



ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

**Fakulta stavební
Katedra mechaniky**

**Analýza a modifikace přechodových zón mezi vláknitou výztuží
a cementovou matricí**

**Analysis and modification of interfacial zones between cementitious
matrix and fiber reinforcement**

Diplomová práce

Studijní program: Stavební inženýrství

Studijní obor: Konstrukce pozemních staveb

Vedoucí práce: Ing. Václav Nežerka, Ph.D., FSv ČVUT

Odborný konzultant: doc. Ing. Alexander Kromka, DrSc., FZÚ AV ČR

Radim Hlůžek

Praha 2018



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: Hlůžek Jméno: Radim Osobní číslo: 409715
Zadávající katedra: Katedra mechaniky
Studijní program: Stavební inženýrství
Studijní obor: Konstrukce pozemních staveb

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce: Analýza a modifikace přechodových zón mezi vláknitou výztuží a cementovou matricí
Název diplomové práce anglicky: Analysis and modification of interfacial zones between cementitious matrix and fiber reinforcement.

Pokyny pro vypracování:

Seznam doporučené literatury:

Jméno vedoucího diplomové práce: Ing. Václav Nežerka, Ph.D.

Datum zadání diplomové práce: 12. 10. 2017

Termín odevzdání diplomové práce: 8. 1. 2018

Údaj uveďte v souladu s datem v časovém plánu příslušného ak. roku

Podpis vedoucího práce

Podpis vedoucího katedry

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Beru na vědomí, že jsem povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je nutné uvést v diplomové práci a při citování postupovat v souladu s metodickou příručkou ČVUT „Jak psát vysokoškolské závěrečné práce“ a metodickým pokynem ČVUT „O dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací“.

12. 10. 2017

Datum převzetí zadání

Podpis studenta(ky)

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci na téma „Analýza a modifikace přechodových zón mezi vláknitou výztuží a cementovou matricí“ vypracoval samostatně. Veškerou použitou literaturu a podklady uvádím v příloženém seznamu literatury.

V Praze 8. 1. 2018

.....

Radim Hlůžek

Poděkování

Rád bych tímto poděkoval vedoucímu diplomové práce Václavu Nežerkovi za ochotu, laskavost a trpělivost během vypracovávání této diplomové práce. Dále bych chtěl poděkovat Janu Trejbalovi za jeho čas a energii, kterou mi věnoval při realizaci experimentální části této práce a za poskytnuté podklady. Mé poděkování patří též doc. Kromkovi za předané zkušenosti a odbornou záštitu Fyzikálního ústavu Akademie věd ČR. Dále bych rád poděkoval Pavlu Tesárkovi za příležitost stát se členem jeho týmu při řešení projektu s finanční podporou. V neposlední řadě patří veliký dík také mé rodině a přátelům, kteří mě během celého studia, jak morálně, tak finančně, podporovali.

Abstrakt

Potenciál mechanických vlastností vláknocementových kompozitních materiálů je značně limitován mezifázovou interakcí na rozhraní vláknité výztuže a cementové matrice. Obecně se předpokládá, že tento jev má podstatný význam v případě vláknobetonů. Polymerová vlákna v nich používaná jsou charakteristická svým hladkým povrchem, který je navíc ve vztahu k cementovému tmelu inertní.

Předkládaná práce se zabývá eliminací nedostatečné interakce mezi těmito dvěma materiály. Povrch testovaných vláken byl upraven pomocí nízkotlakého chladného indukovaného plazmatického výboje v kyslíkové atmosféře. Bylo vycházeno z předpokladu, že prostředí takového plazmatu povrch vláken chemicky aktivuje a zároveň ho zdrsňuje.

Modifikovány byly dva typy makrovláken o průměru přibližně 0,3 mm z polypropylenu (PP) a polyethylentereftalátu (PET). Sledovány byly jejich jak povrchové, tak i objemové změny. Konkrétně se jednalo o smáčivost vodou, chemické složení povrchových vazeb, morfologii, pevnost a tuhost v tahu a soudržnost s cementovou maticí. Vývoj povrchových vlastností byl navíc sledován i v čase, aby se odhalila možná degradace provedených úprav.

Provedené experimenty ukázaly, že se smáčivost povrchů vláken vodou výrazně zvětšuje již po 5 sekundách expozice plazmatu, a to až o trojnásobek. Totéž platí pro zvýšení koncentrace kyslíku v povrchových vazbách. Bylo ovšem zjištěno, že je tento jev velmi krátkodobý. Již po 24 hodinách efekt zlepšení smáčivosti degraduje k referenčním hodnotám. Rastrovací elektronová mikroskopie odhalila jemné zdrsnění povrchů jasně viditelné po 120 sekundách od expozice vláken plazmatu. Zkoušky mechanické odolnosti vyloučily, že by realizované úpravy mohly mít výrazný negativní dopad na jejich mechanické vlastnosti.

Naopak testy soudržnosti s cementovou maticí jasně ukázaly, že provedené modifikace mají pozitivní vliv na zvýšení chemické a fyzikální vazby mezi těmito dvěma materiály. Numerické simulace tříbodového ohybu vláknobetonu navíc potvrdily, že provedené úpravy vláken měly pozitivní dopad na mechanické vlastnosti tohoto materiálu, avšak do menší míry, než bylo předpokládáno.

Abstract

The potential of fiber-reinforced cementitious composites is often limited by a relatively weak interface between the reinforcing fibers and cementitious matrix. Generally, it is assumed that improving the interface could lead to a significant improvement of mechanical properties of the composites. Polymeric fibers are usually very smooth and chemically inert with respect to cementitious matrix.

The presented thesis is focused on enhancement of the interfacial bonding. To that purpose a surface of tested fibers was treated by a low-pressure oxygen cold plasma. It was assumed that such a treatment will result in activation of chemical bonds as well as roughening the fiber surface.

Two types of polypropylene (PP) and polyethylene terephthalate (PET) macro-fibers of approximately 0.3 mm in diameter were tested. Both, surface and matrix properties of the tested fibers were investigated with respect to the treatment. In particular, the study included a wettability test, investigation of chemical bonds at the surface, morphology, tensile strength and stiffness, and bonding with a cementitious matrix. Moreover, the development of the surface properties was monitored in time in order to reveal a possible treatment deterioration.

The conducted experiments clearly demonstrated an improvement of fiber wettability after 5 seconds of plasma treatment up to three times and increase in the amount of activated oxygen bonds. However, it was found that the activation of chemical bonds is very unstable and the effect vanishes by 24 hours. The electron microscopy revealed a slight roughening of the fiber surface after 120 seconds of exposure to plasma. The mechanical tests ruled out the negative influence of plasma treatment on mechanical properties of fibers.

On the contrary, the pull-out tests revealed that the plasma treatment improves bonding to a cementitious matrix. Numerical simulations confirmed the positive impact of the treatment on mechanical properties of plasma treated fiber-reinforced composites, however, the effect was smaller than expected.

Klíčová slova

Vláknobeton, polymerová makro-vlákna, polyethylentereftalát, polypropylen, nízkoteplotní plazma, povrchové vlastnosti, plazmatická úprava, mezifázové rozhraní.

Key words

Fiber-reinforced concrete, polymeric macro-fibers, polyethylene terephthalate, polypropylene, cold plasma, surface properties, plasma treatment, interface.

Obsah

1. Cíle práce	10
2. Úvod	11
2.1. Kompozitní materiál	11
2.1.1. Vláknový kompozitní materiál	11
2.1.2. Chování vláknového kompozitního materiálu při zatěžování	12
2.1.3. Spolupůsobení vláknité výztuže s maticí kompozitního materiálu	13
2.2. Vláknobeton	16
2.2.1. Obecné definice	16
2.2.2. Materiálové alternativy výztuže.....	19
2.2.3. Limity potenciálu výztuže	20
2.3. Povrchové vlastnosti polymerových vláken	22
2.3.1. Povrchová smáčivost	22
2.3.2. Morfologie povrchu	23
2.4. Modifikace povrchu vláken	23
2.4.1. Mechanické metody	24
2.4.2. Chemické metody	24
2.4.3. Plazmatické metody	25
2.5. Modifikace povrchu vláken plazmatickou aktivací v kyslíkové atmosféře	26
2.5.1. Definice plazmatu	26
2.5.2. Princip aktivace povrchu pevných látek plazmatem.....	28
2.5.3. Princip aktivace povrchu polymerů plazmatem.....	29
2.5.4. Příklady využití.....	30
2.6. Způsoby ověřování účinnosti plazmatické úpravy vláken.....	31
2.6.1. Analýza chemických změn	32
2.6.2. Analýza fyzikálních změn	34
2.6.3. Analýza interakce mezi vlákny a referenční maticí	35

2.6.4. Metoda korelace digitálního obrazu	35
3. Experimentální část	38
3.1. Materiály	38
3.1.1. Vlákna	38
3.1.2. Cementová pasta	39
3.2. Experimentální metody	39
3.2.1. Plazmatická úprava vláken	39
3.2.2. Měření kontaktních úhlů	39
3.2.3. XPS analýza chemických povrchových vazeb	40
3.2.4. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)	41
3.2.5. Analýza úbytků hmotnosti	42
3.2.6. Zkouška pevnosti vláken v tahu.....	42
3.2.7. Zkouška vytažení vlákna z cementové pasty (pull-out test).....	43
4. Výsledky.....	45
4.1. Měření kontaktních úhlů	45
4.2. XPS analýza chemických povrchových vazeb	47
4.3. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)	51
4.4. Analýza úbytků hmotnosti.....	54
4.5. Zkouška pevnosti vláken v tahu.....	54
4.6. Zkouška vytažení vlákna z cementové pasty (pull-out test)	58
5. Numerické simulace.....	63
5.1. Geometrie modelu a výpočetní síť	63
5.2. Materiálový model.....	64
5.3. Výsledky	66
6. Závěr	68
Seznam použité literatury	71

1. Cíle práce

Hlavním cílem této diplomové práce je zlepšení mechanických parametrů cementových kompozitů vyztužených polymerovými vlákny. Dopomoci k tomu má manipulace s interakcí mezi těmito dvěma materiály. Hlavní cíl je rozdělen na několik dílčích cílů, které jsou vyjmenovány níže:

- Rozbor možností zlepšování mechanických vlastností vláknového kompozitního materiálu. Popis významu mezifázové interakce mezi maticí a výztuží. Odvození vlivu chování jednotlivého vlákna během vytahování z matrice (tzv. pull-out průběh) na mechanické vlastnosti výsledného kompozitního materiálu.
- Popis základních vlastností vláknobetonu se zaměřením na parametry výztuže. Odvození požadovaných vlastností vláken.
- Povrchové modifikace polymerových makro-vláken pomocí studeného nízko-tlakového plazmatu. Posouzení dosažených změn. Hledání optimální varianty modifikační intenzity s ohledem na změnu jak povrchových, tak i objemových parametrů vláken.
- Výzkum interakce mezi upravenými vlákny a cementovou maticí v porovnání s referenčními materiály.
- Numerické modelování vláknobetonu s modifikovanou vláknitou výztuží dle technických standardů. Popis potenciálu povrchových úprav výztuže.

2. Úvod

2.1. Kompozitní materiál

Kompozitní materiály obsahují dvě či více vzájemně působících složek. Jednotlivé složky se od sebe odlišují, nejčastěji chemickým složením a také svými fyzikálními a mechanickými vlastnostmi. Jedná se tedy o heterogenní materiály. Princip funkce kompozitního materiálu spočívá ve společné vzájemné synergické interakci všech obsažených složek [1-4]. Vlastnosti výsledného produktu jsou ovlivněny zejména:

- Vlastnostmi jednotlivých složek; pevnostními charakteristikami, tuhostí, geometrickým tvarem, atd.
- Poměrným i absolutním zastoupením jednotlivých složek v celém objemu a jejich vzájemným uspořádáním.
- Interakcí jednotlivých složek.

2.1.1. Vláknový kompozitní materiál

Vláknový kompozitní materiál je tvořen dvěma základními složkami. První – kontinuální složka se nazývá matrice. Obvykle je charakteristická nižšími pevnostními vlastnostmi (pevnost v tahu, vysoká míra křehkosti). Druhá – diskontinuální složka se nazývá výztuž – ta zpravidla vykazuje, ovšem ne vždy nutně, lepší mechanické vlastnosti. Jedná se hlavně o vyšší elastickou tuhost a/nebo tahovou pevnost. Vlákná mohou být v celém objemu směsi uspořádána a rozptýlena náhodně (sekaná vlákna) nebo v určitém systematickém řádu (provazce, tkaniny) [1]. Konečné vlastnosti vláknových kompozitních materiálů jsou určeny [4-6]:

- Vlastnostmi vláken (Youngovým modulem pružnosti v tahu, pevností v tahu, délkou, průměrem, povrchovými vlastnostmi).
- Vlastnostmi matrice (modulem pružnosti, pevnostními charakteristikami, schopností plastického přetváření).

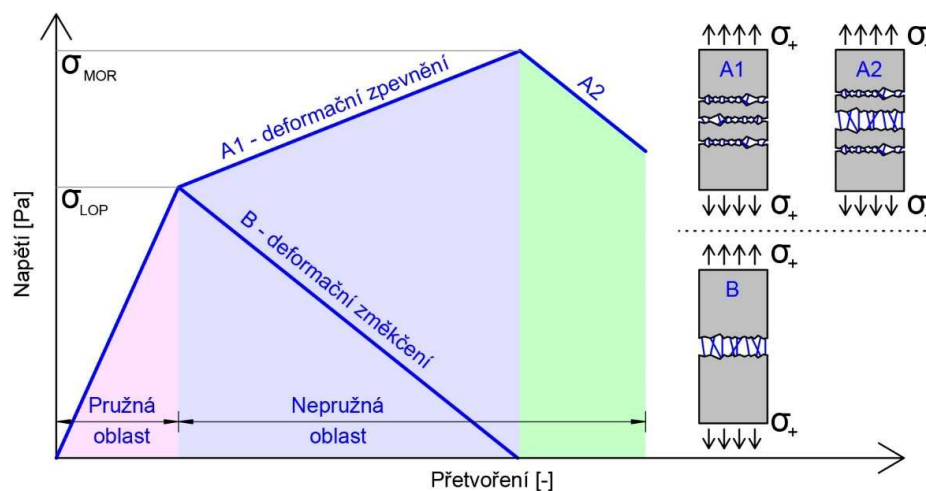
- Vzájemnou interakcí jednotlivých fází (chemickými a fyzikálními vazbami).

2.1.2. Chování vláknového kompozitního materiálu při zatěžování

Jakýkoliv materiál se vlivem zatížení přetváří podle teorie mechaniky poddajného kontinua. Dojde-li k překročení jeho meze pružnosti či kluzu, nastanou v něm nevratná poškození. U křehkých či kvazi-křehkých materiálů, mezi něž patří i cement, jsou tato poškození charakterizována jejich porušením spojitosti (vznik trhliny či systému trhlin). Tyto trhliny mohou být způsobeny nejen vnějším zatížením, ale také objemovými změnami materiálu. K objemovým změnám cementu dochází jak vlivem smršťování během procesů tuhnutí a tvrdnutí, tak vlivem změn okolních podmínek (změny vlhkosti či teploty). Nadměrné zatěžování může být způsobeno jak běžnými typy zatížení statického či dynamického původu, tak i zatíženími mimořádnými [7]. Všechny výše uvedené aspekty mohou mít příčinnou souvislost s porušením integrity materiálu, která má za následek jeho snížení nebo ztrátu jakosti, vzhledu, životnosti, funkce či dokonce únosnosti a spolehlivosti. Pro eliminaci výše uvedených jevů je vhodné matici vyztužit, a vytvořit tak vláknový kompozitní materiál [7-9].

Aplikací výztuže získá původně křehký materiál zvýšenou duktilitu, protože vzniklou trhlinu jsou výztužná vlákna schopna přemostit. Působící tahové napětí je tedy přeneseno z matrice do výztuže a z výztuže zpět do matrice. Pro případ osového tahu se rozlišují dva typy nevratného přetváření materiálu: deformační změkčení a deformační zpevnění. V případě tahu ohybem jde o změkčení, respektive zpevnění při ohybu. Princip fungování je u obou případů analogický – proces zpevnění je provázen vznikem mnoha postupně se otevírajících trhlin. Naproti tomu při změkčení je rozevírána pouze jedna trhlina následkem kumulace deformace [10].

Na Obr. 2.1 jsou znázorněné pracovní diagramy pro oba stavy. K otevření trhliny může výjimečně dojít přetržením výztužného vlákna. Častější variantou rozevření trhliny je pak vytažení vlákna z matrice (pull-out). Velikost napětí, které jsou výztužná vlákna schopna přenášet, závisí nejen na jejich mechanických vlastnostech, množství a orientaci vzhledem k působícímu zatížení, ale především na velikosti smykové soudržnosti a mezifázové pevnosti na materiálovém rozhraní [8,11-13].



Obr. 2.1: Pracovní diagram pružno-plastického materiálu [4].

D. J. Kim a kol. ve svojí práci [14] uvádí rovnice sloužící k výpočtu meze pružnosti a pevnosti v tahu u vláknových kompozitních materiálů s deformačním zpevněním.

$$\sigma_{\text{LOP}} = \sigma_{\text{M}}(1 - V_f) + \alpha\tau V_f(L_f/d_f) \quad (1)$$

$$\sigma_{\text{MOR}} = \lambda\tau V_f(L_f/d_f) \quad (2)$$

Kde: V_f je objemové zastoupení vláken, L_f délka vláken, d_f průměr vláken, σ_{M} mez pružnosti v tahu matrice, τ mez adhezní mezifázové soudržnosti, α součinitel zohledňující distribuci a orientaci vláken, λ součinitel zohledňující kotevní délku vytažovaných vláken a další nahodilé parametry.

V předchozích rovnicích nejsou nijak zohledněny mechanické vlastnosti vláken, neboť se předpokládá, že nedojde k překročení jejich tahové pevnosti. Mez pevnosti vláknových kompozitních materiálů je funkcí objemu výztužných vláken, poměrem jejich délky k průměru a adhezní mezifázové soudržnosti mezi povrchem vlákna a matricí [14].

2.1.3. Spolupůsobení vláknité výztuže s matricí kompozitního materiálu

Z výše uvedené kapitoly vyplývá, že chování vláknového kompozitního materiálu v tahu, mimo jiné, přímo závisí na reakci jednotlivého vlákna, které je postupně vytažováno z matrice (pull-out). Jak již bylo zmíněno v kapitole 2.1.1, míra interakce mezi matricí a výztuží je jedním ze třech aspektů, který má na toto chování přímý vliv.

Nejnázornější formou pro stanovení míry mezifázové interakce je sledování chování vlákna během jeho vytahování z matrice.

Proces vytahování vlákna se dělí na dvě fáze. V první fázi dochází k porušování chemických mezifázových vazeb jeho povrchu s matricí. Je-li tato vazba překročena, dojde k odtržení vlákna od matrice, tedy vytvoření tunelovité trhliny na rozhraní těchto dvou složek. Ve druhé fázi nastává vytahování vlákna z matrice, čemuž ovšem brání tření mezi jeho pláštěm a povrchem obklopující matrice. Vzniká mezifázové smykové napětí. Míra tření může být tak vysoká, že síla potřebná k vytažení vlákna o určitou vzdálenost dočasně převyšuje sílu potřebnou k jeho odtržení od matrice, viz Obr. 2.2 [15,16].

M. Přinosil a kol. [15] shrnuli práci Ch. Li [17] a C. Redona [18] a definovali pomocí matematického vyjádření proces chování vlákna při pull-out testu. To je reprezentováno silou P (síla vzdorující vytažení vlákna) a posunem jeho volného konce u . Do okamžiku porušení chemické soudržnosti vlákna a matrice je sledovaná síla P_{deb} rovna síle chemické mezifázové soudržnosti (3). Jakmile je tato soudržnost porušena, aktivuje se tření, které působí proti vytahování vlákna. Síla P_{deb} je definována jako:

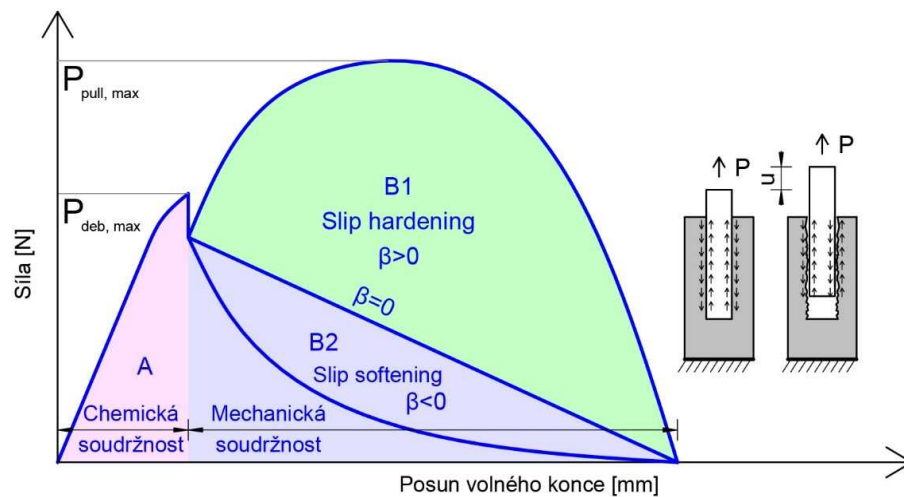
$$P_{deb} = \sqrt{\frac{\pi^2 E_f d_f^3}{2} (\tau_0 u + G_d)} \quad (3)$$

Kde: d_f je průměr, E_f je Youngův modul pružnosti vlákna, τ_0 mezifázové smykové napětí aktivované posunem, u posun volného konce vlákna a G_d pevnost mezifázové chemické vazby.

V momentě, kdy délka tunelové trhliny dosáhne délky rovné kotevní délce vlákna, působí proti jeho vytažení pouze zmíněné tření. Postupným vytahováním vlákna je snižována aktivní třecí plocha, což vede i ke snížení sledované síly P_{pull} , která se spočte jako (4):

$$P_{\text{pull}} = \pi d_f \tau_0 \left[1 + \frac{\beta \left(u - \left(\frac{2\tau_0 L_e^2}{E_f d_f} + \sqrt{\frac{8G_d L_e^2}{E_f d_f}} \right) \right)}{d_f} \right] \left[L_e - u + \left(\frac{2\tau_0 L_e^2}{E_f d_f} + \sqrt{\frac{8G_d L_e^2}{E_f d_f}} \right) \right] \quad (4)$$

Kde: β je parametr zohledňující efekt stoupavé či klesavé tendence předmětné funkce v intervalu mechanické soudržnosti, L_e kotevní délka, ostatní členy, viz rovnice (3).



Obr. 2.2: Různé způsoby odezvy vlákna při pull-out testech [4].

Výše uvedené informace potvrzují důležitost mezifázové interakce, která má přímý vliv na mechanické vlastnosti vláknového kompozitního materiálu. Zvýšením G_d a τ_0 je dosaženo navýšení obou hodnot rovnice (4).

Aby byl vláknový kompozitní materiál navržen efektivně, je nutné optimalizovat interakci mezi jeho maticí a výztuží. Často je chemická i fyzikální soudržnost nedostatečná, na což poukazuje řada vědecko-technických experimentů. V následující tabulce (Tab. 2.1) jsou shromážděna data z vybraných testů, které srovnávají síly P_{pull} a P_f nutné k vytažení vlákna z matrice, respektive jeho přetržení. Vyobrazena je i síla P_{deb} , která je nutná k odtržení vlákna od matrice. Všechna vlákna byla kotvena alespoň polovinou z jejich celkové délky. Vzhledem k tomu, že nejsou uvedené síly vztaženy

k ploše pláště vlákna (přepočet na smykové napětí) a že se vždy nejedná o identickou matici, nelze výsledky vzájemně porovnat. Nicméně pro ilustraci využití potenciálu vláken postačí.

Tab. 2.1: Výsledky pull-out testů [15,16,19,20].

Materiál vlákna	\varnothing [μm]	L_f [mm]	L_e [mm]	Matrice	P_f [N]	P_{deb} [N]	P_{pull} [N]
Akryl	-	10	5	cement	0,24	0,10	0,18
Nylon	-	10	5	cement	0,50	0,15	0,15
PVA	40	8	5	vápno	1,60	0,40	0,5–1,2
PP	40	15	7,5	cement	0,75	0,2–0,3	0,37
Ocel	405	32	16	cement	296,30	170,40	170,40
Sklo	-	-	30	cement	~900	~400	~400

2.2. Vláknobeton

2.2.1. Obecné definice

V technické praxi pozemního stavitelství se lze nejčastěji setkat s vláknovými kompozitními materiály s vápeno-silikátovou maticí na bázi cementových a vápenných pojiv. Materiály s cementovými pojivy se dělí do skupin, pro jejichž označení se vžily názvy převzaté z angličtiny. Hlavní obecnou nadřazenou skupinou je materiál označovaný zkratkou FRCC (fiber reinforced cement composite – vlákny vyztužený cementový kompozitní materiál). Ten se dále dělí na: FRC (fiber reinforced concrete – vlákny vyztužený beton neboli vláknobeton) a ECC (engineered cement composite – cementový kompozit s řízenými vlastnostmi). ECC kompozity jsou charakteristické svým tzv. deformačním zpevněním, proto jsou někdy nazývány jako SHCC (strain hardening cement composite – deformačně se zpevňující cementové kompozity). Naproti tomu FRC deformačního zpevnění dosahovat nemusí. Postačí, když vykazuje určitý poměr zbytkové pevnosti po dosažení meze pružnosti. Podrobnější pojednání je zmíněno níže.

Obecně lze vláknobeton (Obr. 2.3) definovat jako vláknový kompozitní materiál, který navíc kromě matrice a výztuže obsahuje třetí složku – plnivo. Stěžejní roli v něm ale hraje výztuž ve formě vláken. Ta by měla být v jeho objemu co nejvíce rovnoměrně

rozptýlená. Vlákna jsou vždy náhodně orientována. Dle principu vláknového kompozitního materiálu matrici ztužují, čímž výslednému materiálu udělují lepší mechanické vlastnosti, než jaký má prostý beton (houževnatost, pevnost v tahu, abraze, bodová únosnost). Celkové množství vláken se dávkuje v množství do 1 % objemu směsi, čemuž odpovídá řádově několik jednotek kilogramů polymerových vláken na 1 m³ směsi.



Obr. 2.3: Čerstvý beton s ocelovými drátky [21].

Konkrétní definici vláknobetonu lze nalézt i v technických standardech. Konkrétně norma ČSN EN 14845-2 vláknobeton definuje jako beton, který díky vláknům vykazuje zbytkovou pevnost 1,5 MPa na ohýbaných trámčích o rozměrech 550×150×150 mm s vrubem (dle EN 14845-1) při rozevření trhliny (CMOD) 0,5 mm, respektive 1 MPa při rozevření trhliny 3,5 mm. Norma výslovně definuje, že pokud jsou tyto podmínky splněny, lze takovýto beton považovat za konstrukční, nikoli pouze prostý. Dále taková vlákna prohlašuje za vlákna „*mající statický efekt v betonu*“. Ačkoliv tato standardizovaná definice bez širších souvislostí komentuje pouze vláknobeton samotný, lze z ní vyčíst jeho odlišnost od dalších vláknových kompozitních materiálů, zejména z kategorie ECC. Totiž, připouští-li norma otevření trhliny až 3,5 mm, znamená to, že nejsledovanější část odezvy takového materiálu při zatěžování je post-lineární fáze. K těmto účelům postačí aplikace nízko modulových vláken (polymer). Oproti tomu materiály ze skupiny ECC (SHCC) nebo UHPFRC vznik širokých trhlin ze své podstaty vylučují. V jejich případě se častěji používají vlákna vysoko modulová (karbon, sklo, ocel) [10,22,23].

Pro úplnost je nutné zmínit, že aplikace nízko modulových polymerových vláken do betonu s sebou nese i vliv na mez pružnosti materiálu. V raných fázích hydratace, tj.

do cca 10 hodin od vnesení záměsové vody, cementová matrice vykazuje jen zlomek své budoucí pevnosti a tuhosti v tahu. Ta je dokonce menší než tahová tuhost polymerových vláken (standardně v řádu jednotek GPa). Vlákná tak mohou aktivně přenášet tahová napětí vznikající vlivem objemových změn cementu při hydrataci, což má za následek redukci šířky smršťovacích trhlin. Polymerová vlákna jsou často používána i pro zvýšení požární odolnosti konstrukcí. Běžné polymery mají teplotu tání kolem 150 °C. Při vysokých teplotách od požáru tedy sublimují a vytváří objemovou kapacitu pro expanzi ostatních složek betonu, které se úměrně změně teploty a jejich teplotní roztažnosti rozpínají [10,24-27].

Využití vláknobetonu je vhodné, pokud je konstrukce namáhána ohybem, smykem, kroucením, ale i tlakem. Běžně se používá k výrobě prefabrikátů nebo torkretovaného betonu. Stále větší uplatnění lze pozorovat i při výstavbách monolitických průmyslových podlah, které musí při uložení na modelu pružného podloží vzdorovat bodovým zatížením až několika stovek kN, v případě hangárů i více [22,23,28-30]. Další z oblastí, kde se výrazně projevuje jeho využití, jsou konstrukční detaily a místa případného nahromadění betonářské výztuže, které by mohlo vést ke snížení probetonovatelnosti. Zejména ocelová vlákna zde tak mohou v některých případech zcela nahradit smykovou výztuž (trmínky) [30,31].

Pro zajímavost lze dodat, že vláknobeton byl patentován v roce 1874, kdy výztužnou složku tvořil odpad z výroby ocelových součástek. K jeho intenzivnějšímu výzkumu a testování praktických uplatnění došlo až od poloviny 20. století [32,33].

Zvláštní oblastí využití rozptýlené výztuže v cementové matrici je ultravysokohodnotný vláknový beton (UHPFRC). Tento typ materiálu ale nelze považovat za vláknobeton, neboť vlákna v něm použitá zvyšují především mez pružnosti materiálu, nikoliv integritu materiálu při vzniku širokých trhlin. Vlákná se zde vyskytují ve velkých objemech. Tento typ betonů dosahuje pevnosti v tlaku nad 150 MPa a pevnosti v tahu za ohybu přes 15 MPa [34].

Společným jmenovatelem při aplikacích vláknobetonu namísto prostého betonu je vždy snaha omezit množství a rozevření trhlin v objemu materiálu, ať již je jejich původ jakýkoliv. Eliminace trhlin s sebou přináší řadu benefitů; především jde o potlačení zhoršení užitných vlastností materiálů vyjmenovaných na počátku kapitoly 2.1.2. Ačkoliv

je výskyt trhlin v betonu nevyhnutelný, je silně žádoucí jejich rozevření eliminovat v souladu s technickou podstatou věci a s normou ČSN EN 13670 (ta připouští maximální šířku v řádu desetin milimetru), a to proto, aby byl maximálně potlačen vnik agresivních látek do objemu konstrukce, které spouští řetězovou reakci degračních procesů.

2.2.2. Materiálové alternativy výztuže

Mezi současně nejvíce používanou vláknitou výztuž patří ocelové drátky. Nabízí velmi dobré mechanické parametry a dobrou soudržnost s cementovou matricí. Zásadní nevýhodou ocelových vláken je především jejich cena. Přidání 1 % objemu ocelových vláken do směsi může cenu výsledného betonu až zdvojnásobit. Další nevýhodou je pak jejich horší odolnost vůči korozi, či vystupování z povrchu betonové konstrukce [35,36].

Stále širší uplatnění nachází vlákna polymerová (Obr. 2.4), například polypropylen, polyethylen, polyester, polyvinylalkohol, nylon, polyakryl, aramid, nebo jejich různé směsi. Zejména pak vlákna z polypropylenu jsou pro tyto účely hojně využívána. Na trhu tak jsou dostupná v různých modifikacích, které jsou přímo vyrobené za účelem přidávání do betonů nebo malt ve formě rozptýlené výztuže [35,37].



Obr. 2.4: (vlevo) Polymerová makro-vlákna BaneSteel 55 [38], (vpravo) mikrovlákna Fibribet [39].

Nejcharakterističtější zástupcem vláken s vysokým modulem pružnosti jsou uhlíková vlákna. Podle způsobu a materiálů použitých k jejich výrobě je můžeme rozdělit na dvě kategorie. Nejvyšší a zároveň také nejdražší jsou vlákna vyráběná z polyakrylnitrilu. Označují se jako PAN vlákna. Méně kvalitnější, ale zároveň levnější variantou jsou takzvaná Pitch vlákna. Ta se vyrábí z ropy a uhelného dehtu [31].

Dalším často užívaným zástupce jsou skleněná vlákna. V porovnání s ostatními materiálovými typy vláken bodují výhodným poměrem mezi modulem pružnosti a pevnosti v tahu a cenou. Kladně lze hodnotit i jejich příznivou objemovou hmotnost, která nijak nevybočuje od objemových hmotností ostatních složek vláknobetonu. Tento zdánlivě nezajímavý parametr ale usnadňuje rovnoměrnou segregaci vláken napříč objemem směsi – nedochází k jejich vyplavávání či sedimentaci [31].

Okrajovými alternativy mohou být vlákna přírodní ať už rostlinového či živočišného původu. Již delší dobou ukazují svůj potenciál vlákna celulózová. Obvykle se používají k vyztužování tenkých cementových desek. Jsou poměrně krátká a nepružná. Mají ale dobré vlastnosti při dlouhodobém stárnutí v cementové matrici. Jejich dávkování může přesahovat 10 % z celkového objemu směsi. Jedná se tak o vhodnou náhradu již nepoužívaných vláken azbestových [31,34]. Základní parametry nejdříve využívaných vláken shrnuje Tab. 2.2.

Tab. 2.2: Přehled vlastností vybraných typů vláken [31].

Typ vlákna	Průměr [μm]	Objemová hmotnost [kg/m ³]	Modul pružnosti [GPa]	Pevnost v tahu [MPa]	Přetvoření na mezi porušení [%]
Ocelová	5-500	7840	200	500-2000	0,5-3,5
Skleněná	9-15	2600	70-80	2000-4000	2-3,5
Azbestová	0,02-0,4	2600-3400	164-196	3100-3500	2-3
Polypropylenová	20-400	900-950	3,5-10	450-760	15-25
Aramidová	10-12	1440	63-120	2300-3500	2-4,5
Uhlíková (PAN)	8-9	1600-1700	230-380	2500-4000	0,5-1,5
Uhlíková (Pitch)	18	1600	30-480	500-3100	0,5-2,4
Jutová	100-200	-	26-32	250-350	1,5-1,9
Kokosová	100-400	-	19-26	120-200	10-25

2.2.3. Limity potenciálu vyztuže

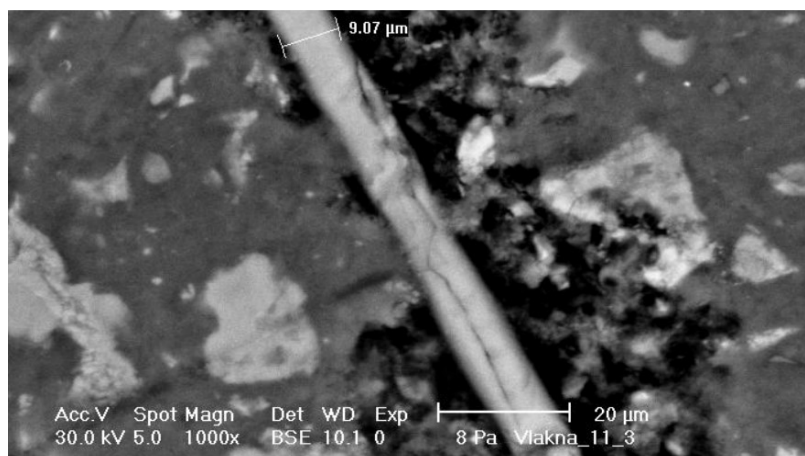
Z výše uvedeného vyplývá, že pokud mají být dosaženy požadované vlastnosti vláknobetonu, tj., mají být splněna technická specifika uvedená v citované normě ČSN EN 14 485-2, lze použít trojí přístup. Dle logiky uvedené v kapitole 2.1.1 toho lze

dosáhnout buď zlepšením mechanických vlastností vláken, zvýšením jejich množství nebo zajištěním jejich efektivní interakce s matricí.

Zlepšování mechanických vlastností výztuže je v případě polymerových vláken problematické – s ohledem na ekonomickou podstatu již nelze tyto materiály zdokonalovat. Navíc, jak je popsáno níže, mechanický potenciál většiny polymerových vláken nelze plně využít kvůli jejich špatné soudržnosti s cementovou matricí. Druhý přístup – zvýšené dávkování výztuže – je velmi obtížný a může být kontraproduktivní vzhledem ke zhoršující se zpracovatelnosti směsi. Překračovat objemové množství vláken o více než 1 % je technologicky nereálné. S narůstajícím množstvím vláken je spojená mimo jiné nutnost navýšení množství záměsové vody, která vede ke zvýšení hodnoty smršťování při vysychání a zvětšování pórovitosti, což ústí ve snížení výsledné pevnosti materiálu. Rozbor třetího přístupu – manipulace se soudržností spojitě a výztužné složky – vyžaduje komplexnější přístup. Jsou mu věnovány odstavce níže.

Převážná většina polymerů, z nichž jsou vyráběná vlákna do betonu (PP, PE, PET), jsou ve vztahu k cementovému pojivu chemicky inertní. Jejich povrch je navíc velmi hladký. Oba zmíněné nedostatky se podílejí na nedostatečné materiálové interakci mezi jejich povrchy a matricí. Výsledkem těchto jevů je nízké využití mechanických vlastností vláken. Jak dokládá Obr. 2.5, může tento jev eskalovat až ve vnik silně porézní struktury mezifázové přechodové zóny, která tak logicky není schopná transferu napětí mezi jednotlivými složkami.

V technické praxi byl tento problém řešen pokusy s aplikací dlouhých vláken. Předpoklad byl, že jejich větší kotevní délka zajistí mezifázový přenos napětí. Ovšem podobně jako v případě zvýšení dávkování výztuže, i tento přístup výrazně zhoršuje zpracovatelnost směsi. [11,34]. Vysokým obsahem vláken je také důsledkem mezifázových kluzných ploch snížena tlaková pevnost materiálu. Z toho plyne, že cílem ideálního návrhu vláknového kompozitního materiálu, je co nejvíce redukovat délku a objem vláken ve směsi, a naopak se snažit docílit jejich maximálního využití [28,34,40].



Obr. 2.5: Snímek z rastrovacího elektronového mikroskopu znázorňující póry (tmavě černé oblasti) mezi cementovou maticí a PET vláknem [41].

2.3. Povrchové vlastnosti polymerových vláken

2.3.1. Povrchová smáčivost

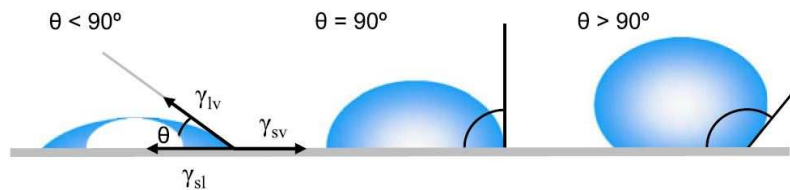
Nejsledovanější povrchovou chemickou veličinou polymerových vláken je jejich vodní smáčivost. Voda je polární kapalina, tudíž míra její interakce s pevnými látkami je silně závislá na jejich polaritě (analogie magnetismu). Důvod, proč je smáčivost vláken vodou klíčová, je prostý – voda je vždy obsažena v cementovém pojivu. Většina polymerů v tomto ohledu vykazuje velmi neuspokojivé vlastnosti; jejich povrchy jsou hydrofobní, tudíž vzniká slabá chemická vazba mezi složkami matrice a výztuže. Jak bylo zdůrazněno výše, tento fenomén výrazně redukuje teorii synergismu složek vláknového kompozitního materiálu. V extrémním případě může docházet k proměně výztuže do formy špatného plniva [41,42].

Smáčivost vláken je úměrná velikosti povrchového napětí a volné povrchové energie pevné látky. Míru smáčivosti lze vyjádřit pomocí kontaktního úhlu, jenž lze pozorovat na rozhraní jednotlivých skupenství – pevného, kapalného a plynného. Úhel je vymezen dvěma tečnami, které tvoří hranici na mezifázovém přechodu pevná látka – kapalina a kapalina – plyn, jak ilustruje Obr. 2.6. Velikost kontaktního úhlu závisí na interakci sousedních molekul a velikosti sil, kterými na sebe působí. Kapalina se v plynném prostředí snaží zaujmout takový tvar, aby vykazovala co nejmenší povrch, což odpovídá geometrickému tvaru koule. Čím více se kapalná fáze na styku s pevnou fází odlišuje od tvaru plné koule, tím je povrch fáze pevné více smáčivý, tedy čím více se

velikost kontaktního úhlu blíží k nule, tím je povrchová smáčivost pevné látky vyšší. Vztah povrchového napětí popisuje Youngova rovnice [43]:

$$\gamma_{lv} \cos(\theta_Y) = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad (5)$$

Kde: γ_{lv} , γ_{sv} , γ_{sl} jsou povrchová napětí kapalina – plyn, pevná látka – plyn, pevná látka – kapalina a θ_Y je Youngův kontaktní úhel.



Obr. 2.6: Vektory povrchových napětí na rozhraní jednotlivých fází [43].

2.3.2. Morfologie povrchu

Za směrodatnou veličinu v oblasti fyzikálních vlastností povrchu vláken lze považovat pouze jejich morfologické parametry. Stručně řečeno, čím je povrch členitější, tím větší je mechanická vazba mezi povrchem vlákna a obklopující matricí pevnější [44]. Navíc díky členitosti (drsnosti) povrchu je zvýšena jeho plocha, na které se mohou realizovat výše popisované chemické vazby. Důležitost popisovaného principu potvrdili L. Yan a kol. [45], kteří použitím elektronové mikroskopie dokázali, že cementová matrice kopíruje vždy morfologii povrchu vlákna, a to i pokud se jedná o vlákna nano rozměrů. Ani z tohoto pohledu nelze polymerová vlákna považovat za ideální. Jejich povrch je totiž velmi hladký.

2.4. Modifikace povrchu vláken

Z výše uvedeného lze souhrnně vyvodit, že velikost chemické soudržnosti mezi vláknem a matricí lze ovlivnit manipulací s jeho povrchovou smáčivostí. Míru fyzikální soudržnosti je možné měnit modifikací morfologie povrchu vlákna. Způsoby, jak toho docílit shrnují následující kapitoly.

2.4.1. Mechanické metody

Princip mechanických úprav spočívá ve zdrsňování povrchu vláken abrazí při míchání směsi (Obr. 2.7). Vlákná jsou obrušována jednotlivými složkami kompozitu, nejčastěji kamenivem. V některých případech je ovšem toto mechanické poškozování nežádoucí a vlákna je zapotřebí před tímto jevem naopak chránit. Při přílišném poškození by mohlo docházet k významnému zhoršení jejich mechanických vlastností. Týká se to především křehkých skleněných nebo čedičových vláken [45]. Další nevýhodou této metody je, že je velice obtížně regulovatelná [46].

Do kategorie mechanických metod úpravy povrchu vláken můžeme zařadit i jejich geometrické tvarování. Jedná se o tvarování ohýbáním nebo kroucením, které lze účinně aplikovat pouze v případě vláken ocelových [14]. Vlákná polymerová, respektive jejich povrch, lze mechanicky upravovat jejich vrstvením. V tomto případě nosnou část vlákna tvoří jádro, které je obalené profilovaným pláštěm [24].

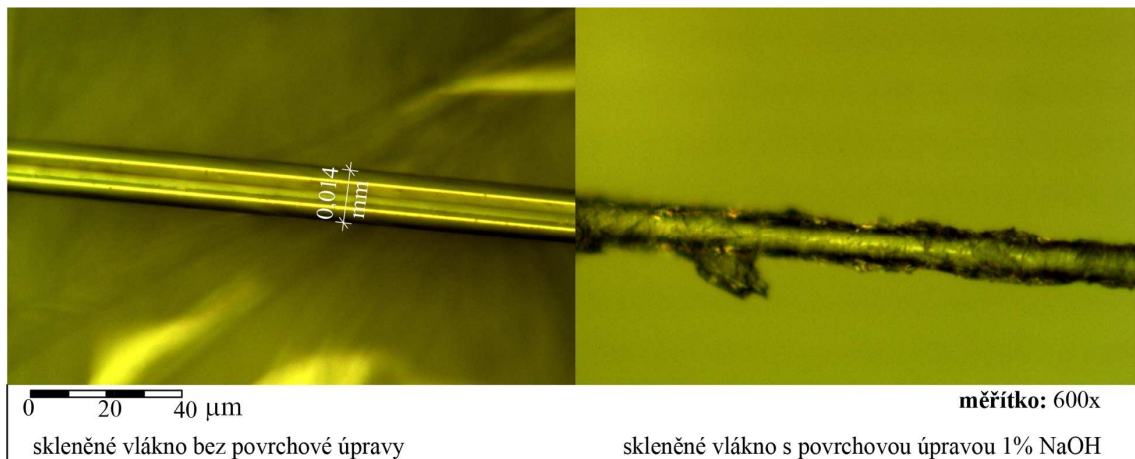


Obr. 2.7: Snímek z rastrovací elektronové mikroskopie mechanického poškození povrchu PO vlákna [44].

2.4.2. Chemické metody

Chemické metody jsou nejčastěji založeny na mokřém oxidativním procesu polymerů vláken. Cílem je modifikace jejich povrchové molekulární vrstvy, která je v přímém kontaktu s přechodovou zónou (interfacial transition zone – ITZ). Tato úprava zvětšuje kontaktní plochu povrchu vlákna a tím zajišťuje lepší adhezi s pojivem v ITZ [41,46]. Nevýhodou tohoto typu modifikace je výrazné oslabení průřezu vlákna [47], viz Obr. 2.8.

Typ chemické úpravy leptáním je nutné podřídit chemickému složení daného vlákna. Nejčastěji je k tomuto účelu užívána alkalická hydrolyza vodnými roztoky, například NaOH, Ca(OH)₂, H₂O₂ [48,49]. Chemické modifikace povrchů vláken jsou však v praxi velmi obtížně proveditelné. Zmíněné tvrzení dokládá např. práce Machoviče a kol., kteří prováděli povrchovou modifikaci vláken v roztoku NaOH při teplotě 90 °C. Celý proces trval 3 dny [48].



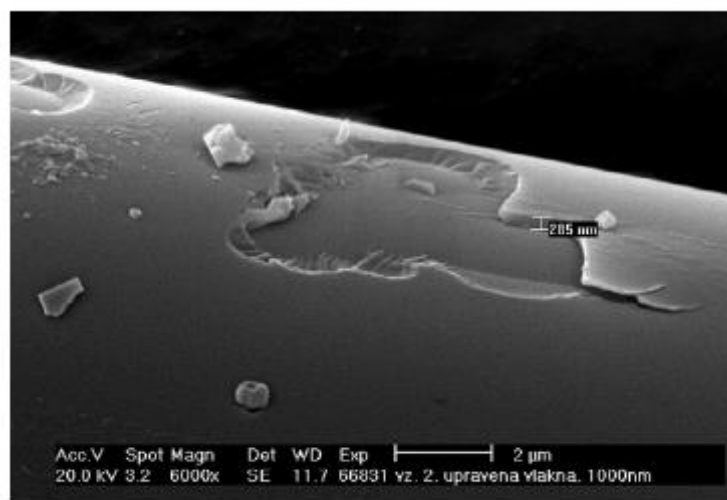
Obr. 2.8: Snímek z optického mikroskopu znázorňující značné poškození povrchu skleněného vlákna po chemické úpravě [46].

2.4.3. Plazmatické metody

Existují dva druhy standardně využívaných plazmatických modifikací smáčivosti povrchů vláken: plazmatické polymerace a plazmatické aktivace. Obě tyto plazmatické metody zahrnují chemické i fyzikální úpravy povrchu vláken.

Princip plazmatické polymerace spočívá v nanesení tenké vrstvy organických monomerních látek na povrch upravovaného vlákna. Výsledný tenký film má kontrolovanou tloušťku a specifické fyzikálně mechanické vlastnosti. Vytváří tak jakýsi adhezní můstek mezi povrchem vlákna a matricí vlastního kompozitního materiálu [50]. Tloušťka naneseného filmu se pohybuje v řádech nanometrů, viz Obr. 2.9.

Vzhledem k délce trvání této metody úpravy povrchu vlákna, která se pohybuje v řádech až několika minut. Bylo ovšem prokázáno, že například pro zvýšení soudržnosti skleněných vláken s matricí kompozitního materiálu je nejúčinnější [51].



Obr. 2.9: Nano vrstva nanesená na povrch vlákna [50].

2.5. Modifikace povrchu vláken plazmatickou aktivací v kyslíkové atmosféře

2.5.1. Definice plazmatu

Ve fyzice se plazma popisuje jako kvazineutrální plyn nabitých a neutrálních částic, který vykazuje kolektivní chování. Kvazineutralita (stav podobný neutralitě, při kterém navenek plyn působí jako neutrální, celkový počet kladně a záporně nabitých částic je v podstatě stejný) znamená, že dodaný potenciál, který by mohl způsobit nakumulování náboje na jednom místě, je v celku rychle odstíněn prostřednictvím plazmatu. Zároveň však není tak neutrální, aby způsobil zmizení všech zajímavých elektromagnetických sil. Kolektivní chování potom znamená, že nabitě částice ovlivňují pohyb dalších jiných nabitých částic na poměrně velkou vzdálenost [42,52].

Plazma je vysoce ionizovaný plyn obsahující takové atomy, které ztratily jeden nebo více elektronů. Znamená to, že atomy plynu jsou disociovány na kladné ionty a záporné elektrony, a to buď důsledkem vysoké teploty plynu, nebo kvůli ionizujícímu záření a reakci e^- s molekulami plynu. Vznik plazmatu je do jisté míry analogický běžným fázovým přechodům mezi jednotlivými skupenstvími, jako například: led – voda – pára. Dodáním vnější energie látce (zahřátím), je možné docílit uvolnění krystalových vazeb a vytvořit tak například z ledu kapalnou vodu nebo uvolnit vazby s vodíkovými můstky a z vody tak vytvořit páru. Podobně je tomu tak i u plynů. Pokud by plynu bylo dodáno dostatečné množství energie, dojde k dalšímu uvolňování vazeb mezi atomovým jádrem

a elektronem, čímž je docíleno vzniku plazmatu [52]. Jelikož se plazma chová výrazně jinak než běžné pevné, kapalné nebo plynné skupenství hmot, nazývá se též jako čtvrté, nebo přesněji kvůli jeho množství ve vesmíru prvé, skupenství hmoty [53,54].

Základní druhy plazmatu můžeme rozdělit do čtyř skupin [55]:

- Běžné plazma: elektronové obaly atomů jsou částečně poškozené příčinou vysoké teploty nebo tlaku. Volné elektrony jsou v tomto případě zodpovědné za plazmatické vlastnosti látky.
- Termonukleární plazma: u tohoto typu plazmatu většinou neexistují atomární obaly, látka je tudíž směsicí samostatných holých jader a volných elektronů. V tomto stavu se většinou plazma nachází v jádrech hvězd, kde zároveň probíhá proces termojaderné syntézy.
- Nukleonové plazma: jádra atomů jsou porušena vysokou teplotou nebo tlakem. Příslušná látka je směsicí elektronů, protonů a neutronů. Odhaduje se, že nukleonové plazma se ve vesmíru objevilo přibližně v čase 10 mikrosekund po vzniku vesmíru. Při tomto jevu se z kvarků tvořily první protony a neutrony. Můžeme ho nalézt také ve vnějších obalech explodující supernovy, kde je jeho vznik vyvolán stlačením plynů rázovou vlnou. Přitom v obálce krátkodobě probíhají termonukleární reakce, které vedou ke vzniku těžkých prvků.
- Kvarkové – gluonové plazma: pomocí vysokých energií jsou rozštěpeny samotné nukleony na své konstituenty zvané kvarky a gluony. V tomto stavu byla pravděpodobně látka asi do deseti mikrosekund po vzniku vesmíru. Tento stav látky se podařilo uměle vytvořit v CERNu v roce 2000.

Dále jej lze dělit podle teploty nebo tlaku [56-58]:

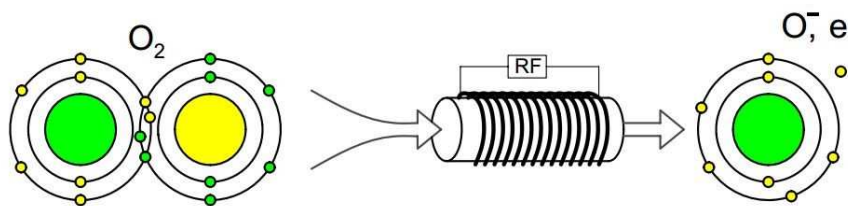
- Vysokoteplotní plazma – teplota těžkých iontů je srovnatelná s teplotou elektronů.
- Nízkoteplotní plazma – teplota těžkých částic je nižší než 1000 K.

- Atmosférické plazma – vzniká při atmosférickém tlaku.
- Nízkotlaké plazma – vzniká při tlaku v řádech desítek až stovek Pa.

2.5.2. Princip aktivace povrchu pevných látek plazmatem

Modifikace plazmatickým výbojem zahrnuje jak fyzikální, tak chemické úpravy povrchů pevných látek. Chemická metoda spočívá v implementaci aktivních prvků na povrch upravované pevné látky, které způsobí snížení její povrchové energie. Princip fyzikální metody spočívá ve zvětšování a zdrsňování povrchu rozprašovacím efektem, tedy prostřednictvím bombardování povrchu ionty. Takový způsob modifikace se dotýká pouze monomolekulárních vrstev na povrchu upravovaných látek a nehrozí tak jejich hloubkové poškození [59]. Výhodou plazmatické aktivace je nízká tepelná zátěž [60]. Metoda je napříč vědecko-technickou společností dobře známá. Jak zmiňují ve své práci R. Li a kol. [56], jen mezi lety 1987 až 1995 bylo uveřejněno více než 5200 vědeckých článků věnujících se problematice plazmatu.

Proces plazmatické modifikace může probíhat v různých plynných atmosférách, např. v O_2 , H_2 , Ar , CO_2 , NH_3 atd. [61,62]. Vznik nízkotlakého plazmatu v kyslíkové atmosféře je umožněn udělením vnější energie molekule O_2 . Tuto energii lze dodat například indukčně vázaným výbojem pomocí RF zdroje ($f = 13,56$ MHz) [42]. Celý proces se odehrává při nízkém tlaku v řádech několika desítek Pa. Vzniklé elektrické pole působí na nabitě částice, především na volné elektrony. Vzájemnými pružnými srážkami řetězově předávají energii dalším částicím. Naopak nepružné srážky způsobují změnu kinetické energie molekul (vibrace, rotace). Vzájemným působením s dalšími přítomnými částicemi dochází k postupnému předávání energie. Postupné navyšování energie molekul vede přes zvýšení energie elektronů (excitaci) až k rozštěpení molekuly O_2 na dva samostatné atomy kyslíku (disociace). Takové samostatné atomy se nazývají radikály. Označují se O^* , jsou to částice s nepárovými elektrony. Tyto radikály mohou pomocí srážek s dalšími částicemi, nejčastěji elektrony, zvyšovat svojí energii (excitovat). Výsledkem toho je tvorba iontů O^- , viz Obr. 2.10. Pro všechny tyto částice platí, že jsou vysoce reaktivní [54].



Obr. 2.10: Schéma tvorby reaktivních částic RF buzeného kyslíkového plazmatu [4].

2.5.3. Princip aktivace povrchu polymerů plazmatem

Pokud je plazmatu exponován povrch polymeru, dochází postupně k následujícím fyzikálně-chemickým jevům [63]:

- Iniclace – první fáze, kde dochází k excitaci molekuly kyslíku, výsledkem čehož je vznik radikálů.
- Propagace – dochází k reakci volných radikálů s povrchem vlákna nebo okolního plynu. Nedochozí tím však k jejich zániku a řetězově se tvoří dál. Na povrchu vlákna tak dochází k odebírání atomů vodíku z polymerového řetězce, v případě skleněných a horninových vláken atomů křemíku, které jsou nahrazeny volnými radikály kyslíku. V případě uhlovodíku polymeru s odtrženým vodíkem se jedná také o volný radikál.
- Terminace – je stav, kdy jsou všechny vazby na povrchu nahrazeny a další nahrazování tak již není energeticky výhodné.

V průběhu modifikace polymeru dochází k nahrazování atomů vodíku polymerových řetězců polárními hydroxylovými skupinami. Podle použitého typu plynu lze vytvořit takové polární skupiny, které jsou s vodou buď vysoce reaktivní, nebo ji odpuzují [64]. Původní hladká morfologie povrchu je v důsledku zmiňovaného rozprašovacího efektu zdrsněna. Celý děj je schematicky zobrazen na Obr. 2.11. Některé studie považují modifikovanou smáčivost za nevratnou [65], ovšem je zapotřebí přihlídnout k možné degradaci této úpravy v čase. Například vzdušná vlhkost a jiné molekuly obsažené v atmosféře mohou tvořit vazby s vysoce reaktivními polárními skupinami na površích upravených vláken [56].



Obr. 2.11: Princip plazmatické modifikace povrchu vláken: (vlevo) neupravený vzorek zakončený vodíkovými vazbami s původní morfologií povrchu, (vpravo) vzorek upravený kyslíkovým plazmatem, u kterého došlo k nahrazení vodíkových vazeb a změně morfologie povrchu [4].

2.5.4. Příklady využití

V odborné literatuře se můžeme setkat s rozsáhlým množstvím experimentů plazmatických modifikací povrchů polymerových, skleněných a horninových vláken, s cílem vylepšení jejich soudržnosti s anorganickými matricemi kompozitních materiálů [49-51,66-68]. Uplatnění plazmatických modifikací povrchů materiálů můžeme najít v různých průmyslových odvětvích. Jedním ze zdárných příkladů aplikace této metody je úprava povrchů plastů před jejich barvením a potištěním. Jedná se například o plastové kryty mobilních telefonů nebo víčka PET lahví. Dále je využívána k ošetření povrchu pryžových okenních těsnění či datových nosičů CD, pro zlepšení jejich adheze. Dalším příkladem jsou pak antireflexní úpravy polykarbonátových krycích skel, používaných u palubních přístrojových desek v automobilech nebo krycí skla žárovek [54].

Výrazně menší počet publikací se však zaměřuje na plazmatickou modifikaci polymerových vláken určených k vyztužení anorganické matrice kompozitních materiálů. Nejčastějšími experimenty tohoto druhu jsou pokusy prováděné s PP vlákny. Plazmatické modifikaci smáčivosti polymerových vláken za účelem jejich užití k vyztužení kompozitního materiálu se zhruba před 20 lety významně věnovali V. C. Li a kol. [61,62].

Z odborných publikací je například možné zmínit práci B. Felekoglua a kol. [2]. Ti se věnovali různým typům plazmatické modifikace PP vláken, kterými pak vyztužovali cementovou maticí. Jednotlivé testy se lišily v použitých plynech vytvářejících plazmatickou atmosféru (O_2 , Ar), délce vystavení vláken plazmatu (od 30 s do 30 min.) a také ve výkonu zdroje (60, 120 a 180 W). Výsledkem bylo, že nejvyšší změny povrchové smáčivosti vlákna lze dosáhnout již po několika vteřinách vystavení vlákna plazmatu (cca 70 %), a to bez ohledu na ostatní parametry nastavení. Dále pak vybrané

typy modifikovaných vláken použili k výrobě zkušebních trámů (40×40×160 mm) z cementové pasty, s objemem vláken 1 %, pro třibodovou zkoušku. Nejlepších výsledků ohybové zkoušky při porovnávání meze pevnosti po 28 dnech, bylo dosaženo při kombinaci: O₂, 120 s, 120 W. V případě meze pevnosti to byla konfigurace: Ar, 120 s, 120 W. V porovnání s referenčními vzorky, kde byla použita vlákna bez modifikace, byly tyto hodnoty cca o 60 %, respektive cca o 80 % vyšší [2]. Svým pokusem za použití modifikace plazmatickým dielektrickým bariérovým výbojem v atmosférických podmínkách, době expozice 30 s a výkonu 300 W. D. Skácelová a kol. docílili navýšení smáčivosti vlákna vodou o cca 55 % [69]. C. Wang a kol. doplnili předchozí dva zmíněné experimenty o AFM snímky, kde je patrná výrazná změna morfologie u modifikovaných vzorků, které mají znatelně hrubší povrch [70].

J. Bartoš [71] v rámci své práce modifikoval PET vlákna plazmatickým výbojem v O₂ atmosféře. Zvolil kombinaci: O₂, 8 min, 100 W. Docílil tím trojnásobného navýšení smáčivosti vodou. Modifikovaná vlákna pak použil k provedení třibodové ohybové zkoušky. Použil stejný postup jako B. Felekoglu s tím rozdílem, že do cementové matrice přidal 2 % objemu vláken. Výsledkem zkoušky bylo, že vzorky s upravenými vlákny dosahovaly o více než 20 % vyšší meze pevnosti oproti vzorkům referenčním.

Za zmínku také ještě stojí výzkum S. Yanga a kol [72]. Ti modifikovali planární PET vzorky plazmatem při atmosférických podmínkách. S výkonem RF zdroje 120 W a času vystavení vzorku plazmatu jen 0,4 s dosáhl navýšení smáčivosti o 70 %. V případě poloviční doby expozice vzorku plazmatu (0,2 s), bylo zaznamenáno zvýšení smáčivosti o cca 50 %. Tímto pokusem tak poukázali na potenciál využití plazmatické úpravy v běžných atmosférických podmínkách, které skýtá širší možnosti uplatnění v praxi.

2.6. Způsoby ověřování účinnosti plazmatické úpravy vláken

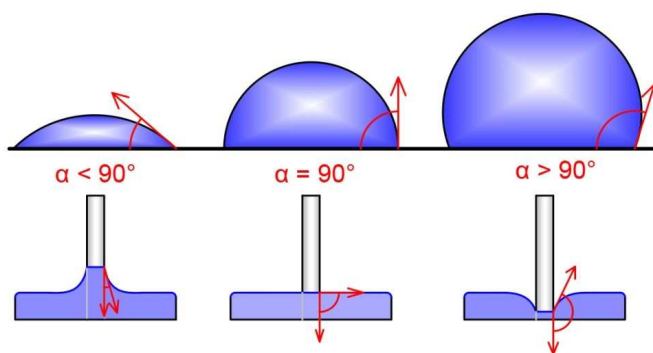
Pro stanovení vhodnosti a efektivnosti konkrétního typu plazmatické úpravy je zapotřebí provést takové zkoušky, pomocí nichž lze stanovit míru účinnosti té které plazmatické úpravy s jejími přímými dopady na vlastnosti testovaných vláken. Slouží k tomu různé druhy zkoušek a hodnotících kritérií, které jsou popsány níže v následujících kapitolách.

2.6.1. Analýza chemických změn

Jak bylo již výše zmíněno v kapitole 2.3.1, proces chemických změn na površích vláken po plazmatických modifikacích lze nejnázorněji hodnotit změnou jejich smáčivosti určitou kapalinou (nejčastěji vodou). Pro tyto účely je nejvíce názorné měření kontaktního úhlu smáčivosti, které lze realizovat přímými (optickými) a nepřímými (silovými metodami).

Princip přímých optických metod je založen na sledování adekvátně zvětšeného obrazu rozhraní třech jednotlivých fází. Výhodou této metody je, že je v praxi poměrně snadno proveditelná a její výsledky jsou vypovídající. Jednou z nevýhod přímé optické metody je nemožnost jejího využití v limitních případech, kdy je smáčivost pevné látky příliš velká, nebo naopak příliš malá. V těchto případech totiž nelze jasně určit hranice jednotlivých fází. Druhou nevýhodou zmíněné metody je její určitá závislost na velikosti měřeného vzorku. Pokud je totiž vzorek příliš malý, nelze metodu kvůli optickým limitům použít [43,73].

Kontaktní úhel smáčivosti vlákna lze pozorovat na jednom samostatném vlákně kolmo ponořeném do kapaliny. Příslušný úhel je vytyčen mezi tečnou oblouku náběhu kapaliny v bodě dotyku s povrchem vlákna, jak je patrné z Obr. 2.12 [73]. Jinou možností vyhodnocení kontaktního úhlu vlákna, je jeho odečtení z kapky zachycené na povrchu horizontálně uchyceného vlákna [74], viz též: Obr. 2.12.



Obr. 2.12: Měření kontaktního úhlu vlákna [46].

Nepřímé silové metody vycházejí z měření rozdílu hmotnosti tělesa pevné fáze v kontaktu s fází kapalnou. Změna hmotnosti je měřena siloměrem, na který je těleso zavěšeno. Nutným předpokladem pro úspěšné měření je znalost povrchového napětí

a objemové hmotnosti kapaliny dále pak tvar průřezu a objemovou hmotnost pevného tělesa, což může být u některých vláken obtížné stanovit [75]. Tuto změnu ovlivňuje jak vztlak, tak síla smáčení, která je úměrná objemu kapaliny ulpívající na povrchu tělesa. Podle Wilhelmyho je tato síla definována jako [74]:

$$f = \gamma_{lv} p \cos \theta \quad (6)$$

Kde: γ_{lv} , je povrchové napětí kapaliny, p je obvod omočené části tělesa a θ je kontaktní úhel.

S přihlédnutím ke gravitační síle je celková zaznamenaná síla definována jako:

$$f = \gamma_{lv} p \cos \theta - V \Delta \rho g \quad (7)$$

Kde: V je objem kapaliny zachycené na povrchu tělesa, $\Delta \rho$ je rozdíl v objemové hmotnosti kapaliny a plynu a g je gravitační zrychlení.

Změnu chemických vazeb na površích modifikovaných vláken lze sledovat pomocí metody XPS. Metoda XPS (X-ray photoelectron spectroscopy – Rentgenová fotoelektronová spektroskopie) je povrchově citlivá metoda, která se používá pro zjišťování chemického složení a stavu povrchů pevných látek. Její princip spočívá v měření energetického rozdělení elektronů, které jsou vyzařovány povrchem zkoumaného vzorku v důsledku fotoelektrického jevu. Fotoelektrický jev neboli fotoefekt je fyzikální jev, při němž důsledkem absorpce elektromagnetického záření látkou, v látce dochází k uvolňování elektronů z obalu atomu, které mohou být následně vyzářeny. Takové elektrony se nazývají fotoelektrony. Rentgenová fotoelektronová spektroskopie využívá k vyzařování elektronů rentgenového záření. Nejobvyklejším zdrojem tohoto záření jsou rentgenky, které produkují charakteristické záření v závislosti na typu materiálu jejich anody. Rentgenky jsou elektrotechnická zařízení určená k produkci rentgenového záření, která vždy obsahují katodu a anodu [76,77].

2.6.2. Analýza fyzikálních změn

Fyzikální změny modifikovaných vláken mohou mít dopad nejen na jejich povrchové ale i objemové vlastnosti. V důsledku příliš intenzivního iontového bombardování může docházet k jejich hmotnostnímu úbytku, který nepřímo poukazuje na ztrátu jejich mechanických vlastností, např. na omezení únosnosti v tahu vlivem oslabení průřezu. Bilance hmotnosti získaná vážením vláken před a po modifikacích je jasným ukazatelem míry fyzikálních změn. Tato metoda je velmi rychlá a nenáročná. Je ovšem pouze informativní.

Ještě přesněji lze tento jev odhalit provedením testů mechanických vlastností vláken před a po modifikaci. Porovnáním nově získaných a referenčních hodnot lze získat přímý ukazatel vlivu mechanického poškození. Tato metoda je velmi náročná na čas a přístrojové vybavení. Přináší ovšem velmi přesné a názorné výsledky. V případě vláken se jedná především o jejich tahovou pevnost a tuhost [37,78].

Míru poškození povrchu vláken lze sledovat přímo přístroji umožňujícími velká zvětšení. Ta jsou v případě vláken nezbytná kvůli jejich miniaturním rozměrům a kvůli mocnosti vrstvy tohoto poškození, které je často jen v úrovni nano metrů. Nejlépe se k tomuto účelu osvědčila pozorování pomocí rastrovací elektronové mikroskopie (REM). Zmíněná metoda je velmi názorná. Nicméně míru poškození nelze kvantifikovat. Je založena na subjektivním vjemu pozorovatele. Podstatnou nevýhodou je cenová náročnost přístrojového vybavení [79].

Vedle obrazového rozboru povrchu vláken pomocí REM lze zjišťovat i jejich skutečnou topografii. Povrch může být naskenován pomocí AFM mikroskopie (atomic force microscopy – mikroskopie atomárních sil). Ta umožní ze skutečného vzorku vytvořit trojrozměrný digitální model, pomocí něhož lze kvantifikovat drsnost povrchu. Princip AFM metody je založen na vzájemné meziatomové přitažlivosti. Měří se pohyb detekčního hrotu, který se postupně v systému neviditelného rastru (podobně jako u metody REM) pohybuje nad vzorkem. Výhodou této metody je její schopnost analyzovat i nevodivé vzorky. I v tomto případě je nezbytné drahé přístrojové vybavení. Rozlišovací schopnosti mikroskopu mohou být menší než skutečné dimenze skenovaného povrchu [80].

2.6.3. Analýza interakce mezi vlákny a referenční maticí

Veškeré výše uvedené možnosti rozboru povrchů vláken se vždy týkají jen jednotlivé složky (vláken). Ačkoliv jsou jejich výsledky velmi přínosné, neodpovídají přímo na otázku, jak upravované vlákno interaguje s maticí kompozitního materiálu. K získání těchto informací je již nutné posuzovat materiál jako celek, tedy s oběma zúčastněnými složkami. Zde neexistuje alternativa než realizace mechanických zkoušek.

Často se lze setkat s ohybovými zkouškami těles z kompozitního materiálu. Jejich výsledky odkazují na interakci složek nepřímou. Princip spočívá v realizaci referenčního setu testů, které jsou následovány testem materiálu obsahujícího modifikované složky. Vzájemné porovnání výsledků z těchto dvou setů poukáže na mezifázové chování složek. V případě vláknových kompozitů se hodnotí ohybová tuhost, ohybová pevnost, aj. Používá se pro takové materiály, u kterých nelze soudržnost testovat na jednotlivých kusech vláken, typicky v případě mikrovláken, vláknitých trojrozměrných výztuží apod.

Názornější je přímý test soudržnosti [4], tzv. pull-out test, při kterém je jednotlivé vlákno vytahováno z matrice. Během tohoto testu je zaznamenáván posun volného konce vlákna a síla, která tomuto posunu vzdoruje. Metoda je velmi názorná a přináší velmi jasně interpretovatelné výsledky. Nevýhodou je však její velká časová a technologická náročnost.

2.6.4. Metoda korelace digitálního obrazu

Existuje mnoho způsobů, jak můžeme měřit deformace konstrukce nebo zkušebních vzorků. K nejčastěji využívaným řešením patří použití extenzometrů a tenzometrů na předem určených místech. Tyto způsoby mají však v porovnání s optickým plošným měřením řadu nevýhod. Patří mezi ně například fakt, že měřené deformace musí být v určitém rozmezí, aby ho bylo možné použitým snímačem zaznamenat, přičemž jsou deformace průměrovány přes délku tenzometru. Měření musí být prováděno na diskrétních místech a zkoumaný povrch musí být dostatečně hladký, aby na něj bylo možné snímač připojit. Optická měření jsou oproti zmíněným schopna zachytit i složitý průběh deformace, a to až do úplného selhání zkoušeného vzorku [81].

Základní teorie korelace digitálního obrazu (digital image correlation – DIC) jako metody k určování pohybu a deformace obrazu [82] byla objevena již před několika

desetiletími. Od té doby je této metody stále více využíváno jako účinného nástroje pro sledování směrů posunů a deformací povrchové struktury nebo stochastického vzoru aplikovaného na povrch vzorku. To je docíleno sledováním pohybu a deformace skupiny pixelů.

Tento přístup tak umožňuje efektivní pozorování lokalizačních jevů, při nichž obvyklé kontaktní metody měření selhávají. Průměrování deformací je zde minimalizováno a závisí pouze na rozlišení pořizovaného obrazu a na nastavení DIC výpočetního algoritmu. Na druhou stranu některé části dat mohou být ztraceny, vlivem odštípnutí pozorovaného povrchu v průběhu zatěžování.

Několik studií, které se zabývaly vyhodnocením chyb v oblasti posunů a deformací získaných pomocí DIC, vykazují dobrou přesnost této metody, např. [83]. Vzhledem k tomu, že se objevují nekomerční vědecké softwarové balíky, metoda se tak stává pro běžná laboratorní měření proveditelná. Takovými nástroji s otevřeným zdrojovým kódem jsou například: DIC nástroj Ncorr [84] a DIC nástroj pro zpětné vyhodnocování Ncorr_post [85], oba pracující v prostředí programu MATLAB [86].

Hlavní myšlenka DIC spočívá v nalezení shody mezi kontrolovanými body na referenčním a posuzovaném obrazu. Toho je dosahováno pozorováním malých podmnožin na referenčním snímku a určování jejich polohy na snímku sledovaném. Pro každou takovou podmnožinu je získána informace o jejím posunu a deformaci, která se určí pomocí transformačních vztahů. Výstup DIC je prezentován v podobě ortogonálního pole (matice) obsahujícího informace o přemístění a deformaci vzhledem k referenčnímu snímku. Napětí a posuny mohou být pak sníženy nebo interpretovány souvislým polem závislosti napětí / posunutí. Podrobné informace o algoritmech DIC je možné nalézt například v příspěvcích Pan a kol. [83] nebo Lu a Caryho [87].

DIC se opírá o kontrastní vzor aplikovaný na povrch zkušební vzorku [88-90]. Tento vzor může být ve formě přirozené textury materiálu, nebo může být na sledovaný povrch uměle nanesen. Kvalita zmíněného vzoru má zásadní vliv na maximální rozlišení a přesnost výsledků DIC. Vzor musí být zároveň náhodný, izotropní a vysoce kontrastní. Na základě již získaných zkušeností, lze k vytvoření bílého pozadí použít běžnou nástěnnou barvu. Barva bílého pozadí musí být dokonale spojena se sledovaným

povrchem, zatímco dochází k vytváření tenké vrstvy, která není zajištěna syntetickými laky nebo emaily [89].

Pro účely pořizování snímků je třeba digitální fotoaparát s vysokým rozlišením upevněný na stativu. Fotoaparát musí být umístěn kolmo na sledovaný povrch vzorku. Vzdálenost fotoaparátu od pozorovaného povrchu a ohnisková vzdálenost musí být nastavena tak, aby byl minimalizován efekt zkreslení čočky objektivu [91]. Citlivost na světlo, vyjádřená číslem ISO, by měla být ručně nastavena na co možná nejnižší hodnotu (optimálně 100), aby bylo předejito nadměrnému šumu. Během procesu snímání obrazu musí být zajištěno dostatečné osvětlení, aby bylo možné nastavit krátkou dobu expozice (optimálně 1/125).

3. Experimentální část

V experimentální části diplomové práce jsou specifikované vybrané typy vláken pro účely výzkumu. Dále jsou zde konkrétně popsány experimenty realizované s vybranými polymerovými vlákny, nastavení a funkce použitých přístrojů.

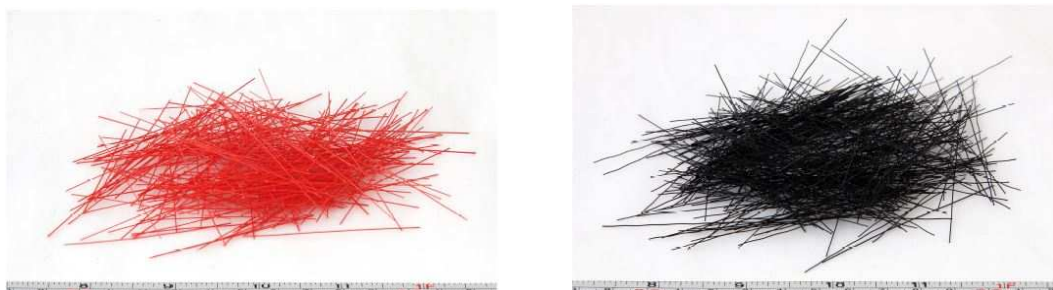
3.1. Materiály

3.1.1. Vlákna

Veškeré experimenty byly realizovány na polymerových makro-vlákních od firmy Spokar, a. s. Jednalo se o dva typy z různých polymerů: Polyethylentereftalát (PET) a Polypropylen (PP). Ukázána jsou na Obr. 3.1. Vlákna jsou primárně vyráběna pro produkci různých typů kartáčů, košťat nebo štětců. Jejich vybrané parametry musely být experimentálně zjišťovány. Shrnuty jsou v následující tabulce (Tab. 3.1). Vlákna jsou vyráběna jednotlivě jako monofilamenty. Nemají žádnou výrobní povrchovou úpravu. Jejich předností oproti vláknům přímo určeným k vyztužování betonu je výrobní cena, která je až násobně nižší. Oba typy mohou být vyráběny z recyklovaných surovin. Dle jejich výrobce je takový výrobní postup sice nákladnější, ale z environmentálního pohledu příznivější.

Tab. 3.1: Přehled vybraných vlastností použitých vláken.

Typ vlákna	Průměr [μm]	Délka (původní) [mm]	Objemová hmotnost [kg/m ³]	Modul pružnosti v tahu [GPa]	Pevnost v tahu [MPa]	Průtažnost [%]
PET	335	130	950	5,8	238	51
PP	305	70	900	6,1	440	8



Obr. 3.1: Digitální snímek vláken PET (vlevo) a PP (vpravo).

3.1.2. Cementová pasta

Veškerá cementová tělesa, která byla v rámci experimentů používána, byla vyrobena z Portlandského cementu CEM I 42,5 R. Vodní součinitel (w/c) byl vždy 0,4. Tělesa tvrdla a tuhla v běžných laboratorních podmínkách (vzdušná vlhkost cca 40-55 %, teplota vzduchu cca 20-22 °C) po dobu 28 dnů.

3.2. Experimentální metody

3.2.1. Plazmatická úprava vláken

Pro plazmatickou modifikaci povrchů polymerových makro-vláken byl použit indukovaný plazmatický výboj v kyslíkové atmosféře. Jednalo se o studené nízkotlaké plazma. Úpravy probíhaly v přístroji Tesla VT 214 (Obr. 3.2) za následujících podmínek: čas expozice plazmatu: 5, 10, 30, 60, 120, 240 a 480 sekund. Výkon RF zdroje: 100 W, frekvence 13,56 MHz, průtok O₂: 50 scem, pracovní tlak: 20 Pa.

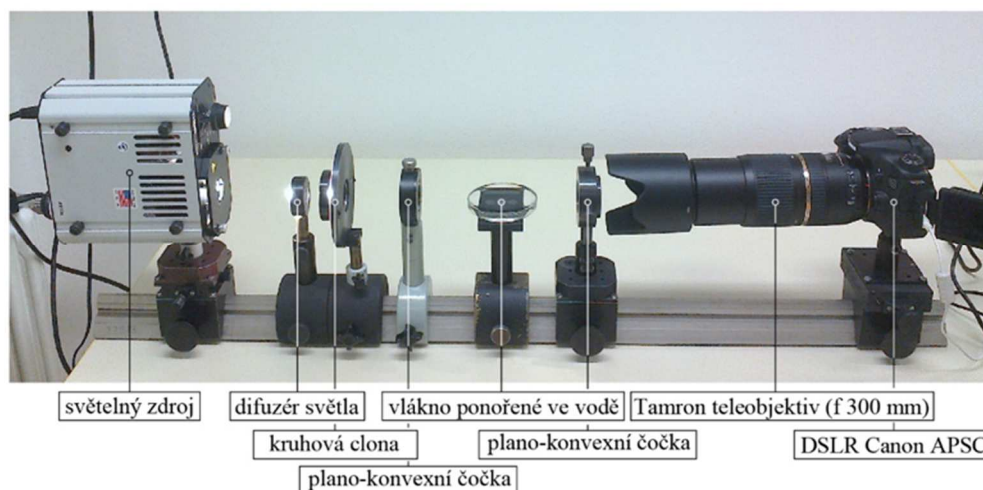


Obr. 3.2: Plazmatický přístroj Tesla VT 214.

3.2.2. Měření kontaktních úhlů

Pro změření kontaktního úhlu polymerového vlákna byla použita přímá horizontální optická metoda. Průběh měření spočíval v kolmém ponoření vlákna do Petriho misky po okraj naplněné demineralizovanou vodou. Na mezifázovém rozhraní kolem vlákna vznikl

meniskus kapaliny, který byl zvětšen pomocí speciální optické soustavy a zaznamenáván digitálním fotoaparátem. Pořízené fotografie byly následně analyzovány v softwaru Camtia, který umožňuje automatizovaný odečet kontaktních úhlů. Od každého typu vlákna bylo vždy snímáno celkem 10 kusů. Aby byla zjištěna možná degradace smáčivosti modifikovaných vláken v čase, po který byla vystavena atmosférickým podmínkám, bylo měření provedeno ihned po modifikaci vláken a dále po 1, 7 a 30 dnech. Vlákna byla skladována za běžných laboratorních podmínek, exponovaná běžnému atmosférickému prostředí. Optická soustava, která byla zkompletována přímo pro účely tohoto experimentu, je vyobrazena na Obr. 3.3. Princip funkce této metody je podrobně popsán v publikaci [73].

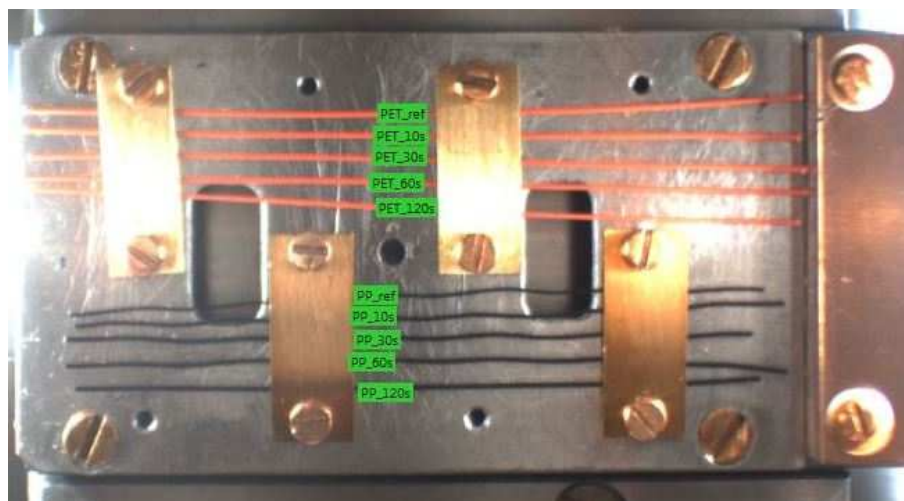


Obr. 3.3: Schéma s popisem přímé horizontální optické soustavy určené k měření kontaktního úhlu [4].

3.2.3. XPS analýza chemických povrchových vazeb

Chemické složení povrchů vláken bylo analyzováno pomocí fotoelektronového spektroskopu za použití přístroje Kratos (AXIS Supra) vybaveným monochromatickým hemisférickým analyzátozem $AlK\alpha$. XPS spektrum bylo zkoumáno pod úhlem 90° na ploše o povrchu $110 \times 110 \mu\text{m}^2$ (Obr. 3.4). XPS spektra byla zaznamenána průchozí energií o velikosti 20 až 80 eV dle potřeb rozlišení. Získaná data byla vyhodnocena pomocí SW CasaXPS, přičemž vrcholy Gaussových rozložení spekter byly pořízeny s přesností $\pm 0,2$ eV. XPS spektra byla kalibrována pro oba typy vláken zvlášť dle aktuálních potřeb, které odpovídaly C-C vazbám. Cílem bylo odhalit především množství kyslíku v povrchových vazbách, který poukazuje na aktivní polární skupiny. Testu byla podrobena vlákna referenční a dále plazmaticky modifikovaná pod dobu 10, 30, 60 a 120

sekund. Celý experiment byl proveden ihned po plazmatických modifikacích vláken a následně v časových odstupech 1, 7, 14 a 30 dnů. Účelem těchto odstupů bylo vysledovat změnu chemických vazeb upravených vláken, která byla exponována běžným atmosférickým podmínkám.



Obr. 3.4: Připravené vzorky pro XPS analýzu.

3.2.4. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)

Důsledky plazmatických modifikací na morfologii povrchu vláken byly zkoumány pomocí rastrovací elektronové mikroskopie přístrojem Merlin Zeiss. Aby bylo možné tuto analýzu provést, bylo zapotřebí zajistit dostatečnou elektrickou vodivost povrchu vlákna, což u polymerových vláken není jejich složením zajištěno automaticky. Za tímto účelem byl povrch vláken pokoven tenkou vrstvou zlata. K tomu byl využit přístroj BOC Edward Scancoats Six s pracovními parametry: napětí 1,3 kV, proud 35 mA, doba pokovování 40 s (Obr. 3.5).



Obr. 3.5: Příklad přístroje pro pokovení vláken BOC Edward Scancoats Six.

3.2.5. Analýza úbytků hmotnosti

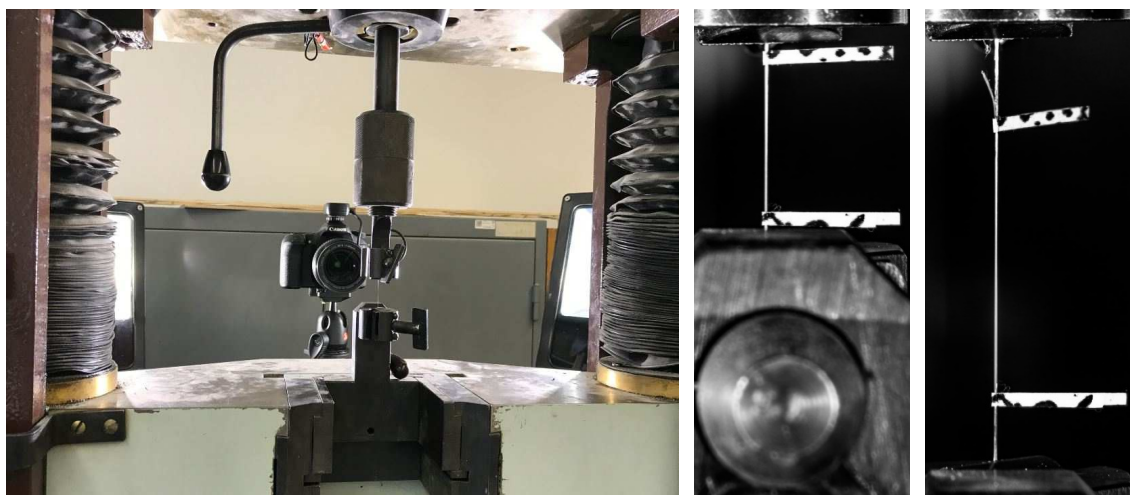
Pro předpoklad míry degradace objemových vlastností modifikovaných vláken byla provedena analýza hmotnostních poměrů. Vlákná byla zvážena vždy před plazmatickou modifikací a následně pak bezprostředně po ní, přičemž byl podrobně sledován hmotnostní úbytek upravených vláken oproti jejich výchozímu stavu. Vážení se opakovalo třikrát. Výsledky jsou aritmetickým průměrem. Vždy byla použita nová vlákna, tj., upravená vlákna již nikdy nebyla znovu exponována plazmatu. Pro účely vážení byla použita laboratorní váha Kern ALJ 120 – 4 ($d = 0,1 \text{ mg}$).

3.2.6. Zkouška pevnosti vláken v tahu

Pro stanovení základních mechanických vlastností vláken byla provedena jejich destruktivní tahová zkouška. Cíleno bylo především na určení pevnosti vláken v tahu a na Youngův modul pružnosti v tahu, dále na průtažnost materiálu. Experiment byl realizován pomocí hydraulického lisu Web Tiv Ravestein FP 100. Proces zatěžování byl řízen posunem. Rychlost posunu byla nastavena: pro PET vlákna na 6 mm/min a pro PP vlákna na 3 mm/min . Výsledkem byla vždy závislost mezi posunem volného konce vlákna (mm) a síly (N), která tomuto posunu vzdorovala. Experiment probíhal pokaždé do přetržení vlákna. Součástí tohoto experimentu byla také DIC analýza posunů konců vláken (Obr. 3.6), což umožnilo přesný a nezávislý záznam. Kvůli tomuto účelu byly na vlákna nanášeny signální body ve formě štítků s kontrastním vzorem. Pomocí DIC byla během zatěžování snímána a vyhodnocována jejich proměnná vzdálenost.

Specifikace a princip fungování této metody jsou blíže popsány v kapitole 2.6.4. Ačkoliv norma ČSN EN 14889-2 požaduje pro stanovení základních mechanických vlastností polymerových makro-vláken vždy analýzu nejméně 30 kusů, z důvodu časové, a tedy i ekonomické spotřeby experimentu, bylo množství omezeno na 10 kusů od každého typu vlákna.

Na základě hodnot naměřených hydraulickým lisem – závislosti síly a posunu sklíčidla lisu – byla vypočtena normálová napětí vláken. Z výstupů DIC analýzy pak byly stanoveny jejich tečnové moduly pružnosti. Je však nutné zmínit, že se jedná pouze o přibližné hodnoty. Vlákna měla vlivem plazmatické modifikace nepravidelnou plochu průřezu, a to po celé jejich délce. Geometrie průřezu modifikovaných vláken tak nebyla stanovena. Hodnoty normálových napětí byly zjednodušeně vypočteny pro ekvivalentní kruhový průřez. Přehled získaných základních parametrů vláken je patrný z Tab. 3.1 uvedené v kapitole 3.1.



Obr. 3.6: (zleva) Sestava hydraulického lisu a fotoaparátu, vlákna s nalepenými štítky se vzorem.

3.2.7. Zkouška vytažení vlákna z cementové pasty (pull-out test)

Ke zjištění mezifázové soudržnosti polymerových vláken s cementovou matricí byla provedena zkouška vytažení vlákna z cementové pasty (pull-out test). Jako matrice byla zhotovena cementová pasta blíže specifikovaná v kapitole 3.1.2. Z této cementové pasty byla vyrobena zkušební tělesa (Obr. 3.7) o rozměrech 25×20×30 mm. Kotevní délka vlákna odpovídala celé výšce zkušebního vzorku (30 mm) a vlákno vždy procházelo střednicí zkušebního tělesa.

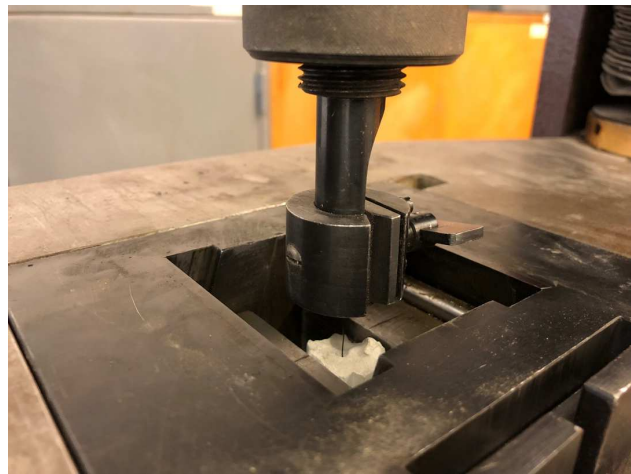
Vlastní pull-out testy byly provedeny po 28 dnech od betonáže zkušebních těles pomocí hydraulického zatěžovacího lisu Web Tiv Ravestein FP 100. Zkušební vzorek byl uchycen do statické části přístroje pomocí samosvorných čelistí. Volný konec vlákna pak byl ukotven do jeho pohyblivé části pomocí posuvného sklíčidla (Obr. 3.8). Proces zatěžování byl řízen posunem čelistí lisu. Rychlost posunu bylo pro oba typy vláken nastavena na 2 mm/min. Experiment byl ukončen vždy při povytažení vlákna o 5 mm z matrice. Experiment byl vždy proveden pro 6 kusů těles. Ze závislosti síly a posunu byla vypočtena maximální smyková napětí τ_0 dle rovnice (8). Získané výsledky jasně podávají informaci o změně soudržnosti mezi vlákny a matricí a dále slouží jako klíčová vstupní hodnota pro numerické simulace mechanického chování vláknových kompozitních materiálů.

$$\tau_0 = \frac{N_{\max}}{\pi d_f L_e} \quad (8)$$

Kde: N_{\max} je maximální síla dosažená při pull-out testu, d_f je průměr vlákna a L_e kotvení délka vlákna (30 mm).



Obr. 3.7: Zkušební vzorek z cementové pasty s volným koncem vlákna.

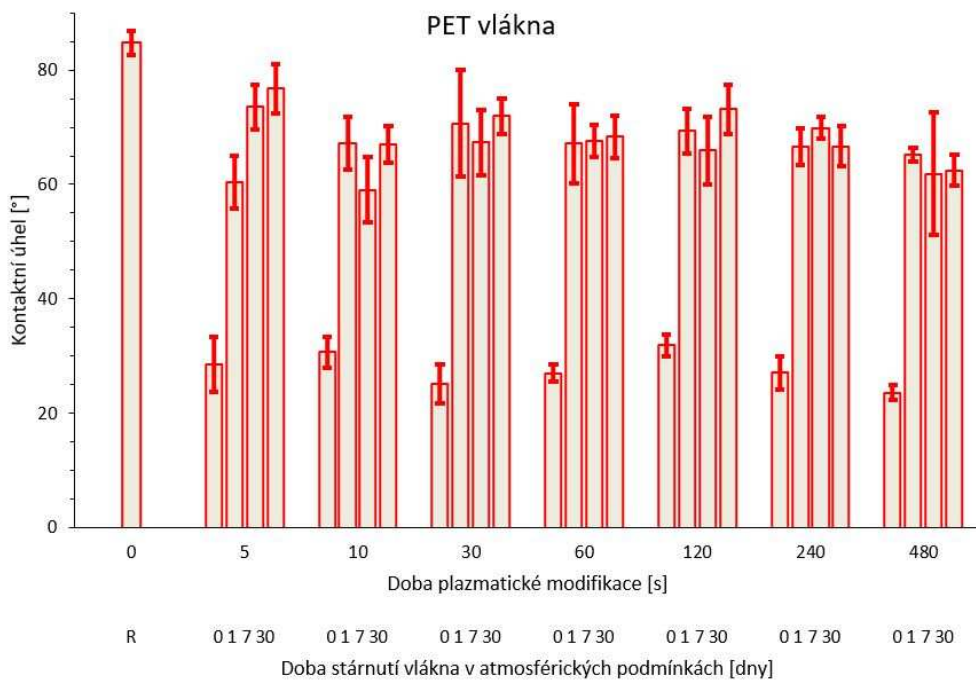


Obr. 3.8: Upevnění zkušebního vzorku v zatěžovacím stroji.

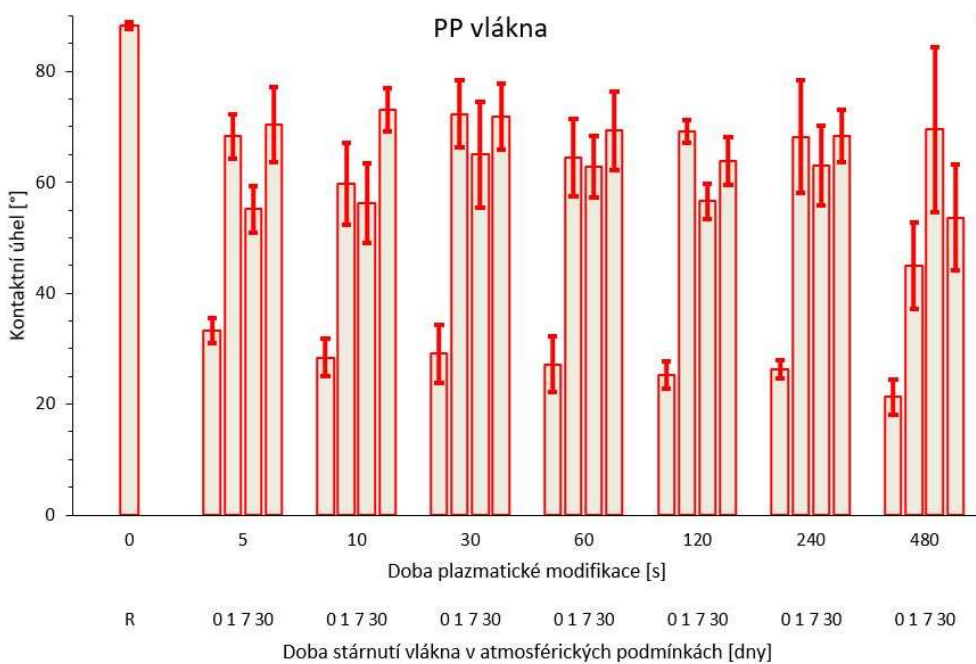
4. Výsledky

4.1. Měření kontaktních úhlů

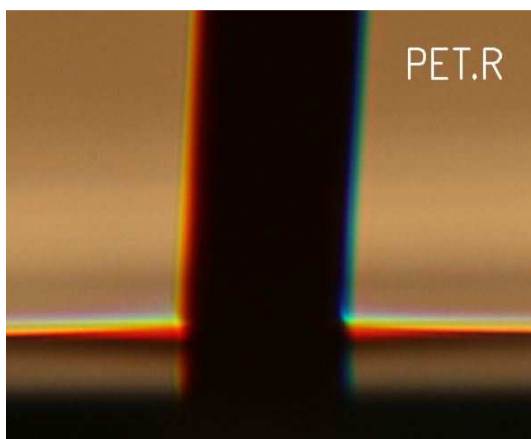
Bylo zjištěno, že působením plazmatické modifikace došlo u obou typů vláken k výraznému snížení velikosti kontaktního úhlu, tedy ke zvýšení jejich smáčivosti, a to už při minimální době expozice plazmatu (5 s). Konkrétně došlo k poklesu KÚ z referenční hodnoty cca 85° k hodnotě cca 30°. S narůstajícím časem plazmatické úpravy se již jejich smáčivost výrazně neměnila, pouze v rozmezí 5°. Dále byl ovšem zjištěn zásadní fakt; smáčivost upravených vláken postupem času degradovala zpět k referenčním hodnotám, a to již po 24 hodinách od realizace úprav. Zmíněný jev je graficky znázorněn na Obr. 4.1 a Obr. 4.2., kde referenční je hodnota nijak neupravovaného vlákna, 0 dní značí hodnoty naměřené ihned po modifikaci, 1 den po 1, 7 dní po 7 a 30 dní po 30 dnech od modifikace. Zde je možné pozorovat, že zásadní změny se odehrávají v čase stárnutí do 1 dne od modifikace. Delší doba stárnutí již nepřinesla výraznou změnu velikosti kontaktního úhlu. Degradace smáčivosti je pravděpodobně způsobena reakcemi polárních skupin modifikovaných vláken s vlhkostí obsaženou v okolním vzduchu a dalšími látkami přítomnými v atmosféře. Právě polární skupiny mají výrazný vliv na modifikovanou soudržnost, protože zajišťují chemickou vazbu vlákna s matricí kompozitního materiálu. Na posledním obrázku (Obr. 4.3.) jsou zachycené ukázky snímků z měření kontaktních úhlů.



Obr. 4.1: Změna hodnoty kontaktního úhlu v čase pro PET vlákna.



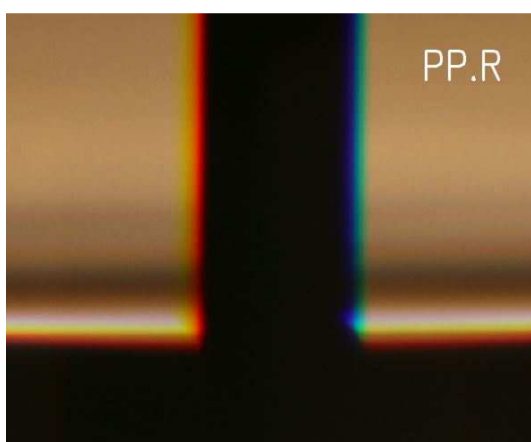
Obr. 4.2: Změna hodnoty kontaktního úhlu v čase pro PP vlákna.



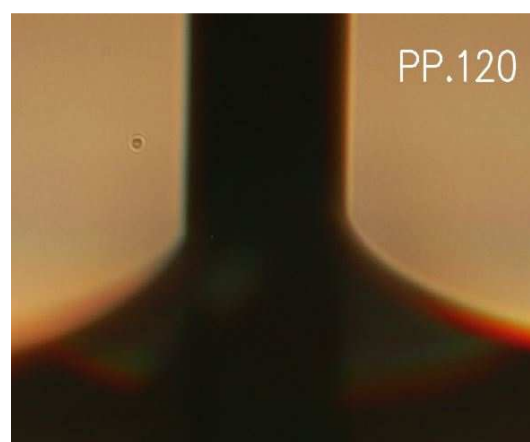
a) Referenční vzorek PET vlákna.



b) Modifikovaný vzorek PET vlákna po dobu 120 s.



c) Referenční vzorek PP vlákna.



d) Modifikovaný vzorek PP vlákna po dobu 120 s.

Obr. 4.3: Ukázky snímků z měření kontaktních úhlů na PET a PP vláknech před a po plazmatické modifikaci.

4.2. XPS analýza chemických povrchových vazeb

XPS analýza chemických povrchových vazeb jasně poukázala na zvýšené koncentrace kyslíku u všech modifikovaných vláken. Tohoto zvýšení bylo dosaženo již po 10 sekundové úpravě plazmatem. Překročením této doby se koncentrace kyslíku již nezvedala, což potvrzuje výsledky získané měřením smáčivosti. Naopak koncentrace C a Si zůstávaly konstantní bez ohledu na způsob a délku modifikace. Koncentrace O, S a Si shrnují tabulky (Tab. 4.1 – Tab. 4.5) níže.

Tab. 4.1: Koncentrace chemických látek ihned po plazmatické modifikaci.

Jméno vzorku	O [%]	C [%]	Si [%]	Poznámky
PET_ref	16	76	8	
PET_10s	37	50	13	
PET_30s	38	51	11	
PET_60s	40	47	13	
PET_120s	41	46	13	
PP_ref	19	68	13	
PP_10s	34	49	17	
PP_30s	42	40	18	F 0.8%
PP_60s	44	39	17	
PP_120s	43	41	16	F 1.3%

Tab. 4.2: Koncentrace chemických látek po 1 dni stárnutí na vzduchu.

Jméno vzorku	O [%]	C [%]	Si [%]	Poznámky
PET_10s	35	51	14	
PET_30s	33	51	16	
PET_60s	38	49	13	
PET_120s	42	45	13	
PP_10s	37	47	16	
PP_30s	34	50	16	
PP_60s	41	43	16	
PP_120s	35	49	16	

Tab. 4.3: Koncentrace chemických látek po 7 dnech stárnutí na vzduchu.

Jméno vzorku	O [%]	C [%]	Si [%]	Poznámky
PET_10s	35	52	13	
PET_30s	37	50	13	
PET_60s	40	47	13	
PET_120s	39	48	13	
PP_10s	35	47	18	
PP_30s	38	47	15	
PP_60s	37	48	15	
PP_120s	35	51	14	

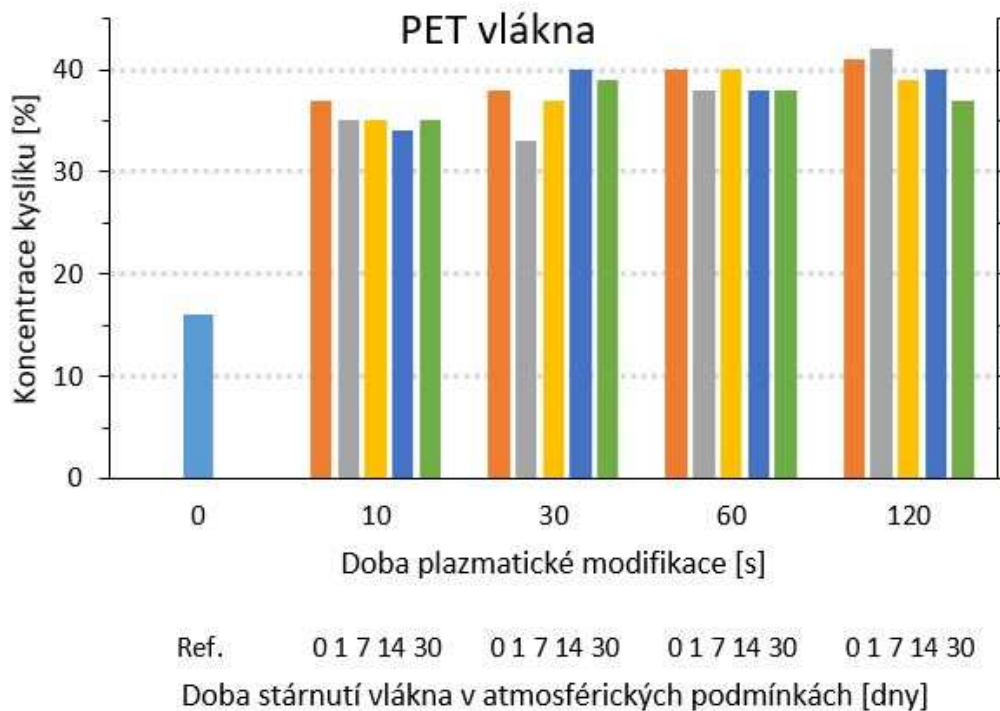
Tab. 4.4: Koncentrace chemických látek po 14 dnech stárnutí na vzduchu.

Jméno vzorku	O [%]	C [%]	Si [%]	Poznámky
PET_10s	34	52	14	
PET_30s	40	49	11	
PET_60s	38	49	13	
PET_120s	40	49	11	
PP_10s	35	50	15	
PP_30s	38	47	15	
PP_60s	36	50	14	
PP_120s	37	48	15	

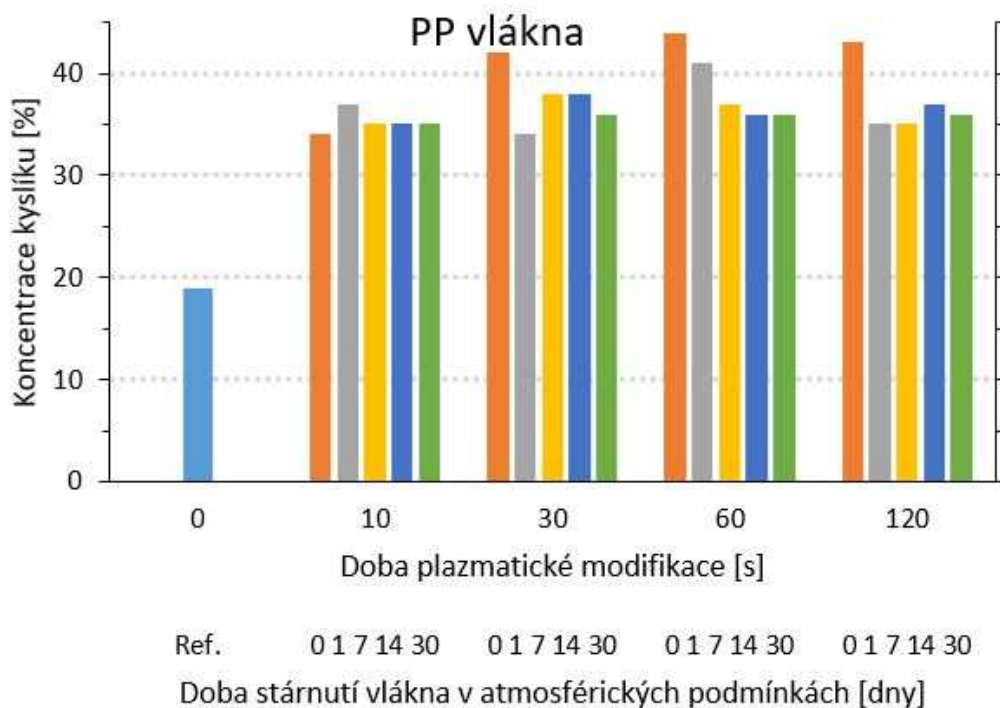
Tab. 4.5: Koncentrace chemických látek po 30 dnech stárnutí na vzduchu.

Jméno vzorku	O [%]	C [%]	Si [%]	Poznámky
PET_10s	35	53	12	
PET_30s	39	49	12	
PET_60s	38	48	14	
PET_120s	37	48	15	
PP_10s	35	48	17	
PP_30s	36	49	15	
PP_60s	36	50	14	
PP_120s	36	51	13	

Jak již bylo řečeno, sledovaným parametrem byly především koncentrace kyslíku. Znázorněny jsou graficky na následujících obrázcích (Obr. 4.4 a Obr. 4.5). Ukázalo se, že se koncentrace kyslíku téměř nesnižuje s rostoucím časem od plazmatických úprav. Toto zjištění ukazuje na skutečnost, že přítomnost aktivních polárních skupin na povrchích v čase nemizí. Jak ale ukázalo měření smáčivosti, jejich účinek degraduje.



Obr. 4.4: Časová změna koncentrace kyslíku u PET vláken v závislosti na délce plazmatické modifikace a době stárnutí v atmosférických podmínkách.

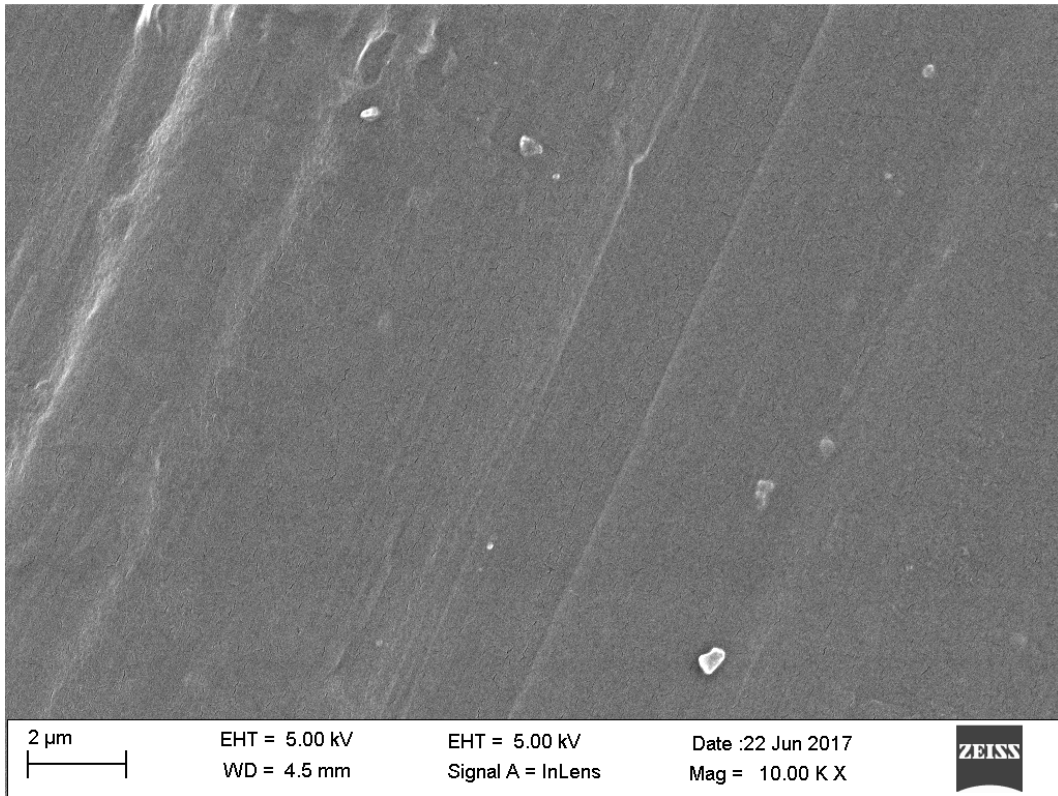


Obr. 4.5: Časová změna koncentrace kyslíku u PP vláken v závislosti na délce plazmatické modifikace a době stárnutí v atmosférických podmínkách.

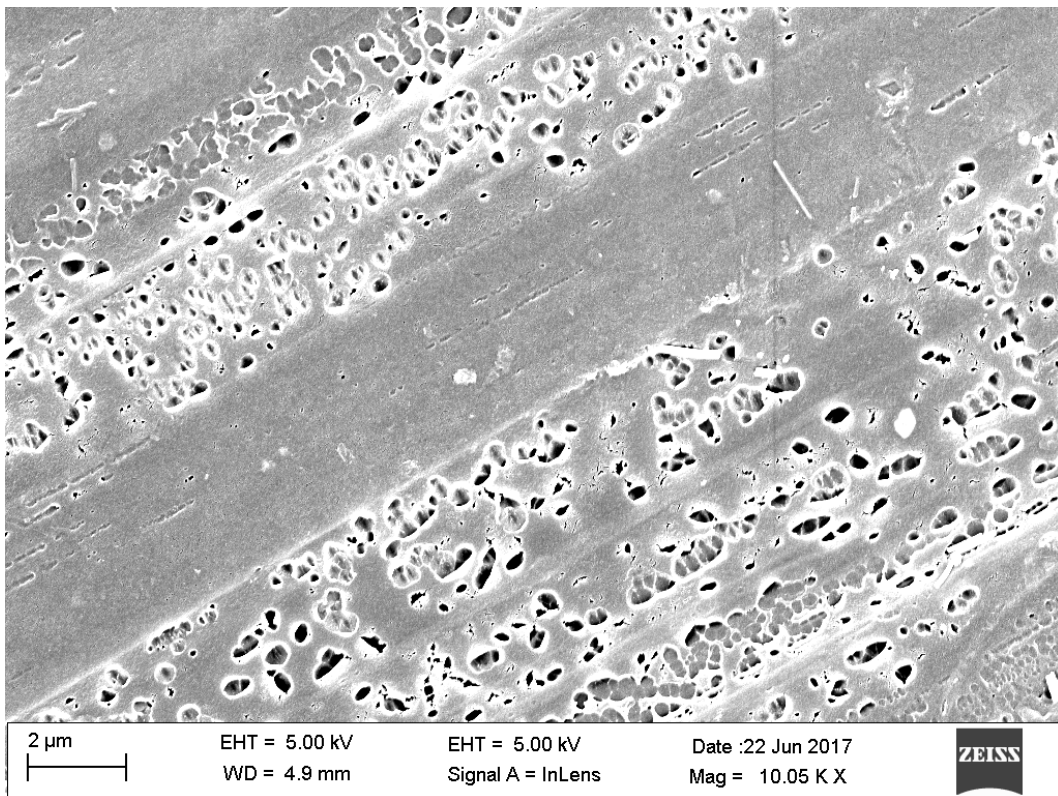
4.3. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)

Snímek z rastrovací elektronové mikroskopie referenčního PET vlákna (Obr. 4.6) odhaluje jeho hladký povrch, který je z pohledu mezifázové adheze s matricí kompozitního materiálu velmi nevhodný. Oproti tomu snímek téhož vlákna, ale po 120 s modifikaci plazmatem je již jemně porušený nepravidelnými otvory, jak ukazuje Obr. 4.7. Tato žádoucí změna morfologie byla způsobena naleptáním povrchu kyslíkem a rozprašovacími efekty přítomnými v plazmatu. Nutno podotknout, že zdrsnění povrchu upravených vláken bylo pozorováno až po úpravě trvajících zmíněných 120 sekund. V případě kratších času expozice plazmatu byly změny morfologie minimální.

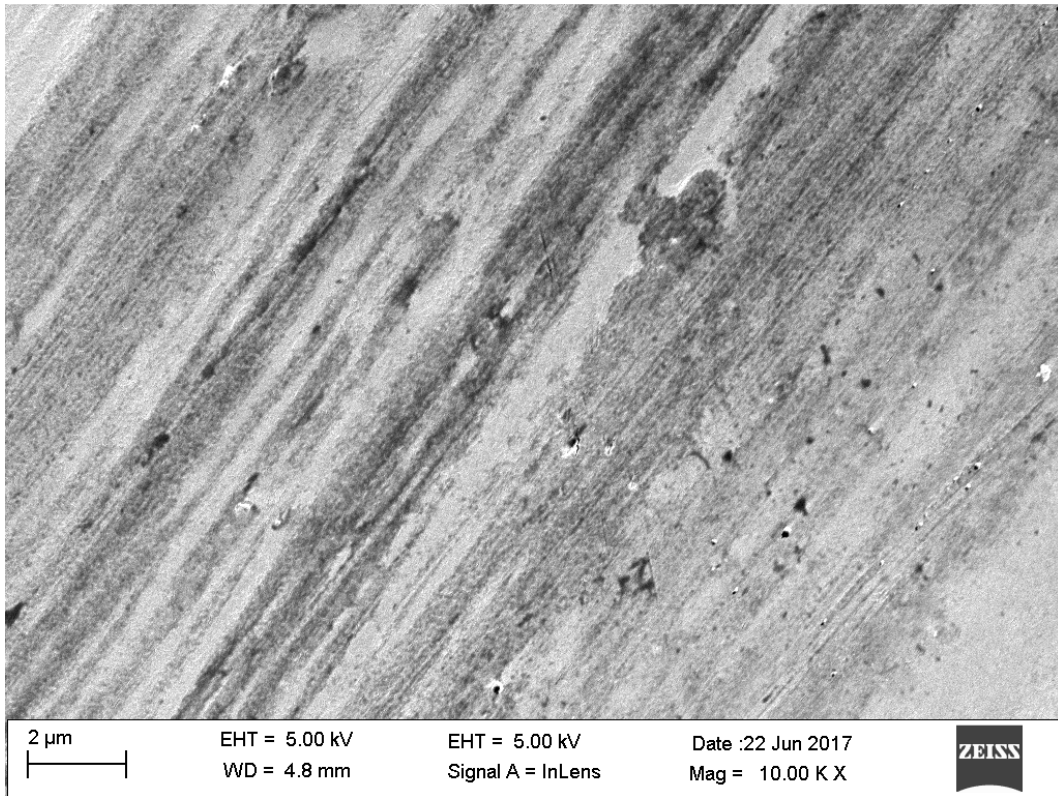
Stejně jako u PET, i povrch referenčních PP vláken je velmi hladký, jak ukazuje Obr. 4.8. Patrné je pouze podélné profilování, které má patrně původ v technologii výroby (konkrétně v procesu dloužení). Po modifikaci trvajících 120 sekund byly zaznamenány drobné změny morfologie. Jednalo se o vznik podélných prohlubní po délce vlákna, viz Obr. 4.9. Lze předpokládat, že vliv na smykovou soudržnost s matricí kompozitního materiálu nebude tak výrazný jako v případě PET vláken. Prodloužením expozičního času by zcela jistě došlo k umocnění jevu zdrsnění, nicméně doprovodným jevem těchto modifikací je nárůst teploty v komoře stroje, který může vlákna nevratně poškodit.



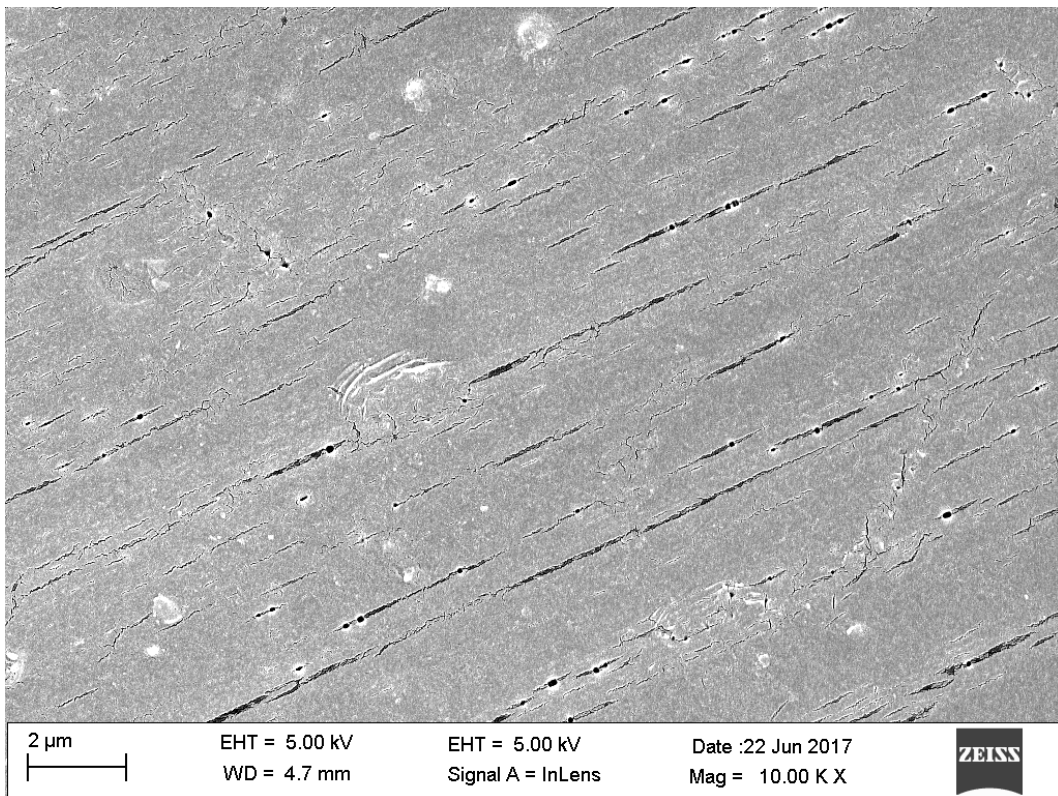
Obr. 4.6: REM snímek referenčního PET vlákna.



Obr. 4.7: REM snímek plazmaticky modifikovaného PET vlákna po dobu 120 s.



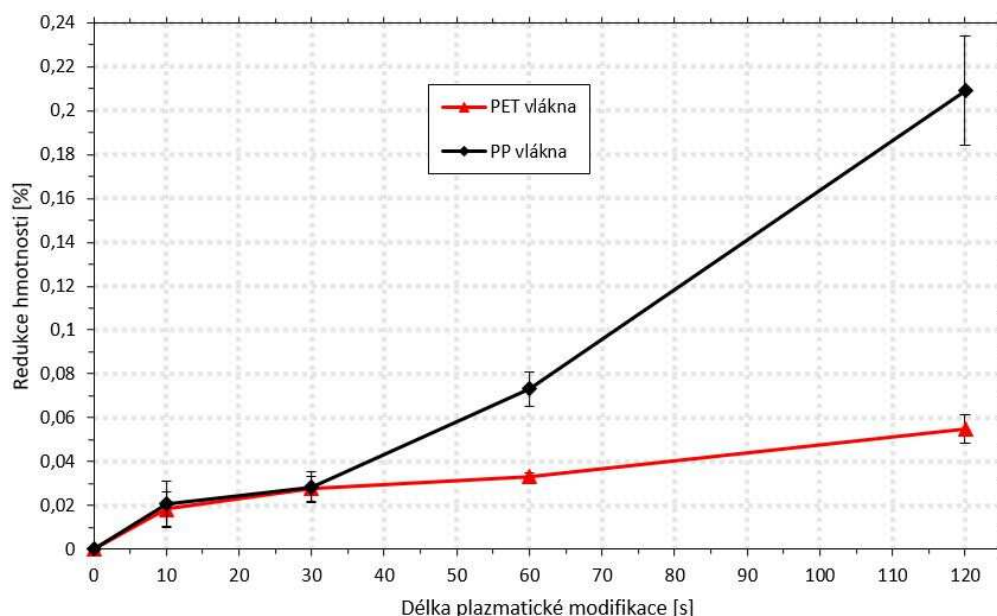
Obr. 4.8: REM snímek referenčního PP vlákna.



Obr. 4.9: REM snímek plazmaticky modifikovaného PP vlákna po dobu 120 s.

4.4. Analýza úbytků hmotnosti

Vážení vláken vždy před a bezprostředně po plazmatické modifikaci poukázalo na nepatrné poklesy hmotnosti. S narůstající délkou plazmatické modifikace se pokles hmotnosti zvětšoval, což potvrdilo předpoklad a princip fungování plazmatické modifikace. Graf závislosti hmotnostního úbytku vlákna na délce trvání plazmatické modifikace je zobrazen na obrázku níže (Obr. 4.10). Z něho lze konstatovat, že se jedná o zcela zanedbatelné hmotnostní úbytky, neboť i při nejdelší době trvání plazmatické modifikace (120 s), se jejich hodnoty pohybovaly u PET vláken v řádu do 0,1 %, a u PP vláken do 0,25 %. Takto malé poklesy hmotností by neměly mít výrazný vliv na mechanické vlastnosti modifikovaných vláken. Výsledky korespondují se změnou morfologie povrchů upravených vláken, která je popsána výše.

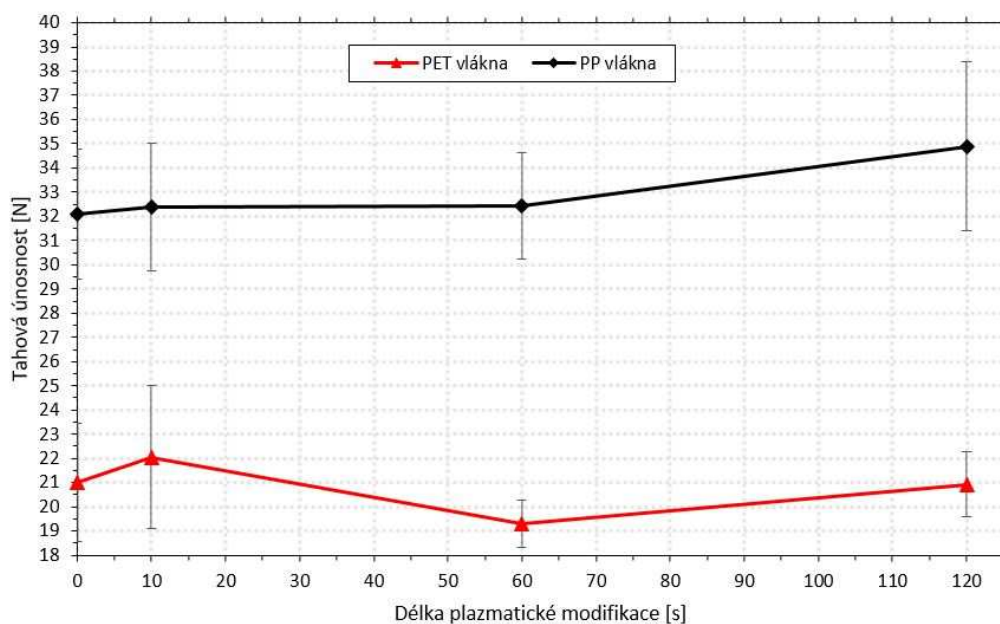


Obr. 4.10: Závislost relativního úbytku hmotnosti vláken na délce plazmatické modifikace.

4.5. Zkouška pevnosti vláken v tahu

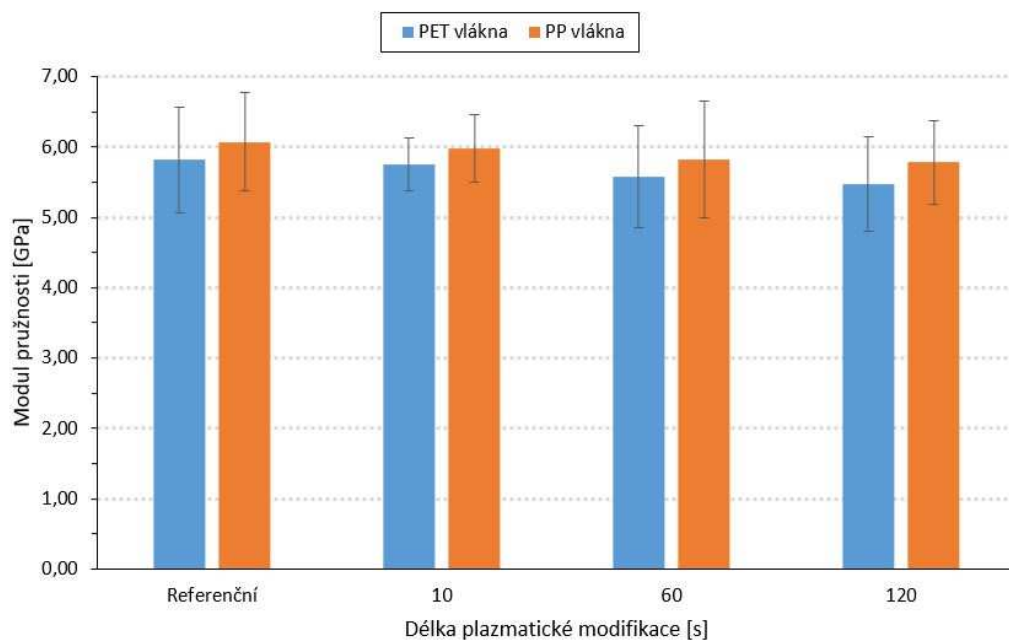
Jak již bylo zmíněno v předchozích kapitolách, význam tohoto experimentu byl dvojitý. Jednak bylo nutné zjistit základní mechanické parametry vláken, které jejich výrobce neudává a dále bylo žádoucí odhalit případný negativní dopad plazmatických modifikací na jejich mechanické vlastnosti.

Předpoklad snižování pevnosti vláken v důsledku jejich degradace s rostoucím časem plazmatické modifikace byl prakticky vyloučen již v kapitole 4.4. Stejná zjištění přinesly i destruktivní tahové zkoušky. Graf na Obr. 4.11 znázorňuje tahovou únosnost vláken jako funkci času jejich expozici plazmatu. Je patné, že provedené modifikace nikterak neovlivňují mechanické parametry vláken. Odchytky od konstantního průběhu tahové únosnosti jsou způsobeny pravděpodobně nepřesnostmi v měření a materiálovými imperfekcemi.



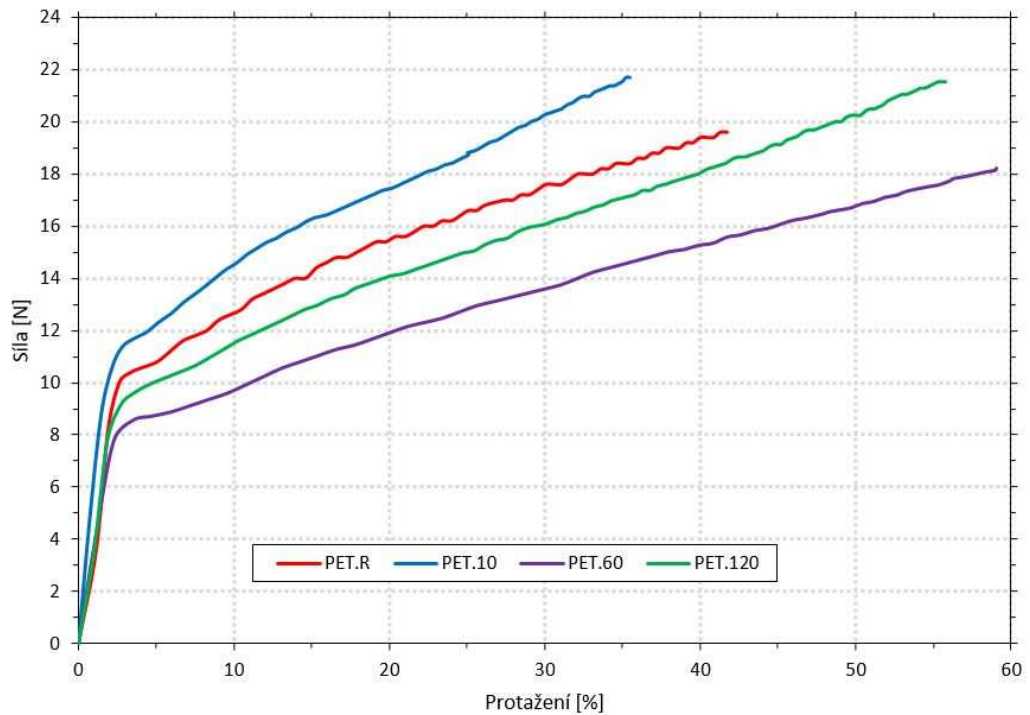
Obr. 4.11: Závislost tahové únosnosti vláken na délce plazmatické modifikace.

Tahová únosnost vláken nebyla jedinou sledovanou veličinou. Ze záznamu posunu volného konce vlákna (měřeného pomocí DIC) a síly tomuto posunu vzdorující byly vypočteny Youngovy moduly pružnosti v tahu. Zde je možné hovořit o určitém ovlivnění hodnot vlivem délky trvání plazmatické modifikace, avšak je zapotřebí vzít v úvahu poměrně značný rozptyl měřených hodnot. Velikost hodnot modulů pružnosti v závislosti na délce trvání plazmatické modifikace je pak znázorněna na Obr. 4.12. I s ohledem na zmíněné nuance lze vyvodit, že plazmatické modifikace tuhost vláken neovlivňují.

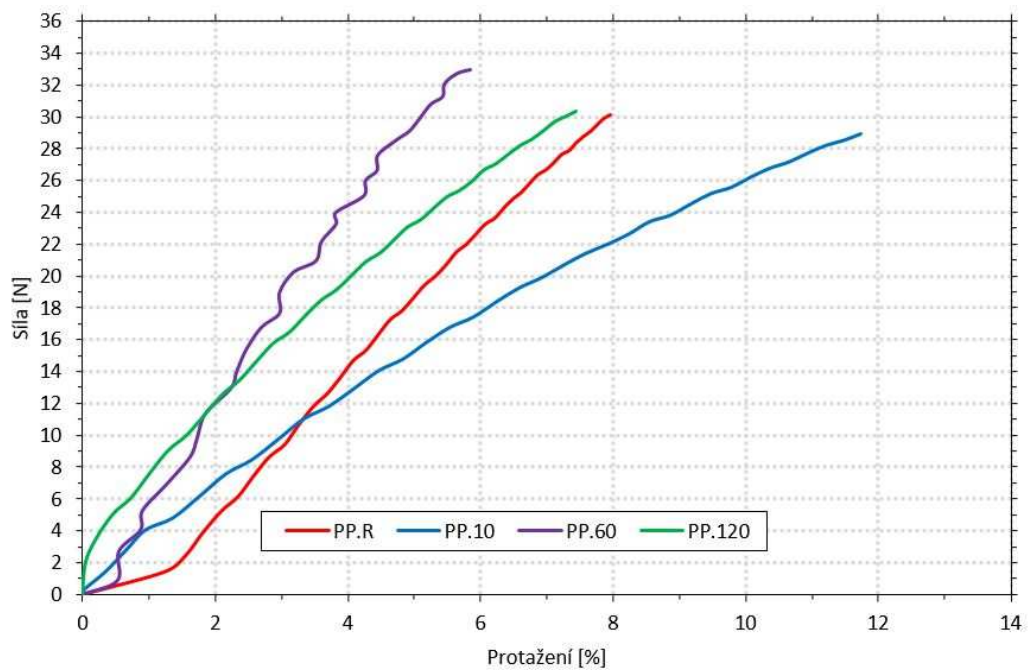


Obr. 4.12: Závislost modulu pružnosti vláken na délce plazmatické modifikace.

Za zmínku stojí také průtažnost posuzovaných vláken. Její závislost na narůstající zatěžovací síle je znázorněna na obrázcích níže. Zde se oba posuzované typy vláken významně lišily. Zatímco průtažnost PET vláken se pohybovala od cca 35 % až téměř do 60 %, v závislosti na době trvání modifikace, u PP vláken se hodnota průtažnosti pohybovala pouze okolo 8 %. Na obrázcích (Obr. 4.13 a Obr. 4.14) jsou pro ilustraci znázorněny průběhy závislosti síly a posunu. Patrný je výrazný rozptyl výsledků způsobený pravděpodobně materiálovými imperfekcemi vláken.



Obr. 4.13: Závislost protažení PET vláken na zatěžovací síle.



Obr. 4.14: Závislost protažení PP vláken na zatěžovací síle.

Výsledky získané provedenou tahovou zkouškou s aplikací DIC analýzy jsou podle typů vláken a délek plazmatických modifikací shrnuty v následujících tabulkách (Tab. 4.6 a Tab. 4.7).

Tab. 4.6: Vlastnosti PET vláken získané tahovou zkouškou.

Jméno vzorku	Délka plazmatické modifikace [s]	Maximální síla [N]	Pevnost v tahu [MPa]	Modul pružnosti [GPa]	Protažení [%]
PET.R	0	21,00	238,40	5,82	51,37
PET.5	5	21,53	244,39	-	-
PET.10	10	22,06	250,38	5,76	38,42
PET.30	30	20,95	237,85	-	-
PET.60	60	19,30	219,05	3,97	55,63
PET.120	120	20,93	237,58	5,36	59,67

Tab. 4.7: Vlastnosti PP vláken získané tahovou zkouškou.

Jméno vzorku	Délka plazmatické modifikace [s]	Maximální síla [N]	Pevnost v tahu [MPa]	Modul pružnosti [GPa]	Protažení [%]
PP.R	0	32,10	439,59	6,07	8,16
PP.5	5	32,24	441,56	-	-
PP.10	10	32,38	443,53	4,34	13,22
PP.30	30	32,40	443,71	-	-
PP.60	60	32,42	443,97	7,97	7,67
PP.120	120	34,90	477,94	8,05	7,12

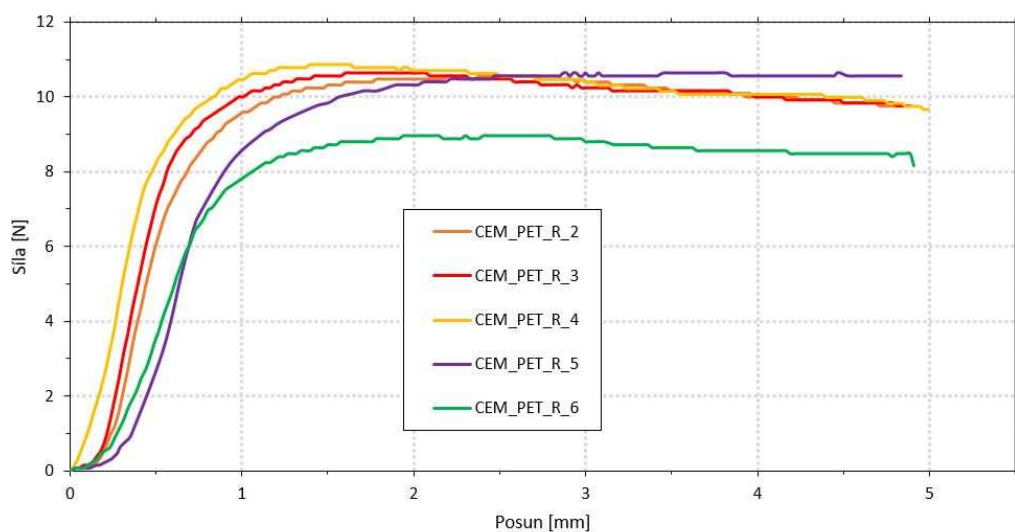
4.6. Zkouška vytažení vlákna z cementové pasty (pull-out test)

Na základě předchozích experimentů byla pro pull-out testy vybrána kromě referenčních vláken plazmaticky modifikovaná s dobou expozice plazmatu 30 a 120 s. Opodstatnění pro vybrané úrovně úprav je následující:

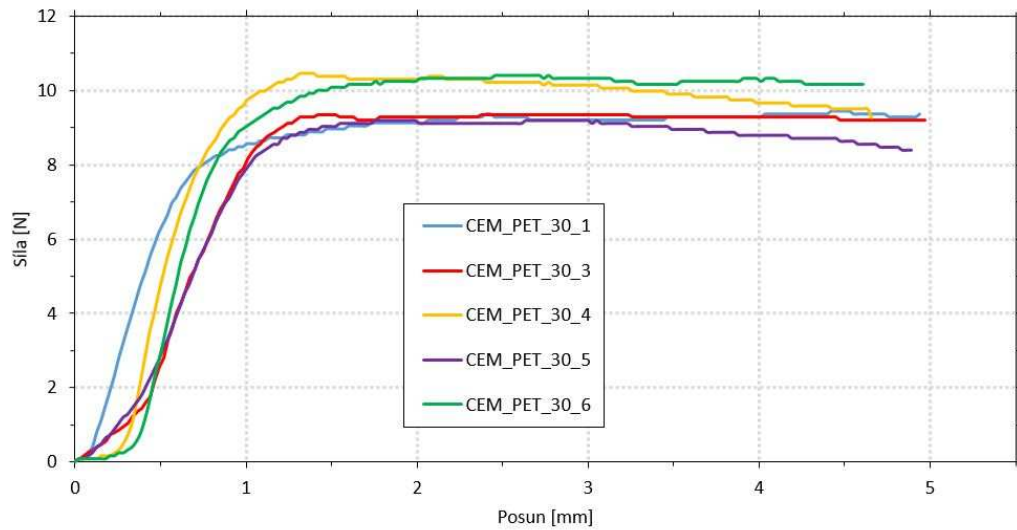
- Po 30 s byly zaznamenány výrazné chemické změny povrchů vláken, které způsobily zvýšení jejich smáčivost vodou. Po tomto čase ale nebyly detekovány téměř žádné úpravy morfologie povrchů. Testy soudržnosti takto upravených vláken mají odhalit význam chemické změny na změnu mezifázové interakce s cementovou pastou.
- Po 120 s už byla patrná výrazná zdrsňení PET a jemná zdrsňení PP vláken. Pokud je z pohledu soudržnosti mezi vlákny a cementovou matricí rozhodující morfologie povrchů, takto upravená vlákna dosáhnou vyšší soudržnosti.

Na následujícím obrázku (Obr. 4.15) je možné pozorovat, že k vytržení vlákna z matrice byla v případě referenčních PET vláken zapotřebí síla cca 10 N, což odpovídá

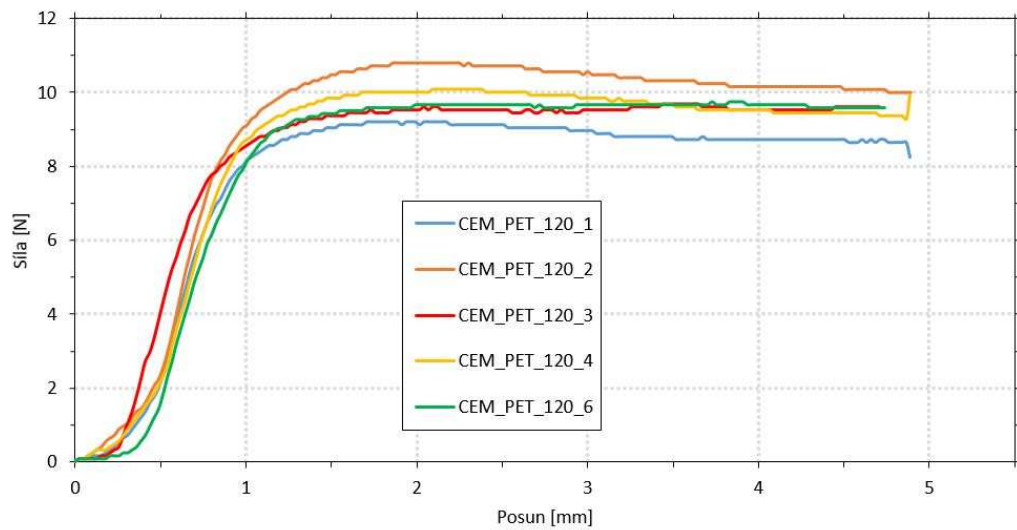
cca 50 % síly potřebné k jejich přetržení. U vzorků PET vláken plazmaticky modifikovaných 30 s (Obr. 4.16) a 120 s (Obr. 4.17), nelze hovořit o navýšení síly potřebné k jejich vytržení. V případě PET vláken je tedy možné konstatovat, že působením plazmatické modifikace na tento typ vláken, nedojde k navýšení jejich soudržnosti s cementovou matricí. Aplikace plazmatických modifikací nemá v tomto směru přílišný význam. V případě referenčních PP vláken byla síla potřebná k vytažení vlákna z matrice cca 10 N (viz Obr. 4.18). To odpovídá pouze cca 30 % síly nutné k jejich přetržení. S ohledem na provedené plazmatické modifikace, bylo u tohoto typu vláken zaznamenáno mírné navýšení soudržnosti vláken s matricí. Dokazují to Obr. 4.19 a Obr. 4.20. Na nich je patrný nárůst síly cca o 2 N. Tento mírný nárůst byl způsoben provedenými plazmatickými modifikacemi, avšak jeho přínos je téměř zanedbatelný. Souhrnně s ohledem na výsledky pull-out testů je možné konstatovat, že provádění plazmatických modifikací nemá u vybraných typů vláken vliv na jejich soudržnost s cementovou matricí.



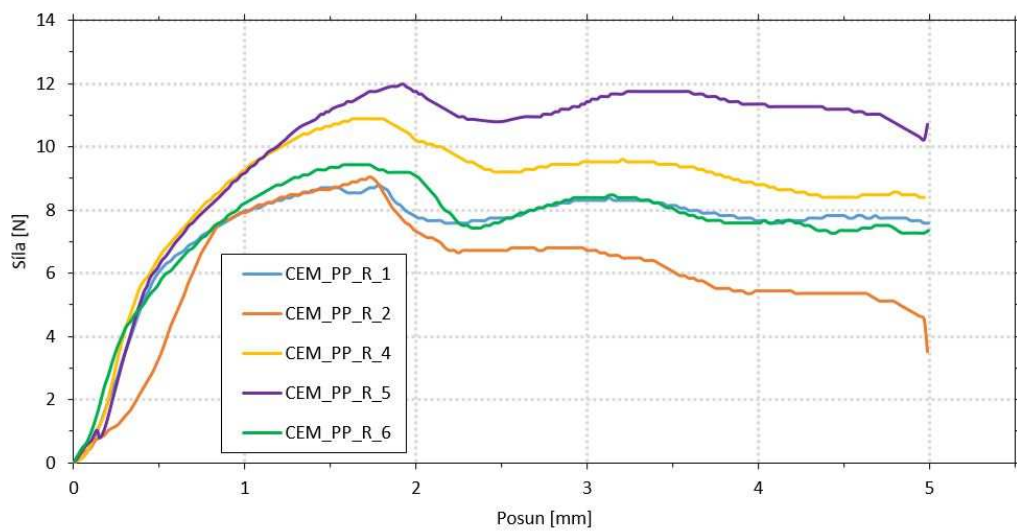
Obr. 4.15: Průběh chování referenčních PET vláken během pull-out testu.



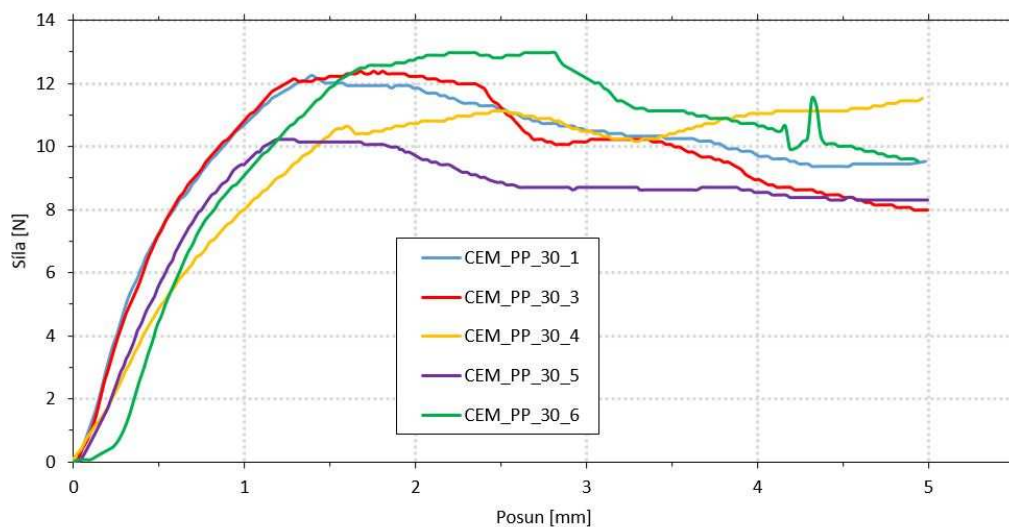
Obr. 4.16: Průběh chování 30 s plazmaticky modifikovaných PET vláken během pull-out testu.



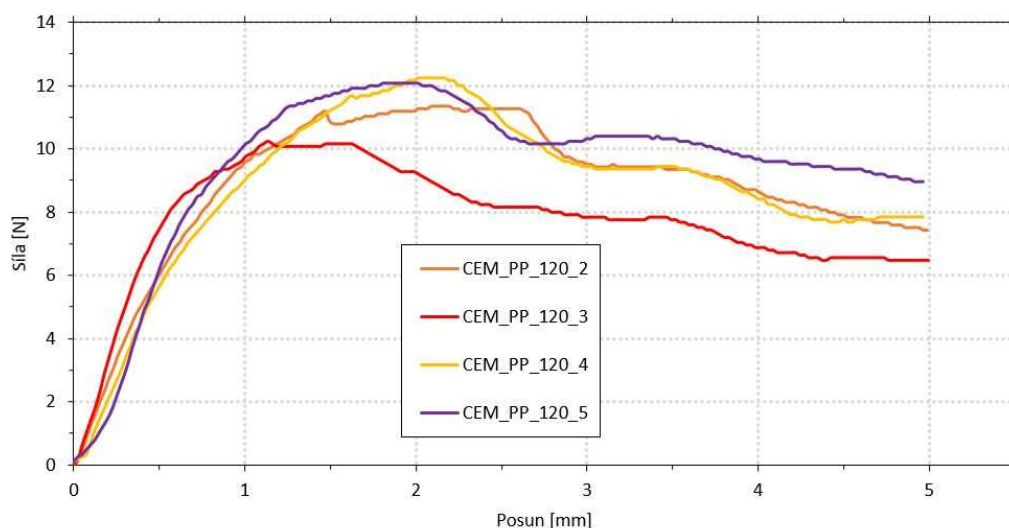
Obr. 4.17: Průběh chování 120 s plazmaticky modifikovaných PET vláken během pull-out testu.



Obr. 4.18: Průběh chování referenčních PP vláken během pull-out testu.

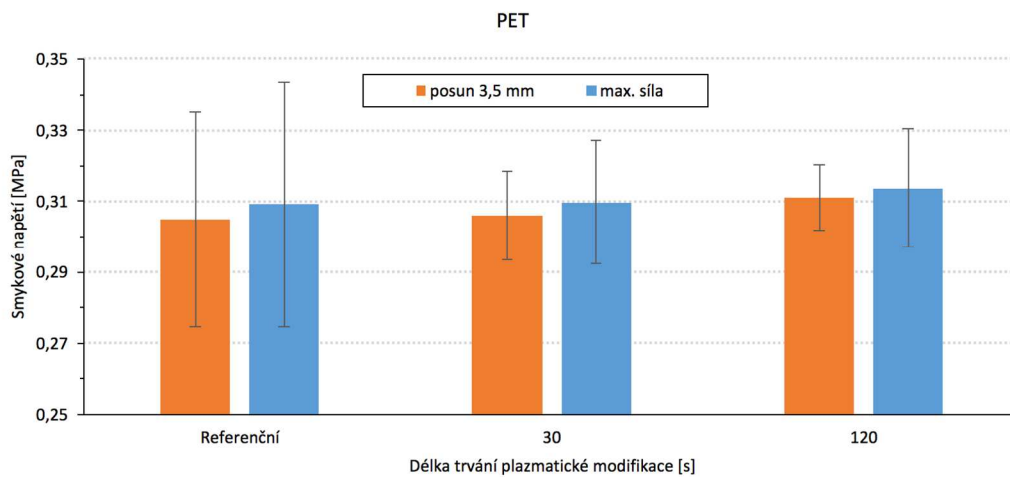


Obr. 4.19: Průběh chování 30 s plazmaticky modifikovaných PP vláken během pull-out testu.

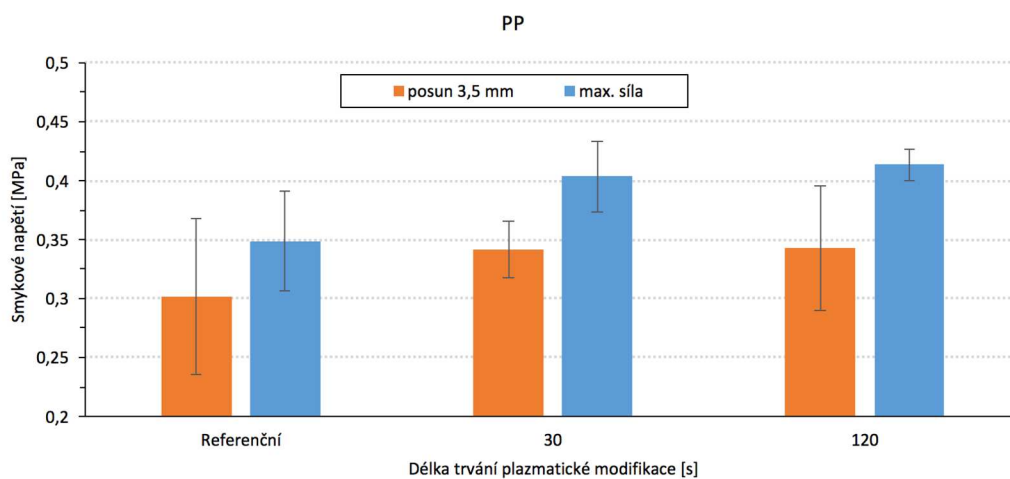


Obr. 4.20: Průběh chování 120 s plazmaticky modifikovaných PP vláken během pull-out testu.

Z průběhu chování vláken během pull-out testů byla vypočtena mezifázová smyková napětí mezi vláknem a cementovou maticí. Získané hodnoty byly následně použity jako vstupní parametry pro numerické simulace. Jejich trendy v závislosti na délce plazmatické modifikace jsou znázorněny na obrázcích níže (Obr. 4.21 a Obr. 4.22).



Obr. 4.21: Hodnoty mezifázového smykového napětí PET vláken v závislosti na délce plazmatické modifikace pro posun volného konce vlákna 3,5 mm a pro posun při maximální síle.



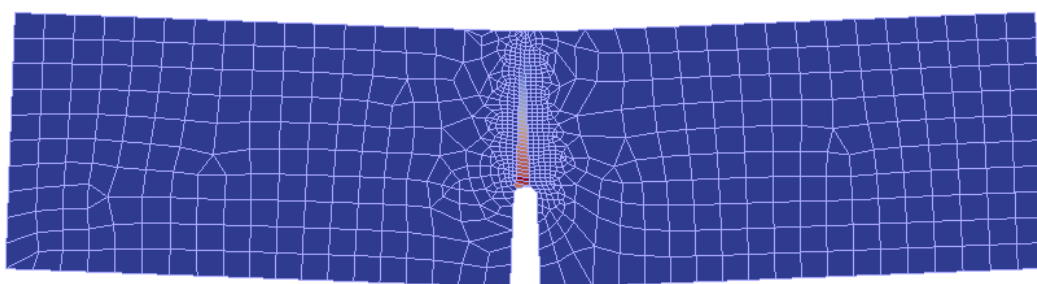
Obr. 4.22: Hodnoty mezifázového smykového napětí PP vláken v závislosti na délce plazmatické modifikace pro posun volného konce vlákna 3,5 mm a pro posun při maximální síle.

5. Numerické simulace

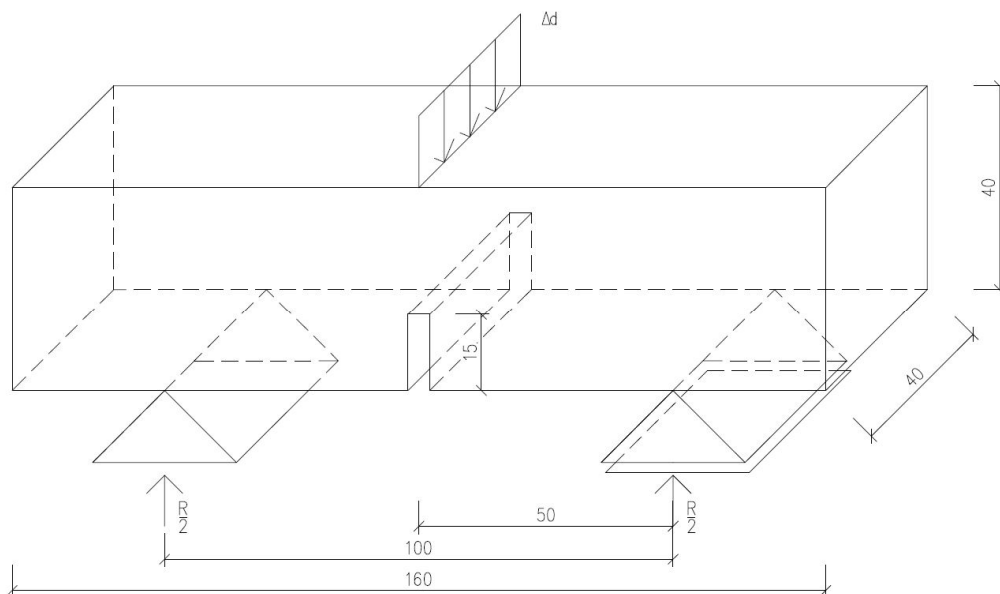
K určení vlivu chemické i fyzikální soudržnosti mezi cementovou maticí a vlákny lze použít destruktivní mechanické testy, jak je uvedeno v kapitole (2.6.3). Testování makroskopických vzorků je ovšem drahé a časově náročné. Pro účely provedení pilotních testů je efektivnější využít numerické simulace. Účelem těchto simulací je stanovení vlivu změny chování modifikovaných vláken během pull-out testů na chování vláknového kompozitu během ohybových testů. Na rozdíl od experimentálního ověřování není numerický výpočet ovlivněn nehomogenním rozdělením vláken ve směsi, jejich shlukováním, neúplnou homogenizací směsi, přítomností makropórů v oblasti největšího namáhání nebo nepřesnostmi v geometrii vzorku či zatěžovacího schématu.

5.1. Geometrie modelu a výpočetní síť

Síť 2D modelu s 868 převážně čtyřúhelníkovými lineárními prvky (Obr. 5.1) byla vytvořena v programu Salome [92]. Přítomnost vrubu zajišťovala stabilní šíření trhliny, zatímco zatížení předepsaným posunem do 4 uzlů zabraňovalo k lokálnímu poškození. Geometrie je detailně popsána v Obr. 5.2. Nelineární numerická analýza byla provedena pomocí metody konečných prvků v programu OOFEM [93] a probíhala v 800 krocích, přičemž řešení bylo hledáno iterativně pomocí Newton-Raphsonovy metody. Matice tuhosti jednotlivých prvků byla sestavována s předpokladem rovinné napjatosti.



Obr. 5.1: Síť výpočetního modelu s ilustrativní mapou otevření trhliny a zvýrazněným průhybem testovaného trávěčku s vrubem; vizualizace z programu Paraview [94].



Obr. 5.2: Schéma geometrie se zatížením zkušebního vzorku.

5.2. Materiálový model

Během simulací byl uvažován materiálový model SHCC (Strain Hardening Cementitious Composites) [95], který je vhodný pro vlákna vyztužené cementové kompozity s tahovým zpevněním. Vstupní parametry týkající se matrice byly získány z dřívějších experimentů. Je důležité, aby odpovídaly běžnému betonu z CEM I 42,5R, avšak není nutné, aby přesně odpovídaly konkrétnímu vzorku, protože se jedná o modelový příklad, jehož účelem je prokázání vlivu plazmatických úprav na zkoumaná vlákna.

- E – Youngův modul matrice, $E = 20 \text{ GPa}$
- ν_u – Poissonův součinitel matrice, $\nu_u = 0.2$
- G_f – lomová energie matrice, $G_f = 5e-6 \text{ J/m}^2$
- f_t – tahová pevnost matrice, $f_t = 2.5 \text{ MPa}$
- `softType` – parametr kontrolující mód křivky pracovního diagramu při tahovém změkčení, `softType = 3` (Hordijkovo změkčení)
- `shearType` – parametr určující, zda po vzniku trhliny prvek ztrácí smykovou tuhost či zda si udrží určitou tuhost díky přítomnosti vláken, `shearType = 1` (po vzniku trhliny má prvek tuhost ve smyku určenou jako

násobek parametru beta, uvažováno $\beta = 0,01$, a smykové tuhosti matrice)

- shearStrengthType – parametr určující, zda má být smyková pevnost prvku s trhlinou redukována, shearType = 1 (maximální napětí v prvku s trhlinou je limitováno na hodnotu f_t)
- V_f – relativní objemové zastoupení vláken vyjádřeno jako desetinné číslo, $V_f = 0,0075$ (určeno na základě v minulosti provedených experimentů s podobnými materiály)
- D_f – průměr vláken, $D_f = \text{PET } 0,335 \text{ mm}$, $\text{PP } 0,305 \text{ mm}$ (hodnoty zjištěné testováním)
- L_f – délka vláken, $L_f = 60 \text{ mm}$
- E_f – Youngův modul vláken, $E_f = \text{PET } 5,8 \text{ GPa}$, $\text{PP } 6,1 \text{ GPa}$ (hodnoty zjištěné testováním)
- G_{fib} – smykový modul vláken, $G_f = 1 \text{ GPa}$
- τ_{0} – mezifázové smykové napětí mezi vláknem a matricí, $\tau_{0} \in \langle 0,309; 0,414 \rangle \text{ MPa}$ (hodnoty vypočtené na základě výsledků z provedených pull-out testů)
- f – koeficient tření v důsledku odírání, $f = 0,5$
- k_{fib} – průřezový koeficient pro snížení smykové tuhosti vláken, $k_{fib} = 0,9$ (kruhový průřez)
- FSStype – typ vztahu mezi smykovou pevností rozhraní a rozevíráním trhliny, FSStype = 0 (konstantní smyková pevnost)
- fiberType – typ vláknité výztuže, fiberType = 2 (krátká náhodně orientovaná vlákna)
- nCracks – maximální možný počet puklin, nCracks = 2
- M – exponent odtěžovací křivky vláken, $M = 1$

- multipleCrackShear – klíčové slovo, znamenající, že smyková tuhost je počítána ze všech přítomných trhlin v prvku (ne pouze té dominantní)
- fibreActivationOpening – rozevření trhliny, při kterém se vlákna aktivují, fibreActivationOpening = 10e-6
- dw0, dw1 – dolní a horní mez dovolující vyhladit separační zákon vytahování vláken, dw0 = dw1 = 1e-7

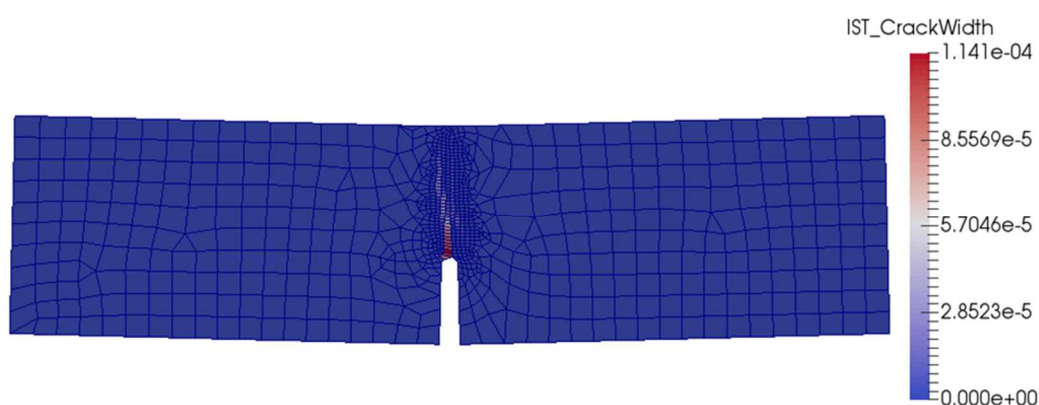
Některé parametry výztuže jsou proměnné. Pro přehlednost a úplnost jsou tedy veškeré vstupní parametry týkající se zkoumaných PET a PP vláken shrnuty v Tab. 5.1.

Tab. 5.1: Tabulka vstupních parametrů vláken.

	PET			PP		
	R	30 s	120 s	R	30 s	120 s
l_f [mm]			60			
d_f [mm]		0,335			0,305	
τ_0 [MPa]	0,309	0,310	0,314	0,349	0,404	0,414
E_f [GPa]		5,8			6,1	

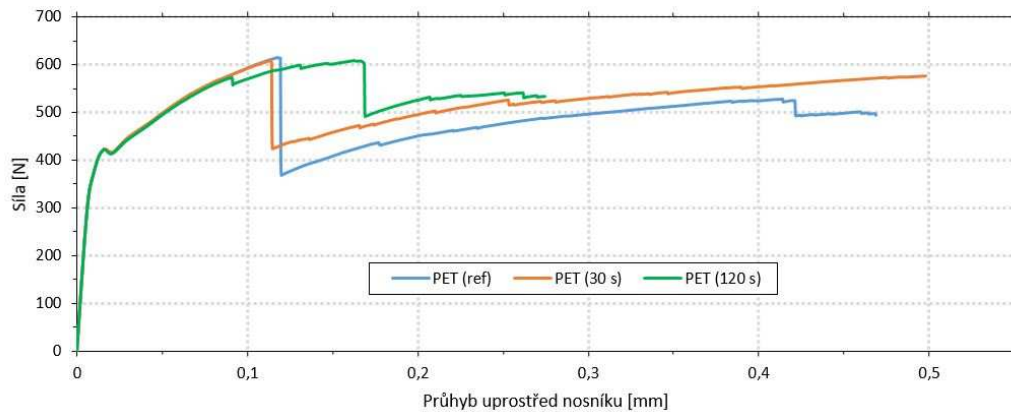
5.3. Výsledky

Na základě provedených simulací je zřejmé, že u modelu docházelo ke stabilnímu šíření trhliny a vzniku rozptýlených trhlin, protože pevnost výztuže při dané soudržnosti a stupni vyztužení převyšovala pevnost matrice (Obr. 5.3).

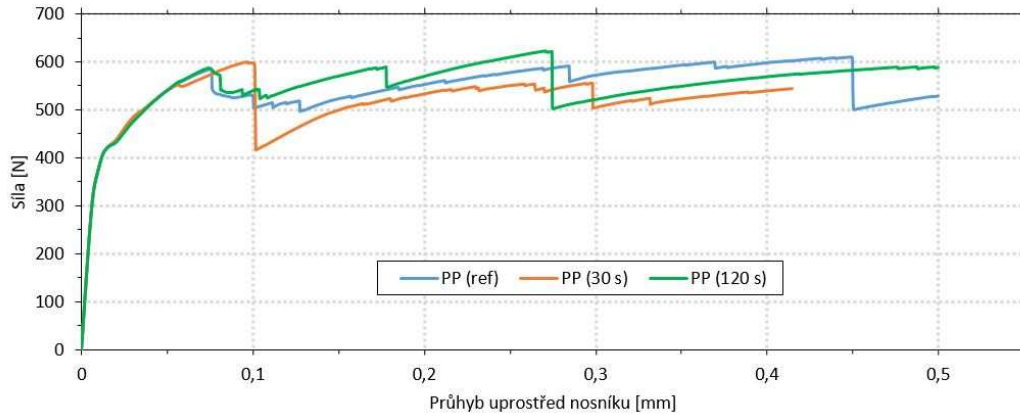


Obr. 5.3: Vznik rozptýlených trhlin v oblasti nad vrubem v důsledku namáhání trámečku s předepsaným posunem 0,4 mm; průhyby jsou 10x zvětšeny.

Z pracovních diagramů (Obr. 5.4 a Obr. 5.5), které vyjadřují závislost mezi součtem sil v podporách a předepsanou deformací, je zřejmé, že je vliv zvýšení mezifázového smykového napětí v důsledku plazmatických úprav je zanedbatelný. Na základě provedených výpočtů lze dojít k závěru, že plazmatické úpravy nepřispěly ani ke zvýšení pevnosti kompozitu, ani k výraznému zvýšení jeho lomové energie či ke změně charakteru poškození.



Obr. 5.4: Porovnání pracovních diagramů pro kompozity obsahující PET vlákna s různou délkou plazmatických úprav.



Obr. 5.5: Porovnání pracovních diagramů pro kompozity obsahující PP vlákna s různou délkou plazmatických úprav.

6. Závěr

Hlavním cílem této diplomové práce bylo zlepšení mechanických parametrů cementového kompozitního materiálu vyztuženého polymerovými vlákny. Motivací k práci byl především fakt, že tato vlákna mají hladký a ve vztahu k cementovému tmelu chemicky inertní povrch, což se negativně projevuje na jejich soudržnosti s cementovou maticí. Ke zlepšení povrchových vlastností vláken byla použita modifikace studeným nízko-tlakovým plazmatem v kyslíkové atmosféře. Upravovány byly dva typy makro-vláken o průměru cca 0,5 mm z materiálu PP (polypropylen) a PET (polyethylentereftalát).

Za účelem posoudit efekt provedených úprav byla realizována série experimentů odhalující změnu povrchových a objemových vlastností vláken. Chemické změny na jejich površích byly zkoumány pomocí smáčivosti vodou, XPS analýzou změn složení povrchových chemických vazeb a studiím morfologie povrchů pomocí rastrovací elektronové mikroskopie. Rozbor objemových změn se omezil na sledování základních mechanických parametrů vláken, které jsou: tahová pevnost, Youngův modul pružnosti v tahu, průtažnost a změna hmotnosti.

Míra interakce mezi modifikovanými vlákny a cementovou maticí byla zkoumána pomocí tzv. pull-out testů, při kterých byla vlákna vytahována z těles z cementové pasty (CEM 42,5 R, w/c 0,4). Takto získané hodnoty nejen že jasně vypovídaly o efektu provedených modifikací, ale také posloužily jako klíčový podklad pro numerické simulace ohybu vláknobetonových těles.

Veškeré získané poznatky jsou bodově shrnuty níže:

- Smáčivost obou typů vláken vzrostla až trojnásobně již po 5 s expozici plazmatu. Bohužel ale již po 24 hodinách samovolně degradovala téměř k referenčním hodnotám.
- XPS spektrální analýza korespondovala s měřením smáčivosti, a sice koncentrace kyslíku v povrchových vazbách upravených vláken stoupla rovněž téměř třikrát po 10 sekundách plazmatických modifikací. Oproti smáčivosti však v čase nedegradovala. Z toho zjištění lze vyvodit, že je

přítomnost aktivních polárních skupin na povrchu modifikovaných vlákních stabilní, nicméně jejich efektivita klesá. Vzhledem k tomu, že byla vlákna skladována v běžných atmosférických podmínkách, lze jev degradace smáčivosti přisuzovat reakcím polárních skupin se vzdušnou vlhkostí a dalšími atmosférickými prvky.

- Rastrovací elektronová mikroskopie prokázala zvýšení drsnosti povrchu modifikovaných vláken po úpravě trvající minimálně 120 sekund. V případě PET šlo o výraznou změnu morfologie, oproti tomu vlákna PP byla poškozena jen lehce.
- Tahové zkoušky vláken prokázaly, že provedené modifikace nemají vliv na mechanické vlastnosti vláken. Tomu odpovídají hmotnostní bilance s maximálním úbytkem hmotnosti u PP vláken do 0,25 %.
- Pro pull-out testy byly vybrány dva stupně úpravy – 30 a 120 sekund. První pro odhalení míry vlivu chemických, druhý fyzikálních změn povrchu vláken na soudržnost s cementovou matricí. Ukázalo se, že v případě vláken PET došlo oproti referenčním hodnotám pouze k nepatrným nárůstům mezifázového smykového napětí. Stoupalo úměrně času, po který byla vlákna vystavena plazmatu. Podobného výsledky, ovšem s většími rozdíly, bylo dosaženo u vláken PP. Pro oba typy shodně platí, že při určitém posunu volného konce byla změřena největší smyková napětí po 120 s úpravě. Přínos zdrsnění povrchu byl tedy prokázán.
- Numerické simulace třibodového ohybu potvrdily, že zvýšení mezifázových smykových napětí mezi upravenými vlákny a cementovou matricí má poměrně malý, ale přesto skutečný praktický dopad na ohybovou tuhost, resp. zbytkovou pevnost vláknobetonu. Díky upraveným vláknům lze pro dosažení požadované zbytkové pevnosti ve směsi použít jejich menší množství, což s sebou nese technologické a ekonomické benefity.
- Aby byl tento výzkum kompletní, v budoucnu bude ještě potřeba analyzovat zóny ITZ, zejména jejich mechanické vlastnosti (pomocí nanoindentace) a materiálové složení (pomocí Ramanovy spektroskopie).

Dále bude účinek změny soudržnosti mezi modifikovanými vlákny a cementovou matricí ověřen experimentálně, konkrétně prostřednictvím ohybových testů dle standardizovaného postupu popsaného v ČSN EN 14889-2.

Seznam použité literatury

- [1] M. Pavlíková, Z. Pavlík, a J. Hošek, *Materiálové inženýrství I*, 2nd ed. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2011.
- [2] B. Felekoglu, K. Tosun, a B. Baradan, “A comparative study on the flexural performance of plasma treated polypropylene fiber reinforced cementitious composites,” *J. Mater. Process. Technol.*, č. 11, pp. 5133–5144, 2009.
- [3] F. C. Campbell, *Structural Composite*. OH: ASM International USA, 2010.
- [4] J. Trejbal, “Plazmatické modifikace smáčivosti vláknité výztuže používané v cementových kompozitních materiálech,” ČVUT FSv, 2016.
- [5] V. C. Li, “Engineered Cementitious Composites (Ecc) – Tailored Composites through Micromechanical Modeling,” *Can. Soc. Civ. Eng.*, pp. 1–38, 1997.
- [6] H. -C Wu a V. C. Li, “Snubbing and Bundling Effects on Multiple Crack Spacing of Discontinuous Random Fiber-Reinforced Brittle Matrix Composites,” *J. Am. Ceram. Soc.*, č. 12, pp. 3487–3489, 1992.
- [7] L. Svoboda, *Stavební hmoty*. Bratislava: Jaga group, 2004.
- [8] J. Šejnoha a J. Bittnarová, *Pružnost a pevnost*. Praha: ČVUT, 1996.
- [9] M. Jirásek a J. Zeman, *Přetváření a porušování materiálů*. Praha: ČVUT, 2006.
- [10] M. di Prisco, G. Plizzari, a L. Vandewalle, “Fibre reinforced concrete: new design perspectives,” *Mater. Struct.*, č. 9, pp. 1261–1281, 2009.
- [11] E. Pereira, G. Fischer, J. A. O. Barros, a M. Lepech, “Crack formation and tensile stress-crack opening behavior of Fiber Reinforced Cementitious Composites (FRCC),” *7th Int. Conf. Fract. Mech. Concr. Concr. Struct. (FraMCoS 7)*, 2010.
- [12] P. C. Tatnall, “Fiber-Reinforced Concrete,” pp. 578–590.
- [13] ASTM, “ASTM C1018-97 Standard Test Method for Flexural Toughness and First-Crack Strength of Fiber-Reinforced Concrete (Using Beam With Third-Point Loading),” *ASTM Stand.*, č. October, p. 7, 1997.

- [14] D.-J. Kim, A. E. Naaman, a S. El-Tawil, “High Performance Fiber Reinforced Cement Composites with Innovative Slip Hardening Twisted Steel Fibers,” *Int. J. Concr. Struct. Mater.*, č. 2, pp. 119–126, 2009.
- [15] M. Přinosil a P. Kabele, “Prediction of the behaviour of lime mortar reinforced with fibers based on their micromechanical parameters,” v *Structural analysis of historical constructions*, 2012, pp. 883–889.
- [16] M. Halvaei, M. Jamshidi, a M. Latifi, “Investigation on pullout behavior of different polymeric fibers from fine aggregates concrete,” *J. Ind. Text.*, č. 5, pp. 995–1008, 2014.
- [17] V. C. Li a C. K. Y. Leung, “Steady-State and Multiple Cracking of Short Random Fiber Composites,” *Journal of Engineering Mechanics*, č. 11. pp. 2246–2264, 1992.
- [18] C. Redon, V. C. Li, C. Wu, H. Hoshiro, T. Saito, a A. Ogawa, “Measuring and Modifying Interface Properties of PVA Fibers in ECC Matrix,” *J. Mater. Civ. Eng.*, č. December, pp. 399–406, 2001.
- [19] W. C. Choi, S. J. Jang, a H. Do Yun, “Interface Bond Characterization between Fiber and Cementitious Matrix,” *Int. J. Polym. Sci.*, 2015.
- [20] H. Aljewifi, B. Fiorio, a J.-L. Gallias, “Pull-out behaviour of a glass multi-filaments yarn embedded in a cementitious matrix,” v *EURO-C 2010 – Computational Modelling of Concrete Structures*, 2010.
- [21] “Trvanlivost vláknobetonů a návrhová životnost vláknobetonových konstrukcí - TZB-info.” [Online]. Dostupné: <http://stavba.tzb-info.cz/beton-malty-omitky/12723-trvanlivost-vlaknobetonu-a-navrhova-zivotnost-vlaknobetonovych-konstrukci>.
- [22] “ČSN EN 14845-1 - Zkušební metody pro vlákna v betonu - Část 1: Referenční betony.” ČNI, 2008.
- [23] “ČSN EN 14845-2 - Zkušební metody pro vlákna v betonu - Část 2: Vliv na beton.” ČNI, 2007.

- [24] M. Luňáček, P. Suchánek, a R. Bader, “Použití bikomponentních vláken v tunelech,” 2013.
- [25] “BeneSteel.” [Online]. Dostupné: <http://www.sklocement.cz/BeneSteel.pdf>.
- [26] D. Foti, “Preliminary analysis of concrete reinforced with waste bottles PET fibers,” *Constr. Build. Mater.*, č. 4, pp. 1906–1915, 2011.
- [27] F. Pelisser, O. R. K. Montedo, P. J. P. Gleize, a H. R. Roman, “Mechanical properties of recycled PET fibers in concrete,” *Mater. Res.*, č. 4, pp. 679–686, 2012.
- [28] R. Hlůžek, “Experimentální ověření vlastností betonu s recyklovaným kamenivem,” České vysoké učení technické v Praze, Fakulta stavební, 2016.
- [29] “Vláknobeton | eBeton - Specialista na beton.” [Online]. Dostupné: <http://www.ebeton.cz/pojmy/vlaknobeton>.
- [30] J. Krátký, K. Trtík, J. Vodička, Č. komora autorizovaných inženýrů a techniků činných ve výstavbě, a Č. společnost pro beton a zdivo, *Drátkobetonové konstrukce: úvodní část a příklady použití : směrnice pro navrhování, provádění, kontrolu výroby a zkoušení drátkobetonových konstrukcí*. Informační centrum ČKAIT, 1999.
- [31] S. Bentur, Arnon; Mindess, “Fibre Reinforced Cementitious Composites,” *Civ. Eng.*, p. 625, 2007.
- [32] A. E. Naaman, “High Performance Fiber Reinforced Cement Composites: Classification and Applications,” *CBM-CI Int. Work. Karachi, Pakistan*, č. 1, pp. 389–401, 2009.
- [33] “Uplatnění vláknobetonu v prefabrikovaných prvcích | Beton | Stavební materiál | Stavebnictví | www.asb-portal.cz.” [Online]. Dostupné: <https://www.asb-portal.cz/stavebnictvi/materialy-a-vyrobky/beton/uplatneni-vlaknobetonu-vprefabrikovanych-prvcich>.
- [34] B. TKS s.r.o., “Beton TKS 2/2010,” Praha, p. 116, Feb-2010.

- [35] Radomír Michniak, “Možnosti využití rozptýlené výztuže pro konstrukční betony,” Vysoké učení technické v Brně, 2013.
- [36] “ČSN EN 14889-1 - Vlákna do betonu - Část 1: Ocelová vlákna - Definice, specifikace a shoda.” ČNI, 2007.
- [37] “ČSN EN 14889-2 - Vlákna do betonu - Část 2: Polymerová vlákna - Definice, specifikace a shoda.” ČNI, 2007.
- [38] “BeneSteel 55 - sáček 0,6 kg.” [Online]. Dostupné: http://www.vlaknadobetonu.cz/product.php?id_product=24.
- [39] “POLYPROPYLENOVÁ VLÁKNA :: Vlákna do betonu FIBRIBET.” [Online]. Dostupné: <http://www.vlaknadobetonu.eu/polypropylenova-vlakna2/>.
- [40] S. T. Tassew a A. S. Lubell, “Mechanical properties of glass fiber reinforced ceramic concrete,” *Constr. Build. Mater.*, pp. 215–224, 2014.
- [41] L. Kopecký, “Surface modification of PET fibers to improve mechanical properties of cement composites,” v *33rd ICCMA*, 2011, pp. 17–20.
- [42] J. Trejbal, V. Šmilauer, A. Kromka, Š. Potocký, a L. Kopecký, “Wettability enhancement of polymeric and glass micro fiber reinforcement by plasma treatment,” *Nanocon 2015*, pp. 1–6, 2015.
- [43] G. Bracco a B. Holst, “Surface science techniques,” *Springer Ser. Surf. Sci.*, č. 1, 2013.
- [44] A. Tagnit-Hamou, Y. Vanhove, a N. Petrov, “Microstructural analysis of the bond mechanism between polyolefin fibers and cement pastes,” *Cem. Concr. Res.*, č. 2, pp. 364–370, 2005.
- [45] L. Yan, R. L. Pendleton, a C. H. M. Jenkins, “Interface morphologies in polyolefin fiber reinforced concrete composites,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, č. 5–6, pp. 643–650, 1998.
- [46] J. Trejbal, “Modifikace povrchu skleněných vláken a jejich aplikace do maltových směsí pro rekonstrukce historických budov,” ČVUT FSv, 2014.

- [47] B. Wei, H. Cao, a S. Song, “Tensile behavior contrast of basalt and glass fibers after chemical treatment,” *Mater. Des.*, č. 9, pp. 4244–4250, 2010.
- [48] V. Machovič *a kol.*, “Microstructure of interfacial transition zone between PET fibres and cement paste,” *Acta Geodyn. Geomater.*, č. 1, pp. 121–127, 2013.
- [49] S. E. Elsaka, “Influence of chemical surface treatments on adhesion of fiber posts to composite resin core materials,” *Dent. Mater.*, č. 5, pp. 550–558, Nov. 2013.
- [50] V. Cech *a kol.*, “Enhanced interfacial adhesion of glass fibers by tetravinylsilane plasma modification,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, č. Supplement C, pp. 84-89, 2014.
- [51] D. Çökeliler, S. Erkut, J. Zemek, H. Biederman, a M. Mutlu, “Modification of glass fibers to improve reinforcement: A plasma polymerization technique,” *Dent. Mater.*, č. 3, pp. 335–342, Nov. 2007.
- [52] “Definice plazmatu.” [Online]. Dostupné: <http://www.ufa.cas.cz/html/climaero/topics/iono/definice.html>.
- [53] “Co je to plazma | Pgpt.cz.” [Online]. Dostupné: <http://www.pgpt.cz/cz/plazmovy-reaktor-wpc/co-je-to-plazma.html>.
- [54] O. Hudeček a T. Sedláček, “Povrchové úpravy plastových výrobků plazmatem.”
- [55] “Co je to plazma?” [Online]. Dostupné: <http://www.aldebaran.cz/asf/plazma/basics.php>.
- [56] R. Li, L. Ye, a Y.-W. Mai, “Application of plasma technologies in fibre-reinforced polymer composites: a review of recent developments,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, č. 1, pp. 73–86, 1997.
- [57] B. R. Burchardt a P. W. Merz, “Chapter 6 Elastic bonding and sealing in industry,” *Handb. Adhes. Sealants*, 2006.
- [58] D. G. Lee a N. P. Suh, “Machining and joining of composite materials 337,” *v Axiomatic Design and Fabrication of Composite Structures*, č. 1, Oxford University press, 2006, pp. 481–481.

- [59] J. L. Wan *a kol.*, “Investigation of ion bombarded polymer surfaces using SIMS, XPS and AFM,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, č. 1, pp. 474–479, 1997.
- [60] B. Ruelle, C. Bittencourt, a P. Dubois, *Surface treatment of carbon nanotubes using plasma technology*, č. 1991. 2013.
- [61] V. C. Li, Y. W. Chan, a H. C. Wu, “Interface strengthening mechanism in polymeric fiber reinforced cementitious composites,” *Brittle matrix Compos.*, 1994.
- [62] H.-C. Wu a V. C. Li, “Fiber/cement interface tailoring with plasma treatment,” *Cem. Concr. Compos.*, č. 3, pp. 205–212, 1999.
- [63] “Reakce volných radikálů – Khanova škola.” [Online]. Dostupné: <https://khanovaskola.cz/video/24/178/1408-reakce-volnych-radikalu>.
- [64] B. Rezek, “Diamond as functional material for bioelectronics and biotechnology,” *New Perspect. Biosens. Technol. Appl.*, pp. 177–196, 2011.
- [65] S. Shahidi a J. Wiener, “Surface Modification Methods for Improving the Dyeability of Textile Fabrics,” *Intech*, pp. 34–54, 2013.
- [66] M. Shaker, I. Kamel, F. Ko, a J. Song, “Improvement of the interfacial adhesion between kevlar fiber and resin by using R-F plasma,” *J. Compos. Technol. Res.*, pp. 249–255, 1996.
- [67] P. Yavirach *a kol.*, “Effects of plasma treatment on the shear bond strength between fiber-reinforced composite posts and resin composite for core build-up,” *Dent. Mater. J.*, č. 6, pp. 686–692, 2009.
- [68] J. Xie *a kol.*, “Improving carbon fiber adhesion to polyimide with atmospheric pressure plasma treatment,” *Surf. Coatings Technol.*, č. 2, pp. 191–201, 2011.
- [69] D. Skácelová, M. Fialová, P. Š. Tahel, a M. Cernák, “Improvement of surface properties of reinforcing polypropylene fibres by atmospheric pressure plasma treatment,” *Chem. List.*, č. s5, pp. 1439–1442, 2012.

- [70] C. Wang a X. He, “Polypropylene surface modification model in atmospheric pressure dielectric barrier discharge,” *Surf. Coatings Technol.*, č. 6, pp. 3377–3384, 2006.
- [71] J. Bartoš, “Modifikace povrchu PET vláken za účelem zlepšení jejich soudržnosti s cementovou maticí,” České vysoké učení technické v Praze, 2014.
- [72] S. Yang a M. C. Gupta, “Surface modification of polyethyleneterephthalate by an atmospheric-pressure plasma source,” *Surf. Coatings Technol.*, č. 2–3, pp. 172–176, 2004.
- [73] J. Trejbal, L. Kopecký, Š. Potocký, a Z. Remeš, “Přímá optická metoda pro měření velikosti kontaktních úhlů na mikrovláknech,” v *Nanomateriály a nanotechnologie ve stavebnictví*, 2015, pp. 90–94.
- [74] C. A. Fuentes *a kol.*, “Equilibrium contact angle measurements of natural fibers by an acoustic vibration technique,” *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, č. 1, pp. 164–173, 2014.
- [75] C. Rulison, “Contact Angle Determinations by the ‘ Straw ’ Method and Packed Cell Method: Good Alternatives to Arduous single fiber contact angle experiments,” *Krüiss DE*, č. 40, pp. 1–16.
- [76] A. Artemenko, H. Kozak, H. Biederman, A. Choukourov, a A. Kromka, “Amination of NCD films for possible application in biosensing,” *Plasma Process. Polym.*, č. 4, pp. 336–346, 2015.
- [77] “Fotoelektronová spektroskopie – Wikipedie.” [Online]. Dostupné: https://cs.wikipedia.org/wiki/Fotoelektronová_spektroskopie.
- [78] “ČSN EN 10002 - 1 - Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za okolní teploty.” ČNI, 2002.
- [79] “Elektronový mikroskop – Wikipedie.” [Online]. Dostupné: https://cs.wikipedia.org/wiki/Elektronový_mikroskop.
- [80] “Mikroskopie atomárních sil – Wikipedie.” [Online]. Dostupné: https://cs.wikipedia.org/wiki/Mikroskopie_atomárních_sil.

- [81] J.-N. Périé, S. Calloch, C. Cluzel, a F. Hild, “Analysis of a multiaxial test on a C/C composite by using digital image correlation and a damage model,” *Exp. Mech.*, č. 3, pp. 318–328, 2002.
- [82] B. Pan a K. Li, “A fast digital image correlation method for deformation measurement,” *Opt. Lasers Eng.*, č. 7, pp. 841–847, 2011.
- [83] B. Pan, H. Xie, a Z. Wang, “Equivalence of digital image correlation criteria for pattern matching,” *Appl. Opt.*, č. 28, p. 5501, 2010.
- [84] J. Blaber, “Ncorr: Digital Image Correlation Software,” 2014. [Online]. Dostupné: <http://www.ncorr.com/>.
- [85] V. Nežerka, “Ncorr_post: DIC Post-Processing Tool.” [Online]. Dostupné: <http://mech.fsv.cvut.cz/~nezerka/dic/index.htm>.
- [86] The MathWorks Inc., “Matlab Release 2011a,” 2011. [Online]. Dostupné: <http://www.mathworks.com/products/matlab/>.
- [87] H. Lu a P. D. Cary, “Deformation measurements by digital image correlation: Implementation of a second-order displacement gradient,” *Exp. Mech.*, č. 4, pp. 393–400, 2000.
- [88] D. Lecompte a kol., “Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation,” *Opt. Lasers Eng.*, č. 11, pp. 1132–1145, 2006.
- [89] G. Stoilov, V. Kavardzhikov, a D. Pashkouleva, “A Comparative Study of Random Patterns for Digital Image Correlation,” *Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, p. 55, 2012.
- [90] B. Pan, Z. Lu, a H. Xie, “Mean intensity gradient: An effective global parameter for quality assessment of the speckle patterns used in digital image correlation,” *Opt. Lasers Eng.*, č. 4, pp. 469–477, 2010.
- [91] B. Pan, L. Yu, D. Wu, a L. Tang, “Systematic errors in two-dimensional digital image correlation due to lens distortion,” *Opt. Lasers Eng.*, č. 2, pp. 140–147, 2013.

- [92] “Mesh — SALOME Platform.” [Online]. Dostupné: <http://www.salome-platform.org/user-section/about/mesh>.
- [93] B. Patzák, “OOFEM - an object-oriented simulation tool for advanced modeling of materials and Structures,” *Acta Polytech.*, č. 6, pp. 59–66, 2012.
- [94] A. Henderson, “The ParaView Guide: A Parallel Visualization Application,” *The ParaView Guide*. p. 340, 2004.
- [95] K. Toshiyuki, P. Kabele, H. Fukuyama, Y. Uchida, H. Suwada, a V. Slowik, *Strain Hardening Cement Composites: Structural Design and Performance: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 208-HFC, SC3*. Springer, Dordrecht, 2012.