

# Měření nanotvrdosti polyamidu 11

Kamil Kovář

---

Bakalářská práce  
2015



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická  
Ústav výrobního inženýrství  
akademický rok: 2014/2015

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Kamil Kovář**  
Osobní číslo: **T11254**  
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**  
Studijní obor: **Technologická zařízení**  
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření nanotvrdosti polyamidu 11.**

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 BP.**

Vedoucí bakalářské práce:

**doc. Ing. David Maňas, Ph.D.**

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání bakalářské práce:

**30. ledna 2015**

Termín odevzdání bakalářské práce:

**22. května 2015**

Ve Zlíně dne 9. února 2015

  
doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
děkan



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

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby <sup>1)</sup>;
- 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 <sup>2)</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> 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 <sup>3)</sup> 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, považuji 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 11.5.2015

*Kamil Kovář*

<sup>1)</sup> 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 nahlázení 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.

<sup>2)</sup> 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, užívá-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).

<sup>29</sup> 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). Odpirá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybného 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 jim dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložil, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlídí k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

## **ABSTRAKT**

Hlavním cílem bakalářské práce bylo měření nanotvrdosti povrchové vrstvy polyamidu 11. Zkušební vzorky byly vyrobeny technologií vstřikování, následně byly ozářeny zářením beta v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Nanotvrdost byla měřena na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments. Maximální použité zatížení bylo 10 mN. Naměřené výsledky ukázaly výrazné změny mechanických vlastností povrchové vrstvy zkušebního vzorku.

Klíčová slova: nanotvrdost, beta záření, polyamid 11

## **ABSTRACT**

The aim of this study was to measure the nanohardness of Polyamide 11. The samples were made by injection technology, subsequently were irradiated by beta irradiation at these doses: 0, 33, 66 and 99 kGy. Measurements of nanohardness were made on device NHT2 – Opx/Cpx (CSM Instruments company). Maximum force load 10 mN. The results showed a significant improvement in the mechanical properties of a surface layer of polyamide 11.

Keywords: nanohardness, beta radiation, polyamide 11

Rád bych poděkoval vedoucímu bakalářské práce Ing. Davidovi Maňasovi za odborné vedení, poskytnutí cenných rad, velmi ochotný přístup a soustavnou pozornost, kterou mi věnoval při vypracování bakalářské práce.

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

# OBSAH

<b>ÚVOD .....</b>	<b>10</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST .....</b>	<b>11</b>
<b>1 POLYMERNÍ MATERIÁL.....</b>	<b>12</b>
1.1 ZÁKLADNÍ ROZDĚLENÍ POLYMERŮ .....	12
1.1.1 Elastomery .....	12
1.1.2 Termoplasty.....	12
1.1.3 Reaktoplasty .....	13
1.2 DĚLENÍ POLYMERU Z HLEDISKA VYUŽITÍ.....	15
<b>2 POLYAMID .....</b>	<b>16</b>
2.1 VLASTNOSTI POLYAMIDU .....	16
2.2 ROZDĚLENÍ POLYAMIDŮ .....	16
2.3 VÝROBA A ZPRACOVÁNÍ POLYAMIDU .....	16
2.4 ATMOSFÉRICKÁ DEGRADACE POLYAMIDU .....	17
2.5 ZÁKLADNÍ ZNAČENÍ POLYAMIDŮ .....	17
<b>3 ZKOUŠKA TVRDOSTI .....</b>	<b>18</b>
3.1 ZÁKLADNÍ ROZDĚLENÍ ZKOUŠEK TVRDOSTI .....	18
3.2 STATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI .....	20
3.2.1 Zkouška tvrdosti podle Rockwela .....	20
3.2.2 Zkouška tvrdosti podle Brinella .....	21
3.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse .....	22
3.2.4 Zkouška podle Berkoviche.....	22
3.3 DYNAMICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI .....	23
3.3.1 Durosokop.....	23
3.3.2 Popis zařízení .....	23
3.3.3 Ruční tvrdoměr Poldi.....	24
3.3.4 Shoreho skleroskop.....	25
3.4 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI.....	25
3.4.1 Popis metody .....	25
3.4.2 Zpracování indentačních dat .....	27
<b>4 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI .....</b>	<b>28</b>
4.1 MIKROTVRDOST DLE VICKERSE .....	28
4.2 MIKROTVRDOST DLE KNOOPA .....	29
4.3 MIKROTVRDOST PODLE BERKOVICHE .....	29
<b>5 ZKOUŠKY NANOTVRDOSTI.....</b>	<b>30</b>
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>	<b>31</b>
<b>6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....</b>	<b>32</b>
6.1 CÍL PRÁCE.....	32
6.2 ZKUŠEBNÍ VZORKY .....	33
6.3 VSTŘIKOVACÍ STROJ.....	33
6.3.1 Parametry vstříkování: .....	34
6.3.2 Modifikace zkušební vzorku .....	35



<b>7</b>	<b>MEŘENÍ NANOTVRDOSTI .....</b>	<b>36</b>
	POSTUP MĚŘENÍ.....	37
<b>8</b>	<b>ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT .....</b>	<b>38</b>
<b>9</b>	<b>DISKUZE .....</b>	<b>42</b>
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>45</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....</b>	<b>46</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>48</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>49</b>
	<b>SEZNAM TABULEK .....</b>	<b>51</b>
	<b>SEZNAM PŘÍLOH .....</b>	<b>52</b>

## ÚVOD

Tématem bakalářské práce je měření povrchové vrstvy polyamidu 11. Měření tvrdosti je jednou z nejstarších zkoušek materiálů. Hlavní výhodou zkoušek tvrdosti je rychlost, opakovatelnost a především jednoduchost měření.

Tvrdost lze definovat jako odolnost povrchu proti místní deformaci vyvolané zatěžovacím tělesem. Podstatou zkoušky je vtlačování definovaného tělesa při určitých podmínkách do povrchu zkušebního tělesa. Měření tvrdosti spočívá ve stanovení vztahu mezi silou vtlačující indentor a plochou vtisku, která po odlehčení hrotu vznikne.

Hlavním cílem bakalářské práce je měření nanotvrdosti povrchové vrstvy PA 11. Testovaný vzorek byl modifikován beta zářením, a to v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Praktická část popisuje přípravu vzorku a vyhodnocení naměřených hodnot s grafickým znázorněním. V teoretické části jsou popsány základní metody měření tvrdosti.

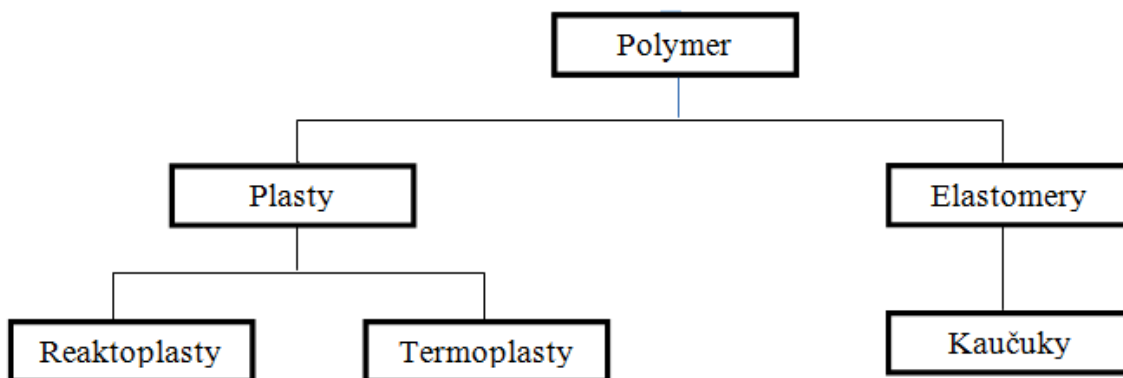
## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 POLYMERNÍ MATERIÁL

Základní rozdělení polymerních materiálu je na přírodní a syntetické látky. Polymery jsou chemické látky neobvyklé šíře vlastností, obsahující ve svých obrovských molekulách zpravidla atomy uhlíku, kyslíku a vodíku. Často obsahují i dusík, chlór a další jiné prvky. Polymerní materiál se nachází ve formě tuhého materiálu, ale v určitém bodě zpracování ho v podstatě nalezneme i v kapalném stavu. Ten dovoluje materiálu za působení tlaku a tepla, udělit materiálu konečný tvar.[1]

### 1.1 Základní rozdělení polymerů

Polymery jsou rozděleny do dvou skupin. První je skupina elastomeru, druhá skupina je tvořena plasty.[1]



Obr. 1 Základní rozdělení polymerů

#### 1.1.1 Elastomery

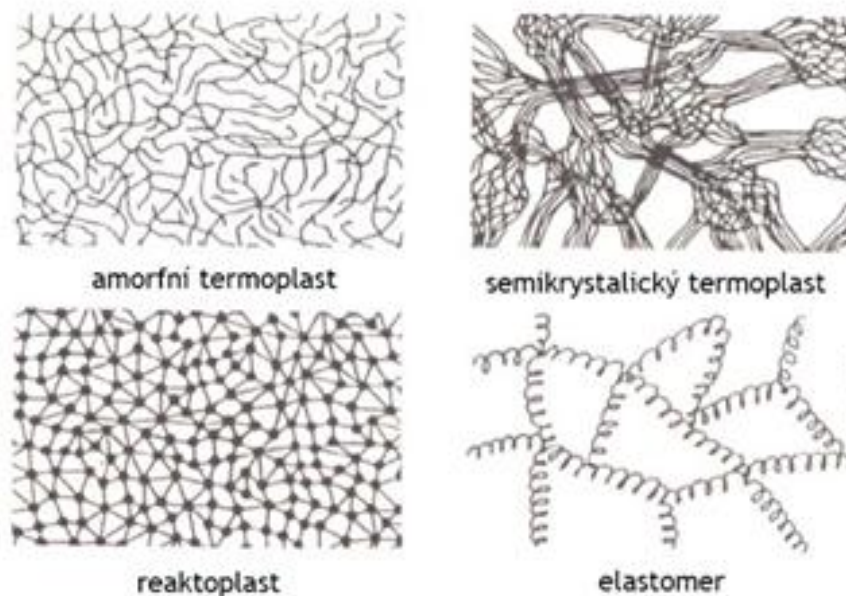
Je vysoce elastický polymer, který můžeme za běžných podmínek malou silou značně deformovat bez porušení, přičemž deformace je převážně vratná. Podmnožinou elastomeru jsou kaučuky, z nichž se vyrábí vulkanizací pryž (guma). [14] [1]

#### 1.1.2 Termoplasy

Termoplasy se skládají s lineárních makromolekul s dlouhým řetězcem. Makromolekuly jsou na sebe vázány fyzikálními vazbami (přitahovány mezimolekulární silou). Mezi nejpoužívanější termoplasy patří: PE, PVC, PS. [14]

### 1.1.3 Reaktoplasty

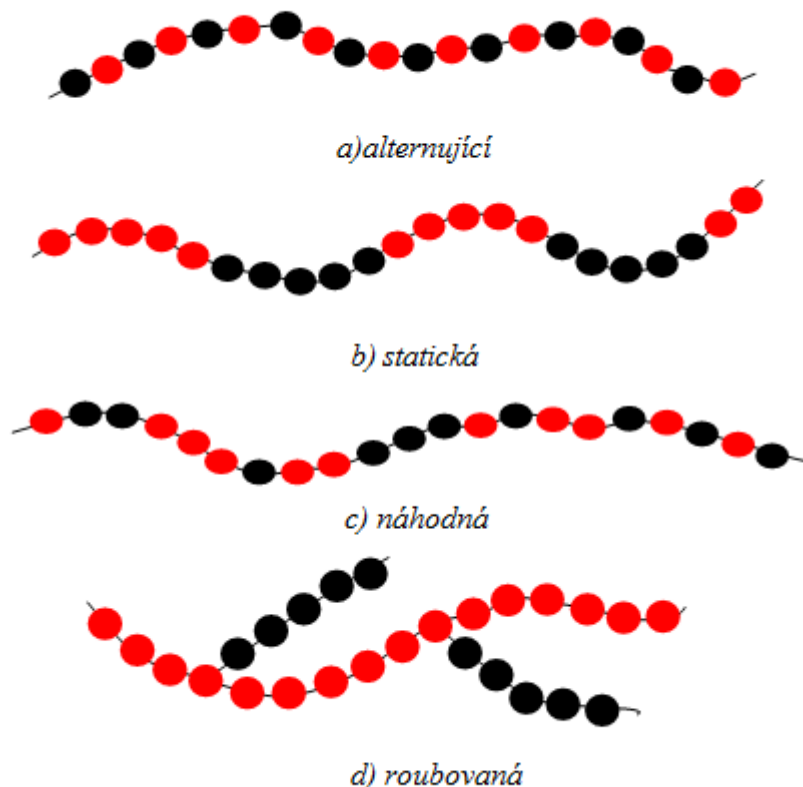
Reaktoplasty procházejí při zpracování chemickou reakcí, která probíhá přidáním činidel nebo zářením. Polymer vytváří trojrozměrnou síť. Výsledkem je nevratná změna stavu. Například sem patří epoxidové pryskyřice.[14]



Obr. 2 Nadmolekulární struktura polymerů [1]

Polymery s makromolekulami jsou rozvětvené. Postranní větve vystupují z hlavního řetězce. Polymery se zkříženými vlákny nazýváme sousedními řetězci, které jsou propojeny kovalentní vazbou. Mezi tyto materiály patří kaučuky (přírodní i syntetické). Tato struktura má menší hustotu než lineární polymer.[1] [2]

Polymery se nemusí vždy skládat z jednoho monomeru. Složení více monomerů označujeme jako kopolymer. Jejich uspořádání může být nahodilé nebo systematické. [2]



Obr. 3 struktura kopolymeru [18]

Polymerační stupeň vyjadřuje počet jednotlivých monomerů, které se v řetězci opakují. U pevných skupenství může být hodnota až v řádech několika tisíců. Polymerační stupeň rotuje okolo hodnoty, kterou nazýváme střední polymerační stupeň. Nerovnoměrná délka řetězců způsobuje kolísání. Velikost polymeračního stupně ovlivňuje mechanické chování materiálu. Čím je stupeň vyšší, tím je materiál tužší a odolnější proti rázům. Tvárnost materiálu je také ovlivněna velikostí polymeračního stupně. Se zvyšujícími se stupni tvárnost klesá. [1]

Uspořádání polymerů označujeme jako stupeň krystalinity. Zcela zkrystalizovaný polymer nelze vyrobit kvůli jeho délce makromolekul. Stupeň krystalinity u semikrystalického materiálu je v rozmezí 30 až 90 %. Polymery semikrystalické jsou proti amorfním polymerům charakterizovány vyšší pevností. Modul pružnosti se zvyšuje se stupněm krystalinity. Zlepšuje se houževnatost materiálu. Index lomu se zvětšuje a roste i použitelnost plastů do teploty  $T_m$ . [18]

## 1.2 Dělení polymeru z hlediska využití

Při volbě polymerního materiálu je třeba vzít v úvahu jeho vlastnost, cenu, ale i jeho zpracovatelnost. Ta výrazně ovlivňuje mechanické a fyzikální vlastnosti výrobku, konstrukční řešení nástroje a volbu stroje. Odolnost a vlastnosti polymerů jsou dány chemickou a fyzikální strukturou, ale mohou být ovlivněny i zpracovatelským procesem.[4]

### Standardní plasty

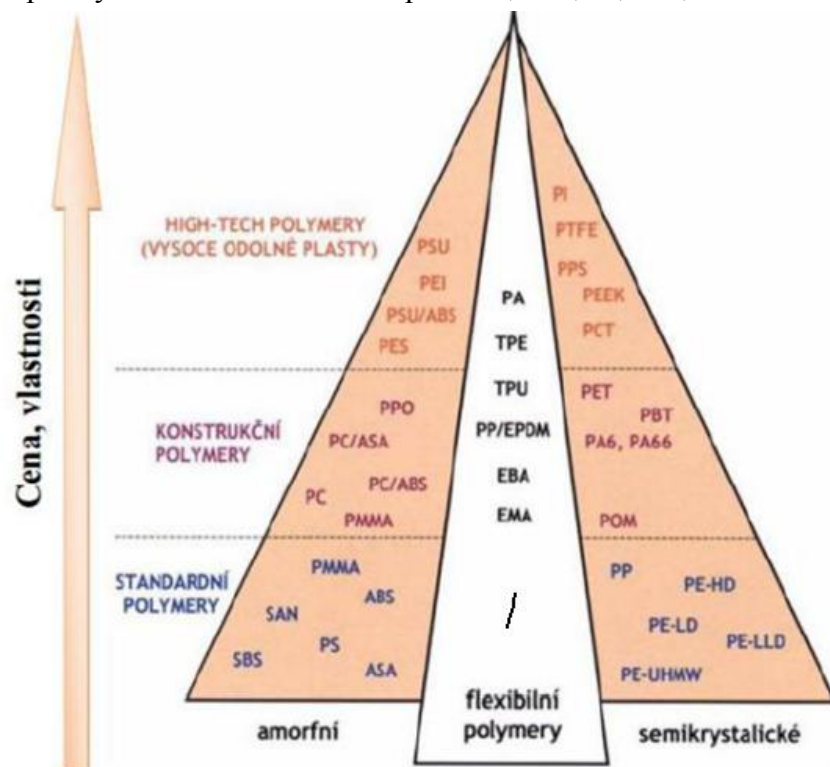
Jsou součástí prostého života, např. PET, fólie aj. Mezi základní plasty se řadí i polyolefiny. Mezi nejnámější patří PE, PP, PS, PVC, PF a UF.

### Konstrukční plasty

Využívají se z pravidla pro více namáhané součásti. Jako jsou ozubená kola z polyamidu, ve stavebnictví pak normalizované polotovary z PMA, POM.

### High-tech plasty

Předností těchto plastů je odolnost vůči chemickým vlivům, velkému namáhání a vysokým teplotám. Nejvíce jsou tyto materiály využity v automobilovém, chemickém nebo leteckém průmyslu. Řadí se mezi ně např. PSU, PBI, PI, PEI, PT.



Obr. 4 Rozdělení plastů dle jejich aplikace [4]

## 2 POLYAMID

Polyamid patří mezi konstrukční plasty, které jsou ceněny pro mechanickou pevnost při dynamickém a statickém namáhání. Proto se využívá k výrobě namáhaných součástí. Vynikají nízkým tečením při dlouhodobém zatížení. [15]

Polyamidy jsou lineární polymery obsahující v řetězci amidové skupiny – CONH-. Nejrozšířenější jsou polyamidy, které obsahují alifatické řetězce. [15]

### 2.1 Vlastnosti polyamidu

V surovém stavu je mléčně zbarvený, houževnatý s výbornými mechanickými vlastnostmi. Nízko viskózní taveninu tvoří polyamidy, u kterých je polymerační stupeň v rozmezí 150 až 300. Oproti tomu vysokomolekulární polyamidy mají polymerační stupeň okolo 600. Viskozita je desetinásobně vyšší oproti běžným polyamidům. Vysokomolekulární polyamid má větší rozsah bodu měknutí. Jelikož taveniny polyamidu jsou citlivé na styk s kyslíkem, musí být stabilizovány, aby nedocházelo k oxidační degradaci. Polyamidy se vyznačují nízkým koeficientem tření, tudíž vysokou odolností proti oděru. Polyamidy s vyšším označením vynikají velkou pevností. S rostoucím číslem se stupeň krystalinity zmenšuje, bod tání se naopak poddajností zvyšuje. Výhodou polyamidu je barvitelnost materiálu, ta je u typů s přísadami a plnivy téměř neomezená. [15]

### 2.2 Rozdělení polyamidů

Podle způsobu výroby je lze rozdělit:

- Polyamidy obsahující v řetězci aromatické jádro
- Polyamidy na bázi dikarboxylových kyselin a diamantů
- Polyamidy obsahující  $\omega$ -aminokyseliny a jejich laktonů
- Polyamidy vícesložkové

### 2.3 Výroba a zpracování polyamidu

Zpravidla se vyrábějí polykondenzací diaminů a dikarbonových kyselin. Další možnost výroby je polykondenzací aminokarbonových kyselin (s šesti, jedenácti nebo dvanácti atomy uhlíku) za přítomnosti molekul vody. Nebo iontovou polymerací prováděnou přímo ve formě. Vzniklý polyamid se nazývá alkalický polyamid. [15] [5]



Polymery se vyrábějí v různých modifikacích, včetně lehčených typů. Z polyamidu se vyrábějí vysoce namáhané díly jako ozubená kola, ložiska a ochranné přílby. [5]

## 2.4 Atmosférická degradace polyamidu

Polyamidy mají zpravidla malou odolnost proti povětrnostním podmínkám. Dochází k tvorbě prasklin, které následně způsobují narušení materiálu. Dále nastává změna barvy, a to již po několika měsících vystavení přímému slunečnímu svitu, za působení vlhkosti kyslíku a kyselých reagujících plynných nečistot.

Zpravidla se nejdříve vytvoří praskliny na povrchu, na který působí sluneční záření. Poté prostupuje i na druhou stranu a následně trhlinky pronikají do hloubky. Při pokojových podmínkách zůstává polyamid stabilní a jeho chemické složení se nemění.

Zvýšit odolnost proti povětrnostním podmínkám polyamidu lze pomocí přidání nafenátu měďnatého nebo jodidu draselného. Podobné stabilizační účinky má i octan manganatý. [3] [5]

## 2.5 Základní značení polyamidů

K značení polyamidů byl zaveden jednoduchý systém, který udává počet uhlíkových atomů ve stavebních jednotkách řetězců.

Polyamid 6 – polyamid z kyseliny 6- aminokaprové nebo z 6 – kaprolaktanu

Polyamid 66 – polyamid z hexamethyldiaminu a kyseliny adipové

Mezi další základní polyamidy patří například (PA11, PA12.....) [5]

### 3 ZKOUŠKA TVRDOSTI

Tvrdot je vlastnost materiálu, která se projevuje odporem proti vnikání cizího tělesa do materiálu. Jedná se o jednu z nejstarších zkoušek kovů a jiných technických materiálů. Nejčastější metody měření tvrdosti spočívají ve vtlačování indentoru určitou silou do povrchu materiálu. U této zkoušky rozlišujeme dva způsoby měření. První způsob měření spočívá v tom, že indikátor je vtlačen do materiálu, kde dochází k plastické deformaci materiálu. Tyto metody nazýváme metody vnikající. Druhý způsob měření tvrdosti povrchu spočívá v elastické interakce materiálu a indikátoru. [4]

U tělesa vnikajícího do materiálu nesmí docházet k plastické deformaci. Musí dosahovat vysoké tvrdosti, meze pevnosti a Youngova modulu. Nejčastějším materiálem funkční části indikátoru je diamant. Při měření tvrdosti dochází k víceosému namáhání měřeného materiálu, hodnoty vzorku jsou ovlivněny mnoha faktory. Výsledná hodnota zkoumaného vzorku záleží především na elastických vlastnostech měřeného materiálu, především na modulu pružnosti ve smyku a v tahu. Dále pak vzorek podléhá plastickým vlastnostem zkoušeného materiálu, jako je mez kluzu a deformační zpevnění. Výsledná hodnota je ovlivněna materiálovými vlastnostmi zkoumaného materiálu. [4]

#### 3.1 Základní rozdělení zkoušek tvrdosti

Zkoušky tvrdosti rozdělujeme do několika skupin. Podle použití principu měření tvrdosti:

- **Vtiskové** – Metody tvrdosti patří mezi nepoužívanější metody měření. Princip zkoušky spočívá v měření velikosti vtisku, který ve zkoumaném vzorku zanechává vnikající indenter. Ten může mít tvar kuželu, jehlanu nebo kuličky. Indenter je zpravidla vyroben z diamantu nebo z kalitelné oceli. Mezi základní metody patří měření dle Vickerse, Brinella, Rockwella, Knoop, Berkoviče, Shore A a D, IRHD a metoda vtlačení kuličky (BIM). [10]
- **Vrypové** – Šířka vrypu diamantového indentoru určuje tvrdost zkoušeného materiálu. Základní podmínkou při měření tvrdosti je vyleštěný povrch zkoušeného materiálu. Martensova zkouška patří k nepoužívanějším vrypovým zkouškám. [10]
- **Odrázové** – Základní podstata zkoušky spočívá v měření úhlu odrazu (duroskop). Nebo měření výšky (Shoreho skleroskop) zkušební tělesa, které padá na zkoušený povrch z předem definované výšky. Při měření výšky odrazu je tělesem závaží s kulovitým závažím. [11] [10]

Dalším členění zkoušek tvrdosti se rozděluje podle aplikace zatížení na zkušební vzorek a odezvy materiálu působiví na zatížení: [6]

### **Staticko – plastické**

Zatěžující statická síla musí působit v kolmém směru na zkoušený povrch. Nejčastější využití je v laboratorních podmínkách. Mezi základní metody dle: Brinella, Knoop a Rockwella, Vickerse aj. [10]

### **Dynamicko – elastické**

Jedná se o již o zmiňované odrazové zkoušky. Kdy je měřena výška nebo úhel odrazu dopadajícího indentoru. V místě dopadu nastává elastická deformace. Která se spotřebuje na kinetickou energii dopadajícího zkušební indentoru, to způsobí že, se těleso nevrátí do původní výšky. [11] [10]

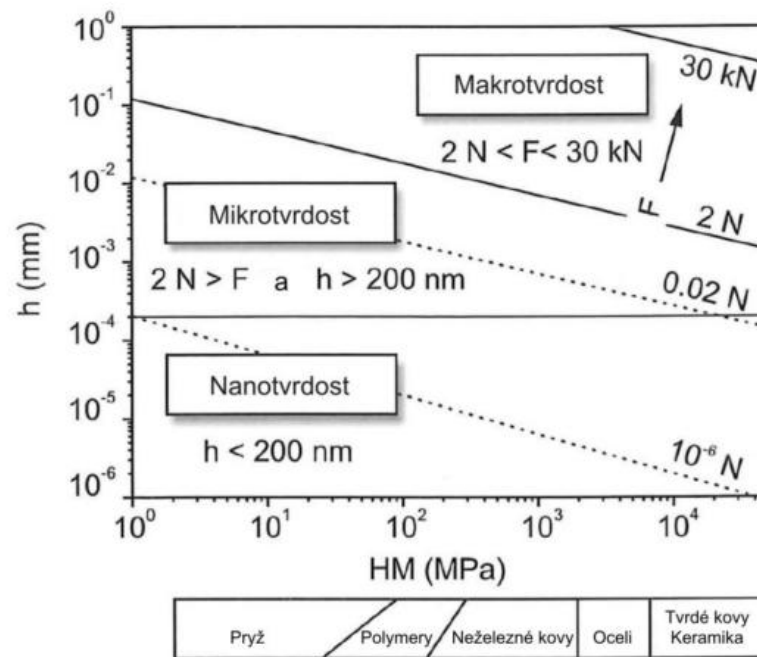
### **Dynamicko – plastické**

Zkušební indentor je vtlačen do zkoušeného materiálu rázovým zatížením, kde vytváří na povrchu materiálu vtisk. Mezi nejznámější metody patří Baumanovo kladívko a Poldi kladívko. Hlavní výhodou přístrojů jsou jejich malé rozměry. Přístroje jsou, kvůli své velikosti a jednoduchosti, vhodné pro dílenskou kontrolu. [10] [11]

Statické zkoušky tvrdosti se rozdělují podle normy ČSN ISO 14577-1. podle intenzity zatěžující síly, která působí na indentor:

- Zkoušky makrotvrdosti –  $2N < F < 3000N$ .
- Zkoušky mikrotvrdosti –  $2N > F, h > 200nm$ .
- Zkoušky nanotvrdosti –  $0,1N > F, h < 200nm$ .

Kde  $F$  označuje maximální sílu a  $h$  maximální hloubku vytvořeného vtisku. [12]



Obr. 5 Rozdělení zkoušek tvrdosti [6]

Výsledkem mnoha testů tvrdosti na většině materiálů je elastická a plastická deformace testovaného vzorku. V případě zkoušky křehkých materiálu dochází nejčastěji k plastické deformaci u indenterů s ostrými hroty. Neboť u ostrých hran dochází k vyšší koncentraci napětí. U kuželových indenterů je často pozorován nárůst plastické deformace. Jelikož jsou elastické deformace zanedbatelné, považujeme daný vzorek za čistě plastický. Zkoušky materiálu využíváme k zjištění tvrdosti materiálů, ale můžeme u některých typů zkoušek zjišťovat další mechanické vlastnosti pevných látek. Jako je například pevnost, houževnatost, a vnitřní úroveň zbytkového napětí. Mezi tyto metody patří Vickersův, Berkovichův a Knoopův indenter). [6]

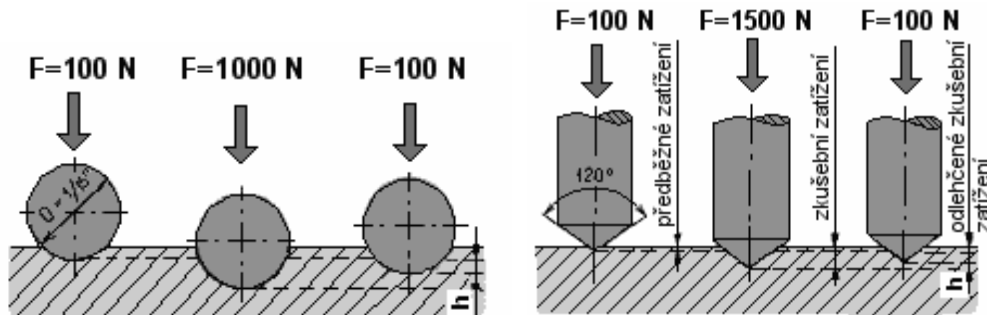
### 3.2 Statické zkoušky tvrdosti

Zkušební těleso je do zkoumaného materiálu vtlačováno narůstající silou. Síla působí kolmo k povrchu materiálu. Statické zkoušky se pro přesnost, jednoduchost a reprodukovatelnost využívají velmi často. [6]

#### 3.2.1 Zkouška tvrdosti podle Rockwela

Rockwelova zkouška tvrdosti je zkouška vtisková. Zkouškovým tělesem je buď diamantový kužel nebo kalená kulička. Tato metoda dovoluje měřit materiály měkké i velmi

tvrdé. S výhodou se používá v dílenském prostředí, neboť hodnotu tvrdosti lze odčítat přímo na tvrdoměru a není nutno měřit velikost vtisku.[4]

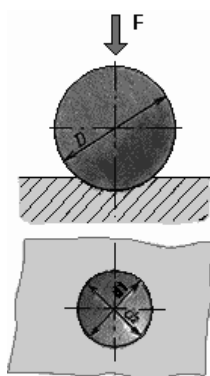


Obr. 6 Zkouška podle Rockwela [4]

### 3.2.2 Zkouška tvrdosti podle Brinella

Zkouška tvrdosti podle Brinella byla vynalezena švédským inženýrem J. A Brinellm. Řadí se mezi staticko-plastické zkoušky tvrdosti. Zkouška spočívá vtlačování indentoru do zkoušeného materiálu. Metoda je vhodná pro všechny materiály. Výsledná hodnota se vypočte ze zátažné síly a rozměru vtisku. [4] [6]

Při zkoušce podle Brinella (ČSN EN ISO 6506) vtlačujeme určitou silou F do zkoušeného materiálu indentor (ocelovou kuličku) o průměru D. Po odstranění zátěže se změří velikost vtisku d. Tvrdost vyjadřujeme poměrem zkušební síly F k povrchu vtisku. [4]



$$HBW = \frac{F}{S}$$

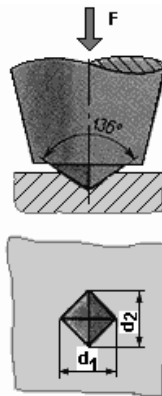
$$HBV = 0,102 \frac{F}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \tag{1}$$

Obr. 7 Zkouška tvrdosti podle Brinella[4]

Kde F je zatěžující síla, D je průměr indentoru, d je průměr vtisku.

### 3.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Autory zkoušky tvrdosti z roku 1922 jsou R. L. Smith a G. E. Sandlandem. Metoda je označována podle firmy, kde byl tvrdoměr konstruován. Při této zkoušce je zatlačován silou  $F$  indentor do zkoušeného materiálu. Indentor má tvar čtyřbokého jehlanu o vrcholovém úhlu  $135$  stupňů a je vyroben z diamantu.[4]



Obr. 8 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Velikost tvrdosti se vypočítá podobně jako u metody podle Brinella. Tvrdost je definována podílem síly  $F$  a plochou vtisku  $A$ . Tvrdost je určena vztahem: [12]

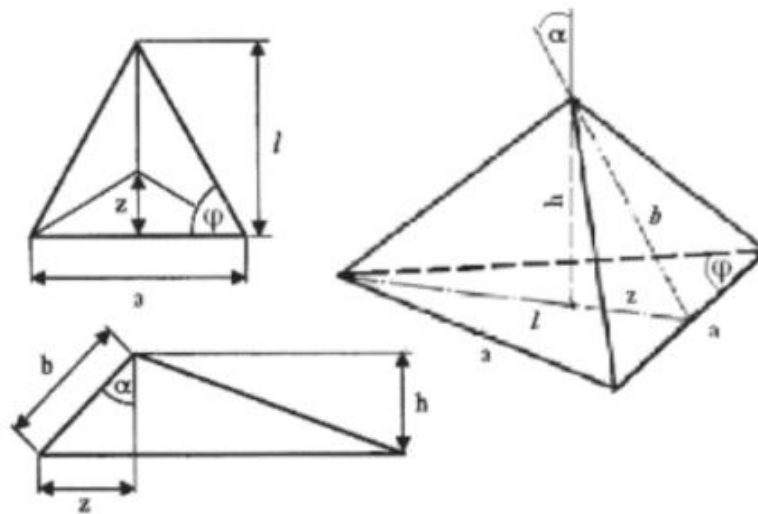
$$VH = \frac{1}{g} \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} \quad (2)$$

Kde  $d$  je velikost vtisku a  $F$  je zatěžující síla, která byla během zkoušky naměřena.

### 3.2.4 Zkouška podle Berkoviche

Tato metoda byla vynalezena v roce 1951 Berkovichem. Její zvláštností je využití diamantu. Který má tvar nepravidelného trojbokého jehlanu. Přičemž úhel, který svírají boční stěny s výškou jehlanu má velikost  $65,27^\circ$ . [7]

Tvar odpovídá poměru plochy k hloubce vtisku. Berkovichův indentor se v dnešní době často využívá pro nanoindentační zkoušky. Na rozdíl od ostatních metod je výroba Berkovichova indentoru jednodušší, nemusíme dodržet podmínky geometrické sbíhavosti jako u Vickersova jehlanu. Díky svému tvaru se snížila citlivost na nárazy. Hodnotu tvrdosti podle Berkoviche (HCH) získáme vyjádřením poměru plochy. [7]



Obr. 9 Schéma Berkovichova indentoru [7]

### 3.3 Dynamické zkoušky tvrdosti

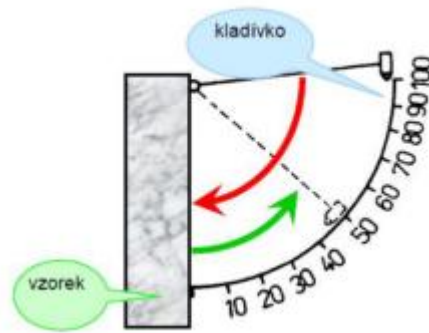
Indentor vniká do povrchu zkoumané součásti rázem. Stejně jako u statických zkoušek, vniká indentor do součásti kolmo k jejímu povrchu. Zkoušky dynamické bývají též označovány jako zkoušky rázové. [6]

#### 3.3.1 Duroskop

Podstata zkoušky vychází z elastické deformaci zkoumaného povrchu. Spuštění přesně definovaného zkušebního tělesa z definovaného úhlu na stěnu zkoušeného materiálu. Zkoumaný povrch musí být umístěn svisle. Po dopadu se tělíčko odrazí do úhlu  $\beta$ , který určuje tvrdost. Zkoušku provádíme na rovném, hladkém povrchu, který je řádně očištěn. Tvrdost materiálu se určuje velikostí úhlu odrazu  $\beta$ . [4]

#### 3.3.2 Popis zařízení

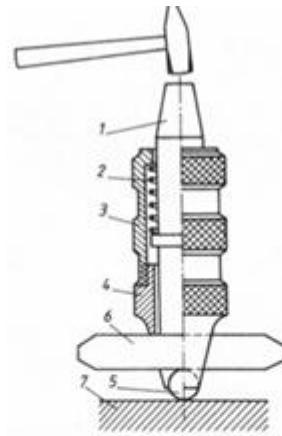
Skládá se z tělesa, které má na konci umístěnou ocelovou kuličku. Je upevněno na otočném ramenu. Těleso padá pod úhlem na zkoumaný povrch. Velikost tvrdosti se určuje podle zpětného odrazu. Hodnota se určuje přímo na stupnici. U tohoto typu měření tvrdosti je poměrně velká nepřesnost. [4]



Obr. 10 Dynamická zkouška tvrdosti

### 3.3.3 Ruční tvrdoměr Poldi

Ruční tvrdoměr se řadí mezi dynamické zkoušky tvrdosti. Nejmenší přenosný tvrdoměr pro měření tvrdosti podle Brinella. Ten byl patentován v roce 1921. Jeho hlavní předností jsou malé rozměry a nízká hmotnost. Používá se zpravidla pro měření tvrdosti výrobků, u kterých nelze použít statické tvrdoměry. Tvrdoměry využívají normalizovanou metodu podle Brinella. [20]



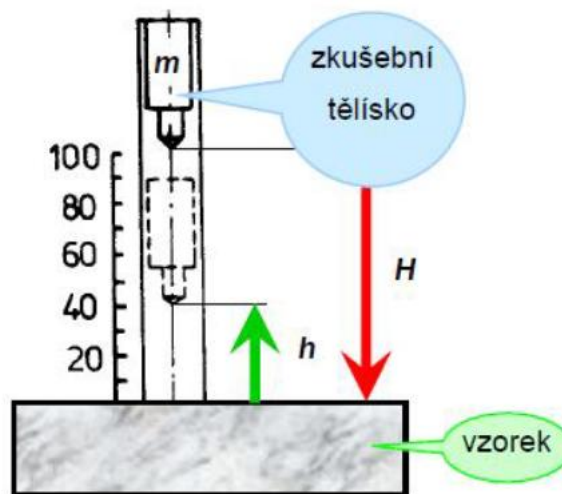
1 – úderník, 2 – pružina, 3 – těleso, 4 – nástavec, 5 – kulička, 6 – porovnávací tyčka,  
7 – zkoušený materiál

Obr. 11 Ruční tvrdoměr Poldi



### 3.3.4 Shoreho skleroskop

Postata této metody spočívá v pružném odrazu kuličky o konstantní hmotnosti, která padá z konstantní výšky na povrch zkoušeného materiálu. Část energie je převedena na plastickou deformaci povrchu a zbytek energie je spotřebován odrazem tělesa. Z výšky odrazu lze vypočítat hodnotu tvrdosti HSh. K vyvolání počáteční energie se využívá elektromagnet nebo energie pružiny. Výsledná hodnota lze přepočítat i do jiné stupnice tvrdosti. [22]



Obr. 12 Shoreho skleroskop [19]

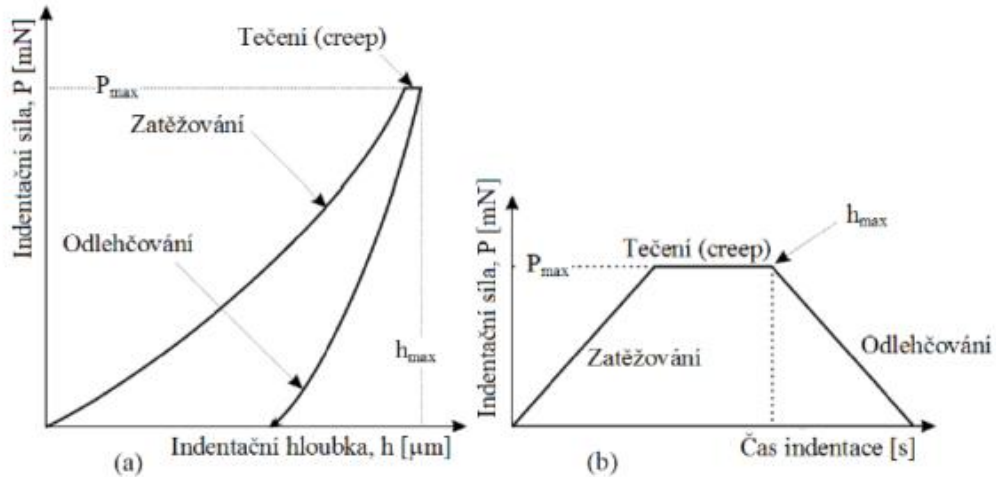
## 3.4 Instrumentovaná zkouška tvrdosti

Metoda vznikla v 70. letech dvacátého století autory Bulichevem a Alekinem. Oliver a Pharr ji v 80. letech změnili shromažďování dat, metodologii a analýzy. Zkouškám tvrdosti DSI je považována za novou metodou. [8]

### 3.4.1 Popis metody

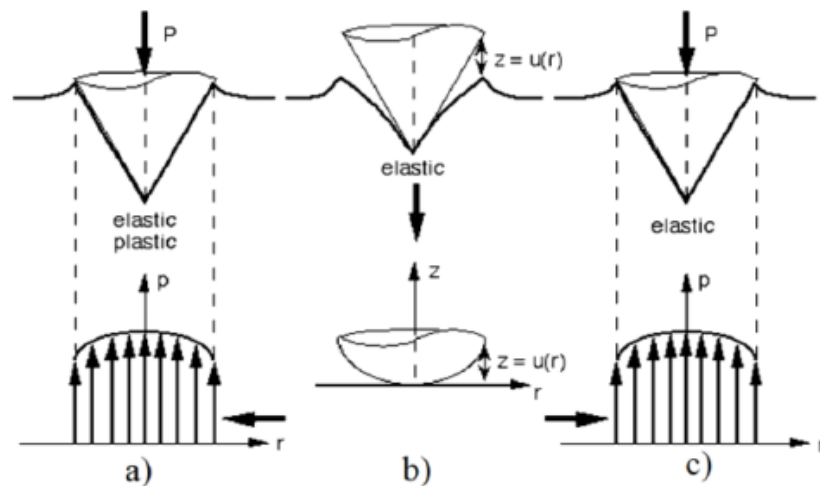
Základním principem je zjištění okamžité změny hloubky indentoru do zkoumaného tělesa. Nárůstu nebo poklesu zatížení v průběhu celého procesu. Na obrázku 13 je zobrazena charakteristická indentační křivka zatížení (hloubka vtisku). Je rozdělena do dvou fází. První fáze je zatěžování. Během něho je na těleso přesnou rychlostí aplikována zatěžující síla. Druhou fází je odlehčování. Zakládá se na postupném snižování aplikované síly.

Mezi odlehčováním a zatěžováním se také aplikuje prodleva, což je doba na zatížení, kdy je zkoumaný materiál vystaven maximální síle. Prodleva nám dovoluje pozorovat creep. [22]



Obr. 13 Instrumentovaná zkouška tvrdosti-graf [19]

Po dobu zatěžování dochází k elasticko-plastické deformaci. Po odlehčování dochází k elastické deformaci. To způsobuje změnu tvaru. Ten neodpovídá tvaru indentoru. Během dalšího zatížení se plocha postupně zvyšuje až do maximálního zatížení. U obou procesů nastává deformace elastická. [22]



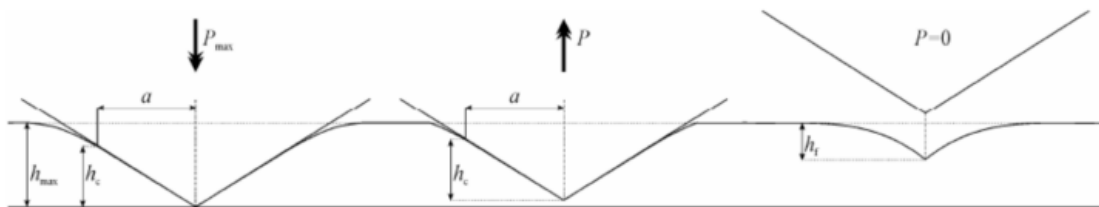
Obr. 14 Průběh zatěžování a odlehčování indentoru

### 3.4.2 Zpracování indentačních dat

Metody můžeme rozdělit do tří skupin. První skupinou je předpoklad zcela elastického kontaktu. Druhou skupinou materiál s čistě plastickým chováním. A třetí skupina elasticko-plastické chování.[8]

#### Metoda Doernera a Nixe

Jak je patrné z názvu, autory jsou Doerner a Nix. Metoda je založena na předpokladu, že v fázích odlehčování se nemění poloměr kontaktního kruhu Berkovičova indentoru. Indentor je s povrchem celou dobu v kontaktu. Povrch materiálu snižuje indentační hloubka v důsledku elastické regenerace. Metoda je často využívána u materiálů s vyšším podílem plastické deformace. [8]



Obr. 15 Schematické zobrazení hloubky vtisku [9]

Hloubka  $h_c$ , při které je ještě poloměr kruhu zůstává konstantní. Z geometrie indentoru lze vypočítat průmět plochy. Z hodnot se dá spočítat modul pružnosti a tvrdost. Vzor pro výpočet je definován: [8]

$$H = \frac{P}{A_c} = \frac{c \cdot P}{h_c^2} \quad (3)$$

Kde  $P$  je maximální zatěžující síla,  $c$  je geometrická konstanta a  $h_c$  je hloubka vtisku.

Mezi další metody patří metoda Fielda a Swaina (dvoubodová) a Olivera a Pharra (multibodová).

## 4 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI

Podstatou zkoušek mikrotvrdomosti je využití zatížení v gramech. Velikost indentoru a stejně tak i velikost vtisku je v řádu  $\mu\text{m}$  ( $10^{-6}$  m). Pro vyhodnocení velikosti vtisku je nutné použití mikroskopu. V dnešní době se v laboratorních podmínkách začalo používat měření mikrotvrdomosti pomocí metody DSI. Která umožňuje velmi přesné měření tvrdosti a získání mnoha dalších materiálových parametrů. K měření mikrotvrdomosti se používají metody dle Vickerse, Knoop a Berkoviče. Těmto metodám jsou věnovány samostatné kapitoly. Pro hodnocení tvrdosti využívají pyramidové indentory. Měření mikrotvrdomosti se využívá pro měření tenkých kovů, hodnocení vrstev chemicko-tepelného zpracování, při studiu difuzních pochodů.[18]

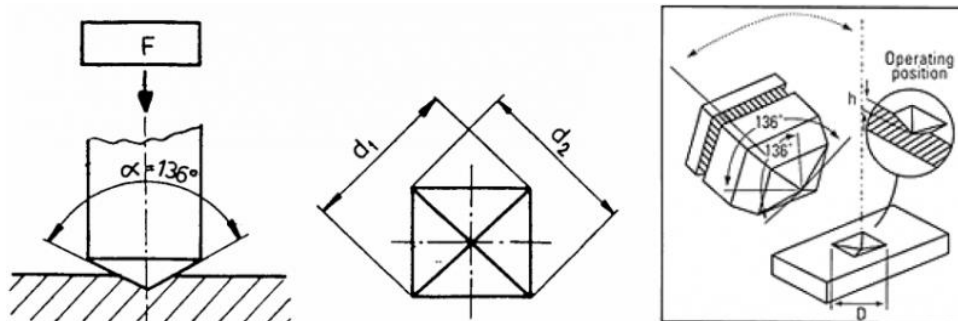
### 4.1 Mikrotvrdomost dle Vickerse

Zkouška mikrotvrdomosti spadá pod evropskou normu ČSN EN ISO 6507-1. Norma je, podle velikosti zatížení, rozdělena do tří částí.

Tab. 1 Rozdělení zkoušek [17]

oblast zkušebního zatížení [N]	symbol tvrdosti	ISO 6507 – 1
$F \geq 49,03$	$\geq \text{HV } 5$	Zkouška tvrdosti dle Vickerse
$1,961 \leq F < 49,03$	$\text{HV } 0,2 \text{ až } < \text{HV } 5$	Zkouška tvrdosti dle Vickerse při nízkém zatížení
$0,09807 \leq F < 1,961$	$\text{HV } 0,01 \text{ až } < \text{HV } 0,2$	Zkouška mikrotvrdomosti dle Vickerse

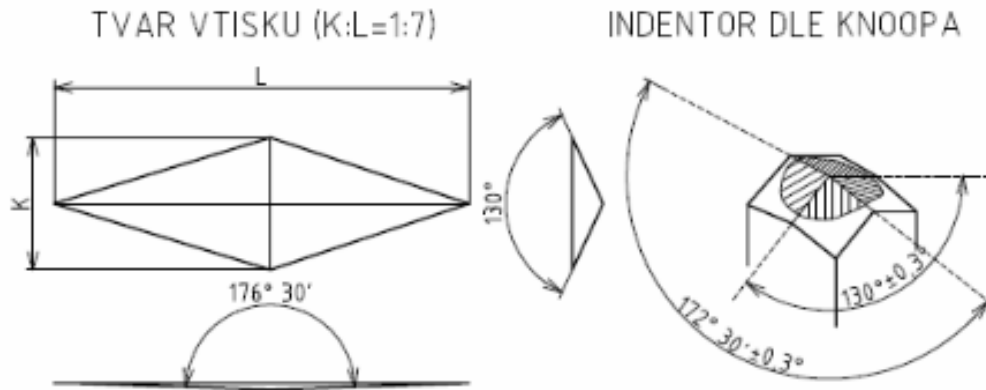
Při měření mikrotvrdomosti dle Vickerse se využívá malých zatěžujících sil. Zkoušený vzorek musí být řádně očištěn a vyleštěn.



Obr. 16 Mikrotvrdomost podle Vickerse

## 4.2 Mikrotvrдость dle Knoopa

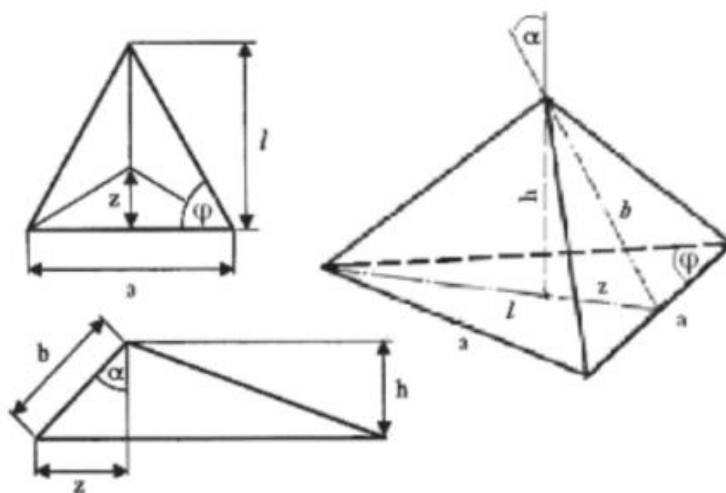
Metoda byla vynalezena v USA v roce 1939. Zkouška vychází z Vickersovy metody. Indentor je vyroben z diamantu a má poměr úhlopříček přibližně 1:7. Zkouška mikrotvrđosti dle Knoopa je popsána mezinárodní normou ČSN ISO 4545. [17] [11]



Obr. 17 Mikrotvrđost podle Knoopa [13],[16]

## 4.3 Mikrotvrđost podle Berkoviche

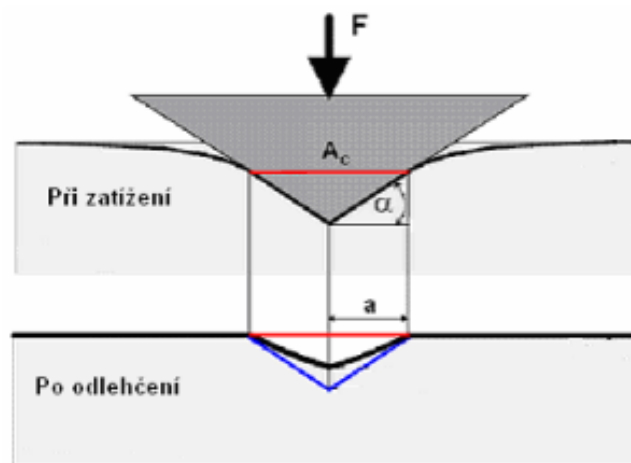
Podstata a průběh této zkoušky je totožný s Vickersovou zkouškou. Rozdíl je však ve vnikajícím tělese. hran. Indentor pro Berkovichovu zkoušku představuje nepravidelný trojboký jehlan z diamantu. Výroba pravidelného čtyřbokého jehlanu je poměrně náročná, především v dodržení sbíhavosti [18]



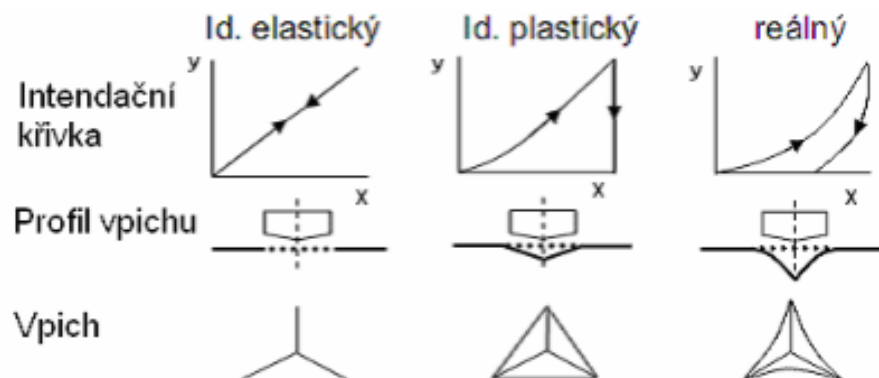
Obr. 18 Berkovichův indentor

## 5 ZKOUŠKY NANOTVRDOSTI

Princip měření nanotvrdomosti je stejný jako u měření mikrotvrdomosti. Zatížení se však pohybují ještě v nižších hodnotách, a to až 1nN. Velikost vtisku se pak pohybuje v hodnotách nanometru. Jako indentor se nejčastěji používá Berkovichův jehlan. Ten lze snadno vybrousit na požadovaný tvar. Při zkoušce dochází jak k plastické, tak i k elastické deformaci. Po odlehčení zůstává v materiálu vlivem plastické deformace vtisk. [20]



Obr. 19 profil vtisku při a po zatížení [20]



Obr. 20 Závislost intendačních křivek na charakteru materiálu [20]

Výsledkem zkoušky jsou tzv. intendační křivky, které udávají závislost velikosti síly (osa y) a hloubky vtisku (osa x). Vpich do ideálně elastického materiálu po odlehčení v podstatě zaniká, v případě ideálně plastického materiálu naopak zůstává stejný jako při zatížení. Intendační křivka reálného materiálu zahrnuje vliv elastické i plastické deformace. [20]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 6.1 Cíl práce

Hlavním cílem bakalářské práce bylo měření nanotvrdosti povrchové vrstvy polyamidu 11. Polyamid byl modifikován beta zářením. Bylo přidáno síťovadlo TAIC ve formě granulí v množství 5% objemových procent. Celkovou přípravu vzorku provedla firma PTS Plastic Technologie Service, Hautschenmühle 3, Adelshofen, Deutschland. Testované zkušební vzorky byly vyrobeny technologií vstřikování. Typ vstřikovacího stroje ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební materiály byly ozářeny beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření nanotvrdosti povrchu bylo provedeno na nanotvrdoměru (NHT2) –Opx/Cpx od firmy CSM Instruments, Maximální zatížení 10mN. Naměřené výsledky byly vyhodnoceny a graficky znázorněny.

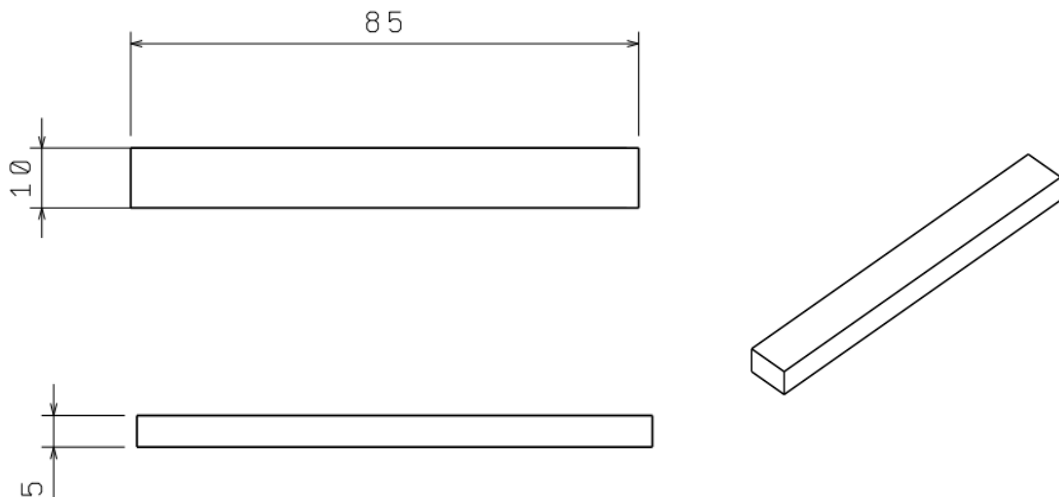
Hlavní cíle bakalářské práce jsou následující:

1. Zpracování literární studie na určené téma.
2. Přípravení zkušebních vzorků pro experimentální část.
3. Provedení měření.
4. Vyhodnocení naměřených výsledků a jejich grafické znázornění.



## 6.2 Zkušební vzorky

Pro experiment byl vybrán materiál polyamid 11. Charakteristika polyamidu 11 je popsána v teoretické části v kapitole 2. Zkušební vzorky byly vyrobeny vstřikováním. Samotné měření bylo provedeno na modifikovaném vzorku polyamidu 11. Obrázek uvádí rozměry a tvar zkušebního vzorku.



Obr. 21 Zkušební vzorek

## 6.3 Vstřikovací stroj

Pro vstřikování zkušebních vzorků byl použit horizontální vstřikovací stroj ArburgAllrounder 470 C Advance.



Obr. 22 ArburgAllrounder 470 C Advance

Stroj využívá vstřikovací jednotky 350. Které jsou rozvrženy modulárně. Základním vybavením stroje je plastikační komora s regulací vstřikování.

### 6.3.1 Parametry vstřikování:

Tab. 2 Vstřikovací parametry stroje Allrounder 470C

Typ stroje	Allrounder 470C	
<b>Uzavírací jednotka</b>		
Uzavírací síla	1000	max. kN
Otevírací síla/zvýšená otevírací síla	35/250	max.kN
Otevření	500	max.kN
Vzdálenost mezi vodícími sloupy	420x420	mm
Velikost upínací desky (šířka x výška)	570x570	mm
Vyhazovací síla	40	max.kN
Zdvih vyhazovače	176	max. mm
<b>Hydraulika, pohon</b>		
Výkon čerpadla	15	kW
Celkový příkon	23,9	kW
<b>Vstřikovací jednotka</b>		
Průměr šneku	40	mm
Poměr šneku	20	L/D
Zdvih šneku	145	max. mm
Objem dávky	182	max. cm <sup>3</sup>
Vstřikovací tlak	2120	max. bar
Vstřikovací rychlost (objemová)	168	max. cm <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup>
Zpětný tlak pozitivní/negativní	350/160	max. bar
Krouticí moment šneku	700	max. Nm
Přítlačná síla tlaku	70	max.kN
Objem násypky	50	L
<b>Olejová náplň a hmotnost</b>		
Množství oleje	235	L
Hmotnost stroje (bez oleje)	3700	kg

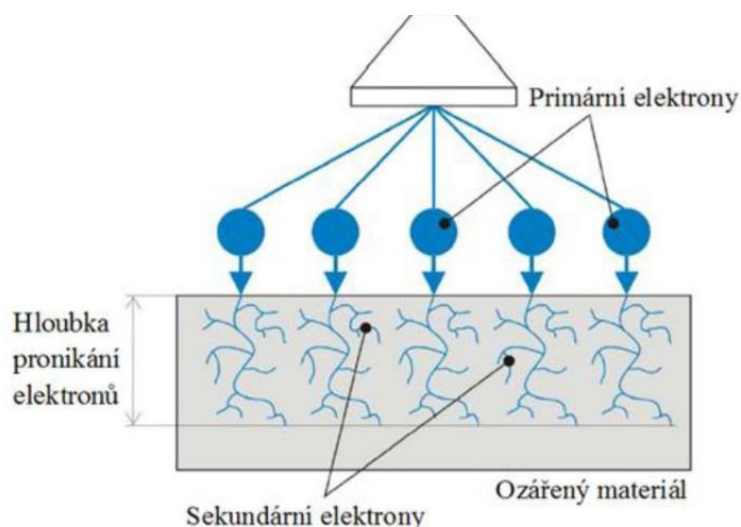
**Vstřikovací podmínky:**

Tab. 3 Vstřikovací podmínky

	<i>PA11 V-PTS-CREAMID 11-AMN 0 TLD *M800/13 natur</i>
<b>Parametr</b>	
vstřikovací rychlost/mm.s-1/	45
vstřikovací tlak /MPa/	62
doba chlazení /s/	17
teplota formy /°C/	70
dráha dávkování /mm/	25
celkový čas dotlaku /s/	10,2
dotlak/MPa/	-
teplota trysky /°C/	310
teplota pod násypkou /°C/	40
teplotní pásmo 2 /°C/	220
teplotní pásmo 3 /°C/	250
teplotní pásmo 4 /°C/	270
teplotní pásmo 5 /°C/	280
teplota trysky /°C/	310

**6.3.2 Modifikace zkušebního vzorku**

Finální úpravou zkoušeného vzorku polyamidu 11 je modifikace beta zářením. Které může působit jak kladně tak i záporně nabitá částice o hmotnosti jednoho elektronu. Který se pohybuje téměř rychlostí světla. Díky těmto vlastnostem je snadno ionizující. Částice beta záření oproti alfa záření pronikne snadněji do materiálu. K zastavení beta částice stačí kov o tloušťce 1mm, nebo vrstva vzduchu o velikosti 1 m. Zkoumané vzorky byly ozářeny dávkami o velikostech 33, 66 a 99 kGy.



Obr. 23 Ozařování beta zářením

## 7 MEŘENÍ NANOTVRDOSTI

Samotné měření nanotvrdosti bylo prováděno na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments, při zatížení 10mN.

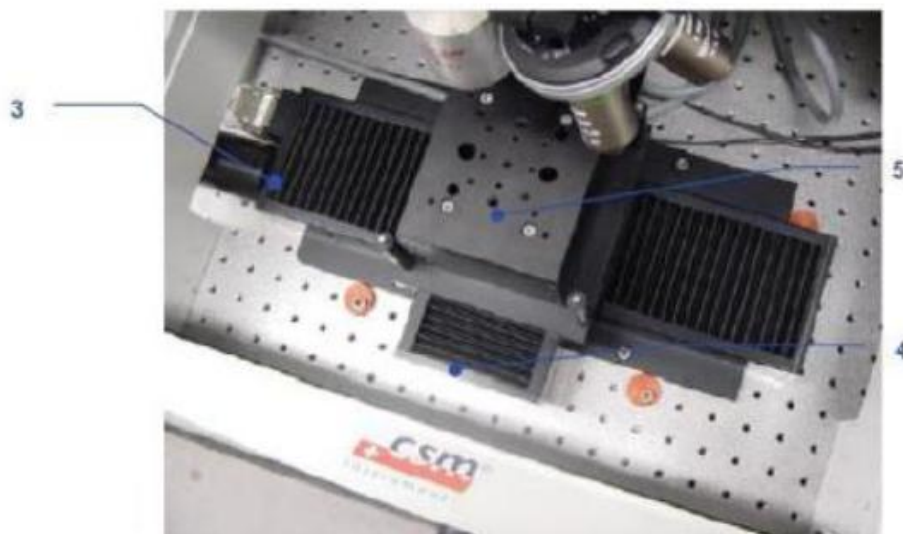


Obr. 24 Přístroj (NHT2) – Opx/Cpx

### Popis přístroje (NHT2)-Opx/Cpx CSM



Obr. 25 Popis přístroje (NHT2)-Opx/Cpx CSM



Obr. 26 Popis přístroje (NHT2)-Opx/Cpx CSM

- |                             |                        |
|-----------------------------|------------------------|
| 1- Měřicí hlava             | 6- Optický mikroskop   |
| 2- Univerzální držák vzorků | 7- Modulová hlava      |
| 3- X posun                  | 8- Anti-vibrační sloup |
| 4- Y posun                  | 9- Optický senzor      |
| 5- Z posun                  | 9- Optický senzor      |

## Postup měření

Na všech zkušebních vzorcích bylo provedeno 9 měření, pro jednotlivá zatížení. Zkouška probíhala v laboratořích Ústavu výrobního inženýrství fakulty technologické ve Zlíně na Micro-Combi Tester od firmy CSM Instrument. Vyhodnocovaly se následující veličiny: vtiskový modul pružnosti  $E_{IT}$ , tvrdost dle Vickerse HV, creep  $C_{IT}$ , vtisková tvrdost  $H_{IT}$ , elastická část práce vtisku  $W_{elast}$ , plastická část práce vtisku  $W_{plast}$ , celková mechanická práce vtisku  $W$  a koeficient zpětné relaxace.

## 8 ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT

V následující kapitole jsou vyhodnoceny naměřené data ve formě grafu a tabulek. Grafy jsou proloženy chybovými úsečkami, které zastupují zápornou a kladnou směrodatnou odchylku.

Aritmetický průměr:

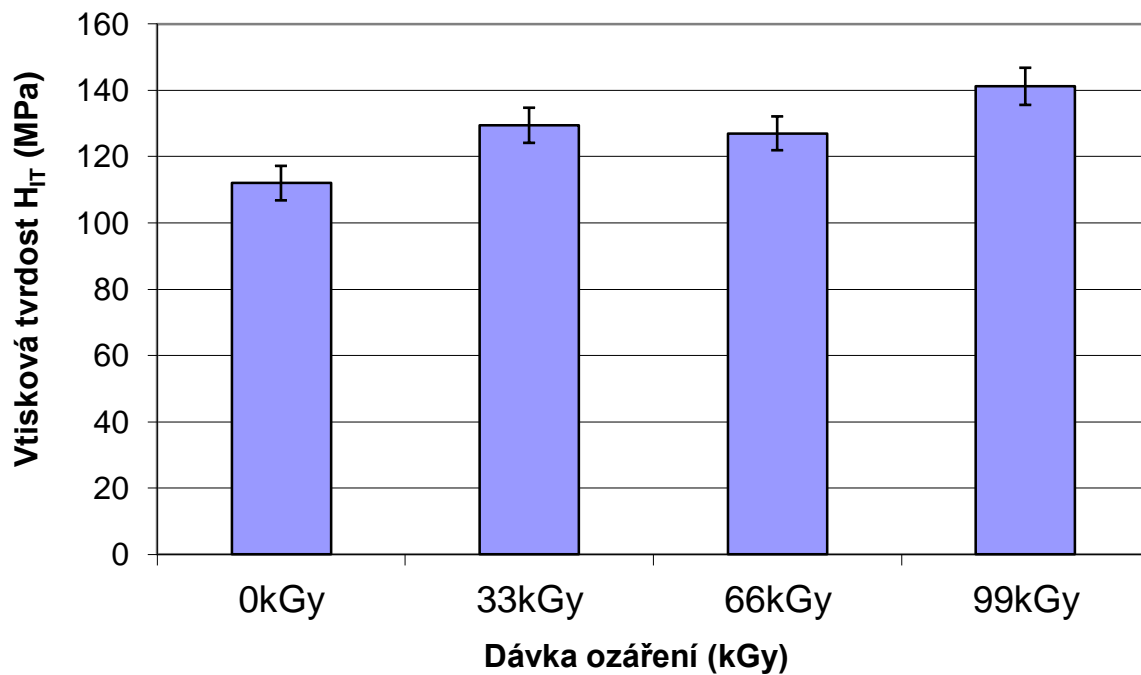
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x \quad (4)$$

Směrodatná odchylka:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (5)$$

Střední kvadratická chyba aritmetického průměru:

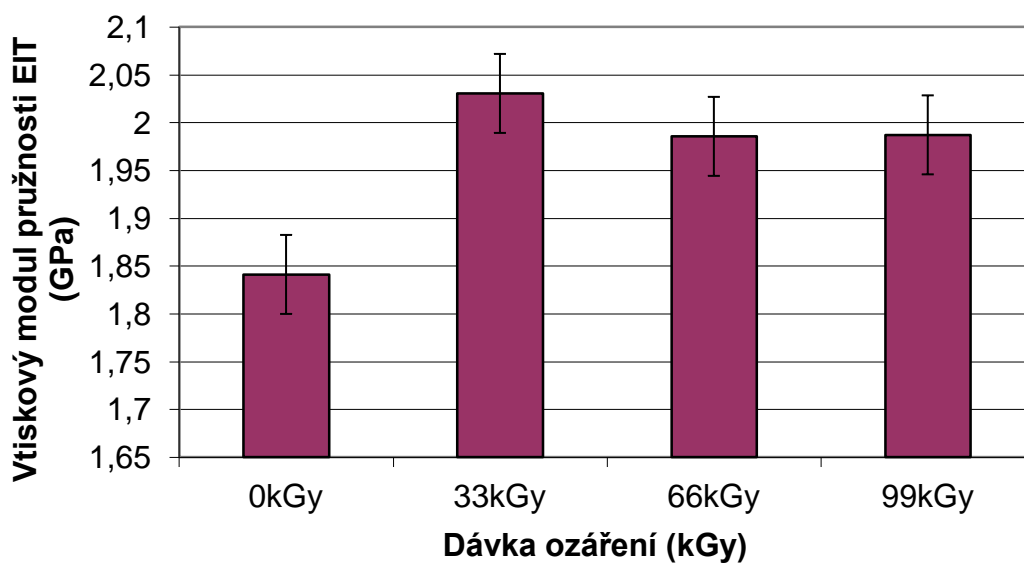
$$\delta = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (6)$$



Obr. 27 Vtisková tvrdost  $H_{IT}$

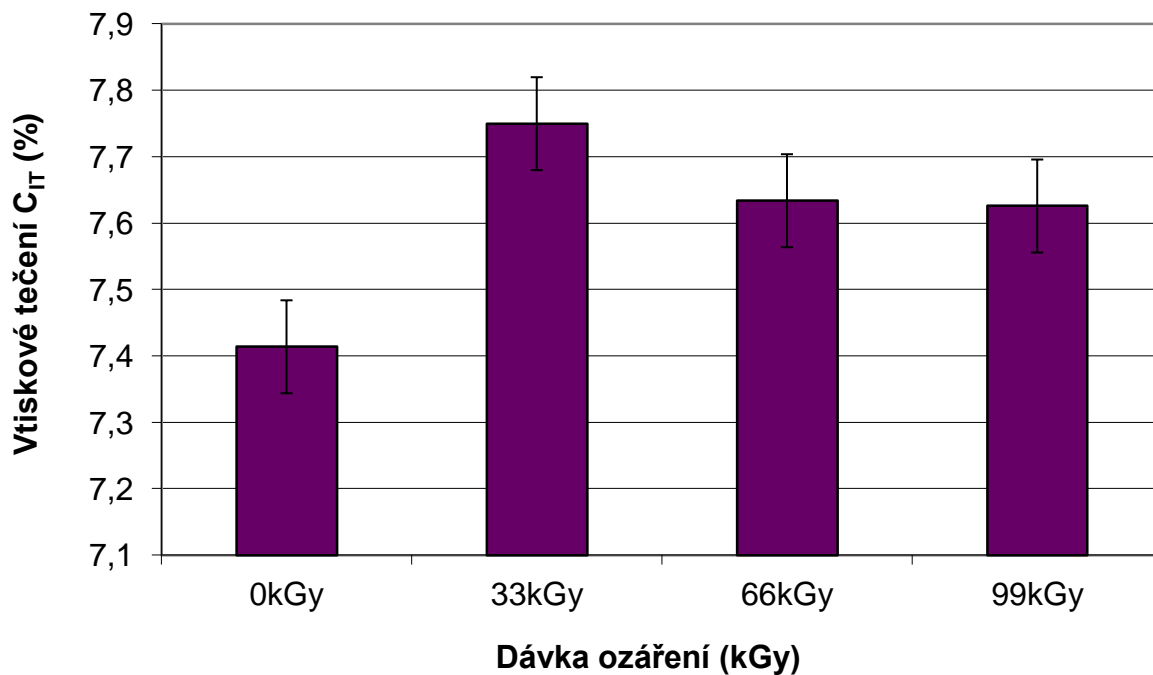
Z naměřených výsledků nanotvrdosti je zřejmé, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naměřeny u zkušebního tělesa ozářeného dávkou záření 99 kGy (141 MPa). Nejmenší hodnoty vykazovalo neozářené zkušební těleso (112 MPa), jak je zřejmé z obrázku

27.



Obr. 28 Vtiskový modul pružnosti EIT (GPa)

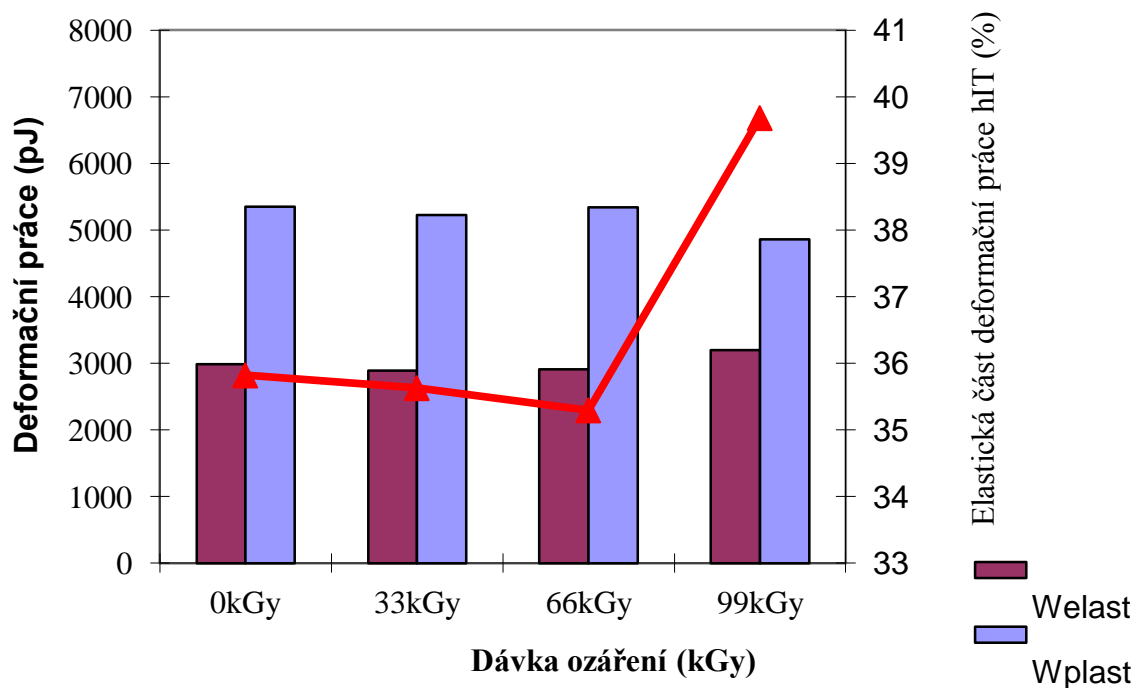
Při zkoušce nanotvrdosti bylo dosaženo nejvyšších hodnot vtiskového modulu pružnosti, reprezentujícího tuhost testovaného zkušebního tělesa u dávky záření 33 kGy (203 MPa). Naopak nejmenší hodnota tuhosti testovaného zkušebního tělesa byla zjištěna u neozářeného zkušebního tělesa (184 MPa). Jak je viditelné z obrázku 28.



Obr. 29 Vtiskové tečení  $C_{IT}$  (%)

Z Výsledků měření je patrné, že nejvyšší hodnota vtiskového tečení byla naměřena u vzorku s ozářením 33kGy, hodnota vtiskového tečení byla 7,75 %. Nejnižší hodnota u neozářeného prvku je 7,41%. Jak je zřejmé z obrázku 29.



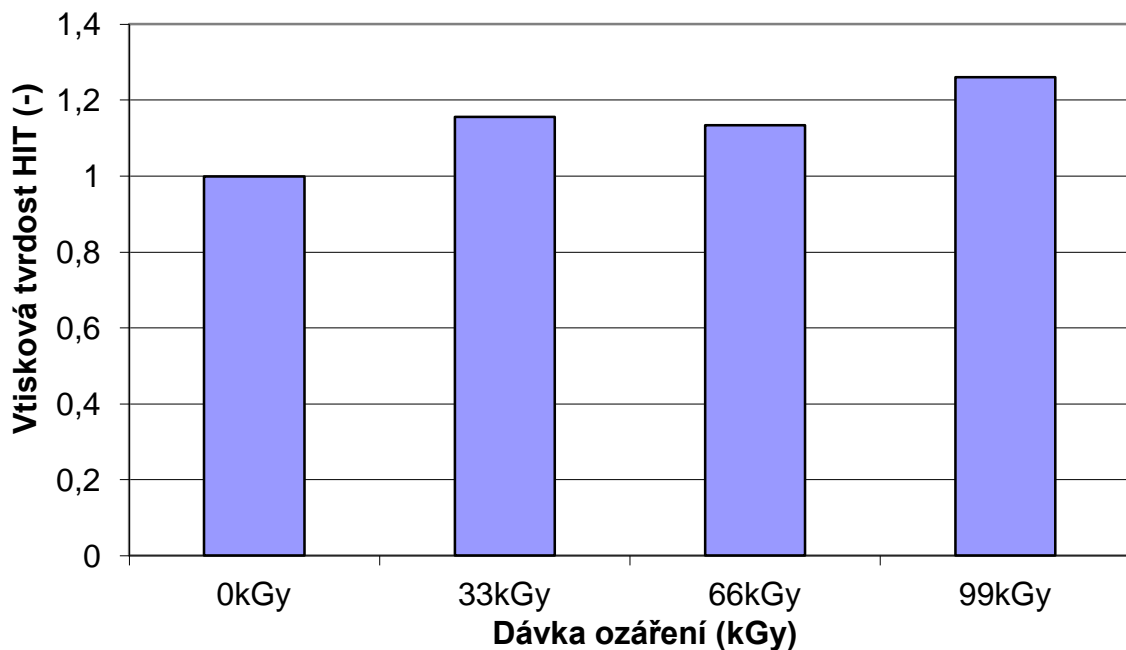


Obr. 30 Plastická část práce vtisku  $W_{plast}$ , elastická část práce vtisku  $W_{elast}$ , a koeficient zpětné relaxace  $\eta_{IT}$ .

Nejnižší hodnoty plastické a elastické práce bylo dosaženo u vzorku s ozářením 99 kGy. Maximální hodnota plastické části deformační práce byla naměřena u vzorku 66kGy. Nejvyšší hodnota elastické práce byla zjištěna neozářeného vzorku. U koeficientu zpětné deformace bylo naměřeno nejnižší hodnoty u vzorku s dávkou záření 66kGy. Nejvyšší hodnota koeficientu zpětné deformace byla naměřena u vzorku s dávkou beta záření 99kGy. Zpětné deformace  $\eta_{IT}$  je 35%, jak je patrné z grafu obr. 30.

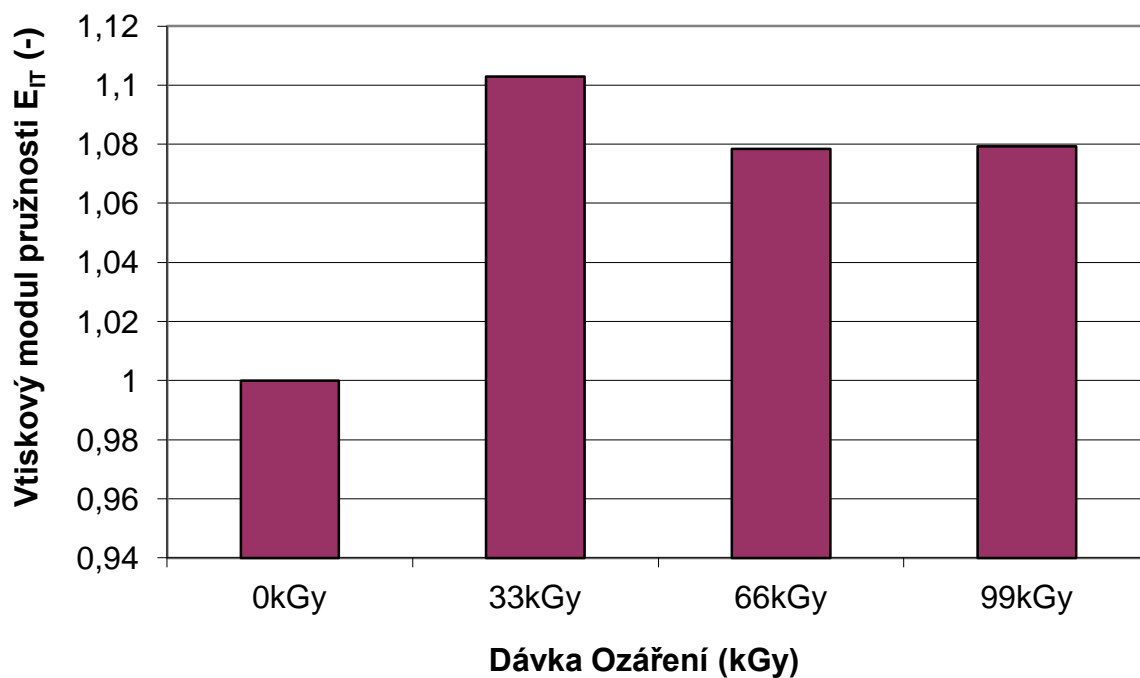
## 9 DISKUZE

Cílem bakalářské práce bylo měření nanotvrdosti povrchové vrstvy polyamidu 11. Polyamid byl modifikovaného beta zářením. Bylo aplikováno síťovací činidlo TAIC (v množství 5% obj. ). Zkušební vzorky byly vyrobeny technologií vstřikování. Byl použit vstřikovací stroj ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební vzorky byly poté ozářeny beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření bylo provedeno na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments. Při maximálním zatížení 10mN. Výsledné hodnoty byly vyhodnoceny a graficky znázorněny. Pro snadnou orientaci byly použity bezrozměrné hodnoty, které jsou vyjádřeny jako poměr jednotlivých měření k hodnotě neozařeného vzorku v průběhu celého měření.

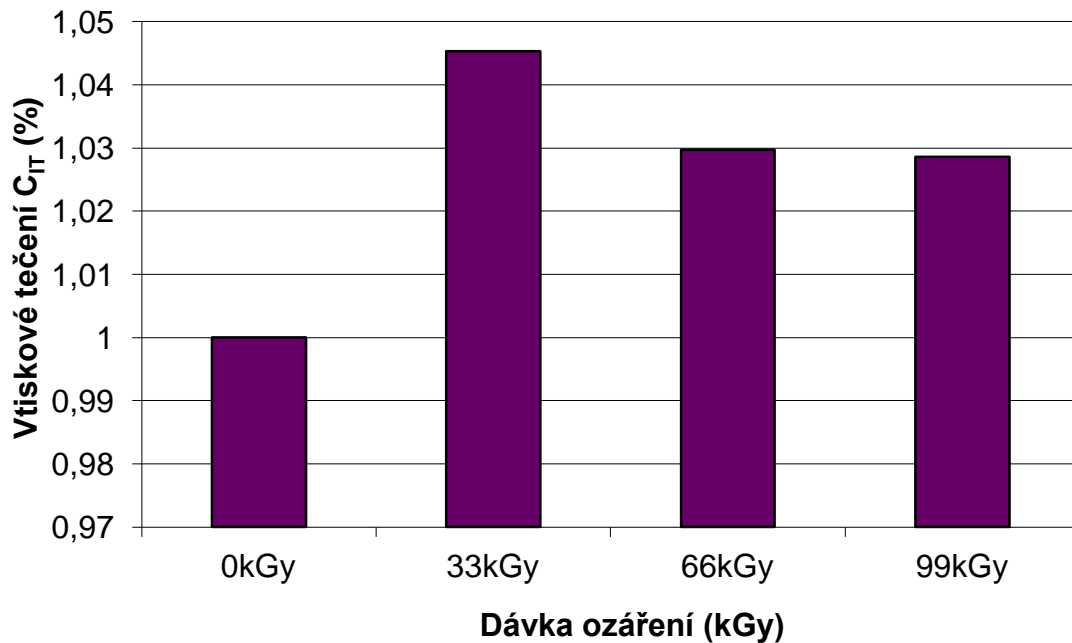


Obr. 31 *Vtisková tvrdost HIT*

Z výsledných hodnot měření nanotvrdosti je zřejmé, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti  $H_{IT}$  dosahuje vzorek s ozářením 99kGy, a to 1,26MPa. Nejnižší hodnoty vtiskové tvrdosti  $H_{IT}$  dosahuje neozařený vzorek 1 MPa. Při srovnání hodnot vtiskové tvrdosti neozařeného zkušební vzorku se zkušebním vzorkem ozářeným dávkou beta záření 99 kGy je zřejmé, že nárůst vtiskové tvrdosti je vyšší v průměru o 22%, jak je zřejmé z obrázku 31.

Obr. 32 *Vtiskový modul pružnosti  $E_T$  (-)*

Výsledné hodnoty měření vtiskového modulu pružnosti. Který představuje mikro-  
tuhost testovaného povrchu zkušební vzorku, je patrné že nejvyšší hodnoty byly namě-  
řeny u zkušební vzorku s dávkou 33 kGy . Naopak nejnižších hodnot bylo dosaženo u  
neozářeného vzorku zkušební tělesa. Při porovnání výsledných hodnot u vzorku s dáv-  
kou s ozáření 33 kGy, s hodnotami naměřenými u neozářeného vzorku se ukázalo zvýšení  
hodnot o 11%, jak je zřejmé z obrázku 32.



Obr. 33 Vtiskový modul pružnosti  $C_{IT}$  (-)

Z vtiskového tečení  $C_{IT}$ , které představuje mikrokrep testované vrstvy, je patrné, že největší hodnota mikrokrepu byla zaznamenána u testovaného zkušební vzorku ozářeného 33kGy. Nejmenší hodnota byla naopak zjištěna u neozářeného zkušební vzorku. Při porovnání vzrostla hodnota vtiskového tečení  $C_{IT}$  u zkoumaného vzorku s dávkou ozáření 33kGy a u neozářeného vzorku je viditelný nárůst hodnot asi o 4 %, jak je patrné z obrázku 33. Nárůst hodnot vtiskové tečení u ozářených zkušebních těles může být způsoben drobnými prasklinkami v povrchové vrstvě. Tuto hypotézu je však nutné pečlivě analyzovat.

Změny mikromechanických vlastností zkušební materiálu byly zapříčiněny účinky aplikací beta záření. Beta záření vytvořilo ve struktuře změny. Které ovlivnili vytváření 3D sítě amorfních oblastech materiálu a krystalinitu polymeru. Vlivem intenzivního chlazení vykazuje povrchová vrstva vstřikovaných výrobků snížení krystalické fáze a nárůst amorfní fáze.

## ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce bylo měření nanotvrdosti povrchové vrstvy polyamidu 11. Polyamid byl modifikovaného beta zářením. Bylo aplikováno síťovací činidlo TAIC (v množství 5% obj. procent). Zkušební vzorky byly vyrobeny technologií vstřikování. Byl použit vstřikovací stroj ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební vzorky byly poté ozářeny beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření bylo provedeno na nanotvrdoměru (NHT2) – OpX/Cpx od firmy CSM Instruments. Při maximálním zatížení 10mN. Výsledné hodnoty byly vyhodnoceny a graficky znázorněny.

Z výsledků měření vyplynulo, že ozářením zkušebních těles nedošlo ke zhoršení jejich mechanických vlastností. Hodnoty vtiskové tvrdosti se s rostoucí dávkou záření zvyšovaly až na 22 % při dávce záření 99 kGy. U vtiskového modulu pružnosti, který reprezentuje tuhost testované povrchové vrstvy, došlo ke zvýšení hodnot v průměru o 11% u dávky záření 33 kGy. Nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti a tuhosti byly naměřeny u neozářeného zkušební tělesa. Výsledku vtiskové tečení, který reprezentuje kříp testovaného povrchové vrstvy zkušební tělesa ukázaly, že největší pokles byl zjištěn u neozářeného zkušební tělesa.

Závěrem je možné konstatovat, že modifikace polyamidu 11 beta zářením má pozitivní vliv na některé mechanické vlastnosti. Toho je možné využít tam, kde se kladou zvýšené nároky na odolnost povrchové vrstvy vůči opotřebení.

## 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] *Keramika, kompozity, polymery*, [online]. [cit. 2013-03-14]. Dostupný z WWW: <http://www.ped.muni.cz/wphy/FyzVla/FMkomplet3.htm>.
- [3] KOLEKTIV AUTORŮ: *Základy fyziky polymerů*, Praha, Macro, 1998
- [4] [http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta\\_tkp/sekce\\_plasty/01.htm](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce_plasty/01.htm)
- [5] *KNIHA-polymery-mleziva-original*
- [6] [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id27306](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id27306)
- [7] BRZOBOHATÝ, T. *Současné trendy v metodách měření tvrdosti*, Brno, 2010, 32 s.
- [8] 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. 601609.
- [9] 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
- [10] MOLLIKOVÁ, Eva. *ZKOUŠENÍ MATERIÁLŮ A VÝROBKŮ: Dělení metod určování tvrdosti* [online]. *Vysoké učení technické v Brně*, 2005 [cit. 2012-11-22]. Dostupné z <http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/zmv/2%20deleni%20metod%20urcovani%20tvrlosti.doc>
- [11] DOLEŽAL, Pavel a Bohumil PACAL. *Hodnocení mikrotvrlosti struktur materiálů*
- [12] *Knoop Hardness Test. Instron : Materials Testing Machines for Tensile, Fatigue, Impact & Hardness Testing* [online]. © 2013 [cit. 2012-11-27]. Dostupné z: [http://www.instron.us/wa/applications/test\\_types/hardness/knoop.aspx](http://www.instron.us/wa/applications/test_types/hardness/knoop.aspx) [online]. *Vysoké učení technické v Brně*, 2006, 41 s. [cit. 2012-11-22]. Dostupné z: <http://imse.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/hmsm/Mikrotvrlost.pdf>
- [13] MOLLIKOVÁ, Eva. *ZKOUŠENÍ MATERIÁLŮ A VÝROBKŮ* [online]. 2005 [cit. 2010-02-10]. Dostupný z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/zmv/Index.html>
- [14] VOJTĚCH, Dalibor. *Materiály a jejich mezní stavy*. Vyd. 1. Havlíčkův Brod: VŠCHT Praha, 2010. 212 s. ISBN 978-80-7080-741-5.

- [15] SOVA, M. – KREBS, J. a kolektiv: *Termoplasty v praxi: aktuální stav červenec*
- [16] *Knoop microhardness tester. [online]. 2004 [cit. 2010-02-28]. THE KNOOP MICROHARDNESS TESTER AS A MINERALOGICAL TOOL. Dostupné z WWW: <[http://www.minsocam.org/MSA/collectors\\_corner/arc/knoop.htm](http://www.minsocam.org/MSA/collectors_corner/arc/knoop.htm)>.*
- [17] *Zkousky\_tvrlosti [online]. 2005 [cit. 2010-02-10]. Dostupný z WWW: <[www.ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrlosti.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf)>.*
- [18] DUŠEK, J. *Tvrlost, mikrotvrlost, nanotvrlosti čisté kovy měřené metodou DSI. Brno, 2008. 165 s. Disertační práce na přírodovědecké fakultě Masarykovy univerzity v Brně. Vedoucí disertační práce Prof. RNDr. Vladislav Navrátil, CSc*
- [19] TICHAVA, M.. *Měření tvrdosti pryže a plastů v současném zkušebnictví: Technická zpráva VUGPT Zlín. Zlín 1985, s 31 – 34.*
- [20] LÁHOVÁ, O., SAVKOVÁ, J. *Nanoindentačné merania tenkých vrstev princípy, metódy, vplyvy[online]. 2006 [cit. 2010K04K15]. Dostupné z WWW: <[http://www.kme.zcu.cz/download/seminar/savkova\\_nanoindentace\\_25\\_10\\_2006.pdf](http://www.kme.zcu.cz/download/seminar/savkova_nanoindentace_25_10_2006.pdf)>*
- [21] *Radiační síťování plastů. BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG, 40 s.*
- [22] *Ovsík, Martin. Disertační práce, UTB Zlín*

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

ISO	Mezinárodní norma
$H_{IT}$	Hodnota vtiskové tvrdosti
$C_{IT}$	Vtiskový creep
$E_{IT}$	Vtiskový modul pružnosti
F	zatěžující síla
W	Mechanická práce
$W_{elast}$	Elastická práce
$W_{plast}$	Plastická práce
E	Komplexní modul
$E_i$	modul vnikajícího indentoru
$E_r$	redukovaný modul vtiskového kontaktu
h	hloubka vtisku
HV	Tvrdomost dle Vickerse
C	kontaktní poddajnost
A	velikost kontaktní plochy



## SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1</i> Základní rozdělení polymerů .....	12
<i>Obr. 2</i> Nadmolekulární struktura polymerů [1] .....	13
<i>Obr. 3</i> struktura kopolymeru [18].....	14
<i>Obr. 4</i> Rozdělení plastů dle jejich aplikace [4] .....	15
<i>Obr. 5</i> Rozdělení zkoušek tvrdosti [6] .....	20
<i>Obr. 6</i> Zkouška podle Rockwela [4].....	21
<i>Obr. 7</i> Zkouška tvrdosti podle Brinella[4] .....	21
<i>Obr. 8</i> Zkouška tvrdosti podle Vickerse .....	22
<i>Obr. 9</i> Schéma Berkovichova indentoru [7] .....	23
<i>Obr. 10</i> Ruční tvrdoměr Poldi .....	24
<i>Obr. 11</i> Dynamická zkouška tvrdosti .....	24
<i>Obr. 12</i> Shoreho skleroskop [19].....	25
<i>Obr. 13</i> Shoreho skleroskop [19].....	26
<i>Obr. 14</i> Průběh zatěžování a odlehčování indentoru.....	26
<i>Obr. 15</i> Schematické znázornění hloubky vtisku [9].....	27
<i>Obr. 16</i> Mikrotvrdost podle Vickerse .....	28
<i>Obr. 17</i> Mikrotvrdost podle Knoop [13],[16] .....	29
<i>Obr. 18</i> Berkovichův indentor.....	29
<i>Obr. 19</i> profil vtisku při a po zatížení[20].....	30
<i>Obr. 20</i> Závislost intendačních křivek na charakteru materiálu [20] .....	30
<i>Obr. 22</i> ArburgAllrounder 470 C Advance .....	33
<i>Obr. 21</i> Zkušební vzorek.....	33
<i>Obr. 23</i> Ozařování beta zářením.....	35
<i>Obr. 24</i> Přístroj (NHT2) – Opx/Cpx .....	36
<i>Obr. 25</i> Popis přístroje (NHT2)-Opx/Cpx CSM .....	36
<i>Obr. 26</i> Popis přístroje (NHT2)-Opx/Cpx CSM .....	37
<i>Obr. 27</i> Vtisková tvrdost $H_{IT}$ .....	39
<i>Obr. 28</i> Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$ (GPa).....	39
<i>Obr. 29</i> Vtiskové tečení $C_{IT}$ (%) .....	40
<i>Obr. 30</i> Plastická část práce vtisku $W_{plast}$ , elastická část práce vtisku $W_{elast}$ a koeficient zpětné relaxace $\eta_{IT}$ .....	41
<i>Obr. 31</i> Vtisková tvrdost $H_{IT}$ .....	42

---

Obr. 32 <i>Vtiskový modul pružnosti <math>E_{IT}</math> (-)</i> .....	43
Obr. 33 <i>Vtiskový modul pružnosti <math>C_{IT}</math> (-)</i> .....	44

**SEZNAM TABULEK**

<i>Tab. 1 Rozdělení zkoušek [17] .....</i>	<i>28</i>
<i>Tab. 2 Vstřikovací parametry stroje Allrounder 470C.....</i>	<i>34</i>
<i>Tab. 3 Vstřikovací podmínky .....</i>	<i>35</i>

## **SEZNAM PŘÍLOH**

CD- obsahující text bakalářské práce