



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta textilní

DIELEKTRICKÉ VLASTNOSTI EPOXIDOVÝCH KOMPOZITŮ PLNĚNÝCH RECYKLOVANÝMI UHLÍKOVÝMI VLÁKNY

Ing. Jana Novotná

AUTOREFERÁT DISERTAČNÍ PRÁCE

Název disertační práce:	Dielektrické vlastnosti epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny
Autor:	Ing. Jana Novotná
Obor doktorského studia:	Textilní technika a materiálové inženýrství
Forma studia:	Prezenční
Školící pracoviště:	Katedra materiálového inženýrství
Školitelka:	Ing. Blanka Tomková, Ph.D.

Složení komise pro obhajobu disertační práce:

předseda:	
doc. Ing. Lukáš Čapek, Ph.D.	FT TUL, katedra technologií a struktur
místopředseda:	
prof. Ing. Michal Vik, Ph.D.	FT TUL, katedra materiálového inženýrství
prof. Ing. Michal Šejnoha, Ph.D., DSc.	ČVUT Fakulta stavební, katedra mechaniky
doc. RNDr. Viktor Bovtun (oponent)	Akademie věd ČR, FZÚ
doc. Ing. Eva Kuželová Košťáková, Ph.D.	FP TUL, katedra chemie
doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.	FS TUL, katedra materiálu
Ing. Luboš Běhálek, Ph.D.	FS TUL, katedra strojírenské technologie
Ing. Josef Pihera, Ph.D. (oponent)	Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická
Ing. Veronika Tunáková, Ph.D.	FT TUL, katedra materiálového inženýrství

S disertační prací je možno seznámit se na studijním oddělení doktorského studia Fakulty textilní Technické univerzity v Liberci.

Liberec, rok 2021

Doktorské studium

Seznam zkoušek	Matematická statistika a analýza dat, 25.06.2015
	Teorie zkušebních metod a zpracování laboratorních dat, 09.09.2016
	Struktura a vlastnosti textilních vláken, 09.09.2016
	Mechanika vlákenných útvarů, 19.06.2017
	Experimentální technika oboru, 29.06.2018
SDZ	Státní doktorská zkouška vykonána dne 02.05.2019 s celkovým hodnocením prospěla.

Pedagogická činnost

Výuka	Textilní vlákna a materiály, 2014-2020, (cvičení)
	Zkoušení textilií, 2015-2021, (cvičení)
	Kompozity s textilní výztuží, 2019-2021, (cvičení)
	Letní škola 2019, Students from ZSTU, Zhejiang, (cvičení)
Vedení DP a BP	Jan Kočib, <i>Analýza vlivu mletí recyklovaných uhlíkových vláken na mechanické vlastnosti epoxidových kompozitů</i> , BP, 2018 (vedoucí) – 2. místo v 10. ročníku soutěže ve studentské vědecké a odborné činnosti (SVOČ) TUL
	Lukáš Výborný, <i>Vliv uhlíkových plniv na vlastnosti epoxidových kompozitů vyztužených uhlíkovými vlákny</i> , DP, 2019 (konzultant)
	Veronika Švecová, <i>Termomechanická analýza kompozitních materiálů s uhlíkovými částicemi</i> , DP, 2019 (konzultant)
	Kasthuri Venkatesh, <i>Study of Compression Behavior of Fiber-reinforced Sandwich Composites</i> – přerušila studium, disertační práce, (konzultant)
	Jan Kočib, <i>Mechanické vlastnosti kompozitů s recyklovanými uhlíkovými vlákny</i> , DP, 2020 (konzultant)
	Kateřina Lukáčová, <i>Kompozity vyztužené uhlíkovými rovingy určené pro odstínění elektromagnetického pole</i> , BP, 2021 (konzultant)

Anotace

Tato disertační práce se zabývá návrhem, přípravou a analýzou dvousložkového kompozitního systému tvořeného nevodivou epoxidovou pryskyřicí a vodivým plnivem představovaným krátkými recyklovanými uhlíkovými vlákny. V práci jsou použity tři typy měřících metod pro stanovení efektivní permitivity, jejichž výsledky jsou porovnány s vybranými prediktivními modely. Hlavní pozornost je věnována interpretaci naměřených dielektrických charakteristik materiálu pomocí vhodných směšovacích pravidel a využití získaných poznatků pro predikci při průmyslové výrobě nových kompozitních materiálů z recyklovaných uhlíkových vláken. Dielektrické vlastnosti polymerních kompozitů obsahujících vodivá plniva ovlivňuje nejen obsah plniva, ale také tvar a rozměr částic plniva, což je v disertační práci zohledněno pomocí aproximace Maxwell Garnettova modelu s využitím geometrie vláken. Dále bylo prokázáno, že při stoupajícím množství plniva roste vliv mezifázového rozhraní mezi plnivem a matricí na vlastnosti kompozitních vzorků. V této studii byly pro zlepšení vzájemné adheze zvoleny dva typy plazmatických úprav. Posuzován byl vliv plazmatických úprav recyklovaných uhlíkových vláken na frekvenční charakteristiky a vyhodnocena vhodnost těchto úprav pro změnu vlastností standardního kompozitu vyztuženého recyklovanými uhlíkovými vlákny. Výsledky této práce přispívají k poznání dielektrických vlastností krátkovlákených epoxidových kompozitů obsahujících recyklovaná uhlíková vlákna a k jejich budoucímu praktickému využití pro výrobu konstrukčních kompozitů.

Klíčová slova:

Recyklovaná uhlíková vlákna, epoxidové kompozity, dielektrické vlastnosti, směšovací pravidla.

Abstract

This thesis deals with design, development, manufacturing and analysis of two-phase composite system consisting of a non-conductive epoxy resin and a conductive filler made from short recycled carbon fibres. Three types of effective permittivity measurement methods are compared with selected predictive models. Main attention is focused on interpretation of measured dielectric characteristics of the material using appropriate mixing rules and application of acquired knowledge for properties prediction of new composite materials from recycled carbon fibres. The dielectric properties of polymer composites containing conductive fillers are affected not only by the filler content but also by the shape and size of the filler particles, which is taken into account in the dissertation using an approximation of the Maxwell Garnett model using fibre geometry. As the amount of filler increases, the effect of the interface between the filler and the matrix increases. Two types of plasma treatment were also chosen to improve mutual adhesion in this study. The influence of plasma treatment of recycled carbon fibres on the frequency characteristics was assessed. The suitability of such treatment for changing the properties of standard composite reinforced with recycled carbon fibres was evaluated.

This work contributes to understanding the dielectric properties of epoxy composites filled by recycled carbon fibres and their future utilisation in industrial production.

Keywords:

Recycled carbon fibres, epoxy composites, dielectric properties, mixing rules.

Obsah

1	<i>Přehled o současném stavu problematiky</i>	7
1.1	Dielektrické vlastnosti polymerů.....	8
1.2	Vybrané numerické modely stanovení permitivity	11
2	<i>Cíle disertační práce</i>	13
3	<i>Popis vlastního řešení</i>	14
4	<i>Použité metody</i>	16
5	<i>Původní výsledky</i>	18
5.1	Plazmatické úpravy recyklovaných uhlíkových vláken.....	19
5.2	Experimentální určení perkolačního prahu.....	20
5.3	Výsledky dielektrických vlastností měřených ve statickém poli	21
5.4	Validace predikčních modelů efektivní permitivity s experimentálně získanými daty pomocí metod A, B, C	22
5.5	Výsledky dielektrických vlastností měřených ve střídavých polích.....	23
6	<i>Možnosti predikce permitivity</i>	28
7	<i>Zhodnocení výsledků</i>	29
8	<i>Doporučení na pokračování práce</i>	30
9	<i>Seznam publikovaných prací studenta</i>	31
9.1	Publikace v odborných časopisech.....	31
9.2	Příspěvky ve sborníku mezinárodní konference	31
9.3	Příspěvky ve sborníku domácí konference.....	33
9.4	Citace	33
10	<i>Seznam použité literatury</i>	35
11	<i>Curriculum Vitae</i>	38
12	<i>Stručná charakteristika dosavadní odborné, výzkumné a vědecké činnosti</i>	39
13	<i>Vyjádření školitele doktoranda</i>	40
14	<i>Oponentské posudky disertační práce</i>	41

1 Přehled o současném stavu problematiky

Elektrické vlastnosti a tím i aplikační možnosti kompozitů závisí nejen na typu a formě plniva, jeho objemovém či hmotnostním podílu v kompozitu, ale i na typu a druhu použité matrice. Z hlediska elektrické vodivosti spadá většina polymerních materiálů do kategorie izolantů resp. dielektrik, jejichž elektrická vodivost je menší než 10^{-14} S/m [1], a tedy jejich chování lze popsat pomocí reálné a imaginární části dielektrické permitivity [2].

Co pojmy „dielektrický“ a „permitivita“ znamenají z jazykového hlediska? Předpona „di“ ve slově dielektrikum značí směr dovnitř, jedná se o označení látek, které jsou po vložení do elektrického pole schopny vytvořit své vlastní pole. Jazykové kořeny slova permitivita lze určit z latiny: „per“ (skrz), „meare“ (plynout) a „mittere“ (posílat).

Epoxidy jsou v současnosti nejrozšířenější používané polymerní matrice pro uhlíková vlákna [3]. Nízká molekulová hmotnost nevytvrzených epoxidových pryskyřic v kapalném stavu vede k vysoké molekulární pohyblivosti během zpracování a díky ní dochází k dobré smáčivosti na povrchu uhlíkových vláken [4]. Epoxidové pryskyřice se vyznačují dobrou houževnatostí, kterou lze dále ovlivnit použitím vhodného plniva. Jako plniva pro tyto matrice lze použít celou řadu materiálů, například na bázi uhlíku, v této studii jsou zvolena krátká recyklovaná uhlíková vlákna. Vybraná epoxidová pryskyřice má nízkou viskozitu, což je výhodné zejména pokud plnivo tvoří krátká vlákna, neboť díky nízké viskozitě dochází k dobré smáčivosti vláken. Pro tvorbu experimentálních vzorků byla použita technologie lití.

Při přípravě dvousložkových kompozitů s plnivem je třeba dobře promíchat plnivo s epoxidovou pryskyřicí. Epoxidová pryskyřice je tvořena dvěma složkami – epoxidem a tvrdidlem. Epoxidová část má vyšší viskozitu, tvrdidlo má nižší viskozitu. Pokud do kompozitu přidáváme plnivo, je z technologického hlediska jednodušší vmíchat plnivo nejprve do tvrdidla, a teprve pak přidat epoxid. Při vyšších koncentracích plniva je nesnadné vmíchat směs tvrdidla s plnivem do epoxidu, míchání pomocí magnetického míchadla není kvůli vysoké viskozitě směsi možné, je třeba míchat manuálně. Proto bylo v práci hledáno řešení, jak usnadnit tuto část přípravy vzorků. Jako možné řešení byla vybrána povrchová úprava vláken. Povrchových úprav uhlíkových vláken je k dispozici celá řada [5-7]. Vzhledem k tomu, že se jednalo o vlákna recyklovaná, bylo nutné do úvah zahrnout i to, aby zvolená úprava byla k vláknům dostatečně „šetrná“, neboť samotný proces recyklace mohl ovlivnit povrch recyklovaných vláken oproti původním uhlíkovým vláknům.

Dalším z požadavků na povrchovou úpravu vláken bylo, aby zvolená úprava „provzdušnila“ krátká vlákna. Vlákna použitá v této studii mají délku 100 μm , jedná se tedy o sypké plnivo ve formě prášku. Tento prášek je dodáván v nádobách, v nichž dochází k sesedání tohoto materiálu. Zároveň by vhodná povrchová úprava měla vylepšit vlastnosti rozhraní mezi vlákny a matricí. Jako ideální se jevila plazmatická úprava vláken. Tento typ úprav byl v literatuře doporučován dokonce i pro vlákna recyklovaná. Altayem [8] a Hooseokem [9] bylo potvrzeno, že působením plazmy dojde k mírnému prohloubení drsnosti povrchu recyklovaných uhlíkových vláken, avšak nedojde k jejich poškození.

Obecně je během procesu působení plazmy povrch recyklovaných uhlíkových vláken vystaven reaktivnímu médiu, které indukují chemické povrchové úpravy s omezenou změnou topografie vláken. Zároveň dochází k začlenění nových povrchových funkčních skupin. Vhodná chemická modifikace povrchů vláken pomáhá zlepšit smáčivost uhlíkových vláken a zároveň umožňuje vznik potřebných kovalentních vazeb mezi vlákny a epoxidovou maticí. Mezi další hlavní účinky patří odstraňování nečistot z povrchů uhlíkových vláken, zvětšení plochy povrchu „mikroreptáním“ a tím zlepšení chemické a fyzikální interakce v mezifázovém rozhraní [10,11].

V této práci byly využity dvě různé plazmatické úpravy. Plazmaticky upravená recyklovaná uhlíková vlákna byla použita jako plnivo v epoxidové matici za stejné koncentrace a výrobních podmínek jako recyklovaná vlákna neupravená.

První typ plazmatické úpravy byl proveden ve spolupráci s firmou Surfacetreatment, která se zabývá přímo plazmatickými úpravami sypaných uhlíkových plniv při mikrovlnné frekvenci. Plazmatická úprava byla provedena pomocí speciální násypky vhodné pro tento druh plniva, působení plazmy trvalo 10 min. Bohužel došlo k rapidnímu zhoršení mechanických vlastností kompozitů plněných vlákny ošetřenými tímto typem plazmatické úpravy. Na SEM snímcích recyklovaných plazmaticky ošetřených uhlíkových vláken byly pozorovány drobné trhliny. Proto byla změněna doba plazmatického působení na 1 min. Po této úpravě již na SEM snímcích vláken nebyly nalezeny žádné destrukce. Zároveň byla navázána spolupráce s katedrou fyziky UJEP, kde byla vyvinuta aparatura pro ošetření práškových plniv při radiofrekvenčním plazmatickém působení. Doba trvání této úpravy byla 30 s. Na SEM snímcích recyklovaných vláken ošetřených radiofrekvenční plazmatickou úpravou nebyly pozorovány žádné defekty. Výsledky měření mechanických vlastností budou publikovány v samostatném článku v časopise Carbon, momentálně probíhá recenzní řízení. Došlo ke zlepšení rázové houževnatosti kompozitů plněných uhlíkovými vlákny při nízkých koncentracích plniva, při vyšších koncentracích plniva nad perkolačním prahem došlo k poklesu rázové houževnatosti, a to u obou typů plazmatických úprav.

Při navrhování kompozitů je třeba najít nejvhodnější metody modelování pro danou aplikaci s přihlédnutím ke specifikaci zvoleného materiálu. V této práci jsou porovnávány modely vhodné pro modelování efektivní permitivity kompozitů složených ze složek s velkým elektrickým kontrastem.

1.1 Dielektrické vlastnosti polymerů

Ve vodičích se elektrony volně pohybují po celém objemu. Pokud vodič není uzemněný, stává se nabitým. Nabitý vodič může být neutralizován připojením k zemi, neboť uzemnění zastupuje nekonečný zdroj. Jestliže je vodič pozitivně nabitý a připojený k zemi, potřebné množství elektronů teče ze země do vodiče nebo naopak, než se vodič stane neutrálním [12].

Izolant či dielektrikum nemůže být neutralizováno uzemněním jako vodiče. Připojením izolantu k zemi se nedosáhne změny proudu elektronů jako u vodičů, proto je pro neutralizaci elektrostatických nábojů na izolantech třeba použít jiné metody. Mezi tyto metody patří zvýšení vlhkosti prostředí, nátěr antistatickým povlakem či použití uhlíkových plniv do polymerů [13].

Působení elektrického pole na materiál může vyvolat tři efekty. Může způsobit pohyb elektronů a iontů v materiálu; při odstranění pole tok ustane, v tomto případě se materiál nazývá elektrickým vodičem, jeho vodivost dosahuje hodnot $> 10^5$ S/m. Zatímco pokud materiál neobsahuje volné nosiče náboje jedná se o izolant, hodnota vodivosti je $< 10^{-14}$ S/m. Pokud je vodivost materiálu v mezích 10^{-8} - 10^5 S/m jedná se o polovodič [12]. Jestliže působení pole vytváří dočasné změny pohybu a posunu nosičů náboje, pak se materiál nazývá dielektrikum [14]. Dielektrikum je obecnější pojem než izolant. Každý izolant je dielektrikem, ale opačně to neplatí.

Dielektrika mají schopnost elektrickou energii ukládat. Vnější elektrické pole přiložené k dielektriku může vyvolat pohyb volných nosičů náboje. Jestliže vlivem elektrického pole dochází k posunu vázaných nosičů náboje, jedná se o polarizaci dielektrika. Tento posun může nastat jak u molekul a atomů, tak u elektronů, nejčastěji nastává ve všech případech současně a je velmi závislý na frekvenci pole.

Během polarizace dielektrika dochází na elektrodách k hromadění nábojů, které jsou zde vázány a nezvětšují vnější pole. Polarizací dochází k indukci elementárních elektrických dipólů, udržení a vytvoření těchto dipólů způsobuje vnější zdroj. Dielektrikum v podstatě vytváří kondenzátor s určitou kapacitou C [F]. Dielektrika jsou obvykle používána ve vrstvách o malé tloušťce, pro jejich popis je proto ideální deskový kondenzátor.

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_{eff} \frac{S}{h} \quad (1.1.)$$

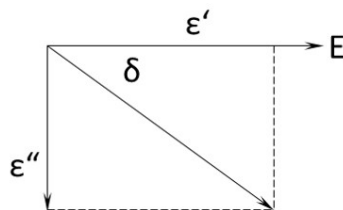
kde ε_0 je permitivita vakua $\varepsilon_0 = 8,854 \times 10^{-12}$ F/m, ε_{eff} je efektivní permitivita, h [m] je tloušťka vzorku a S [m²] plocha vzorku.

Komplexní permitivita a dielektrické ztráty

Dielektrikum se chová rozdílně ve střídavém a stejnosměrném poli, proto je i jiný matematický popis dějů, které v něm probíhají. Pokud na dielektrikum působí střídavé pole, mění se jeho elektrická indukce a polarizace periodicky s časem. Vzhledem k intenzitě elektrického pole jsou tyto veličiny fázově zpožděny, pak formulujeme frekvenčně závislou komplexní permitivitu jako:

$$\varepsilon(j\omega) = \varepsilon'(j\omega) - j\varepsilon''(j\omega) = \varepsilon_0(\varepsilon'_r - j\varepsilon''_r) \quad (1.2.)$$

kde ε' je reálná a ε'' je imaginární část permitivity. Reálná permitivita odpovídá relativní permitivitě a imaginární část vyjadřuje ztráty. Reálná permitivita zobrazuje, kolik energie vnějšího elektrického pole je uloženo v dielektriku, reprezentuje kapacitní chování kondenzátoru. Vlivem střídavého pole dochází v dielektriku k pohybu volných a k posunu vázaných nábojů. Energie elektrického pole se mění v kinetickou energii, částečně se mění v teplo. Vzhledem k tomu, že se toto teplo nijak nevyužívá, je považováno za ztráty. Snahou vývoje nových materiálů je co nejvíce tyto ztráty eliminovat.



Obr. 1.1. Vektorové znázornění komplexní permitivity [15]

Imaginární část permitivity je vždy >0 a je obvykle mnohem menší než reálná složka, reprezentuje energii spotřebovanou během periody při orientaci dipólů. U nepolárních dielektrik jsou obě složky permitivity vlivem elektronové polarizace málo frekvenčně závislé. U polárních dielektrik jsou tyto závislosti vlivem frekvence komplikovanější, neboť zde působí orientační dipólová polarizace zahrnující vliv struktury. Pro ztrátový úhel platí:

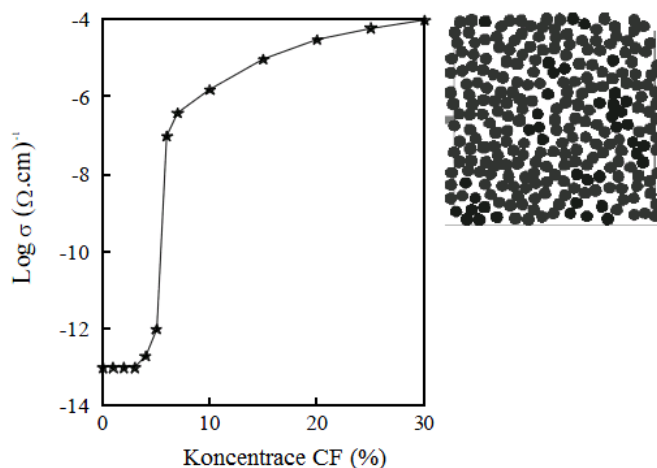
$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (1.3.)$$

Na obrázku 1.1 jsou zobrazeny vzájemné poměry ztrátového úhlu a reálné a imaginární permitivity. Ztrátový úhel vyjadřuje množství energie přeměněné v teplo, v ideálním dielektriku je roven nule [14]. Ztrátový úhel zahrnuje účinky dielektrické ztráty a vodivosti. Vztah vodivosti σ a ztrátového úhlu $\tan \delta$ můžeme vyjádřit pomocí:

$$\tan \delta = \frac{\sigma}{2\pi f \epsilon_0 \epsilon_r} \quad (1.4.)$$

Perkolační práh

Perkolace je spjata s heterogenními systémy. Pojem „percolate“ znamená protékat. Pokud jsou objemové koncentrace disperze nízké, je vzdálenost mezi částicemi plniva nedostatečná na to, aby došlo k jejich propojení a vytvoření elektrovedivé sítě. S rostoucím množstvím plniva se vzdálenost mezi částicemi plniva zmenšuje a k přenosu elektrického náboje může docházet prostřednictvím přeskokového mechanismu (viz. Obr. 1.2), což samozřejmě záleží na mikrostruktuře materiálu.



Obr. 1.2 Perkolační teorie [16]

1.2 Vybrané numerické modely stanovení permitivity

Predikce pomocí směšovacích pravidel

Pro predikci mechanických vlastností kompozitu jsou využívány modely, které využívají pro modelování idealizovanou představu o strukturním uspořádání jednotlivých složek, a to v paralelním či sériovém vzájemném uspořádání [17]. Toto uspořádání je u reálného kompozitního materiálu nereálné, neboť zahrnuje velké množství zjednodušujících předpokladů, jako např. dokonale rovnoměrné uspořádání vláken. Pro modelaci elektrických a dielektrických vlastností je obvykle používáno logaritmické směšovací pravidlo, jehož tvar je:

$$\varepsilon^n = e^{n \ln \varepsilon} = 1 + \frac{n \ln \varepsilon}{1!} + \frac{(n \ln \varepsilon)^2}{2!} + \frac{(n \ln \varepsilon)^3}{3!} + \dots, \text{ pro } n \rightarrow 0, n \gg n^2 \quad (1.5.)$$

$$\varepsilon_i^n = 1 + n \ln \varepsilon_i \Rightarrow \varepsilon^n = \sum_i \varepsilon_i^n v_i \quad (1.6.)$$

$$1 + n \ln \varepsilon = \sum_i (1 + n \ln \varepsilon_i) v_i = \sum v_i + \sum_i n v_i \ln \varepsilon_i \quad (1.7.)$$

$$\ln \varepsilon = \sum_i v_i \ln \varepsilon_i \quad (1.8.)$$

Kde n je parametr mísení a platí ($n = 0$ pro logaritmické pravidlo).

Predikce permitivity pomocí základního Maxwell Garnettova modelu

Maxwell Garnettův (MG) model je nejpoužívanější model pro elektromagnetické vlastnosti kompozitů s poměrně malými rozměry plniva [18-22]. Předpokladem pro použití MG je linearita dvousložkového materiálu (ani rozměry, ani chování plniva nezávisí na intenzitě aplikovaného elektromagnetického pole) a zároveň velikost plniva musí být menší než vlnová délka použitá při měření. Pokud se jedná o vodivé částice, je tento model platný pod perkolačním prahem. Tento model předpokládá izotropní matici a izotropní plnivo. Tvar plniva je aproximován koulí.

Pokud je kompozit tvořen plnivem s permitivitou ε_i a homogenní maticí o permitivitě ε_m , lze predikovat efektivní permitivitu ε_{eff} tohoto kompozitního materiálu pomocí následujícího vztahu [18]:

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_m + 3v_i \varepsilon_m \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_m}{\varepsilon_i + 2\varepsilon_m - v_i(\varepsilon_i - \varepsilon_m)} \quad (1.9.)$$

Predikce permitivity pomocí rozšířeného Maxwell Garnettova modelu

Rozšířený (aproximovaný) tvar Maxwell Garnettova modelu (dále označován jako MGA) je vhodný pro frekvenčně závislé dielektrické vlastnosti plniva a matrice v izotropním kompozitu s náhodným rozdělením plniva [18] a zároveň plnivo je ve vzdálenostech větších, než jsou jeho rozměry a tvar plniva je aproximován pomocí různých typů geometrie.

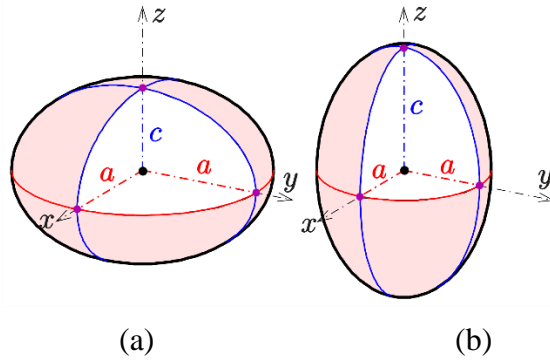
Ve skutečnosti je nereálné, aby plnivo mělo dokonalé tvary elipsoidu nebo sféroidu, takže pro jakýkoli reálný tvar je zapotřebí aproximace. Pokud lze tvar plniva aproximovat pomocí náhodně orientovaných elipsoidů, pak platí v obecné formě [23, 24]:

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_m + \varepsilon_m \frac{\frac{v_i}{3} \sum_{j=x,y,z} \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_m}{\varepsilon_m + N_j(\varepsilon_i - \varepsilon_m)}}{1 - \frac{v_i}{3} \sum_{j=x,y,z} \frac{N_j(\varepsilon_i - \varepsilon_m)}{\varepsilon_m + N_j(\varepsilon_i - \varepsilon_m)}} \quad (1.10.)$$

Rozšířený MGA model zahrnuje poměr stran plniva pomocí depolarizačních faktorů $N_{x,y,z}$ spjatých s polarizovatelností. Pro faktory depolarizace platí:

$$N_x + N_y + N_z = 1 \quad (1.11.)$$

Vztah pro depolarizační faktor podle Kolenditsey



Obr. 1.3 Sféroidy: (a) zploštělý rotační, (b) protáhlý rotační [28]

Geometrie plniva ovlivňuje výsledné vlastnosti kompozitů tvořených maticí s tímto plnivem. V této práci byla použita krátká recyklovaná uhlíková vlákna. Důležitou charakteristikou textilních vláken je tvarový součinitel α (= aspektní poměr). V textilní oblasti je tento součinitel nazýván štíhlostí vláken [25], je vyjádřen podílem délky vláken l [m] a jejich průměrem d [m].

$$\alpha = \frac{l}{d} \quad (1.12.)$$

Za splnění předpokladů $c > (a_x = a_y)$, tak $\ln(c/a) > 1$ lze tvar vlákna aproximovat jako protáhlý sféroid, pak depolarizační faktor N_z můžeme s využitím aspektního poměru (1.12.) vyjádřit jako níže uvedený vztah podle Kolenditsey [24]:

$$N_z = \frac{1}{2} \frac{\ln\left(\frac{\alpha + \sqrt{\alpha^2 - 1}}{\alpha - \sqrt{\alpha^2 - 1}}\right) \alpha - 2\sqrt{\alpha^2 - 1}}{(\sqrt{\alpha^2 - 1})^3} \quad (1.13.)$$

Vztah pro depolarizační faktor podle Balzana

Za splnění předpokladů $c > a$, tak pro parametr N_z , platí podle Balzana [26](obr. 1.3. b):

$$N_z = \left(\frac{a}{c}\right)^2 \ln \frac{c}{a} \quad (1.14.)$$

Jestliže platí, že délka vláken $l = 2c$ a pro poloměr vláken platí $r = a$, respektive pro průměr vláken pak platí $d = 2a$ a depolarizační faktor N_z můžeme s využitím vztahu (1.12.) vyjádřit jako:

$$N_z = \left(\frac{d}{l}\right)^2 \ln(\alpha) \quad (1.15.)$$

MGA podle Rosy

Pro konkrétní případ krátkých vláken s permitivitou ε_f , objemovým podílem vláken v_f a za předpokladu aproximace protáhlého sféroidu dostáváme podle Rosy [27].

$$\varepsilon_{eff} = \varepsilon_m + \frac{\frac{v_f(\varepsilon_f - \varepsilon_m) \left[\frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_m + \varepsilon_f} + \frac{\varepsilon_f}{\varepsilon_m + N_z(\varepsilon_f - \varepsilon_m)} \right]}{3}}{1 - \frac{v_f(\varepsilon_f - \varepsilon_m)}{3} \left[\frac{1}{\varepsilon_m + \varepsilon_f} + \frac{N_z}{\varepsilon_m + N_z(\varepsilon_f - \varepsilon_m)} \right]} \quad (1.16.)$$

Určení prahu perkolace

Perkolační objemový podíl plniva ve formě krátkých uhlíkových vláken Balzano a kol. [26] definuje empirickým vztahem vycházejícím z geometrie plniva.

$$v_p = 4,5 \frac{d}{l} = \frac{4,5}{\alpha}, \text{ kde } k=4,5 \quad (1.17.)$$

Pak k je koeficient pro stanovení perkolačního prahu.

2 Cíle disertační práce

V této práci jsou analyzovány změny dielektrických vlastností epoxidového kompozitu plněného recyklovanými uhlíkovými vlákny v širokém koncentračním rozmezí. Hlavním cílem bylo studium změny dielektrických vlastností kompozitů v závislosti na objemovém a hmotnostním podílu recyklovaných uhlíkových vláken, dále byl studován vliv plazmatických úprav těchto vláken na změnu dielektrických vlastností kompozitů a analyzována použitelnost těchto úprav pro zlepšení vlastností standardního kompozitu vyztuženého recyklovanými uhlíkovými vlákny.

Impulsem k zahájení vývoje nového kompozitního materiálu určeného pro povrchovou úpravu součástí pracovních zařízení byl problém vznikající při výrobě kompozitních dílů s obsahem uhlíkových vláken ve firmě Havel composites. Při používání kompozitních dílů tvořených lamináty z uhlíkových tkanin docházelo k nabíjení těchto konstrukcí. Proto bylo navrženo následující řešení: opatření těchto dílů povrchovou vrchní vrstvou tvořenou epoxidovou pryskyřicí. Jestliže je vrstva tvořena pouze pryskyřicí, může být náchylná k poškození. Pokud ale do této vrstvy přidáme jako aditivum uhlíkové plnivo, např. ve formě krátkých vláken, zvýší se rázová houževnatost takové vrstvy a zároveň dojde ke svodu elektrostatického náboje. Jedním z cílů předkládané disertační práce tak bylo navrhnout a otestovat nový kompozitní materiál na bázi epoxidu plněný recyklovanými uhlíkovými vlákny a zároveň vytvořit prakticky

použitelný model predikování dielektrických vlastností těchto kompozitů vhodný pro průmyslovou praxi.

Pro základní navrhování kompozitů jsou obecně využívána obecná směšovací pravidla využívající idealizovanou geometrii kompozitního systému [17]. Tato pravidla však nezohledňují rozdílné tvary plniva či různé rozložení složek kompozitu. Pokud chceme získat reálnější informace o chování heterogenních materiálů, je třeba použít sofistikovanější predikční modely. V této práci proto byly vedle různých měřících metod porovnávány predikční modely, které tvar plniv zohledňují a zároveň jsou využitelné v průmyslové praxi.

Dílčí cíle disertační práce je možné rozdělit do následujících okruhů:

- Návrh a příprava kompozitních vzorků v širokém koncentračním rozmezí, tvořených epoxidovou maticí a krátkými recyklovanými uhlíkovými vlákny.
- Experimentální analýza dielektrických vlastností dvousložkového kompozitu tvořeného recyklovanými uhlíkovými vlákny v rozsáhlém frekvenčním pásmu.
- Experimentální ověření vhodnosti použití plazmatických úprav povrchu recyklovaných uhlíkových vláken s ohledem na praktické využití těchto úprav.
- Validace vhodných modelů predikujících efektivní permitivitu kompozitních materiálů sestávajících ze dvou samostatných materiálových složek, dielektrické matrice a vodivého plniva tvořeného krátkými recyklovanými uhlíkovými vlákny.
- Stanovení praktické analytické metody pro modelování efektivní permitivity kompozitů složených ze složek s velkým dielektrickým kontrastem.

3 Popis vlastního řešení

Při vývoji nového kompozitního materiálu určeného pro povrchovou úpravu součástí pracovních zařízení ve firmě Havel composites bylo nutné zvolit takový materiál, který by eliminoval statický náboj u dílů tvořených lamináty z uhlíkových tkanin. Jako řešení bylo zvoleno opatření těchto dílů povrchovou vrstvou tvořenou epoxidovou pryskyřicí s plnivem. Vzhledem k tomu, že epoxidová pryskyřice je izolátorem, je třeba jako plnivo zvolit takový materiál, který je schopen svod elektrostatického náboje zajistit. V praxi není možné testování celé řady vhodných plniv, je třeba zvolit co nejjednodušší přístup, tedy reálně použitelný model predikování dielektrických vlastností těchto kompozitů.

Uvažujeme-li o dvoufázové směsi, kde permitivita matrice je ϵ_m a permitivita vláken je ϵ_f , pak meze, které nelze překročit, jsou dány:

$$\min\{ \epsilon_m, \epsilon_f \} \leq \epsilon_{\text{eff}} \leq \max\{ \epsilon_m, \epsilon_f \} \quad (3.1.)$$

Po dosažení konkrétních hodnot platných pro tento experiment uvedených v [15] a [29], získáváme:

$$\min\{ 5, 4500 \} \leq \epsilon_{\text{eff}} \leq \max\{ 5, 4500 \} \quad (3.2.)$$

Po dosažení hodnot permitivit uhlíkových vláken a matrice v konkrétním případě tohoto experimentu, dostáváme dielektrický kontrast $\frac{\epsilon_f}{\epsilon_m}=900$.

Důležitým parametrem při specifikaci kompozitních vzorků je poměr mezi velikostí plniva a vlnové délky použitého pole. Pokud je tento poměr mnohem menší než jedna, lze plnivo považovat za homogenní [18]. Anizotropní struktura vláken je tedy dále zanedbána.

Předpoklad perkolačního prahu – návrh kompozitního systému

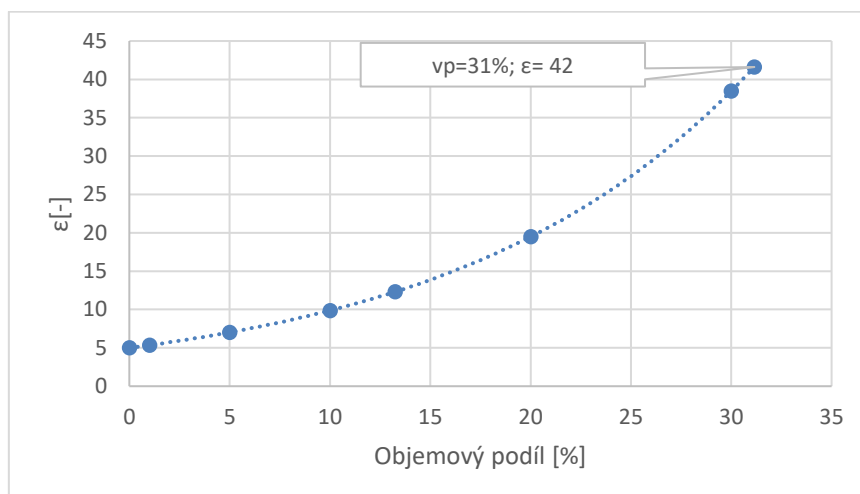
V této studii jsou použita krátká recyklovaná uhlíková vlákna na bázi PAN o délce $l = 100 \mu m$ a průměru vláken $d = 7 \mu m$, platí $l > d$ a aspektní poměr je $a = 14,29$.

Podle Balzana je pro určení perkolačního prahu polymerních kompozitů plněných uhlíkovými vlákny doporučen empirický vztah (1.17.) Jestliže do tohoto vztahu dosadíme rozměry průměru a délky vláken použitých v tomto experimentu, dostáváme hodnotu perkolačního prahu:

$$v_p = 31 \% \text{ objemových}$$

Pokud je pro výpočet průběhu efektivní permitivity v oblasti koncentrace plniva do perkolačního prahu použito logaritmické směšovací pravidlo, vidíme z obr. 3.1, že při objemovém podílu vypočteném podle vztahu Balzana, by měla očekávaná permitivita kompozitu dosahovat hodnoty: $\epsilon = 42$.

Predikce hodnot permitivity pilotních kompozitních vzorků je založena na použití vztahů (1.5.-1.8.), kde dosadíme hodnoty permitivit pro studovanou epoxidovou matrici ϵ_m a pro uhlíková vlákna ϵ_f , v mezích uvedených ve vztazích (3.1.-3.2.), získáváme údaje uvedené v obr. 3.1. Nevýhodou logaritmického směšovacího pravidla je to, že stejným způsobem popisuje kompozitní systémy s jinou geometrií a rozložením složek, pro základní orientaci je však dostačující.



Obr. 3.1 Návrh efektivní permitivity studovaného kompozitu pro různé hmotnostní koncentrace pomocí logaritmického směšovacího pravidla

4 Použité metody

Při měření dielektrických vlastností byl kladen důraz na zajištění vhodných kontaktů mezi elektrodami a kompozitním vzorkem, proto byl povrch vzorků opatřen nátěrem vodivou stříbrnou pastou. Pro měření kapacity, ztrátového úhlu a proudu byly vzorky opatřeny oboustranným nátěrem stříbrnou vodivou pastou.

Vzhledem k povaze měření při rozdílných frekvencích, bylo třeba zvolit různé metodiky a přípravky pro měření. Experiment při vyšších frekvencích bylo nutné provádět pomocí koaxiálních kabelů a v odstíněném kovovém boxu. Měřicí přístroje používané při experimentech jsou specifikovány v disertační práci v PŘÍLOZE 2.

Všechna měření byla prováděna při klimatických podmínkách 20 ± 2 °C a relativní vlhkosti 40 ± 2 %. Před měřením byly vzorky klimatizovány po dobu 24hod.

DC vodivost

Charakteristiky stejnosměrného proudu DC byly měřeny elektroměrem Keithley 6514 [30], v laboratoři katedry fyziky TUL, na vzorcích typu II, pro měření byl použit čtyřvodičový přípravek. Na zdroji Statron 3241.5 bylo nastaveno napětí U [V] určené podle tloušťky h [m] vzorku ze vztahu:

$$U = E_C h \quad (4.1.)$$

tak, aby při všech měřeních a u všech vzorků (typ II) působilo stejné pole $E_C = 50$ V/mm. Na ampérmetru byla odečtena hodnota proudu, pomocí Ohmova zákona pak vypočítán odpor a následně pak vodivost σ_{DC} [S/m]:

$$\sigma_{DC} = \frac{I_4 h}{U \pi a_1^2} \quad (4.2.)$$

Efektivní permitivita

K nepřímému měření permitivity byly při frekvenci 100 Hz použity tři metody:

Metoda A

Měření bylo uskutečněno pomocí RCL metru INSTRON LCR821 [31] na vzorcích typu II, na pracovišti katedry fyziky FP. Na kompozitní vzorky byly elektrody o průměru 2,5cm naneseny pomocí stříbrné vodivé pasty, pro měření byl použit čtyřvodičový přípravek.

Metoda B

Experiment byl realizován pomocí impedančního analyzátoru AGILENT 4294 [32], na prstencových vzorcích (typ III), které byly vysoustružené z kompozitních dílů, elektrody byly naneseny pomocí stříbrné vodivé pasty po celé ploše vzorků, pro měření pomocí čtyřvodičové metody byl použit kovový odstíněný box. Realizace měření proběhla na pracovišti katedry fyziky FP.

Metoda C

Měření bylo provedeno pomocí analyzátoru Keysight E5061B [33] s koaxiálním testovacím přípravkem určeným pro dielektrický materiál – Keysight 16453A, na pracovišti Fyzikálního ústavu v Praze, na vzorcích typu III.

Povrchový odpor a povrchová vodivost

Doposud uvedené vztahy pro elektrickou vodivost se týkaly vodivosti objemové, jestliže se jedná o pevné dielektrikum, je třeba zmínit i povrchovou elektrickou vodivost. Povrchovou vodivost lze definovat pomocí výrazu:

$$\sigma_s = \frac{I_p}{E} \quad (4.3.)$$

Kde I_p [A/m] je proud tekoucí po povrchu dielektrika připadající na jednotku délky elektrody, E [V/m] je intenzita elektrického pole.

Rozdělení materiálů z hlediska normy ČSN EN 61340:

- elektrostaticky vodivý: materiál, jehož povrchový odpor je $\geq 10^2$ a $< 10^5 \Omega$,
- elektrostaticky disipativní: materiál, jehož povrchový odpor je $\geq 10^5$ a $< 10^{11} \Omega$,
- izolant: materiál, jehož povrchový odpor je $\geq 10^{11} \Omega$.

Stanovení dielektrických vlastností kompozitu ve střídavém poli

Dielektrické vlastnosti při frekvenčním rozsahu 100Hz-5MHz zahrnující frekvenční závislost kapacity C a ztrátového úhlu $\tan \delta$ byly měřeny pomocí impedančního analyzátoru AGILENT 4294. Použité byly vzorky typu III, čtyřvodičový přípravek byl umístěn v kovovém odstíněném boxu. Reálná část permitivity ε' byla dopočtena pomocí vztahu (1.1.) Imaginární část permitivity ε'' byla získána ze vztahu (1.3.). Pro vodivost pak platí, že:

$$\sigma_{AC} = 2\pi f \varepsilon_0 \varepsilon'' \quad (4.4.)$$

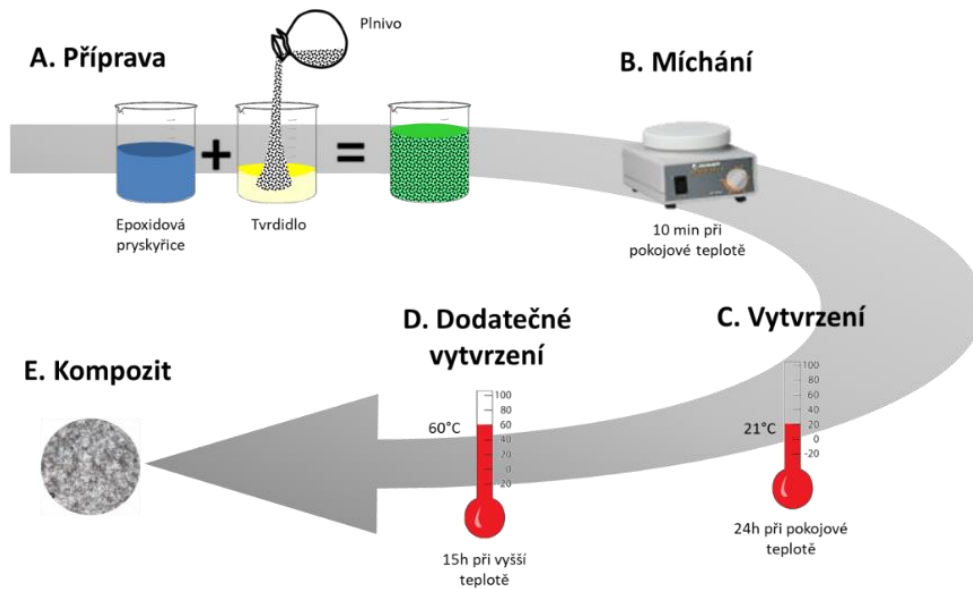
Fotografie vzorků obsahuje PŘÍLOHA 1 disertační práce.

Experimentální určení perkolačního prahu

Vzhledem k tomu, že experimentální určení perkolačního prahu se nepodařilo naměřit na pracovištích, které má TUL k dispozici, bylo realizováno na pracovišti Fyzikálního ústavu v Praze. Nízkofrekvenční komplexní dielektrická permitivita a AC vodivost byly měřeny při frekvenčním rozsahu od 0,01Hz do 1MHz. Měřeno bylo pomocí vysoce výkonného frekvenčního analyzátoru Novocontrol Alpha-AN. Ve vysokofrekvenčním rozsahu od 100 kHz do 1 GHz byla dielektrická spektra měřena pomocí síťového analyzátoru Keysight E5061B s koaxiálním testovacím přípravkem na koaxiální dielektrický materiál Keysight 16453A. Na tomtéž pracovišti v rozsahu MW (200MHz - 5GHz) byly vzorky (typ I) charakterizovány otevřenou koaxiální sondou Agilent 85070 pomocí vektorového síťového analyzátoru Agilent E8364B.

5 Původní výsledky

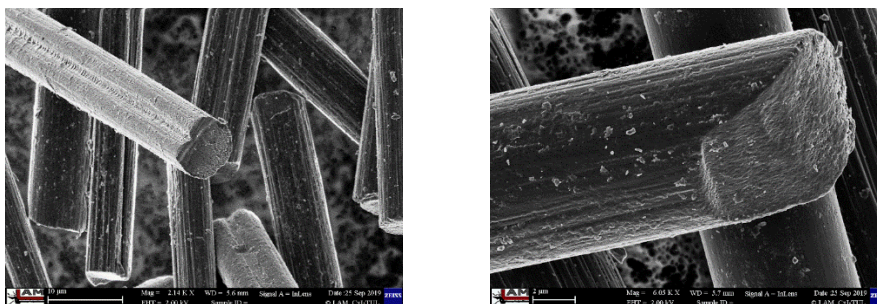
Jak bylo uvedeno už v úvodní části práce, matrice kompozitu byla tvořena dvousložkovou epoxidovou pryskyřicí, jako plnivo byla použita recyklovaná uhlíková vlákna. Byla vyrobena série vzorků z epoxidové pryskyřice L 285 a tvrdidla H 508, míchací poměr 100 : 40 ± 2 dle hmotnosti [34].



Obr. 5.1 Schéma přípravy kompozitů

Pro experiment byla použita krátká sekaná recyklovaná uhlíková vlákna s průměrem $7,0 \pm 0,3 \mu\text{m}$ a střední délkou $100 \pm 9 \mu\text{m}$ [35]. Prekurzorem těchto vláken byl PAN. Protože vlákna byla recyklována, neobsahovala žádný sizing.

SEM snímky recyklovaných uhlíkových vláken při různém zvětšení jsou uvedeny na obr. 5.2 Vidíme, že mezi recyklovanými vlákny jsou dva druhy původních uhlíkových vláken, jsou zastoupené dvěma typy průřezů, přesně kruhovým a částečně fazolovitým, což je dáno způsobem zvláknování původní suroviny PAN. Zároveň je na vláknech přítomno poměrně velké množství nečistot, jsou to pravděpodobně úlomky vláken vzniklé během recyklačního procesu.



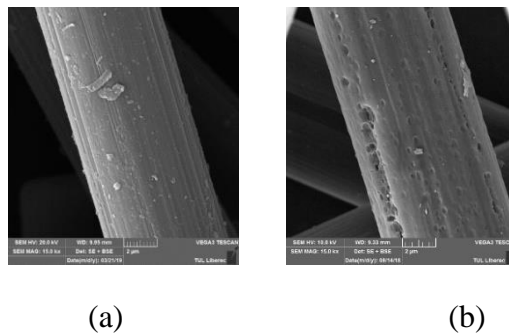
Obr. 5.2 Mikroskopické snímky použitých vláken

5.1 Plazmatické úpravy recyklovaných uhlíkových vláken

V této práci jsou analyzovány dva typy plazmatických úprav. U obou typů úprav je použit stejný tlak (100 Pa), avšak liší se dobou působení úpravy a použitou frekvencí.

Mikrovlnná plazmatická úprava (MW)

Mikrovlnná plazmatická úprava recyklovaných uhlíkových vláken byla realizována ve firmě Surfacetreatment. Plazma bylo generováno za působení – kyslíku 200 sccm a vodíku 50 sccm mikrovlnným zdrojem o výkonu 100 W při tlaku 100 Pa. materiálu po dobu 10 min. U vláken ošetřených po dobu 10 min. docházelo k destruktivním změnám jejich povrchu, jak je vidět z obr. 5.3. Na nebezpečí možného vzniku lokálních štěrbin upozorňuje i Donnet [36]. Na základě pilotní série vzorků obsahující tato plazmaticky upravená recyklovaná uhlíková vlákna, kdy došlo u všech kompozitních vzorků plněných plazmaticky upravenými vlákny ke zhoršení hodnot mechanických vlastností, byla zhotovena nová série plazmaticky upravených vláken, kdy byl čas úpravy snížen na 1 min. U vláken ošetřených po dobu 1 min. se již viditelné změny povrchu vláken nevyskytovaly.

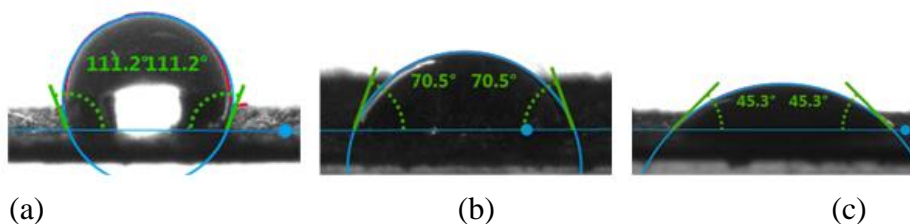


Obr. 5.3 SEM snímky recyklovaných uhlíkových vláken: (a) bez plazmatické úpravy, (b) s plazmatickou úpravou aplikovanou při mikrovlnné frekvenci po dobu 10min.

Radiofrekvenční plazmatická úprava (RF)

Tato úprava vláken byla realizována pomocí aparatury sestavené na katedře fyziky Univerzity J.E.Purkyně. Pracovní plyn (vzduch) proudil do reaktoru v jeho spodní části a prášek byl fluidizován, použitý tlak byl 100 Pa, RF frekvence. Průtok vzduchu byl 150 sccm.

Na vybraných plazmaticky upravených uhlíkových vláknech bylo provedeno měření smáčivosti, viz. Obr. 5.4. Jak lze vidět, že recyklovaná uhlíková vlákna vykazují hydrofobní chování, které se vlivem obou typů plazmatických úprav mění na hydrofilní.



Obr. 5.4 Měření kontaktního úhlu vody: (a) recyklovaných uhlíkových vláken, (b) plazmaticky upravených recyklovaných uhlíkových vláken po působení plazmy při mikrovlnné

frekvenci, doba ošetření 1 min., (c) plazmaticky upravených recyklovaných uhlíkových vláken po působení plazmy při rádiové frekvenci, doba ošetření 30s.

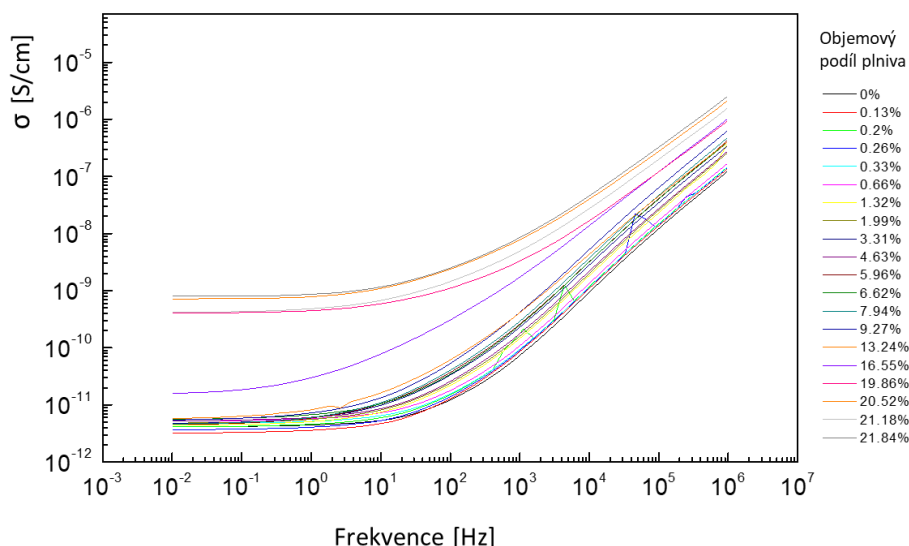
Přehled studovaných vzorků – objemový a hmotnostní podíl

Kompozitní vzorky zhotoveny v 0-33% hmotnostních koncentracích. Vzorky byly vytvořeny jednak z recyklovaných uhlíkových vláken, jednak z recyklovaných uhlíkových vláken plazmaticky upravených. Rozsah koncentrací byl původně zvolen s ohledem na předpokládaný perkolační práh. To odpovídá hodnotě 31 % objemových, což je 47 % hmotnostních. Během přípravy vzorků bylo zjištěno, že při vyšších koncentracích (nad 10 % hmotnostních), nelze použít pro vmíchání vláken s tvrdidlem do epoxidu magnetické míchadlo kvůli vysoké viskozitě vzniklé směsi, a je nutné míchat manuálně. Zároveň při vyšším množství plniva již materiál natolik zhoustl, že jej nebylo možné míchat ani manuálně. Maximální zhotovená koncentrace kompozitních vzorků tedy byla 33 % hmotnostních.

U série vzorků plněných plazmaticky upravenými recyklovanými uhlíkovými vlákny byla příprava snazší. Oba dva typy aplikovaných plazmatických úprav usnadnili manipulaci s plnivem natolik, že směs tvrdidla, vláken a epoxidu bylo možné míchat pomocí magnetického míchadla až do 20 % hmotnostních.

5.2 Experimentální určení perkolačního prahu

Perkolační hodnota pro testované kompozitní vzorky byla stanovena na základě směšovacího pravidla, kde pro koncentraci AC vodivosti při 0,01Hz (což odpovídá DC vodivosti) byl vypočten objemový podíl uhlíkových vláken $v_p = 13,24$ % objemových.



Obr. 5.5 AC vodivost kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny v širokém frekvenčním pásmu

Z Obr. 5.5 je patrné dielektrické plató u všech koncentrací vzorků v oblasti nízkých frekvencí 0,01-1Hz. Při nízké koncentraci plniva se vodivost při velmi nízkých frekvencích zvyšuje

velmi pomalu. V oblasti koncentrace, kdy objemový podíl je menší než perkolační, se mění pomalu, hodnoty vodivosti kompozitu se blíží k hodnotám čisté matrice bez plniva. Ale na začátku prahové hodnoty perkolace se vodivost prudce zvyšuje. Střídavá vodivost je úměrná imaginární složce permitivity, se vzrůstající frekvencí roste, což je způsobeno příspěvkem polarizačního proudu a až po jeho vymizení zůstává příslušný vodivý proud (stejněsměrná vodivost daná plató oblastí).

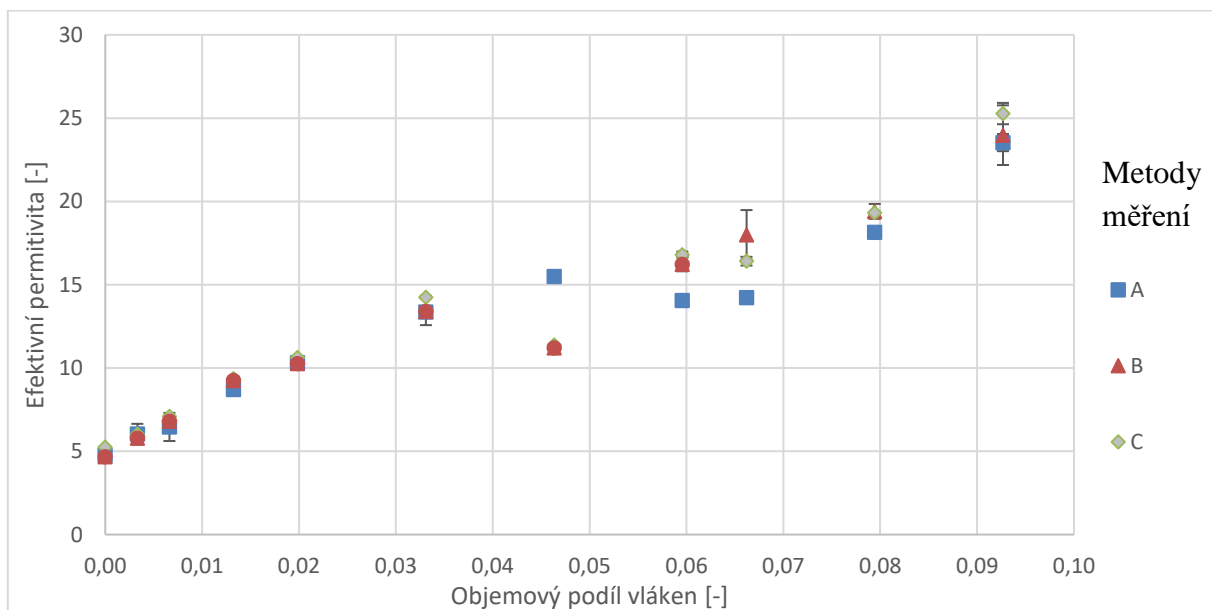
Jak je uvedeno výše, experimentálně byl perkolační práh stanoven na 13,24 % objemových (což odpovídá 20 % hmotnostních), pro určení perkolačního prahu je tedy v případě tohoto experimentu třeba upravit Balzanův empirický vztah (1.17.) na:

$$v_p = \frac{1,9}{\alpha}, \text{ kde } k=1,9 \quad (5.1.)$$

5.3 Výsledky dielektrických vlastností měřených ve statickém poli

Efektivní permitivita

Níže uvedené naměřené hodnoty efektivní permitivity jsou uvedeny pro koncentraci plniva do perkolačního prahu, a to s ohledem na to, aby je bylo možno v následující části porovnat s prediktivními modely, které jsou platné jen pro oblast do perkolačního prahu.



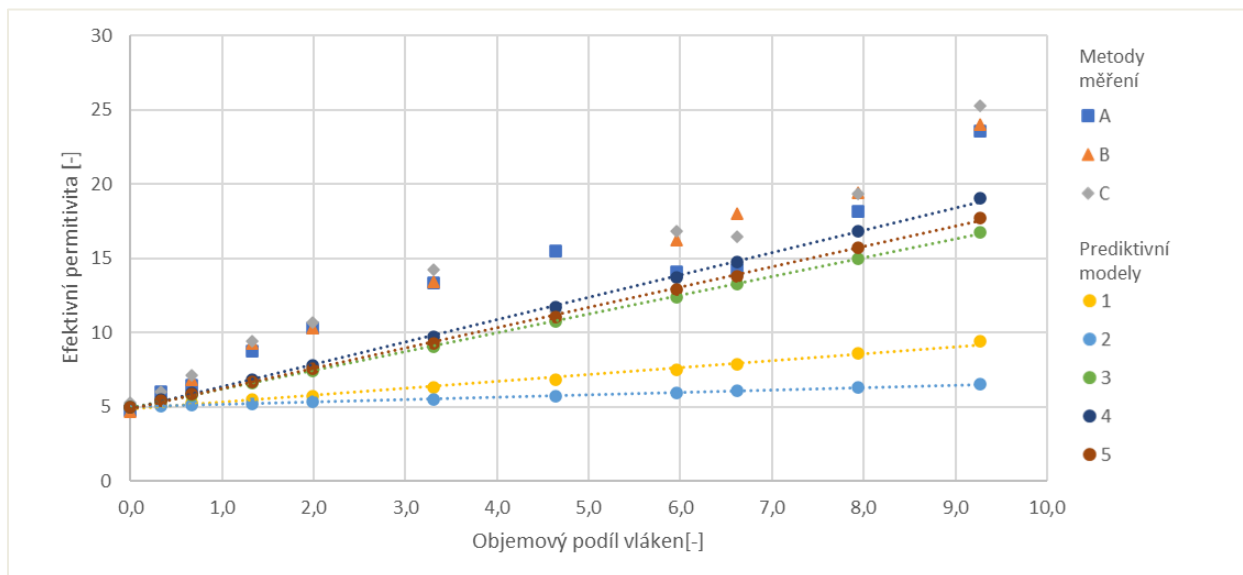
Obr. 5.6 Porovnání naměřených výsledků efektivní permitivity získané pomocí metod A, B, C

Závislosti efektivní permitivity na objemovém podílu plniva byly aproximovány pomocí dvou funkcí: lineární a exponenciální. Výpočty jsou uvedeny v disertační práci v PŘÍLOZE 3. Porovnáme-li rovnice jednotlivě pro všechny tři metody A, B, C. Lze usoudit, že jednotlivé závislosti je vhodné popsat lineární regresní rovnicí, a to u všech realizovaných metod měření.

5.4 Validace predikčních modelů efektivní permitivity s experimentálně získanými daty pomocí metod A, B, C

- K nepřímému měření permitivity byly při frekvenci 100 Hz použity tři metody (A, B, C).
- Pro porovnání vypočtených hodnot efektivní permitivity získaných pomocí jednotlivých měřících metod, byly vybrány následující predikční modely:

1. logaritmický, pro nějž platí vztahy (1.5.-1.8.),
2. základní Maxwell Garnettův (MG), pro nějž platí vztah (1.9.),
3. rozšířený Maxwell Garnettův (MGA), s použitím polarizačního faktoru podle Kolenditsey, pro nějž platí vztahy (1.10.) a (1.13.),
4. rozšířený MGA podle Rosy, s použitím polarizačního faktoru podle Balzana pro nějž platí vztahy (1.16.) a (1.15.),
5. rozšířený MGA, aproximace polarizačního faktoru podle Balzana, pro nějž platí vztahy (1.10) a (1.15.)



Obr. 5.7 Porovnání naměřených a predikovaných hodnot efektivní permitivity kompozitních vzorků

Z obr. 5.7 vyplývá, že data získaná pomocí experimentálního nepřímého měření jsou si velmi blízká, nejvíce se k nim blíží predikční model 4, což je model podle Rosy.

Povrchová vodivost

Povrchovou vodivost dielektrik způsobují svým pohybem volné nosiče náboje pohybující se po povrchu vzorků. Volné nosiče náboje vznikají zejména štěpením molekul nečistot nacházejících se na povrchu vzorku, tento proces zesiluje možná adsorpce vlhkosti. Při analýze povrchové vodivosti je tedy nutné ve zvýšené míře dbát na dodržení klimatických podmínek při měření.



Obr. 5.8 Povrchový odpor kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny

Na obr. 5.8 lze pozorovat perkolační práh, který není tak výrazný jako u vodivosti, respektive odporu objemového.

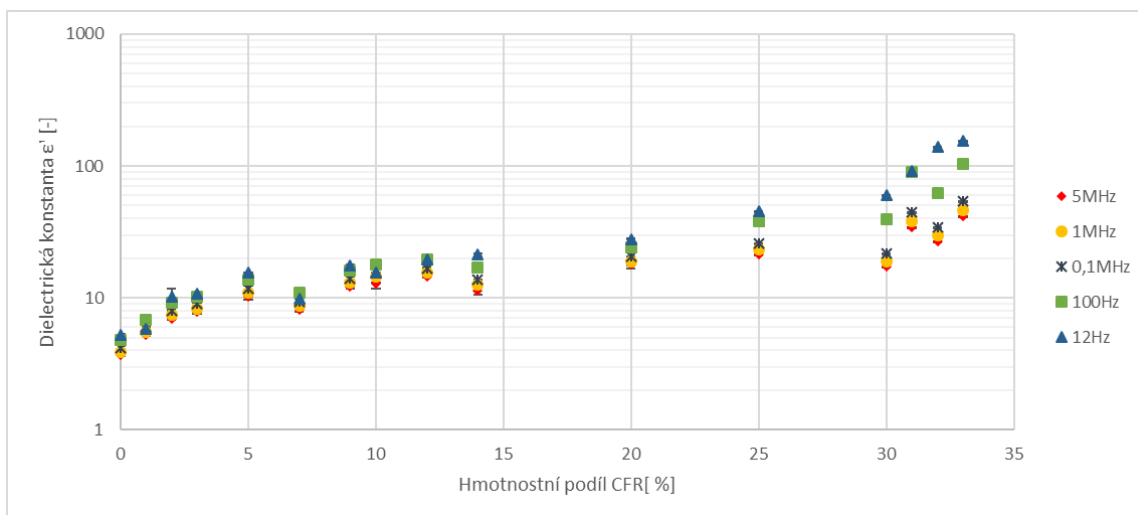
Nejmenší experimentálně získaná hodnota povrchového odporu kompozitních vzorků je $\rho_s = 2,84 \cdot 10^{11} \Omega$, a to u vzorků s 30% hmotnostní koncentrací. Srovnáme-li tuto hodnotu s údaji uvedenými v ČSN, v kapitole 5. vidíme, že při této hodnotě již materiál dosahuje hranice mezi izolanty a elektricky disipativními materiály. Pro zachování izolačních vlastností materiálu je tedy nutné dodržet hranice perkolačního prahu, tj. 20% hmotnostního plnění.

5.5 Výsledky dielektrických vlastností měřených ve střídavých polích

Frekvenční variace vodivosti, dielektrické konstanty, imaginární permitivity a ztrátového úhlu jsou uvedeny na Obr. 5.9 – 5.12. Jsou zobrazena měření při pěti různých frekvencích, tj. 12Hz, 100Hz, 0,1MHz, 1MHz a 5MHz. Uvedené hodnoty jsou aritmetickými průměry ze třech měření. Tato měření byla provedena na vzorcích epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny.

Reálná permitivita

Bylo zjištěno, že dielektrické vlastnosti epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny silně závisí na obsahu vláken a při a nad prahem perkolace (při 20% hmotnostním podílu) vykazují nárůst hodnot. Pod perkolačním prahem je vzdálenost mezi vlákny dostatečně velká, takže nedochází k interakci místních polí vytvořených sousedními vlákny a dielektrická konstanta v této oblasti roste pomalu. Se zvyšující se koncentrací plniva se zvyšuje Maxwell Wagnerův efekt a vede k prudkému zvýšení hodnot reálné permitivity.

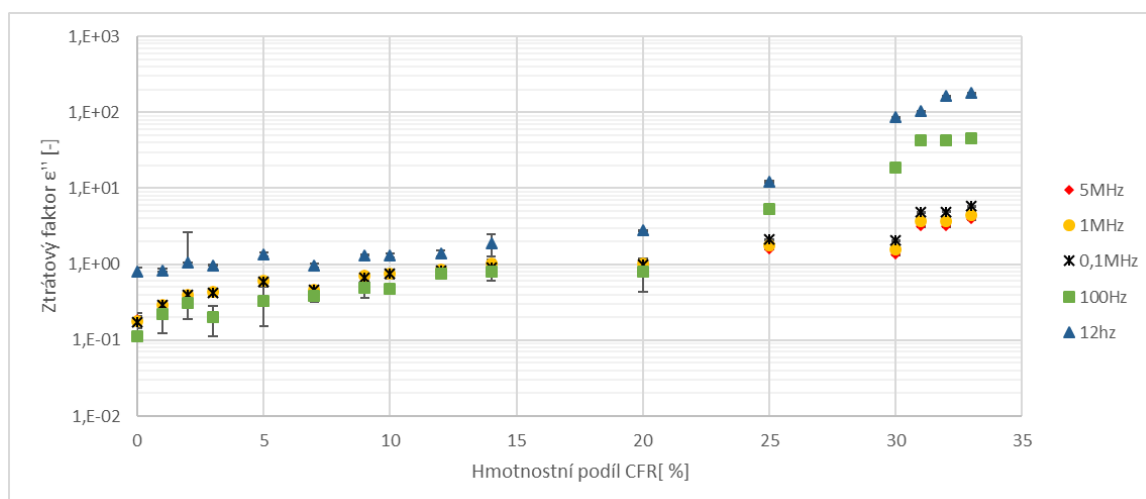


Obr. 5.9 Vliv koncentrace recyklovaných uhlíkových vláken na změnu dielektrické konstanty, legenda uvádí frekvence, při nichž byla měření provedena

Nad perkolačním prahem obsahuje kompozit síť spojených řetězců a koncentrace indukčních nábojů je snížena. Dielektrická konstanta kompozitů nad perkolačním prahem je vyšší při nižších frekvencích, což by mohlo být také důsledkem polarizace Maxwell Wagnera. Na obr. 5.9 lze vidět, jak reálná permitivita vzrůstá pomalu až do koncentrace perkolace a za ní je pozorován náhlý nárůst její hodnoty.

Imaginární permitivita

Bylo zjištěno, že imaginární permitivita nad perkolačním prahem s rostoucí frekvencí klesá, jak je patrné z obr. 5.10. Hodnota ϵ'' klesá s rostoucí frekvencí, protože dipóly se orientují s určitým zpožděním díky vlastní relaxační době.

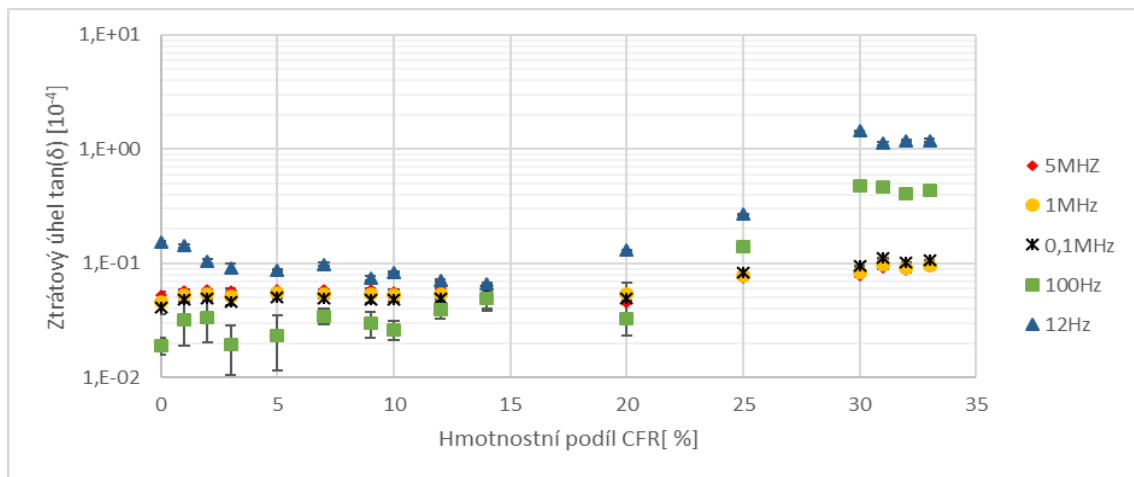


Obr. 5.10 Vliv koncentrace recyklovaných uhlíkových vláken na změnu ztrátového faktoru, legenda uvádí frekvence, při nichž byla měření provedena

Imaginární část permitivity je spojena s absorpčním mechanismem a souvisí s akumulací elektromagnetické energie v rámci začlenění a dalšího rozptylu této energie.

Ztrátový úhel

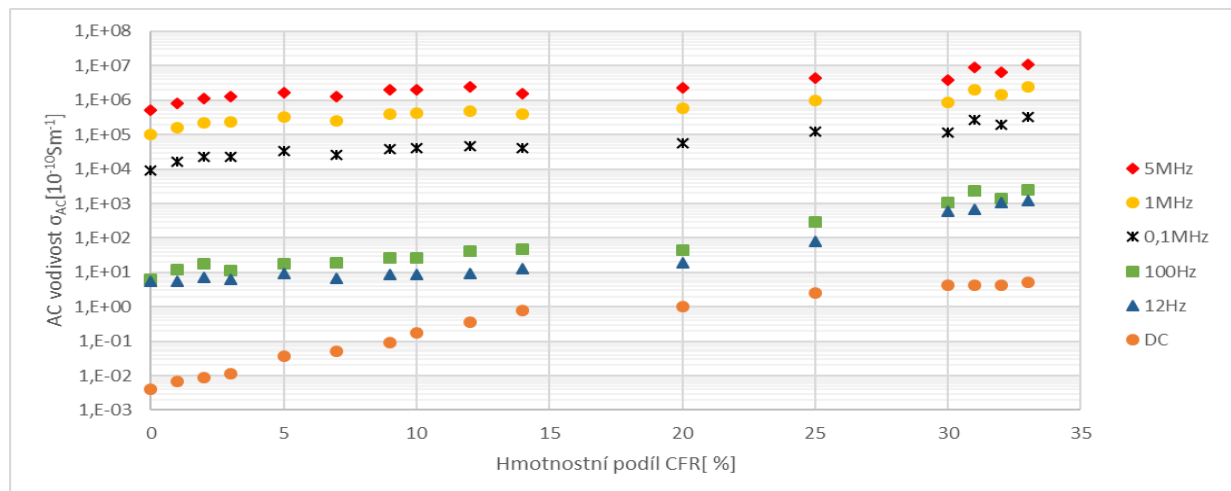
Ztrátový úhel vykazuje maxima nad prahem perkolace při nižších frekvencích (12Hz). Ztrátový činitel je při frekvencích 100Hz – 5MHz relativně konstantní, s obsahem recyklovaných uhlíkových vláken zhruba do perkolační prahové koncentrace pomocí mechanismu polarizace rozhraní podobnému mechanismu dielektrické konstanty. Jak se zvyšuje množství vláken v kompozitu a koncentrace plniva se blíží k perkolačnímu prahu, lze pozorovat náhlý nárůst hodnoty $\tan \delta$, kdy 30% vzorek při 12Hz dosahuje maximální naměřené hodnoty 0,00146.



Obr. 5.11 Vliv koncentrace recyklovaných uhlíkových vláken na změnu ztrátového úhlu, legenda uvádí frekvence, při nichž byla měření provedena

Vodivost

Elektrická vodivost pevných dielektrik obecně dosahuje při běžných teplotách a slabé intenzitě elektrického pole velmi malých hodnot [12]. U polárních makromolekulárních dielektrik vodivost způsobuje plnivo, disociované molekuly a nečistoty. Z hlediska struktury je studovaný kompozitní materiál možno zařadit mezi organické amorfnní látky, o nichž se obecně předpokládá, že jejich elektrická vodivost má iontový charakter [12].



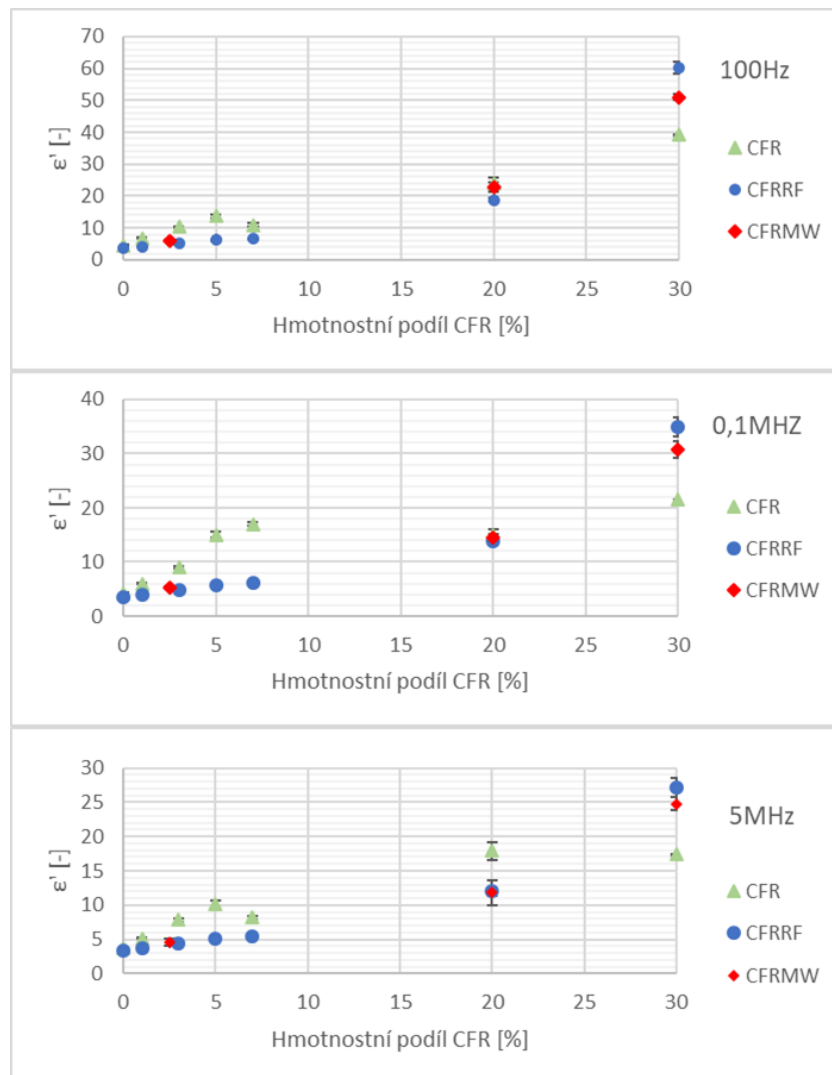
Obr. 5.12 Vliv koncentrace recyklovaných uhlíkových vláken na změnu vodivosti, legenda uvádí frekvence, při nichž byla měření provedena

DC a AC vodivost se vzrůstající frekvencí a koncentrací roste. Tento efekt může být vysvětlen následovně. Polarizovatelnost plniva ovlivňuje jeho vodivost. Na nižších frekvencích jsou všechna vlákna/dipóly dostatečně aktivní, aby sledovaly oscilace elektrického pole. Setrvačnost dipólů není ovlivněna náboji nahromaděných na koncích vláken. Při velmi vysokých frekvencích jsou téměř všechny dipóly nezávislé na vodivosti, nemohou následovat velmi rychlé variace elektrického pole a téměř nereagují změnou orientace. Tento efekt způsobuje i snížení hodnot imaginární a reálné permitivity při rostoucí frekvenci, jak je vidět z obr. 5.9 a 5.10.

Vliv plazmatických úprav recyklovaných uhlíkových vláken

Reálná permitivita

Je vidět stejný trend, vlivem rostoucí frekvence permitivita klesá u všech typů plniva. Do perkolační koncentrace je reálná permitivita plazmaticky upravených vzorků nižší než u neupravených, zatímco při perkolačním prahu je buď konstantní (v případě 20% hmotnostního podílu), nebo vyšší (v případě 30% hmotnostního podílu) nad perkolačním prahem.

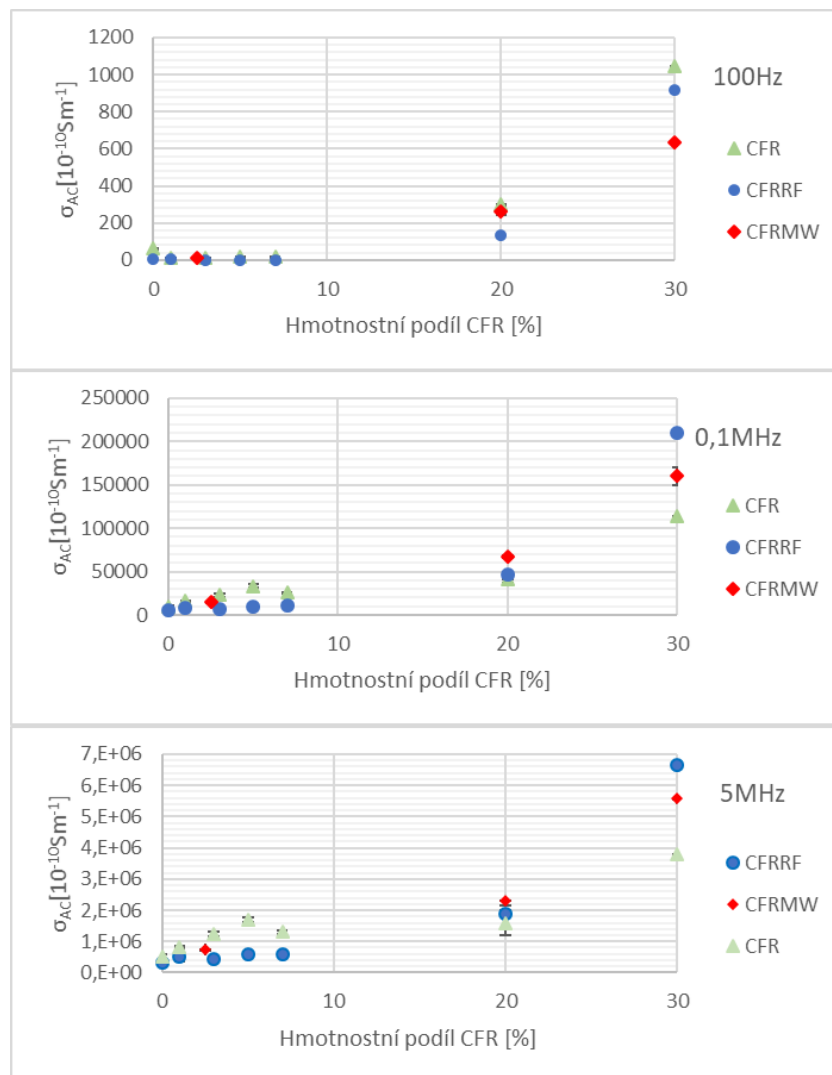


Obr. 5.13 Vliv frekvence (100Hz-5MHz) na reálnou permitivitu kompozitních vzorků plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny a plazmaticky upravených CFRRF a CFRMW

Při tomto experimentu bylo zjištěno, že reálná permitivita roste se zvyšující se koncentrací částic i po dosažení perkolačního prahu a to při nízkých frekvencích (do 0,1MHz). Tento růst pokračuje u plazmaticky upravených vzorků přes celé frekvenční pásmo. Reálná část permitivity je určena polarizací dipólů. Tyto dipóly sledují oscilaci elektrického pole a přispívají k reálné části efektivní permitivity.

Vodivost

Na obr. 5.14 jsou porovnány hodnoty vodivosti vzorků s recyklovanými uhlíkovými vlákny a plazmaticky upravenými CFRRF a CFRMW při frekvencích 100Hz-5MHz. Díky účinku rostoucí frekvence vodivost roste o několik řádů u všech typů plniva.



Obr. 5.14 Vliv frekvence (100Hz-5MHz) na AC vodivost kompozitních vzorků plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny a plazmaticky upravených CFRRF a CFRMW

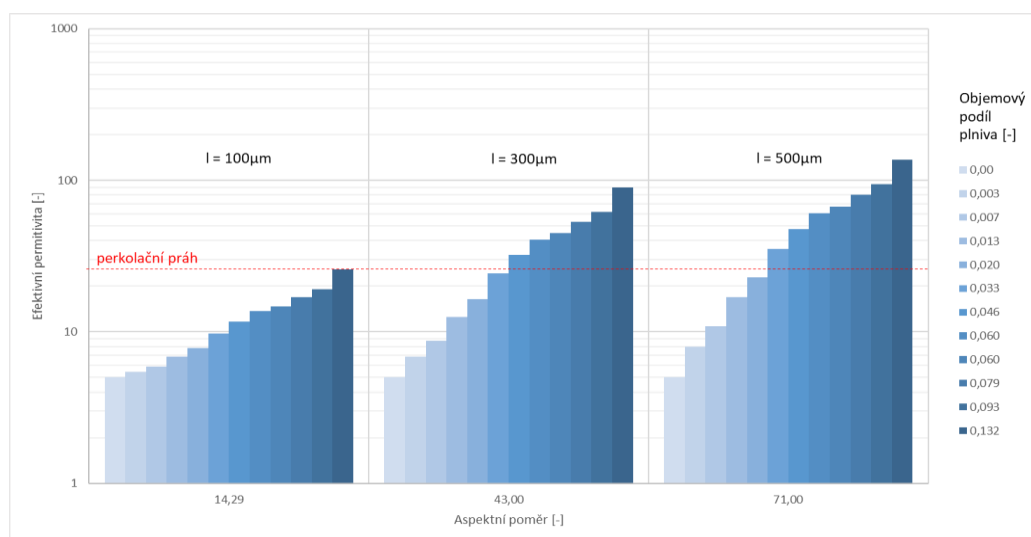
Při frekvenci 100Hz a 0,1MHz je do perkolační koncentrace vodivost plazmaticky upravených vzorků v podstatě totožná s neupravenými, zatímco v dostatečné vzdálenosti nad perkolačním prahem (při 30% hmotnostních) je při nízkých frekvencích (100Hz) nižší. Při vyšších frekvencích 0,1MHz a 5MHz je vodivost vzorků s plazmaticky upraveným plnivem několikanásobně vyšší oproti vzorkům s plnivem tvořeným recyklovanými uhlíkovými vlákny

bez plazmatické úpravy. Tento trend lze pozorovat u obou typů plazmatických úprav. Výsledky měření imaginární permitivity a ztrátového úhlu jsou uvedeny v disertační práci v kap. 7.4.

Nevýhodou použití plazmatického působení je, že se plazmou ošetřené povrchy mohou deaktivovat, když jsou vystaveny působení vzduchu, a to v důsledku rekombinace radikálů, a musí být okamžitě začleněny do matrice. Při použití plazmatických úprav recyklovaných uhlíkových vláken během procesu výroby kompozitů plněných těmito vlákny je nutné použít do kompozitu plazmaticky upravená vlákna co nejrychleji, nejpozději druhý den po aplikaci plazmatické úpravy. To je, vzhledem k možné průmyslovému využití těchto úprav, značně limitující.

6 Možnosti predikce permitivity

Obvyklý průměr uhlíkových vláken je 6-9 μm [3], délka recyklovaných vláken se mění v závislosti na druhu použité recyklační technologie. Jestliže průměr recyklovaných uhlíkových vláken $d = 7 \mu\text{m}$ zůstává konstantní a měnila by se délka vláken v rozmezí od 100-500 μm , pak se mění i aspektní poměr a dosahuje hodnot 14,29-71,00, jak je uvedeno na obr. 6.1. Zvýšením délky plniva tedy dochází ke zvýšení hodnot poměrů stran plniva a hodnoty perkolačního prahu lze dosáhnout s menším množstvím plniva. Dosažené výsledky odpovídají i výsledkům, které uvádí Atashpendar [37]. Zvýšení aspektního poměru má své meze, velké změny můžeme pozorovat při změně délky plniva ze 100 μm na 300 μm , avšak při zvýšení na 500 μm již k zásadnějšímu zvýšení predikovaných hodnot permitivity nedochází. Je to proto, že pro predikci permitivity je využit MGA Maxwell Garnettův model (1.16.) s polarizačním faktorem Kolenditsevy (1.13.), který vychází z geometrie protáhlého sféroidu, což vlákna větší délky nesplňují. Tento vztah vyjadřuje depolarizační faktor pomocí tvarového součinitele α , vychází z aproximace tvaru vláken na protáhlé sféroidy a využívá této geometrie k vlastnímu vyjádření.



Obr.6.1 Vliv aspektního poměru na efektivní permitivitu kompozitu při různém objemovém podílu plniva

7 Zhodnocení výsledků

V této práci byl navržený a studovaný kompozitní systém, který jako dielektrikum potřebuje specifický čas, aby mohl reagovat na vnější změnu elektrického pole. Jak je tato doba dlouhá, závisí na tom, zda se přemísťují elektron, molekuly nebo segmenty řetězce polymeru. Při nízkých frekvencích u polárních dielektrik mají dipóly dostatek času k orientaci působením intenzity elektrického pole, permitivita dosahuje vysokých hodnot. Dochází k velkému zvýšení polarizace, tento jev je znám jako Maxwell – Wagnerův efekt [20,21]. Čím vyšší je frekvence, tím nižší jsou hodnoty permitivity, dipóly již nestíhají reagovat na změny pole.

Výsledky získané analýzou experimentálně připravených kompozitů ukazují, že při 20 % hmotnostního podílu, je maximální množství recyklovaných uhlíkových vláken pro udržení izolačních hodnot povrchové vodivosti kompozitu. To umožňuje použití epoxidových kompozitů s recyklovanými uhlíkovými vlákny v různých průmyslových odvětvích, např. jako nevodivé povrchy pracovních zařízení v průmyslových provozech. Ze srovnání naměřených hodnot povrchového odporu uvedených v kap. 5.3. s údaji uvedenými v ČSN EN 61340 vyplývá, že při hodnotě 30 % hmotnostního podílu již kompozitní materiál dosahuje hranice mezi izolanty a elektricky disipativními materiály. Pro zachování izolačních vlastností materiálu je tedy nutné dodržet hranice perkolačního prahu, tj. <20 % hmotnostního plnění.

Při řešení této práce navrženy a ověřeny následující metody a postupy:

- Byly navrženy a zhotoveny kompozitní vzorky v širokém koncentračním rozmezí, tvořené epoxidovou maticí a krátkými recyklovanými uhlíkovými vlákny.
- Byla realizována experimentální analýza dielektrických vlastností dvousložkového krátkovláknenného kompozitu tvořeného recyklovanými uhlíkovými vlákny v rozsáhlém frekvenčním pásmu.
- V této práci byly analyzovány a porovnávány dva typy plazmatických úprav provedených na recyklovaných uhlíkových vláknech. Plazmatické úpravy se jeví být pro recyklovaná uhlíková vlákna vhodná, v literatuře byly pro uhlíková vlákna doporučovány [38-43], neboť tato vlákna jsou využívána jako plniva do kompozitů a kompatibilita s maticemi je zásadní vlastnost omezující jejich budoucí použití. Díky aplikaci plazmatických úprav dochází k odstranění povrchových nečistot a velmi slabých vnějších vrstev vlákna. Poté jsou suplementovány povrchové chemické skupiny, které zvyšují budoucí interakci s maticí. Experimentálně získané výsledky prokázaly zásadnější rozdíly u všech měřených dielektrických vlastností zejména v oblasti nad perkolačním prahem, což se jeví jako zajímavé pro případné budoucí aplikace recyklovaných uhlíkových vláken v oblasti kompozitů s vyšším podílem plniva. Avšak pro epoxidové kompozity plněné recyklovanými uhlíkovými vlákny v oblasti do perkolačního prahu nemají tyto úpravy valný praktický význam i s ohledem na zvýšení ceny kompozitů s takto ošetřenými vlákny.
- V kap. 1. byly představeny vhodné predikční modely dielektrických vlastností kompozitních materiálů sestávající ze dvou samostatných materiálových složek, dielektrické matrice a vodivého plniva tvořeného krátkými recyklovanými uhlíkovými vlákny a následně byly v kapitole 5.4. porovnány vzájemně mezi sebou a s experimentálně získanými hodnotami permitivity pomocí metod A, B, C. Experimentální hodnoty

nepřímého měření efektivní permitivity pomocí jednotlivých způsobů měření vykazují silné závislosti mezi sebou i s prediktivními modely.

Pro modelování dielektrických vlastností kompozitů tvořených složkami s velkým elektrickým kontrastem bylo ověřeno použití aproximovaného Maxwell Garnettova MGA modelu a depolarizačního faktoru podle Kolenditsey (vztahy 1.16. a 1.13.) Experimentálně bylo ověřeno, že efektivní permitivitu kompozitů obsahujících náhodně orientovaná krátká vodivá vlákna lze modelovat pomocí tohoto vztahu, pokud je koncentrace plniva menší než prahová hodnota perkolace. Tento predikční model, spolu s použitím vztahu pro depolarizační faktor vyjádřený s ohledem na tvar plniva (1.17.), lze doporučit pro jednoduchou predikci efektivní permitivity v průmyslové praxi.

Z obr. 5.9-5.12 vyplývá, že při měřeném frekvenčním pásmu 12Hz-5MHz dochází u epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny k poklesu reálné a imaginární permitivity s rostoucí frekvencí a také ztrátový úhel se vzrůstající frekvencí klesá.

Studium dielektrických vlastností epoxidových kompozitů s recyklovanými uhlíkovými vlákny, navržených v této práci, přineslo řadu praktických poznatků využitelných v průmyslové výrobě těchto konstrukčních kompozitů. Získané poznatky budou dále využity i pro výzkum a vývoj nových typů kompozitů s krátkovláknennou výztuží a modifikovanými epoxidovými matricemi.

8 Doporučení na pokračování práce

Doporučená pravidla pro stanovení efektivní permitivity a perkolačního prahu pro průmyslovou praxi:

- V případě dvousložkového kompozitu, kdy matrice je tvořena epoxidovou pryskyřicí a plnivo je tvořeno recyklovanými uhlíkovými vlákny o rozměrech $l = 100\mu\text{m}$ a $d = 7\mu\text{m}$ je maximální množství plniva $< 20\%$ hmotnostních,
- Je vhodné prediktivní vyjádření efektivní permitivity pomocí aproximovaného modelu Maxwell Garnetta (MGA) (1.16.) a depolarizačního faktoru podle Kolenditsey (1.13.)
- Pro určení perkolačního prahu lze využít jednoduchý obecný vztah (1.17.). Kde empirická hodnota koeficientu $k = 1,9$.

Pro další výzkum tohoto typu kompozitů bude zajímavé hlouběji studovat závislost mezi dielektrickými vlastnostmi a vnitřní strukturou kompozitu, a jejich vlivem na další materiálové vlastnosti plněných epoxidů.

9 Seznam publikovaných prací studenta

9.1 Publikace v odborných časopisech

- [1] NOVOTNA J., BAHETI V., TOMKOVA B., MILITKY J., NOVAK J. Development of Multilayered Nanocomposites for Applications in Personal Protection. *Fibers and Polymers*, 2018, **19**(6), 1288-1294. DOI:10.1007/s12221-018-1050-3
- [2] MISHRA, R., WIENER, J., MILITKÝ, J., PETRŮ M., TOMKOVÁ, B., NOVOTNÁ, J. Bio-Composites Reinforced with Natural Fibers: Comparative Analysis of Thermal, Static and Dynamic-Mechanical Properties. *Fibers and Polymers*, 2020, **21**(3), pp. 619–627. DOI: 10.1007/s12221-020-9804-0
- [3] MISHRA R., WIENER J., MILITKY J., PETRU M., TOMKOVA B., NOVOTNA J. Compression resilience and impact resistance of fiber-reinforced sandwich composites, *Polymers for Advanced Technologies*, 2019, **30**(12), 3073-3082. DOI:10.1002/pat.4738
- [4] VENKATARAMAN M., XIONG X., NOVOTNÁ J., KAŠPAROVÁ M., MISHRA R., MILITKÝ J. Thermal protective properties of aerogel-coated Kevlar woven fabrics, *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics*, 2019, **12**(2), 93-101. DOI:10.3993/JFBIM00321
- [5] VENKATARAMAN M., MILITKÝ J., PULÍČEK R., NOVOTNÁ J., SAMKOVÁ A., VOLESKÁ K., SRB P., BAHETI V., MISHRA R. Sophisticated Glass Tapes for Fabrication of Composites, *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics*, 2019, **12**(1), 35-42. DOI: 10.3993/JFBIM00316

9.2 Příspěvky ve sborníku mezinárodní konference

- [6] NOVOTNÁ, J., M. PECHOČIAKOVÁ a B. TOMKOVÁ. Carbon nanoparticles densified C/P composites-changes in electrical and thermal properties. In: *Aachen Dresden Denkendorf 2016*, 177.
- [7] TOMKOVÁ B., J. NOVOTNÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. Study on carbon micro/nanoparticles influence on electrical properties of carbon fiber reinforced epoxy matrix composites. In: *Aachen Dresden Denkendorf 2017*, 161.
- [8] NOVOTNÁ, J., J. SALAČOVÁ, B. TOMKOVÁ, J. GRABMÜLLEROVÁ. Experimental study of the conductivity of various size forms recycled carbon particles used as fillers of epoxy polymer composites. *9th Central European Conference (Fibre – Grade Polymers, Chemical Fibres and Special Textiles) CEC 2017*.
- [9] NOVOTNÁ, J., J. SALAČOVÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. C/P carbon composites - Reinforcement volume effect on the electrical properties. *17th World Textile Conference AUTEX 2017- Textiles - Shaping the Future*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2017, **254** (4), 1-7. DOI:10.1088/1757-899X/254/4/042022.
- [10] VENKATESH K.R., MISHRA R., NOVOTNA J. Study of compression behavior of fiber-reinforced sandwich composite, *Fiber Society 2017 Fall Meeting and Technical Conference and International Symposium on Materials from Renewables*, ISMR 2017: Advanced, Smart, and Sustainable Polymers, Fibers, and Textiles, 2017-November.

- [11] NOVOTNÁ, J., B. TOMKOVÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. Elektrické vlastnosti uhlíkových kompozitů. In: *Polymerní kompozity*. 2017, 92–99. Praha. ISBN 978-80-906713.
- [12] NOVOTNÁ, J., J. MÜLLEROVÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. Influence of Filler Size and Structure on the electrical Properties of Carbon fiber reinforced composites. *Proceedings of the 18th World Textile Conference - AUTEX 2018*, Istanbul, 2018, **460**, 804-806. ISBN 978-1-5361-2855-0.
- [13] TOMKOVÁ, B., J. NOVOTNÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. Limits of carbon micro/nano particles utilization to improve properties of polymer matrices in fibre reinforced composites. In: *Aegean International Textile and Advanced Engineering Conference 2018*, s. 1–6. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 459. DOI : 10.1088/1757-899X/459/1/012024.
- [14] VENKATARAMAN M., MILITKÝ J., BAHETI V., MISHRA R., PULÍČEK R., NOVOTNÁ J., SAMKOVÁ A., VOLESKÁ K., SRB P. Preparation of hybrid tapes for fabrication of composites, *Textile Bioengineering and Informatics Symposium Proceedings 2018 - 11th Textile Bioengineering and Informatics Symposium*, TBIS 2018, 2018, 1-7.
- [15] NOVOTNÁ J., SALAČOVÁ J., TOMKOVÁ B., MÜLLEROVÁ J. Study of the conductivity of various size forms carbon particles used as fillers of epoxy polymer composites. *ECCM 2018 - 18th European Conference on Composite Materials*, 2020. ISBN: 978-151089693-2.
- [16] NOVOTNÁ J., BAHETI V. a A. SAMKOVÁ. Impact strength of Epoxy composites with fly ashe as the fillers. *Aachen Dresden Denkendorf 2018*. ISSN 1867-6405.
- [17] PECHOČIAKOVÁ M., J. NOVOTNÁ a H. ŠOURKOVÁ. Thermomechanical analysis of composite materials with plasma treatment recycled carbon fibers. *AUTEX 2019 – 19th World Textile Conference on Textiles at the Crossroads*. Ghent. 2019. 1-3.
- [18] NOVOTNÁ J., KOČÍB J., ŠOURKOVÁ H., GRÉGR J., PECHOČIAKOVÁ M., TOMKOVÁ B. Influence of carbon fillers plasma treatment on mechanical properties of epoxy resin composites. *Polymer Composites 2019*, 68-73. Praha. ISBN 978-80-906713.
- [19] KARTHIK D., BAHETI V., NOVOTNÁ J., SAMKOVÁ A., PULÍČEK R., VENKATARAMAN M., SRB P., VOLESKÁ K., WANG Y., MILITKY J. Effect of particulate fillers on creep behaviour of epoxy composites. *Materials Today: Proceedings*, 2019, 31, 217-220, DOI:10.1016/j.matpr.2019.11.064
- [20] NOVOTNÁ J., H. ŠOURKOVÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. Dielectric analysis of composite materials with plasma treated recycled carbon fibers. *Textile Research Symposium 2019*, TUL.
- [21] NOVOTNÁ J., J. KOČÍB, J. GRÉGR, B. TOMKOVÁ. Analysis of composite materials with plasma treatment recycled carbon fibers. *Aachen Dresden Denkendorf 2019*. ISSN 1867-6405. <https://www.aachen-dresden-denkendorf.de/itc/archiv/add-itc-2019/>
- [22] NOVOTNÁ, J., J. MÜLLEROVÁ a B. TOMKOVÁ. Dielectric analysis of composite materials with recycled carbon fibers. *12th International Conference on Nanomaterials - Research & Application. Nanocon 2020*, 68-74, DOI: 10.37904/nanocon.2020.3690

- [23] NOVOTNÁ J., B. TOMKOVÁ a VÝBORNÝ L. Mechanical properties of carbon fiber reinforced composites filled with carbon microparticles. Bude uveřejněno v: *Autex 2021*.

9.3 Příspěvky ve sborníku domácí konference

- [24] NOVOTNÁ J. Effect of Carbon Fillers on the Electrical Conductivity of Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites. *Workshop for Ph.D. students of FT and FS TUL*. TUL. 2016.
- [25] NOVOTNÁ, Jana. Elektromagnetické stínící vlastnosti a AC a DC vodivost epoxidových kompozitů plněných uhlíkovými nano a mikroplnivými. TUL. *SVOČ 2018*. 155-160.
- [26] NOVOTNÁ, J., V. TUNÁKOVÁ a M. PECHOČIAKOVÁ. Vliv uhlíkových plniv na elektrické vlastnosti epoxidových kompozitů. Plzeň. *MK2*. 2018, 49–54. ISBN 978-80-261-0776-7.
- [27] NOVOTNÁ Jana. Dielectric properties of epoxy composites filled with recycled carbon fibers. *Strutex 2018, International PhD. Students day*, TUL, 2018 **2.místo (prezentace) workshop studentů doktorského studijního programu**.
- [28] NOVOTNÁ Jana. EMI Shielding analysis of composite materials with plasma treatment recycled carbon fibers, *International PhD. Students day*, TUL, 2019.
- [29] NOVOTNÁ Jana. Dielektrické vlastnosti epoxidových kompozitů plněných uhlíkovými vlákny, *International PhD. Students day*, TUL, 2020. **1.místo (prezentace) workshop studentů doktorského studijního programu**.

9.4 Citace

Citace k publikaci [1] uvedené v databázi Scopus:

- 1) LEE, J.-C., PARK, D.-H., JUNG, H.-S., LEE, S.H., JEONG, W.Y., KIM, K.-Y., LIM, D.Y. Design for Carbon Fiber Lamination of PMI Foam Cored CFRP Sandwich Composite Applied to Automotive Rear Spoiler, *Fibers and Polymers*, 2020, **21**(1), 156-161. DOI:10.1007/s12221-020-9489-4
- 2) ALI, A., BAHETI, V., JAVAID, M.U., MILITKY, J. Enhancement in ageing and functional properties of copper-coated fabrics by subsequent electroplating. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 2018, **124**(9), 651. DOI: 10.1007/s00339-018-2071-x

Citace k publikaci [2] uvedené v databázi Scopus:

- 3) SHARMA, A., CHOUDHARY, M., AGARWAL, P. et al. Mechanical, Thermal and Thermomechanical Properties of Sponge Iron Slag filled Needle-Punched Nonwoven Jute Epoxy Hybrid Composites. *Fibers and Polymers*, (2021), 1-17. DOI:10.1007/s12221-021-0578-9
- 4) YU, X., ZHANG, B. A GU, B. Fatigue Behavior of Aramid Fiber Reinforced Rubber Matrix Sealing Composites. *Fibers and Polymers* (2021), 1-9. DOI:10.1007/s12221-021-0486-z

- 5) KHURSHID M., FAIZ A. A E. GUNISTER. Drilling Performance of Natural Fiber Reinforced Polymer Composites: A Review, *Journal of Natural Fibers*, (2021), 1-20. DOI:10.1080/15440478.2020.1870624
- 6) YIGA, V.A. LUBWAMA, M., PAGEL, S., BENZ, J., OLUPOT, P.W. A BONTEN, C. Flame retardancy and thermal stability of agricultural residue fiber-reinforced polylactic acid: A Review. *Polymer Composites*, 2021, **42**(1), 15-44. DOI: 10.1002/pc.25835
- 7) LOLO, J.A., NIKMATIN, S., ALATAS, H., PRASTYO, D.D., SYAFIYUDDIN, A. Fabrication of biocomposites reinforced with natural fibers and evaluation of their physico-chemical properties. *Biointerface Research in Applied Chemistry*, 2020, 10(4), 5803-5808. DOI:10.33263/BRIAC104.803808
- 8) FABIJANŃSKI, M. Polymer biocomposites based on polylactide and cellulose fibers [Biokompozyty polimerowe na bazie polilaktydu i włókien celulozowych], *Przemysł Chemiczny*, 2020, **99**(6), 923-926. DOI:10.15199/62.2020.6.19

Citace k publikaci [4] uvedené v databázi Scopus:

- 9) DEWANGAN, M.K., PANIGRAHI, S.K. Finite element analysis of hybrid 3D orthogonal woven composite subjected to ballistic impact with multi-scale modeling, 2021, *Polymers for Advanced Technologies*, 2021, **32**(3), 964-979, DOI:10.1002/pat.5143
- 10) DEWANGAN, M.K., PANIGRAHI, S.K. Factors influencing the ballistic impact mechanisms of textile composite materials: a review. *Polymers for Advanced Technologies*, 2021, article in press, DOI:10.1002/pat.5236
- 11) NEJE, G., BEHERA, B.K. Comparative analysis of mechanical behavior of 3D woven spacer sandwich composites with single and double level structures. *Polymer Composites*, 2020, **41**(11), 4885-4898. DOI:10.1002/pc.25760
- 12) LI, H., ZHANG, Q., JIA, J., JI, C., WANG, B., YAN, S. Study on low-velocity impact damage and residual strength of reinforced composite skin structure. *Materials*, 2020, **13**(11), 2573. DOI: 10.3390/ma13112573

Citace k publikaci [9] uvedené v databázi Scopus:

- 13) NOVOTNÁ, J., SALAČOVÁ, J., TOMKOVÁ, B., MÜLLEROVÁ, J. Study of the conductivity of various size forms carbon particles used as fillers of epoxy polymer composites, *ECCM 2018 - 18th European Conference on Composite Materials*. 2020. ISBN: 978-1-5108-9693-22018

10 Seznam použité literatury

- [1] DAĐOUREK, Karel. Kompozitní materiály - druhy a jejich užití. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2007. ISBN: 978-80-7372-279-1.
- [2] HASDENTEUFEL, Josef a Karel KVĚT. Elektrotechnické materiály. Praha: SNTL, 1967.
- [3] MORGAN, Peter. Carbon fibers and their composites. Florida: Taylor & Francis Group, 2005. ISBN 0824709837.
- [4] CHUNG, Deborah D. L. Composite Materials: Science and Applications. London: Springer, 2003. ISBN 9781848828308. Dostupné z: DOI:10.1007/978-1-84882-831-5_1
- [5] LENDĚLOVÁ, Jana. Vliv dodatečného žíhání uhlíkových vláken na jejich rezistivitu. Liberec, TUL, 1999. Diplomová práce.
- [6] DILSIZ, Nursel. Plasma surface modification of carbon fibers: a review. *Journal of Adhesion Science and Technology*. 2012, **14**(7), 975–987. Dostupné z: DOI:10.1163/156856100743013
- [7] TIWARIA, S. a J. BIJWEB. Surface Treatment of Carbon Fibers - A Review. *Procedia Technology. 2nd International Conference. ICIAME 2014*, 2014, **14**, 505–512. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.protcy.2014.08.064
- [8] ALTAY, L., et al. The effect of atmospheric plasma treatment of recycled carbon fiber at different plasma powers on recycled carbon fiber and its polypropylene composites. *Applied Polymer*. 2019, **136**(9), 47131–47138. DOI:doi.org/10.1002/app.47131
- [9] HOOSEOK, L., I.OHSAWA a J. TAKAHASHI. Effect of plasma surface treatment of recycled carbon fiber on carbon fiber-reinforced plastics interfacial properties. *Applied Surface Science*. 2015. ISSN 01694332. Dostupné z: DOI:10.1016/j.apsusc.2014.12.012
- [10] MOHD RADZUAN, N. A. et al. The effect of milled carbon fibre filler on electrical conductivity in highly conductive polymer composites. *Composites Part B: Engineering*. 2017, 110, 153–160. Dostupné z: DOI:10.1016/j.compositesb.2016.11.021
- [11] TIAN, Y., H. ZHANG a Z. ZHANG. Influence of nanoparticles on the interfacial properties of fiber-reinforced-epoxy composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* . 2017, 98, 1-8. Dostupné z: DOI:10.1016/j.compositesa.2017.03.007
- [12] MENTLÍK, Václav. Dielektrické prvky a systémy. Praha: Ben technická literatura, 2006. ISBN N 80-7300-189-6.
- [13] MEISNER, Bohumil a Václav ZILVAR. Fyzika polymerů. Struktura a vlastnosti polymerních materiálů. Praha: SNTL, 1987.
- [14] DUCHÁČEK, Vratislav. Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití. 3. vydání. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2011. ISBN 978-80-7080-788-0.
- [15] HAEBERLE, Gregor et al. Elektrotechnické tabulky. Praha: Sobotáles, 2006. ISBN 80-86706-16-8.

- [16] KŘESÁLEK, Vojtěch. Elektrická vodivost dvousložkových kompozitních materiálů v oblasti prahu perkolace. Brno, 2004. Habilitační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Dostupné z: ISBN 80-214-2617-9.
- [17] VRBKA, Jan. Mechanika kompozitů. ÚMTMB, FSI, VUT v Brně. Brno. [online] 2014, 1-94. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/priloha_fs.php?dpid=83340 [cit. 2019-04-28]
- [18] SIHVOLA, Ari. Electromagnetic Mixing Formulas and Applications. London: The Institution of Electrical Engineers 1999. ISBN 852967721.
- [19] FRÖHLICH, Herbert. Progress in dielectrics. Journal of the Franklin Institute. 1966, 281(3), 256. ISSN 00160032. Dostupné z: DOI:10.1016/0016-0032(66)90028-7
- [20] MAXWELL, James Clerk. Electricity and magnetism. In: A Treatise on Electricity and Magnetism. Cambridge: Cambridge University Press, 2010. ISBN 9780511709333. Dostupné z: DOI:10.1017/CBO9780511709333.002
- [21] WAGNER, Karl Willy. Erklärung der dielektrischen Nachwirkungsvorgänge auf Grund Maxwellscher Vorstellungen. Archiv für Elektrotechnik. 1914, 2, 371–387. ISSN 00039039. Dostupné z: DOI:10.1007/BF01657322
- [22] TAREJEV, Michajlovič Boris a A. TROITSKY. Physics of dielectric materials. Moskva: Mir publisher, 1979.
- [23] LAGARKOV, A. N. et al. Dielectric properties of fiber-filled composites. *Journal of Applied Physics*. 1998, 84(7), 3806. ISSN 00218979. Dostupné z: DOI:10.1063/1.368559.
- [24] KOLEDINTSEVA, Marina Y. et al. Representation of permittivity for multi-phase dielectric mixtures in FDTD modeling. In: *Electromag. Compat. Santa Clara: Proc. IEEE*, 2004, s. 309–314.
- [25] NECKÁŘ, Bohuslav. Morfologie a strukturní mechanika obecných vlákněných útvarů. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 1998. ISBN 80-7083-318-1.
- [26] BALZANO, A., et al. Effective properties of carbon fiber composites: EM modeling versus experimental testing. In: *IEEE International Symposium on Electromagnetic Compatibility*. 2007. ISBN 1424413508. Dostupné z: DOI:10.1109/ISEMC.2007.211.
- [27] ROSA, K. et al. Electromagnetic Design and Realization of Innovative Fiber-Reinforced Broad-Band Absorbing Screens. *IEEE TRANSACTIONS ON ELECTROMAGNETIC COMPATIBILITY*. 2009, 51(3), 700-707. Dostupné z: DOI 10.1109/TEM.2009.2018125.
- [28] Sphéroid [online]. 2021. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Spheroid> [cit. 2021-03-13].
- [29] EDDIB Asma A. a Deborah D. L.CHUNG, Electric permittivity of carbon fiber. *Carbon*. 2018, 143, 475-480. Dostupné z: DOI: 10.1016/j.carbon.2018.11.028

- [30] Technical Information for Keithley [online]. 2019 [cit. 2019-06-18] Dostupné z: <https://cz.rs-online.com/web/p/multimetry/7600310/>
- [31] INSTRON LCR 821. Technical Information [online]. USA, 2018. [cit. 2019-06-18] Dostupné z: <http://www.testequipmentdepot.com/instek/meters/lcr821.htm>.
- [32] Technical Information Agilent 4294A [online]. USA, 2013. [cit. 2019-06-18] Dostupné z: <https://www.keysight.com>.
- [33] ENA Vector Network Analyzer [online]. USA, 2013. [cit. 2019-06-18]. Dostupné z: <https://www.keysight.com>
- [34] Technical Information for EPIKOTE Resin MGS LR285 [online]. 2010. Dostupné z: www.swiss-composite.ch/pdf/t-Epoxyd-Harz-L-285-LF-e.pdf [cit. 2017-05-16].
- [35] Technical Information for Carbiso Milled Carbon Fibre [online]. 2018. Dostupné z: <https://www.elgcf.com/products/carbiso-milled-fibre> [cit. 2018-07-24].
- [36] DONNET, J. B., et al. Plasma treatment effect on the surface energy of carbon and carbon fibers. *Carbon*. 1986, **24**(6), 757-770. ISSN 00086223. Dostupné z: DOI:10.1016/0008-6223(86)901867.
- [37] ATASHPENDAR A. a T. INGENBRAND, T. SCHILLING. Shape, geometric percolation, and electrical conductivity of clusters in suspensions of hard platelets. *Physical review*. 2020, 101, 1-12. DOI: 10.1103/PhysRevE.101.032706.
- [38] MORRA, Marco et al. Surface studies on untreated and plasma-treated carbon fibers. *Composites Science and Technology*. 1991, **42**(4), 361-372. ISSN 02663538. Dostupné také z: DOI:10.1016/0266-3538(91)90063-U
- [39] WEISWEILER, W. a K. SCHLITTER. Surface Modification of Carbon Fibres by Plasma Polymerization. In: J. L. Figueiredo et al. *Carbon Fibers Filaments and Composites: Proceedings of the NATO Advanced Study Institute on Carbon Fibers and Filaments*. Portugal: Springer. 1990, 263-274. ISBN 978-94-015-6849-4. Dostupné také z: DOI:10.1007/978-94-015-6847-0_11
- [40] DILSIZ, Nursel. Plasma surface modification of carbon fibers: A review. *Journal of Adhesion Science and Technology*. 2012, **14**(7), 975-987. ISSN 15685616. Dostupné z: DOI:10.1163/156856100743013.
- [41] BISMARCK, A., M. E. KUMRU a J. SPRINGER. Influence of oxygen plasma treatment of PAN-based carbon fibers on their electrokinetic and wetting properties. *Journal of Colloid and Interface Science*. 1999, **210**(1), 60-72. ISSN 00219797. Dostupné z: DOI:10.1006/jcis.1998.5912.
- [42] DONNET, J. B. et al. Microwave plasma treatment effect on the surface energy of carbon fibres. In: *Journal of Physics D: Applied Physics*. 1987, **20**(3), 269-275. ISSN 00223727. Dostupné z: DOI:10.1088/0022-3727/20/3/005.
- [43] BASCOM, W. D. a W. J. CHEN. Effect of plasma treatment on the adhesion of carbon fibers to thermoplastic polymers. *The Journal of Adhesion*. 1991, **34**(1-4), 99-119. ISSN 15455823. Dostupné z: DOI:10.1080/00218469108026508

11 Curriculum Vitae

Jméno a příjmení: Ing. Jana Novotná
Rodné příjmení: Lendělová
Datum narození: 26. 05. 1976
Místo narození: Praha
Adresa: Zelené údolí 1091, Liberec 6
E-mail: jana.novotna3@tul.cz

Dosažené vzdělání:

02/2014 - současnost - TUL, FT - doktorandské studium, obor: Textilní technika a materiálové inženýrství
1994 - 1999 - TUL, FT - KMI, obor: Textilní materiálové inženýrství, DP: Vliv dodatečného žihání uhlíkových vláken na jejich rezistivitu
1995 - 2000 - TUL, FP - doplňkové pedagogické studium, DP: TGM a jeho pedagogický odkaz

Pracovní zkušenosti:

09/2016 – dosud TUL, laborantka a technik v laboratoři textilních kompozitů
09/2010 - 06/2013 VOŠONSPŠO, odborný pedagog
09/2001 - 06/2010 C&A Moda ČR, v.o.s., vedoucí oddělení
09/1999 - 08/2001 Triola a.s., referentka prodeje – exportu

Cizí jazyky:

Německý jazyk - aktivní znalost slovem i písmem, zkouška Goethe institut, B2.
Anglický jazyk – intermediate, B1.

Absolvované kurzy a školení:

2015 ECDL Start Certificate, práce s PC a správa souborů – Česká společnost pro kybernetiku a informatiku.
2016/17 Hochschule Niederrhein University of applied science: Erasmus training (prof. Y. Kyosev)
08/2017 Seminář akademického psaní a komunikačních dovedností (letní škola VÚTS)
2019/20 British Council: English for Academics

12 Stručná charakteristika dosavadní odborné, výzkumné a vědecké činnosti

AI Scopus 57197819019
ORCID 0000-0002-6762-9204
WOS ID B-9329-2018

h-index podle Web of Science: 3

- Výzkumné projekty**
- TJ01000292 Projekt Zéta, Pokročilé hybridní pásy pro výrobu kompozit přesným vinutím, (spoluřešitelka), 2017-2019
 - FV30147 FIRTEX, Textilní struktura zajišťující zpětné vyzařování sálavého tepla produkovaného lidským organismem, (spoluřešitelka), 2018
 - 21-32510M Projekt GAČR, Pokročilé struktury pro tepelnou izolaci v extrémních podmínkách, (spoluřešitelka), 2021-2025
 - Řešitelka SGS 21155, Vliv struktury uhlíkových kompozitů na jejich elektrické vlastnosti, 2016
 - Spoluřešitelka SGS 21195, Studium vlastností tkaninových kompozitů s matricemi modifikovanými anorganickými nanočásticemi z vlákných odpadů, 2017
 - Řešitelka SGS 21248, Elektrické vlastnosti epoxidových kompozitů plněných uhlíkovými vlákny a nanovlákny, 2018
 - Řešitelka SGS 6049, Vliv plazmatických úprav uhlíkových plniv na vlastnosti epoxidových kompozitů, 2019
 - Řešitelka SGS 6050, Vliv RF plazmatických úprav na recyklovaná uhlíková vlákna a jejich následné využití při přípravě kompozitů, 2020
- Ostatní projekty**
- Nadace Preciosa – Seminář výroby a recyklace kompozitních materiálů s textilní výztuží, (spoluřešitelka), 2017
- Užitné vzory**
- TUL-00395499 Hybridní pásek pro výrobu kompozitních struktur

13 Vyjádření školitelky doktorandky



HODNOCENÍ ŠKOLITELKY

Název práce: Dielektrické vlastnosti epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny

Autorka: Ing. Jana Novotná

Předložená disertační práce se věnuje problematice vývoje nových konstrukčních kompozitů s vláknennou výztuží s definovanými mechanickými a elektrickými vlastnostmi. Autorka se zaměřila zejména na kombinaci mechanických a dielektrických vlastností epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny.

Jedním z impulsů k tomuto výzkumu byl praktický problém z průmyslové praxe, kdy u epoxidových konstrukčních dílů vyztužených uhlíkovými plnivými, které měly být elektricky nevodivé, docházelo k nabíjení a probíjení těchto konstrukcí. Hlavním cílem této práce tak bylo studium změny dielektrických vlastností epoxidových kompozitů v závislosti na objemovém podílu recyklovaných uhlíkových vláken. Autorka také zkoumala vliv plazmatických úprav uhlíkových plniv na změnu dielektrických vlastností kompozitů a analyzovala praktickou použitelnost těchto úprav pro zlepšení vlastností standardního konstrukčního kompozitu plněného recyklovanými uhlíkovými vlákny.

Práce je rozdělena do pěti tematických okruhů, které jsou zaměřeny na problematiku výroby kompozitních vzorků, metody testování dielektrických vlastností epoxidových kompozitů v rozsáhlém frekvenčním pásmu, dále ověření vlivu povrchových (plazmatických) úprav recyklovaných uhlíkových vláken na zlepšení adheze vlákno/epoxid včetně vyhodnocení praktického využití těchto úprav. Součástí práce je dále validace vhodných modelů predikujících dielektrické vlastnosti kompozitů a stanovení praktické analytické metody pro modelování dielektrických vlastností kompozitů tvořených složkami s velkým dielektrickým kontrastem (epoxid x grafit). Použité predikční modely kromě materiálového složení zohledňují i tvar uhlíkových plniv a jsou využitelné v průmyslové praxi. V závěru práce jsou shrnuta doporučení pro stanovení efektivní permitivity a perkolační prahu pro výrobu průmyslových kompozitních dílů, kde je matrice tvořena epoxidovou pryskyřicí a plnivem jsou recyklovaná uhlíková vlákna.

Poznatky získané v této práci tak přinesly řadu informací využitelných nejen pro výzkum a vývoj nových typů kompozitů s dlouhovláknennou výztuží s modifikovanými epoxidovými maticemi, ale i v průmyslové výrobě těchto konstrukčních kompozitů. Doktorandka při řešení této problematiky prokázala schopnost samostatné systematické vědecko-výzkumné práce a proto doporučuji její disertaci k obhajobě.

V Liberci dne 01.09. 2021

Ing. Blanka Tomková, Ph.D.
Školitelka



14 Oponentské posudky disertační práce

POSUDEK DISERTAČNÍ PRÁCE

Titul, jméno a příjmení studenta:

Title, name, surname of student

Doktorský studijní program:

Doctoral study programme

Studijní obor:

Study branch

Téma disertační práce:

Topic of the dissertation

Školitel:

Supervisor

Oponent:

Opponent

Ing. Jana Novotná

Textilní inženýrství

Textilní technika a materiálové inženýrství

Dielektrické vlastnosti epoxidových kompozitů
plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny

Ing. Blanka Tomková, Ph.D.

Ing. Josef Pihera, Ph.D.

Zhodnocení významu disertační práce pro obor

Disertační práce „Dielektrické vlastnosti epoxidových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny“ se zabývá důležitým aspektem kompozitních materiálů – jejich dielektrickými vlastnostmi. Je popsán současný stav problematiky z pohledu matrice a plniva. Přičemž je kladen důraz na zpracování recyklovaného materiálu do kompozitu. Tento fakt je velmi důležitým pohledem na problematiku kompozitů a nakládání s nimi během jejich výroby i po skončení doby jejich životnosti a opětovné recyklaci.

Autorka práce navrhuje a popisuje možné povrchové úpravy plniva, pro jeho lepší začlenění do kompozitu.

Teoreticky jsou popsány dielektrické vlastnosti kompozitů s ohledem na možné predikce celkových vlastností s využitím směšovacích pravidel. Prostor je věnován určení perkolačního prahu množství plniva pro určení optimálních požadovaných vlastností finálního kompozitu. Disertační práce tak přináší souhrn poznatků v poměrně rozsáhlé literární rešerši i v originálních výsledcích získaných z provedeného experimentu. Pro obor kompozitů, jejich dielektrických vlastností a predikci možného chování je tak tato práce velmi přínosná.

Zhodnocení postupu řešení, metod a splnění cílů

Vzhledem k volbě cílů disertační práce, postupuje autorka poměrně systematicky již od teoretického popisu problematiky, až po návrh experimentu, jeho realizaci a vyhodnocení.

Pro studium dějů v kompozitech je použit vhodný teoretický předpoklad, modely i praktické ověření dielektrických vlastností ve stejnosměrném a střídavém elektrickém poli. Pro praktické ověření je v práci použito několika postupů povrchové úpravy recyklovaného plniva, měření dielektrických vlastností i modelů permitivity. Experiment je vzhledem k množství použitých materiálů a variant množství plnění velmi rozsáhlý a přináší zajímavé informace a korelační souvislosti mezi metodami a materiály.

Je možné konstatovat, že stanovené cíle práce byly splněny.

Zhodnocení výsledků a původního přínosu práce

Disertační práce popisuje ve své původní experimentální části přípravu jednotlivých vzorků s ohledem na množství plniva v matrici. Jsou studovány vlivy různých plazmatických úprav na vlastnosti plniva a je studován vliv jednotlivých variant na celkové dielektrické vlastnosti finálního kompozitu. Kromě výsledků měření ve stejnosměrném a střídavém poli jsou studovány jednotlivé predikční modely a je experimentálně určen optimální perkolační práh plnění vhodný pro předpokládané aplikace. Za původní výsledky a přínos práce lze považovat zejména stanovení predikčního modelu permitivity s ohledem na tvar částic plniva, jeho množství a perkolačního prahu. Tyto poznatky naleznou své místo v průmyslové praxi výroby konstrukčních kompozitů.

Zhodnocení systematičnosti, přehlednosti, formální a jazykové úrovně

Disertační práce je zpracována poměrně přehledně a systematicky. Autorka postupuje během psaní práce logicky, od známého k neznámému. Formuluje technické otázky a odpovídá na ně výsledky experimentu, stanovuje hypotézy chování dielektrického systému a snaží se je vysvětlit právě s využitím původních experimentálních dat.

Z hlediska jazykové úrovně je práce psána zcela v pořádku.

Mám několik drobných výhrad k formálnosti, kde citace nejsou v textu řazeny v souvislé řadě, ale autorka v nich přeskakuje. V textu se objevují nepřesné odkazy na obrázky, např. str 12 - odkaz na obr 4.7, který v práci zcela chybí. Případně matoucí popisy obrázků na straně 45 obr. 6.8 – není jasné kde je pásmo D a G v Ramanově spektru. Strana 57 obr. 7.6 – není jasné zda je hmotnostní podíl v % nebo ne.

Na straně 53 je odkaz na kapitolu 5.4.1, která však v práci chybí.

Dále bych si dovolil vznést připomínku ke kapitole 6.3.1, kde z názvu této kapitoly vyplývá, že se jedná o měření ve stejnosměrném poli, ale autorka uvádí, že efektivní permitivita se měřila při 100 Hz.

Zhodnocení kvality publikací a ostatních aktivit studenta

Autorka práce uvádí celkem 20 původních publikací (databáze SCOPUS jich k 15.7.2021 uvádí 14). Jedná o konferenční příspěvky na mezinárodních i českých konferencích a články v mezinárodních časopisech.

Publikační výstupy jsou relevantní studované problematice a jejich počet i úroveň hodnotím velmi kladně.

Celkové zhodnocení a otázky k obhajobě

Disertační práce je zpracovány poměrně kvalitně s využitím mnoha zdrojů, velmi dobře navrženým, zpracovaným i vyhodnoceným experimentem. Výsledky práce jsou původní a přinášejí do technického poznání nové poznatky o dielektrickém chování recyklovaných materiálů, jejich chování a možnostech predikce jejich vlastností.

Po celkovém zhodnocení a uvedení všech výše popsaných faktů **doporučuji** práci k obhajobě.

Otázky k práci:

1. V práci zmiňujete vliv plazmatických úprav na mechanické vlastnosti uhlíkových vláken. Byl detailněji studován vliv plazmatické úpravy vláken na stav mezifáze po vytvrzení v matrici, viz obr. 6.3, na mechanické vlastnosti?
2. Jak byly určovány vstupní parametry materiálových vlastností pro modely efektivní permitivity?
3. Měření byla prováděna při jedné teplotě. Nebyl studován také vliv teploty nebo vlhkosti na měřené charakteristiky?
4. S jakou četností byla prováděna jednotlivá měření?
5. V jakém čase ustálení byla hodnocena vodivost při DC měřeních?
6. Jaká je optimální hodnota vodivosti kompozitu pro zamýšlené aplikace?

Datum
Date

19.7.2021

Podpis oponenta:
Signature of opponent

Opponent's Review

of the Doctoral Thesis

„Dielektrické vlastnosti epoxydových kompozitů plněných recyklovanými uhlíkovými vlákny“

by Ing. Jana Novotná

The doctoral thesis is devoted to development, manufacturing and analysis of the composites of epoxy resin and recycled carbon fibres. Main focus is given to studies of the composites' dielectric properties and their relation to the structural and technological parameters. The scope of the thesis is broad and covers many topics from technology, experiment and theory. Namely, the work includes:

- State of the art with information on the design and technology, electrical properties and application potential of the composites of epoxy resin and carbon fibres.
- Particular technological features of the composites using short recycled carbon fibres, including proper plasma treatment. Optimization of the composite manufacturing, filler content and properties in accordance with the practical use. Application of the plasma treatment was shown to be efficient in improvement of the composite dielectric properties mainly for the compositions above the percolation threshold.
- Experimental study (a few different methods were used) of the DC conductivity, dielectric properties and AC conductivity in a broad frequency range (10^{-2} – 10^6 Hz) and analysis of their frequency and concentration dependences. Experimental determination of the percolation threshold.
- Description of the concentration dependence of the composites' dielectric properties by the theoretical models and its comparison with the experimental one. Correction and optimization of the model parameters and selection of the suitable approach to modelling and prediction of the effective dielectric properties of the epoxy resin composites with short recycled carbon fibres based on the matrix and filler properties.

Generally, the well-organized doctoral thesis provides a good impression, presents a complete research work and satisfies the applied requirements. The clear formulated main tasks were achieved by use of proper technological experimental and analytical techniques. The obtained results look reliable, their analysis and resulted conclusions are adequate and important for the research field, correspond to the scope of the work and can be useful for further development and tentative application of the composites with short recycled carbon fibres (for instance, as relatively cheap microwave shielding or absorbing materials). Main results of the thesis were presented in numerical conferences and published in international journals.

I have no significant remarks on the thesis. I would like to ask the candidate to comment on the main differences between the carbon nanofibers/nanotubes (which are frequently used as filler in composites) and the studied recycled carbon fibres? Could you compare the advantages and drawbacks of both types of the composite fillers? This question is discussed in the thesis, but please, summarize the points.

In conclusion, the thesis clearly shows that Jana Novotná proved to be able to conduct independent scientific work, use variety of available technological, experimental and theoretical methods, and work with literature. I definitely **recommend the dissertation for the defence.**

In Prague, 20. 8. 2021

Doc. Ing. Viktor Bovtun, CSc.