

Měření mikro-mechanických vlastností polymerů

Josef Daněk

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: **Josef Daněk**
Osobní číslo: **T12105**
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření mikro-mechanických vlastností polymerů**

Zásady pro vypracování:

- 1. Vypracovat literární studii 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:

Ing. Martin Ovsik, 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: Daněk Josef

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 obhajoby¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 2 a 3 mohu užit 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 5.5.2015

Daněk Josef

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

(1) Vysoká škola 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.

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

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

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

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

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

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jim 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 přihlídí k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá charakteristikou mikro-mechanického chování polymerů. Pro měření a zkoumání vlastností vtiskové tvrdosti, vtiskového modulu, vtiskového tečení a deformační práce při vtisku indentoru, byla využita Instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI (Depth Sensing Indentation). Na jejím základu byly studovány vlastnosti primárních polymerů a polymerů modifikovaných ozářením. Změny vlastností byly studovány v závislosti na množství aplikované dávky ozáření.

Klíčová slova: Instrumentovaná zkouška tvrdosti (DSI), beta záření, mikrotvrdość, modifikace polymerů, polyethylene

ABSTRACT

Bachelor thesis deals with the characterization of micro-mechanical behavior of polymers. For measuring and examining the characteristics of indentation hardness, indentation module, indentation creep and deformation work during indentation indenter, was used Depth Sensing Indentation DSI. On its bases were studied characteristics of primary polymers and polymers modified by irradiation. Changes in these characteristics were studied depending on the amount of applied irradiation dose.

Keywords: Depth Sensing Indentation (DSI), beta rays, microhardness, modification of polymers, polyethylene

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu bakalářské práce Ing. Martinu Ovsíkovi, Ph.D. za odborné vedení, rady a vynaložený čas, který mi věnoval při zpracování bakalářské práce. Také bych chtěl poděkovat mé rodině za morální a materiálovou podporu při studiu.

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

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POLYMERY	12
1.1 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ DLE CHOVÁNÍ ZA TEPLA	12
1.1.1 Termoplasty.....	12
1.1.2 Reaktoplasty.....	13
1.1.3 Elastomery.....	13
1.2 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ DLE VÝCHOZÍ SUROVINY	13
1.2.1 Přírodní polymery	13
1.2.2 Syntetické polymery.....	14
1.3 STRUKTURA POLYMERŮ	14
2 MODIFIKACE POMOCÍ OZÁŘENÍ	15
2.1 MODIFIKACE IONIZAČNÍM ZÁŘENÍM	16
2.2 TECHNOLOGIE OZAŘOVÁNÍ – ZÁŘENÍM BETA	16
2.3 MĚRNÉ JEDNOTKY CHARAKTERIZUJÍCÍ IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ	17
3 TVRDOST	18
3.1 ZKOUŠKY TVRDOSTI.....	18
3.1.1 Tvrdost podle Brinella.....	18
3.1.2 Tvrdost podle Vickerse	19
3.1.3 Tvrdost podle Rockwella	20
4 MIKROTVRDOST	22
4.1 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI	22
4.1.1 Mikrotvrdost podle Vickerse.....	22
4.1.2 Mikrotvrdost podle Knoopu	23
4.1.3 Mikrotvrdost podle Berkoviče	24
5 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI	26
5.1 NORMA ZKOUŠKY.....	26
5.2 PRINCIP ZKOUŠKY	26
5.2.1 Vtisková tvrdost H_{IT}	28
5.2.2 Vtiskový modul E_{IT}	28
5.2.3 Vtiskové tečení C_{IT}	28
5.2.4 Plastická a pružná část práce při vnikajícím procesu.....	29
5.3 ZKUŠEBNÍ STROJ.....	29
II PRAKTICKÁ ČÁST	30
6 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE	31
7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	32
7.1 HIGH-DENSITY POLYETHYLENE (HDPE).....	32
7.1.1 Vybrané vlastnosti HDPE	32
7.1.2 Aplikace HDPE	32
7.2 PROCESNÍ PARAMETRY VSTŘIKOVÁNÍ	33
7.3 SÍŤOVÁNÍ	33
8 VÝSLEDKY MĚŘENÍ	34

8.1	APLIKOVANÉ MATEMATICKÉ VZORCE	34
8.2	NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO ZATÍŽENÍ 0,5 N.....	34
8.3	NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO ZATÍŽENÍ 1 N.....	38
8.4	NAMĚŘENÉ HODNOTY PRO ZATÍŽENÍ 5 N.....	41
9	SOUHRN VÝSLEDKŮ.....	45
	ZÁVĚR	50
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	52
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	54
	SEZNAM OBRÁZKŮ	56
	SEZNAM TABULEK.....	58
	SEZNAM PŘÍLOH.....	59

ÚVOD

Průmysl výroby a zpracování polymerů byl vždy stavebním kamenem v průmyslovém odvětví a v ČR má dlouhou tradici. Svoje postavení si plastikářský a gumářský průmysl stále drží a patří k úspěšně se rozvíjejícím oborům.

Teprve ve 40. letech minulého století získali vědci za rozvoje izotopů a elektronových urychlovačů potřebnou energii ionizujícího záření. Interakce tohoto záření byla aplikována na různé materiály. Tyto studie vlivu záření poukázovaly na chování polymerů. Některé polymery vlivem ionizujícího záření degradují, jiné naopak síťují.

Tvrdotu zahrnujeme jako významnou mechanickou vlastnost materiálu. Zkoušky tvrdosti vykazují velkou přednost v podobě jednoduchosti a opakovatelnosti. Mezi další výhody můžeme zařadit případy měření přímo na výrobku a jeho polotovarech.

Vývoj měření tvrdosti je úzce spjat s první polovinou 20. století, kdy vznikly metody zkoušky podle Rockwella, Brinella nebo Vickerse. Rostoucí tlak na materiály a na miniaturizaci přístrojů vysoce ovlivnil přístup k měření tvrdosti. Neustálé zmenšování a snaha o ekonomickou výhodnost běžně vyráběných produktů, klade vyšší požadavky na kvalitu materiálů, ale také na rozměry součástí. Dříve standartní metody tvrdosti nejsou schopny podat objektivní výsledky např. z hlediska měření tenkých vrstev materiálu. Tato neschopnost však dala vzniknout metodám měření mikro a nanotvrdoti.

Mezi nejnovější metody zkoumání mikro-tvrdoti patří metoda DSI neboli Instrumentovaná zkouška tvrdosti. Ta za pomoci propojení přístroje s počítačem umožňuje zkoumání vlastností materiálu a patřičné vyhodnocení hodnot za pomoci programů a softwarů.

Cílem této bakalářské práce bylo měření mikro-mechanických vlastností polymeru, v našem případě vysokohustotního polyethylenu. Polymery zahrnují obrovskou škálu použití a vzhledem k jejich vlastnostem, které jdou patřičně modifikovat a vyskytují se prakticky ve všech průmyslových odvětvích.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYMERY

Polymery jsou přírodní nebo syntetické látky, v jejichž velké molekule (makromolekule) se jako článek v řetězu mnohonásobně opakuje základní monomerní jednotka. Představují tedy chemickou stavebnici, která umožňuje neobyčejnou proměnlivost struktur i vlastností výsledných látek.

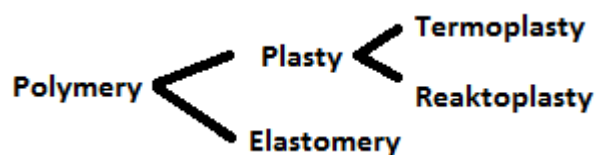
Syntetické polymery vyvinuté v první polovině 20. století umožnily rozvoj plastikářského průmyslu, gumárenství, výroby syntetických vláken, průmyslu folií a obalů, průmyslu nátěrových hmot a kompozitních materiálů, které ovlivnily vývoj od letectví až po sportovní výzbroj. Tyto materiály a průmyslové oblasti jsou neodmyslitelně spojeny se světovým hospodářstvím konce 20. století. Kdyby náhle nějakým nařízením nebo kouzlem polymery zmizely ze světa, okamžitě by se zhroutila i současná technická civilizace. [20]

Názvem plasty se obecně značí materiály, jejichž podstatnou část tvoří organické makromolekulární látky (polymery). Kromě látek polymerní povahy obsahují plasty ještě přísady (aditiva) jejichž účelem je specifická úprava vlastností.

Mezi nedůležitější přísady patří stabilizátory, změkčovadla, barvicí činidla, plniva a síťovací činidla. Účelem stabilizátorů je udržet vlastnosti polymeru na původních hodnotách během zpracování, skladování a použití. [1]

1.1 Rozdělení polymerů dle chování za tepla

Polymery rozdělujeme do dvou základních skupin. Do těchto skupin zařazujeme plasty a elastomery. Následně plasty můžeme rozdělit na termoplasty a reaktoplasty.



Obr. 1 Rozdělení polymerů

1.1.1 Termoplasty

Termoplasty je možné při působení tepla tvarovat. Teplotním účinkem totiž měknou a chemicky se nemění. Zahřívání a ochlazování je možno opakovat, aniž by to jakkoli ovlivnilo primární vlastnosti materiálu. Termoplasty umožňují zpětnou tepelnou modifikaci, tudíž nejsou tak náročné na recyklaci jako například reaktoplasty. Mezi významné zástupce řadíme například PE a PVC. [4]

1.1.2 Reaktoplasty

Procházejí při zpracovatelském procesu chemickou reakcí a účinkem tepla, záření nebo síťovacích činidel vytvářejí husté, prostorově zesíťované struktury, v nichž jsou původní molekuly vzájemně pospojovány kovalentními vazbami. Tento proces se nazývá vytvrzování. Reaktoplast je ve vytvrzeném stavu netavitelný a nerozpustný. Recyklace je proto obtížnější než u termoplastů a vyžaduje jiné postupy. [3]

1.1.3 Elastomery

Jsou materiály, které při mechanickém zatížení vykazují schopnost velké deformace. Jelikož je tato deformace elastická (pružná), vysvětlujeme tím návrat materiálu po odlehčení do primárního stavu. Mezi elastomery (kaučuky) řadíme například isoprenový nebo styrenbutadienový kaučuk. [17]

1.2 Rozdělení polymerů dle výchozí suroviny

Polymery v zásadě dělíme jednoduše. Klasifikujeme je tedy jako přírodní a syntetické. Syntetické polymery se v přírodě nevyskytují. Vznikají na základě lidského umu a to chemickou cestou (syntézou). Odtud taky pramení jejich název. [6]

1.2.1 Přírodní polymery

Přírodní polymery byly prvními makromolekulárními látkami, které našly pro naši civilizaci technické využití. Významné přírodní polymery jsou:

- Přírodní kaučuk – je obsažen v některých rostlinách v podobě mlékovité šťávy, zvané latex. Pro těžbu má však význam pouze strom Kaučukovník brazilský (*Hevea brasiliensis*) pěstovaný na plantážích.
- Polysacharidy – jsou přírodní polymery, jejichž makromolekuly se skládají z mnoha navzájem spojených molekul monosacharidů tj. jednoduchých cukrů. Snad nejdůležitějšími jsou polysacharidy odvozené od glukózy neboli hroznového cukru, celulóza a škrob.
- Bílkoviny – proteiny jsou konstrukčním materiálem těl živočichů podobně jako celulóza u rostlin. Zpravidla je dělíme na vláknitá a globulární. Všeobecně známé jsou například kasein a keratin. [6]

1.2.2 Syntetické polymery

Mezi primární produkty patří např. ropa a zemní plyn. Pomocí základních petrochemických procesů získáváme nízkomolekulární sloučeniny např. styren, butadien, propylen aj. Syntetické polymery se připravují z nízkomolekulárních sloučenin chemickými reakcemi. Podle typu jednotlivých reakcí je můžeme rozdělit na polymery vznikající: [18]

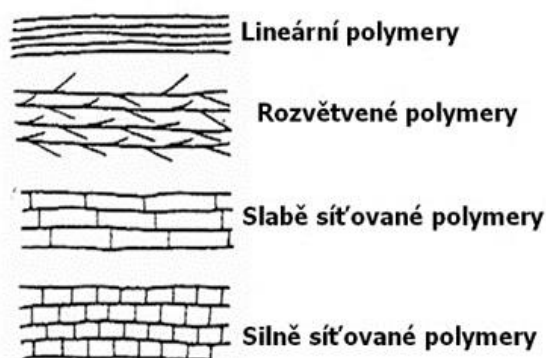
- polymerací,
- polykondenzací,
- polyadící.

1.3 Struktura polymerů

Vzájemnou kritikou vyvíjejících se názorů na strukturu polymerů vznikla moderní makromolekulární teorie, která vychází z následujících základních předpokladů:

- Makromolekulární řetězce mohou být lineární, rozvětvené nebo uspořádané do prostorové sítě.
- Makromolekulární řetězce nejsou tuhými útvary, ale následkem neustálého pohybu svých jednotlivých samostatně se projevujících úseků neboli segmentů nabývají různých geometrických uspořádání neboli různé konformace.
- Vlastnosti polymerů závisejí na jejich fázovém stavu, molekulové hmotnosti a chemickém složení.

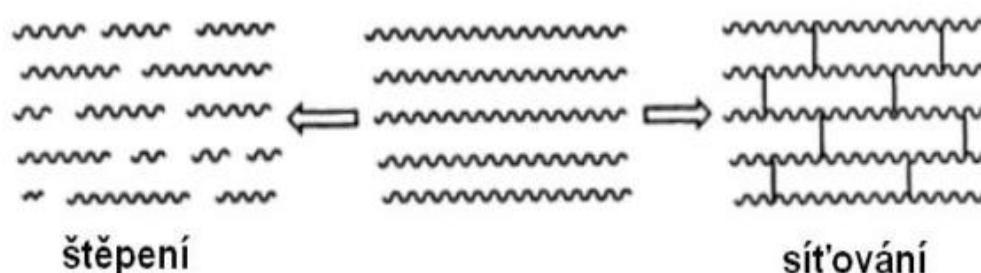
Přes značnou propracovanost této teorie však ještě neumíme přesně odvozovat makroskopické vlastnosti polymerů od jejich molekulární struktury. [6]



Obr. 2 Tvary makromolekulárních řetězců [6]

2 MODIFIKACE POMOCÍ OZÁŘENÍ

Pro modifikaci polymerů se začalo používat radiační zpracování. Při modifikaci polymerů za vlivu ionizujícího záření (záření gama, X-paprsky, urychlené elektrony, iontové paprsky) mohou následně vznikat buďto nové vazby (sít'ování), nebo může dojít k degradaci neboli štěpení původních vazeb, které mohou zaniknout úplně. Struktura polymeru a procesní podmínky se odráží na stupni transformace. Obvykle sít'ování i štěpení probíhá současně, ale jeden z těchto procesů převažuje na základě své molekulární struktury. [8]



Obr. 3 Ilustrace ozáření polymerů [6]

Modifikace zářením má v praxi určité výhody a to zejména:

- rychlejší proces,
- úspora energie,
- nižší citlivost na vlhkost,
- vyšší čistota modifikovaných látek,
- redukce těkavých organických sloučenin.

Radiační zpracování vykazuje však i škálu nežádoucích prvků a to zejména: [13]

- denní provozní náklady nesmí být příliš vysoké a jsou plně závislé na denním objemu výroby,
- radiačnímu zařízení musí odpovídat kapitálové investice (drahé pro malé produkční série),
- nízká znalost oboru a negativní vnímání radiační technologie,
- pro výrobce materiálů je většinou těžké provést větší změny ve fungujícím výrobním procesu tak, aby do něj zařadili i radiační zpracování,
- velká konkurence v oblasti chemické modifikace.

2.1 Modifikace ionizačním zářením

Ionizující záření je všeobecné pojmenování pro záření, jehož kvanta mají energii, která stačí k ionizaci atomů nebo molekul ozářené látky. Energie záření je obvykle mnohem větší než energie, která je k ionizaci atomů či molekul polymerních materiálů nezbytná. Hranicí ionizujícího záření pro běžné druhy záření fotonového (γ) a elektronového (β^-) a (α) uvažujeme 5 keV. [14]

Ionizační záření aplikujeme v praxi nejčastěji ve formě záření beta a gama.

- **Záření beta (β^-)** je tok elektronů, které vychází z jádra atomu. Urychlené elektrony mají energii od 10 keV do několika MeV. Energie urychleného elektronu je prakticky stejná jako kinetická energie, kterou získá elektron urychlený ve vakuu napětím jednoho voltu (elektrovolt (eV)). V praxi je beta záření závislé na výkonu zdroje záření – nízko, středně a vysoce energetického elektronového urychlovače. [15]
- **Záření beta (β^+)** je tvořeno kladně nabitými pozitrony vznikajícími v jádru rozpadem protonu. Toto záření je však velmi vzácné. [16]
- **Záření gama (γ)** je vysoce energetické elektromagnetické záření. Vzniká při jaderných a radioaktivních dějích. Je založeno na fotoefektu, kdy v jeho důsledku uvolňuje z látky nabitě částice. Zdrojem záření je jádro izotopu, jenž se přeměnil z radionuklidu. Jádro je tedy excitované a v krátké době přechází do základního stavu. Při tomto přechodu se vyzařují fotony záření gama [15]

2.2 Technologie ozařování – zářením beta

Díky urychlovačům částic (lineární, kruhové - cyklické) dosahujeme záření beta. Základní princip elektronového urychlovače můžeme přirovnat k Braunově trubici. Přes zdroj napětí (žhavicí katodu) emitujeme elektrony, které jsou urychlovány v elektromagnetickém poli. Potenciálový rozdíl mezi žhavicí katodou a anodou nám určuje rychlost, resp. energii elektronů. Žhavicí katoda je spojena se svislou urychlovací trubicí, která je vakuována. Elektrony, které vystupují z katody, jsou nejprve usměrněny elektrickým polem do svazků a poté na základě opakovaného průchodu potenciálovým rozdílem urychlovány. Aby nedošlo k elektrickému výboji, jsou části urychlovače uloženy v tlakové nádobě, která je naplněna izolujícím plynem. [12]

Pro lepší hospodárnost celého procesu se ozařují produkty z obou stran. Pro síťování polymerních materiálu je potřeba vysokých dávek záření a to ještě s omezenou hloubkou vniknutí. Tím, že se bude výrobek ozařovat ze dvou stran, tak se minimalizuje vliv omezené hloubky vniknutí ionizačního záření a materiál bude více nasycen. [12]

2.3 Měrné jednotky charakterizující ionizační záření

- **Dávka D (absorbovaná dávka)** – je definována jako poměr střední energie předané ionizujícím zářením k hmotnosti ozařované látky. Základní jednotkou absorbované látky je *Gray (Gy)*. Je to energie záření jednoho joulu absorbovaná v kilogramu látky. Dříve užívaná jednotka byla *rad*. [11]

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

- **Dávkový příkon** – je definován jako přírůstek dávky za časový interval. Dříve se používal pojem dávková rychlost. Jednotkou je $Gy \cdot s^{-1}$ nebo $W \cdot kg^{-1}$. [11]

$$1Gy \cdot s^{-1} = W \cdot kg^{-1} \quad (2)$$

- **Kinetická energie elektronu** – protože kinetická energie elektronu vyjádřená v joulech je velmi malé číslo, používá se z praktických důvodů jednotka *elektrovolt (eV)*. Jeden elektrovolt odpovídá kinetické energii, kterou získá elektron urychlený ve vakuu napětím jednoho voltu. [11]

$$1eV = 1,602 \cdot 10^{-19}J \quad (3)$$

3 TVRDOST

Pod pojmem tvrdost rozumíme odolnost materiálu proti vnikání cizího tělesa do jeho povrchu. Tato mechanická vlastnost má v technické praxi značný význam a měření tvrdosti je jednou z nejpoužívanějších mechanických zkoušek. Při zkouškách se povrch materiálu mechanicky zatěžuje tlakem určitého přesně definovaného tělesa z tvrdého materiálu (zakalená ocel, diamant) a výsledek tohoto povrchového deformačního působení se určitým způsobem kvantitativně vyhodnotí. Podle způsobu provedení a vyhodnocení zkoušky rozlišujeme řadu charakteristik tvrdosti. Jejich volba závisí nejen na typu technického problému, nýbrž i na požadované přesnosti měření. [5]

Díky zkouškám tvrdosti můžeme získat na malých vzorcích významné charakteristiky materiálů. Zkoušky jsou rychlé a jednoduché, není třeba pracné přípravy jednotlivých vzorků. Poškození materiálu je při nich skoro zanedbatelná. Výsledná tvrdost se určí vždy jako průměr hodnot ze sbírky několika měření. [7]

3.1 Zkoušky tvrdosti

Jednou z charakteristických veličin polymerních materiálů je tvrdost. Naproti kovům jsou polymery houževnaté, někdy i elastické. Neexistuje tudíž jednotná metoda, kterou se měří všechny materiály. Většina měřicích přístrojů je vyrobena na principu vlačování určitého tělesa do materiálu. [4]

Podle různých metod dělíme zkoušky tvrdosti:

- Vnikající (Brinell, Rockwell, Knoop, Vickers).
- Odrazové (Shore).
- Vrypové (Martens).
- Kyvadlové.

Podle charakteru zatěžující síly:

- Statické (Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop).
- Dynamické (Poldiho kladivo, Baumanovo kladivo, Shoreho skleroskop). [2]

3.1.1 Tvrdost podle Brinella

Tato zkouška patří k nejčastěji používaným metodám při měření tvrdosti plastů. Metoda je založena na principu vlačování kuličky do zkoušeného materiálu. Tvrdost se vyjadřuje

vztahem mezi silou, kterou se vtlačuje ocelová kulička do zkoušeného materiálu a velikostí důlku, který tím po určité době působení na tělese vznikne. Pro měření se používá kuliček různého průměru (1 mm, 2,5 mm, 5 mm a 10 mm). Průměr kuličky závisí na tloušťce zkoušeného materiálu. [4]

Tvrdotost podle Brinella se vypočte podle vzorce

$$HB = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi \cdot D \cdot h} [MPa] \quad (4)$$

F – zatěžující síla

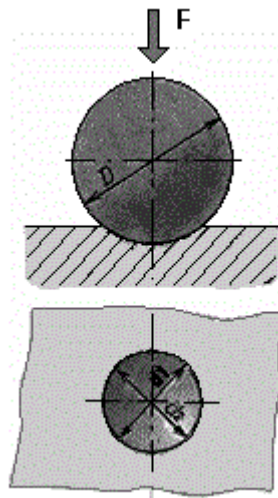
S – plocha kulového vrchlíku

h – hloubka důlku

D – průměr ocelové kuličky

Jestliže se však měří průměr okraje důlku d, pak platí

$$HB = \frac{2F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} [MPa] \quad (5)$$



Obr. 4 Zkouška tvrdosti podle Brinella [9]

3.1.2 Tvrdotost podle Vickerse

Princip měření je podobný jako u metody podle Brinella. Namísto kuličky se však vtlačuje do materiálu silou F pravidelný čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem 136°. Po odlehčení po době zatížení, která se pohybuje v rozmezí od 10 do 180 s, se změří střední délka u obou uhlopříček vtisku. Při zkoušení se používá rozsah sil v rozmezí 10 až 1000 N.

Tvrдость podle Vickerse se vyjádří poměrem vlačovací síly F a povrchem vtisku. Tvrдость podle Vickerse je bezrozměrná.

$$HV = 0,189 \frac{F}{u^2} \quad (6)$$

F - síla vlačování

u - úhlopříčka vtisku

Tato zkouška je normalizovaná a proto pro praktickou potřebu využíváme tabulek, kde podle jednotlivých délek úhlopříček a vlačovacích sil je uvedena odpovídající tvrдость.

Velký význam má dodržení minimální tloušťky zkušební vzorku. Mezi minimální tloušťkou vzorku d , hloubkou h a zatížením F byl empiricky nalezen vztah [4]

$$d = 1,954 \cdot \frac{F}{HV} + 10h \quad (7)$$

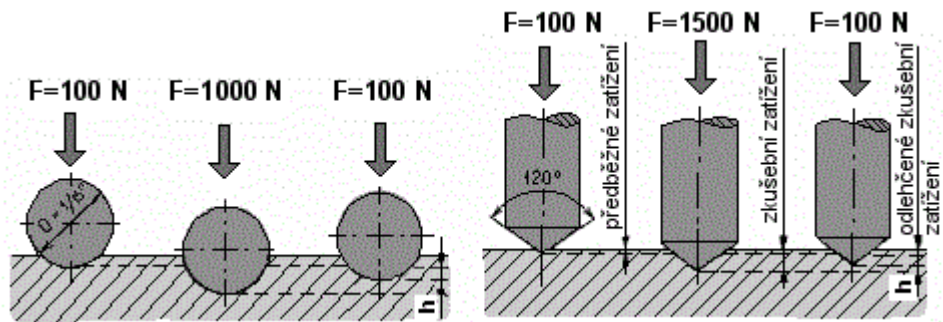
Předností Vickersovy metody je, že lze aplikovat při různých zatíženích, aniž by se změnilly hodnoty tvrlosti. Pouze u malých zatížení jsou zjišťované hodnoty tvrlosti poněkud větší. [3]

3.1.3 Tvrдость podle Rockwella

Rockwellovu zkoušku tvrlosti materiálu řadíme mezi statické. K provedení zkoušky se užívá Rockwellův tvrdoměr. Principem je rozdíl hloubky vtisku vnikajícího tělesa (diamantový kužel, ocelová kulička) mezi dvěma třídami zatížení (předběžného a celkového). K vyloučení nepřesností povrchových ploch z měřené hloubky slouží předběžné zatížení. [9]

Vnikající tělesa mají přesně dány své geometrické rozměry. Kužel má vrcholový úhel 120° a poloměr kulové části 0,2 mm. Kuželem prováděné Rockwellovy zkoušky jsou HRA a HRC. Ocelová kulička má definován průměr o velikosti 1,5875 mm. Zkouška s použitím kuličky se označuje jako HRB.

Hrot tvrdoměru, dotýkající se povrchu zkoušeného materiálu, se primárně zatíží silou o velikosti 100 N (předběžné zatížení) a stanoví se výchozí poloha pro měření hloubky vtisku. Následně se zvětšuje zatěžující síla tak, aby při intervalu 3 až 6 sekund dosáhla normalizovaného zatížení. Poté zatěžující síla opět klesá až na 100 N, kdy v této poloze zjišťujeme přírůstek hloubky vtisku h oproti primární poloze při 100 N. Zkouška je vhodná pro kontrolu velkých sérií výrobků a to zejména díky její rychlosti, jednoduchosti. [9]



Obr. 5 Zkoušky tvrdosti podle Rockwella [9]

4 MIKROTVRDOTOST

Při měření mikrotvrdotosti uvažujeme materiály, které jsou velmi malé nebo vykazují velmi tenkou vrstvu. Používají se také v metalografii při zkoumání tvrdosti strukturních složek materiálů. Měření je provedeno na způsob vtlačování diamantového tělesa do materiálu. U tělesa rozeznáváme Knoopova a Vickersova jehlanu, které vtlačujeme do materiálu v silách o rozsahu od 1g (0,09807 N) do 1000g (9,807 N). Jehlan se vtlačuje do zkušebního tělesa určitým zatížením a po určité době. Po odlehčení se měří úhlopříčka otlačku. [10]

Výsledky naměřené v oblasti makrotvrdotosti nelze srovnávat s mikrotvrdotostí ani za použití stejných měřících metod. Hodnoty mikrotvrdotosti budou totiž vždy vyšší. [7]

Malé vtisky při použití zkoušek mikrotvrdotosti jsou výhodné zejména pro:

- měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkušebního vzorku,
- malé či tenké součásti,
- měření mikrotvrdotosti strukturních složek a fází,
- hodnocení vrstev po chemicko-tepelném zpracování,
- hodnocení svarových spojů,
- měření křehkých materiálů,
- studium difúzních pochodů. [10]

4.1 Zkoušky mikrotvrdotosti

Praktická oblast zkoušení je velmi široká. Zjišťujeme například tvrdost v břitu nástroje nebo velmi blízko jeho hrany. Zjišťujeme tvrdost jemných drátů, nejjemnějších plechů, povrchových vrstev, pokovovaných předmětů atd. [10]

Síla při vtlačení tělesa do zkušebního vzorku je v případě mikrotvrdotosti mnohem menší než u zkoušek makrotvrdotosti. Makrotvrdotost určuje tvrdost jednotlivých materiálů jako krystalického celku, kdežto u mikrotvrdotosti můžeme stanovit tvrdosti jednotlivých strukturních vrstev. [17]

4.1.1 Mikrotvrdotost podle Vickerse

Zkoušku charakterizujeme jako vniknutí pravidelného čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem (136°) do materiálu. Následně je měřena úhlopříčka vtisku. [10]

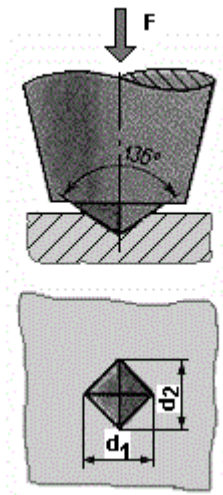
Vickers vyjádřil tento případ mikrotvrlosti jako poměr zkušebního zatížení k ploše otisku, kterým se uvažuje pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem (136°):

$$HV = \frac{0,102 \cdot 2 \cdot F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} \quad (8)$$

$$HV = 0,189 \frac{F}{d^2} \quad (9)$$

d je charakterizováno jako aritmetický průměr dvou délek úhlopříček d_1 , d_2 v mm

F zkušební zatížení v newtonech [10]



Obr. 6 Zkouška podle Vickerse [9]

4.1.2 Mikrotvrdot podle Knoop

Princip zkoušky je založen na vtlačení diamantového tělesa ve tvaru čtyřbokého jehlanu s vrcholovými úhly $172,5^\circ$ a 130° do materiálu. Vtlačení jehlanu do materiálu je kontrolováno definovanou silou a to převážně do 9,807 N. Otisk má poté tvar kosočtverce a měří se pouze delší úhlopříčka. [10]

Metoda je vhodná zejména pro křehké materiály a pro tenké plastové nebo kovové desky. Síla, kterou nazýváme jako zátěžová se u metody Knoop pohybuje v rozmezí 25-3600 gf.

Při porovnání například se zkouškou podle Vickerse budou otisky při stejném zatížení skoro trojnásobně delší a mělčí. Mělkost však může zapříčinit chyby při odečítání velikosti otisku. [9]

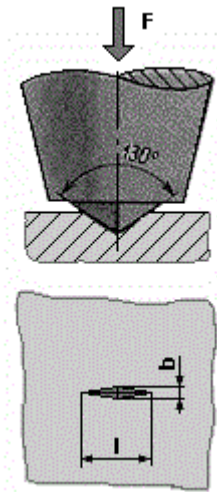
Tvrдость podle Knoop se vyjadřuje bezrozměrně:

$$HK = \frac{(1,4509 \cdot F)}{l^2} \quad (10)$$

Kde:

F - zatížení (působící síla) [N]

l - délka delší úhlopříčky vtisku [mm]



Obr. 7 Zkouška podle Knoop [9]

4.1.3 Mikrotvrđost podle Berkoviče

Zkouška podle Berkoviče je svou podstatou i průběhem totožná se zkouškou podle Vickers. Odlišují se ovšem ve zkušebním vnikajícím tělese. Indentor pro Berkovičovu zkoušku prezentuje trojboký nepravidelný jehlan s úhlem 65,27°. Materiálem vnikajícího tělesa je diamant. [19]

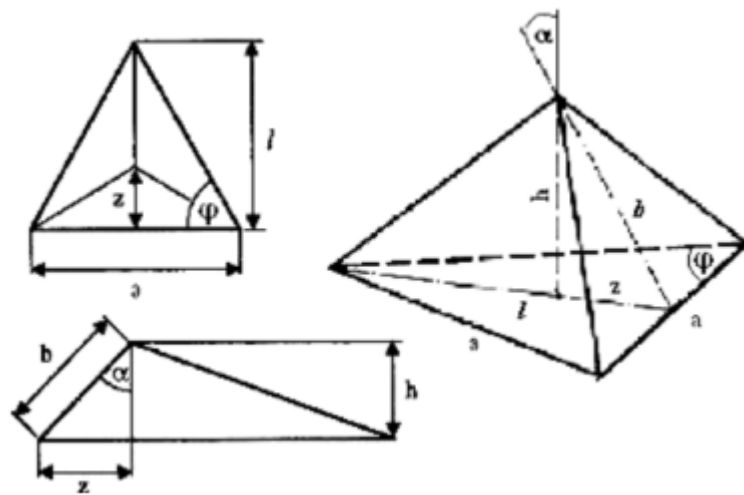
Berkovič uvedl výpočetní vztah jako:

$$H_{ch} = 1570 \frac{W}{l^2} \quad (11)$$

Kde:

W – zkušební zatížení v [N]

l – výška trojúhelníku v [mm]



Obr. 8 Geometrie Berkovičova indentoru [19]

5 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI

Zkouška DSI je normovaná a vypracovaná tak, aby uživatel měl možnost vyhodnotit vtisky do materiálů s ohledem na zatížení a posun vnikajícího tělesa v průběhu plastické i pružné deformace. Monitorováním úplného cyklu nárůstu a odlehčování zkušebnímu materiálu se mohou stanovit stejné hodnoty tvrdosti jako u konvekční metody. Podstatnější je však to, že též mohou být stanoveny i další vlastnosti materiálu, jako vtiskový modul a pružně-plastická tvrdost. Všechny tyto metody mohou být vypočteny bez optického proměření vtisku. [20]

5.1 Norma zkoušky

Zkouška popsaná normou ISO 14577 specifikuje metodu instrumentované vnikací zkoušky stanovení tvrdosti a dalších materiálových parametrů pro tři rozsahy uvedené v tabulce 1.

Tab. 1 Rozsah použití zkoušky DSI [20]

Rozsah makro	Rozsah mikro	Rozsah nano *
$2N \leq F30 \leq kN$	$2N > F, h > \mu m$	$h \leq 0,2 \mu m$

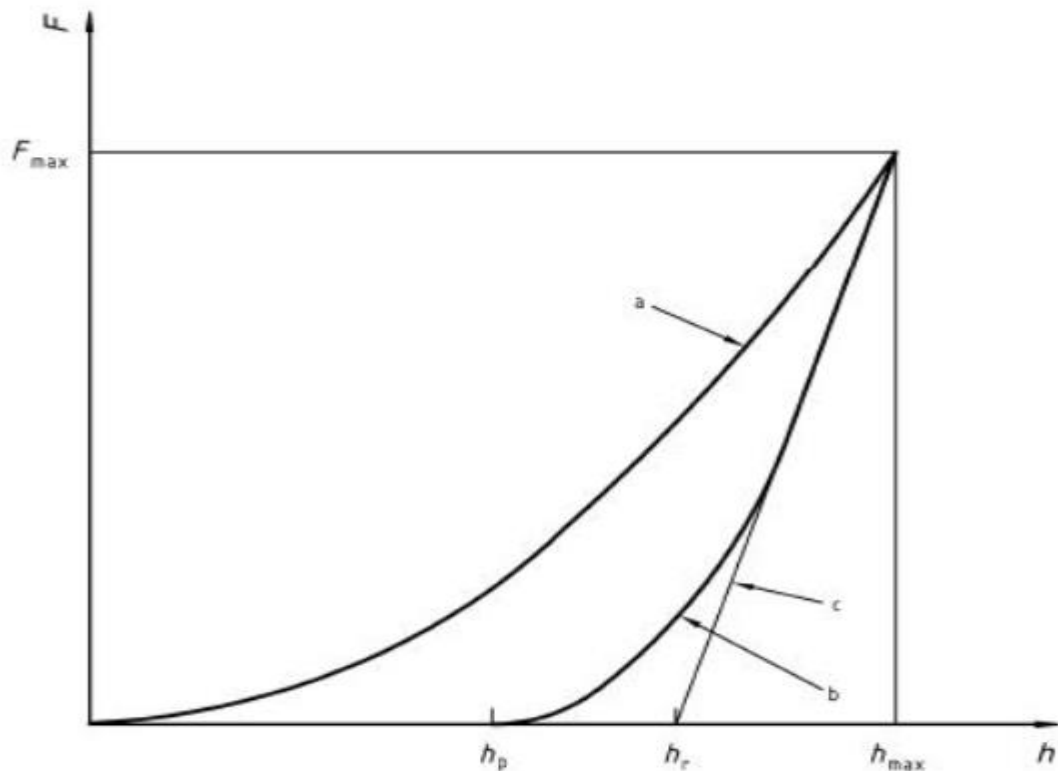
* u rozsahu nano je mechanická deformace silně závislá na skutečném hrotu vnikacího tělesa a vypočtené materiálové parametry jsou významně ovlivněny funkcí kontaktní plochy vnikacího tělesa použitého ve zkušebním stroji. Aby se dosáhla přijatelná reprodukovatelnost materiálových parametrů stanovených odlišných strojích, vyžaduje se proto pečlivá kalibrace jak přístroje, tak i tvaru vnikacího tělesa.

5.2 Princip zkoušky

Stanovení tvrdosti a materiálových zkoušek jednotlivých materiálů je umožněno nepřetržitým monitorováním zatížení a hloubky vtisku. Použité tvary a materiály vnikacího tělesa, které je z tvrdšího materiálu než materiál zkoušený, mohou být následující: [20]

- diamantové těleso se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem 136° (Vickersův jehlan),
- diamantový jehlan s trojúhelníkovou základnou (Berkovičův jehlan),
- tvrdokovová kulička,
- diamantové sférické vnikací těleso.

Postup může být proveden na základě posunu nebo zatížení. Po čas celého procesu jsou zaznamenávány hodnoty jako zkušební zatížení F a k němu odpovídající hloubka vtisku h . Jako výsledek zkoušky se zaznamená soubor údajů zkušebního zatížení a příslušné hloubky vtisku jako funkce času. [20]



Obr. 9 Znárodnění zkušební postupu [20]

a – aplikace zkušebního zatížení

b – odlehčení

c – tečna ke křivce b v F_{max} .

Měření časově závislých vlivů můžeme vyhodnocovat dvěma způsoby:

- když budeme udržovat konstantní úroveň zkušebního zatížení po předepsanou dobu, tak hovoříme o metodě řízeného zatížení, u které se měří změna hloubky vtisku jako funkce doby výdrže zkušebního zatížení,
- naopak když budeme po stanovenou dobu udržovat hloubku vtisku, vyhodnotíme změnu zkušebního zatížení jako funkci doby výdrže hloubky vtisku. [20]

5.2.1 Vtisková tvrdost H_{IT}

Charakterizujeme ji jako míru odporu k trvalé deformaci nebo poškození. Vyjadřujeme tedy rovnici v podobě maximálního vloženého zatížení podělené průmětem kontaktní plochy vnikacího tělesa s tělesem zkušebním. [20]

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad (12)$$

Kde:

F_{max} - je maximální zkušební zatížení

A_p – je příčný řez kontaktní plochy vnikajícího tělesa a zkušebního tělesa určený z křivky zatížení

5.2.2 Vtiskový modul E_{IT}

K výpočtu vtiskového modulu používáme směrnicí tečny, která dále slouží pro výpočet tvrdosti H_{IT} . Můžeme její velikost přirovnat s Youngovým modulem materiálu. [20]

$$E_{IT} = \frac{1-(\nu_s)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-(\nu_i)^2}{E_i}} \left[\frac{N}{mm^2} \right] \quad (13)$$

ν_s ...Poissonův poměr zkušebního tělesa

ν_i ...Poissonův poměr vnikacího tělesa

E_r ... redukovaný modul vtiskového kontaktu

E_i ...modul vnikacího tělesa

5.2.3 Vtiskové tečení C_{IT}

Hovoříme o hodnotě tečení materiálu. Při konstantním zatížení kdy měříme změnu hloubky vtisku, můžeme vypočítat relativní změnu hloubky vtisku. [20]

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100[\%] \quad (14)$$

Kde:

h_1 ... hloubka vtisku v mm v čase (t_1), kdy je dosaženo zkušebního zatížení

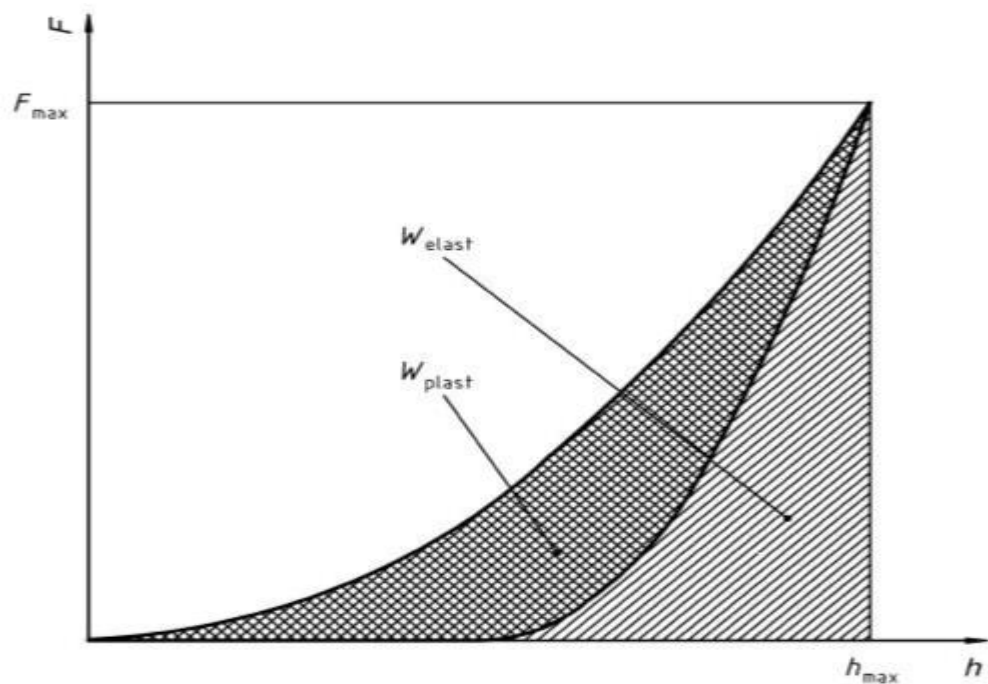
h_2 ... hloubka vtisku v mm (t_2) výdrže na konstantní úrovni zkušebního zatížení

5.2.4 Plastická a pružná část práce při vnikajícím procesu

Celková práce W_{total} je spotřebována na deformační plastickou W_{plast} a deformační elasticou W_{elast} (pružnou) práci. Při zatížení určujeme plastickou deformační práci a při odlehčování elasticou deformační práci. [20]

$$W_{total} = W_{plast} + W_{elast} \quad (15)$$

$$\eta_{IT} = \frac{W_{elast}}{W_{total} \cdot 100} \quad (16)$$



Obr. 10 Grafické znázornění dílčích prací při vnikacím procesu [20]

5.3 Zkušební stroj

- Musí mít schopnost vložit předem stanovené zkušební zatížení v požadovaném rozsahu a musí splňovat podmínky normy.
- Musí být schopen měřit a zaznamenat vložené zatížení, hloubku vtisku a čas v průběhu celého zkušebního cyklu.
- Musí mít schopnost kompenzovat vlastní poddajnost a využít vhodnou funkci plochy vnikacího tělesa.
- Musí udržet kalibraci v celém pásmu obvyklých provozních teplot. [20]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

6 CÍLE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Cílem bakalářské práce je měřit mikro-mechanické vlastnosti polymeru HDPE (vysokohustotního polyethylenu) na přístroji Micro-Combi Tester od firmy CSM. Materiál je modifikován různými dávkami beta záření. Tyto dávky jsou 0, 33, 66 a 99 kGy. Zkoumá se, jak jednotlivé dávky ozáření ovlivňují chování materiálu.

Výsledky měření jsou zpracovány do tabulek a grafů pro větší přehlednost porovnání. Používaný měřicí indenter byl Vickers.

Použitý postup při vypracování bakalářské práce:

- Zpracování literatury daného tématu
- Příprava vzorku
- Provedení měření
- Vyhodnocení naměřených výsledků

7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

7.1 High-density polyethylene (HDPE)

Vysoko-hustotní polyetylen je termoplast patřící do skupiny polyolefinů, který vzniká polymerizací ethenu. Při zpracovatelském postupu jsou charakteristické nízké tlaky (0,1-5MPa) a nízké teploty (20 – 150 °C).



Obr. 11 Označení vysokohustotního polyethylenu

7.1.1 Vybrané vlastnosti HDPE

- Hustota (0,94 – 0,97 g/cm³).
- Stupeň krystalizace 60-80 %.
- T_g = 80 °C.
- T_m = 240 °C.
- Vysoká chemická odolnost.
- Vysoká pevnost a houževnatost.
- Odolnost proti otěru.

7.1.2 Aplikace HDPE

- Výroba lahví na čisticí prostředky, kojenecké láhve a jiné duté předměty.
- Všudypřítomné obalové sáčky.
- Použití také ve formě nástříku.

7.2 Procesní parametry vstřikování

Příprava zkušebních těles byla provedena vstřikováním na stroji od firmy ARBURG typu Allrounder 470H. Nastavení jednotlivých parametrů bylo provedeno na základě doporučení výrobce.

Tab. 2 Procesní a teplotní parametry vstřikování

HDPE DOW 25055E	
Procesní podmínky	
Vstřikovací rychlost [mm/s]	60
Vstřikovací tlak [MPa]	80
Čas vstřikování [s]	0,4
Čas chlazení [s]	20
Teplota formy [°C]	40
Dráha dávkování [mm]	40
Celkový čas dotlaku [s]	25
Dotlak [MPa]	60
Teploty pásem plastikační jednotky	
Teplota pod násypkou [°C]	60
Pásmo 1 [°C]	200
Pásmo 2 [°C]	205
Pásmo 3 [°C]	210
Pásmo 4 [°C]	225

7.3 Sítování

Zkušební tělesa byla ozářena zářením beta v normální atmosféře za pokojové teploty v závodě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG v pobočce Saal an der Donau. Zdrojem záření byl toroidní elektronový urychlovač Rhodotron – 10 MeV – 200 kW. Rozsah dávek záření byl stanoven na základě zkušeností z praxe industriálního ozařování v rozmezí 33 až 99 kGy. Každý průjezd pod scannerem urychlovače se rovnal dávce záření 33 kGy. Absorbovaná dávka záření byla ověřena dozimetrem a následně stanovena fotometricky na zkušebním přístroji Spectronic Genesys 5.

8 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

8.1 Aplikované matematické vzorce

Dosažené výsledky z měření byly zpracovány v programu Microsoft Excel za použití těchto vzorců:

Aritmetický průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (17)$$

Kde:

\bar{x} ...aritmetický průměr

n...počet měření

x...i-tá hodnota měřené veličiny

Směrodatná odchylka:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (18)$$

Kde:

s...směrodatná odchylka

\bar{x} ...aritmetický průměr

n...počet měření

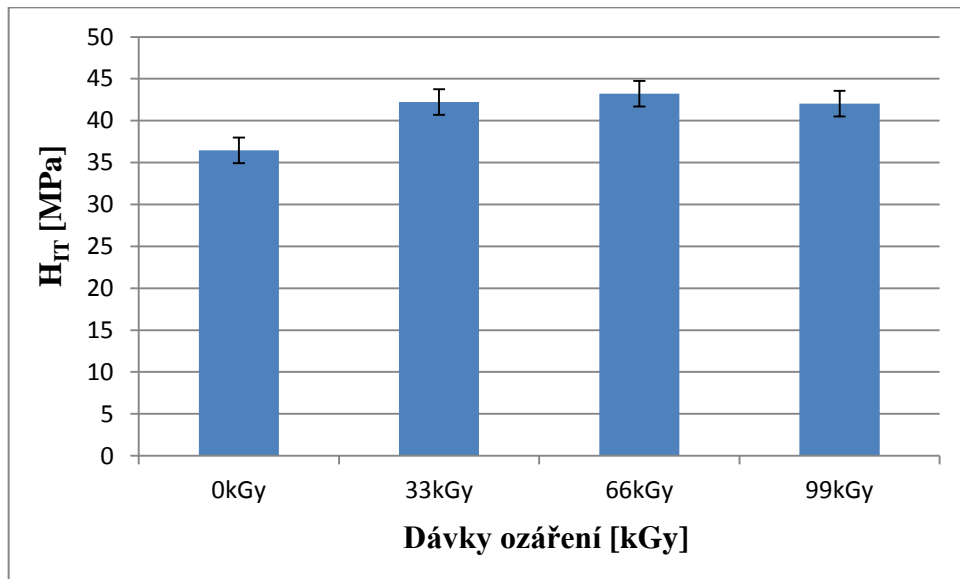
x...i-tá hodnota měřené veličiny

8.2 Naměřené hodnoty pro zatížení 0,5 N

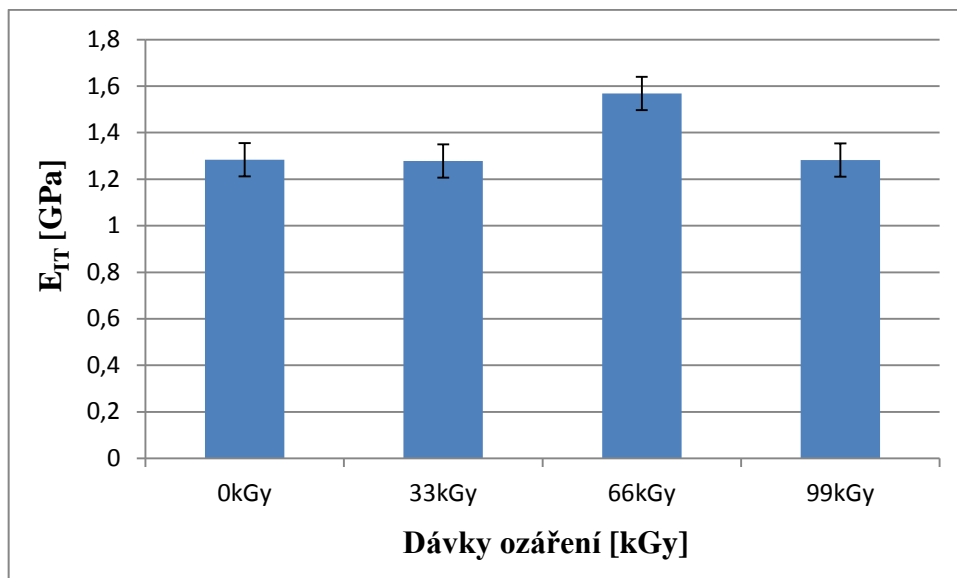
Pro jednotlivé měřené parametry jsme sestavili tabulku průměrných hodnot. Tyto hodnoty jsou začleněny do sloupců, které značí dávku ozáření materiálu. V tabulce jsou uvedeny také jednotky, ve kterých se daný parametr měří. První tabulka s hodnotami parametrů je naměřena při zatížení 0,5 N.

Tab. 3 Hodnoty pro zatížení 0,5 N

	0 kGy	33 kGy	66 kGy	99 kGy
H_{IT} [MPa]	36,46	42,21	43,20	42,02
E_{IT} [GPa]	1,28	1,28	1,57	1,28
C_{IT} [%]	14,53	16,22	14,68	14,34
H_V [Vickers]	3,44	3,98	4,08	3,97
W_e [μ J]	1,31	1,26	1,17	1,28
W_p [μ J]	4,52	4,29	4,26	4,27
W_t [μ J]	5,83	5,55	5,43	5,55

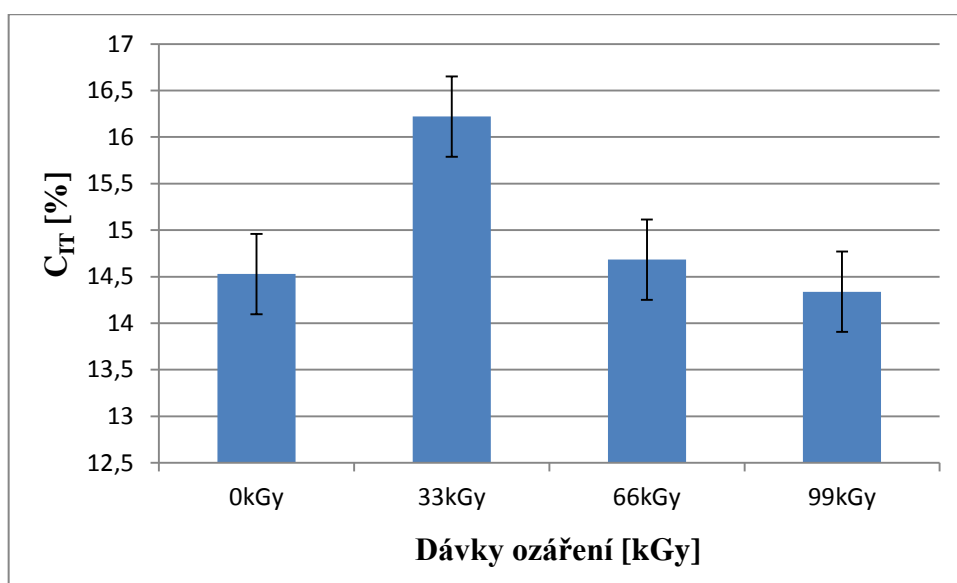
Obr. 12 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při zatížení 0,5 N

Z grafu jenž vyjadřuje vtiskovou tvrdost H_{IT} , můžeme vyčíst nejmenší hodnotu při ozáření 0 kGy o velikosti 36,46 MPa. Naproti tomu největší hodnota byla zjištěna u dávky 66 kGy o velikosti 43,20 MPa. Tudiž rozdíl mezi největší a nejmenší hodnotou je přibližně 15,6 %.



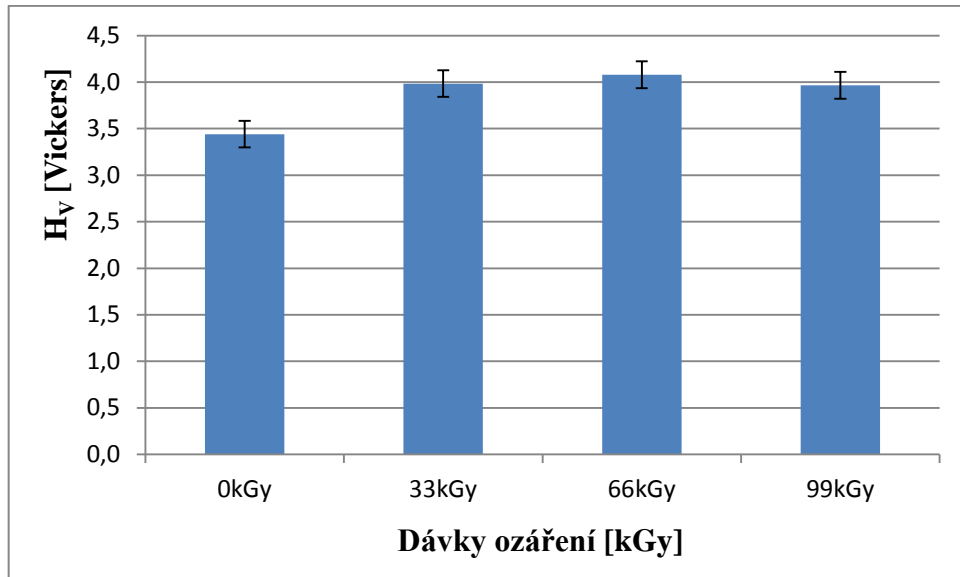
Obr. 13 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 0,5 N

Grafické vyhodnocení vtiskového modulu E_{IT} ukazuje na nejmenší hodnotu při ozáření dávkou 33 kGy o velikosti 1,28 GPa. Největší hodnota byla naměřena u dávky ozáření 66 kGy s velikostí 1,57 GPa. Tyto hodnoty dosahují rozdílu okolo 18,5 %.



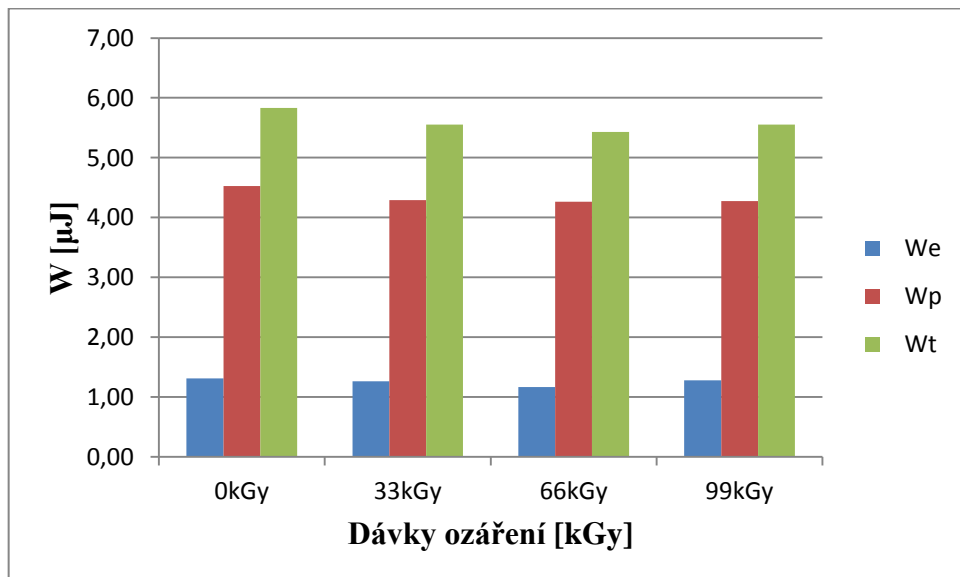
Obr. 14 Graf znázorňující vtiskové tečení C_{IT} při zatížení 0,5 N

Vtiskové tečení C_{IT} vyjádřeno v grafu vyznačuje nejmenší hodnotu pro dávku s nejsilnějším ozářením 99 kGy a to 14,34 % zatímco největší je u 33 kGy s velikostí 16,22 %. Při porovnání těchto výsledků zjistíme přibližně rozdíl 1,9 %.



Obr. 15 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při zatížení 0,5 N

Z naměřených hodnot je čitelné, že největší tvrdost H_V má hodnota pro ozáření dávkou 66 kGy s velikostí 4,08 Vickers. Nejmenší hodnotu můžeme sledovat u neozařené dávky 0 kGy o hodnotě 3,44 Vickers. Jako výsledný rozdíl hodnot můžeme uvést přibližně 15,6 %.



Obr. 16 Graf znázorňující práci při zatížení 0,5 N

Z měření elastické práce můžeme určit nejmenší hodnotu 1,17 μJ pro ozáření o velikosti 66 kGy. Největší hodnota byla zjištěna u 0 kGy s velikostí 1,31 μJ . Výsledné hodnoty mají mezi sebou odchylku přibližně 10,9 %.

U plastické práce jsme zaznamenali největší nárůst u dávky 0 kGy s velikostí 4,52 μJ . Nejmenší hodnota se vyskytuje u ozáření 66 kGy a velikostí plastické práce 4,26 μJ . Rozdíl v těchto naměřených hodnotách se pohybuje okolo 5,8 %.

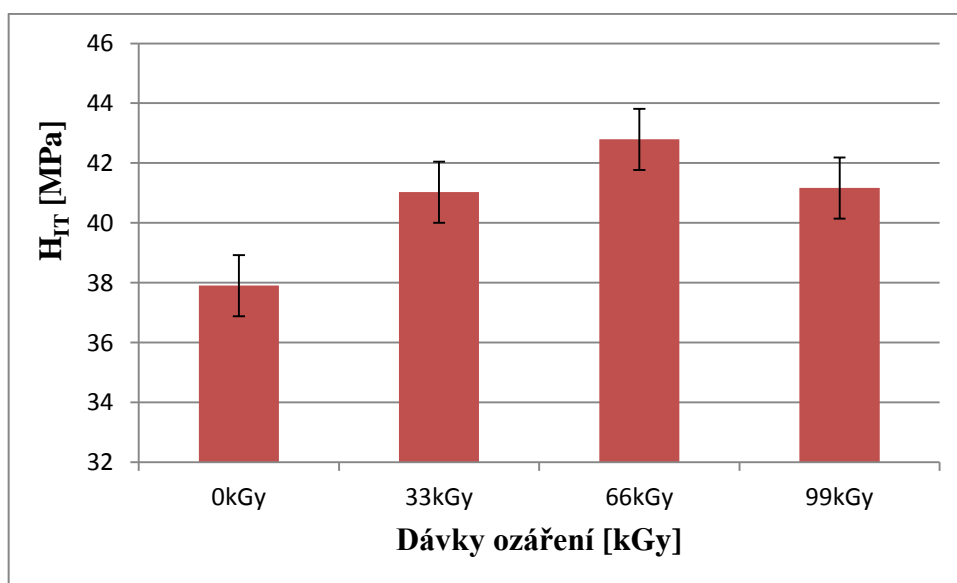
Z naměřených hodnot pro celkovou práci lze určit jako nejmenší hodnotu s dávkou ozáření 66 kGy o velikosti 5,43 μJ a největší u 0 kGy o hodnotě 5,83 μJ . Procentuální rozdíl mezi nimi je okolo 6,9 %.

8.3 Naměřené hodnoty pro zatížení 1 N

Pro jednotlivé měřené parametry jsme sestavili tabulku průměrných hodnot. Tyto hodnoty jsou začleněny do sloupců, které značí dávku ozáření materiálu. V tabulce jsou uvedeny také jednotky, ve kterých se daný parametr měří. Druhá tabulka s hodnotami parametrů je naměřena při zatížení 1 N.

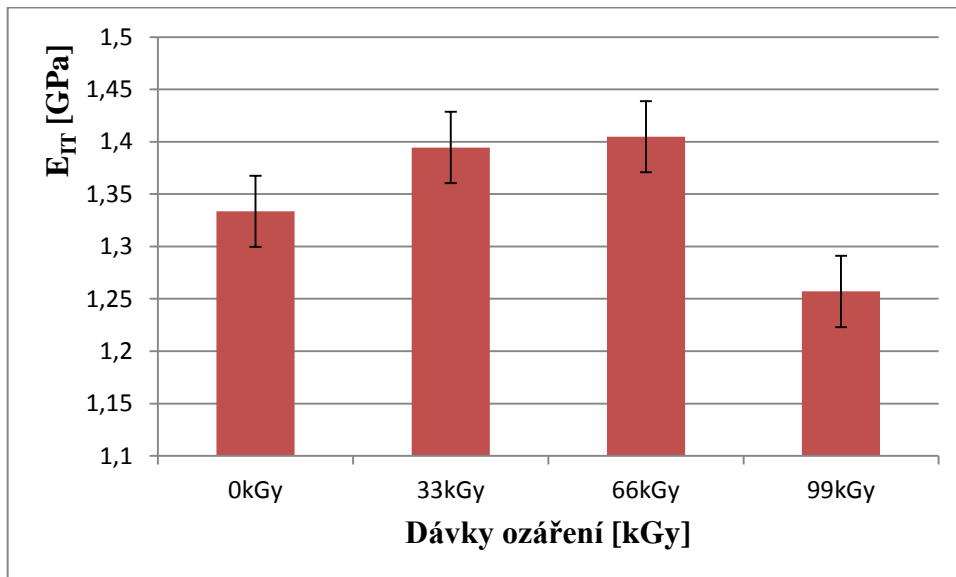
Tab. 4 Hodnoty pro zatížení 1 N

	0 kGy	33 kGy	66 kGy	99 kGy
H_{IT} [MPa]	37,90	41,03	42,80	41,17
E_{IT} [GPa]	1,33	1,39	1,40	1,26
C_{IT} [%]	14,76	15,95	15,37	15,26
H_V [Vickers]	3,58	3,87	4,04	3,89
W_e [μJ]	3,54	3,53	3,28	3,55
W_p [μJ]	12,28	12,42	12,09	11,94
W_t [μJ]	15,83	15,95	15,37	15,49



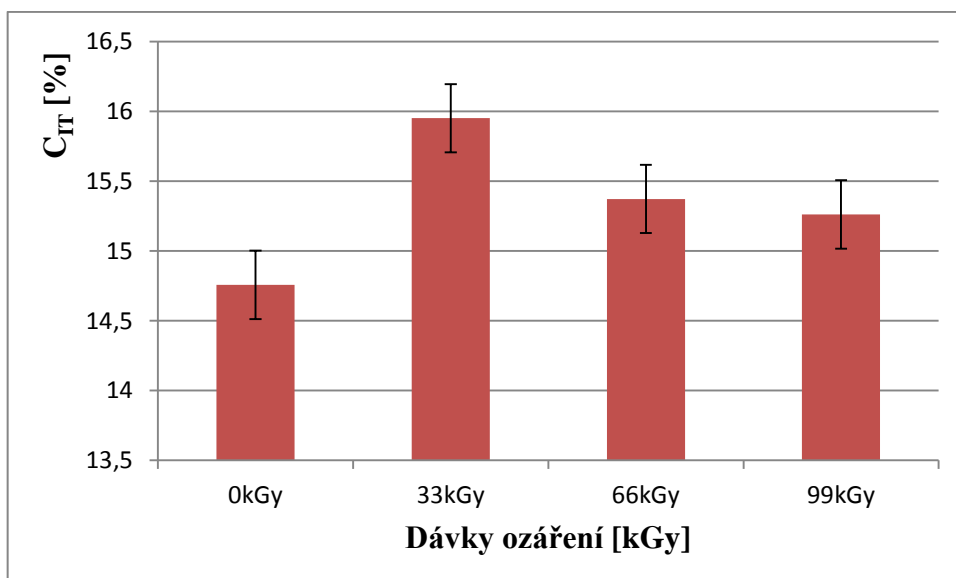
Obr. 17 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při zatížení 1 N

Vtisková tvrdost H_{IT} pro jmenovité zatížení 1 N a jednotlivé ozáření vyznačuje největší hodnotu pro dávku 66 kGy a nejmenší u dávky 0 kGy. Jejich hodnoty 42,8 MPa a 37,9 MPa ukazují na procentuální rozdíl o velikosti 11,5 %.



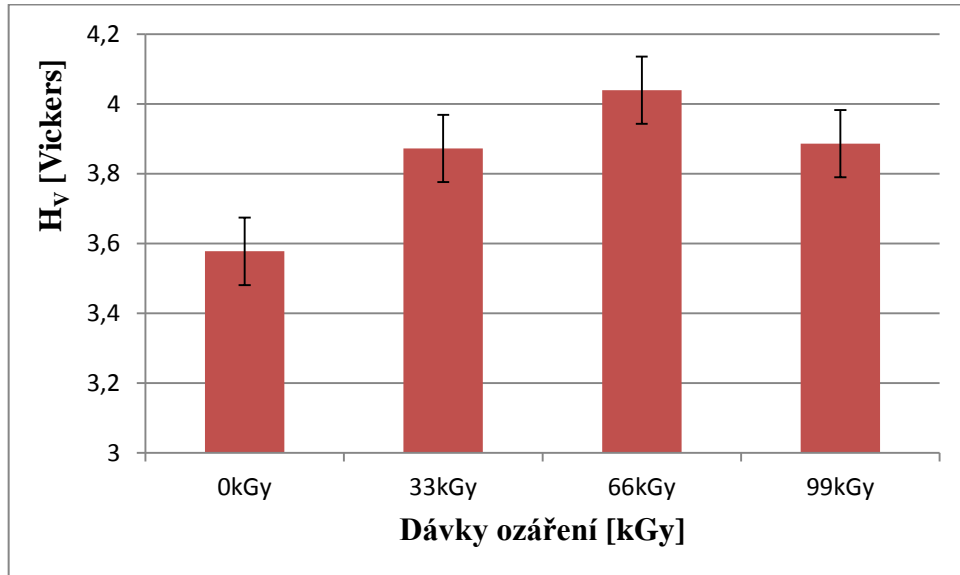
Obr. 18 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 1 N

Grafické vyhodnocení vtiskového modulu E_{IT} ukazuje na nejmenší hodnotu při ozáření největší dávkou 99 kGy o velikosti 1,26 GPa. Největší hodnota byla zjištěna u dávky ozáření 66 kGy s velikostí 1,4 GPa. Rozdíl těchto hodnot je 10 %.



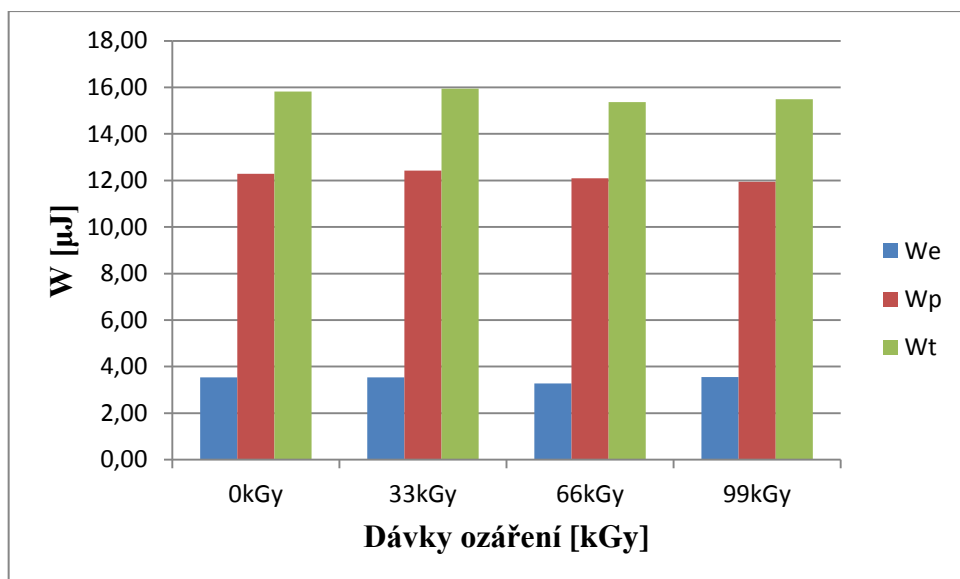
Obr. 19 Graf znázorňující vtiskové tečení C_{IT} při zatížení 1 N

Z naměřených hodnot pro vtiskové tečení C_{IT} můžeme hovořit o nejmenší hodnotě při ozáření dávkou 0 kGy a to 14,76 %. Největší hodnotu jsme zaznamenali u dávky ozářené 33 kGy s hodnotou 15,95 %. Odchylka mezi těmito hodnotami odpovídá přibližně 7,5 %.



Obr. 20 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při zatížení 1 N

Tvrdost podle Vickerse, kterou jsme vyhodnotili pro zatížení 1 N, ukazuje na největší hodnotu pro ozářující dávku 66 kGy s hodnotou 4,04 Vickers. Nejmenší hodnota 3,58 Vickers byla zjištěna u dávky 0 kGy. Při zkoumání výsledků je procentuální rozdíl mezi největší a nejmenší hodnotou přibližně 11,5 %.



Obr. 21 Graf znázorňující práci při zatížení 1 N

Z grafu pro elastickou práci je možno vyčíst nejzřetelněji nejmenší hodnotu 3,28 μJ při ozařující dávce 66 kGy. Největší hodnota byla zaznamenána u dávky 99 kGy s velikostí 3,55 μJ . Tyto hodnoty dosahují rozdílu okolo 7,6 %.

Při vyhodnocení grafu znázorňující plastickou práci je třeba ukázat na nejmenší hodnotu při dávce ozáření 99 kGy s velikostí 11,94 μJ . Naproti tomu největší hodnotu je možno sledovat při dávce 33 kGy o hodnotě 12,42 μJ . Ve výsledku tedy můžeme říci, že odchylka od nejmenší a největší hodnoty je okolo 4 %.

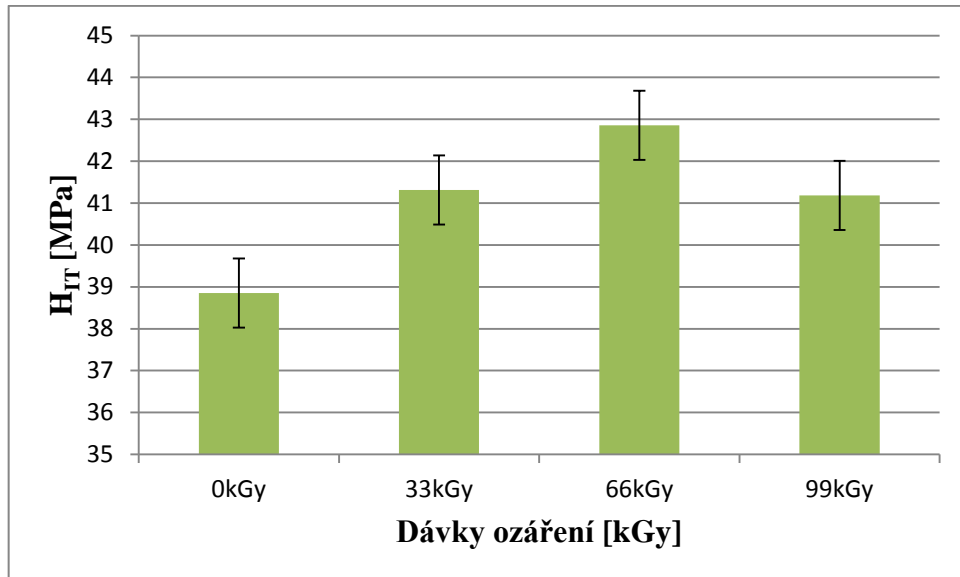
Z naměřených dat pro celkovou práci můžeme vyhodnotit dávku 66 kGy s velikostí 15,37 μJ za nejmenší a naproti tomu dávku ozářenou 33 kGy o hodnotě celkové práce 15,95 μJ můžeme označit jako největší. Jejich rozdíl je okolo 3,5 %.

8.4 Naměřené hodnoty pro zatížení 5 N

Pro jednotlivé měřené parametry jsme sestavili tabulku průměrných hodnot. Tyto hodnoty jsou začleněny do sloupců, které značí dávku ozáření materiálu. V tabulce jsou uvedeny také jednotky, ve kterých se daný parametr měří. Třetí tabulka s hodnotami parametrů je naměřena při zatížení 5 N.

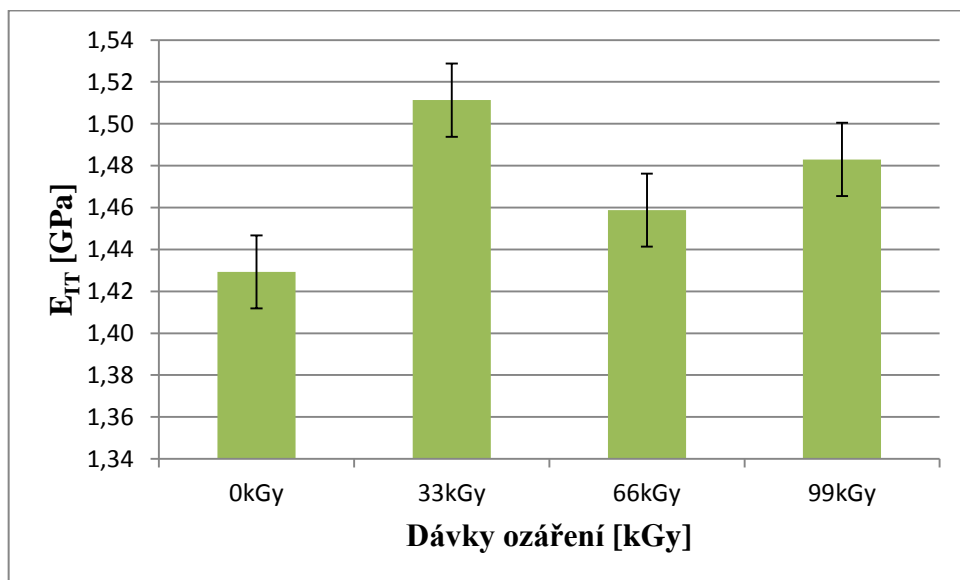
Tab. 5 Hodnoty pro zatížení 5 N

	0 kGy	33 kGy	66 kGy	99 kGy
H_{IT} [MPa]	38,86	41,31	42,86	41,18
E_{IT} [GPa]	1,43	1,51	1,46	1,48
C_{IT} [%]	14,87	14,29	14,50	14,04
H_V [Vickers]	3,67	3,90	4,04	3,89
W_e [μJ]	36,98	36,40	35,04	37,20
W_p [μJ]	132,05	130,27	128,86	129,99
W_t [μJ]	169,03	166,68	163,90	167,19



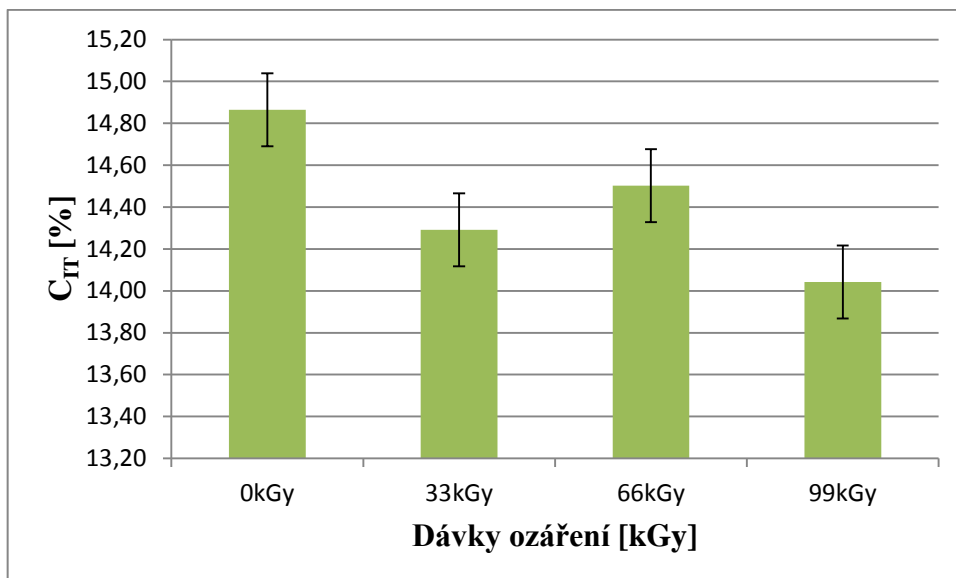
Obr. 22 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při zatížení 5 N

Míra odporu k trvalé deformaci čili vtisková tvrdost H_{IT} vyšla v případě zatížení 5 N nejvíce pro dávku 66 kGy s velikostí 42,86 MPa. Z grafu je zřetelná také nejmenší hodnota zjištěná u neozařené dávky 0 kGy s hodnotou 38,86 kGy. Odchylka mezi největší a nejmenší hodnotou vychází kolem 9,4 %.



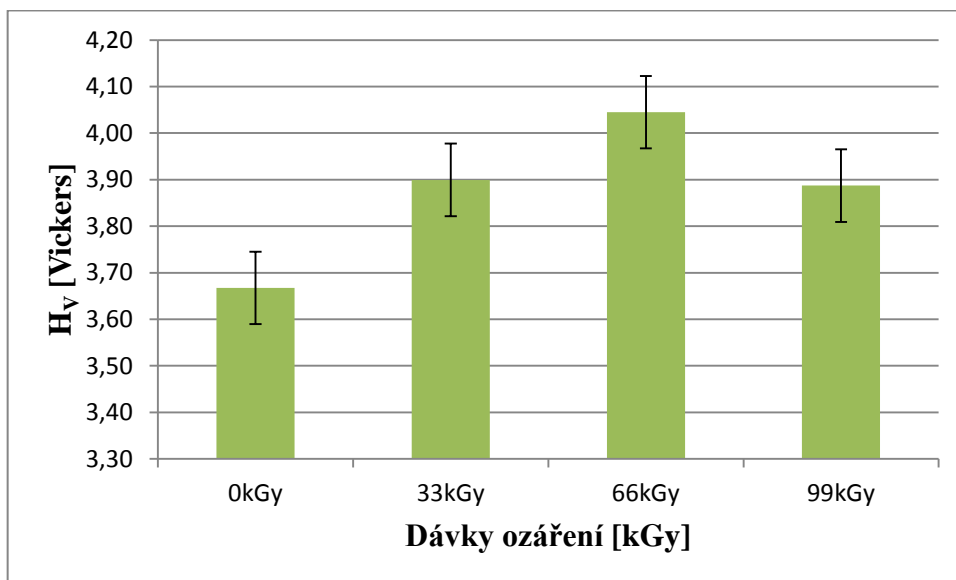
Obr. 23 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 5 N

Při vyhodnocování dat z grafu znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 5 N je zřejmé, že minimální hodnota 1,43 GPa je u dávky s 0 kGy. Naopak maximum vykazuje dávka s 33 kGy, která svou velikostí 1,51 GPa udává procentuální rozdíl mezi největší a nejmenší hodnotou přibližně 5,3 %.



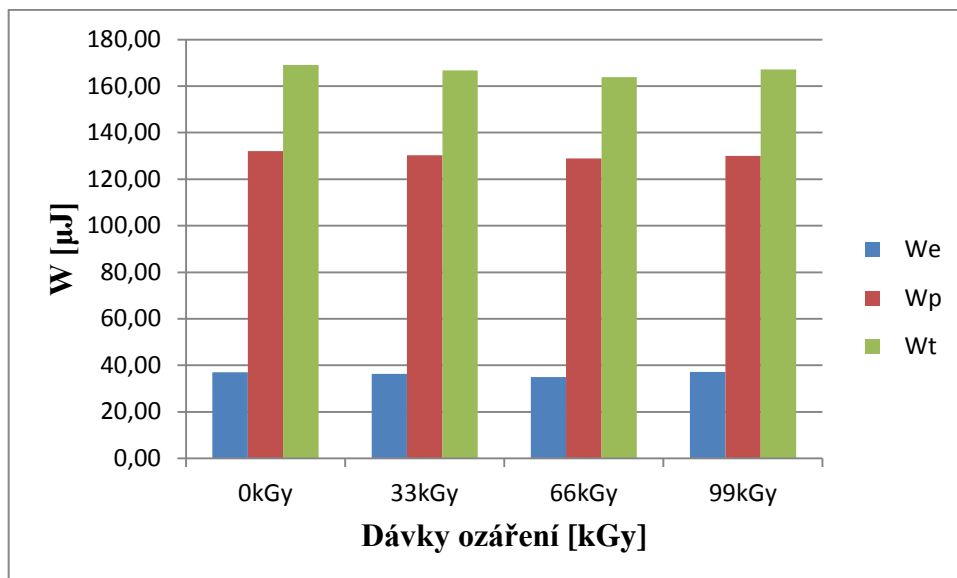
Obr. 24 Graf znázorňující vtiskové tečení C_{IT} při zatížení 5 N

Při zatížení 5 N vykazuje vtiskové tečení C_{IT} procentuální hodnoty. Jako největší je vyhodnocena hodnota s dávkou ozáření 0 kGy s velikostí 14,87 %. Naproti tomu nejmenší hodnota byla naměřena u materiálu s největší dávkou ozáření 99 kGy s procentuální hodnotou 14,04 %. Rozdíl v těchto naměřených výsledcích je 5,6 %.



Obr. 25 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při zatížení 5 N

Jako nejmenší hodnotu z grafu pro Vickersovu tvrdost při zatížení 5 N vyhodnocujeme 3,67 Vickers o dávce ozáření 0 kGy. Největší hodnota vyčtená z grafu je potom 4,04 Vickers odpovídající 66 kGy. Výsledný rozdíl těchto hodnot je 9,1 %.



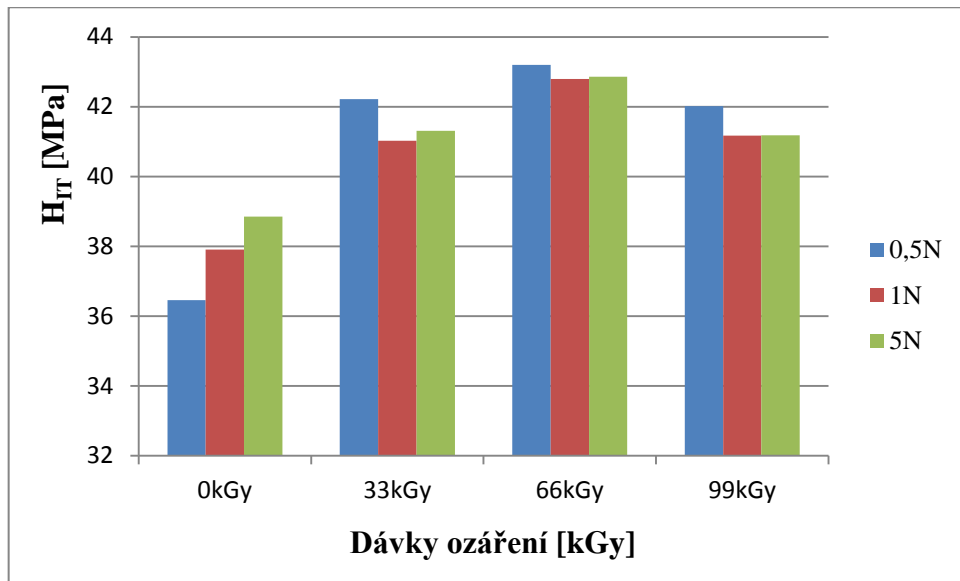
Obr. 26 Graf znázorňující práci při zatížení 5 N

Nejmenší elastická práce je 35,04 μJ u dávky 66 kGy. Největší nárůst elastické práce znamenala dávka 99 kGy s velikostí 37,20 μJ . Procentuální rozdíl hodnot je 5,8 %.

Můžeme vidět, že nejmenší hodnoty plastické práce jsme zaznamenali u dávky 66 kGy a to 128,86 μJ . Naproti tomu nárůst práce, který je největší vidíme u neozářené dávky 0 kGy s velikostí 132,05 μJ . Po zkoumání odchylek těchto hodnot je výsledek okolo 2,4 %.

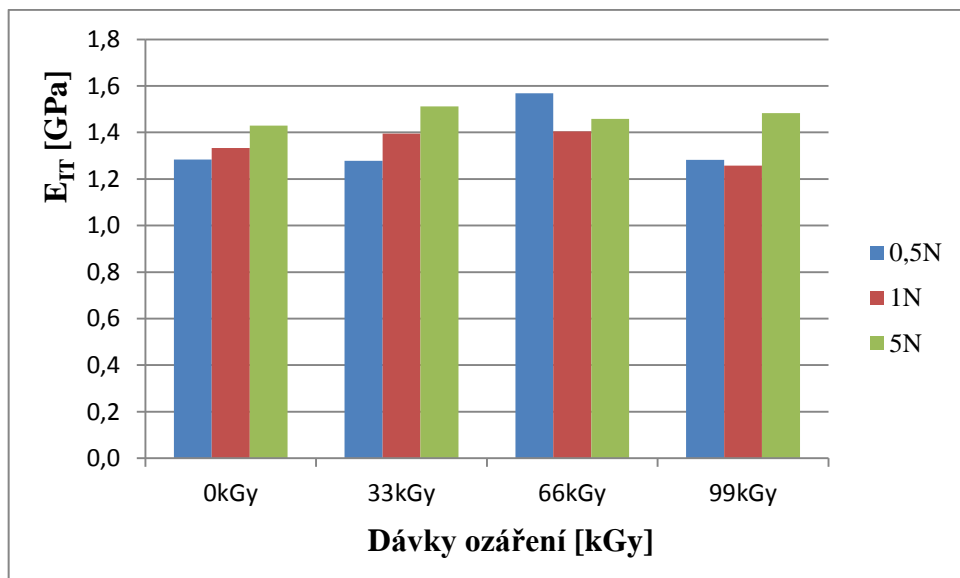
Po sečtení dílčích prací, se celková práce projevila ve výsledcích podobně jako u zatížení 1 N. Nejmenší hodnotu opět vykazuje dávka s ozářením 66 kGy a velikostí 163,90 μJ . Nyní však největší hodnotu 169,03 μJ vlastní materiál s dávkou ozáření 0 kGy. Pro tyto hodnoty se odchylka určila jako 3 %.

9 SOUHRN VÝSLEDKŮ



Obr. 27 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při všech zatíženích

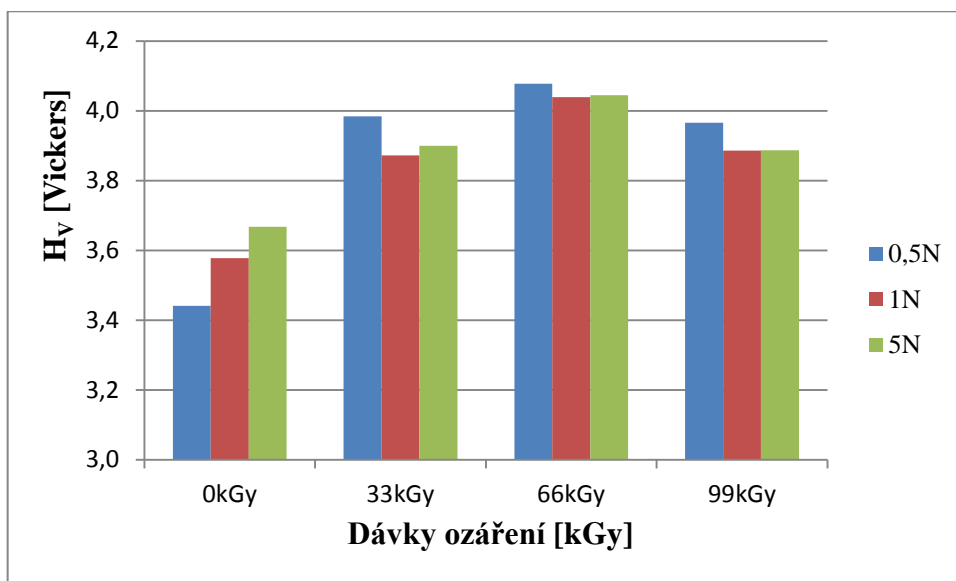
Jako nejmenší ze všech hodnot vtiskové tvrdosti H_{IT} se ukazuje materiál, který byl zatížen 0,5 N při dávce ozáření 0 kGy. Jeho hodnota je 36,46 MPa. Naopak největší hodnotu 43,20 MPa sledujeme u téhož materiálu s totožným zatížením 0,5 N a dávkou ozáření 66 kGy. Po vyhodnocení jsme uvedli rozdíl mezi největší a nejmenší hodnotou a to 15,6 %.



Obr. 28 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při všech zatíženích

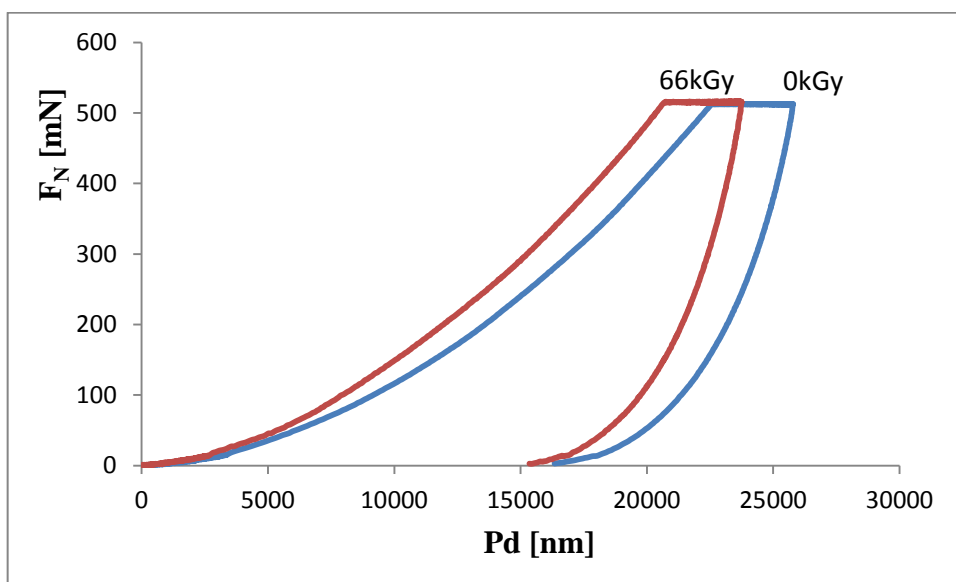
Při zkoumání vtiskového modulu E_{IT} se jako nejmenší hodnota ukázala 1,26 GPa při zatížení 1 N a dávce ozáření 99 kGy. Největší hodnota 1,57 GPa byla zjištěna u materiálu

s dávkou ozáření 66 kGy, na které působilo zatížení 0,5 N. Výslednou odchylku jsme vyhodnotili procentuálně s výsledkem 19,8 %.



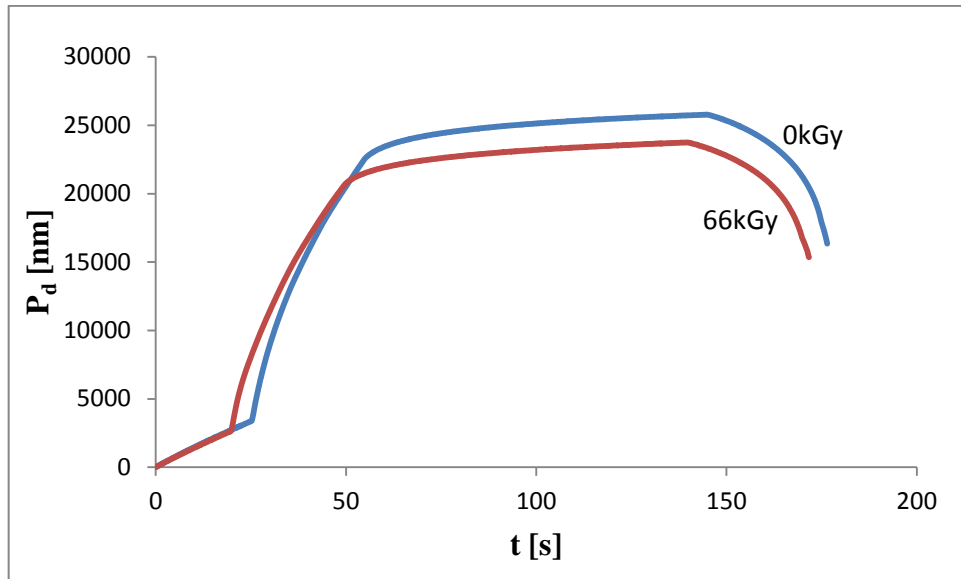
Obr. 29 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při všech zatíženích

U Vickersovi tvrdosti zaznamenává nejmenší i největší hodnoty materiál, který byl zatěžován silou 0,5 N. Nejmenší hodnota je u neozářené dávky 0 kGy a největší u dávky ozáření 66 kGy. Tyto hodnoty vykazují procentuální rozdíl 15,6 %.

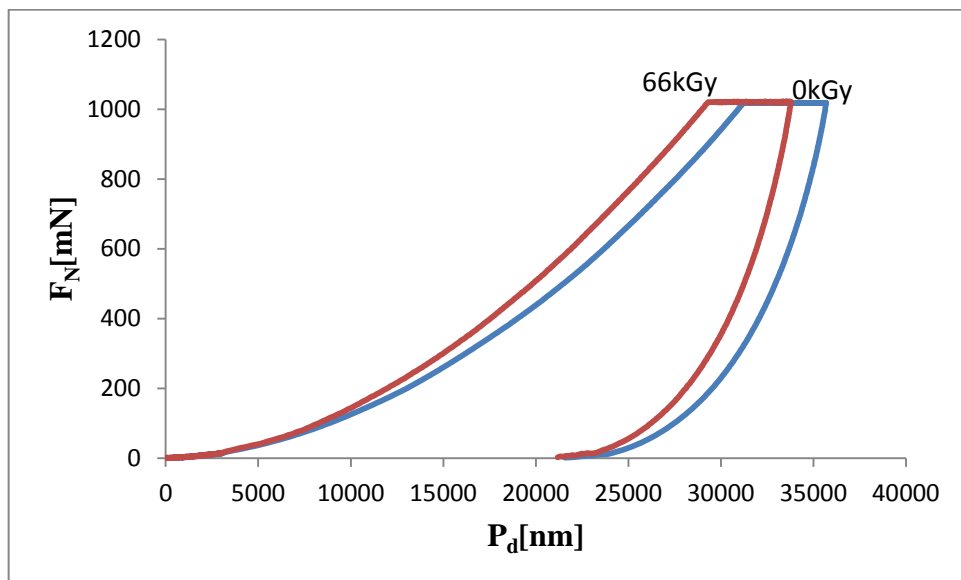


Obr. 30 Závislost indentační síly F_N na indentační hloubce P_d pro zatížení 0,5 N

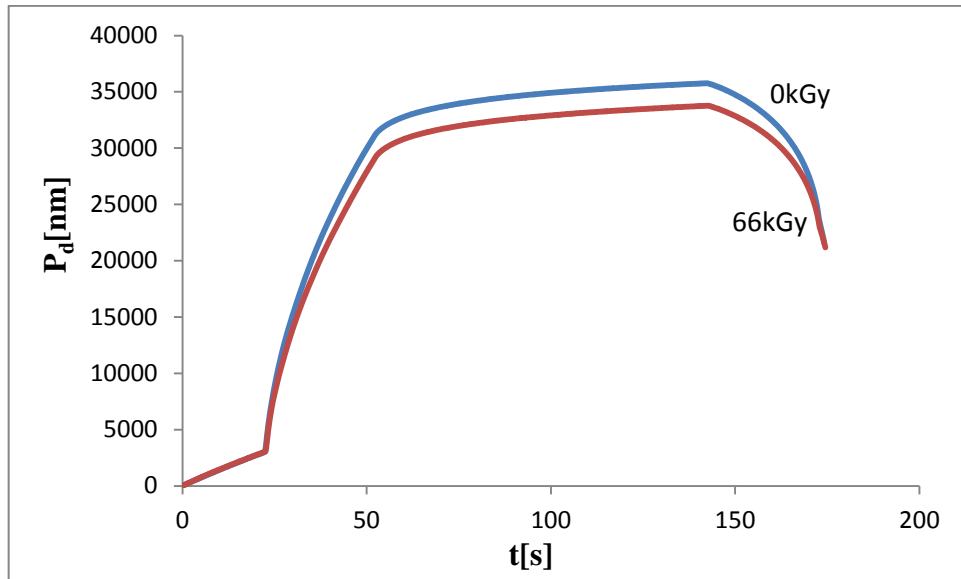
Z grafu závislosti indentační síly na indentační hloubce je vidět, že neozářený polymer se sice propadne do větší hloubky, ale při odlehčení se materiál vrací skoro na stejnou hodnotu jako polymer ozářený dávkou 66 kGy. Hovoříme tedy o větší relaxaci materiálu.



Obr. 31 Závislost indentační hloubky P_d na čase indentace t pro zatížení 0,5 N. Můžeme také sledovat indentační charakteristiky, které charakterizují celý průběh indentačního procesu. Zde je patrný rozdíl v dosažených hloubkách při zatížení 0,5 N a rozdíl v hloubkách v určitém čase. Můžeme konstatovat, že ozařování polymeru mírně ovlivňuje jeho creepové chování, kdy vidíme jak se indenter propadává do větší hloubky materiálu.

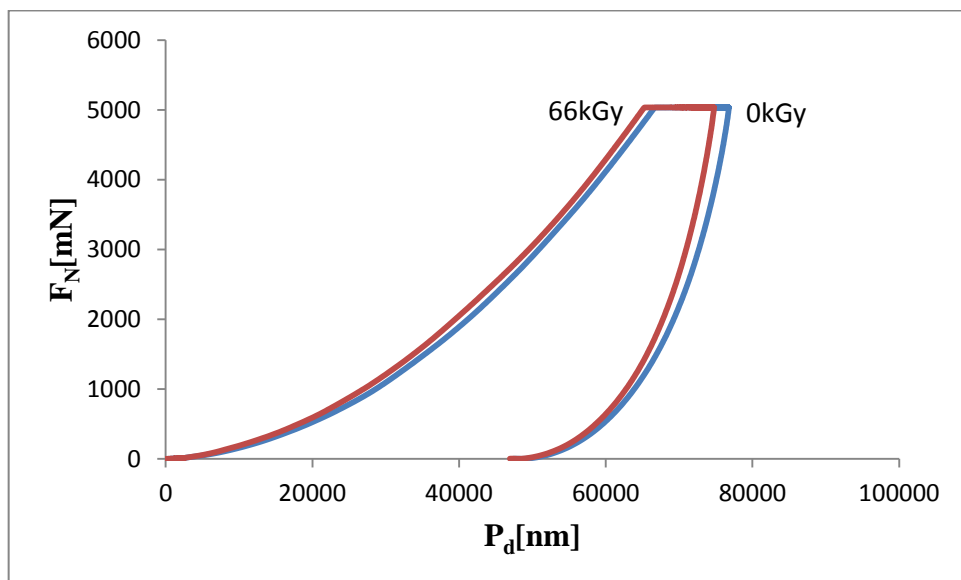


Obr. 32 Závislost indentační síly F_N na indentační hloubce P_d pro zatížení 1 N

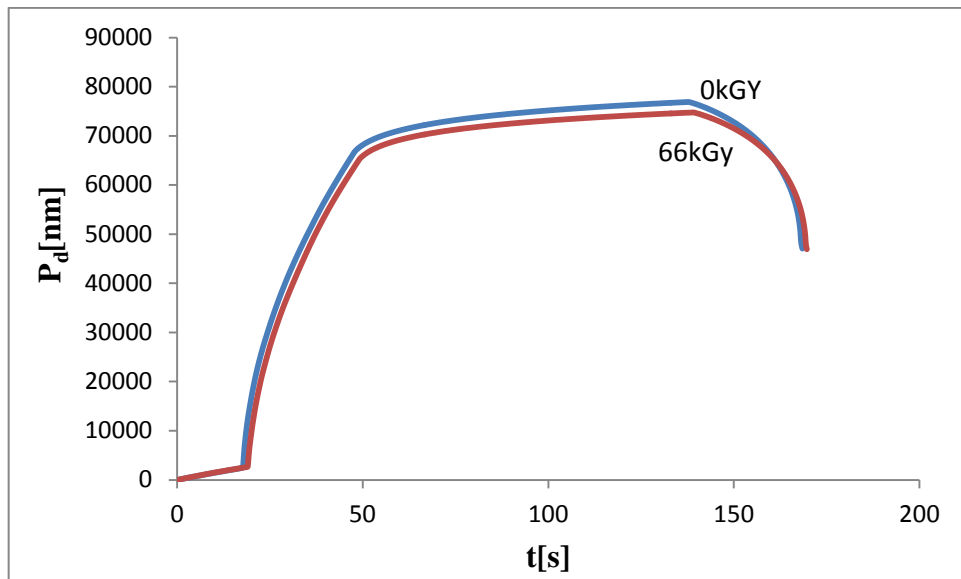


Obr. 33 Závislost indentační hloubky P_d na čase indentace t pro zatížení 1 N

V grafech (Obr. 32, 33) je například zachycena poměrně vysoká relaxace hloubky indentace. Po dosažení maximální zatěžující síly je zřejmá hodnota hloubky indentoru okolo 35000 nm, kdy po odlehčení došlo k relaxaci a to na hodnotu přibližně 20000 nm. Díky metodě DSI můžeme zaznamenávat změnu hloubky indentace po čas odlehčování.



Obr. 34 Závislost indentační síly F_N na indentační hloubce P_d pro zatížení 5 N



Obr. 35 Závislost indentační hloubky P_d na čase indentace t pro zatížení 5 N

Hodnoty pro indentační charakteristiky se u zatížení 5 N příliš neliší. Jak však můžeme vidět (obr. 34, 35) malé změny jsou patrné. Je zřejmé, že vyšší hodnoty creepového chování byly zaznamenány u neozářeného HDPE, než tomu bylo například u HDPE ozářeného dávkou 66 kGy.

ZÁVĚR

Cílem bakalářské práce bylo provést měření mikro-mechanických vlastností polymerního materiálu, v tomto případě vysoko-hustotního polyethylenu (HDPE). Dále pak bylo úkolem zkoumat, jak jednotlivé dávky ozáření mění vlastnosti materiálu.

První část práce se zabývá teoretickou charakteristikou polymerů, ozařování, tvrdosti a Instrumentovanou zkouškou tvrdosti DSI. Rovněž popisují jednotlivé hodnoty, které jsou u této zkoušky stěžejní.

Druhá část práce obzámkuje se zkoušeným polymerem a s jeho výrobním postupem pro přípravu vzorku. Dále pak je provedena zkouška DSI a následné zpracování naměřených dat.

Vzorky z materiálu HDPE by zhotoveny na vstřikovacím stroji ARBURG Allrounder 470H, které pak byly modifikovány jednotlivými dávkami ozáření ve firmě BGS. U takto zhotovených vzorku byla provedena normovaná zkouška mikrotvrdomosti. Měření mikrotvrdomosti bylo provedeno na přístroji Micro-Combi Tester od firmy CSM. Indentor u zkoušky byl Vickersův jehlan. Výsledky byly zpracovány jak číselně tak graficky.

Mechanické vlastnosti jsme hodnotili dle dávky ozáření a komentovali, jak se jednotlivé vlastnosti v závislosti na aplikované dávce mění.

Ze zkoumání vtiskové tvrdosti H_{IT} vyplývají maximální hodnoty pro dávku ozáření 66 kGy. Minimální hodnoty byly zjištěny o neozářené dávky čili 0 kGy. Při zvětšování dávky ozáření nejprve H_{IT} roste, avšak u dávky 99 kGy je vidět pokles hodnot.

Hodnoty vtiskového modulu E_{IT} se pohybují poměrně ve stejné výši, avšak největší hodnota byla zjištěna u dávky 66 kGy a nejmenší u 99 kGy. Tyto hodnoty se od sebe ale nějak radikálně neliší.

H_V neboli Vickersova tvrdost zaznamenává největší hodnoty aplikované dávky 66 kGy. Naopak nejmenší hodnoty nalezneme u neozářené polymeru. Vickersova tvrdost nejprve s aplikovanými dávkami nabírá na hodnotách, ale po dávce 66 kGy mají hodnoty sestupnou tendenci.

Creepové chování neboli vtiskové tečení charakterizují hodnoty C_{IT} . Tyto hodnoty nabývají největších hodnot při dávce ozáření 33 kGy. Průběh vtiskového tečení má však ihned po nárůstu na 33 kGy klesající směr a nejmenší hodnoty jsou zaznamenány u dávky ozáření 99 kGy.

Parametry plastické W_p , elastické W_e a celkové deformační práce W_t jsou závislé na zatížení a s jeho růstem nabývají i hodnoty deformační práce.

Z naměřených hodnot vyplývá, že ozařování polymeru má pozitivní účinky na mechanické vlastnosti měřené metodou DSI a to zejména na vtiskovou tvrdost, vtiskové tečení, vtiskový modul a deformační práci. Je však nutné také říci, že vyšší dávka ozáření nevede vždy k zlepšení požadovaných vlastností. Pro konkrétní použití je vždy nutné najít optimální dávku ozáření.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] PTÁČEK, L a kol. Nauka o materiálu I. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2001. 505 s.
- [2] PTÁČEK, Ludvík a kolektiv. Nauka o materiálu. 2. vyd. Brno: CERM akademické nakladatelství. 520 s.
- [3] RYBNÍKÁŘ, František. Analýza a zkoušení plastických hmot. SNTL, 1965
- [4] JARUŠEK, Jaroslav. Metody zkoumání polymerů. 1.vyd. Pardubice: VŠCHT,1989
- [5] POKLUDA, Jaroslav. Mechanické a strukturní materiálové charakteristiky, 1. vyd. Brno: Ediční středisko Vysokého učení technického, 1990
- [6] DUCHÁČEK, Vratislav. Polymery výroba, vlastnosti, zpracování, použití. 2.vydání. Praha: Vysoká škola chemická, 2006. 280 s
- [7] MACEK, Karel a Petr ZUNA. Nauka o materiálu. 1. vyd. Praha: ČVUT, 1999, 209 s. ISBN 8001015076.
- [8] CHMIELEWSKI, A. G.: Progress in Radiation processing of polymers, Elsevier Science B.V. Warsaw, 2005
- [9] MĚŘENÍ TVRDOSTI. [online]. [cit. 2013-05-02]. Dostupné z WWW: <http://www.merenitvrlosti.cz>
- [10] DOLEŽAL, Pavel; PACAL, Bohumil. Hodnocení mikrotvrlosti struktur materiálů. Brno: VUT, 2006. 41 s.
- [11] ČSN EN ISO 179-1:2010.: Plasty - Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy - Část 1: Neinstrumentovaná rázová zkouška. Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, Praha, 2010.
- [12] BGS – Beta Gama Service. [online]. Dostupný z WWW: <<http://bgs.eu>>
- [13] MAKUUCHI, K., CHENG, S.: Radiation Processing of Polymer Materials and its Industrial Applications , John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, USA, 2012, ISBN 978-0-470-58769-0.
- [14] TABATA, Y., ITO, Y., TAGAWA, S.: eds. CRC Handbook of Radiation Chemistry, CRC Press, Boca Raton, FL, 1991.
- [15] WOODS, R. J., PIKAEV A. K.: Applied Radiation Chemistry: Radiation Processing, A Wiley-Interscience publication, New York, 1994, ISBN 0-471-54452-3.

- [16] Ullmann V.: Jaderná fyzika a fyzika ionizujícího záření. Ostrava 2002., [online]. [cit. 2011-09-07]. Dostupný z WWW: <http://astronuklfyzika.sweb.cz/JadRadFyzika6.htm>.
- [17] Materiály ve strojírenství, [online], [cit. 2013-04-08], Dostupný z WWW: <http://www.fme.vutbr.cz/opory>
- [18] Navajo: Otevřená encyklopedie, [online], [cit. 2013-04-8], Dostupný z WWW: <http://navajo.cz/>
- [19] Současné trendy v metodách měření [online]. 2010 Měření tvrdosti dle Berkovic [cit.2013-1-17]. Dostupné z WWW :
<http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=27918>.
- [20] ČSN EN ISO 14577. Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů. Praha: Český normalizační institut, 2003.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

α	Úhel indentoru
C_{IT}	Vtiskové tečení (creep)
d^*	Změřená úhlopříčka vtisku
d	Střední průměr vtisku
D	Průměr kuličky
DSI	Instrumentovaná zkouška tvrdosti (Depth Sensing Indentation)
E	Youngův modul
E_i	Modul vnikacího tělesa
E_{IT}	Vtiskový modul
F	Zatěžující síla
A	Plocha otisku
R	Faktor elastické návratnosti
h	Hloubka vtisku
L	Velikost zatížení
l	Délka úhlopříčky
HRC	Tvrdost podle Rockwella
HB	Tvrdost podle Brinella
HK	Tvrdost podle Knoop
HV	Tvrdost podle Vickerse
H_{CH}	Mikrotvrdost podle Berkoviče
H_{IT}	Vtisková tvrdost
W_e	Elastická deformační práce
W_p	Plastická deformační práce
W_t	Celková deformační práce
F_N	Zatěžující síla

T_m	Teplota tání
T_g	Teplota skelného přechodu
t	Čas při zatížení
P_d	Hloubka otisku
PE	Polyethylen
HDPE	Polyethylen-vysokohustotní
PVC	Polyvinylchlorid
E_r	Redukovaný modul

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Rozdělení polymerů.....	12
Obr. 2 Tvary makromolekulárních řetězců [6]	14
Obr. 3 Ilustrace ozáření polymerů [6].....	15
Obr. 4 Zkouška tvrdosti podle Brinella [9].....	19
Obr. 5 Zkoušky tvrdosti podle Rockwella [9]	21
Obr. 6 Zkouška podle Vickerse [9].....	23
Obr. 7 Zkouška podle Knoopu [9]	24
Obr. 8 Geometrie Berkovičova indentoru [19].....	25
Obr. 9 Znázornění zkušební postupu [20]	27
Obr. 10 Grafické znázornění dílčích prací při vnikacím procesu [20]	29
Obr. 11 Označení vysokohustotního polyethylenu.....	32
Obr. 12 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při zatížení 0,5 N.....	35
Obr. 13 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 0,5 N	36
Obr. 14 Graf znázorňující vtiskové tečení C_{IT} při zatížení 0,5 N.....	36
Obr. 15 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při zatížení 0,5 N.....	37
Obr. 16 Graf znázorňující práci při zatížení 0,5 N	37
Obr. 17 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při zatížení 1 N.....	38
Obr. 18 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 1 N	39
Obr. 19 Graf znázorňující vtiskové tečení C_{IT} při zatížení 1 N.....	39
Obr. 20 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při zatížení 1 N.....	40
Obr. 21 Graf znázorňující práci při zatížení 1 N	40
Obr. 22 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při zatížení 5 N.....	42
Obr. 23 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při zatížení 5 N	42
Obr. 24 Graf znázorňující vtiskové tečení C_{IT} při zatížení 5 N.....	43
Obr. 25 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při zatížení 5 N.....	43
Obr. 26 Graf znázorňující práci při zatížení 5 N	44
Obr. 27 Graf znázorňující vtiskovou tvrdost H_{IT} při všech zatíženích.....	45
Obr. 28 Graf znázorňující vtiskový modul E_{IT} při všech zatíženích	45
Obr. 29 Graf znázorňující Vickersovu tvrdost H_V při všech zatíženích.....	46
Obr. 30 Závislost indentační síly F_N na indentační hloubce P_d pro zatížení 0,5 N.....	46
Obr. 31 Závislost indentační hloubky P_d na čase indentace t pro zatížení 0,5 N	47
Obr. 32 Závislost indentační síly F_N na indentační hloubce P_d pro zatížení 1 N.....	47

Obr. 33 Závislost indentační hloubky P_d na čase indentace t pro zatížení 1 N	48
Obr. 34 Závislost indentační síly F_N na indentační hloubce P_d pro zatížení 5 N.....	48
Obr. 35 Závislost indentační hloubky P_d na čase indentace t pro zatížení 5 N	49

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Rozsah použití zkoušky DSI [20]	26
Tab. 2 Procesní a teplotní parametry vstřikování	33
Tab. 3 Hodnoty pro zatížení 0,5 N.....	35
Tab. 4 Hodnoty pro zatížení 1 N.....	38
Tab. 5 Hodnoty pro zatížení 5 N.....	41

SEZNAM PŘÍLOH

PI CD ROM

PŘÍLOHA P I: CD ROM