

Měření mikrotvrlosti modifikovaného polyamidu 11

Bc. Patrik Šťastný

Diplomová práce
2013



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Patrik Šťastný**
Osobní číslo: **T11183**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Výrobní inženýrství**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření mikrotvrdoti modifikovaného polyamidu 11**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracování literární studie na dané téma.
2. Příprava zkušebních těles pro experimentální část.
3. Provedení experimentu.
4. Vyhodnocení naměřených výsledků.

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

Dle doporučení vedoucího DP.

Vedoucí diplomové práce:

doc. Ing. David Mañas, Ph.D.

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

8. února 2013

Termín odevzdání diplomové práce:

10. května 2013

Ve Zlíně dne 11. února 2013



doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan



prof. Ing. Berenika Hausperová, Ph.D.
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

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

Ve Zlíně 7. května 2013

.....
Šťastný Patrik

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacího zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá měřením mikrotvrlosti modifikovaného polymeru. Modifikace spočívá v radiačním zesíťování polyamidu 11. Teoretická část se zaměřuje na definování základních pojmů z oblasti tvrdosti a mikrotvrlosti, přehled používaných metod pro měření mikrotvrlosti, princip radiačního síťování a popis vlivu ionizujícího záření na polymerní materiály. Praktická část je orientována na ověření přínosu radiačního síťování na hodnoty mikrotvrlosti a další vybrané vlastnosti polyamidu 11 spojené s tvrdostí. Obsahuje statistické vyhodnocení naměřených hodnot pomocí metody DSI a diskuzi získaných výsledků.

Klíčová slova: mikrotvrlost, Vickers, Knoop, Berkovič, metoda DSI, radiační síťování, ionizující záření.

ABSTRACT

Master thesis is concerned with measuring the micro-hardness of the modified polymer. The modification consists in the radiation cross-linking polyamide 11. The theoretical part focuses on defining the basic terms of hardness and micro-hardness, an overview of the methods used for measuring the micro-hardness, the principle of radiation cross-linking and a description of the effects of ionizing radiation on polymeric materials. The practical part is focused on testing the contribution of radiation cross-linking on the micro-hardness and other selected characteristics of polyamide 11 connected with a hardness. It contains statistical evaluation of measured values using the DSI method and discussion of the results.

Keywords: micro-hardness, Vickers, Knoop, Berkovich, DSI method, radiation cross-linking, ionizing radiation.

Mé poděkování patří především doc. Ing. Davidu Maňasovi, Ph.D. za příkladné vedení po celou dobu vypracování této diplomové práce. Velmi si cením jeho odborných rad, připomínek a času, který mi věnoval. Dále děkuji všem, kteří mě podporovali po celou dobu studia.

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

Ve Zlíně 7. května 2013


.....

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 MĚŘENÍ TVRDOSTI A MIKROTVRDOSTI	12
1.1 ROZDĚLNÍ ZKOUŠEK TVRDOSTI	12
1.1.1 Podle principu zkoušky.....	12
1.1.2 Podle rychlosti působení zatěžující síly a odezvy materiálu.....	13
1.1.3 Podle velikosti působící síly a maximální hloubky vtisku.....	14
2 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI	15
2.1 MIKROTVRDOST DLE VICKERSE	16
2.1.1 Podstata zkoušky	17
2.1.2 Provedení zkoušky.....	20
2.2 MIKROTVRDOST DLE KNOOPA	20
2.2.1 Podstata zkoušky	21
2.2.2 Provedení zkoušky.....	23
2.2.3 Srovnání metody dle Knoop a Vickerse.....	23
2.3 MIKROTVRDOST DLE BERKOVIČE	24
2.3.1 Podstata zkoušky	24
2.4 ZAŘÍZENÍ PRO MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI	26
2.5 INSTRUMENTOVANÁ VNIKACÍ ZKOUŠKA TVRDOSTI – DSI.....	28
2.5.1 Podstata zkoušky	29
2.5.2 Zpracování naměřených dat	30
2.5.3 Indentační křivky.....	35
2.5.4 Vliv potencionálních zdrojů rušení na přesnost měření	37
3 RADIAČNÍ SÍŤOVÁNÍ	38
3.1 SÍŤOVÁNÍ POMOCÍ BETA ZÁŘENÍ.....	40
3.2 SÍŤOVÁNÍ POMOCÍ GAMA ZÁŘENÍ	42
3.3 SROVNÁNÍ SÍŤOVÁNÍ POMOCÍ BETA A GAMA ZÁŘENÍ	43
3.4 POLYMERY VHODNÉ PRO RADIAČNÍ SÍŤOVÁNÍ.....	44
3.5 ZMĚNA VLASTNOSTÍ RADIAČNĚ SÍŤOVANÝCH POLYMERŮ	46
4 ZÁŘENÍ A POLYMERNÍ MATERIÁLY	47
4.1 ZÁŘENÍ – ZÁKLADNÍ POJMY A ROZDĚLENÍ	47
4.2 ALFA ZÁŘENÍ	48
4.3 BETA ZÁŘENÍ	49
4.4 GAMA ZÁŘENÍ.....	50
4.5 UV ZÁŘENÍ	51
4.5.1 Vliv UV záření na polymerní materiály	51
4.5.2 Ochrana před UV zářením	53
4.6 RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ (X ZÁŘENÍ).....	53
4.6.1 Vliv rentgenového záření na polymerní materiály	54
II PRAKTICKÁ ČÁST	55
5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	56

5.1	CÍL PRÁCE.....	56
5.2	ZKUŠEBNÍ VZORKY A ZVOLENÁ METODA.....	56
5.3	POSTUP MĚŘENÍ.....	56
5.4	POLYAMID 11.....	57
5.5	ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT	59
5.5.1	Zkušební zatížení 0,5 N	59
5.5.2	Zkušební zatížení 1 N	64
5.5.3	Zkušební zatížení 5 N	68
6	DISKUZE VÝSLEDKŮ	73
	ZÁVĚR	78
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	79
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	85
	SEZNAM OBRÁZKŮ	88
	SEZNAM TABULEK	90

ÚVOD

Měření tvrdosti, ať už polymerních nebo kovových materiálů, je jednou z nejčastěji prováděných činností při získávání mechanických vlastností těchto materiálů. Nabízí se nám celá řada metod pro hodnocení tvrdosti, jejichž vývoj započal již v 18. století. Za tu dobu se metody neustále zdokonalovaly, objevovaly nové a od některých se také upustilo. Měření tvrdosti se tak vyvinulo z prostého měření vrypu do dnešní podoby, kdy se především v laboratorních podmínkách využívá velmi sofistikovaných digitálních zařízení schopných měřit nejen tvrdost, ale také další parametry s tvrdostí spojené. Právě nástup digitálních zařízení v oblasti mikrotvrdosti přinesl posun v přesnosti měření, kdy klasické odměřování již nebylo dostačující.

Zatím posledním vývojovým stupněm v oblasti měření mikrotvrdosti i nanotvrdosti je metoda DSI – instrumentovaná vnikací zkouška. Ta hodnotí celý průběh měření (zatěžování i odlehčování) a na rozdíl od klasických zkoušek bere v úvahu i elastické chování zkoušeného materiálu. Teoretická část této práce se věnuje přehledu v dnešní době používaných metod pro měření mikrotvrdosti. Je zde uvedena podstata jednotlivých zkoušek a jejich provedení. Dále je popsán proces radiačního síťování a jeho účinky na polymerní materiály.

Právě radiačním síťováním budou modifikovány vzorky polyamidu 11 pro praktickou část této práce. Při radiačním síťování dochází u materiálů vlivem působení záření k nastartování procesu síťování, což může zlepšit vlastnosti vybraných materiálů, především v oblasti mechanické, tepelné a chemické odolnosti.

Praktické část této diplomové práce se zabývá měřením mikrotvrdosti modifikovaného polyamidu 11. Zkušební vzorky byly vystaveny působení různých dávek elektronového beta záření. Pro měření byla zvolena metoda DSI, která umožňuje nejen měření mikrotvrdosti, ale vyhodnocuje také další materiálové vlastnosti. Naměřená data byla statisticky vyhodnocena. Výstupem z tohoto měření je série grafů pro jednotlivé veličiny a charakteristické indentační křivky, které zachycují chování materiálu v průběhu celého měřicího cyklu.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 MĚŘENÍ TVRDOSTI A MIKROTVRDOSTI

První systematický způsob měření tvrdosti realizoval v 18. století Réaumur. Jeho metoda spočívala v měření polohy vrypu, který zanechal zkoušený materiál na tyči s proměnlivou tvrdostí. O 100 let později vznikla Mohsova stupnice, ta zahrnovala 10 minerálů, číslo 1 měl v této stupnici mastek a naopak číslo 10 bylo přiděleno diamantu, jakožto nejtvrdějšímu materiálu. Další zkouškou, která určovala tvrdost na základě velikosti vrypu, byla Martensova zkouška. U té se měřila šířka vrypu, kterou zanechal diamantový hrot o vrcholovém úhlu 90°. Zavedení konvečních vtiskových testů se datuje na počátek 20. století, kdy nejdříve vznikla zkouška dle Brinella a vzápětí ji následovaly i zbylé zkoušky dle Vickerse, Knoop, Vickerse, Berkoviče či Rockwella. [1, s. 2], [2, s. 14]

Tvrdot definujeme jako odolnost materiálu proti vnikání jiného tělesa – indentoru, jenž má přesný geometrický tvar a působí na něj zkušební zatížení. Je to tedy vlastnost materiálu, která nám udává schopnost materiálu vzdorovat trvalé plastické deformaci. Tvrdot určujeme z velikosti trvalé deformace – vtisku, kterou indenter zanechal, nelze ji však charakterizovat jako jednoznačně definovanou fyzikální veličinu. Na výslednou hodnotu tvrdosti působí celá řada faktorů, ta je tak určena komplexem mechanických a fyzikálních vlastností. [1, s. 2], [2, s. 15]

1.1 Rozdělní zkoušek tvrdosti

Od počátku měření tvrdosti se objevila celá řada metod, ty je možné rozdělit dle několika různých hledisek:

1.1.1 Podle principu zkoušky

Vtiskové metody

Jedná se o nejvíce rozšířené metody. Základem těchto metod je měření velikosti vtisku, který ve zkoušeném materiálu zanechá vnikací těleso - indenter. Ten může mít tvar kuličky, jehlanu, kužele nebo dalších přesně definovaných geometrických těles. Materiál indentoru je většinou diamant nebo kalená ocel. Patří sem metody dle: Brinella, Rockwella, Vickerse, Knoop, Berkoviče, metoda vtlačení kuličky (BIM), Shore A a D, IRHD. [3, s. 1]

Vrypové metody

Tvrдост se určí na základě šířky vrypu, který ve zkoušeném materiálu zanechal diamantový hrot. Podmínkou při měření je dokonale vyleštěný povrch zkoušeného vzorku. Příkladem této metody je Martensova zkouška. [3, s. 1]

Odrázové metody

Princip spočívá v měření výšky (Shoreho skleroskop) nebo úhlu odrazu (duroskop) zkušební tělesa, které dopadá na zkoušený vzorek z určité výšky. V případě měření výšky odrazu je tímto tělesem závaží s kulovitě vybroušeným diamantovým hrotem. [1, s. 16], [3, s. 1]

Kyvadlové metody

Měří se úbytek energie kyvadla s kuličkou, které zvětšuje předem vytvořený vtisk ve zkušebním vzorku. [3, s. 1]

1.1.2 Podle rychlosti působení zatěžující síly a odezvy materiálu

Staticko - plastické

Zatěžující síla působí na zkoušený povrch staticky v kolmém směru. Využívá se pro laboratorní měření. Patří sem metody dle: Brinella, Rockwella, Vickerse, Knoop, atd. [3, s. 1]

Dynamicko – elastické

Jedná se o již popsané odrazové metody, kdy se měří výška nebo úhel odrazu dopadajícího tělesa. V místě nárazu dochází k elastické deformaci, přičemž se spotřebuje část kinetické energie dopadajícího zkušební tělesa, to se tak již neodrazí do výchozí polohy. [1, s. 16], [3, s. 2]

Dynamicko – plastické

Zkušební těleso (obvykle kulička) vniká do zkoušeného materiálu účinkem rázového zatížení a vytváří na povrchu trvalý vtisk. Patří zde Poldi kladívko a Baumanovo kladívko.

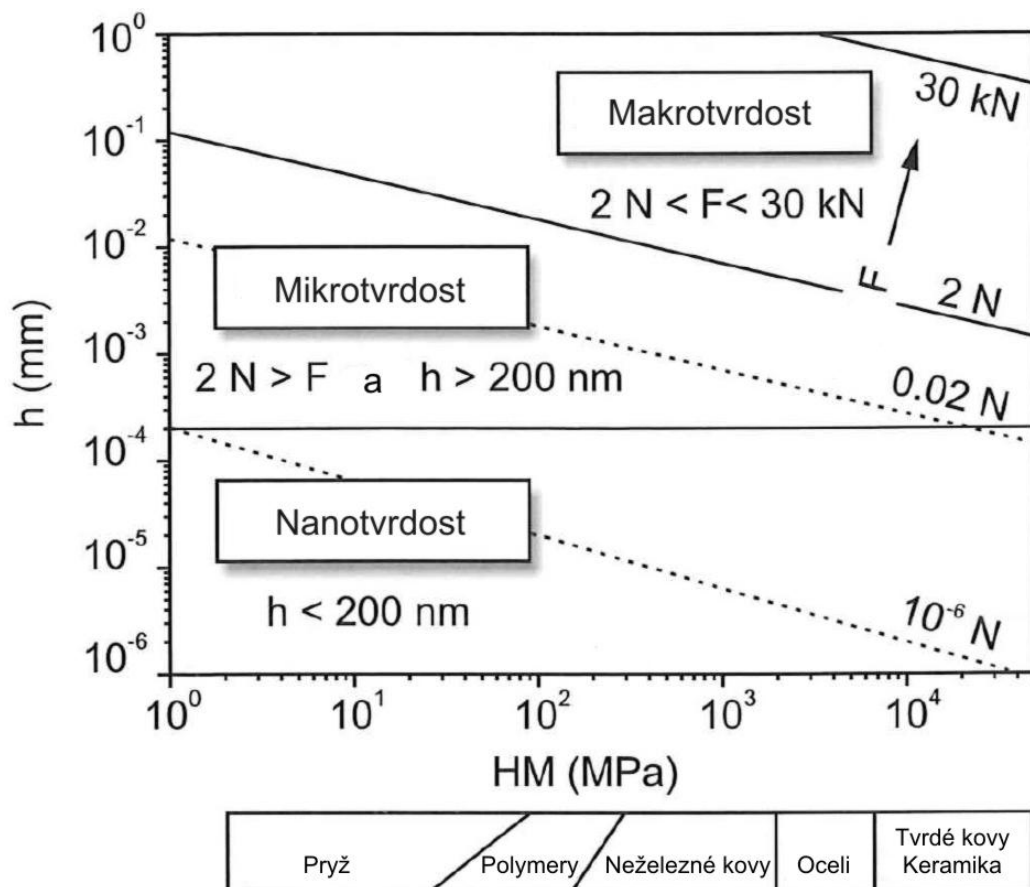
Výhodou přístrojů pro dynamické zkoušky jsou jejich malé rozměry. Přístroje jsou tak snadno přenositelné a vhodné pro dílenskou kontrolu. [1, s. 16], [3, s. 2]

1.1.3 Podle velikosti působící síly a maximální hloubky vtisku

Dle tohoto hlediska můžeme zkoušky tvrdosti rozdělit na:

- Zkoušky makrotvrdosti, kdy velikost vtisku je v řádu mm (10^{-3} m). Jsou vhodné pro měření tvrdosti materiálu jako celku.
- Zkoušky mikrotvrdosti, kdy velikost vtisku je v řádu μm (10^{-6} m). Uplatňují se při měření tvrdosti jednotlivých strukturních vrstev, tenkých povlaků, atd.
- Zkoušky nanotvrdosti, kdy velikost vtisku je v řádu nm (10^{-9} m). Oblast použití je v mnohém podobná jako u mikrotvrdosti, tedy měření velmi tenkých povlaků, filmů a strukturních fází. [1, s. 12, 16]

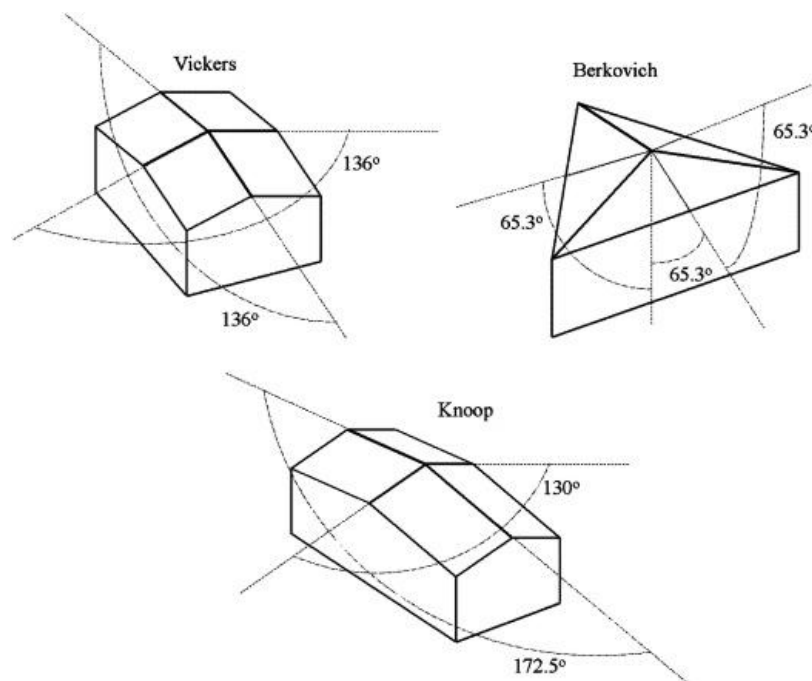
Názorně nám toto rozdělení zobrazuje obrázek (Obr. 1), kde F značí maximální sílu, v průběhu zkoušky, h maximální hloubku vytvořeného vtisku a HM udává hodnoty Martensovy tvrdosti pro jednotlivé skupiny materiálů.



Obr. 1. Rozdělení zkoušek tvrdosti [4, s. 193]

2 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI

Zkoušky mikrotvrdomosti jsou charakteristické tím, že pro hodnocení tvrdosti zkoušeného materiálu využívají zatížení v gramech, velikost indentoru a stejně tak i velikost vtisku je v řádu μm (10^{-6} m). Pro hodnocení velikosti vtisku je nutné použití mikroskopu (klasický či digitální). V posledních letech se především v laboratorních podmínkách začalo rozšiřovat měření mikrotvrdomosti pomocí metody DSI, jež umožňuje kromě velmi přesného hodnocení tvrdosti i získání dalších materiálových parametrů. K měření mikrotvrdomosti se celosvětově používají metody dle Vickerse, Knoopa a Berkoviče, těmto metodám jsou věnovány samostatné kapitoly. Pro hodnocení tvrdosti využívají pyramidové indentory, viz obrázek (Obr. 2). Objevily se i další specifické metody např. dle Meincka (Attingera) nebo měření na dvojkuželi, avšak tyto metody se pro moderní hodnocení tvrdosti nevyužívají. Měření mikrotvrdomosti se uplatňuje v oblastech uvedených v tabulce (Tab. 1).



Obr. 2. Indentory pro měření mikrotvrdomosti [5]

Tab. 1. Oblasti použití metod měření mikrotvrdomosti [1, s. 4]

Oblasti použití metod měření mikrotvrdomosti	
Měření malých nebo tenkých součástí	Měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkušební vzorku
Měření tvrdosti strukturních složek a fází	Měření tvrdosti velmi tenkých kovových a jiných anorganických povlaků
Měření křehkých materiálů	Hodnocení svarových spojů
Hodnocení vrstev po chemicko-tepelném zpracování	Pro hodnocení oduhličujících procesů
Studium difúzních pochodů	

2.1 Mikrotvrdomost dle Vickerse

Metoda dle Vickerse nám dává ucelenou stupnici tvrdosti pro velkou škálu materiálů a umožňuje tak jejich přímé porovnání. Jedná se o velmi přesnou a citlivou metodu, která je hojně využívána. Předností této metody je také to, že hodnoty tvrdosti jsou prakticky nezávislé na velikosti zatížení, což bude ještě podrobněji vysvětleno. Zkouška je specifikována v normě ČSN EN ISO 6507-1: *Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Vickerse - Část 1: Zkušební metoda* a také v normě ČSN EN ISO 4516: *Kovové a jiné anorganické povlaky - Zkoušky mikrotvrdomosti podle Vickerse a podle Knoopu*. Rozdíl mezi zkouškami tvrdosti a mikrotvrdomosti je ve velikosti použitého zkušební zatížení, podstata ani průběh zkoušky se nemění. [2, s. 25]

Dle velikosti použitého zkušební zatížení rozlišujeme tři oblasti měření dle Vickerse, viz tabulka (Tab. 2).

Tab. 2. Rozdělení metody Vickers [6]

Označení	Symbol tvrdosti HV	Zkušební zatížení F (N)
Zkouška tvrdosti podle Vickerse	$\geq HV 5$	$F \geq 49,03$
Zkouška tvrdosti podle Vickerse při nízkém zatížení	$HV 0,2 \text{ až } < HV 5$	$1,961 \leq F < 49,03$
Zkouška mikrotvrdomosti podle Vickerse	$HV 0,01 \text{ až } < HV 0,2$	$0,09807 \leq F < 1,961$

Pro označení se dle evropské normy používá zkratka HV, doplněná o hodnotu zkušebního zatížení v kilogramech. Následující tabulka (Tab. 3) udává přehled zkušebních zatížení pro jednotlivé oblasti měření.

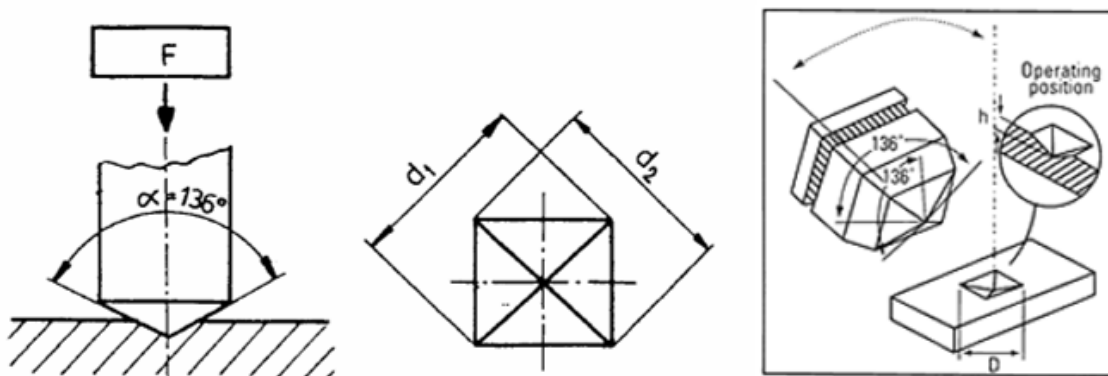
Tab. 3. Zkušební zatížení pro metodu dle Vickerse [6]

Zkouška tvrdosti		Zkouška tvrdosti při nízkém zatížení		Zkouška mikrotvrdosti	
Symbol tvrdosti	Zkušební zatížení F (N)	Symbol tvrdosti	Zkušební zatížení F (N)	Symbol tvrdosti	Zkušební zatížení F (N)
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,1471
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

Norma ČSN EN ISO 4516 udává zatížení až do hmotnosti $1 \cdot 10^{-3}$ kg, tj. $9,807 \cdot 10^{-3}$ N.

2.1.1 Podstata zkoušky

Jak již bylo uvedeno měření mikrotvrdosti dle Vickerse je až na velikost zkušebního zatížení analogické s měřením makrotvrdosti. V obou případech se jako vnikající těleso využívá pravidelný čtyřboký jehlan (čtvercová základna) vyrobený z diamantu. Úhel mezi osami protilehlých stěn je 136° . Půdorys vtisku má tedy čtvercový tvar. [2, s. 26]



Obr. 3. Princip měření mikrotvrdosti dle Vickerse [1, s. 9]

Zkušební zatížení F působí v kolmém směru po přesně stanovenou dobu. Na základě velikosti úhlopříčky vtisku d , který zůstane v materiálu po odlehčení vnikajícího tělesa, se určí velikost plochy vtisku. Hodnota tvrdosti je vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše povrchu vtisku, výpočet se provede dle normou daného vztahu [1, s. 9]:

$$HV = \text{konstanta} \cdot \frac{\text{zkušební zatížení}}{\text{plocha povrchu vtisku}} = 0,102 \cdot \frac{2F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

$$\text{konstanta} = \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} = 0,102 \quad (2)$$

kde: HV – hodnota tvrdosti dle Vickerse (MPa, uvádí se však pouze HV)

F – zkušební zatížení (N)

d – aritmetický průměr dvou úhlopříček (mm)

g_n – normální tíhové zrychlení ($\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$) [6]

V praxi se však často můžeme setkat s tím, že se výše uvedená konstanta vynechává, vztah pak vypadá následovně:

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3)$$

kde: HV – hodnota tvrdosti dle Vickerse (MPa, uvádí se však pouze HV)

F – zkušební zatížení (N)

d – aritmetický průměr dvou úhlopříček (mm) [2, s. 27]

Jako velká výhoda této metody bylo uvedeno, že hodnoty tvrdosti jsou prakticky nezávislé na velikosti zatěžující síly F , pro kterou platí Kickův zákon podobnosti. Jedná se o vztah, který nám udává to, že velikost F závisí především na velikosti úhlopříčky vtisku d .

$$F = k \cdot d^2 \quad (4)$$

kde: F – zkušební zatížení (N)

k – konstanta závislá na vlastn. zkoušeného materiálu a geometrii vnikajícího tělesa

d – aritmetický průměr dvou úhlopříček (mm) [2, s. 28]

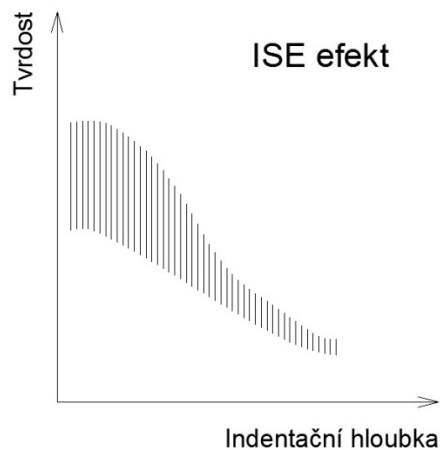
Dosažením tohoto vztahu (4) do rovnice (1) dostaneme:

$$HV = \text{konst.} \quad (5)$$

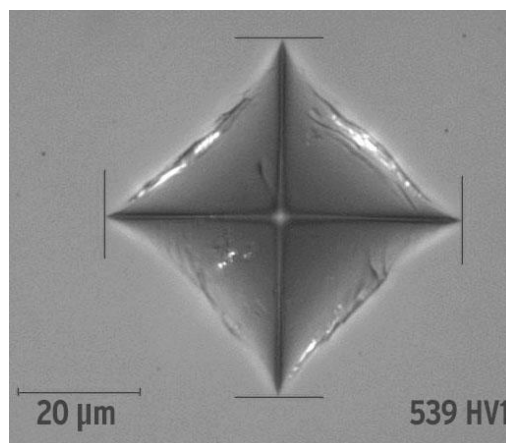
kde: HV - hodnota tvrdosti dle Vickerse (MPa, uvádí se však pouze HV) [2, s. 28]

Kickův zákon podobnosti platí velmi dobře v oblasti makrotvrdomosti, přibližně v rozmezí zatížení 10 – 50 N. Při vyšších hodnotách zatížení dochází k mírnému zvýšení hodnot tvrdosti, což je stále vyhovující. Avšak v oblasti mikrotvrdomosti (tj. pod 2 N) již není Vickersova tvrdost nezávislá na velikosti působícího zatížení. [1, s. 4], [2, s. 28]

V oblasti mikrotvrdomosti se totiž uplatňuje tzv. Indentation Size Effect = vliv velikosti vtisku. Který má za následek to, že hodnoty mikrotvrdomosti jsou vždy větší než u makrotvrdomosti a také to, že s klesajícím zatížením (indentační hloubkou) hodnoty mikrotvrdomosti narůstají, což nám znázorňuje obrázek (Obr. 4). Hlavní příčinou tohoto jevu, je nárůst elastické deformace, ve srovnání s def. plastickou, jež se projevuje větším zotavením vtisku. [2, s. 28]



Obr. 4. Vliv ISE [7]



Obr. 5. Reálný obraz vtisku Vickers [8]

Norma ČSN EN ISO 4545 zahrnuje zkušební zatížení od 0,09807 N do 19,614 N, tj. 10 g až 2 kg, běžně se však využívá zatížení pouze do 1 kg. Analogicky jako i u Vickerse se používá stejný zápis, tedy zkratka *HK* doplněná o hodnotu zkušebního zatížení v kilogramech. Metoda je vhodná pouze pro vtisky s úhlopříčkami $\geq 0,020$ mm. [10]

2.2.1 Podstata zkoušky

Knoopův indentor je vyrobený z diamantu a má tvar jehlanu o kosočtvercové základně s vrcholovými úhly mezi protilehlými stranami alfa a beta rovnými $172,5^\circ$ a 130° . Poměr mezi dlouhou a krátkou úhlopříčkou vtisku je přibližně 7 : 1 a hloubka vtisku tvoří asi 1 / 30 délky dlouhé úhlopříčky. Indentor se zatlačuje do povrchu zkušebního vzorku předepsaným zkušebním zatížením, viz tabulka (Tab. 4) a následně se měří dlouhá úhlopříčka vtisku, který v povrchu zůstane zachován po odlehčení zkušebního zatížení. [10], [11]

Tab. 4. Zkušební zatížení pro metodu dle Knoop [10]

Tvrdość dle Knoopa	
Symbol tvrdosti	Zkušebního zatížení F (N)
HK 0,01	0,09807
HK 0,02	0,1961
HK 0,025	0,2452
HK 0,05	0,4903
HK 0,1	0,9807
HK 0,2	1,961
HK 0,3	2,942
HK 0,5	4,903
HK 1	9,807

Tvrdość podle Knoopa je určena jako podíl zatěžující síly k průmětu plochy vtisku, který se považuje za jehlan o kosočtvercové základně se shodnými vrcholovými úhly jako vnikací těleso. Výpočet je následující:

$$HK = \text{konstanta} \cdot \frac{\text{zkušební zatížení}}{\text{plocha povrchu vtisku}} \quad (6)$$

$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{c \cdot d_d^2} = 0,102 \cdot \frac{F}{0,07028 \cdot d_d^2} = 1,451 \frac{F}{d_d^2} \quad (7)$$

$$\textit{konstanta} = \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} = 0,102 \quad (8)$$

$$c = \frac{\tan \frac{\beta}{2}}{2 \cdot \tan \frac{\alpha}{2}} = 0,07028 \quad (9)$$

kde: HK – hodnota tvrdosti dle Knoop

F – zkušební zatížení (N)

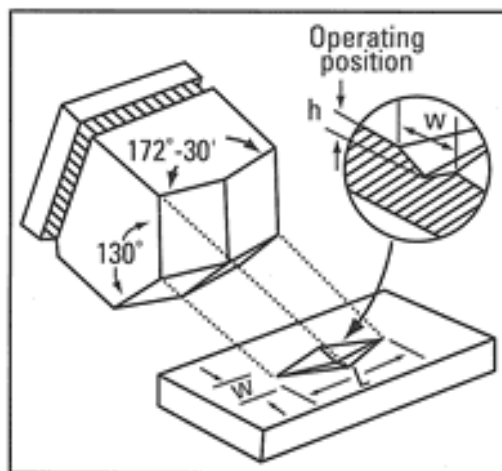
d_d – délka delší úhlopříčky (mm)

c – konstanta vnikajícího tělesa

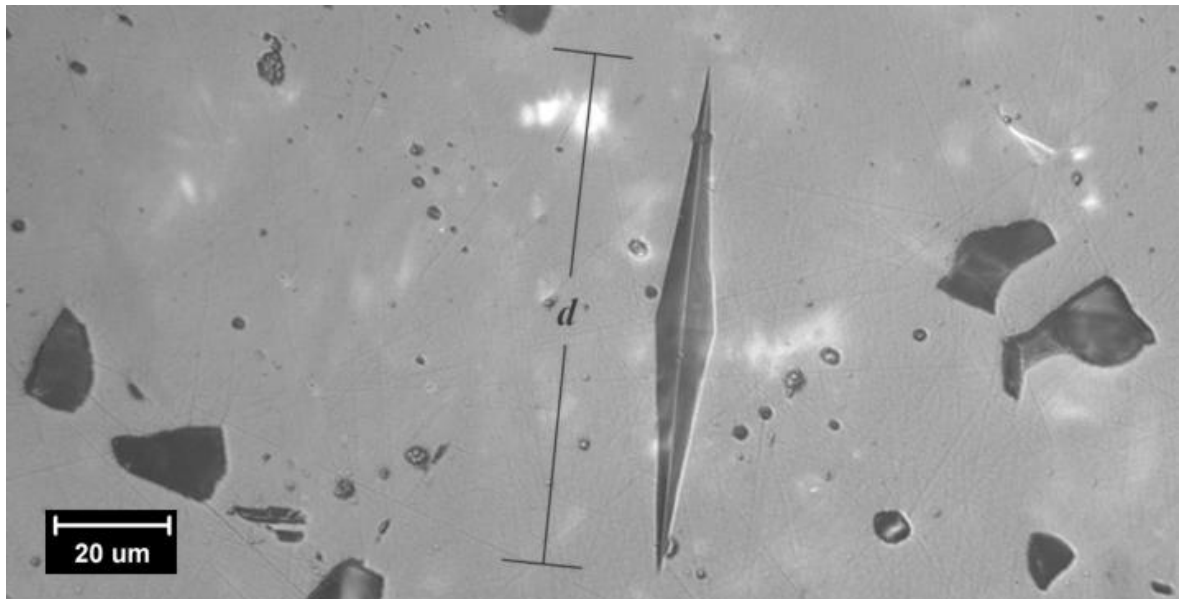
g_n – normální tíhové zrychlení ($\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$)

α – úhel $172,5^\circ$

β – úhel 130° [1, s. 14], [10]



Obr. 7. Knoopův indentor [12]



Obr. 8. Reálný obraz vtisku – dle Knoopa [13]

2.2.2 Provedení zkoušky

Obdobně jako u metody dle Vickerse platí to, že vzorek musí mít hladký, rovný povrch zbavený všech nečistot. Vzorky se připravují jako metalografický výbrus (broušení za mokra, elektroleštění, leštění diamantovými pastami). Zásady umístění vpichů jsou totožné jako u metody dle Vickerse viz kapitola 2.1.2. Od začátku zatěžování až do jeho plné hodnoty nesmí uplynout více jak 10 s. Přibližování vnikajícího tělesa musí probíhat rychlostí od $15 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ do $70 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ a doba působení plného zkušebního zatížení musí být v rozmezí 10 až 15 s. [1, s. 15]

Zápis tvrdosti dle Knoopa je tvořen hodnotou tvrdosti, symbolem HK za nímž následuje číslice označující velikost zkušebního zatížení v kilogramech a doba působení zkušebního zatížení v sekundách, liší-li se od předepsané doby (10 - 15 s) [1, s. 14]:

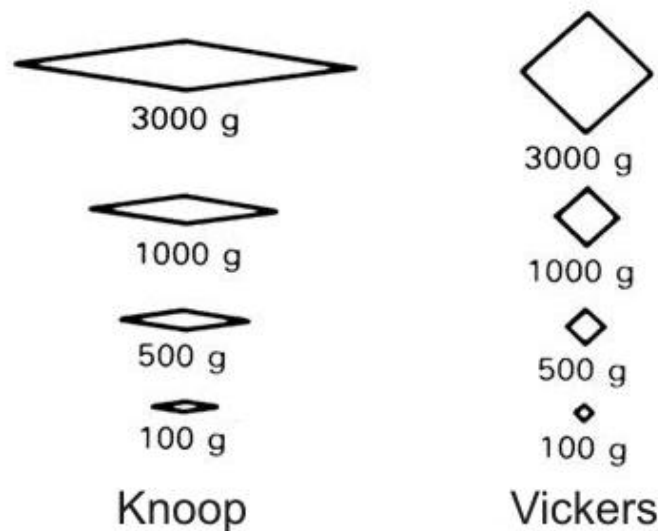
Př.: 450 HK 0,5 = tvrdost dle Knoopa 450 stanovená při zkušebním zatížení 0,5 kg (tj. 4,903 N) působícím po dobu od 10 do 15 s.

2.2.3 Srovnání metody dle Knoopa a Vickerse

Porovnáním vtisků vytvořených Knoopovým a Vickersovým indentorem při stejném zkušebním zatížení a stejném zkoušeném materiálu bylo zjištěno, že:

Hloubka vtisku je u Vickerse téměř dvojnásobná a velikost delší úhlopříčky je u Knoopa asi 3x větší než úhlopříčka u Vickerse. Knoop je tedy vhodnější pro měření velmi tenkých

a křehkých materiálů, ale je citlivější na kvalitu připraveného povrchu než Vickers. Tím, že je u Knoop úhlopříčka vzniklého vtisku mnohem delší, je zde menší prostor pro chybu při odměřování a také lze úhlopříčku měřit u velmi tvrdých materiálu, kde je vtisk velmi malý. Na druhou stranu metoda dle Vickerse umožňuje širší rozsah zkušebních zatížení a také korelace pro měření tvarových ploch (válcové, kulové, konvexní a konkávní). Dle tvaru indentoru je Knoop vhodnější pro malé protáhlé oblasti a Vickers zase pro kruhové oblasti. Velikost vtisku pro jednotlivé metody při stejném zatížení a stejném zkoušeném materiálu ukazuje obrázek (Obr. 9). [11], [14], [15]



Obr. 9. Porovnání vtisků Knoop a Vickers [15]

2.3 Mikrotvrdotost dle Berkoviče

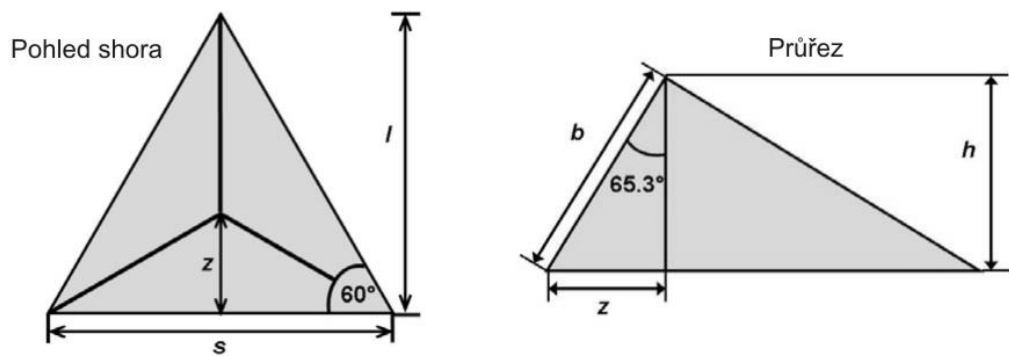
Dříve též označována jako zkouška mikrotvrdotosti podle Chruščova a Berkoviče. Berkovičův indenter se v dnešní době používá jak v oblasti mikrotvrdotosti, tak i nanoindentace. Navrhnut byl již v polovině 20. století. [2, s. 30]

2.3.1 Podstata zkoušky

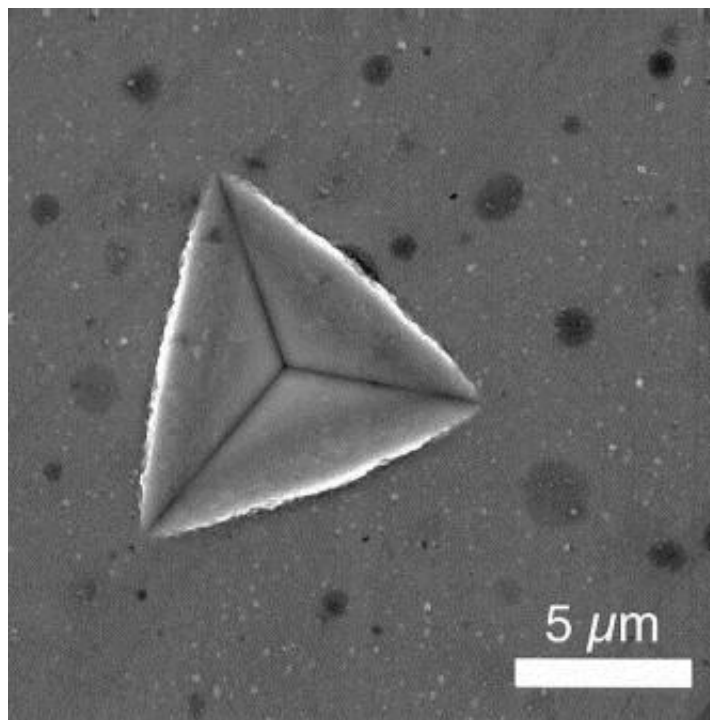
Průběh a princip zkoušky se nijak neliší od metody měření mikrotvrdotosti dle Vickerse. Jedinou změnou je tvar indentoru. Berkovičův indenter je třístěnný diamantový jehlan. Má tu výhodu, že se stěny setkávají v jednom bodě, na rozdíl od Vickersova a Knoopova čtyřstěnného indentoru. Poloměr špičky nového Berkovičova indentoru má velikost 50 až 100 nm, s opotřebením se zvyšuje na 200 nm, kdežto u čtyřstěnných indentorů díky složitější výrobě (dosažení sbíhavosti hran) je dovolen vznik společné hrany. U Vickersova indentoru může tato hrana dosahovat maximálně 0,5 μm a u Knoopova až 1,0 μm . Berkovi-

čův indentor je také odolnější vůči neopatrnému zacházení a nárazům. [1, s. 11, 16], [16, s. 22], [17, s. 12]

Můžeme se setkat se dvěma verzemi Berkovičova indentoru. Ta původní byla navržena tak, aby poměr skutečné plochy stěn jehlanu k jeho výšce byl stejný jako u Vickersova indentoru, to zabezpečil úhel o velikosti $65,03^\circ$ mezi bočními stěnami a výškou jehlanu. Později však došlo k přehodnocení způsobu určování tvrdosti a to tak, že tvrdost byla dána jako poměr síly a projekční plochy vtisku. Na základě této koncepce byl indentor modifikován tak, aby splňoval podmínku stejného poměru projekční plochy k hloubce vtisku jako má Vickersův indentor. Toho se dosáhlo úpravou úhlu, který svírají boční stěny a výška jehlanu na hodnotu $65,27^\circ$, která se často zaokrouhluje na $65,3^\circ$. [2, s. 31], [16, s. 22, 27]



Obr. 10. Geometrie indentoru pro mikrotvrdost dle Berkoviče [18, s. 23]



Obr. 11. Reálný obraz vtisku – dle Berkoviče [19]

Mikrotvrdomost pro Berkovičův indentor s úhlem $65,03^\circ$ je vyjádřena jako poměr velikosti zatížení a plochy:

$$H_{CH} = 1570 \cdot \frac{w}{l^2} \quad (10)$$

kde: H_{CH} – hodnota mikrotvrdomosti dle Berkoviče

w – zkušební zatížení (kg)

l – výška trojúhelníku změřená na vtisku (mm) [2, s. 31]

Pro modifikovaný indentor s úhlem $65,27^\circ$ se mikrotvrdomost určí následovně:

$$H = \frac{F}{24,5 \cdot h^2} \quad (11)$$

kde: H – hodnota mikrotvrdomosti dle Berkoviče pro modifikovaný indentor

F – zkušební zatížení (N)

h – hloubka vtisku (mm) [16, s. 27]

2.4 Zařízení pro měření mikrotvrdomosti

Pro měření mikrotvrdomosti rozlišujeme několik typů zařízení, a to:

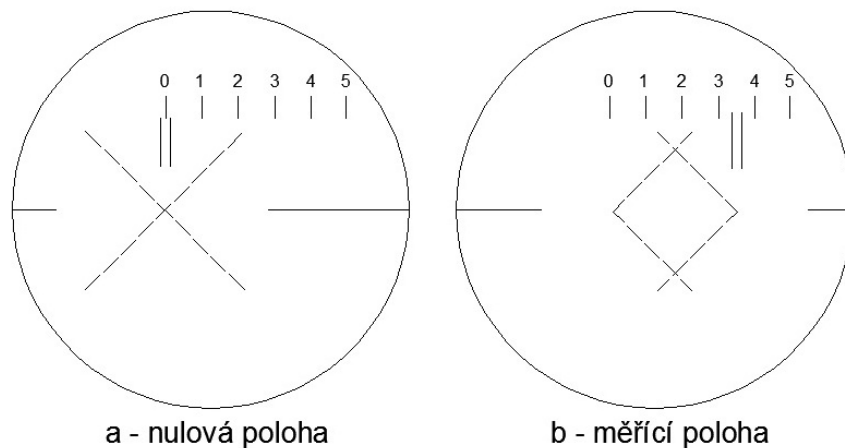
- mikrotvrdoměr + metalografický mikroskop,
- samostatné mikrotvrdoměry např. Durimet nebo PMT – 3,
- digitální automatické zařízení,
- zařízení pro instrumentovanou vnikací zkoušku – DSI.

Metalografické mikroskopy se pro měření mikrotvrdomosti používají ve spojení s manuální zkouškou dle Hanemanna. Metalografický mikroskop se doplní o mikrotvrdoměr a speciální měřicí okulár. [1, s. 17]



Obr. 12. Metalografický mikroskop Neophot 2 [20]

Hanemannův mikrotvrdoměr je složen z hlavního a pomocného objektivu, tvořenými soustavou čoček, talířovými pružinami a diamantovým vnikajícím tělesem ve tvaru čtyřbokého jehlanu o vrcholovém úhlu 136° (Vickersův indentor). Měřicí okulár je vybaven pevnou a pohyblivou destičkou, na kterých je naznačen přerušovanými ryskami pravý úhel. V nulové poloze vytvoří rysky nitkový kříž a v měřící poloze vytvoří odpovídající čtverec, viz obrázek (Obr. 13). Dalším takovýmto tvrdoměrem může být např. Bergsmanův. [1, s. 17, 18]



a - nulová poloha

b - měřící poloha

Obr. 13. Měřicí okulár obrazce [1, s. 22]

Digitalizace měřící techniky se nevyhnula ani oblasti měření mikrotvrlosti. Digitální automatické zařízení se vyznačují vynikající přesností měření, širokou škálou objektivů umožňující velké zvětšení (umístěny na revolverové hlavě), automatizací měřící procesu a snadnou obsluhou. Poskytují široký rozsah zkušebních zařízení (makro i mikro oblast). Obraz vtisku je přenášen prostřednictvím CCD kamer s vysokým rozlišením do počítače. Proces měření je řízen mikroprocesorem a může být zcela automatický tj. včetně výběru zkušebního zatížení, ostření a vyhodnocení tvrdosti. Tento typ zařízení nabízí celá řada výrobců, příkladem mohou být např. zařízení ZHV μ od firmy Zwick Roell nebo DuraScan od firmy Struers.



Obr. 14. Digitální měřící zařízení firem Zwick Roell a Struers [21], [22]

Zařízení pro instrumentovanou vnikací zkoušku – DSI (Depth Sensing Indentation) jsou vývojově nejmladšími zařízeními pro měření mikrotvrlosti. Tyto přístroje vznikly především pro zjišťování mechanických vlastností tenkých vrstev, kde již klasické optické mikroskopy narazily na své hranice. Nutností je propojení měřícího zařízení s počítačem. Zařízení měří hloubku průniku indentoru (Vickers, Knoop, Berkovič) do zkoušeného materiálu s využitím kapacitního nebo indukčního senzoru. Výstupem z tohoto zařízení je charakteristická indentační křivka zatížení - hloubka vtisku. Měření je vhodné jak pro oblast mikrotvrlosti, tak i nanotvrlosti a vyhodnocuje nejen tvrdost, ale také další veličiny jako je například modul pružnosti, velikost potřebné práce a mnoho dalších. Vyhodnocování metodou DSI se natolik liší od klasického optického proměření vtisku, že mu bude věnována samostatná kapitola 2.5. [2, s. 35]

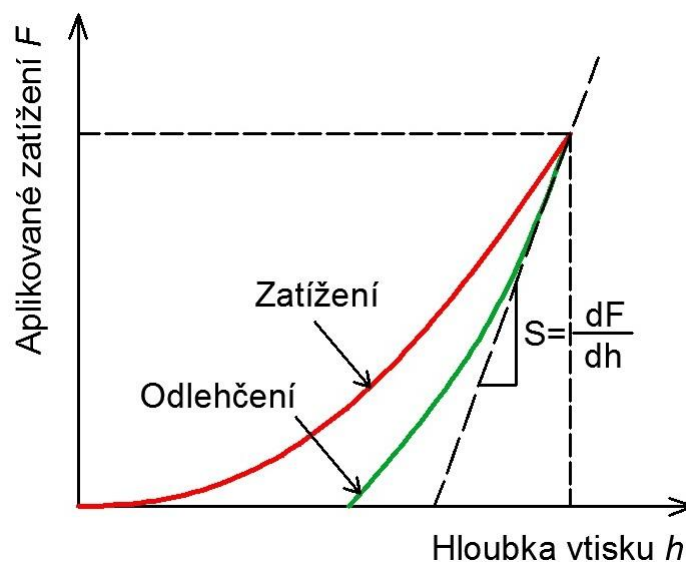
2.5 Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti – DSI

Metoda DSI (Depth Sensing Indentation) někdy také označována jako IIT (Instrumented Indentation Testing) se začala výrazně uplatňovat v závěru 20. století. Postupem času se

dočkala své normalizace. Aktuálně je pro metodu platná norma ČSN EN ISO 14577-1: *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*. Jak je již z názvu normy patrné, jednou z předností metody DSI je to, že kromě hodnot tvrdosti vyhodnocuje také další materiálové parametry, např. vtiskový modul, velikost potřebné práce nebo pružně-plastickou tvrdost. [23]

2.5.1 Podstata zkoušky

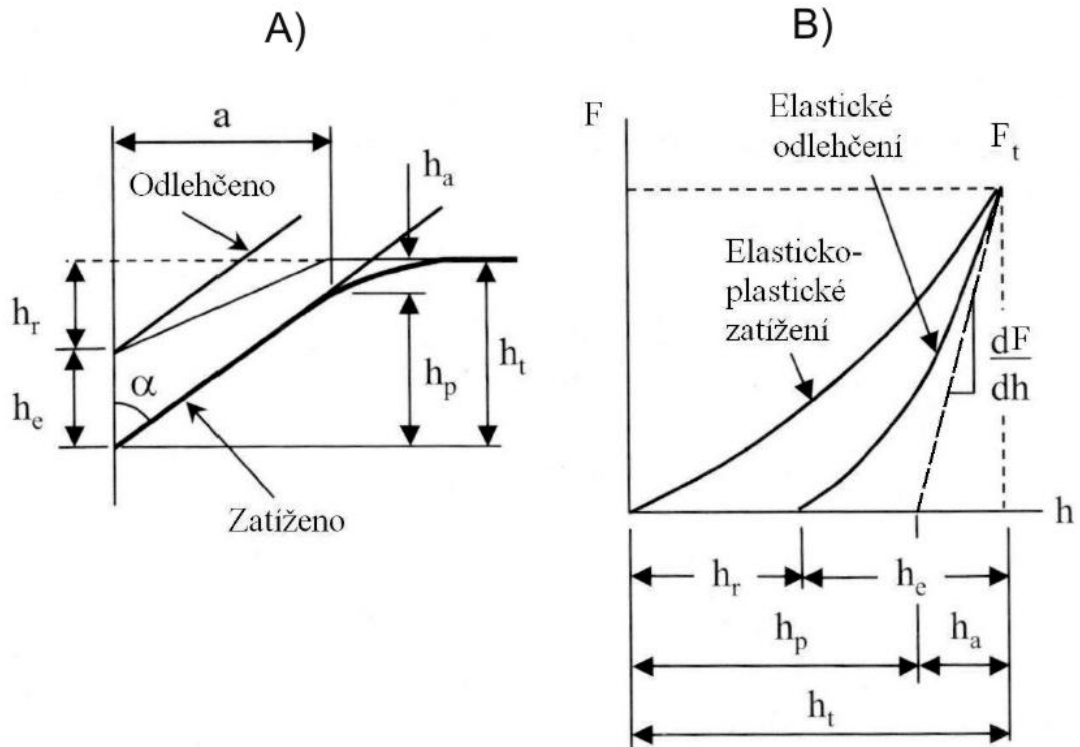
To čím se metoda DSI odlišuje od tradičních zkoušek jak tvrdosti, tak i mikrotvrdosti je způsob vyhodnocení vnikání zkušebního tělesa. U tradičních zkoušek se opticky vyhodnocuje velikost zanechaného vtisku po odstranění zkušebního zatížení, což znamená, že zanedbáváme pružnou (elastickou) část deformace. Naproti tomu metoda DSI monitoruje celý průběh zkoušky (plastické i pružné deformace). Zaznamenává se posun vnikacího tělesa (okamžitá hloubka průniku) v závislosti na plynulém nárůstu / poklesu zatížení v průběhu celého zatěžovacího a odlehčovacího procesu. Výstupem je tedy charakteristická indentační křivka, závislost aplikovaného zatížení na hloubce vtisku. Z té je pak možné určit další materiálové parametry. Hodnota tvrdosti již není určena na základě proměření velikosti plochy vtisku, ale plocha vtisku se určí právě ze známé hloubky vtisku a znalosti přesné geometrie vnikacího tělesa. [2, s. 35], [23]



Obr. 15. Indentační křivka

Metody měření mikrotvrdosti dle Vickerse, Knoop a Berkoviče používají vnikací těleso (indenter) pyramidového tvaru, ten se však při komplexním popisu průběhu indentace nahrazuje osově symetrickým kuželovým indentorem. [2, s. 51]

Povrch zkušební vzorku v průběhu zkoušky schematicky zobrazuje obrázek (Obr. 16 - část A) a závislost zkušebního zatížení na hloubce vtisku, jež je tvořena zatěžující a odlehčovací křivkou obrázek (Obr. 16 - část B).



Obr. 16. Povrch v průběhu zkoušky a indentační křivka [2, s. 51]

kde: F – zkušební zatížení

h – hloubka vtisku

h_r – hloubka zbytkového vtisku

h_t – hloubka vtisku při maximálním zatížení F_t

h_e – hloubka vtisku odpovídající elastickému zotavení

h_a – hloubka vtisku od kraje kontaktu k povrchu vzorku při plném zatížení

h_p – kontaktní hloubka vtisku (dána tečnou k odlehčovací křivce v F_t)

a – poloměr předpokládané styčné plochy [2, s. 35], [16, s. 30], [24]

2.5.2 Zpracování naměřených dat

Na základě znalosti těchto hodnot z obrázku (Obr. 16) můžeme pro Vickersův indentor určit následující veličiny:

Martensova tvrdost HM

Dána poměrem okamžitého zkušebního zatížení a okamžité hloubky vtisku, tedy $HM = f(h)$.

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26,43 \cdot h^2} \quad (12)$$

kde: HM – hodnota Martensovy tvrdosti

F – zkušební zatížení (N)

A_s – plocha vtisku (mm^2)

h – hloubka vtisku (mm) [2, s. 36], [4, s. 196]

Univerzální tvrdost HU

Tvrdost dána poměrem maximálního zatížení a maximální hloubky vtisku, zahrnující elastickou i plastickou deformaci materiálu. [2, s. 36]

$$HU = \frac{F_t}{A_s} = \frac{F_t}{26,43 \cdot h_t^2} \quad (13)$$

kde: HU – hodnota univerzální tvrdosti

F_t – maximální zkušební zatížení (N)

A_s – plocha vtisku (mm^2)

h_t – hloubka vtisku při maximálním zatížení F_t (mm) [2, s. 36]

Plastická tvrdost H_{pl}

Charakterizuje plastickou deformaci materiálu jako následující poměr:

$$H_{pl} = \frac{F_t}{A_s} = \frac{F_t}{26,43 \cdot h_p^2} \quad (14)$$

kde: H_{pl} – hodnota plastické tvrdosti

F_t – maximální zkušební zatížení (N)

A_s – plocha vtisku (mm^2)

h_p – kontaktní hl. vtisku - tečna k odlehč. křivce v F_t (mm) [2, s. 36], [4, s. 196]

Vtisková tvrdost H_{IT}

Jedná se o nejčastěji používané vyjádření tvrdosti ve spojení s metodou DSI.

$$H_{IT} = \frac{F_t}{A_p} = \frac{F_t}{24,5 \cdot h_p^2} \quad (15)$$

kde: H_{IT} – hodnota vtiskové tvrdosti

F_t – maximální zkušební zatížení (N)

A_p – průmět kontaktní plochy indentoru - projekční pl. ve vzdál. h_p od hrotu (mm^2)

h_p – kontaktní hl. vtisku - tečna k odlehč. křivce v F_t (mm) [2, s. 37], [4, s. 196]

Vtiskový (indentační) modul pružnosti E_{IT}

V ideálním případě je jeho význam stejný jako u Youngova modulu, avšak v určité hloubce proniknutí indentoru styčná plocha závisí nejen na tvaru hrotu, ale i na pružné deformaci materiálu. [2, s. 38]

U materiálů s omezenou pružnou deformací dochází k hromadění materiálu kolem špičky indentoru (pile-up), což styčnou plochu zvětšuje. Naopak u pružných materiálů dochází k opačnému jevu, tj. k poklesu materiálu v okolí špičky (sink-in), jenž styčnou plochu zmenšuje. Popsané jevy velmi dobře ilustruje obrázek (Obr. 17), kde v horní části je zobrazena situace v řezu a dolní část zobrazuje situaci při pohledu shora, přerušovanou čarou je naznačena předpokládaná styčná plocha a plnou čarou plocha skutečná. [18, s. 27 - 29]

Vtiskový modul pružnosti E_{IT} se určí z tuhosti S , což je tečna k odlehčovací křivce:

$$S = \frac{dF}{dh} \quad (16)$$

$$E_{IT} = \frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \sqrt{A_p}} \quad (17)$$

Pro diamantový indentor, kde je $E_i = 1140 \cdot 10^3$ MPa a $\nu_i = 0,07$, dostaneme:

$$E_{IT} = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad (18)$$

Vztah pro výpočet vtiskového modulu pružnosti vyhovující obecné definici je:

$$E_{IT} = \frac{1}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (19)$$

kde: S – vtisková tuhost ($\text{N} \cdot \text{mm}^{-1}$)

F – zkušební zatížení (N)

h – hloubka vtisku (mm)

A_p – průmět kontaktní plochy indentoru - projekční pl. ve vzdál. h_p od hrotu (mm^2)

E_r – redukovaný modul (MPa)

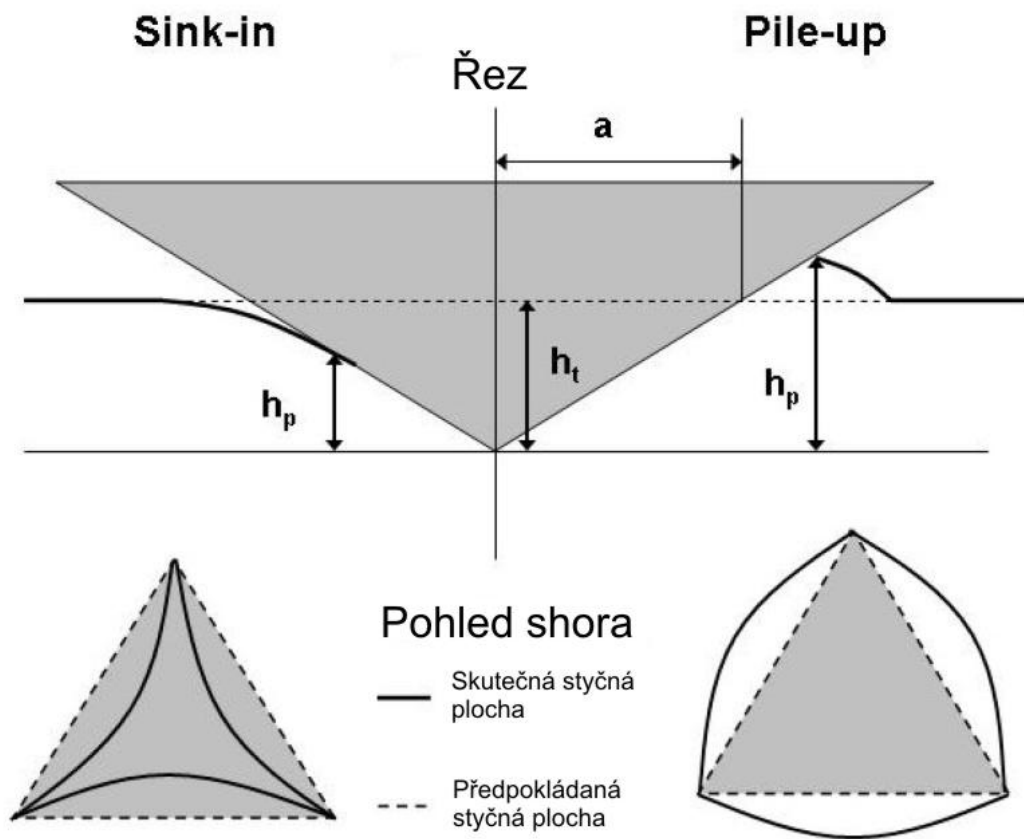
E_{IT} – vtiskový modul pružnosti (MPa)

E – Youngův modul zkoušeného materiálu (MPa)

ν – Poissonův poměr zkoušeného materiálu

ν_i – Poissonův poměr indentoru

E_i – Youngův modul indentoru (MPa) [2, s. 38, 39], [4, s. 197], [18, s. 18]



Obr. 17. Schematické znázornění sink-in a pile-up [18, s. 28]

Elastická a plastická část práce vtisku

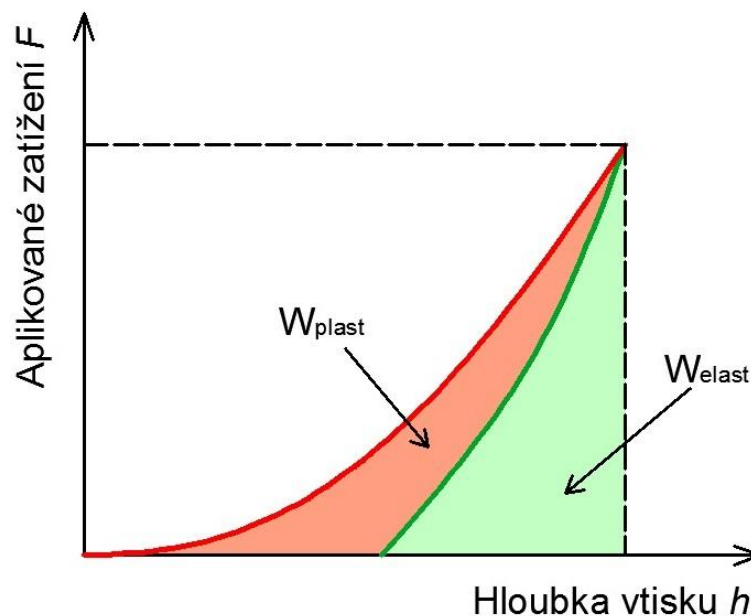
Velikost celkové mechanické práce se rovná součtu elastické části (plocha pod odlehčující křivkou charakterizující práci elastického zotavení) a plastické části (plocha pod zatěžující křivkou), viz obrázek (Obr. 18).

$$W = W_{elast} + W_{plast} \quad (20)$$

kde: W – celková mechanická práce (J)

W_{elast} – elastická část práce (J)

W_{plast} – plastická část práce (J) [4, s. 195]



Obr. 18. Elastická a plastická část práce vtisku

Koeficient zpětné relaxace

Podíl elastické části práce a celkové mechanické práce, jenž nám umožňuje snadno charakterizovat deformační chování.

$$\eta = \frac{W_{elast}}{W_{celk}} \cdot 100 \quad (21)$$

kde: η – koeficient zpětné relaxace (%)

W_{elast} – elastická část práce (J)

W_{celk} – celková mechanická práce (J) [4, s. 197]

Vtiskový (indentační) creep

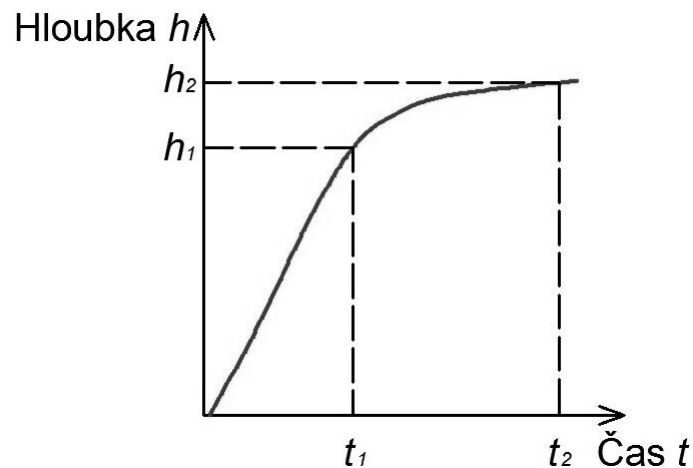
Je definován jako relativní změna hloubky vtisku při konstantním zatížení. Určuje se podle následujícího vzorce:

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100 \quad (22)$$

kde: C_{IT} – vtiskový creep (%)

h_1 – hloubka na počátku měření creepu (mm)

h_2 – hloubka po uplynutí určitého časového intervalu (mm) [2, s. 81]



Obr. 19. Odečtení hloubek pro creep [2, s. 81]

2.5.3 Indentační křivky

Hlavním činitelem, který ovlivňuje tvar křivky je odezva zkoušeného materiálu na působící zatížení. Podle této odezvy můžeme materiály rozdělit na 3 typy:

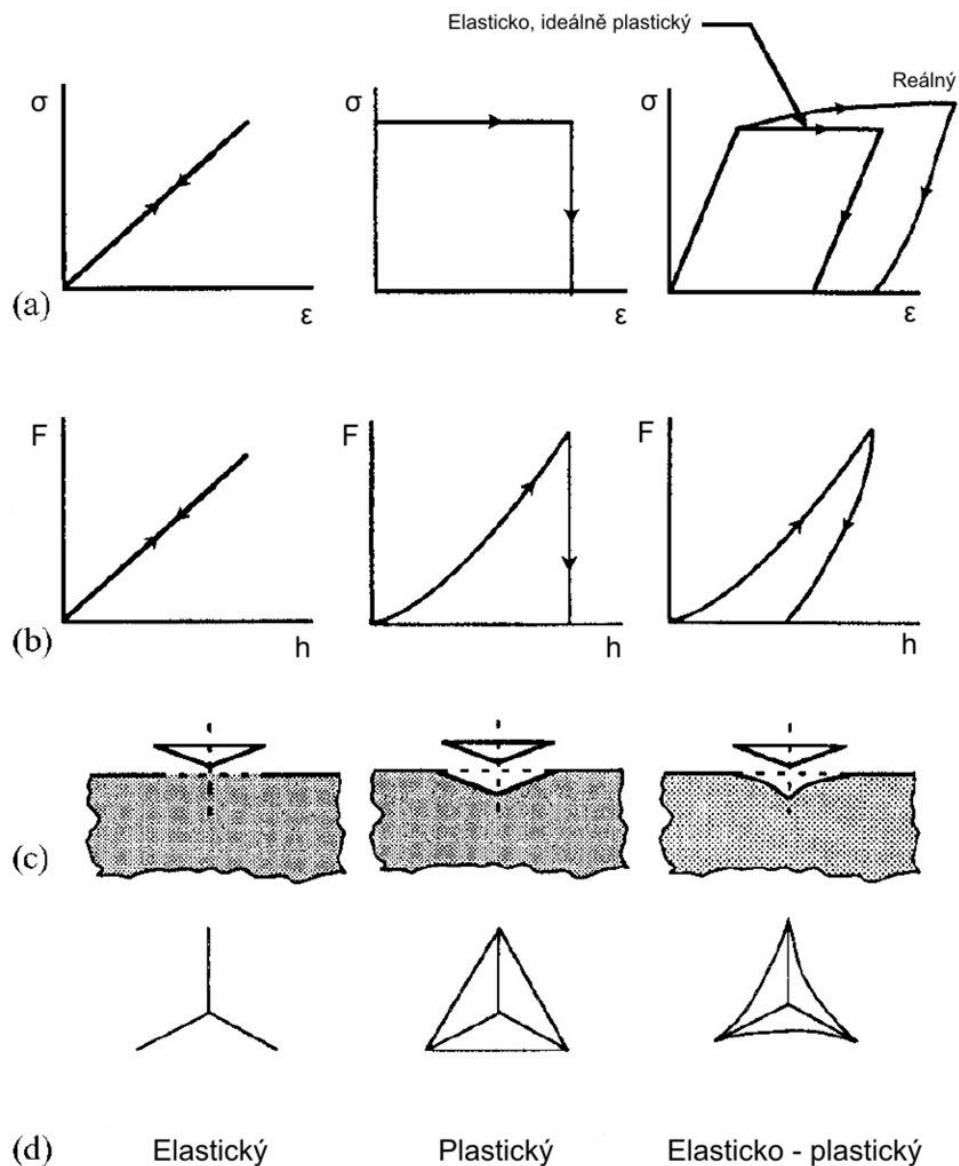
- elastický,
- plastický,
- elasticko-plastický. [25, s. 130, 131]

Pokud je odezva materiálu čistě elastická (dle Youngova modulu), nenastane žádná plastická deformace, v materiálu po odlehčení nevznikne zřetelný vtisk. Zatěžovací a odlehčovací křivky spolu splývají. U materiálu s dokonale plastickou odezvou nedochází k žádnému elastickému zotavení. Vzniká trvalý vtisk, jehož hloubka a tvar zcela odpovídají indentoru. Většina strojírenských materiálů se však chová elasticko-plasticky. Zanechaný vtisk je dobře zřetelný a je na něm patrné jisté elastické zotavení. Indentační křivka tako-

véhoto materiálu je pak tvarem mezi předchozími případy. [2, s. 39 - 44], [18, s. 15], [25, s. 130, 131]

Popsané chování je názorně zobrazeno na obrázku (Obr. 20), jenž se skládá z:

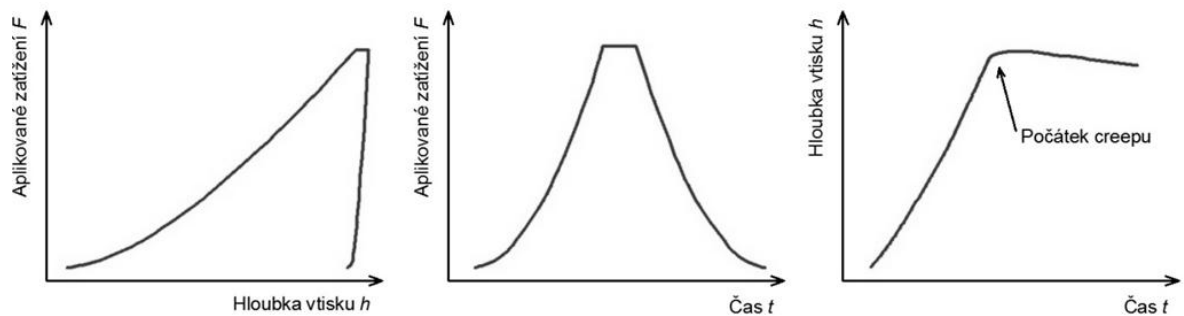
- a) Závislost napětí na deformaci.
- b) Indentační křivky.
- c) Obraz vtisku v řezu.
- d) Obraz vtisku při pohledu shora (Berkovičův indentor).



Obr. 20. Schematické znázornění chování materiálů [25, s. 131]

Kromě hodnot tvrdosti a modulu pružnosti lze z indentačních křivek získat další informace, ty se projevují náhodným nespojitým průběhem (tzv. pop – in a pop – out oblasti)

a patří sem např.: fázová transformace, trhliny, creep a delaminace vrstvy. Indentační křivky se ještě někdy dále doplňují závislostmi zatížení / čas a hloubka vtisku / čas. [2, s. 40]



Obr. 21. Indentační křivka, závislost zatížení na čase a hloubky vtisku na čase pro ocel Armco [2, s. 41, 42]

2.5.4 Vliv potencionálních zdrojů rušení na přesnost měření

Rozhodující dopad na přesnost naměřených hodnot má kontaktní plocha. Již příprava vzorku má značný vliv na jeho povrchové vlastnosti. Struktura povrchu, která je do jisté míry u makro zkoušek zanedbatelná, má u mikro a nano zkoušek podstatný vliv. Dále je zde problém určení nulové hloubky při zatěžování, od které se pak dále odečítá samotná hloubka vtisku. Působí zde také již zjednodušeně popsány efekty sink-in / pile-up (kapitola 2.5.2) a ISE (kapitola 2.1.1), vliv zbytkových napětí nebo přilnavost mez zkoušeným vzorkem a indentorem. A nelze zapomenout ani na faktory ovlivňující měřicí zařízení, jako jsou kolísání teplot a s tím spojená tepelná roztažnost nebo samotná tuhost měřícího zařízení. Podrobný popis všech těchto faktorů je velmi náročný a mimo rozsah této práce. [2, s. 55], [18, s. 26]

3 RADIČNÍ SÍŤOVÁNÍ

U mnohých polymerních materiálů dochází při působení záření ke spuštění procesu síťování. Již v 60. letech 20. století se využitím tohoto procesu v průmyslové oblasti začal zabývat profesor Dr. Arthur Charlesby. Při radiačním síťování je požadovaný materiál vystaven působení beta nebo gama záření. Působení radiačního záření vyvolává nejen proces síťování ale i degradaci, záleží na konkrétním materiálu, který proces převládne, viz tabulky (Tab. 6), (Tab. 7) a (Tab. 8). Degradace nemusí být jen nežádoucí, např. u PP nebo PTFE se záměrně využívá ke změnám vlastností. Průmyslově se radiačního síťování využívá u termoplastů, elastomerů (dodatečné síťování) a termoplastických elastomerů. [26, s. 4, 5], [27, s. 16]

Proces radiačního síťování probíhá na již hotových výrobcích za pokojové teploty a nedochází k dodatečnému namáhání výrobků. Tímto procesem můžeme masovým nebo levnějším konstrukčním materiálům dodat vlastnosti srovnatelné s materiály z vyšších cenových kategorií („High performance“ materiály). Otvírají se nám tak zcela nové oblasti použití tradičních polymerních materiálů. Radiační technologie se osvědčila u výrobků z polyetylenů, polyamidů, PBT a speciálních termoplastických elastomerů, uplatňuje se v automobilovém, elektrotechnickém, stavebním a zdravotnickém průmyslu. Mezi nejčastější výrobky, u kterých se radiační síťování využívá, patří: trubky, hadice, lisované díly, smršťovací výrobky a fólie, strojírenské komponenty, vlákny vyztužené kompozity, konstrukční díly vystavené chemickým vlivům a vysokým teplotám, pojistkové systémy, izolace kabelů a drátů. Další uplatnění ozáření můžeme najít ve sterilizaci v oblasti lékařských, farmaceutických, kosmetických a obalových produktů. [26, s. 4, 5], [28], [29], [30, s. 24]

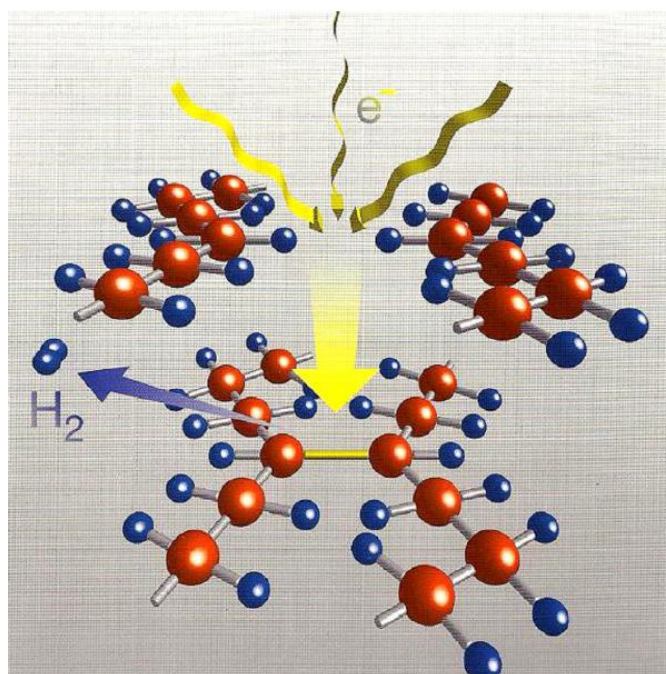
Princip radiačního síťování

Působení ionizujícího záření na organické látky vyvolává změny spojené s rozštěpením kovalentních vazeb. Pokud energie působícího záření převyšuje ionizační potenciál molekul, dochází k tvorbě ionizovaných molekul. To se zpočátku projevuje zvýšením elektrické vodivosti, které je úměrné počtu vznikajících elektronů a iontů. Když je energie absorbovaného záření menší než ionizační potenciál ozařované molekuly, může nastat tvorba vzbuzených molekul. Rozpadem ionizovaných nebo vzbuzených molekul vznikají volné radikály. Rekombinace těchto radikálů vede ke vzniku příčných vazeb mezi polymerními řetězci, k rozvětvení nebo ke vzniku dlouhých lineárních molekul. [31, s. 356, 357]

Při ozařování polymerů probíhá současně několik reakcí, z nichž nejdůležitější jsou síťování, degradace a při ozařování polymeru na vzduchu také oxidační reakce. Rychlost těchto reakcí se odvíjí od složení daného polymeru a od podmínek ozařování. Síťování lineárních polymerů provází nárůst relativní molekulové hmotnosti a při dostatečné hustotě příčných vazeb se vytváří nerozpustný gel. Degradace polymeru se projevuje štěpením hlavních vazeb v makromolekule, čímž dochází k postupnému snižování relativní molekulové hmotnosti. Množství rozštěpených hlavních vazeb je úměrné energii pohlceného záření a nezávisí na relativní molekulové hmotnosti polymeru. Štěpení hlavních vazeb je doprovázeno odštěpováním plynných produktů. V případě síťujících polymerů, je hlavním plynným produktem vodík. U polymerů, jež podléhají destrukci, se odštěpuje zejména metan, CO a CO₂. [31, s. 357 - 360]

Příklad radiačního síťování PE elektronovým zářením

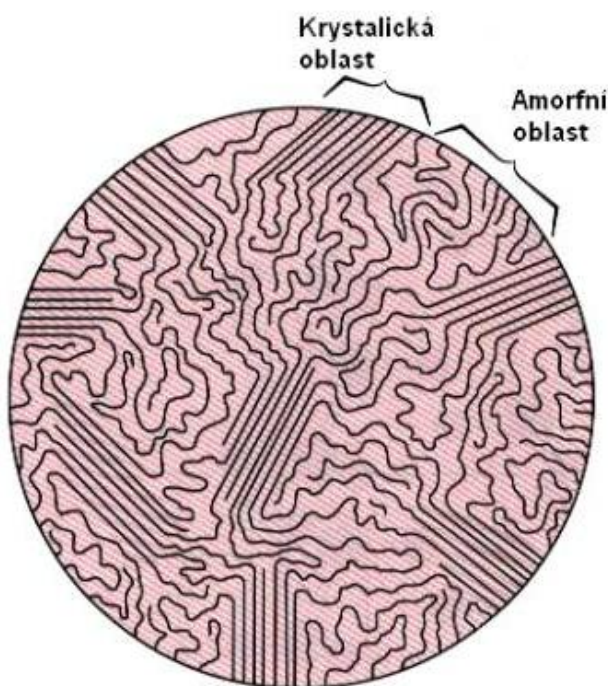
Energie ze záření je materiálem absorbována a dochází k iniciaci chemických reakcí, rozpadem C – H vazeb vznikají primární (volné) radikály, ty spolu reagují a vytvářejí vazbu C – C, tento proces je znázorněn na obrázku (Obr. 22). Spojením sousedních řetězců dochází ke vzniku nekonečné trojrozměrné struktury, prostorové sítě. [26], [27, s. 16]



Obr. 22. Princip radiačního síťování PE elektronovým zářením [26, s. 1]

Síťovací reakce způsobené beta zářením se projevují u semikrystalických termoplastů v makromolekulární rovině hlavně v oblasti amorfní (až 90 %), případně v oblasti méně

krystalické, přitom se snižuje pohyblivost molekul závislá na teplotě a s rostoucím stupněm zesíťování dochází ke zvýšení teploty skelného přechodu T_g . [30, s. 24]

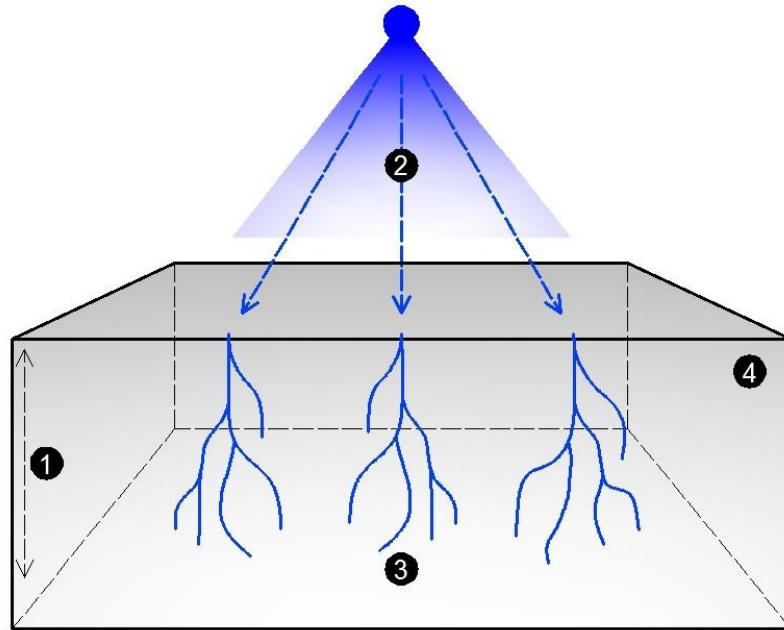


Obr. 23. Semikrystalický polymer[32]

Nevýhodou tohoto způsobu síťování je to, že ozáření jsou vystaveny všechny složky směsi, tedy i ty, u kterých je reakce na záření negativní (např. změkčovadla a barviva). Dojde sice k zušlechťení základního polymeru, ale další složky mohou být degradovány, což má v konečném důsledku vliv na délku životnosti. Tento problém tedy odpadá u neplněných a nemodifikovaných polymerů. [27, s. 16]

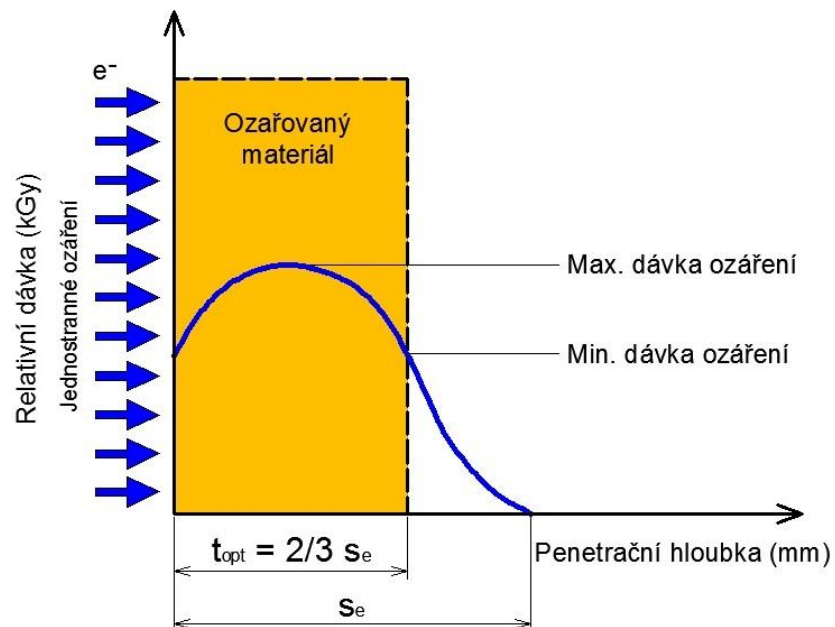
3.1 Síťování pomocí beta záření

Základem síťování pomocí beta (elektronového) záření je pronikání elektronů do materiálu, čímž dochází k aktivaci a ionizaci molekul v ozářeném materiálu. Fyzikální podstata beta záření je popsána v kapitole 4.3. Zdrojem záření beta je urychlovač elementárních částic, jehož základní princip je srovnatelný s Braunovou elektronkou nebo rentgenkou. Žhavicí katoda emituje elektrony, které jsou přes svislou urychlovací trubici vázány elektromagnetickým polem do svazků a urychlovány. Rychlost, resp. energie elektronů, je závislá na střídavém napětí mezi žhavicí katodou a anodou (potencionální spád). Účinkem magnetického střídavého pole se proud elektronů odchyluje tak, aby na ústí snímacího trychtýře vystupoval jako vějířovitý proud elektronů. [26, s. 26, 30]



Obr. 24. Sítování pomocí záření beta 1 – hloubka vniknutí elektronů, 2 – primární elektrony, 3 – sekundární elektrony, 4 – ozářený materiál [33, s. 7]

Na obrázku (Obr. 25) můžeme vidět, že dávka energie ozáření není v dosahu elektronů konstantní. [26, s. 32]



Obr. 25. Rozdělení dávky energie při jednostranném ozáření [33, s. 11]

Užitnou hloubku vniknutí lze řídit volbou množství energie elektronů. Pro výpočet optimální tloušťky materiálu při jednostranném ozáření se využívá následující zjednodušený postup:

$$t_{opt} = \frac{2}{3} s_e \quad (23)$$

$$s_e = \frac{5,1 \cdot E_e - 2,6}{\rho} \quad (24)$$

kde: t_{opt} – optimální tloušťka materiálu při jednostranném ozáření (mm)

s_e – dosah elektronů (mm)

E_e – energie elektronů (MeV)

ρ – hustota ozařovaného materiálu (g/cm^3) [26, s. 32]

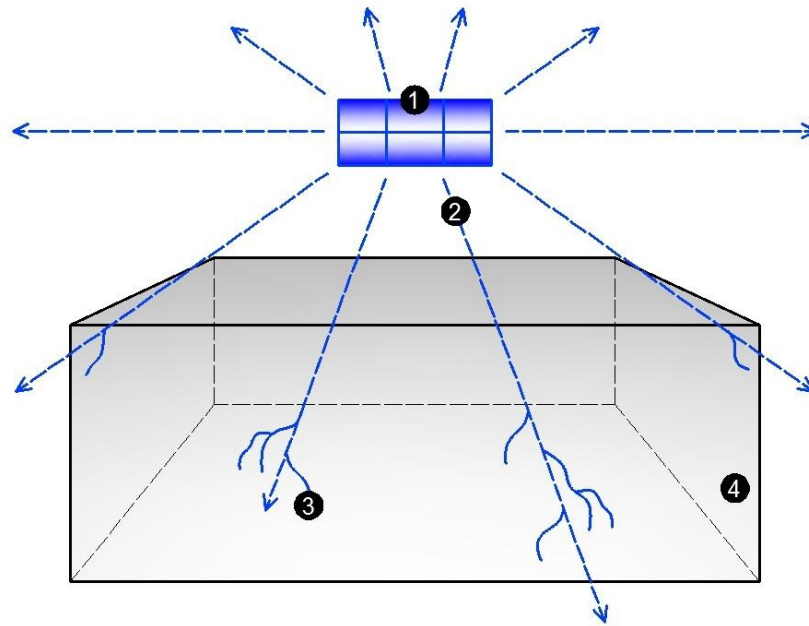
Tab. 5. Ozáření výrobku o hustotě $0,15 \text{ g/cm}^3$ z obou stran [26, s. 32]

Energie elektronů (MeV)	Dosah (mm)	Využitelný dosah (mm)
2,0	51	81
3,0	85	135
4,5	135	217

Pro větší součásti se používá ozáření z obou stran, kterým se dosahuje větších hloubek vniknutí a zlepšuje tak hospodárnost procesu. [26, s. 33]

3.2 Sítování pomocí gama záření

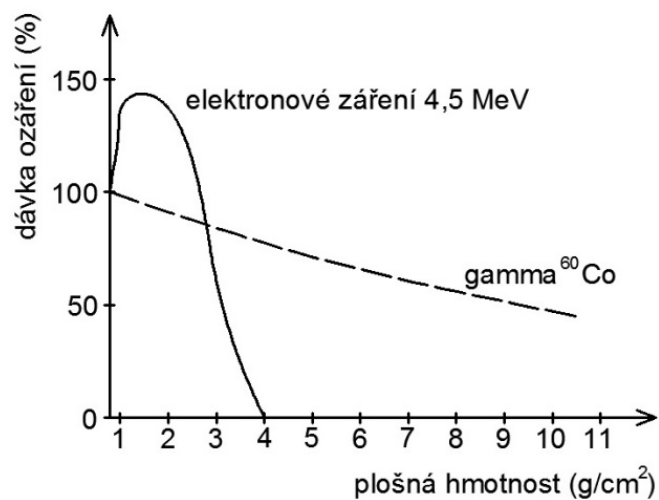
Sítování gama zářením je umožněno pronikáním gama - kvant do materiálu, ty v důsledku různých interaktivních procesů produkují sekundární (excitované) elektrony, které jsou schopné opětovné aktivace a ionizace dalších molekul ozářeného materiálu. Zdrojem gama záření u průmyslových zařízení je radionuklid kobaltu (^{60}Co). Ten je schopný emitovat záření gama se střední energií cca 1,3 MeV a vysokou penetrací. Fyzikální podstata gama záření je popsána v kapitole 4.4. [26, s. 27, 35]



Obr. 26. Sít'ování pomocí záření gama 1 – zdroj gama záření, 2 – gama kvanta, 3 – sekundární elektrony, 4 – ozářený materiál [33, s. 7]

3.3 Srovnání sít'ování pomocí beta a gama záření

Mezi oběma druhy záření je největší rozdíl ve schopnosti pronikání materiálem a intenzitě dávky ozáření. Urychlovače elektronů jsou schopny připravit dávku elektronového beta záření s vysokou intenzitou, ale to má pouze omezenou hloubku vniknutí (závisí na jeho energii).



Obr. 27. Schopnost pronikání elektronů a gama kvant záření [26, s. 29]

Kdežto záření gama má vysokou schopnost vniknutí do materiálu při relativně nízké intenzitě dávky. To znamená, že elektronovým beta zářením je v průběhu několika sekund dodána dávka, která by pomocí gama záření trvala několik hodin. Pro polymerní materiály se tedy používá především beta záření, jelikož pro síťování je nutná vyšší dávka záření. Gama záření se využívá pouze u objemných dílců a především v oblasti sterilizace. [26, s. 28, 29]

3.4 Polymery vhodné pro radiační síťování

Průmyslově se radiačního síťování využívá u výrobků z termoplastů, elastomerů a termoplastických elastomerů. Podrobný přehled udávají následující tabulky (Tab. 6) a (Tab. 7).

Tab. 6. Termoplasty pro radiační síťování [26, s. 15]

		Zkratka	Název
TERMOPLASTY	Polyolefiny	PE	polyetylen (LDPE, HDPE, LLDPE,...)
		CM	chlorovaný polyetylen
		PP	polypropylen (*)
		EEA	kopolymer etylenu s akrylátem
		EPDM	etylenpropylendienový kaučuk
		EPM	etylenpropylenový kaučuk
		EVA	kopolymer etylenu s vinylacetátem
	Polyest.	PBT(P)	polybutylentereftalát (*)
		UP	nenasyčená polyesterová pryskyřice
	Halogen. pol.	CSM	chlorsulfonovaný polyetylen
		ETFE	kopolymer etylenu s tetrafluoretylenem
		FPM	fluor kaučuk
		PVC	polivinylchlorid(*)
		PVDF	polyvinylidenfluorid
	Ostatní	PA	polyamid 6, 6.6, 11, 12 (*)
		PVAL	polyvinylalkohol

Tab. 7. Elastomery a termoplast. elast. pro radiační síťování [26, s. 15]

	Zkratka	Název
ELASTOMERY	ACM	polyakrylátový kaučuk
	BR	polybutadienový kaučuk
	CR	polychloroprenový kaučuk
	CSM	chlorsulfonovaný polyetylen
	FPM	fluor kaučuk
	IR	polyizoprenový kaučuk
	NBR	butadien akrylonitrilový kaučuk
	NR	přírodní kaučuk
	SBR	butadien styrenový kaučuk
	SBS	styren-butadien-styrenový kopolymer (*)
	SI	silikon
TERMOPLAST. ELASTOMERY	TPE-E	polyesterový termoplastický elastomer (*)
	TPE-O	polyolefinický termoplastický elastomer
	TPE-S	polystyrenový termoplastický elastomer
	TPE-U	polyuretanový termoplastický elastomer (*)
	TPE-V	zesíťovaný polyolefinický termoplastický elastomer

U polymerů (některých receptur) označených (*) je potřebný přídavek pomocného síťovacího činidla. [26, s. 15]

Tab. 8. Mat., kt. působením ionizujícího záření převážně degradují [34, s. 252]

Zkratka	Název
-	celulóza a její deriváty
PTFE	polytetrafluoretylen
ETFE	kopolymer tetrafluoretylen/etylen
PCTFE	polytrifluorchloretylen
PVDC	polyvinylidenchlorid
PMMA	polymethylmetakrylát
POM	polyoxymetylen
PIB	polyizobutylem
PVF, PVFM, PVB	polyvinylfluorid, polyvinylformal, polyvinylbutyral
IIR	butylkaučuk

3.5 Změna vlastností radiačně síťovaných polymerů

Vlivem radiačního síťování dochází u polymerních materiálů ke zlepšení celé řady vlastností, především v oblasti mechanických, tepelných a chemických. Změna vlastností je závislá na velikosti dávky ozáření a na konkrétním materiálu. Technologie radiačního síťování také umožňuje vytvářet oblasti s různými vlastnostmi, např. plynulé spojení tvrdoměkké oblasti. [26, s. 11]

Zlepšení mechanických vlastností:

- pevnost,
- nárůst Youngova modulu,
- creepové chování,
- pevnost v ohybu při cykl. namáhání,
- pevnost studených spojů,
- snížení tažnosti,
- nárůst tvrdosti. [26, s. 11, 17]

Zlepšení tepelných vlastností:

- tvarová stálost za tepla,
- tlakové formování zbytků,
- odolnost vůči hoření,
- odolnost proti působení žhavým drátem. [26, s. 11]

Zlepšení chemických vlastností:

- odolnost proti botnání,
- odolnost proti hydrolyze,
- odolnost proti olejům a mazivům,
- odolnost proti trhlinám způsobených pnutím a redukce šíření trhlin. [26, s. 11]

4 ZÁŘENÍ A POLYMERNÍ MATERIÁLY

Se zářením jako formou energie se v životě setkáváme v celé řadě aplikací. Nejsou to jen průmyslové aplikace, kde se různé typy záření využívají např. pro ohřev nebo jako nástroj diagnostiky, ale záření se vyskytuje i v domácích spotřebičích (např. mikrovlnná trouba). Často se také setkáváme s aplikací v medicíně, ať už je to tradiční rentgenové záření (X záření) nebo UV záření (diagnostika, stomatologie).

4.1 Záření – základní pojmy a rozdělení

Záření chápeme jako proces, při němž dochází k přenosu energie prostorem. Přenos probíhá jak ve vakuu, tak i v látkovém prostředí. Může probíhat formou vlnění nebo pohybem částic. Záření vykazuje částicový i vlnový charakter, studujeme jej však z hlediska právě převažujícího charakteru. V případě že převažuje vlnový charakter, označuje se záření jako vlnění. Rozdělit záření je možné několika způsoby, a to na ionizující a neionizující nebo též na záření korpuskulární (tvořeno proudem částic jako jsou elektrony, protony nebo jádra atomů) a elektromagnetické (definované vlnovou délkou a výškou vlny – intenzitou). [35, s. 1], [36], [37]

Ionizující záření

Ionizující záření je charakteristické tím, že jeho kvanta mají tak vysokou energii, že jsou schopna vyrážet elektrony z atomového obalu a tím látku ionizovat (vznikají elektricky nabitě částice, ionty).

Typy ionizujícího záření:

- záření α ,
- záření elektronové (β^-),
- záření fotonové (γ a X),
- záření neutronové,
- záření protonové,
- a další.[35, s. 1], [36], [38, s. 4]

U záření α , β^- , γ a X se za energetickou hranici ionizujícího záření považuje energie 5 keV.

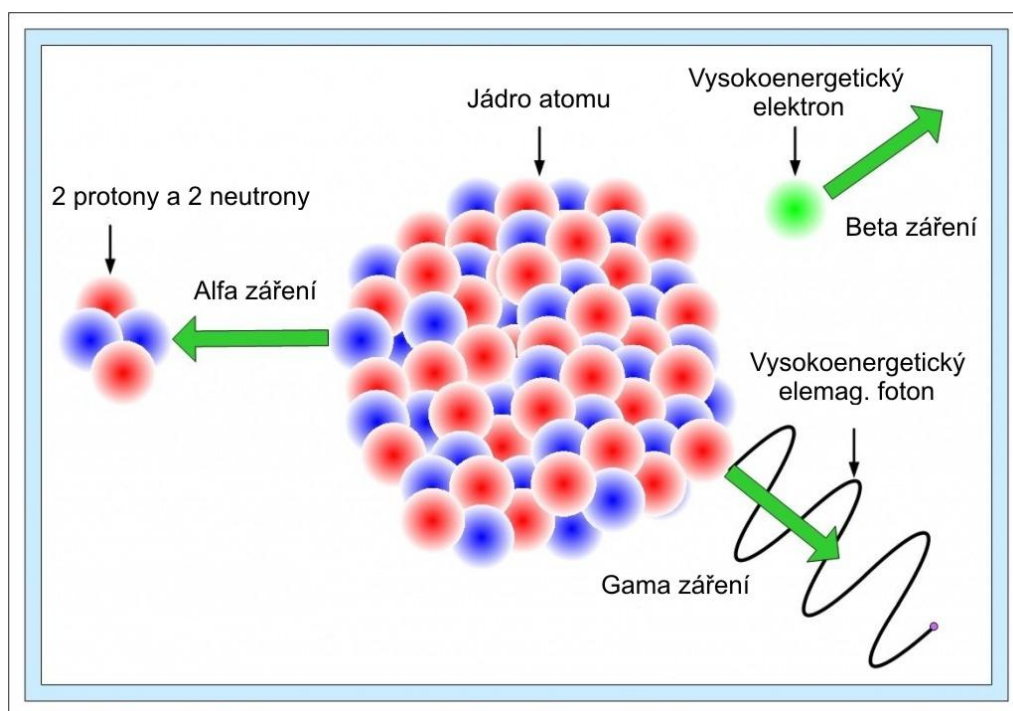
Neionizující záření

Do kategorie neionizujícího záření řadíme elektromagnetická záření o vyšší vlnové délce, jako jsou:

- UV záření – oblast A a B (oblast C tj. pod 280 nm, považujeme za slabě ionizující),
- viditelné světlo,
- infračervené záření,
- záření o vyšších vlnových délkách (rádiové vlny, mikrovlny). [35, s. 1],

4.2 Alfa záření

α záření je tvořeno rychle letícími jádry helia, to obsahuje dva protony a dva neutrony. Jedná se o silně ionizující záření (velmi účinně vytrhává elektrony z obalu atomů), které ovšem na malé vzdálenosti rychle ztrácí svou energii (2 až 8 MeV). Z toho plyne, že schopnost pronikání tohoto typu záření do látek s měrnou hmotností vody (což odpovídá i polymerním materiálům) je velmi nízká, většinou se uvádí 0,1 mm. V případě vzduchu činí tato vzdálenost i několik cm. α záření se vyskytuje pouze u nejtěžších jader, mezi alfa zářiče patří např. ^{226}Ra , ^{239}Pu a ^{241}Am . Tohoto typu záření se v technické praxi využívá jen velmi zřídka, jednou z mála oblastí je využití v detekčních přístrojích (požární hlásiče, detektory plynů). [37, s. 76], [38, s. 9], [39], [40]



Obr. 28. Záření alfa, beta a gama [41]

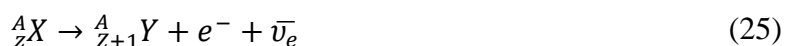
4.3 Beta záření

Jedná se o tok elektronů (neboli částic β^-), resp. pozitronů (neboli částic β^+) o energii až 16,6 MeV emitovaných při samovolné přeměně jaderného neutronu na proton, elektron a antineutrino. Záření β obsahuje částice s energiemi od nuly až po určitou maximální energii, to znamená, že má spojité energetické spektrum. Vyzářená energie dosahuje u běžně používaných zářičů hodnot desítek keV až jednotek MeV. Jako záření beta se označuje také proud elektronů, jehož zdrojem je urychlovač elementárních částic. Při porovnání se zářením α je záření β daleko méně ionizující, avšak jeho částice se při stejné energii pohybují mnohem rychleji a jsou lehčí. Z toho je jasné, že záření β má větší schopnost pronikání do materiálů. Dosah tohoto záření je ve vzduchu až několik metrů, u látek s měrnou hmotností vody (což odpovídá i polymerním materiálům) dosahujeme hodnot desítek milimetrů. K nejčastěji používaným beta zářičům patří např.: $^{35}_{16}\text{S}$, $^{63}_{28}\text{Ni}$, $^{85}_{36}\text{Kr}$, $^{90}_{38}\text{Sr}$, $^{90}_{40}\text{Y}$ a $^{204}_{82}\text{Tl}$. [37, s. 76], [38, s. 9,10], [42, s. 76],

Rozlišujeme dva typy přeměn:

Přeměna beta minus

je typ radioaktivní přeměny charakterizovaný emisí záření β^- . Jde o jadernou přeměnu probíhající podle obecného schématu



při které vzniká *elektron* ${}^0_{-1}e$ a *elektronové antineutrino* $\bar{\nu}_e$. [42, s. 32], [43]

Přeměna beta plus

je typ radioaktivní přeměny charakterizovaný emisí záření β^+ . Jde o jadernou přeměnu probíhající podle obecného schématu



při které vzniká *pozitron* ${}^0_{+1}e$ a *elektronové neutrino* ν_e . [42, s. 32], [43]

Příklady využití β záření v praxi: měření tloušťky, nedestruktivní analýza materiálů, modifikace polymerů, atd. [38, s. 30 - 33], [44]

Vliv β záření na polymerní materiály je popsán v samostatné kapitole 3.1.

4.4 Gama záření

Záření gama je nepřímo ionizující elektromagnetické záření (fotony) s velmi krátkou vlnovou délkou (10^{-11} až 10^{-13} m). Jedná se o velmi pronikavé záření (proniká lépe než záření α nebo záření β), avšak je méně ionizující. Vzniká při jaderných reakcích nebo radioaktivním rozpadu řady radionuklidů, většinou spolu se zářením α a β . Vyzářená energie dosahuje u běžně používaných zdrojů γ záření hodnot desítek keV až jednotek MeV. Mezi nejčastěji používané zdroje záření γ patří ^{60}Co a ^{137}Cs . [37, s. 76], [38, s. 10], [42, s. 30], [45]

Při průchodu prostředím uvolní záření γ elektricky nabitě částice. Předá jim takové množství energie, aby dokázaly ionizovat dané prostředí. Schopnost pronikání tohoto typu záření ve vzduchu je obrovská, uvádí se stovky metrů až kilometry (samozřejmě záleží na energii tohoto záření), velmi účinně toto záření pohlcují materiály s velkou měrnou hmotností a protonovým číslem, tj. s vysokou elektronovou hustotou – především olovo a wolfram. [36], [37, s. 76]

Interakce záření γ s látkou, kterou prochází, může proběhnout třemi hlavními způsoby:

- fotoefektem = foton se srazí s elektronem na orbitu atomu, předá mu veškerou svou energii a zanikne, elektron opustí atom,
- Comptonovým jevem = foton se srazí s volným nebo slabě vázaným elektronem, dojde k předání části energie, foton se pružně odrazí a pokračuje v pohybu s nižší energií,
- tvorbou elektron – pozitronových párů = pokud foton s dostatečně vysokou energií (alespoň 1,022 MeV) proletí kolem atomového jádra v dosahu coulombické síly jádra, může dojít k jeho přeměně na dvojici částic elektron + pozitron. [36], [38, s. 11, 12]

Příklady využití γ záření v praxi: měření tloušťky, hustoty, výšky hladiny, modifikace polymerů, sterilizace zdravotnických potřeb nebo potravin, diagnostika v medicíně a jiné. [38, s. 30 - 33], [44]

Vliv γ záření na polymerní materiály je popsán v samostatné kapitole 3.2.

4.5 UV záření

V oblasti polymerních materiálů se s UV zářením setkáváme především ve dvou oblastech. První oblastí je využití UV záření k vytvrzování pryskyřic a to druhou, kterou nastíním, je vliv UV záření na již hotové výrobky, kdy především u polyolefinů dochází působením tohoto záření k degradaci. Přírodním zdrojem ultrafialového záření (UV) je Slunce. Jedná se o elektromagnetické záření s vlnovou délkou 40 až 400 nm. Z celkového objemu slunečního záření dopadajícího na povrch Země tvoří UV záření cca 5%. Při působení světelného záření může v makromolekulárních látkách docházet ke štěpení vazeb a k iniciaci reakcí s jinými látkami jako je např. kyslík. [35, s. 1], [46, s. 5], [47, s. 22]

Rozdělení UV záření:

- UV – A: 320 – 400 nm,
- UV – B: 280 – 320 nm,
- UV – C: 200 – 280 nm,
- VUV (vakuové UV): 40 – 200 nm. [35, s. 1], [46, s. 5]

Cca 99 % UV záření, které dopadá na zemský povrch je z oblasti UV - A. Převážná část UV – B záření je zachycena stratosférou a záření UV – C je zcela pohlceno. Mezi umělé zdroje UV záření patří předměty zahřáté na vysokou teplotu, poskytující spojité spektrum (např. elektrický oblouk nebo mikrovlnné zařízení), různé typy výbojek, vydávajících čárové spektrum nebo excimerové a dusíkové lasery. [35, s. 1],

4.5.1 Vliv UV záření na polymerní materiály

Působení UV záření se na většině polymerů projevuje převážně v povrchových vrstvách. Vlivem působení tohoto záření může docházet:

- k nahodilému štěpení řetězců, které je charakterizováno prudkým poklesem jejich délky,
- k zesílení, jež se projevuje zvyšováním střední molekulové hmotnosti a polymer se stává nerozpustným,
- k tvorbě monomeru nebo dalších nízkomolekulárních látek. [47, s. 32 - 35]

Fotolýza

Dopadající záření na makromolekuly polymerních materiálů může být z části odraženo, rozptýleno nebo absorbováno. Absorbuje-li makromolekula dávku záření, dojde k nárůstu

její energie a uvede se do silně aktivovaného stavu. Takto získaná energie může být předána nárazem jiné molekule, nebo být uvolněna fluorescencí, fosforescencí či tepelnou změnou. Většinou však dochází k iniciaci fotochemické reakce, tj. k fotolýze (štěpení chemických vazeb v polymeru) nebo při současném působení kyslíku k fotooxidaci. Pokud je absorbovaná energie dostatečná, dochází ke štěpení vazeb na radikály, které pak iniciují řetězové reakce. Pokud jsou radikály náchylnější k disproportionaci nebo k terminaci kyslíkem převládá štěpení a naopak síťování převládá při náchylnosti k přenosu a terminaci rekombinací. [34, s. 250, 251], [48, s. 7, 8]

Míra absorpce záření polymerním materiálem je závislá na vlnové délce záření a chemické struktuře polymeru. Přibližné hodnoty vlnových délek světelného záření vyvolávající maximální degradaci polymerů, jež jsou ovlivněny celou řadou faktorů (např. čistota polymeru, příprava a zpracování směsi), jsou uvedeny v tabulce (Tab. 9). [34, s. 250, 251], [47, s. 23], [48, s. 7, 8]

Tab. 9. Přibližné hodnoty vlnových délek světelného záření vyvolávající maximální degradaci polymerů [34, s. 251], [47, s. 24]

Polymer	Vlnová délka (nm)
PE	300
PP	280, 310, 370
PVC	310, 370
PVAC	< 280
PS	318, 340
PMMA	290 až 315
Polyestery	315, 325
Polykarbonáty	280 až 305, 330 až 360
POM	300 až 320
Polyamidy	250 až 310

Fotooxidace

Působení UV záření probíhá nejčastěji v přirozené atmosféře, tj. za přítomnosti kyslíku. Společné působení obou činitelů urychluje korozi polymerů. Záření podporuje vznik radikálů, které pak podléhají oxidačním reakcím. Intenzita záření určuje rychlost fotooxidace, pokud se intenzita zvyšuje, roste i rychlost fotooxidace, to platí do určitého bodu, po jehož překročení již dále nestoupá. [47, s. 54], [48, s. 11, 12]

4.5.2 Ochrana před UV zářením

Abychom zabránili degradaci polymerních materiálů, přidáváme do polymerních směsí tzv. antidegradanty. Přísady, které jsou schopny pohlcovat UV záření, se nazývají světelné stabilizátory, někdy také označované jako absorbéry UV záření. V případech kdy se nevyžaduje průhlednost materiálů, je možné jako ochranu před UV zářením použít saze nebo pigmenty (např. oxid titaničitý a zinečnatý). Pokud má materiál zůstat průhledný, použijeme rozpustné UV absorbéry. Mezi tyto látky patří deriváty benzofenonu, benzotriazolu, kyseliny salicylové nebo sféricky stíněné aminy. UV absorbéry musí přijaté záření přeměnit na tepelnou energii (tj. na záření s vyšší vlnovou délkou), tato energie však nesmí způsobovat degradaci polymerního materiálu. [34, s. 132 - 134], [49]

4.6 Rentgenové záření (X záření)

Jedná se o ionizující elektromagnetické záření o energii desítek až stovek keV, jeho vlnové délky se pohybují cca od 10^{-9} nm až do 10^{-12} nm, kdy se částečně překrývají z oblastí záření γ . Se zářením γ má stejnou fyzikální povahu, jedná se tedy v obou případech o fotonové záření a přestože se tyto záření liší způsobem vzniku, mají podobné vlastnosti. [37, s. 76], [39], [50], [51]

Vznik rentgenové záření je možný 3 způsoby:

- dopadem urychleného elektronu na pevnou podložku,
- změnou dráhy relativistického elektronu - synchrotronové záření,
- jako vybuzené fluorescenční záření. [50]

Kdy záření vzniklé prvním způsobem dělíme na:

- záření **brzdné** - vzniká změnou rychlosti (zpomalením) elektronu dopadajícího na povrch kovu,
- záření **charakteristické** - určené energetickými hladinami elektronů chemického prvku hmoty. [50], [51]

Přirozeným zdrojem rentgenového záření jsou především hvězdy. Mezi umělé zdroje řadíme rentgenky, urychlovače nebo radionuklidy. [37, s. 76]

Rentgenové záření se využívá především v medicíně, defektoskopii a při difrakci.

4.6.1 Vliv rentgenového záření na polymerní materiály

Jak již bylo uvedeno v kapitole 4.6 má rentgenové záření podobné vlastnosti jako záření γ . Tato podobnost se projevuje i v případě průchodu polymerními materiály. Stejně jako záření γ je rentgenové záření schopno pronikat do velkých hloubek, takže můžeme ozařovat mnohem rozměrnější předměty. Rentgenové záření se připravuje obdobně jako záření β v urychlovačích, kde je jeho zdrojem elektrický proud. Nicméně při konverzi na rentgenové záření nedosahujeme takové rychlosti výroby ani intenzity záření (velikosti dávky) jako u záření β , ačkoli intenzita takto připraveného záření může být vyšší než v případě záření γ . Přehled vlastností, tím pádem i obraz o výhodách a nevýhodách použití záření β , γ a rentgenového uvádí tabulka (Tab. 10). [52, s. 12, 15]

Tab. 10. Přehled vlastností β , γ a rentgenového záření [52, s. 14]

	β	γ	Rentgenové
Schopnost pronikání	Nízká	Vysoká	Vysoká
Velikost dávky záření	Velká	Malá	Malá
Zdroj	Elektrický proud	Radioaktivní izotop	Elektrický proud
Provozní náklady	Nízké	Vysoké	Vysoké
Zařízení	Komplikovaná obsluha a údržba	Snadná obsluha a údržba	Komplikovaná obsluha a údržba
Odstínění	Méně náročné na stínění, lze zapnout a vypnout	Působí kontinuálně, vyžaduje větší stínění	Méně náročné na stínění, lze zapnout a vypnout
Útlum zdroje	Bez útlumu	Kontinuální útlum, nutnost pravidelné obnovy zdroje	Bez útlumu

II. PRAKTICKÁ ČÁST

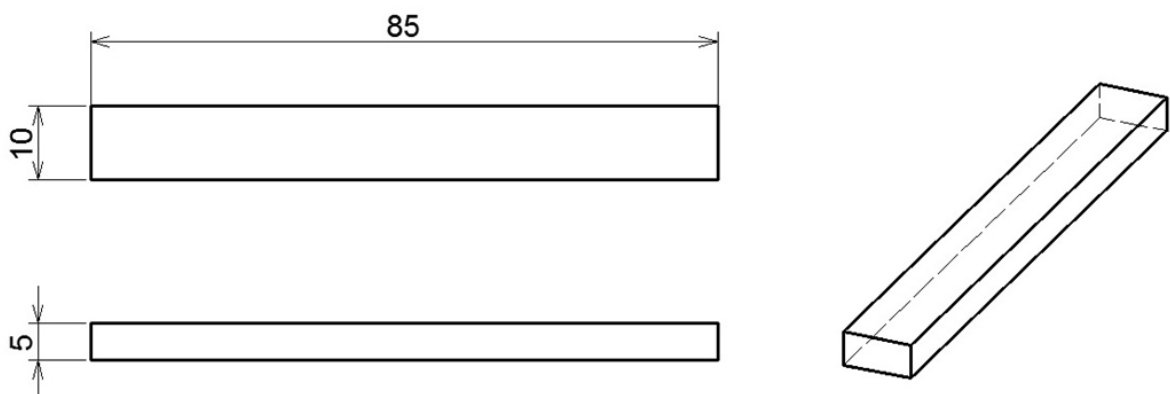
5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

5.1 Cíl práce

Experimentální část této diplomové práce se zabývá studiem vlivu velikosti dávky ozáření elektronovým beta zářením na vlastnosti vybraného polymerního materiálu. Hlavním sledovaným parametrem je mikrotvrdost, v tomto případě reprezentována vtiskovou tvrdostí H_{IT} a tvrdostí dle Vickerse HV . Měření je rovněž doplněno vyhodnocením dalších materiálových parametrů.

5.2 Zkušební vzorky a zvolená metoda

Pro experiment byl vybrán materiál polyamid 11, konkrétně V-PTS-CREAMID-11T*M600/13 transparent. Stručná obecná charakteristika polyamidu 11 je uvedena v kapitole 5.4. Vzorky byly vyrobeny vstříkovaním. Měření bylo provedeno na nemodifikovaném vzorku polyamidu 11 a šesti modifikovaných vzorcích elektronovým beta zářením tak, aby se určil přínos modifikace. Tyto vzorky byly vystaveny dávce beta záření o velikosti 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Ozáření zajistila firma BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG. Obrázek (Obr. 29) uvádí tvar a rozměry zkušebních vzorků.



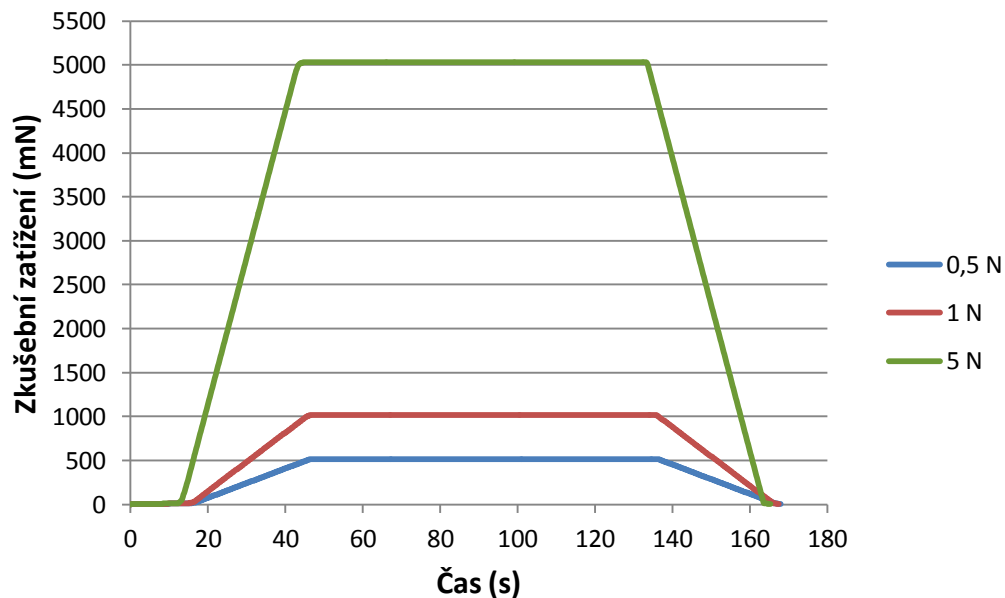
Obr. 29. Tvar a rozměry zkušebních vzorků

Měření probíhalo metodou DSI a použita byla zkouška dle Vickerse, která je podrobně popsána v kapitole 2.1. Pro měření byla zvolena zatížení 0,5 N, 1 N a 5 N.

5.3 Postup měření

Na každém vzorku bylo provedeno 9 měření (matice 3 x 3), pro jednotlivá zatížení. Experiment probíhal v laboratořích Ústavu výrobního inženýrství Fakulty technologické ve Zlíně na zařízení Micro-Combi Tester od firmy CSM Instruments. Vyhodnocovaly se násle-

dující veličiny: vtisková tvrdost H_{IT} , vtiskový modul pružnosti E_{IT} , tvrdost dle Vickerse HV , creep C_{IT} , elastická část práce vtisku W_{elast} , plastická část práce vtisku W_{plast} , celková mechanická práce vtisku W a koeficient zpětné relaxace η .

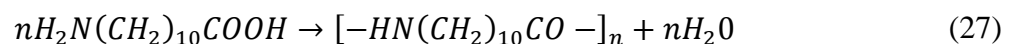


Obr. 30. Schéma průběhu zatěžování

5.4 Polyamid 11

Polyamidy jsou polymery charakterizované hlavním polymerním řetězcem, v němž se pravidelně střídají skupiny $-\text{CONH}-$ s větším počtem skupin metylenových, tedy $-\text{CH}_2-$. Podle struktury molekul se dělí na alifatické a aromatické. [34, s. 93]

Polyamid 11 patří do skupiny alifatických polyamidů, je to tedy lineární semikrystalický (30 – 50%) polymer. Vyrábí se polykondenzací z kyseliny aminoundekanové $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$, jejímž zdrojem je ricinový olej. [53, 54]



Standardně se jedná o neprůhledný polymer, jehož barva je bílá a povrch lesklý, lze jej také snadno barvit. Poměr amidových skupin $-\text{CONH}-$ a $-\text{CH}_2-$ činí 1:10, což polyamidu 11 zaručuje nižší nasákavost, než mají například polyamidy 6 a 66, kde je tento poměr 1:5. Dále se polyamid 11 vyznačuje velmi dobrou chemickou odolností vůči působení olejů, ropných paliv a zředěných kyselin. Dlouhodobě použitelný je v rozmezí teplot od $-40\text{ }^\circ\text{C}$ až do $+120\text{ }^\circ\text{C}$. Lze jej zpracovávat vstřikováním, vytlačováním, vyfukováním nebo rotač-

ním odléváním. Vybrané vlastnosti a aplikace uvádějí následující tabulky (Tab. 11) a (Tab. 12). [53, 54]

Tab. 11. Vybrané vlastnosti polyamidu 11 [53, 54]

Vlastnost	Hodnota	Jednotky
Hustota	1040	kg·m ⁻³
Modul pružnosti v tahu	1100 - 1400	MPa
Modul pružnosti ve smyku	450 - 500	MPa
Pevnost v tahu	47	MPa
Nasákavost	0,8* / 1,8**	%
Teplota tání	190	°C
Teplota skelného přechodu	46	°C
Tepelná vodivost	0,28	W·m ⁻¹ ·K ⁻¹

* při 23 °C, ** po uložení ve vodě

Tab. 12. Aplikace polyamidu 11 [53, 54]

Aplikace
Antikoroziční povlaky
Pneumatické hadice
Hydraulické hadice
Opláštění vodičů
Trubky
Technické díly (ozubení, kladky)
Sportovní potřeby
Lékařské potřeby

5.5 Zpracování naměřených dat

V následujících kapitolách jsou uvedena naměřená data ve formě tabulek a grafů. Tabulky obsahují průměrné hodnoty ze souboru měření, ty jsou vyneseny do grafů společně s chybovými úsečkami, které reprezentují kladnou a zápornou směrodatnou odchylku.

Aritmetický průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (28)$$

Směrodatná odchylka:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (29)$$

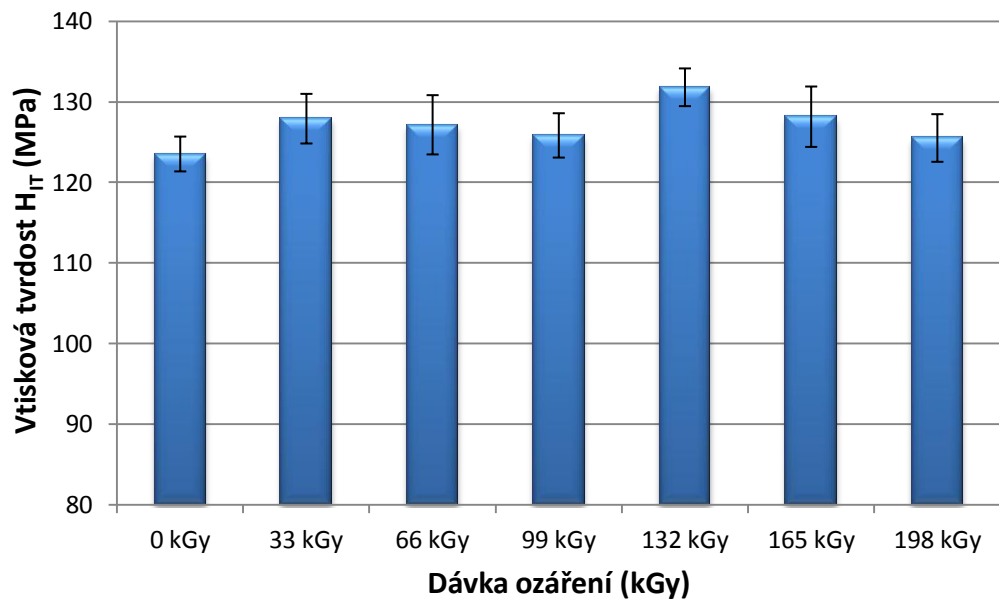
Střední kvadratická chyba aritmetického průměru:

$$\delta = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (30)$$

5.5.1 Zkušební zatížení 0,5 N

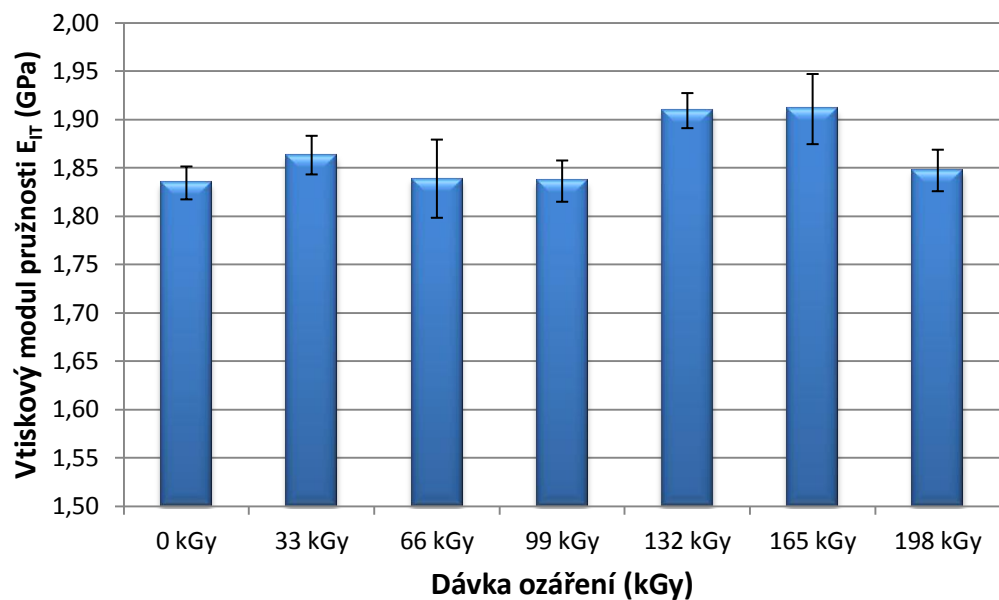
Tab. 13. Naměřené hodnoty pro zatížení 0,5 N

	H_{IT} (MPa)	E_{IT} (GPa)	HV	C_{IT} (%)	W_{elast} (nJ)	W_{plast} (nJ)	W (nJ)	η
0 kGy	123,55	1,834	11,66	7,35	1206,06	1917,12	3123,19	0,386
33 kGy	127,93	1,863	12,08	6,99	1234,44	1851,08	3085,52	0,400
66 kGy	127,17	1,838	12,00	6,78	1209,53	1876,97	3086,51	0,392
99 kGy	125,86	1,836	11,88	6,73	1223,25	1875,67	3098,92	0,395
132 kGy	131,83	1,909	12,44	6,86	1204,27	1813,30	3017,57	0,399
165 kGy	128,18	1,910	12,10	6,45	1170,72	1839,69	3010,41	0,389
198 kGy	125,54	1,847	11,85	6,93	1216,53	1899,95	3116,47	0,390



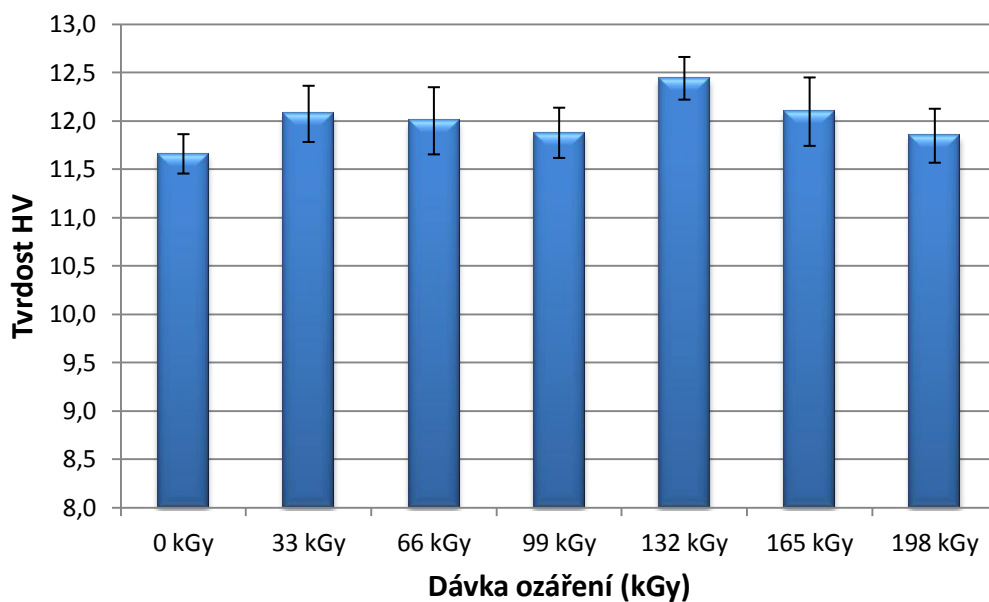
Obr. 31. Vtisková tvrdost H_{IT} při zkušebním zatížení 0,5 N

Z obrázku (Obr. 31) je zřejmé, že nejnižší hodnoty vtiskové tvrdosti H_{IT} dosahuje neozářený vzorek, a to 123,55 MPa. Nejvyšší hodnotu 131,83 MPa vykazuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy.



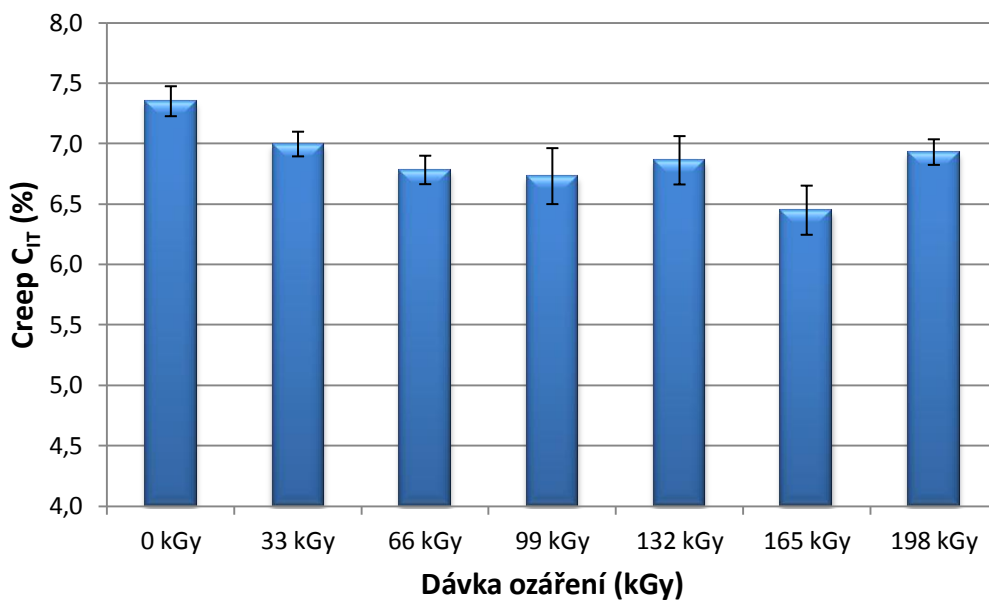
Obr. 32. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zkušebním zatížení 0,5 N

Vtiskový modul pružnosti E_{IT} dosahuje nejvyšší hodnoty 1,910 GPa u vzorku s dávkou ozáření 165 kGy. Také zde nejnižší hodnota odpovídá vzorku bez ozáření (0 kGy), konkrétně 1,834 GPa.



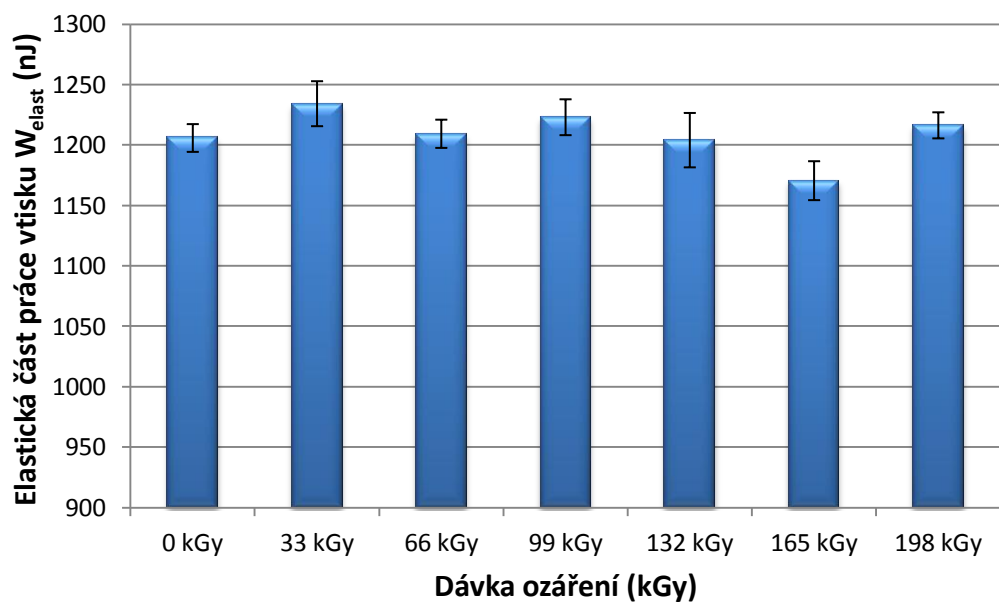
Obr. 33. Tvrdość dle Vickerse HV při zkušebním zatížení 0,5 N

Nejvyšší hodnota tvrdosti dle Vickerse 12,44 HV byla naměřena u vzorku, který byl vystaven dávce ozáření 132 kGy. Naproti tomu nejnižší hodnota 11,66 HV patří neozářenému vzorku.



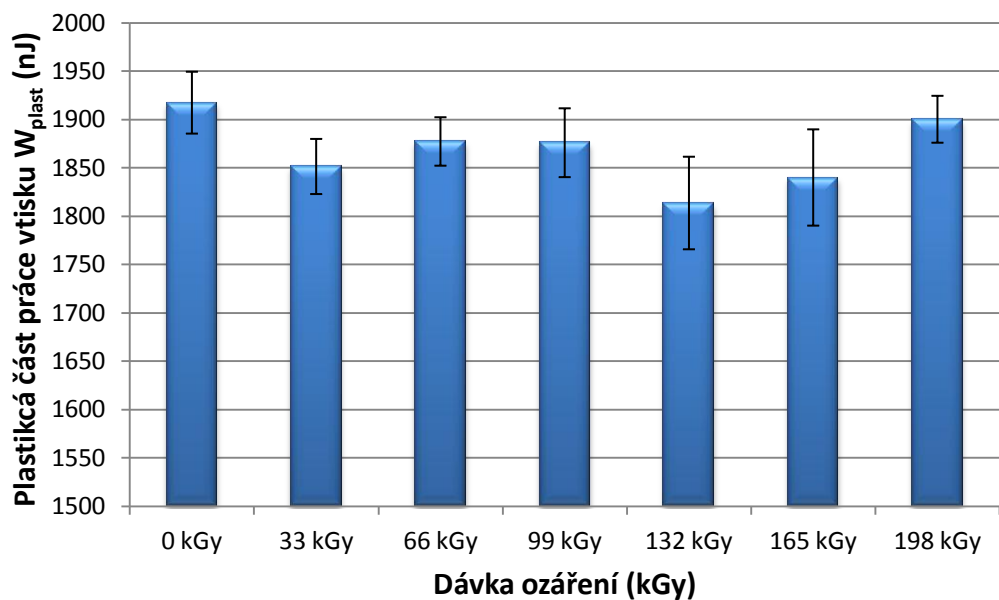
Obr. 34. Creep C_{IT} při zkušebním zatížení 0,5 N

V případě měření creepového chování dosahuje nejnižší hodnoty C_{IT} 6,45 % vzorek s dávkou ozáření 165 kGy. Naopak nejvyšší hodnoty této veličiny dosahuje neozářený vzorek, a to 7,35 %.



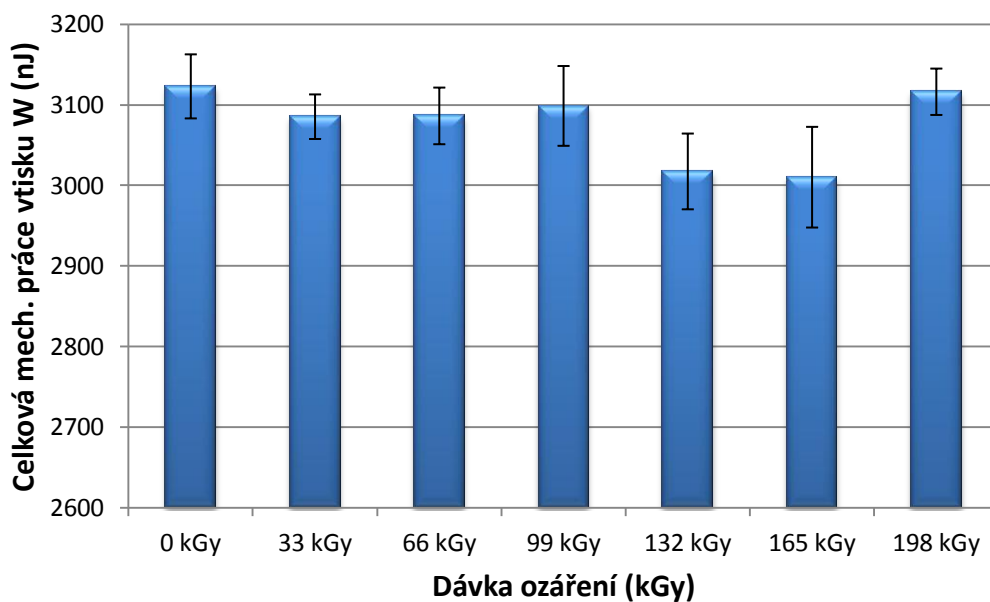
Obr. 35. Elastická část práce vtisku W_{elast} při zkušebním zatížení 0,5 N

Z naměřených hodnot pro elastickou část práce vtisku W_{elast} je patrné, že nejnižší hodnotu 1170,72 nJ má vzorek s dávkou ozáření 165 kGy a nejvyšší hodnotu 1234,44 nJ vzorek s dávkou ozáření 33 kGy.



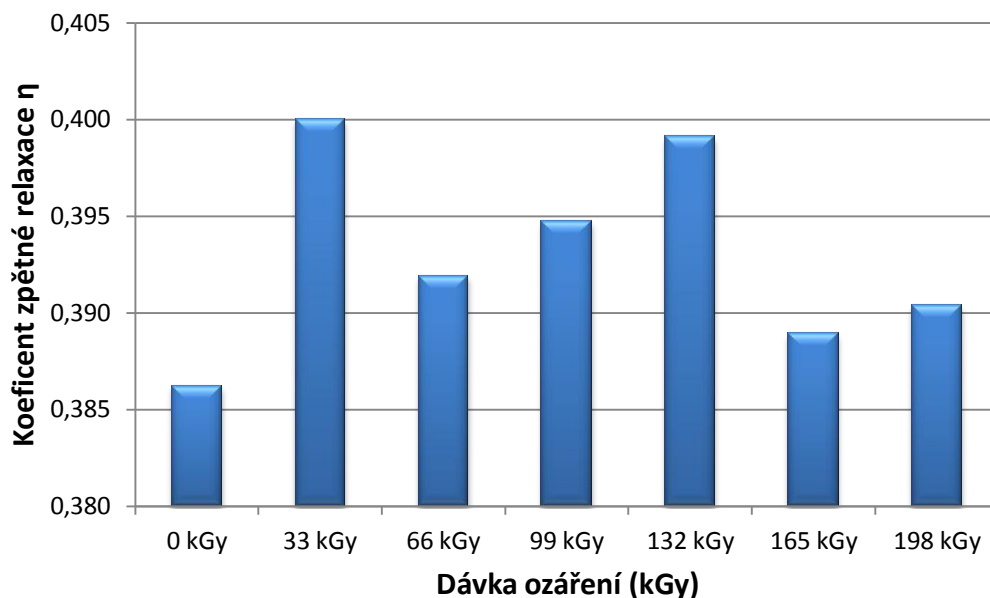
Obr. 36. Plastická část práce vtisku W_{plast} při zkušebním zatížení 0,5 N

Nejvyšší hodnotu plastické části práce vtisku W_{plast} vykazuje neozářený vzorek, konkrétně 1917,12 nJ. Nejnižší hodnota 1813,30 nJ v tomto případě odpovídá vzorku s dávkou ozáření 132 kGy.



Obr. 37. Celková mechanická práce vtisku W při zkušebním zatížení $0,5 N$

Na obrázku (Obr. 37) vidíme, že nejnižší hodnota celkové mechanické práce vtisku W 3010,41 nJ patří vzorku s dávkou ozáření 165 kGy. Nejvyšší hodnotu 3123,19 nJ vykazuje neozářený vzorek.



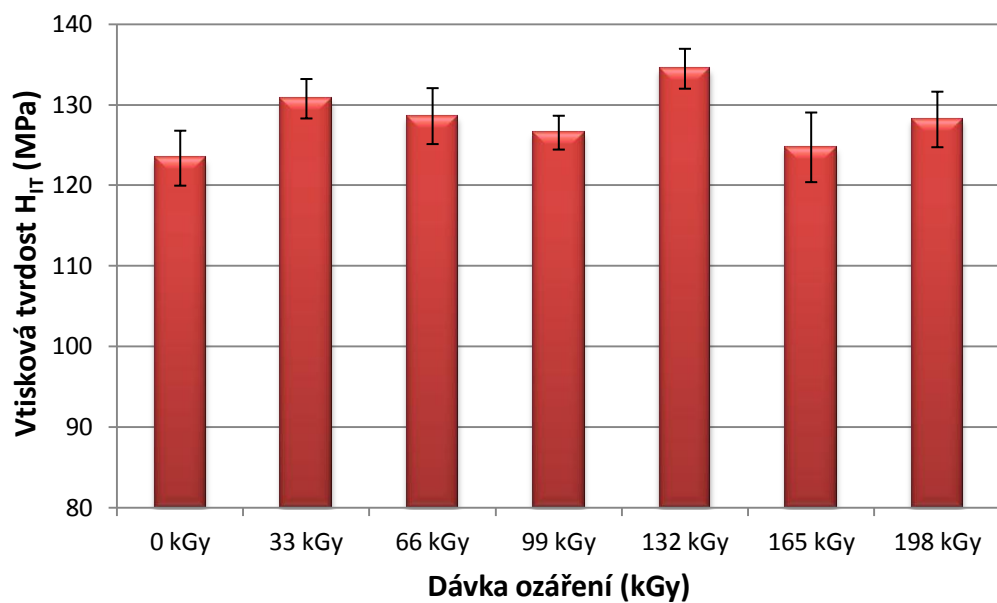
Obr. 38. Koeficient zpětné relaxace η při zkušebním zatížení $0,5 N$

Koeficient zpětné relaxace η dosahuje nejnižší hodnoty 0,386 u neozářeného vzorku. Naopak nejvyšší hodnotě této veličiny 0,400 odpovídá vzorek s dávkou ozáření 33 kGy.

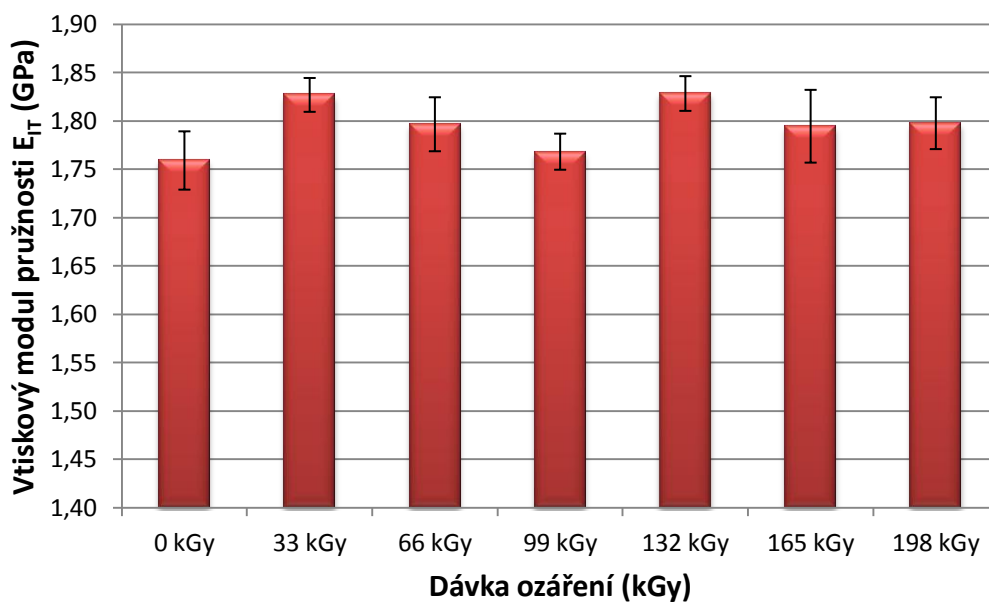
5.5.2 Zkušební zatížení 1 N

Tab. 14. Naměřené hodnoty pro zatížení 1 N

	H_{IT} (MPa)	E_{IT} (GPa)	HV	C_{IT} (%)	W_{elast} (nJ)	W_{plast} (nJ)	W (nJ)	η
0 kGy	123,34	1,759	11,64	7,25	3351,37	5373,80	8725,17	0,384
33 kGy	130,73	1,827	12,34	6,84	3371,38	5154,27	8525,65	0,395
66 kGy	128,57	1,797	12,14	6,50	3372,25	5125,89	8498,15	0,397
99 kGy	126,51	1,768	11,94	6,93	3408,38	5384,20	8792,58	0,388
132 kGy	134,45	1,829	12,69	6,91	3430,78	5043,24	8474,02	0,405
165 kGy	124,69	1,795	11,77	6,91	3294,55	5313,53	8608,07	0,383
198 kGy	128,15	1,798	12,10	6,98	3373,11	5228,44	8601,55	0,392

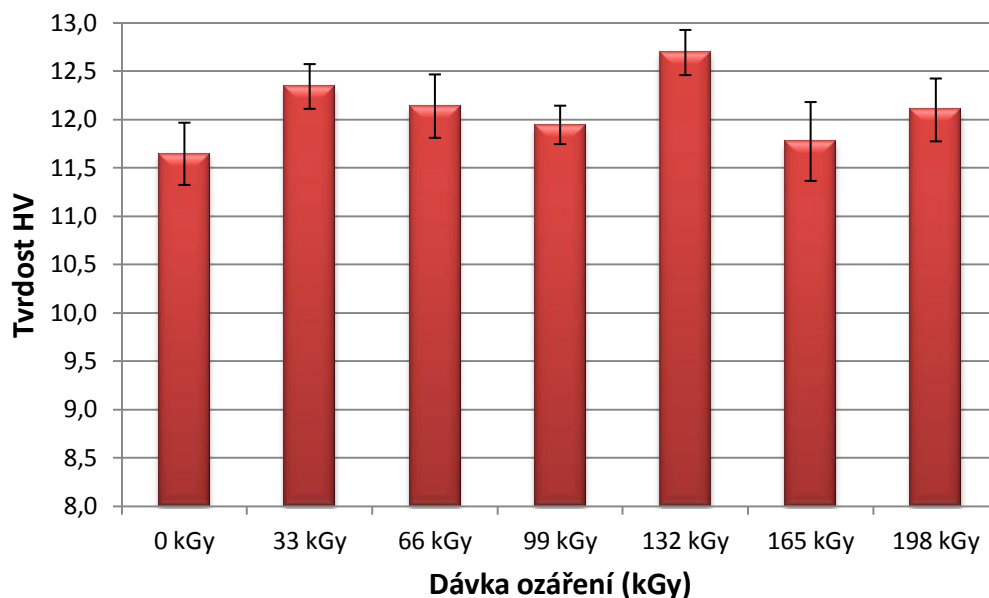
Obr. 39. Vtisková tvrdost H_{IT} při zkušebním zatížení 1 N

Nejnižší hodnotu vtiskové tvrdosti H_{IT} vykazuje neozářený vzorek polyamidu 11, a to 123,34 MPa. Vzorek s dávkou ozáření 132 kGy dosahuje 134,45 kGy, což je hodnota nejvyšší.



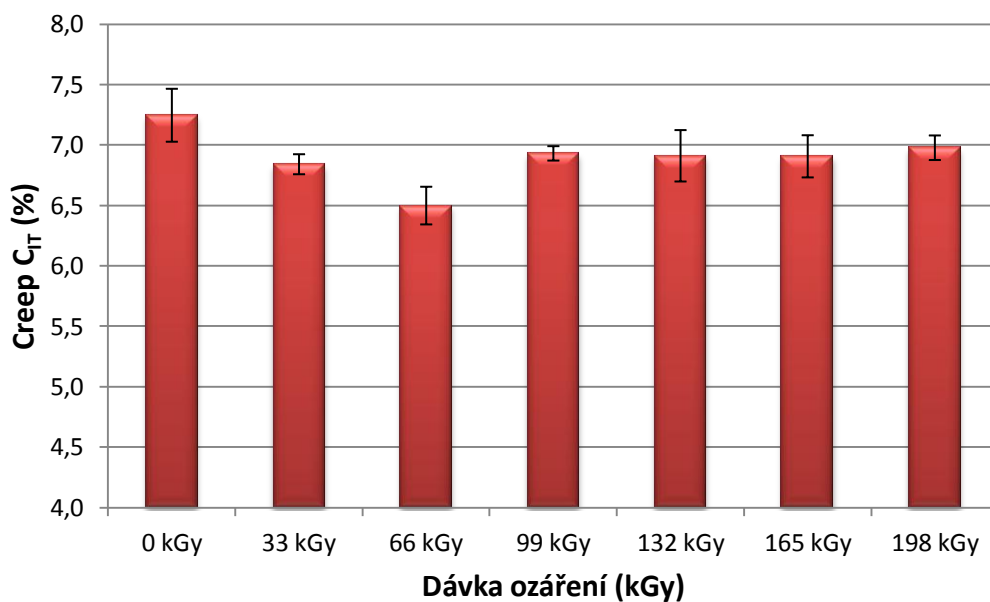
Obr. 40. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zkušebním zatížení 1 N

V případě měření vtiskového modulu pružnosti E_{IT} nejnižší hodnota 1,759 GPa patří neozařenému vzorku. Nejvyšší téměř shodné hodnoty dosahují vzorky s dávkou ozáření 33 kGy a 132 kGy, konkrétně 1,827 GPa resp. 1,829 GPa.



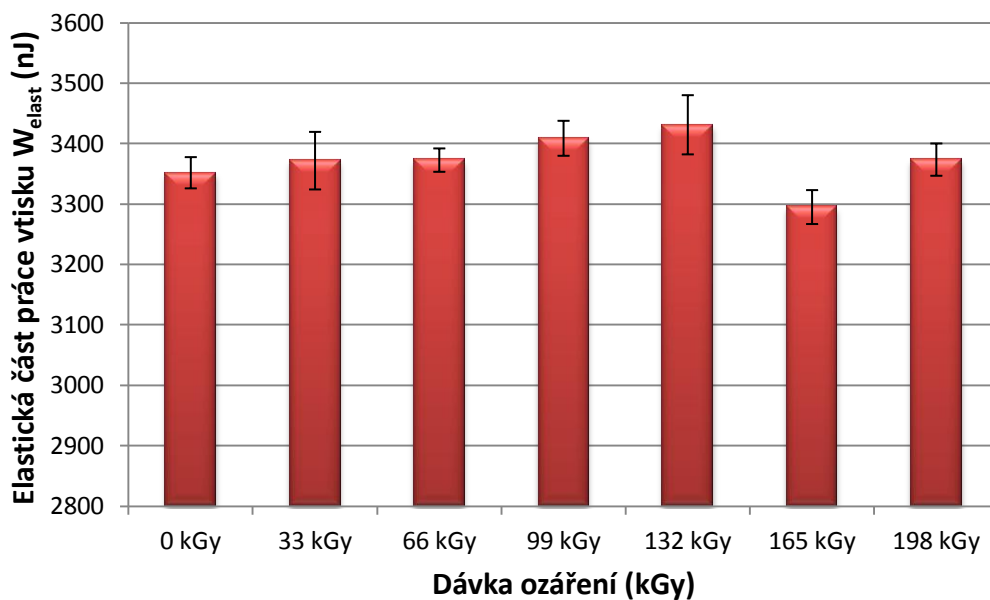
Obr. 41. Tvrdość dle Vickerse HV při zkušebním zatížení 1 N

Z naměřených hodnot tvrdosti dle Vickerse je zřejmé, že nejnižší hodnoty 11,64 HV dosahuje neozařený vzorek. Naproti tomu nejvyšší hodnota 12,69 HV patří vzorku s dávkou ozáření 132 kGy.



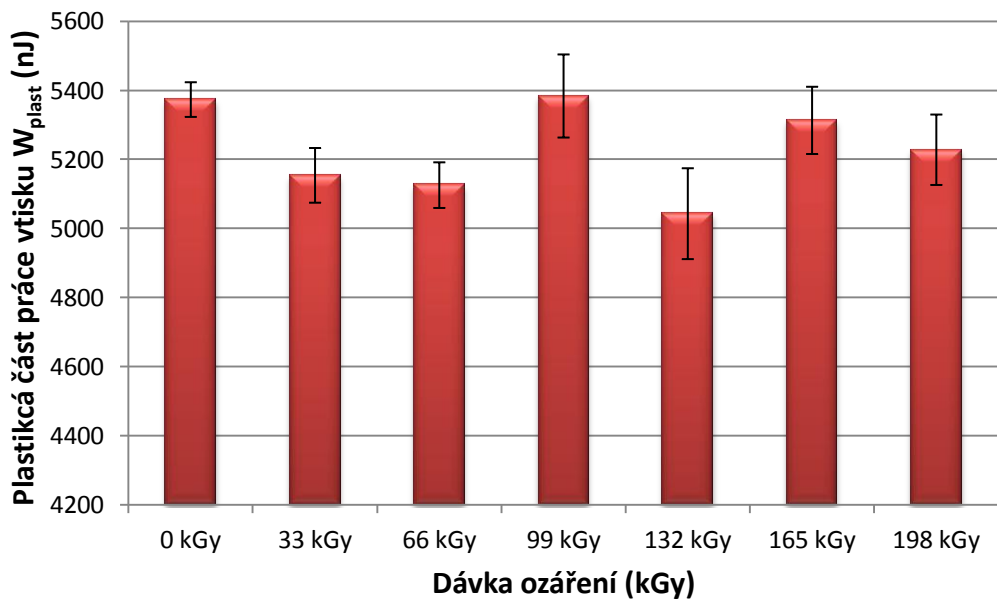
Obr. 42. Creep C_{II} při zkušebnímu zatížení 1 N

Z obrázku (Obr. 42) je zřejmé, že nejnižší hodnoty creepu C_{II} dosahuje vzorek, který byl vystaven dávce ozáření 66 kGy, a to 6,50 %. Nejvyšší hodnotu, tedy 7,25 %, vykazuje neozářený vzorek.



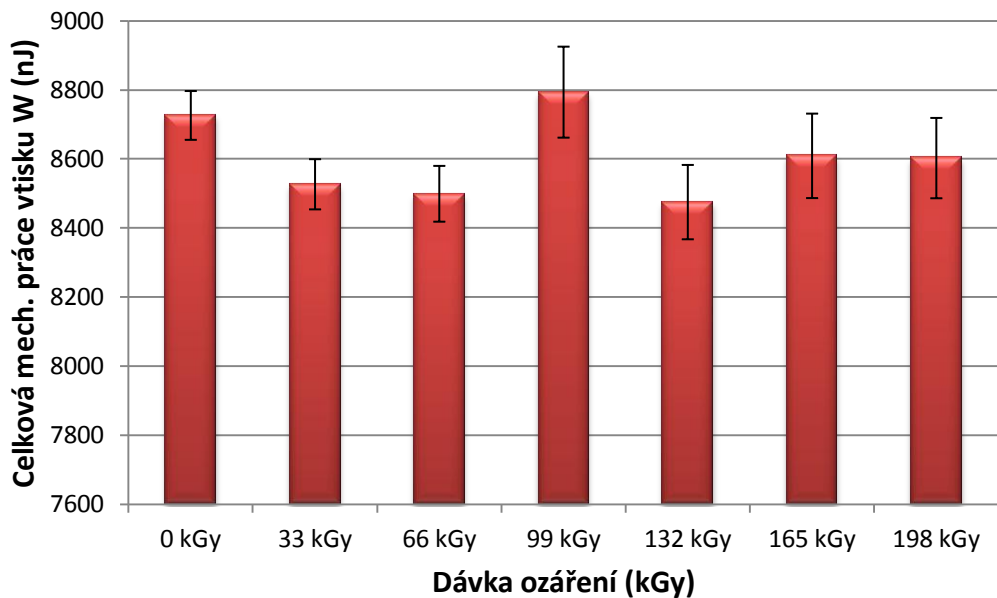
Obr. 43. Elastická část práce vtisku W_{elast} při zkušebnímu zatížení 1 N

Elastická část práce vtisku W_{elast} dosahuje nejvyšší hodnoty 3430,78 nJ u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Nejnižší hodnotu W_{elast} 3294,55 nJ vykazuje v tomto případě vzorek s dávkou ozáření 165 kGy.



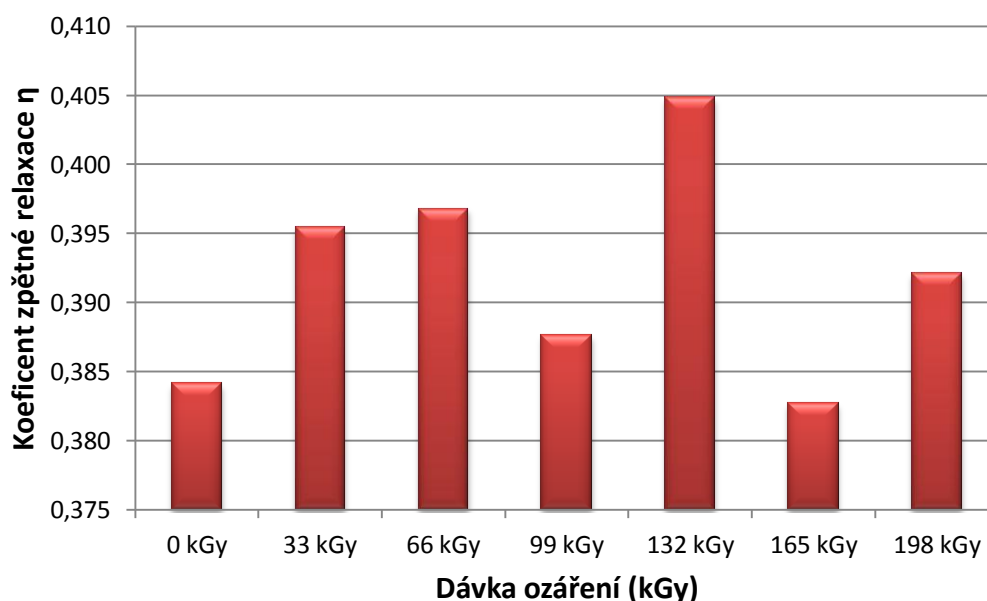
Obr. 44. Plastická část práce vtisku W_{plast} při zkušebním zatížení 1 N

Obrázek (Obr. 44) zobrazuje naměřené hodnoty plastické části práce vtisku W_{plast} . Nejvyšší hodnota 5043,24 nJ patří vzorku s dávkou ozáření 132 kGy a nejnižší hodnota, tedy 5384,20 nJ, vzorku s dávkou ozáření 99 kGy.



Obr. 45. Celková mechanická práce vtisku W při zkušebním zatížení 1 N

Nejvyšší hodnota celkové mechanické práce vtisku W 8792,58 nJ byla naměřena u vzorku s dávkou ozáření 99 kGy. Naproti tomu nejnižší hodnota 8474,02 nJ patří vzorku s dávkou ozáření 132 kGy.



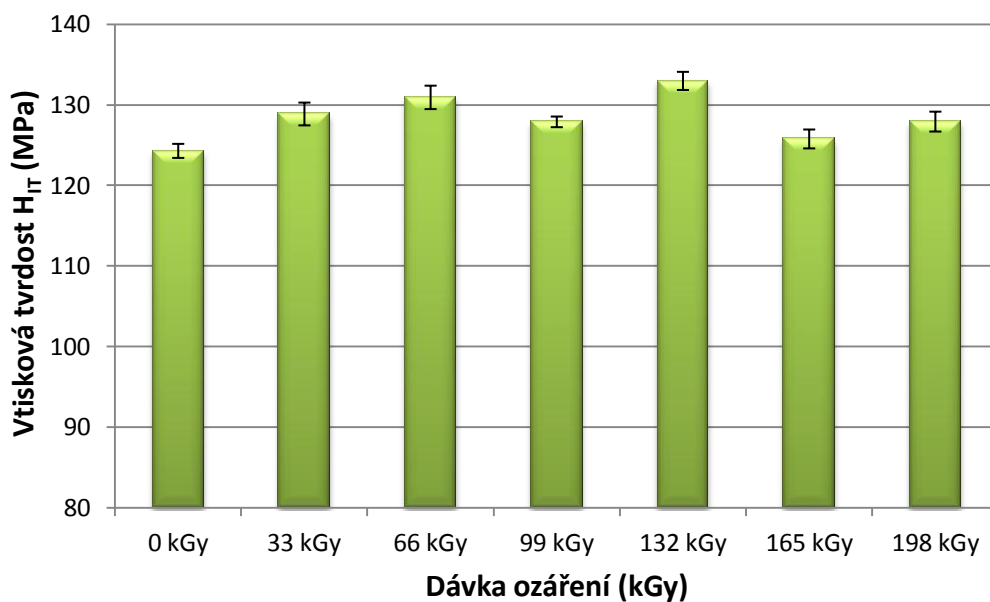
Obr. 46. Koeficient zpětné relaxace η při zkušebním zatížení 1 N

Z obrázku (Obr. 46) je zřejmé, že nejnižší hodnoty koeficientu zpětné relaxace η dosahuje vzorek s dávkou ozáření 165 kGy, a to 0,383. Nejvyšší hodnotu 0,405 vykazuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy.

5.5.3 Zkušební zatížení 5 N

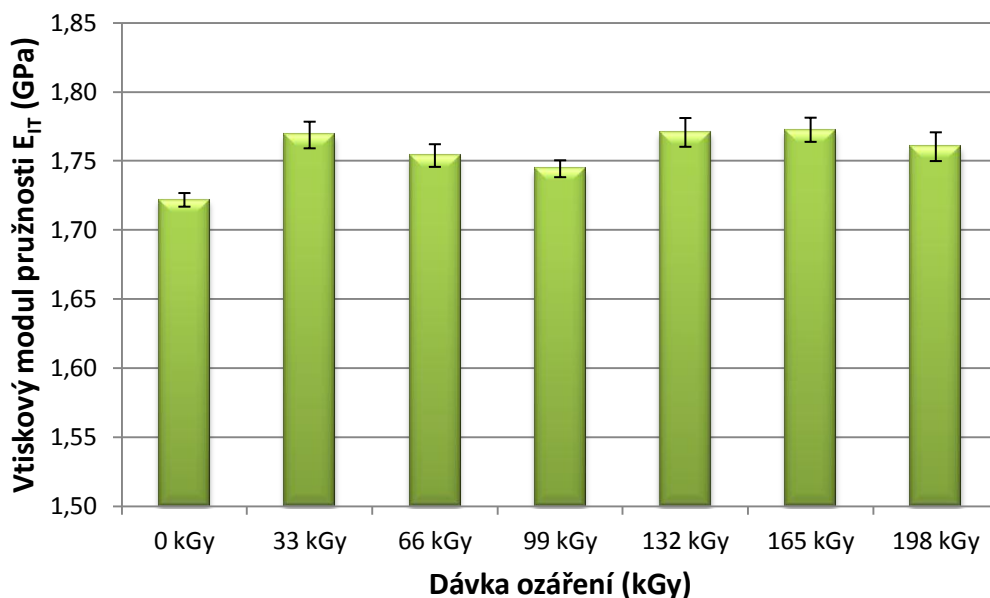
Tab. 15. Naměřené hodnoty pro zatížení 5 N

	H_{IT} (MPa)	E_{IT} (GPa)	HV	C_{IT} (%)	W_{elast} (nJ)	W_{plast} (nJ)	W (nJ)	η
0 kGy	124,31	1,722	11,73	7,01	37114,91	58548,95	95663,87	0,388
33 kGy	128,89	1,769	12,17	6,92	37100,52	57018,80	94119,31	0,394
66 kGy	130,95	1,754	12,36	6,59	37515,53	55800,74	93316,27	0,402
99 kGy	127,91	1,744	12,07	6,61	37255,39	56850,70	94106,09	0,396
132 kGy	132,99	1,770	12,55	6,62	37664,38	55227,74	92892,11	0,405
165 kGy	125,79	1,772	11,87	6,59	36297,58	57661,57	93959,15	0,386
198 kGy	127,94	1,760	12,08	6,84	37025,71	57257,64	94283,35	0,393



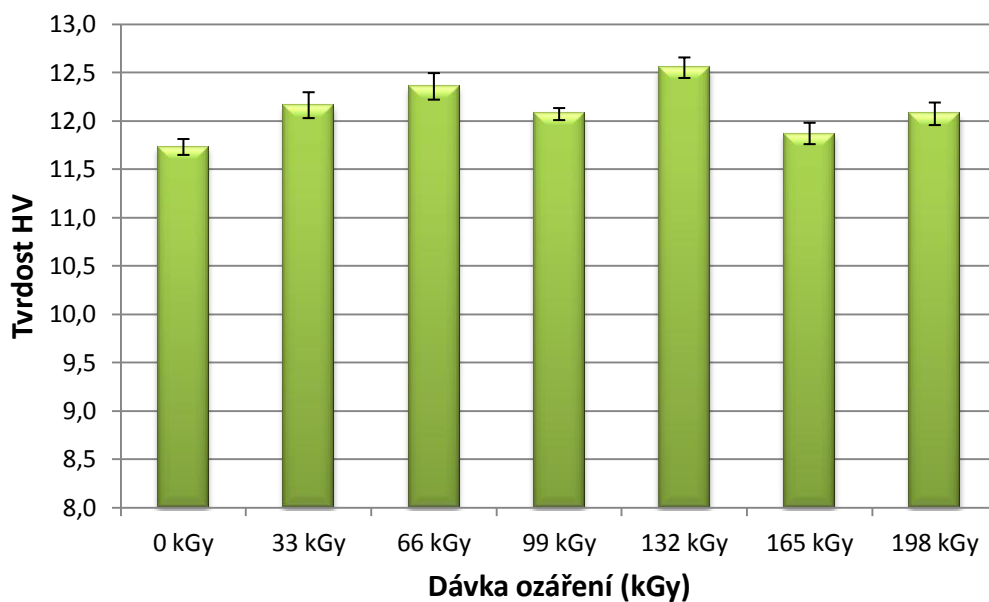
Obr. 47. Vtisková tvrdost H_{IT} při zkušebním zatížení 5 N

Z naměřených hodnot je patrné, že nejvyšší hodnotu vtiskové tvrdosti H_{IT} 132,99 MPa má vzorek, který byl vystaven dávce ozáření 132 kGy. A naopak nejnižší hodnota 124,31 MPa byla zjištěna u neozářeného vzorku.



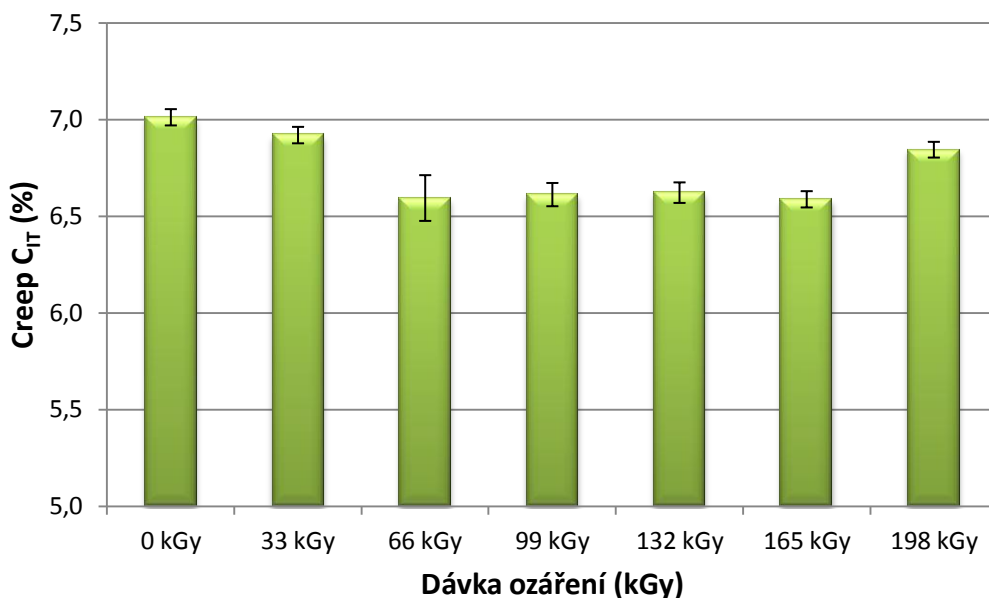
Obr. 48. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zkušebním zatížení 5 N

Na obrázku (Obr. 48) je znázorněna velikost vtiskového modulu pružnosti E_{IT} . Nejnižší hodnotu vykazuje neozářený vzorek, konkrétně 1,722 GPa. Nejvyšší hodnota 1,772 GPa byla zjištěna u vzorku s dávkou ozáření 165 kGy.



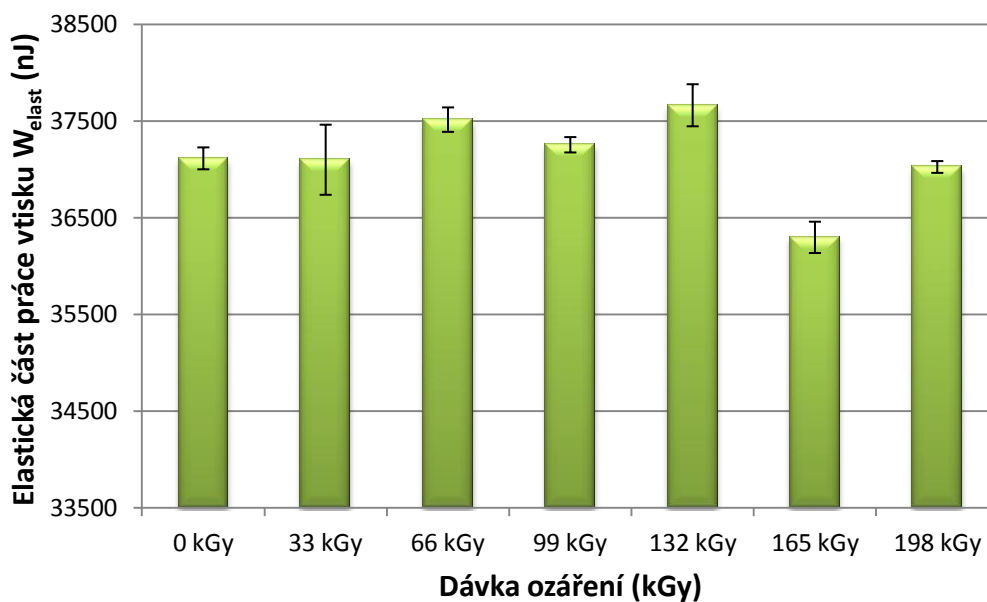
Obr. 49. Tvrdość dle Vickerse HV při zkušebním zatížení 5 N

V případě naměřených hodnot tvrdosti dle Vickerse má nejnižší hodnotu 11,73 HV neozařený vzorek. Naproti tomu nejvyšší hodnota 12,55 HV patří vzorku s dávkou ozáření 132 kGy.



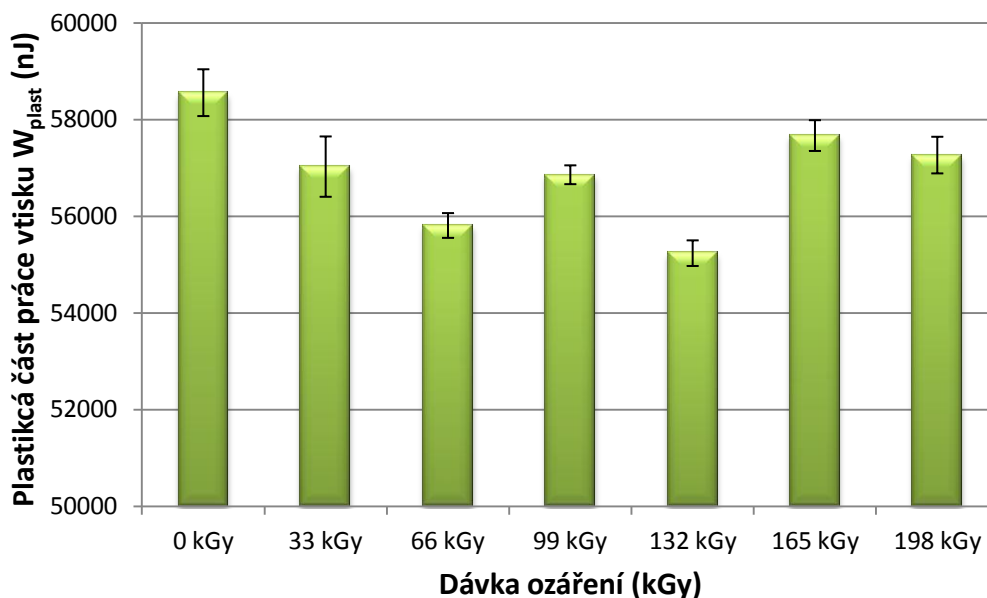
Obr. 50. Creep C_{IT} při zkušebním zatížení 5 N

Naměřené hodnoty creepu C_{IT} zobrazuje obrázek (Obr. 50). Nejvyšší hodnoty C_{IT} dosahuje neozařený vzorek, a to 7,01 %. Nejnižší hodnota 6,59 % v tomto případě odpovídá vzorkům s dávkou ozáření 66 kGy a 165 kGy.



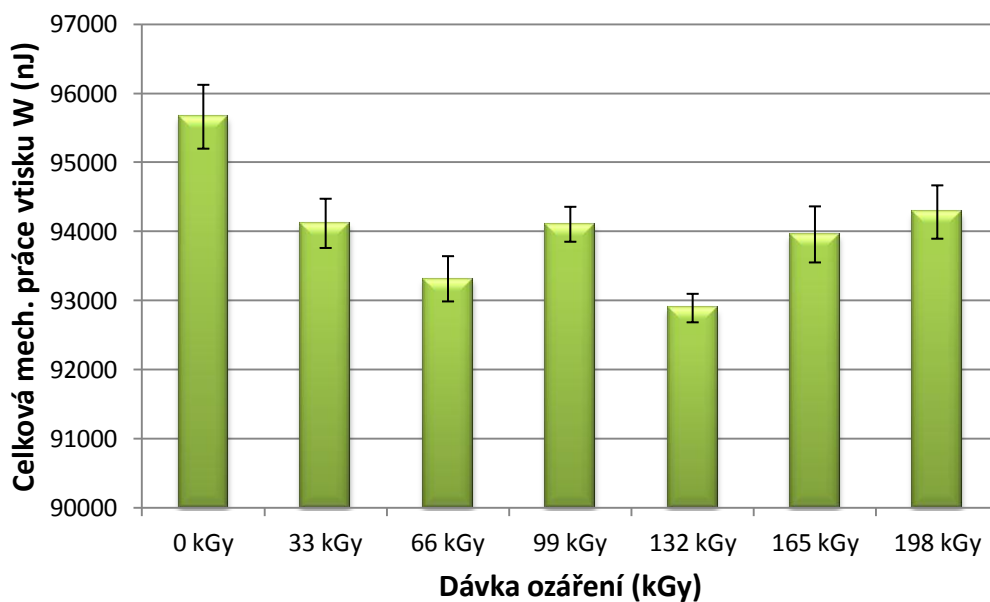
Obr. 51. Elastická část práce vtisku W_{elast} při zkušebním zatížení 5 N

Elastická část práce vtisku W_{elast} dosahuje nejvyšší hodnoty 37664,38 nJ u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Nejnižší hodnota W_{elast} , tedy 36297,58 nJ, byla naměřena u vzorku s dávkou ozáření 165 kGy.



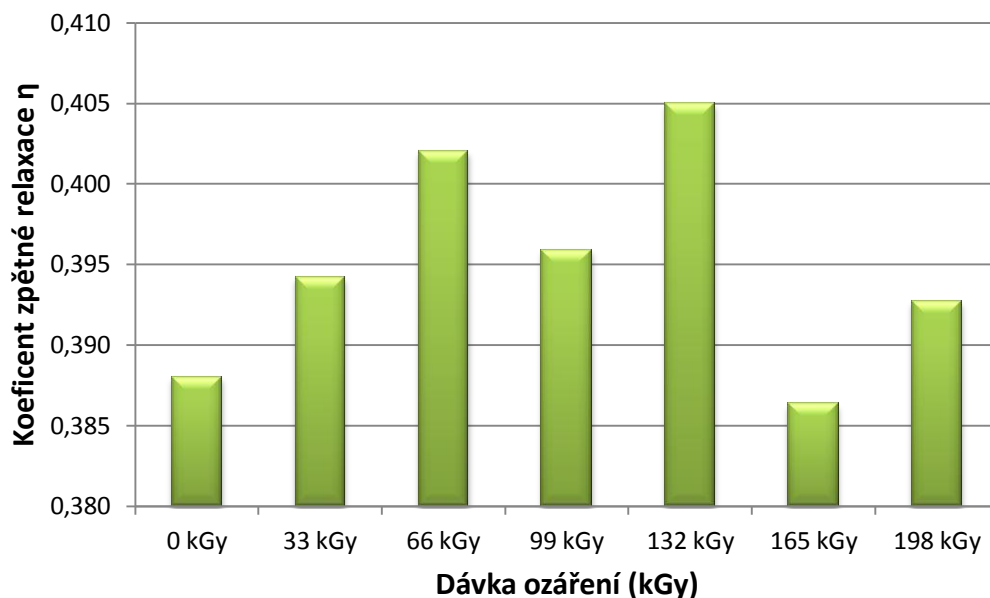
Obr. 52. Plastická část práce vtisku W_{plast} při zkušebním zatížení 5 N

Nejnižší hodnotu plastické části práce vtisku W_{plast} 55227,74 nJ vykazuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy. Nejvyšší hodnota W_{plast} 58548,95 nJ byla zjištěna u vzorku bez ozáření (0 kGy).



Obr. 53. Celková mechanická práce vtisku W při zkušebním zatížení 5 N

Obrázek (Obr. 53) znázorňuje naměřené hodnoty celkové mechanické práce vtisku W . Nejvyšší hodnoty 95663,87 nJ dosáhl neozářený vzorek. Naopak nejnižší hodnota 92892,11 nJ patří vzorku s dávkou ozáření 132 kGy.

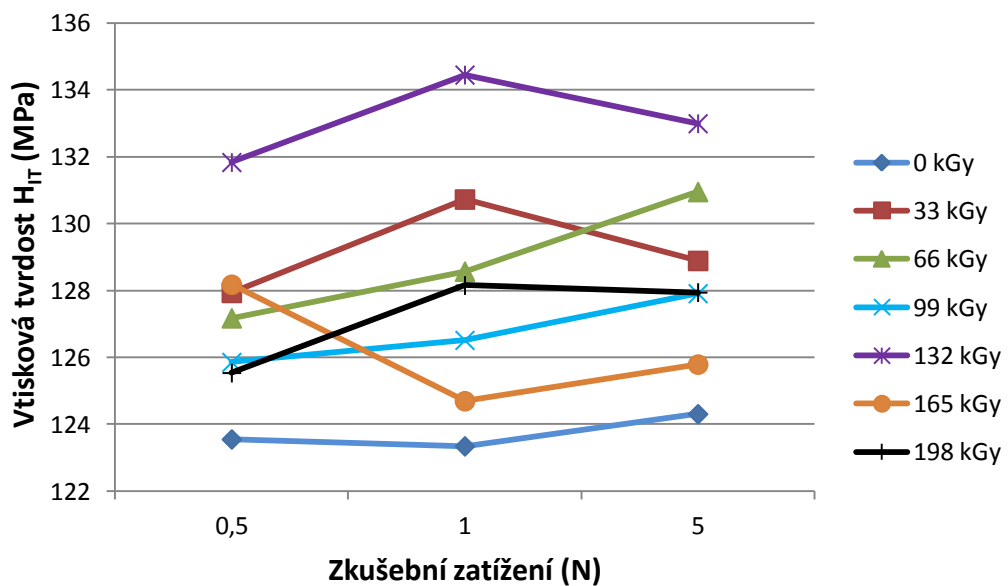


Obr. 54. Koeficient zpětné relaxace η při zkušebním zatížení 5 N

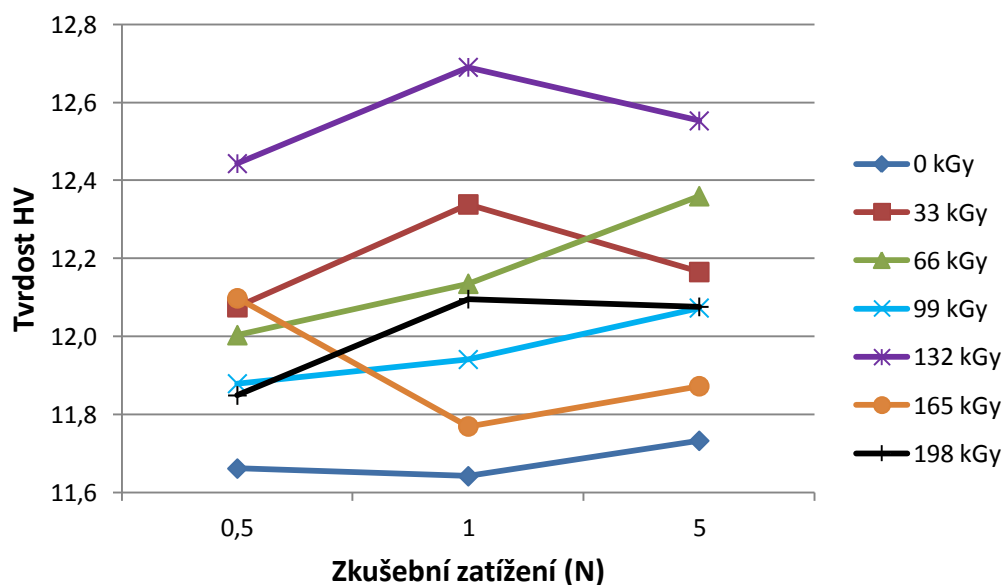
Nejvyšší hodnotu koeficientu zpětné relaxace η vykazuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy, konkrétně 0,405. Nejnižší hodnota koeficientu 0,386 odpovídá vzorku s dávkou ozáření 165 kGy.

6 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Praktická část této práce byla zaměřena na měření mikrotvrdomosti modifikovaného polyamidu 11. Měřilo se za pomoci metody DSI při třech zkušebních zatíženích, a to 0,5 N, 1 N a 5 N. Zkušební vzorky byly modifikovány elektronovým beta zářením o dávce ozáření 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Pro vyhodnocení mikrotvrdomosti, jakožto hlavního sledovaného parametru poslouží vtisková tvrdost H_{IT} a tvrdost dle Vickerse HV . Výsledky těchto veličin jsou přehledně graficky zobrazeny na obrázcích (Obr. 55) a (Obr. 56).



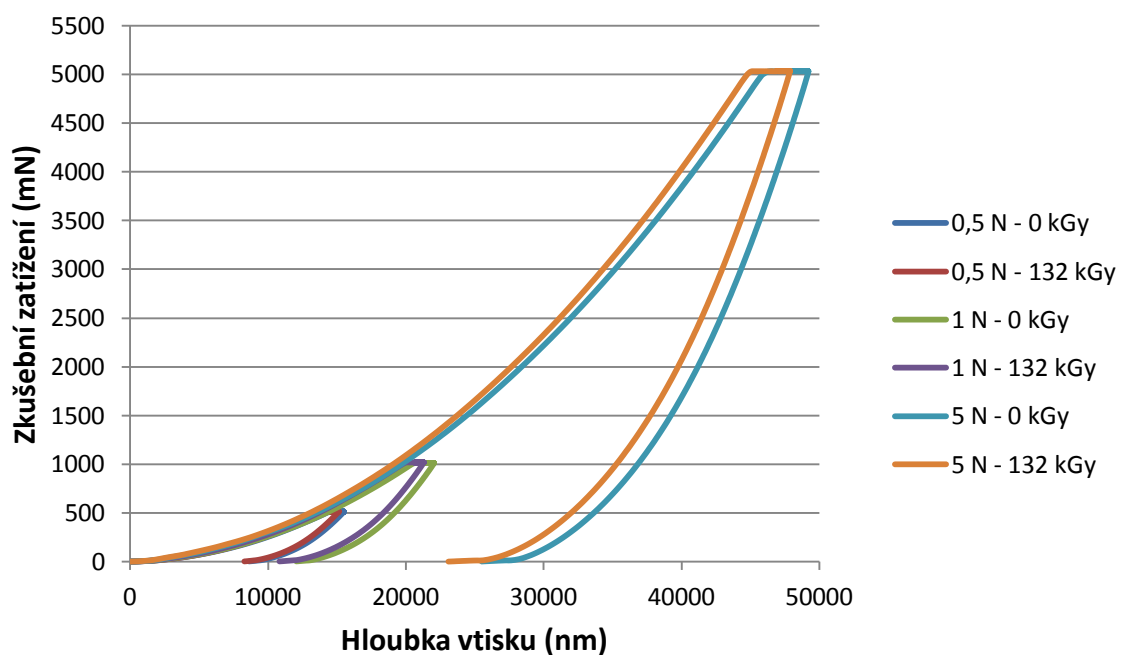
Obr. 55. Shrnutí výsledků vtiskové tvrdosti H_{IT}



Obr. 56. Shrnutí výsledků tvrdosti dle Vickerse HV

Při porovnání obrázků (Obr. 55) a (Obr. 56) vidíme, že průběh křivek je naprosto totožný a liší se pouze absolutními hodnotami veličin. Z obou grafů je zřejmé, že nejnižších hodnot mikrotvrlosti dosahuje u všech použitých zkušebních zatížení neozářený vzorek (0 kGy). Vlivem ozáření tedy došlo k nárůstu hodnot mikrotvrlosti. Výrazně nejvyšší hodnoty mikrotvrlosti vykazuje při všech zkušebních zatíženích vzorek s dávkou 132 kGy. Maximální hodnota byla naměřena při zkušebním zatížení 1 N a představuje to nárůst mikrotvrlosti o 9 % oproti neozářenému vzorku. Dále z výsledků plyne, že použitím vyšších dávek tedy 165 kGy a 198 kGy již nedochází k dalšímu nárůstu mikrotvrlosti a vzorky dosahují ve většině případů dokonce nižších hodnot než vzorek s dávkou pouze 33 kGy. Ten se tak jeví jako vzorek s nejlepším poměrem nárůstu mikrotvrlosti k velikosti dávky ozáření, kdy při zkušebním zatížení 1 N vykazuje zlepšení o 6 %.

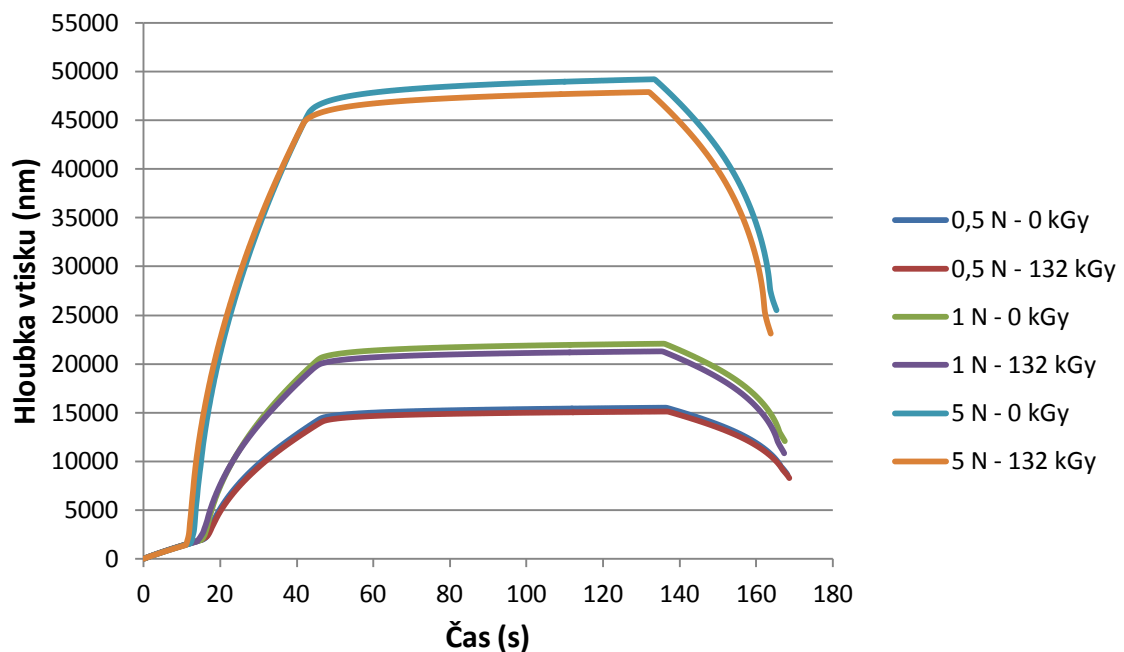
Metoda DSI umožňuje doplnit naměřená data tvrdosti ještě o závislost zkušebního zatížení na hloubce vtisku (indentační křivka) i závislosti hloubky vtisku na čase. Průběh indentačních křivek pro všechna tři zatížení je zachycen na obrázku (Obr. 57) níže. Pro přehlednost byly vybrány křivky jen pro vzorky 0 kGy a 132 kGy. Zatěžující i odlehčující křivky jsou spojitě bez přítomnosti tzv. pop – in a pop – out oblastí, při působení konstantního maximálního zatížení se projevila výrazná creepová deformace. Je vidět, že při zatěžování se materiál chová plasticky a během odlehčování dochází k elastickému zotavení.



Obr. 57. Indentační křivky pro vzorky 0 kGy a 132 kGy

Zvýšená mikrotvrdość se projevuje tím, že dochází k posunu křivek směrem k menším hloubkám vtisku. Dále se také zmenšuje plocha pod křivkou, jež představuje celkovou mechanickou práci vtisku, což potvrdily grafy v předešlých kapitolách.

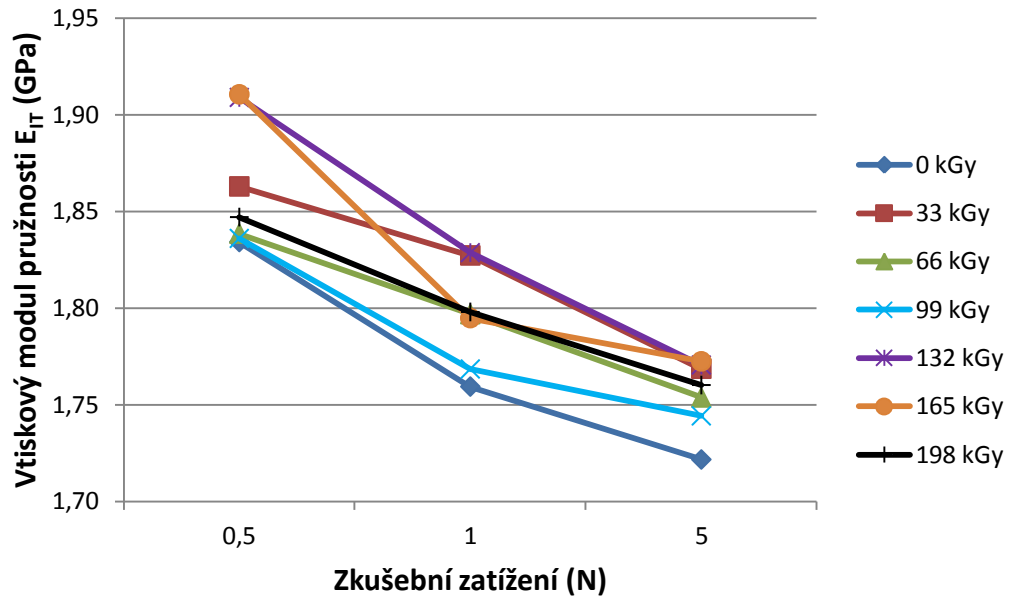
Následující obrázek (Obr. 58) je závislost hloubky vtisku na čase. Z počátku je zde patrný mírný nárůst hloubky vtisku, to je způsobeno velmi pozvolným náběhem zatížení. Opět se zde projevuje vyšší hodnota mikrotvrdości u ozářeného vzorku posunem křivky k menším hodnotám hloubky vtisku. Je zde velmi názorně vidět počátek creepu, kdy v rozmezí 40 až 50 s zatížení dosáhne své maximální hodnoty a zůstává určitou dobu konstantní, viz obrázek (Obr. 30), přičemž se mění hloubka vtisku.



Obr. 58. Závislost hloubky vtisku na čase pro vzorky 0 kGy a 132 kGy

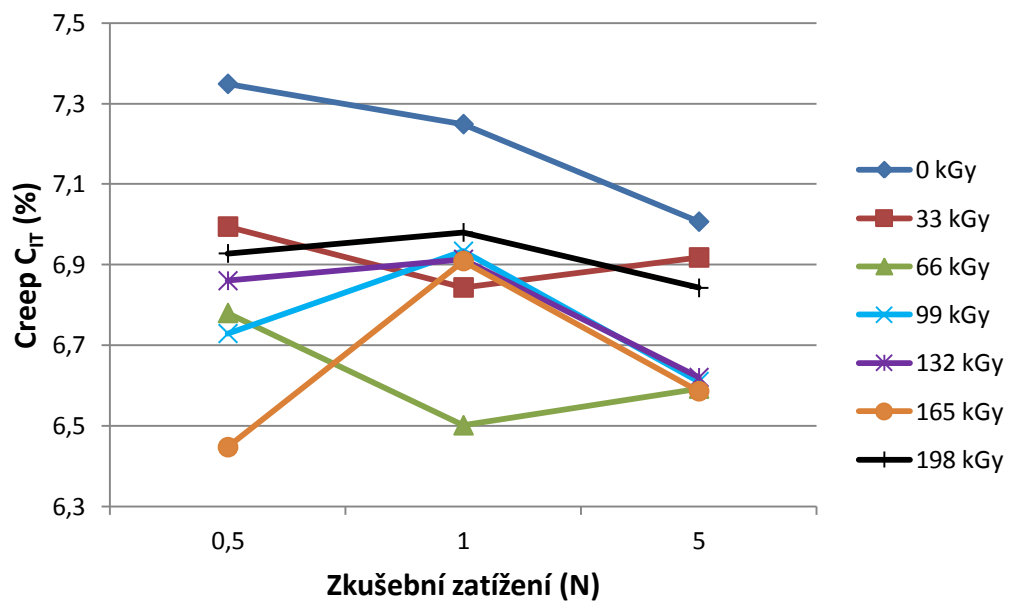
Další vyhodnocovanou veličinou je vtiskový modul pružnosti E_{IT} . Z grafického vyjádření naměřených hodnot (Obr. 59) je zřejmé, že ozářením dochází ke zvýšení hodnot E_{IT} . S rostoucím zkušebním zatížením hodnoty E_{IT} klesají. Nejvyšší absolutní hodnoty vykazují vzorky s dávkou ozáření 132 kGy a 165 kGy při zkušebním zatížení 0,5 N. Avšak i ten nejlepší výsledek odpovídá zlepšení jen o 4%. Zvyšování dávky ozáření na hodnotu 198 kGy nemá opodstatnění, protože naměřené hodnoty jsou v porovnání se vzorkem s dávkou 132 kGy vždy nižší. Stejně tak i dávku 165 kGy nelze doporučit, přestože přináší ve dvou případech nejvyšší hodnoty, tak rozdíl oproti vzorku s dávkou 132 kGy je zane-

dbatelný. Z nižších dávek je stejně jako u mikrotvrdosti zajímavá ta s hodnotou 33 kGy, která ve dvou případech poskytuje velmi podobné výsledky jako dávka 132 kGy.



Obr. 59. Shrnutí výsledků vtiskového modulu pružnosti E_{IT}

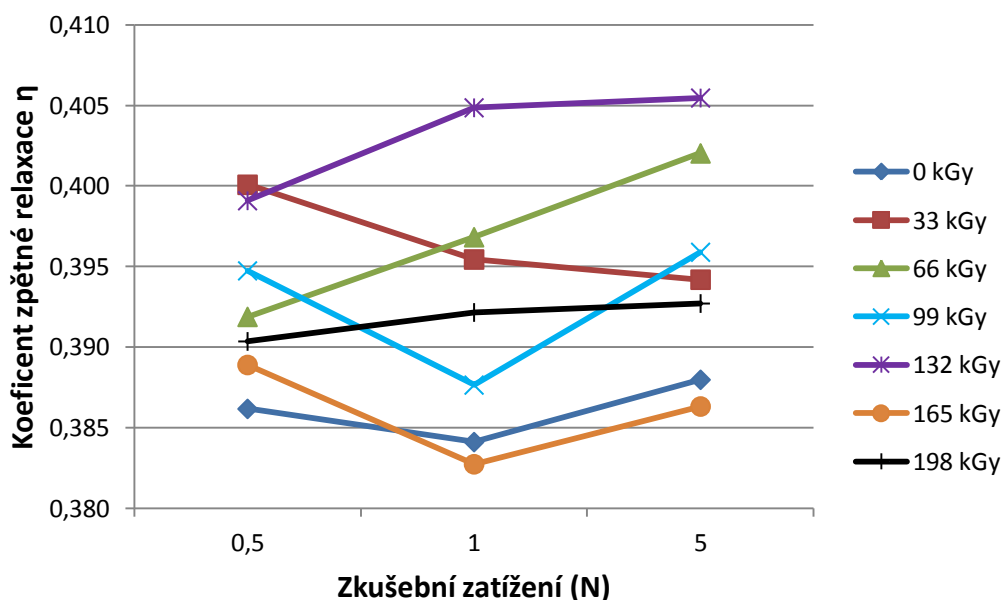
Creepové chování, viz obrázek (Obr. 60), je nejvýraznější u neozářeného vzorku (0 kGy), kdy u jednotlivých zkušebních zatížení vždy nejvyšší hodnoty připadají právě na tyto vzorky.



Obr. 60. Shrnutí výsledků creepu C_{IT}

Do dávky ozáření 66 kGy dochází vždy ke zlepšení vlastností, tedy k poklesu creepu. Vyšší dávky nezaručují další pokles, výjimku tvoří pouze vzorek s dávkou 165 kGy, který při zatížení 0,5 N vykazuje nejnižší hodnotu ze všech měření (zlepšení přibližně o 12%). Jako optimální se tedy jeví dávka 66 kGy, kdy je vždy zaručeno snížení hodnot creepu, v případě zkušebního zatížení 1 N přibližně o 10 %.

Koeficient zpětné relaxace η , který udává podíl elastické části práce vtisku k celkové mechanické práci vtisku, dosahuje nejvyšších hodnot u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy (nárůst o cca 5% při zatížení 1 a 5 N). Vlivem ozáření dochází k mírnému zvyšování elastické části práce vtisku na úkor plastické, avšak s výjimkou vzorku s dávkou 165 kGy. U něhož byl při zatížení 1 a 5 N zaznamenán pokles elastické části práce vtisku. Na základě znalosti tohoto koeficientu lze také posoudit vliv ISE, kdy by s klesajícím zkušebním zatížením mělo docházet k nárůstu jak elastické části deformace, tak i hodnot mikrotvrdosti. K přesnému zhodnocení tohoto vlivu by však bylo zapotřebí, provést měření s větším počtem zkušebních zatížení o nižších hodnotách, což nebylo cílem této práce. A tak ani s přihlédnutím ke grafům tvrdostí (Obr. 55) a (Obr. 56) nelze vyvodit z naměřených hodnot nějaké závěry o vlivu ISE.



Obr. 61. Shrnutí výsledků koeficientu zpětné relaxace η

ZÁVĚR

Cílem mé diplomové práce bylo měření mikrotvrdosti vybraného modifikovaného polyamerního materiálu, kterým byl polyamid 11. Měření proběhlo na nemodifikovaném vzorku a šesti modifikovaných vzorcích, které byly vystaveny dávce beta záření o velikosti 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy.

Experiment byl především zaměřen na zkoumání vlivu ozáření na hodnoty mikrotvrdosti zkušebních vzorků. Ty byly získány pomocí metody DSI, kde mikrotvrdost reprezentovaly veličiny vtisková tvrdost H_{IT} a tvrdost dle Vickerse HV . Zkušební zatížení byla zvolena o velikosti 0,5 N, 1 N a 5 N. Naměřená data byla statisticky vyhodnocena a vynesena do grafů. Kromě hodnot mikrotvrdosti byly dále sledovány veličiny vtiskový modul pružnosti E_{IT} , creep C_{IT} , elastická část práce vtisku W_{elast} , plastická část práce vtisku W_{plast} , celková mechanická práce vtisku W a koeficient zpětné relaxace η .

Ze získaných hodnot plyne to, že ozářením pomocí elektronového beta záření se zlepšují sledované mechanické vlastnosti, ačkoli nárůst hodnot činí v nejlepších případech přibližně 10 %. V případě mikrotvrdosti dosahují všechny ozářené vzorky lepších hodnot než vzorek neozářený a nejvyšší hodnoty byly naměřeny u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Při studiu získaných indentačních křivek se potvrdilo elasticko - plastické chování zkoušeného materiálu a také creepová deformace, jinak zatěžující a odlehčující křivky vykazují spojitý průběh. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} ozářením taktéž narůstá, avšak zlepšení je pouze v řádu několika setin GPa. Nejvyšší hodnoty opět vykazuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy. Jako optimální se z použitých dávek ozáření pro snížení creepové deformace ukazuje dávka 66 kGy. Kromě vzorku s dávkou ozáření 165 kGy dochází u ozářených vzorků k mírnému zvyšování elastické části práce vtisku na úkor té plastické. Tento poměr se také mění pouze velmi mírně.

Na základě výsledků lze tedy ozáření elektronovým beta zářením u polyamidu 11 doporučit pouze v případě, pokud chceme zlepšit hodnoty mikrotvrdosti, avšak musíme počítat s tím, že i toto zlepšení bude činit maximálně 10 %. A to buď dávkou ozáření 132 kGy, nebo 33 kGy, která je zajímavá z hlediska nejlepšího poměru nárůstu mikrotvrdosti k velikosti dávky ozáření. U ostatních veličin není přínos radiačního sítování významný.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] DOLEŽAL, Pavel a Bohumil PACAL. *Hodnocení mikrotvrdomosti struktur materiálů* [online]. Vysoké učení technické v Brně, 2006, 41 s. [cit. 2012-11-22]. Dostupné z: <http://imse.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/hmsm/Mikrotvrdomost.pdf>
- [2] DUŠEK, Jiří. *Tvrdomost, mikrotvrdomost, nanotvrdomost – čisté kovy měřené metodou DSI* [online]. Brno, 2008 [cit. 2012-11-22]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/40981/prif_d/phd_thesis_dusek.pdf. Disertační práce. Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta. Vedoucí práce Vladislav Navrátil.
- [3] MOLLIKOVÁ, Eva. *ZKOUŠENÍ MATERIÁLŮ A VÝROBKŮ: Dělení metod určování tvrdosti* [online]. Vysoké učení technické v Brně, 2005 [cit. 2012-11-22]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/zmv/2%20deleni%20metod%20urcovani%20tvrdomosti.doc>
- [4] GRELLMANN, Wolfgang a Sabine SEIDLER. *Polymer testing*. Cincinnati, Ohio: Hanser Gardner Publications, 2007, xxxii, 674 s. ISBN 978-1-56990-410-7.
- [5] GIANNAKOPOULOS, A. Elastic and viscoelastic indentation of flat surfaces by pyramid indentors. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* [online]. 2006, vol. 54, iss. 7, s. 1305-1332 [cit. 2012-11-23]. ISSN 00225096. DOI: 10.1016/j.jmps.2006.01.011. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022509606000214>
- [6] ČSN EN ISO 6507-1. *Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Vickerse - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Český normalizační institut, 2006.
- [7] NAVRÁTIL, Vladislav. *Mikrotvrdomost a ultramikrotvrdomost pevných látek a tenkých vrstev* [online]. Masarykova Univerzita v Brně, 2002 [cit. 2012-11-23]. Dostupné z: <http://amper.ped.muni.cz/~fyzika/navratil/mikrot~1.ppt>
- [8] Microindentation Hardness. In: *ASTM International - Standards Worldwide* [online]. 2010 [cit. 2012-11-23]. Dostupné z: http://www.astm.org/SNEWS/MJ_2010/e0405_mj10.html
- [9] HLUCHÝ, Miroslav a Jan KOLOUCH. *Strojírenská technologie 1*. 4., rev. vyd. Praha: Scientia, 2007, 266 s. ISBN 978-80-86960-26-5.
- [10] ČSN EN ISO 4545-1. *Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Knoop - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Český normalizační institut, 2006.

- [11] Microhardness Test. ENGLAND, Gordon. *Thermal Spray Coatings* [online]. © 1996-2013 [cit. 2012-11-27]. Dostupné z: <http://www.gordonengland.co.uk/hardness/microhardness.htm>
- [12] Knoop Hardness Test. *Instron : Materials Testing Machines for Tensile, Fatigue, Impact & Hardness Testing* [online]. © 2013 [cit. 2012-11-27]. Dostupné z: http://www.instron.us/wa/applications/test_types/hardness/knoop.aspx
- [13] Ceramography: Microindentation hardness and toughness. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2012-11-28]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Ceramography#Microindentation_hardness_and_toughness
- [14] CCSi TechNotes: Basics of Rockwell MicroHardness Testing. *CCSi, Inc.* [online]. © 2006 [cit. 2012-11-28]. Dostupné z: <http://www.ccsi-inc.com/t-rockwell2.htm>
- [15] Knoop Test Methods. *Struers* [online]. © 2013 [cit. 2012-11-28]. Dostupné z: http://www.struers.com/default.asp?doc_id=946
- [16] FISCHER-CRIPPS, Anthony C. *Nanoindentation*. 3rd ed. New York: Springer, © 2011, xxii, 279 s. ISBN 978-144-1998-712.
- [17] YOVANOVICH, M.M. Micro and Macro Hardness Measurements, Correlations, and Contact Models. *Collection of Technical Papers - 44th AIAA Aerospace Sciences Meeting* [online]. 2006, vol. 16. Dostupné z: http://http://www.mhtlab.uwaterloo.ca/pdf_papers/mhtl06-2.pdf
- [18] MCCANN, Martha Mary. *Nanoindentation of Gold Single Crystals* [online]. Blacksburg, Virginia, 2004 [cit. 2012-11-29]. Dostupné z: <http://scholar.lib.vt.edu/theses/available/etd-04232004-091718/unrestricted/Nanoindentation-of-Gold-Single-Crystals.pdf>. Disertační práce. Virginia Polytechnic Institute and State University.
- [19] PHARR, G.M. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1998, vol. 253, 1-2, s. 151-159 [cit. 2012-11-29]. ISSN 09215093. DOI: 10.1016/S0921-5093(98)00724-2. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509398007242>
- [20] Semiconductor Laboratory. *Budapest University of Technology and Economics: Department of Electron Devices* [online]. © 2013 [cit. 2012-12-04]. Dostupné z:

http://www.eet.bme.hu/new/index.php?option=com_content&task=view&id=36&Itemid=75&lang=en

- [21] Tvrdoměr ZHV μ Mikro Vickers. *Zwick/Roell* [online]. [cit. 2012-12-04]. Dostupné z: <http://cz.zwick.com/cs/produkty/tvrdomery/vickers-hardness-testers/hardness-tester-zhvu.html>
- [22] DuraScan. *Struers* [online]. © 2013 [cit. 2012-12-04]. Dostupné z: http://www.struers.com/default.asp?top_id=3&main_id=15&sub_id=214&doc_id=1033
- [23] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Český normalizační institut, 2003.
- [24] HAN, Lihong, Henry HU, Derek O. NORTHWOOD a Naiyi LI. Microstructure and nano-scale mechanical behavior of Mg-Al and Mg-Al-Ca alloys. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2008, vol. 473, 1-2, s. 16-27 [cit. 2012-12-15]. ISSN 09215093. DOI: 10.1016/j.msea.2007.03.053. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509307005345>
- [25] BHUSHAN, Bharat a Xiaodong LI. Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films. *International Materials Reviews* [online]. 2003, vol. 48, iss. 3, s. 125-164 [cit. 2012-12-15]. DOI: 10.1179/095066003225010227. Dostupné z: http://www.micronano.ethz.ch/education/Lecture_4_Paper_IMR_Nanoinden_Li_03.pdf
- [26] BGS BETA-GAMMA-SERVICE GMBH & CO. KG. *Radiační síťování plastů*. [s.l.]: BGS, 40 s.
- [27] Zušlechťování izolačních materiálů solárních kabelů: Radiační, nebo silanové síťování?. *Elektroinstalatér*. Praha: ČNTL, 2009, č. 4. ISSN 1211-2291. Dostupné z: http://data.kabex.quonia.cz/Onas/fotovoltaika_ES-4-09.pdf
- [28] O zušlechťování plastů radiačním síťováním. *Technický týdeník: Průmyslový portál* [online]. 2006 [cit. 2013-01-08]. Dostupné z: http://www.technickytydenik.cz/rubriky/archiv/o-zuslechtovani-plastu-radiacnim-sitovanim_10874.html

- [29] Industries that rely on BGS. BGS BETA-GAMMA-SERVICE GMBH & CO. KG. *BGS - Beta Gamma Service* [online]. [cit. 2013-01-08]. Dostupné z: <http://www.bgs.eu/unternehmen.html?&L=1>
- [30] Radiační síťování – recept na zlepšení tribologických vlastností vstříkovaných polymerních dílů. *Svět plastů* [online]. Kolín: Mach agency s.r.o., 2010, roč. 1, č. 1 [cit. 2013-01-08]. ISSN 1804-9311. Dostupné z: http://www.svetplastu.eu/doc/SP_KVETEN_2010_PART13.pdf
- [31] DOLEŽEL, Břetislav. *Odolnost plastů a pryží*. Vyd. 1. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1981, 710 s.
- [32] Fyzikální základy vědy o materiálu: Struktura polymerů. *Pedagogická fakulta Masarykovy univerzity: Sekce fyziky* [online]. © 1998 - 2012, 28.9.2012 [cit. 2013-01-09]. Dostupné z: <http://www.ped.muni.cz/wphy/FyzVla/FMkomplet3.htm>
- [33] BGS BETA-GAMMA-SERVICE GMBH & CO. KG. *Process Technology: Product Enhancement by Irradiation*. Wiehl: BGS, 16 s.
- [34] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2006, 278 s. ISBN 80-708-0617-6.
- [35] *Záření a zdraví* [online]. Masarykova univerzita v Brně, Lékařská fakulta, © 2008-2013, 17 s. [cit. 2013-01-15]. Dostupné z: <http://www.med.muni.cz/dokumenty/pdf/zareni.pdf>
- [36] ULLMANN, Vojtěch. Jaderná a radiační fyzika: Ionizující záření. *Astro Nukl Fyzika* [online]. [cit. 2013-01-15]. Dostupné z: <http://astronuklfyzika.cz/JadRadFyzika6.htm>
- [37] FUKÁTKO, Tomáš. *Detekce a měření různých druhů záření*. 1. vyd. Praha: BEN, 2007, 189 s. ISBN 978-80-7300-193-3.
- [38] ŠVEC, Jiří. *Radioaktivita a ionizující záření: doplňující učební text pro předměty Bakalářská fyzika, Aplikovaná fyzika, Ochrana před zářením*. 1. vyd. Ostrava: Sdružení požárního a bezpečnostního inženýrství, 2005, 36 s. ISBN 80-866-3462-0
- [39] ULLMANN, Vojtěch. Jaderná a radiační fyzika: Radioaktivita. *Astro Nukl Fyzika* [online]. [cit. 2013-01-15]. Dostupné z: <http://astronuklfyzika.cz/JadRadFyzika2.htm>

- [40] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Záření alfa. *Encyklopedie fyziky* [online]. © 2006 - 2013 [cit. 2013-01-16]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/803-zareni-alfa>
- [41] BIANCHINI, Laurence. What if the Curie and Joliot-Curie families spoke to us of nuclear power?. *MyScienceWork* [online]. 2011 [cit. 2013-01-16]. Dostupné z: <http://www.mysciencework.com/en/MyScienceNews/2014/what-if-the-curie-and-joliot-curie-families-spoke-to-us-of-nuclear-power#.UQb7imeJeVo>
- [42] *Atomová a jaderná fyzika: Díl II Fyzika atomového jádra a fyzika elementárních částic* [online]. 3. opravené. Ostrava: Ostravská Univerzita, Přírodovědecká fakulta, 2007 [cit. 2013-01-16]. Dostupné z: <http://artemis.osu.cz/atjaf/Texty/Atomov%C3%A1%20a%20jadern%C3%A1%20fyzika.zip>
- [43] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Záření beta. *Encyklopedie fyziky* [online]. © 2006 - 2013 [cit. 2013-01-16]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/804-zareni-beta>
- [44] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Využití radionuklidů. *Encyklopedie fyziky* [online]. © 2006 - 2013 [cit. 2013-01-16]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/834-vyuziti-radionuklidu>
- [45] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Záření gama. *Encyklopedie fyziky* [online]. © 2006 - 2013 [cit. 2013-01-16]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/805-zareni-gama>
- [46] DROBNY, Jiri George. *Radiation technology for polymers*. 2nd ed. Boca Raton, FL: CRC Press/Taylor, 2010. ISBN 978-142-0094-053.
- [47] DOLEŽEL, Břetislav. *Odolnost plastů a pryží*. Vyd. 1. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1981, 710 s.
- [48] *Koroze a degradace materiálů: Učební texty pro restaurátory a konzervátory* [online]. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Fakulta chemické technologie, 2006, Mechanizmy koroze polymerů [cit. 2013-01-28]. Dostupné z: http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/predmety/koroze_materialu_pro_restauratory/kadm/pdf/3_1.pdf

- [49] MORAVEC, Zdeněk. *Polymery: Roztoky polymerů stárnutí* [online]. 14.12. 2007 [cit. 2013-01-28]. Dostupné z: http://vyuka.z-moravec.net/download/___chemie/1-03polymery3.pdf
- [50] BRÁDLER, Jaroslav. Zdroje rentgenového záření. *Krystalografická společnost* [online]. [cit. 2013-01-28]. Dostupné z: <http://www.xray.cz/kryst/difrakce/bradler/zdroje.htm>
- [51] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Rentgenové záření. *Encyklopedie fyziky* [online]. © 2006 - 2013 [cit. 2013-01-28]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/540-rentgenove-zareni>
- [52] MAKUUCHI, Keizou a Song CHENG. *Radiation processing of polymer materials and its industrial applications*. Hoboken, N.J.: Wiley, 2011, xxviii, 415 s. ISBN 978-047-0587-690.
- [53] POLYAMIDY (NYLONY). LEDERER, Jaromír. *Katedra chemie - Přírodovědecká fakulta Univerzita J. E. Purkyně v Ústí nad Labem* [online]. 2013 [cit. 2013-04-09]. Dostupné z: <http://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/POLYAMIDY07022013.pdf>
- [54] PA11 - Polyamide 11. *DesignerData* [online]. [cit. 2013-04-09]. Dostupné z: <http://www.designerdata.nl/index.php?material=38&subject=2&pag=8&subpag=1&lang=en>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

a	Poloměr předpokládané styčné plochy.
A_p	Průmět kontaktní plochy indentoru (projekční pl.) ve vzdál. h_p od hrotu.
A_s	Plocha vtisku.
<i>ASTM</i>	Americká norma.
c	Konstanta vnikajícího tělesa.
<i>CCD</i>	Charge-Coupled Device (zařízení s vázanými náboji).
C_{IT}	Vtiskový creep.
<i>ČSN</i>	Česká státní norma.
d	Aritmetický průměr dvou úhlopříček.
d_d	Délka delší úhlopříčky - Knoopova metoda.
<i>DSI</i>	Depth Sensing Indentation (instrumentovaná vnikací zkouška).
E	Youngův modul zkoušeného materiálu.
E_e	Energie elektronů.
E_i	Youngův modul indentoru.
E_{IT}	Vtiskový modul pružnosti.
<i>EN</i>	Evropská norma.
E_r	Redukovaný modul.
F	Zkušební zatížení.
F_t	Maximální zkušební zatížení.
h	Hloubka vtisku.
H	Hodnota mikrotvrdomosti dle Berkoviče pro modifikovaný indentor.
h_1	Hloubka na počátku měření creepu.
h_2	Hloubka po uplynutí určitého časového intervalu.
h_a	Hloubka vtisku od kraje kontaktu k povrchu vzorku při plném zatížení.

h_e	Hloubka vtisku odpovídající elastickému zotavení.
H_{CH}	Hodnota mikrotvrdosti dle Berkoviče.
H_{IT}	Hodnota vtiskové tvrdosti.
HK	Hodnota tvrdosti dle Knoopu.
HM	Hodnota Martensovy tvrdosti.
h_p	Kontaktní hloubka vtisku (dána tečnou k odlehčovací křivce v F_t).
H_{pl}	Hodnota plastické tvrdosti.
h_r	Hloubka zbytkového vtisku.
HU	Hodnota univerzální tvrdosti.
HV	Hodnota tvrdosti dle Vickerse.
IIT	Instrumented Indentation Testing (instrumentovaná vnikací zkouška).
$IRHD$	International Rubber Hardness Degree (mezinárodní stupeň tvrdosti pryže).
ISE	Indentation Size Effect (vliv velikosti vtisku).
ISO	Mezinárodní norma.
k	Konstanta závislá na vlastn. zkoušeného materiálu a geometrii vnikajícího tělesa.
l	Výška trojúhelníku změřená na vtisku.
s	Směrodatná odchylka.
s_e	Dosah elektronů.
S	Vtisková tuhost.
T_g	Teplota skelného přechodu.
UV	Ultrafialové záření.
w	Zkušební zatížení.
W	Celková mechanická práce.
W_{elast}	Elastická část práce.
W_{plast}	Plastická část práce.
\bar{x}	Aritmetický průměr.

α	Vrcholový úhel 172,5°.
β	Vrcholový úhel 130°.
δ	Střední kvadratická chyba aritmetického průměru.
η	Koeficient zpětné relaxace.
ν	Poissonův poměr zkoušeného materiálu.
ν_i	Poissonův poměr indentoru.
π	Ludolfovo číslo.
ρ	Hustota ozařovaného materiálu.

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. Rozdělení zkoušek tvrdosti [4, s. 193]</i>	14
<i>Obr. 2. Indentory pro měření mikrotvrdosti [5]</i>	15
<i>Obr. 3. Princip měření mikrotvrdosti dle Vickerse [1, s. 9]</i>	17
<i>Obr. 4. Vliv ISE [7]</i>	19
<i>Obr. 5. Reálný obraz vtisku Vickers [8]</i>	19
<i>Obr. 6. Obecné schéma pro zápis tvrdosti dle Vickerse [9, s. 112]</i>	20
<i>Obr. 7. Knoopův indentor [12]</i>	22
<i>Obr. 8. Reálný obraz vtisku – dle Knoopa [13]</i>	23
<i>Obr. 9. Porovnání vtisků Knoop a Vickers [15]</i>	24
<i>Obr. 10. Geometrie indentoru pro mikrotvrdost dle Berkoviče [18, s. 23]</i>	25
<i>Obr. 11. Reálný obraz vtisku – dle Berkoviče [19]</i>	25
<i>Obr. 12. Metalografický mikroskop Neophot 2 [20]</i>	27
<i>Obr. 13. Měřicí okulár obrazce [1, s. 22]</i>	27
<i>Obr. 14. Digitální měřicí zařízení firem Zwick Roell a Struers [21], [22]</i>	28
<i>Obr. 15. Indentační křivka</i>	29
<i>Obr. 16. Povrch v průběhu zkoušky a indentační křivka [2, s. 51]</i>	30
<i>Obr. 17. Schematické znázornění sink-in a pile-up [18, s. 28]</i>	33
<i>Obr. 18. Elastická a plastická část práce vtisku</i>	34
<i>Obr. 19. Odečtení hloubek pro creep [2, s. 81]</i>	35
<i>Obr. 20. Schematické znázornění chování materiálů [25, s. 131]</i>	36
<i>Obr. 21. Indentační křivka, závislost zatížení na čase a hloubky vtisku na čase pro ocel Armco [2, s. 41, 42]</i>	37
<i>Obr. 22. Princip radiační síťování PE elektronovým zářením [26, s. 1]</i>	39
<i>Obr. 23. Semikrystalický polymer[32]</i>	40
<i>Obr. 24. Síťování pomocí záření beta 1 – hloubka vniknutí elektronů, 2 – primární elektrony, 3 – sekundární elektrony, 4 – ozářený materiál [33, s. 7]</i>	41
<i>Obr. 25. Rozdělení dávky energie při jednostranném ozáření [33, s. 11]</i>	41
<i>Obr. 26. Síťování pomocí záření gama 1 – zdroj gama záření, 2 – gama kvanta, 3 – sekundární elektrony, 4 – ozářený materiál [33, s. 7]</i>	43
<i>Obr. 27. Schopnost pronikání elektronů a gama kvant záření [26, s. 29]</i>	43
<i>Obr. 28. Záření alfa, beta a gama [41]</i>	48
<i>Obr. 29. Tvar a rozměry zkušebních vzorků</i>	56

<i>Obr. 30. Schéma průběhu zatěžování</i>	57
<i>Obr. 31. Vtisková tvrdost H_{IT} při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	60
<i>Obr. 32. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	60
<i>Obr. 33. Tvrdost dle Vickerse HV při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	61
<i>Obr. 34. Creep C_{IT} při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	61
<i>Obr. 35. Elastická část práce vtisku W_{elast} při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	62
<i>Obr. 36. Plastická část práce vtisku W_{plast} při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	62
<i>Obr. 37. Celková mechanická práce vtisku W při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	63
<i>Obr. 38. Koeficient zpětné relaxace η při zkušebním zatížení 0,5 N</i>	63
<i>Obr. 39. Vtisková tvrdost H_{IT} při zkušebním zatížení 1 N</i>	64
<i>Obr. 40. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zkušebním zatížení 1 N</i>	65
<i>Obr. 41. Tvrdost dle Vickerse HV při zkušebním zatížení 1 N</i>	65
<i>Obr. 42. Creep C_{IT} při zkušebním zatížení 1 N</i>	66
<i>Obr. 43. Elastická část práce vtisku W_{elast} při zkušebním zatížení 1 N</i>	66
<i>Obr. 44. Plastická část práce vtisku W_{plast} při zkušebním zatížení 1 N</i>	67
<i>Obr. 45. Celková mechanická práce vtisku W při zkušebním zatížení 1 N</i>	67
<i>Obr. 46. Koeficient zpětné relaxace η při zkušebním zatížení 1 N</i>	68
<i>Obr. 47. Vtisková tvrdost H_{IT} při zkušebním zatížení 5 N</i>	69
<i>Obr. 48. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zkušebním zatížení 5 N</i>	69
<i>Obr. 49. Tvrdost dle Vickerse HV při zkušebním zatížení 5 N</i>	70
<i>Obr. 50. Creep C_{IT} při zkušebním zatížení 5 N</i>	70
<i>Obr. 51. Elastická část práce vtisku W_{elast} při zkušebním zatížení 5 N</i>	71
<i>Obr. 52. Plastická část práce vtisku W_{plast} při zkušebním zatížení 5 N</i>	71
<i>Obr. 53. Celková mechanická práce vtisku W při zkušebním zatížení 5 N</i>	72
<i>Obr. 54. Koeficient zpětné relaxace η při zkušebním zatížení 5 N</i>	72
<i>Obr. 55. Shrnutí výsledků vtiskové tvrdosti H_{IT}</i>	73
<i>Obr. 56. Shrnutí výsledků tvrdosti dle Vickerse HV</i>	73
<i>Obr. 57. Indentační křivky pro vzorky 0 kGy a 132 kGy</i>	74
<i>Obr. 58. Závislost hloubky vtisku na čase pro vzorky 0 kGy a 132 kGy</i>	75
<i>Obr. 59. Shrnutí výsledků vtiskového modulu pružnosti E_{IT}</i>	76
<i>Obr. 60. Shrnutí výsledků creepu C_{IT}</i>	76
<i>Obr. 61. Shrnutí výsledků koeficientu zpětné relaxace η</i>	77

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1. Oblasti použití metod měření mikrotvrdomosti [1, s. 4]</i>	16
<i>Tab. 2. Rozdělení metody Vickers [6]</i>	16
<i>Tab. 3. Zkušební zatížení pro metodu dle Vickerse [6]</i>	17
<i>Tab. 4. Zkušební zatížení pro metodu dle Knoopu [10]</i>	21
<i>Tab. 5. Ozáření výrobku o hustotě $0,15 \text{ g/cm}^3$ z obou stran [26, s. 32]</i>	42
<i>Tab. 6. Termoplasty pro radiační síťování [26, s. 15]</i>	44
<i>Tab. 7. Elastomery a termoplast. elast. pro radiační síťování [26, s. 15]</i>	45
<i>Tab. 8. Mat., kt. působením ionizujícího záření převážně degradují [47, s. 252]</i>	45
<i>Tab. 9. Přibližné hodnoty vlnových délek světelného záření vyvolávající maximální degradaci polymerů [45, s. 24], [47, s. 251]</i>	52
<i>Tab. 10. Přehled vlastností β, γ a rentgenového záření [51, s. 14]</i>	54
<i>Tab. 11. Vybrané vlastnosti polyamidu 11 [52, 53]</i>	58
<i>Tab. 12. Aplikace polyamidu 11 [52, 53]</i>	58
<i>Tab. 13. Naměřené hodnoty pro zatížení 0,5 N</i>	59
<i>Tab. 14. Naměřené hodnoty pro zatížení 1 N</i>	64
<i>Tab. 15. Naměřené hodnoty pro zatížení 5 N</i>	68