

Měření nanotvrdosti PBT

Petr Komínek

Bakalářská práce
2014

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2013/2014

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Petr Komínek**
Osobní číslo: **T11250**
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**
Forma studia: **prezenční**
Téma práce: **Měření nanotvrdosti PBT**

Zásady pro vypracování:

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

Rozsah bakalářské práce:
Rozsah příloh:
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**
Seznam odborné literatury:
Dle doporučení vedoucího práce

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. David Mañas, Ph.D.**
Ústav výrobního inženýrství
Datum zadání bakalářské práce: **10. února 2014**
Termín odevzdání bakalářské práce: **23. května 2014**

Ve Zlíně dne 10. února 2014


doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan




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

Příjmení a jméno: PETR KOMÍNEK

Obor: TECHNOLOGICKÁ Z.

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 23. 5. 2014

Komínek Petr

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 přihlídně k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Cílem bakalářské práce bylo měření nanotvrdosti PBT plněné z 35% GF. Měření bylo provedeno na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments při aplikovaném zatížení 50mN po dobu 90s. Polybutylentereftalát plněný z 35% skelnými vlákny byl modifikován beta zářením v dávkách 0, 33, 66 a 99kGy. Naměřené výsledky ukázaly zlepšení mechanických vlastností povrchové vrstvy.

Klíčová slova: nanotvrdost, polybutylentereftalát, beta záření, mechanické vlastnosti

ABSTRACT

The aim of this study was to measure nanohardness PBT filled from 35% GF. Measurements were performed on nanohardness (NHT2) – Opx/Cpx from CSM Instruments at applied load of 50mN for 90s. Polybutylene terephthalate filled by 35% with glass fiber was modified by beta radiation in doses of 0, 33, 66 and 99kGy. The measured results showed improvement in the mechanical properties of the surface layer.

Keywords: nanohardness, polybutylene terephthalate, beta radiation, mechanical properties

Na tomto místě bych chtěl poděkovat vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. David Mañas, Ph.D. za ochotu, za cenné rady a připomínky, které mi pomohly k vypracování této práce. Dále mé díky patří celému kolektivu ústavu výrobního inženýrství za vytvoření dobrých pracovních podmínek a rodině za všestrannou pomoc při studiu.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné a že jsem na bakalářské práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval.

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 ZKOUŠKY TVRDOSTI POLYMERŮ	12
1.1 TVRDOST.....	12
1.2 ZÁKLADNÍ ROZDĚLENÍ ZKOUŠEK TVRDOSTI	12
1.2.1 Mikrotvrdomost.....	13
1.2.2 Nanotvrdomost	13
1.3 INDENTAČNÍ ZKOUŠKY TVRDOSTI.....	14
1.3.1 Zkouška podle Brinella	15
1.3.2 Zkouška podle Vickerse.....	16
1.3.3 Zkouška podle Rockwella	17
1.3.4 Zkouška podle Berkoviche.....	18
1.3.5 Ruční tvrdoměr Poldi (Poldi kladívko).....	19
1.3.6 Tvrdomost podle Shore	20
2 INSTRUMENTÁLNÍ ZKOUŠKY TVRDOSTI – DSI	22
2.1 PRINCIP METODY	22
2.2 METODY ZPRACOVÁNÍ INDENTAČNÍCH DAT	23
2.2.1 Metoda Doernerova a Nixova	23
2.2.2 Metoda Oliverova a Pharrůva – multibodová	24
2.2.3 Metoda Fieldova a Swainova – dvoubodová	26
2.2.4 Faktory ovlivňující přesnost indentačního měření	27
3 POLYMERNÍ MATERIÁLY	28
3.1 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ	29
4 MODIFIKACE VLASTNOSTÍ POLYMERŮ	33
4.1 FYZIKÁLNÍ MODIFIKACE	33
4.2 MECHANOCHEMICKÁ MODIFIKACE.....	33
4.3 CHEMICKÉ MODIFIKACE	34
5 SÍŤOVÁNÍ POLYMERNÍCH MATERIÁLŮ	35
5.1 ZPŮSOBY TVOŘENÍ SÍŤE	35
5.2 SÍŤOVACÍ PROSTŘEDKY:	36
5.3 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ.....	36
5.3.1 Rozdělení ionizačního záření	37
5.3.2 Měrné jednotky charakterizující ionizační záření	39
5.4 RADIČNÍ SÍŤOVÁNÍ POLYMERŮ	39
5.4.1 Princip metody	40
5.4.2 Radiačně síťované polymerní materiály	41
5.4.3 Vliv radiačního síťování na vlastnosti polymerů	41
6 POLYBUTYLENTEREFTALÁT (PBT)	43
6.1 VYUŽITÍ PBT	43
6.2 VLASTNOSTI.....	43
II PRAKTICKÁ ČÁST	44
7 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE	45

8	PŘÍPRAVA VZORKU.....	46
8.1	VÝROBA VZORKU	46
8.1.1	Technické parametry vstřikovacího stroje ARBURG.....	46
8.1.2	Vstřikovací podmínky	47
8.1.3	Modifikace vzorku	48
9	ZKOUŠKA NANOTVRDOSTI PBT.....	49
9.1	VYHODNOCOVANÉ PARAMETRY	50
9.2	VÝSLEDKY MĚŘENÍ	51
9.2.1	Vtisková tvrdost H_{IT}	51
9.2.2	Tvrdost dle Vickerse HV_{IT}	51
9.2.3	Vtiskový modul E_{IT}	52
9.2.4	Vtiskové tečení (CREEP) C_{IT}	53
9.2.5	Deformační práce	53
10	DISKUZE VÝSLEDKŮ	55
	ZÁVĚR	58
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	59
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	62
	SEZNAM OBRÁZKŮ	63
	SEZNAM TABULEK.....	65

ÚVOD

Polymerní materiály jsou v dnešní době využívány v široké míře a v mnoha případech nahrazují svými mechanickými a fyzikálními vlastnostmi kovy. Odlišujícím faktorem od kovů je řetězová struktura jejich atomů. Tato bakalářská práce se zabývá měřením nanotvrdosti polymerů. Tvrdost jako taková je jedna z nejdůležitějších mechanických vlastností polymerů, kterou je potřeba znát pro konečnou aplikaci. Tvrdost je velice obtížné přesně a jednoduše popsat. Můžeme ji definovat jako odpor materiálu vůči vniknutí cizího tělesa, avšak naměřená tvrdost závisí na komplexních vlastnostech zkušební vzorku a na podmínkách za kterých se měření provádělo. Zkoušky tvrdosti jsou často využívány v technické praxi kvůli jejich jednoduchosti, rychlosti a opakovatelnosti. Pomocí výsledků ze zkoušky nanotvrdosti lze posuzovat chování materiálu i při jiném způsobu namáhání.

Hlavním cílem mé bakalářské práce je porovnání vlastností PBT 35%GF (polybutylentereftalátu plněného z 35% skelnými vlákny) ozářeného různými dávkami beta záření k dosažení modifikace polymeru. V teoretické části jsem popsal metody měření tvrdosti se zaměřením na polymery, základy o polymerních látkách a jejich modifikaci. Praktická část zahrnuje přípravu vzorku, ozáření vzorku různými dávkami beta záření a statické zpracování naměřených hodnot s grafickým znázorněním.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 ZKOUŠKY TVRDOSTI POLYMERŮ

1.1 Tvrdost

Pojem tvrdost lze také definovat jako odolnost zkoušeného materiálu proti místní deformaci vyvozené konkrétním, přesně geometricky definovaným tělesem, na které působí přesně definované zatížení. Jinak řečeno, tvrdost je definována jako odpor, který klade materiál proti vniknutí cizího tělesa. Většina přístrojů, měřící tvrdost, je založena na této definici. Mírou tvrdosti je konkrétní velikost trvalé plastické deformace. Pro značení tvrdosti se používá značka H.[8]

1.2 Základní rozdělení zkoušek tvrdosti

Jedná se o nejstarší a nejrozšířenější zkoušku technických materiálů. V současné praxi se tvrdost, jako mechanická vlastnost, příliš neuvádí. V případě že je v materiálovém listu uvedena, tak se u kaučuků a měkčích plastů uvádí podle Shorea a u tvrdých plastů se uvádí podle Brinella nebo podle Rochwella. Zkoušky tvrdosti obecně rozdělujeme na vrypové, vnikací a odrazové. [14]

- Zkoušky vrypové jsou vhodné pro zkoumání tvrdostí tvrdých a křehkých materiálů jako jsou např. sklo, keramika, apod. Pro polymerní materiály tyto zkoušky nejsou vhodné. Tyto zkoušky se v technické praxi provádí podle Martense (Ma).
- Zkoušky vnikací jsou jednou z nejpoužívanějších zkoušek tvrdosti materiálů. Principem zkoušek je vtlačení velmi tvrdého tělesa zejména jehlanu, kuličky a kužele do zkoušeného vzorku. Velikost vzniklého vtisku (uhlopříčky, průměru, hloubky) je pak měřítkem tvrdosti. Řadíme zde zkoušky podle Brinella, Vickerse, Rochewlla a Shorea.
- Zkoušky odrazové se provádí na zařízení s názvem Shoreův skleroskop, který měří výšku odskoku závaží spuštěného z určité výšky na zkoušený materiál. Jak z názvu zařízení vyplývá, zkouška se provádí podle Shorea (HSh).

Dále rozdělujeme zkoušky tvrdosti podle aplikovaného zatížení na zkušební těleso a dle odezvy zkoušeného materiálu na působící zatížení na statické a dynamické. [14]

- Statické zkoušky jsou ty, u kterých je vtlačeno zkušební tělísko do měřeného vzorku předem definovanou silou. Patří sem nejrozšířenější zkoušky podle Brinella,

Vickerse a Rochewlla. Statické zkoušky dále dělíme podle velikosti zatěžující síly působící na indentor a hloubky vtisku dle normy ČSN ISO 14577-1.[24]

- zkoušky makrotvrlosti – $2\text{N} < F < 30000\text{N}$,
- zkoušky mikrotvrlosti – $2\text{N} > F$, $h > 200\text{nm}$,
- zkoušky nanotvrlosti – $0,1\text{N} > F$, $h < 200\text{nm}$.

Kde h značí maximální hloubku vytvořenou vtiskem a F značí maximální sílu.

- Dynamické zkoušky se používají jako kontrolní zkoušky přímo ve výrobě. Síla působí relativně vysokou rychlostí na zkušební těleso.

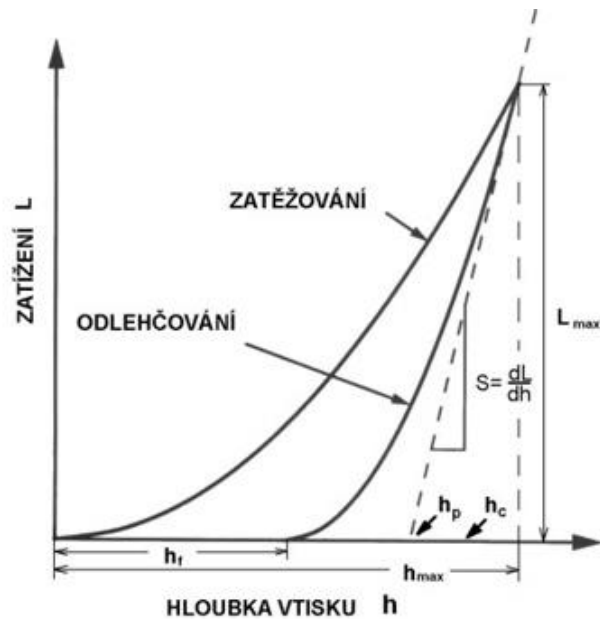
1.2.1 Mikrotvrlost

Z důvodu použití nižších zatěžujících sil (1–5 N) než u makrotvrlosti, se k pozorování vtisku musí používat světelný mikroskop. Nutnost analyzování vtisku světelným mikroskopem sebou nese nevýhody typu metalografických úprav zkoušeného materiálu před samotným měřením. Ovlivňujícími faktory měření mikrotvrlosti jsou: opotřebením indentoru či materiálem, ze kterého je indentor vyroben, dobou zatěžování, mechanickými vlastnostmi substrátu atd.

Měření mikrotvrlosti se nejčastěji využívá u měření malé nebo tenké součásti, měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkušební vzorku, měření mikrotvrlosti strukturálních složek a fází, hodnocení svarových spojů apod. Metody využívané pro měření mikrotvrlosti jsou: Mikrotvrlost dle Knoop, Mikrotvrlost dle Vickerse a pomocí Hanemannova mikrotvrdoměru.[10][15]

1.2.2 Nanotvrlost

Měření nanotvrlosti se provádí tzv. Instrumentovanou zkouškou na speciálních zařízeních nanoindentorem. Výsledkem měření je indentační křivka, která je popsána jako závislost hloubky vtisku (se může pohybovat v řádech 0,1 nm) na velikosti působícího zatížení, jenž se pohybuje až v řádech 1 nN.



Obr. 1-1 Schéma indentační křivky materiálu s elasticko-plastickým chováním[16]

Indentační křivka zobrazuje průběh deformace jak při zatěžování tak i při odlehčování. Z jejího průběhu můžeme vyčíst podíl plastické a elastické deformace, maximální hodnotu mikrotvrlosti atd. Ze získaného záznamu se dají měřit i další mechanické veličiny jako např. lomová houževnatost křehkých materiálů a modul pružnosti v tlaku.

Měření nanotvrlosti se využívá při měření velmi tenkých vrstev, filmů, strukturních složek ve slitinách apod. Ze získaného záznamu se dají měřit i další mechanické veličiny jako např. lomové houževnatosti křehkých materiálů a modul pružnosti v tlaku. Při měření nanotvrlosti se používá řada indentorů vyrobených z různých materiálů. Nejpoužívanějším indentorem je trojboký jehlan podle Berkoviche, který zachovává stejně jako Vickersův jehlan stejný poměr hloubky a plochy vtisku, ale umožňuje vybrousit špičku do bodu a tím zachovat geometrickou podobnost vtisků s různou velikostí (i těch nejmenších). Dalším indentorem je kulička, jenž se pro svou náročnost na výrobu příliš nepoužívá. Mezi její výhody patří vyhodnocení meze kluzu díky postupnému nárůstu zatížení a tím zjištění přechodu od elastických k plastickým deformacím. [10][15]

1.3 Indentační zkoušky tvrdosti

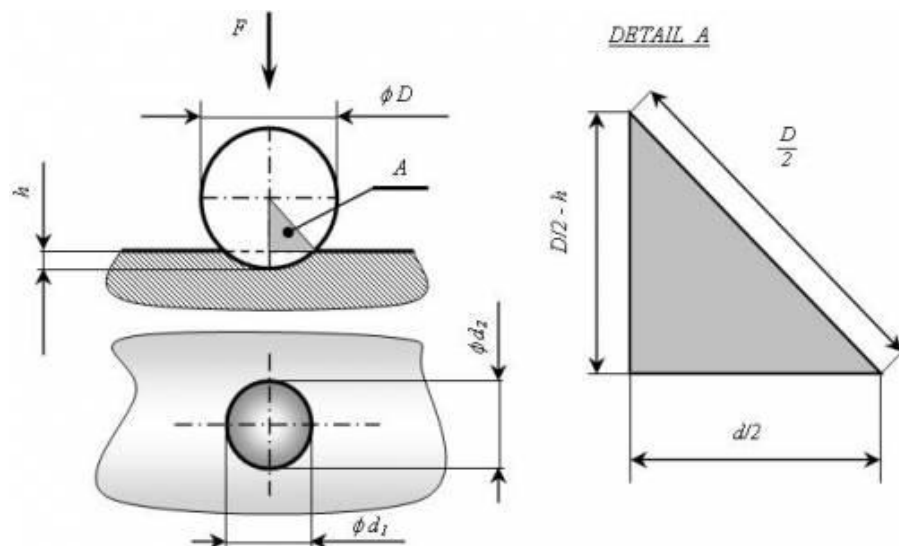
Většinou je výsledkem zkoušky tvrdosti elastická a plastická deformace testovaného materiálu. U křehkých materiálů k plastické deformaci dochází nejčastěji u indentorů s ostrými hranami a hroty, protože v ostrých hranách dochází k vyšší koncentraci napětí. Pro

kuželové indentory jsou elastické deformace zanedbatelné ve srovnání s plastickými, protože je u kuželových indenterů obvyklí pozvolný nárůst plastické deformace. Vzorek lze považovat za čistý plastický. Odezva materiálu v případě kulových indenterů je elasticko-plastická. Plastická deformace je popisována členy elastického tlaku způsobeného okolním materiálem. K zjišťování jiných mechanických vlastností materiálu než je tvrdost materiálu např. houževnatost, pevnost a vnitřní úroveň zbytkového napětí, se používá Vickersův, Berkovichův a Knoopův diamantový indenter.[25]

1.3.1 Zkouška podle Brinella

J. A. Brinell je švédský inženýr a svou metodu měření tvrdosti materiálů poprvé představil v roce 1900 na 2. mezinárodním kongresu o zkoušení materiálů. Metoda je dodnes nejpoužívanější metodou měření tvrdosti materiálu. Tato metoda je vhodná na zkoušení měkkých a středně tvrdých materiálů s heterogenní strukturou. Kovová kulička s poměrně velkým objemem. Zjištěná hodnota tvrdosti je tudíž průměrnou hodnotou celé struktury materiálu. [10]

Princip metody spočívá ve vtláčení kuličky z tvrdokovu (metoda HBW) nebo kalené ocelové kuličky (metoda HBS), ale tu dnes už norma nepřipouští, o daném průměru D do hladkého a rovného povrchu, bez cizích tělísek a zejména úplně bez mazadel, silou F . Po odlehčení kuličky se určí průměr d . Zkoušený materiál musí mít aspoň desetinásobně větší tloušťku než je průměr vtláčené kuličky. Standardizované průměry kuliček jsou: 1 mm, 2,5 mm, 5 mm a 10 mm. Zatížení působí od doby dosažení zkušebního zatížení 10 až 15 sekund. [11]



Obr. 1-2 Zkouška podle Brinella [12]

Tvrдость podle Brinella je úměrná poměru získaného podělením zkušebnímu zatížení F zaoblenou plochou vtisku S : [12]

$$HBW = \frac{F}{S} \quad (1.1)$$

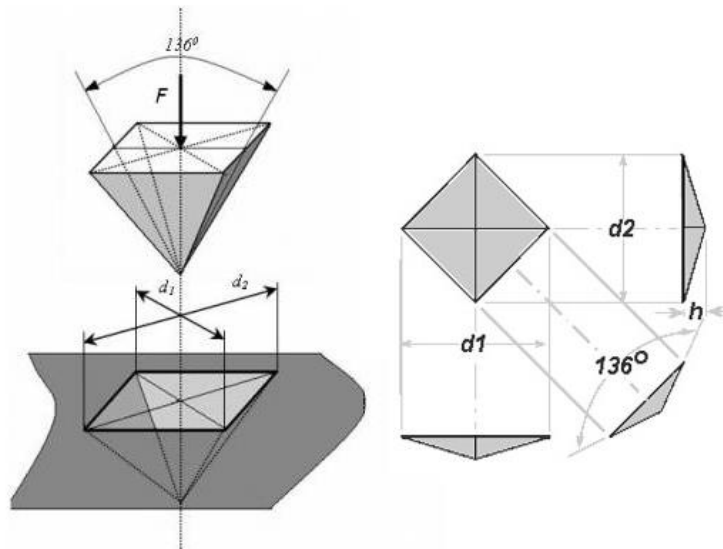
$$HBW = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1.2)$$

kde F je zkušební zatížení, D je průměr kuličky z tvrdokovu a d je střední průměr vtisku.

1.3.2 Zkouška podle Vickerse

Tato zkouška je pojmenována podle firmy Vickers, ve které byl poprvé zkonstruován tvrdoměr daného typu. Zkouška byla v Anglii v roce 1922 popsána R. L. Smithem a G. E. Sandlandem. Tato metoda je rozšířená především v Evropě a využívá se především v laboratořích pro její velkou přesnost a citlivost. [14]

Zkouška tvrdosti a mikrotvrdosti podle Vickers je popsána normou ČSN EN ISO 6507-1 a funguje na stejném principu jako zkouška tvrdosti podle Brinella. Indentorem je oproti zkoušce podle Brinella diamantový pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° . Tento úhel je volen tak, aby se naměřená hodnota co nejméně odlišovala od hodnoty tvrdosti stanovené zkouškou podle Brinella. Dále je úhel volen tak, aby měření bylo co nejméně ovlivněno třením. [10]



Obr. 1-3 Zkouška podle Vickerse [13]

Velikost tvrdosti se spočítá obdobně jako u zkoušky podle Brinella. Tvrdost je dána podílem zatěžující síly F a plochou vtisku A_s . Tvrdost podle Vickerse je dána vztahem: [12]

$$VH = \frac{1}{g} \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} \quad (1.3)$$

Kde d je velikost uhlopříčky vtisku a F je maximální zatěžující síla, které bylo během zkoušky dosaženo.

Tab. 1 Vickersovi metody dělíme podle použití zatížení do 3 skupin [14]

Rozdělení zkoušek	Rozsah zkušebního zatížení F [N]	Symbol tvrdosti HV
Zkouška tvrdosti podle Vickerse	$F \geq 49,03$	$HV 5$
Zkouška tvrdosti podle Vickerse při nízkém zatížení	$1,961 \leq F \leq 49,03$	$HV 0,2$ až $HV 5$
Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse	$0,09807 \leq F \leq 1,961$	$HV 0,01$ až $HV 0,2$

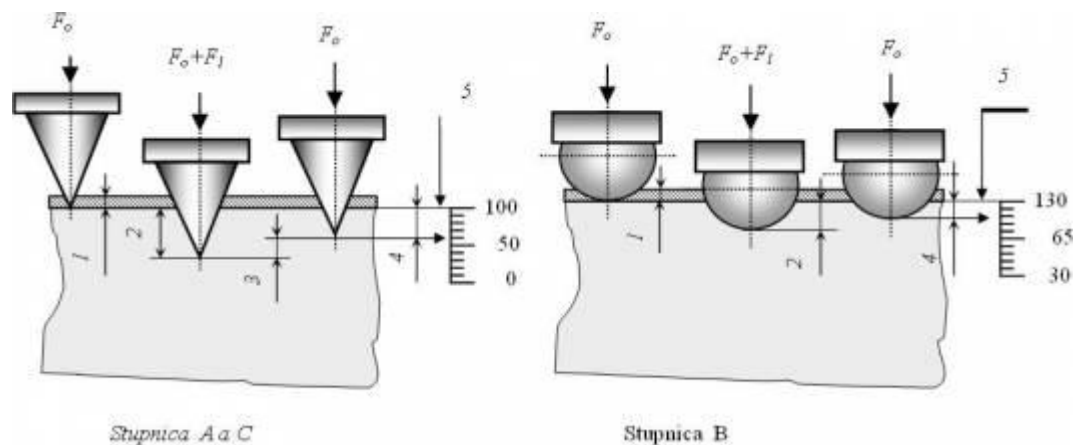
1.3.3 Zkouška podle Rockwella

Tato metoda byla poprvé použita v roce 1922 a jejím autorem je S. P. Rockwell. Zkouška podle Rockwella je velice praktická a rychlá, protože se tvrdost vzorku odečítá přímo na tvrdoměru.

Indentorem u zkoušky podle Rockwella může být buď kulička, nebo kužel. Kulička bývá ocelová, popř. z tvrdokovu o průměrech 1,5875 mm nebo 3,175 mm. Kužel je diamantový s vrcholovým úhlem 120° . Značení tvrdosti se odvíjí od použitého indentoru a zatěžující síly:

- diamantový kužel - HRA, HRC, HRD, HRN,
- kulička - HRB, HRE, HRF, HRG, HRH, HRK, HRT.

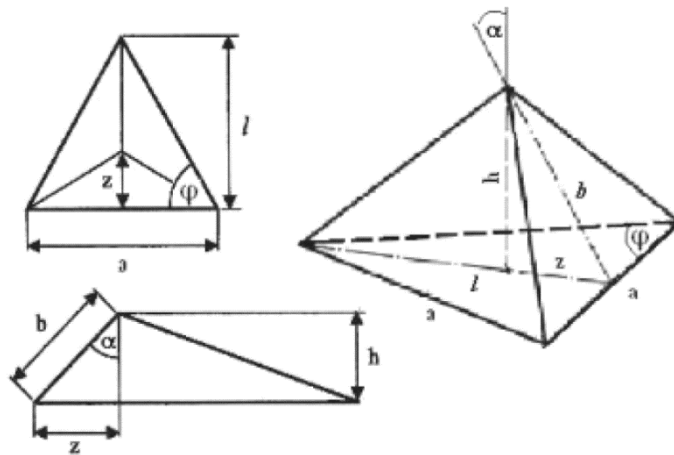
Oproti metodě měření tvrdosti podle Brinella a Vickerse se tvrdost podle Rockwella vyjadřuje rozdílem hloubek vtisku pod předběžným a celkovým zatížením. Pod předběžným zatížením F_0 působí indentor na zkoušený materiál maximálně 3 sekundy a vytváří vtisk o hloubce 1. Zatížení je zvýšeno o hodnotu přídavného zatížení F_1 a zvýší se vtisk o hloubku 2. Po 4 ± 2 sekundách následuje odlehčení zpět na hodnotu předběžného zatížení F_0 . Výsledná tvrdost se vyhodnocuje po odlehčení z hloubky vtisku 4, obr. 1-4 [12]



Obr. 1-4 Zkouška podle Rockwella [12]

1.3.4 Zkouška podle Berkoviche

Tato zkouška vznikla v roce 1951 a její zvláštností je využití pro měření tvrdosti indentor z diamantu tvaru nepravidelného trojbokého jehlanu s úhlem svírající se mezi bočními stěnami a výškou jehlanu o velikosti $65,27^\circ$. [26]



Obr. 1-5 Schéma Berkovichova indentoru [26]

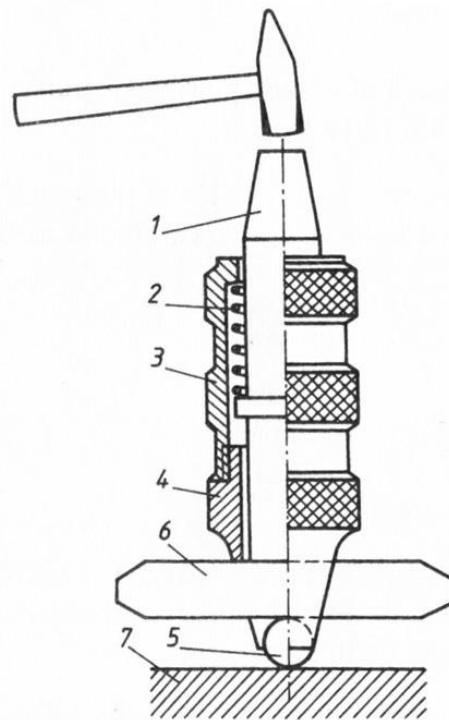
Tento tvar odpovídá podmínce stejného poměru projekční plochy k hloubce vtisku stejně jako Vickersův jehlan. Berkovichův indentor se v dnešní době používá pro nanoindentační zkoušky. Na rozdíl od Vickersova jehlanu je výroba Berkovichova indentoru jednodušší, protože odpadá dodržení geometrických podmínek sbíhavosti hran jako u Vickersova jehlanu. Citlivost na nárazy a neopatrné zacházení se díky svému tvaru snížila. Klasickým vyjádřením poměru velikosti zatěžující síly a plochy získáme hodnotu tvrdosti podle Berkoviche (H_{CH}): [25]

$$H_{CH} = 1570 \cdot \frac{F}{l^2} \quad (1.4)$$

kde F je velikost zatěžující síly a l je výška trojúhelníku změřená na vtisku.

1.3.5 Ruční tvrdoměr Poldi (Poldi kladívko)

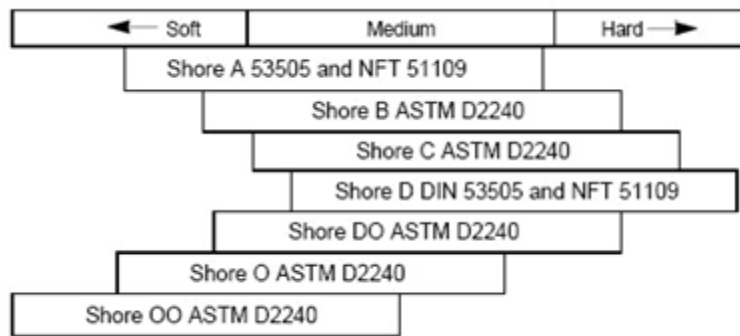
Tento tvrdoměr spadá mezi dynamické zkoušky tvrdosti. Jedná se o nejmenší přenosný tvrdoměr pro měření podle Brinella, který byl patentován v roce 1921. Jeho výhodou je nízká hmotnost a malé rozměry, proto se využívá zejména u měření tvrdosti velkých výrobků, u kterých není možné použít statické nebo jiné přenosné tvrdoměry pracující normalizovanou metodou Brinell. [10]



Obr. 1-6 Ruční tvrdoměr Poldi 1 – úderník, 2 – pružina, 3 – těleso, 4 – nástavec, 5 – kulička, 6 – porovnávací tyčka, 7 – zkoušený materiál

1.3.6 Tvrdost podle Shore

Tato zkouška spadá mezi tzv. dynamicko-elastické zkoušky a je vhodná pro měření tvrdých nekovových materiálů. Jedná se o zkoušku odrazem, při níž se zjišťuje výška odskoku zkušebního tělesa od měřené plochy. Existuje mnoho empiricky sestavených stupnic lišících se ve hmotnosti padavého tělesa a padavé výšky. V ČR se nejvíce využívají přístroje (Skleroskop Shore) měřící ve stupnicích A a D. Tato metoda se využívá jen málo, především pro měření tvrdosti velkých výrobků, protože je oproti jiným způsobům určování hodnoty tvrdosti značně nespolehlivá. [15] [16]

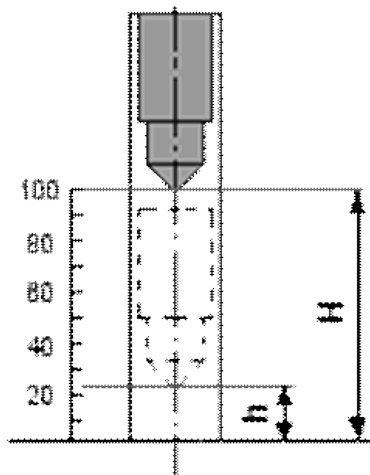


Obr. 1-7 Stupnice Shore s normami[28]

Zkouškou odrazem podle Shorea zjišťujeme tvrdost z velikosti odskoku závaží tvořeného kuličkou nebo diamantovým hrotem spuštěného na zkušební materiál z pádové výšky. Odražené závaží se nevrátí do původní polohy, protože je část jeho energie pohlcena energií, která byla předána k plastické deformaci zkoušeného materiálu. Stupnice Shore HSD má padavou výšku 19 mm a hmotnost padavého tělesa 2,5 g. Pak se tvrdost podle Shore vypočítá:

$$HSD = \frac{140 \cdot h}{H} \tag{1.5}$$

Kde h je výška odskoku v mm a H pádová výška v mm.



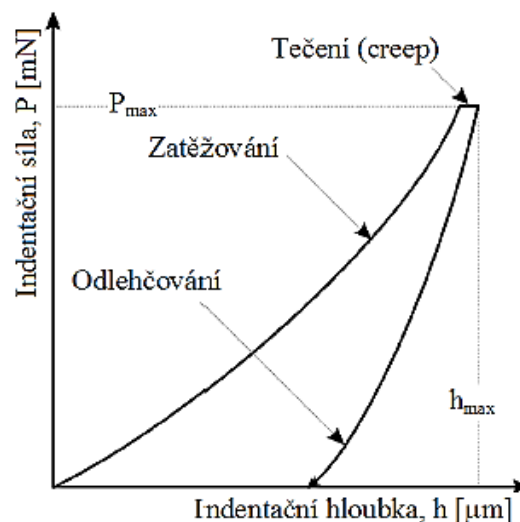
Obr. 1-8 Skleroskop Shore [27]

2 INSTRUMENTÁLNÍ ZKOUŠKY TVRDOSTI – DSI

Nové indentační zkoušky tvrdosti DSI (Depth Sensing Indentation) vznikly z důvodu zjišťování mechanických vlastností tenkých vrstev, jelikož staré metody nedokázali měřit mechanické vlastnosti velmi tenkých nebo velmi elastických vrstev. Instrumentovaná zkouška tvrdosti (český ekvivalent pro DSI) byla založen Bulichevem a Alekininem v sedmdesátých letech 19. století.

2.1 Princip metody

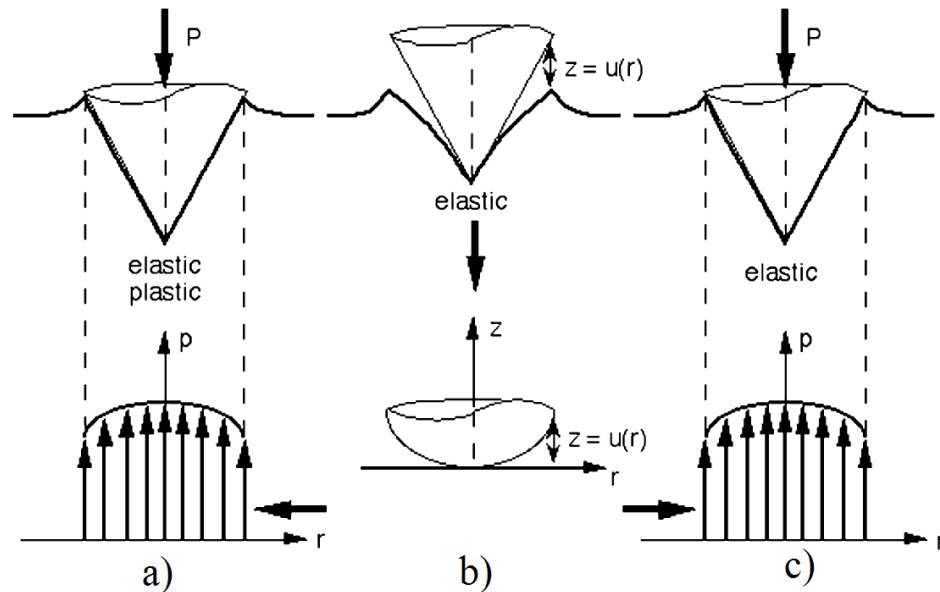
Principem metody je zjišťování současně okamžité změny hloubky průniku indentoru do zkoumaného materiálu a nárůstu/poklesu zatížení v průběhu celého zatěžovacího a odlehčovacího procesu. Charakteristická indentační křivka vzniká grafickým zpracováním zatížení na hloubce vtisku (Obr. 2-1). [25]



Obr. 2-1 Indentační křivka [25]

V první fázi cyklu lze na indentační křivce pozorovat řízené zatěžování, přičemž je na indentor aplikována zatěžující síla definovanou rychlostí. V druhé fázi pozorujeme odlehčování, které spočívá v postupném snižování zatěžující síly až na nulovou hodnotu. Často se mezi jednotlivé fáze (zatěžování a odlehčování) vkládá výdrž na aplikovaném maximálním zatížení, kterému je vzorek vystaven. Tato prodleva umožňuje zkoumat creep (tečení materiálu). Pomocí DSI vyhodnocujeme krom creep také lomovou houževnatost, elastický modul, práci vynaloženou na vtisk a fázové transformace. [25]

V průběhu zatěžování dochází k elasticko-plastické deformaci (obr. 2-2 a). Tvar vtisku je shodný s tvarem indentoru. Při odlehčování vlivem elastického zotavení materiálu dochází ke změně tvaru vtisku, který již indentoru neodpovídá (obr. 2-2 b). Při opětovném zatěžování dochází stejně jako při odlehčování k plastické deformaci, vlivem které se kontaktní plocha zvyšuje až do plného zatížení (obr. 2-2 c). [17]



Obr. 2-2 Průběh zatěžování a odlehčování indentoru: a) zatížení, b) odlehčení, c) opětovné zatížení [17]

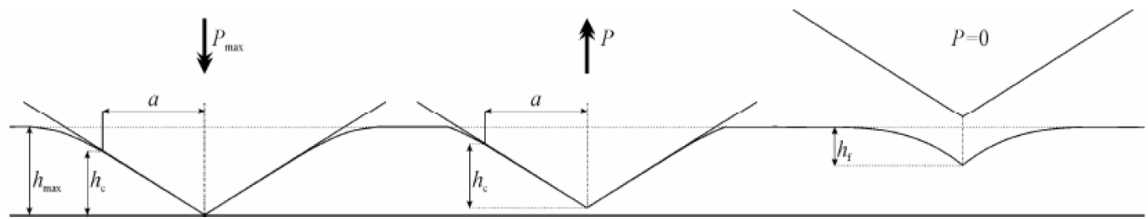
2.2 Metody zpracování indentačních dat

Metody zpracování indentačních dat můžeme rozdělit do třech skupin:

- předpoklad čistě elastického kontaktu (Herzovy rovnice),
- materiál s čistě plastickým chováním,
- materiál s elasticko-plastickým chováním.

2.2.1 Metoda Doernera a Nixe

Jak z názvu metody vyplývá, autory této metody jsou Doerner a Nix a je založena na předpokladu, že v prvních fázích odlehčování zůstává poloměr kontaktního kruhu Berkovičova indentoru konstantní. Hrot je s deformovaným povrchem pořád v kontaktu. V důsledku elastické regenerace povrchu materiálu se snižuje indentační hloubka. Tato metoda je často používána u materiálů s větším podílem plastické deformace. [29]



Obr. 2-3 Schematické znázornění hloubky vtisku [30]

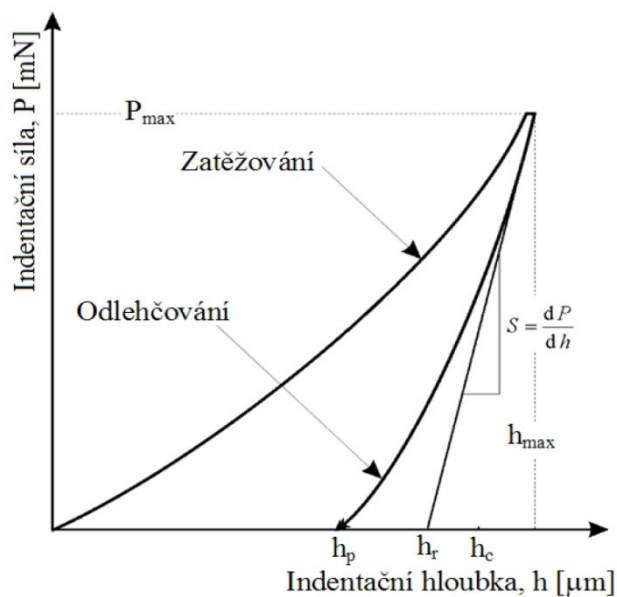
Mezní hloubka h_c je hloubka, při které je ještě poloměr kontaktního kruhu konstantní. Z geometrie hrotu lze dopočítat průmět kontaktní plochy. Z těchto hodnot se dá spočítat modul a tvrdost. Vzorec pro výpočet tvrdosti je: [29]

$$H = \frac{P}{A_c} = \frac{c \cdot P}{h_c^2} \quad (2.1)$$

kde P je zatěžující síla, c je geometrická konstanta a h_c je hloubka indentace.

2.2.2 Metoda Olivera a Pharra – multibodová

Předpokladem je, že zatížení je elasticko-plastické a odlehčení pouze elastické. Z indentační křivky můžeme vyčíst základní veličiny, mezi které patří maximální zatěžující síla P_{max} , maximální indentační hloubka h_{max} a kontaktní tuhost S , přičemž kontaktní tuhost S je definovaná jako směrnice tečny počáteční části odlehčovací křivky. [30]



Obr. 2-4 Indentační křivka [31]

Principem multibodové metody je určení sklonu tangenty, která je vedena k počátku křivky odlehčení. Kontaktní hloubka h_p je průsečík tangenty s osou x . Sklon tangenty určíme derivací rovnice: [30]

$$\frac{dP}{dh} = 2 \cdot \frac{2 \cdot E^* \operatorname{tg} \alpha}{\pi} \cdot h_e \quad (2.2)$$

kde zatěžující síla P je: [25]

$$P = \frac{1}{2} \cdot \frac{dP}{dh} \cdot h_e \quad (2.3)$$

Vztah pro výpočet hloubky h_a : [25]

$$h_a = \left[\frac{2 \cdot (\pi - 2)}{\pi} \right] \cdot \frac{P_{\max}}{\frac{dP}{dh_{\max}}} \quad (2.4)$$

Nahrazením hranaté závorky symbolem ε jde kontaktní hloubku h_c vyjádřit: [25]

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{\frac{dP}{dh_{\max}}} = h_{\max} - \varepsilon \cdot (h_{\max} - h_f) \quad (2.5)$$

přičemž pro konický indentor je $\varepsilon = 0,72$ a pro Vickersův, Berkovichův a sférický indentor je hodnota $\varepsilon = 0,75$. Známe-li tvarovou funkci hrotu $A_p = f(h_c)$, můžeme tvrdost H určit ze vztahu: [29]

$$H = \frac{P_{\max}}{A_p \cdot h_c} \quad (2.6)$$

Komplexní elastický modul vypočítáme: [25]

$$E^* = \frac{dp}{dh} \cdot \frac{1}{2 \cdot a} = \frac{1}{2} \cdot \frac{dp}{dh} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} \quad (2.7)$$

Vzhledem k nesymetričnosti Berkovichova indentoru je třeba pro něj použít geometrický korekční faktor $\beta = 1,034$. Geometrický korekční faktor β zahrnuje odchylku pyramidálního od osově symetrického indentoru, pro který byl vztah původně odvozen: [29]

$$\frac{dP}{dh} = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{dP}{dh} \quad (2.8)$$

2.2.3 Metoda Fielda a Swaina – dvoubodová

Field a Swain využili pro určení kontaktní hloubky vtisku h_p dvou bodů z křivky odlehčení při přímé aplikaci Hertzových rovnic: [17]

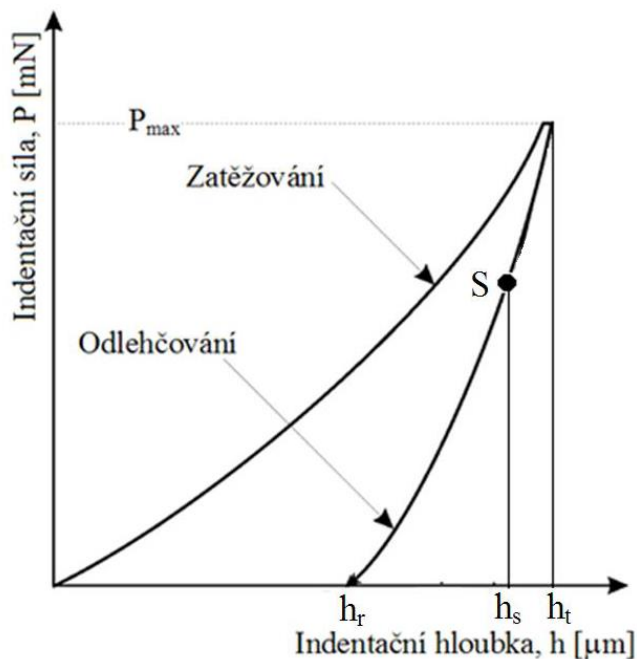
$$h_t = h_p + h_a = h_p + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_e \quad (2.9)$$

Kontaktní hloubka vyjádříme jako:

$$h_p = h_t - \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_e = h_t - \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_t + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_r \quad (2.10)$$

Zbytková hloubka h_r se určí pomocí vyjádření obecné elastické hloubky, kterou musí indentor urazit při odlehčení z maximálního zatížení: [17]

$$h_e = P_t^{\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{\pi}{2 \cdot E^* \cdot \text{tg} \alpha} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.11)$$



Obr. 2-5 Indentační křivka

Bodu S na obr. 2-5 odpovídá opětovné zatížení v průběhu odlehčení indentoru. Hrot indentoru v hloubce h_s je zatížen silou P_s a do zbytkové hloubky h_r musí urazit elastickou vzdálenost h_{eS} : [17]

$$h_{eS} = h_s - h_r \quad (2.12)$$

Zbytková hloubka vtisku se pak spočítá:

$$h_r = \frac{\left(\frac{P_t}{P_s}\right)^{\frac{1}{2}} h_s - h_t}{\left(\frac{P_t}{P_s}\right)^{\frac{1}{2}} - 1} \quad (2.13)$$

kde h_s je odlehčená hloubka a h_r je zbytková hloubka.

2.2.4 Faktory ovlivňující přesnost indentačního měření

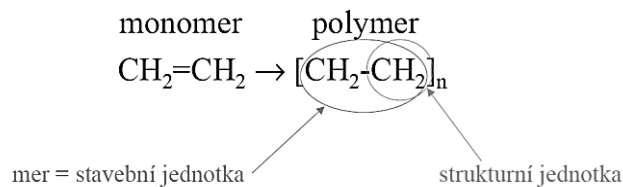
Faktory ovlivňující přesnost dělíme do dvou skupin:

- První skupinou jsou faktory ovlivňující vlastnosti měřicího přístroje, mezi které spadá geometrie indentoru, tuhost měřicího přístroje, kolísání teploty apod.
- Druhou skupinou faktorů ovlivňující přesnost indentačního měření je skupina zahrnující vlastnosti povrchu měřeného materiálu, mezi které patří zbytkové napětí, jakost povrchu, tvar vtisku (pile-up, sink-in) apod.

Z důvodu nepřímého určení hodnoty tvrdosti z přesného určení hloubky vtisku do měřeného materiálu se u instrumentované zkoušky dopouštíme chyby. Přesné změření hloubky indentace a zatěžující síly je obtížné.

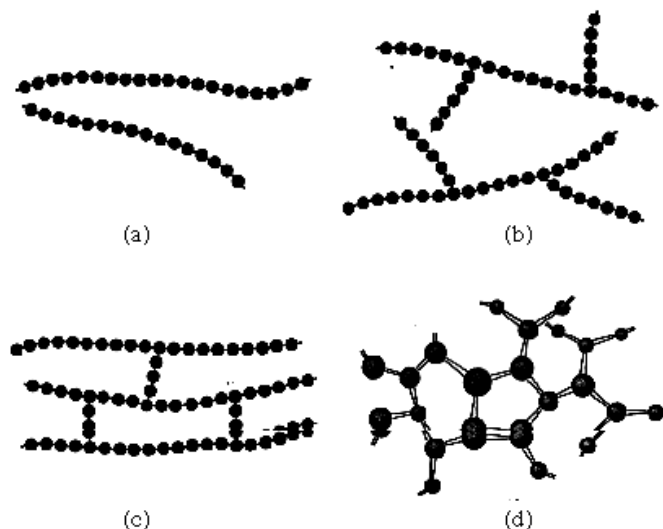
3 POLYMERNÍ MATERIÁLY

Polymery jsou chemické látky obsahující ve svých makromolekulách nejčastěji atomy uhlíku, vodíku, dusíku, chlóru, síru, kyslíku a jiných prvků. Jak již samotný název napovídá, polymer se zakládá z mnoha opakujících se jednotek nazývaných *mer*. Tvoří tak dlouhé molekuly, jejichž relativní molekulová hmotnost je v řádech desítek tisíc až milionů. Makromolekula, jak se nazývá základní stavební částice polymeru, vzniká spojením molekul nízkomolekulárních látek (monomerů) chemickými vazbami. [1] [2]



Obr. 3-1 Polymerace (polyetylen)[5]

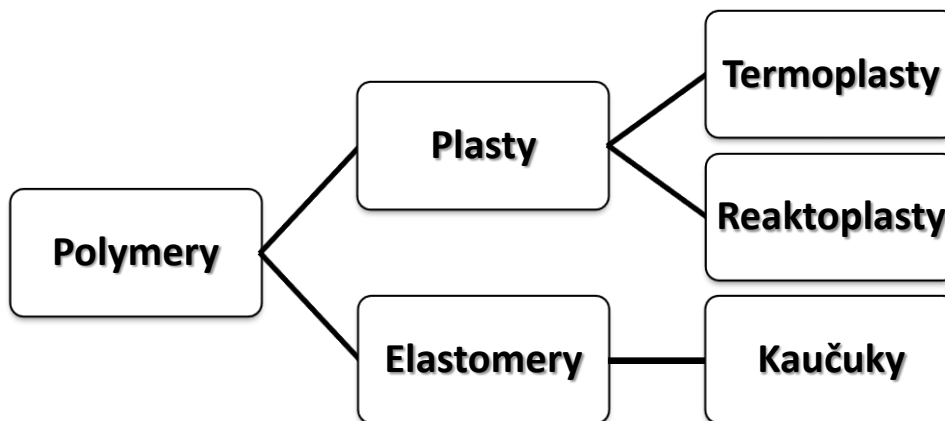
Polyreakce je děj, při kterém se spojují strukturální jednotky a vznikají makromolekulární látky. Každá strukturální jednotka musí mít minimálně dvě schopná místa chemicky reagovat s dalšími molekulami. Pokud v těchto dvou reakčních místech jsou molekuly schopny se chemicky vázat se dvěma sousedícími molekulami, tak vznikají lineární molekuly ve tvaru řetězce vytvářející lineární polymer. Mezi těmito pružnými řetězci působí slabé Van der Waalsovy vazby. [1]



Obr. 3-2 Struktura polymerů a) lineární; b) rozvětvená; c) se zkříženými články; d) zesíťovaná [6]

3.1 Rozdělení polymerů

Polymery dělíme do dvou základních skupin. První skupina plastů a druhá skupina elastomerů (Obr. 3-3). Dále plasty dělíme na reaktoplasty a termoplasty (Obr. 3-3).

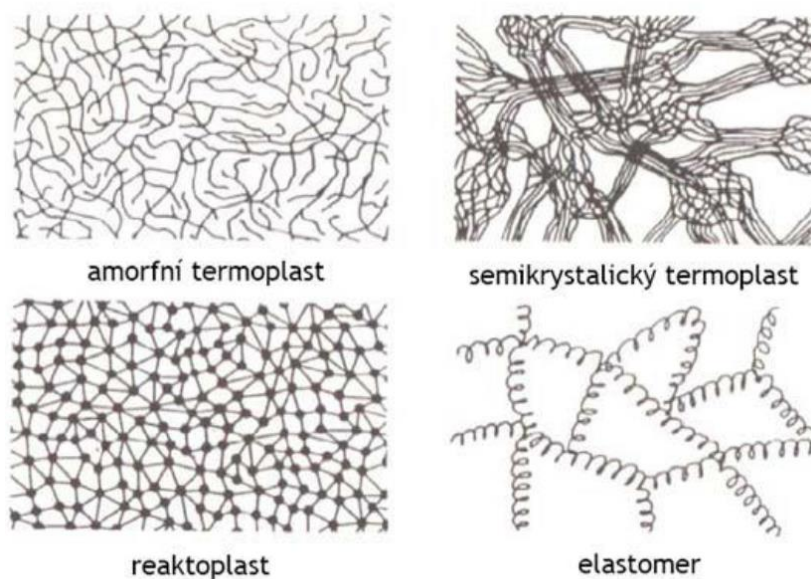


Obr. 3-3 Základní rozdělení polymerů

Termoplasty - jsou polymerní materiály složené z lineárních makromolekul s dlouhým řetězcem, které můžeme opakovaně převádět z tuhého do plastického stavu. Řetězce jsou navzájem drženy jenom mezimolekulární interakcemi (van der Waalsovými silami, vodíkovými můstky, interakcemi dipól-dipól). Po zahřátí tyto interakce slábnou a polymer měkne. Mezi termoplasty patří: polyetylén (PE), polyvinylchlorid (PVC), polystyren (PS), polymethylmethakrylát (PMMA) a jiné. [1]

Reaktoplasty (pryskyřice) – se na rozdíl od termoplastů nedají opakovaně tepelně zpracovávat, protože jejich teplo tání je nad teplotou degradace materiálu. Polymery vytvářejí trojrozměrnou síť. Výsledkem chemické reakce (zesíťování) za zvýšené teploty a tlaku je tudíž nevratná změna. Mezi reaktoplasty patří: epoxidové pryskyřice, polyesterové pryskyřice, atd. [2]

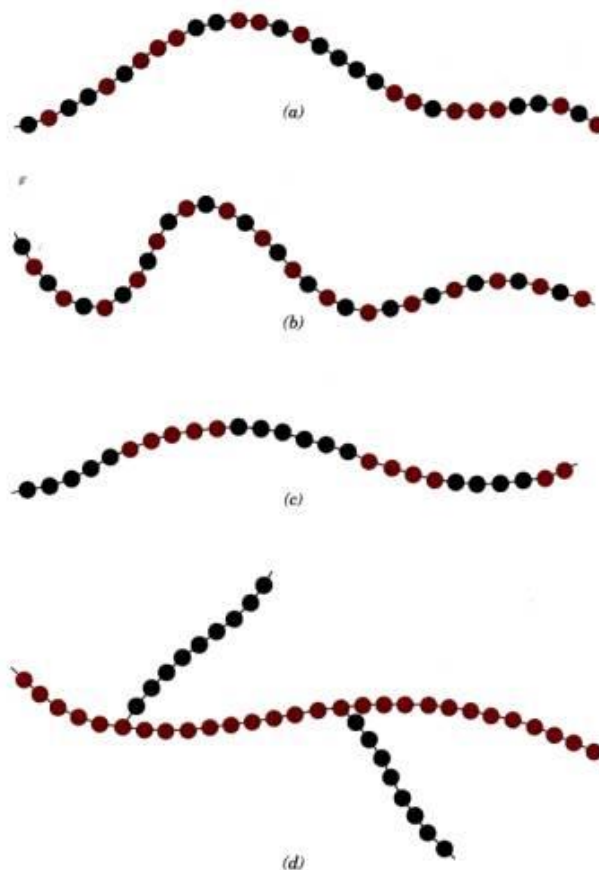
Elastomery (kaučuky) - jsou polymerní materiály schopné velké elastické (pružné) deformace při mechanickém zatížení. To znamená, že po odlehčení se materiál vrací do původního tvaru. Zástupcem elastomerů jsou kaučuky, které mohou být přírodní i syntetické. [1]



Obr. 3-4 Struktura polymerů [17]

Rozvětvené polymery jsou polymery s makromolekulami, kde z hlavního řetězce vystupují postranní větve. Oproti lineárním polymerům má tato struktura menší hustotu. Polymery se zkříženými články nazýváme sousední řetězce polymerů, které mají mezi sebou propojeny články kovalentní vazbou. Mezi tyto polymery patří elastické materiály jako přírodní i syntetický kaučuk. Prostorově zesíťované molekuly mohou vznikat tehdy, když má polymer tři a více schopných míst k reakci. Poté se strukturní jednotky mohou spojovat také směrem do prostoru. Takto rozvětvené polymery mají jiné fyzikální a chemické vlastnosti než lineární polymery. [1] [18]

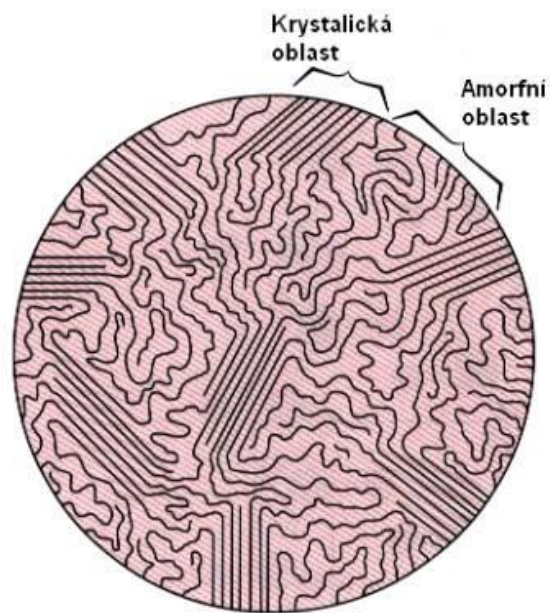
Polymery nemusí být vždy pouze z jednoho druhu monomeru. Ty, které jsou z dvou, a více monomerů nazýváme kopolymery. Uspořádání monomerů v kopolymeru může být náhodné nebo systematické. Struktury mohou být: náhodné, statické, roubované, alternující. [18]



Obr. 3-5 Struktura kopolymerů- a) náhodná; b) alternující; c) statistická; d) roubovaná [18]

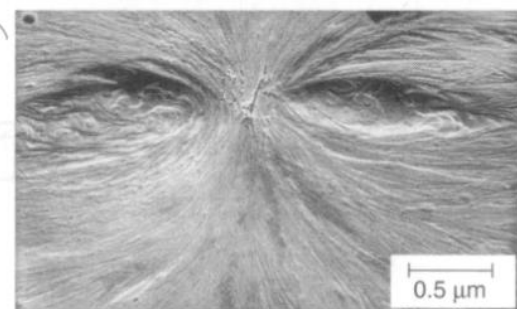
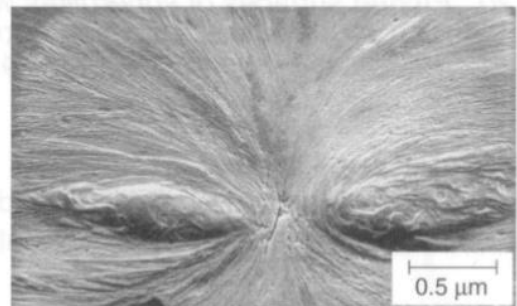
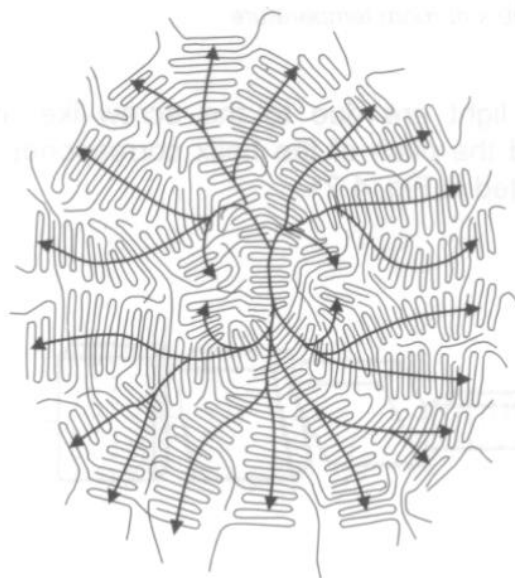
Polymerační stupeň nám vyjadřuje počet opakujících se monomerů v řetězci molekuly. U pevných látek může nabývat hodnot až tisíců. Polymerační stupeň kolísá okolo jedné hodnoty nazývané střední polymerační stupeň. Kolísání způsobuje nerovnoměrná délka řetězců. Čím vyšší polymerační stupeň polymer má, tím je odolnější proti nárazům, tužší. Velikost stupně má také vliv na tvárnost polymeru. S rostoucím stupněm klesá jeho schopnost se tvarovat. [1]

Stupněm krystalinity označujeme stupeň uspořádanosti polymerů. Plně zkrystalizovaný polymer není možné vytvořit kvůli jeho velké délce makromolekul, proto tyto polymery nazýváme semikrystalické. Stupeň krystalinity (relativní podíl uspořádaných oblastí, uložených mezi oblastmi amorfními) se pohybuje v rozmezí 40 až 90 %. Semikrystalické polymery jsou v poměru s amorfními charakterizovány houževnatostí materiálu, pevnost a modul pružnosti roste se stupněm krystalinity. Index lomu je větší a použitelnost těchto plastů je do teploty tání T_m . [18]



Obr. 3-6 Semikrystalický polymer [18]

Při krystalizaci z taveniny mnoho polymerů tvoří tzv. sférolity. Lamely se sdružují do vyšších polykrystalických celků. [5]



Obr. 3-7 Struktura sférolitů [5]

4 MODIFIKACE VLASTNOSTÍ POLYMERŮ

Jedná se o záměrnou přeměnu polymerů prováděnou za účelem získání nového polymerního materiálu s odlišnými vlastnostmi. Vlastnosti polymerů závisejí na jejich fázovém stavu, molekulové hmotnosti a chemickém složení. [1]

Základní způsoby modifikace polymerů:

- fyzikální modifikace.
- mechanochemické modifikace.
- chemické modifikace.

4.1 Fyzikální modifikace

Modifikující látky se fyzikální modifikací do polymerních řetězců nezabudovávají, ale zůstávají dispergované ve hmotě polymerů. Mezi fyzikální modifikace polymerů patří: [1]

- **Mísení dvou a více polymerů:** jednoduchá metoda, jenž je ve většině případů vede k vynikajícím mechanickým vlastnostem vzniklé polymerní směsi. Např. u houževnatého polyvinylchloridu připraveného smíšením s butadienakrilonitrilovým kaučukem.
- **Použití přísad:** Přísady ovlivňují fyzikální a mechanické vlastnosti polymerů. Makromolekulární látky fungují jako pojivo a určují základní a fyzikální vlastnosti polymerů. Přísady mohou být organické anebo anorganické podstaty, jsou to plniva, stabilizátory, maziva, barviva, změkčovadla, nadouvadla, tvrdidla a podobně.

4.2 Mechanochemická modifikace

Reakcí aktivních částic dochází k mechanochemické modifikaci polymerů, jenž vznikají při mechanické destrukci makromolekulárních řetězců. Používají se 2 základní metody: [1]

- **Mechanická degradace směsi polymerů:** Tak vznikají modifikované polymery kombinací makroradikálů popřípadě reakcí makroradikálů s mechanicky aktivovanými polymerními řetězci.

- **Mechanické degradace polymerů v přítomnosti monomeru:** Makroradikály které vznikají, iniciují polymeraci přítomné monomery

4.3 Chemické modifikace

Chemická modifikace polymeru je úmyslná přeměna chemické struktury polymerů působením účinných chemických látek nebo reakčních podmínek. Chemické reakce polymerů lze z hlediska délky makromolekulárních řetězců rozdělit na reakce, při kterých: [19]

- **Polymerační stupeň zůstává zachován:** Nazývají se též polymeranalogické a patří sem reakce jako například halogenace, esterifikace a hydrolýza.
- **Polymerační stupeň se mění:** Zvětšováním nebo snižováním velikostí makromolekul - roubováním, síťováním, degradací nebo depolymerací. Záměrné snižování polymeračního stupně se příliš nevyužívá, pouze ojediněle.

5 SÍŤOVÁNÍ POLYMERNÍCH MATERIÁLŮ

Pod tímto pojmem rozumíme vzájemné spojování polymerních řetězců za vzniku trojrozměrné prostorové sítě. Vzhledem k ohromné délce makromolekulárních řetězců stačí přidavek zcela malého množství síťovacího činidla, aby molekulová hmotnost polymeru vzrostla nekonečně, to znamená, že se celý výrobek stává jednou molekulou. [4]

O vulkanizaci mluvíme v případě síťování lineárních polymerů, jenž je charakteristické pro kaučuky. V poslední době se síťování uplatňuje i u jiných lineárních polymerů. Např. u Polyetyleny, polypropylenu a polyvinylchloridu, kterým tento proces propůjčuje některé výhodné vlastnosti, např. tvarovou stálost za zvýšených teplot a zlepšení fyzikálněmechanických vlastností. [17]

Lineární polymer, který obsahuje v řetězci reaktivní místa, je schopen reagovat se síťovacím činidlem za vzniku chemických příčných vazeb. Ty spojují strukturální jednotky různých řetězců. V praxi je nejčastější případ dvoj funkční příčná vazba, která spojuje dvě strukturální jednotky. Pokud má molekula síťovacího činidla více reaktivních míst, vznikne polyfunkční příčná vazba. [1]

Zesíťované polymery nejsou rozpustné v rozpouštědlech, většinou nimi jenom bobtnají a jsou netavitelné, proto je účelnější vytvořit síťovou strukturu až v hotovém výrobku. Do určitého, malého stupně zasíťování si zachovávají jistou tepelnou tvarovatelnost, jenž se vzrůstající koncentrací příčných vazeb prudce klesá. Čím hustěji je polymer zesíťován, tím obtížněji do něj vnikají nízkomolekulární látky a tím více klesá jeho navlhavost. [1] [4]

5.1 Způsoby tvoření sítě

- polykondenzací nebo polyadící tří a vícefunkčních monomerů,
- kopolymerací monomerů, z nichž alespoň jeden má vyšší funkčnost než 2,
- zabudováním příčných vazeb mezi lineární nebo rozvětvené makromolekulární řetězce,
- vzájemnou reakcí makromolekulárních řetězců s vhodnými reaktivními skupinami.

Trojrozměrná struktura (prostorová síť – gel) vzniká větvením v průběhu reakce u polymerů, které mají více než dvě funkční jednotky. V případě že má polymer pouze dvě funkční jednotky, vzniká lineární polymer.[1]

Při síťování se v první fázi zvětšují rozměry molekul a polydisperzita systému vzrůstá. V určitém stádiu reakce dojde systém do bodu gelace. V bodě gelace vzroste molekulová hmotnost nad veškeré meze a v systému se objeví první stopy nekonečné struktury (gelu). Po překročení bodu gelace se systém skládá z části nekonečné struktury a z molekul konečné velikosti. Molekuly konečné velikosti lze oddělit od gelu extrakcí, protože gel v rozpouštědle pouze bobtná. V dalším průběhu reakce obsah konečně dlouhých molekul klesá a molární hmotnost i polydisperzita systému se zmenšuje. V poslední fázi reakce v gelu vznikají tzv. elasticky aktivní řetězce sítě, které určují velikost modulu pružnosti a rovnovážný stupeň nabobtnání gelu. [20]

5.2 Síťovací prostředky:

Látky účastníci se síťovacími reakcemi se nazývají síťovací prostředky. Síťovací reakce je spojování lineárních nebo rozvětvených makromolekulárních řetězců příčnými vazbami do struktury prostorové sítě. [1]

Mezi síťovacími prostředky patří:

- **Síťovací činidla** – Mnoho polymerů bez nich nemůže zesíťovat, proto jsou pro síťovací reakci nejdůležitější. Jsou průvodcem příčných vazeb. V průmyslu jsou nejdůležitější síťovacími prostředky pro termoplasty organické peroxidy a záření o vysoké energii. Nejúčinnější je záření gama anebo svazky urychlených elektronů.
- **Aktivátory síťování** – Zmenšují aktivační energii a tím aktivují síťovací reakci. V jejich přítomnosti vzniká hustší síť (více příčných vazeb) z určitého množství síťovacího činidla.

V polymerech, ve kterých mají malou síťovací účinnost radikály vzniklé rozpadem organických peroxidů, se používají přísady vícefunkčních monomerů, které síťovací účinnost výrazně zvětšují. Nejčastěji používané aktivátory tohoto typu jsou triallylcyanuran (TAC) a triallylizocyanuran (TAIC). Zvýšení síťovacího účinku bývá více než 20 %. [1]

5.3 Ionizační záření

Záření je proces, při kterém probíhá přenos energie prostorem. Nazýváme jej také jako radiace. Záření, jehož kvanta mají natolik velkou energii, že dokáží vyřadit elektrony z atomového obalu a tím látku ionizovat se nazývá ionizační záření. [1]

Při průchodu prostředím vytváří ionizační záření z původně elektricky neutrálních atomů kladné a záporné ionty tzv. iontové páry. Ionizační záření se dělá na přímo ionizující a nepřímo ionizující podle charakteru ionizačního procesu. [20]

U přímého ionizování je záření tvořeno nabitými částicemi s dostatečnou kinematickou energií, aby mohly vyvolat ionizaci. Mezi takto nabitě částice patří elektrony, pozitrony, protony, částice alfa a beta apod. U nepřímého ionizování je ionizace prostředí způsobena sekundárními částicemi, které jsou uvolňovány interakcí prostředí s nenabitými částicemi, které prostředí samy neionizují. Nenabité částice jsou např. fotony, neutrony apod. [20]

Zdroje ionizujícího záření jsou radionuklidy a generátory (RTG lampa, urychlovače apod.). Radionuklidy mohou být přirozené nebo umělé a mají nestabilní atomová jádra, rozpadají se a emitují ionizující záření. [17]

V praxi má ionizační záření využití v mnoha oborech. Nejčastěji se s ním setkáme v lékařství. Mezi základní příklady praktického využití patří radiační ošetřování popálenin, sterilizace farmaceutických přípravků a medicínského nářadí, iontovou implantaci, elektro-novou a iontovou litografii a v neposlední řadě radiační síťování polymerních materiálů.

5.3.1 Rozdělení ionizačního záření

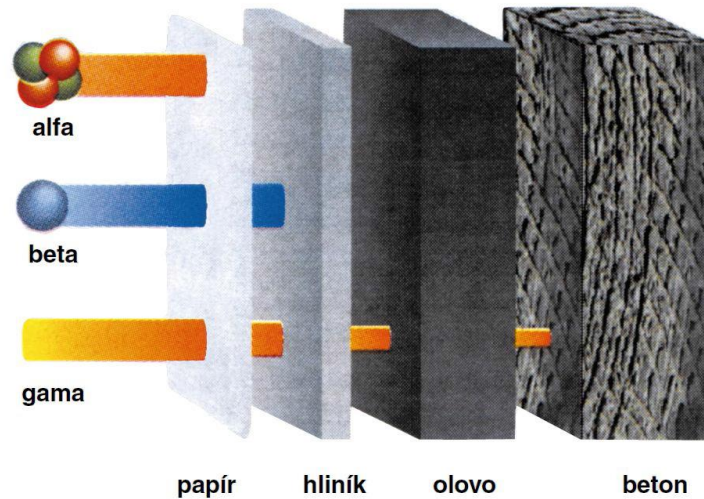
Rozdělení ionizačního záření dle charakteru ionizačního procesu: [17]

- **Přímo ionizující** – je tvořeno nabitými částicemi (elektrony, pozitrony, protony, částice α a β apod.), které mají dostatečnou kinetickou energii k tomu, aby mohly vyvolat ionizaci.
- **Nepřímo ionizující** – zahrnuje nenabité částice (fotony – částice γ , neutrony apod.), které samy prostředí neionizují, ale při interakcích s prostředím uvolňují sekundární nabitě částice, které způsobují ionizaci prostředí.

Rozdělení ionizačního záření dle způsobu přenosu energie:

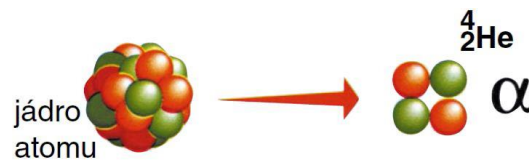
- **Vlnové** – odpoutávání od zdroje část energie a přenáší do prostoru ve formě vln, např. elektromagnetických.
- **Korpuskulární** – jsou to velmi rychle pohybující se částice prostorem, které přenášejí kinetickou energii (i elektrický náboj) ze zdroje do okolního prostoru. Mezi nejznámější příklady patří záření Alfa nebo Beta.

Rozdělení ionizačního záření dle chování v elektrickém a magnetickém poli a podle schopnosti proniknout do polymeru: [22]



Obr. 5-1 Intenzita ionizačních záření [21]

- **Alfa záření (α)** – je to svazek rychle letících jader atomu helia ${}^4_2\text{He}$ (helionů). Vychyluje se jak v magnetickém tak i elektrickém poli, protože je tvořeno nabitými částicemi.



Obr. 5-2 Záření alfa [21]

- **Beta záření (β)** – má menší zpomalovací schopnost než záření α . Dráha na které částice β ztratí svoji energii je ve srovnání s částicemi α delší.



Obr. 5-3 Záření beta [21]

- **Gama záření (γ)** – je elektromagnetické záření, které nemá elektrický náboj, tudíž se neodchyluje od směru svého působení v magnetickém poli ani v elektrickém poli. Záření γ je nejpronikavější ze všech radioaktivních záření a nelze ho nikdy plně pohltit. Jeho vlnová délka je kratší než 300 pm.



Obr. 5-4 Záření gama [21]

5.3.2 Měrné jednotky charakterizující ionizační záření

- Kinetická energie elektronu

Kinetická energie elektronu je v základní jednotce joul velmi malé číslo. Udává se z praktických důvodů v elektronvoltech (eV), což je kinetická energie, kterou získá elektron urychlený ve vakuu napětím jeden volt.

$$1eV = 1,602 \cdot 10^{-19} J \quad (5.1)$$

- Dávka

Je poměr střední energie předávané látce o určité hmotnosti ionizujícím zářením. Energie jednoho joulu absorbovaného v jednom kilogramu látky je základní jednotkou a nazývá se Gray (Gy). Dříve se používala jednotka rad.

$$1 Gy = 1 J \cdot kg^{-1} = 100 rad \quad (5.2)$$

- Dávková intenzita

Dříve používaný pojem dávková rychlost, dnes dávková intenzita je přírůstek dávky za časový interval. Jednotkou dávkové intenzity je $Gy \cdot s^{-1}$ nebo $W \cdot kg^{-1}$

$$1 Gy \cdot s^{-1} = 1 W \cdot kg^{-1} \quad (5.3)$$

- Aktivita

Je počet radioaktivních přeměn v látce vztažený na jednotku času tzv. Množství radioaktivní látky. Jednotkou aktivity je Becquerel (Bq).

$$1 Bq = 1 \text{ rozpad/s} \quad (5.4)$$

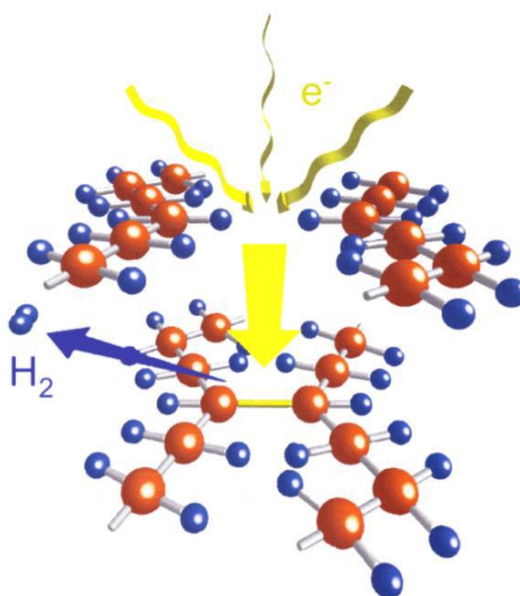
5.4 Radiační síťování polymerů

Mezi hlavní přednosti radiačně síťovaných polymerů patří:

- Zvýšení jejich mechanické, chemické a tepelné vlastnosti působením ionizačního záření na standardní popř. konstrukční plasty. Takto zesíťované polymery se vyrovnají drahým Hing-tech polymerům.
- Síťovací proces následuje až po zpracovatelském procesu, tudíž na hotovém výrobku. Často není zapotřebí použití dalších přísad.
- Při síťování nedochází v materiálu k teplotnímu ani tlakovému namáhání výrobku
- Výrobku lze přiřadit požadované vlastnosti díky změně stupně síťování variací ozařovacích parametrů.
- Je možné ozařovat i kombinace materiálu (polymer s kovem)

5.4.1 Princip metody

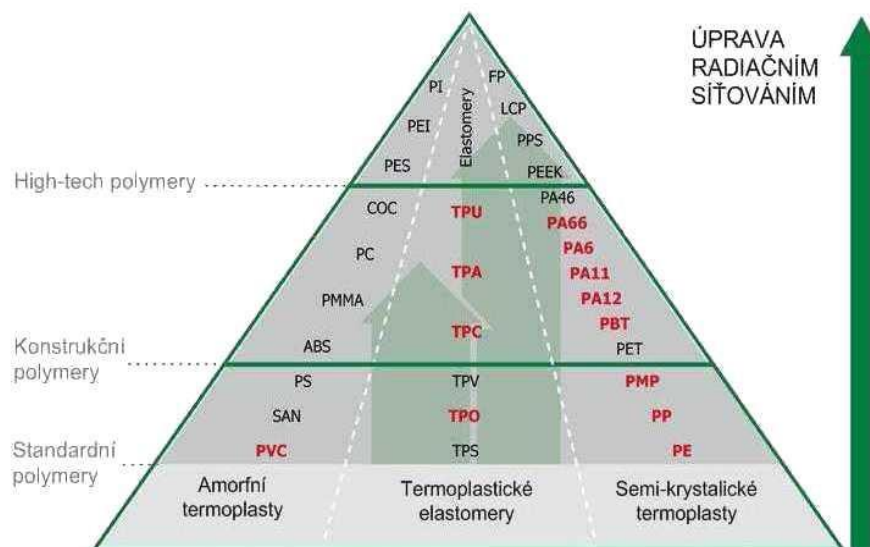
Radiační síťování je proces, při kterém je materiál vystaven ionizujícímu záření za vzniku volných radikálů. Tento proces zahrnuje formování chemických vazeb mezi částmi jedné molekuly nebo mezi jednotlivými molekulami. Základním předpokladem je, že nedochází vlivem ionizačního záření ke štěpení makromolekul, tzv. degradaci, ale k síťování. Jak degradace, tak síťování probíhají paralelně. Podle chemické struktury polymeru se odvíjí spíše síťovací nebo degradační proces. Zatím co během ozařování vodíkově-uhlíkové polymery se strukturou $-\text{CH}_2-\text{CHR}-$ převážně síťují a polymery se strukturou $-\text{CH}_2-\text{CR}_1\text{R}_2-$ degradují. R_1 a R_2 představují radikály, které nejsou ani vodíkové ani halogenové atomy. Za výjimku se považuje polyvinylalkohol (PVA) který při ozařování degraduje. [1]



Obr. 5-5 Princip radiačního síťování [23]

5.4.2 Radiačně síťované polymerní materiály

Při volbě vhodného materiálu jsou rozhodující užité vlastnosti a oblasti použití výrobků. Pomocí radiačního síťování mohou vzniknout ekonomicky výhodnější výrobky srovnatelné s dražšími high-tech polymerními materiály. V technické praxi jsou hlavními zástupci síťovaných polymerů polyetylen (PE), polyamidy (PA), polyvinylchlorid (PVC), polybutyltereftalát (PBT) a termoplastické elastomery. Pro některé polymery je třeba přítomnost síťovacích činidel. [1]



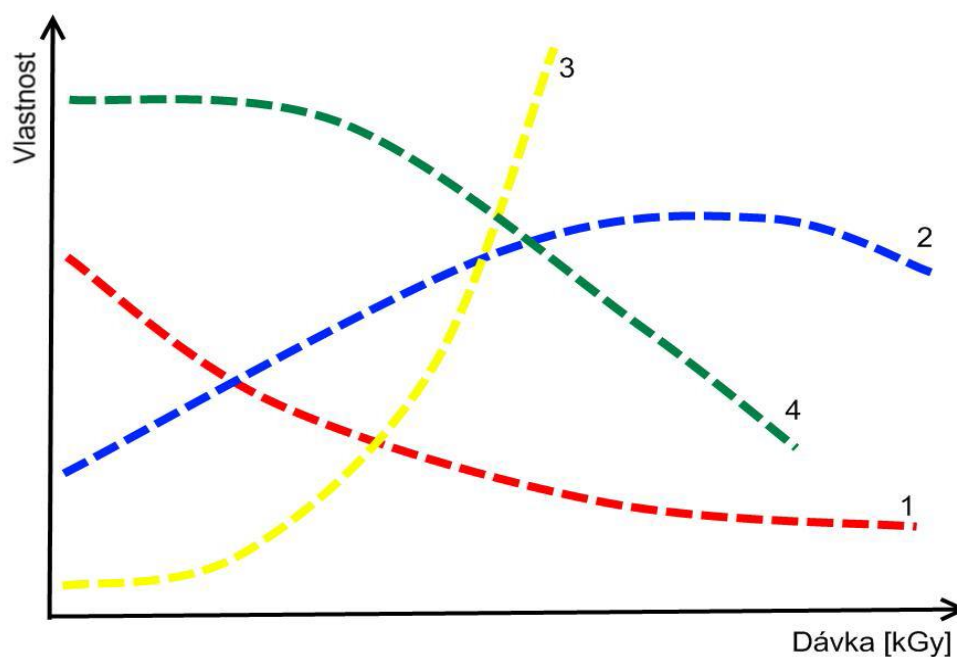
Obr. 5-6 Radiačně síťovatelné polymery [23]

5.4.3 Vliv radiačního síťování na vlastnosti polymerů

Od druhu materiálu a dávky záření se odvíjí změny mechanických, teplotních a chemických vlastností ozařovaného materiálu (Tab. 2.). Některé termoplasty získávají především nad teplotou skelného přechodu neupraveného materiálu po poměrně širokou teplotní oblast vlastnosti elastomerů. [23]

Tab. 2 Vliv radiačního síťování na vlastnosti polymerů [23]

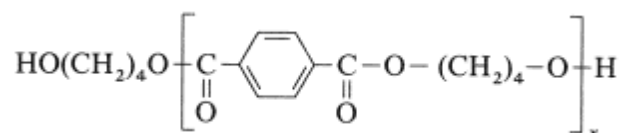
ZLEPŠENÉ VLASTNOSTI MECHANICKÉ	
MECHANICKÉ	<ul style="list-style-type: none"> • nárůst Youngova modulu pružnosti • zvýšení pevnosti • pokles poměrného prodloužení při přetržení • redukce studeného tečení (creepu) • nárůst tvrdosti • zlepšení meze únavy (při střídavém ohybu) • zlepšení povrchové pevnosti vůči otiskům a nespojitosti vstřikovaných dílů • zlepšení odolnosti proti vnitřnímu pnutí a redukce přenosu a růstu • zlepšení zotavení materiálu (memory effect) • zlepšení otěruvzdornosti • zlepšení chování při dlouhodobém zatížení vnitřním tlakem
TEPELNÉ	<ul style="list-style-type: none"> • zlepšení tvarové stálosti za tepla • cílené nastavení tepelné roztažnosti • zlepšení trvalé deformace při zatížení tlakem (tahem) • zvýšení tepelné odolnosti • zvýšení odolnosti proti vniknutí žhavého drátu • vyšší odolnost vůči stárnutí
CHEMICKÉ	<ul style="list-style-type: none"> • snížení rozpustnosti • zlepšení odolnosti proti bobtnání • zvýšení odolnosti proti vzniku trhlin způsobených pnutí • zlepšení odolnosti vůči hydrolýze • zvýšení olejivzdornosti



Obr. 5-7 Některé vlastnosti plastů v závislosti na dávce ozáření [23] 1 – tažnost, 2 – pevnost v tahu, 3 – tvarová stálost za tepla, 4 – bobtnání

6 POLYBUTYLENTEREFTALÁT (PBT)

Polybutylentereftalát je semikrystalický polymer, řazen mezi tzv. inženýrské plasty pro náročné aplikace. Vzniká polykondenzací kyseliny tereftalové s 1.4 butandiolem. PTB je používán hlavně pro zpracování vstřikováním pro technické aplikace. Vlákná se také nazývají *4GT filamenty*. [2]



Obr. 6-1 Chemický vzorec PBT

6.1 Využití PBT

Polybutylentereftalát má své velké využití v elektrickém a automobilovém průmyslu. Mezi zástupce elektrických a elektronických dílů vyrobených z PBT patří např. kondenzátory, zásuvky, cívky, spínací zařízení nízkého napětí, osvětlovací technika a vypínače. Mezi zástupce automobilových dílů patří čidla, části spalovacích jednotek a komponenty elektrických systémů. Dále se PBT využívá k výrobě pouzder a krytů spotřebičů. [3]

6.2 Vlastnosti

- Hustota 1,35 g/cm³
- Rázová houževnatost velmi vysoká
- T_m = 230°C, T_g okolo 40°C
- Vysoká mechanická pevnost a tuhost (E = 2000-2700MPa, σ_y = 50-58MPa)
- Tvarová stálost za tepla – 30°C až do + 165°C (do 100°C dlouhodobě)
- Odolný vůči oděru
- Malá absorpce vody (sklon k hydrolýze)
- Rozměrová stabilita
- Výborné elektroizolační vlastnosti, chemická odolnost, vysoký lesk povrchu výrobků

II. PRAKTICKÁ ČÁST

7 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Cílem bakalářské práce bylo měřit nanotvrdot materiálu polybutylentereftalátu plněného z 35% skelnými vlákny, modifikovaného beta zářením. Do polybutylentereftalátu bylo přidáno síťovací činidlo TAIC v množství 5 objemových procent. Celkový proces přípravy prováděla firma PTS Plastic Technologie Service, Hautschenmühle 3, Adelshofen, Deutschland.

Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření nanotvrdoti proběhlo na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments, při zatížení 50mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

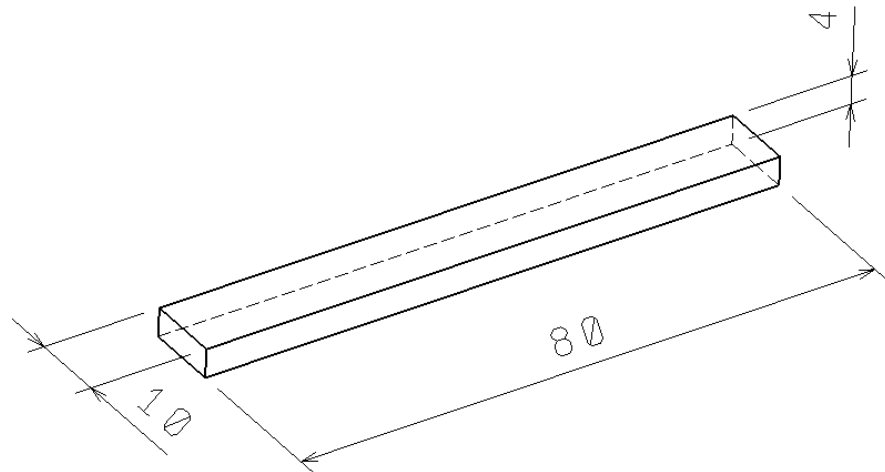
Cíle bakalářské práce byly následující:

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

8 PŘÍPRAVA VZORKU

8.1 Výroba vzorku

Vzorky z PBT byly pro zkoušku nanotvrdosti vyrobeny technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARBURG ALLROUNDER 470 C. Tvar vzorků byl určen normou ČSN EN ISO 527-1.



Obr. 8-1 Rozměry vstřikovaného vzorku.

8.1.1 Technické parametry vstřikovacího stroje ARBURG



Obr. 8-2 Vstřikovací stroj ARBURG ALLROUNDER 470 C

Tab. 3 Technické parametry vstřikovacího stroje ARBURG

Typ stroje	Allrounder 470C	
Uzavírací jednotka		
Uzavírací síla	1000	max. kN
Otevírací síla / zvýšená otevírací síla	35 / 250	max. kN
Otevření	500	max. mm
Vzdálenost mezi vodícími sloupy	420 x 420	mm
Velikost upínací desky (šířka x výška)	570 x 570	mm
Vyhazovací síla	40	max. kN
Zdvih vyhazovače	175	max. mm
Hydraulika, pohon		
Výkon čerpadla	15	kW
Celkový příkon stroje	23,9	kW
Vstřikovací jednotka		
Průměr šneku	40	mm
Poměr šneku	20	L / D
Zdvih šneku	145	max. mm
Objem dávky	182	max. cm ³
Vstřikovací tlak	2120	max. bar
Vstřikovací rychlost (objemová)	168	max. cm ³ .s ⁻¹
Zpětný tlak pozitivní / negativní	350 / 160	max. bar
Krouticí moment šneku	700	max. Nm
Přítlačná síla trysky	70	max. kN
Objem násypky	50	l
Olejová náplň a hmotnost		
Množství oleje	235	l
Hmotnost stroje, bez oleje	3700	kg

8.1.2 Vstřikovací podmínky

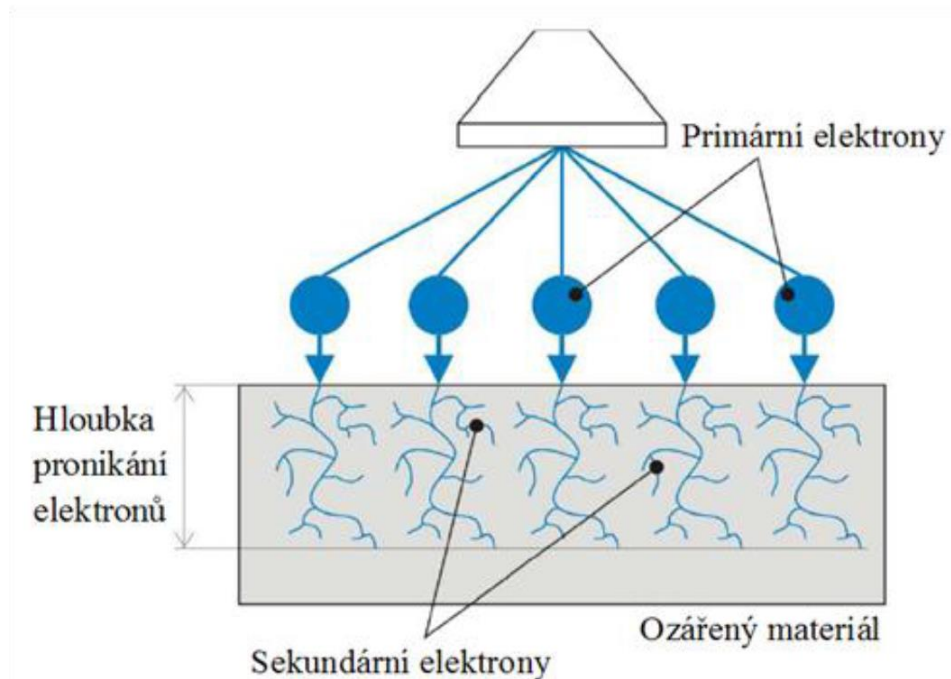
Tab. 4 Procesní parametry vstřikování PBT

Vstřikovací tlak [MPa]	65
Dráha dávkování [mm]	20
Doba chlazení [s]	20
Teplota formy [°C]	90
Teplota pod násypkou [°C]	40
Teplotní pásmo 1 [°C]	230
Teplotní pásmo 2 [°C]	250
Teplotní pásmo 3 [°C]	260

Teplotní pásmo 4 [°C]	270
Teplota trysky [°C]	280

8.1.3 Modifikace vzorku

Konečnou úpravou vzorku PBT je modifikace pomocí beta záření, které může být jak pozitivně tak i negativně nabitá částice o hmotnosti elektronu letící téměř rychlostí světla. Díky těmto vlastnostem je lehce ionizující a proniknou částice beta do materiálu snáze než částice alfa. K zastavení beta částice stačí vrstva vzduchu o šířce 1m a nebo vrstva kovu o šířce 1mm. Vzorky PBT byly ozářeny dávkami 0, 33, 66, 99 kGy.



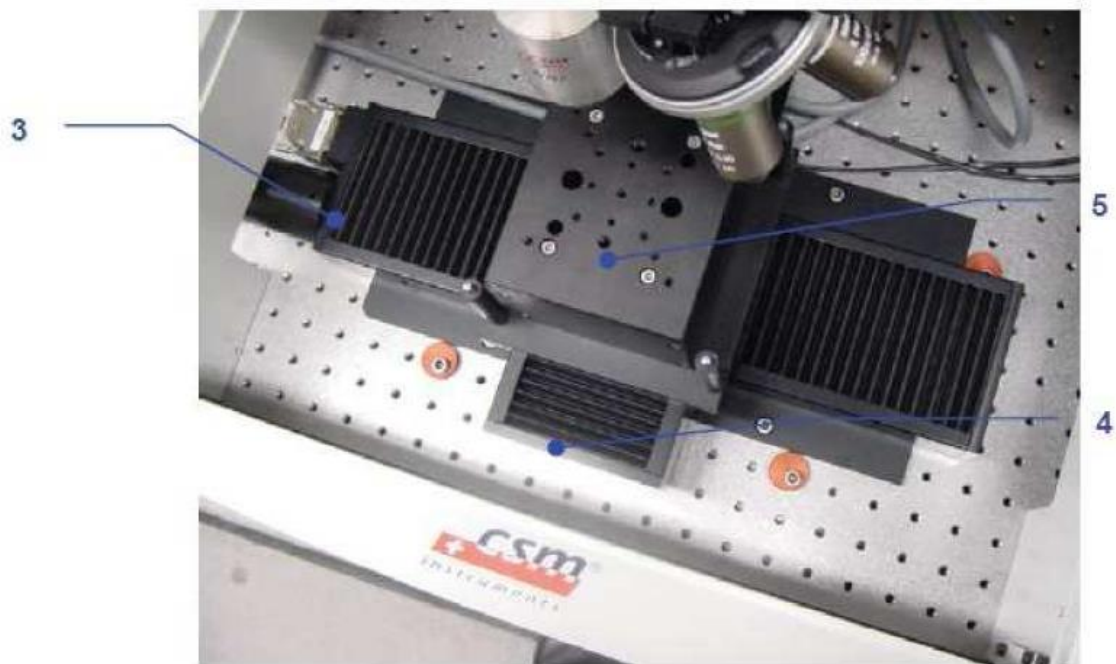
Obr. 8-3 Princip ozařování beta zářením [32]

9 ZKOUŠKA NANOTVRDOSTI PBT

Měření nanotvrdoměru proběhlo na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments. Zkušební vzorky byly zatěžovány silou 50mN po dobu 90s. Každý vzorek byl změřen 10x za podmínek opakovatelnosti.



Obr. 9-1 Nanotvrdoměr NHT2 – Opx/Cpx (1 - měřící hlava; 2 – univerzální držák; 5 – podstava; 6 – optický mikroskop; 7 – modulová hlava; 8 – antivibrační stojan; 9 – optický senzor; 10 kryt stolu)



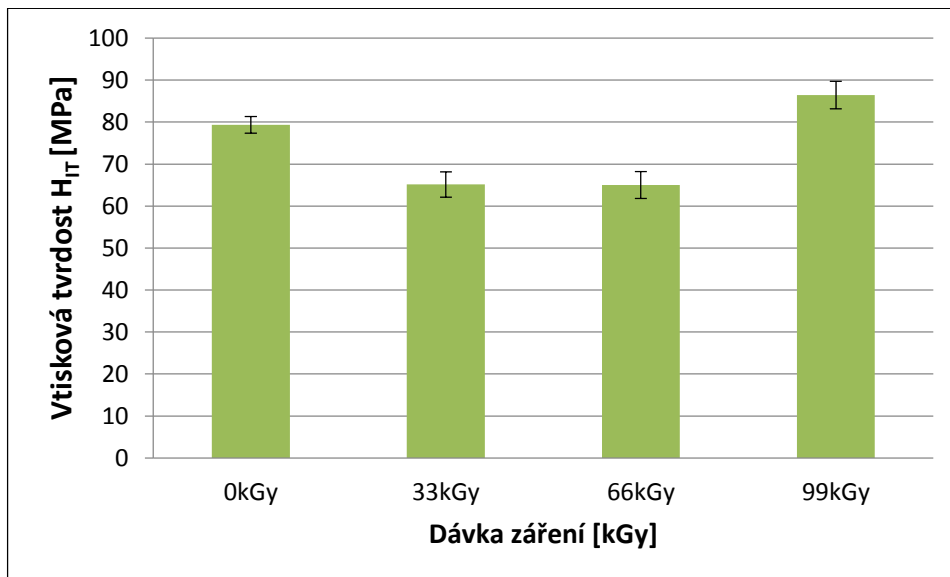
Obr. 9-2 Nanotvrdoměr NHT2 – Opx/Cpx (3 – posuv osa X; 4 – posuv osa Y; 5 – posuv osa Z)

9.1 Vyhodnocované parametry

- H_{IT} – vtisková tvrdost [GPa]
- HV_{IT} – Vickersova tvrdost [Vickers]
- E_{IT} – vtiskový modul pružnosti [GPa]
- C_{IT} – vtiskové tečení-creep [%]
- η_{IT} – koeficient zpětné deformace [%]
- W_{elast} – elastická deformační práce [pJ]
- W_{plast} – plastická deformační práce [pJ]

9.2 Výsledky měření

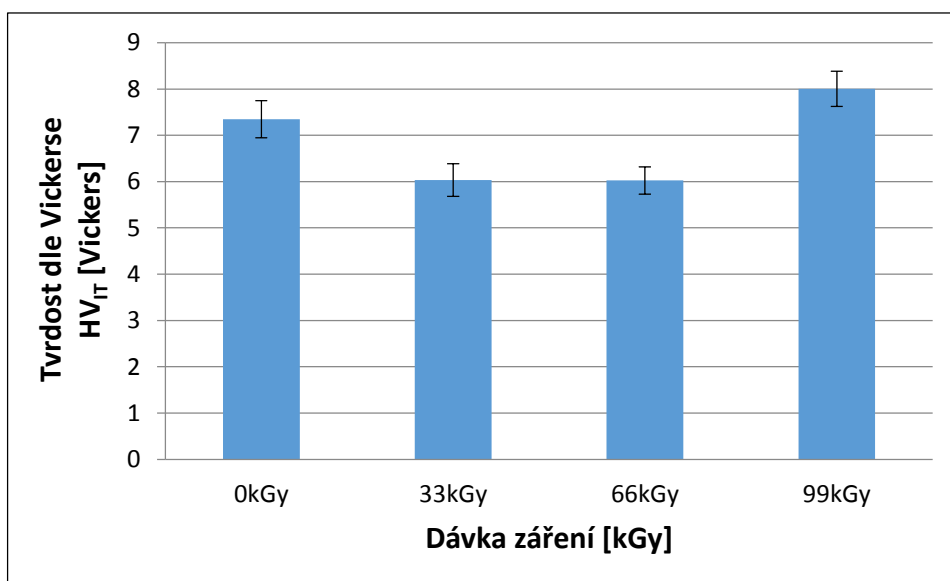
9.2.1 Vtisková tvrdost H_{IT}



Obr. 9-3 Grafické vyjádření vtiskové tvrdosti H_{IT}

Zkouškou nanotvrdosti byla zjištěna nejnižší vtisková tvrdost H_{IT} s hodnotou 65MPa u vzorku s dávkou ozáření 66kGy a nejvyšší vtisková tvrdost H_{IT} s hodnotou 84MPa byla zjištěna u vzorku s dávkou ozáření 99kGy, jak je patrné z obr. 9-3.

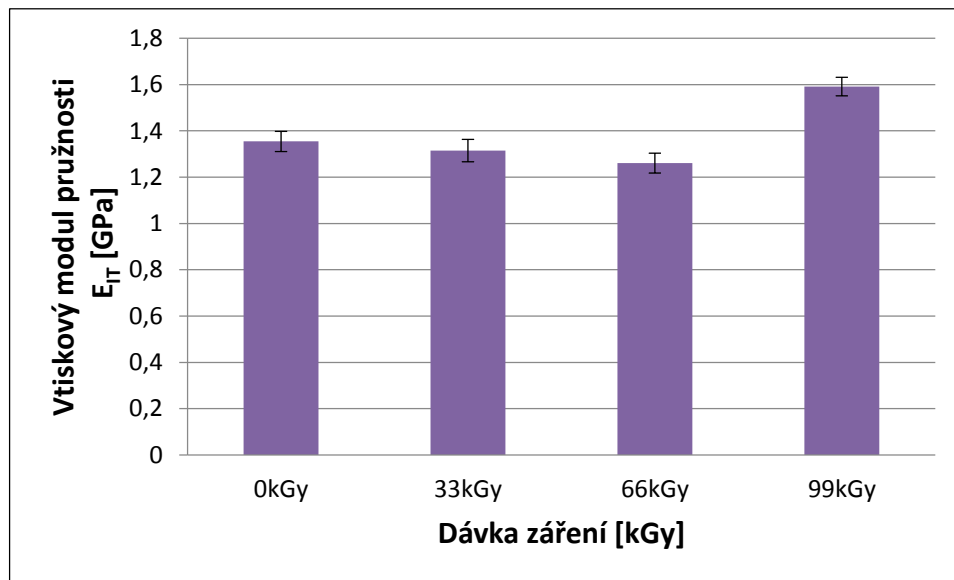
9.2.2 Tvrdost dle Vickerse HV_{IT}



Obr. 9-4 Grafické vyjádření tvrdosti dle Vickerse HV_{IT}

Dle Vickerse HV_{IT} byla zjištěna nejnižší tvrdost s hodnotou 6Vickers u vzorku s dávkou ozáření 66kGy a nejvyšší tvrdost dle Vickerse HV_{IT} s hodnotou 8Vickers byla zjištěna u vzorku s dávkou ozáření 99kGy, jak je patrné z obr. 9-4.

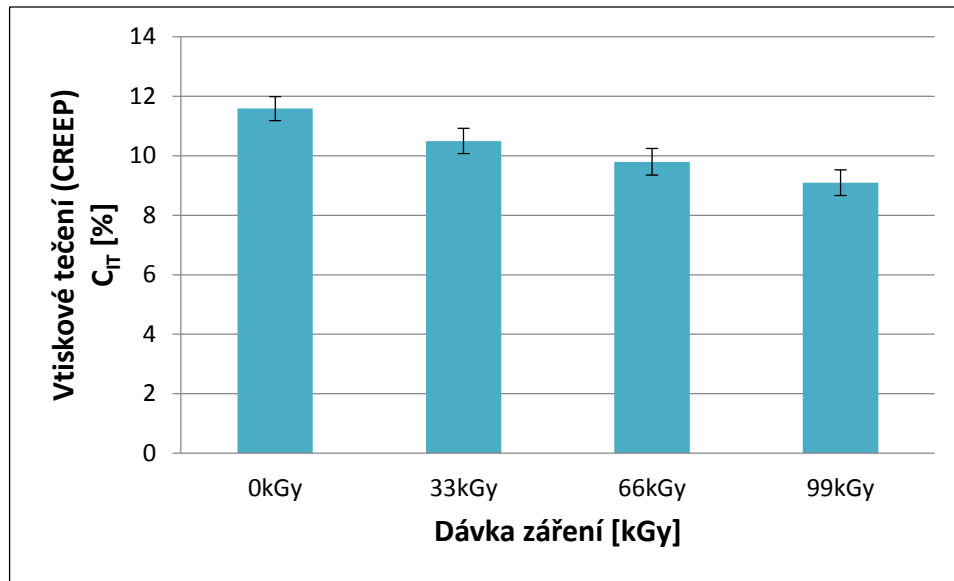
9.2.3 Vtiskový modul E_{IT}



Obr. 9-5 Grafické vyjádření vtiskového modulu E_{IT}

Výsledky testu nanotvrdosti ukázaly, že nejvyšší hodnota vtiskového modulu pružnosti E_{IT} , který nám reprezentuje tuhost testované povrchové vrstvy, byla zjištěna u vzorku s dávkou záření 99kGy. Naopak nejmenší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 66kGy, jak je patrné z obr. 9-5.

9.2.4 Vtiskové tečení (CREEP) C_{IT}

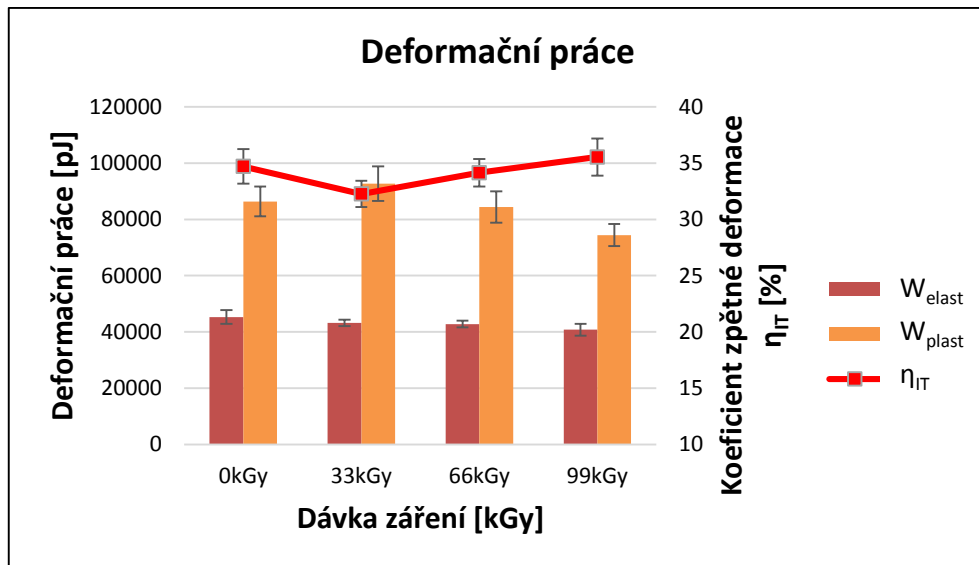


Obr. 9-6 Grafické vyjádření vtiskového tečení (CREEP) C_{IT}

Z výsledků zkoušky nanotvrdosti je patrné, že radiační sítování příznivě ovlivňuje krípkové chování (mikrokríp) studovaného PBT. Nejvyšší hodnota vtiskového tečení 11% byla naměřena u neozářeného vzorku (0kGy), naopak u vzorku s nejvyšší dávkou ozáření 99kGy byla hodnota vtiskového tečení nejnižší 9%, jak je patrné z obr. 9-6.

9.2.5 Deformační práce

Při instrumentované zkoušce tvrdosti patří mezi další velmi důležité materiálové parametry elastická (W_{elast}) a plastická (W_{plast}) část deformační práce a koeficient zpětné deformace (η_{IT}). Tyto veličiny vychází z indentační křivky. Plocha pod odlehčovací křivkou odpovídá elastické části deformační práce, která určuje reakci (míru vratné deformace) testovaného materiálu na aplikovaném zatížení. Ploše mezi zatěžující a odlehčující křivkou odpovídá plastická část deformační práce, která určuje oproti elastické části deformační práce odolnost testovaného materiálu vůči plastické deformaci a jeho houževnatost.

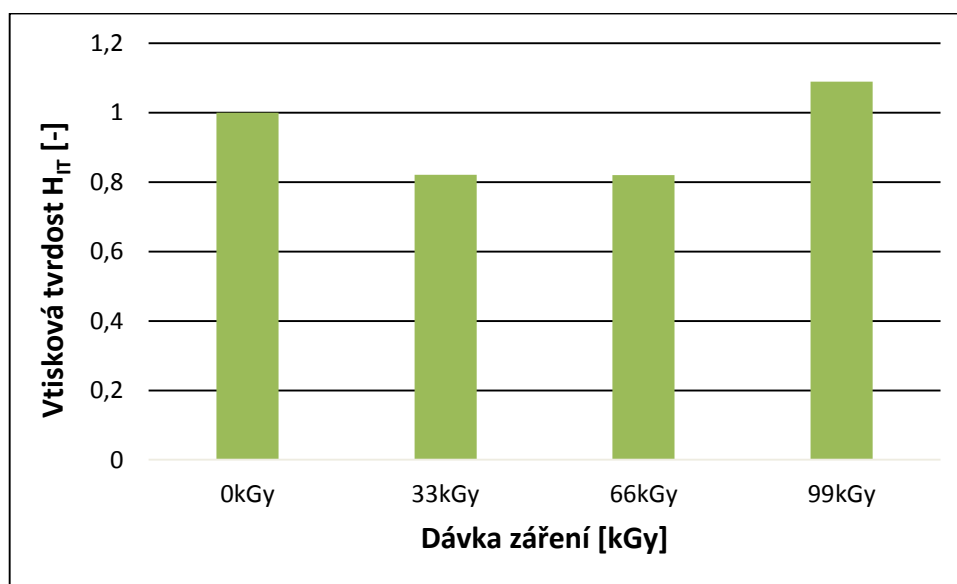


Obr. 9-7 Grafické znázornění elastické W_{elast} a plastické W_{plast} složky deformační práce a koeficientu zpětné deformace η_{π}

Nejnižších hodnot části plastické a elastické deformační práce bylo dosaženo u vzorku s dávkou ozáření 99kGy. Naopak nejvyšší hodnota plastické části deformační práce byla dosažena u vzorku s dávkou ozáření 33kGy a nejvyšší hodnota elastické části deformační práce byla dosažena u vzorku s nulovou dávkou ozáření. U koeficientu zpětné deformace dosáhl nejnižší hodnoty vzorek s dávkou záření 33kGy, naopak nejvyšší hodnota koeficientu zpětné deformace byla naměřena u vzorku s dávkou záření 99kGy. Nejnižší hodnota plastické části deformační práce W_{plast} je 74412pJ, naopak nejvyšší hodnota plastické části deformační práce W_{plast} je 92691pJ. Nejnižší hodnota elastické části deformační práce W_{elast} je 40769pJ, naopak nejvyšší hodnota elastické části deformační práce W_{elast} je 45313pJ. Nejnižší hodnota koeficientu zpětné deformace η_{π} je 32%, naopak nejvyšší hodnota koeficientu zpětné deformace η_{π} je 35% jak lze vyčíst z grafu obr. 9-7.

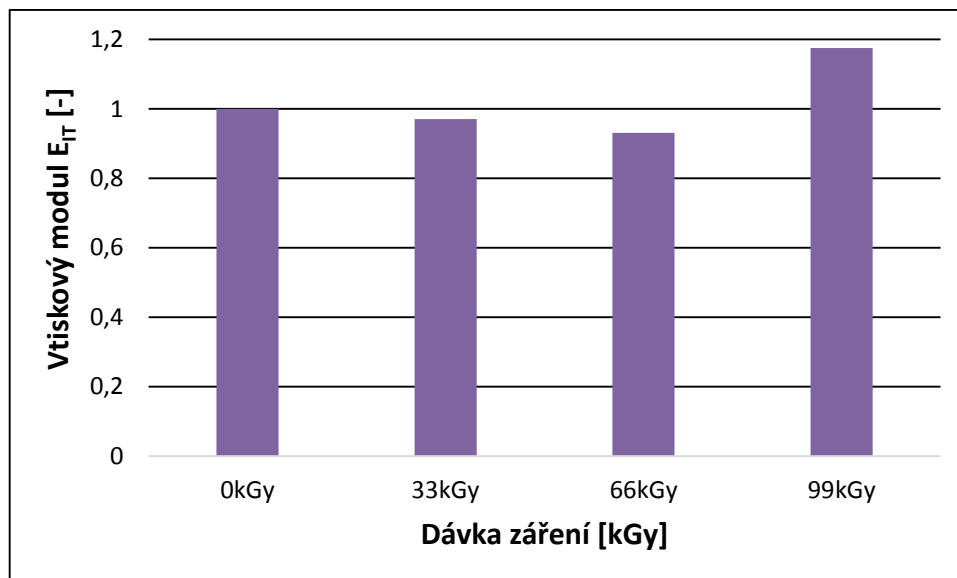
10 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Bakalářská práce se zabývá měřením nanotvrdosti povrchové vrstvy polybutylentereftalátu plněného z 35% skelnými vlákny, modifikovaného beta zářením. Do polybutylentereftalátu bylo přidáno síťovací činidlo TAIC v množství 5 objemových procent. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99kGy. Měření nanotvrdosti proběhlo na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments, při zatížení 50mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny. Pro snadnější orientaci byly použity tzv. bezrozměrné hodnoty, vyjádřené jako poměr jednotlivých měření k hodnotě neozařeného vzorku v průběhu příslušného měření.



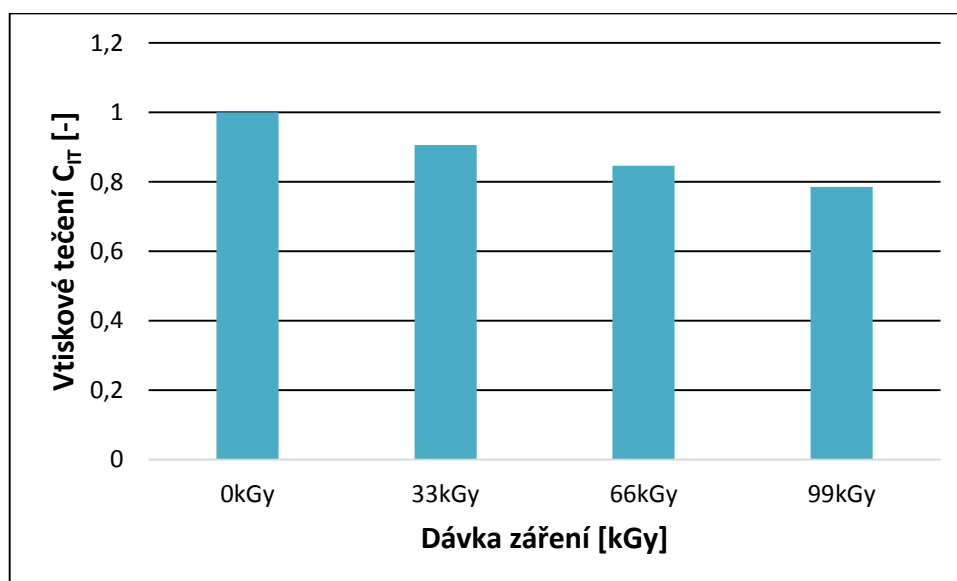
Obr. 10-1 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti H_{IT}

Vyhodnocení výsledků měření nanotvrdosti ukázalo, že maximální hodnota vtiskové tvrdosti H_{IT} byla naměřena u zkušebního testovaného tělesa ozářeného dávkou beta záření 99 kGy. Nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti byla naopak zjištěna u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 33 kGy. V porovnání s neozařeným zkušebním tělesem představuje hodnota vtiskové tvrdosti zjištěná u dávky ozáření 99 kGy nárůst v průměru o 7%. U dávky ozáření 33 kGy představuje hodnota vtiskové tvrdosti pokles o téměř 20%, jak je zobrazeno na obr. 10-1.



Obr. 10-2 Poměrné vyjádření vtiskového modulu E_{IT}

Vyhodnocení vtiskového modulu pružnosti E_{IT} , který reprezentuje mikrotuhost testované povrchové vrstvy zkušebního tělesa ukázalo, že nejvyšší hodnota mikrotuhosti byla zjištěna u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 99 kGy. Nejmenší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 66 kGy. Porovnání naměřených hodnot mikrotuhosti u dávky ozáření 99 kGy, s hodnotami zjištěnými u neozářeného zkušebního tělesa ukázalo nárůst hodnot v průměru o 18%. U dávky ozáření 66 kGy byl naopak zaznamenán pokles hodnot v průměru o 8%, jak je patrné z obr. 10-2.



Obr. 10-3 Poměrné vyjádření vtiskového tečení C_{IT}

U vtiskového tečení C_{IT} , které reprezentuje mikrokríp testované povrchové vrstvy bylo zjištěno, že největší hodnota mikrokrípu byla zjištěna u neozářeného testovaného zkušebního tělesa. Nejmenší hodnota byla naopak zjištěna u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 99 kGy. Při porovnání pokles hodnot mikrokrípu u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 99 kGy a u neozářeného zkušebního tělesa zjistíme, že pokles hodnot dosáhl u dávky ozáření 99 kGy v průměru 20%, jak je patrné z obr. 10-3.

Uvedené změny mikromechanických vlastností testované povrchové vrstvy byly způsobeny účinky aplikovaného beta záření. Beta záření vyvovalo ve struktuře změny, které se týkaly jak krystalinity tak vytváření 3D sítě v amorfních oblastech polymeru. Právě povrchová vrstva vstříkovaných výrobků vykazuje vlivem intenzivního chlazení pokles krystalické fáze a nárůst fáze amorfní.

ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývá měření nanotvrdosti povrchové vrstvy polybutylentereftalátu plněného z 35% skelnými vlákny, modifikovaného beta zářením. Do polybutylentereftalátu bylo přidáno síťovací činidlo TAIC v množství 5 objemových procent. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99kGy. Měření nanotvrdosti proběhlo na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments, při zatížení 50mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny. Pro snadnější orientaci byly použity tzv. bezrozměrné hodnoty, vyjádřené jako poměr jednotlivých měření k hodnotě neozářeného vzorku v průběhu příslušného měření.

Z výsledků měření nanotvrdosti vyplynulo, že modifikace polybutylentereftalátu beta zářením přináší zlepšení i zhoršení mikromechanických vlastností testované povrchové vrstvy. U vtiskové tvrdosti došlo k nárůstu jejich hodnot v průměru o 7% u dávky beta záření 99 kGy. Vtiskový modul pružnosti reprezentující mikrotuhost testované povrchové vrstvy se zvýšil u dávky ozáření v průměru o 20%. Vtiskové tečení, které reprezentuje mikrokríp vykazalo u dávky beta záření při testování modifikované povrchové vrstvy pokles v průměru o 20%.

Tyto změny vlastností testované povrchové vrstvy ukazují, že je možné daný polymerní materiál použít pro náročnější aplikace zejména tam, kde je vyžadována větší odolnost povrchu výrobku proti oděru apod.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] DUCHÁČEK, V.: *Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 2. vyd. VŠCHT v Praze, 2006. 280 s, ISBN 80-7080-617-6.
- [2] VOJTĚCH, Dalibor. *Materiály a jejich mezní stavy*. Vyd. 1. Havlíčkův Brod: VŠCHT Praha, 2010. 212 s. ISBN 978-80-7080-741-5.
- [3] Resinex, [online]. [cit. 2014-01-12]. *PBT – polybutylen-tereftalát*. Dostupné z WWW: <<http://www.resinex.cz/polymerove-typy/pbt.html>>
- [4] VŠCHT Praha, [online]. [cit. 2013-12-06]. *Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití Ducháček V*. Dostupné z WWW: <http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_isbn-80-7080-617-6/pages-pdf/053.html>
- [5] ČERMÁK, Roman. *konstruční polymery I*, přednáškové materiály, s 32–146
- [6] Materials in Engineering, [online]. [cit. 2014-01-12]. *Understanding Polymeric Materials, their Structure and Properties*. Dostupné z WWW: <http://neon.mems.cmu.edu/cramb/27-100/lab/S00_lab2/lab2.html>
- [7] HRBÁČ, Jaroslav. *Vliv radiačního síťování na creepové chování polymerů*. Zlín, 2010. 88 s. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [8] RYBNIKÁŘ, František a kolektiv. *Analýza a zkoušení plastických hmot*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1965. 420 s.
- [9] MARTINEK, Michal. *Měření tvrdosti polymerů*. Zlín, 2010. 98 s. Bakalářská práce. UTB ve Zlíně.
- [10] VOJVODÍK, Petr. *Ověření vlastností školního tvrdoměru Meopta Poldi-Vickers*. Zlín, 2007. 46 s. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [11] TICHAVA, M.: *Měření tvrdosti pryže a plastů v současném zkušebnictví*. Technická zpráva VUGPT Zlín. Zlín, 1985.
- [12] MatNet, [online]. [cit. 2014-01-04]. *Skúšky tvrdosti*. Dostupné z WWW: <<http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531>>.
- [13] Struers, [online]. [cit. 2014-01-03]. *Historie měření mikrotvrdosti*. Dostupné z WWW:<http://www.struers.com/default.asp?top_id=0&main_id=0&sub_id=0&doc_id=470&admin_language=19>
- [14] HLUCHÝ, M., KOLOUCH, J. *Stojírenská technologie 1 - 1. díl: Nauka o materiálu*. 4. vyd. Praha: Scientia, 2007. 266 s.
- [15] ŠTEPÁNEK I., BLÁHOVÁ O., KOLEGA M., *Tenké vrstvy – vytváření, vlastnosti*, Plzeň, 1994, 110 s.

- [16] Žárové nástřiky, [online]. [cit. 2014-01-09]. *Zkoušky a metody analýz žárových nástřiků*. Dostupné z WWW: <<http://www.kmm.zcu.cz/CD/content/11.html>>
- [17] OVSÍK, Martin. *Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů*. Zlín, 2013. 196 s. Disertační práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [18] Keramika, kompozity, polymery, [online]. [cit. 2013-03-14]. Dostupný z WWW: <<http://www.ped.muni.cz/wphy/FyzVla/FMkomplet3.htm>>
- [19] HOLÍK, Z. *Vliv záření na vlastnosti polymerů, Změna vybraných mechanických vlastností v závislosti na absorbované dávce intenzity záření*. Zlín, 2011. 32s. Pojednání ke státní doktorské zkoušce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [20] DROBNÝ, J.G.: *Radiation Technology for Polymers*, Boca Raton: CRC Press, 2003, 206s, ISBN 1-58716-108-7.
- [21] *Druhy ionizačního záření*, [online]. [cit. 2013-10-22]. Dostupný z WWW: <http://www.cez.cz/edee/content/file/static/encyklopedie/encyklopedie-energetiky/03/druhy_5.html>
- [22] ULLMANN, V., [online]. [cit. 2013-12-20]. *Jaderná a radiační fyzika*. Dostupný z WWW: <<http://astronuklfyzika.sweb.cz/JadRadFyzika6.htm>>
- [23] Radiační síťování plastů. BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG, 40 s.
- [24] CSN EN ISO 14577-1 *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*, Říjen 2002. 31s.
- [25] ČTVRTLÍK, R. *Fyzikální vlastnosti tenkých vrstev*. Olomouc, 2012. 145 s. Disertační práce. Univerzita Palackého v Olomouci
- [26] BRZOBOHATÝ, T. *Současné trendy v metodách měření tvrdosti*, Brno, 2010, 32 s.
- [27] conVERTER, [online]. [cit. 2014-01-06]. *Shore - zkouška tvrdosti dle Shorea*. Dostupnost z WWW: <<http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-shore.htm>>
- [28] proINextrument, [online]. [cit. 2014-01-06]. Dostupnost z WWW: <<http://www.proinex.cz/digitalna-tvrdomer-shore-a-tyt-ths-200a.html>>
- [29] DOERNER, M.F., NIX, W.D. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments (1986) *Journal of Materials Research*, 1 (4), pp. 601-609.
- [30] OLIVER, W. C., PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, Vol. 7, no. 6, p. 1564 – 1583.

-
- [31] OLIVER, W. C., PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*. 2004, Vol. 19, no. 1.
- [32] Radiační síťování plastů. BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG, 40 s.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

C_{IT}	Vtiskový creep.
E_{IT}	Vtiskový modul pružnosti.
H_{IT}	Hodnota vtiskové tvrdosti.
HV_{IT}	Hodnota tvrdosti dle Vickerse.
ISO	Mezinárodní norma.
W	Celková mechanická práce.
W_{elast}	Elastická část práce.
W_{plast}	Plastická část práce.
HSD	Tvrdomost podle Shore
DSI	Instrumentální zkoušky tvrdosti
ČSN	České technické normy
PBT	Polybutylentereftalát
HRA	Tvrdomost podle Rockwella
HRB	Tvrdomost podle Rockwella
HRC	Tvrdomost podle Rockwella
HRB	Tvrdomost podle Brinela
D	Průměr vnikající kuličky [mm]
F	Zatěžující působící síla [N]
d	Průměr otisknuté plochy [mm]
A	Plocha otisku [mm ²]
h	Hloubka vtisku [μm]

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1-1 Schéma indentační křivky materiálu s elasticko-plastickým chováním [16]</i>	14
<i>Obr. 1-2 Zkouška podle Brinella [12]</i>	16
<i>Obr. 1-3 Zkouška podle Vickerse [13]</i>	17
<i>Obr. 1-4 Zkouška podle Rockwella [12]</i>	18
<i>Obr. 1-5 Schéma Berkovichova indentoru [26]</i>	19
<i>Obr. 1-6 Ruční tvrdoměr Poldi 1 – úderník, 2 – pružina, 3 – těleso, 4 – nástavec, 5 – kulička, 6 – porovnávací tyčka, 7 – zkoušený materiál</i>	20
<i>Obr. 1-7 Stupnice Shore s normami [28]</i>	21
<i>Obr. 1-8 Skleroskop Shore [27]</i>	21
<i>Obr. 2-1 Indentační křivka [25]</i>	22
<i>Obr. 2-2 Průběh zatěžování a odlehčování indentoru: a) zatížení,</i>	23
<i>Obr. 2-3 Schematické znázornění hloubky vtisku [30]</i>	24
<i>Obr. 2-4 Indentační křivka [31]</i>	24
<i>Obr. 2-5 Indentační křivka</i>	26
<i>Obr. 3-1 Polymerace (polyetylen) [5]</i>	28
<i>Obr. 3-2 Struktura polymerů a) lineární; b) rozvětvená; c) se zkříženými články; d) zesíťovaná [6]</i>	28
<i>Obr. 3-3 Základní rozdělení polymerů</i>	29
<i>Obr. 3-4 Struktura polymerů [17]</i>	30
<i>Obr. 3-5 Struktura kopolymerů- a) náhodná; b) alternující; c) statistická; d) roubovaná [18]</i>	31
<i>Obr. 3-6 Semikrystalický polymer [18]</i>	32
<i>Obr. 3-7 Struktura sférolitů [5]</i>	32
<i>Obr. 5-1 Intenzita ionizačních záření [21]</i>	38
<i>Obr. 5-2 Záření alfa [21]</i>	38
<i>Obr. 5-3 Záření beta [21]</i>	38
<i>Obr. 5-4 Záření gama [21]</i>	39
<i>Obr. 5-5 Princip radiačního síťování [23]</i>	40
<i>Obr. 5-6 Radiačně síťovatelné polymery [23]</i>	41
<i>Obr. 5-7 Některé vlastnosti plastů v závislosti na dávce ozáření [23] 1 – tažnost, 2 – pevnost v tahu, 3 – tvarová stálost za tepla, 4 – botnání</i>	42
<i>Obr. 6-1 Chemický vzorec PBT</i>	43

<i>Obr. 8-1</i> Rozměry vstřikovaného vzorku.....	46
<i>Obr. 8-2</i> Vstřikovací stroj ARBURG ALLROUNDER 470 C	46
<i>Obr. 8-3</i> Princip ozařování beta zářením [32].....	48
<i>Obr. 9-1</i> Nanotvrdoměr NHT2 – Opx/Cpx (1 - měřící hlava; 2 – univerzální držák; 5 – posuv; 6 – optický mikroskop; 7 – modulová hlava; 8 – antivibrační stojan; 9 – optický senzor; 10 kryt stolu)	49
<i>Obr. 9-2</i> Nanotvrdoměr NHT2 – Opx/Cpx (3 – posuv osa X; 4 – posuv osa Y;	50
<i>Obr. 9-3</i> Grafické vyjádření vtiskové tvrdosti H_{IT}	51
<i>Obr. 9-4</i> Grafické vyjádření tvrdosti dle Vickerse HV_{IT}	51
<i>Obr. 9-5</i> Grafické vyjádření vtiskového modulu E_{IT}	52
<i>Obr. 9-6</i> Grafické vyjádření vtiskového tečení (CREEP) C_{IT}	53
<i>Obr. 9-7</i> Grafické znázornění elastické W_{elast} a plastické W_{plast} složky deformační práce a koeficientu zpětné deformace η_{IT}	54
<i>Obr. 10-1</i> Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti H_{IT}	55
<i>Obr. 10-2</i> Poměrné vyjádření vtiskového modulu E_{IT}	56
<i>Obr. 10-3</i> Poměrné vyjádření vtiskového tečení C_{IT}	56

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1 Vickersovi metody dělíme podle použití zatížení do 3 skupin [14].....</i>	<i>17</i>
<i>Tab. 2 Vliv radiačního síťování na vlastnosti polymerů [23].....</i>	<i>42</i>
<i>Tab. 3 Technické parametry vstřikovacího stroje ARBURG</i>	<i>47</i>
<i>Tab. 4 Procesní parametry vstřikování PBT</i>	<i>47</i>