

# Měření tvrdosti polyolefinů

Jakub Pešl

---

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: **Jakub Pešl**  
Osobní číslo: **T12149**  
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**  
Studijní obor: **Technologická zařízení**  
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření tvrdosti polyolefinů**

Zásady pro vypracování:

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

Rozsah 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*

Příjmení a jméno: JAKUB PEŠL

Obor: TZ

## 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, 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 15. 5. 2015



<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 nevydělečně 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.

<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, užíje-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>3)</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). 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 přihledne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

## **ABSTRAKT**

Bakalářská práce se zabývá měřením tvrdosti vybraných polyolefinů. V teoretické části jsou popsány jednotlivé druhy polyolefinů a velká část je věnována metodám tvrdosti, která se pro měření využívají. V praktické části jsou provedeny experimentální zkoušky tvrdosti vzorků HDPE, PP neplněného a PP plněného 25% skelných vláken, které jsou navíc modifikovány ionizačním beta zářením o různých dávkách. Pro měření tvrdosti byly zvoleny metody Shore D, Instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI (Depth Sensing Indentation), u které se vyhodnocovaly další materiálové parametry jako vtiskový modul, vtiskové tečení a deformační práce.

Klíčová slova: Tvrdost, polyolefiny, Shore D, Instrumentovaná zkouška tvrdosti (DSI)

## **ABSTRACT**

Thesis deals with the measurement of hardness selected polyolefins. The theoretical part describes the various types of polyolefins and large part is devoted to methods of hardness which is used for measurement. The practical part is performed experimental tests of hardness of samples of HDPE, PP unfilled and PP filled with 25% glass fibers that are additionally modified by ionizing beta radiation at various doses. For hardness measurement were chosen method Shore D, depth sensing indetation DSI where also evaluated other material parameters such as indentation modulus, indentation creep and deformation work.

Keywords: Hardness, polyolefins, Shore D, Depth Sensing Indentation (DSI)

Chtěl bych poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce, doc. Ing. Davidu Maňasovi Ph.D., za cenné rady a připomínky, ochotu a za odborné vedení, které mi poskytl při psaní této práce.

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

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
TEORETICKÁ ČÁST .....	11
<b>1 POLYMERY</b> .....	<b>12</b>
1.1 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ .....	12
1.2 CHARAKTERISTIKA POLYOLEFINŮ .....	14
1.2.1 Polyetylen (PE) .....	15
1.2.2 Polypropylen (PP) .....	17
<b>2 MĚŘENÍ TVRDOSTI</b> .....	<b>19</b>
2.1 ROZDĚLENÍ ZKOUŠEK TVRDOSTI.....	19
2.1.1 Zkouška tvrdosti dle Vickerse.....	20
2.1.2 Zkouška tvrdosti dle Rockwella.....	21
2.1.3 Zkouška tvrdosti dle Brinella.....	23
2.1.4 Zkouška tvrdosti podle Shoreho.....	25
2.1.5 Zkouška tvrdosti podle Knoopu.....	26
<b>3 INSTRUMENTOVANÁ VNIKACÍ ZKOUŠKA TVRDOSTI – DSI</b> .....	<b>28</b>
3.1 ANALYTICKÉ METODY ZPRACOVÁNÍ INDENTAČNÍCH DAT .....	28
3.1.1 Metoda Doernera a Nixe .....	29
3.1.2 Metoda Olivera a Pharra .....	29
3.3 STANOVENÍ VÝSLEDKŮ ZKOUŠKY DSI .....	31
3.3.1 Tvrdost .....	31
3.3.2 Vtiskový modul pružnosti .....	32
3.3.3 Vtiskové tečení.....	32
3.3.4 Vtisková relaxace .....	33
3.3.5 Plastická a elastická část práce vtisku .....	33
3.4 JEVY, KTERÉ MOHOU OVLIVŇOVAT PRŮBĚH A VÝSLEDKY MĚŘENÍ .....	34
3.4.1 Nepřesnosti zapříčiněné teplotními změnami .....	34
3.4.2 Geometrie indentoru.....	35
3.4.3 Určení bodu prvního dotyku vnikacího tělíska .....	35
3.4.4 Poddajnost resp.tuhost měřícího přístroje .....	35
3.4.5 Tvar vtisku .....	36
3.4.6 Vliv velikosti vtisku (ISE) .....	37
3.4.7 Povrchová hrubost vzorku.....	37
3.4.8 Náklon povrchu vzorku.....	37
<b>4 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ</b> .....	<b>38</b>
4.1 ROZDĚLENÍ IONIZAČNÍHO ZÁŘENÍ .....	38
4.2 MĚRNÉ JEDNOTKY CHARAKTERIZUJÍCÍ IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ .....	39
4.3 VLIV ZÁŘENÍ NA POLYMERY .....	40
4.4 RADIAČNÍ SÍŤOVÁNÍ POLYMERŮ .....	40
PRAKTICKÁ ČÁST .....	42
<b>5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b> .....	<b>43</b>
<b>6 PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ</b> .....	<b>44</b>



6.1	VOLBA A ROZMĚRY ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ .....	44
6.2	VÝROBA VZORKŮ .....	44
6.3	OZAŘOVÁNÍ ZKUŠEBNÍCH TĚLES .....	45
<b>7</b>	<b>MĚŘENÍ TVRDOSTI.....</b>	<b>46</b>
7.1	VYHODNOCOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH HODNOT.....	47
7.2	MĚŘENÍ TVRDOSTI METODOU SHORE D.....	48
7.2.1	HDPE .....	48
7.2.2	PP neplněný.....	48
7.2.3	PP plněný 25% skelnými vlákny.....	49
7.3	MĚŘENÍ TVRDOSTI METODOU DSI.....	50
7.3.1	HDPE .....	50
7.3.1.1	Vtisková tvrdost $H_{IT}$ .....	50
7.3.1.2	Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$ .....	50
7.3.1.3	Vtiskové tečení $C_{IT}$ .....	51
7.3.1.4	Deformační práce.....	52
7.3.2	Polypropylen neplněný.....	53
7.3.2.1	Vtisková tvrdost $H_{IT}$ .....	53
7.3.2.2	Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$ .....	53
7.3.2.3	Vtiskové tečení $C_{IT}$ .....	54
7.3.2.4	Deformační práce.....	54
7.3.3	Polypropylen plněný 25% skelnými vlákny .....	55
7.3.3.1	Vtisková tvrdost $H_{IT}$ .....	55
7.3.3.2	Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$ .....	56
7.3.3.3	Vtiskové tečení $C_{IT}$ .....	56
7.3.3.4	Deformační práce.....	57
<b>8</b>	<b>DISKUZE VÝSLEDKŮ.....</b>	<b>58</b>
8.1	MĚŘENÍ TVRDOSTI METODOU SHORE D.....	58
8.2	MĚŘENÍ TVRDOSTI METODOU DSI.....	60
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>65</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>66</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>69</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>71</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>73</b>
	<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>74</b>

## ÚVOD

Tvrдость je velmi známou a často užívanou mechanickou vlastností materiálu. Obecně se jedná především o odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa.

Tvrдость je v praxi velmi často zjišťována, neboť její měření je vcelku jednoduché, levné a lehce opakovatelné. Dá se provádět buď přímo na výrobku, nebo na zkušebním tělese vyrobeném i pro jiné mechanické zkoušky. Existuje velké množství metod měření tvrdosti materiálů, jednotlivé metody jsou popsány v této práci.

Polymery v dnešní době zcela nahrazují tradičně používané materiály, jako jsou třeba i kovy. Odlišujícím faktorem od kovů je řetězová struktura jejich atomů. Jejich hlavní výhodou je snadná zpracovatelnost, široké spektrum dostupných technologií výroby, nízká měrná hmotnost a další užitečné vlastnosti jako odolnost proti korozi, izolační vlastnosti. Velkou roli také hraje cenová dostupnost a rozvoj technologií, kterými lze zlepšovat jejich vlastnosti a tím i rozšiřovat oblast jejich použití.

Jedním ze způsobů, jak docílit u polymerních materiálů požadovaných vlastností a kvalit pro námi zvolené aplikace, je využití ozařování pro radiační síťování. Ozářením vybraných typů materiálu je možné optimalizovat levné komoditní či konstrukční polymery tak, že dojde k vylepšení jejich mechanických a chemických vlastností, takže se pak tyto běžné plasty mohou přiblížit vlastnostmi ke konstrukčním plastům.

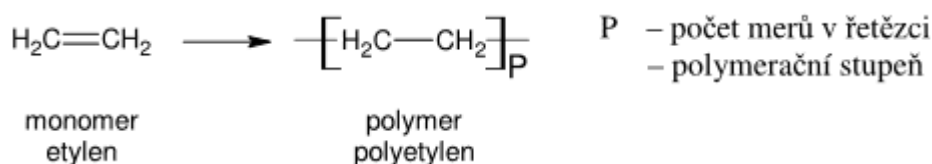
Bakalářská práce se zabývá měřením tvrdosti různých druhů modifikovaných polymerů, a to za použití dvou různých metod měření. Při měření se sledovalo jaký má vliv ozařování na tvrdost a mechanické vlastnosti vybraného polymerního materiálu. Byla použita metoda Shore D, která je vhodná převážně k měření tvrdosti tvrdých elastomerů a měkkých termoplastů. Dále Instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI, ze které se kromě tvrdosti dali zjistit i další důležité mechanické vlastnosti jako vtiskový modul, vtiskové tečení a deformační práce. Pro měření tvrdosti byly vybrány polymery ze skupiny polyolefinů, a to polyetylen HDPE, polypropylen neplněný PP, polypropylen plněný 25% skelnými vlákny, které byly modifikovány beta zářením. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 POLYMERY

Polymery jsou látky vyznačující se tím, že jejich základními jednotkami jsou extrémně velké molekuly – makromolekuly. [1]

Makromolekuly přitom vznikají spojením velkého počtu opakujících částí – merů. Mery jsou zůstatky ze spojujících se výchozích molekul – monomerů. Malé množství spojených merů se označuje jako – oligomer, velké množství pak jako – polymer.



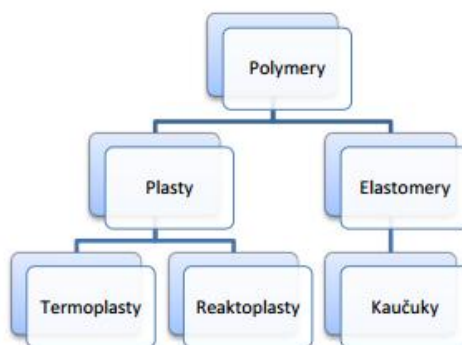
Obr. 1.1 Příklad polymerace etylenu [1]

Polymery jsou ve formě výrobků v tuhém stavu, ale v jistém stádiu zpracování můžou být ve stádiu kapalném, které je dosaženo zejména hlavně kvůli zvýšené teplotě a tlaku. Takto zahřátému polymeru můžeme udělit do budoucna nejrůznější tvar, který vyžadujeme. Samotný výrobek pak slouží v tuhém stavu. [5]

Existence polymerů jako látek je známá více než 120 let. Skutečnost, že jsou tvořeny makromolekulárními řetězci byla ještě v roce 1920 jen teoretická, nakonec v roce 1937 americký chemik Paul Flory vysvětlil jeden z mechanismů jejich vzniku (polykondenzaci). Dále v roce 1953 obdržel Nobelovu cenu Hermann Staudinger za své poznatky v oblasti makromolekulární chemie. Jeho poznatky se poté uplatnily hlavně při výrobě plastických hmot. [1]

### 1.1 Rozdělení polymerů

Základní a nejrozšířenější rozdělení polymerů je na plasty a elastomery. Plasty můžeme dále rozdělit podle chování za tepla na termoplasty a reaktoplasty. Mezi elastomery patří hlavně kaučuky. Každá skupina plastů má svou typickou vnitřní strukturu, která způsobuje podobné mechanické chování při zahřívání. [6]



Obr. 1.2 Rozdělení polymerů [17]

Termoplasty je možné za tepla tvarovat. Působením tepla měknou a chemicky se nemění. Cyklus zahřívání a chlazení lze opakovat, aniž by byly ovlivněny základní vlastnosti materiálu. Reaktoplasty se dostávají ke zpracovatelům jako kapalný nebo práškový meziprodukt. Přidáním vhodného tvrdidla nebo působením tepla a tlaku se meziprodukty vytvrzují do konečného stavu plastových součástí. Tento proces se nazývá vytvrzování a reaktoplasty se proto označují jako vytvrditelné plasty. Po vytvrzení se stávají netavitelnými a nerozpustnými. [7]

Tab. 1.1 Základní systematické rozdělení termoplastů dle chemického složení [36]

TERMOPLASTY			
<i>Polyolefiny</i>		<i>Akryláty</i>	
PE	polyetylén	PMMA	polymethylmetakrylát
HDPE	lineární polyetylén	MBS	metylmetakrylát–butadien–styrén
LDPE	rozvětvený polyetylén	<i>Polyamidy</i>	
UHMWPE	ultravysokomolekulární polyetylén	PA	polyamid
PP	polypropylén	<i>Polyétery</i>	
<i>Chlorované plasty</i>		POM	polyoxymetylén
PVC	polyvinylchlorid	PFO	polyfenilóoxid
<i>Styrénové plasty</i>		<i>Polyestery</i>	
PS	polystyrén	PET	polyetyléntereftalát
PS-GP	standartní polystyrén	PBT	polybutyléntereftalát
PS-HI	houževnatý polystyrén	PC	polykarbonát
PS-E	pěnový polystyrén	<i>Vinylové plasty</i>	
SB	styrén-butadien	PVAC	polyvinylacetát
ABS	akrylonitril–butadien–styrén	<i>Ketony, sulfidy, sulfony a imidy</i>	
SAN	styrén–akrylonitril	PEEK	polyéteréterketon
ASA	akrylonitril–styrén–akrylát	PPS	polyfenylénsulfid
<i>Fluoroplasty</i>		PSU	polysulfón
PTFE	polytetrafluóretylén	PES	polyéthersulfon
ETFE	etylén–tetrafluóretylén	PI	polyimid

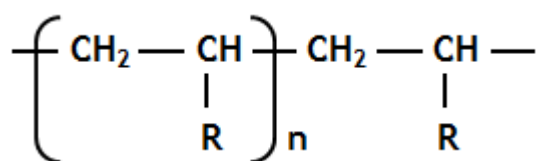
Tab. 1.2 Základní systematické rozdělení reaktoplastů dle chemického složení [36]

REAKTOPLASTY			
Fenoplasty		Epoxidy	
PF	fenolformaldehydová pryskyřice	EP	epoxidová pryskyřice
Aminoplasty		Polyesterové pryskyřice	
UF	močovinoformaldehydová pryskyřice	PESL	polyesterové skelné lamináty
MF	melaminové pryskyřice		

Elastomery lze za obvyklých podmínek lehce deformovat malou silou bez porušení. Jedná se především o vratné deformace. Hlavní skupinou jsou kaučuky, z kterých se vyrábí pryž. Ta se dělí na přírodní a syntetickou. [1]

## 1.2 Charakteristika polyolefinů

Polyolefiny jsou polymery, které jsou vyrobeny z jednoduchých olefinů, též nazývaných jako alkeny. Alkeny jsou uhlovodíky, které obsahují ve svých molekulách jednu dvojnou vazbu.



Obr. 1.3 Obecný vzorec polyolefinu [3]

Kde –R může být :

- H polyethylen
- CH<sub>3</sub> polypropylen
- C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> poly-1-buten
- CH<sub>3</sub>
- /
- CH<sub>2</sub>-CH poly-4-metyl-1-penten
- \
- CH<sub>3</sub>

Ekvivalentní název polyolefinu je také polyalken, což je více moderní název, ačkoli název polyolefin se stále používá v petrochemickém průmyslu. [1]

Dá se říci, že polyolefiny jsou největší skupinou synteticky vyráběných polymerů, a to z důvodu objemu výroby polypropylenu a polyetyleny. Celková spotřeba za rok 2010 činila 53,5 mil. tun PP a 81 mil. tun PE. Tato spotřeba je obrovská hlavně díky levným petrochemickým surovinám, zemnímu plynu a ropě, ze kterých se vyrábí jednotlivé monomery rektifikací a krakováním. Dalším důvodem pro jejich hojné rozšíření je jednoduchá zpracovatelnost a také široce využitelné konečné vlastnosti. [1] [2]

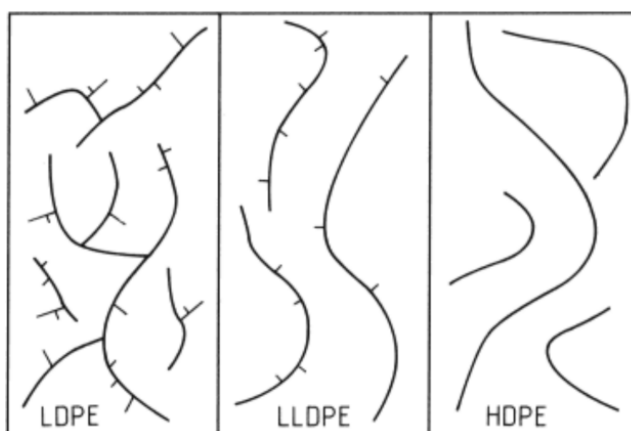
K nejrozšířenějším patří zejména homopolymery a kopolymery etylenu (etenu) a polypropylenu (propenu) a homopolymer-1-butenu. [28]

### 1.2.1 Polyetylen (PE)

Základní strukturu polyetyleny tvoří uhlovodíkový řetězec, který neobsahuje žádné substituenty. Původně byl vyráběn jako homopolymer, dnešní komerční polyetyleny jsou však ve velké míře kopolymery etenu s  $\alpha$ -olefiny (1-hexenem, 1-butenem nebo 4-methyl-1-pentenem). PE je vyráběn mnoha různými postupy a tvoří širokou škálu produktů s různými užitkovými i zpracovatelskými vlastnostmi. Rozmanitost vlastností je výsledkem rozdílů v míře krátkého větvení polymerních řetězců a tím i v obsahu krystalické fáze a také rozdílů v molekulové hmotnosti jednotlivých typů PE. Produkty s různým stupněm krystalinity se liší hlavně hustotou polymeru a tvarem řetězce. Tyto dva aspekty se staly základem pro třídění polyetylenů. [8]

Dle typu rozvětvení makromolekulárního řetězce dělíme polyetylen na :

- Lineární – vysokohustotní HDPE, nízkohustotní LLDPE
- Rozvětvený - nízkohustotní LDPE



Obr. 1.4 Struktura řetězců polyetyleny [32]

Vysoko-hustotní polyetylen HDPE bývá též označován jako nízkotlaký. Označuje se tak proto, že jeho výroba probíhá při mnohem nižších tlacích než nízkohustotní polyetylen. Ze všech typů polyetylenů je HDPE je nejméně ohebný, avšak nejtvrdší. [9]

Nízkohustotní polyetylen LDPE, též označován jako vysokotlaký, je silně větvený, stupeň krystalinity mezi 50-70%. Má vzhledem k ostatním nejnižší pevnost, tuhost i tvrdost, lze do něj rýpat nehtem a podle toho se velmi snadno rozpozná. Na druhé straně je velmi odolný proti korozi a má vysokou houževnatost. [10]

Lineární nízkohustotní polyetylen PELLD se vyrábí podobně jako lineární vysoko-hustotní typ, ale do lineární molekuly polyetyleny se v průběhu polymerace zabudují takzvané alfa-olefiny. Ty jsou poté příčinou nižší hustoty materiálu, protože brání dokonalejšímu krystalickému uspořádání. Tento druh polyetyleny svými vlastnostmi tvoří přechod mezi HDPE a LDPE. [10]

Dále se můžeme setkat také s polyetylenem o velmi vysoké hustotě UHMW. [11]

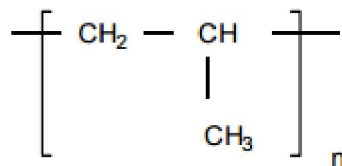
Tab. 1.3 Vybrané vlastnosti a použití u základních typů polyetyleny [11]

Typ polyetyleny a jeho vlastnosti	Použití
<b>HDPE</b>	
Hustota: 0,950—0,970 g/cm <sup>3</sup> Krystalický podíl: 65—95 % Teplota tání: 125-136°C Mez pevnosti: 20-33 MPa	trubky, desky, fólie, velkoobjemové nádoby, pytle, orientované pásy, kanystry
<b>LDPE</b>	
Hustota: 0,915—0,925 g/cm <sup>3</sup> Krystalický podíl: 50—70 % Teplota tání: 105-110°C Mez pevnosti: 8-10 Mpa	obalové a zemědělské fólie tašky, odpadkové pytle, trubky trubičky, desky, láhve
<b>LLDPE</b>	
Hustota: 0,915—0,930 g/cm <sup>3</sup> Krystalický podíl: ~50 % Teplota tání: 125 °C Mez pevnosti: 26 MPa	především fólie

Chemická odolnost polyetyleny roste se stoupající krystalinitou. Při normálních teplotách odolává polyetylen vodě, neoxidujícím chemikáliím včetně kyselin, zásad a solí a jejich roztoků a také polárním rozpouštědlům. Odolnost polyetyleny vůči nepolárním rozpouštědlům, zvláště za zvýšené teploty, je však značně omezena. Polyetylen má výbornou odolnost vůči nízkým teplotám, křehne až při -120°C. Za zvýšených teplot jsou předměty z lineárního polyetyleny tvarově stálé do více než 100°C, předměty z rozvětveného polyetyleny asi jen do 90°C. [3]



### 1.2.2 Polypropylen (PP)

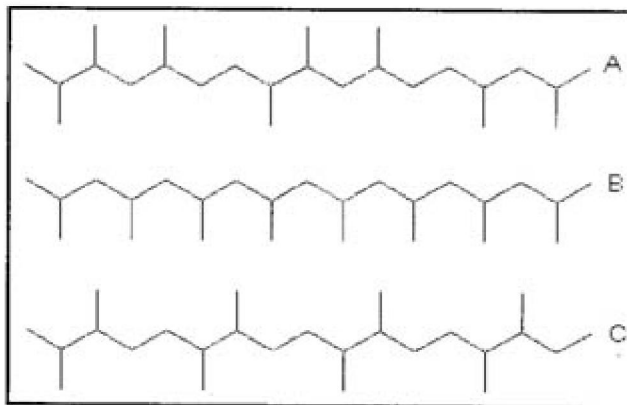


Obr. 1.5 Strukturální vzorec polypropylenu [3]

Polypropylen (PP) můžeme zařadit z hlediska ekonomiky mezi jeden z nejdůležitějších termoplastických materiálů. Polypropylen je lineární polymer a je klasifikován jako polyolefin. Charakteristická je methylová skupina (CH<sub>3</sub>).

Polypropylen lze rozdělit podle molekulární struktury na: [4]

- ataktický – CH<sub>3</sub> skupiny se vyskytují nepravidelně vzhledem k hlavnímu řetězci,
- izotaktický – všechny CH<sub>3</sub> skupiny se nalézají na stejné straně uhlíkového řetězce, resp. při šroubovicovém uspořádání směřují ven,
- syndiotaktický – CH<sub>3</sub> skupiny se pravidelně střídají na obou stranách uhlíkového řetězce.



Obr. 1.6 Molekulární struktura polypropylenu [31]

Většina komerčně využívaného polypropylenu má stupeň krystalizace mezi polyetylenem HDPE a vysokotlakým LDPE. Stejně tak je tomu i u modulu pružnosti. Všeobecně platí, že polypropylen má lepší fyzikálně-chemické vlastnosti než polyetylen.

Polypropylen má nepolární strukturu. Je však neprůhledný kvůli svému stupni krystalinity dosahujícímu k 60% až 75%. Nevýhodou polypropylenu je, že při nízkých teplotách křehne. Použitelný je do teploty 100-110°C, při teplotě 160-165°C začíná tavení krystalů. Polypropylen se liší od lineárního polyetyleny hlavně svojí menší odolností vůči

mrazu, nižší hustotou, ale na druhé straně větší tvrdostí. Odolnost polypropylenu vůči různým chemikáliím je ve srovnání s polyetylenem větší, hlavně při zvýšených teplotách. Rozpouští se při teplotách nad 80°C v aromatických a chlorovaných uhlovodících. Rostlinné a minerální oleje absorbuje polypropylen jen velmi mizivě beze změny mechanických vlastností. [3]

*Tab. 1.4 Přehled základních vlastností polypropylenu [3]*

Pevnost v tahu [MPa]	22 až 32
Hustota [ $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ]	900 až 910
Tažnost [%]	120 až 700
Houževnatost [ $\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ]	10 až 15
Navlhavost [%]	0,1

Polypropylen lze použít na různé typy výrobků. Zejména tam, kde je vyžadována tuhost a pevnost popř. dobré elektroizolační vlastnosti. [4]

Vzhledem k tomu, že polypropylen může být vyroben ve vysoké úrovni čistoty, je vhodný pro použití v polovodičovém průmyslu. Díky své vysoké odolnosti vůči růstu bakterií a dobré odolnosti vůči sterilizačním teplotám je vhodný pro použití ve zdravotnictví. V průmyslových odvětvích, jako je rybolov a zemědělství se používá při výrobě netkaných textilií a lan. Pro flexibilní obalový materiál jako jsou kelímky, sirupové lahve. V automobilovém průmyslu na přístrojové desky, ventilátory a ve stavebnictví na drenážní potrubí a čerpadla. [3] [4]

## 2 MĚŘENÍ TVRDOSTI

Tvrdot patří k významným vlastnostem polymerních materiálů. Oproti kovům je specifickým polymerů, že se při zatížení zkušebním tělesem deformují značně v celém objemu. Polymerní materiály jsou houževnaté, v případě pryže i pružné a jejich povrchy se více či méně deformují. Zkoušky tvrdosti proto u polymerů představují odpor celého objemu tělesa proti vnikání tvrdého zkušebního tělíska definovaných tvarů. Hodnoty tvrdosti jsou závislé na době působení cizího tělesa, na jeho rozměrech a vlastnostech, velikosti zatížení, elastických vlastnostech zkoušeného materiálu a na teplotě při zkoušce. Používáme různé metody jejího měření. [12]

### 2.1 Rozdělení zkoušek tvrdosti

Podle principu zkoušky na: [13]

- vtiskové – při této zkoušce zatlačujeme do zkušebního materiálu velmi tvrdé těleso (kuličku, kužel, jehlan) a měřítkem tvrdosti je velikost vzniklého vtisku (jeho hloubka, uhlopříčka nebo plocha),
- odrazové – je založena na odrazu padajícího tělíska od zkušebního vzorku. Část kinetické energie tělíska je vynaložena na elastickou deformaci povrchu materiálu a zbytek energie se spotřebuje na odrazení tělíska zpět do určité výšky. Tvrdot se určí z výšky odrazu.
- vrypové – tvrdým hrotem se při malém zatížení vytvoří na broušeném povrchu zkoušeného materiálu vryp a podle šířky tohoto vrypu se poté určí tvrdost testovaného měřeného tělesa,

Další je možné rozdělení podle způsobu zatěžování na: [13]

- statické – zkušební tělíska se vtlačuje silou ve směru kolmém ke zkoušenému povrchu (Brinell, Rockwell, Vickers),
- dynamické – zkušební tělíska proniká do testovaného povrchu rázem vedeným kolmo relativně vysokou rychlostí (Shoreho skleroskop, Poldi kladívko).

Statické zkoušky tvrdosti se dále rozdělují podle hloubky vtisku a velikosti zatěžující síly na zkušební tělíska na:

- zkoušky nanotvrdoti – používá se při měření tvrdosti nanomateriálů, tenkých vrstev a povlaků,

- zkoušky mikrotvrdomosti – hlavně při měření tvrdosti tenkých vrstev, případně v metalografii na měření tvrdosti jednotlivých strukturních složek,
- zkoušky makrotvrdomosti.

S postupným rozvojem technologie se staly dosavadní metody měření mechanických vlastností tenkých vrstev nedostatečné. Tvrdost velmi tenkých vrstev bylo totiž obtížné zjistit klasickými metodami, protože při malém zatížení se plastická deformace neprojevila, při větším již došlo k porušení. Proto vznikla nová zkouška – Instrumentovaná zkouška tvrdosti. [2]

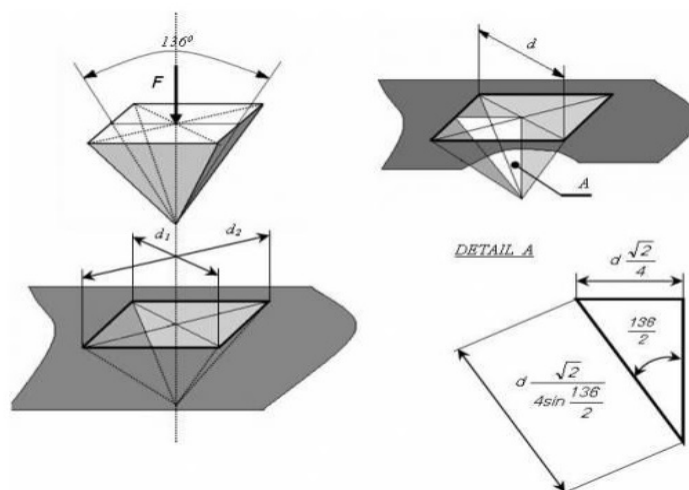
### 2.1.1 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Zkouška tvrdosti dle Vickerse patří mezi statické zkoušky tvrdosti materiálu. Způsob jejího provedení je popsán v normě ČSN EN ISO 6507-1. Zkouška můžeme rozdělit do tří rozdílných oblastí podle rozsahu zkušebního zatížení.

Tab. 2.1 Rozdělení zkoušek tvrdosti dle Vickerse [14]

Rozdělení zkoušek tvrdosti dle Vickerse	Označení tvrdosti HV	Rozsah zkušebního zatížení, F [N]
Zkouška tvrdosti	HV 5 až HV 100	$49,03 \leq F \leq 980,7$
Zkouška tvrdosti při nízkém zatížení	HV 0,2 až HV 5	$1,961 \leq F \leq 49,03$
Zkouška mikrotvrdomosti	HV 0,01 až HV 0,2	$0,09807 \leq F \leq 1,961$

Zkouška tvrdosti podle Vickerse spočívá ve vtlačení diamantového čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem  $136^\circ$  do zkušební vzorku určitým zkušebním zatížením F po stanovenou dobu. Poté se změří úhlopříčky vtisku  $d_1$  a  $d_2$ , ze kterých stanovíme aritmetický průměr jejich délek.



Obr. 2.1 Princip měření metody tvrdosti dle Vickerse [16]

Tvrdotost podle Vickerse (HV) se vypočítá podle :

$$HV = \frac{1}{g} \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} \quad (2.1)$$

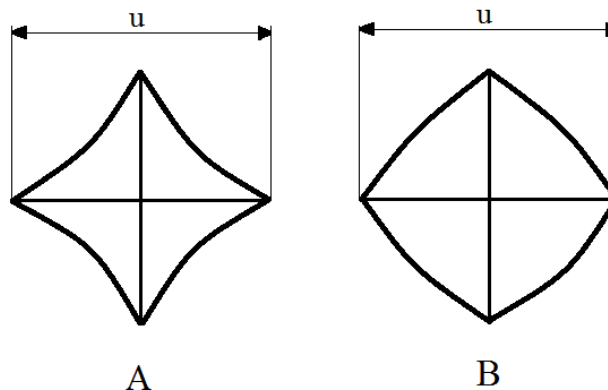
Kde: F- zatěžující síla [N]

d- aritmetický průměr úhlopříček [mm]

g- gravitační zrychlení [m/s<sup>2</sup>]

Povrch zkoušeného materiálu musí být rovný a hladký, bez okujené vrstvy, cizích tělísek a zejména zcela bez mazadel. Finální úprava povrchu nám musí umožnit zcela přesné stanovení rozměrů úhlopříček daného vtisku.

V důsledku rozdílného zpevnění při hranách jehlanu a uprostřed ploch nemusí být průmět vtisku přesně čtvercový, nýbrž strany mohou být buď vyduté u měkkých materiálů nebo vypouklé u zpevněných materiálů, jak je patrné z obrázku 2.2. [15]



Obr. 2.2 Deformace vtisku A) u měkkých, B) u zpevněných materiálů

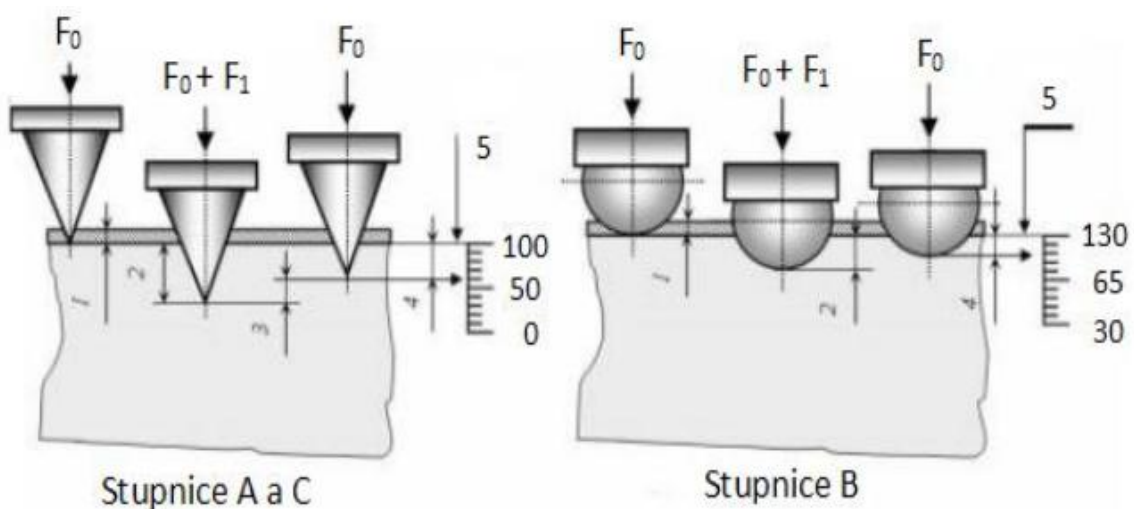
Hlavní výhodou při měření tvrdosti metodou Vickers je to, že měřené hodnoty jsou velmi přesné v důsledku poměrně malých vtisků. Při měření se proto ani čistě obrobena plocha tolik nepoškodí. Zkouška se však nehodí na měření materiálů se silnou heterogenní strukturou povrchu. Hlavním negativem této metody je, že lze aplikovat pouze na opracovaný povrch, nikoliv na hrubý povrch. [15]

### 2.1.2 Zkouška tvrdosti dle Rockwella

Rockwellova zkouška patří mezi statické zkoušky tvrdosti. Liší se od zkoušek Vickerse a Brinella tím, že se tvrdost určuje z hloubky vtisku kuličky, vyrobené z oceli nebo tvrdokovu (pro měkké materiály), nebo diamantového kužele s vrcholovým úhlem 120° (pro tvrdé materiály).

Základní princip této metody je velmi podobný metodě podle Brinella. Tvrdost se zjišťuje na Rockwellově tvrdoměru a je vyjádřena rozdílem mezi smluvní hloubkou vnikání a hloubkou vniknutí indentoru působením přídavného zatížení  $F_1$  při odlehčení na předběžné zatížení  $F_0$ . Předběžné zatížení  $F_0$  slouží převážně k vyloučení chyb vzniklých nerovností povrchu. [2]

Nejdříve zatížíme měřený materiál předběžným zatížením  $F_0$ , které vytvoří vtisk o hloubce 1. Poté nastavíme stupnici hloubkoměru na počáteční polohu a bez rázů se na 2-8s zatíží přídavným zatížením  $F_1$ , které nám prohloubí vtisk o hloubku 2, na tzv. celkové zatížení  $F$ . Následuje výdrž na tomto celkovém zatížení po určitou dobu. Jakmile plastická deformace nepokračuje dále, následuje pokles celkového zatížení  $F$  na hodnotu  $F_0$ . Tvrdost je vyhodnocována z hloubky vtisku 4 a odečítá se přímo na stupnici měřicího přístroje, jak je patrné z obrázku 2.3 [2]



Obr. 2.3 Princip měření tvrdosti podle Rockwella [16]

Indentor je buď kalená kulička nebo diamantový kužel. Kuličky mají průměr buď  $1/16''$  (1,5875 mm) nebo  $1/8''$  (3,175 mm). Kužel má vrcholový úhel  $120^\circ$  a poloměr zaoblení špičky 0,2 mm. Indentor se volí podle druhu stupnice. Každá stupnice je navržena pro nějaký druh materiálu. [17]

Vzhledem k existenci různých velikostí zátěžových sil a typů indentorů, existuje široká řada způsobů označení této metody měření tvrdosti :

- diamantový kužel – HRA, HRC, HRD
- ocelová kulička – HRB, HRG, HRF, HRH, HRE, HRK

Hodnota tvrdosti podle Rockwella je v praxi odvozena z následujících vztahů:

$$HRA, HRC, HRD = 0,100 - e \quad (2.2)$$

$$HRB, HRG, HRF, HRH, HRE, HRK = 0,130 - e \quad (2.3)$$

Kde: HRX – hodnota tvrdosti podle Rockwella

e – hloubka vtisku po odstranění přídavného zatížení

Pokud je nám známa trvalá tloušťka vtlačení, lze vypočítat e podle vzorce:

$$e = \frac{h}{0,002} \quad (2.4)$$

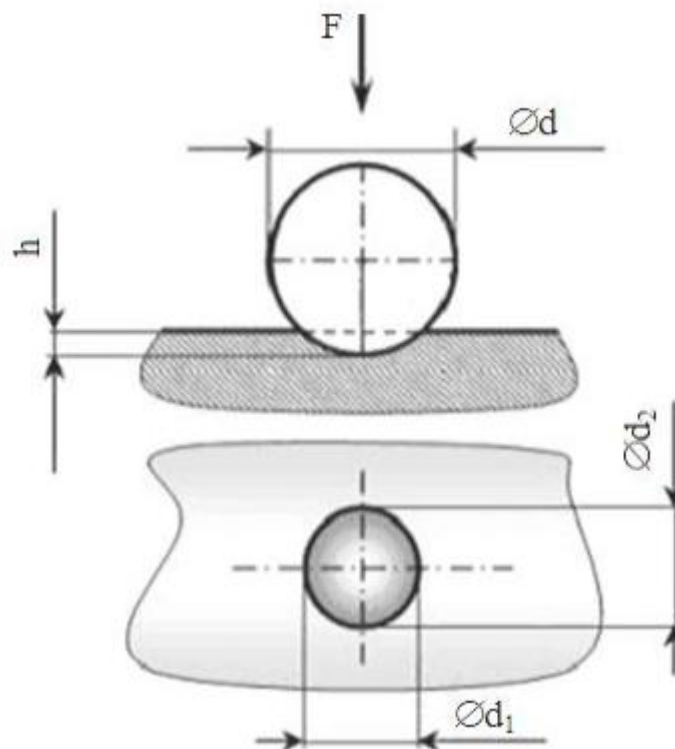
Kde: h – hloubka vtisku po odlehčení na  $F_0$  [mm]

Zkouška tvrdosti podle Rockwella je velmi rychlá a pohodlná, proto se používá v hromadné a automatizované výrobě v kalárnách při cementování a nitridování. Nevýhodou je, že každé poškození kužele ovlivňuje tření mezi ním a zkoušeným materiálem. Přesnost je tedy v porovnání s Vickersovou a Brinellovou metodou podstatně menší. Tato metoda je vhodná pro zkoušení měkkých materiálů, tvrdých i tenkých povrchových vrstev. [17]

### 2.1.3 Zkouška tvrdosti dle Brinella

Zkouška tvrdosti podle Brinella patří mezi statické a indetační zkoušky tvrdosti materiálu. Vynalezl ji švédský inženýr Johan August Brinell. Způsob jejího provedení je popsán a ujednocen normou ČSN EN ISO 2039-1. [13]

Princip této zkoušky spočívá ve vtláčování indentoru (kuličky o průměru  $d$ ) do povrchu testovaného materiálu a následného změření průměru vtisku  $d$ , který zůstane na povrchu po odlehčení zkušební zátěží  $F$ . Zkušební zátěž musí směřovat kolmo k povrchu testovaného tělesa. Tvrdost podle Brinella se označuje zkratkou HBW (Brinell hardness). Jako indentor se používá kulička ze slinutých karbidů. Pro měření se dříve používala i kulička z kalené oceli, avšak dnes již ji norma nepovoluje. [2]



Obr. 2.4 Zkouška dle Brinella [16]

Brinellova tvrdost je definována jako poměr zatěžující síly  $F$  a plochy zaobleného povrchu vtisku  $S$ :

$$HBW = k \cdot \frac{F}{S} = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.5)$$

Kde:  $D$ - průměr kuličky (indentoru) [mm]

$d$ - aritmetický průměr vtisku [mm]

$k$ - konstanta= 0,102

Po provedení zkoušky je nutné změřit buď hloubku nebo průměr vtisku. Průměr se měří pomocí tzv. Brinellovy lupy, což je typ měřicího mikroskopu. Měření průměru vtisku



jsou možná až do setin mm, kdežto měření hloubky vtisku je obtížnější. Měření pomocí mikroskopu je však při sériových zkouškách velmi zdouhavé, proto jsou tvrdoměry konstruovány tak, že lze hloubku vtisku kuličky odečíst přímo na měřicím přístroji. [2]

Zkouška se dá provádět pouze na povrchu, který je hladký a rovný, bez okujené vrstvy, cizích tělísek a zejména úplně bez mazadel. Povrch testovaného zkušebního tělesa musí být co nejméně ovlivněn tvářením nebo ohřevem. Tloušťka testovaného tělesa musí být nejméně desetinásobek hloubky vtisku  $h$ . [15]

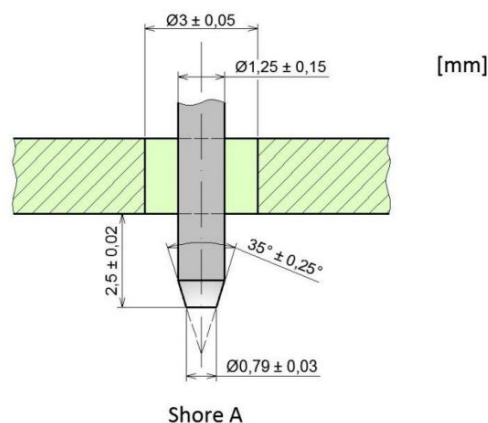
Měření tvrdosti Brinellovou metodou je vhodné pro středně tvrdé a měkké materiály.

#### 2.1.4 Zkouška tvrdosti podle Shoreho

Zkouška tvrdosti dle Shoreho patří mezi dynamické zkoušky tvrdosti materiálu. Způsob jejího provedení je popsán a ujednocen normou ČSN EN ISO 868.

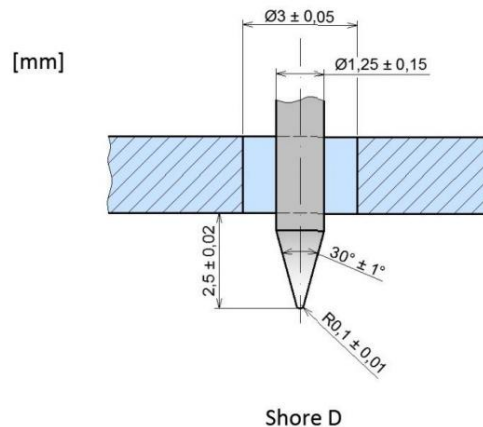
Princip této metody spočívá v pružném odrazu tělesa o určité hmotnosti, které dopadá na povrch testovaného tělesa z konstantní výšky. Při nárazu tělesa dochází k tomu, že se určitá část kinetické energie spotřebuje na plastickou deformaci povrchu testovaného tělesa a zbývající energie se projeví odrazem tělesa. Z dosažené výšky, které dosáhne těleso po odrazu, se vypočítá hodnota tvrdosti. Velkou nevýhodou této metody je, že nedosahuje takové přesnosti jako statické metody (Brinell, Rockwell, Vickers). [2]

K měření tvrdosti Shoreho metodou používáme 2 typy Shoreho tvrdoměrů, a to tvrdoměr typu Shore A a tvrdoměru typu Shore D. Tvrdoměr typu Shore A je vhodný převážně pro měření tvrdosti měkkých materiálů jako jsou gumové výrobky, polyestery, měkké PVC, kůže. Vnikacím tělesem je ocelový kalený a vyleštěný válcový čep o průměru 1,25 mm, zakončený komolým kuzelem o úhlu  $35^\circ$  a s průměrem otupené části 0,79 mm. [19]



Obr. 2.5 Tvrdoměr typu Shore A [19]

Tvrdoměr typu Shore D je určený převážně k měření tvrdosti tvrdých elastomerů a měkkých termoplastů. Vnikacím tělesem je ocelový kalený válcový čep o průměru 1,25 mm, zakončený kuželem o vrcholovém úhlu  $30^\circ$ , vrchol kužele není však ostrý, ale je zde vytvořen rádius 0,1 mm. [19]



Obr. 2.6 Tvrdoměr typu Shore D [19]

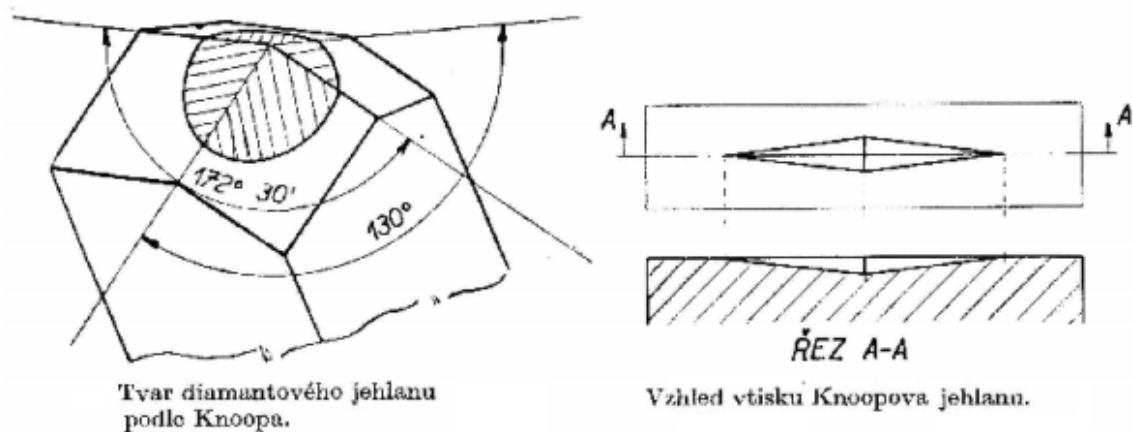
Všechny tvrdoměry používají pro vyvození vnikací síly pružiny. Každý tvrdoměr se skládá z opěrné patky, zkušební hrotu, ukazatele délky a pružiny, která musí být kalibrována. Zkušební těleso musí při provádění zkoušky být položeno na tvrdém vodorovném povrchu. [19]

Tvrdoměr se ke zkušebnímu tělesu přiloží tak, aby špička byla od okraje tělesa vzdálená nejméně 9 mm. Potom se na zkušební těleso přitlačí opěrná patka, tak aby byla rovnoběžná s okrajem zkušební tělesa. Tlak musí být dostatečný, aby zabezpečil pevný kontakt zkušební tělesa s opěrnou patkou. Tvrdost je poté odečítána po uplynutí požadované doby. Na různých částech zkušební tělesa vzdálených od sebe nejméně 6 mm se stanoví pět měření a určí se z něj aritmetický průměr. [19]

### 2.1.5 Zkouška tvrdosti podle Knoop

V roce 1939 byla v americkém National Bureau of Standards vypracována nová metoda zkoušky tvrdosti, která se lišila od Vickersovy metody především tvarem indentoru. Způsob jejího provedení je popsán a ujednocen normou ČSN EN ISO 4545-1. [15]

Zkušební tělísko je diamantový jehlan. Vtisk má tvar kosodélníka s poměrem úhlopříček asi 1:7, a poměr délky hlavní úhlopříčky ke hloubce vtisku je 30:1. Geometrie Knoopova indentoru je znázorněna na obrázku 2.7. [15]



Obr. 2.7 Indentor dle Knoopu [15]

Tato metoda měření tvrdosti byla vyvinuta převážně pro měření velmi tenkých např. nitridových vrstev nebo tenkých plechů. Metoda je založena na vtláčování diamantového vnikacího tělesa ve tvaru čtyřbokého jehlanu s vrcholovými úhly 172,5° a 130° do leštěného povrchu zkoušeného materiálu definovanou silou. Vtisk má tvar kosodélníka a na rozdíl od metody Vickers se měří pouze delší úhlopříčka. [15]

Tvrdot podle Knoopu je definována jako podíl zatěžovací síly a druhé mocniny delší úhlopříčky vtisku:

$$HK = \frac{1,4509 \cdot F}{d^2} \quad (2.6)$$

Kde:  $F$  - působící síla [N]

$d$  - délka delší úhlopříčky [mm]

Ve srovnání s Vickersem lze citlivěji zachytit změny tvrdosti po CHTZ (cementaci, nitridaci). Díky nízké hloubce průniku nám dovoluje měřit tvrdost i tenké povrchové vrstvy. Knoopův indentor našel v dnešní době také široké uplatnění v oblastech určování lomové houževnosti u keramických materiálů. [15]

### 3 INSTRUMENTOVANÁ VNIKACÍ ZKOUŠKA TVRDOSTI – DSI

Zmíněné metody měření tvrdosti, které jsme si představili v minulé kapitole, jsou stále používány v technické praxi i dnes, avšak již nejsou dostačující pro všechny oblasti. Hlavně pak při měření mechanických vlastností tenkých vrstev bylo nutné vypracovat novou metodu, která by umožnila co nejvíce odizolovat vliv substrátu na měřenou vrstvu. Tvrdost velmi tenkých vrstev bylo totiž obtížné zjistit klasickými metodami, protože při malém zatížení se plastická deformace neprojevila a při větším již došlo k porušení vrstvy a dále byly měřeny již jen vlastnosti substrátu.

Metoda DSI má své počátky v sedmdesátých letech dvacátého století, jejíž autoři byli Alekin a Bulichev. Zásadní vylepšení metodologie, analýzy a shromáždění dat provedli až Oliver a Pharr na počátku osmdesátých let. [20]

Podstatou metody DSI je, že měřicí přístroj je schopen detekovat okamžitou hloubku vtisku a hodnotu zatížení, což umožňuje podrobně sledovat průběh měření a také lépe zhodnotit jeho výsledky. Grafickým zpracováním dat vznikají charakteristické indentační křivky zatížení-hloubky vtisku, které nám umožňují s velkou přesností určovat mechanické vlastnosti tenkých vrstev o tloušťce několika set nanometrů. Díky možnosti napojení měřicího přístroje na počítač jsou průběhy zkoušek ihned zaznamenány současně s vyhodnocením některých materiálových parametrů. Mezi tyto parametry patří především elastický modul, tečení materiálu, fázové transformace, lomová houževnatost a deformační práce. [20]

#### 3.1 Analytické metody zpracování indentačních dat

Základem matematických analýz naměřených indentačních dat jsou Herzovy rovnice, tj. předpokladem je pouze existence elastického kontaktu. Při indentaci materiálů s čistě plastickým chováním má zatěžovací část indentační křivky také parabolický průběh a odlehčovací část je rovnoběžná se svislou osou. Zatím neexistuje teorie, která by přesně popisovala případ indentace do elasticko-plastického materiálu. Analytické řešení vede ke složitým nelineárním rovnicím s množstvím parametrů popisující chování materiálu. [2]

### 3.1.1 Metoda Doernera a Nixe

První kompletní analýza nano-indentace byla provedena v roce 1986 Doernerem a Nixem, kteří svoji metodu založili na lineárním chování odlehčovací křivky v počátečních fázích, kdy nedochází ke změně kontaktní plochy. Kontaktní hloubka  $h_c$  byla získána proložení lineární části přímkou a odečtení hloubky při nulovém zatížení. Kontaktní plocha je funkcí tvaru indentoru v kontaktní hloubce a tvrdost je vypočítána z podílu zatížení ke kontaktní ploše. Lineární odlehčení by odpovídalo indentoru tvaru válce s plochým dnem, k upřesnění došlo v metodě Olivera a Pharra v roce 1992. [22]

Tvrdoost  $H$  se v tomto případě spočítá :

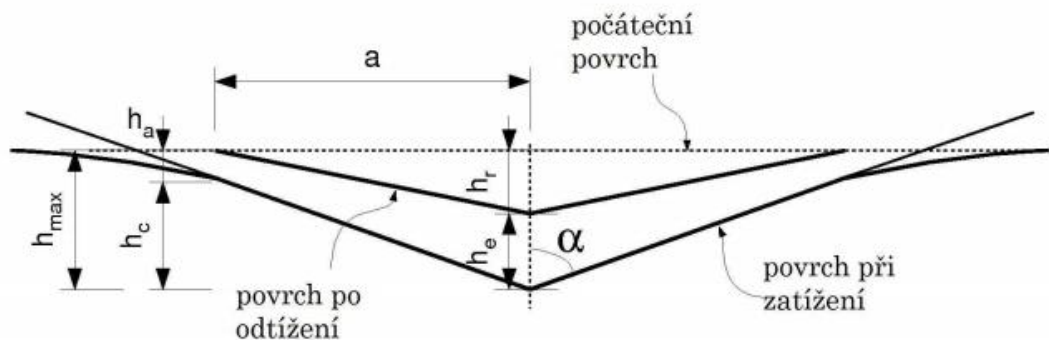
$$H = \frac{c \cdot P}{h_c^2} \quad (3.1)$$

Kde  $c$  je geometrická konstanta,  $P$  je zatěžující síla,  $h_c$  je hloubka indentace.

Metoda Doernera a Nixe je považována za uspokojující hlavně u materiálů s větším podílem plastické deformace. [2]

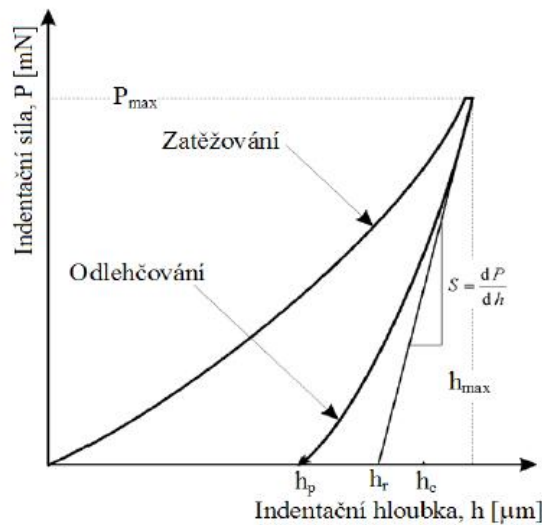
### 3.1.2 Metoda Olivera a Pharra

Základní myšlenkou pro tuto metodu je využití čistě elastického chování blízkého okolí vně indentoru, které může být popsáno pomocí modelů pro indentaci pouze elastických materiálů pomocí tuhého hrotu s jednoduchou geometrií. [29]



Obr. 3.1 Znáornění geometrie vtisku indentoru při zatížení a odlehčení [29]

Metoda v podstatě vychází z metody Doernera a Nixe, odlehčovací fáze je však aproximována mocninnou funkcí. [28]



Obr. 3.2 Indentační křivka [29]

Princip této metody spočívá převážně v určení sklonu tangenty, vedené k počátku křivky odlehčení, přičemž průsečík tangenty s osou  $x$  určuje kontaktní hloubku  $h_p$ . Derivací rovnice jsme schopni určit sklon tangenty: [20]

$$\frac{dP}{dh} = 2 \cdot \frac{2E^* \cdot \tan \alpha}{\pi} \cdot h_e \quad (3.2)$$

Opětovnou substitucí rovnice (3.2) získáme vztah, kde zatěžující síla  $P$  je: [20]

$$P = \frac{1}{2} \cdot \frac{dF}{dh} \cdot h_e \quad (3.3)$$

Vztah pro výpočet hloubky  $h_a$  je: [20]

$$h_a = \left[ \frac{2(\pi - 2)}{\pi} \right] \cdot \frac{P_{\text{max}}}{\frac{dP}{dh_{\text{max}}}} \quad (3.4)$$

Číselná hodnota v hranaté závorce v rovnici (3.4) závisí na geometrii indentoru a je všeobecně známa jako  $\varepsilon$ . Pro kontaktní hloubku  $h_c$  tak dostáváme vyjádření: [20]

$$h_c = h_{\text{max}} - \varepsilon \cdot \frac{P_{\text{max}}}{\frac{dP}{dh}} = h_{\text{max}} - \varepsilon \cdot (h_{\text{max}} - h_f) \quad (3.5)$$

kde  $\varepsilon = 0,7262$  (pro kuželovitý hrot),  $\varepsilon = 0,75$  (pro sférický indentor, Berkovichův a Vickersův indentor) a  $\varepsilon = 1,00$  (pro plochý indentor).

Je-li známa tvarová funkce hrotu  $A_p = f(h_c)$ , pak lze určit tvrdost  $H$  ze vztahu: [20]

$$H = \frac{P_{max}}{A_p \cdot h_c} \quad (3.6)$$

Kombinovaný elastický modul lze spočítat jako: [20]

$$E^* = \frac{dP}{dh} \cdot \frac{1}{2a} = \frac{1}{2} \cdot \frac{dP}{dh} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{A} \quad (3.7)$$

Hodnota  $dP/dh$ , která se vyskytuje v rovnici (3.2) se určí z experimentálního měření vztahem: [20]

$$\frac{dP}{dh} = \frac{1}{\beta} \left( \frac{dP}{dh} \right)_{změřeno} \quad (3.8)$$

kde  $\beta$  je tzv. korekční faktor, který nám udává odchylku pyramidálního od osově symetrického indentoru. Hodnota korekčního faktoru pro Berkovičův indentor je 1,034. [20]

### 3.3 Stanovení výsledků zkoušky DSI

#### 3.3.1 Tvrdost

Vtisková tvrdost  $H_{IT}$  je rovná podílu maximálního zatížení  $P_{max}$  a plochy  $A_p$  průmětu kontaktu vnikacího tělesa s povrchem. [30]

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A_p} \quad (3.9)$$

Tvrdost podle Martense  $H_M$  je rovna podílu maximálního zatížení  $P_{max}$  a plochy  $A_s$  povrchu části vnikacího tělesa penetrujícího do materiálu a je vyjádřena v  $N/mm^2$ , tedy: [30]

$$HM = \frac{P}{A_s(h)} \quad (3.10)$$

Stanovení tvrdosti  $H_{IT}$  je z metodického hlediska preferovanější, neboť určit plochu průmětu vtisku je podstatně jednodušší, než změřit plochu povrchu části indentoru, který vnikne do materiálu. Rovněž určení tvrdosti  $H_{IT}$  má zřejmý fyzikální význam průměrného kontaktního tlaku pod vnikacím tělesem a měří se v Pascalech. To umožňuje přejít při stanovení hodnot tvrdosti od bezrozměrných stupnic k fyzikálně opodstatněné univerzální

stupnici tvrdosti. K analýze indentačních křivek se používá převážně metoda navrhnutá Oliverem a Pharrrem. [22]

### 3.3.2 Vtiskový modul pružnosti

Instrumentovanou zkouškou DSI, lze zjistit také vtiskový modul  $E_{IT}$ , redukovaný modul  $E_r$  a komplexní modul  $E^*$ .

Vtiskový modul pružnosti  $E_{IT}$  je srovnatelný s modulem pružnosti v tahu. Můžeme jej vypočítat jako:

$$E_{IT} = E^* \cdot (1 - \nu_s^2) \quad (3.11)$$

kde  $\nu_s$  je Poissonův poměr zkušební tělesa a  $E^*$  je komplexní modul.

Redukovaný modul  $E_r$  můžeme určit z následující rovnice:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2 \cdot C \sqrt{A_p}} \quad (3.12)$$

kde  $A_p$  je průmět kontaktní plochy a  $C$  je kontaktní poddajnost.

Komplexní modul  $E^*$  se dá určit jako:

$$E^* = \frac{1}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (3.13)$$

kde  $E_r$  je redukovaný modul,  $E_i$  je modul vnikacího tělesa a  $\nu_i$  je Poissonův poměr vnikacího tělesa.

### 3.3.3 Vtiskové tečení

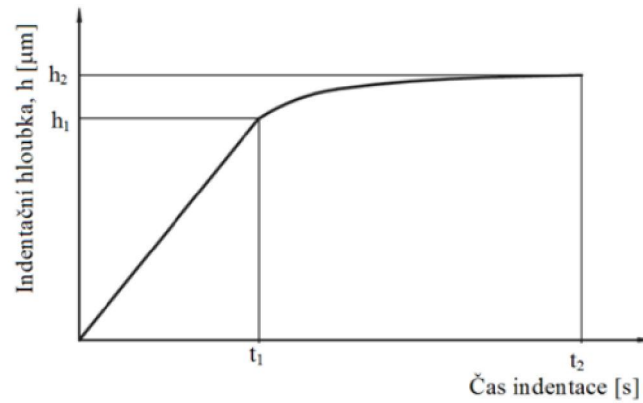
Relativní změna hloubky vtisku (tečení) se označuje symbolem  $C_{IT}$ , lze vypočítat jako:

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100 \quad (3.14)$$

kde:  $h_1$  je hloubka vtisku v čase  $t_1$  (při dosažení zkušební zátížení),

$h_2$  je hloubka vtisku v čase  $t_2$  (při výdrži na dosaženém maximálním zkušebním zátížení) jak je patrné z obrázku 3.3. [12]





Obr. 3. 3 Schematické znázornění vtiskového tečení [2]

### 3.3.4 Vtisková relaxace

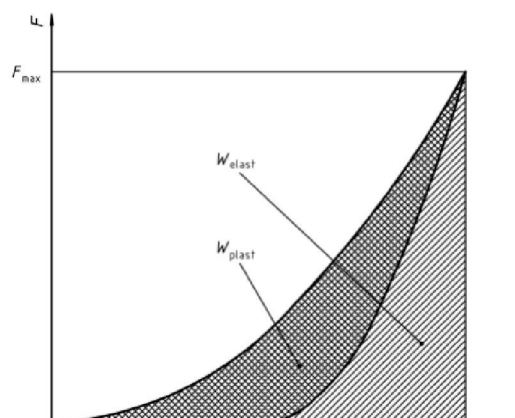
Jestliže se při konstantní hloubce vtisku měří změna zkušebního zatížení, může se vypočítat relativní změna zkušebního zatížení, nebo-li hodnota vtiskové relaxace  $R_{IT}$ : [2] [16]

$$R_{IT} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \cdot 100 \quad (3.15)$$

kde  $P_1$  je zatížení po dosažení hloubky vtisku, která je udržována na konstantní úrovni a  $P_2$  je zatížení po čase, kdy byla hloubka vtisku udržována na konstantní úrovni.

### 3.3.5 Plastická a elastická část práce vtisku

Analýzou indentačních křivek lze zjistit další materiálová veličina a tou je deformační práce.



Obr. 3.4 Plastická a elastická deformační práce [33]

Celkovou práci  $W_{total}$ , kterou jsme spotřebovali na vytvoření vtisku průběhu indentačního cyklu lze spočítat jako součet elastické práce  $W_{elast}$  a plastické práce  $W_{plast}$ . Z

indetační křivky lze pak snadno odvodit jaké chování měl vtisk, zda-li bylo chování elastické nebo čistě plastické. [2]

$$W_{total} = W_{plast} + W_{elast} \quad (3.16)$$

Koeficient zpětné relaxace  $\eta_{IT}$  nám udává, jak se provedený vtisk vrací do původního tvaru. Dá se spočítat jako:

$$\eta_{IT} = \frac{W_{elast}}{W_{total}} \cdot 100 \quad (3.17)$$

### 3.4 Jevy, které mohou ovlivňovat průběh a výsledky měření

Metoda DSI je průlomová a umožňuje měřit s velkou přesností to, co by bylo staršími metodami tehdy nemyslitelné. Díky její přesnosti bývá tato metoda měření tvrdosti zasažena širokou škálou chyb.

Faktory, které ovlivňují měření rozdělit, do dvou skupin viz. tab. níže:

Tab. 3.1 Rozdělení faktorů ovlivňující přesnost měření

Vliv vlastností měřicího přístroje	Nepřesnosti zapříčiněné teplotními změnami
	Geometrie indentoru
	Určení bodu prvního dotyku vnikacího tělíska
	Poddajnost resp.tuhost měřicího přístroje
Vlastnosti povrchu měřeného materiálu	Tvar vtisku
	Velikost vtisku
	Vliv substrátu
	Zbytkové napětí
	Jakost povrchu měřeného vzorku

V následujících podkapitolách se tedy zaměřím na nejčastěji pozorovatelné problémy při měření touto metodou, důvody jejich vzniku a minimalizaci vlivu těchto efektů.

#### 3.4.1 Nepřesnosti zapříčiněné teplotními změnami

Vzhledem k tomu, že při měření mechanických vlastností tenkých vrstev se pohybujeme v oblastech v řádu mikro a nanometrů, je nutné zajistit měřicím přístrojům teplotně konstantní prostředí. V průběhu zkoušek se však může stát, že dojde ke kolísání teploty uvnitř materiálu. Toto kolísání teplot je zapříčiněno plastickým tečením uvnitř měřeného vzorku, tj. creepu. Výsledkem je rostoucí hloubka vtisku, protože indentor

proniká hlouběji do měřeného vzorku. Dalším důvodem pro pozorovanou změnu hloubky vtisku je změna rozměrů přístroje v důsledku teplotního driftu (zkrácení, prodloužení), což je bohužel k nerozeznání od creepu vzorku materiálu. Jestliže se změní rychlost změny hloubky s časem při konstantním zatížení v jakémkoli okamžiku DSI zkoušky, lze pak spočítat tepelný drift a na základě jeho velikosti regulovat zaznamenávání hloubky během zkoušky DSI.

Pro výpočet úrovně tepelného driftu se doporučuje použít data získaná na konci odlehčení, protože zde při nízkém zatížení existuje velmi malá pravděpodobnost, že uvnitř zkoušeného materiálu dojde ke creepu. [2] [20]

### **3.4.2 Geometrie indentoru**

Vzhledem ke skutečnosti, že klíčovou hodnotou pro určení tvrdosti je projekční plocha, která se určí z hloubky průniku indentoru do zkoušeného materiálu, bude zásadním faktorem tvar indentoru. Veškeré analýzy předpokládají pouze ideální tvar indentoru, což je z praktického hlediska často nedosažitelné. K odchylkám od ideálního tvaru indentoru přispívá hlavně samotné opotřebení indentoru a v případě diamantových indentorů je to anizotropie krystalu.

Tyto odchylky ploch od ideálního hrotu indentoru jsou kritické při velmi malých indentačních hloubkách, při vyšších hloubkách již odchylky od ideálního tvaru hrotu indentoru výrazně naměřené hodnoty neovlivňují. [2] [20]

### **3.4.3 Určení bodu prvního dotyku vnikacího tělíska**

Zásadou pro správné změření hloubky vtisku je určení nulové polohy indentoru. Ideální situace by byla v případě, že by se indentor dotýkal povrchu měřeného materiálu. Způsobil by tak prvotní kontakt měřeného materiálu a indentoru bez toho, aniž by došlo k porušení či deformaci povrchu měřeného materiálu. Takovou situaci můžeme označit za výchozí pro měření hloubky vtisku, často nazývanou jako nulová poloha.

V praxi se nulová poloha určuje zcela jednoduše, a to tak, že indentor pronikne do povrchu testovaného materiálu s nejmenším možným zatížením, které je měřicí přístroj schopen vyvinout, řádově v  $\mu\text{N}$ . [2] [20]

### **3.4.4 Poddajnost resp. tuhost měřícího přístroje**

Poddajnost resp. tuhost měřícího přístroje je dalším důležitým faktorem, který může také ovlivnit přesnost měření. Při použití vyšších hodnot poddajnosti přístroje, než jsou ve

skutečnosti, se může stát to, že spočtené hodnoty tvrdosti a modulu pružnosti jsou vyšší, než ve skutečnosti. Při konstantní hodnotě modulu pružnosti nám poddajnost testovaného zkušební tělesa klesá s rostoucí hloubkou vtisku, tedy i zatížením, což hlavně přispívá k růstu naměřených hodnot. [2]

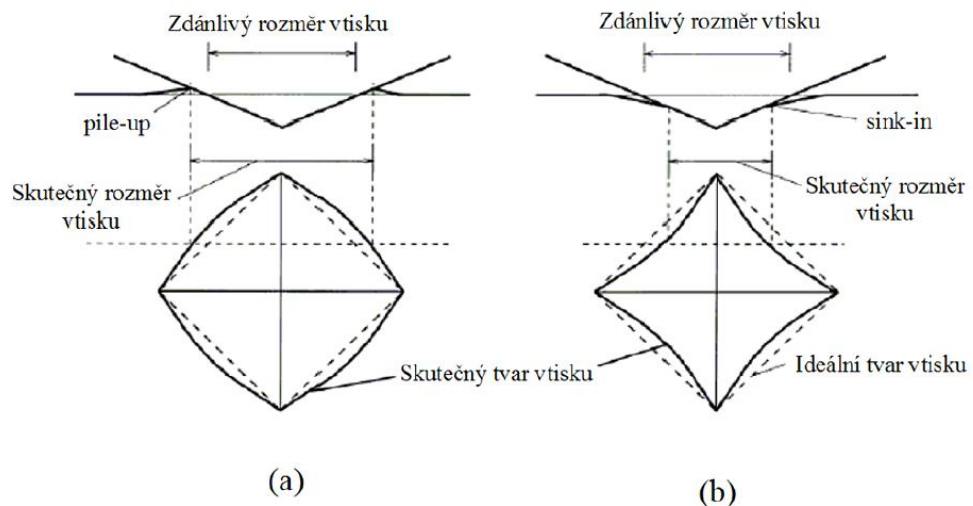
Chyba měření je větší při vyšších hodnotách zatížení a u materiálu s nižší tvrdostí a vyšším modulem pružnosti. [2]

### 3.4.5 Tvar vtisku

Při indetaci se testované zkušební těleso plasticky deformuje a zůstává v jeho povrchu trvalý vtisk. Velikost tohoto vzniklého vtisku je však velmi malá pro přesné měření optickými technikami, tak jako je tomu u jiných zkoušek tvrdosti. Při odlehčování dochází k tzv. relaxaci velikosti vtisku. To znamená, že se materiál pokouší dostat do svého původního tvaru působením elastických deformací. [2]

Existují dva typy deformací okolo tvaru vtisku:

- Efekt pile- up (nakupení okraje), pozorujeme v případě, že poměr efektivního modulu pružnosti a meze kluzu je malý a zpevnění materiálu velké.
- Efekt Sink- in (vtažení okraje) se vyskytuje u materiálů s malým poměrem mezi efektivním modulem pružnosti k mezi kluzu, u kterých se zároveň rozvine výrazná oblast plastické deformace. [20]



Obr. 3. 5 Zobrazení tvaru vtisku při a) nakupení (pile-up), b) vtažení okraje vtisku (sink-in)

[37]

### 3.4.6 Vliv velikosti vtisku (ISE)

Příčiny tohoto jevu jsou spatřovány v několika skutečnostech. Měření malých hloubek vtisku může být snadněji ovlivněno například vibracemi měřicího přístroje, odlišnými vlastnostmi povrchu vzorku oproti zbytku jeho objemu, případně může být nepřesnost způsobena optickými nepřesnostmi přístrojů při vyhodnocování měření

Tento jev lze ale přičítat i vlastnostem materiálu jako takového. Elastická deformace materiálu může být při nižších zatíženích patrnější, možnou příčinou může být také deformační zpevnění materiálu. [20]

### 3.4.7 Povrchová hrubost vzorku

Při výrobě vzorku se v žádném případě nedá vyhnout nepravidelnostem jeho povrchu. Tyto nepravidelnosti vznikají nejen při samotné výrobě vzorku, jeho obrábění a přípravě, ale také později, následkem působení vzduchu, vlhkosti a možné koroze. Při měření tvrdosti jsou tyto nerovnosti většinou zanedbatelné, neboť hloubka vtisku je mnohonásobně větší než jsou rozměry jednotlivých nerovností. V oblasti nanotvrdosti a mikrotvrdosti respektive pak při měření vlastností tenkých vrstev mohou nerovnosti ovlivnit výsledek ve značně větším měřítku. V případě, že měřený povrch je hrubý, tak dochází k větším deformacím i při malém zatížení a výsledek je poté značně zkreslený.

Obecně platí, že měření sférickým indentorem je k těmto nepřesnostem náchylnější než měření kónickým indentorem. [20]

### 3.4.8 Náklon povrchu vzorku

Chceme-li, aby měření tvrdosti bylo co nejvíce přesné a objektivní, je potřeba odstínit všechny faktory, které by jej mohly ovlivňovat. Pokud nebudeme při indentaci působit hrotem na vzorek kolmo, může dojít k velmi chybným závěrům. Pokud působíme totiž pod jiným úhlem, než je  $90^\circ$ , stávají se výsledky měření závislými na zvoleném úhlu, kontaktní plocha bude asymetrická a pokud bude povrch vzorku navíc hrubý, tak může být téměř nemožné určit hloubku vtisku. Dnes však zcela zřídka dochází k těmto chybám, protože většina moderních přístrojů je vybavena tak, aby byla schopna tuto případnou chybu odhalit a upozornit na ni. [20]

## 4 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ

Pod zářením (radiací) obecně rozumíme procesy, při nichž dochází k přenosu energie prostorem na dálku prostřednictvím mikročástic nebo fyzikálních polí. [24]

Tento radiační přenos energie může být uskutečňován dvěma druhy mechanismů:

- Časově proměnné pole,
- Pohybující se částice, které jsou emitovány zdrojem, velkou rychlostí letí prostorem a přenášejí tak kinetickou energii, hybnost i elektrický náboj ze zdroje do okolního prostoru. Zařazujeme zde hlavně alfa záření (proud héliových jader nebo beta záření (proud rychle letících elektronů).

Ionizující záření je souhrnné označení pro záření, která ionizují prostředí, jímž procházejí. Ionizace je proces, při kterém se z elektricky neutrálního atomu nebo molekuly stává iont, tedy elektricky nabitá částice. [24]

Atom nebo molekula se může stát iontem pouze tehdy když:

- odevzdá jeden, či více ze svých elektronů ze svého elektronového obalu (vznikne kladně nabitý ion, tedy kation),
- přijme-li jeden, či více cizích elektronů do svého elektronového obalu (vznikne záporně nabitý ion, tedy anion)

K uvolnění elektronu z elektronového obalu atomu dojde pouze tehdy, když mu dodáme větší energii, než jaké byl v něm držen. K tomu, aby se elektron mohl k atomu přidat a vytvořit tak anion, musí mít dostatek energie na to, aby překonal tzv. potenciálovou bariéru. [24]

K přírodním zdrojům ionizačního náleží kosmické záření a přírodní radionuklidy vyskytující se v přírodě. Mezi umělé zdroje ionizujícího záření vytvořené člověkem zahrnují rentgenky, umělé radionuklidy, urychlovače, jaderné reaktory aj. [26]

### 4.1 Rozdělení ionizačního záření

Mechanismy interakce záření s hmotou jsou pro každý druh záření specifické. Z tohoto hlediska se ionizující záření rozděluje na:

- Přímě ionizující - je to záření, jehož kvanta nesou elektrický náboj a proto přímo vyražejí či vytrhávají Coulombovskými elektrickými silami elektrony z atomů. Patří zde záření  $\alpha$ ,  $\beta$ .

- Nepřímo ionizující - jeho kvanta nejsou elektricky nabitá; svou kinetickou energii předávají v látce nejprve nabitým částicím (většinou elektronům, někdy atomovým jádrům) a ty teprve přímými účinky na atomy látku ionizují. Patří zde záření  $\gamma$ . [24]

Dále je dělíme podle způsobu přenosu energie:

- Vlnové - kvanta tohoto záření nemají klidovou hmotnost, jsou to kvanta vlnění, pohybující se rychlostí světla; pokud je zabrzdíme, odevzdají veškerou svou energii a zaniknou. Patří zde elektromagnetické záření jehož kvanta jsou fotony.
- Korpuskulární - kvanta tohoto záření mají nenulovou klidovou hmotnost, jedná se o proud hmotných částic pohybujících se rychlostí menší než rychlost světla, které si zachovávají svou existenci i po zastavení pohybu. Patří zde záření  $\alpha$ ,  $\beta$ . [24]

Dále je možné dělení podle schopností proniknutí do polymeru:

- alfa záření- je korpuskulární (částicové) záření, jeho částicemi je proud jader helia  ${}^4\text{He}_2$ , tvořených dvěma protony a dvěma neutrony,
- beta záření- je korpuskulární (částicové) záření, jeho částicemi je proud elektronů  $\beta^-$  nebo pozitronů (antielektronů)  $\beta^+$ ,
- gama záření- je vysoce energetické elektromagnetické záření vznikající při radioaktivních a jiných jaderných a subjaderných dějích. Záření gama je ze všech ostatních druhů záření nejpronikavější. [24]

## 4.2 Měrné jednotky charakterizující ionizační záření

- **Kinetická energie elektronu**

Kinetická energie kvant (fotonů, částic) je základní veličinou, která charakterizuje ionizační záření. Základní fyzikální jednotka energie joule [J], obecně používaná ve všech oblastech přírodovědy makrosvěta, je pro měření kinetické energie mikročástic neprakticky velká, proto se z praktických důvodů používá jednotka elektrovolt (eV).

*„Jeden elektrovolt odpovídá kinetické energii, kterou získá elektron urychlený ve vakuu napětím jednoho voltu.“* [24]

$$1\text{eV} = 1,602 \cdot 10^{-19}\text{J} \quad (4.1)$$

- **Dávka D (absorbovaná dávka)**

„Je definovaná jako poměr střední energie předané ionizujícím zářením látce o dané hmotnosti. Základní jednotkou absorbované dávky je Gray (Gy). Je to energie jednoho joulu absorbovaná v kilogramu látky.“ [25]

$$1\text{Gy} = 1\text{J} \cdot \text{Kg}^{-1} = 100 \text{ rad} \quad (4.2)$$

- **Dávková intenzita**

„Je definována jako přírůstek dávky za časový interval. Dříve se používal pojem dávková rychlost. Jednotkou dávkové intenzity je  $\text{Gy} \cdot \text{s}^{-1}$ .“ [25]

$$1\text{Gy} \cdot \text{s}^{-1} = \text{W} \cdot \text{Kg}^{-1} \quad (4.3)$$

### 4.3 Vliv záření na polymery

Při vystavení polymerního materiálu působením ionizačního záření dochází buď k síťování nebo degradaci. Ten, z kterých procesů převažuje převážně závisí na chemické struktuře polymeru.

Na základě této skutečnosti lze polymery rozdělit podle jejich chování při ionizačním ozařování do dvou skupin. Polymery patřící do první skupiny převážně síťují, jejich řetězce jsou spojeny do rozvětvené trojrozměrné struktury s vysokou molekulární hmotností. Polymery patřící do druhé skupiny degradují, snižuje se jejich molekulární hmotnost, doprovázená náhodným štěpením polymerních řetězců.

### 4.4 Radiační síťování polymerů

K vysoce jakostním polymerům již dlouho existuje ekonomicky zajímavá alternativa a tou je tzv. radiační síťování. Touto metodou jsou modifikovány technické termoplasty, jimž lze dát vlastnosti, které jinak nalézáme jen u vysoce kvalitních polymerů, a to velmi levně a jednoduše. energii vzniklou ze záření materiál absorbuje, vznikají radikály, které spolu reagují a při následné chemické reakci dochází ke vzniku nekonečné trojrozměrné struktury tzv. prostorové sítě. Síťování probíhá převážně při pokojové teplotě a bez dodatečného namáhání ozařovaných výrobků. Nově vzniklá síť pak dává materiálu lepší vlastnosti jako vyšší provozní teploty, nižší creep, lepší tvarovou paměť, zvýšenou tvarovou stálost za tepla a vyšší odolnost proti trhlinám způsobených pnutí. Působením ionizačního záření nám se nám sníží i koeficient tepelné roztažnosti. [27]

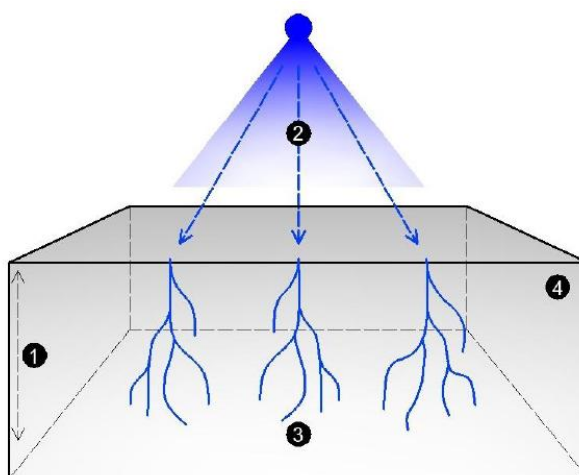


Výhodou je, že proces radiačního síťování může být proveden až po zpracovatelském procesu (po vytlačování, vstřikováním nebo vyfukování). [27]

Požadavek / zatížení	Efekty elektronového ozáření
vysoká odolnost vůči opotřebení	zvýšení stupně zesítění zlepšení odolnosti vůči opotřebení malé poškození kluzného protějšku
vyšší tepelná zatížitelnost (vývoj tepla třením)	zvýšení teploty skelného přechodu zvýšení tvarové stálosti za tepla zvýšení teplotní meze použitelnosti
vysoká přesnost lícování (ložiska) malá vůle (převody)	snížení koeficientu tepelné roztažnosti menší sklon ke creepovému chování (studený tok)
mazání	zlepšení odolnosti vůči chemikáliím a tvorbě trhlin způsobených pnutí
vysoká mechanická zatížitelnost	zlepšená pevnost menší sklon ke creepovému chování (studený tok)

Obr. 4.1 Zlepšení vlastností termoplastů v důsledku radiačního síťování

K cílenému zesítěvání plastů se dnes používá hlavně elektronové beta-záření (urychlenými elektrony). Příležitostně se pro objemnější výrobky používá i záření gama kvůli jeho vyšší hloubce průniku (je ze všech druhů záření nejpronikavější). Pro radiační síťování je základní předpoklad, že materiál při působení ionizačního záření převážně síťuje a ne degraduje. U některých polymerů musíme přidávat síťovací činidla. [27]



Obr. 4.2 Síťování pomocí  $\beta$ -záření; 1-hloubka vniknutí elektronů, 2-primární elektrony, 3-sekundární elektrony, 4- ozářený materiál [32]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Bakalářská práce se zabývá měřením tvrdosti HDPE, polypropylenu a polypropylenu plněného 25% skelných vláken, modifikovaného beta zářením. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologii vstřikování na vstřikovací stroji ARBURG ALLROUNDER 420C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením o různých dávkách beta záření. Měření tvrdosti proběhlo na tvrdoměru Micro-Combi Testeru od firmy CSM Instruments, při zatížení 10N a na tvrdoměru OMAG Affri ART 13 metodou Shore D. U každého souboru měření tvrdosti bylo vždy testováno 10 ks zkušebních těles. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

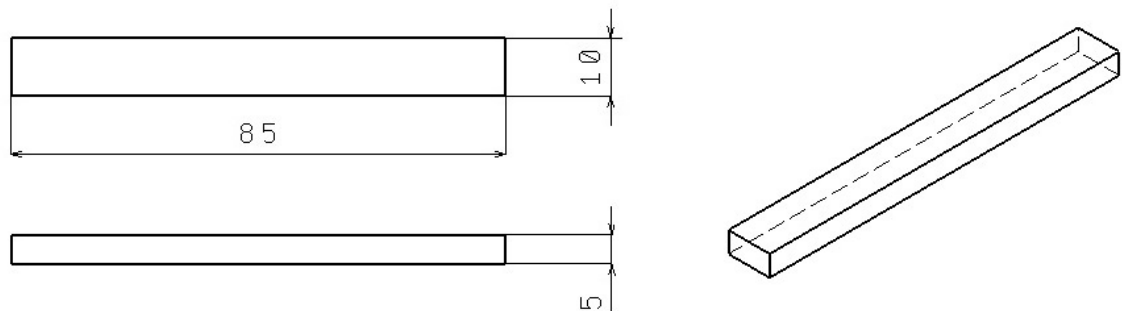
Cíle bakalářské práce byly následující:

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

## 6 PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ

### 6.1 Volba a rozměry zkušebních vzorků

Pro experiment byly vybrány tři typy zkušebních vzorků. Polypropylen neplněný, polypropylen plněný 25% skelnými vlákny, HDPE. Stručné obecné charakteristiky vybraných materiálů jsou uvedeny v kapitole 1.1.1, 1.2.1.



Obr. 6.1 Tvar a rozměry zkušebních vzorků

### 6.2 Výroba vzorků

Zkušební vzorky byly pro zkoušku tvrdosti vyrobeny technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARBURG ALLROUNDER 420 C. Vstřikovací parametry pro jednotlivé druhy vzorků jsou zobrazeny na obrázku 6.3. Obrázek 6.1 uvádí tvar a rozměry zkušebních vzorků.



Obr. 6.2 Vstřikovací stroj ARBURG ALLROUNDER 420 C [35]

Materiál	PP	PP 25	HDPE
<b>Procesní podmínky</b>			
Vstřikovací rychlost [mm/s]	40	50	60
Vstřikovací tlak [MPa]	90	80	80
Doba vstřikování [s]	0,6	0,5	0,4
Doba chlazení [s]	20	50	20
Teplota formy [°C]	40	50	40
Dráha dávkování [mm]	40	40	40
Celkový čas dotlaku [s]	8	10	25
Dotlak [MPa]	60	12	60
<b>Teploty pásem plastikační jednotky</b>			
Teplota pod násypkou [°C]	30	30	60
Pásmo 1 [°C]	190	210	200
Pásmo 2 [°C]	200	220	205
Pásmo 3 [°C]	210	230	210
Pásmo 4 [°C]	220	240	225

Obr. 6.3 Procesní parametry vstřikování pro jednotlivé vzorky

### 6.3 Ozařování zkušebních těles

Vyrobené vzorky byly vystaveny dávkám  $\beta$  – záření o určité velikosti. Ozáření zajistila firma BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG. Zdrojem elektronového  $\beta$  – záření byl vysokonapěťový urychlovač typu Rhodotron o maximální energii 10 MeV.

Pro zkoušku Shore D byly vzorky ozářeny následujícími dávkami  $\beta$  – záření:

- HDPE – neozářený a ozářený dávkami 15, 33, 45, 66, 99 kGy
- PP (neplněný a plněný 25% skelných vláken) – neozářený, ozářený dávkami 15, 33, 45, 66, 99 kGy

Pro zkoušku DSI byly vzorky pro ozáření následujícími dávkami  $\beta$  – záření:

- HDPE – neozářený a ozářený dávkami 33,66,99 kGy
- PP (neplněný a plněný 25% skelných vláken) – neozářený, ozářený dávkami 33, 66, 99, 132, 165 kGy

## 7 MĚŘENÍ TVRDOSTI

Měření tvrdosti metodou Shore D probíhalo na měřícím přístroji OMAG Affri ART 13 s vyměnitelnou digitální sondou pro měření Shore D, kde je indentor s ostrým hrotem o úhlu  $30^\circ$ . Měření na zkušebních tělesech bylo provedeno vždy 10krát za podmínek opakovatelnosti. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny. Obrázek 7.1 zobrazuje přístroj na měření tvrdosti Shore.



*Obr. 7.1 OMAG Affri ART 13 s výměnnými sondami [34]*

Měření tvrdosti metodou DSI probíhalo na tvrdoměru Micro-Combi tester od firmy CSM Instruments. Při měření tvrdosti bylo použito zatížení 10 N. Jako indentor byl použit čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem  $136^\circ$ . Měření na zkušebních tělesech bylo provedeno vždy 10krát za podmínek opakovatelnosti. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny. Spolu s vtiskovou tvrdostí byly vyhodnoceny i další materiálové parametry jako vtiskový modul, vtiskové tečení, koeficient zpětné relaxace a deformační práce.



Obr. 7.2 CSM Micro-Combi tester [30]

## 7.1 Vyhodnocování naměřených hodnot

Naměřené hodnoty byly matematicky a graficky zpracovány. Průměrné hodnoty jsou vyneseny do grafů spolu s chybovými úsečkami, které reprezentují kladnou a zápornou směrodatnou odchylku.

Aritmetický průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (7.1)$$

Směrodatná odchylka:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (7.2)$$

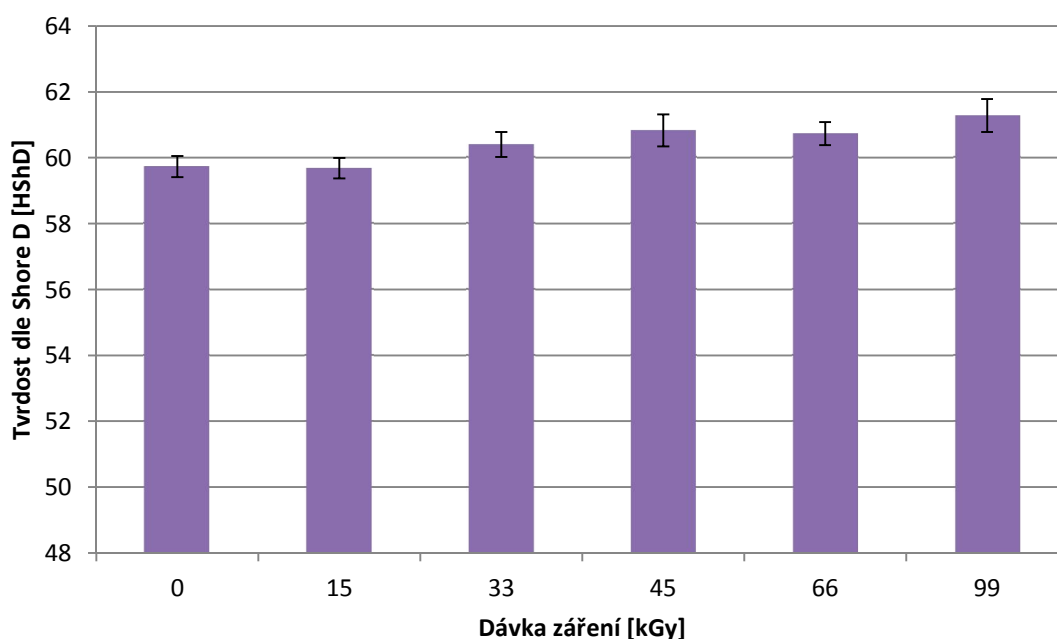
Střední kvadratická chyba aritmetického průměru:

$$\delta = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (7.3)$$

## 7.2 Měření tvrdosti metodou Shore D

### 7.2.1 HDPE

Z výsledků měření metodou Shore D vyplynulo, že největší tvrdost (61,28 HShD) byla naměřena u zkušebního tělesa, které bylo ozářeno dávkou beta záření 99 kGy. Naopak nejmenší tvrdosti bylo dosaženo u zkušebního tělesa, které bylo ozářeno dávkou 15 KGy (59,68 HShD), jak je patrné z obrázku 7.3.

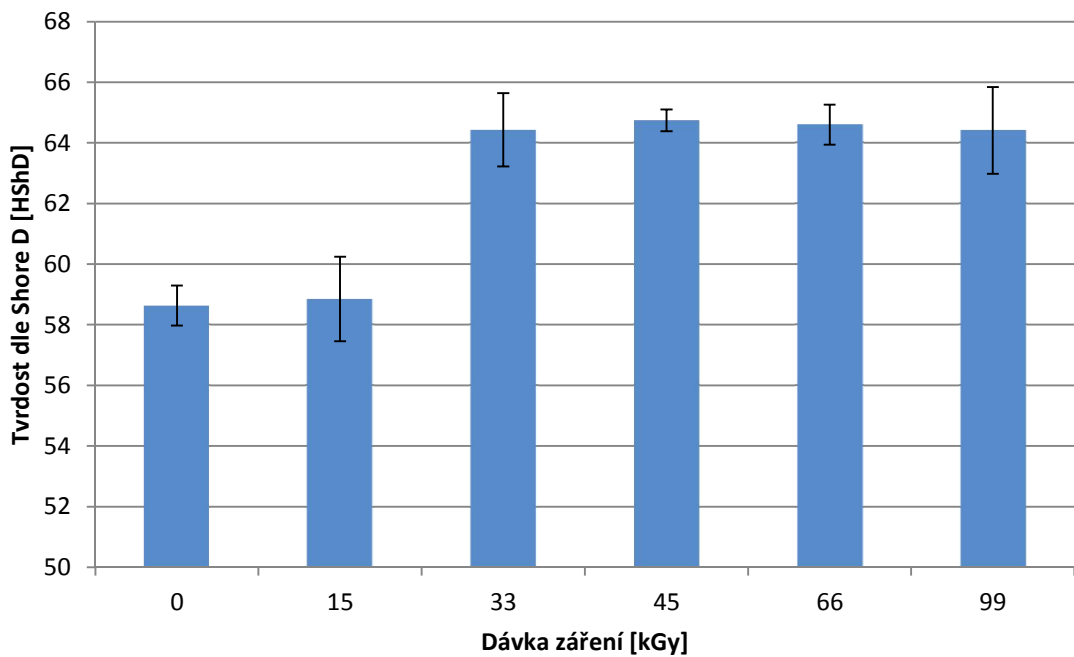


Obr. 7.3 Tvrdost dle Shore D při různých dávkách záření - HDPE

### 7.2.2 PP neplněný

Z výsledků měření metodou Shore D vyplynulo, že největší tvrdost 64,74 HShD byla naměřena u zkušebního tělesa, které bylo ozářeno dávkou beta záření 45 kGy. Naopak nejmenší tvrdosti bylo dosaženo u neozářeného zkušebního tělesa (58,63 HShD), jak je patrné z obrázku 7.4. Tento výrazný nárůst tvrdosti je způsoben síťováním v důsledku ozáření testovaného zkušebního tělesa.

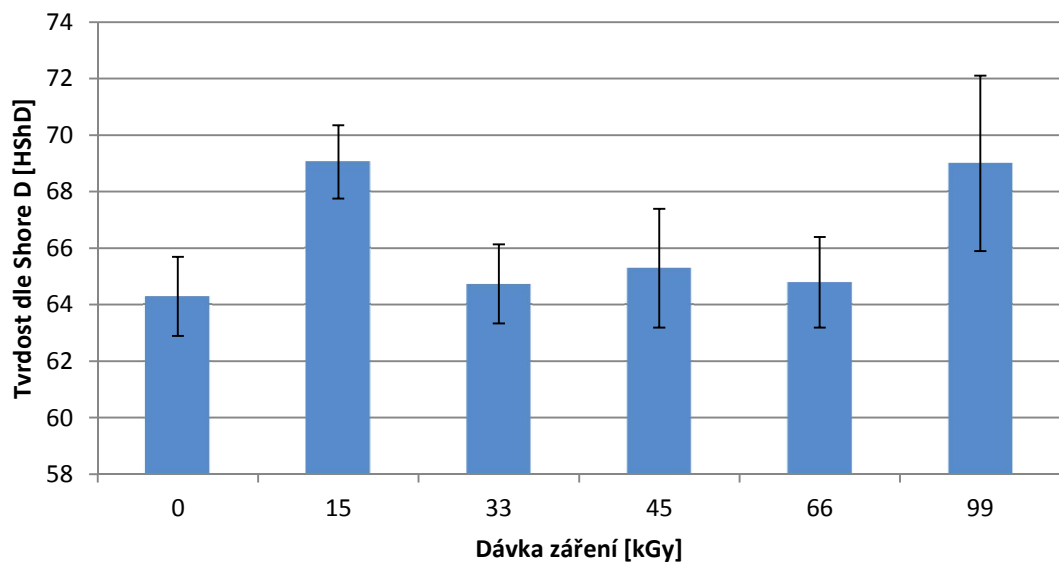




Obr. 7.4 Tvrdość dle Shore D při různých dávkách záření - PP

### 7.2.3 PP plněný 25% skelnými vlákny

Největší tvrdość 69,05 HShD byla naměřena u zkušebního tělesa, které bylo ozářeno dávkou beta záření 15 kGy. Naopak nejmenší tvrdości bylo dosaženo u neozářeného zkušebního tělesa (64,29 HShD), jak je patrné z obrázku 7.5.



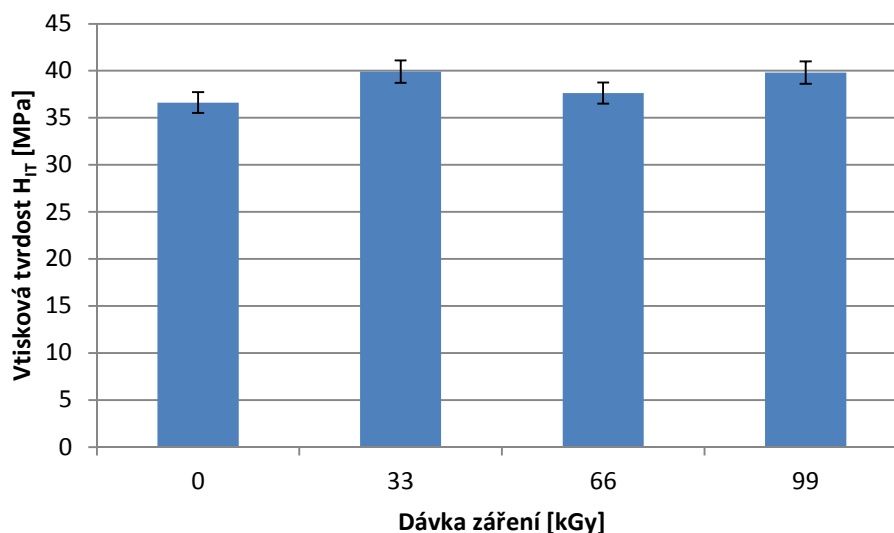
Obr. 7.5 Tvrdość dle Shore D při různých dávkách záření – PP 25

### 7.3 Měření tvrdosti metodou DSI

#### 7.3.1 HDPE

##### 7.3.1.1 Vtisková tvrdost $H_{IT}$

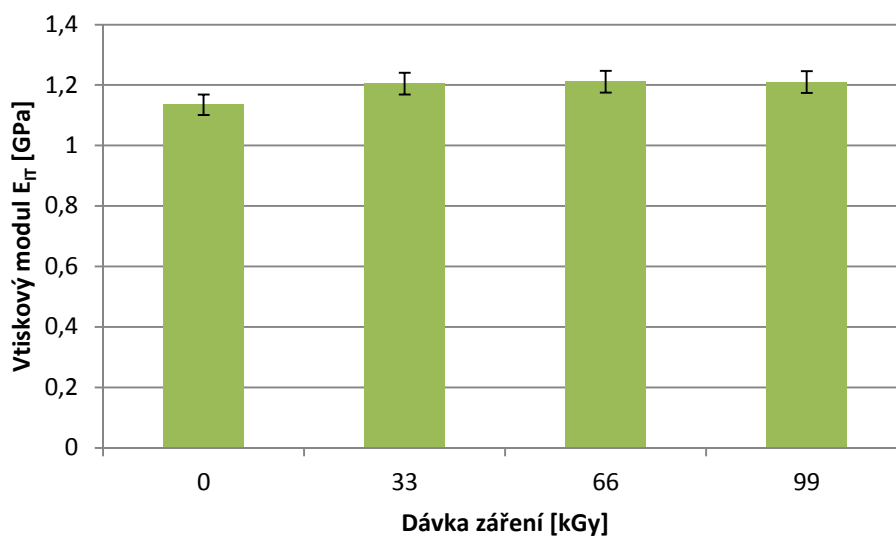
Při Instrumentované zkoušce tvrdosti bylo zjištěno, že nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naměřeny u neozářeného HDPE (36,6 MPa), naopak nejvyšších hodnot vtiskové tvrdosti bylo dosaženo u HDPE ozářeného dávkou beta záření 33 kGy (39,9 MPa), jak je patrné z obrázku 7.6. Nárůst tvrdosti je způsoben síťováním v důsledku ozáření testovaného zkušebního tělesa. U dávky záření 66 kGy došlo k poklesu hodnoty vtiskové tvrdosti, což je pravděpodobně způsobeno degradací materiálu vlivem ozáření.



Obr. 7.6 Vtisková tvrdost - HDPE

##### 7.3.1.2 Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$

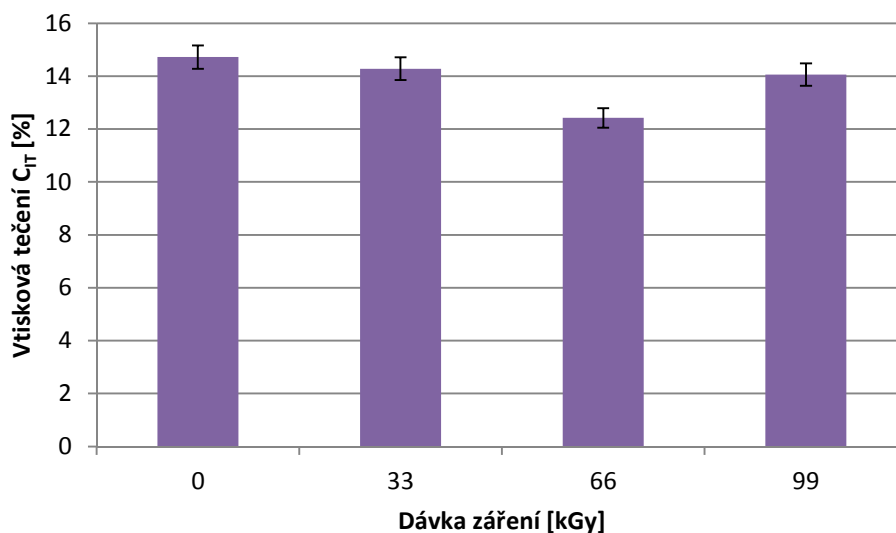
Výsledky Instrumentované zkoušky ukázaly, že hodnoty vtiskového modulu vykazují poměrně malé rozdíly. Nejvyšší hodnota vtiskového modulu byla naměřena u testovaného zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 66 kGy (1,21 GPa). Naopak nejnižší hodnota byla naměřena u neozářeného zkušebního tělesa (1,13 GPa), jak je patrné z obrázku 7.7.



Obr. 7.7 Vtiskový modul - HDPE

### 7.3.1.3 Vtiskové tečení $C_{IT}$

Výslednými hodnotami vtiskového tečení bylo zjištěno, že nejvyšší hodnota vtiskového tečení byla naměřena u neozářeného zkušebního tělesa (14,7 %). Nejmenší hodnoty bylo dosaženo u tělesa ozářeného dávkou beta záření 66 kGy (12,4 %), jak je zobrazeno na obrázku 7.8.



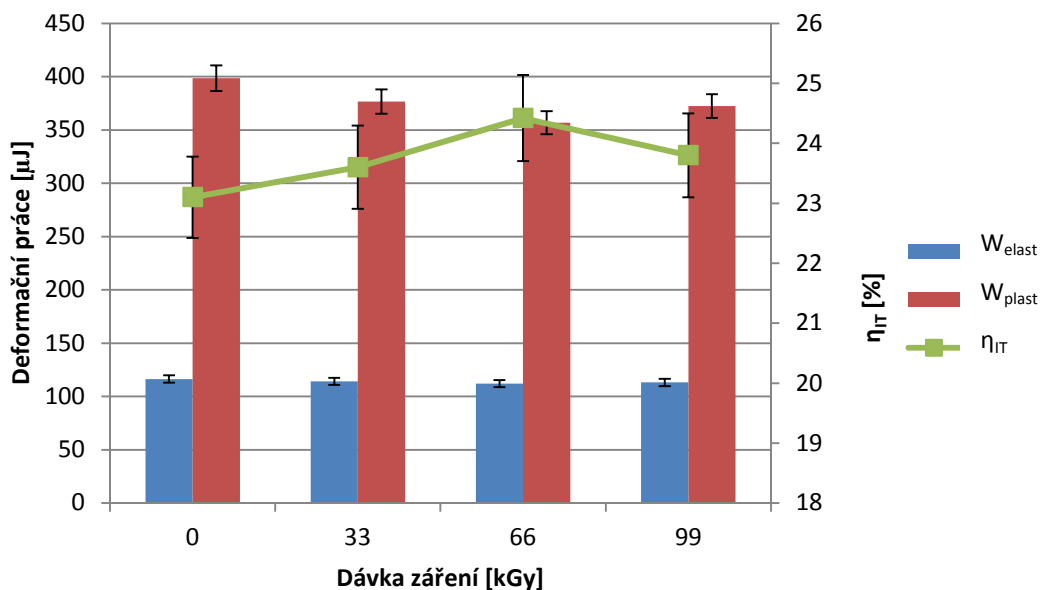
Obr. 7.8 Vtiskové tečení – HDPE

### 7.3.1.4 Deformační práce

Z obrázku 7.9 lze vyčíst, že s ozářením testovaných zkušebních těles došlo k poklesu hodnot jak elastické části deformační práce, tak i plastické části. Největší naměřenou hodnotu pro elastickou část práce vtisku má vzorek neozářený, a to 116  $\mu\text{J}$ . Naopak nejmenší hodnota elastické části vtisku byla dosažena u testovaného zkušebního tělesa ozářeného dávkou 66 kGy a to 112  $\mu\text{J}$ .

Nejvyšší hodnota plastické části práce vtisku činila 398  $\mu\text{J}$  a byla naměřena u neozářeného zkušebního tělesa. Nejmenší hodnota plastické části práce vtisku činila 357  $\mu\text{J}$  a byla naměřena u vzorku ozářeného dávkou 66 kGy.

Při měření koeficientu zpětné relaxace byla naměřena nejnižší hodnota 22,6 % u zkušebního tělesa, které nebylo ozářeného. Nejvyšší hodnota koeficientu zpětné relaxace činila 23,9 %, byla naměřena u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 66 kGy.

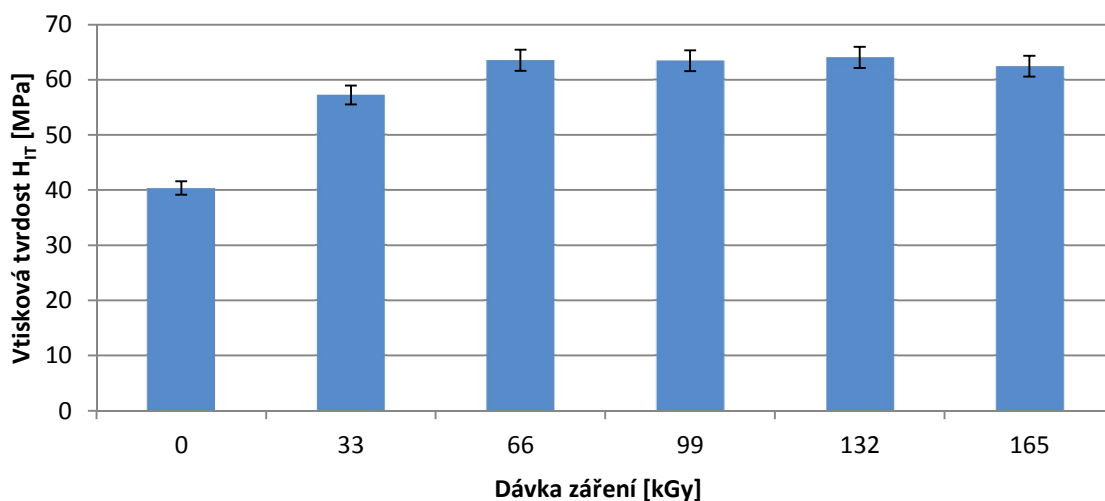


Obr. 7.9 Deformační práce – HDPE

### 7.3.2 Polypropylen neplněný

#### 7.3.2.1 Vtisková tvrdost $H_{IT}$

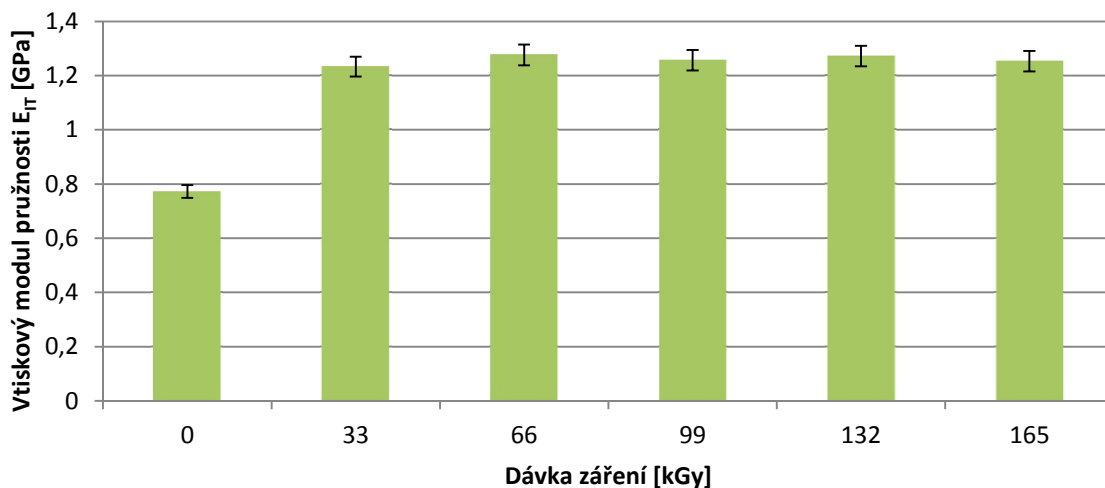
Při zkoušce tvrdosti bylo zjištěno, že nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naměřeny u neozářeného PP (40,4 MPa), naopak nejvyšších hodnot vtiskové tvrdosti bylo dosaženo u PP ozářeného dávkou záření 132 kGy (64,1 MPa), jak je patrné z obrázku 7.10.



Obr. 7.10 Vtisková tvrdost - PP

#### 7.3.2.2 Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$

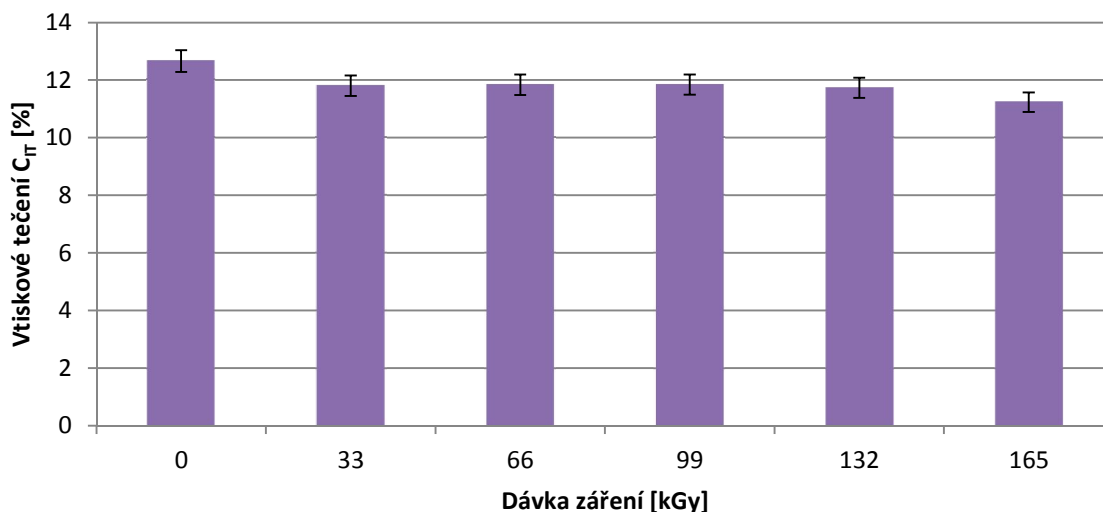
Výsledky instrumentované zkoušky tvrdosti ukázaly, že nejvyšší hodnota vtiskového modulu pružnosti u PP byla zjištěna u testovaného zkušební tělesa ozářeného dávkou záření 66 kGy (1,28 GPa). Naopak nejmenší hodnota byla naměřena u neozářeného zkušební tělesa (0,77 GPa), jak je patrné z obrázku 7.11.



Obr. 7.11 Vtiskový modul - PP

### 7.3.2.3 Vtiskové tečení $C_{IT}$

Nejvyšší hodnota vtiskového tečení u PP byla naměřena u neozářeného zkušební tělesa (12,7 %). Nejmenší hodnoty vtiskového tečení bylo dosaženo u tělesa ozářeného dávkou beta záření 165 kGy (11,2 %), jak lze vidět na obrázku 7.12.



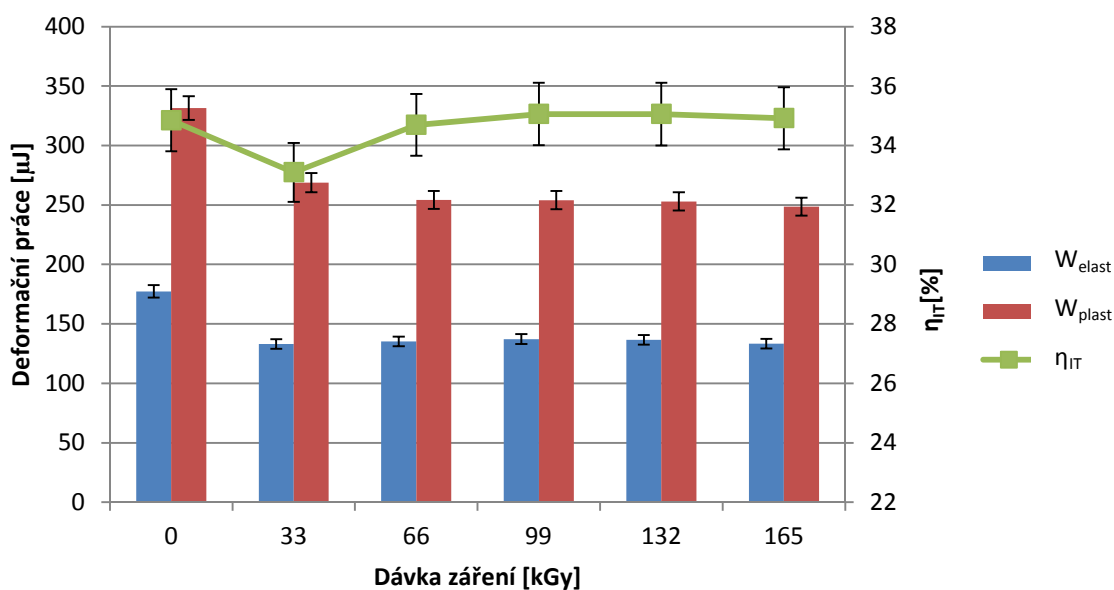
Obr. 7.12 Vtiskové tečení - PP

### 7.3.2.4 Deformační práce

Z obrázku 7.13 je patrné, že s ozářením testovaných zkušebních těles došlo k poklesu hodnot jak elastické části deformační práce, tak i plastické části největší naměřenou hodnotu pro elastickou část práce vtisku má neozářený vzorek, a to 177  $\mu\text{J}$ . Nejmenších hodnot elastické části vtisku bylo dosaženo u vzorku ozářeného dávkou 33 kGy, a to 133  $\mu\text{J}$ .

Nejvyšší hodnota plastické části práce vtisku byla naměřena u neozářeného zkušební tělesa a činila 331  $\mu\text{J}$ . Naopak nejmenší hodnota plastické části práce vtisku byla dosažena u zkušební tělesa ozářeného dávkou 165 kGy a její hodnota činila 248  $\mu\text{J}$ .

Při měření koeficientu zpětné relaxace byla naměřena nejnižší hodnota 33,1 % u zkušební tělesa, který byl ozářen dávkou 33 kGy. Naopak nejvyšší hodnota koeficientu zpětné relaxace byla naměřena u zkušební tělesa ozářeného dávkou 99 kGy a její hodnota činila 35,1 %.

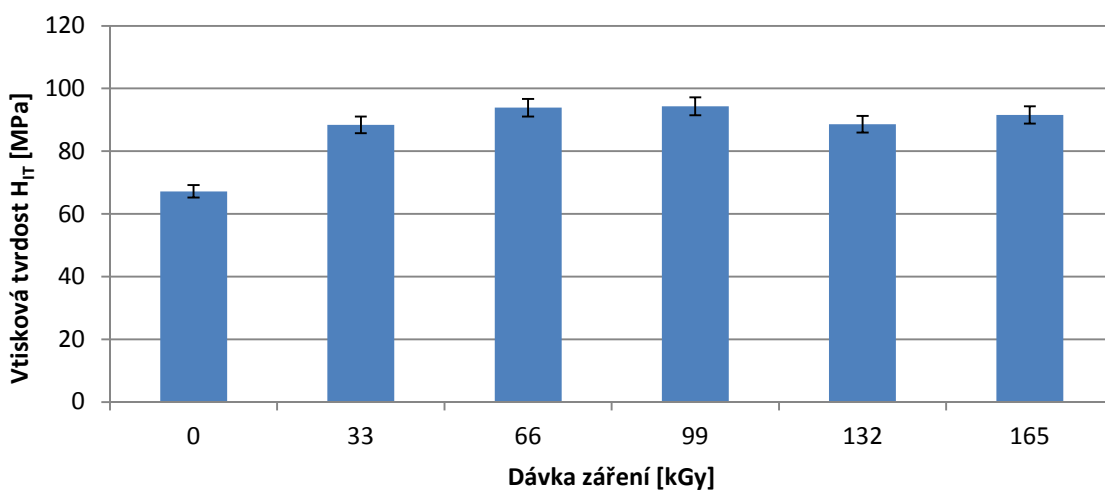


Obr. 7.13 Deformační práce - PP

### 7.3.3 Polypropylen plněný 25% skelnými vlákny

#### 7.3.3.1 Vtisková tvrdost $H_{IT}$

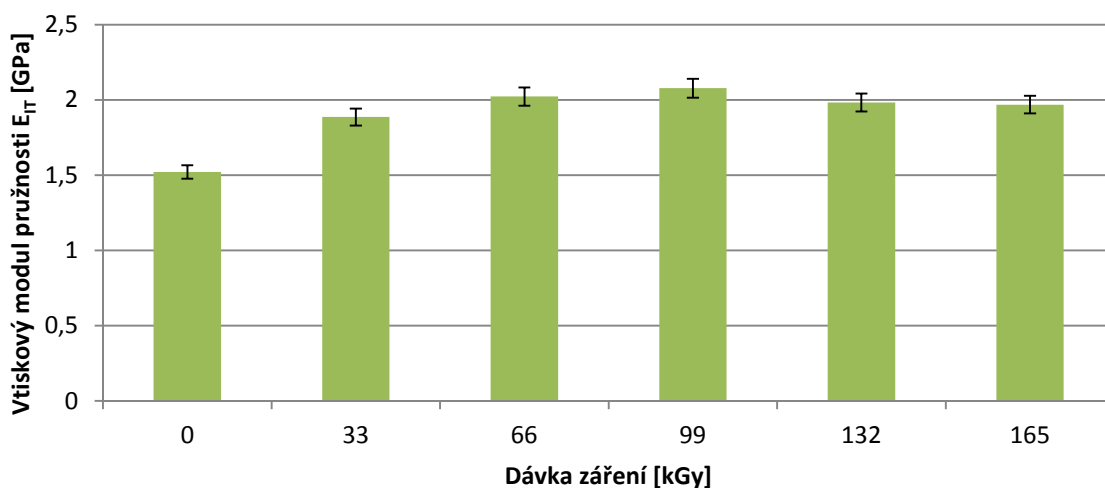
Při zkoušce tvrdosti bylo zjištěno, že nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naměřeny u neozářeného PP 25 (67 MPa), naopak nejvyšších hodnot vtiskové tvrdosti bylo dosaženo u PP 25 ozářeného dávkou záření 99 kGy (94 MPa), jak je patrné z obrázku 7.14.



Obr. 7.14 Vtisková tvrdost - PP 25

### 7.3.3.2 Vtiskový modul pružnosti $E_{IT}$

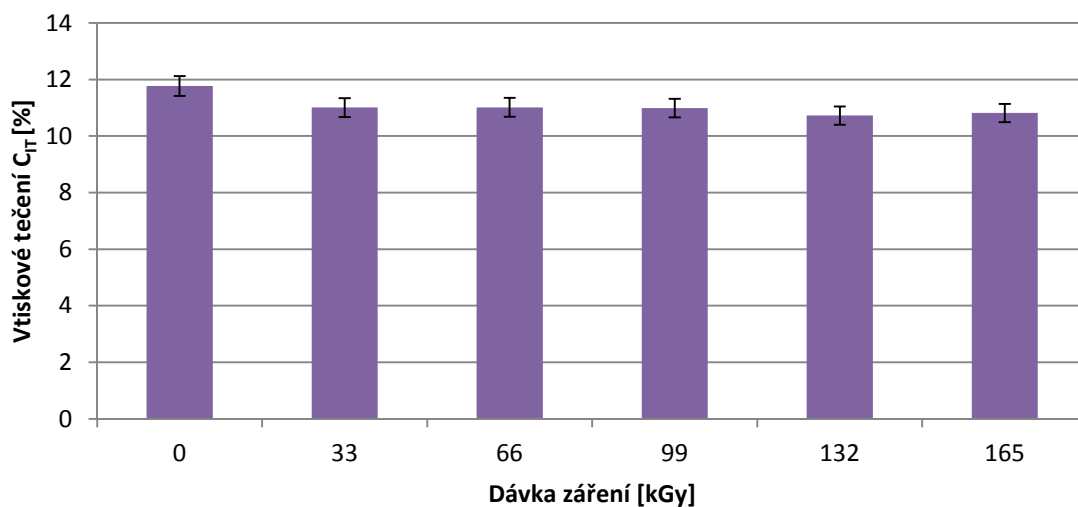
Výsledky instrumentované zkoušky ukázaly, že nejvyšší hodnota vtiskového modulu byla naměřena u testovaného zkušební tělesa ozářeného dávkou záření 99 kGy (2,11 GPa). Naopak nejmenší hodnota tuhosti byla naměřena u neozářeného zkušební tělesa (1,52 GPa), jak je patrné z obrázku 7.15.



Obr. 7.15 Vtiskový modul - PP 25

### 7.3.3.3 Vtiskové tečení $C_{IT}$

Výslednými hodnotami vtiskového tečení, bylo zjištěno, že nejvyšší hodnota vtiskového tečení byla naměřena u neozářeného zkušební tělesa (11,8 %). Nejmenší hodnoty vtiskového tečení bylo dosaženo u zkušební tělesa ozářeného dávkou beta záření 132 kGy (10,7 %) jak lze vidět na obrázku 7.16.



Obr. 7.16 Vtiskové tečení – PP 25

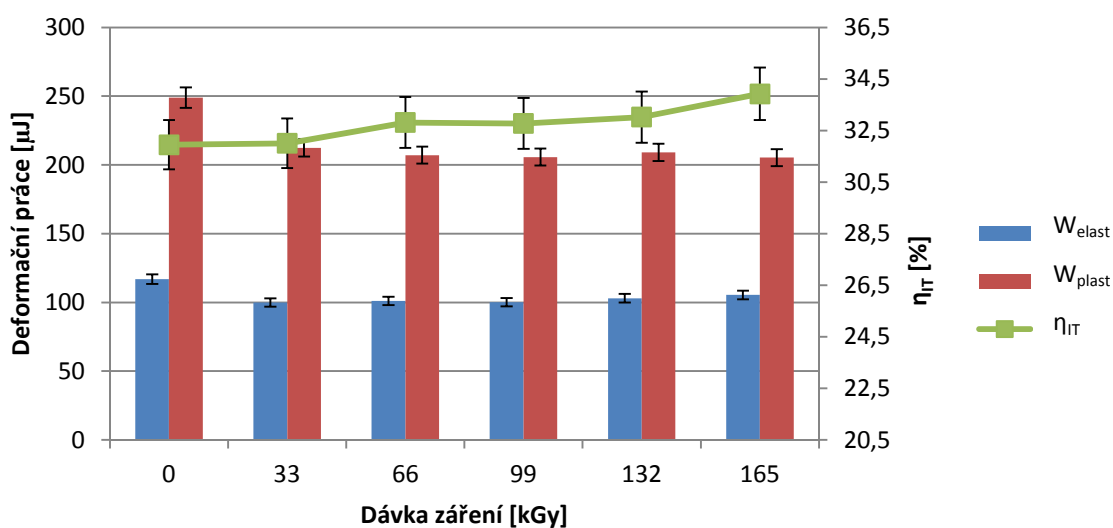


### 7.3.3.4 Deformační práce

Z obrázku 7.17 je patrné, že s ozářením testovaných zkušebních těles došlo k poklesu hodnot jak elastické části deformační práce, tak i plastické části. Největší naměřenou hodnotu pro elastickou část práce vtisku má neozářené zkušební těleso, a to 117  $\mu\text{J}$ . Nejmenších hodnot elastické části vtisku bylo dosaženo u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 33 kGy, a to 100  $\mu\text{J}$ .

Nejnižších hodnot plastické části práce vtisku bylo dosaženo u zkušebního tělesa ozářeného dávkou záření 165 kGy, a to 205  $\mu\text{J}$ . Naopak nejvyšších hodnot plastické části práce vtisku bylo dosaženo u neozářeného zkušebního tělesa, a to 249  $\mu\text{J}$ .

Při měření koeficientu zpětné relaxace byly naměřeny nejnižší hodnoty 31,9 % u zkušebního tělesa, které nebylo ozářeno. Nejvyšší hodnoty koeficientu zpětné relaxace činily 33,9 % a byly naměřeny u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 165 kGy. Se zvyšující dávkou záření došlo k nárůstu koeficientu zpětné deformace.



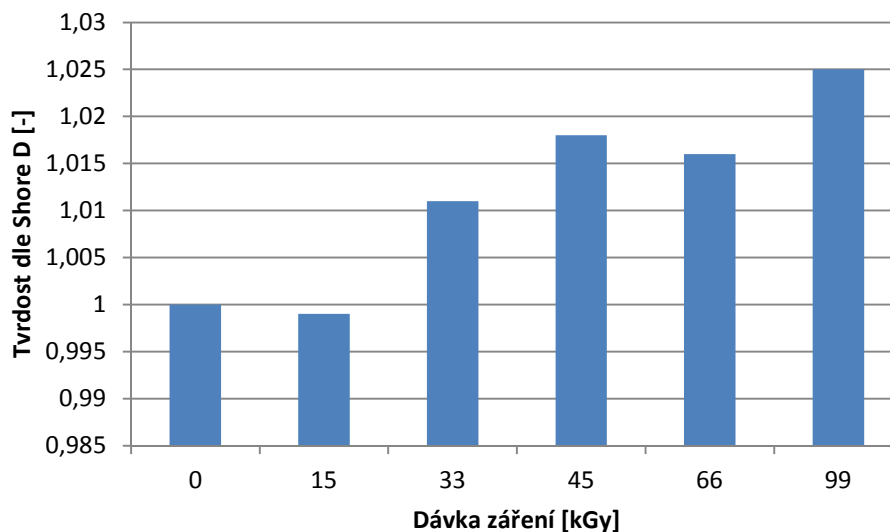
Obr. 7.17 Deformační práce - PP 25

## 8 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Cílem bakalářské práce bylo měření tvrdosti HDPE, polypropylenu a polypropylenu plněného 25% skelných vláken, modifikovaného beta zářením. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologii vstřikování na vstřikovacím stroji ARBURG ALLROUNDER 420C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením o různých dávkách beta záření. Měření tvrdosti proběhlo na tvrdoměru Micro-Combi Testeru od firmy CSM Instruments, při zatížení 10N a na tvrdoměru OMAG Affri ART 13 metodou Shore D. U každého souboru měření tvrdosti bylo vždy testováno 10 ks zkušebních těles. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

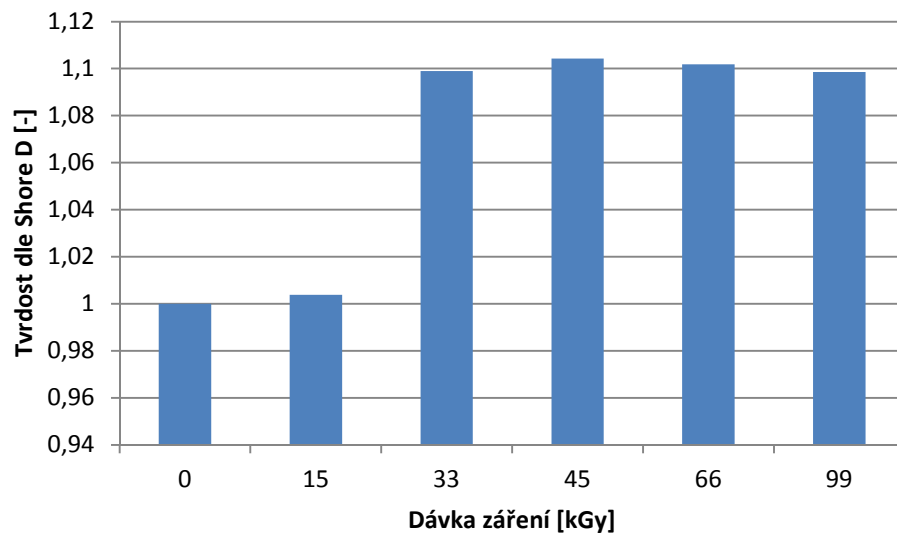
### 8.1 Měření tvrdosti metodou Shore D

Výsledky měření tvrdosti metodou Shore D u HDPE ukázaly, že nejnižších hodnot tvrdosti bylo dosaženo u tělesa ozářeného dávkou 15 kGy, naopak nejvyšších hodnot tvrdosti bylo naměřeno u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 99 kGy. Nárůst i pokles hodnot tvrdosti u ozářených zkušebních těles zcela byl srovnatelný s hodnotami tvrdosti neozářeného testovaného zkušebního tělesa, jak je patrné z obrázku 8.1.



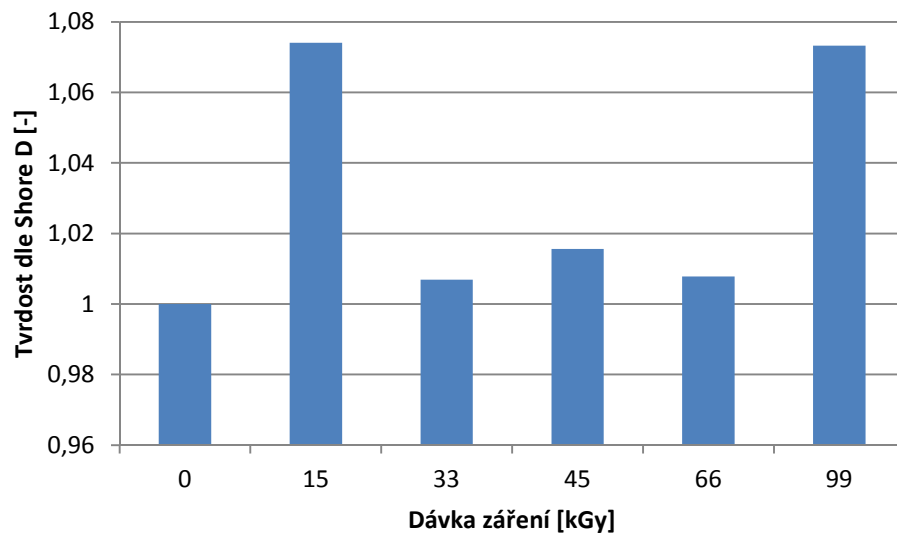
Obr. 8.1 Poměrné vyjádření tvrdosti dle Shore D – HDPE

Výsledky měření tvrdosti u PP neplněného ukázaly, že nejnižších hodnot tvrdosti bylo dosaženo u neozářeného zkušebního tělesa, naopak nejvyšších hodnot tvrdosti bylo dosaženo u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 45 kGy. Nárůst hodnot tvrdosti u ozářeného zkušebního tělesa byl v průměru přes 10 %, jak je patrné z obrázku 8.2.



Obr. 8.2 Poměrné vyjádření tvrdosti dle Shore D – PP

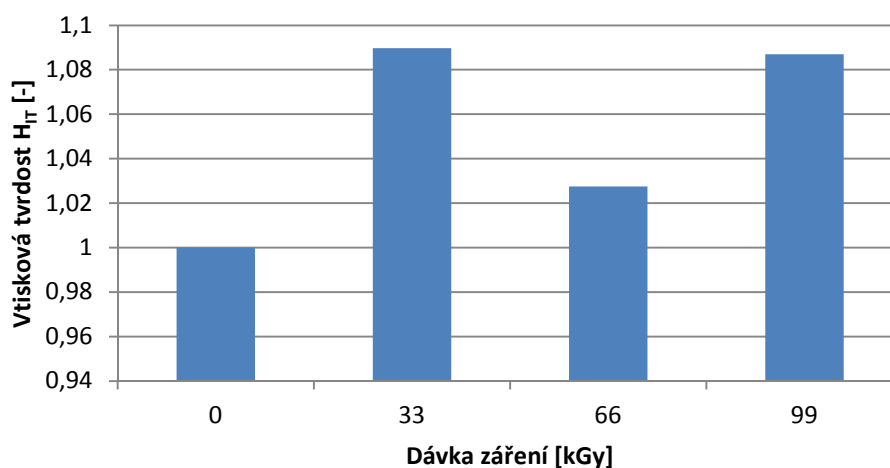
Výsledky měření tvrdosti u PP plněného 25% skelnými vlákny ukázaly, že nejnižších hodnot tvrdosti bylo dosaženo u neozářeného zkušební tělesa, naopak nejvyšších hodnot tvrdosti bylo dosaženo u zkušební tělesa ozářeného dávkou 15 kGy, kde činil nárůst hodnot tvrdosti v průměru 7,4 % oproti neozářenému PP 25, jak je patrné z obrázku 8.3.



Obr. 8.3 Poměrné vyjádření tvrdosti dle Shore D – PP 25

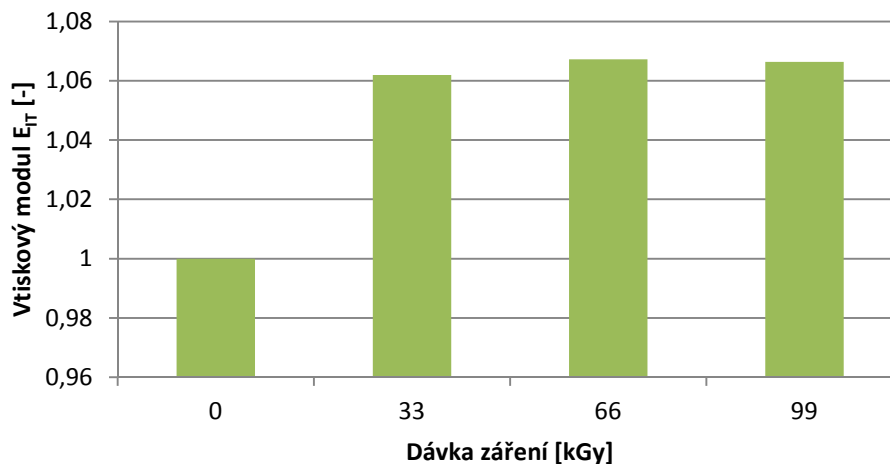
## 8.2 Měření tvrdosti metodou DSI

Vyhodnocení výsledků měření instrumentovanou zkouškou tvrdosti ukázalo, že maximálních hodnot vtiskové tvrdosti u HDPE bylo dosaženo u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 33 kGy. Nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naopak zjištěny u zkušebního tělesa, které nebylo ozářeno. V porovnání s neozářeným HDPE představuje hodnota vtiskové tvrdosti zjištěná u dávky ozáření 33 kGy nárůst v průměru o 8,9%, jak je zobrazeno na obrázku 8.4.



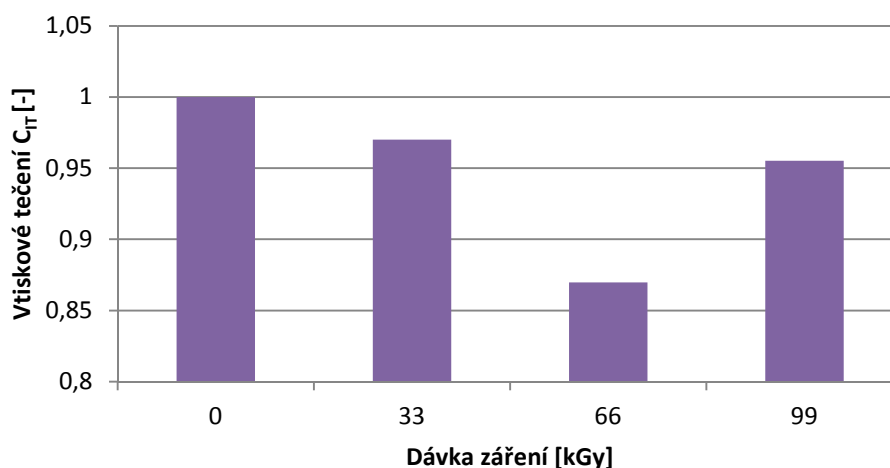
Obr. 8.4 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti – HDPE

Vyhodnocení vtiskového modulu u HDPE ukázalo, že nejvyšších hodnot vtiskového modulu bylo dosaženo u HDPE ozářeného dávkou 66 kGy. Nejmenší hodnoty vtiskového modulu byly naopak zjištěny u neozářeného HDPE. Největší nárůst hodnot vtiskového modulu byl v průměru 6,7 %, jak je patrné z obrázku 8.5. Při bližším pohledu na výsledky je zřejmé, že u dávky 99 kGy dochází k mírnému poklesu vtiskového modulu, což je pravděpodobně způsobeno degradací materiálu vlivem ozáření.



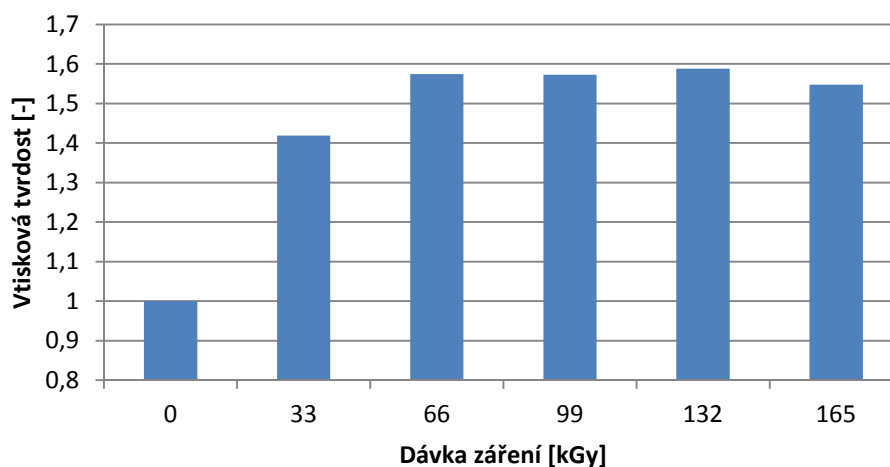
Obr. 8.5 Poměrné vyjádření vtiskového modulu – HDPE

Vyhodnocení vtiskového tečení u HDPE ukázalo, že nejvyšší hodnoty vtiskového tečení byly naměřeny u neozářeného HDPE. Nejmenší hodnoty vtiskového tečení u HDPE byly naměřeny u HDPE ozářeného dávkou 66 kGy. Největší pokles hodnot vtiskového tečení byl v průměru o 14,1%, jak je patrné z obrázku 8.6. Tento pokles může být způsoben degradací studovaného polymeru, zejména v povrchových vrstvách.



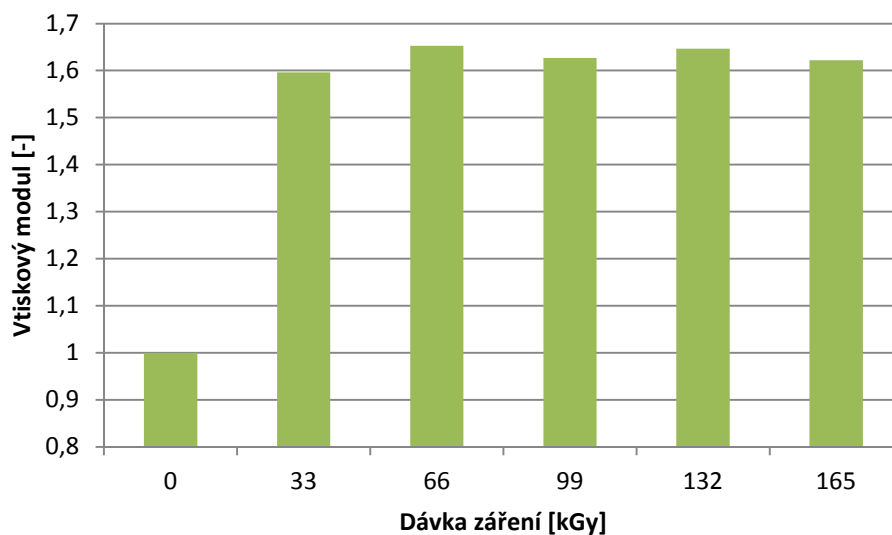
Obr. 8.6 Poměrné vyjádření vtiskového tečení – HDPE

Vyhodnocení výsledků měření tvrdosti ukázalo, že maximálních hodnot vtiskové tvrdosti u PP bylo dosaženo u PP ozářeného dávkou záření 132 kGy. Nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naopak zjištěny u PP, který nebyl ozářen. V porovnání s neozářeným PP představuje hodnota vtiskové tvrdosti zjištěná u dávky 132 kGy nárůst v průměru o 58,7%, jak je zobrazeno na obrázku 8.7. Výraznou změnu tvrdosti způsobí již dávka 33 kGy. Po aplikování dávek záření vyšších než 66 kGy je zaznamenán mírný pokles tvrdosti. Tento pokles je pravděpodobně způsoben degradací materiálu po ozařování.



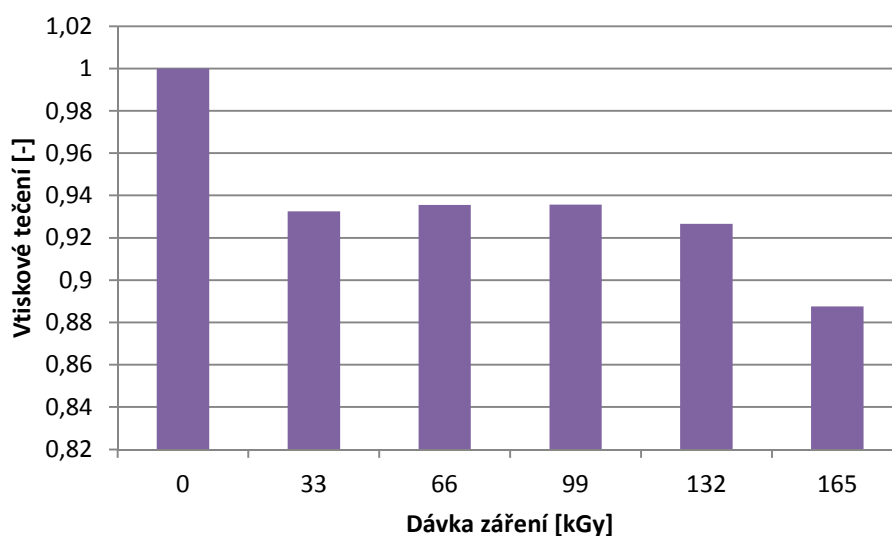
Obr. 8.7 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti – PP

Vyhodnocení vtiskového modulu u PP ukázalo, že nejvyšší hodnoty vtiskového modulu byly zjištěny u PP ozářeného dávkou záření 66 kGy. Nejmenších hodnot tuhosti bylo dosaženo u neozářeného PP. Největší nárůst hodnot vtiskového modulu oproti neozářenému PP byl v průměru 65,2 %, jak je patrné z obrázku 8.8. Nárůst tuhosti koresponduje do jisté míry s vtiskovou tvrdostí, jak je patrné z obrázku 8.7.



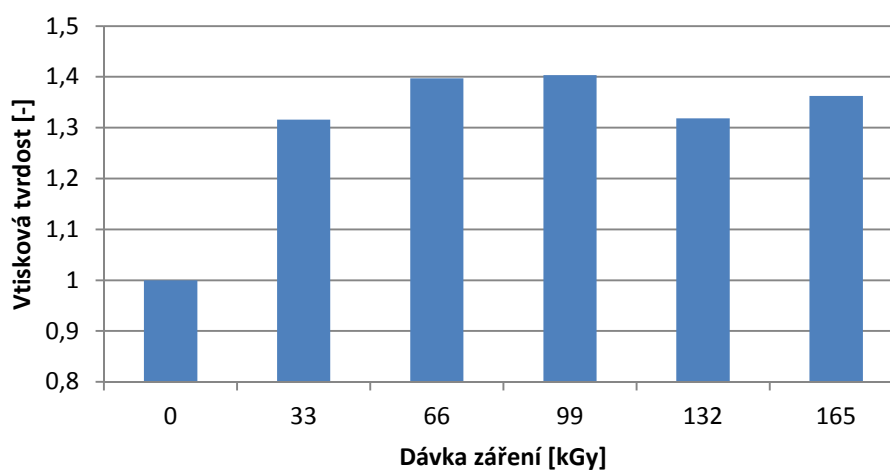
Obr. 8.8 Poměrné vyjádření vtiskového modulu – PP

Vyhodnocení výsledků vtiskového tečení u PP ukázalo, že nejvyšších hodnot vtiskového tečení bylo dosaženo u neozářeného PP. Nejmenší hodnoty vtiskového tečení byly naměřeny u PP ozářeného dávkou záření 165 kGy, kde byl zjištěn pokles v průměru o 12% oproti neozářenému PP, jak je znázorněno na obrázku 8.9. Je patrné, že se zvyšující se tvrdostí dochází k poklesu vtiskového tečení.



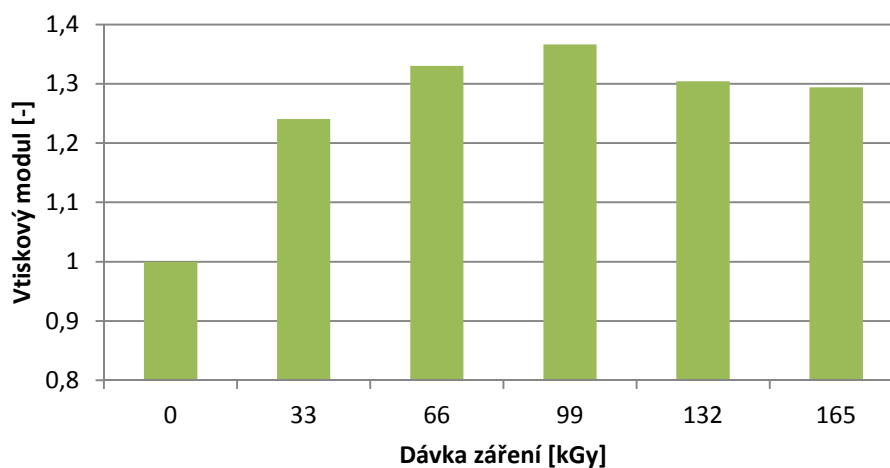
Obr. 8.9 Poměrné vyjádření vtiskového tečení – PP

Vyhodnocení výsledků vtiskové tvrdosti u PP 25 ukázalo, že maximální hodnoty vtiskové tvrdosti byly naměřeny u PP 25 ozářeného dávkou záření 99 kGy. Nejmenších hodnot vtiskové tvrdosti bylo naopak dosaženo u neozářeného PP 25. V porovnání s neozářeným PP 25 představuje hodnota vtiskové tvrdosti zjištěná u dávky ozáření 99 kGy nárůst v průměru o 40,3%, jak je zobrazeno na obrázku 8.10. Po aplikování dávek záření vyšších než 99 kGy je zaznamenán pokles tvrdosti. Tento pokles je pravděpodobně způsoben degradací materiálu po ozařování.



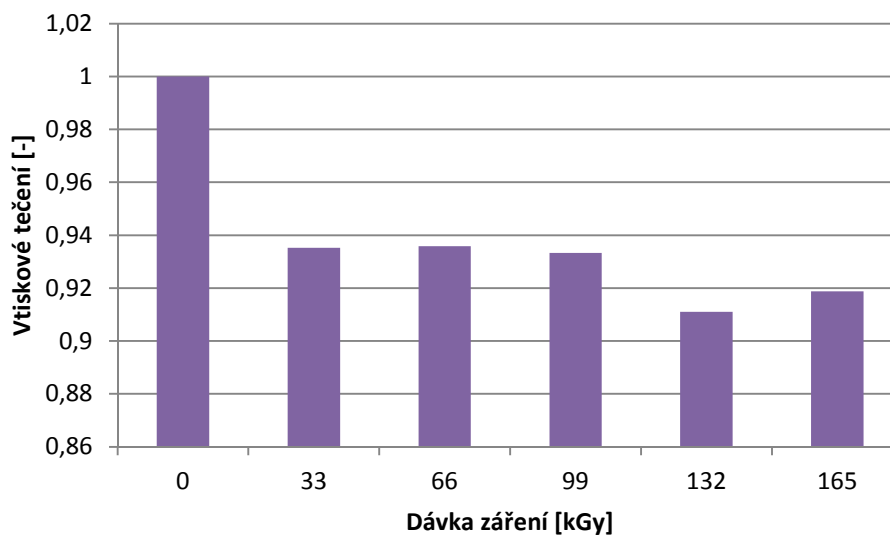
Obr. 8.10 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti – PP 25

Vyhodnocení vtiskového modulu pružnosti u PP 25 ukázalo, že nejvyšší hodnota tuhosti byla zjištěna u PP 25 ozářeného dávkou beta záření 99 kGy. Nejmenší hodnoty tuhosti byly naměřeny u neozářeného PP 25. Největší nárůst hodnot vtiskového modulu oproti neozářenému vzorku byl v průměru 36,6%, jak je patrné z obrázku 8.11. Podobné výsledky jako u vtiskového modulu byly naměřeny i vtiskové tvrdosti (obr. 8.10), která do jisté míry koresponduje s vtiskovým modulem.



Obr. 8.11 Poměrné vyjádření vtiskového modulu – PP 25

Vyhodnocení vtiskového tečení u PP 25 ukázalo, že nejvyšších hodnot vtiskového tečení bylo dosaženo u neozářeného PP 25. Nejmenší hodnoty vtiskového tečení byly naměřeny u PP 25 ozářeného dávkou záření 132 kGy, kde byl zjištěn pokles v průměru o 8,9% oproti neozářenému PP 25. U vyšších dávek záření byl naměřen výrazný pokles vtiskového tečení, což může být způsobeno degradací studovaného polymeru.



Obr. 8.12 Poměrné vyjádření vtiskového tečení – PP 25



## ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývala měřením tvrdosti různých druhů polymerů, a to za použití dvou různých metod měření (Shore D a Instrumentovaná zkouška tvrdosti). Pro měření tvrdosti byly vybrány polymery ze skupiny polyolefinů, a to polypropylen PP, polypropylen plněný 25% skelnými vlákny, polyetylen HDPE, které byly modifikovány beta zářením. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Z výsledků měření Instrumentované zkoušky tvrdosti vyplynulo, že u HDPE byly naměřeny jen poměrně malé rozdíly v tvrdostech a tuhosti testovaných zkušebních těles při různých dávkách záření, nárůst v průměru byl přibližně 7%, naopak u PP byly naměřeny značné rozdíly v hodnotách tvrdosti a tuhosti, nárůst byl v průměru až 60 %, v případě PP 25 nárůst téměř až 40%.

Další vyhodnocovaným parametrem získaným z Instrumentované zkoušky je vtiskové tečení. Změna krípkového chování u testovaného polymeru se pohybovala přibližně od 14% u HDPE až po 9% u PP 25. Jako optimální se z použitých dávek ozáření pro snížení krípkové deformace jeví neozářené zkušební tělesa s dávkou 0 kGy.

Z výsledků měření u Shore D vyplývá, že při ozáření testovaného zkušebního tělesa narůstá jeho tvrdost. Nárůst i pokles hodnot tvrdosti u ozářeného HDPE byl zcela srovnatelný s hodnotami tvrdosti neozářeného, nárůst činil pouze 2%. Naopak u PP a PP 25 byl nárůst tvrdosti markantnější, a to v případě PP 25 10%, a v případě PP 7%.

Obě metody tvrdosti lze doporučit k měření tvrdosti polyolefinů. Metoda DSI je však značně přesnější a lze ji použít i pro měření mikro-mechanických vlastností nejen v povrchové vrstvě, ale také v různých vzdálenostech od povrchu vzorku, umožňuje nám podrobný popis chování polymerů.

## SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] STOKLASA, K.; Makromolekulární chemie I – skripta, *Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně; Fakulta technologická; Zlín, 2005.*
- [2] OVSÍK, Martin. *Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů.* Zlín, 2013. 196 s. Disertační práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [3] DUCHÁČEK, V.: *Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití.* 2. vyd. VŠCHT v Praze, 2006. 280 s, ISBN 80-7080-617-6.
- [4] MLEZIVA, J., ŠŇUPÁREK, J.: *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití,* 2. vyd. Nakladatelství sobotáles, 2000. 537 s, ISBN 80-85920-72-7.
- [5] DROBNÝ, J.G.: *Radiation Technology for Polymers,* Boca Raton: CRC Press, 2003, 206s, ISBN 1-58716-108-7
- [6] 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
- [7] JARUŠEK, Jaroslav. *Metody zkoumání polymerů.* 2. vyd. Pardubice: Vysoká škola chemicko-technologická v Pardubicích, 1984. 105 s
- [8] Vítková, E. Diplomová práce - *Studium možností matematického popisu vlivu nanoplniva v polyolefinické matici.* Zlín: UTB, 2007. 89 s
- [9] Polyolefiny. *Chemistr.ujep.cz* [online]. [cit. 2015-04-07]. Dostupné z: <http://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/PE%20a%20PP2013.pdf>
- [10] Luna Plast a.s. *Typy a vlastnosti polyetyleny.* [online]. [cit. 2015-04-09]. Dostupné z: <http://www.lunaplast.cz/index.php?page=99001&lang=cz>
- [11] Přednášky z konstrukčních polymerů II
- [12] SCHATZ, Miroslav, VONDRÁČEK, Petr. *Zkoušení polymeru.* 1. vyd. Praha: SNTL-nakladatelství technické literatury, 1979. 264 s.
- [13] PTÁČEK, L. a kol.;; *Nauka o materiálu I,* Brno : Akademické nakladatelství CERM, 2001, 505 s
- [14] DOLEŽAL, P., PACAL, B.;; *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů.* VUT Brno, 2006, 41 s
- [15] ATEAM. In: [online]. [cit. 2015-02-15]. Dostupné z: [www.ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrlosti.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf)

- [16] MatNet, [online]. [cit. 2015-02-28]. *Skúšky tvrdosti*. Dostupné z: [www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531](http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531)
- [17] SKÁLOVÁ, J., KOVAŘÍK, R. a BENEDIKT, V. *Základní zkoušky kovových materiálů*. Plzeň: [s.n.], 2005. 178 s. ISBN 80-7043-417-1.
- [18] METROTEST, s.r.o Kladno. [online]. 2010 [cit. 2015-2-2]. Dostupné z: [www.metrotest.cz/files/zkousky\\_tvrdosti.pdf](http://www.metrotest.cz/files/zkousky_tvrdosti.pdf)
- [19] ČSN EN ISO 868. *Plasty a ebonit – Stanovení tvrdosti vtláčováním hrotu tvrdoměru (tvrdost Shore)*. Praha: Český normalizační institut, 2003. 12 s.
- [20] DUŠEK, Jiří. *Tvrdost, mikrotvrdost, nanotvrdost - čisté kovy měřené metodou DSI*. Brno, 2008. 171 s. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [21] DOERNER, M.F., NIX, W.D. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments (1986) *Journal of Materials Research*, 1 (4), pp. 601-609.
- [22] 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.
- [23] STRATIL, Pavel; BURŠÍKOVÁ, Vilma. *Analysis of instrumented indentation*. Brno, 2010. 99 s. Diplomová práce. Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta
- [24] AstroNuklFyzika. *Ionizující záření*. [online]. [cit. 2015-02-28]. Dostupné z: [www.astronuklfyzika.cz/JadRadFyzika6.htm](http://www.astronuklfyzika.cz/JadRadFyzika6.htm)
- [25] Converter. *Jednotky působení ionizujícího záření* [online]. [cit. 2015-02-28]. Dostupné z: [www.converter.cz/prevody/dozimetrie-detekce.htm](http://www.converter.cz/prevody/dozimetrie-detekce.htm)
- [26] Eamos. *Zdroje ionizujícího záření* [online]. [cit. 2015-2-6]. Dostupné z: [http://eamos.pf.jcu.cz/amos/kra/externi/kra\\_7169/ch01.htm](http://eamos.pf.jcu.cz/amos/kra/externi/kra_7169/ch01.htm)
- [27] *Radiační síťování plastů*. BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG, 40 s.
- [28] OLIVER, W. C., PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*. 2004, Vol. 19, no. 1.
- [29] Xray, [online]. [cit. 2015-1-7]. *NanoTest™ NT 600 - a device for analyses of mechanical properties of materials*. Dostupné z: <http://www.xray.cz/xray/csca/kol2005/abst/ctvrtlik.htm>

- [30] Indentation Software manual. CSM Instrument, <http://www.csm-instruments.com>, Peseux, Switzerland. 117s.
- [31] Petroleum polypropylen. *Petroleum*. [online]. [cit. 2015-03-09]. Dostupné z: <http://www.petroleum.cz/vyroby/polypropylen.aspx>
- [32] BGS BETA-GAMMA-SERVICE GMBH & CO. KG. *Process Technology: Product Enhancement by Irradiation*. Wiehl: BGS, 16 s.
- [33] CSN EN ISO 14577-1 *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*, Říjen 2002. 31s.
- [34] Scicron. *SCICRON TECHNOLOGY*. [online]. [cit. 2015-05-10]. Dostupné z: <http://scicron.co.th/html/affri/affri7.html>
- [35] Bulletin- Arburg. *Arburg*. [online]. [cit. 2015-04-07]. Dostupné z: <http://www.arburg.com/press/press-releases/bulletin/nI/149/>
- [36] Katedra tváření kovů a plastů- Skripta. *Technologie II*. [online]. [cit. 2015-04-01]. Dostupné z: [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)
- [37] BLÁHOVÁ, O. *Nanoindentační měření povrchových vrstev*. Plzeň, 2007. 112 s. Habilitační práce na strojní fakultě Západočeské univerzity v Plzni.

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

$\alpha$	Úhel indentoru
$\beta$	Geometrický korekční faktor
$\delta$	Střední kvadratická chyba aritmetického průměru
$\nu_s$	Poissonův poměr
$\eta_{IT}$	Koeficient zpětné deformace
A	Skutečná plocha
$A_p$	Projekční plocha
C	Kontaktní poddajnost
$C_{IT}$	Vtiskové tečení
D	Průměr kuličky
DSI	Instrumentovaná zkouška tvrdosti (Depth Sensing Indentation)
E	Youngův modul
$E^*$	Komplexní modul
$E_{IT}$	Vtiskový modul
$E_r$	Redukovaný modul
F	Zatěžující síla
h	Hloubka vtisku
H	Tvrdomost
$h_1$	Hloubka vtisku v čase $t_1$
$h_2$	Hloubka vtisku v čase $t_2$
HBW	Tvrdomost podle Brinella při použití kuličky ze slinutých karbidů
$h_c$	Hloubka indetace
HDPE	Vysokohustotní polyetylen
$h_e$	Elastická hloubka

---

$H_{IT}$	Vtisková tvrdost
HK	Tvrdost podle Knoop
HM	Tvrdost podle Martense
$h_{max}$	Maximální indentační hloubka
$h_p$	Kontaktní hloubka
HV	Tvrdost podle Vickerse
CHTZ	Chemicko tepelné zpracování
ISE	Vliv velikosti vtisku
LDPE	Nízkohustotní polyetylen
P	Zatěžující síla
PE	Polyetylen
$P_{max}$	Maximální zatěžující síla
PP	Polypropylen
PP 25	Polypropylen plněný z 25% skelnými vlákny
PVC	Polyvinylchlorid
$R_{IT}$	Vtisková relaxace
S	Plocha vtisku
$W_{elast}$	Elastická deformační práce
$W_{plast}$	Plastická deformační práce
$W_{total}$	Celková mechanická práce vnikacího procesu

## SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1.1 Příklad polymerace etylenu [1]</i> .....	12
<i>Obr. 1.2 Rozdělení polymerů [17]</i> .....	13
<i>Obr. 1.3 Obecný vzorec polyolefinu [3]</i> .....	14
<i>Obr. 1.4 Struktura řetězců polyetyleny [32]</i> .....	15
<i>Obr. 1.5 Strukturní vzorec polypropylenu [3]</i> .....	17
<i>Obr. 1.6 Molekulární struktura polypropylenu [31]</i> .....	17
<i>Obr. 2.1 Princip měření metody tvrdosti dle Vickerse [16]</i> .....	20
<i>Obr. 2.2 Deformace vtisku A) u měkkých, B) u zpevněných materiálů</i> .....	21
<i>Obr. 2.3 Princip měření tvrdosti podle Rockwella [16]</i> .....	22
<i>Obr. 2.4 Zkouška dle Brinella [16]</i> .....	24
<i>Obr. 2.5 Tvrdoměr typu Shore A [19]</i> .....	25
<i>Obr. 2.6 Tvrdoměr typu Shore D [19]</i> .....	26
<i>Obr. 2.7 Indentor dle Knoop [15]</i> .....	27
<i>Obr. 4.1 Zlepšení vlastností termoplastů v důsledku radiačního sítování</i> .....	41
<i>Obr. 4.2 Sítování pomocí <math>\beta</math>-záření; 1-hloubka vniknutí elektronů, 2-primární elektrony, 3-sekundární elektrony, 4- ozářený materiál [32]</i> .....	41
<i>Obr. 6.1 Tvar a rozměry zkušebních vzorků</i> .....	44
<i>Obr. 6.2 Vstřikovací stroj ARBURG ALLROUNDER 420 C [35]</i> .....	44
<i>Obr. 6.3 Procesní parametry vstřikování pro jednotlivé vzorky</i> .....	45
<i>Obr. 7.1 OMAG Affri ART 13 s výměnnými sondami [34]</i> .....	46
<i>Obr. 7.2 CSM Micro-Combi tester [30]</i> .....	47
<i>Obr. 7.3 Tvrdost dle Shore D při různých dávkách záření - HDPE</i> .....	48
<i>Obr. 7.4 Tvrdost dle Shore D při různých dávkách záření - PP</i> .....	49
<i>Obr. 7.5 Tvrdost dle Shore D při různých dávkách záření – PP 25</i> .....	49
<i>Obr. 7.6 Vtisková tvrdost - HDPE</i> .....	50
<i>Obr. 7.7 Vtiskový modul - HDPE</i> .....	51
<i>Obr. 7.8 Vtiskové tečení – HDPE</i> .....	51
<i>Obr. 7.9 Deformační práce – HDPE</i> .....	52
<i>Obr. 7.10 Vtisková tvrdost - PP</i> .....	53
<i>Obr. 7.11 Vtiskový modul - PP</i> .....	53
<i>Obr. 7.12 Vtiskové tečení - PP</i> .....	54
<i>Obr. 7.13 Deformační práce - PP</i> .....	55

---

<i>Obr. 7.14 Vtisková tvrdost - PP 25</i> .....	55
<i>Obr. 7.15 Vtiskový modul - PP 25</i> .....	56
<i>Obr. 7.16 Vtiskové tečení – PP 25</i> .....	56
<i>Obr. 7.17 Deformační práce - PP 25</i> .....	57
<i>Obr. 8.1 Poměrné vyjádření tvrdosti dle Shore D – HDPE</i> .....	58
<i>Obr. 8.2 Poměrné vyjádření tvrdosti dle Shore D – PP</i> .....	59
<i>Obr. 8.3 Poměrné vyjádření tvrdosti dle Shore D – PP 25</i> .....	59
<i>Obr. 8.4 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti – HDPE</i> .....	60
<i>Obr. 8.5 Poměrné vyjádření vtiskového modulu – HDPE</i> .....	60
<i>Obr. 8.6 Poměrné vyjádření vtiskového tečení – HDPE</i> .....	61
<i>Obr. 8.7 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti – PP</i> .....	61
<i>Obr. 8.8 Poměrné vyjádření vtiskového modulu – PP</i> .....	62
<i>Obr. 8.9 Poměrné vyjádření vtiskového tečení – PP</i> .....	62
<i>Obr. 8.10 Poměrné vyjádření vtiskové tvrdosti – PP 25</i> .....	63
<i>Obr. 8.11 Poměrné vyjádření vtiskového modulu – PP 25</i> .....	63
<i>Obr. 8.12 Poměrné vyjádření vtiskového tečení – PP 25</i> .....	64



**SEZNAM TABULEK**

<i>Tab. 1.1 Základní systematické rozdělení termoplastů dle chemického složení [36]</i> .....	13
<i>Tab. 1.2 Základní systematické rozdělení reaktoplastů dle chemického složení [36]</i> .....	14
<i>Tab. 1.3 Vybrané vlastnosti a použití u základních typů polyetylenů [11]</i> .....	16
<i>Tab. 1.4 Přehled základních vlastností polypropylenu [3]</i> .....	18
<i>Tab. 2.1 Rozdělení zkoušek tvrdosti dle Vickerse [14]</i> .....	20
<i>Tab. 3.1 Rozdělení faktorů ovlivňující přesnost měření</i> .....	34

## SEZNAM PŘÍLOH