

Mikrotvrdost polyamidu 12

Bc. Petra Dostálová

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. Petra Dostálová**
Osobní číslo: **T11045**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Řízení jakosti**
Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Mikrotvrdost polyamidu 12**

Zásady pro vypracování:

- 1. Vypracujte literární studii na dané téma**
- 2. Příprava zkušebních těles pro experimentální měření**
- 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 Maňas, 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 Hausnerová, Ph.D.
ředitel ústavu

Příjmení a jméno: DOSTÁLOVA PETRA

Obor: ŘÍZENÍ JAKOSTI

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 obhajoby¹⁾;
- 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. 3²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ 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 § 60³⁾ 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 29.4.2013

Dostálová Petra

²⁾ 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 vzdělávacímu 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 mikrotvrdosti metodou DSI ozářeného polymeru PA 12. V teoretické části jsou popsány metody měření tvrdosti, mikrotvrdosti a metoda DSI. V praktické části byly provedeny jednotlivé zkoušky, které byly následně zpracovány a vyhodnoceny. Modifikovaný polymer PA 12 byl ozářen dávkami 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy, 199 kGy.

Klíčová slova: Vickers, Mikrotvrdost, modifikovaný polymer PA 12, ozáření

ABSTRACT

A thesis is focused on micro-hardness measurement by method DSI, specially by DSI irradiated polymers PA 12. All methods: hardness measurement, micro-hardness measurement and DSI were described in the theoretical part of this work. Individual tests were performed in the practical part of thesis. These tests were subsequently processed and evaluated. modified polymer called as PA 12 was irradiated by doses 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy, 199 kGy.

Keywords: Vickers, micro-hardness, modified polymer PA 12, irradiation

Děkuji vedoucímu mé diplomové práce doc. Ing. Davidovi Maňasovi, Ph. D. za odborné vedení, poskytnuté rady a především za čas, který mi věnoval. Dále chci poděkovat lidem, kteří mě po celou dobu studia podporovali.

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

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POLYMERNÍ MATERIÁLY	12
1.1 TERMOPLASTY	12
1.2 REAKTOPLASTY	13
1.3 ELASTOMERY (KAUČUKY).....	13
2 TVRDOST	14
2.1 ZKOUŠKY TVRDOSTI	14
2.1.1 Statické zkoušky tvrdosti	14
2.1.2 Vnikající zkoušky tvrdosti	14
2.1.3 Zkouška tvrdosti podle Brinella	15
2.1.4 Zkouška tvrdosti podle Rockwella.....	16
2.1.5 Zkouška tvrdosti podle Vickerse.....	17
2.1.6 Zkouška odrazem	17
2.1.7 Zkouška tvrdosti podle Shoreho.....	18
3 MIKROTVRDOST	19
3.1 MIKROTVRDOST DLE VICKERSE	19
3.1.1 Podstata zkoušky	20
3.1.2 Označování tvrdosti	21
3.1.3 Zkušební těleso.....	22
3.1.4 Provedení zkoušky	23
3.2 MIKROTVRDOST DLE KNOOPA	25
3.2.1 Podstata zkoušky	25
3.2.2 Označování tvrdosti	26
3.2.3 Zkušební těleso.....	27
3.2.4 Provedení zkoušky	27
3.3 ZKOUŠKA MIKROTVRDOSTI PODLE BERKOVÍČE	29
3.4 INSTRUMENTOVANÁ VNIKAJÍCÍ ZKOUŠKA TVRDOSTI – DSI.....	31
3.5 MIKROTVRDOST DLE HANEMANNA.....	34
3.5.1 Zkušební zatížení	34
II PRAKTICKÁ ČÁST	35
4 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE	36
5 MĚŘENÝ MATERIÁL	37
5.1 MATERIÁL PA.....	37
5.1.1 Základní vlastnosti PA 12	37
5.2 ROZMĚR A TVAR TĚLÍSEK.....	38
6 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ	39
6.1 ZÁKLADNÍ DRUHY ZÁŘENÍ.....	39

6.1.1	Záření alfa α	39
6.1.2	Záření beta β	40
6.1.3	Záření gama γ	41
6.1.4	Neutronová záření	42
7	PŘÍSTROJE K MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI.....	43
7.1	MIKROTVRDOMĚR DURIMET	43
7.2	HANNEMANŮV TVRDOMĚR.....	43
7.3	MIKROTVRDOMĚR PMT-3	44
7.4	BERGSMANNŮV TVRDOMĚR.....	44
7.5	MICRO-COMBI TESTER	45
8	ZKOUŠKA MIKROTVRDOSTI.....	46
8.1	VÝSLEDKY Z MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI.....	46
8.1.1	Výsledky mikrotvrlosti při aplikovaném zatížení 0,5 N	46
8.1.2	Výsledky mikrotvrlosti při aplikovaném zatížení 1 N	49
8.1.3	Výsledky mikrotvrlosti při aplikovaném zatížení 5 N	53
9	DISKUZE VÝSLEDKU.....	57
	ZÁVĚR	62
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	63
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	64
	SEZNAM OBRÁZKŮ	66
	SEZNAM TABULEK.....	68

ÚVOD

Tvrдость patří mezi jednu ze základních mechanických vlastností konstrukčních materiálů, a proto je také v praxi velmi často měřena. Lidstvo už od pravěku tvrdost vnímala, protože pračlověk měl starost čím rozdrťt kosti nebo oseká dřevo. V dnešní době je velmi často používáno měření mikrotvrđosti, protože dochází k neustálému zmenřování např. elektronických součástek, jemně mletých surovin pro výrobu keramiky, či kompozitů.

Tvrđost je definována jako odpor proti vnikání cizího tělesa. Zkoušky tvrdosti lze rozdělit na zkoušky vrypové, vnikací, odrazové a podle rychlosti zátěžné síly na zkoušky tvrdosti statické a dynamické. Nejčastějšími metodami jsou zkoušky tvrdosti podle Brinella, Rockwella, Vickerse a Knoopa. Hlavními výhodami jsou rychlost, opakovatelnost a relativní jednoduchost. Dále rozeznáváme také zkoušky makro a mikrotvrđosti.

Měření mikrotvrđosti se provádí vtláčováním diamantového tělesa tvaru Knoopova nebo Vickersova jehlanu do povrchu měřeného tělesa v rozsahu od 1 g (0,09807 N) do 1000 g (9,807 N).

Přesnost při měření klesá se zmenřující se velikostí vtisku. Jelikož jsou vtisky při zkoušení mikrotvrđosti velmi malé, používají se většinou pro tenké a malé součásti, hodnocení svarových spojů, hodnocení vrstev po chemicko tepelném zpracování, měření křehkých materiálů, apod.

Metoda DSI neboli instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti patří mezi nejnovější moderní metody měření tvrdosti. Požadavkem je, aby celková hloubka vtisku byla rovna 10% z celkové hloubky vrstvy. Grafické znázornění dat ukazuje indentační křivku zatížení hloubka-vtisk. Díky počítačové technice můžeme zjistit i údaje o způsobu jeho výroby a procesní parametry, které byly při výrobě použity.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYMERNÍ MATERIÁLY

Názvem polymer se označují makromolekulární látky přírodní a syntetické, bez zřetele k typu polyreakce, kterou byly připraveny. Většina makromolekulárních látek je syntetizována polyreakcemi monomerů (nízkomolekulárních sloučenin), kterou jsou připravovány převážně z ropy a zemního plynu. K nejdůležitějším polyreakcím patří polymerace, polykondenzace a polyadice. [1]

Polymerace je druh reakce, při které se molekuly monomeru slučují ve větší celky řetězením, aniž vzniká vedlejší produkt, složení polymeru je tedy v tomto případě shodné se složením monomeru. Jestliže je makromolekulární látka tvořena jedním druhem monomeru označuje se homopolymer, jestliže vzniká polymerací dvou nebo více druhů monomerů vzniká kopolymer.

Polykondenzace je polyreakce, při níž se tvoří makromolekuly z monomeru za současného odštěpování nízkomolekulárního produktu (voda, amoniak aj.)

Polyadice je reakce, při které vznikají polymery s neuhlíkovými atomy v řetězci. Podobně jako u polymerace nevznikají vedlejší produkty a reakce se zpravidla zúčastní dvě chemicky odlišné sloučeniny. Polymerní materiály dělíme na termoplasty, reaktoplasty a elastomery. [1]

1.1 Termoplasty

Termoplasty měknou při zvýšených teplotách a tvrdnou při teplotách nízkých. V důsledku zvyšování teploty se snižuje působení sekundárních mezimolekulárních sil a v důsledku vzájemného působení externích sil dochází k pohybu makromolekul. Zvyšovat teplotu můžeme až do teploty tavení a taveninu pak např. můžeme vpravit při technologickém procesu do vyrobených forem, kde termoplasty pak tuhnou. Při teplotě tavení nesmí však docházet k poruchám primárních kovalentních vazeb (polyolefiny, polyakryláty, polyacetyly, polyamidy, polyuretany). [2]

1.2 Reaktoplasty

Reaktoplastem se nazývá plast, který může být převeden do netavitelného a nerozpustného stavu účinkem tepla, záření nebo katalyzátoru. Při tomto pochodu se vytvářejí kovalentní příčné vazby mezi makromolekulami polymeru za vzniku struktury prostorové sítě. Pro síťování se v technické praxi používá pojem vytvrzování (fenoplasty, aminoplasty, epoxidové pryskyřice, polyesterové pryskyřice). [1]

1.3 Elastomery (kaučuky)

Elastomery jsou polymery, které snadno podléhají pružné deformaci, která je většinou vratná. Hlavní skupinou jsou kaučuky, které slouží k výrobě pryže (polyizopren, polybutadienový kaučuk, butadien-styrenový kaučuk). [2]

2 TVRDOST

Tvrdotu definujeme jako odpor, který klade materiál proti vnikání cizího tělesa. Na této definici je založena většina přístrojů k měření tvrdosti. Hodnoty tvrdosti se uvádějí buď bez jednotek, nebo, jsou-li odvozeny ze vztahu mezi tlakovou silou a plochou vtisku, přisuzujeme jim jednotku MPa. Protože však tento způsob může vést k omylům (k záměně za pevnost), je lépe uvádět tvrdost jako číslo nepojmenované, pouze s udáním způsobu měření nebo stupnice. Pro tvrdost používáme značku H.

Z tvrdosti často usuzujeme i některé další vlastnosti materiálu (pevnost v tahu, obrobitelnost, apod.) Zkouší se buď na zkušebních vzorcích, nebo přímo na hotových výrobcích. [3]

2.1 Zkoušky tvrdosti

2.1.1 Statické zkoušky tvrdosti

Do statických zkoušek tvrdosti řadíme zkoušky vrypové, vnikající a odrazové.

Vrypová zkouška, dnes se jí používá už jen pro tvrdé a křehké materiály (sklo, porcelán aj.). V technické praxi se používá zkouška podle Martense (Ma).

Vrypovou tvrdost podle Martense H_{ma} zjišťujeme přitlačováním kuželového diamantového hrotu měnitelným tlakem na leštěný povrch zkušebního předmětu, kterým pohybuje me určitou rychlostí. Mírou tvrdosti je pak síla F , potřebná ke vzniku vrypu širokého 0,01 mm. [3]

2.1.2 Vnikající zkoušky tvrdosti

Je nejpoužívanější zkouškou při zjišťování tvrdosti materiálu. Při této zkoušce zatlačujeme do zkušebního materiálu velmi tvrdé těleso (kuličku, jehlan, kužel) a měřítkem tvrdosti je velikost vzniklého vtisku (jeho průměr, hloubka nebo úhlopříčka). Nejznámější jsou zkoušky tvrdosti podle Brinella, Rockwella a Vickerse. [3]

2.1.3 Zkouška tvrdosti podle Brinella

Zkoušku provádíme na povrchu zkušební tělesa nebo přímo na povrchu dané součásti, kterou musí být hladký a rovný, bez okují a hlavně bez mazadel.

Zkouška spočívá ve vtlačování vnikacího (zkušební) tělesa do povrchu zkoušeného tělesa a změření vtisku o průměru d (aritmetický průměr dvou na sebe kolmých rozměrů d_1 a d_2), který zůstane na povrchu po odlehčení zkušební zátížení F . Vnikacím tělesem je kulička z tvrdokovu (pro tvrdost do 650 HBW).

Tloušťka zkušební tělesa musí mít tloušťku alespoň osminásobek hloubky vtisku h .

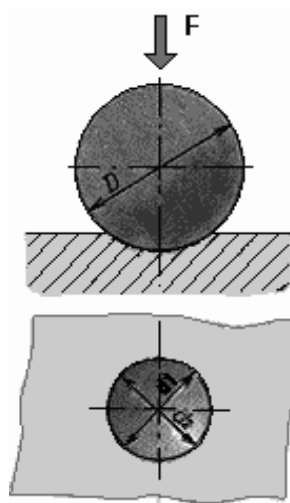
Zkušební zátížení musí být vybráno tak, aby průměr vtisku byl v rozmezí $0,24D$ až $0,60D$.

Poměr zátížení k průměru kuličky $\frac{(0,102.F)}{D^2}$ musí být vybrán s ohledem na zkoušený materiál a jeho tvrdost.

Tvrdost podle Brinella se určuje jako poměr zkušební zátížení a povrchu vtisku a označuje se HBW. Hodnota tvrdosti se zjistí v normách nebo ST.

Vzorec pro výpočet tvrdosti byl upraven takto:

$$HBW = 1,02 \frac{2F}{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1)$$



Obr. 1. Zkouška Brinell [9]

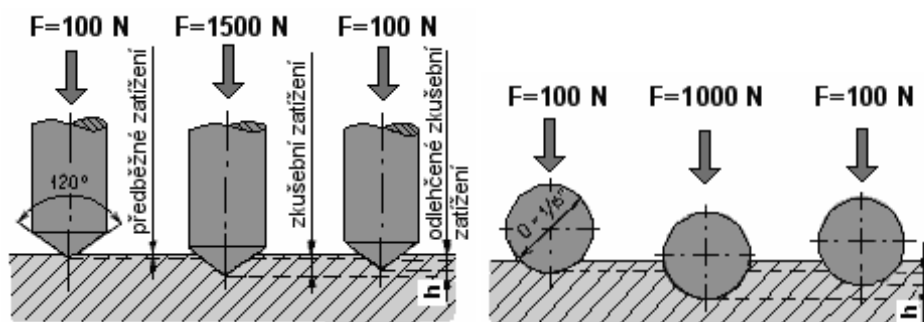
2.1.4 Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Zkouška spočívá v postupném vlačování vnikacího tělesa do povrchu zkušebního tělesa a zaměření hloubky vtisku h (jednotka měření $h = 0,002\text{mm}$). Vnikacím tělesem je diamantový kužel o vrcholovém úhlu 120° nebo kulička z tvrdokovu o průměru 1,5857 nebo 3,175 mm. Celkové zkušební zatížení F se skládá z předběžného ($F_0 = 98,07\text{ N}$) a přídavného (F_1 – je různé stupnice tvrdosti); $F = F_0 + F_1$

Diamantový kužel nebo kuličku z tvrdokovu, dotýkající se povrchu zkoušeného tělesa (výchozí poloha pro měření hloubky vtisku), zatížíme předběžnou silou F_0 . Potom zvolna sílu zvětšujeme o přídavné zatížení F_1 , až dosáhneme celkového zatížení F předepsané normou. Pak přídavné zatížení F_1 opět odlehčujeme na předběžné zatížení F_0 a zjistíme hloubku vtisku h . Z hodnoty h a dvou konstant N (číslo charakterizující stupnici) a S (jednotková stupnice) se vypočítá tvrdost podle Rockwella ze vzorce:

$$\text{tvrdost podle Rockwella} = N - \frac{h}{S}. \quad (2)$$

U materiálů, které při zkoušce vykazují podstatnou závislost plastické deformace na čase, se odlehčuje po uplynutí (10 – 15) s působení celkového zkušebního zatížení F . U materiálů, které vykazují omezenou nebo žádnou závislost plastické deformace na čase, se doba působení celkového zkušebního zatížení zkracuje (1 až 5 s). Většina tvrdoměrů pro tuto zkoušku je upravena tak, že hloubku vtisku odečteme na číselníkovém úchylkoměru, kde ukazatel na číselníku ukazuje přímo tvrdost podle Rockwella. Je to zkouška rychlá, snadná, vtisky malé (max. hloubka 0,2 mm). Je vhodná pro běžnou kontrolu velkých sérií výrobků a tam, kde HBW již není vhodná. Nejčastěji se používá v kalírnách. [3]



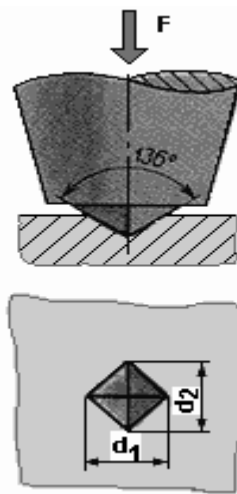
Obr. 2. Zkouška podle Rockwella [9]

2.1.5 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Zkouška spočívá ve vlačování diamantového vnikacího tělesa do zkušební tělesa pod zkušebním zatížením F po stanovenou dobu a změření úhlopříček vtisku (zjišťuje se aritmetický průměr délek obou změřených úhlopříček u_1 a u_2), který zůstane po odlehčení zatížení. Vnikacím tělesem je diamantový čtyřboký jehlan o vrcholovém úhlu 136° . Doba působení plného zkušebního zatížení musí být 10 až 15 s.

Tuto metodu můžeme použít pro všechny tvrdosti. Je velmi přesná a není téměř závislá na zatížení. Ve velkých závodech používáme zdokonalených Vickersových tvrdoměrů, tzv. **diatestorů**. Obraz čtvercového vtisku je promítán ve zvětšeném měřítku na matnici. To umožňuje pohodlné a rychlé čtení délky úhlopříčky.

Hodnoty tvrdosti podle HV nelze obecně převést na jiné tvrdosti nebo pevnost v tahu. Takové přepočty lze používat jen pokud jsou k dispozici spolehlivé podklady. [3]



Obr. 3. Zkouška Vickers [9]

2.1.6 Zkouška odrazem

Tato metoda je založena na principu pružného odrazu závaží, spuštěného z určité výše od zkoušeného materiálu.

Výška odskoku je přímo hodnotou tvrdosti HSh (tvrdost podle Shoreho). Přístroj se nazývá **Shoreův skleroskop**.

Tvrдость plastů se v praxi běžně neuvádí. Výjimkou jsou měkké plasty a kaučuky, jejichž tvrdost se zjišťuje podle odporu proti vnikání kužele do povrchu zkušební vzorku. Tato tvrdost se označuje Shore A (pro velmi měkké plasty) nebo Shore B (pro středně tvrdé plasty). Někdy se u tvrdých plastů používá měření podle Brinella.

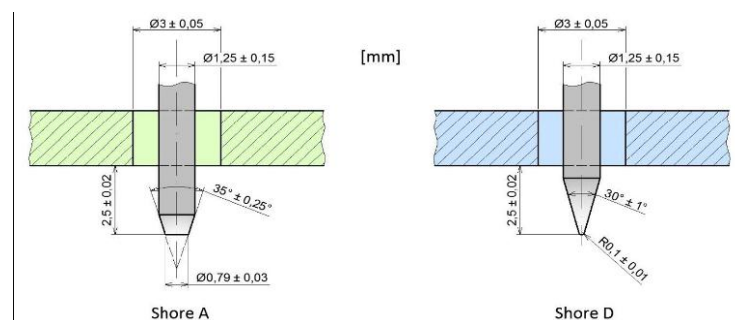
Každý závod nemá k dispozici veškeré měřicí přístroje pro měření tvrdosti všemi metodami. Byly proto stanoveny porovnávací tabulky tvrdostí pro ocel (ČSN 42 0379). [3]

2.1.7 Zkouška tvrdosti podle Shoreho

V ČR se nejvíce používá přístroje typu A a D. Tyto tvrdoměry jsou založeny na zatěžování pomocí pružin, které je nutno před měřením kontrolovat a cejchovat.

Měření tvrdosti Shore D se podle normy ISO ČSN používá v případech, kdy tvrdost daného typu materiálu překračuje 85 jednotek stupnice Shoreho A.

Podstatou zkoušky u metody typu D je měření odporu vtlačování hrotu předepsaného tvaru do zkoušeného materiálu. Odpor, který pružina klade se zajišťuje pomocí pružiny. Tvrдость je nepřímě úměrná vniku hrotu do zkoušeného materiálu a závisí na modulu pružnosti a viskoelastickém stavu vulkanizátu. Vyjadřuje se v jednotkách Shore D. Zkušební těleso musí být hladké, rovné a bez viditelných defektů. Velikost se musí volit tak, aby jednotlivá měření byla v místech vzdálených nejméně 12 mm od okraje a od sebe vzdálených nejméně 5 mm. Tloušťka musí být nejméně 6 mm, při tvrdosti nad 50 Shore D může být 3 mm. Zkušební těleso je možné složit z několika tenčích vrstev, aby se požadované tloušťky dosáhlo. Vzhledem k tomu, že nelze vždy dosáhnout dokonalého kontaktu mezi jednotlivými vrstvami, nemusí se výsledky měření na vícevrstvých zkušebních tělesech shodovat s výsledky na zkušebních tělesech jednoho kusu. [4]



Obr. 4. Měření tvrdosti podle Shoreho [10]

3 MIKROTVRDOST

V tomto případě je měření tvrdosti realizováno vtlačováním diamantového tělesa tvaru Vickersova nebo Knoopova jehlanu do povrchu měřeného tělesa silami v rozsahu od 1 g (0,09807 N) do 1000 g (9,807 N). Zatímco běžné zkoušky (makro)tvrdosti podle Vickerse jsou prováděny při ztíženích mezi 10 a 1200 N, první použití sil nižších než 10 N s edatuje do roku 1932, kdy byly tyto zkoušky provedeny v National Physical Laboratory ve Velké Británii.

S klesajícími aplikovanými silami (se zmenšující se velikostí vtisku) při měření tvrdosti přesnost měření klesá. Navíc s klesající zátěžnou silou do oblasti mikrotvrdosti již není Vickersova tvrdost (jako je tomu na základě geometrické podobnosti vtisků a hodnot makrotvrdosti) nezávislá na velikosti aplikovaného zatížení.

Protože vtisky při zkoušení mikrotvrdosti jsou malé, je použití této metody vhodné pro:

- malé nebo tenké součásti;
- měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkušební vzorku;
- měření mikrotvrdosti strukturních složek a fází;
- hodnocení vrstev po chemicko-tepelném zpracování;
- měření tvrdosti velmi tenkých kovových a jiných anorganických povlaků;
- hodnocení svarových spojů;
- pro hodnocení oduhličujících procesů;
- studium difúzních pochodů;
- měření křehkých materiálů;
- atd. [4]

3.1 Mikrotvrdost dle Vickerse

Zkouška tvrdosti dle Vickerse je předepsána evropskou normou ČSN EN ISO 6507-1, a to pro 3 rozdílné oblasti zkušební zatížení (viz. následující tabulka). [4]

Tab. 1. Tvrdost dle Vickerse – oblasti zkušebního zatížení pro kovové materiály

Oblast zkušebního zatížení, F (N)	Symbol tvrdosti	Předchozí označení (ISO 6507-1:1982)
$F \geq 49,03$	$\geq HV 5$	Zkouška tvrdosti dle Vickerse
$1,961 \leq F < 49,03$	HV 0,2 až < HV 5	Zkouška tvrdosti dle Vickerse při nízkém zatížení
$0,09807 \leq F < 1,961$	HV 0,01 až < HV 0,2	Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse

Poznámka:

Hodnoty zkušebního zatížení uváděné v evropské normě jsou počítány ze zkušebního zatížení v kilogramech (tato jednotka zatížení byla pro tvrdost stanovena dříve, než byl přijat systém SI).

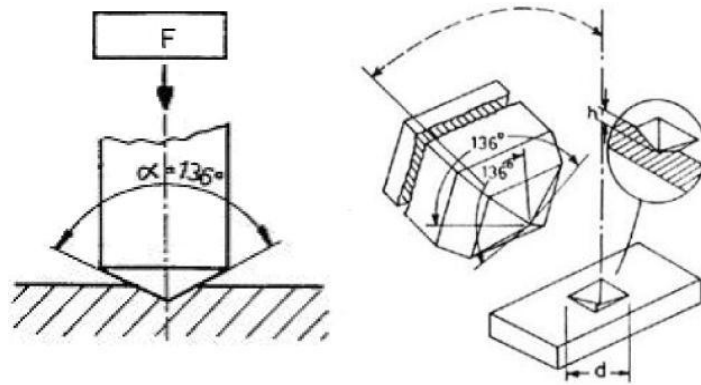
V současné době jsou tedy v normě ponechány tyto jednotky (kilogramy), avšak při následující revizi se bude uvažovat o výhodnosti zaokrouhlených hodnot zkušebního zatížení a následných důsledků na stupnici tvrdosti.

Co to znamená?

Při měření tvrdosti dle Vickerse používáme zkušební zatížení v kilogramech, ale zátěžnou sílu použitou při měření uvádíme v Newtonech. [4]

3.1.1 Podstata zkoušky

Diamantové vnikající těleso ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a daným vrcholovým úhlem (136°) mezi protilehlými stěnami je vtlačováno do povrchu zkušebního tělesa. Následně je měřena úhlopříčka vtisku, která zůstane po odlehčení zkušebního tělesa (obr. 5). [4]



Obr. 5. Podstata zkoušky tvrdosti dle Vickerse [4]

Tvrdot dle Vickerse je následně vyjádřena jako poměr zkušební zátěží k ploše vtisku, jenž se uvažuje jako pravidelný čtyřboký jehlan se čtvercovou základnou a s vrcholovým úhlem rovnajícím se úhlu vnikajícího tělesa (136°).

HV tvrdost dle Vickerse

$HV = \text{konstanta} \cdot \text{zkušební zátěž} / \text{plocha povrchu vtisku}$

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3)$$

d aritmetický průměr dvou délek úhlopříček d_1, d_2 v mm (obr.1)

F zkušební zátěž v N

$$\text{Konstanta} \dots \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} = 0,102 \quad (4)$$

3.1.2 Označování tvrdosti

Tvrdot dle Vickerse se označuje symbolem HV za nímž následuje číslice charakterizující velikost zkušební zátěží a dobu působení zkušební zátěží v sekundách, liší-li se od předepsané doby (10-15 s):

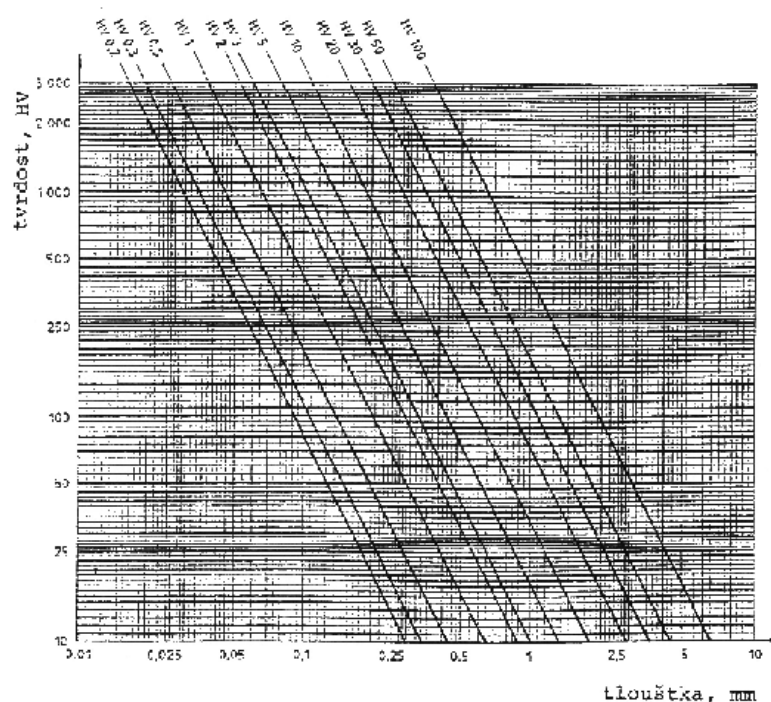
Př. 1: 640 HV 30 = tvrdost dle Vickerse 640 stanovená při zkušební zátěží 294,2 N působícím po dobu od 10 do 15 s.

Př. 2: 640 HV 30/20 = tvrdost dle Vickerse 640 stanovená při zkušebním zatížení 294,2 N působícím po dobu 20 s. [4]

3.1.3 Zkušební těleso

Zejména při měření tvrdosti při nízkém zatížení a při mikrotvrdosti musí být umožněno přesné měření úhlopříček vtisku. Hodnocený zkušební vzorek musí mít hladký a rovný povrch, bez okují, mazadel a cizích tělísek. Hodnocený vzorek se tedy připravuje jako metalografický výbrus, tzn. nesmí dojít k deformačnímu nebo tepelnému ovlivnění povrchu. Běžně se příprava provádí broušením za mokra a leštěním na diamantových pastách, případně elektroleštěním. Přesná metodika přípravy vzorku se volí dle příslušného materiálu.

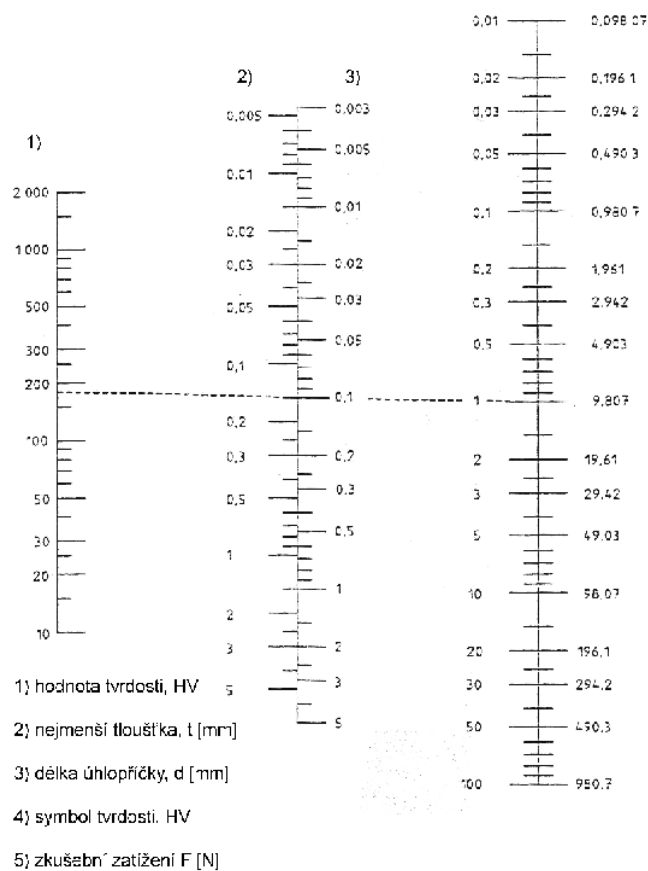
Tloušťka zkušebního tělesa nebo vrstvy musí být nejméně 1,5násobek délky úhlopříčky vtisku. Grafické znázornění nejmenší tloušťky zkušebního tělesa s ohledem na zkušební zatížení zařízení a hodnotu tvrdosti udává obr. 6. [4]



Obr. 6. Nejmenší tloušťka zkušebního tělesa

Monogram uvedený na obr. 7 znázorňuje nejmenší tloušťku zkušebního tělesa za předpokladu, že je 1,5násobkem délky úhlopříčky vtisku. Požadovaná nejmenší tloušťka je dána

průsečíkem na její stupnici (stupnice 2) s přímkou spojující hodnotu zkušebního zatížení (pravá stupnice) a hodnotu tvrdosti (levá stupnice). [4]



Obr. 7. Porovnání stupnic tvrdosti

3.1.4 Provedení zkoušky

Zkušební těleso musí být uloženo na tuhé podložce, tak aby se během zkoušky nepohnulo. Vnikající těleso (indentor) se zatlačuje do zkušebního tělesa zkušebním zatížením směřujícím kolmo k jeho povrchu (tab. 2). Doba od počátku zatěžování až do jeho plné hodnoty nesmí být menší než 2 s a větší než 8 s. Tato doba nesmí u zkoušky tvrdosti při nízkém zatížení a zkoušky mikrotvrdosti nesmí překročit 10 s a současně nesmí rychlost zatěžování překročit 0,2 mm/s. Doba plného zkušebního zatížení musí být v rozmezí 10 až 15 s.

Jednotlivé vtisky musí být umístěny tak aby byla splněna podmínky, že vzdálenost středů dvou sousedních vtisků musí být nejméně 3násobek průměrné hodnoty úhlopříček vtisku

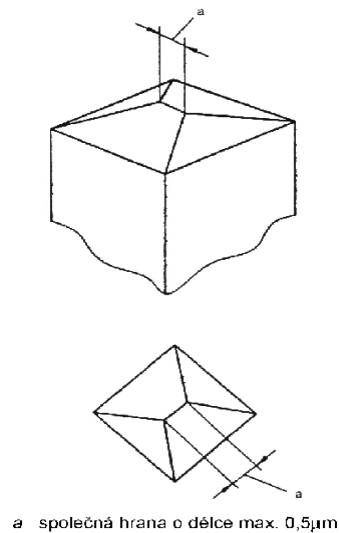
(pro ocel, měď a slitiny mědi) a nejméně 6násobek v případě lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. Vzdálenost středů každého vtisku od okraje zkušební vzorku musí být nejméně 2,5násobek průměrné hodnoty úhlopříček vtisku (pro ocel, měď a slitiny mědi) a nejméně 3násobek v případě lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. [4]

Tab. 2. Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Vickerse

Zkouška tvrdosti		Zkouška tvrdosti při nízkém zatížení		Zkouška mikrotvrdosti	
Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]	Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]	Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního 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	0,2942
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

Zajímavosti:

Vzhledem k nutnosti velmi přesného měření úhlopříček vtisku musí být zajištěn přesný tvar vnikajícího tělesa (indentoru). Jak již bylo uvedeno vnikajícím tělesem podle Vickerse je diamant pravidelného čtyřbokého jehlanu. Vrcholový úhel mezi protilehlými stěnami musí být $(136 \pm 0,5)^\circ$. Tento úhel se ověřuje dvoukruhovým goniometrem o přiměřené přesnosti. Všechny čtyři stěny jehlanu musí být vzhledem k ose vnikajícího tělesa skloněny pod stejným úhlem (úhly se mohou lišit nejvýše o $0,5^\circ$) a musí se protínat v jednom bodě; délka společné hrany mezi dvěma protilehlými stěnami nesmí přesáhnout $0,5 \mu\text{m}$. Na obrázku 4 je znázorněn obvyklý tvar vrcholu vnikajícího tělesa, jak se jeví při velkém zvětšení. [4]



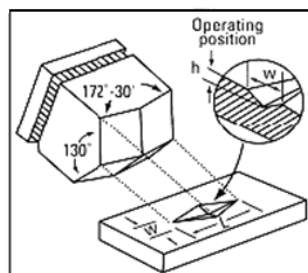
Obr. 8. Tvar vrcholu vnikacího tělesa při velkém zatížení [4]

3.2 Mikrotvrдость dle Knoopa

Zkouška tvrdosti dle Knoopa pro kovové materiály je předepsána mezinárodní normou ČSN ISO 4545 a zahrnuje zkušební zatížení do 9,807 N včetně. [4]

3.2.1 Podstata zkoušky

Diamantové vnikající těleso ve tvaru jehlanu s kosočtvercovou základnou s předepsanými úhly protilehlých stran je vtlačováno do povrchu zkušebního tělesa. Následně je měřena delší úhlopříčka vtisku, která zůstane po odlehčení zkušebního zatížení F (obr. 9).



Obr. 9. Zkouška dle Knoopa [4]

Tvrдость dle Knoop je následně vyjádřena jako poměr zkušební zátěže k ploše vtisku, jenž se uvažuje jako jehlan s kosočtverečnou základnou a s vrcholovými úhly rovnající se úhlem vnikajícího tělesa:

HK Tvrдость dle Knoop

$HK = \text{konstanta} \cdot \text{zkušební zátěž} / \text{plocha povrchu vtisku}$

$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{d^2 \cdot c} = 0,102 \cdot \frac{F}{0,07028 \cdot d^2} = 1,451 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (5)$$

d $H = \frac{F_{\max}}{A_s}$ délka delší úhlopříčky, v mm (obr. 1)

F zkušební zátěž, v N

$$\text{Konstanta} \dots \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} = 0,102 \quad (6)$$

$$\text{Konstanta vnikajícího tělesa} \dots c = \frac{\tan \beta / 2}{2 \cdot \tan \alpha / 2} = 0,07028 \quad (7)$$

3.2.2 Označování tvrdosti

Tvrдость podle Knoop se označuje symbolem HK za níž následuje číslice charakterizující velikost zkušební zátěže a doba působení zkušební zátěže v sekundách, liší-li se od předepsané doby (10 – 15 s):

Př. 1: 640 HV 0,1 = tvrдость dle Knoop 640 stanovená při zkušební zátěži 0,9807 N působícím po dobu od 10 do 15 s.

Př. 2: 640 HV 0,1/20 = tvrдость dle Knoop 640 stanovená při zkušební zátěži 0,9807 N působícím po dobu 20 s. [4]

3.2.3 Zkušební těleso

Obdobně jako při měření tvrdosti dle Vickerse musí být umožněno přesné měření delší úhlopříčky vtisku. Hodnocený zkušební vzorek musí mít hladký a rovný povrch, bez okují, mazadel a cizích tělísek. Hodnocený vzorek se tedy připravuje jako metalografický výbrus, tzn. nesmí dojít k deformačnímu nebo tepelnému ovlivnění povrchu. Běžně se příprava provádí broušením za mokra a leštěním na diamantových pastách, případně elektro-leštěním.

Přesná metodika přípravy vzorku se volí dle příslušného materiálu. [4]

3.2.4 Provedení zkoušky

Zkušební těleso musí být uloženo na tuhé podložce, tak aby se během zkoušky nepohnulo. Vnikající těleso (indentor) se zatlačuje do zkušebního tělesa zkušebním zatížením (tab. 1) směřující kolmo k jeho povrchu. Doba od začátku zatěžování až do jeho plné hodnoty nesmí překročit 10 s. Rychlost přibližování vnikajícího tělesa musí být v rozmezí od 15 $\mu\text{m/s}$ do 70 μm . Doba plného zkušebního zatížení musí být v rozmezí 10 až 15 s.

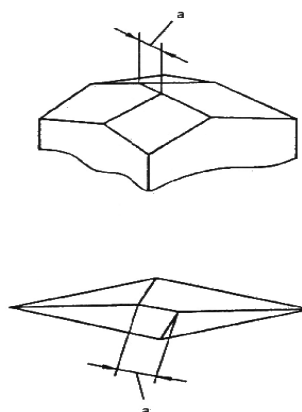
Jednotlivé vtisky musí být umístěné tak aby byla splněna podmínka, že vzdálenost středů dvou sousedních vtisků musí být nejméně 3násobek kratší úhlopříčky vtisku (ocel, měď, slitiny mědi) a nejméně 6násobek v případě lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. Vzdálenosti středů každého vtisku od okraje zkušebního vzorku musí být nejméně 2,5násobek kratší úhlopříčky vtisku (pro ocel, měď a slitiny mědi) a nejméně 3násobek v případě lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. [4]

Tab. 3. Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Knoop

Zkouška tvrdosti dle Knoop	
Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]
HK 0,01	0,09807
HK 0,02	0,1961
HK 0,025	0,2452
HK 0,05	0,4903
HK0,1	0,9807
HK 0,2	1,961
HK 0,3	2,942
HK 0,5	4,903
HK 1	9,807

Zajímavost:

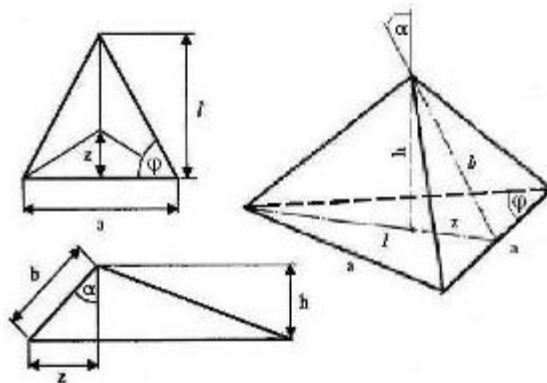
Stejně jako v případě tvrdosti dle Vickerse i u tvrdosti dle Knoop musí být zajištěn přesný tvar vnikajícího tělesa (indentoru). Jak již bylo uvedeno vnikajícím tělesem podle Knoop je kolmý diamantový jehlan s kosočtvercovou podstavou. Vrcholové úhly mezi protilehlými stěnami musí být $(172,5 \pm 0,3)^\circ$ a $(130 \pm 0,3)^\circ$. Tyto úhly se ověřuje dvoukruhovým goniometrem o přiměřené přesnosti. Všechny čtyři stěny jehlanu musí být vzhledem k ose vnikajícího tělesa skloněny pod stejným úhlem (úhly se mohou lišit nejvýše o $0,5^\circ$) a musí se protínat v jednom bodě; délka společné hrany mezi dvěma protilehlými stěnami nesmí přesáhnout $1,0 \mu$. Na obrázku 9 je znázorněn obvyklý tvar vrcholu vnikajícího tělesa, jak se jeví při velkém zvětšení. [4]

a společná hrana o délce max. $0,5 \mu\text{m}$

Obr. 10. Tvar vrcholu vnikacího tělesa při velkém zatížení [4]

3.3 Zkouška mikrtovrdosti podle Berkoviče

Berkovičův třístěnný indentor spatřil světa roku 1951. Průběh a princip zkoušky se od Vickersova testu nijak neliší. Hlavním důvodem uvedení nového indentoru byly problémy s výrobou čtyřbokého jehlanu a dodržení geometrické podmínky sbíhavosti hran Vickersova jehlanu, která v případě výroby třístěnného jehlanu odpadá. Rovněž díky svému tvaru je jehlan během svého provozního namáhání méně citlivý na nárazy a neopatrné zacházení. V současné době je Berkovičův indentor zcela běžně používán v nanoindentačních zkouškách. Původní „standardní“ Berkovičův indentor byl navržen tak, aby byl stejný poměr plochy stěn jehlanu k jeho výšce jako v případě Vickersova jehlanu. Tomu u třístěnného jehlanu odpovídá úhel $65,03^\circ$ mezi bočními stěnami a výškou jehlanu. Později, s rozšířením koncepce tvrdosti jako poměru síly a projekční plochy vtisku, byl vyroben tzv. modifikovaný Berkovičův indentor. [5]



Obr. 11. Schéma pravidelného tříbokého jehlanu – Berkovičův indentor.

Tab. 4. Některé důležité vztahy a relace u třístěnného jehlanu.

$\operatorname{tg} \varphi = \frac{2l}{a}; \quad \operatorname{tg} \frac{\varphi}{2} = \frac{2z}{a}; \quad \sin \alpha = \frac{z}{b}; \quad \cos \alpha = \frac{h}{b}; \quad \operatorname{tg} \alpha = \frac{z}{h}$
Vyjádření A_S pomocí l :
$A_S = \frac{3}{2} ab = \frac{3}{2} \cdot \frac{2l}{\operatorname{tg} \varphi} \cdot \frac{z}{\sin \alpha} = 3 \frac{l}{\operatorname{tg} \varphi} \cdot \frac{2l}{\operatorname{tg} \varphi} \cdot \frac{1}{2} \cdot \frac{\operatorname{tg} \frac{\varphi}{2}}{\sin \alpha} = 3l^2 \cdot \frac{\operatorname{tg} \frac{\varphi}{2}}{\operatorname{tg}^2 \varphi \cdot \sin \alpha} = \frac{\sqrt{3}}{3} \cdot \frac{l^2}{\sin \alpha}$
Vyjádření A_S pomocí h :
$A_S = \frac{3}{2} \cdot ab = \frac{3}{2} \cdot \frac{2z}{\operatorname{tg} \frac{\varphi}{2}} \cdot \frac{h}{\cos \alpha} = \frac{3}{2} \cdot \frac{2h \cdot \operatorname{tg} \alpha}{\operatorname{tg} \frac{\varphi}{2}} \cdot \frac{h}{\cos \alpha} = 3\sqrt{3} \cdot h^2 \cdot \frac{\sin \alpha}{\cos^2 \alpha}$
Vyjádření A_P pomocí h :
$A_P = \frac{1}{2} a \cdot l = \frac{1}{4} a^2 \operatorname{tg} \varphi = h^2 \cdot \frac{\operatorname{tg}^2 \alpha \cdot \operatorname{tg} \varphi}{\operatorname{tg}^2 \frac{\varphi}{2}} = 3\sqrt{3} \cdot h^2 \cdot \operatorname{tg}^2 \alpha$
$\frac{A_S}{h^2} = 3\sqrt{3} \cdot \frac{\sin \alpha}{\cos^2 \alpha}; \quad \frac{A_P}{h^2} = 3\sqrt{3} \cdot \operatorname{tg}^2 \alpha; \quad \frac{A_S}{A_P} = \frac{1}{\sin \alpha}$

Úhel, který svírá výška modifikovaného Berkovičova jehlanu se stěnou jehlanu je $65,27^\circ$, což vyhovuje podmínce stejného poměru projekční plochy ku hloubce vtisku jako má Vickersův jehlan. Podrobné znázornění geometrie Berkovičova indentoru je na obr. A geometrické relace jsou uvedeny v tabulce 4.

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

$$H_{cw} = 1570 \cdot \frac{W}{l^2}. \quad (8)$$

Kde W je velikost zatížení jehlanu v kg a l je výška trojúhelníku změřená na vtisku. Index CH pochází z původního značení mikrotvrlosti, neboť ve starší literatuře je zkouška známa jako zkouška mikrotvrlosti podle Chruščova a Berkoviče. [5]

3.4 Instrumentovaná vnikající zkouška tvrdosti – DSI

Jedním z hlavních důvodů pro vznik nové indentační technik byla snaha o zjištění mechanických vlastností tenkých vrstev. Tradiční zkoušky mikrotvrdosti resp. přístroje nebyly schopny vytvořit tak malé zatížení, aby nebyl samotnou indentací ovlivněn i substrát na němž byla vrstva nanese. Požadavkem bylo, aby celková hloubka vtisku byla rovna 10% z celkové hloubky vrstvy. A jestliže se vytvořil vtisk dle daného požadavku, nebylo možné jeho rozměry v klasickém tj. optickém mikroskopu přesně změřit. Rozměry vtisku se musely proměřit elektronovým mikroskopem, což práci prodlužovalo a znesnadňovalo, určování mikro, resp. ultramikrotvrdosti se stávalo nepohodlným.

Metoda DSI (Depth Sensing Indentation) pro niž byl zvolen český ekvivalent Instrumentovaná vnikající zkouška tvrdosti má své počátky v sedmdesátých letech 20 století (Bulychev a Alekin). Zásadní vylepšení metodologie, analýzy a schromáždění dat provedli až Oliver a Pharr na počátku let osmdesátých. Principem metody je, že měřící přístroj detekuje současně okamžitou změnu hloubky průniku indentoru do zkoumaného materiálu v závislosti na plynulém nárůstu/poklesu zatížení v průběhu celého zatěžovacího a odlehčovacího procesu. Grafickým zpracováním dat vzniká charakteristická indentační křivka zatížení-hloubka vtisku. Díky možnosti napojení měřícího přístroje na PC jsou průběhy zkoušek ihned zaznamenány současně s vyhodnocením některých materiálových parametrů. [5]

Číselná hodnota tvrdosti se obecně definuje jako podíl působící maximální velikosti síly F_{\max} a zbytkové kontaktní (styčné) plochy vtisku A_s :

$$H = \frac{F_{\max}}{A_s}. \quad (9)$$

Identační křivky

Hlavním cílem identančních mikro- a nanotechnik je určení mikro- a nanotvrdosti a současně elastického modulu zkoušeného vzorku, zaznamenáním průběhu hodnot působícího zatížení na indentor a hloubky průniku indentoru. Experimentální data se získávají vždy působící zatížení narůstá ze své nulové hodnoty do svého maxima a poté z maximální hodnoty zpět do nuly. Jestliže se indentovaný vzorek plasticky deformuje, zůstává v jeho povrchu trvalý vtisk. Velikost vzniklého vtisku (a tedy projekční plocha) je příliš malá

přesné měření optickými technikami, tak jako je tomu u konvekčních zkoušek tvrdosti. Geometrie indentoru a jeho hloubka průniku do materiálu tak poskytují nepřímou informaci o velikosti kontaktní plochy při plném zatížení, ze které se vypočítá průměrný kontaktní tlak a tak i tvrdost. Při odlehčování dochází k tzv. zotavování vtisku tj. materiál se „snaží“ dostat do svého původního tvaru uvolňováním elastických deformací. Zejména u kovů však k zotavení nikdy nedojde v plné míře díky již vzniklé plastické deformaci. Analýza počáteční části elastické relaxace v průběhu odlehčování tak umožňuje určit elastický modul zkoumaného materiálu. Tvary indentačních křivek, respektive křivek poddajnosti jsou si bez ohledu na použitý indentor velice podobné. [5]

Metoda DSI se v praxi používá na širokém rozmanitém množství materiálů, měkkými polymery počínaje a tvrdými uhlíkovými diamantu podobnými vrstvami kouče. Jinými slovy odezva měřeného materiálu na indentaci je hlavním činitelem, který ovlivňuje tvar indentační křivky. Tvar indentační křivky neslouží pouze k výpočtu tvrdosti a modulu pružnosti, ale je zdrojem velmi důležitých informací, které s eprojeví nnáhodným nespojitým průběhem např. fázová transformace, trhliny a delaminace vrstvy.

Avšak, obecně je nutné si uvědomit, že materiály lze rozdělit do čtyř skupin podle reakce na vnější silové působení:

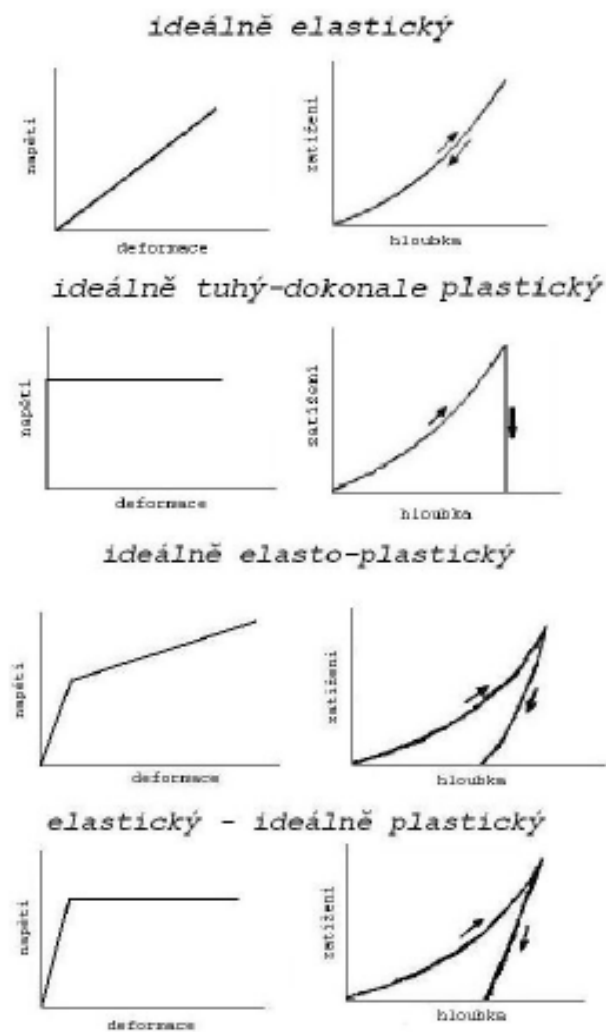
- elastické
- elasticko-plastické
- plastické
- viskoplastické

V případě čisté elastické odezvy na indentaci nenastává žádná plastická deformace tj. žádný viditelný zbytkový vtisk. Napětí, která indentor indukuje ve vzorku se uloží jako elastická deformační energie, která se v průběhu odlehčování zcela uvolní. Výsledkem je, že zatěžovací a odlehčovací křivky spolu vzájemně splývají.

U materiálu čistě plastického během indentace nedochází k elastické deformaci. Jestliže uvnitř vzorku nedošlo k rozvoji elastické deformace v průběhu zatěžování, je výsledkem celého indentačního cyklu zatížení/odlehčení vtisk, jehož hloubka odpovídá hloubce při maximálně zatíženém indentoru. [5]

Většina materiálů, zejména strojírenských, reaguje na vnější zatížení elasticko-plasticky a jejich indentační křivky tak tvoří střed mezi indentačními křivkami, které vy-

tváří předchozí dvě skupiny materiálů. Zatěžující křivka, (resp.její tvar), elastoplastického materiálu je dána jak elastickou, tak plastickou deformací indentovaného materiálu. [5]



Obr. 12. Porovnání odezvy materiálu na jednoosé a víceosé namáhání.

Je nutné poznamenat, že zatím neexistuje teorie, která by přesně popisovala proces indentace do elasticko-plastického materiálu. Analytická řešení vedou ke složitým nelineárním rovnicím s množstvím parametrů, popisujících chování materiálu, za pomoci metody konečných prvků (FEM). Problémem při vyhodnocování naměřených hodnot je přesné určení velikosti plastické a elastické složky hloubky vtisku. [5]

3.5 Mikrotvrdość dle Hanemanna

Mikrotvrdość HV se stanoví podle vztahu: $HV = 1854,4 \cdot \frac{F}{d^2}$

$$HV = 1854,4 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (10)$$

Fzkušební zatížení , v N*1,02.10²

daritmetický průměr dvou délek úhlopříček d_1, d_2 v μm

$d_{1,2} = m \cdot \delta$velikost úhlopříčky v μm

mpočet dílků na bubínku okuláru

δjmenovitá hodnota dílku

3.5.1 Zkušební zatížení

Zkušební zatížení pro zkoušku mikrotvrdości dle Vickerse na mikrotvrdoměru dle Hanemanna uvádí tab. 1. V porovnání s normovanou metodou lze měřit na tomto typu mikrotvrdoměru velmi nízké hodnoty (HV 0,005), ale chybí zde možnost měřit mikrotvrdość HV 0,015 a HV 0,025. [4]

Tab. 5. Zkušební zatížení na mikrotvrdoměru dle Hanemanna

Zkouška mikrotvrdości		
Symbol tvrdości	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]	Hmotnost závaží [g] = zatížení [p]
HV 0,005	0,04903	5
HV 0,01	0,09807	10
HV 0,02	0,1961	20
HV 0,05	0,4903	50
HV 0,1	0,9807	100

II. PRAKTICKÁ ČÁST

4 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem diplomové práce bylo stanovení mikrotvrlosti polymerů metodou DSI na MICRO-COMBI TESTERU. Mikrotvrlost byla stanovena u polymeru PA 12 při aplikovaném zatížení 0,5 N, 1 N, 5 N, na ozářených zkušebních tělesech s dávkami beta záření 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy a 199 kGy.

Postup při vypracování diplomové práce:

1. Vypracování teoretické části
2. Příprava zkušebních vzorků
3. Měření mikrotvrlosti
4. Vyhodnocení naměřených hodnot

5 MĚŘENÝ MATERIÁL

Zkouška mikrotvrlosti byla prováděna na materiálu PA12. Materiál byl ozářen dávkami 33, 66, 99, 132, 165 a 199 kGy při zatížení 0,5 N, 1 N a 5 N. Tento proces se nazývá ionizační nebo-li radiační záření. Mezi základní druhy záření patří záření alfa, beta, gama a neutronové záření.

5.1 Materiál PA

Polyamidy jsou pevné a houževnaté. Mají vysokou odolnost proti opotřebení a dobře tlumí nárazy a chvění. Odolávají teplotám do 80°C. Polyamidů je několik typů s odlišnými vlastnostmi. Některé z nich navlhají na vzduchu, což má za následek zvětšování rozměrů součástí. Z polyamidů se vyrábějí kluzná ložiska a ozubená kola pro provoz bez mazání (výhodné v textilním a potravinářském průmyslu, kde by mazivo výrobky znečišťovalo), šrouby, pojistné matice, kladky, kliky, závěsy apod. Vysokou pevnost (200 MPa) a dobrou rozměrovou stabilitu má polyamid, který je plněný skleněnými vlákny (dá se vstříkovat, ale nesmí se obrábět, protože by přezraná skleněná vlákna způsobovala velký otěr při provozu součástí). [2]

Jedná se o materiál s pravidelnou krystalickou strukturou, tepelně a rozměrově stabilizovaný. Vyznačují se dobrou chemickou a tepelnou odolností (od -40°C do + 100°C), s dobrými kluznými a tlumícími vlastnostmi. Je dále také odolný vůči tečení a stárnutí i při teplotách do 150°C.

Polyamidy se vyznačují především vysokou pevností a odolností proti oděru. Dělíme je do několika skupin. Nejdůležitější z nich jsou:

- PA 6
- PA 66
- PA 12

5.1.1 Základní vlastnosti PA 12

Hustota: 1,01 g/cm³

Modul pružnosti v tahu: 1500 MPa

Teplota taveniny případně zesklivatění: 180°C

Napětí na hranici kluzu: 46 MPa

Min. teplota použití: -70°C

Max. teplota krátkodobá/dlouhodobá: 150/95°C

PA 12 se zpracovává vstřikováním a vytlačováním.

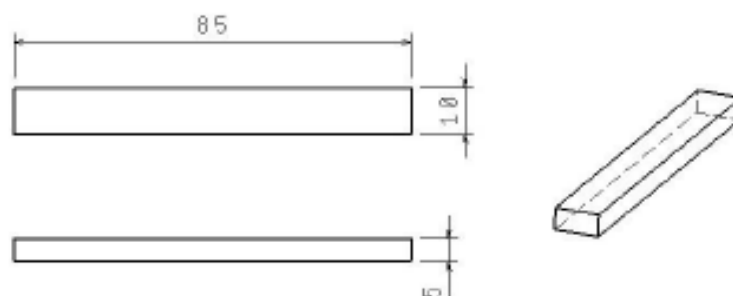
Použití: výroba strojů, vozidel

Mezi jejich významné vlastnosti patří:

1. nízká nasákavost
2. vysoká rozměrová stálost
3. dobrá obrobiteľnosť
4. odolnosť proti rázům

5.2 Rozměr a tvar tělísek

Tvar a rozměry zkušební vzorku jsou uvedené na obr.



Obr. 13. Tvar a rozměry zkušebních vzorků

6 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ

Záření neboli radiace je proces, při kterém dochází k přenosu energie prostorem. Tento přenos energie může být uskutečňován dvěma druhy mechanismů:

- **Časové proměnné pole** – šíří se prostorem ve formě vln, ty se odpoutávají od zdroje a přenášejí do prostoru část energie z tohoto zdroje (např. elektromagnetické vlny). Rovnice těchto polí mají vlnové šíření.
- **Pohybující se částice** – jsou eliminovány zdrojem, velkou rychlostí letí prostorem a přenášejí tak kinetickou energii, hybnost a popřípadě i elektrický náboj, ze zdroje do okolního prostoru. [6]

Ionizujícím zářením nazýváme takové záření, jehož kvanta mají natolik vysokou energii, že jsou schopna vyrážet elektrony s atomového obalu a tím látku ionizovat. Toto záření je ve formě záření korpuskulárního a elektromagnetického. [6]

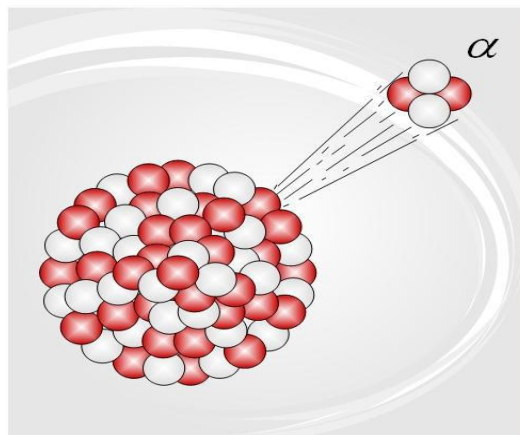
- **Korpuskulární záření** – je druh částicového záření představující proud částic o uspořádaném pohybu s nenulovou klidovou hmotností, pohybující se rychlostí menší než rychlost světla. Zachovává si svou existenci i po zastavení pohybu. Mezi toto záření se řadí záření α, β^- elektrony, β^+ (pozistory), protonové záření p^+ , neutronové záření n^0 , atd.
- **Elektromagnetické záření** – je záření ve tvaru příčné vlny charakterizované dvěma na sebe navzájem kolmými vektory (intenzitou elektrického pole a magnetickou indukcí). Kvanta tohoto záření nemají klidovou hmotnost, jsou to kvanta vlnění, pohybující se rychlostí světla (fotony – záření γ). [6]

6.1 Základní druhy záření

6.1.1 Zářetí alfa α

Jako částice alfa se v částicové fyzice označuje jádro helia. Jde vlastně o atom helia, z něhož byl odstraněn elektronový obal. Tato částice se označuje symbolem α nebo He^{2+} . Tvoří ji dva protony a dva neutrony. Proud α částic se označuje jako záření alfa. Vzhledem k velikosti částic alfa záření jde o nejslabší druh jaderného záření, který může být odstíněn

i listem papíru. Alfa částice se pohybují poměrně pomalu a mají malou prolínavost. Protonové i neutronové číslo α částice je rovno 2. Radioaktivní přeměně, při které je uvolňována alfa částice, tzv. alfa rozpad, podléhá např. uran ^{238}U . Při alfa rozpadu se z jádra atomu uvolní 2 neutrony a 2 protony. Tato alfa částice se začne pohybovat od mateřského jádra. Částice alfa jsou vyzařovány a některými radioaktivními jádry atomů, tzv. alfa zářiči. Počáteční rychlost uvolňovaných částic alfa je charakterizována pro každý izotop. Pokud na částice záření působí elektrické nebo magnetické pole, lze tuto rychlost určit a tak konkrétně izotop detektovat. [6]



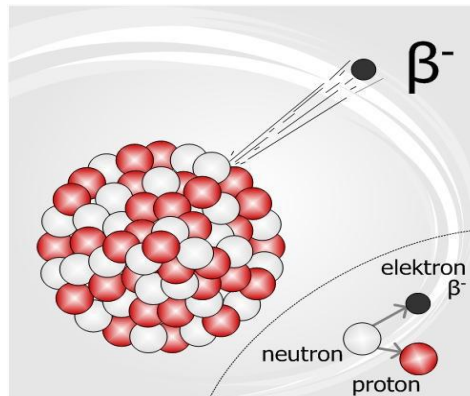
Obr. 14. Záření alfa [6]

6.1.2 Záření beta β

Záření beta přirozených radioaktivních prvků je složeno ze záporných elektronů, proto je přesněji označujeme jako β^- , abychom je odlišili od záření beta některých umělých radioaktivních nuklidů, složených z kladných pozitronů β^+ . Tyto částice jsou vysílány radioaktivními jádry prvků při beta rozpadu. Pohybují se velmi rychle, rychlostí dosahující 99% rychlosti světla. Nesou kladný nebo záporný elektrický náboj a jejich pohyb může být tedy ovlivňován elektrickým polem. Jejich pronikavost je větší než u alfa částic, mohou pronikat materiály s nízkou hustotou nebo malou tloušťkou, k jejich zastavení stačí vrstva vzduchu silná 1 m nebo kovu o šířce 1 mm.

Jednomu typu přeměny beta podléhá bismut ^{212}B . Při ní se v jádře atomu přemění neutron na proton, elektron a antineutron. Proton zůstane v jádře a elektron s antineutronem jádro

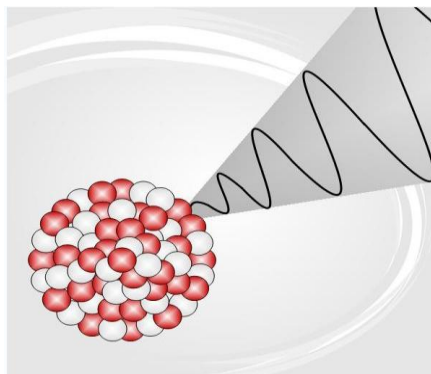
opustí. Pohybující se elektron se stane beta zářením. Nové jádro má o jeden proton více. Beta rozpadem bismutu pak vzniká polonium ^{212}Po . [6]



Obr. 15. Záření beta [6]

6.1.3 Záření gama γ

Záření gama je vysoce energetické elektromagnetické záření vznikající při radioaktivních a jiných jaderných a subjaderných dějích. Patří mezi záření s velmi krátkou vlnovou délkou, která vzniká v jádrech některých radioaktivních prvků jako cesium, thorium, iridium či kobalt. Často je definováno jako záření o energii fotonů nad 10 keV. To souvisí se skutečností, že hranice není stanovena uměle, ale tyto druhy záření se rozlišují dle svého zdroje, při čemž se samo záření jinak fyzikálně neliší. Do materiálů proniká lépe než záření alfa nebo záření beta, ale je méně ionizující. [6]



Obr. 16. Záření gama [6]

6.1.4 Neutronová záření

Vedle tří hlavních druhů záření existuje také záření neutronové. Lze jej vyvolat uměle v jaderných reaktorech nebo při jaderné explozi. Proud rychle letících neutronů má vysokou pronikavost díky tomu, že nesnese elektrický náboj, a nemůže tak ztrácet energii přímou ionizací. [7]

Gelová zkouška materiálu

Zkouška byla provedena navážkou 1g ozářeného materiálu ionizačním zářením, navážená s přesností na tři desetinná místa. Rozpouštědlo pro PA není nutno použít. Rozpustí se amorfni část polyamidu, sesíťovaná část se nerozpouští. Na tři desetinná místa se zvaží chlazený zbytek a porovná se původní hmotností.

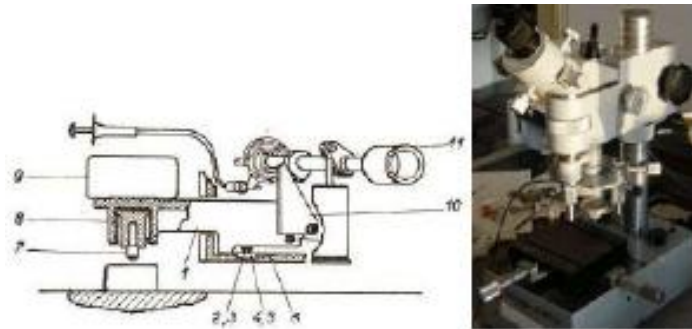
Uvádí se v procentech jako stupeň sesíťování.

7 PŘÍSTROJE K MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI

7.1 Mikrotvrdoměr Durimet

Má podobnou konstrukci jako ty PMT – 3. Podobá se celkovou koncepcí, liší se v provedení zatěžovaného mechanismu.

Přístroj Durimet je určený pro zkoušky mikrotvrdoměry podle Vicekrse a Knoop a můžeme na něm provádět i vrypové zkoušky. Rozsah zatažení je od 15 do 500 g. [8]



Obr. 17. Schéma mikrotvrdoměru Durimet [8]

(1 – dvojramenná páka, 2, 3 – ocelové hroty, 4, 5 – opěrné desky, 6 – listová pružina, 7 – diamantový hrot, 8 – ocelové dráty, 10 – trojúhelníková deska, 11 – hlavice k ručnímu odtažení)

7.2 Hannemanův tvrdoměr

Patří mezi nejpoužívanější a nejstarší metody pro hodnocení struktur materiálu. Provádí se na metalografických mikroskopech Neochot nebo Epityp. Skládá se ze 2 částí. Z nástavce obsahující zkušební těleso, zatahovací mechanismus a měřící optiky. [8]

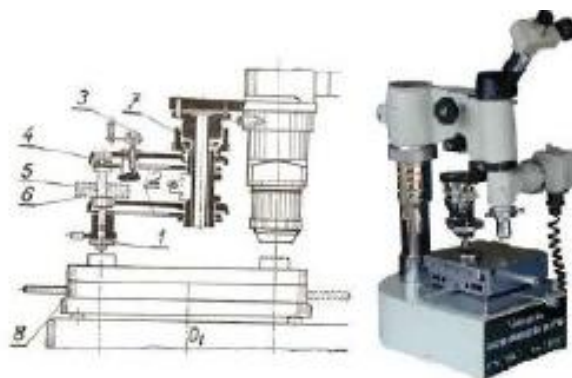


Obr. 18. Nástavec a měřící optika mikrotvrdoměru

Hanneman [8]

7.3 Mikrotvrdoměr PMT-3

Je konstruovaný jako samostatný přístroj. Zkušební těleso má tvar čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° . [8]



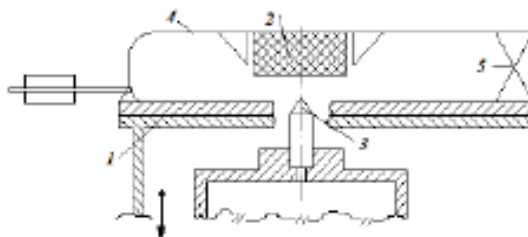
Obr. 19. Mikrotvrdoměr PMT [8]

(+ - nástavec s diamantem, 2 – listové pružiny, 3 – aretační mechanismus, 4 – pevná konzola, 5 – vertikální držák, 6 – závaží, 7 – stavěcí matice, 8 – otočný stůl)

7.4 Bergsmannův tvrdoměr

Slouží v kombinaci s metalografickým mikroskopem, nemá však diamant umístěný přímo v objektivu. Nástavec s diamantem se nasazuje do mikroskopu tak, že je diamant

přímo v optické ose a po vytvoření otláčku se nástavec vymění za objektiv. Přístroj pracuje se zatížením 1 až 200 gramů. [8]



Obr. 20. Schéma Bergsmannova tvrdoměru [8]

(1 – stolek, 2 – měřené těleso, 3 – zkušební těleso (diamant), 4 – páka, 5 – kontakty elektrického obvodu)

7.5 MICRO-COMBI TESTER

Měření bylo prováděno na přístroji MICRO-COMBI TESTER firmy CSM. Aplikované zatížení bylo 0,5 N, 1 N a 5 N. Na každém vzorku probíhalo měření 9x.



Obr. 21. Popis přístroje CSM

(1 – měřící hlava, 2 – univerzální držák vzorků, 3 – X posun, 4 – Y posun, 5 – Z posun, 6 – optický mikroskop, 7 – modulová hlava, 8 – anti-vibrační sloup, 9 – Optický senzor, 10 – horní kryt stolu)

8 ZKOUŠKA MIKROTVRDOSTI

8.1 Výsledky z měření mikrotvrdomosti

Zkouška mikrotvrdomosti byla u zkušebního tělesa ozářeného příslušnou dávkou ozáření měřena vždy 9x. Výsledky měření jsou graficky znázorněny a vyhodnoceny.

8.1.1 Výsledky mikrotvrdomosti při aplikovaném zatížení 0,5 N

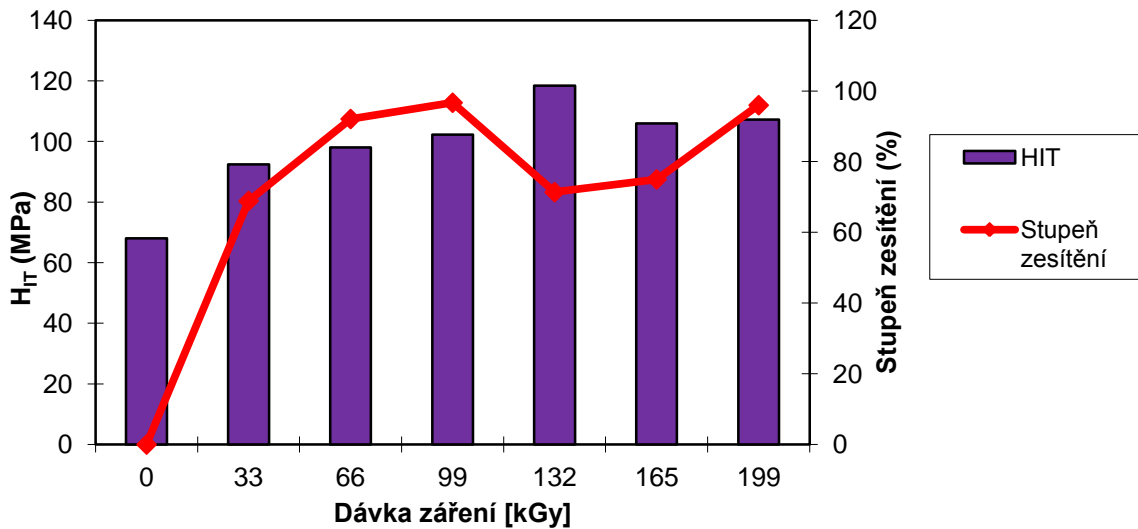
Tab. 6. Naměřené hodnoty při aplikovaném zatížení 0,5 N

	H _{IT} (MPa)	E _{IT} (GPa)	E _r (GPa)	E* (GPa)	HV(Vickers)	CIT(%)	RIT (%)
0 kGy	68,02	1,05	1,16	1,16	6,42	11,77	-0,04
33 kGy	92,41	1,56	1,71	1,71	8,72	8,55	-0,06
66 kGy	98,02	1,61	1,77	1,77	9,25	8,26	-0,03
99 kGy	102,26	1,64	1,79	1,80	9,65	8,55	-0,05
132 kGy	118,43	1,77	1,94	1,94	11,18	8,11	-0,07
165 kGy	105,94	1,68	1,85	1,85	10,00	7,73	-0,09
199 kGy	107,27	1,69	1,86	1,86	10,12	7,60	-0,01

Tab. 7. Střední kvadratická odchylka aritmetického průměru

	H _{IT} (MPa)	E _{IT} (GPa)	E _r (GPa)	E* (GPa)	HV(Vickers)	CIT(%)	RIT (%)
0 kGy	2,55	0,02	0,02	0,02	0,24	0,39	0,06
33 kGy	2,73	0,02	0,03	0,03	0,26	0,23	0,05
66 kGy	3,77	0,04	0,04	0,04	0,36	0,31	0,04
99 kGy	3,64	0,03	0,03	0,03	0,34	0,24	0,05
132 kGy	33,83	0,25	0,27	0,27	3,19	1,07	0,05
165 kGy	3,76	0,03	0,04	0,04	0,36	0,20	0,07
199 kGy	3,48	0,03	0,03	0,03	0,33	0,22	0,08

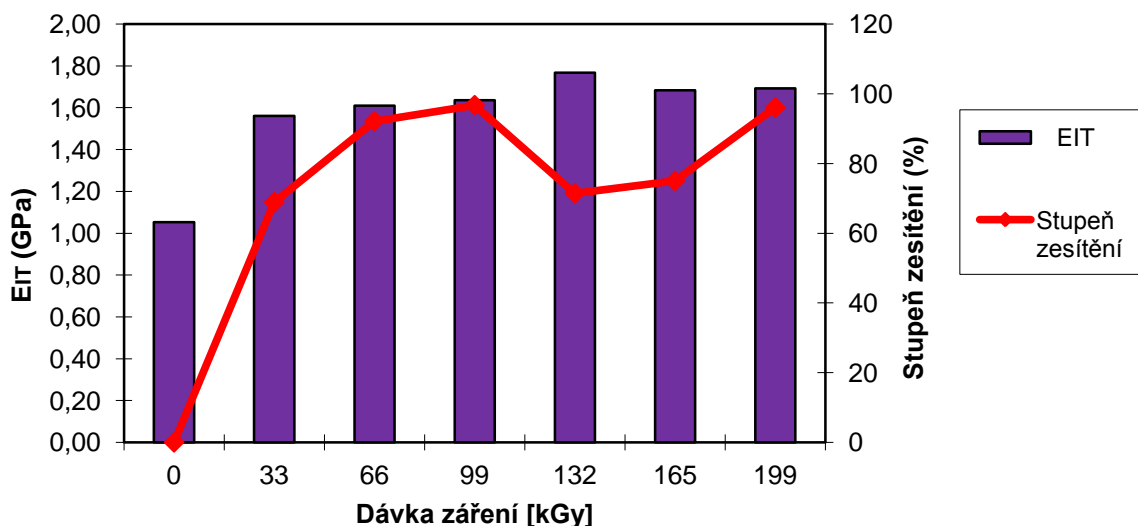
- **Vtisková tvrdost**



Obr. 22. Vtisková tvrdost aplikovaná při zatížení 0,5 N

Největší hodnota vtiskové tvrdosti byla naměřena u dávky záření 132 kGy (118,43 MPa) a naopak nejmenší hodnota byla zjištěna u 0 kGy (68,02 MPa), (Obr. 22, Tab. 6).

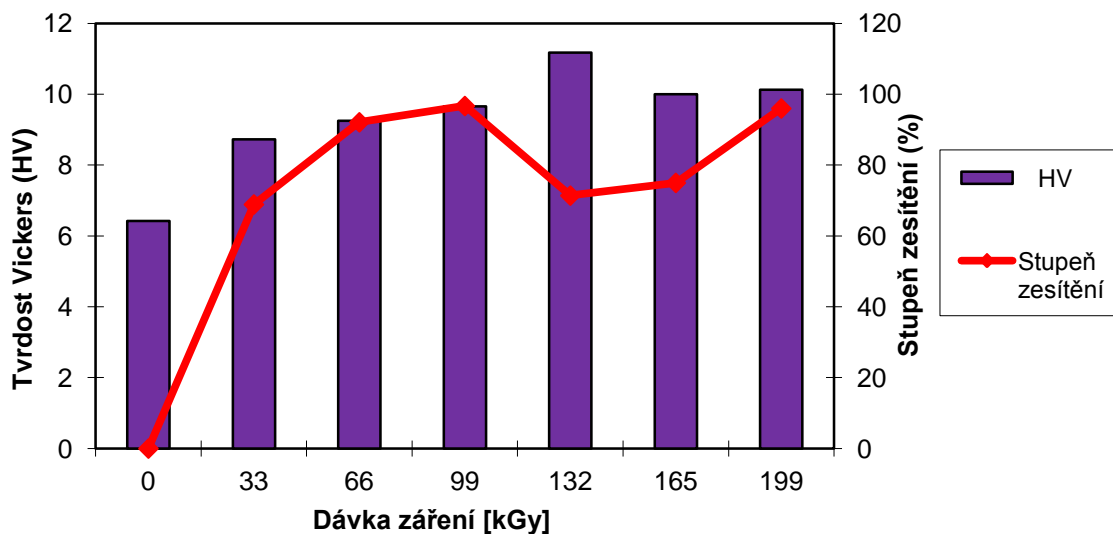
- **Vtiskový modul**



Obr. 23. Vtiskový modul aplikovaný při zatížení 0,5 N

Největší hodnota vtiskového modulu byla zjištěna u dávky záření 132 kGy (1,77 GPa), zatím co nejnižší hodnota byla dosažena u 0 kGy (1,05 GPa), (Obr. 23, Tab. 6).

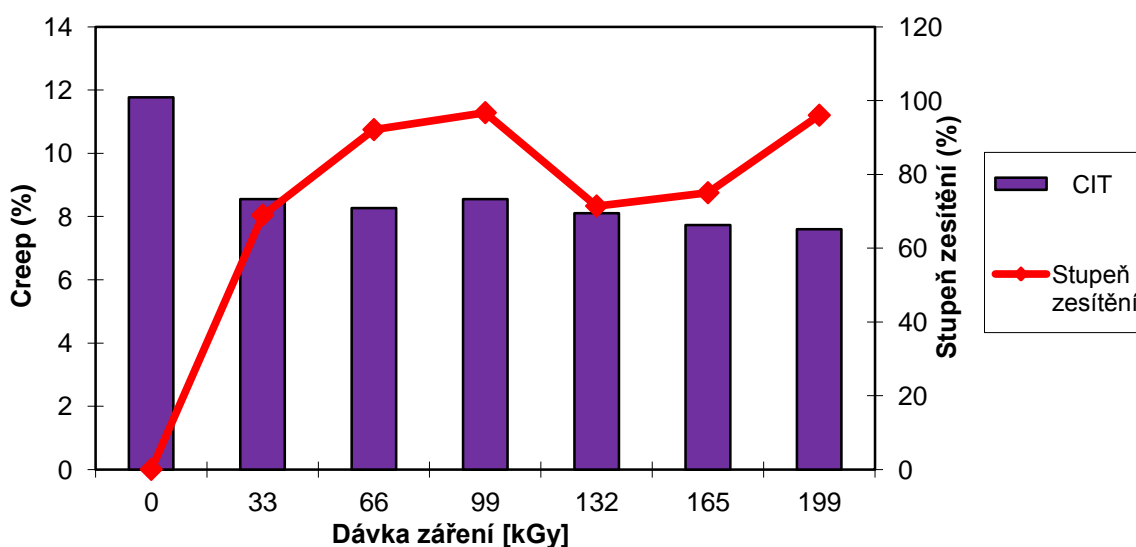
- **Tvrdotost**



Obr. 24. Tvrdotost při aplikovaném zatížení 0,5 N

Nejmenší hodnota při měření tvrdosti pomocí Vicekrsovy metody byla zjištěna u 0 kGy (6,42 HV) a naopak největší hodnota byla naměřena u dávky ozáření 132 kGy (11,18 HV), (Obr. 24, Tab. 6).

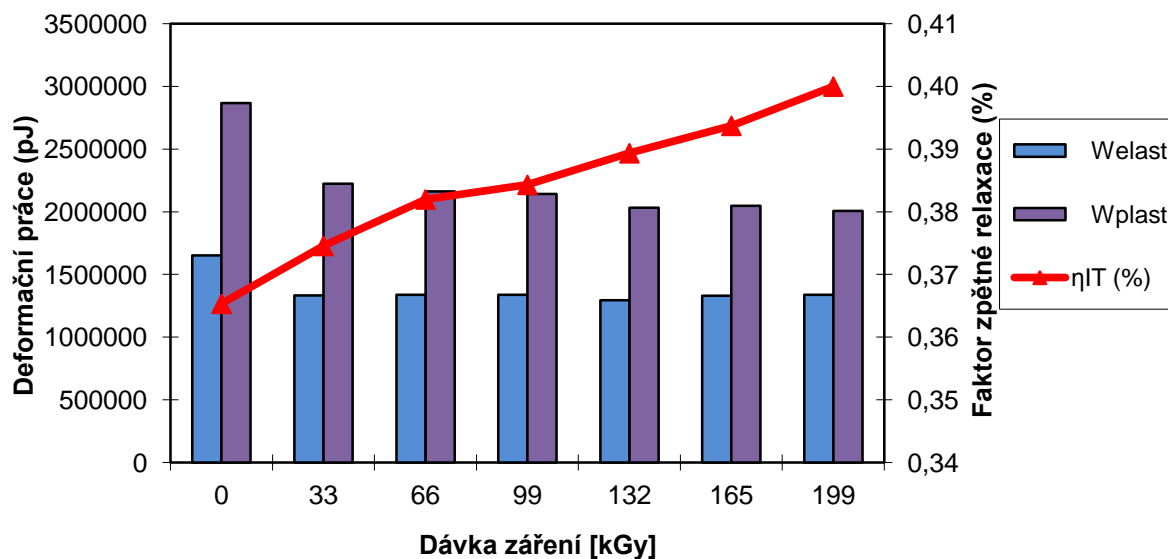
- **Creep**



Obr. 25. Creep při aplikovaném zatížení 0,5 N

Nejmenší hodnota creepu u zkoušky mikrotvrdoti byla naměřena u dávky záření 199 kGy (7,60 %) a naopak nejvyšší hodnota creepu je u dávky záření 0 kGy (11,77 %), (Obr. 25, Tab. 6).

- Elastická a plastická deformační práce



Obr. 26. Elastická a plastická deformační práce při aplikovaném zatížení 0,5 N

Největší hodnota elastické deformační práce byla naměřena u dávky záření 0 kGy (1650913 pJ), naopak nejmenší u dávky záření 132 kGy (1295312 pJ).

U plastické deformační práce byla nejmenší naměřená hodnota u dávky záření 199 kGy (2006333 pJ), zatímco největší hodnota byla zjištěna při zkoušce mikrotvrlosti u dávky záření 0 kGy (451899 pJ), (Obr. 26, Tab. 6).

8.1.2 Výsledky mikrotvrlosti při aplikovaném zatížení 1 N

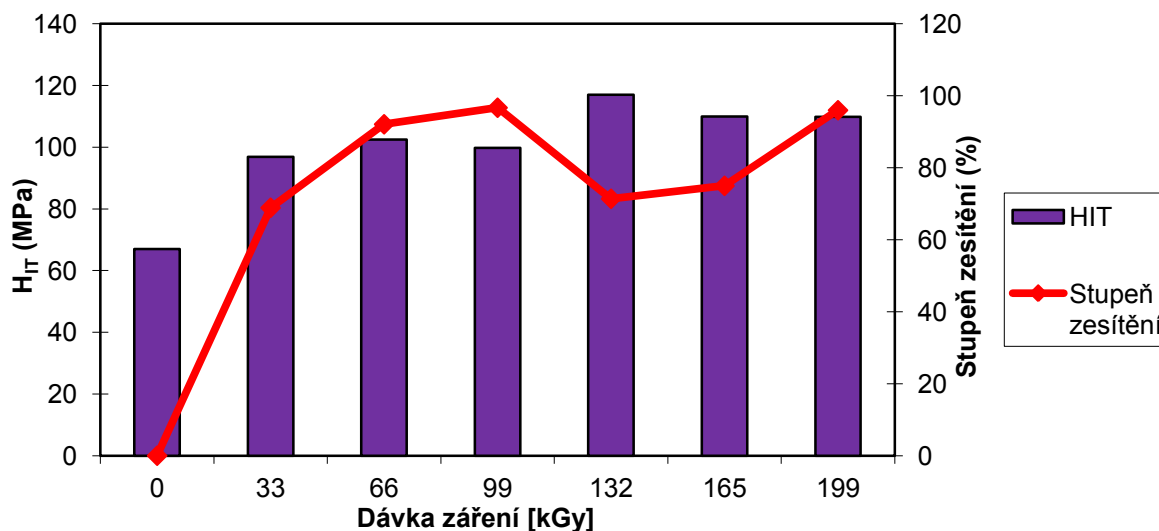
Tab. 8. Naměřené hodnoty při aplikovaném zatížení 1 N

	H _{IT} (MPa)	E _{IT} (GPa)	E _r (GPa)	E* (GPa)	HV(Vickers)	CIT(%)	RIT (%)
0 kGy	67,04	1,02	1,12	1,13	6,33	11,68	-0,04
33 kGy	96,83	1,57	1,72	1,72	9,14	8,43	-0,06
66 kGy	102,51	1,59	1,75	1,75	9,68	8,65	-0,04
99 kGy	99,75	1,57	1,72	1,72	9,41	8,77	-0,06
132 kGy	117,05	1,73	1,90	1,90	11,05	7,90	-0,06
165 kGy	109,92	1,68	1,85	1,85	10,38	7,66	-0,06
199 kGy	109,81	1,67	1,83	1,83	10,36	7,66	-0,04

Tab. 9. Střední kvadratická odchylka aritmetického průměru

	H _{IT} (MPa)	E _{IT} (GPa)	E _r (GPa)	E* (GPa)	HV(Vickers)	CIT(%)	RIT (%)
0 kGy	1,71	0,02	0,02	0,02	0,16	0,26	0,01
33 kGy	3,60	0,03	0,03	0,03	0,34	0,18	0,02
66 kGy	2,00	0,02	0,02	0,02	0,19	0,17	0,03
99 kGy	7,47	0,06	0,06	0,06	0,71	0,63	0,02
132 kGy	17,16	0,12	0,14	0,14	1,62	0,61	0,02
165 kGy	2,97	0,02	0,03	0,03	0,28	0,20	0,04
199 kGy	2,62	0,02	0,02	0,03	0,25	0,17	0,04

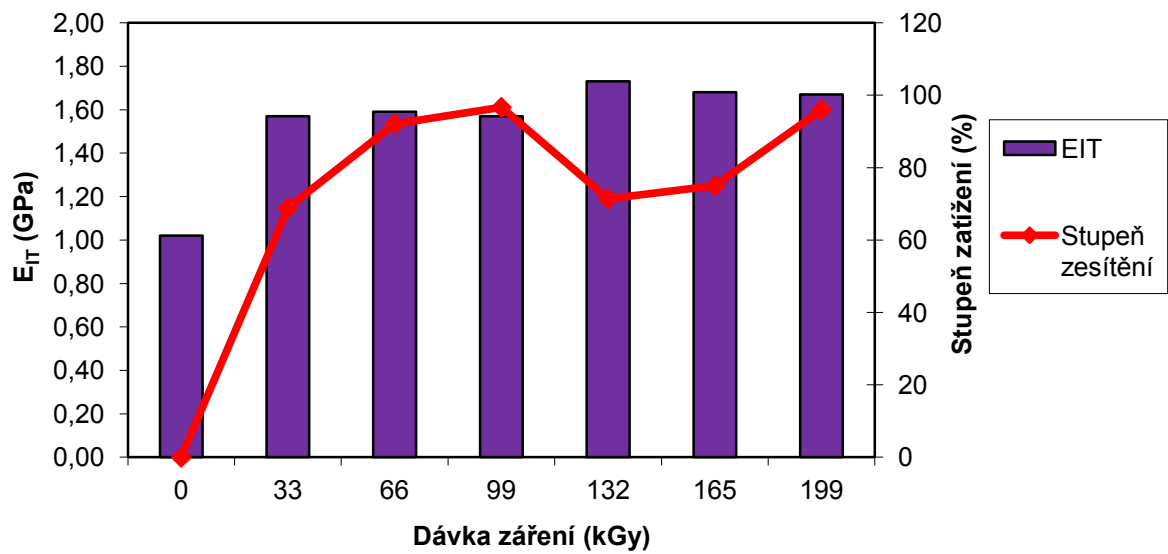
- Vtisková tvrdost



Obr. 27. Vtisková tvrdost při aplikovaném zatížení I N

Při zkoušce mikrotvrlosti byla největší hodnota zjištěna u dávky ozáření 132 kGy (117,05 MPa), zatím co nejmenší hodnota při zkoušce mikrotvrlosti byla naměřena u dávky ozáření 0 kGy (67,04 MPa), (Obr. 27, Tab. 8).

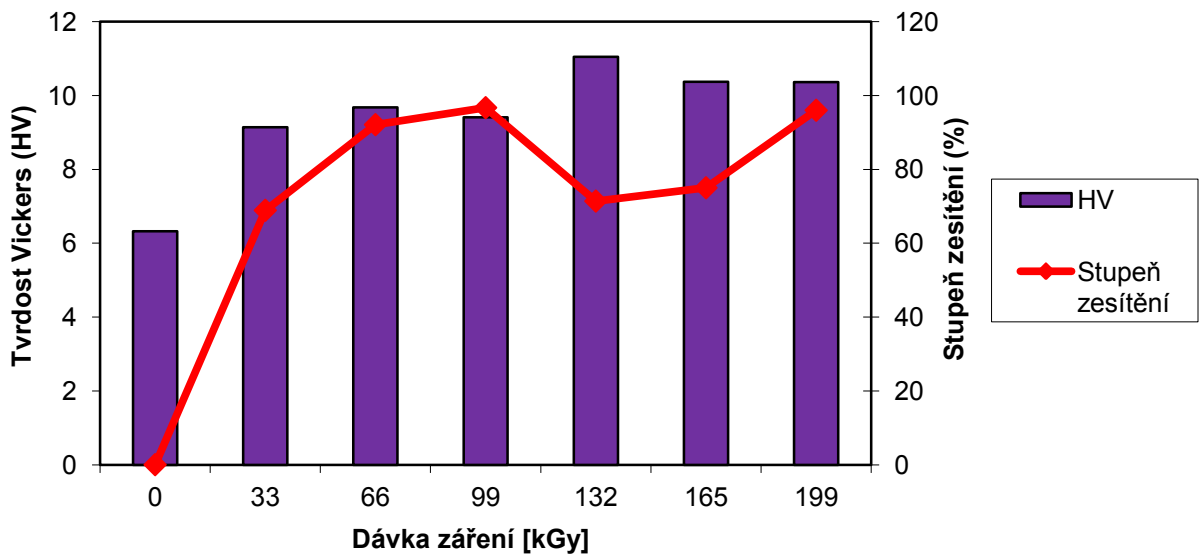
- **Vtiskový modul**



Obr. 28. Vtiskový modul aplikovaný při zatížení 1 N

Nejmenší hodnota u vtiskového modulu (E_{IT}) byla naměřena u dávky záření 0 kGy (1,02 GPa), naopak největší hodnota byla naměřena u dávky záření 132 kGy (1,73 GPa), (Obr. 28, Tab. 8).

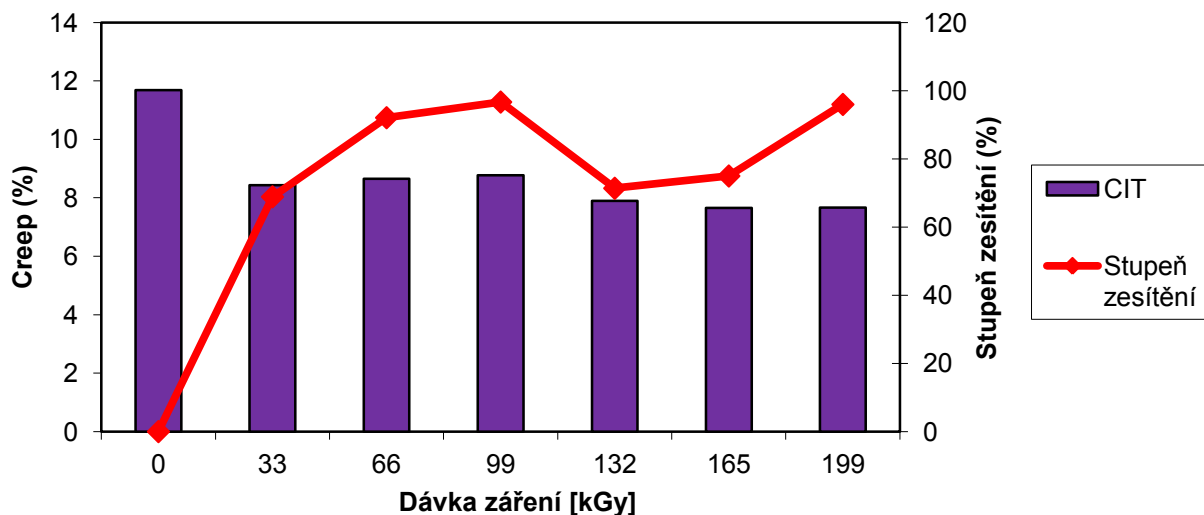
- **Tvrдост**



Obr. 29. Tvrдост při aplikovaném zatížení 1 N

Z výsledků měření tvrdosti (HV) byla zjištěna nejmenší hodnota u dávky záření 132 kGy (11,05 HV) a nejnižší hodnoty bylo naměřeno u dávky záření 0 kGy (6,33 HV), (Obr. 29, Tab. 8).

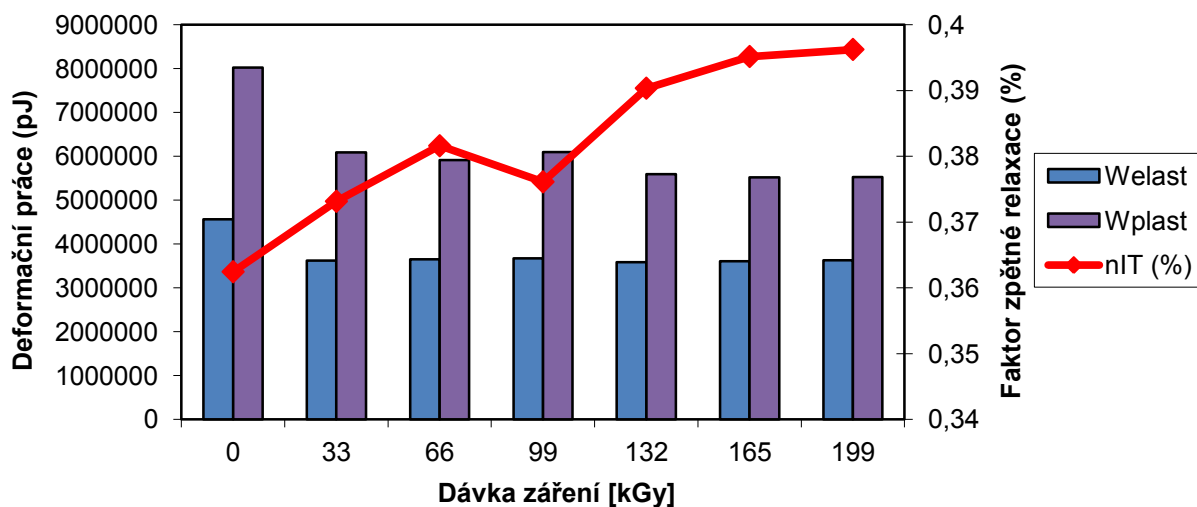
- Creep



Obr. 30. Creep při aplikovaném zatížení 1 N

Nejnižší naměřená hodnoty u creepu je u dávky záření 165 kGy a 199 kGy (7,66 %) a nevyšší hodnota dávky záření byla zjištěná u 0 kGy (11,68 %), (Obr. 30, Tab. 8).

- Elastická a plastická deformační práce



Obr. 31. Elastická a plastická deformační práce při aplikovaném zatížení 1 N

Z výsledku měření mikrotvrdomosti bylo zjištěné, že největší hodnota plastické deformační práce je u dávky záření 0 kGy (4558955 pJ), zatím co nejmenší u 132 kGy (3582019 pJ), (Obr. 31, Tab. 8).

Nejmenší hodnota elastické deformační práce byla zjištěna u dávky záření 165 kGy (5515887 pJ) a naopak největší hodnota byla naměřená u dávky záření 0 kGy (8019944 pJ), (Obr. 31, Tab. 8).

8.1.3 Výsledky mikrotvrdomosti při aplikovaném zatížení 5 N

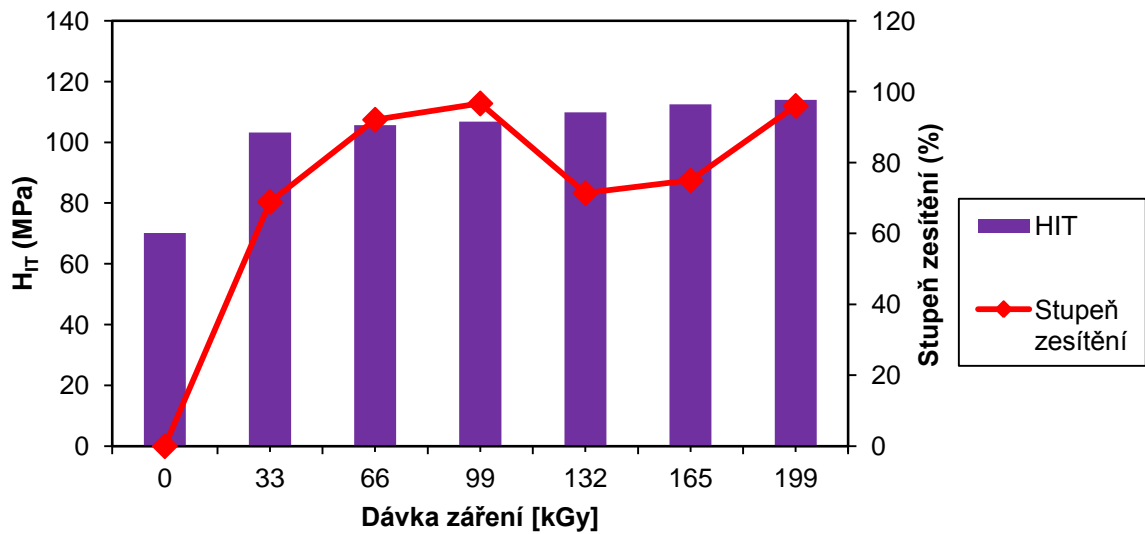
Tab. 10. Naměřené hodnoty při aplikovaném zatížení 5 N

	H _{IT} (MPa)	E _{IT} (GPa)	E _r (GPa)	E* (GPa)	HV(Vickers)	CIT(%)	RIT (%)
0 kGy	70,14	1,08	1,18	1,18	6,62	10,97	-0,03
33 kGy	103,27	1,64	1,80	1,81	9,75	8,40	-0,04
66 kGy	105,66	1,65	1,81	1,82	9,97	8,17	-0,05
99 kGy	106,79	1,66	1,83	1,83	10,08	8,25	-0,05
132 kGy	109,83	1,70	1,86	1,87	10,37	7,87	-0,05
165 kGy	112,53	1,72	1,89	1,89	10,62	7,74	-0,06
199 kGy	113,94	1,74	1,90	1,91	10,75	7,46	-0,04

Tab. 11. Střední kvadratická odchylka aritmetického průměru

	H _{IT} (MPa)	E _{IT} (GPa)	E _r (GPa)	E* (GPa)	HV(Vickers)	CIT(%)	RIT (%)
0 kGy	1,55	0,02	0,02	0,02	0,15	0,14	0,01
33 kGy	0,83	0,01	0,01	0,01	0,08	0,12	0,01
66 kGy	1,49	0,01	0,02	0,02	0,14	0,12	0,01
99 kGy	1,28	0,01	0,01	0,01	0,12	0,18	0,03
132 kGy	1,78	0,01	0,02	0,02	0,17	0,08	0,01
165 kGy	0,94	0,01	0,01	0,01	0,09	0,09	0,01
199 kGy	1,15	0,01	0,02	0,02	0,11	0,14	0,03

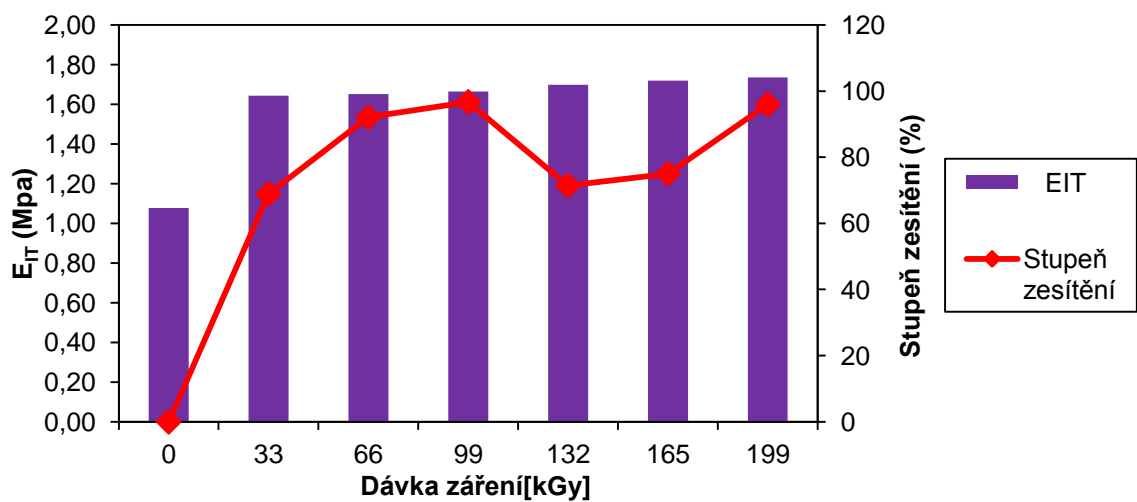
- **Vtisková tvrdost**



Obr. 32. Vtisková tvrdost při aplikovaném zatížení 5 N

Z naměřených hodnot při zkoušce mikrotvrdomosti vyplynulo, že nejmenší hodnota u vtiskové tvrdosti (H_{IT}) je u dávky záření 199 kGy (113,94 MPa), naopak největší hodnota byla zjištěna u dávky záření 0 kGy (70,14 MPa), (Obr. 32, Tab. 10).

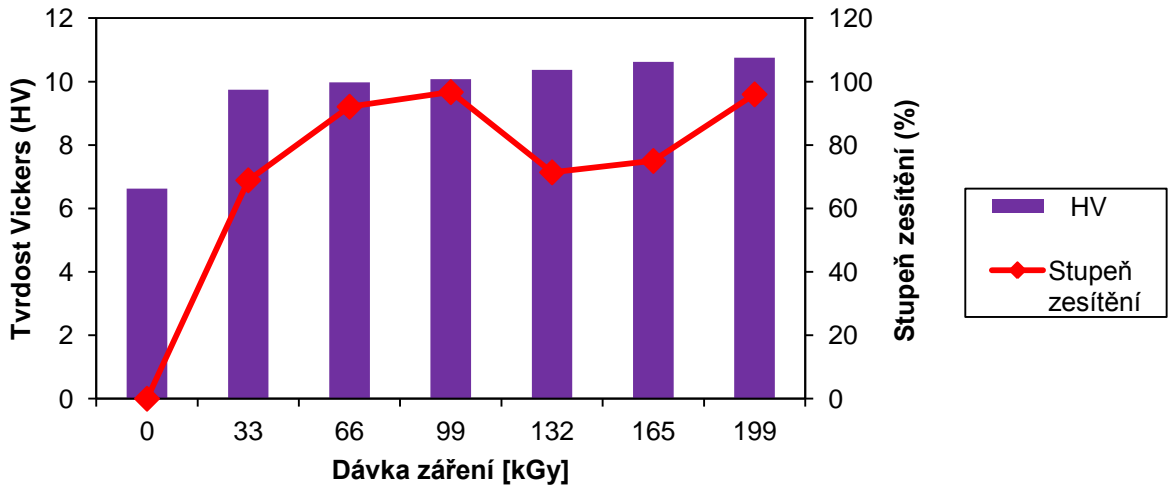
- **Vtiskový modul**



Obr. 33. Vtiskový modul při aplikovaném zatížení 5 N

Nejvyšší hodnota vtiskového modulu pružnosti byla naměřena u dávky záření 199 kGy (1,74 GPa), zatím co nejmenší hodnota u dávky záření 0 kGy (1,08 GPa), (Obr. 33, Tab. 10).

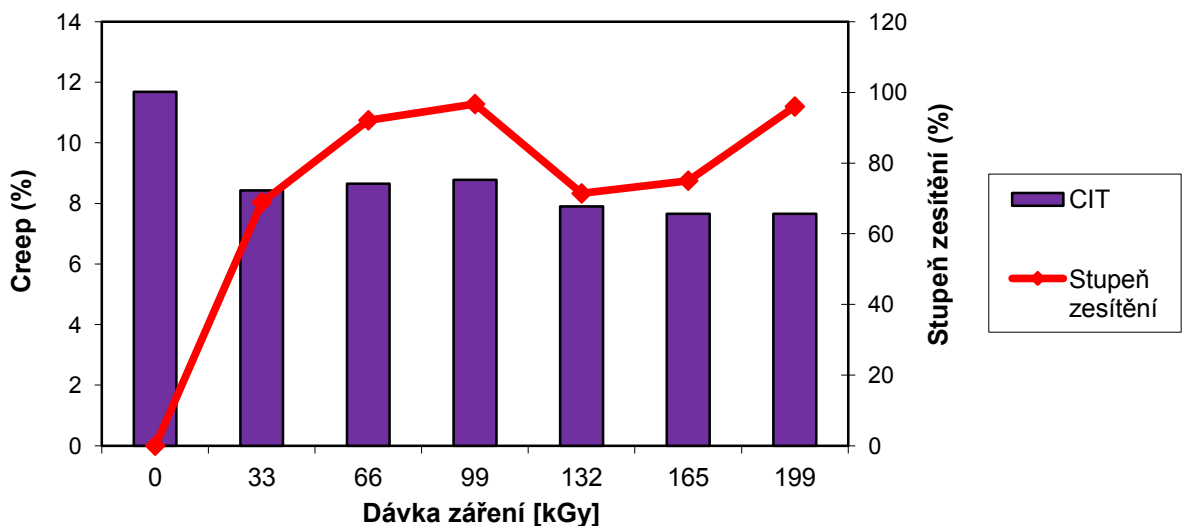
- **Tvrdoost**



Obr. 34. Tvrdoost při aplikovaném zatížení 5 N

Nejvyšší hodnota tvrdosti (HV) při zkoušce mikrotvrdoosti byla naměřena u dávky záření 199 kGy (10,75 HV). Naopak nejmenší hodnota tvrdosti byla zjištěna u dávky záření 0 kGy (6,62 HV), (Obr. 34, Tab. 10).

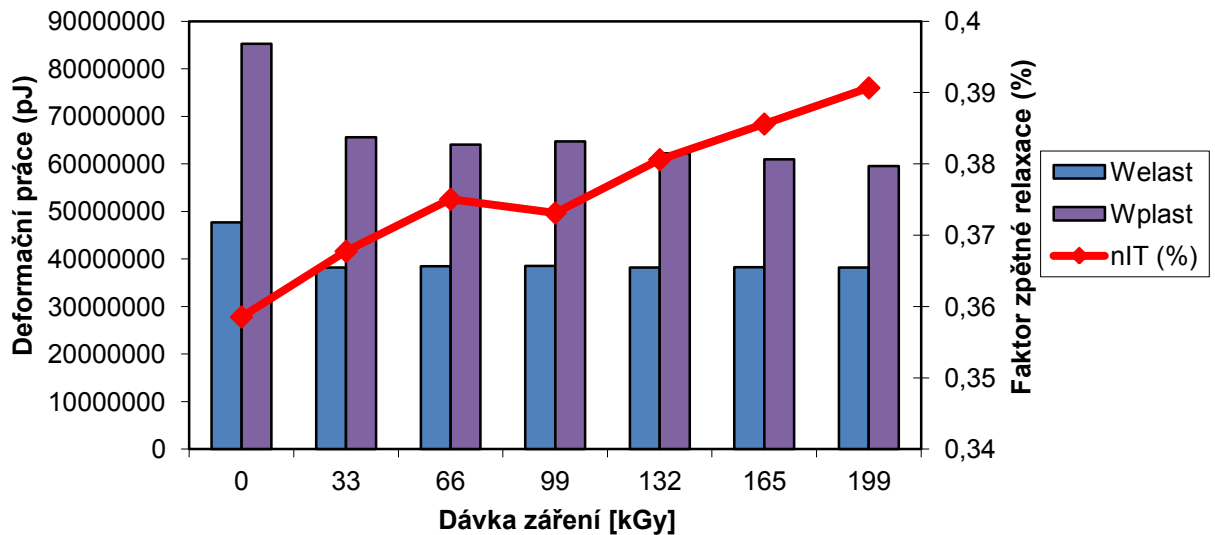
- **Creep**



Obr. 35. Creep při aplikovaném zatížení 5 N

Z výsledku měření vyplývá, že nejvyšší hodnota creepu je u dávky záření 0 kGy (10,97 %), zatímco nejmenší hodnoty bylo dosaženo u dávky záření 199 kGy (7,46 %), (Obr. 35, Tab. 10).

- **Elastická a plastická deformační práce**



Obr. 36. Elastická a plastická deformační práce při aplikovaném zatížení 5 N

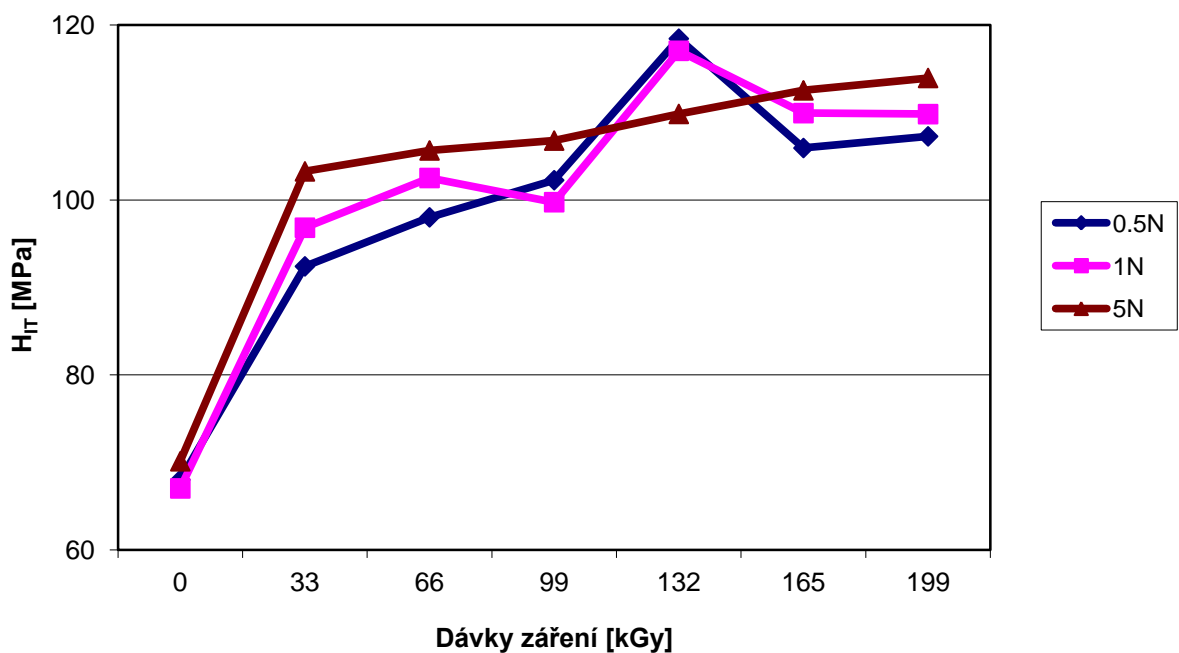
Největší hodnota elastické deformační práce byla zjištěna u dávky záření 0 kGy (47656105 pJ) a naopak nejmenší u dávky záření 33 kGy (38137002 pJ).

Nejmenší plastická deformační práce při měření mikrotvrdosti byla zjištěna u dávky záření 199 kGy (59534173 pJ), zatímco největší měření proběhlo u dávky záření 0 kGy (85260671 pJ), (Obr. 36, Tab. 10).

9 DISKUZE VÝSLEDKU

V praktické části diplomové práce bylo provedeno měření mikrotvrdomosti metodou DSI. Materiál PA 12 modifikovaný beta zářením byl ozářen dávkami 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy a 199 kGy při aplikovaném zatížení 0,5 N, 1 N a 5 N.

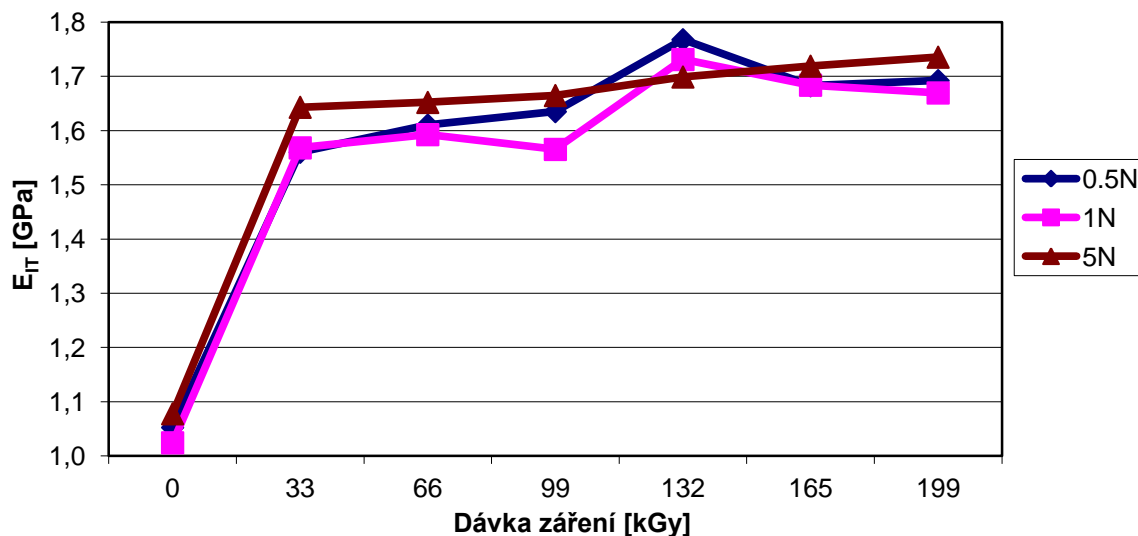
- **Vtisková tvrdost**



Obr. 37. Vtisková tvrdost (H_{1r}) ozářené dávkami 33 – 199 kGy

Z naměřených hodnot při zkoušce mikrotvrdomosti vyplynulo, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti byly dosaženy u dávky ozáření 132 kGy při zatížení 0,5 N a 1 N. Pokud se podíváme na výsledky při zatížení 5 N, zjistíme, že nejvyšší hodnota vtiskové tvrdosti byla zjištěna u dávky ozáření 199 kGy. Nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti dosáhl neozářený PA 12. Narůst hodnot vtiskové tvrdosti u ozářeného PA 12 byl o 57% vyšší než u PA 12 neozářeného, v důsledku zesítní části struktury. Stupeň zesítnění u dávky ozáření 132 kGy nevykazoval nejvyšší hodnoty. Ty byly naměřeny u dávky ozáření 199 kGy. Narůst hodnot vtiskové tvrdosti si můžeme vysvětlit dodatečnou krystalizací amorfni části a tím zvýšení odolnosti proti vnikání indentoru do struktury PA 12 (Obr. 37).

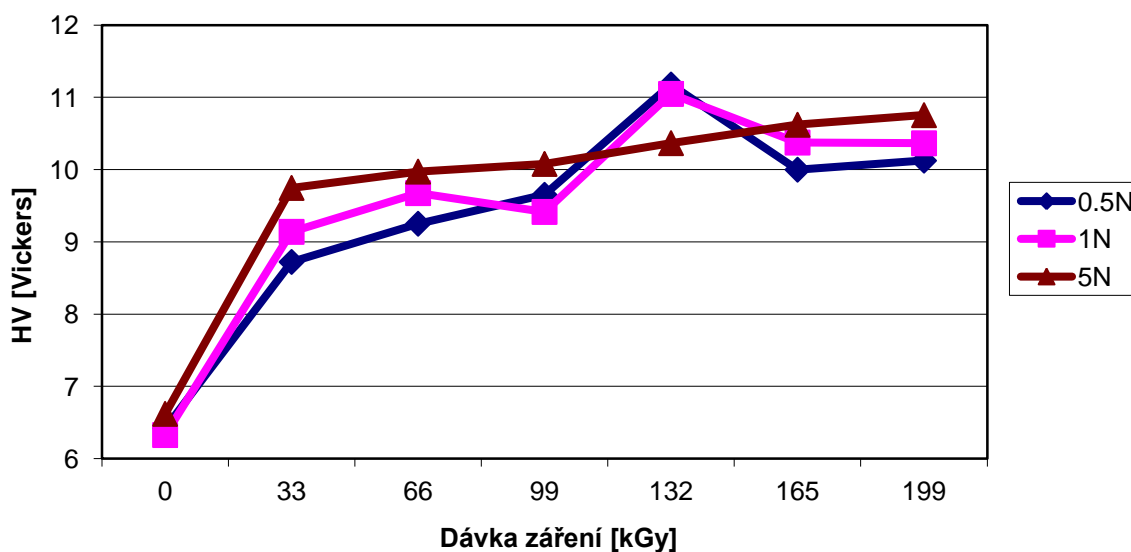
- **Vtiskový modul**



Obr. 38. Vtiskový modul pružnosti (E_{IT}) ozářené dávkami 33 – 199 kGy

Hodnoty vtiskového modulu charakterizující mikrotuhost povrchové vrstvy při zkoušce mikrotvrdosti dosáhly nejvyšších hodnot při všech aplikovaných zatížení 0,5 N, 1 N a 5 N u dávky ozáření 132 kGy. Nejmenší hodnoty byly zjištěny u neozářeného PA 12. Nárůst hodnot mikrotuhosti povrchové vrstvy byl u dávky ozáření 132 kGy o 77% vyšší v porovnání s neozářeným PA 12. Nárůst hodnot mikrotuhosti si můžeme vysvětlit kombinací dodatečné krystalizace amorfní části a síťováním struktury PA 12 (Obr. 38).

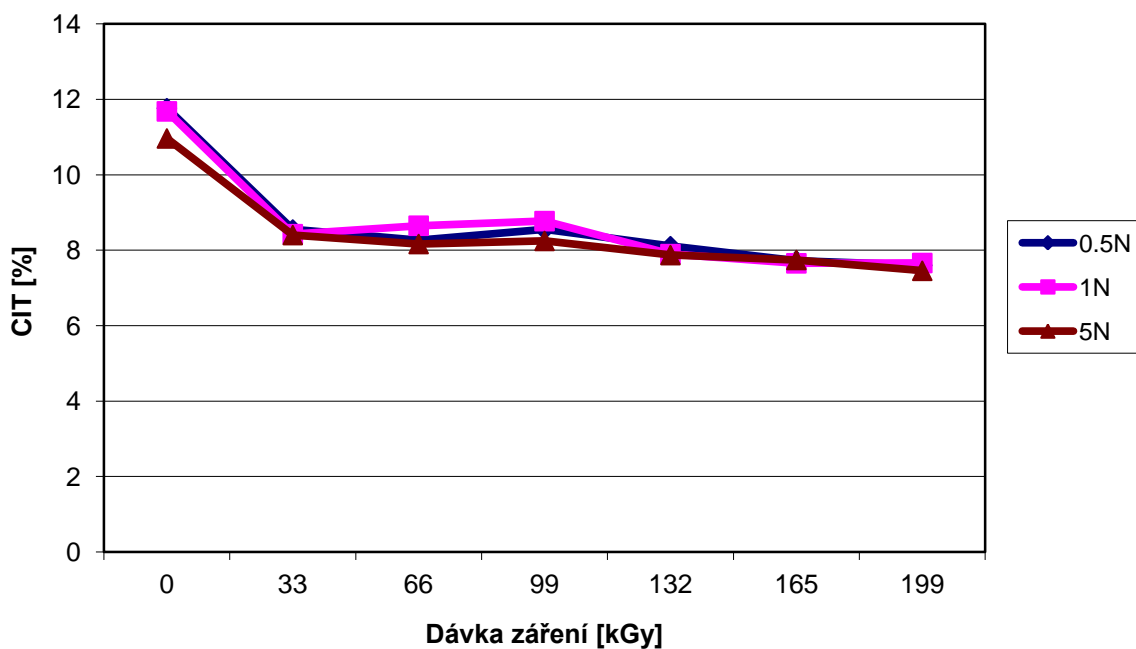
- **Tvrdost HV**



Obr. 39. Tvrdost (HV) ozářené dávkami 33 – 199 kGy

Z naměřených hodnot při zkoušce mikrotvrdomosti vyplynulo, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti byly dosaženy u dávky ozáření 132 kGy při zatížení 0,5 N a 1 N. Pokud se podíváme na výsledky při zatížení 5 N, zjistíme, že nejvyšší hodnota vtiskové tvrdosti byla zjištěna u dávky ozáření 199 kGy. Nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti dosáhl neozářený PA 12. Narůst hodnot vtiskové tvrdosti u ozářeného PA 12 byl o 57% vyšší než u PA 12 neozářeného, v důsledku zesílení části struktury. Stupeň zesílení u dávky ozáření 132 kGy nevykazoval nejvyšší hodnoty. Ty byly naměřeny u dávky ozáření 199 kGy. Narůst hodnot vtiskové tvrdosti si můžeme vysvětlit dodatečnou krystalizací amorfni části a tím zvýšení odolnosti proti vnikání indentoru do struktury PA 12 (Obr. 39).

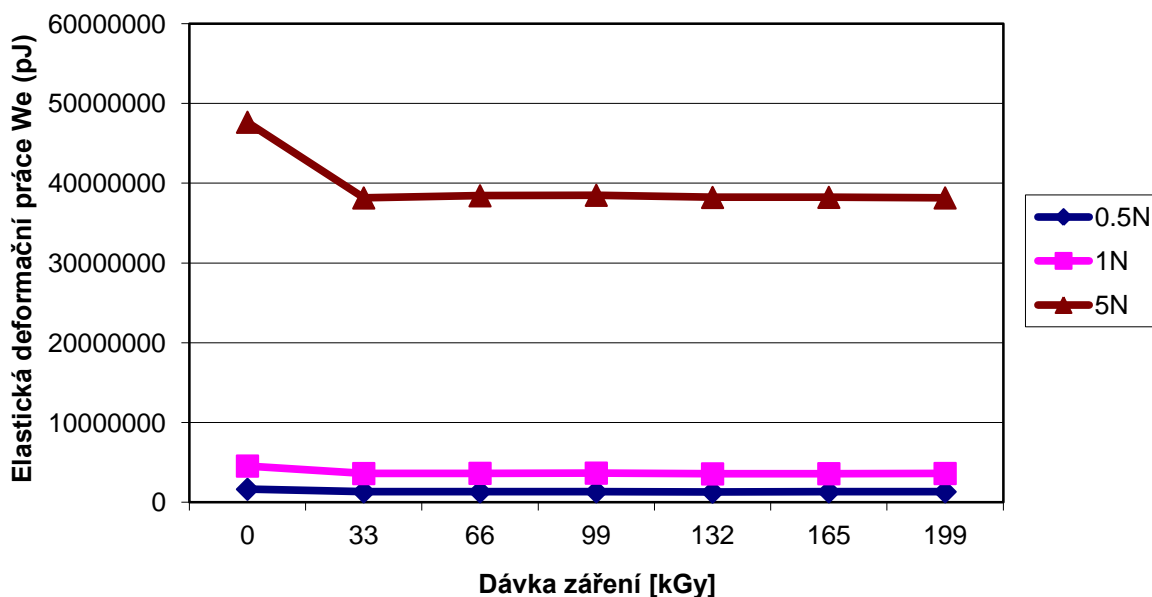
- Creep



Obr. 40. Creep při dávkách záření 33 – 199 kGy

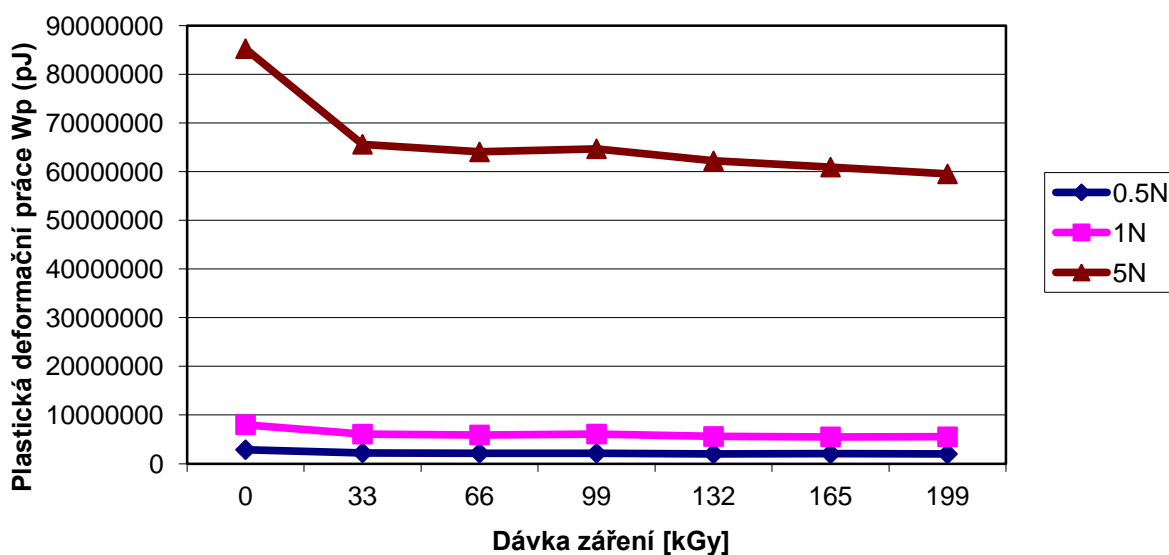
Pokud hovoříme o odolnosti proti konstantnímu zatížení v průběhu času, je z naměřených výsledků creepu patrné, že nejvyšší hodnoty creepu byly naměřeny u neozářeného PA 12, zatímco nejmenších hodnot bylo dosaženo u PA 12 ozářeného dávkou ozáření 199 kGy. Při této dávce ozáření byla také zjištěna nejvyšší hodnota stupně zesílení. Výraznější narůst zesílení může mít za následek zvýšení odolnosti proti deformaci v průběhu času. (Obr. 40).

- **Elastická deformační práce**



Obr. 41. Elastická deformační práce při dávce záření 33 – 199 kGy

- **Plastická deformační práce**



Obr. 42 Plastická deformační práce při dávce záření 33 – 199 kGy

Z výsledků měření elastické a plastické deformační práce byly zjištěny nejmenší hodnoty při dávce záření 199 kGy a aplikovaném zatížení u všech aplikovaných zatížení, zatímco největší hodnoty byly dosaženy u neozářeného PA 12 (Obr. 42). Jak je patrné z obrázku 41 a 42, se zvyšující se dávkou ozáření klesají hodnoty jak elastické, tak plastické deformační

práce. Se zvyšujícím se stupněm zesílení dochází u povrchové vrstvy kaučukovitému chování a vrstva se stává odolnější vůči aplikovanému zatížení (Obr. 41).

ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo provést měření mikrotvrdosti polymeru PA 12 modifikovaného beta zářením metodou DSI na mikrotvrdoměru MicroCombi testeru.

Materiál byl ozáren dávkami 33, 66, 99, 132, 165 a 199 kGy. Zkušební tělesa byla měřena se zatěžující silou 0,5 N, 1 N a 5 N. Na každém zkušebním tělese bylo měření provedeno 9x. Poté byly výsledky vyhodnoceny a graficky znázorněny.

Z naměřených výsledků vyplývá, že hodnoty vtiskové tvrdosti a tvrdosti Vikcers se díky ozáření zvýšily v průměru o 57%. Nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti a tvrdosti Vickers byla zjištěny u dávky ozáření 132 kGy.

Pokud hovoříme o hodnotách mikrotuhosti povrchové vrstvy, byly naměřeny nejmenší hodnoty u neozářeného PA 12. Nejvyšších hodnot mikrotuhosti bylo dosaženo u dávky ozáření 132 kGy o to v průměru o 75% v porovnání s neozářeným PA 12.

U creepu byla nejvyšší hodnota změřena u PA 12 neozářeného, nejmenší hodnoty bylo dosaženo u PA 12 ozářeného dávkou 199 kGy, což představuje pokles o 37%. Hodnoty elastické i plastické deformační práce byly naměřeny nejvyšší u neozářeného PA 12 a s rostoucí dávkou ozáření klesaly. Nejmenší pak byly zjištěny u dávky ozáření 199 kGy.

Ozařování PA12 má dle naměřených výsledků své opodstatnění. Zlepšení vlastností je možné využít v průmyslové sféře. Využití je možné zejména u povrchově namáhaných součástí jako jsou např. ozubená kola apod.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MACHEK, V., SODOMKA, J. *Nauka o materiálu. 4. část. Polymery a kompozity s polymerní maticí.*, 1. vydání. Praha : nakladatelství ČVUT, 2008. 86 s. ISBN 978-80-01-03927-4
- [2] SKÁLOVÁ, J., KOUTSKÝ, J., MOTYČKA, V. *Nauka o materiálech.* 4. vydání. Plzeň: Západočeská univerzita, 2010. 232 s. ISBN 978-80-7043-874-9
- [3] HLUCHÝ, M., KOLOUCH, J. *Strojírenská technologie I.* 4. vydání. Praha : nakladatelství Scientia, 2007. 266s. ISBN 978-80-86960-26-5.
- [4] DOLEŽAL, P., PACAL, B. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálu.* Brno : VUT 2006. 41 s.
- [5] DUŠEK, J. *Tvrdost, Mikrotvrdost, nanotvrdost – čisté kovy měřené metodou DSI.* Brno, 2008. 171 s. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [6] Adámek, R., Diplomová práce – *Vliv záření na vlastnosti vybraných plastů.* Zlín UTB 2008. 135 s.
- [7] Vaculík, J., Diplomová práce – *Vlastnosti radiačně síťovaných polymerů.* Zlín UTB 2010. 123 s.
- [8] PÍŠEK, F. *Nauka o materiálu II.* (1. Svazek). Praha: Nakladatelství Československé akademie věd, 1959. 658 s.
- [9] <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-brinell.htm>
- [10] ČSN EN ISO 868. *Plasty a ebonit – Stanovení tvrdosti vtláčováním hrotu tvrdoměru (tvrdost Shore).* Praha: Český normalizační institut, 2003. 12 s.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

HIT	Vtisková tvrdost
EIT	Vtiskový modul pružnosti
We	Elastická deformační práce
Wp	Plastická deformační práce
HV	Tvrdost podle Vickerse
HB	Tvrdost podle Brinella
HR	Tvrdost podle Rockwella
C _{IT}	Creep
E _{IT}	Vtiskový modul
HK	Tvrdost dle Knoop
H _{CH}	Tvrdost dle Berkoviče
H _{IT}	Vtisková tvrdost
W _{total}	Celková deformační práce
F _{max}	Maximální síla
H _c	Hloubka vtisku
S	Plocha
l	Délka úhlopříčky
kGy	Jednotka intenzity záření
KHN	Mikrotvrdost podle Knoop
F	Zatěžující síla [N]
H	Tvrdost
DSI	Depth Sensing Indentation – Instrumentovaná vnikací zkouška
PA	Polyamid
PA 6	Polyamid 6

PA 66 Polyamid 66

PA 12 Polyamid 12

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. Zkouška Brinell [9].....</i>	<i>15</i>
<i>Obr. 2. Zkouška podle Rockwella [9]</i>	<i>16</i>
<i>Obr. 3. Zkouška Vickers [9].....</i>	<i>17</i>
<i>Obr. 4. Měření tvrdosti podle Shoreho [10].....</i>	<i>18</i>
<i>Obr. 5. Podstata zkoušky tvrdosti dle Vickerse [4]</i>	<i>21</i>
<i>Obr. 6. Nejmenší tloušťka zkušebního tělesa.....</i>	<i>22</i>
<i>Obr. 7. Porovnání stupnic tvrdosti</i>	<i>23</i>
<i>Obr. 8. Tvar vrcholu vnikacího tělesa při velkém zatížení</i>	<i>25</i>
<i>Obr. 9. Zkouška dle Knoop [4]</i>	<i>25</i>
<i>Obr. 10. Tvar vrcholu vnikacího tělesa při velkém zatížení</i>	<i>28</i>
<i>Obr. 11. Schéma pravidelného tříbokého jehlanu – Berkovičův indentor.....</i>	<i>29</i>
<i>Obr. 12. Porovnání odezvy materiálu na jednoosé a víceosé namáhání.....</i>	<i>33</i>
<i>Obr. 13. Tvar a rozměry zkušebních vzorků</i>	<i>38</i>
<i>Obr. 14. Záření alfa [6]</i>	<i>40</i>
<i>Obr. 15. Záření beta [6]</i>	<i>41</i>
<i>Obr. 16. Záření gama [6]</i>	<i>41</i>
<i>Obr. 17. Schéma mikrotvrdoměru Durimet [8]</i>	<i>43</i>
<i>Obr. 18. Nástavec a měřící optika mikrotvrdoměru Hanneman [8]</i>	<i>44</i>
<i>Obr. 19. Mikrotvrdoměr PMT [8]</i>	<i>44</i>
<i>Obr. 20. Schéma Bergsmannova tvrdoměru [8].....</i>	<i>45</i>
<i>Obr. 21. Popis přístroje CSM.....</i>	<i>45</i>
<i>Obr. 22. Vtisková tvrdost aplikovaná při zatížení 0,5 N.....</i>	<i>47</i>
<i>Obr. 23. Vtiskový modul aplikovaný při zatížení 0,5 N</i>	<i>47</i>
<i>Obr. 24. Tvrdost při aplikovaném zatížení 0,5 N.....</i>	<i>48</i>
<i>Obr. 25. Creep při aplikovaném zatížení 0,5 N</i>	<i>48</i>

<i>Obr. 26. Elastická a plastická deformační práce při aplikovaném zatížení 0,5 N</i>	49
<i>Obr. 27. Vtisková tvrdost při aplikovaném zatížení 1 N</i>	50
<i>Obr. 28. Vtiskový modul aplikovaný při zatížení 1 N</i>	51
<i>Obr. 29. Tvrdost při aplikovaném zatížení 1 N</i>	51
<i>Obr. 30. Creep při aplikovaném zatížení 1 N</i>	52
<i>Obr. 31. Elastická a plastická deformační práce při aplikovaném zatížení 1 N</i>	52
<i>Obr. 32. Vtisková tvrdost při aplikovaném zatížení 5 N</i>	54
<i>Obr. 33. Vtiskový modul při aplikovaném zatížení 5 N</i>	54
<i>Obr. 34. Tvrdost při aplikovaném zatížení 5 N</i>	55
<i>Obr. 35. Creep při aplikovaném zatížení 5 N</i>	55
<i>Obr. 36. Elastická a plastická deformační práce při aplikovaném zatížení 5 N</i>	56
<i>Obr. 37. Vtisková tvrdost (HIT) ozářené dávkami 33 – 199 kGy</i>	57
<i>Obr. 38. Vtiskový modul pružnosti (EIT) ozářené dávkami 33 – 199 kGy</i>	58
<i>Obr. 39. Tvrdost (HV) ozářené dávkami 33 – 199 kGy</i>	58
<i>Obr. 40. Creep při dávkách záření 33 – 199 kGy</i>	59
<i>Obr. 41. Elastická deformační práce při dávce záření 33 – 199 kGy</i>	60
<i>Obr. 42. Plastická deformační práce při dávce záření 33 – 199 kGy</i>	60

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1. Tvrdost dle Vickerse – oblasti zkušebního zatížení pro kovové materiály</i>	<i>20</i>
<i>Tab. 2. Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Vickerse</i>	<i>24</i>
<i>Tab. 3. Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Knoopa.....</i>	<i>28</i>
<i>Tab. 4. Některé důležité vztahy a relace u třístěnného jehlanu</i>	<i>30</i>
<i>Tab. 5. Zkušební zatížení na mikrotvrdoměru dle Hanemanna</i>	<i>34</i>
<i>Tab. 6. Naměřené hodnoty při aplikovaném zatížení 0,5 N.....</i>	<i>46</i>
<i>Tab. 7. Střední kvadratická odchylka aritmetického průměru.....</i>	<i>46</i>
<i>Tab. 8. Naměřené hodnoty při aplikovaném zatížení 1 N.....</i>	<i>49</i>
<i>Tab. 9. Střední kvadratická odchylka aritmetického průměru.....</i>	<i>50</i>
<i>Tab. 10. Naměřené hodnoty při aplikovaném zatížení 5 N.....</i>	<i>53</i>
<i>Tab. 11. Střední kvadratická odchylka aritmetického průměru.....</i>	<i>53</i>