elektronovém skenovacím mikroskopu *Carl ZEISS Ultra +* s mikroanalytickými detektory Oxford, které byly využity ke stanovení chemického složení čistého geopolymeru a složení sypké části geopolymeru Cement L160 – EDX analýza.



Obr. 36. Vzorky připravené k hodnocení adheze a homogenity povrchu.

Obr. 37. Rastrovací elektronový mikroskop Carl ZEISS Ultra+.

3.8. Ohybová zkouška geopolymerního kompozitu

Ohybová zkouška byla vybrána jako vhodná metoda k porovnání změny mechanických vlastností geopolymerního kompozitu mezi nevibrovanými a vibrovanými vzorky. Nejde tedy o ohybovou zkoušku jako takovou, ale o postižení změny, ke které může vlivem vibrace docházet. Zkouška tříbodovým ohybem byla provedena na univerzálním přístroji *P100 - Labtest II* při laboratorní teplotě a standartní vlhkosti.

Normy pro keramické kompozity DIN V ENV 658 - 3:1993-02, ASTM C 1341-1306 a BS EN ISO 14125:1998 (pro kompozity s polymerní matricí) vyžadují tvar vzorku ve tvaru obdélníkového paprsku a pro tříbodový ohyb je nejmenší možný doporučený poměr L/h=16 a lepší je L/h=20. Norma ASTM C 1341-1306 dovoluje použití i poměrů L/h=32, 40 a 60, to zabrání tomu, aby vzorek typicky neselhal vzhledem ke smykovému namáhání [15].

Jelikož byla použita různá vlákna a každá z nich měla jinou jemnost a objem a některá se zatěžujícími tělesy více stlačila. Tím pádem každá sada vzorků byla jiná vzhledem k rozměru h (výška). Ostatní rozměry b a L se liší minimálně (jsou zanedbatelné). Tento nedostatek není zásadní, neboť nemá vliv z hlediska porovnání výsledků v jedné sadě vzorků, kde jsou vzorky se stejnými vlákny vibrované a nevibrované. Nicméně nejmenší doporučený poměr je zachován. Poměr se spíše pohybuje mezi poměry L/h=20 až 40, jelikož délka podpěr bude nastavena na 120 mm a výška vzorků se pohybuje od 3 do 7 mm. Rychlost zatěžování je 10 mm/min. Zatížení je nastaveno do doby prasknutí vzorku. Přístroj zaznamenával průběh síly F a průhyb A. Z rozměrů byl dopočítán modul průřezu v ohybu W_o za předpokladu, že vzorek bude uvnitř bez vad (vzduchové mezery mezi vlákny a praskliny). Z těchto údajů byl získán ohybový moment M_o, modul pružnosti v ohybu E a ohybové napětí σ_o.

<u>Použité vzorce pro výpočty:</u>

Ohybový moment: $$M_o = \frac{F_{max} \cdot L}{4} \quad [N \cdot mm]$$

Modul průřezu v ohybu: $$W_o = \frac{b \cdot h^2}{6} \quad [mm^3]$$

Ohybové napětí: $$\sigma_o = \frac{M_o}{W_o} = \frac{3 \cdot F_{max} \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad [MPa]$$

Kvadratický moment: $$I = \frac{b \cdot h^3}{12} \quad [mm^4]$$

Ohybový modul pružnosti: $$E = \frac{F_{max} \cdot L^3}{48 \cdot A_{max} \cdot I} = \frac{F_{max} \cdot L^3}{A_{max} \cdot 4 \cdot b \cdot h^3} \quad [GPa]$$

U výpočtu ohybového modulu pružnosti byl použit jednoduchý výpočet, protože daný software neumí odečíst průhyby (s´ a s´´) a síly (F´ a F´´) v deformacích ε_f´=0,0005 a ε_f´´=0,0025, které jsou nutné pro výpočet ohybového modulu dle BS EN ISO 14125:1998.

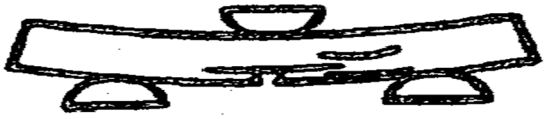
<u>Příklady možných typů porušení dle BS EN ISO 14125:1998 – viz obrázky 1až 6.</u>

1. tahové porušení vlákna

2. tahové porušení krajové vrstvy

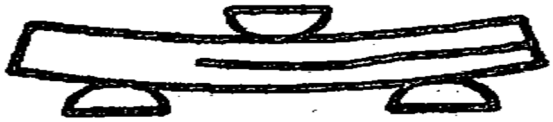
3. tlakové porušení

4. tahové porušení
(včetně mezilaminárního smyku)

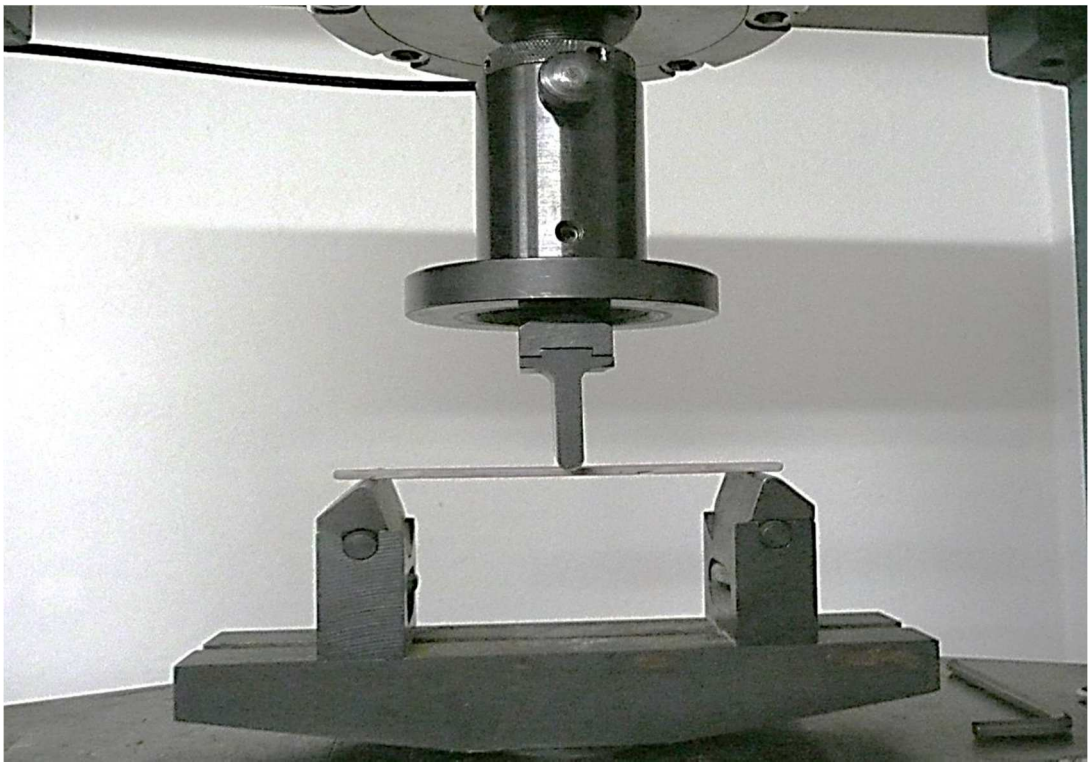


5. tlakové porušení (včetně mezilaminárního smyku)

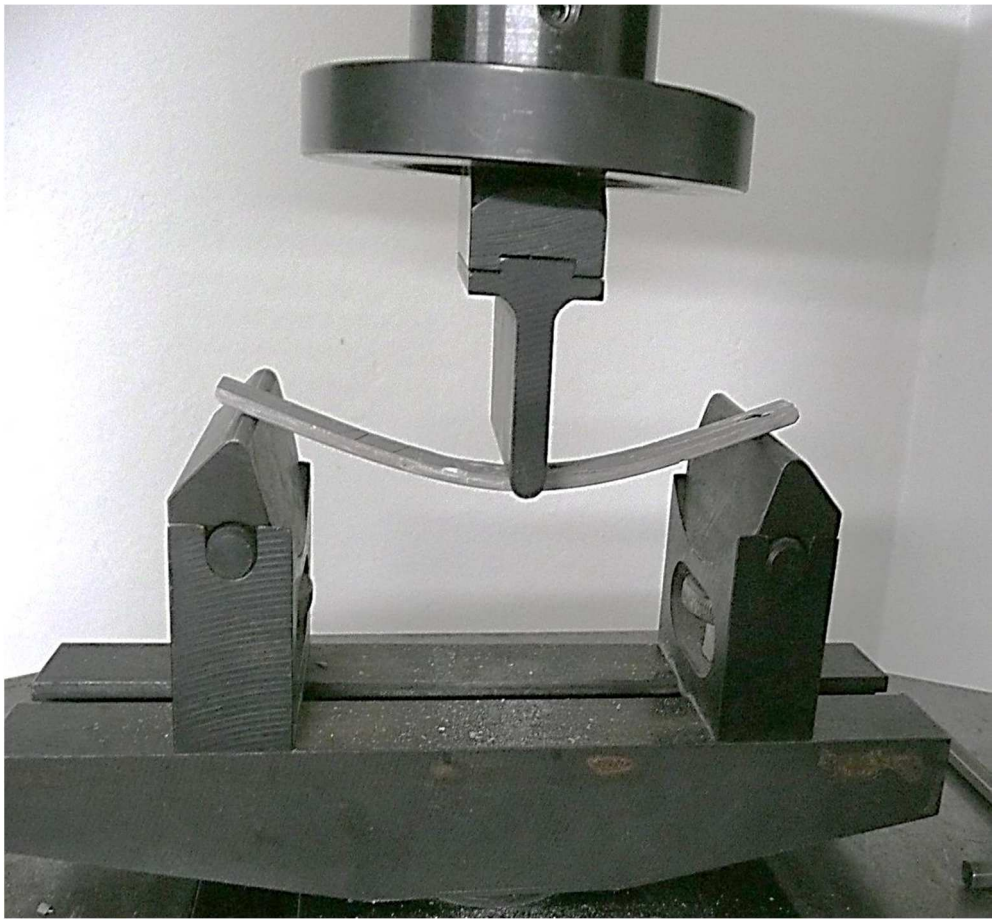
6. mezilaminární smykové porušení



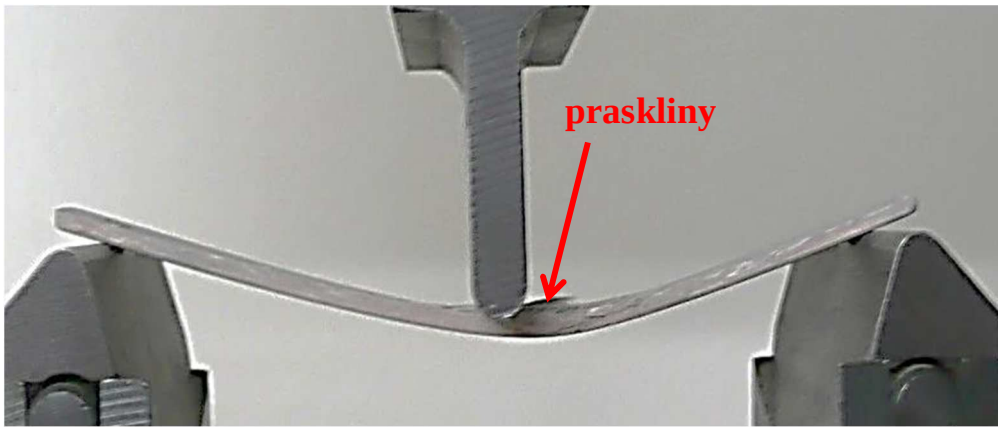
Obr. 38. Univerzální přístroj P100 - LabTest II.



Obr. 39. Upevnění vzorku se skelnými vlákny AR z rovingu.



Obr. 40. Zatížení vzorku se skelným vláknem AR z rovingu.



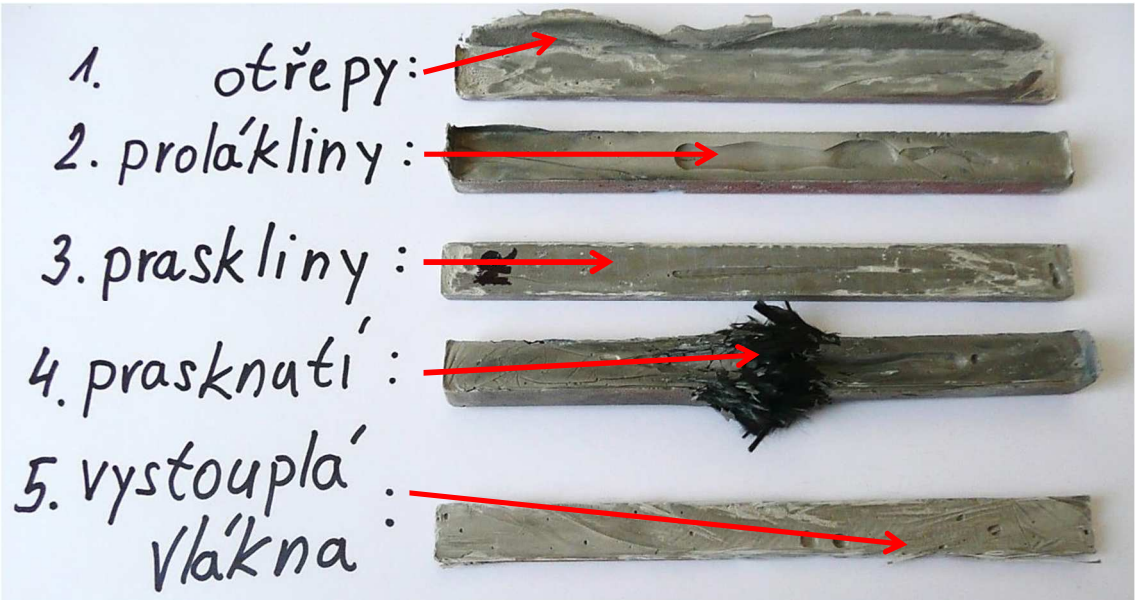
Obr. 41. Porušení vzorku se skelným vláknem AR z rovingu.

3.9. Defekty vzniklé ve vzorcích při výrobě

Během výroby vzorků došlo k tomu, že vznikly jisté nedokonalosti – vady vzorků, díky nimž, byl daný vzorek vyřazen z dané sady.

Druhy vad vzorků:

1. Vzorek má na sobě otřep s velkým množstvím vytlačených vláken (roztáhnutí formy).
2. Během vytvrzování nedošlo k dobrému odstranění vzduchu a dostatečnému stlačení tělesem, následkem toho vznikaly velké prolákliny.
3. Vzorek rychle vysychal a důsledkem toho vznikaly na vrchním povrchu praskliny viditelné pouhým okem.
4. Vzorek praskl při vyndávání z formy.
5. Ze vzorku vylézala a třepila se vlákna z důvodu špatného naimpregnování geopolymerní matricí.



Obr. 42. Vady vzorků při výrobě.

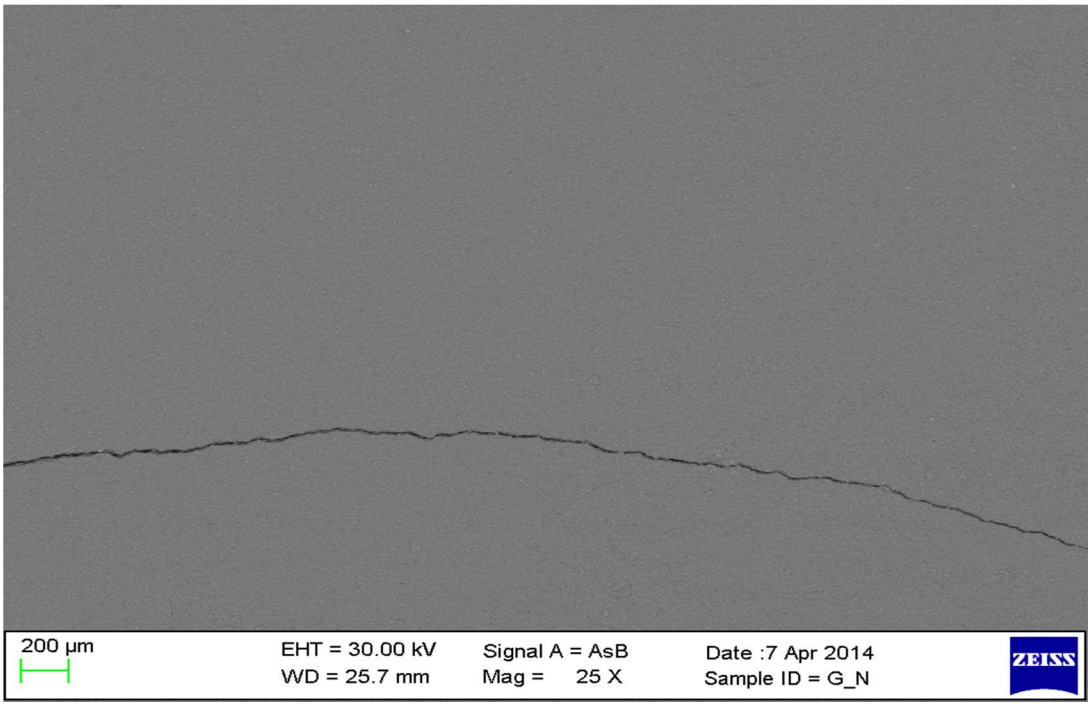
3.10. Výsledky měření

3.10.1. Výsledky z pozorování povrchů

Geopolymer L160 – povrch

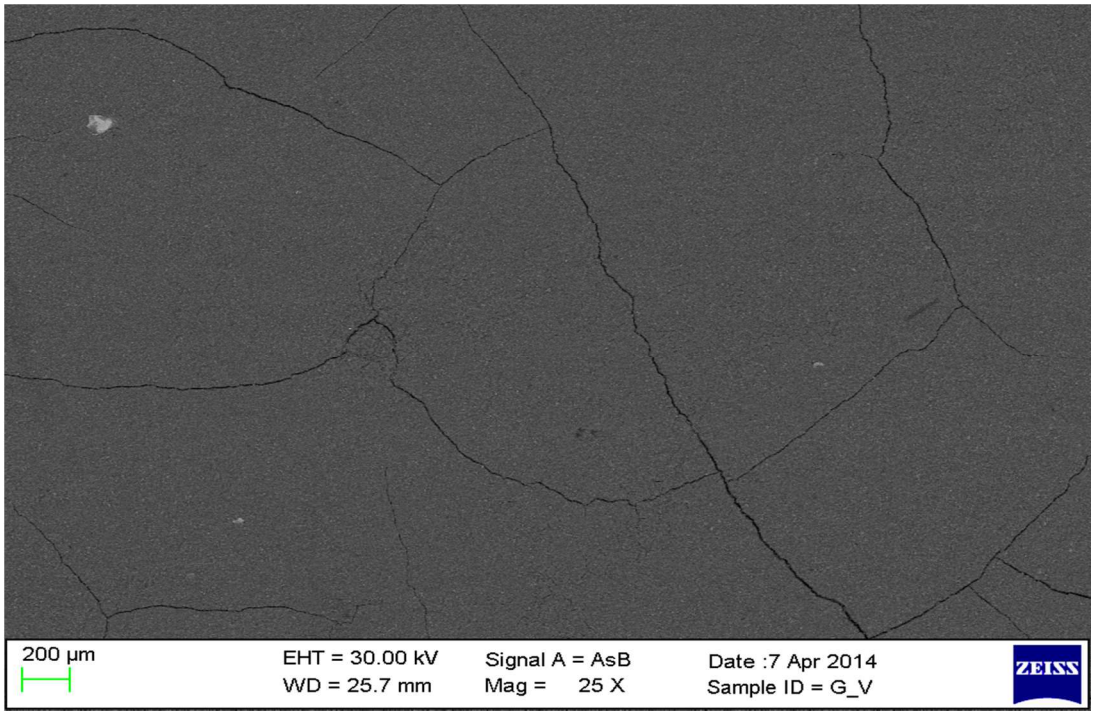
Na vibrovaném vzorku můžeme zřetelně pozorovat více prasklin, ale nelze určit, které z nich vznikly při vibraci a které při výrobě.

1. nevibrováno



Obr. 43. Povrch čistého nevibrovaného geopolymeru.

2. vibrováno

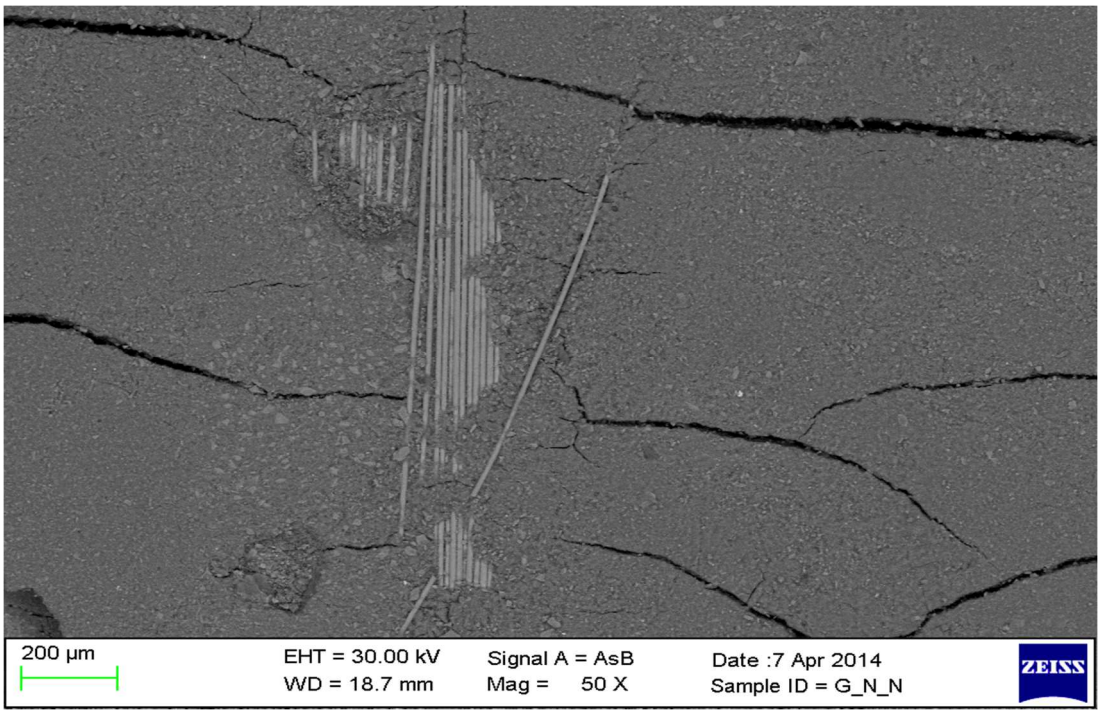


Obr. 44. Povrch čistého vibrovaného geopolymeru.

Skelná vlákna (typ AR) – povrch

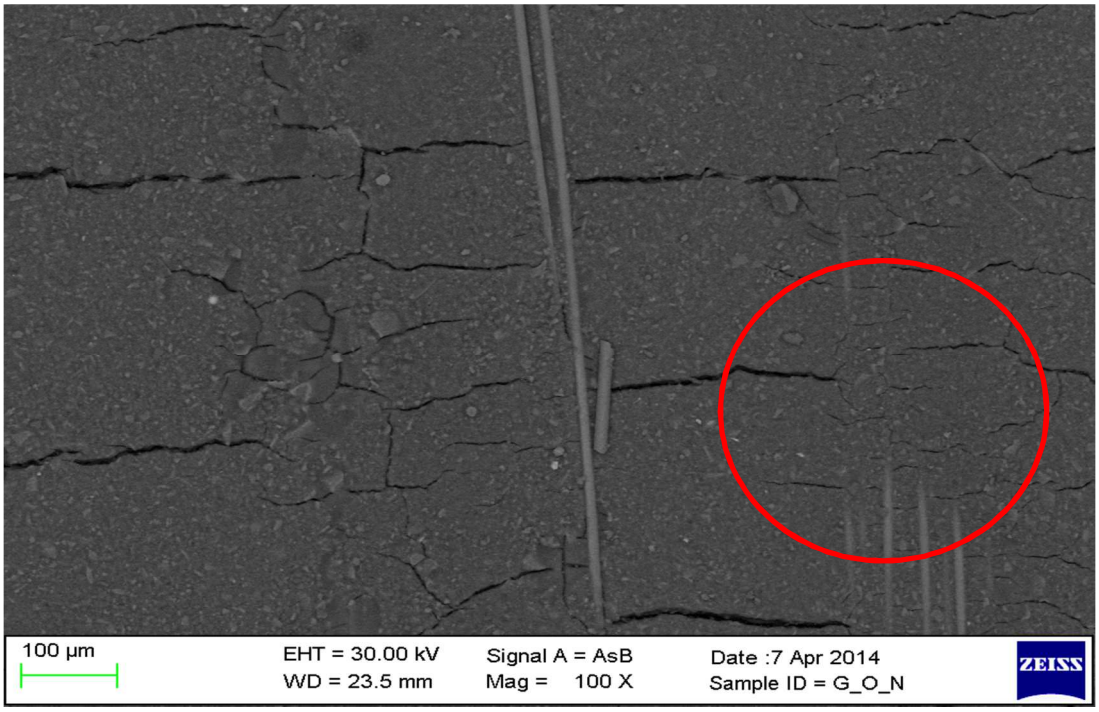
Po vibraci můžeme pozorovat mírné vydrolování matrice (oblast s hustým popraskáním) a uvolňování vláken z matrice.

1. neodmaštěná a nevibrovaná



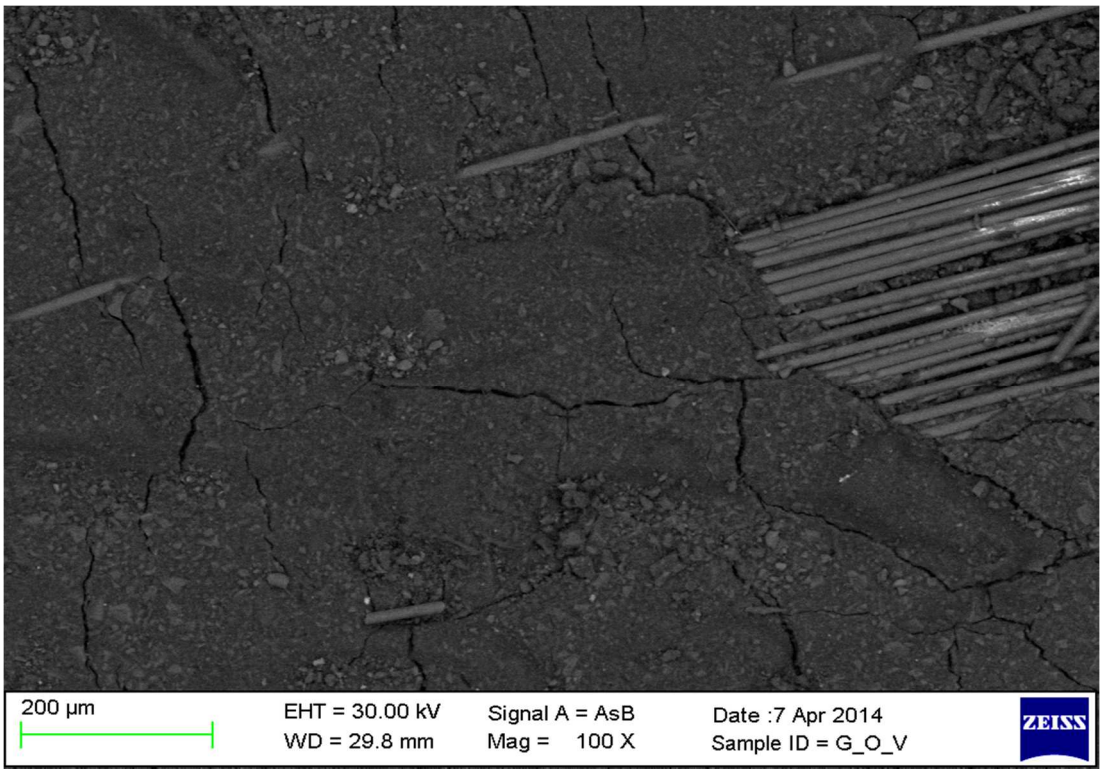
Obr. 45. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 46. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu. Z části označené na snímku je vidět interakce trhliny – respektive její ukončení na vyztužujícím vlákně.

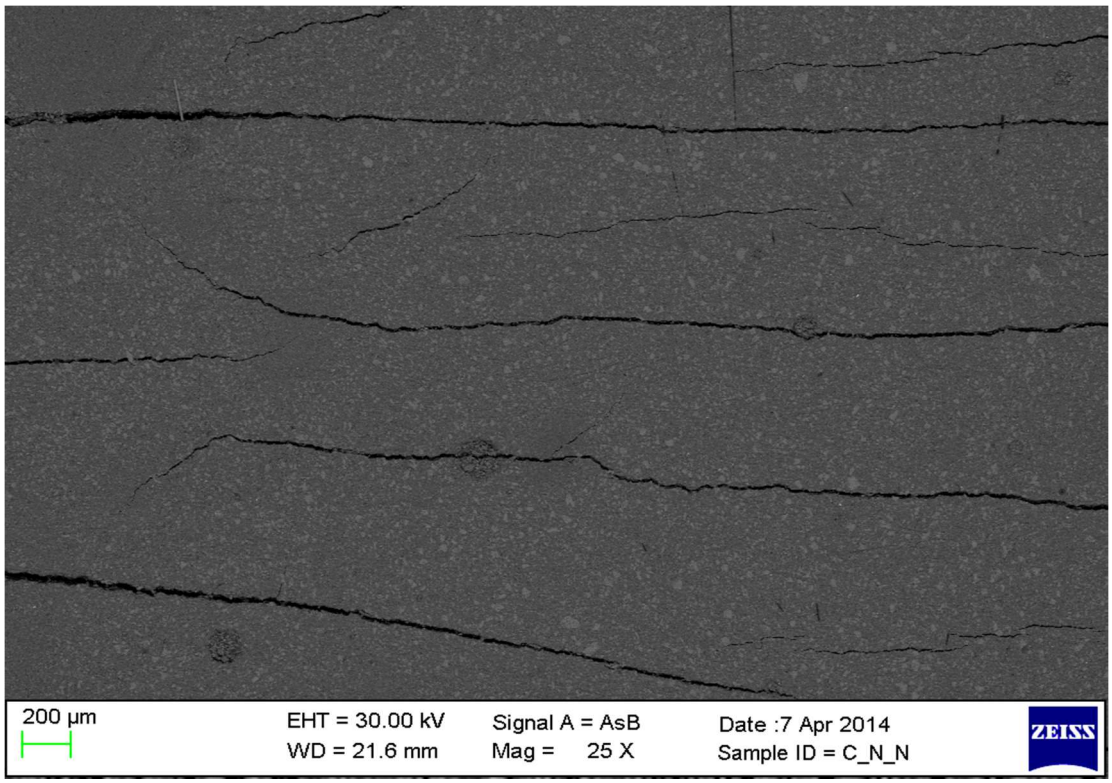
3. odmaštěná a vibrovaná



Obr. 47. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu. Ze snímku je vidět jak vlákna vystupují z geopolymerní matrice.

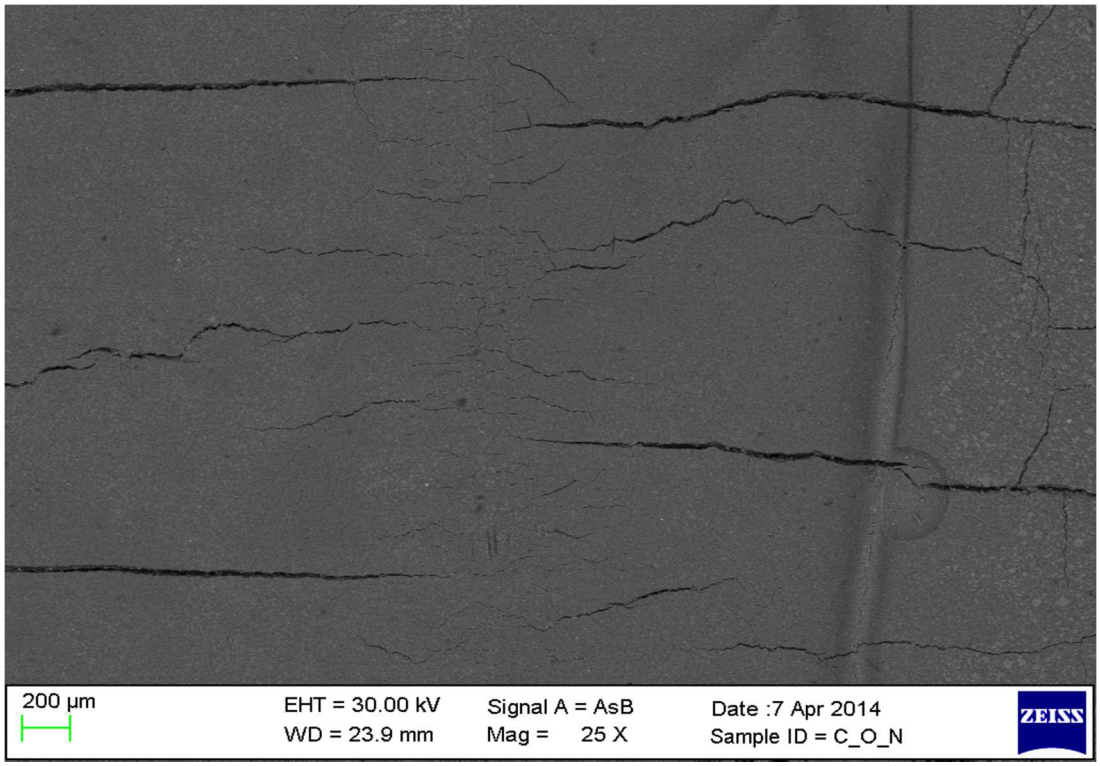
<u>Uhlíková vlákna (typ HTS) – povrch</u>

1. neodmaštěná a nevibrovaná



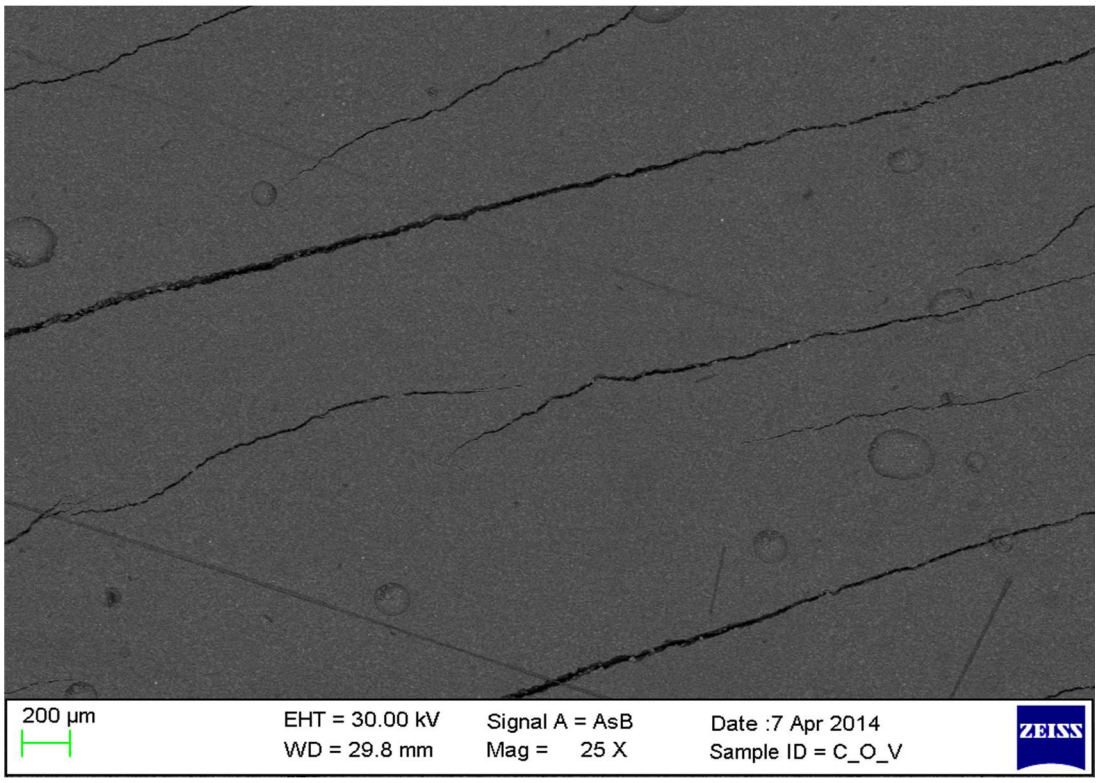
Obr. 48. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 49. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.

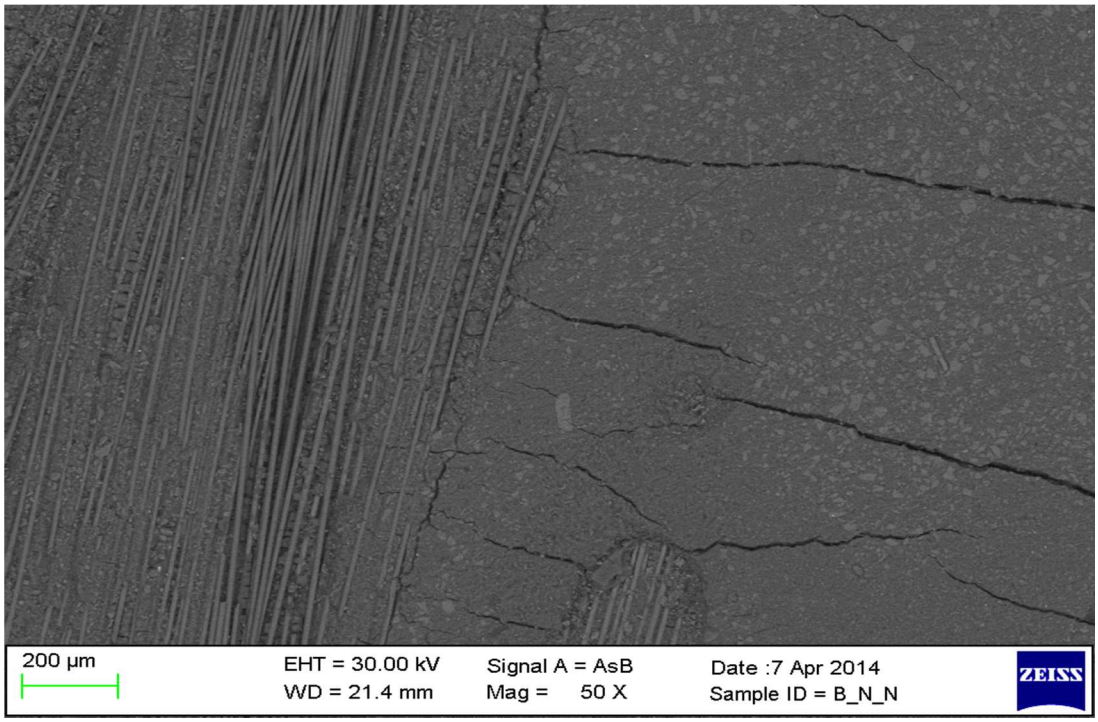
3. odmaštěná a vibrovaná



Obr. 50. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.

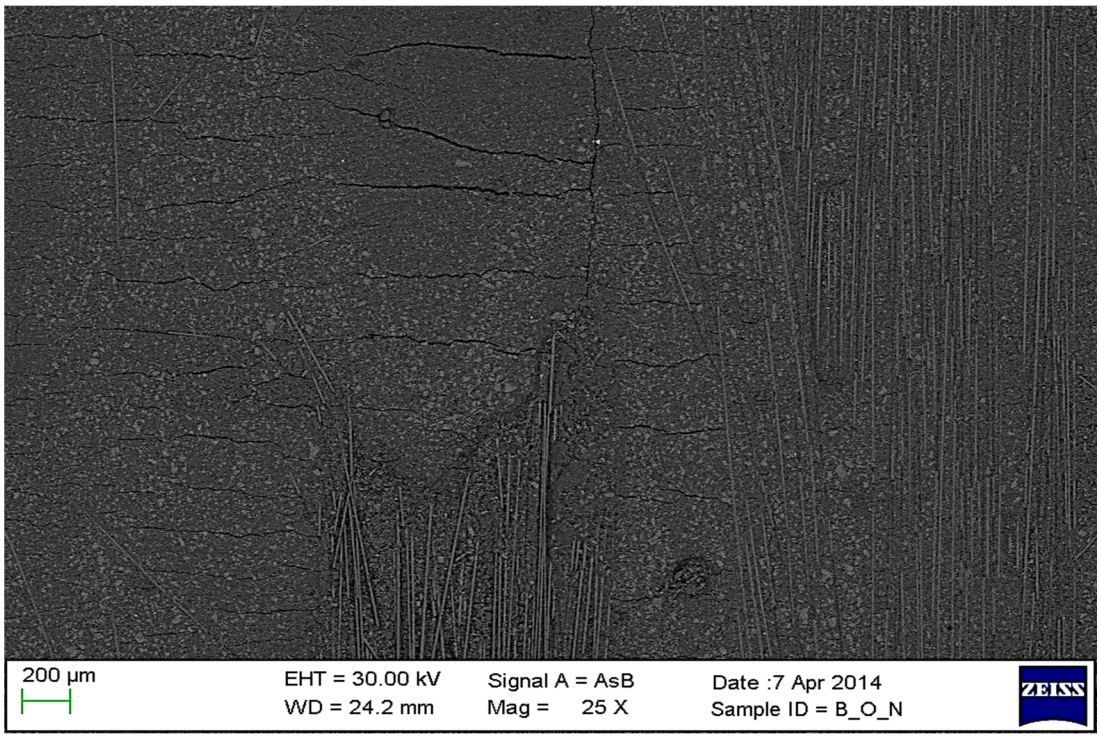
<u>Čedičová vlákna (typ BCF13) – povrch</u>

1. neodmaštěná a nevibrovaná



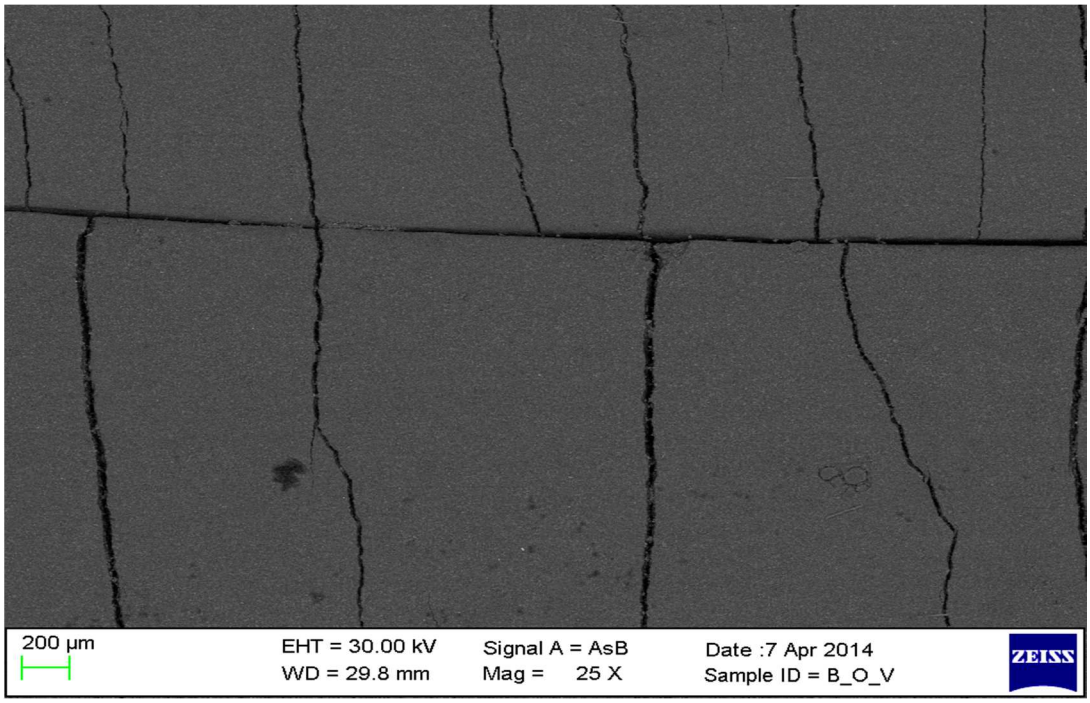
Obr. 51. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 52. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu. Ze snímku je vidět interakce trhliny – respektive jejich ukončení na vyztužujících vláknech.

3. odmaštěná a vibrovaná

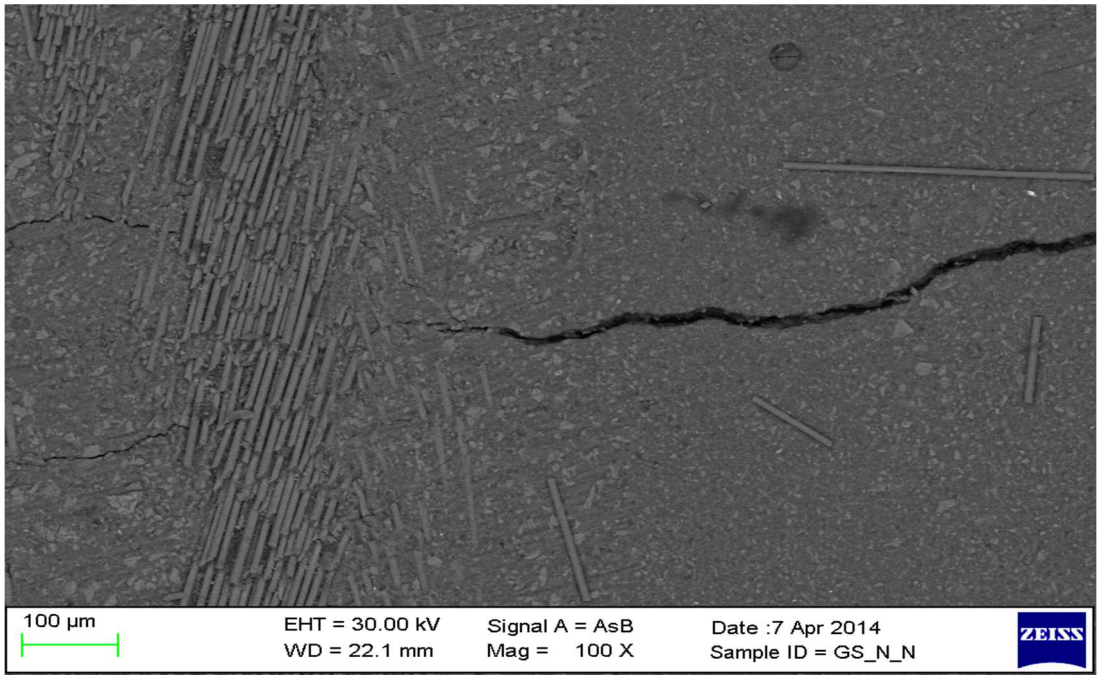


Obr. 53. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.

<u>Skelná punčoška (typ E) – povrch</u>

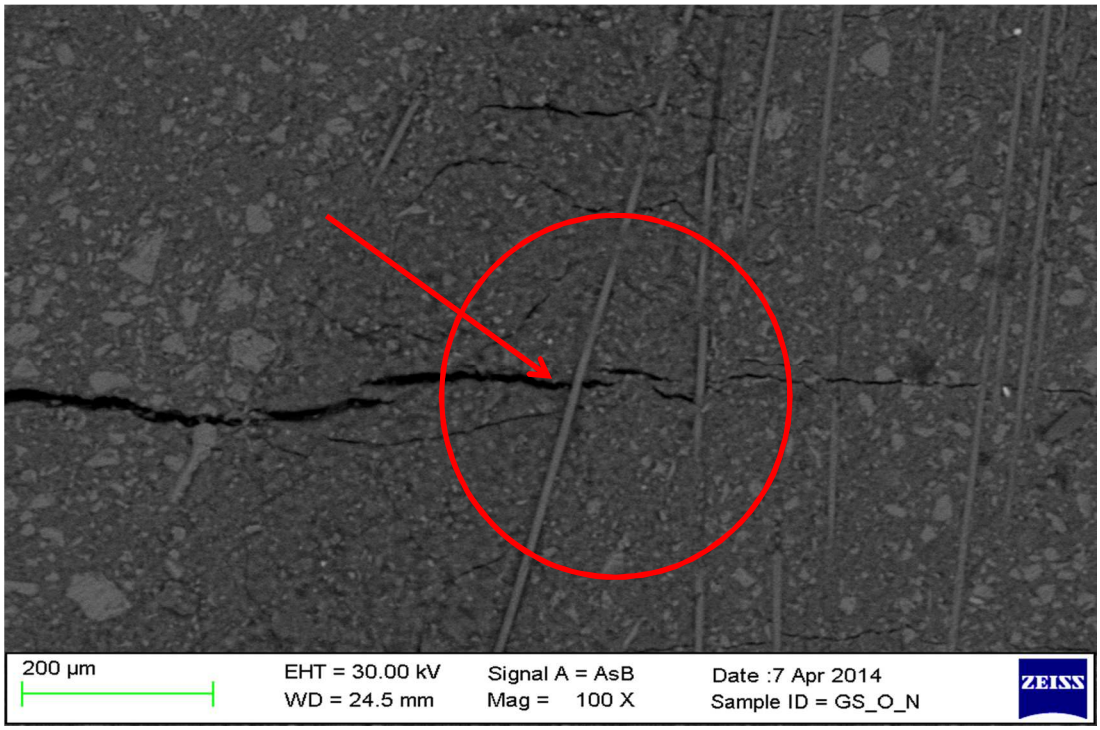
Po vibraci je možné pozorovat vydrolování matrice okolo vláken a uvolňování vláken z matrice. Tam, kde se nachází prasklina v matrici, jsou ale vlákna neporušena (přemosťují trhliny).

1. neodmaštěná a nevibrovaná



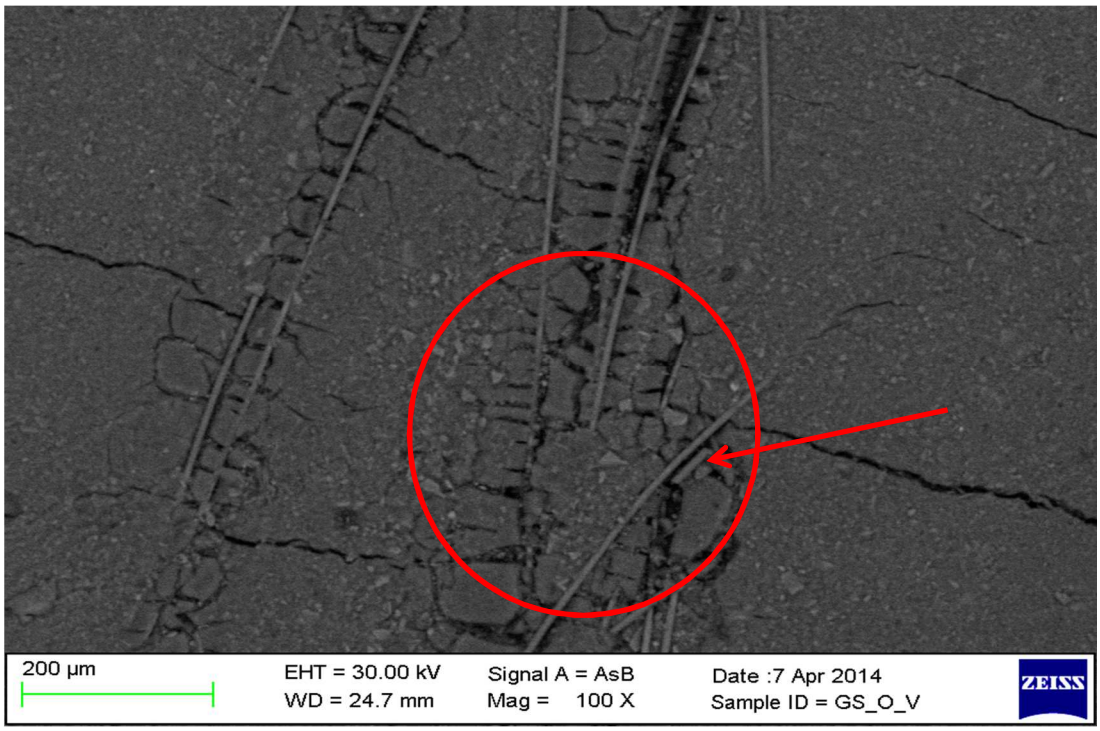
Obr. 54. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 55. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět interakce trhliny – respektive přemostění trhliny vyztužujícím vláknem.

3. odmaštěná a vibrovaná

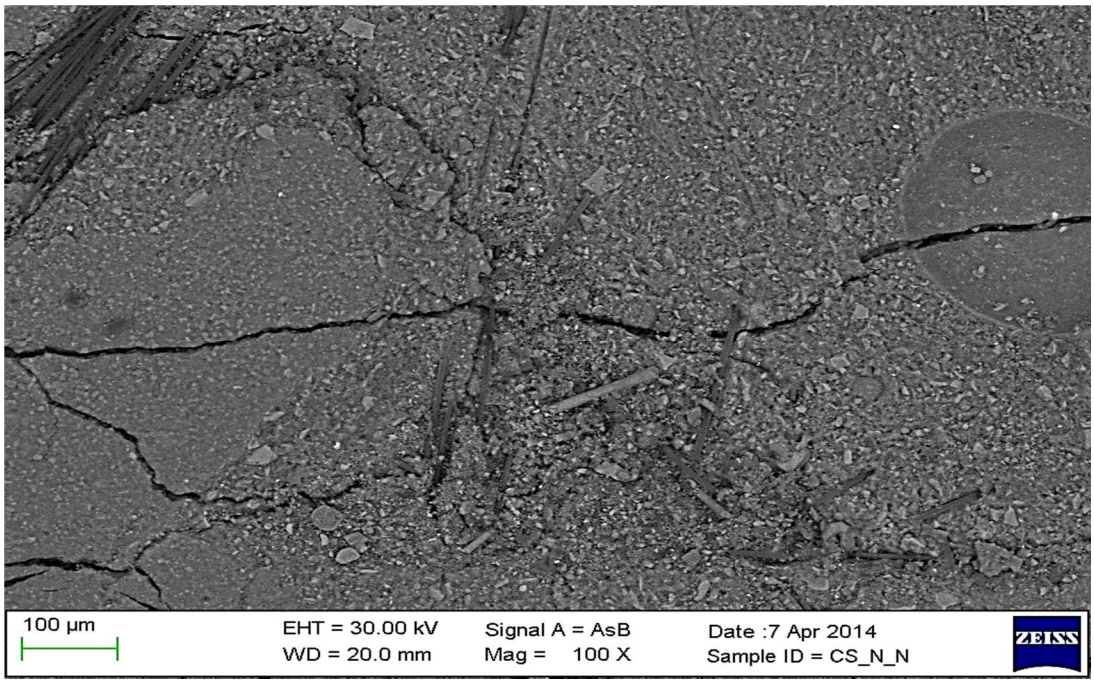


Obr. 56. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět jak vlákna vystupují z rozrušené geopolymerní matrice.

Uhlíková punčoška (typ HT) – povrch

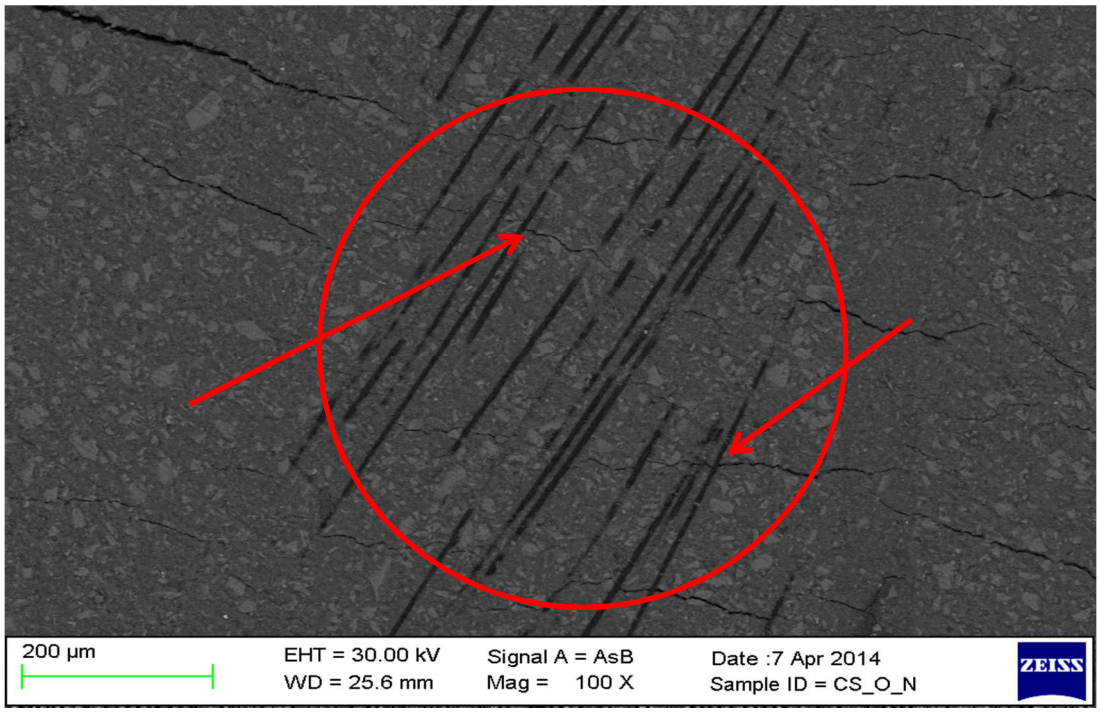
Vlákna jsou přes praskliny neporušena, ale můžeme pozorovat na neodmaštěných vláknech ne zrovna dobrou přilnavost. Před vibrací je povrch opět méně popraskán a vlákna jsou dobře zakomponována v matrici, ale po vibraci je kontakt mezi vlákny a matricí ještě horší.

1. neodmaštěná a nevibrovaná



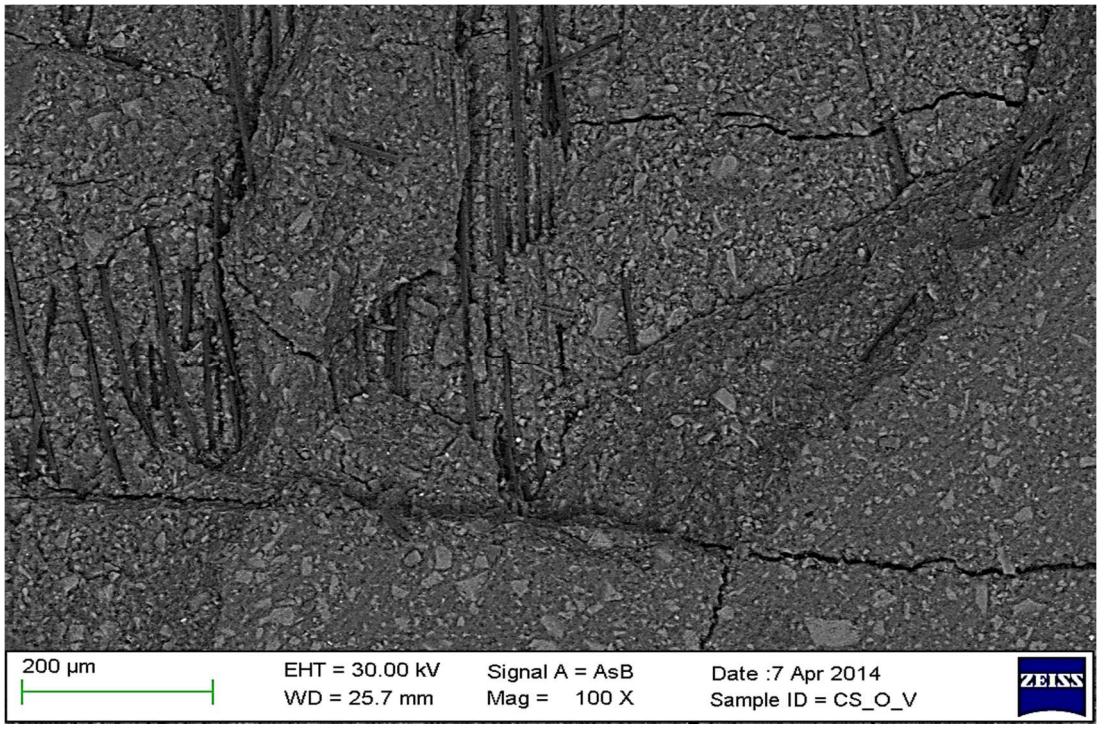
Obr. 57. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Ze snímku jsou vidět vvystupující vlákna z matrice.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 58. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět interakce trhliny – respektive přemostění nebo zastavení trhliny vyztužujícím vláknem.

3. odmaštěná a vibrovaná



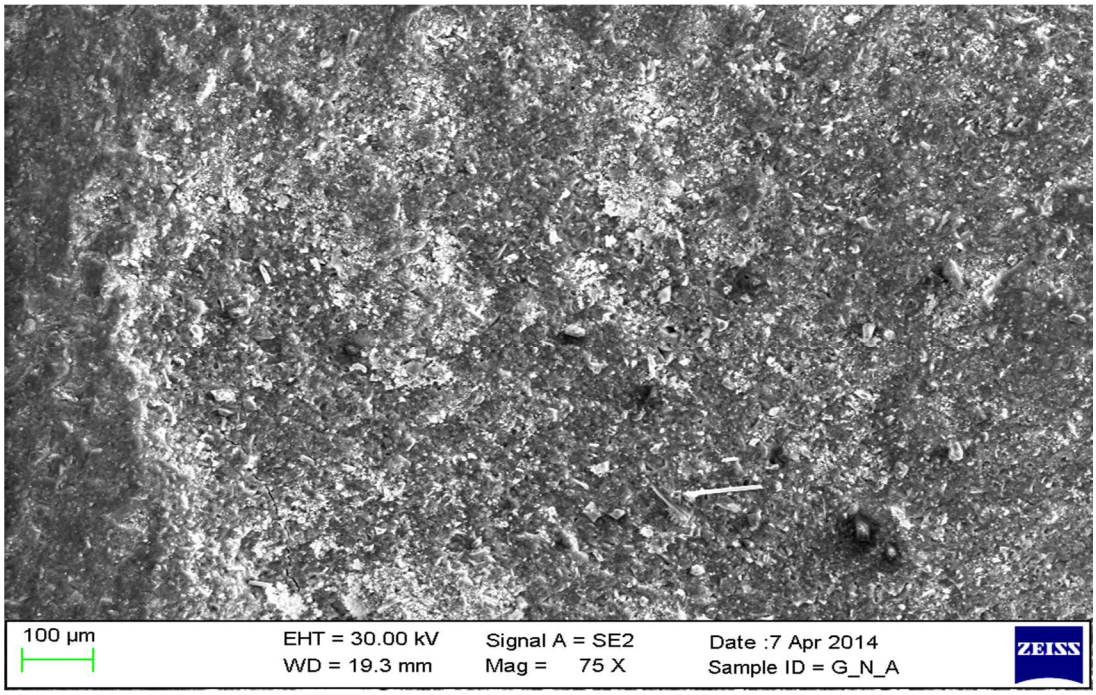
Obr. 59. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Ze snímku jsou vidět vvystupující vlákna z matrice.

3.10.2. Výsledky SEM mikroskopie - adheze vláken, průřez, lom

<u>Geopolymer L160 – lom</u>

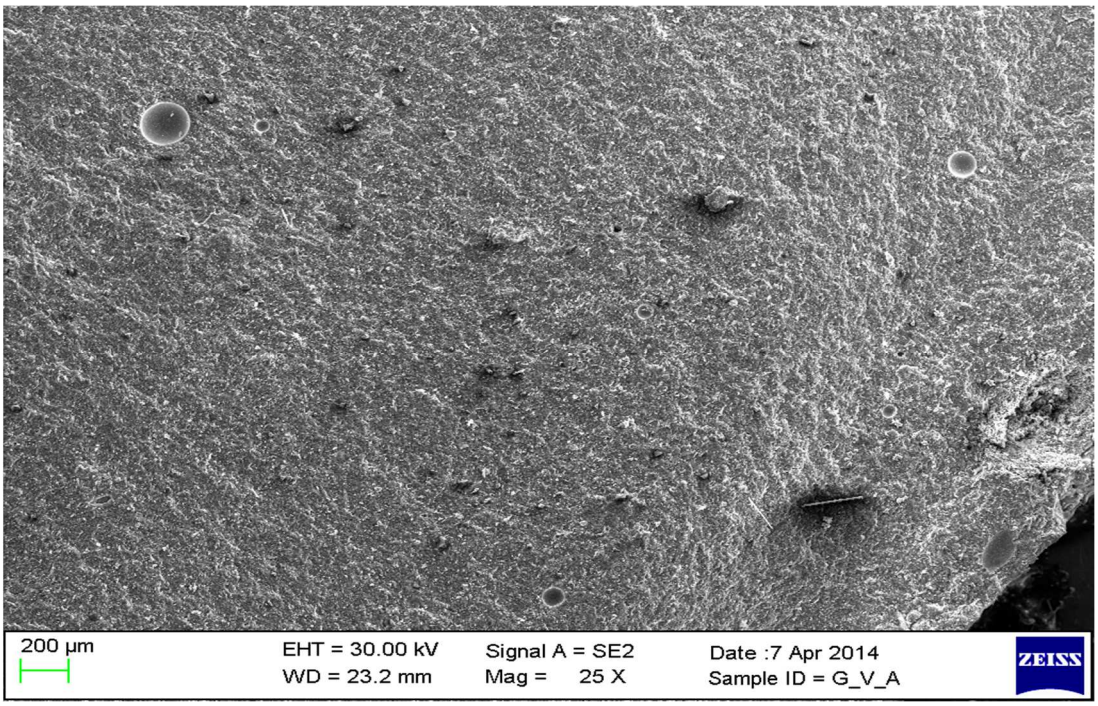
Mezi vibrovaným a nevibrovaným geopolymerním vzorkem nebyl nalezen žádný viditelný rozdíl.

1. nevibrovaná



Obr. 60. Lom nevibrovaného čistého geopolymeru.

2. vibrovaná

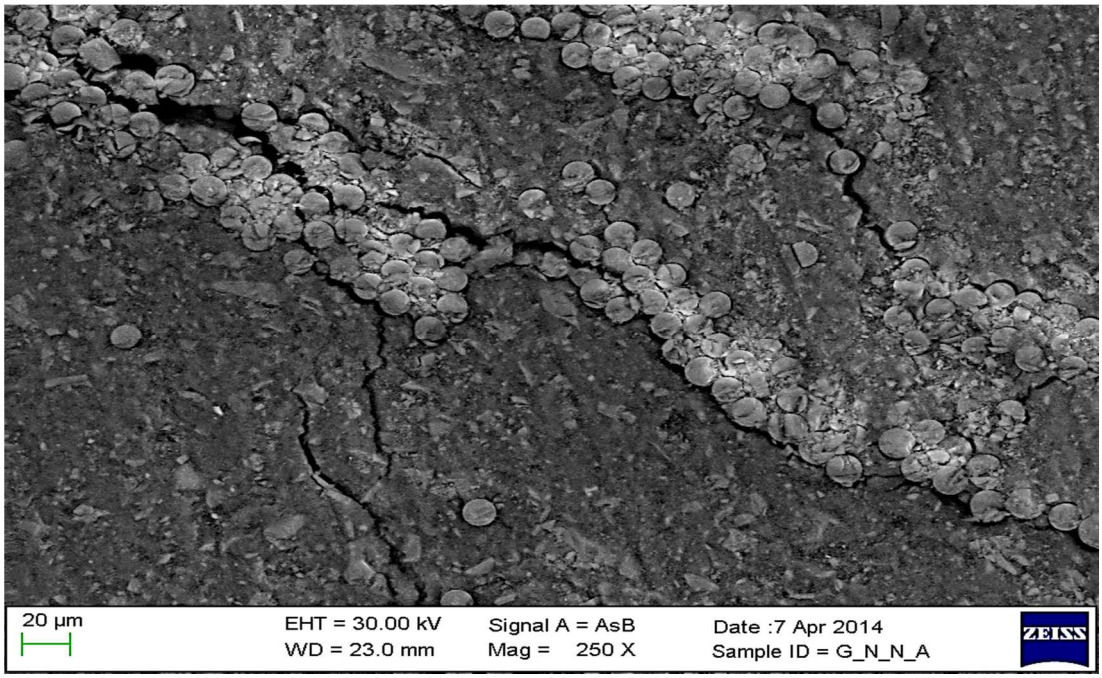


Obr. 61. Lom vibrovaného čistého geopolymeru.

<u>Skelná vlákna (typ AR) – průřez</u>

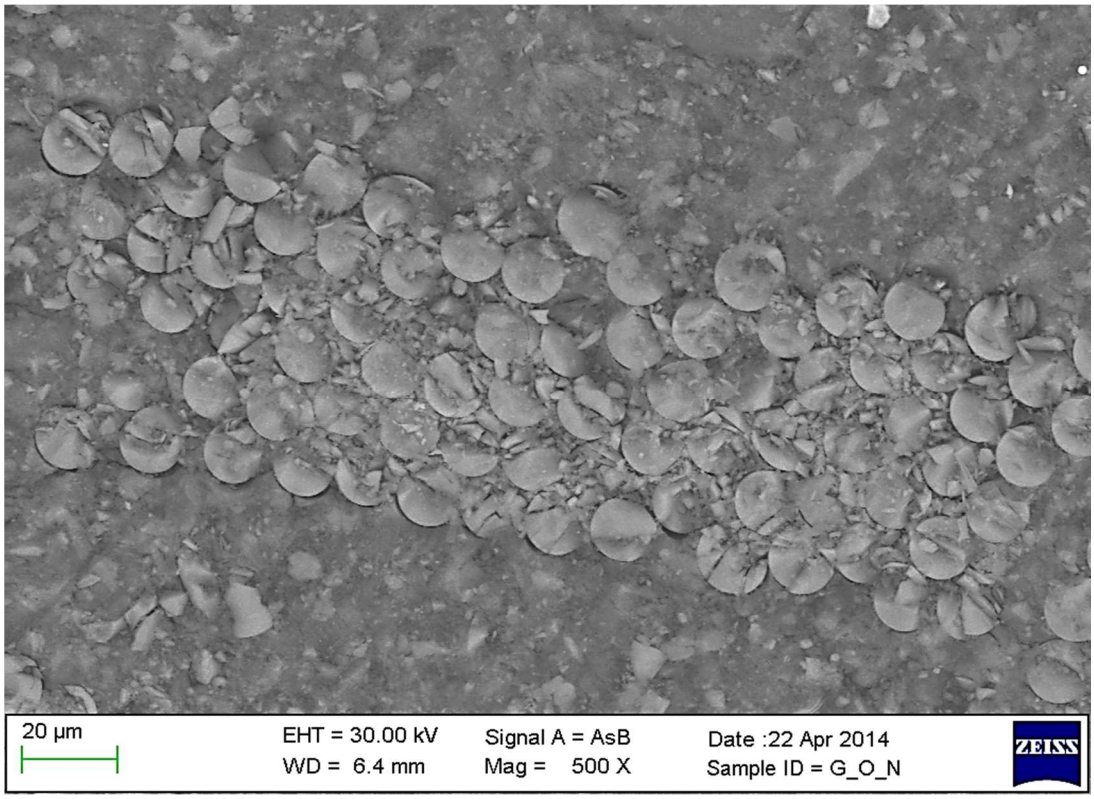
Na první pohled lze konstatovat, že adheze odmaštěných vláken je na mnohem lepší úrovni než neodmaštěných. Adheze po vibraci je změněna jen minimálně (větší mezery mezi vlákny a matricí)

1. neodmaštěná a nevibrovaná



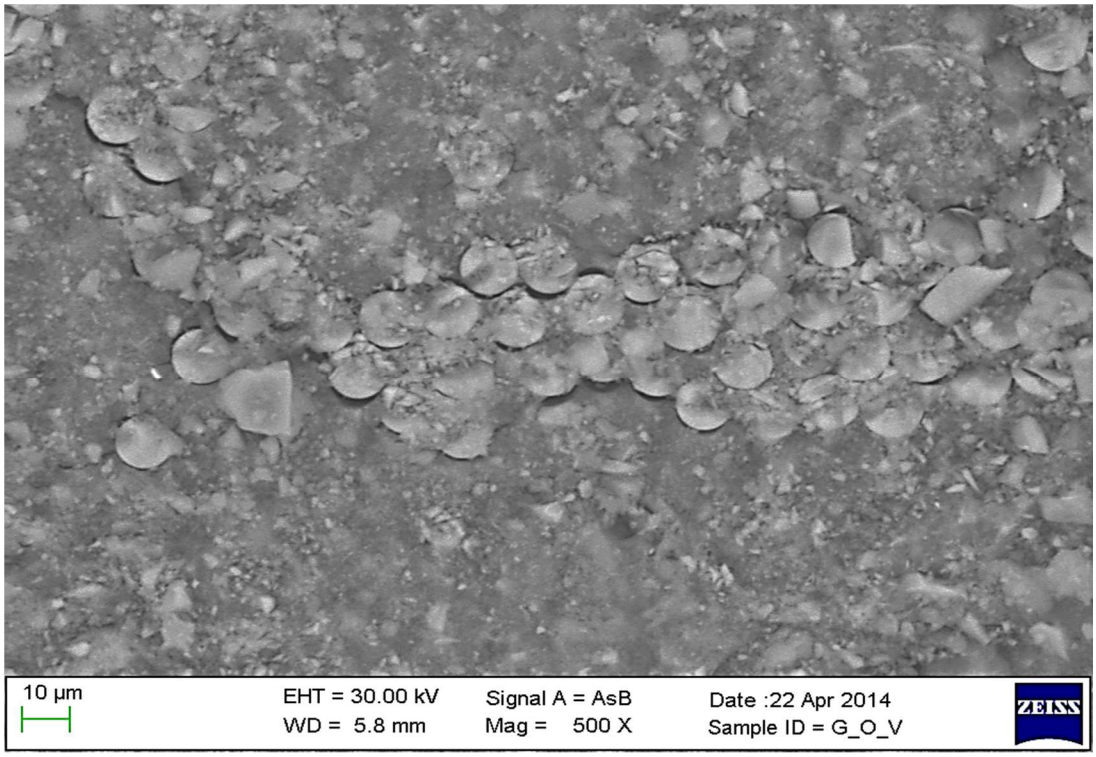
Obr. 62. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu. Ze snímku je vidět špatná adheze neodmaštěných vystužujících vláken.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 63. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu.

3. odmaštěná a vibrovaná

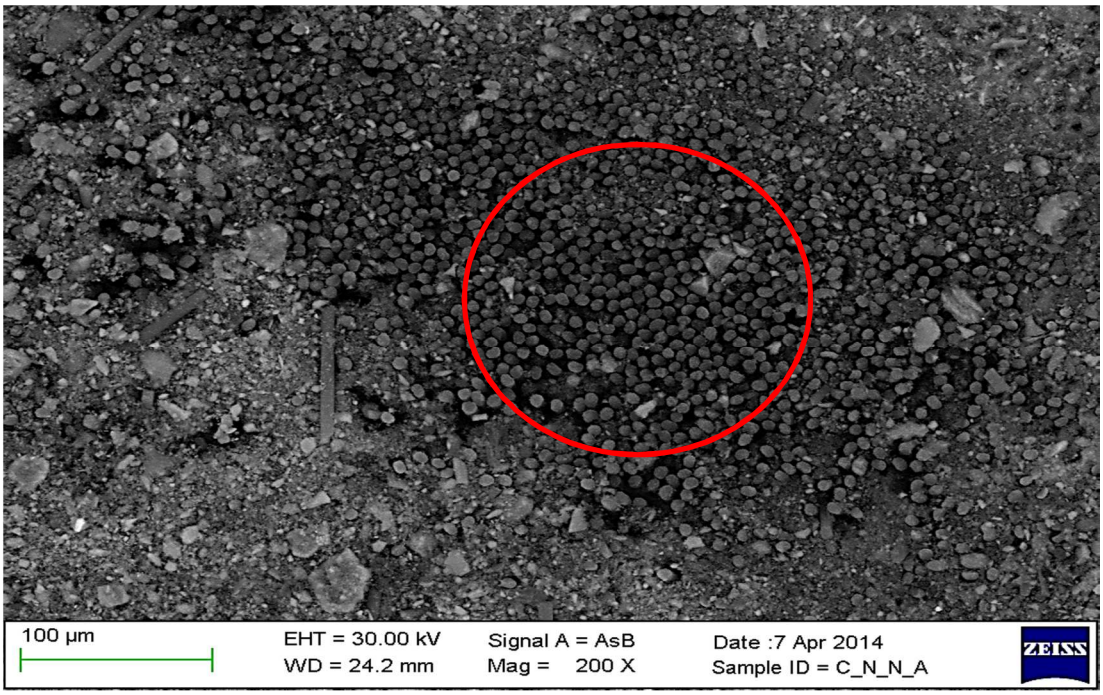


Obr. 64. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu.

Uhlíková vlákna (typ HTS) – průřez

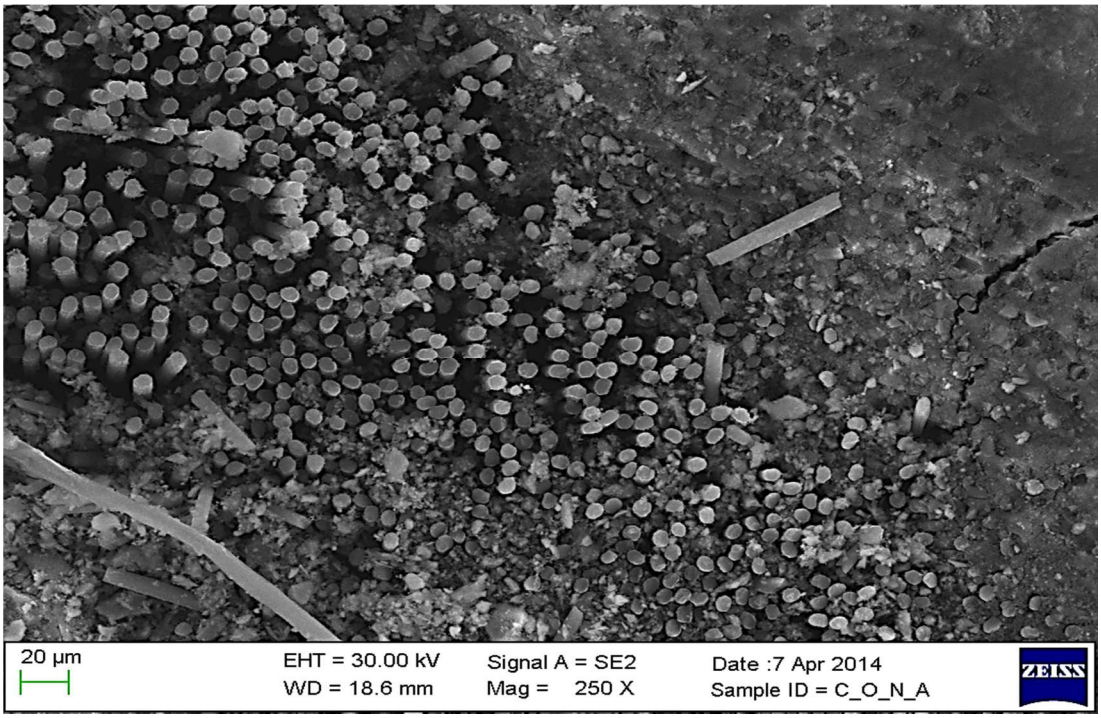
Adheze vláken je poměrně špatná, u odmaštěných vláken je o něco lepší než u neodmaštěných. Po vibraci nejsou pozorovány žádné změny.

1. neodmaštěná a nevibrovaná



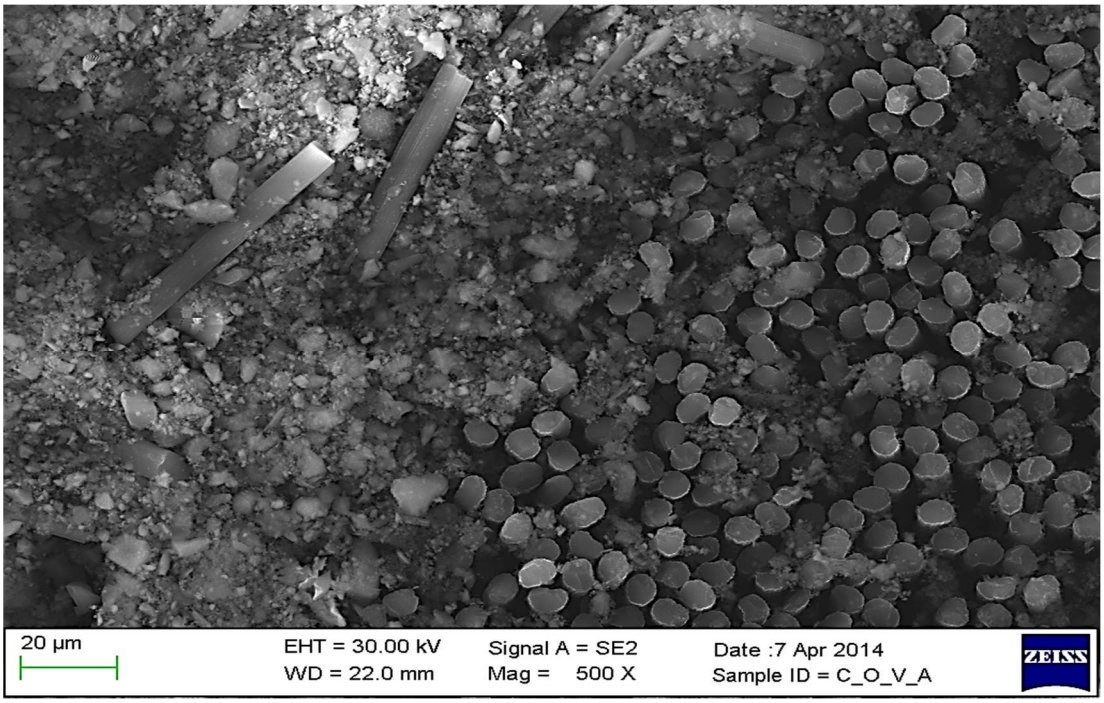
Obr. 65. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení svazku vláken.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 66. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu. Ze snímku je opět vidět špatné prosycení svazků vláken.

3. odmaštěná a vibrovaná

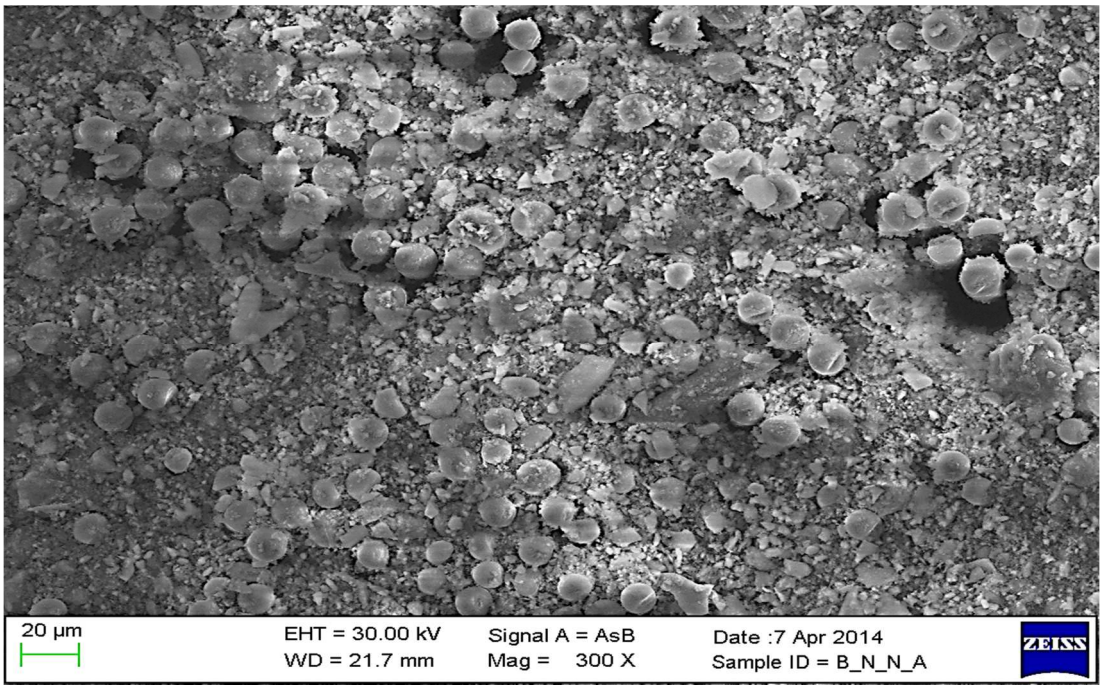


Obr. 67. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.

<u>Čedičová vlákna (typ BCF13) – průřez</u>

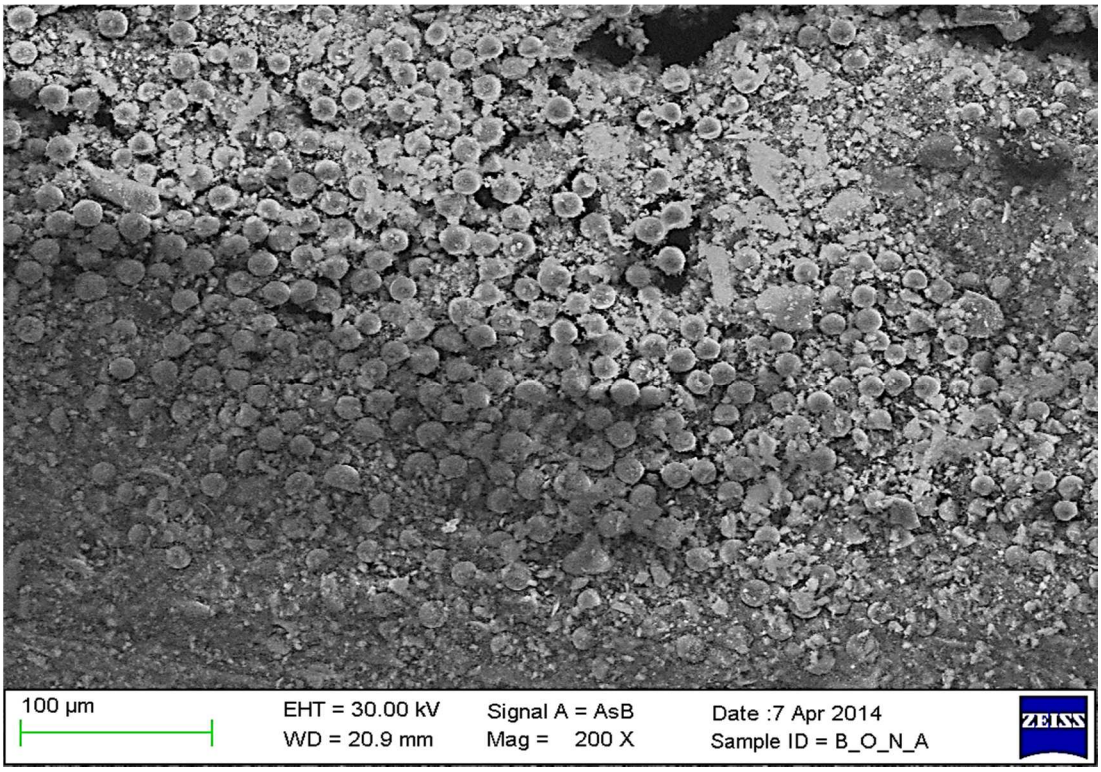
V případě čedičových vláken byla pozorována poměrně dobrá adheze jak před odmaštěním vláken, tak i po něm. Jednotlivá vlákna po odmaštění mají o něco lepší adhezi. Po vibraci došlo místy k rozrušení a částečnému uvolnění vláken.

1. neodmaštěná a nevibrovaná



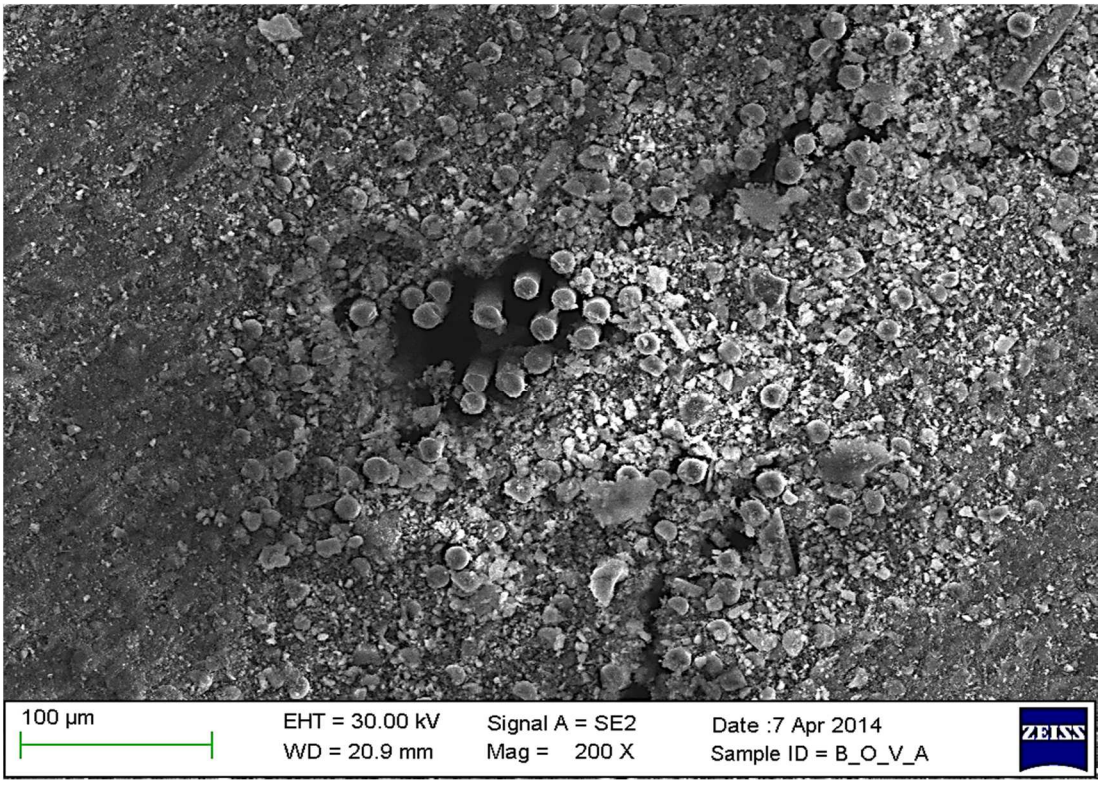
Obr. 68. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 69. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.

3. odmaštěná a vibrovaná

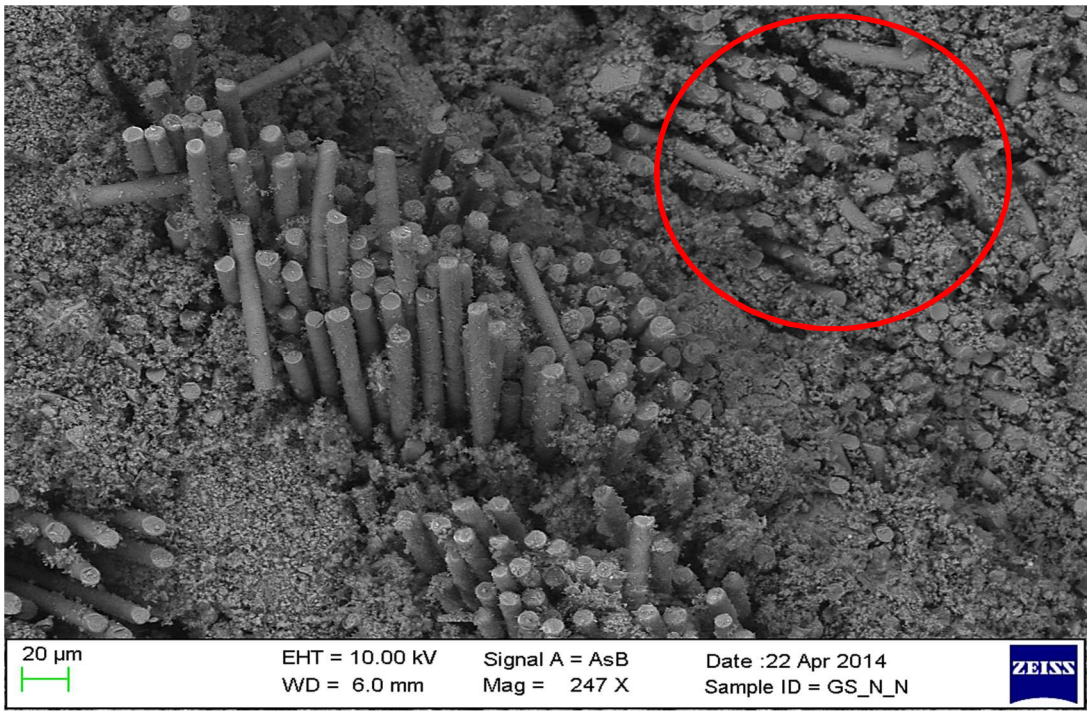


Obr. 70. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu. Ze snímku lze pozorovat částečné rozrušení.

Skelná punčoška (typ E) – průřez

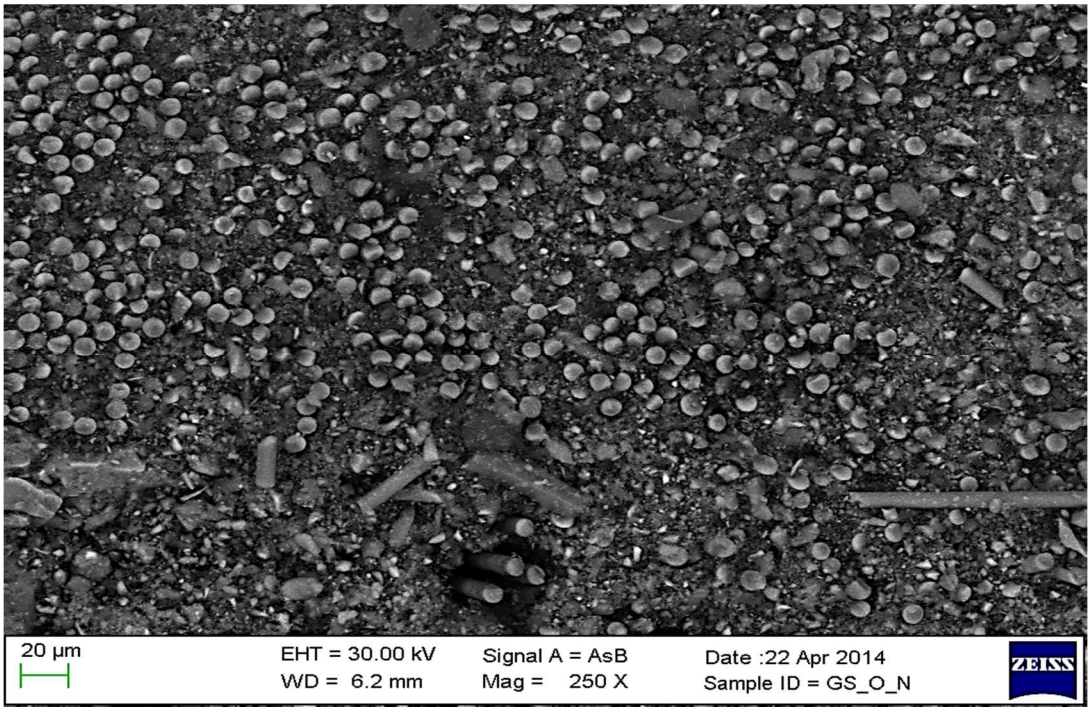
Adheze vláken se zdá být všude stejná, po vibraci došlo jen k rozšíření již vzniklých prasklin. Prosycení svazků vláken matricí není vyhovující.

1. neodmaštěná a nevibrovaná



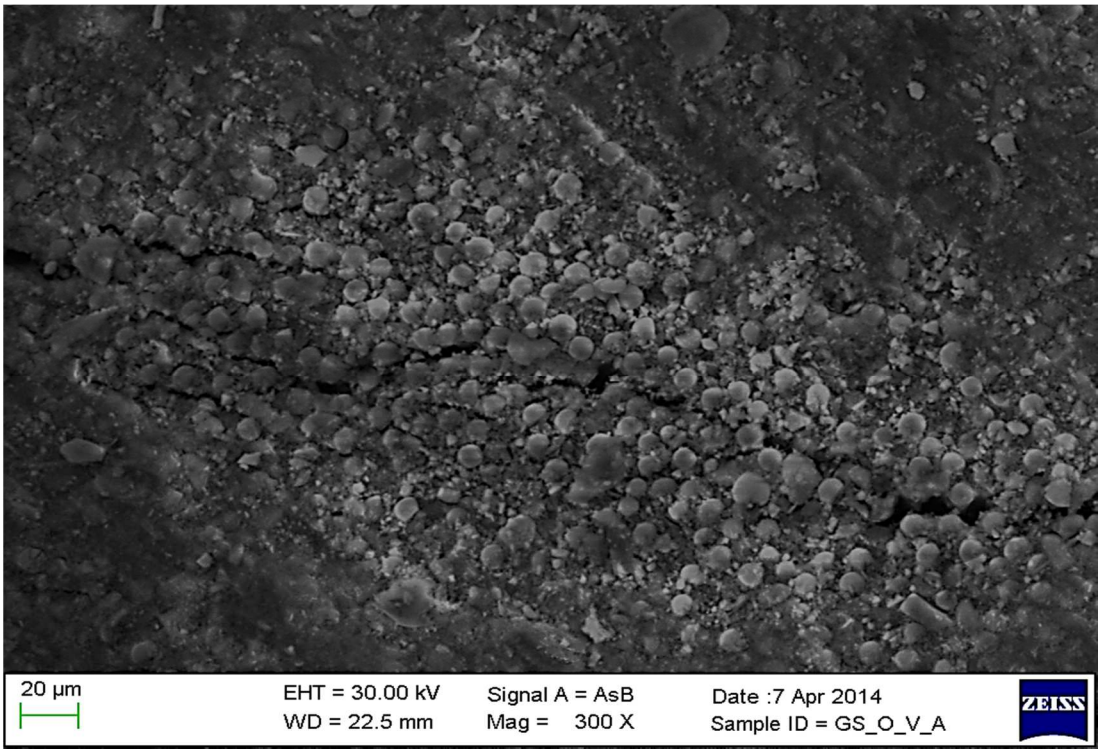
Obr. 71. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení svazků vláken.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 72. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky.

3. odmaštěná a vibrovaná

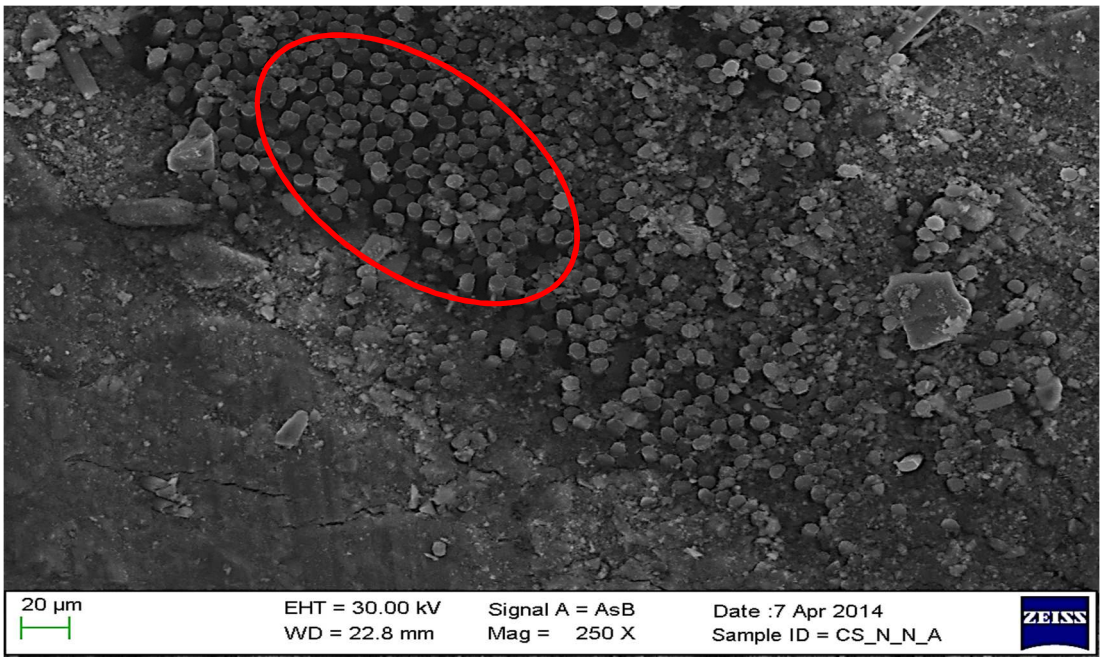


Obr. 73. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Ze snímku je vidět částečné porušení.

<u>Uhlíková punčoška (typ HT) – průřez</u>

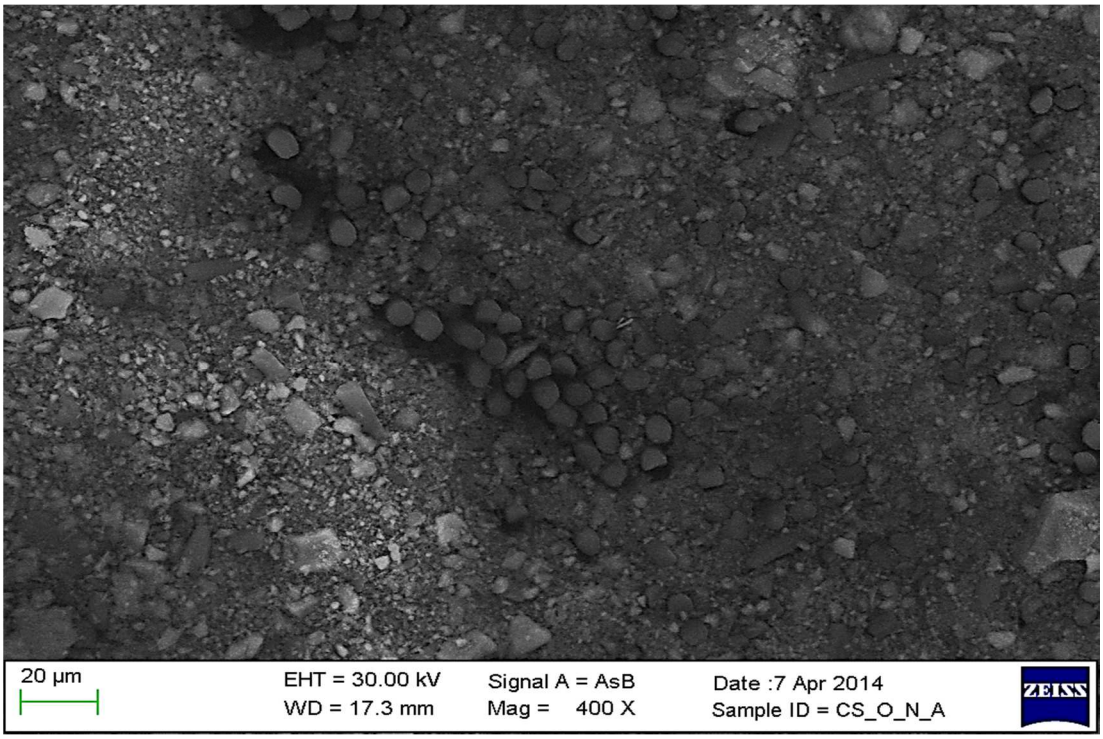
Adheze ve všech případech není moc dobrá, ani osamocená vlákna plně nesplývají s matricí. Po vibraci nejsou vidět žádné změny. Svazky vláken nejsou dobře prosyceny.

1. neodmaštěná a nevibrovaná



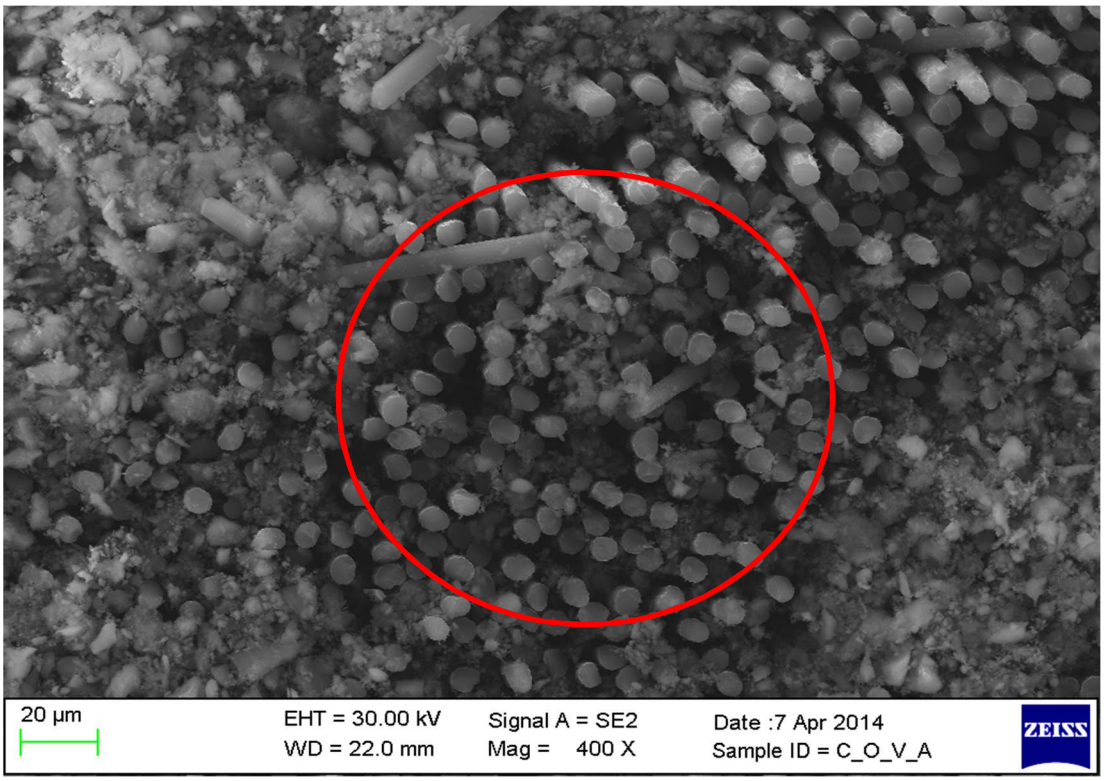
Obr. 74. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení vláken.

2. odmaštěná a nevibrovaná



Obr. 75. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky.

3. odmaštěná a vibrovaná



Obr. 76. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení svazků vláken.

3.10.3. Výsledky z ohybové zkoušky

Tab. 9. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky čistého geopolymeru L160.

GEOPOLYMER L160												
před vibrací												
OZN.	**PR [g]**	**PO [g]**	**b [mm]**	**h [mm]**	**W_O [mm^3]**	**L [mm]**	**L/h**	**A_{max} [mm]**	**F_{max} [N]**	**M_O [N.mm]**	**E [GPa]**	**σ [MPa]**
1	13,99	13,75	10,2	6,6	74,05	120	18,18	1,04	7,13	213,9	1,0	2,9
2	15,01	14,78	10,20	6,60	74,05	120,00	18,18	0,38	3,56	106,80	1,4	1,4
3	13,83	15,61	10,2	7,1	85,7	120	16,9	-	-	-	-	-
4	14,93	14,63	10,2	7,15	86,91	120	16,78	-	-	-	-	-
5	14,32	14,1	10,2	6,6	74,05	120	18,18	0,49	3,56	106,8	1,1	1,4
Ø	**14,42**	**14,57**	**10,2**	**6,91**	**81,28**	**120**	**17,39**	**0,64±0,29**	**4,75±1,68**	**142,5**	**1,0±0,2**	**1,9±0,7**
po vibraci												
1'	13,66	13,5	10,2	6,5	71,83	120	18,46	-	-	-	-	-
2'	13,45	13,18	10,2	7,1	85,7	120	16,9	0,63	7,13	213,9	1,3	2,5
3'	13,63	13,27	10,2	7,1	85,7	120	16,9	0,67	14,25	427,5	2,5	5
4'	14,82	14,58	10,2	7,1	85,7	120	16,9	-	-	-	-	-
5'	14,35	14,1	10,2	6,9	80,94	120	17,39	-	-	-	-	-
Ø	**13,98**	**13,73**	**10,2**	**6,94**	**81,97**	**120**	**17,31**	**0,65±0,02**	**10,69±3,56**	**320,7**	**2,1±0,6**	**3,7±1,2**

Tab. 10. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky se skelnými vlákna typu AR z rovingu.

VZORKY SE SKLENÝMI VLÁKNY- AR (ROVING)												
před vibrací												
OZN.	**PR [g]**	**PO [g]**	**b [mm]**	**h [mm]**	**W_O [mm^3]**	**L [mm]**	**L/h**	**A_{max} [mm]**	**F_{max} [N]**	**M_O [N.mm]**	**E [GPa]**	**σ [MPa]**
1	7,78	7,42	10,25	3,2	17,49	120	37,5	14,16	71,26	2137,8	6,5	122,2
2	7,62	7,51	10,25	3,3	18,6	120	36,36	11,26	71,26	2137,8	7,4	114,9
3	7,16	7,02	10,25	3	15,38	120	40	11,08	89,08	2672,4	12,5	173,8
4	7,76	7,46	10,35	3,3	18,79	120	36,36	13,22	114,02	3420,6	10,0	182,1
5	7,73	7,53	10,25	3,3	18,6	120	36,36	12,31	89,08	2672,4	8,5	143,6
Ø	**7,61**	**7,39**	**10,27**	**3,22**	**17,77**	**120**	**37,32**	**12,41±1,17**	**86,94±15,71**	**2608,2**	**8,8± 2,1**	**147,3±26,9**
po vibraci												
1'	7,31	7,23	10,2	3,1	16,34	120	38,71	12,62	78,39	2351,7	8,8	143,9
2'	7,11	6,93	10,25	3,1	16,42	120	38,71	10,55	64,14	1924,2	8,6	117,2
3'	7,43	7,31	10,25	3,3	18,6	120	36,36	11,03	85,51	2565,3	9,1	137,9
4'	8,09	7,96	10,3	3,4	19,84	120	35,29	9,15	64,14	1924,2	7,5	97
5'	7,67	6,94	10,4	3	15,6	120	40	11,66	64,14	1924,2	8,5	123,3
Ø	**7,52**	**7,27**	**10,28**	**3,18**	**17,36**	**120**	**37,82**	**11,00±1,16**	**71,26±9,01**	**2137,92**	**8,5 ±0,5**	**123,9±16,5**
neodmaštěná a nevibrovaná vlákna												
NE2	**6,52**	**6,26**	**10,2**	**3,6**	**22,03**	**120**	**33,33**	**10,59±1,06**	**103,33±10,33**	**3099,9**	**8,9± 0,9**	**140,7±14,07**

Tab. 11. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky s uhlíkovými vlákny typu HTS z rovingu.

VZORKY S UHLÍKOVÝMI VLÁKNY – HTS (ROVING)												
před vibrací												
OZN.	**PR [g]**	**PO [g]**	**b [mm]**	**h [mm]**	**W_O [mm^3]**	**L [mm]**	**L/h**	**A_{max} [mm]**	**F_{max} [N]**	**M_O [N.mm]**	**E [GPa]**	**σ [MPa]**
1	8,43	8,3	10,25	3,95	26,65	120	30,38	5,9	114,02	3420,6	13,2	128,3
2	8,91	8,84	10,25	4,2	30,14	120	28,57	4,57	110,46	3313,8	13,7	110
3	9,14	9,06	10,25	4,35	32,33	120	27,59	4,44	160,34	4810,2	18,5	148,8
4	9,41	9,32	10,25	4,3	31,59	120	27,91	5,32	110,46	3313,8	11,0	104,9
5	9,59	9,46	10,25	4,4	33,07	120	27,27	4,04	99,77	2993,1	12,2	90,5
Ø	**9,1**	**9**	**10,25**	**4,24**	**30,76**	**120**	**28,34**	**4,85±0,67**	**119,01±21,21**	**3570,3**	**13,6±2,6**	**116,5±20,2**
po vibraci												
1‘	9,35	9,22	10,25	4,1	28,72	120	29,27	3,85	85,51	2565,3	13,6	89,3
2‘	9,81	9,63	10,25	4,4	33,07	120	27,27	6,9	142,52	4275,6	10,2	129,3
3‘	10,7	10,25	10,3	4,8	39,55	120	25	5,13	121,14	3634,2	9,0	91,9
4‘	9,83	9,64	10,25	4,45	33,83	120	26,97	5,45	121,14	3634,2	10,6	107,4
5‘	8,8	8,66	10,25	4,15	29,42	120	28,92	3,51	74,82	2244,6	12,6	76,3
Ø	**9,7**	**9,48**	**10,26**	**4,38**	**32,92**	**120**	**27,48**	**4,97±1,21**	**109,03±25,05**	**3270,78**	**11,0±1,7**	**98,8±18,2**
neodmaštěná a nevibrovaná vlákna												
NE1	**10,13**	**9,9**	**10,5**	**4,75**	**39,48**	**120**	**25,26**	**3,91±0,36**	**142,52±14,25**	**4275,6**	**14,0±1,4**	**108,3±10,8**

Tab. 12. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky s čedičovými vlákny typu BCF13 z rovingu.

VZORKY S ČEDIČOVÝMI VLÁKNY – BCF13 (ROVING)												
před vibrací												
OZN.	**PR [g]**	**PO [g]**	**b [mm]**	**h [mm]**	**W_O [mm^3]**	**L [mm]**	**L/h**	**A_{max} [mm]**	**F_{max} [N]**	**M_O [N.mm]**	**E [GPa]**	**σ [MPa]**
1	8,56	7,87	10,4	3,4	20,04	120	35,29	10,39	121,14	3634,2	12,3	181,4
2	9,07	8,91	10,3	3,8	24,79	120	31,58	7,47	121,14	3634,2	12,4	146,6
3	7,66	7,51	10,25	3,2	17,49	120	37,5	11,76	92,64	2779,2	10,1	158,9
4	8,78	8,62	10,3	3,85	25,45	120	31,17	8,44	124,71	3741,3	10,9	147
5	8,04	7,72	10,25	3,4	19,75	120	35,29	10,47	114,02	3420,6	11,7	173,2
Ø	**8,42**	**8,13**	**10,3**	**3,53**	**21,5**	**120**	**34,17**	**9,71±1,54**	**114,73±11,58**	**3441,9**	**11,3±0,9**	**161,4±13,9**
po vibraci												
1'	7,73	7,26	10,25	3,2	17,49	120	37,5	12,58	92,64	2779,2	9,5	158,9
2'	6,96	6,81	10,25	3,1	16,42	120	38,71	7,41	78,39	2351,7	15,0	143,2
3'	7,8	7,59	10,25	3,35	19,17	120	35,82	8,21	78,39	2351,7	10,7	122,7
4'	9,34	8,83	10,3	3,8	24,79	120	31,58	9,98	131,83	3954,9	10,1	159,5
5'	7,75	7,59	10,25	3,3	18,6	120	36,36	10,03	99,77	2993,1	11,7	160,9
Ø	**7,92**	**7,62**	**10,26**	**3,35**	**19,29**	**120**	**35,99**	**9,64±1,78**	**96,20±19,64**	**2886,12**	**11,2±1,9**	**149,0±14,7**
neodmaštěná a nevibrovaná vlákna												
NE2	**9,09**	**7,85**	**10,35**	**3,65**	**22,98**	**120**	**32,88**	**12,61±1,26**	**117,58±11,76**	**3527,4**	**8,0±0,8**	**153,5±15,4**

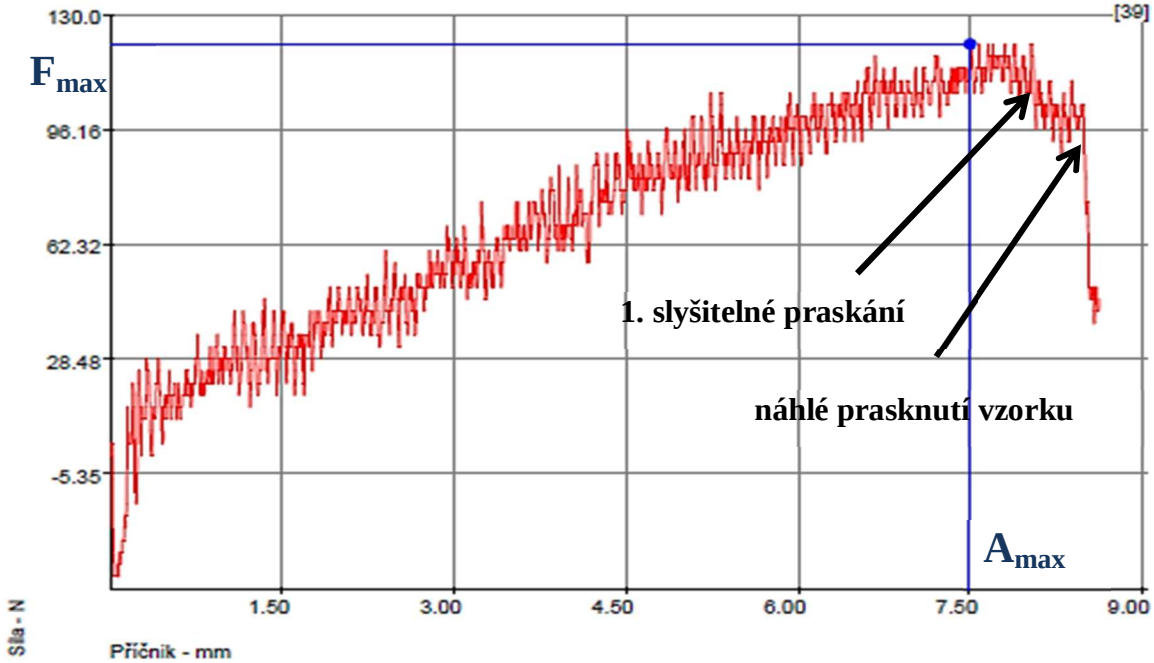
Tab. 13. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky se skelnými vlákny typu E ve formě punčošky.

VZORKY SE SKELNÝMI VLÁKNY – E (PUNČOŠKA)												
před vibrací												
OZN.	**PR [g]**	**PO [g]**	**b [mm]**	**h [mm]**	**W_O [mm^3]**	**L [mm]**	**L/h**	**A_{max} [mm]**	**F_{max} [N]**	**M_O [N.mm]**	**E [GPa]**	**σ [MPa]**
1	10,82	10,60	10,45	4,60	36,85	120,00	26,09	8,14	99,77	2993,1	5,2	81,2
2	11,49	11,23	10,45	4,70	38,47	120,00	25,53	7,8	106,89	3206,7	5,5	83,3
3	11,88	11,65	10,45	4,90	41,82	120,00	24,49	6,48	103,33	3099,9	5,6	74,1
4	11,88	11,66	10,50	4,90	42,02	120,00	24,49	13,54	131,83	3954,9	3,4	94,1
5	10,07	9,94	10,45	4,25	31,46	120,00	28,24	10,83	89,08	2672,4	4,4	84,9
Ø	**11,23**	**11,02**	**10,46**	**4,67**	**38,12**	**120,00**	**25,77**	**9,36±2,52**	**106,18±14,14**	**3185,4**	**4,6±0,8**	**83,6±6,5**
po vibraci												
1'	11,28	11,02	10,45	4,70	38,47	120,00	25,53	7,05	106,89	3206,7	6,0	83,3
2'	10,88	10,70	10,45	4,45	34,49	120,00	26,97	9,65	110,46	3313,8	5,4	96,1
3'	11,37	10,62	10,50	4,75	39,48	120,00	25,26	7,55	89,08	2672,4	4,5	67,7
4'	12,00	11,73	10,45	4,90	41,82	120,00	24,49	5,94	106,89	3206,7	6,3	76,7
5'	10,63	10,40	10,40	4,45	34,32	120,00	26,97	10,14	85,51	2565,3	4,0	74,7
Ø	**11,23**	**10,89**	**10,45**	**4,65**	**37,72**	**120,00**	**25,84**	**8,07±1,59**	**99,77±10,33**	**2993,0**	**5,1±0,9**	**79,7±9,6**
neodmaštěná a nevibrovaná vlákna												
NE2	**12,13**	**11,79**	**10,70**	**4,80**	**41,09**	**120,00**	**25,00**	**11,86±1,19**	**117,58±11,76**	**3527,4**	**3,6±0,4**	**85,8±8,6**

Tab. 14. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky s uhlíkovými vlákny typu HT ve formě punčošky.

VZORKY S UHLÍKOVÝMI VLÁKNY – HT (PUNČOŠKA)												
před vibrací												
OZN.	**PR [g]**	**PO [g]**	**b [mm]**	**h [mm]**	**W_O [mm^3]**	**L [mm]**	**L/h**	**A_{max} [mm]**	**F_{max} [N]**	**M_O [N.mm]**	**E [GPa]**	**σ [MPa]**
1	12,23	12,11	10,45	6,7	78,18	120	17,91	3,56	121,14	3634,2	5,6	46,5
2	13,12	13,06	10,45	6,1	64,81	120	19,67	5,96	146,09	4382,7	4,5	67,6
3	14,82	14,6	10,45	6,5	73,59	120	18,46	2,33	174,59	5237,7	13,0	71,2
4	12,97	12,85	10,4	6	62,4	120	20	4,27	167,46	5023,8	7,5	80,5
5	12,52	12,27	10,6	5,85	60,46	120	20,51	6	192,4	5772	6,5	95,5
Ø	**13,13**	**12,98**	**10,47**	**6,23**	**67,89**	**120**	**19,31**	**4,42±1,41**	**160,34±24,68**	**4810,08**	**6,6±2,9**	**72,3±16,1**
po vibraci												
1'	12,38	12,25	10,45	5,75	57,58	120	20,87	4,67	167,46	5023,8	7,8	87,2
2'	13,35	13,24	10,5	6,1	65,12	120	19,67	4,83	203,09	6092,7	7,6	93,6
3'	13,48	13,36	10,4	6,3	68,8	120	19,05	3	146,09	4382,7	8,1	63,7
4'	12,63	12,45	10,45	5,9	60,63	120	20,34	4,03	138,96	4168,8	6,9	68,8
5'	12,18	12,08	10,4	5,8	58,31	120	20,69	4,83	128,27	3848,1	5,7	66
Ø	**12,8**	**12,68**	**10,44**	**5,97**	**62,09**	**120**	**20,12**	**4,27±0,70**	**156,77±26,47**	**4703,22**	**7,1±0,9**	**75,9±12,2**
neodmaštěná a nevibrovaná vlákna												
NE2	**14,05**	**13,92**	**10,7**	**6,4**	**73,05**	**120**	**18,75**	**4,72±0,47**	**185,28±18,53**	**5558,4**	**6,0±0,6**	**76,1±7,6**

Ostatní grafy z ohybové zkoušky vypadají pro všechny vzorky podobně a jsou přiloženy ve *3. Příloze.*

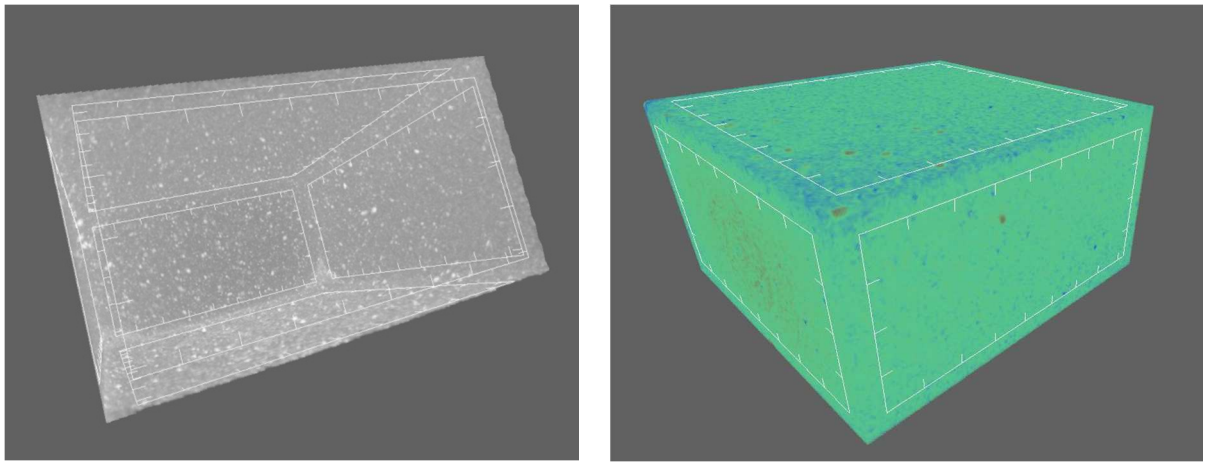


Graf 2. Průběh zatěžující síly F na průhybu A při ohybové zkoušce geopolymerního kompozitu s čedičovými vlákny BCF13 z rovingu - nevibrovaného.

3.10.4. Výsledky z počítačové tomografie (CT)

<u>Geopolymer L160:</u>

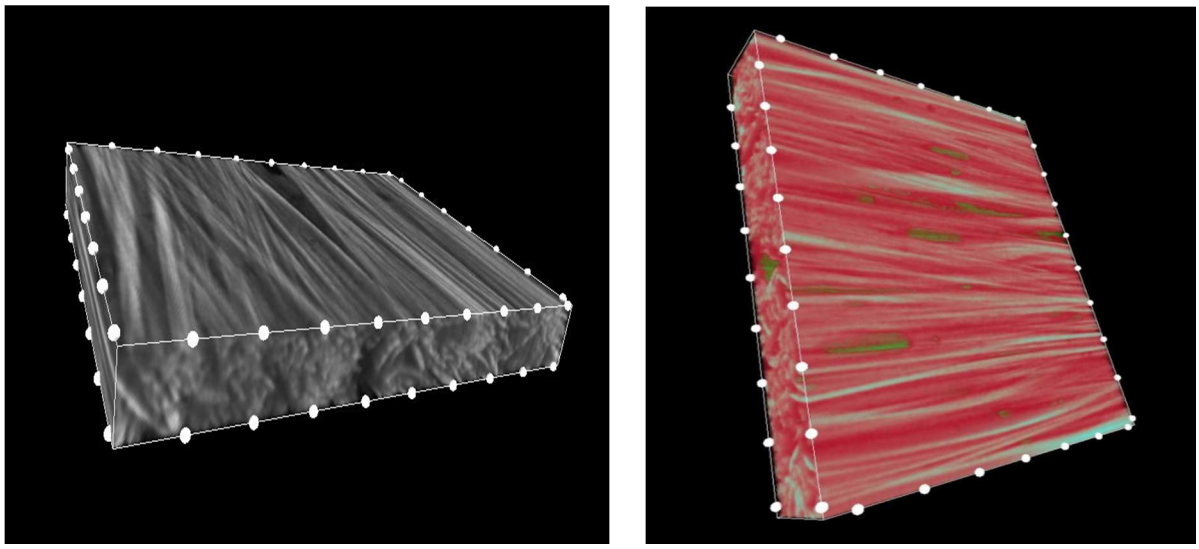
Čistý geopolymer L160: napětí rentgenky – 80 kV; proud – 125 µA; expozice – 1954 ms; rozlišení - 10,000047 µm; délka skenování - 01:02:00, pórovitost ≈ 0,02 obj%.



Obr. 77. Čistý geopolymer L160, 1 dílek - 1mm, vlevo (bílé) a vpravo (modré) viditelné částice s jinou hustotou než geopolymer, může se jednat o nečistoty ale spíše o kousky hruběji namletého metakaolinu, hnědé tečky představují vzduchové bubliny (vpravo).

Skelná vlákna:

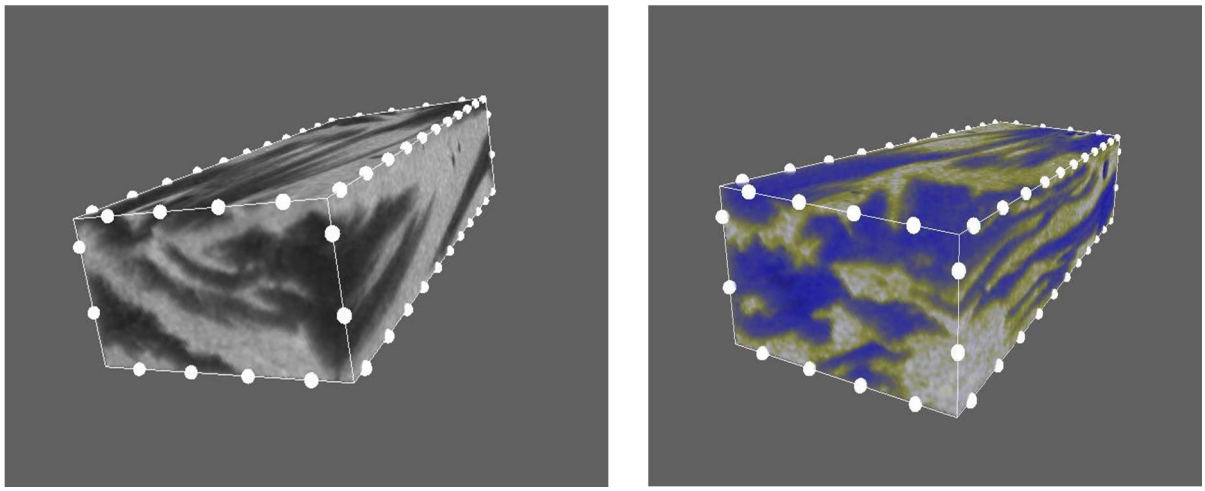
Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých skelných vláken typu AR: napětí rentgenky – 90 kV; proud – 111 µA; expozice – 1024 ms; rozlišení - 13,439847 µm; délka skenování - 02:11:28, pórovitost ≈ 8,1 obj%.



Obr. 78. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých skelných vláken typu AR, 1 dílek - 1mm, vlevo viditelné uspořádání svazků vláken, vpravo zelená místa předtavující dutiny.

Uhlíková vlákna:

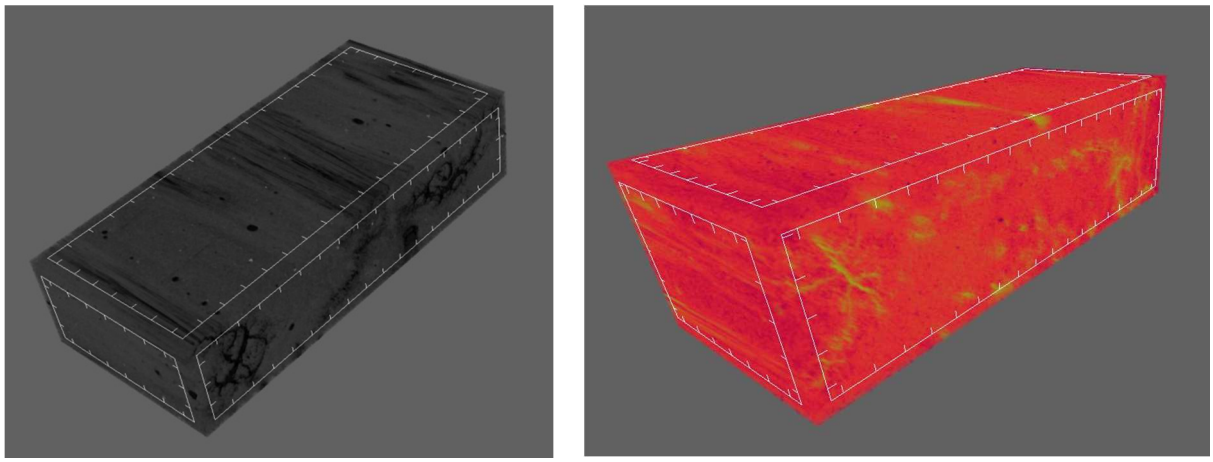
Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých uhlíkových vláken typu HTS: napětí rentgenky – 80 kV; proud – 125 µA; expozice – 2155 ms; rozlišení - 16,464 µm; délka skenování - 02:21:08, pórovitost ≈ 11,1 obj%.



Obr. 79. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých uhlíkových vláken typu HTS, 1 dílek - 1mm, vlákna černá (vlevo) nebo modrá (vpravo).

Čedičová vlákna:

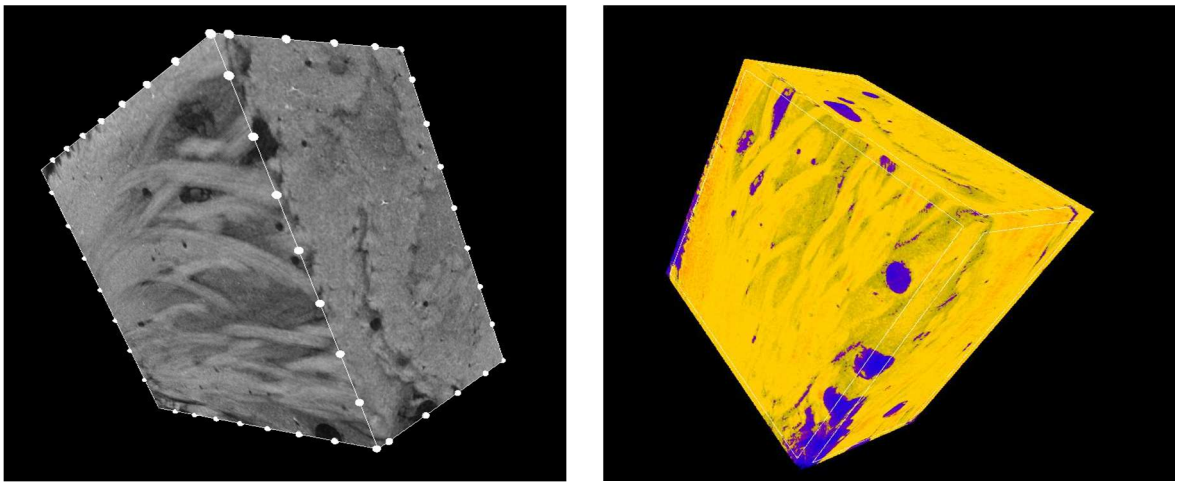
Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých čedičových vláken typu BCF13: napětí rentgenky – 70 kV; proud – 142 µA; expozice – 1024 ms; rozlišení - 4,0005 µm; délka skenování - 02:41:3, pórovitost ≈ 4,7 obj%.



Obr. 80. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých čedičových vláken typu BCF13, 1 dílek - 500 µm, černé čárky jsou vlákna a černé kulaté obrazce jsou vzduchové bubliny (vlevo) nebo vlákna žlutozelená (vpravo).

Skelná punčoška:

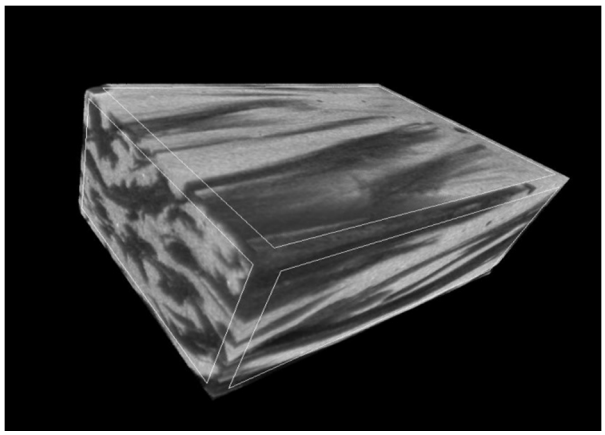
Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých skelných vláken typu E v podobě punčošky (svazky se kříží pod úhlem cca 45°): napětí rentgenky – 90 kV; proud – 111 µA; expozice – 1024 ms; rozlišení - 13,439847 µm; délka skenování - 00:24:54, pórovitost ≈ 6,6 obj%.

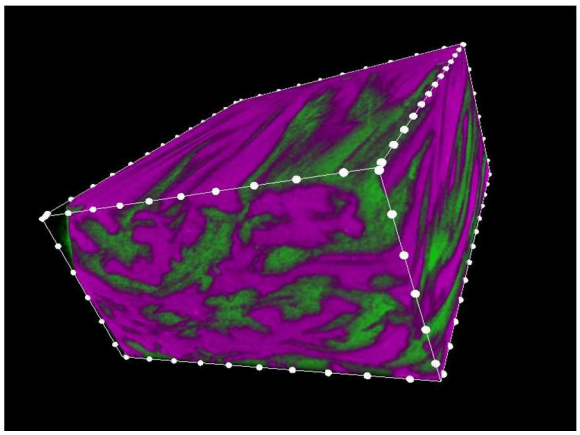


Obr. 81. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých skelných vláken typu E v podobě punčošky (svazky se kříží pod úhlem cca 45°): 1 dílek - 1mm, vlevo viditelná vlákna ve svazcích propletená a vpravo fialová místa předtavují dutiny.

Uhlíková punčoška:

Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých uhlíkových vláken typu HT v podobě punčošky (svazky se kříží pod úhlem cca 45°): napětí rentgenky – 80 kV; proud – 125 µA; expozice – 2155 ms; rozlišení - 16,464 µm; délka skenování - 00:33:58, pórovitost ≈ 10,4 obj%.





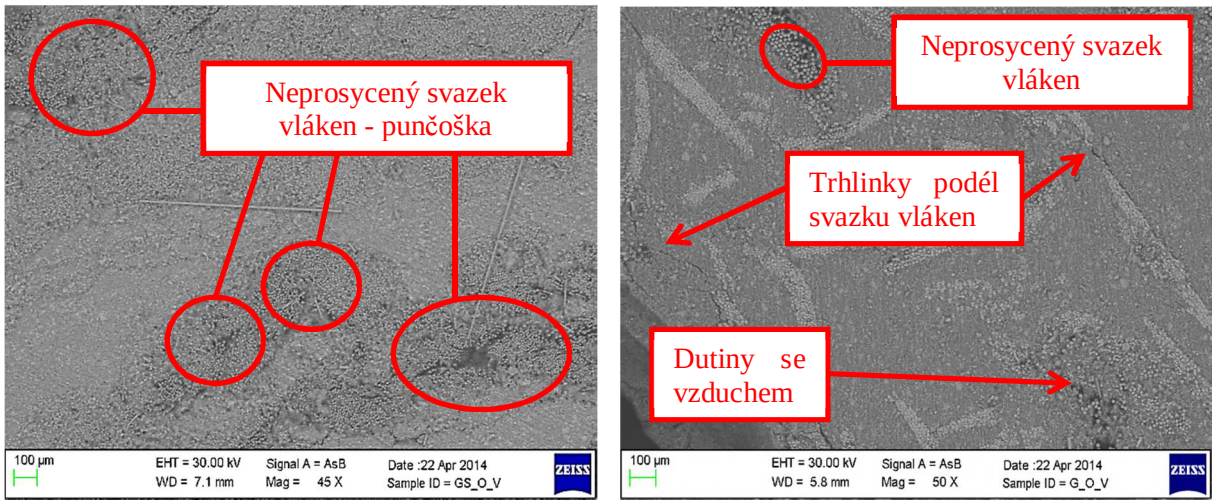
Obr. 82. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých uhlíkových vláken typu HT v podobě punčošky (svazky se kříží pod úhlem cca 45°): 1 dílek - 1mm, vlákna černá (vlevo) nebo zelená (vpravo).

4. Diskuse a shrnutí výsledků

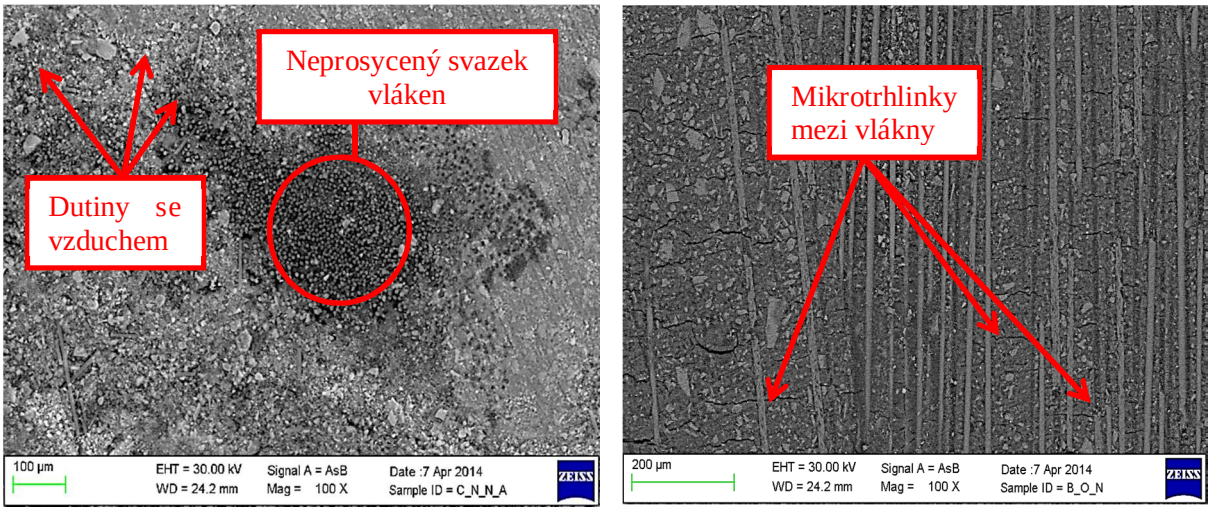
Výroba geopolymerních kompozitních systémů vyztužených vláknovými plnivy na bázi svazků vláken skelných, uhlíkových a čedičových je značně náročná. Na základě hodnocení charakteru povrchů vzorků, adheze mezi vyztužujícími vlákny a geopolymerní matricí, pórovitostí, vybranými mechanickými vlastnostmi a vlivu vibrací bylo zjištěno, že existuje značná řada faktorů, které primárně ovlivňují kvalitu vyráběných vzorků.

Mezi tyto faktory patří: množství použitých vláken, charakter jejich povrchu (apretace), rozmístění vláken v matrici, kvalita impregnace vláken geopolymerní matricí (schopnost matrice obalit vlákna i uvnitř svazků vláken), pórovitost, druh použitého geopolymeru, způsob vytvrzování, způsob dynamického namáhání, způsob hodnocení mechanických vlastností.

Z provedených experimentů bylo zjištěno, že nejkvalitnější kompozitní vzorky byly vyrobeny ze svazků vláken z rovingu a to nejlépe z těch svazků, které zaujímají nejmenší objem (obsahují méně vláken). Tyto svazky se snadno prosytí geopolymerní matricí a zároveň dochází k lepšímu rozložení vláken do roviny. Mezi jednotlivými vlákny a svazky nevznikají místa se vzduchem, která by se tak stala slabým místem systému.



Obr. 83. Rozložení vláken - kompozit s geopolymerní matricí a výztuží ze svazků dlouhých sklených vláken v podobě punčošky (vlevo),v podobě svazků vláken z rovingu (vpravo).



Obr. 84. Rozložení vláken - kompozit s geopolymerní matricí a výztuží ze svazků dlouhých uhlíkových vláken z rovingu (vlevo)a s výztuží ze svazků dlouhých čedičových vláken z rovingu (vpravo).

Z výsledků provedených experimentů je vidět vhodnost použití jednotlivých typů vláken z hlediska chemického složení. Za nejvhodnější lze považovat vlákna čedičová (podobné chemické složení), poté vlákna skelná typu E a AR a nakonec vlákna uhlíková typu HTS a HT. Toto tvrzení lze doložit i posouzením adheze jednotlivých vláken k matrici, kdy nejlepší adhezi vykazovala čedičová vlákna, dále pak skelná vlákna typu E a pak AR (rozdíl malý) a nejhorší adhezi měla uhlíková vlákna HTS a HT. Adhezi mezi vlákny a matricí lze zlepšit odmaštěním vláken v acetonu. V případě provedených experimentů byla vlákna odmašťována po dobu 15 minut, výrobci vláken doporučují odmašťovat kolem 2 hodin nebo odstranit apretaci z povrchu vláken výpalem, ale to může u některých vláken způsobit zkřehnutí. I tato krátká a jednoduchá povrchová úprava se odráží prakticky ve všech

výsledcích. Poněkud lepší adheze skelných vláken typu E může být způsobena tím, že nejsou tak chemicky odolná vůči alkáliím, dochází k naleptání jejich povrchu a změně adheze. Tento názor nebyl experimentálně ověřen.

Adheze vláken v geopolymerních kompozitních systémech se zásadně nezměnila ani poté, co byly tyto systémy vystaveny dynamickému namáhání zprostředkovanému vibrováním vzorků. Ta vlákna, která vykazovala primárně malou adhezi, se více uvolnila a na některých místech bylo zřetelné popraskání matrice mezi vlákny. Zhodnocená adheze je charakterizovaná hodnocením od: výborná, velmi dobrá, dobrá, dostatečná a nedostatečná (vlákna nedrží a dala by se vytáhnout z matrice). Do tohoto hodnocení se částečně promítá i kvalita impregnace geopolymerem (jak moc byly svazky prosyceny). Výsledky jsou shrnuty v tabulce *Tab. 15.*

Vliv vibrace vzorků byl pozorován i na povrchu vzorků. Po vibraci docházelo k rozšíření trhlin a zároveň narůstal jejich počet. Pokud byla vyztužující vlákna na povrchu vzorku a nebyla zcela překryta matricí, docházelo k jejich obnažení. Kolem vlákna se matrice buď vydrolila, nebo se vlákno z matrice zcela uvolnilo. Výsledky jsou shrnuty v tabulce *Tab. 16.*

Tab. 15. Shrnutí hodnocení adheze vláken k matrici.

Druh vlákna	Odmaštěné a nevibrované	Odmaštěné a vibrované	Neodmaštěné a nevibrované
Skelná vlákna	velmi dobrá	velmi dobrá	dobrá
Uhlíková vlákna	dobrá	dobrá	dobrá
Čedičová vlákna	výborná	velmi dobrá	velmi dobrá
Skelná punčoška	velmi dobrá	velmi dobrá	dobrá
Uhlíková punčoška	dobrá	dobrá	dostatečná

Vliv dynamického namáhání zprostředkovaný vibrací vzorků byl hodnocen na základě provedené zkoušky ohybem. Byla porovnávána výsledná ohybová napětí, modul pružnosti v ohybu a průhyb. Jak bylo zmíněno v experimentální části, hlavní je porovnání mezi danými sadami vzorků se stejným typem vyztužujících vláken.

Ze získaných hodnot je vidět, že vliv vibrací o kmitočtu 50 Hz po dobu 24 hodin se projevil nejvíce na ohybovém napětí u vláken z rovingu. Vzorky, ve kterých byla použita vlákna, která byla uspořádána do tvaru punčošky, nevykázaly žádnou významnou změnu. Vyhodnocený pokles mechanických vlastností není zásadní – pokles hodnot se pohyboval u skelných

vláken (typ AR) a uhlíkových vláken (typ HT) z rovingu kolem 15%, u čedičových vláken (typ BCF13) byl kolem 7%. Nejmenší pokles, který byl zaznamenán u čedičových vláken, souvisí zřejmě s jejich lepší adhezí ke geopolymerní matrici.

Tab. 16. Shrnutí hodnocení změn povrchu.

Druh vlákna	**Odmaštěné a nevibrované**	**Odmaštěné a vibrované**	**Neodmaštěné a nevibrované**
Skelná vlákna **Typ AR**	vlákna drží v matrici dobře, ale okolo nich je matrice jemně popraskaná	některá vlákna z matrice vystupují a okolo vláken dochází k vydrolování matrice a tím k obnažení vlákna, vlákna neporušená	vlákna drží v matrici, ale na pohled jsou méně zakomponována
Uhlíková vlákna **Typ HTS**	praskliny jsou vesměs drobné a malé	praskliny jsou delší a mají větší šířku	praskliny jsou poměrně dlouhé a široké
Čedičová vlákna **Typ BCF13**	vlákna drží pevně v matrici, ale okolo nich je matrice jemně popraskaná, míra popraskání je menší než u ostatních vláken, vlákna neporušená	povrch je silně popraskán	vlákna drží v matrici dobře, ale okolo nich je matrice jemně popraskaná, vlákna neporušená
Skelná punčoška **Typ E**	vlákna drží v matrici dobře, ale okolo nich je matrice jemně popraskaná, vlákna neporušená	některá vlákna z matrice vystupují a okolo vláken dochází k vydrolování matrice a tím k obnažení vlákna, vlákna neporušená	vlákna drží v matrici, ale na pohled jsou méně zakomponována
Uhlíková punčoška **Typ HT**	vlákna drží v matrici dobře, ale okolo nich je matrice popraskaná, vlákna neporušená	některá vlákna z matrice vystupují a tím dochází k obnažení vlákna, vlákna neporušená	vlákna drží v matrici, ale na pohled jsou méně zakomponována a některá vlákna jsou obnažena

Druh	**Nevibrované**	**Vibrované**
Geopolymer L160	málo prasklin	více prasklin

Pokles hodnot mechanických parametrů určených ze zkoušky v ohybu po vibraci vzorků by bylo možné vysvětlit tak, že při vibraci došlo k rozpohybování vláken s malou adhezí a některá vlákna se uvolnila úplně (například vlákna z povrchu). Při porovnání hodnot mechanických parametrů čistého geopolymerního vzorku a kompozitních systémů vyztužených vlákny je zřejmé, že veškeré zatížení přenášejí vlákna a geopolymer ve skutečnosti působí jen jako pojivo. Obtížně vysvětlitelným jevem je, proč měly vibrace vliv na vzorky, ve kterých byla použita vlákna z rovingu a ne tam, kde byla použita vlákna ve formě punčošky. Vysvětlení by mohlo souviset s faktem, že punčoška je tkaná a sklon vláken je cca 45°. Vlákna v matrici by tak mohla být lépe odolná vůči rozpohybování a následnému uvolnění. Dalším obtížně vysvětlitelným faktem zůstává, jaký vliv má časová délka vibrací a frekvence vibrací.

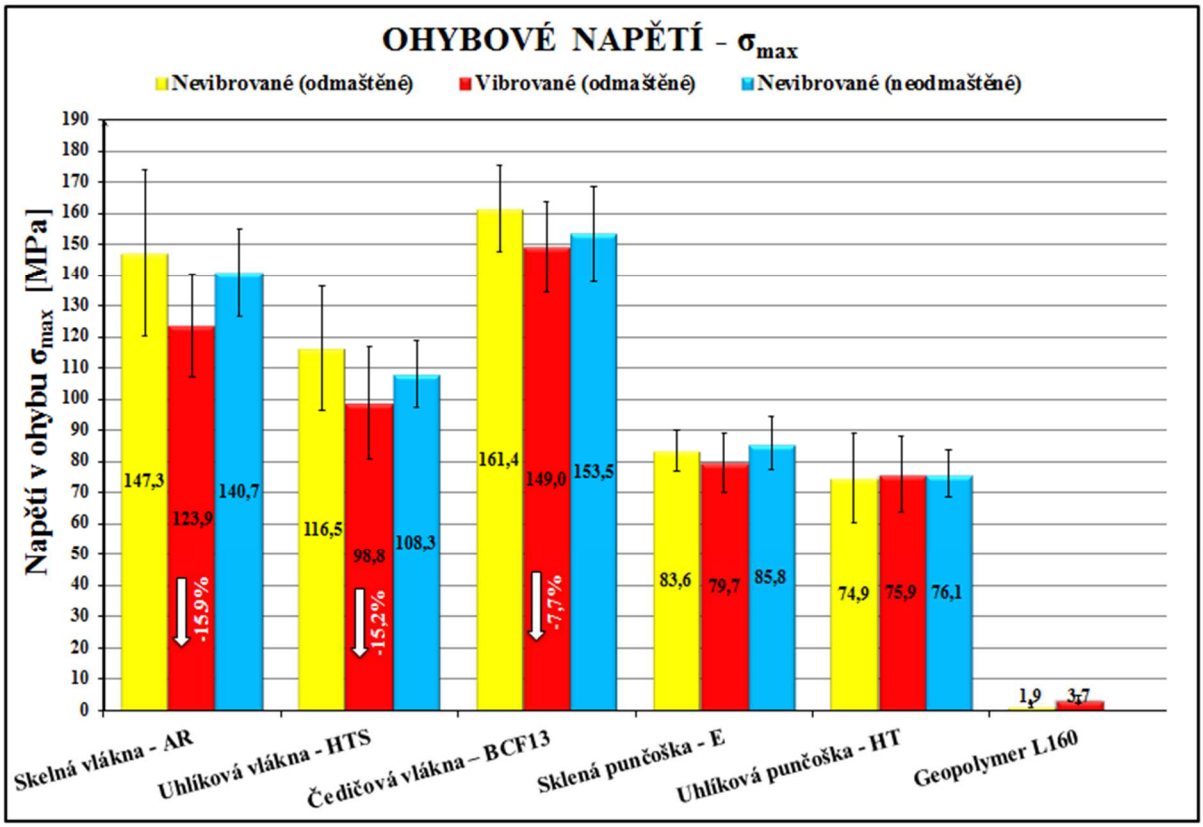
V případě porovnání ohybového napětí vzorků vyztužených rozdílnými druhy vláken je patrné, že nejlepších výsledků bylo dosaženo v případě čedičových vláken z rovingu. V porovnání s uspořádáním vláken do formy punčošky by se očekávalo, že budou tyto vzorky vykazovat lepší výsledky. Zásadní problém byl dán faktem, že v těchto vzorcích nedošlo k homogennímu prosycení celého systému a matrice byla nanesena zejména na vrchních vláknech svazků. Však i v tomto případě neměly vibrace vliv na snížení mechanických vlastností.

Napětí v ohybu v případě čistého geopolymeru je téměř zanedbatelné. Čistý geopolymer je tak křehký, že se téměř po dotyku zatěžujícího trnu rozlomí. Po přidání vláken se vzorky jeví jako poměrně ohebné (dle velikosti průhybu).

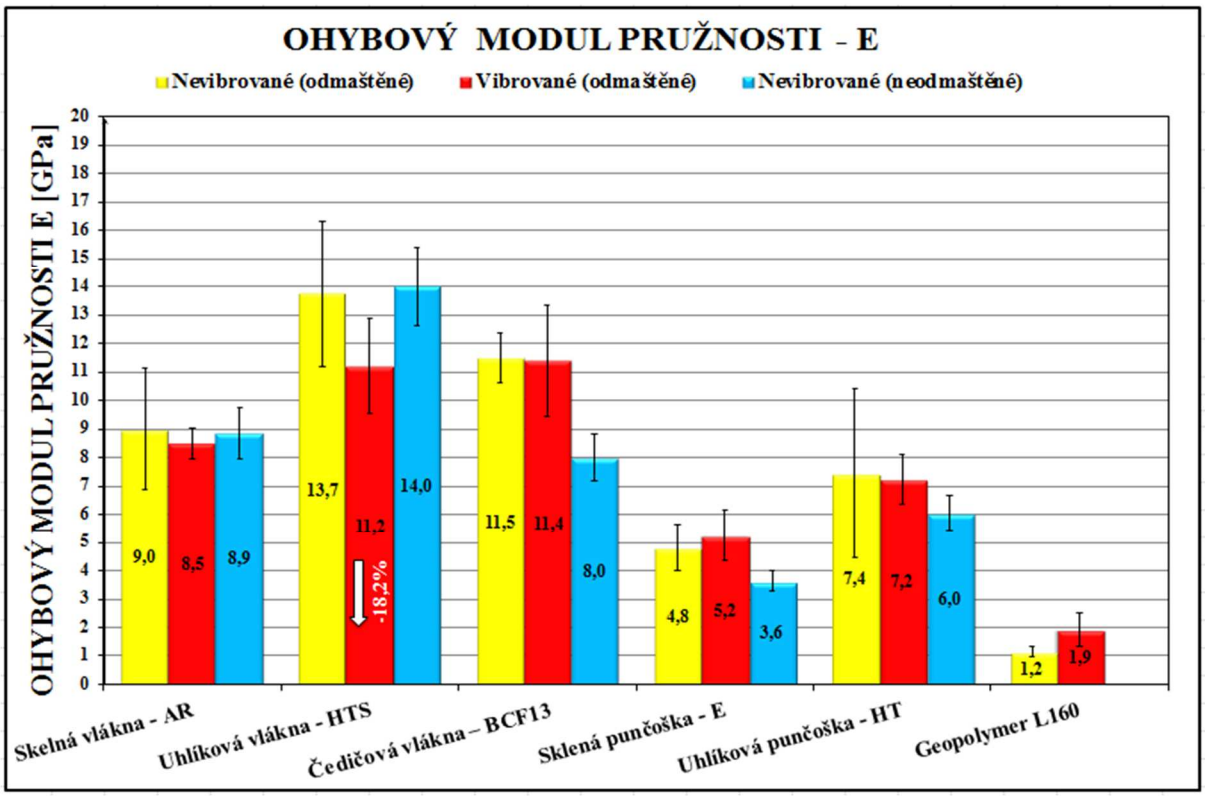
Vliv vibrací na čistý geopolymer byl pozorován na povrchu vzorků, kde bylo patrné zvýšení počtu trhlinek. Vibrace budou trhlinky vytvářet nebo zvětšovat trhlinky stávající. To povede ke snížení mechanických vlastností, i když ty jsou v podobě čistého geopolymeru zatěžovaného v ohybu zanedbatelné.

Všechny kompozitní vzorky se všemi druhy vláken se porušovaly typem 5. tlakové porušení (včetně mezilaminárního smyku). Na modulu pružnosti v ohybu nelze pozorovat zásadní změnu ani u nevibrovaných ani u vibrovaných vzorků kromě vzorků s uhlíkovými vlákny HTS z rovingu, kde byl zaznamenán značný pokles a to o 18,2%. Vzorky s neodmaštěnými vlákny (nevibrovány) slouží pouze k porovnání mechanických vlastností a ve většině případů vykazují horší vlastnosti a to jak v napětí v ohybu, tak v modulu pružnosti v ohybu tak i v adhezi.

Všechny dosažené hodnoty jsou shrnuté v *Tab. 17.* a v grafech *Graf 3., Graf 4.*



Graf 3. Porovnání ohybového napětí geopolymerních kompozitů včetně čistého geopolymeru.



Graf 4. Porovnání modulu pružnosti v ohybu geopolymerních kompozitů včetně čistého geopolymeru.

Tab. 17. Shrnuté výsledky z ohybové zkoušky.

Druh	Odmaštěné a nevibrované			Odmaštěné a vibrované			Neodmaštěné a nevibrované		
	σ_{max} [MPa]	E [GPa]	A_{max} [mm]	σ_{max} [MPa]	E [GPa]	A_{max} [mm]	σ_{max} [MPa]	E [GPa]	A_{max} [mm]
Skelná vlákna Typ AR	**147,3±26,9**	**8,8±2,1**	**12,41±1,17**	**123,9±16,5 ↓ -15,9 %**	**8,5±0,5 -**	**11±1,16**	140,7±14,1	8,9±0,9	10,59±1,06
Uhlíková vlákna Typ HTS	**116,5±20,2**	**13,6±2,6**	**4,85±0,67**	**98,8±18,2 ↓ -15,2 %**	**11±1,7 ↓ -18,2 %**	**4,97±1,21**	108,3±10,8	14,0±1,4	3,61±0,36
Čedičová vlákna Typ BCF13	**161,4±13,9**	**11,3±0,9**	**9,71±1,54**	**149,0±14,7 ↓ -7,7 %**	**11,2±1,9 -**	**9,64±1,78**	153,5±15,4	8,0±0,8	12,61±1,26
Sklená punčoška Typ E	**47,5±8,7**	**4,6±0,8**	**9,36±2,52**	**48,5±6,2 -**	**5,1±0,9 -**	**8,07±1,59**	49,0±4,9	3,6±0,4	11,86±1,19
Uhlíková punčoška Typ HT	**72,3±16,1**	**6,6±3,0**	**4,42±1,41**	**75,9±12,2 -**	**2,1±0,6 -**	**4,27±0,70**	76,1±7,6	6,0±0,6	4,72±0,47

Druh	Nevibrované			Vibrované		
	σ_{max} [MPa]	E [GPa]	A_{max} [mm]	σ_{max} [MPa]	E [GPa]	A_{max} [mm]
Geopolymer L160	**1,9±0,7**	**1,0±0,2**	**0,38±0,29**	**3,7±1,2 -**	**2,1±0,6 -**	**0,26±0,02**

Z výsledků získaných z CT se potvrdilo, že vlákna ve formě tkané punčošky nejsou vhodným materiálem pro impregnaci geopolymerní matricí. Rozložení svazků vláken nedovoluje matrici prostoupit celým svazkem a vlákna se geopolymerem neobalí. Na vzorcích byly pozorovány přímo dutiny se vzduchem, které se při výrobě nepodařilo odstranit. Nejlepší rozmístění vláken v geopolymerní matrici vykazují vzorky se skelnými a čedičovými vlákny z rovingu.

Tab. 18. Výsledky z počítačové topografie (CT) + dopočítaný objem a podíl vláken ve vzorku.

Druh	Rozložení vláken	Pórovitost [obj%]	Objem vláken [obj%]	Podíl vláken [hm%]
Skelná vlákna – AR	rovnoměrné	≈ 8,1	14,3	23,7
Uhlíková vlákna - HTS	shluky vrstev	≈ 11,1	13,6	15,6
Čedičová vlákna – BCF13	polorovnoměrný	≈ 4,7	13,5	21,7
Sklená punčoška – E	nerovnoměrný	≈ 6,6	17,6	27,1
Uhlíková punčoška - HT	chaotické shluky	≈ 10,4	18,6	21,1
Geopolymer L160	-	≈ 0,02	-	-

Nejhorší rozložení svazků vláken vykazuje uhlíková punčoška a uhlíková vlákna z rovingu, kde jsou patrné nerovnoměrně rozložené shluky vláken. Pórovitost vzorků získaná na základě měření CT je poměrně vysoká (přesahuje 10% v případě použití uhlíkových vláken z rovingu i punčošky). Vzorky s čedičovými vlákny měly pórovitost 4,7 %, se skelnými vlákny měly 8,1% a se skelnou punčoškou 6,6%.

Také ve vzorku čistého geopolymeru jsou vidět jemné vzduchové bublinky – póry. Ty se zanášejí do směsi při míchání nebo se vytváří při procesu vytvrzování. Jejich množství lze snížit delším mícháním, pak vibrací vzorků s cílem zvýšit jejich homogenitu a vytvrzování ve vakuu. Záleží také na druhu geopolymeru, respektive na poměru Si:Al. Nízká pórovitost čistého geopolymeru dokazuje dobré promíchání a tudíž lze usoudit, že hlavní póry vznikají v důsledku kladení a impregnování vláken.

Nevýhodou počítačové tomografie je v případě hodnocení vzorků z geopolymerních kompozitních systémů plněných čedičovými vlákny fakt, že nedokáže dostatečně rozlišit čedičová vlákna od geopolymeru a to kvůli podobnému chemickému složení (podobné pohlcení rentgenového záření). Tato vlákna nejsou dostatečně viditelná, jsou viditelná jen na místech, kde je jejich větší koncentrace.

5. Závěr

Obsahem diplomové práce bylo seznámit se s vlastnostmi geopolymerních materiálů a geopolymerních kompozitních systémů a možnostmi jejich využití, seznámit se s problematikou dynamického namáhání materiálů, respektive dynamického namáhání kompozitních systémů, navrhnout experiment pro ověření dynamických vlastností geopolymerních kompozitních systémů s vláknovou výztuží, připravit vzorky a provést experimenty.

Téma práce vyšlo z požadavku průmyslové sféry – zjistit možnosti použití geopolymerních kompozitních systémů vyztužených vláknovým plnivem v případě dynamického namáhání.

Cílem práce bylo zjistit vliv dynamického namáhání na připravené geopolymerní kompozitní systémy, kde byly jako výztuže použity vybrané chemicky odlišné typy vláken v různých uspořádáních.

Na základě komplexního rozboru všech dosažených výsledků lze říci, že dynamické namáhání aplikované na připravené vzorky geopolymerních kompozitních systémů vyztužených vybranými druhy vláken (skelných, čedičových, uhlíkových) i v různých strukturních uspořádáních (punčoška, podélná vlákna) zprostředkované vibracemi o kmitočtu 50 Hz aplikovanými po dobu 24 hodin mají vliv pouze na jisté typy vzorků.

- Vliv vibrací se projevil jako pokles mechanických parametrů stanovených zkouškou v ohybu.
- Pokles hodnot napětí v ohybu o 15% nastal u vzorků vyztužených skelnými a uhlíkovými vlákny z rovingu a o 7% u čedičových vláken z rovingu.
- U svazků vláken uspořádaných do tvaru punčošky nenastala žádná změna.
- Další změna byla pozorovatelná u vzorků vyztužených uhlíkovými vlákny HTS z rovingu, kde nastal pokles modulu pružnosti o 18,2 %.
- Pro ostatní druhy výztuží byla změna zanedbatelná.
- Vliv vibrací byl patrný, ale souvisí s řadou dalších faktorů, které vyžadují podrobné prozkoumání, neboť se mohou vzájemně velmi silně ovlivňovat.
- Tato diplomová práce byla první prací, které otevřela problematiku dynamického namáhání geopolymerních kompozitních systémů vyztužených vlákny.
- Na základě uvedených výsledků se otevírá velmi široké pole pro další velice rozsáhlou studii na toto téma.

4. Seznam obrázků, tabulek, grafů a rovnic

Obrázky:

Obr. 1. Příklady polysialátů a schéma molekulární struktury [6,7].
Obr. 2. Zesíťované řetězce geopolymeru [4].
Obr. 3. Zobrazení molekulární struktury hlinitokřemičitanů užívaných jako prekurzor v procesu geopolymerizace [1].
Obr. 4. Lomové plochy geopolymerních materiálů s rozdílným poměrem Si:Al pořízené rastrovacím mikroskopem (a) 1,15; (b) 1,40; (c) 1,65 ;(d) 1,90 a (e) 2,15 [11] REM.
Obr. 5. Použití geopolymerů s rozdílným poměrem Si:Al [6].
Obr. 6. Schéma přehledu geopolymerních kompozitů dle [2].
Obr. 7. Procentní zbytková pevnost v ohybu, po expozici zdroje tepla o síle 25 kW/m2 [2,10].
Obr. 8. Čas od zapálení do rozhoření ohně podle ISO 9705 [2, 10].
Obr. 9. Uhlíková vlákna HTS z rovingu.
Obr. 10. Uhlíkové vlákno HT ve formě tkané punčošky s úhlem vláken 45°.
Obr. 11. Schéma linky na výrobu skelných vláken [12].
Obr. 12. Skelná vlákna typu AR z rovingu.
Obr. 13. Skelná vlákna typu E ve formě tkané punčošky s úhlem vláken 45°.
Obr. 14. Čedičová vlákna BCF13 z rovingu.
Obr. 15. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel (struktura) [6].
Obr. 16. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel [2, 6].
Obr. 17. Francouzské stíhací letadlo Rafale [2, 6].
Obr. 18. Kompozit uhlíko-epoxidový (vlevo) hoří, zatímco kompozit uhlíkovo-geopolymerní (vpravo) stále udržuje teplotu 1200°C [2, 6].
Obr. 19. Závodní vůz "The Eagle" jezdící v americké závodní lize C.A.R.T. v roce 1999 (vlevo), závodní vůz týmu Benetton roce 1994 až 1995 (vpravo) [1, 6, 19].
Obr. 20. Betonový nosník s uloženou vrstvou geopolymerního kompozitu na povrchu před pevnostní zkouškou [2, 6].
Obr. 21. 1 ze 33 podlahových panelů z geopolymerního betonu (vlevo), Queensland University GCI budova s podlahou vyrobená z geopolymerního betonu (vpravo) [20].
Obr. 22. Složky BAUCISU L160: Cement L160 – aktivovaný metakaolin (vlevo), Pojivo L160 – alkalický aktivátor (vpravo).
Obr. 23. Vzhled silikonové formy na vzorky (vlevo) a zatěžující tělesa (vpravo).
Obr. 24. Příprava geopolymerní matrice (BAUCIS L160) – čistý geopolymer L160.
Obr. 25. Schéma impregnačního přístroje [15].
Obr. 26. Impregnační přístroj.
Obr. 27. Postup výroby vzorků s vláknem z rovingu.
Obr. 28. Postup výroby vzorků s vláknem ve formě punčošky.
Obr. 29. Vakuování geopolymerního kompozitu po dobu 1 dne.
Obr. 30. Zabroušení vzorků na brusném papíře.
Obr. 31. Rozdíl vzhledu vzorku před (nahoře) a po úpravě (dole).
Obr. 32. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi se skelnými vlákny E ve formě punčošky.
Obr. 33. Odběr vzorků na CT vyhodnocení.
Obr. 34. Přístroj SKYSCAN 1272 na počítačovou tomografii (CT).

Obr. 35. Přístroj na vibrační namáhání.
Obr. 36. Vzorky připravené k hodnocení adheze a homogenity povrchu.
Obr. 37. Rastrovací elektronový mikroskop Carl ZEISS Ultra+.
Obr. 38. Univerzální přístroj P100 - LabTest II.
Obr. 39. Upevnění vzorku se skelnými vlákny AR z rovingu.
Obr. 40. Zatížení vzorku se skelným vláknem AR z rovingu.
Obr. 41. Porušení vzorku se skelným vláknem AR z rovingu.
Obr. 42. Vady vzorků při výrobě.
Obr. 43. Povrch čistého nevibrovaného geopolymeru.
Obr. 44. Povrch čistého vibrovaného geopolymeru.
Obr. 45. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu.
Obr. 46. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu. Z části označené na snímku je vidět interakce trhliny – respektive její ukončení na vyztužujícím vlákně.
Obr. 47. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu. Ze snímku je vidět jak vlákna vystupují z geopolymerní matrice.
Obr. 48. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.
Obr. 49. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.
Obr. 50. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.
Obr. 51. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.
Obr. 52. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu. Ze snímku je vidět interakce trhliny – respektive jejich ukončení na vyztužujících vláknech.
Obr. 53. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.
Obr. 54. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky.
Obr. 55. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět interakce trhliny –respektive přemostění trhliny vyztužujícím vláknem.
Obr. 56. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky.Zčásti označené na snímku je vidět jak vlákna vystupují z rozrušené geopolymerní matrice.
Obr. 57. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Ze snímku jsou vidět vvystupující vlákna z matrice.
Obr. 58. Povrch nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět interakce trhliny – respektive přemostění nebo zastavení trhliny vyztužujícím vláknem.

Obr. 59. Povrch vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Ze snímku jsou vidět vvystupující vlákna z matrice.
Obr. 60. Lom nevibrovaného čistého geopolymeru.
Obr. 61. Lom vibrovaného čistého geopolymeru.
Obr. 62. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu. Ze snímku je vidět špatná adheze neodmaštěných vystužujících vláken.
Obr. 63. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu
Obr. 64. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny AR z rovingu.
Obr. 65. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení svazku vláken.
Obr. 66. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu. Ze snímku je opět vidět špatné prosycení svazků vláken.
Obr. 67. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.
Obr. 68. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.
Obr. 69. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.
Obr. 70. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými čedičovými vlákny BCF13 z rovingu. Ze snímku lze pozorovat částečné rozrušení.
Obr. 71. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení svazků vláken.
Obr. 72. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky.
Obr. 73. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými skelnými vlákny E ve formě punčošky. Ze snímku je vidět částečné porušení.
Obr. 74. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s neodmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení vláken.
Obr. 75. Průřez nevibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky.
Obr. 76. Průřez vibrovaného geopolymerního kompozitu s odmaštěnými uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky. Z části označené na snímku je vidět špatné prosycení svazků vláken.
Obr. 77. Čistý geopolymer L160, 1 dílek - 1mm, vlevo (bílé) a vpravo (modré) viditelné částice s jinou hustotou než geopolymer, může se jednat o nečistoty ale spíše o kousky hruběji namletého metakaolinu, hnědé tečky představují vzduchové bubliny (vpravo).

Obr. 78. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých skelných vláken typu AR, 1 dílek - 1mm, vlevo viditelné uspořádání svazků vláken, vpravo zelená místa předtavující dutiny.
Obr. 79. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých uhlíkových vláken typu HTS, 1 dílek - 1mm, vlákna černá (vlevo) nebo modrá (vpravo).
Obr. 80. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých čedičových vláken typu BCF13, 1 dílek - 500 µm, černé čárky jsou vlákna a černé kulaté obrazce jsou vzduchové bubliny (vlevo) nebo vlákna žlutozelená (vpravo).
Obr. 81. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých skelných vláken typu E v podobě punčošky (svazky se kříží pod úhlem cca 45°): 1 dílek - 1mm, vlevo viditelná vlákna ve svazcích propletená a vpravo fialová místa předtavují dutiny.
Obr. 82. Kompozit s geopolymerní matricí vyztužený svazky dlouhých uhlíkových vláken typu HT v podobě punčošky (svazky se kříží pod úhlem cca 45°): 1 dílek - 1mm, vlákna černá (vlevo) nebo zelená (vpravo).
Obr. 83. Rozložení vláken - kompozit s geopolymerní matricí a výztuží ze svazků dlouhých sklených vláken v podobě punčošky (vlevo),v podobě svazků vláken z rovingu (vpravo).
Obr. 84. Rozložení vláken - kompozit s geopolymerní matricí a výztuží ze svazků dlouhých uhlíkových vláken z rovingu (vlevo)a s výztuží ze svazků dlouhých čedičových vláken z rovingu (vpravo).
Obr. 85. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi z čistého geopolymeru L160.
Obr. 86. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi se skelnými vlákny AR z rovingu.
Obr. 87. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi s uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.
Obr. 88. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi s čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.
Obr. 89. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi se skelnými vlákny E ve formě punčošky.
Obr. 90. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi s uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky.

Tabulky:

Tab. 1. Základní obecné vlastnosti geopolymerů [1].
Tab. 2. Srovnání mechanických vlastností vybraných kompozitů [10].
Tab. 3. Nejčastěji používané druhy skel pro výrobu vláken [2, 5].
Tab. 4. Přibližné chemické složení čedičových vláken [2, 14, 16, 17, 18].
Tab. 5. Přibližné chemické složení aktivovaného metakaolinu - Cementu L160.
Tab. 6. Druhy a vlastnosti použitých vyztužujících vláken.
Tab. 7. Přehled typů vyráběných vzorků z geopolymerního kompozitu.
Tab. 8. Přehled značení vzorků.
Tab. 9. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky čistého geopolymeru L160.
Tab. 10. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky se skelnými vlákna typu AR z rovingu.
Tab. 11. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky s uhlíkovými vlákny typu HTS z rovingu.
Tab. 12. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky s čedičovými vlákny typu BCF13 z rovingu.
Tab. 13. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky se skelnými vlákny typu E ve formě punčošky.
Tab. 14. Výsledky z ohybové zkoušky pro vzorky s uhlíkovými vlákny typu HT ve formě punčošky.
Tab. 15. Shrnutí hodnocení adheze vláken k matrici.
Tab. 16. Shrnutí hodnocení změn povrchu.
Tab. 17. Shrnuté výsledky z ohybové zkoušky.
Tab. 18. Výsledky z počítačové topografie (CT) + dopočítaný objem a podíl vláken ve vzorku.
Tab. 19. Přibližné chemické složení čistého geopolymeru L160.

Grafy:

Graf 1. Energetické spektrum EDX aktivovaného metakaolinu – Cement L160.
Graf 2. Průběh zatěžující síly F na průhybu A při ohybové zkoušce geopolymerního kompozitu s čedičovými vlákny BCF13 z rovingu - nevibrovaného.
Graf 3. Porovnání ohybového napětí geopolymerních kompozitů včetně čistého geopolymeru.
Graf 4. Porovnání modulu pružnosti v ohybu geopolymerních kompozit včetně čistého geopolymeru.
Graf 5. Energetické spektrum EDX čistého geopolymeru L160.

Rovnice:

Rov. 1. Chemické reakce probíhající během vzniku polysialátů [1, 2].
Rov. 2. Chemické reakce probíhající během vzniku poly(siloxo-sialátů) [1, 2].

7. Použitá literatura

[1] DAVIDOVITS, J. Geopolymer of Chemistry and Properties. Geopolymer ´88, Vol.1, pp. 25-48
[2] JASZICEK, M. Hodnocení fyzikálních vlastností kompozitních systémů s geopolymerní matricí. Diplomová práce TUL, 2009.
[3] URL: < http://cs.wikipedia.org/wiki/Geopolymer > online [16. 4. 2014]
[4] Joseph Davidovits. Chemistry of geopolymeric systems, terminology, Géopolymère'99 Proceedings, pp. 9-40
[5] Karel Daďourek. Kompozitní materiály - druhy a jejich užití. TUL 2007
[6] Joseph Davidovits. 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer 2002 Conference, October 28-29, 2002, Melbourne, Australia
[7] Joseph Davidovits: Geopolymer,Green Chemistryand Sustainable DevelopmentSolutions - Proceedings of the World Congress Geopolymer 2005
[8] Joseph Davidovits, Michel Davidovits. Composite Materials with Geopolymer Matrix. Geopolymer '88, Vol.2, pp. 325-337.
[9] N. T. XIEM, P. LOUDA, D. KROISOVÁ, D. BORTNOVSKY, Effects of high Temperature on the mechanical properties of fly ash and stone powder based geopolymer materials, 18 th International Students Day of Metallurgy, Leoben, Austria, ISBN: 978 – 3 – 200 – 02155 – 6
[10] RICHARD E. LYON, ANDREW J. FODEN AND P. BALAGURU, JOSEPH DAVIDOVITS AND MICHEL DAVIDOVITS. *Properties of Geopolymer Matrix Carbon Fiber Composites.* Géopolymère'99 Proceedings, pp. 123-140
[11] PETER DUXSON, GRANT C. LUKEY, JANNIE S.J. VAN DEVENTER. *Thermal evolution of metakaolin geopolymers: Part 1 – Physical evolution.* Journal of Non-Crystalline Solids 352 (2006) 5541–5555
[12] PETER DUXSON, GRANT C. LUKEY, JANNIE S.J. VAN DEVENTER. *Thermal evolution of metakaolin geopolymers: Part 2 – Phase stability and structural development.* Journal of Non-Crystalline Solids 353 (2007) 2186–2200
[13] URL: online [18. 2. 2014] <http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/KM/Kompozity%20Dad/05vlakna.pdf>
[14] URL: <http://mujweb.cz/zkorinek/vlakna.pdf> online [18. 2. 2014]
[15] DIZERTAČNÍ PRÁCE 2010 - ING. TRAN DOAN HUNG: Geopolymerní kompozitní systémy na bázi termální siliky: studie postupu přípravy a mechanických vlastností
[16] URL: online [5. 5. 2014] <http://cs.wikipedia.org/wiki/%C4%8Cedi%C4%8Dov%C3%A1_vl%C3%A1kna>
[17] URL: <http://www.basaltex.cz/cedic/cedic_charakteristika_cz.htm> online [5. 5. 2014]
[18] URL: online [5. 5. 2014] <http://www.basfiber.com/Sites/basfiber/Uploads/BCF%20KV12%20assembled_TDS_eng.202CB9D826F74BC685B3910192BB01FF.pdf>
[19] URL: online [5. 5. 2014] <http://www.geopolymer.org/applications/fire-proof-heat-resistant-composites>
[20] URL: online [5. 5. 2014] <http://www.geopolymer.org/news/worlds-first-public-building-with-structural-geopolymer-concrete>
[21] Kraus, I.; Fiala, J.; Elementární fyzika pevných látek, ČVUT v Praze, Česká technika nakladatelství ČVUT, Praha 2011, ISBN 978-80-01-04931-0.

8. Přílohy

Všechny přílohy a elektronická podoba práce jsou uloženy na přiloženém DVD.

1. Příloha: Fotografie jednotlivých sad vzorků

Geopolymer L160:

Obr. 85. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi z čistého geopolymeru L160.

Skelná vlákna:

Obr. 86. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi se skelnými vlákny AR z rovingu.

Uhlíková vlákna:

Obr. 87. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi s uhlíkovými vlákny HTS z rovingu.

Čedičová vlákna:

Obr. 88. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi s čedičovými vlákny BCF13 z rovingu.

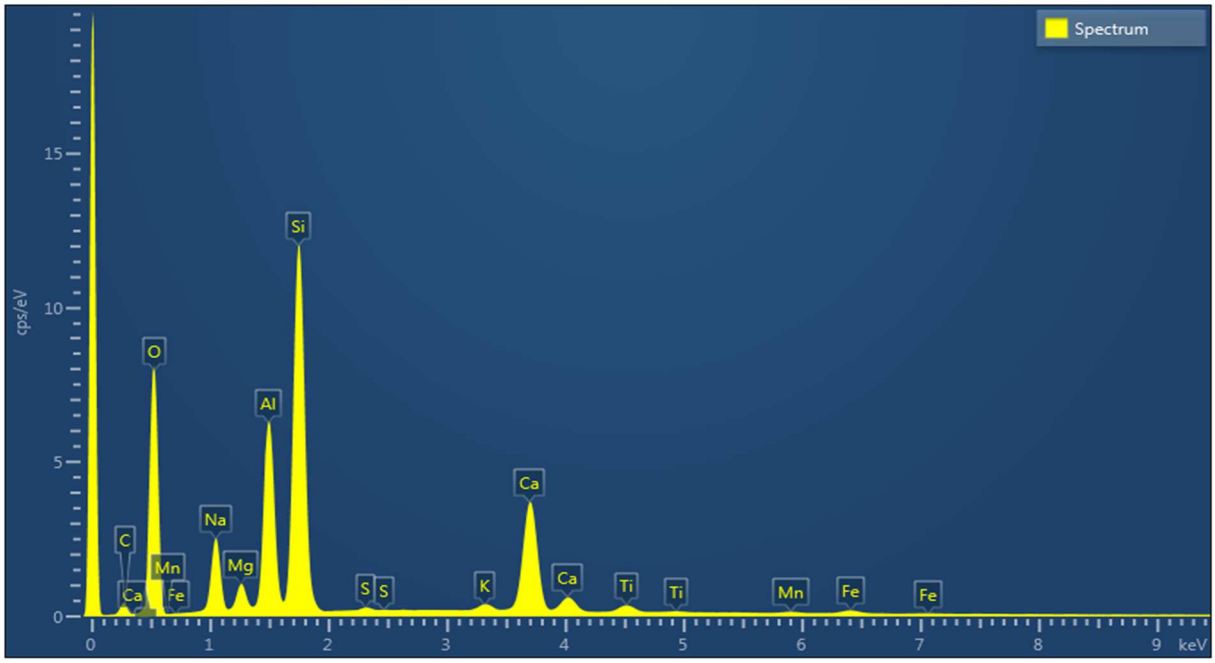
Skelná punčoška:

Obr. 89. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi se skelnými vlákny E ve formě punčošky.

Uhlíková punčoška:

Obr. 90. Sady vyrobených vzorků v konečné fázi s uhlíkovými vlákny HT ve formě punčošky.

2. Příloha: Ověření poměru Si:Al čistého geopolymeru L160



Graf 5. Energetické spektrum EDX čistého geopolymeru L160.

Tab. 19. Přibližné chemické složení čistého geopolymeru L160.

Element	Line Type	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %
C	K series	8,61	0,59	13,49
O	K series	50,02	0,37	58,87
Na	K series	6,17	0,09	5,05
Mg	K series	1,53	0,04	1,18
Al	K series	9,34	0,09	6,52
Si	K series	17,53	0,15	11,76
S	K series	0,16	0,02	0,09
K	K series	0,31	0,02	0,15
Ca	K series	5,46	0,06	2,57
Ti	K series	0,46	0,02	0,18
Mn	K series	0,13	0,02	0,04
Fe	K series	0,29	0,02	0,10
Total:		100,00		100,00

$$poměr\ z\ hmotnostních\ wt\% \ => \frac{Si}{Al} = \frac{17{,}53}{9{,}34} = 1{,}877$$

$$poměr\ z\ atomových\ at\% \ => \frac{Si}{Al} = \frac{11{,}76}{6{,}52} = 1{,}804$$

Tímto jsme ověřili, že výrobcem udávaný údaj Si:Al≈2 (přibližně) je pravdivý. Vysoký obsah uhlíku může být způsoben tím, že byl geopolymer umístěn na uhlíkové pásce.

3. Příloha: Grafy jednotlivých vzorků z ohybové zkoušky

Tato příloha je uložena na přiloženém DVD.

4. Příloha: Snímky povrchu a adheze vláken jednotlivých vzorků

Tato příloha je uložena na přiloženém DVD.