

Využití dielektrické spektroskopie pro určení teploty skladování prepregu

Martin Cigánek

Bakalářská práce
2014



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Martin Cigánek**
Osobní číslo: **A11006**
Studijní program: **B3902 Inženýrská informatika**
Studijní obor: **Bezpečnostní technologie, systémy a management**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Využití dielektrické spektroskopie pro určení teploty skladování prepregu**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte literární rešerši popisující současný stav dané problematiky.
2. Seznamte se s programovacím prostředím Agilent VEE PRO a vytvořte v něm vhodný algoritmus pro měření v reálném čase.
3. Proveďte experimentální měření vybraných vlastností prepregu metodou dielektrické spektroskopie.
4. Soustředte se na měření disipačního faktoru a prozkoumejte vliv teploty.
5. Vyhodnoťte výsledky experimentů a určete vhodné skladovací podmínky prepregu.
6. Diskutujte o možnostech použití prepregu při výrobě ochranných prostředků a jejich uplatnění v průmyslu komerční bezpečnosti.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

1. **MAZUMDAR, Sanjay K. Composites manufacturing: materials, product, and process engineering. Boca Raton: CRC Press, 2002, 392 s.**
2. **HOLCMAN, Vladimír. Dielektrická relaxační spektroskopie kompozitních soustav: Dielectric Relaxation Spectroscopy of Composite Systems. Brno, 2008, 1 elektronický optický disk [CD-ROM / DVD].**
3. **HEDVIG, Péter: Dielectric Spectroscopy of Polymers, Akadémiai Kiadó, Budapest, 1977**
4. **Proc. Polymer science, Epoxy Resins and Composites IV, Akademie-Verlag Berlin 1987**
5. **NAVRÁTIL, Milan. Instrumentace a zpracování signálů při měření kinetiky sířovací reakcí pomocí impedanční spektroskopie. Zlín, 2002. Diplomová práce. UTB ve Zlíně.**

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Milan Navrátil, Ph.D.

Ústav elektroniky a měření

Datum zadání bakalářské práce:

7. března 2014

Termín odevzdání bakalářské práce:

10. června 2014

Ve Zlíně dne 7. března 2014


prof. Ing. Vladimír Vašek, CSc.
děkan




doc. Mgr. Milan Adámek, Ph.D.
ředitel ústavu

Prohlašuji, že

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

Prohlašuji,

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

Ve Zlíně

.....
podpis diplomanta

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá měřením a zkoumáním dielektrických veličin prepregu v závislosti na teplotě. Teoretická část práce je zaměřena na popis prepregu a jeho dvou hlavních složek, kterými jsou epoxidová pryskyřice a vyztužující vlákno. Dále je vysvětlen princip dielektrických měření a vztahy mezi jednotlivými dielektrickými veličinami.

V praktické části byla vytvořena uživatelská aplikace v prostředí Agilent VEE Pro. Pomocí této aplikace pak byla provedena série měření hodnot disipačního faktoru prepregu s ohledem na stárnutí materiálu a vliv teploty. Výsledky experimentálního měření jsou zpracovány a vyhodnoceny. Cílem práce bylo určit optimální teplotu pro skladování prepregu. Součástí praktické části je diskuze o možnostech použití prepregu při výrobě ochranných prostředků a jejich uplatnění v průmyslu komerční bezpečnosti.

Klíčová slova: prepreg, epoxidová pryskyřice, dielektrická spektroskopie, disipační faktor

ABSTRACT

This bachelor's thesis deals with the measurement as well as the analysis of prepreg dielectric values in relation to temperature. The theoretical part seeks to provide a description of prepreg and its two major constituents – epoxy resin and reinforcing fibre. In addition, the dielectric measurement methods and the relations between individual dielectric values are explicated.

An Agilent VEE Pro interface based user application is introduced in the practical part. Therein, a series of prepreg dissipation factor measurements with regard to materials aging and the influence of temperature are completed using this application. Consecutively, the results of such measurements are processed and analysed. The aim of this thesis is to determine the optimum prepreg storage temperature. The practical part further contains discussion on the possibility of prepregs being used in personal protective equipment manufacturing as well in commercial safety industry.

Keywords: prepreg, epoxy resin, dielectric spectroscopy, dissipation factor

Na tomto místě bych rád poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Milanovi Navrátilovi, Ph.D., za odborné vedení, cenné rady, kritické připomínky a trvalý zájem, který věnoval přípravě a realizaci mé práce.

„Představitivost je důležitější než vědomosti.“

Albert Einstein

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

OBSAH

ÚVOD	9
I TEORETICKÁ ČÁST	10
1 PREPREG	11
1.1 VLÁKNOVÉ KOMPOZITY	12
1.2 VYZTUŽUJÍCÍ MATERIÁLY	12
1.3 EPOXIDOVÉ PRYSKYŘICE.....	14
1.4 VYTVRZOVÁNÍ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC	15
1.4.1 Vlastnosti v tekutém stavu	15
1.4.2 Vlastnosti po vytvrzení	15
1.4.2.1 Mechanické vlastnosti.....	15
1.4.2.2 Tepelné vlastnosti	16
1.4.2.3 Elektrické vlastnosti.....	16
1.4.3 Síťování.....	16
2 DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE	18
2.1 PRINCIP MĚŘENÍ	19
2.1.1 Měření impedance	20
2.1.2 Disipační faktor	22
II PRAKTICKÁ ČÁST	25
3 POUŽITÉ PROSTŘEDKY	26
3.1 HARDWARE	26
3.1.1 LCR měřič Agilent 4263B	26
3.1.1.1 Technické parametry.....	26
3.1.2 Dvouelektroodový měřicí systém	27
3.1.3 Propojovací kabely.....	28
3.1.3.1 Agilent 16089D Alligator Clip Leads.....	28
3.1.3.2 Agilent 82357B USB/GPIB Interface High-Speed USB 2.0.....	29
3.1.4 testo 435 - 4 – Multifunkční měřicí přístroj	29
3.1.5 Sušárna Memmert UNP 200	29
3.1.6 Chladicí a mrazicí zařízení Snaige soft plus class A.....	30
3.2 SOFTWARE	30
3.2.1 Agilent VEE Pro 9.2	30
3.2.1.1 Hlavní okno programu	31
3.2.1.2 Technické údaje	31
3.2.2 MATLAB R2006b	32
3.2.3 Uživatelská aplikace v prostředí Agilent VEE Pro.....	32
3.3 POUŽITÉ VZORKY	34
3.3.1 Epoxidové pryskyřice.....	34
3.3.1.1 ALTECO 3-TON QUICK EPOXY ADHESIVE (4 min)	34
3.3.1.2 ALTECO 3-TON CLEAR EPOXY ADHESIVE F - 05 (5 min)	35
3.3.1.3 ALTECO 3-TON EPOXY ADHESIVE (30 min).....	35
3.3.2 Vyztužovací vlákno.....	35
4 MĚŘENÍ DISIPAČNÍHO FAKTORU	37

4.1	MĚŘENÍ D(T) EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC	37
4.1.1	Postup měření.....	37
4.1.2	Naměřené hodnoty	37
4.1.2.1	Měření D(t) 5 min lepidla	39
4.1.2.2	Měření D(t) 4 min lepidla	40
4.1.2.3	Měření D(t) 30 min lepidla	42
4.2	MĚŘENÍ D(T) PREPREGU PŘI RŮZNÝCH TEPLITÁCH.....	43
4.2.1	Postup měření.....	43
4.2.2	Naměřené hodnoty	45
4.2.3	Vyhodnocení naměřených hodnot.....	49
4.2.3.1	Gaussovo rozdělení.....	50
4.2.3.2	Rovnoměrné rozdělení.....	51
4.2.4	Zhodnocení výsledků	52
5	DISKUZE O MOŽNOSTECH POUŽITÍ PREPREGU	53
5.1	OBECNÉ POUŽITÍ.....	53
5.2	MOŽNOSTI POUŽITÍ V PRŮMYSLU KOMERČNÍ BEZPEČNOSTI.....	53
5.2.1	Ochranné prostředky	53
5.2.2	Technické prostředky	54
5.2.3	Mechanické zábranné systémy.....	54
	ZÁVĚR	55
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	57
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	60
	SEZNAM OBRÁZKŮ	61
	SEZNAM TABULEK.....	63
	SEZNAM PŘÍLOH.....	64

ÚVOD

Dielektrická spektroskopie byla používána již ve 30. letech 20. století a sloužila zejména pro určování pohybu molekulárních dipólů. Dielektrická spektroskopie je nedestruktivní metodou spadající do oblastí fyziky, elektrotechniky, chemie a materiálového inženýrství. Tato metoda se v podstatě zabývá zkoumáním odrazů mikrofyzikálních mechanismů probíhajících uvnitř testované látky. Jedním z hlavních zájmů dielektrické spektroskopie je měření závislosti komplexní permitivity materiálu na frekvenci a na dalších veličinách, které měřené vlastnosti ovlivňují. Mezi tyto veličiny patří především teplota okolí nebo teplotní stárnutí vzorku a vlhkost okolního prostředí.

Předmětem této práce je využití dielektrické spektroskopie pro zkoumání průběhu síťovací reakce prepregu za účelem zjistit vhodnou teplotu pro jeho skladování. Prepreg je kompozitní materiál složený z částečně vytvrzené epoxidové pryskyřice a vyztužujících vláken. Teplota pro jeho skladování musí být zvolena tak, aby při ní nedocházelo k síťovacím reakcím uvnitř materiálu a nedošlo tak k jeho vytvrzení.

Pro realizaci dielektrického měření je nutné vytvořit měřicí pracoviště a uživatelskou aplikaci pro usnadnění a zautomatizování měření. Součástí uživatelské aplikace bude ukládání naměřených hodnot disipačního faktoru pro digitální zpracování.

Součástí bakalářské práce je vypracování literární rešerše, která se věnuje problematice dielektrické spektroskopie a charakteristice prepregu.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 PREPREG

Pojem prepreg je zkráceným tvarem z anglického názvu pre-impregnated fibres (před-impregnovaná vlákna). Jedná se o polotovar sloužící k výrobě vláknových kompozitů. Zatímco vláknový kompozit je hotový plně vytvrzený materiál, prepreg je tvořen pouze částečně vytvrzenou epoxidovou pryskyřicí a vláknem. Jelikož je pryskyřice vytvrzená jen částečně, musí být prepreg skladován při určité teplotě, aby nedošlo k úplnému vytvrzení a tím ke ztrátě tvárnosti.



Obr. 1 Prepreg [1]

Vláknové kompozity vznikají tak, že se jednotlivé listy prepregu vrství na sebe do požadované tloušťky a poté se pomocí tepla a tlaku dotvarují ve formách.



Obr. 2 Tvarování prepregu [2]

1.1 Vláknové kompozity

Jedná se o kompozitní materiál, tedy materiál tvořený dvěma a více fázemi, většinou rozdílného chemického složení. Tyto fáze se od sebe dále odlišují svými mechanickými a fyzikálními vlastnostmi [3].

V našem případě jde o kompozit tvořený dvěma fázemi, kterými jsou vlákno a epoxidová pryskyřice. Díky rozdílným vlastnostem těchto substancí vzniká unikátní produkt s vlastnostmi novými, které samostatně nemá ani jedna z jeho součástí. Vlákno slouží jako výztuž, která dodává materiálu pevnost, zatímco pryskyřice dodává tvrdost a slouží jako pojivo.

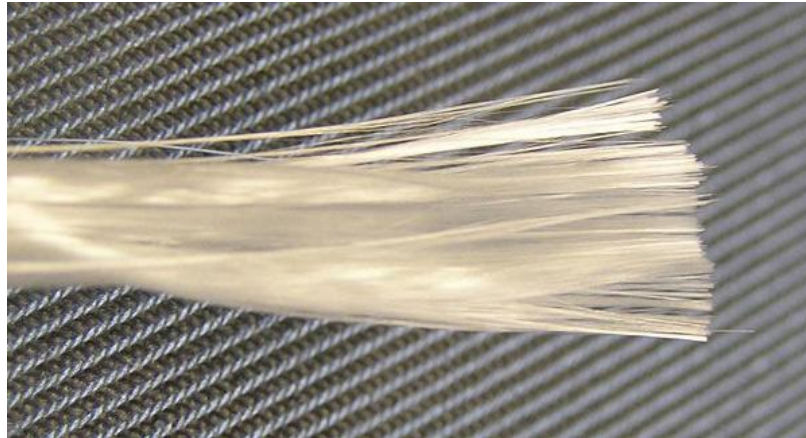
Značný vliv na mechanické vlastnosti materiálu má orientace vláken. Vyztužení vláknů je možno provést v jednom směru, dvousměrně nebo s nahodile orientovanými vlákny do různých směrů. Vlastnosti vytvrzeného pojiva, tedy epoxidové pryskyřice jsou zase důležité pro přenos napětí na všechna vlákna kompozitu. Z toho vyplývá důležitost mezifázového rozhraní mezi výztuží a pojivem. Při špatné vazbě mezi těmito prvky dochází k rychlému zhoršení vlastností kompozitu. Zejména při mechanickém, či chemickém namáhání. Důležitou roli hraje i podíl vyztužujícího materiálu a pojiva. Zatímco větší množství epoxidové pryskyřice přispívá k lepším mechanickým vlastnostem, větší obsah vláken je zase výhodnější pro chemickou odolnost [4].

1.2 Vyztužující materiály

Vyztužující materiály jsou přísady, které pomáhají zlepšovat některé z vlastností kompozitů jako např. pevnost, houževnatost modul pružnosti aj. Tyto vlastnosti závisí na tvaru, orientaci, koncentraci či velikosti vyztužujícího materiálu. Použití těchto materiálů většinou také vede ke snížení ceny výsledného kompozitu [5].

Vlákna používaná jako vyztužující materiál epoxidových pryskyřic jsou buď ve formě tkanin, nekonečných vláken, nebo vláken krátkých.

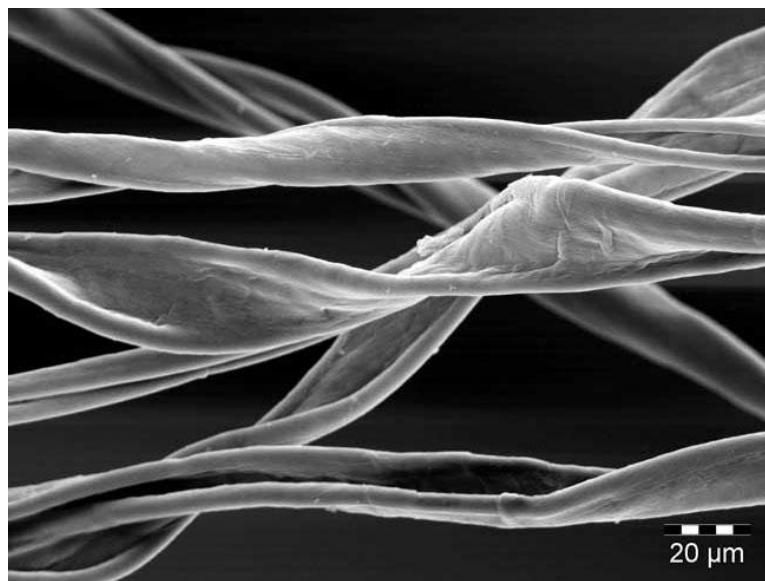
Nejpoužívanějším vyztužujícím materiálem pro vláknové kompozity jsou skleněná vlákna, respektive výztuže na jejich bázi. Tato vlákna spolu s epoxidovou pryskyřicí tvoří kompozit s vysokou pevností v tahu i tlaku, dobrou tvarovou stálostí za vysokých teplot a poměrně vysokou elasticitou.



Obr. 3 Skleněné vlákno [6]

Velmi pružné a ohebné kompozity vznikají s použitím vláken polyesterových, polyamidových a polyakrylonitrilových. Tyto kompozity mají také vysokou odolnost vůči abrazi a koroznímu médiu. Často se tato vlákna používají v kombinaci s vlákny skleněnými.

Pro některé elektrotechnické lamináty (jako jsou podklady pro tištěné spoje či plošné izolátory) se jako výztuž používá bavlna, slída, nebo papír [4].



Obr. 4 Zvětšené vlákno bavlny [7]

Jako vysoce pevné výztuže epoxidových pryskyřic se osvědčila tenká monokrystalická vlákna na bázi safiru, borová vlákna, vlákna některých karbidů a nitridů a v neposlední řadě také vlákna uhlíková a grafitová. Uhlíková vlákna se používají pro aplikace, kde je požadována extrémní pevnost v tahu a vysoký modul pružnosti. Tato vlákna bývají obvykle používána ve formě nekonečně dlouhých vláken [8, 9].

Pro výrobu dynamicky, chemicky a abrazivně namáhaných dílů se používají syntetická para-aramidová vlákna (textilie z polyamidů s dlouhým uhlíkovým řetězcem), tento materiál se vyznačuje vysokou pevností v tahu a také poměrně vysokým modulem pružnosti [10].

1.3 Epoxidové pryskyřice

Pod pojmem epoxidové pryskyřice se rozumí sloučeniny, které v molekule obsahují více než jednu epoxidovou skupinu. Tato epoxidová skupina je značně reaktivní s velkým počtem látek. A díky této reaktivitě dochází k zesíťování makromolekul. Proto se epoxidové pryskyřice často využívají jako lepidla, lamináty, lisovací a zalévací hmoty nebo lékařské pryskyřice [11].

Epoxidové pryskyřice jsou polymerním materiálem syntetického původu a řadí se mezi reaktoplasty. Při vytvrzování epoxidových pryskyřic nedochází k odštěpování žádných vedlejších produktů (dochází pouze k mírnému zmenšení objemu). Epoxidové pryskyřice mají výbornou adhezi k materiálům jako je sklo, kov, keramika, dřevo, plast aj. Mají také výborné chemické a elektroizolační vlastnosti v poměrně široké oblasti teplot. Dále jsou odolné vůči vodě, kyselinám a některým rozpouštědlům [10].

První zmínky o epoxidových pryskyřicích se objevují v roce 1934, jedná se o patent P. Schlacka. Následovaly další dva švýcarské patenty z roku 1938 a 1943.

Původně měly být epoxidové pryskyřice zaměřeny na výrobu produktů pro dentální hygienu. V r. 1946 však na švýcarských vzorkových trzích společnost Ciba uvedla první obchodní typ epoxidové pryskyřice. Tento typ sloužil k lepení lehkých slitin. Ve stejnou dobu poskytla Ciba také epoxidy pro elektroizolační materiály. Souběžně s výzkumem společnosti Ciba probíhaly také práce na epoxidových pryskyřicích u americké firmy Shell. Zde se jednalo o epoxidy pro povrchovou ochranu.

Na dalším rozvoji epoxidových pryskyřic se podstatnou měrou podílelo také Československo. Část sedmdesátých let bylo dokonce ve výrobě a spotřebě epoxidů na jednoho obyvatele první ve světě.

V současnosti je na trhu k dispozici přes dvacet pět druhů epoxidových pryskyřic a současná mezinárodní produkce překročila sto tisíc tun [4, 12].

1.4 Vytvrzování epoxidových pryskyřic

Vytvrzování epoxidových pryskyřic je proces, při kterém dochází k přeměně tavitelných a rozpustných monomerů a oligomerů na netavitelné a nerozpustné epoxidové polymery. K tomuto procesu dochází vlivem chemických reakcí. Výsledný epoxidový polymer má pak zpravidla trojrozměrnou strukturu.

K vytvrzování epoxidových pryskyřic dochází pomocí tzv. tvrdidel. Jde o látky, jež jsou schopny reagovat s epoxidovými skupinami obsaženými v dané pryskyřici.

Při vytvrzování epoxidových pryskyřic dochází také ke změnám jejich vlastností, takže po vytvrzení dostává materiál vlastnosti zcela nové [13].

1.4.1 Vlastnosti v tekutém stavu

Mezi základní charakteristiky samotných epoxidů patří:

- Viskozita – závislá na stupni naplnění
- Doba zpracovatelnosti – ovlivněná především druhem tvrdidla, teplotou a namíchaným množstvím daného epoxidu
- Exotermický průběh vytvrzovací reakce – podílí se na smrštění hmoty po její gelaci. Je na něm závislá i velikost vnitřního pnutí sestavy.

1.4.2 Vlastnosti po vytvrzení

Optimální a konečné vlastnosti dostávají epoxidy až po vytvrzení a to za předpokladu, že byla pryskyřice vytvrzena správně. To znamená, že nesmí obsahovat žádné volné epoxidové skupiny a ani přebytek tvrdidla. Tomu lze předcházet správným dávkováním a promícháním a také dodržáním podmínek pro dotvrzení (zejména se jedná o teplotu a čas).

1.4.2.1 Mechanické vlastnosti

- Mechanická pevnost – odolnost vůči mechanickému namáhání (tah, tlak, krut)
- Tvrdost – odpor materiálu vůči vnikání jiného tělesa do povrchu
- Houževnatost – schopnost materiálu zůstat po mechanickém namáhání vcelku a bez tvorby trhlin
- Křehkost – opak houževnatosti
- Pružnost – schopnost vratné deformace

- Odolnost proti dynamickému namáhání – souvisí s předchozími vlastnostmi a také s únavou materiálu
- Mechanické napětí – u odlitků větších hmotností (případně sestav)

1.4.2.2 Tepelné vlastnosti

- Tvarová stálost za tepla – chování materiálu při zvýšené teplotě
- Měrná tepelná vodivost – schopnost látky vést teplo (Epoxidy patří mezi tepelně izolační materiály)
- Teplotní délková roztažnost – určuje změny rozměru při změnách teplot
- Hořlavost – Epoxidy jsou zhruba na hranici mezi hořlavými a nehořlavými materiály

1.4.2.3 Elektrické vlastnosti

- Elektrická pevnost – odolnost proti elektrickému namáhání izolantu
- Elektrický odpor – schopnost materiálu vést elektrický proud
- Relativní permitivita – podíl permitivity materiálu a permitivity vakua
- Odolnost proti plazivým proudům a tepelnému oblouku – jedná se o určitou formu tepelné odolnosti [3, 4, 14]

1.4.3 Síťování

Jedná se o komplexní proces vycházející ze vstupních parametrů, kterými jsou funkčnost monomeru, reaktivita funkčních skupin, počáteční složení systému, mechanismus reakce aj. Při tomto procesu reagují epoxidové skupiny obsažené v pryskyřici s tvrdidlem a stávají se tak součástí sítě, která vzniká při vytvrzování. Vzniklá síť je tak složená jen ze segmentů epoxidové pryskyřice.

Během vytvrzování epoxidových pryskyřic dochází k postupné konverzi (zvyšujícímu se počtu zreagovaných funkčních skupin oproti počtu skupin počátečnímu). S postupnou reakcí tak dochází k růstu relativní molekulové hmotnosti. Děje se tak díky tomu, že číselně střední relativní molekulová hmotnost roste pomaleji než hmotnostní průměr. Pro síťovací reakce je charakteristický bod gelace, který označuje, kdy se v systému objevila nekonečná struktura. V tomto bodě je střední relativní molekulová hmotnost číselně stále konečná, ale hmotnostně již dosáhne nekonečné hodnoty.

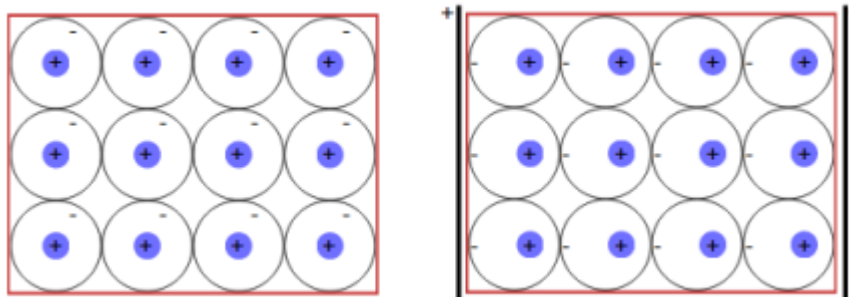
Průběh síťování je ovlivněn zejména chemicky danými faktory (koncentrací a reaktivitou funkčních skupin či jejich poměrem). Objevují se však také faktory fyzikální, které reaktivitu funkčních skupin ovlivňují. Zejména se jedná o difúzní řízení vytvrzovací reakce. Není však vyloučen ani vznik nehomogenit, způsobený právě fyzikálními faktory [4].

2 DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

Tato metoda se objevila již v roce 1931 a sloužila pro určování pohybu molekulárních dipólů.

Účelem dielektrické spektroskopie je získání závislosti komplexní permitivity na frekvenci. V technické praxi sice bývá permitivita materiálu označována jako konstanta, ale samozřejmě se předpokládá, že tato hodnota platí pouze pro určitou frekvenci (např. 100 Hz nebo 1 kHz) a také pouze za dalších podmínek (vlhkost vzduchu, teplota). Metoda dielektrické spektroskopie se používá pro různé rozsahy kmitočtů a je založena na principu stejnosměrných měření proudů nabíjecích či vybíjecích dielektrik [16].

Ideální dielektrikum by měla tvořit látka, která obsahuje pouze elektrické náboje, které jsou vázány elektrostatickými silami. V praxi se však kromě těchto vázaných elektrických nábojů setkáváme také s náboji volnými. Tyto volné náboje pak způsobují nežádoucí elektrickou vodivost. U ideálních dielektrik je základní fyzikální proces tvořen dielektrickou polarizací, což je jev, při kterém se elektricky vázané náboje posouvají pryč ze svých rovnovážných poloh. Tento posun vzniká vlivem působení vnitřního i vnějšího elektromagnetického pole. U nepolárních dielektrik tímto způsobem vzniká indukovaný elektrický dipól. U látek obsahující polární molekuly se elektricky vázané náboje orientují přímo do směru elektrického pole [17, 18].



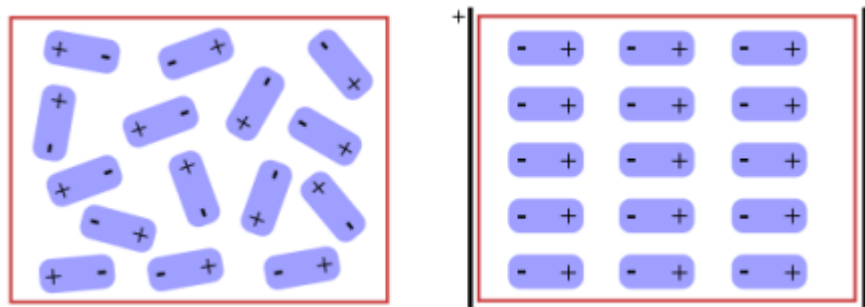
Obr. 5 Znárodnění indukovaného dipólového momentu [19]

Základní makroskopické veličiny používané při měření elektrických pochodů v dielektrických materiálech jsou:

- Intenzita elektrického pole – E [$V \cdot m^{-1}$]
- Elektrická indukce – D [$C \cdot m^{-2}$]
- Polarizace – P [$C \cdot m^{-2}$]

U dielektrických látek se vyskytuje hned několik mechanismů polarizace, které podle doby jejich trvání dělíme na pružné a relaxační. Pružné polarizace probíhají okamžitě, aniž by docházelo ke ztrátám energie. V pásmu radiotechnických kmitočtů nejsou frekvenčně závislé a doba ustálení těchto polarizací je menší než 10^{-11} s. U relaxační polarizace zase dochází k pomalému přibývání polarizace a po odpojení elektrického pole tato polarizace také pomalu ubývá. Doba potřebná k ustálení relaxačních polarizací je 10^{-8} až 10^6 s. Tyto časy jsou také závislé na možnostech měřicí techniky. Při pomalé polarizaci dochází ke značným ztrátám energie v dielektriku a také jsou tyto polarizace hodně závislé na teplotě.

U polárních látek s elementárními dipólovými momenty dochází k dipólové relaxační polarizaci (též nazývaná orientační polarizace). Pokud jsou dipólové momenty zcela volné, nebo jsou vázány jen slabě, dokáží se vlivem elektrického pole natáčet do směru působícího pole. Tato dipólová relaxační teorie je značně závislá na teplotě, neboť tepelný pohyb částic brání natáčení dipólových momentů [16, 20].



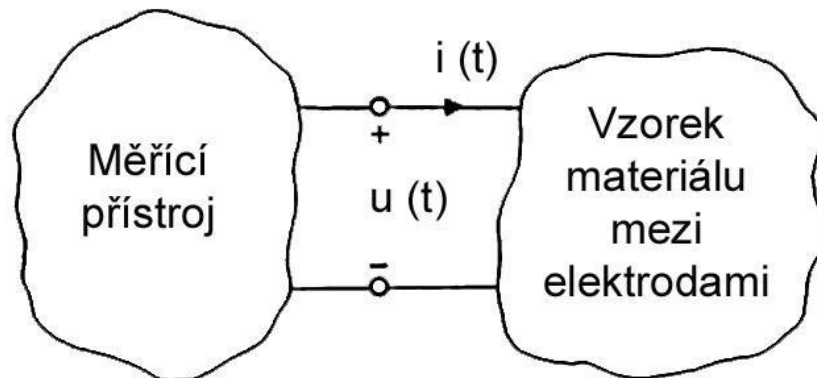
Obr. 6 Znárodnění dipólové relaxační polarizace [19]

Pokud na dielektrikum nepůsobí elektrické pole, orientace částic je nahodilá – látka se chová elektricky neutrálně. Pokud však k této látce přiložíme elektrické pole, dojde k přechodu částic do energeticky výhodnější polohy. Orientace dipólového momentu je shodná s orientací lokálního pole [17].

2.1 Princip měření

Měření pomocí dielektrické spektroskopie spočívá v tom, že se zkoumaný materiál umístí mezi dvě vodivé elektrody. Mezi elektrodami probíhá časově proměnné napětí a sledují se hodnoty časově proměnného proudu nebo impedance. Vlivem střídavého napětí vznikne elektrické pole a zkoumaný materiál se začne polarizovat. Materiálem je veden elektrický náboj, který přechází z jedné elektrody na druhou. Elektrický proud vzniká díky

dielektrické polarizaci a elektrické vodivosti. Velikost proudu je závislá na podmínkách, ve kterých měření probíhá [21].



Obr. 7 Princip dielektrického měření [22]

2.1.1 Měření impedance

Impedance je fyzikální veličina, která popisuje zdánlivý odpor elektrického obvodu. Je vyjádřena komplexním číslem a její fázový posun a velikost jsou závislé na frekvenci. Lze ji vyjádřit vztahem [24]:

$$Z(\omega) = \frac{U_0}{I_0} \quad (1)$$

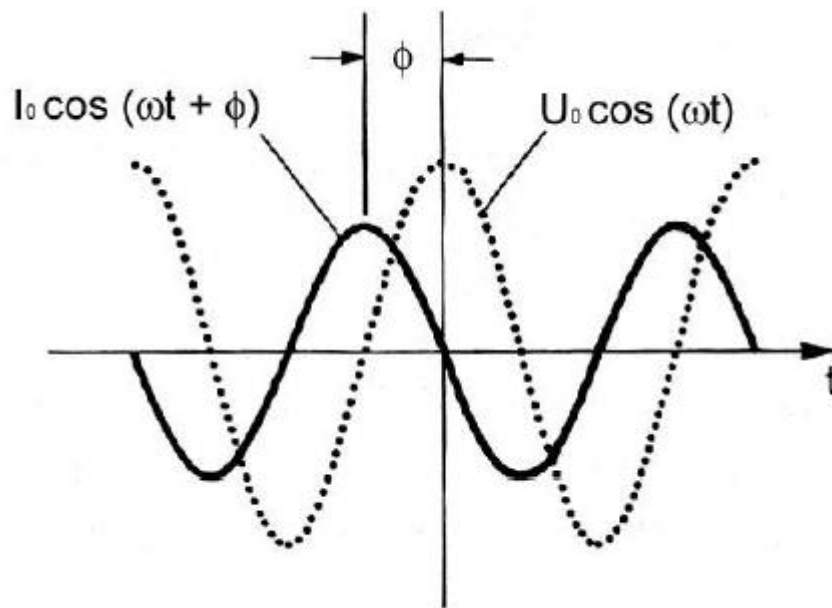
kde U_0 a I_0 jsou hodnoty amplitud [-] a ω je úhlová frekvence [s^{-1}].

Průběh napětí $u(t)$ a proudu $i(t)$ je vyjádřen vztahy [23]:

$$u(t) = U_0 \cos(\omega t) \quad (2)$$

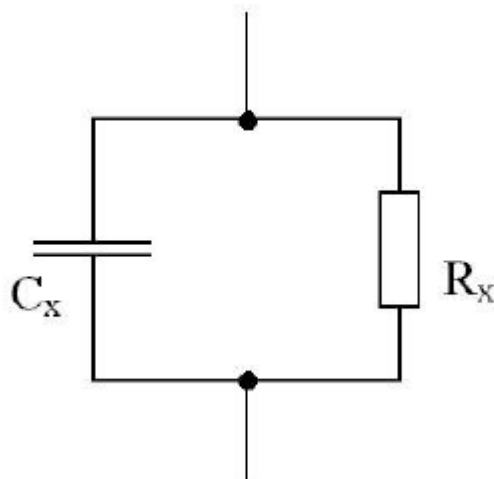
$$i(t) = I_0 \cos(\omega t + \phi) \quad (3)$$

kde ϕ je fázový posun [rad].



Obr. 8 Sinusový průběh napětí a proudu s fázovým posunem [23]

Pro různé frekvence používané při dielektrických měřeních lze sestavit ekvivalentní elektrický obvod. Tento obvod je složen z kondenzátoru $C_x(\omega)$ a z paralelně zapojeného odporu $R_x(\omega)$, který nahrazuje funkci materiálu umístěného mezi elektrodami (viz obrázek č. 9).



Obr. 9 Ekvivalentní obvod pro znázornění impedance [22]

Pro výpočet převrácené hodnoty celkové impedance obvodu platí:

$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{X_{C_x}} + \frac{1}{R_x} \quad (4)$$

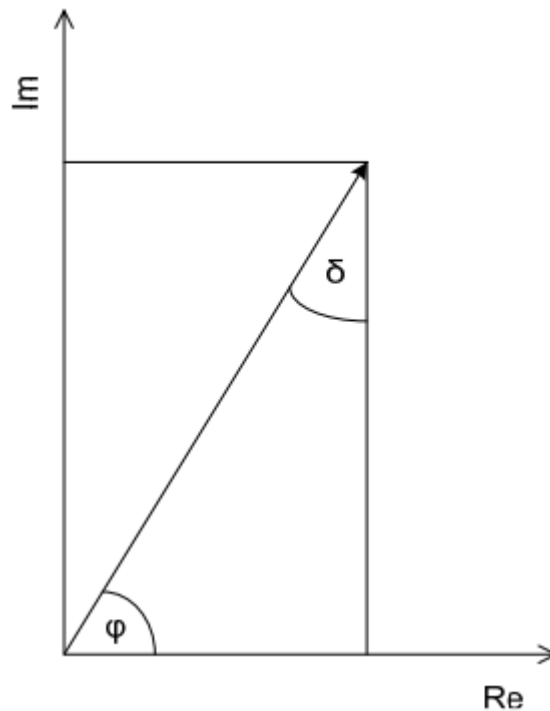
kde

$$X_{C_x} = \frac{1}{j\omega C_x} \quad (5)$$

Výsledná celková impedance tak vyjde ve tvaru:

$$Z = \frac{R_x}{1 + j\omega R_x C_x} = \frac{R_x}{1 + \omega^2 R_x^2 C_x^2} - j \frac{\omega R_x^2 C_x}{1 + \omega^2 R_x^2 C_x^2} \quad (6)$$

Celkovou impedanci Z pak lze znázornit graficky v komplexní rovině (viz obrázek č. 10).



Obr. 10 Impedance zobrazená v komplexní rovině [25]

2.1.2 Disipační faktor

Disipační faktor D je bezrozměrná veličina, které se využívá při měření impedance. U faktoru disipace nezáleží na velikosti impedance, ale pouze na jejím fázovém posunu. Jeho definice je [22]:

$$D = \cotg(\phi) = \operatorname{tg}(\delta) = \left| \frac{\operatorname{Re}(Z)}{\operatorname{Im}(Z)} \right| = \left| \frac{R}{\frac{1 + \omega^2 R^2 C^2}{-\omega R^2 C}} \right| = \frac{1}{\omega RC} \quad (7)$$

Jelikož platí:

$$R = \rho \frac{l}{S} \quad (8)$$

$$C = \varepsilon \frac{S}{l} \quad (9)$$

$$\sigma = \frac{l}{\rho} \quad (10)$$

ρ je měrný elektrický odpor [$\Omega \cdot \text{m}$], σ je měrná vodivost [$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$], ε je permitivita prostředí, l je vzdálenost [m] a S je plocha [m^2]. Po dosazení jej lze zapsat ve tvaru:

$$D = \frac{1}{\omega RC} = \frac{1}{\omega \rho \frac{l}{S} \varepsilon \frac{S}{l}} = \frac{1}{\omega \rho \varepsilon} = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \quad (11)$$

Z tohoto vztahu je patrné, že disipační faktor je závislý na vodivosti materiálu, permitivitě a úhlové frekvenci, tedy pouze na vlastnostech materiálových [22].

2.1.3 Komplexní permitivita materiálu

Komplexní permitivitu materiálu lze definovat jako odezvu materiálu na vnější elektrické pole. Zapisuje se jako:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (12)$$

ε' je reálná část komplexní permitivity, ε'' je imaginární část komplexní permitivity a j je imaginární jednotka.

Imaginární část komplexní permitivity má dvě části:

- ztráty energie, které jsou spojeny s objemovou vodivostí
- ztráty energie, které jsou spojeny s časově proměnnou polarizací

Pro reálné dielektrikum pak lze komplexní permitivitu zapsat jako:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 \left(\varepsilon_R - \frac{j\sigma}{\omega\varepsilon_0\varepsilon_R} \right) \quad (13)$$

ε_0 je permitivita vakua ($8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$).

Z komplexní permitivity materiálu také můžeme vypočítat disipační faktor. Lze jej totiž definovat jako podíl imaginární a reálné části komplexní permitivity:

$$\text{tg}(\delta) = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (14)$$

Jedná-li se o plošné elektrody (ty jsou pro měření dielektrických vlastností materiálu využívány nejčastěji), je nezbytné určit vzdálenosti elektrod a obsahy jejich ploch. To může být značně obtížné, neboť při některých reakcích v materiálu (např. síťování) dochází k rozměrovým změnám. Proto se v praxi často využívá pouze měření disipačního faktoru. Toto měření však zase bývá ovlivněno změnami, které způsobují efekty probíhající na rozhraní materiálu a měřicích elektrod [22].

II. PRAKTICKÁ ČÁST

3 POUŽITÉ PROSTŘEDKY

3.1 Hardware

3.1.1 LCR měřič Agilent 4263B

Přesný digitální LCR měřič Agilent Technologies 4263B ve stolním provedení, (viz obrázek č. 11). Dokáže měřit hodnoty pro 5 různých testovacích kmitočtů při proměnném testovacím signálu. Díky přesnosti 0,1 % se tento přístroj řadí mezi velmi přesná měřidla a navíc vyniká i vysokou rychlostí 25 ms. Měřič je vybaven speciálními funkcemi, jako jsou vnitřní paměť či korelační funkce. Pro měření používá čtyřvodičového zapojení, což je výhodné z hlediska potlačení nepřesností měření. Pasivní součástky se k přístroji připojují pomocí pětisvorkového Kelvinova připojení. Na předním panelu testeru se nachází displej, numerická klávesnice a množství tlačítek sloužící pro různá nastavení měřidla. Zadní panel pak obsahuje konektor pro napájecí kabel, pojistku měřidla, přepínač rozsahu napájecího napětí a GPIB konektor pro propojení s počítačem, či jiným měřicím přístrojem.



Obr. 11 LCR měřič Agilent 4263B

3.1.1.1 Technické parametry

- napájecí napětí 100 / 120 / 220 / 240 V AC ($\pm 10\%$)
- napájecí frekvence 47 – 66 Hz
- příkon 45 VA (maximum)
- testovací frekvence 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz

- měřicí napětí 50 mV, 100 mV, 250 mV, 500 mV, 1 V s tolerancí $\pm (10 \% + 10 \text{ mV})$.
 - doba měření 25 ms, 200 ms, 500 ms
- [26]

3.1.2 Dvouelektrodový měřicí systém

Jedná se o dvě válcové elektrody, které jsou pomocí čtyř vodičů propojeny s LCR měřičem Agilent 4263B. Toto zapojení umožňuje snadné, přesné a stabilní měření. Je důležité, aby spojovací vedení mezi LCR měřičem a elektrodami bylo co nejkratší a aby jednotlivé svorky byly propojeny dohromady co možná nejbližší od měřicího přípravku. Mezi tyto elektrody se vkládá zkoumaný materiál. Plochy elektrod a vzdálenost mezi nimi nemá na měření disipačního faktoru vliv.



Obr. 12 Elektroodový systém před měřením

Před každým měřením byly elektrody obaleny hliníkovou fólií, aby nedocházelo k jejich znečišťování při kontaktu s měřeným vzorkem. Jelikož jako pojivo prepregu bylo zvoleno epoxidové lepidlo, bylo by pak čištění elektrod velmi obtížné. Hliníková fólie byla použita především proto, že se jedná o materiál s vysokou vodivostí, takže funkce elektrod není nijak negativně ovlivňována. Navíc je hliníková fólie velmi levným, dostupným a

dobře tvarovatelným produktem. Pro obalení elektrod byla fólie nastříhána na čtverce o velikosti asi 50 x 50 mm.

Při měření samotné epoxidové pryskyřice (v tomto případě epoxidového lepidla) musel být mezi elektrody vložen oddělující prvek, kterým byla plastová fólie ve tvaru písmene U. Tento prvek byl použit s ohledem na to, aby nedošlo k vytlačení měřeného vzorku vlivem tíhy horní kovové elektrody a tím ke vzájemnému zkratování elektrod. Při měření prepregu už nebyl oddělující prvek zapotřebí, neboť se jednalo o materiál s daleko vyšší viskozitou než má samotná epoxidová pryskyřice, takže vytlačení měřeného vzorku již nehrozilo.



Obr. 13 Elektroodový systém během měření

3.1.3 Propojovací kabely

3.1.3.1 Agilent 16089D Alligator Clip Leads

Kabel je zakončen čtyřmi svorkami (viz obrázek č. 13). Slouží k propojení LCR měřiče Agilent 4263B s dvuelektroodovým měřicím systémem. Délka kabelu 1 m.

3.1.3.2 Agilent 82357B USB/GPIB Interface High-Speed USB 2.0

Kabel sloužící pro připojení přístroje s rozhraním GPIB (v tomto případě LCR měřiče) s PC prostřednictvím USB portu. Tento kabel nabízí USB 2.0 (je kompatibilní také s USB 1.1) s přenosovou rychlostí 60 MB/s. Na připojovací části kabelu (GPIB) se nachází tři stupňová LED indikace s hlášením ready, fail a access.

3.1.4 testo 435 - 4 – Multifunkční měřicí přístroj

Jde o multifunkční měřicí přístroj s integrovaným měřením diferenčního tlaku, paměti a počítačovým softwarem. V této bakalářské práci byl použit pro měření teploty dvouelektrodového systému. Konkrétně byla použita termočláňková sonda. Přístroj dokáže měřit teploty v rozsahu - 50 až + 150 °C. V rozsahu - 25 až + 74,9 °C (ve kterém byl v tomto případě použit) měří s přesností $\pm 0,2$ °C.

3.1.5 Sušárna Memmert UNP 200

Sušárna v nerezovém provedení s přirozenou cirkulací vzduchu. Obsahuje multifunkční PID mikroprocesorovou kontrolu. Pracuje s teplotním rozsahem + 30 až + 220 °C, (s možností rozšíření až do + 300 °C).



Obr. 14 Sušárna Memmert UNP 200 [25]

Sušárna Memmert UNP 200 byla při experimentálním měření použita pro zahřátí elektrodového měřicího systému na předem stanovené přesné teploty. Teplota byla poté ještě překontrolována pomocí termočláňkové sondy multifunkčního měřicího přístroje testo 435 – 4.

3.1.6 Chladicí a mrazicí zařízení Snaige soft plus class A

Toto zařízení (konkrétně jeho mrazí část) umožnilo ochlazovat elektrody na požadovanou teplotu. Teplota elektrod byla kontrolována pomocí termočláňkové sondy měřicího přístroje testo 435 – 4.

3.2 Software

3.2.1 Agilent VEE Pro 9.2

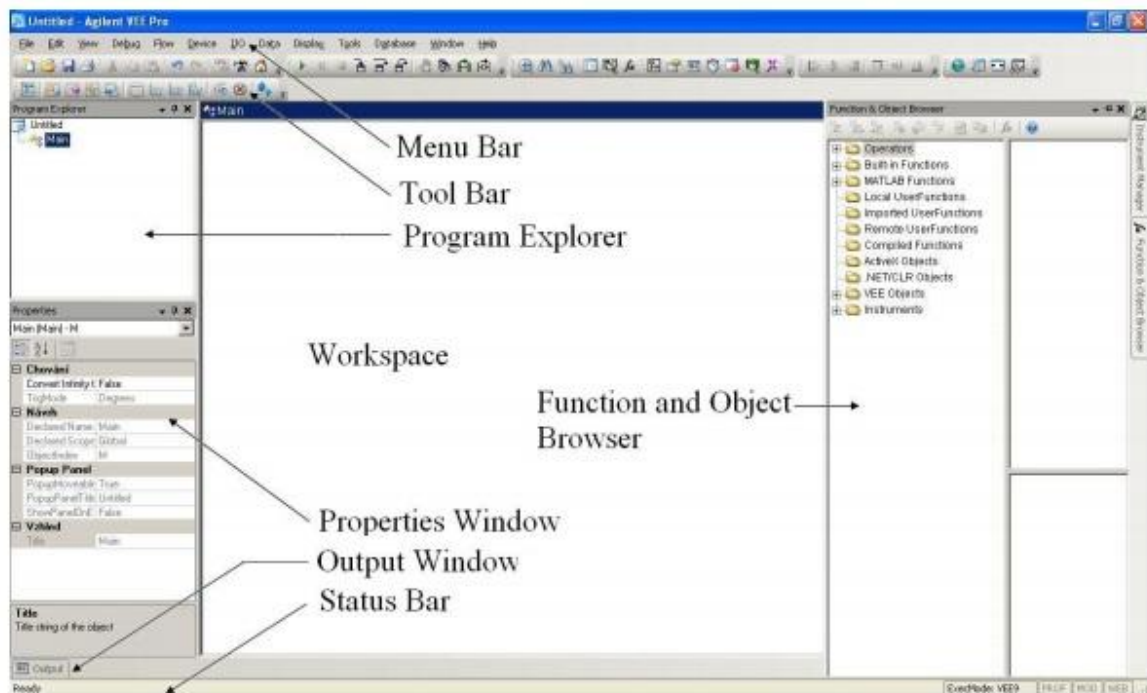
Agilent VEE Pro je programovací grafický software, který umožňuje načítat, zpracovávat či vyhodnocovat naměřená data. Program nabízí vysokou úroveň grafického zpracování, takže funguje bez textového programování. Programování probíhá prostřednictvím vytváření intuitivních blokových schémat. Tento software je jednoduchý a přehledný, takže značně zjednodušuje měření.

Program nabízí dva druhy zobrazení a to detailní (programátorské), které zobrazuje celý program nebo panelové (uživatelské), které zobrazuje pouze vybrané prvky.

V detailním zobrazení se vytváří celý program, který se skládá z jednotlivých bloků (objektů) umístěných na pracovní ploše. Každý objekt má svou funkci, ale jednotlivé objekty spolu navzájem souvisí, takže jsou propojeny buď datovými, nebo logickými linkami. Toto propojení specifikuje programový tok a také pořadí úkolů, které budou vykonány. Typy objektů a propojovací linky jsou rozlišovány různými barvami, což usnadňuje orientaci v programu.

Panelové zobrazení programu slouží pro usnadnění práce s vytvořeným programem. Do panelu se mohou vkládat libovolné objekty, které jsou použity v daném programu. V panelovém zobrazení se tyto objekty zobrazují bez vstupních a výstupních terminálů a také bez propojení. Polohu a vzhled objektů lze na panelu libovolně upravovat, tyto vložené objekty nijak neovlivňují chod samotného programu.

3.2.1.1 Hlavní okno programu



Obr. 15 Hlavní okno programu Agilent VEE Pro [27]

- **Menu Bar** – Lišta s roletovými menu, která obsahují veškeré funkce programu
- **Tool Bar** – Nástrojová lišta obsahující nejpoužívanější funkce
- **Program Explorer** – Zobrazuje strukturu programu, slouží pro navigaci
- **Workspace** – Pracovní plocha, slouží k vytváření programu
- **Function and Object Browser** – Zásobník objektů a funkcí
- **Properties Window** – Okno vlastností, umožňuje editaci jednotlivých objektů
- **Output Window** – Výsuvná konzole, zobrazuje hlášky programu
- **Status Bar** – Zobrazuje aktuální činnost

3.2.1.2 Technické údaje

- Agilent VEE Pro umožňuje komunikaci s dalšími zařízeními pomocí GPIB, LAN, LXI, RS-232, USB, VXI a mnohými dalšími rozhraními či sběrnicemi.
- Tento program integruje ActiveX prvky a .NET FRAMEWORK
- Komunikuje s aplikacemi firmy Microsoft, jako např. Excel a Outlook (umožňuje zobrazování webových stránek a posílání emailů)
- Podporuje populární programovací jazyky jako C/C++, Visual Basic, Visual C#, .NET a další

- Obsahuje doplněk „MATLAB Skript“, který zahrnuje 1800 MATLAB-ových funkcí (numerické výpočty, 2D a 3D grafy, zpracování signálu, maticové výpočty, atd.) [28].

3.2.2 MATLAB R2006b

MATLAB je integrované prostředí, které slouží pro vědecké výpočty, simulace, modelování, návrhy algoritmů, prezentaci dat, paralelní výpočty, měření a zpracování signálů, návrhy řídicích a komunikačních systémů.

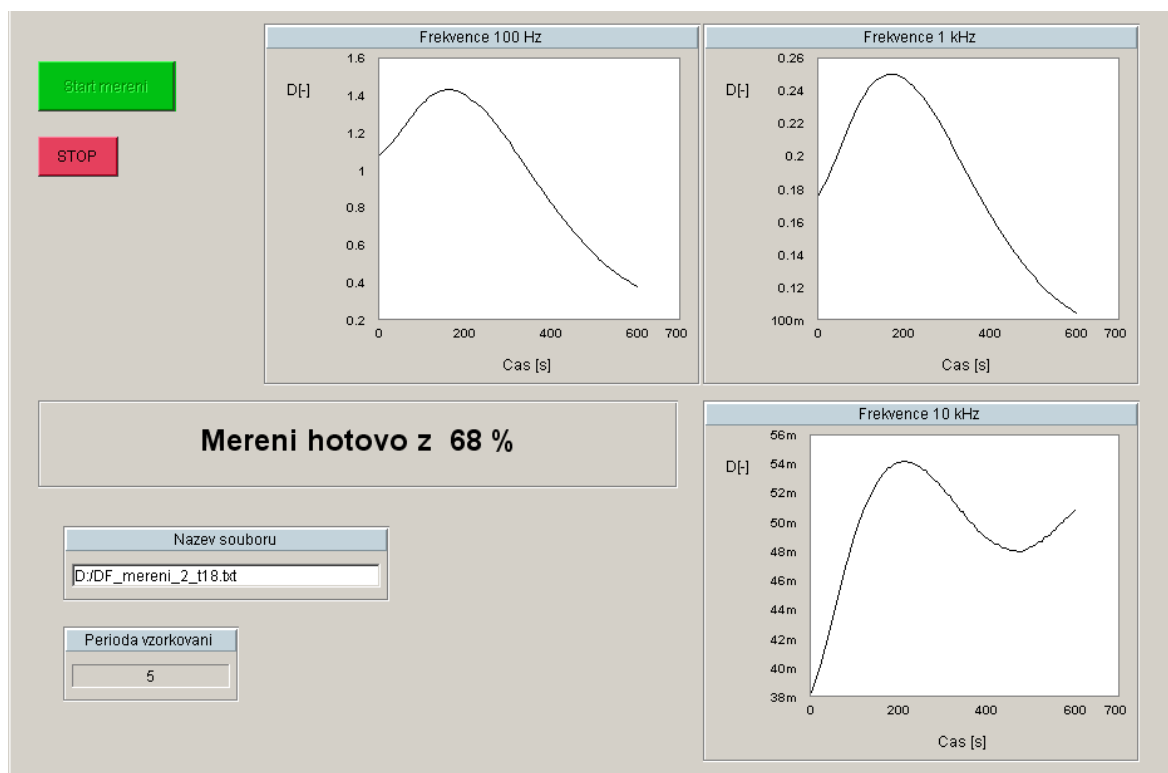
Tento nástroj poskytuje jak výpočetní nástroje, tak i grafické prostředí. Obsahuje rozsáhlé specializované knihovny funkcí s programovacím jazykem čtvrté generace. Tyto knihovny se nazývají toolboxy a rozšiřují použití programu v rámci příslušných technických a vědních oborů. Nabízejí specializované funkce, které je možno rozšiřovat či modifikovat.

V této práci byl využit Statistics Toolbox, který nabízí rozsáhlý soubor nástrojů pro práci s daty. Tento toolbox podporuje širokou škálu úloh od základních výpočtů statistiky až po vývoj a vizualizaci statistických grafů. Právě tyto grafy byly využity při určování teploty pro skladování prepregu. Všechny funkce Statistics Toolboxu jsou napsány v otevřeném jazyce MATLABu, takže je možné upravovat zdrojový kód nebo vytvářet vlastní uživatelské funkce.

3.2.3 Uživatelská aplikace v prostředí Agilent VEE Pro

Tato aplikace byla vytvořena k usnadnění měření disipačního faktoru D u síťovacích reakcí v prepregu. Celá aplikace byla vytvořena v prostředí Agilent VEE Pro verze 9.2. Jde o poměrně jednoduchou aplikaci, která však při měření dokázala ušetřit spoustu času. Program byl nazván „disipacni_faktor_2“ (původně byl navržen program „disipacni_faktor_1“, ten byl ale posléze vylepšen na aktuálnější druhou verzi). Program umožňuje zaznamenávat D pro tři různé frekvence (100 Hz, 1 kHz, 10 kHz) téměř současně. Z důvodu, že LCR měřič nemůže všechny tři frekvence vysílat zároveň, jsou vysílány postupně s mírným zpožděním v řádu do tří sekund. Při vyhodnocování měření je toto zpoždění zanedbáno. Během měření je možno graficky zobrazovat průběh disipačního faktoru v závislosti na čase.

Pro jednodušší a přehlednější ovládání aplikace byly hlavní ovládací a zobrazovací prvky umístěny na panel. Kromě objektů pro spuštění a zastavení programu zde nalezneme grafické zobrazení naměřených hodnot pro každou ze tří frekvencí. Dále si na panelu volíme název souboru, do kterého bude měření uloženo a periodu vzorkování. Veškeré měření bylo realizováno prostřednictvím tohoto panelu.



Obr. 17 Ukázka panelového zobrazení během měření

3.3 Použité vzorky

3.3.1 Epoxidové pryskyřice

Jako pojivo pro výrobu prepregu byla zvolena epoxidová pryskyřice ve formě lepidla. Byly použity tři druhy dvousložkových epoxidových lepidel od firmy ALTECO.

Pro všechna tři lepidla platí stejná tepelná odolnost - 20 až + 120 °C. Pracovní teplota lepidel je + 20 °C a míchací poměr mezi jejich složkami 1:1.

3.3.1.1 ALTECO 3-TON QUICK EPOXY ADHESIVE (4 min)

Dvousložkové rychleschnoucí epoxidové lepidlo s kovovým plněčem. Vzhledově se jedná o šedou pastu. Zpracovatelnost lepidla trvá 4 minuty, manipulační pevnost lepidla je po 20 minutách, funkční pevnost po 8 hodinách. Tvrdost lepidla (Shore-D) 80 [29].

3.3.1.2 ALTECO 3-TON CLEAR EPOXY ADHESIVE F - 05 (5 min)

Dvousložkové čiré rychleschnoucí epoxidové lepidlo. Vzhledově se jedná o transparentní kapalinu. Zpracovatelnost trvá 5 minut, manipulační pevnost lepidla nastává po 20 minutách, funkční pevnost po 8 hodinách. Tvrdost lepidla (Shore-D) 70 [29].

3.3.1.3 ALTECO 3-TON EPOXY ADHESIVE (30 min)

Dvousložkové epoxidové lepidlo s kovovým plničem. Vzhledově se jedná o šedou pastu. Zpracovatelnost lepidla je 30 minut, manipulační pevnost nastává po 90 minutách a funkční pevnost po 14 hodinách. Tvrdost lepidla (Shore-D) 80 [29].



Obr. 18 Epoxidová lepidla

3.3.2 Vyztužovací vlákno

Jako vyztužovací materiál pro výrobu prepregu byla použita látka z přírodních vláken. Složení látky:

- Len 25%
- Bavlna 25%
- Buret 50%

Pro výrobu prepregu byla látka nastříhána na čtverce o rozměru asi 50 x 50 mm, které byly naimpregnovány epoxidovým lepidlem.



Obr. 19 Látka použitá pro výrobu prepregu

4 MĚŘENÍ DISIPAČNÍHO FAKTORU

4.1 Měření $D(t)$ epoxidových pryskyřic

Prvním experimentálním měřením bylo měření samostatných epoxidových pryskyřic (lepidel). Pro každý druh lepidla (lepidla budou dále v práci rozlišována dle doby zpracovatelnosti – 4 min, 5 min, 30 min) byla provedena tři měření při třech různých frekvencích. Všechna měření probíhala při pokojové teplotě 24 °C.

4.1.1 Postup měření

Měřicí elektrody byly obaleny hliníkovou fólií a pomocí kabelu zakončeného čtyřmi svorkami připojeny k LCR měřiči. Na spodní elektrodu byly nanесeny dvě zhruba stejně velké kapky epoxidového lepidla, tedy jedna kapka složky A a jedna složky B (epoxidová pryskyřice a tvrdidlo). Následovalo rychlé promíchání těchto složek a vložení plastového oddělovače mezi měřicí elektrody. Bezprostředně po přikrytí horní elektrodou byl spuštěn uživatelský program v prostředí Agilent VEE Pro.

4.1.2 Naměřené hodnoty

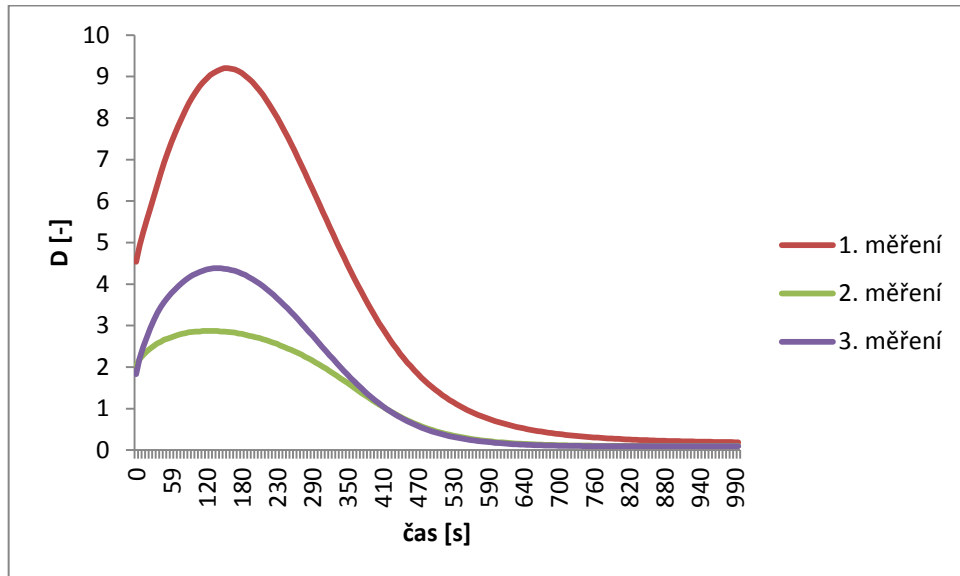
Porovnáním výsledků ze tří měření pro jednu z frekvencí bylo zjištěno, že se vyskytují podstatné rozdíly v hodnotách disipačního faktoru. Jako příklad bude porovnáno měření 5 min lepidla při frekvenci 100 Hz. Zatímco při 1. měření byla maximální hodnota D 9,2, tak při 2. měření byla maximální hodnota D pouze 2,87. Jelikož jsou předmětem zkoumání časy, ve kterých se objeví maximum D , nemá tento rozdíl v hodnotách na výsledek měření vliv. Avšak z hlediska vizuálního působí graf s takovýmto rozptylem hodnot nepřehledně (viz obrázek č. 20).

Proto byly veškeré naměřené hodnoty disipačního faktoru normovány na interval $D' \in \langle 0,1 \rangle$ (viz obrázek č. 21). Normování bylo provedeno v programu Microsoft Excel 2010 pomocí vzorce:

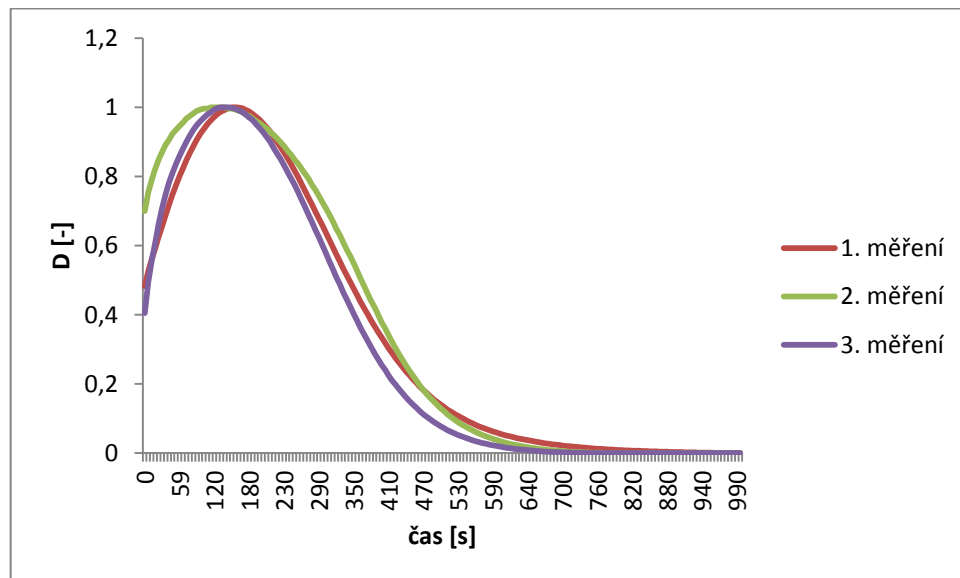
$$D'_i = \frac{D_i - D_{min}}{D_{max} - D_{min}} \quad (15)$$

kde D je vektor obsahující n naměřených hodnot disipačního faktoru. Výpočet se postupně provede pro $i = 1, 2, \dots, n$ hodnot, D' je výsledný normovaný vektor. D_{max} je nejvyšší hodnota D celého vektoru a D_{min} je nejnižší.

Všechny následující grafy jsou zobrazeny bodově, ale vzhledem k velkému počtu zobrazovaných bodů se jeví jako spojitě.



Obr. 20 $D(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 100$ Hz, $T = 24$ °C

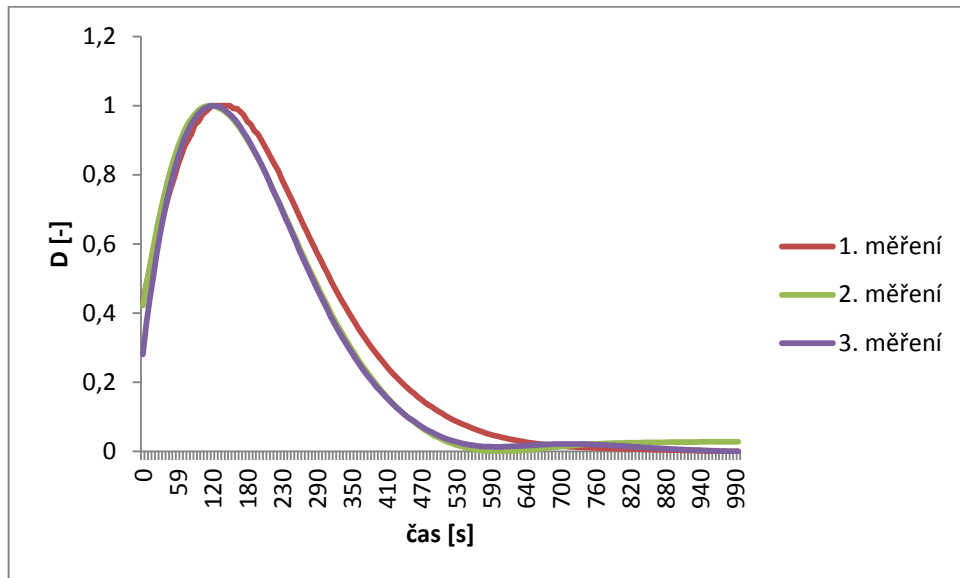


Obr. 21 $D'(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 100$ Hz, $T = 24$ °C

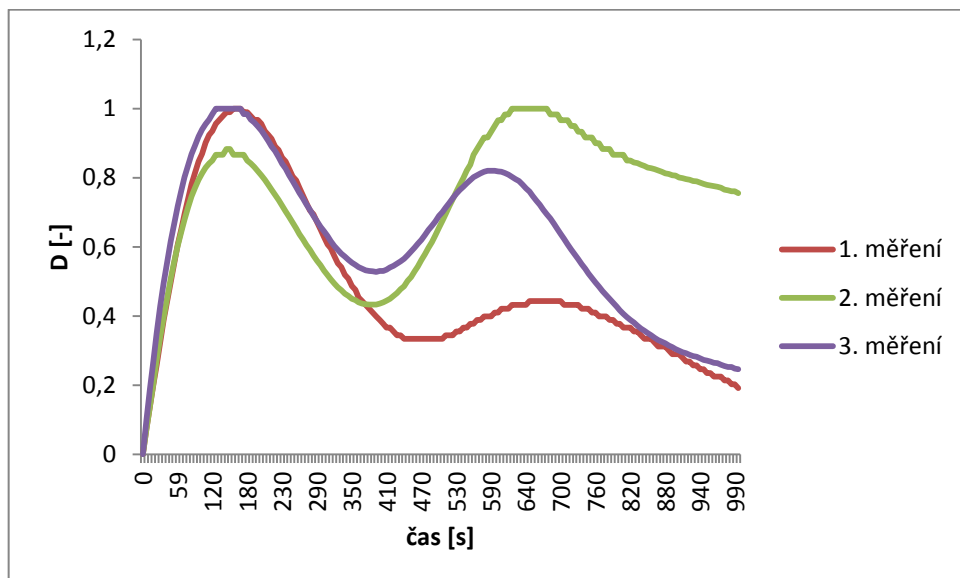
Jak je z výše uvedených grafů patrné, časový průběh jednotlivých křivek zůstal zachován, zatímco křivky se nyní dají vzájemně objektivně porovnávat. Proto veškeré další uváděné výsledky D budou normovány.

4.1.2.1 Měření $D(t)$ 5 min lepidla

Jelikož naměřené výsledky $D(t)$ pro 5 min lepidlo při frekvenci $f_1 = 100$ Hz jsou již uvedeny výše (obrázek č. 21), budou zde uvedeny ještě výsledky pro $f_2 = 1$ kHz a $f_3 = 10$ kHz.



Obr. 22 $D'(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 1$ kHz, $T = 24$ °C



Obr. 23 $D'(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 10$ kHz, $T = 24$ °C

Jak lze vidět, časový průběh D pro frekvenci 1 kHz je obdobný jako při frekvenci 100 Hz. Ovšem u frekvence 10 kHz už jsou patrné velké rozdíly v časovém průběhu oproti

předchozím dvěma frekvencím. Za povšimnutí stojí zejména to, že v grafu vidíme hned dvě špičky, zatímco při předchozích frekvencích se vždy objevila pouze jedna. Při 2. měření se dokonce objevuje maximální hodnota D až ve druhé špičce grafu, takže zatímco u 1. a 3. měření se objevuje maximum v čase 150 a 130 s, tak u 2. měření je to až v čase 650 s.

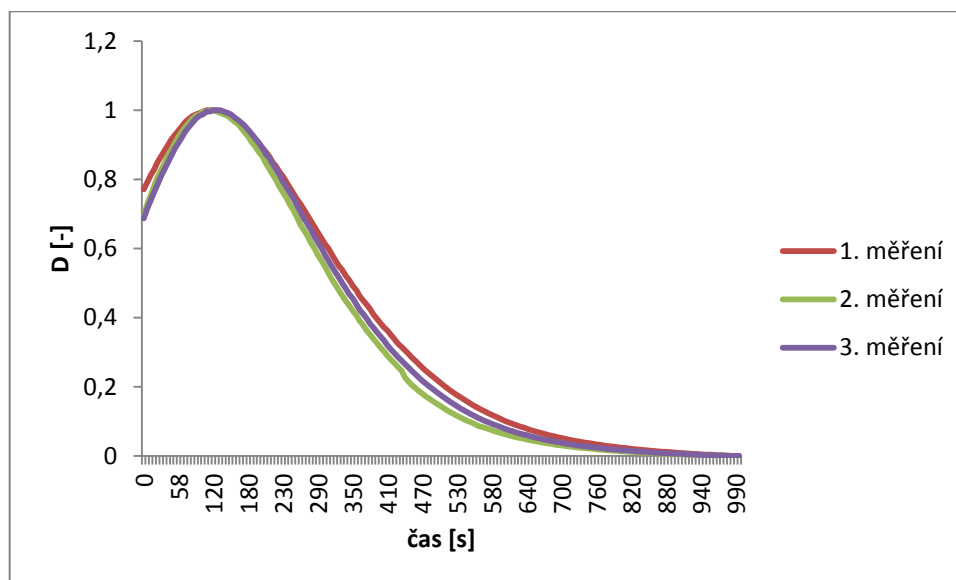
Z této informace bylo vyvozeno, že zřejmě dochází k překrývání dvou jevů, kterými jsou dipólová relaxační polarizace a polarizace iontová. Z použité frekvence 10 kHz pak lze odvodit, že relaxační čas molekulových dipólů musí být delší než 10^{-4} s.

Vzhledem k tomu, že pro vyhodnocování měření jsou nejdůležitější časy maxima D , je pro tuto úlohu frekvence 10 kHz nevhodná.

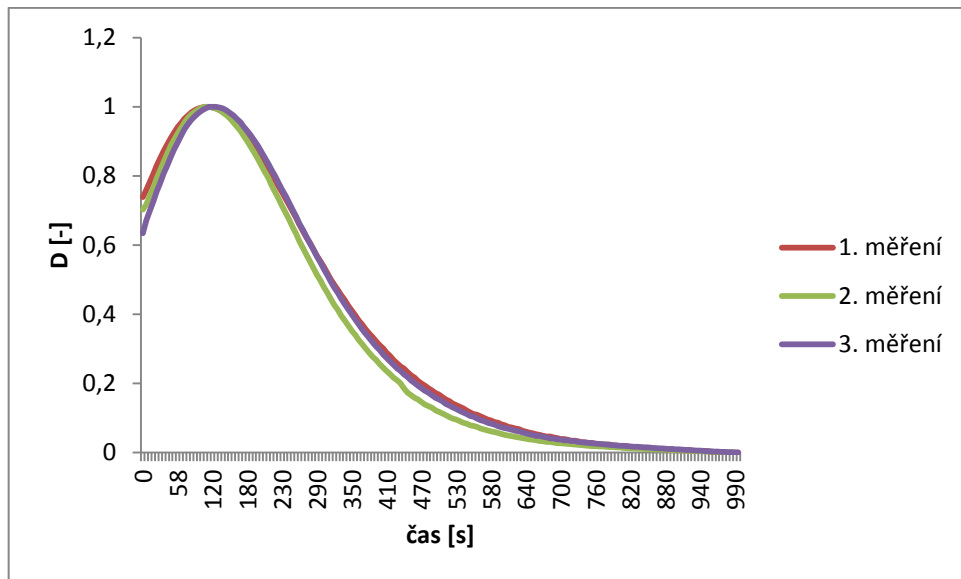
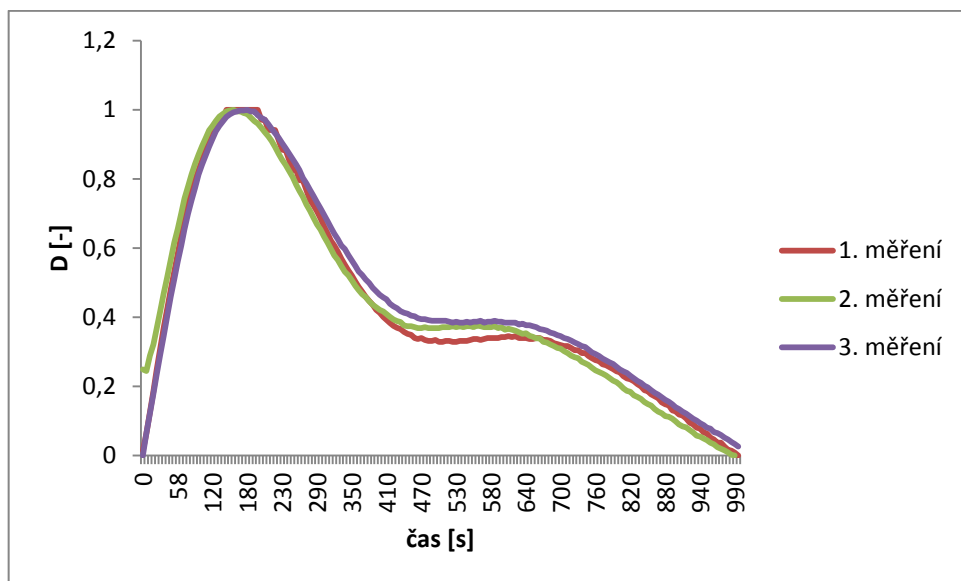
Tab. 1 čas [s] maxima D , 3 měření 5 min lepidla, $T = 24\text{ }^{\circ}\text{C}$

	$f = 100\text{ Hz}$	$f = 1\text{ kHz}$	$f = 10\text{ kHz}$
1. měření	150	150	160
2. měření	125	120	650
3. měření	135	120	140

4.1.2.2 Měření $D(t)$ 4 min lepidla



Obr. 24 $D'(t)$, 3 měření 4 min lepidla, $f = 100\text{ Hz}$, $T = 24\text{ }^{\circ}\text{C}$

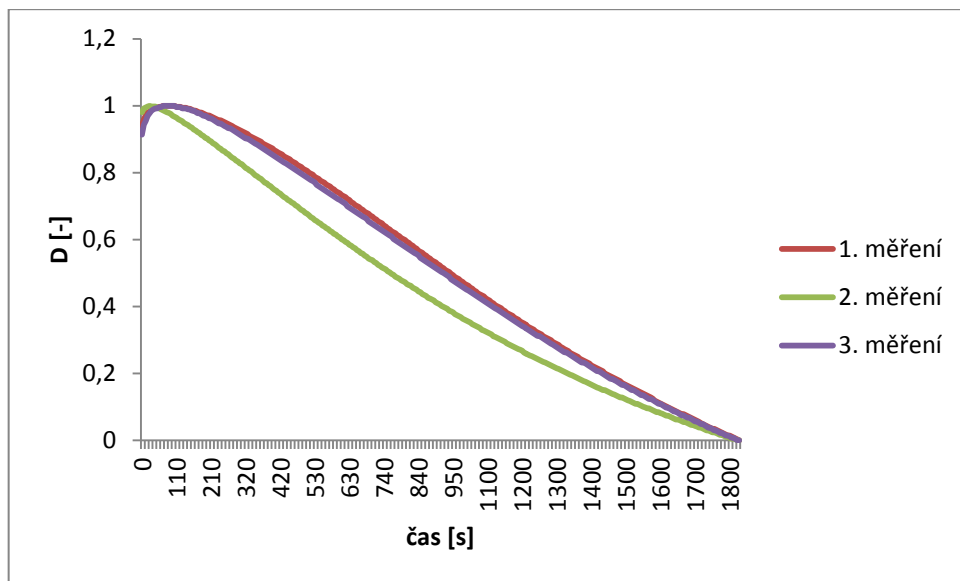
Obr. 25 $D'(t)$, 3 měření 4 min lepidla, $f = 1$ kHz, $T = 24$ °CObr. 26 $D'(t)$, 3 měření 4 min lepidla, $f = 10$ kHz, $T = 24$ °C

U tohoto lepidla lze pozorovat, že časové průběhy D vycházejí obdobně jako u předchozího 5 min lepidla. Jediný větší rozdíl nastává u frekvence 10 kHz, kdy se v grafu také objevuje i druhá špička jako u předchozího lepidla, nicméně její velikost není tak zásadní, takže neovlivňuje vyhodnocení času maxima D .

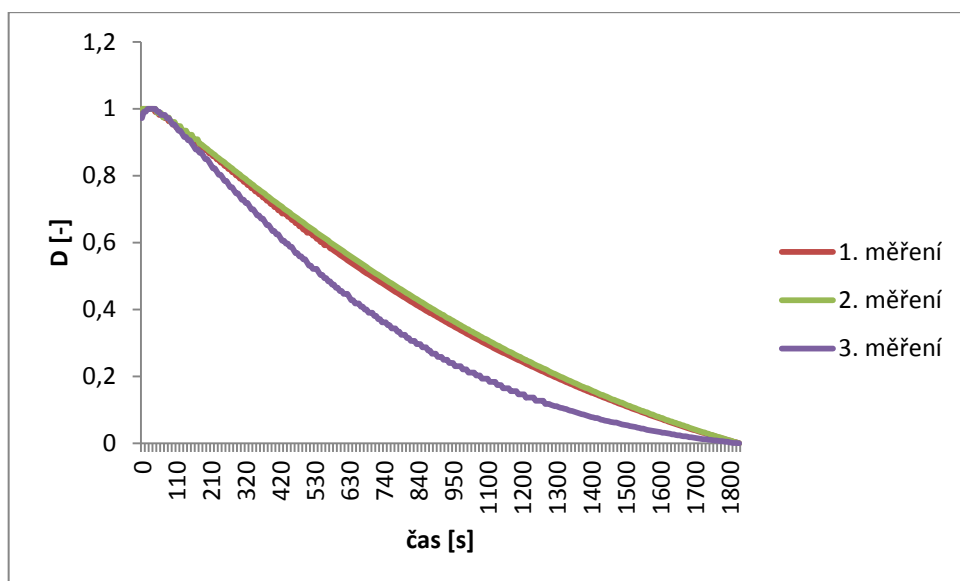
Tab. 2 čas [s] maxima D, 3 měření 4 min lepidla, T = 24 °C

	f = 100 Hz	f = 1 kHz	f = 10 kHz
1. měření	115	115	150
2. měření	120	115	155
3. měření	125	125	180

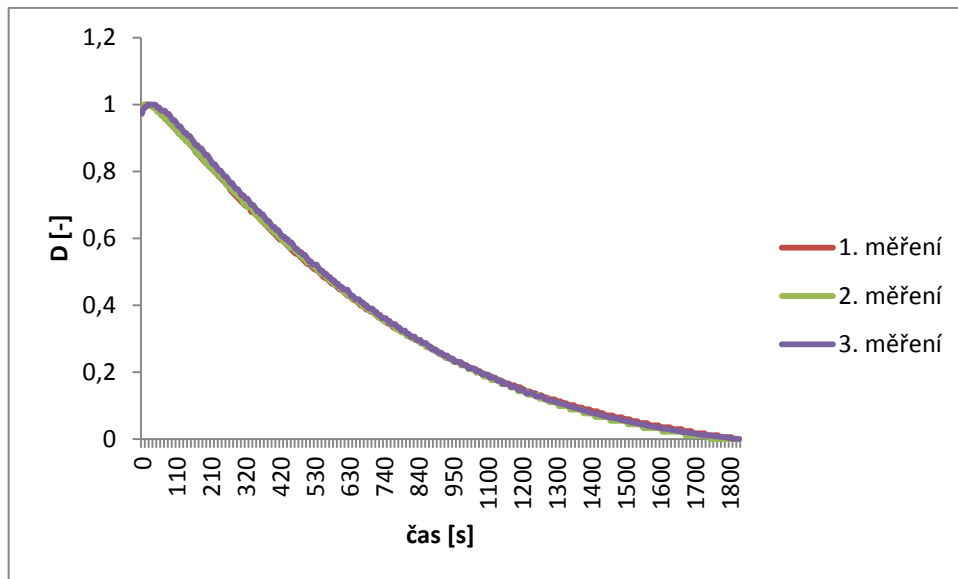
4.1.2.3 Měření D(t) 30 min lepidla



Obr. 27 D'(t), 3 měření 30 min lepidla, f = 100 Hz, T = 24 °C



Obr. 28 D'(t), 3 měření 30 min lepidla, f = 1 kHz, T = 24 °C

Obr. 29 $D''(t)$, 3 měření 30 min lepidla, $f = 10$ kHz, $T = 24$ °C

Podle naměřených hodnot dochází k velmi rychlé síťovací reakci, protože se maximum D objevuje již po několika sekundách (viz tabulka č. 3). Vzhledem k tomu, že výrobcem uvedená doba zpracovatelnosti lepidla je 30 min, byl naopak očekáván mnohem pomalejší a déle trvající nárůst D než u předchozího 4 a 5 min lepidla. Jelikož jsou změny v průběhu D opravdu minimální, bylo toto 30 min epoxidové lepidlo pro experimentální měření disipačního faktoru prepregu vyhodnoceno jako nevhodné.

Tab. 3 čas [s] maxima D , 3 měření 4 min lepidla, $T = 24$ °C

	$f = 100$ Hz	$f = 1$ kHz	$f = 10$ kHz
1. měření	64	18	12
2. měření	23	18	18
3. měření	64	35	29

4.2 Měření $D(t)$ prepregu při různých teplotách

4.2.1 Postup měření

Pro výrobu prepregu a následné měření jeho disipačního faktoru při síťovací reakci se nejprve muselo zvolit vhodné lepidlo. Jelikož 30 min lepidlo bylo shledáno nevhodným, rozhodovalo se mezi lepidlem 4 min a 5 min. Tato lepidla se při měření chovala velmi podobně, nakonec však bylo zvoleno lepidlo 5 min a to z důvodu, že vzhledově působí jako transparentní kapalina (4 min lepidlo působí jako šedá pasta), díky čemuž bylo shledáno vhodnějším pro impregnaci textilní látky.

Měření probíhalo při různých teplotách a byly zkoumány rozdíly v časovém průběhu disipačního faktoru. Bylo zvoleno 6 teplot (15, 20, 25, 30, 35, 39 °C). Pro teploty větší než 25 °C byla použita sušárna Memmert UNP 200. Zahřívání probíhalo tak, že se na sušárně nastavila požadovaná teplota a vložily se do ní obě měřicí elektrody. Díky velké tepelné kapacitě kovových elektrod a jejich rozměru vzhledem k měřenému vzorku došlo k rychlému zahřátí látky a zejména epoxidové pryskyřice, která v ní byla impregnována na teplotu elektrod. Epoxidové pryskyřice bylo použito pouze velmi malé množství, aby mohlo dojít k téměř okamžitému zahřátí testovaného vzorku na požadovanou teplotu. Elektrody byly již předem obaleny hliníkovou fólií, aby se bezprostředně po jejich vytažení ze sušárny mohlo začít měřit a nedocházelo ke ztrátě tepla. Před začátkem měření ještě byla zkontrolována teplota elektrod pomocí termočláňkové sondy multifunkčního měřicího přístroje testo 435 – 4. Po vytažení zahřátých elektrod byly tyto elektrody co nejrychleji připojeny pomocí kabelu zakončeného čtyřmi svorkami k LCR měřiči. Na spodní elektrodu byl položen čtvercový výstřižek látky, na který byly předem naneseny dvě kapky dvousložkového epoxidového lepidla (jedna kapka z každé složky) tak, aby se kapky navzájem nedotýkaly (viz obrázek č. 30). Následně byly obě složky lepidla promíchány a co nejlépe impregnovány do výstřižku látky. V dalším kroku byl zkušební vzorek přiklopen horní elektrodou (nyní se už mezi elektrody nemusel vkládat plastový oddělovač jako u samotného epoxidového lepidla) a bylo spuštěno měření prostřednictvím uživatelské aplikace v programu Agilent VEE Pro.



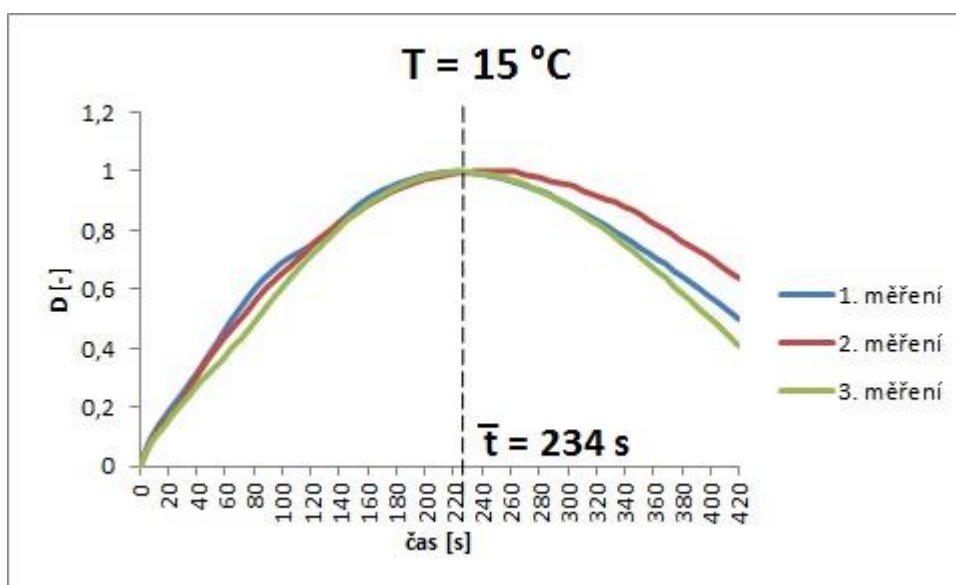
Obr. 30 Příprava testovacího vzorku prepregu

Pro teploty 15 a 20 °C musely být měřicí elektrody naopak ochlazeny. To bylo provedeno s pomocí mrazicího zařízení, které bohužel neumožňovalo nastavení teploty, takže byla teplota elektrod kontrolována pomocí termočláňkové sondy měřicího přístroje testo 435 – 4. Po dosažení požadované teploty byly elektrody vydělány a měření pak probíhalo stejným způsobem, jako v předchozím případě, kdy se elektrody zahřívaly.

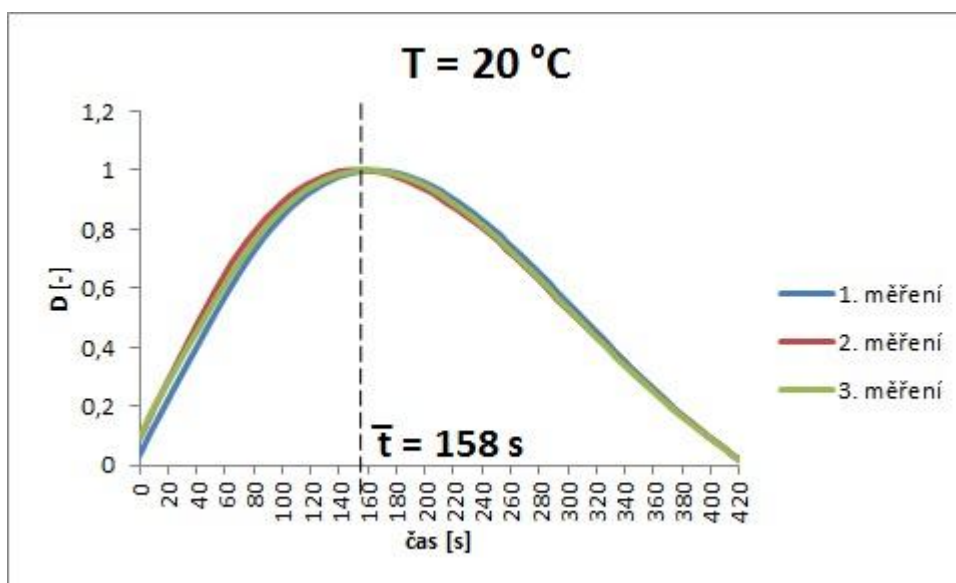
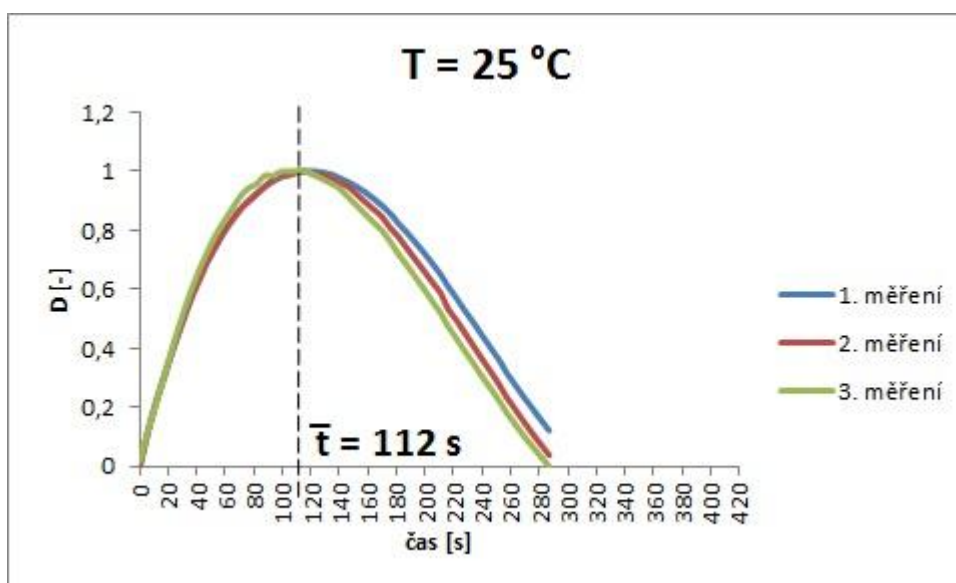
Po dokončení každého měření byla opět překontrolována teplota elektrod, aby došlo ke zjištění její případné změny. U nejvyšší teploty (39 °C) činila ztráta 0,7 °C a u nejnižší (15 °C) byla teplota zvýšena o 0,9 °C. U ostatních měřených teplot byly rozdíly před a po dokončení měření menší než 0,5 °C. Maximální hodnota disipačního faktoru, která je hlavním předmětem zkoumání se navíc objevuje zhruba v polovině měření, kdy je rozdíl teplot ještě méně zásadní, takže je jím tato veličina ovlivněna opravdu jen minimálně. Proto při měření a vyhodnocování výsledků budou tyto tepelné rozdíly zanedbány.

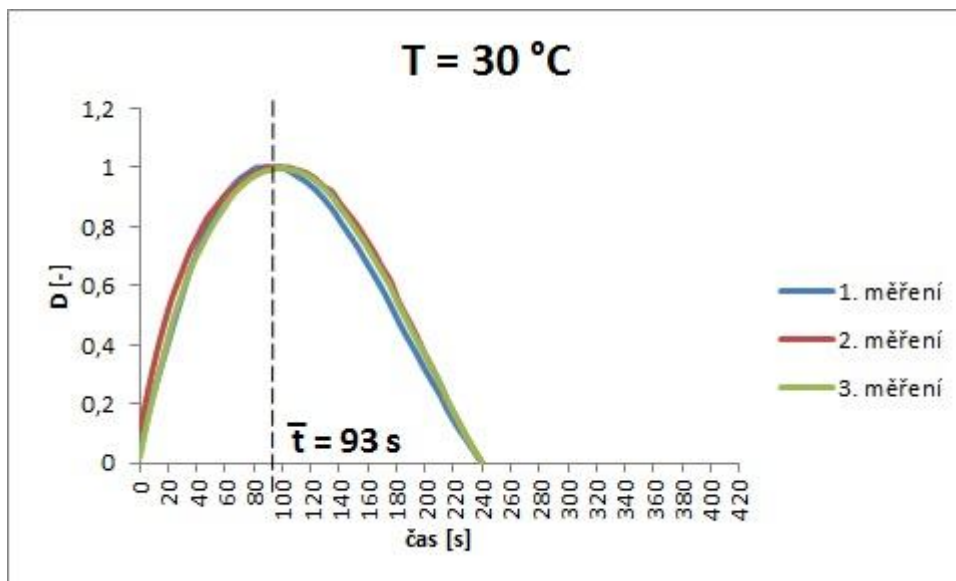
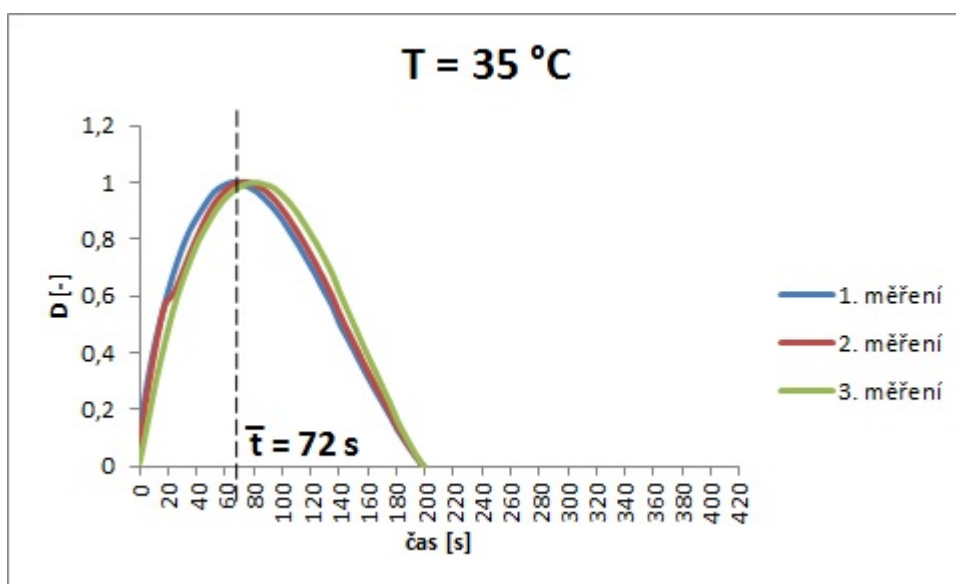
4.2.2 Naměřené hodnoty

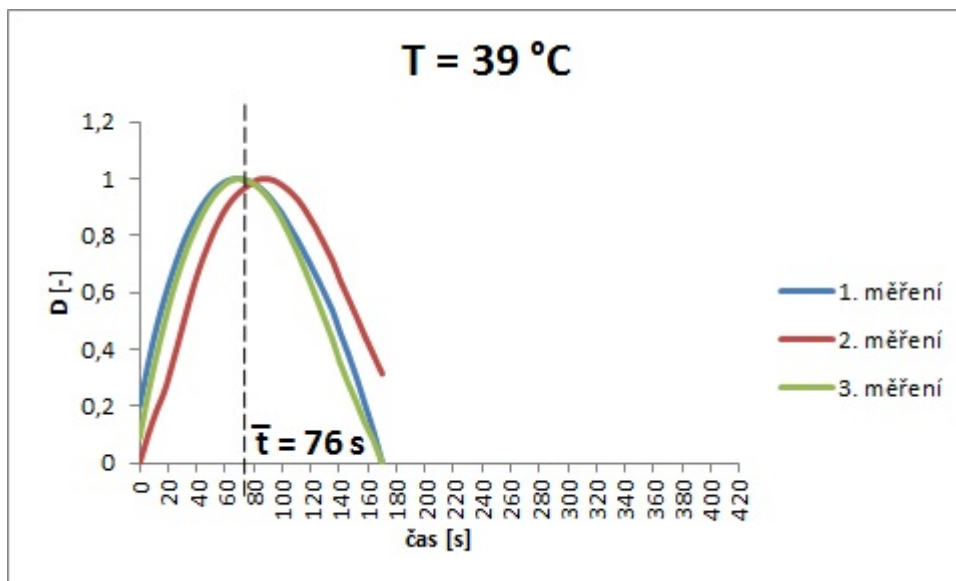
Pro každou z šestice zvolených teplot byla provedena 3 měření. Časy měření jsou zaokrouhleny na celé sekundy. Jelikož největší časové nepřesnosti vznikly při míchání a následném impregnování epoxidového lepidla do textilních vláken, a to před samotným spuštěním měření, jsou rozdíly v naměřených hodnotách způsobené zaokrouhlením nepodstatné. Průběhy měření zobrazené na následujících grafech jsou pro frekvenci 1 kHz. Grafy pro frekvenci 100 Hz a 10 kHz jsou uvedeny v příloze P I a P II.



Obr. 31 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1$ kHz, $T = 15$ °C

Obr. 32 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1\text{ kHz}$, $T = 20\text{ °C}$ Obr. 33 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1\text{ kHz}$, $T = 25\text{ °C}$

Obr. 34 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1\text{ kHz}$, $T = 30\text{ °C}$ Obr. 35 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1\text{ kHz}$, $T = 35\text{ °C}$

Obr. 36 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1\text{ kHz}$, $T = 39\text{ °C}$

Jak je z výše uvedených grafů patrné, čím vyšší je teplota při síťování, tím dříve se objevuje maximální hodnota disipačního faktoru. To znamená, že při vyšších teplotách dochází k rychlejší síťovací reakci. Proto byla také délka měření zvolena s ohledem na tuto rychlost, takže pro nejnižší teploty probíhalo měření nejdéle a pro nejvyšší teploty bylo nejkratší. Aby mohly být časové průběhy D při jednotlivých teplotách lépe porovnávány, byla zvolena jednotná úprava grafů. Na časové ose je vyznačena průměrná teplota maxima D .

Tab. 4 Časy maxima D prepregu pro všechny měřené teploty a frekvence

Teplota [°C]	Frekvence	t maxima D [s]			Průměr [s]	Směrodatná odchylka [s]
		1. měření	2. měření	3. měření		
15	100 Hz	246	327	257	277	44
	1 kHz	222	251	228	234	16
	10 kHz	281	298	263	281	18
20	100 Hz	234	193	240	222	26
	1 kHz	164	152	158	158	6
	10 kHz	193	181	199	191	10
25	100 Hz	170	187	146	168	21
	1 kHz	124	111	100	112	13
	10 kHz	124	117	111	117	7
30	100 Hz	122	151	134	136	15
	1 kHz	87	93	99	93	6
	10 kHz	93	81,	87	87	6
35	100 Hz	76	76	99	83	14
	1 kHz	64	70	81	72	9
	10 kHz	64	64	70	66	4
39	100 Hz	81	64	87	78	13
	1 kHz	70	87	70	76	10
	10 kHz	46	70	53	56	13

4.2.3 Vyhodnocení naměřených hodnot

Pro každou teplotu byl určen čas maxima D s nejistotou, odpovídající směrodatné odchylce vypočítané z opakovaných měření. Jelikož byla pro každou z teplot provedena pouze 3 měření (z důvodu časové náročnosti, kdy kromě vlastního měření stálo spousta času zejména zahřívání či chlazení elektrod na požadovanou teplotu), je určení teploty pro skladování prepregu poměrně obtížné.

Pomocí nelineární regrese dle zvoleného matematického modelu (16) byl proveden odhad parametrů za účelem určení teploty skladování prepregu (teplota pro čas rovný nekonečnu, v našem případě tedy parametr c).

$$T = c + \frac{b}{a + t} \quad (16)$$

kde T je výsledná teplota [°C], t je čas maxima D [s], a , b a c jsou neznámé parametry.

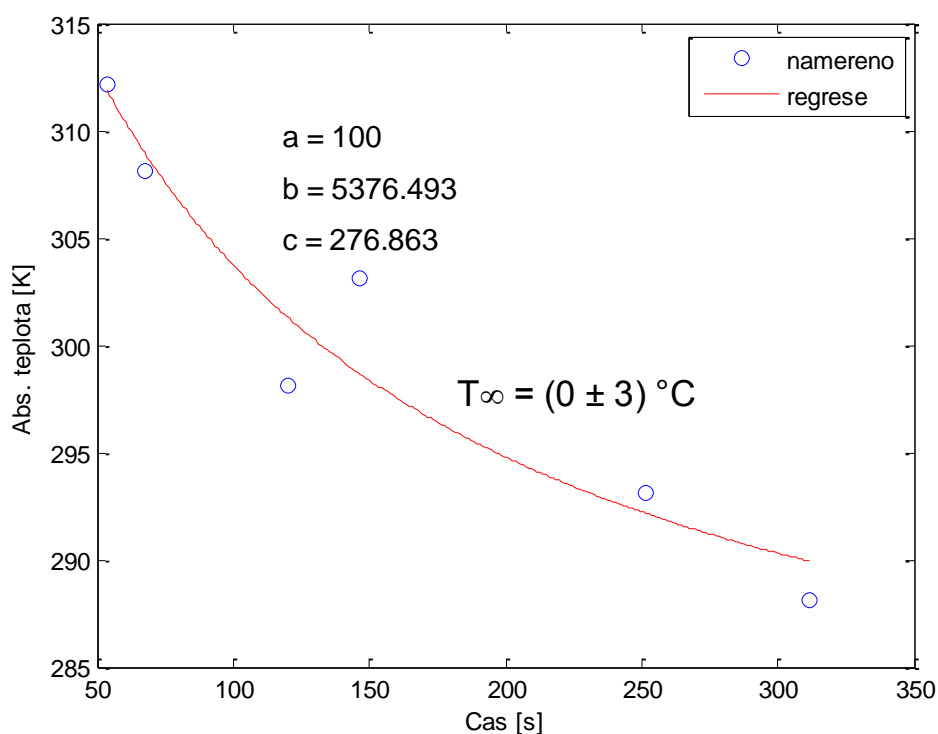
Vzhledem k malému počtu měřených hodnot je určení výsledné teploty problematické. Proto byl vytvořen uživatelský program v prostředí MATLAB R2006b prostřednictvím kterého byla naměřená data statisticky vyhodnocena na základě simulace. Zkoumán byl vliv velikosti nejistoty měřeného času maxima D na rozptyl výsledné teploty plynoucí z regresního modelu (parametr c).

Pro danou teplotu je pseudonáhodně vygenerováno n hodnot času maxima D, (z intervalu střední hodnota \pm směrodatná odchylka), (viz tabulka č. 4). Díky tomu je možno simulovat velký počet měření, které nám umožní statisticky vyhodnotit měřená data s použitím uvedeného regresního modelu.

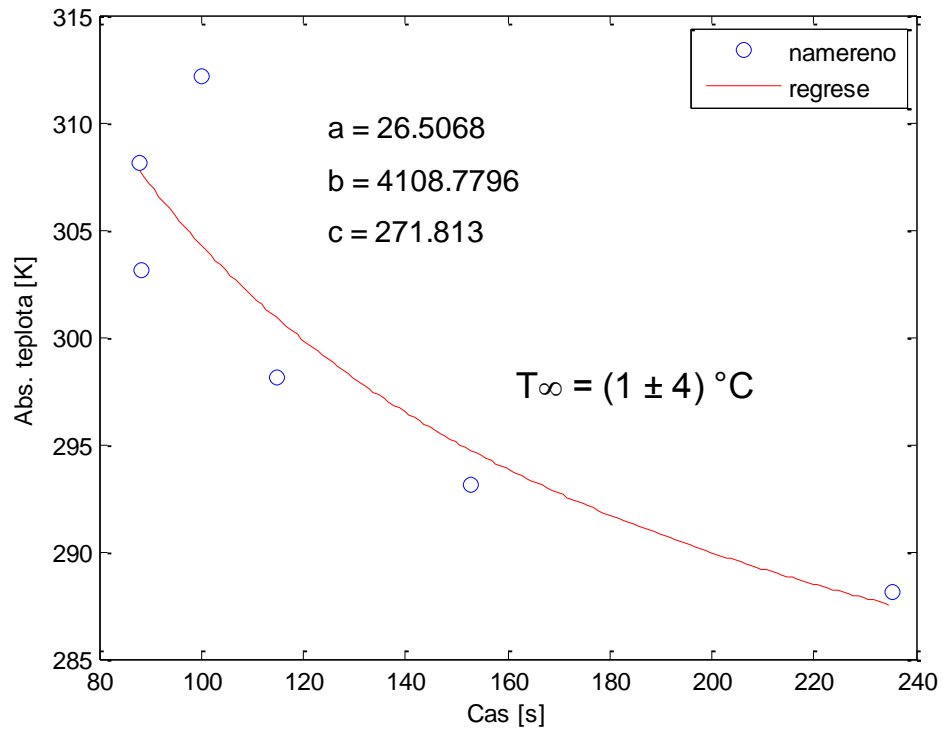
Při vyhodnocování výsledků pro každou z měřených frekvencí byl zvolen počet cyklů 10 000. Pseudonáhodné hodnoty byly generovány jak podle normálního rozdělení pravděpodobnosti, tak podle rovnoměrného.

Z důvodů uvedených výše bylo vyhodnocení provedeno pouze pro frekvence 100 Hz a 1 kHz.

4.2.3.1 Gaussovo rozdělení

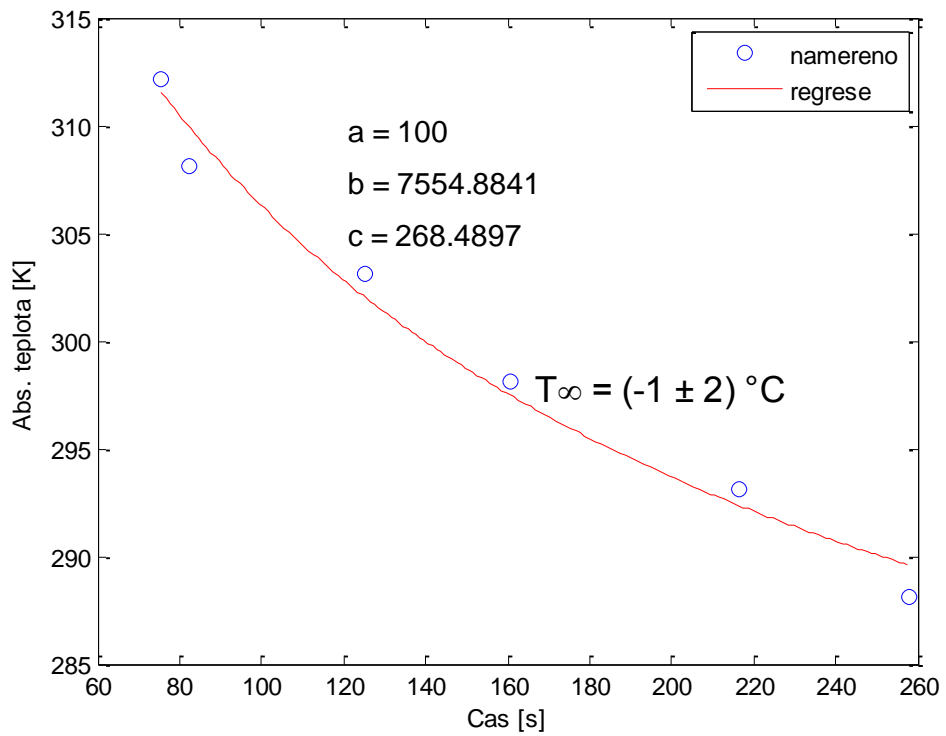


Obr. 37 Vyhodnocení T pomocí Gaussova rozdělení, $f = 100 \text{ Hz}$

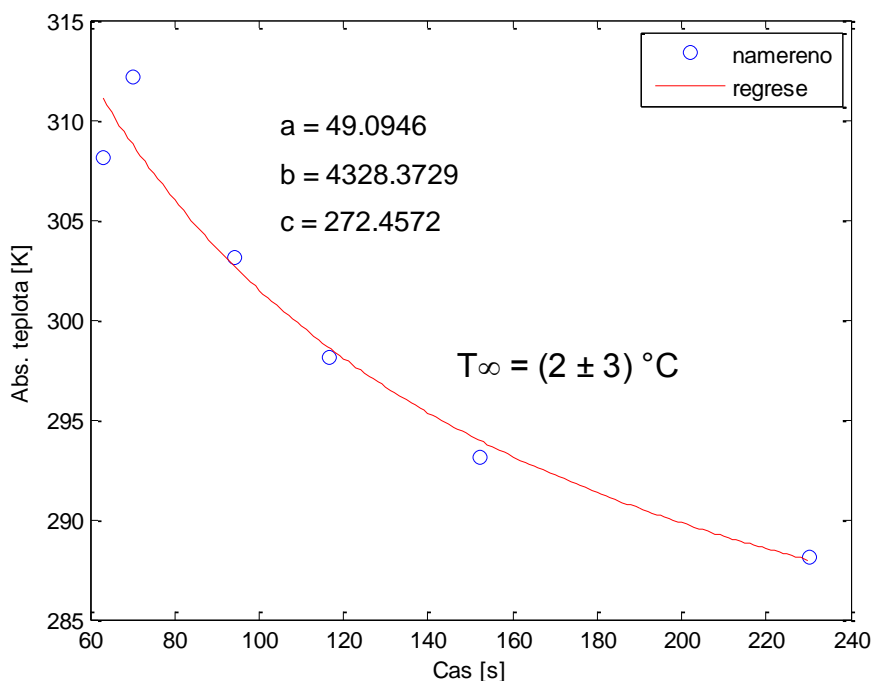


Obr. 38 Vyhodnocení T pomocí Gaussova rozdělení, $f = 1 \text{ kHz}$

4.2.3.2 Rovnoměrné rozdělení



Obr. 39 Vyhodnocení T pomocí rovnoměrného rozdělení, $f = 100 \text{ Hz}$

Obr. 40 Vyhodnocení T pomocí rovnoměrného rozdělení, $f = 1 \text{ kHz}$

4.2.4 Zhodnocení výsledků

Cílem práce je určit teplotu, při které je možno prepreg bezpečně skladovat, aniž by došlo k síťovacím reakcím uvnitř materiálu. Aby toto riziko bylo co nejvíce minimalizováno, je výsledná teplota určena na základě nejnižších vyhodnocených teplot.

Výsledné hodnoty T pro skladování prepregu vyšly pro každou z frekvencí odlišně, stejně jako pro každou z použitých metod (Gaussovo a rovnoměrné rozdělení). Avšak při porovnání nejnižších teplot není mezi jednotlivými výsledky rozdíl větší než $2 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tab. 5 Nejnižší vyhodnocené teploty

Metoda	Frekvence	$T \text{ [}^{\circ}\text{C]}$
Gaussovo rozdělení	100 Hz	- 3
	1 kHz	- 3
Rovnoměrné rozdělení	100 Hz	- 3
	1 kHz	- 1

Jak lze vidět v tabulce č. 5 nejnižší teplota činí $- 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Navíc se tato teplota objevila hned 3x při 4 různých vyhodnoceních. Proto lze tuto teplotu považovat za dostatečně bezpečnou. Výslednou teplotou pro skladování prepregu je tedy shledána teplota $- 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

5 DISKUZE O MOŽNOSTECH POUŽITÍ PREPREGU

Mezi hlavní přednosti vláknových kompozitních materiálů patří příznivý poměr pevnosti a hmotnosti, odolnost proti vlivům prostředí a únavě, snadná tvarovatelnost a další mechanické vlastnosti šité na míru podle druhu využití daného kompozitu. Díky tomu našly vláknové kompozity své uplatnění v mnoha oborech.

5.1 Obecné použití

- Elektrotechnika – Hlavní podíl v elektrotechnice tvoří podkladové desky pro tištěné spoje, plošné i profilové izolanty pro elektrické stroje a zařízení a kryty elektrických točivých přístrojů. Také pro rozvod nízkonapětového i vysokonapětového proudu se užívá izolátoru s jádrem tvořeným epoxidovým kompozitem.
- Kosmonautika a letectví – Z epoxidových kompozitů jsou zhotovovány části ultralehkých letadel (části trupů a křídel, směrovky, podlahy, apod.). Dále pak části raket a raketových motorů, družic a anténních systémů. Nejčastěji se zde používají kompozity se skleněnými, borovými a uhlíkovými vlákny.
- Chemický průmysl – Zde našly vláknové kompozity široké uplatnění v těžbě, zpracování a dopravě ropy a zemního plynu. Jde zejména o nadzemní i podzemní potrubí, skladovací nádrže, přepravní nádrže a cisternové vozy. Dalšími možnostmi uplatnění jsou bazény, jímky, sila, tanky, komíny, šachty, tlakové nádoby a plynové láhve.
- Automobilový průmysl - Modely, formy, prototypy, kapotáže, tramvaje a vagony, spoilery a další různé díly pro automobily.
- Stavebnictví – Markýzy, zastřešení, bednění, sloupy, stojany, parapety, obklady, desky kuchyňských linek a další [4, 31].

5.2 Možnosti použití v průmyslu komerční bezpečnosti

5.2.1 Ochranné prostředky

Vzhledem k vysoké odolnosti vláknových kompozitů (o čem svědčí jejich použití u tlakových nádob a plynových lahví) je možné jejich využití v pyrotechnice. Zde mohou být využity při výrobě ochranných prostředků pro jednotlivce, které slouží například pro

vojáky a specialisty podílející se na odminování ale také pro humanitní pracovníky, kteří se podílejí na odstraňování válečných škod. Patří sem obličejový štít, přilba, ochranná vesta a speciální obuv. Také policejní pyrotechnici používají speciální ochranné obleky (např. EOD 9), jehož některé prvky (balistické vložky) jsou vyráběny z vláknových kompozitů [30].

Kromě pyrotechniky lze vláknové kompozity aplikovat také na osobní ochranné prostředky pracovníků PKB jako jsou přilby. Při výrobě přileb se v současné době vychází z kombinace vláknového kompozitu (uhlíková nebo skelná vlákna) a Kevlaru.

Další možností využití vláknových kompozitů jsou ochranné prostředky při práci. Sem patří zejména různé ochranné kryty strojů (hlavně u strojů s točivým momentem).

5.2.2 Technické prostředky

Vzhledem k tomu, že se z epoxidových kompozitů vyrábějí desky pro plošné spoje, jejich využití v technických prostředcích je opravdu široké. Základním materiálem pro tyto desky je nejčastěji laminát ze skelné tkaniny sycený epoxidovou pryskyřicí. Deska je pak ještě potažena měděnou fólií. V české republice je tento materiál známý pod názvem Cuprexit. Tyto desky pro tištěné spoje jsou v PKB použity u PZTS zařízení, kamerových systémů CCTV, přístupových systémů ACCESS, apod.

5.2.3 Mechanické zábranné systémy

Ve stavebnictví se vláknové kompozity často využívají při obnově a zpevňování poškozených, či konstrukčně nevyhovujících staveb. Této schopnosti vláknových kompozitů (zpevňování stavebních konstrukcí) by tedy mohlo být využito u mechanických zábranných systémů. Vláknové kompozity dokáží při těchto aplikacích nahradit ocel a jsou při stejném vyztužujícím efektu a mnohem větší korozní odolnosti až 28 krát lehčí [31]. Jejich uplatněním by mohlo být například zpevňování zdí a stropů, což by vedlo ke zvýšení jejich průlomové odolnosti.

ZÁVĚR

Byl sestaven měřicí systém, který se skládal z dvouelektrokové sestavy, LCR měřiče a uživatelské aplikace v prostředí Agilent VEE Pro. Uživatelská aplikace umožňovala automatický sběr dat při měření disipačního faktoru síťovacích reakcí pomocí dielektrické spektroskopie.

Bylo provedeno měření tří vzorků epoxidových lepidel při různých frekvencích. Na základě výsledků měření pak bylo jedno z lepidel vybráno pro výrobu prepregu. Stalo se jím dvousložkové čiré epoxidové lepidlo s dobou zpracovatelnosti 5 minut. Jako vyztužující materiál pro výrobu prepregu byla použita látka z přírodních vláken.

Disipační faktor prepregu byl měřen při třech frekvencích (100 Hz, 1 kHz, 10 kHz). Z nichž frekvence 10 kHz byla vyhodnocena jako nevhodná, jelikož při ní docházelo k překrývání dvou jevů, a to orientační polarizace a polarizace iontové. Měření bylo provedeno při šesti různých teplotách. Z důvodu velké časové náročnosti byla pro každou z teplot provedena tři měření, i když v ideálním případě by tento počet byl mnohem větší.

K vyhodnocení naměřených dat byl vytvořen uživatelský program v prostředí MATLAB, který umožňuje grafické zobrazení závislosti času maxima disipačního faktoru na teplotě. Program dále vyhodnocuje měřená data pomocí nelineární regrese s využitím metody nejmenších čtverců. Navíc umožňuje provést simulaci vlivu nejistoty určení času maxima D na hodnotu a rozptyl výsledné teploty skladování. Pro simulaci byl zvolen počet cyklů 10 000 a vyhodnocení bylo provedeno pro dvě různá rozložení pravděpodobnosti.

Z vyhodnocených výsledků byla určena teplota pro skladování – 3 °C. Vhodná je samozřejmě také jakákoliv teplota nacházející se pod touto hranicí. Jedná se totiž o teplotu, při které nebude docházet k síťovacím reakcím uvnitř skladovaného prepregu a nebude tedy hrozit, že dojde k samovolnému vytvrzování materiálu, což by bylo nežádoucí zejména z hlediska jeho pozdějšího zpracování.

Největší odchylky měření byly způsobeny při přípravě zkušební vzorku. Před samotným spuštěním měření totiž muselo být rozmícháno epoxidové lepidlo, kterým se impregnovalo textilní vlákno. Zajištění, aby doba přípravy každého zkušební vzorku trvala stejnou dobu, bylo velmi obtížné. Další nepřesnosti mohou být způsobeny dávkováním lepidla, kdy bylo také obtížné odhadnout pro každé měření stejnou dávku. Kromě toho, že musel být dodržen přesný poměr složek 1:1, muselo být pro každý

testovací vzorek použito i stejné množství. Nějaké malé odchylky mohly vzniknout při zaokrouhlování naměřených hodnot, ty jsou však vzhledem k nepřesnostem způsobených přípravou vzorku nepodstatné. Mezi zanedbatelné odchylky patří také zpoždění při vysílání jednotlivých frekvencí LCR měřičem.

V závěru praktické části literární rešerše jsou uvedeny možnosti využití prepregu v průmyslu komerční bezpečnosti formou diskuze.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Advanced Prepreg Materials. In: *Aero Consultants AG* [online]. 2009 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: http://www.aero-consultants.ch/page.php?id=341&language=en&titel=Advanced_Prepreg_Materials
- [2] 'De-autoclaving' prepreg processing (Part 2). In: *Reinforced Plastics* [online]. 2012 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: <http://www.reinforcedplastics.com/view/28031/de-autoclaving-prepreg-processing-part-2/>
- [3] MEISSNER, B a V ZILVAR. *Fyzika polymerů*. 1. vyd. Praha: SNTL/ALFA, 1987.
- [4] LIDARŮ, Miloslav. *Epoxidové pryskyřice*. Třetí, přepracované a rozšířené vydání. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1983.
- [5] BAREŠ, R. A. *Kompozitní materiály* SNTL Praha, 1988
- [6] Proč Fiberglass?. In: *Fiberglass - Izobitum s.r.o.* [online]. 2011 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: <http://www.sembofiberglass.cz/proc.html>
- [7] Textilní materiály - přírodní: Bavlna. In: *Texnetis.com* [online]. 2010 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: <http://www.texnetis.com/prirodni-textilni-materialy.htm#>
- [8] ROTHSCHHEIN, K. *Plasty a kaučuk*. 1988, 25, p. 172.
- [9] KIRK, Othmer, *Encyklopedia of Chemical Technology*. Academia Press, New York 1982.
- [10] MLEZIVA, Josef a Jaromír ŠŇUPÁREK. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přepr. vyd. Praha: Sobotáles, 2000, 537 s. ISBN 80-859-2072-7.
- [11] DUCHÁČEK V.: *Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 2. vyd. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Praha 2006. ISBN 80-7080-617-6
- [12] Epoxide Resin. In: *The Plastics Historical Society* [online]. 2011 [cit. 2014-05-27]. Dostupné z: <http://www.plastiquarian.com/index.php?id=97>
- [13] KORVASOVÁ, I. *Studium mechanismu vytvrzování epoxidových pryskyřic*. Diplomová práce. Zlín: VUT FT, 1992
- [14] GUL', V.E. *Structure and properties of conducting polymer composites*. Utrecht, the Netherlands: VSP, 1996. ISBN 90-676-4204-5

- [15] HEDVIG, P.: Dielectric Spectroscopy of Polymers, AKADEMIAI KIADO Budapest 1977
- [16] PALAI-DANY, T.; LIEDERMANN, K. *The Combined Dielectric Spectroscopy Metering in a Wider Frequency Range*. In IEEE INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ELECTRICAL INSULATION, 8 - 10 June 2008. 1. Vancouver, Canada: Omnipress, 2008. s. 387-390. ISBN: 978-1-4244-2092-6.
- [17] MENTLÍK, V. Dielektrické prvky a systémy. Praha: BEN - technická literatura, 2006, s. 235. ISBN 80-7300-189-6.
- [18] FRADEN, Jacob: "*Handbook of Modern Sensors: Physics, Designs, and Applications*", 2nd ed. New York, Springer Verlag, 1996
- [19] JANDÍKOVÁ, Gabriela. *Vliv polyanilínové vrstvy na elektrické a dielektrické vlastnosti karbonylového železa* [online]. Zlín, 2012 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z:http://dspace.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/23033/jand%C3%ADkov%C3%A1_2012_dp.pdf?sequence=1. Diplomová práce. UTB Zlín.
- [20] ĎAĎO, Stanislav a Marcel KREIDL. *Senzory a měřicí obvody*. 1. vyd. Praha: ČVUT, 1996, 315 s. ISBN 80-010-1500-9.
- [21] KVASNICA, J. *Fyzikální pole*, SNTL, Praha 1964
- [22] NAVRÁTIL, Milan: *Instrumentace a zpracování signálů při měření kinetiky síťovacích reakcí pomocí impedanční spektroskopie*, Diplomová práce, 2002, UTB Zlín.
- [23] Proc. Polymer science, *Epoxy Resins and Composites IV*, Akademie-Verlag Berlin 1987
- [24] ČIČMANEC, P., *Všeobecná fyzika 2, Elekřina a magnetismus*, ALFA, Bratislava 1980
- [25] PIŠTĚK, Stanislav. *Využití metod dielektrické spektroskopie pro diagnostiku průběhu vybraných síťovacích reakcí* [online]. Zlín, 2008 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z:http://dspace.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/7774/pi%C5%A1t%C4%9Bk_2008_dp.pdf?sequence=1. Diplomová práce. UTB Zlín.
- [26] Návod k obsluze: Měřič LCR Agilent 4263B. In: *Agilent Technologies* [online]. Čtvrté vydání. Japan, 2000 [cit. 2014-05-25]. Dostupné z:http://www.htest.cz/download/4263B_manual_CZ.pdf

- [27] KRBEČEK, Michal. *Návrh ukázkových příkladů v prostředí Vee Pro pro potřeby výuky předmětu Instrumentace a měření* [online]. Zlín, 2009 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z: https://dspace.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/8129/krbe%20ek_2009_bp.pdf?sequence=1. Bakalářská práce. UTB Zlín.
- [28] Agilent technologies: VEE Pro 9.2 data sheet [online]. [cit. 2014-05-26]. Dostupné z: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5989-9641EN.pdf>
- [29] Produkty: Epoxidová (dvousložková) lepidla. *ALTECO: japonská vteřinová a epoxidová lepidla nejvyšší kvality* [online]. 2008 [cit. 2014-05-31]. Dostupné z: <http://www.alteco.cz/>
- [30] LAUCKÝ, Vladimír a Rudolf DRGA. *Speciální technologie komerční bezpečnosti*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2012. ISBN 978-80-7454-146-9.
- [31] MINSTER, Jiří. *Aplikace vláknových polymerních kompozitů ve stavebnictví* [online]. [cit. 2014-06-03]. Dostupné z: <http://www.csm-kompozity.wz.cz/stav.pdf>. Akademická práce. Ústav teoretické a aplikované mechaniky AV ČR.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

j		Imaginární jednotka
f	[Hz]	Frekvence
E	[V.m ⁻¹]	Intenzita elektrického pole
t	[s]	Čas
U	[V]	Elektrické napětí
Z	[Ω]	Impedance
ω	[s ⁻¹]	Úhlová frekvence
ϕ	[rad]	Fázový posun
R	[Ω]	Elektrický odpor
C	[F]	Elektrická kapacita
D	[-]	Faktor disipace
D'	[-]	Transformovaný faktor disipace
ρ	[Ω.m]	Měrný elektrický odpor
σ	[S.m ⁻¹]	Měrná elektrická vodivost
l	[m]	Vzdálenost
S	[m ²]	Povrch
ε	[F.m ⁻¹]	Permitivita
ε^*	[F.m ⁻¹]	Komplexní permitivita
ε'	[F.m ⁻¹]	Reálná část komplexní permitivity
ε''	[F.m ⁻¹]	Imaginární část komplexní permitivity
ε_0	[F.m ⁻¹]	Permitivita vakua
ε_R	[F.m ⁻¹]	Relaxační permitivita
T	[°C]	Teplota

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Prepreg [1]	11
Obr. 2 Tvarování prepregu [2].....	11
Obr. 3 Skleněné vlákno [6]	13
Obr. 4 Zvětšené vlákno bavlny [7]	13
Obr. 5 Znázornění indukovaného dipólového momentu [19].....	18
Obr. 6 Znázornění dipólové relaxační polarizace [19]	19
Obr. 7 Princip dielektrického měření [22]	20
Obr. 8 Sinusový průběh napětí a proudu s fázovým posunem [23].....	21
Obr. 9 Ekvivalentní obvod pro znázornění impedance [22].....	21
Obr. 10 Impedance zobrazená v komplexní rovině [25]	22
Obr. 11 LCR měřič Agilent 4263B.....	26
Obr. 12 Elektrodotový systém před měřením	27
Obr. 13 Elektrodotový systém během měření.....	28
Obr. 14 Sušárna Memmert UNP 200 [25]	29
Obr. 15 Hlavní okno programu Agilent VEE Pro [27].....	31
Obr. 16 Zdrojový kód uživatelské aplikace v prostředí Agilent VEE Pro 9. 2	33
Obr. 17 Ukázka panelového zobrazení během měření	34
Obr. 18 Epoxidová lepidla.....	35
Obr. 19 Látka použitá pro výrobu prepregu	36
Obr. 20 $D(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 100 \text{ Hz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	38
Obr. 21 $D'(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 100 \text{ Hz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	38
Obr. 22 $D'(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 1 \text{ kHz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	39
Obr. 23 $D'(t)$, 3 měření 5 min lepidla, $f = 10 \text{ kHz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	39
Obr. 24 $D'(t)$, 3 měření 4 min lepidla, $f = 100 \text{ Hz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	40
Obr. 25 $D'(t)$, 3 měření 4 min lepidla, $f = 1 \text{ kHz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	41
Obr. 26 $D'(t)$, 3 měření 4 min lepidla, $f = 10 \text{ kHz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	41
Obr. 27 $D'(t)$, 3 měření 30 min lepidla, $f = 100 \text{ Hz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	42
Obr. 28 $D'(t)$, 3 měření 30 min lepidla, $f = 1 \text{ kHz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	42
Obr. 29 $D'(t)$, 3 měření 30 min lepidla, $f = 10 \text{ kHz}$, $T = 24 \text{ }^\circ\text{C}$	43
Obr. 30 Příprava testovacího vzorku prepregu	44
Obr. 31 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1 \text{ kHz}$, $T = 15 \text{ }^\circ\text{C}$	45
Obr. 32 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1 \text{ kHz}$, $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$	46

Obr. 33 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1$ kHz, $T = 25$ °C.....	46
Obr. 34 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1$ kHz, $T = 30$ °C.....	47
Obr. 35 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1$ kHz, $T = 35$ °C.....	47
Obr. 36 $D'(t)$, 3 měření prepregu, $f = 1$ kHz, $T = 39$ °C.....	48
Obr. 37 Vyhodnocení T pomocí Gaussova rozdělení, $f = 100$ Hz.....	50
Obr. 38 Vyhodnocení T pomocí Gaussova rozdělení, $f = 1$ kHz.....	51
Obr. 39 Vyhodnocení T pomocí rovnoměrného rozdělení, $f = 100$ Hz.....	51
Obr. 40 Vyhodnocení T pomocí rovnoměrného rozdělení, $f = 1$ kHz.....	52

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 čas [s] maxima D, 3 měření 5 min lepidla, T = 24 °C	40
Tab. 2 čas [s] maxima D, 3 měření 4 min lepidla, T = 24 °C	42
Tab. 3 čas [s] maxima D, 3 měření 4 min lepidla, T = 24 °C	43
Tab. 4 Časy maxima D prepregu pro všechny měřené teploty a frekvence	49
Tab. 5 Nejnižší vyhodnocené teploty	52

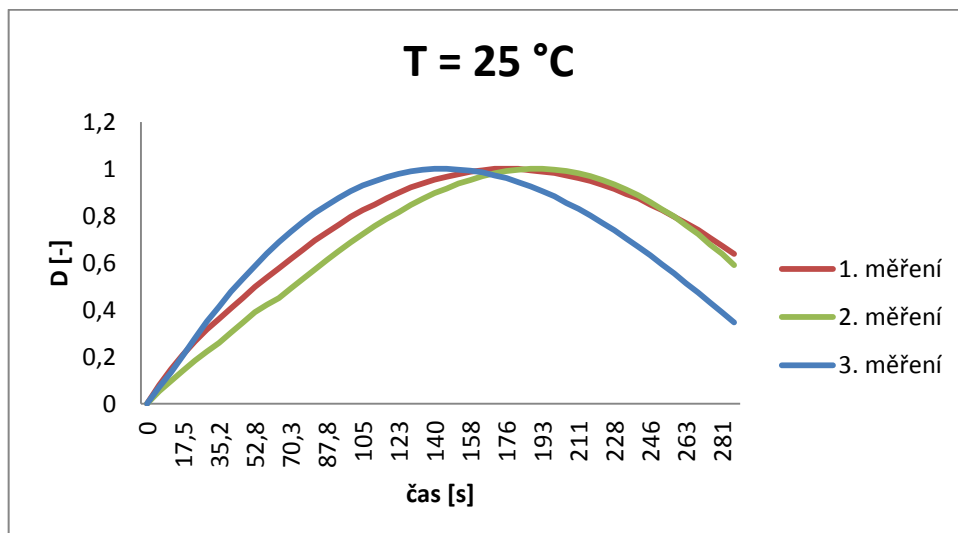
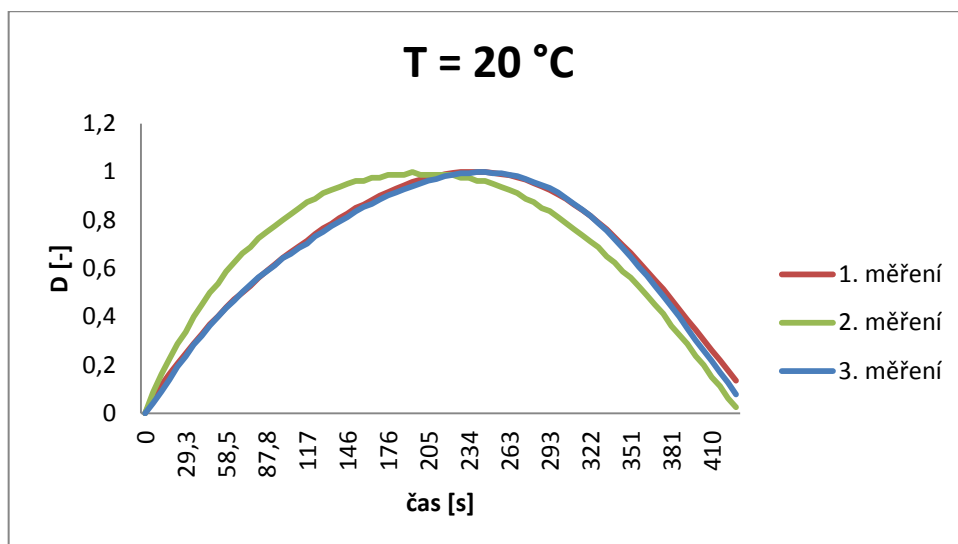
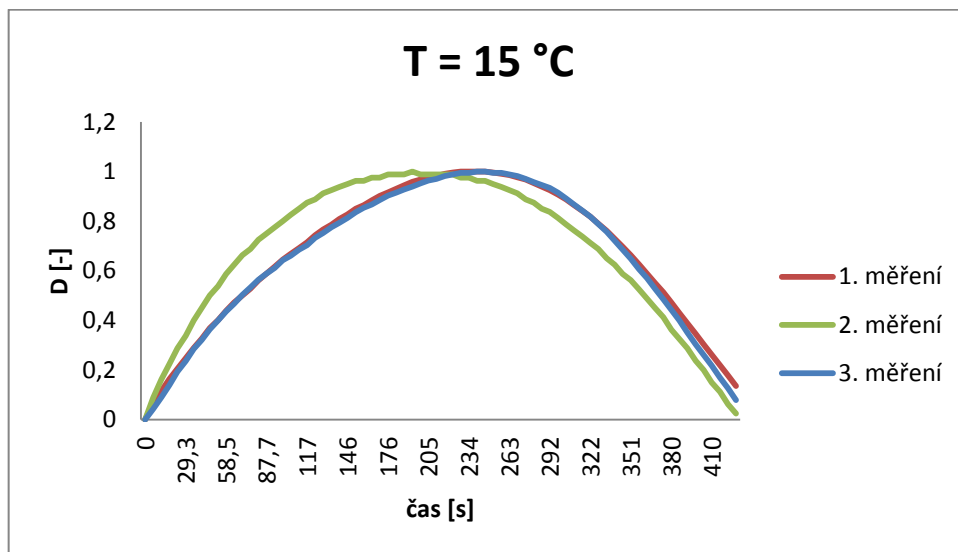
SEZNAM PŘÍLOH

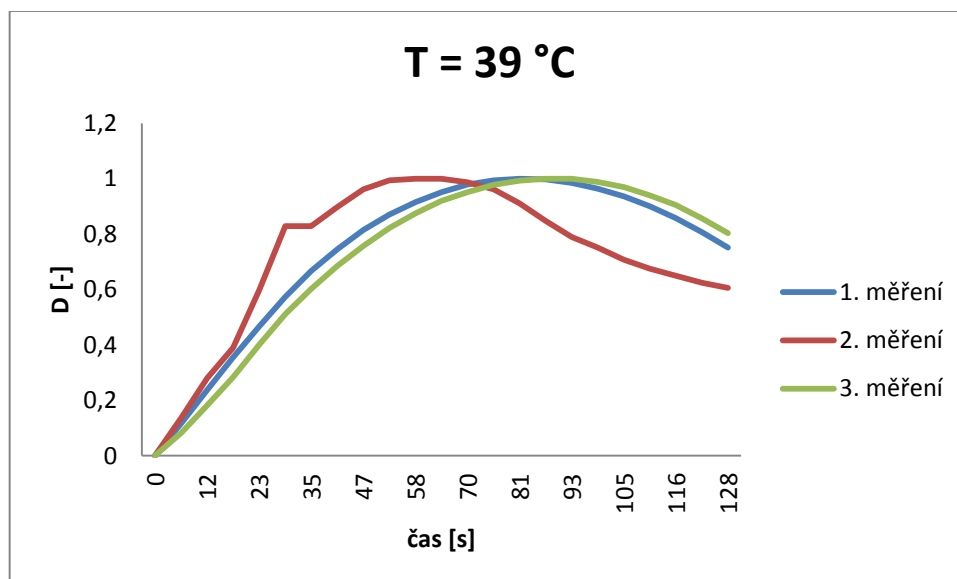
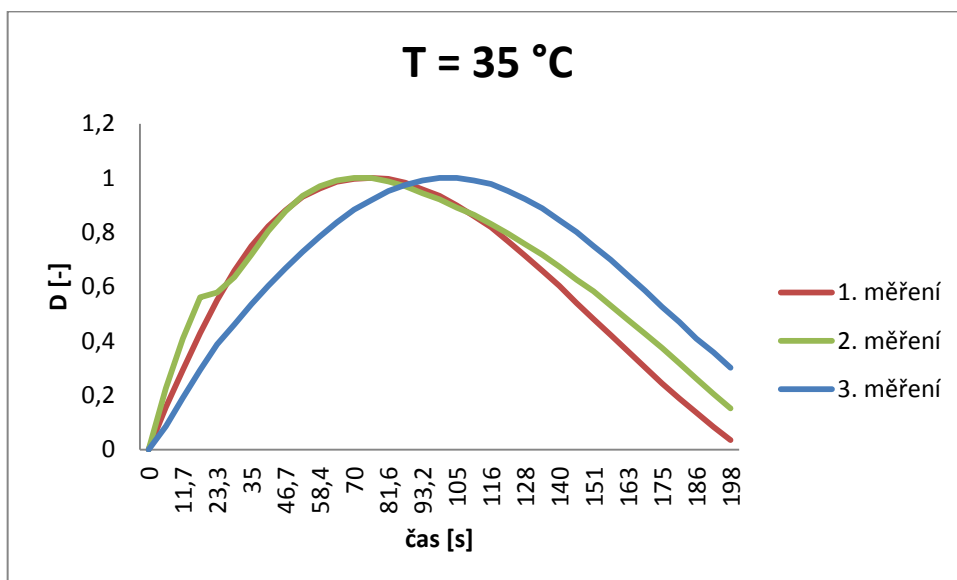
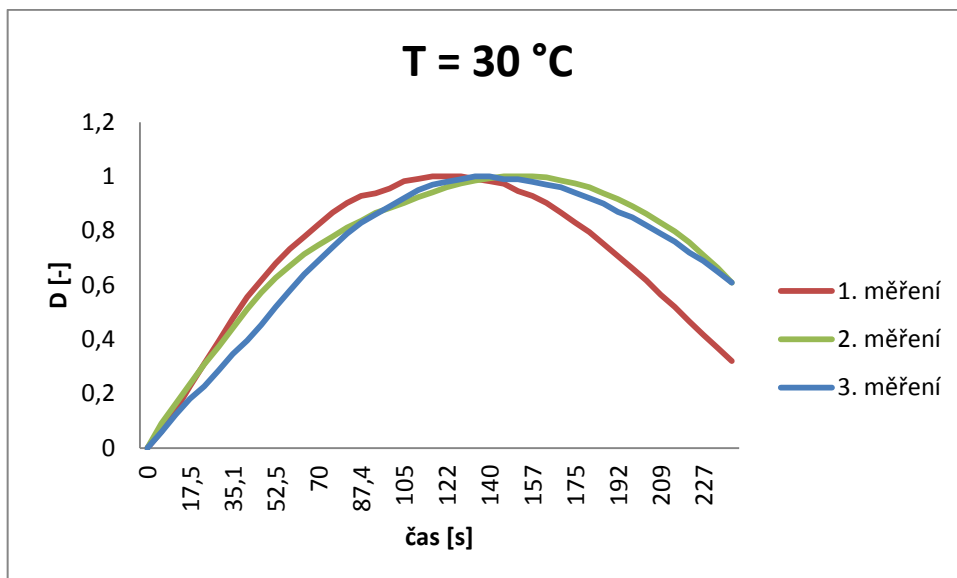
Příloha P I: $D'(t)$, 3 měření prepregu pro 6 různých teplot, $f = 100$ Hz

Příloha P II: $D'(t)$, 3 měření prepregu pro 6 různých teplot, $f = 10$ kHz

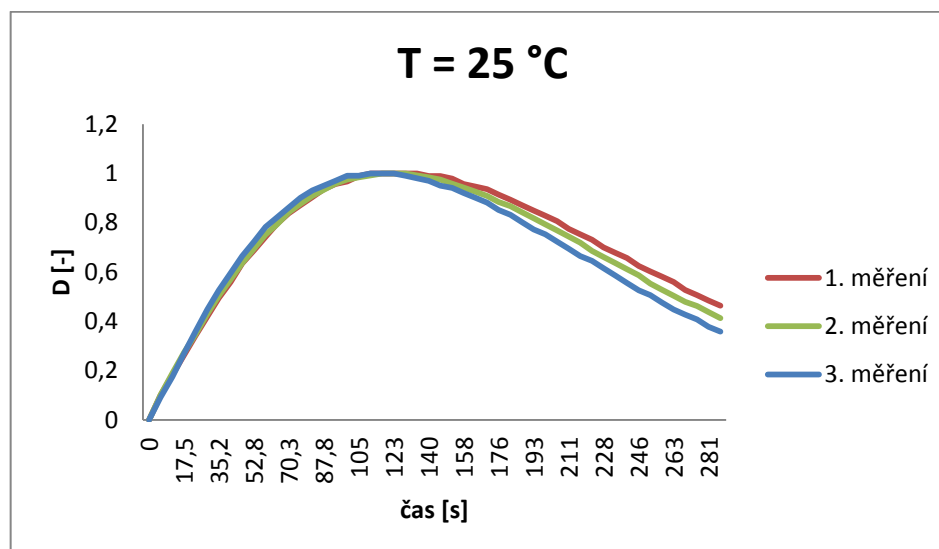
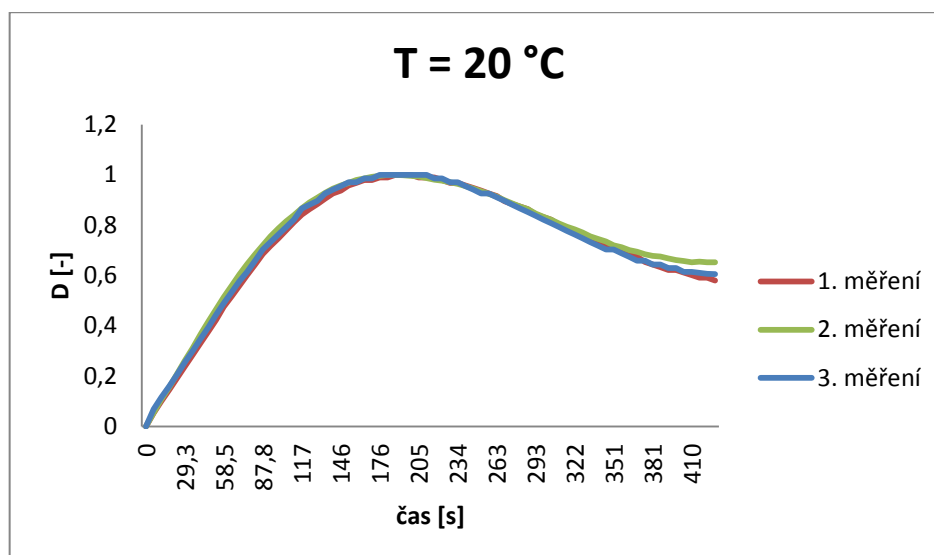
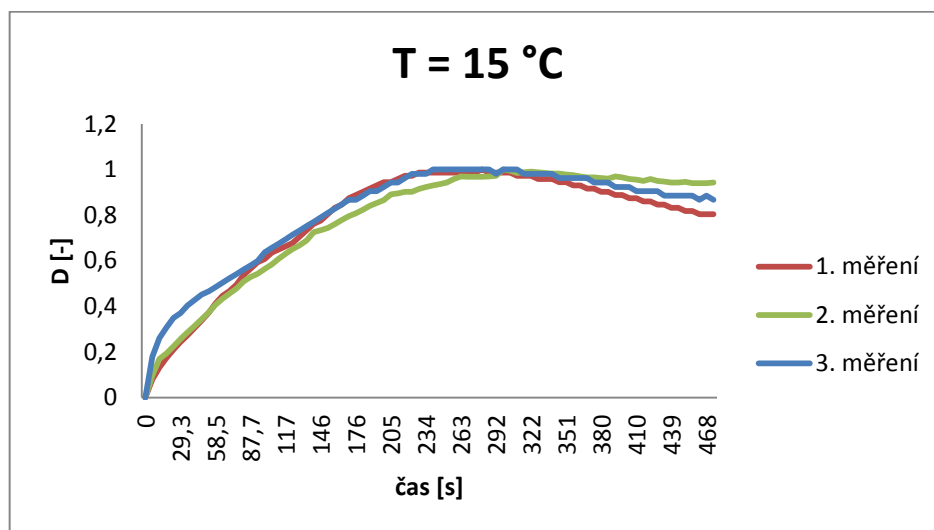
Příloha P III: Zdrojový kód uživatelské aplikace v prostředí MATLAB R2006b

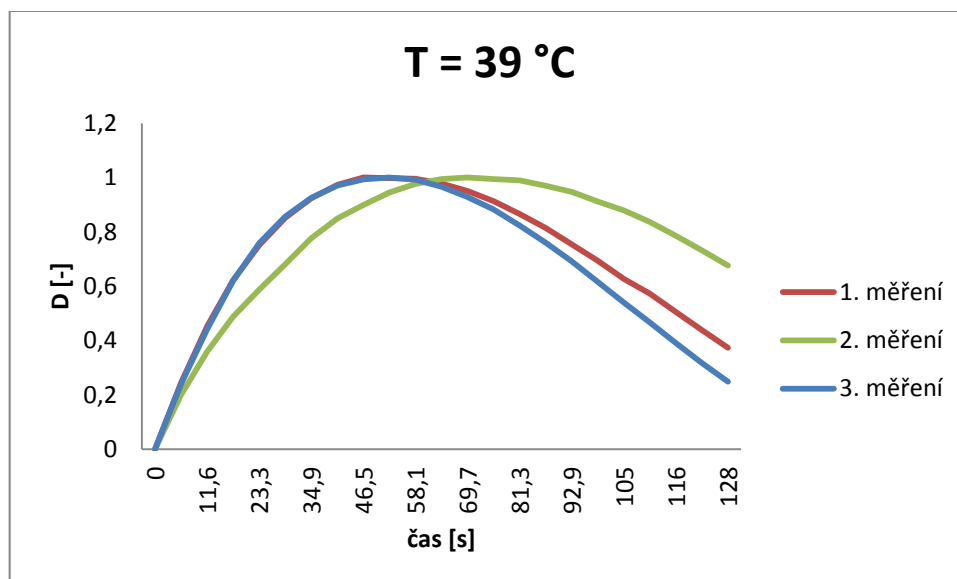
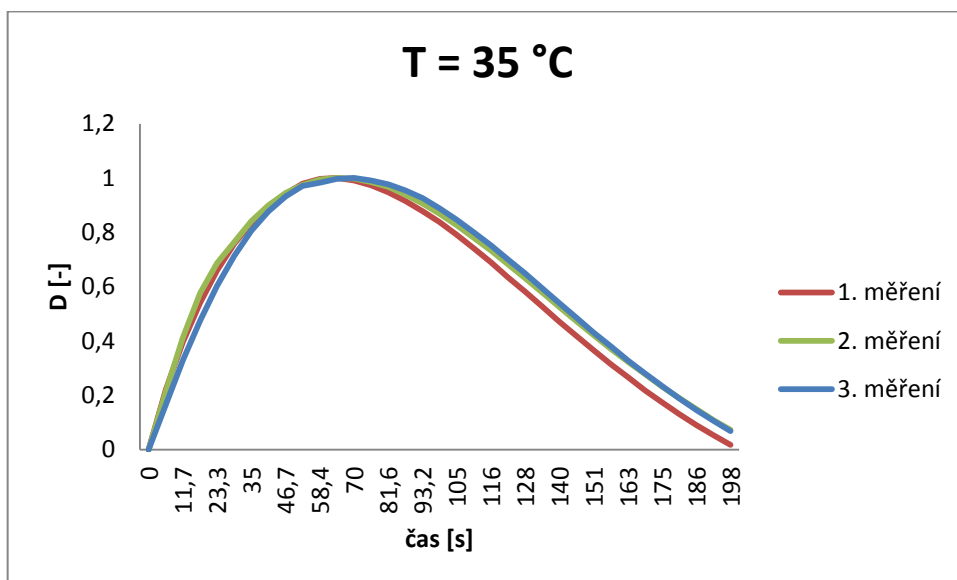
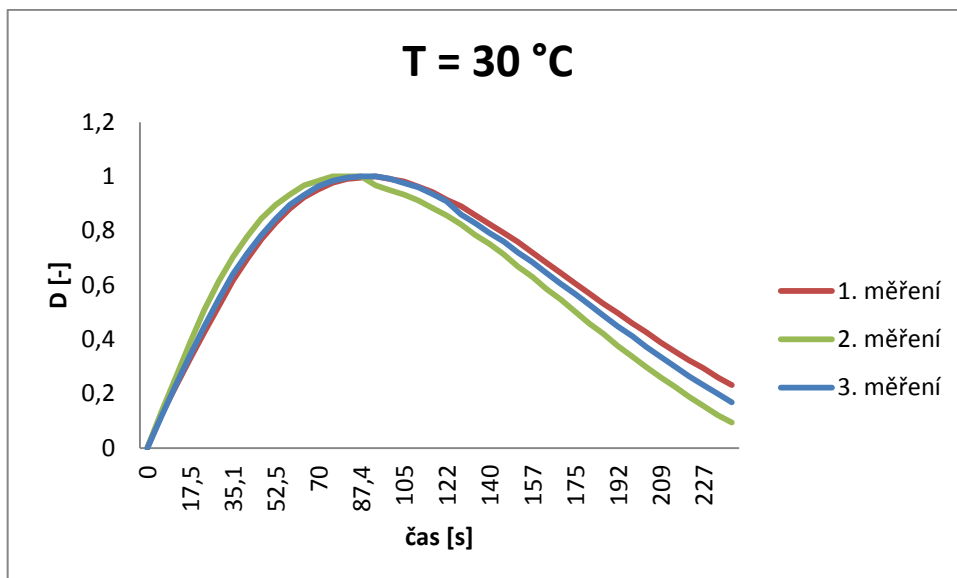
**PŘÍLOHA P I: $D'(T)$, 3 MĚŘENÍ PREPREGU PRO 6 RŮZNÝCH
TEPLOT, $F = 100 \text{ HZ}$**





**PŘÍLOHA P II: $D'(T)$, 3 MĚŘENÍ PREPREGU PRO 6 RŮZNÝCH
TEPLOT, $F = 10$ KHZ**





PŘÍLOHA P III: ZDROJOVÝ KÓD UŽIVATELSKÉ APLIKACE V PROSTŘEDÍ MATLAB R2006B

```
clc
clear all
close all

celk = 100;

Tn = [];
for O = 1 : celk

    fid = fopen('data2_3.txt');
    prom = fscanf(fid, '%g %g', [2 inf]);
    prom = prom';
    fclose(fid);

    cas=prom(:,2);

    XX = 10;

    nah = XX*randn(length(cas),1);
    cas = cas + nah;
    for i=1:length(cas)
        if (cas(i)<0)
            cas(i)=0;
        end
    end

    T=prom(:,1);

    cas2=min(cas):1:max(cas);

    x0 = [1 1 1]; % Pocatecni odhad
    ub = [100 10000 500];
    lb = [1 1 1];

    options = optimset('display','off');
    [x,resnorm] = lsqcurvefit(@regfce,x0,cas,T,lb,ub,options);

    dy=max(T)-min(T);
    py=max(T);
    px=max(cas)-min(cas);

    a=x(1);
    b=x(2);
    c=x(3);

    vT = regfce(x, cas2);

    Tn=[Tn; c-273.16];
    if (mod(O,10) == 0)
        disp(['Hotovo: ' num2str(O) ' / ' num2str(celk)])
    end
end
```

```

end
end

pTn = round(mean(Tn));
sTn = round(std(Tn));

figure(1)
plot(cas, T, 'bo');
hold on;
plot(cas2, vT, 'r');

xlabel('Cas [s]');
ylabel('Abs. teplota [K]')

legend('namereno', 'regrese')
text(min(cas)+px/4, py-0.1*dy, ['a = ' num2str(a)], 'FontSize', 12)
text(min(cas)+px/4, py-0.2*dy, ['b = ' num2str(b)], 'FontSize', 12)
text(min(cas)+px/4, py-0.3*dy, ['c = ' num2str(c)], 'FontSize', 12)

if celk == 1 then
    text(min(cas)+px/2, py-0.6*dy, ['T\infty = ' num2str(round(c)) ' K ('
num2str(round(c-273.16)) ' °C)'], 'FontSize', 14)
else
    text(min(cas)+px/2, py-0.6*dy, ['T\infty = (' num2str(pTn) ' ± '
num2str(sTn) ') °C'], 'FontSize', 14)
end
end

```

regfce:

```

function T = regfce (x, cas)
a=x(1);
b=x(2);
c=x(3);

T = c + b./(a+cas);

```