

Možnosti hodnocení creepových parametrů na DMA

Bc. Martin Lukášek

Diplomová práce
2016



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Martin Lukášek**
Osobní číslo: **T14541**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Výrobní inženýrství**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Možnosti hodnocení creepových parametrů na DMA.**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte literární studii na dané téma
2. Volba materiálu a podmínek zkoušky
3. Proveďte navržená měření
4. Naměřená data statisticky zpracujte

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. **MACHEK, Václav. Kovové materiály 2: vlastnosti a zkoušení kovových materiálů. 1. vyd. V Praze: České vysoké učení technické, 2014, 139 s. ISBN 978-80-01-05527-4**
2. **HENDL, Jan. Přehled statistických metod: analýza a metaanalýza dat. 4., rozš. vyd. Praha: Portál, 2012, 734 s. ISBN 978-80-262-0200-4**
3. **Dále dle doporučení vedoucího diplomové práce.**

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Martin Řezníček, Ph.D.

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

8. ledna 2016

Termín odevzdání diplomové práce:

13. května 2016

Ve Zlíně dne 26. ledna 2016



doc. Ing. František Buňka, Ph.D.
děkan



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

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 15. 4. 2016

Lukášek

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

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

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

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

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

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

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

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlíáde k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato diplomová práce se zabývá možnostmi hodnocení kríповých parametrů na DMA. V první, teoretické části, je popsán význam a rozdělení polymerů, mechanické zkoušky na klasických i sofistikovaných zařízeních (DMA). Poslední kapitola v této části se zabývá statistikou, která je nezbytná pro následné vyhodnocení dat získané měřením.

V druhé, praktické části, je popsán metrologický postup měření na zařízení DMA (Mettler Toledo DMA 1), návrh vhodné měřicí metody a postup vyhodnocení dat. Na závěr je provedena regresní analýza, která nám umožňuje určitou predikci chování materiálu v předem definovaném čase.

Klíčová slova: polymer, kríp, dynamicko-mechanická analýza, regresní analýza

ABSTRACT

This thesis deals with the possibilities of the evaluation of the creep parameters on DMA. In the first, theoretical part, it describes the importance and division of polymers, mechanical testing on the classic and the sophisticated equipment (DMA). The last chapter in this part deals with the statistics, which is necessary for the following analysis of the data obtained by measuring.

In the second, practical part, it describes the metrological procedure of the measuring on the DMA device (Mettler Toledo DMA 1), proposal of the most appropriate measurement method and procedure for data evaluation. In conclusion there is a regression analysis that allows us to predict certain behavior of the material in a predetermined time.

Keywords: polymer, creep, dynamic mechanical analysis, regression analysis

Rád bych na tomto místě poděkoval vedoucímu mé diplomové práce panu Ing. Martinu Řezníčkovi, Ph.D. za odborné konzultace, věcné připomínky a příjemnou spolupráci při vypracování této diplomové práce. Velké poděkování patří i panu doc. Dr. Ing. Vladimíru Patovi za rady a pomoc při statickém zpracování. Na závěr bych chtěl poděkovat své rodině, která mi byla oporou po celou dobu mého studia.

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

OBSAH

ÚVOD	10
I TEORETICKÁ ČÁST	11
1 POLYMERY	12
1.1 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ	13
1.1.1 Dle původu	13
1.1.2 Dle molekulární struktury	13
1.1.3 Dle nadmolekulární struktury (morfologie)	14
1.1.4 Dle teplotního chování	15
1.1.5 Dle aplikace.....	16
1.2 MODIFIKACE POLYMERŮ	17
1.2.1 Fyzikální modifikace.....	17
1.2.2 Chemická.....	18
1.3 RADIAČNÍ SÍŤOVÁNÍ POLYMERŮ	18
2 MECHANICKÉ ZKOUŠKY	19
2.1 ZKUŠEBNÍ VZORKY	19
2.2 PODMÍNKY ZKOUŠEK.....	20
2.3 STATICKÉ ZKOUŠKY – KRÁTKODOBÉ.....	21
2.3.1 Tah.....	21
2.3.2 Tlak	23
2.3.3 Ohyb	25
2.3.4 Tvrdost	26
2.4 STATICKÉ ZKOUŠKY – DLOUHODOBÉ.....	29
2.4.1 Kríповá zkouška.....	30
2.4.2 Zkouška relaxace.....	32
2.5 DYNAMICKÉ ZKOUŠKY	32
2.5.1 Rázová a vrubová houževnatost Charpy	33
2.5.2 Metoda Izod	34
2.5.3 Zkouška rázem v tahu	34
2.5.4 Zkoušky padajícím závažím.....	35
2.5.5 Únavová zkouška	36
3 DMA TESTY	37
3.1 PRINCIP DMA	37
3.2 VISKOELASTICKÉ CHOVÁNÍ MATERIÁLU.....	39
3.3 APLIKACE VYUŽITÍ DMA	39
4 STATISTIKA	40
4.1 STATISTICKÝ SOUBOR	40
4.1.1 Základní soubor.....	41
4.1.2 Výběrový soubor	41
4.2 ZÁKLADNÍ STATISTICKÉ VLASTNOSTI.....	41
4.2.1 Aritmetický průměr	42
4.2.2 Medián.....	42
4.2.3 Variační rozpětí	43
4.2.4 Rozptyl a směrodatná odchylka	43

4.3	METODY ZOBRAZENÍ KVANTITATIVNÍCH DAT	43
4.3.1	Bodový graf.....	43
4.3.2	Histogram.....	44
4.3.3	Box plot.....	45
II	PRAKTICKÁ ČÁST	47
5	CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE	48
6	VÝROBA ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ	49
6.1	MATERIÁL ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ	49
6.2	VSTŘIKOVACÍ STROJ.....	51
6.3	RADIAČNÍ OZAŘOVÁNÍ ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ	52
7	MĚŘENÍ.....	53
7.1	ZKUŠEBNÍ ZAŘÍZENÍ	53
7.2	METROLOGICKÝ POSTUP MĚŘENÍ	54
7.2.1	Upnutí vzorku do čelistí	54
7.2.2	Nastavení metody měření v programu	57
8	POSTUP ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT	61
8.1	PŘÍPRAVA HODNOT KE ZPRACOVÁNÍ	61
8.2	VÝPOČET KRÍPOVÉHO MODULU V TAHU	63
9	VYHODNOCENÍ HODNOT	65
9.1	MATERIÁL HDPE.....	65
9.2	MATERIÁL LDPE	68
10	REGRESNÍ ANALÝZA	71
10.1	REGRESNÍ KŘIVKA HDPE	72
10.2	REGRESNÍ KŘIVKA LDPE	73
10.3	VLIV JEDNOTLIVÝCH PARAMETRŮ NA PRŮBĚH REGRESNÍ KŘIVKY.....	74
11	ZÁVĚR.....	75
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	77
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	79
	SEZNAM OBRÁZKŮ	81
	SEZNAM TABULEK.....	84
	SEZNAM PŘÍLOH.....	85

ÚVOD

Už v době kamenné se lidé naučili využívat přírodní materiál k výrobě nástrojů a zbraní, které ulehčovaly jejich život. Nástroje vznikaly většinou opracováním již existujících materiálů, např. kamene (pazourek, z něhož se vyrobil pěstní klín), parohy, kosti, atd.

V dalším historicky známém období, nazvaném doba bronzová, vzniká materiál zvaný bronz. Tento materiál už nenajdeme volně v přírodě, vznikne po roztavení slitiny mědi a cínu a jeho následném odlití do formy, kde zatuhne. Tento materiál se nepoužíval už jen na výrobu zbraní a nástrojů, ale dal základ k výrobě šperků a platidlům tehdejší doby.

Doba železná, jak už název vypovídá je dobou vzniku hojně využívaného materiálu i v dnešní době, nazvaného železa. Toto období je označováno za začátek vývoje lidstva. První železný materiál se získal roztavením železné rudy a dřevěného uhlí při dostatečně vysoké teplotě dosaženou rozdmýcháváním měchem.

Další doby už nejsou pojmenovány po běžně využívaných materiálech v současnosti, jako jsou sklo a papír, ale přesto historie těchto dvou materiálů sahá až do Starověku. Z časového hlediska historie, ještě do nedávna, byly tyto materiály hojně využívány jako obalový materiál (papírové sáčky na potraviny, skleněné láhve na nápoje).

Až začátkem 20. století vzniká materiál, jehož rozšíření nemá obdoby, nahrazuje papír, sklo, dřevo, kov, atd. V dnešní době zasahuje snad do každého odvětví. Plast, materiál, jenž má nesčetně výhod (nízká hmotnost, levná výroba, variabilita použití, atd.), materiál, bez kterého bychom si neuměli dnešní život představit. Rozmanitost použití plastů a jejich problematika recyklace dává možnost vzniku názvu nové doby – doby plastové!

I přes široké využití se tento materiál neustále rozvíjí. Snahou je dosáhnout u materiálu co nejlepší mechanickou, teplotní a chemickou odolnost za co nejnižší cenu. Tyto vlastnosti můžeme ovlivnit fyzikální či chemickou úpravou struktury složení. Nově modifikovaný materiál je potřeba neustále testovat, a to nejen pro krátkodobé použití, ale díky jeho rozvoji v dalších odvětvích jako je stavebnictví či dopravní průmysl, i na jeho dlouhodobé použití. K tomuto se používají DMA (Dynamicko – mechanická analýza) zkoušky. Měřicí zařízení, umožňující DMA zkoušky, dokáže testovat vzorky vystavené teplotnímu a mechanickému namáhání současně. Pomocí této zkoušky můžeme měřit a vyhodnocovat tyto údaje: skelný přechod, viskózní tok, viskoelastické chování, atd. A právě viskoelastické chování bude sloužit ke zjištění možností hodnocení krípkových parametrů na DMA.

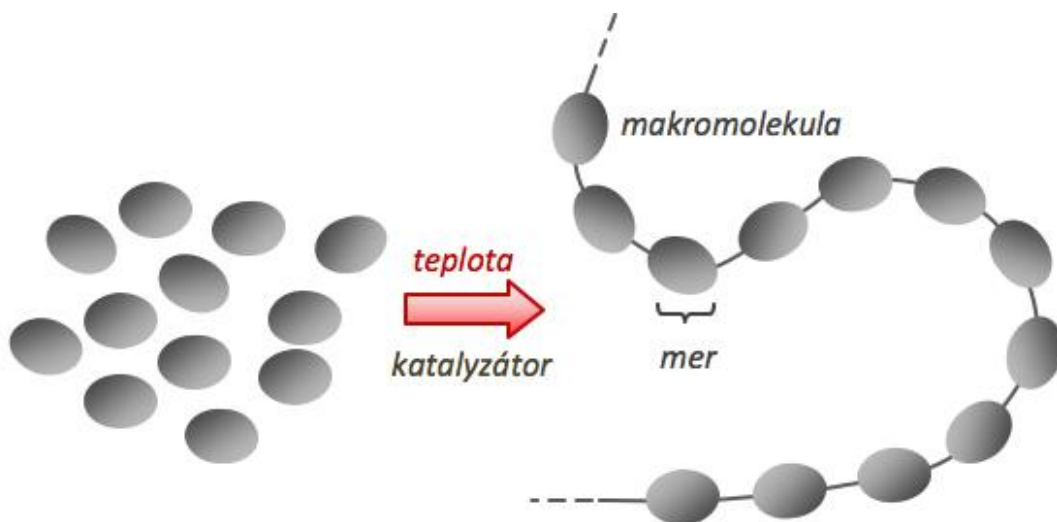
I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYMERY

Polymery jsou chemické látky složené většinou z atomů uhlíku, vodíku, kyslíku, dusíku, chloru a jiných prvků. Jsou to látky, které se zpracovávají v kapalném skupenství většinou za zvýšené teploty a tlaku. V tomto skupenství lze při výrobě prakticky udělit výrobku nejrůznější tvar. [3]

Polymery mohou být přírodního či syntetického původu, z chemického hlediska jsou to především organické látky složené z velkých makromolekul. Tyto makromolekuly jsou složeny z mnoha opakujících se článků v řetězci nazývajících se „mer“, což je základní monomerní jednotka, která má schopnost se za vhodných podmínek spojovat. Z přípony mer (mer = díl) a předpony poly (znamenající z řečtiny více) vzniklo slovo polymer. [1,3]

Délku makromolekul můžeme vyjádřit pomocí molární hmotnosti, resp. relativní molekulovou hmotností. Dle definice se označuje makromolekulární látkou sloučenina, jejíž molární hmotnost přesahuje 10^3 g/mol a označení polymer nese látka, jejíž molární hmotnost je vyšší než 10^4 g/mol. [1]



Obr. 1 Schéma makromolekuly [1]

Se skladbou polymerů je spjata i jejich výroba. V dnešní době jsou kladeny čím dál větší nároky na výsledný plastový produkt. Ten by měl mít co nejnižší hmotnost, odolnost proti vysokým teplotám, otěruvzdornost, mrazuvzdornost, měl by být pevný a zároveň houževnatý. Tyto požadavky tak dávají neustálý podnět ke vzniku nových typů polymerů, především high-tech polymerů, které už dnes mají využití např. v kosmickém či leteckém průmyslu.

1.1 Rozdělení polymerů

Polymery můžeme rozdělit podle různých hledisek. Mezi nejzákladnější patří rozdělení: dle původu, dle molekulární struktury, dle nadmolekulární struktury, dle teplotního chování a dle aplikace.

1.1.1 Dle původu

- **Přírodní** – makromolekulární látky vyskytující se v přírodě, např. celulóza, škrob, bílkoviny, jantar. [4]
- **Syntetické** – látka, nevyskytující se volně v přírodě, připravená chemickou cestou (syntézou – proto označení syntetické). [3]

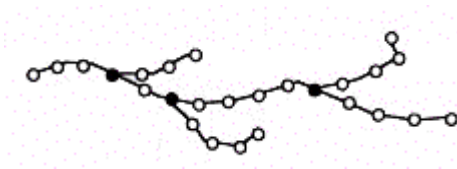
1.1.2 Dle molekulární struktury

- **Lineární** – jednotlivé monomerní molekuly se spojují v řadě za sebou, až vznikne řetězec. Takto vzniklé polymery mají vyšší hustotu (např. HDPE) díky prostorovému uspořádání, které dovolí molekulám se více přiblížit mezi sebou. [2]



Obr. 2 Lineární struktura [10]

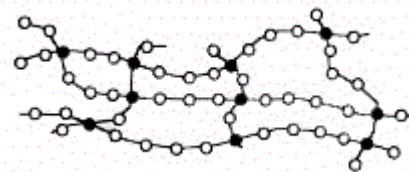
- **Rozvětvené** – nám vzniknou, pokud k základnímu řetězci přidáme postranní větve. Tyto rozvětvené makromolekuly se díky bočním větvím nemohou k sobě tak přibližovat, jako to bylo u lineárních a tak mají nižší hustotu (např. LDPE). Díky větvení je zhoršená pohyblivost makromolekul (roztavený polymer má nižší tekutost) a dochází také k poklesu mezimolekulárních sil (boční řetězce jsou dále od sebe), které vedou k horším mechanickým vlastnostem polymeru. [2]



Obr. 3 Rozvětvená struktura [10]

- **Sít'ované (blokové, roubované)** – vznikají spojováním přímých nebo rozvětvených řetězců pomocí příčných chemických vazeb. Takto zesít'ovaná makromolekula má

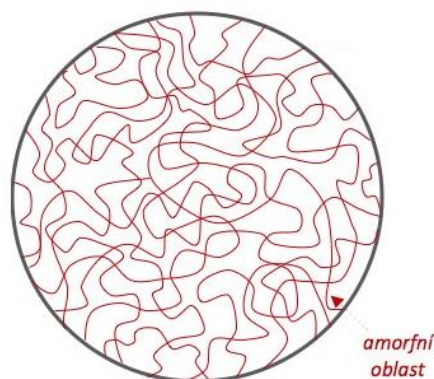
jako celek omezenou pohyblivost. Tato nově vytvořená síť má za následek změnu vlastností polymeru, zvýší se jeho tvrdost, tuhost, odolnost proti zvýšené teplotě, avšak odolnost proti rázovému namáhání se zesíťováním sníží. Výsledný polymer je již znova netavitelný a nerozpustný. Do této skupiny můžeme zařadit kaučuky a reaktoplasty, kdy jejich výsledné vlastnosti budou záviset na hustotě sítě. Kaučukovité polymery mají charakteristickou řídkou síť, reaktoplasty síť hustou. [1, 2]



Obr. 4 Zesíťovaná struktura [10]

1.1.3 Dle nadmolekulární struktury (morfologie)

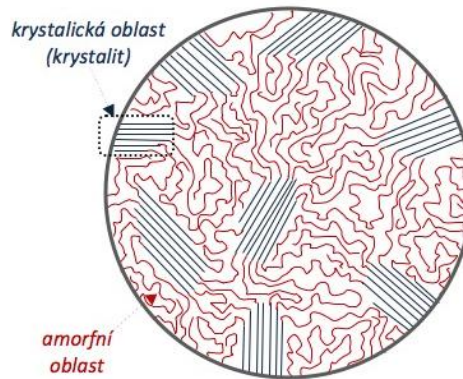
- **Amorfní** – makromolekuly mají náhodné, nepravidelné uspořádání tvořící klubka, která mohou být vzájemně propletena. Jejich charakteristické mechanické vlastnosti jsou tvrdost, vysoká pevnost, modul pružnosti a křehkost. Z hlediska optiky jsou průhledné (nízký index lomu). Součinitel teplotní roztažnosti je díky amorfní struktuře menší, než u semikrystalických polymerů a používají se do teploty zesíťování T_g . Patří sem např. PS, ABS, PMMA, PC. [1,2]



Obr. 5 Amorfní struktura [1]

- **Semikrystalické** - makromolekuly mají určitý stupeň uspořádanosti, ten je označován jako stupeň krystalinity (běžně od 40 do 90 %). Toto procentuální vyjádření charakterizuje, jak velká část krystalické oblasti se nachází mezi oblastmi amorfními v celém objemu polymeru.

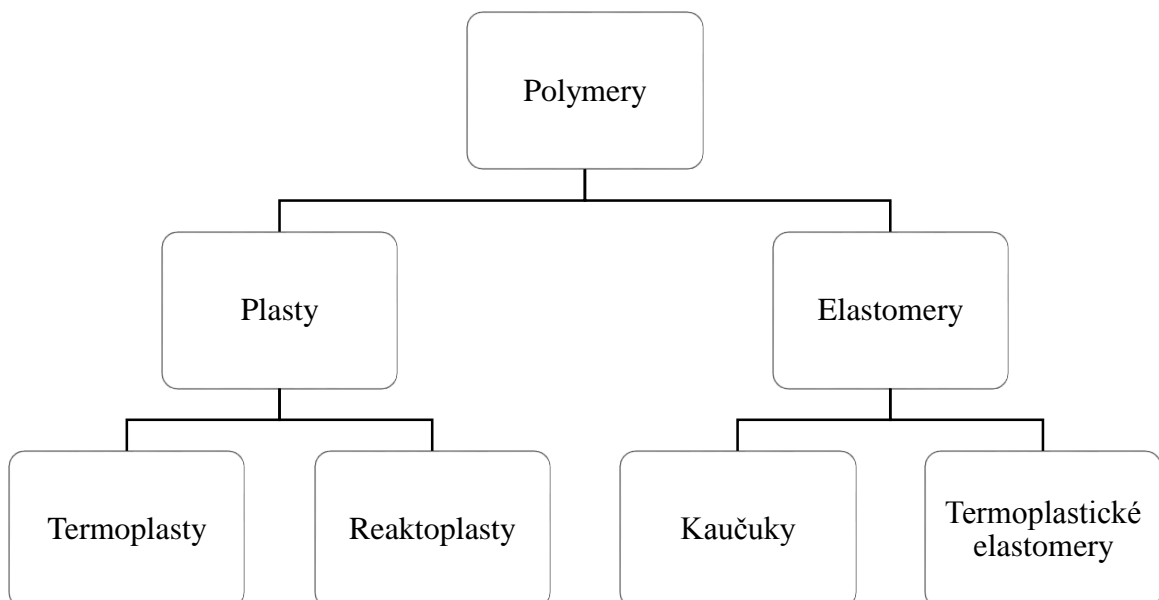
V reálných podmínkách nikdy nedosáhneme 100 % krystalizace, proto se naz. semikrystalické. Se stupněm krystalinity roste pevnost a modul pružnosti, jsou houževnaté a mléčně zakalené. Tyto polymery jsou použitelné do teploty tání T_m . Patří sem např. PE, PP, PA, POM. [1,2]



Obr. 6 Semikrystalická struktura [1]

1.1.4 Dle teplotního chování

Základní skupiny tvoří plasty a elastomery. U plastů deformace způsobí především trvalou (nevratnou) deformaci, zatímco u elastomerů, jak už je patrné z názvu jde o deformaci vratnou. [1]



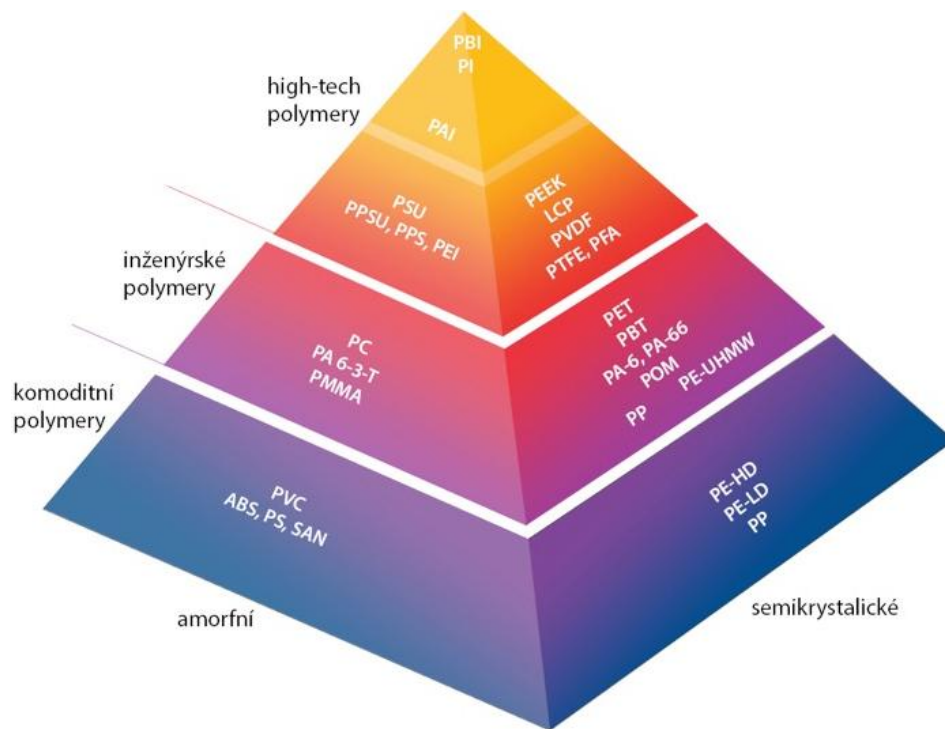
Obr. 7 Rozdělení polymerů dle teplotního chování

- **Termoplasty** – materiály, které po zahřátí měknou (taví se) přechází do tzv. plastického stavu, ve kterém se můžou zpracovávat různými technologiemi. Jelikož při procesu zahřívání a následném chladnutí nedochází k chemickým strukturálním změnám lze celý proces opakovat. Amorfní plasty přecházejí do tuhého stavu pod teplotou viskózního toku T_f a semikrystalické plasty pod teplotou tání T_m . Příkladem termoplastu může být polyethylen (PE), polyamid (PA), polyvinylchlorid (PVC), polystyren (PS), polypropylen (PP). [2]
- **Reaktoplasty** – jedná se o materiály, které po zahřátí v první fázi též měknou a taví se. Doba zpracovatelnosti je však omezená, kvůli chemické reakci, při níž během další fáze zahřívání dochází. Makromolekuly se začnou prostorově síťovat (vytvrzovat) a proces se stane nevratným. Pokud by byl materiál dále zahříván, začal by degradovat. Mezi reaktoplasty řadíme epoxidové pryskyřice, polyesterové hmoty, atd. [2]
- **Elastomery** – jsou vysoce elastické materiály, které jsou schopny se vrátit i přes velkou deformaci do původní podoby. Při zahřívání jej lze rovněž v první fázi tvářet, avšak po omezenou dobu. Proces vytvrzování se u elastomerních materiálů nazývá vulkanizace. Patří sem např. kaučuky, ze kterých se po ztvulkanizování vytvoří pryže s makromolekulami spojené příčnými vazbami. U termoplastických elastomerů nedochází k chemickým změnám struktury a jsou tedy opakovatelně tavitelné. [1,2]

1.1.5 Dle aplikace

- **Komoditní polymery** – nejlevnější polymery určené pro široké použití, v praxi představují největší objem výroby a spotřeby. Do této skupiny můžeme zařadit: polypropylen (PP), polystyren (PS), polyethyleny (PE) a polyvinylchlorid (PVC). [1]
- **Inženýrské polymery** – díky vyšší teplotní odolnosti a lepšími užitnými vlastnostmi jsou určeny pro konstrukční účely. Patří sem polykarbonát (PC), polymethylmethakrylát (PMMA), polyamid 6 (PA-6), polyamid 66 (PA-66), můžeme sem ale zařadit i polypropylen (PP) u kterého lze výborně modifikovat jeho vlastnosti. [1]

- **High-tech polymery** – jsou polymery pro speciální použití, jejich cena je mnohonásobně vyšší než u komoditních polymerů. Patří sem např. polyetheretherketon (PEEK), polysulfon (PSU), polytetrafluorethylen (PTFE), atd. [1]



Obr. 8 Rozdělení polymerů dle aplikace [1]

1.2 Modifikace polymerů

Modifikace polymerů je prováděna záměrně za dosažením lepších užitných vlastností. Vzhledem ke vzrůstajícím požadavkům na vlastnosti polymerů se význam modifikace neustále rozšiřuje. [3]

1.2.1 Fyzikální modifikace

Patří mezi nejjednodušší způsob modifikace. Vynikajících vlastností je dosaženo pouhým mechanickým smícháním dvou nebo více polymerů. [3]

1.2.2 Chemická

Polymer má záměrně změněnou chemickou strukturu působením účinných chemických látek. Pro tento zásah v chemické struktuře by měly být základní předpoklady:

- stabilní makromolekulární řetězce
- odolnost proti štěpení a rozkladu

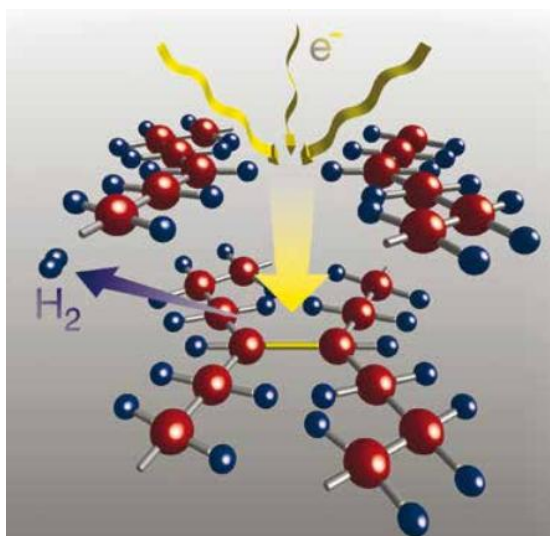
Nejvhodnějšími polymery pro tyto účely jsou polymery vinylové a akrylové s čistě uhlíkatými řetězci. [16]

1.3 Radiační síťování polymerů

Radiační síťování polymerů je technologie, která se neustále rozvíjí za dosažením lepších mechanických, chemických a teplotních vlastností plastů. Během síťování dochází za použití síťovacího činidla ke spojování polymerních řetězců v dlouhé makromolekuly (materiál se stává hůře rozpustitelným). [17]

U materiálu dochází ke zvýšení odolnosti vůči chemikáliím a vyšší tvarové stálosti za tepla, naopak klesá bobtnavost a navlhavost. Tato technologie umožňuje zlepšení výsledných vlastností, viz výše popsaných vlastností, i při použití levnějších (komoditních) nebo inženýrských plastů, které zesíťováním dosáhnou vlastností drahých inženýrských či dokonce speciálních (high-tech) polymerů. [17]

Radiační síťování se provádí pomocí beta nebo gama záření, kdy je proudem vysokoenergetických elektronů nebo paprsky gama dosaženo zesíťování materiálu. [17]



Obr. 9 Schéma radiálního síťování PE elektronovým zářením [18]

2 MECHANICKÉ ZKOUŠKY

Mechanické zkoušky se provádějí za účelem získání mechanických charakteristik, které poskytují důležité informace o chování daného materiálu. Tyto informace jsou uvedeny v materiálovém listě, který může být dodán spolu s materiálem nebo jej můžeme nalézt online, v mezinárodních dostupných databázích obsahující materiálové listy polymerů. [1]

Definice mechanických zkoušek:

„Zkoušky mechanických vlastností spočívají v měření odporu zkušebního tělesa proti vložené síle.“ [5]

2.1 Zkušební vzorky

Vzorky určené pro měření je důležité před provedením samotné zkoušky správně připravit.

Příprava se dle druhu zkoušek a dle druhu materiálu liší v nárocích na přípravu a kondicionování. Podrobné podmínky přípravy jsou definované v příslušné normě.

Příprava zkušebních vzorků může být:

- přímá (výroba vstřikováním, vytvrzováním)
- nepřímá (výroba z polotovarů či hotových výrobků obráběním, vysekáváním, řezáním)

Připravené vzorky použité pro zkoušky nesmí být vystaveny žádnému mechanickému, fyzikálně-chemickému či jinému tepelnému namáhání kvůli následně ovlivněným výsledkům.

Kondicionování je proces, kdy zkušební vzorek je ponechán v podmínkách, ve kterém budou následně provedeny zkoušky. Důležitými parametry je teplota a vlhkost, která se liší pro jednotlivé části světa. [6]

Tab. 1 Podle geografického rozdělení se používají tři zkušební klimata

Označení	Oblast	Teplota	Relativní vlhkost
A1	Evropa	20 ± 2 °C	65 ± 5 %
A2	Severní Amerika	23 ± 2 °C	50 ± 5 %
A3	tropy a subtropy	27 ± 2 °C	65 ± 5 %

Výsledek kondicionování se zapisuje ve tvaru 90/20/65 (doba kondicionování v hodinách / teplota okolí / relativní vlhkost okolí).

Kondicionovat můžeme za snížených (-75 °C) i zvýšených teplot (+250 °C) pomocí klimatizačních skříní, do kterého je vzorek vložen.

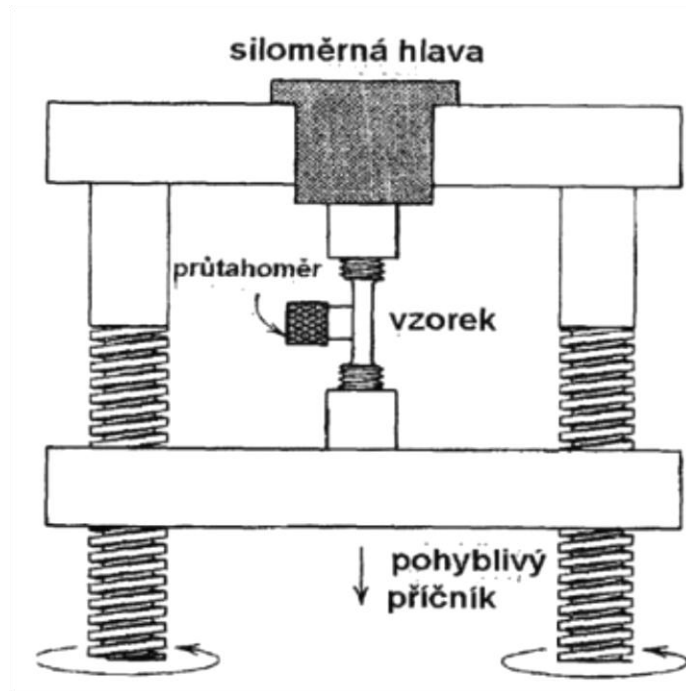
Kromě uvedených teplot a vlhkostí je důležitá také doba kondicionování, která se liší druhem materiálu. U plastů se pohybuje doba kondicionování v rozmezí 88 – 94 h, u kaučuků se má kondicionovat déle než 16 h. [6]

2.2 Podmínky zkoušek

Pro dodržení správnosti měření by se zkoušky měly provádět na normovaných zkušebních zařízeních, při dodržení daných postupů za daných podmínek okolního prostředí.

- **Okolní podmínky** – standartní podmínky pro testování: teplota 23°C a relativní vlhkost 50 %, pokud není v příslušné zkušební metodě uvedeno jinak. Tyto podmínky uvádí norma ČSN EN ISO 291 (64 0204).
- **Univerzální trhací stroj** – zařízení, na kterém lze provádět základní zkoušky jako je tah, tlak, ohyb a smyk. Konstrukce bývá složena ze dvou nosných sloupů, na kterých je pevný i pohyblivý příčník. Zařízení může být konstruováno jak vertikálně tak horizontálně, avšak většina zařízení je vertikálních. Rychlost příčníků udává motor umístěný na sloupech, pohyb je konstantní o rychlosti v rozmezí 0,025 mm/min – 50 mm/min.

Maximální síla stroje se pohybuje od jednotek kN u stolních typů až po 800 kN pro zkoušky vzorků z laminátů. U kovů bývá silový rozsah až do 4 000 kN, u většiny plastů vystačíme do 25 kN. [5]



Obr. 10 Schéma univerzálního zkušebního stroje [11]

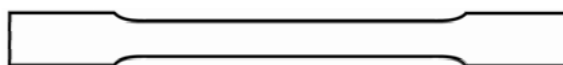
2.3 Statické zkoušky – krátkodobé

Z hlediska rychlosti můžeme zařadit mezi krátkodobé zkoušky ty, u kterých je na zkušební tělesa aplikována síla o rychlosti 5 mm/min – 50 mm/min. [5]

2.3.1 Tah

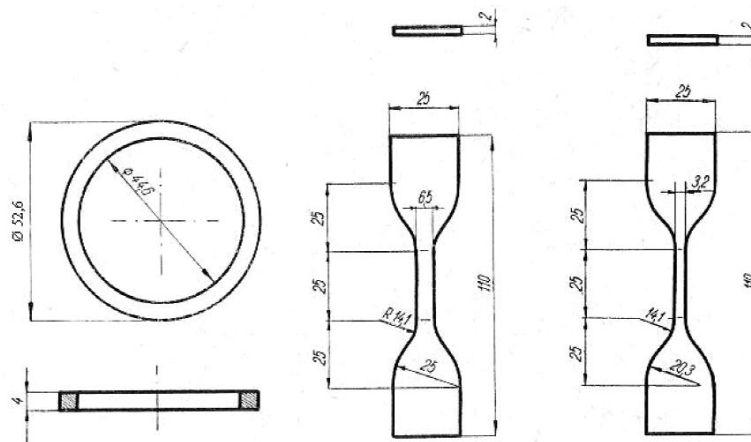
Tahová zkouška patří mezi nejzákladnější mechanické zkoušky k zjišťování tahových charakteristik. Těleso je při zkoušce upnuté v čelistech a je vystaveno jednoosému namáhání v tahu. Zkoušené tělesa se připravují ve tvaru lopatek, viz Obr. 11. Tento tvar je připraven záměrně, aby se předešlo předčasnému porušení v místě uchycení tělesa v čelistích. Tvar a rozměry zkušební tělesa uvádí norma ČSN EN ISO 20 753 (64 0226). [1,5]

Příprava zkušebních těles pro tahové zkoušky probíhá buď na vstřikovacím stroji, nebo frézováním z lisovaných desek. Zkušební tělesa by měli mít hladké plochy bez vrypů a trhlin a také pozvolný přechod z místa uchycení do části pracovní. Nedodržení těchto zásad by mohlo mít za následek předčasné porušení povrchu zkoušeného tělesa. [5]



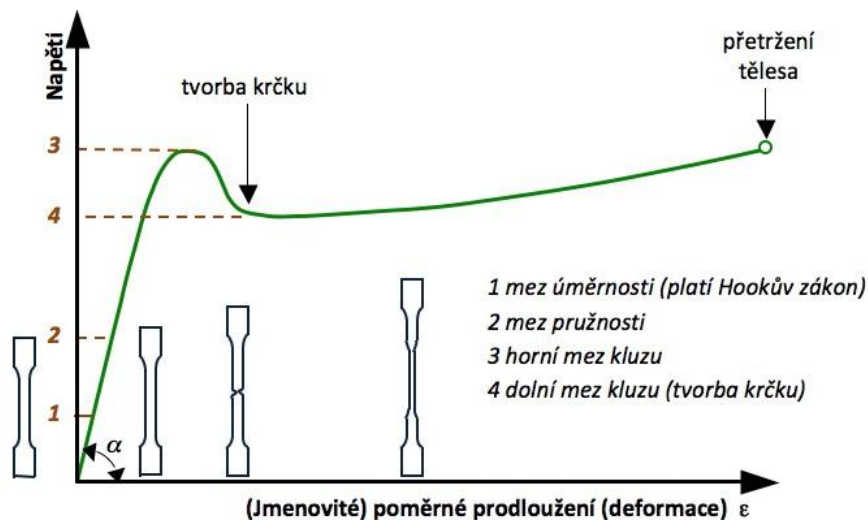
Obr. 11 Tvar zkušební tělesa pro materiál z termoplastu nebo reaktoplastu [5]

Pro tahové zkoušky pryže byl zaveden kruhový tvar zkušební tělesa. Je to z důvodu velké deformace pryže, která přenáší napětí i do rozšířené části tvaru a následné výsledky jsou při odčítání zkresleny. Tento kroužek proto není také upínán do běžných čelistí, ale je navlečen na kladky, které se během zkoušky od sebe oddalují a tím způsobují jednoosý tah ve zkušebním tělese. [8]



Obr. 12 Tvar zkušební tělesa z kaučuku [8]

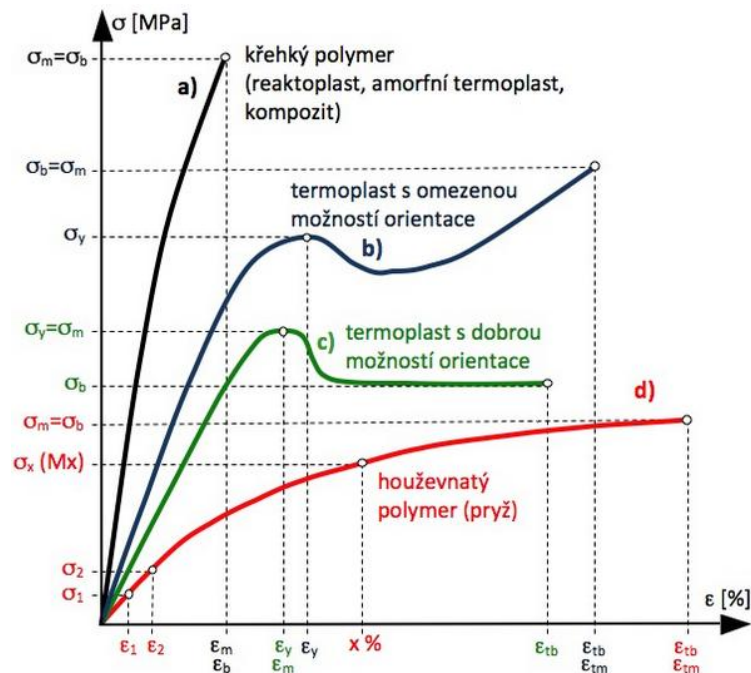
Měření, jak již bylo řečeno, probíhá na univerzálním trhačím stroji. Část měřená na lopatce tj. pracovní část se vlivem působení síly protáhne, dokud nedojde k lomu, tehdy celá zkouška končí. [5]



Obr. 13 Deformační křivka pro semikrystalické polymery [1]

Aktuální průběh deformace můžeme sledovat na deformační křivce. Tato křivka vyjadřuje závislost poměrného prodloužení na normálovém napětí. Poměrné prodloužení se značí řeckým písmenem ε a vyjadřuje se v procentech [%], normálové napětí se značí písmenem

σ a jednotky jsou v megapascálech [MPa]. Obr. 14 zobrazuje deformační křivky jednotlivých druhů polymerů. [1,5]

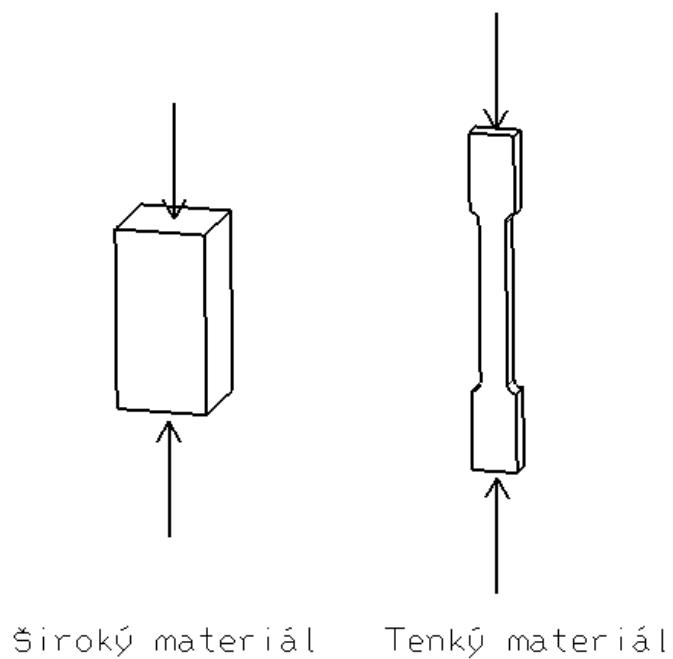


Obr. 14 Typické deformační křivky polymerů v tahu [1]

2.3.2 Tlak

Zkouška tlakem spočívá ve stlačování vzorku silou koncentrovanou na plochu zkušební tělesa. Podle tloušťky rozlišujeme zkoušený vzorek na široký a tenký materiál. Za široký je považován s tloušťkou nad 3,2 mm, jehož tvarem vzorku je pravoúhlý hranol. Pod 3,2 mm je považován za vzorek z tenkého materiálu a tvarem je lopatka. Tyto zkušební vzorky můžeme vidět na Obr. 15. [5]

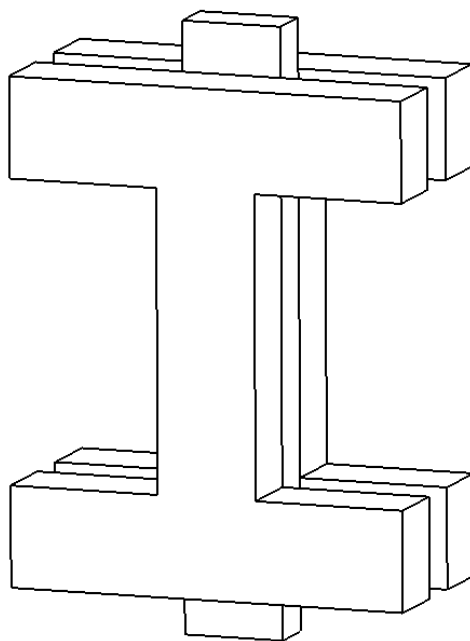
Během zkoušky dochází ke stlačení vzorku mezi dvěma tlačnými deskami, na grafickém záznamu se zaznamenává závislost napětí – poměrné stlačení. Konec zkoušky nastává po překročení meze pevnosti, kdy dochází k destrukci (rozdrcení) vzorku. Z naměřených dat se zjišťují mechanické charakteristiky v tlaku analogicky jako u zkoušky tahem. [1]



Obr. 15 Standardizované vzorky pro tlakovou zkoušku

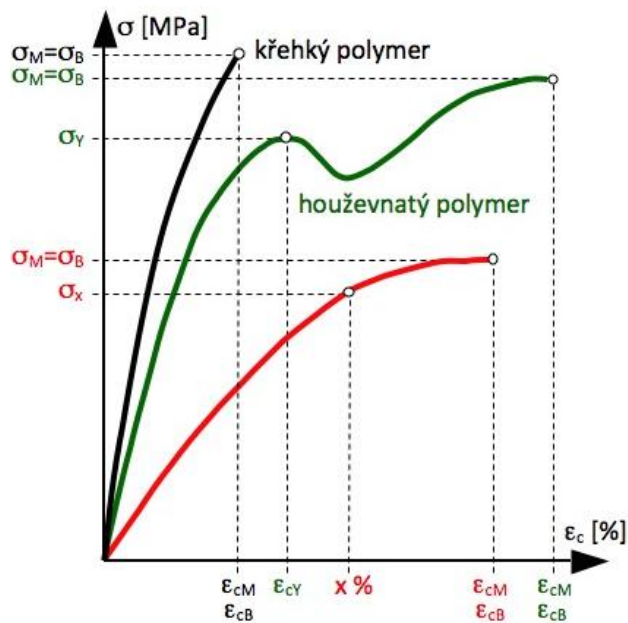
Kvůli ztrátě stability u tenkého vzorku je měřený vzorek upnut do přípravku, dle Obr. 16.

[5]



Obr. 16 Protivzpěrný upínací přípravek pro tenké vzorky pro tlakovou zkoušku

Výsledkem měření je závislost napětí na poměrném stlačení. Na Obr. 17 můžeme vidět chování jednotlivých polymerů v tlaku.

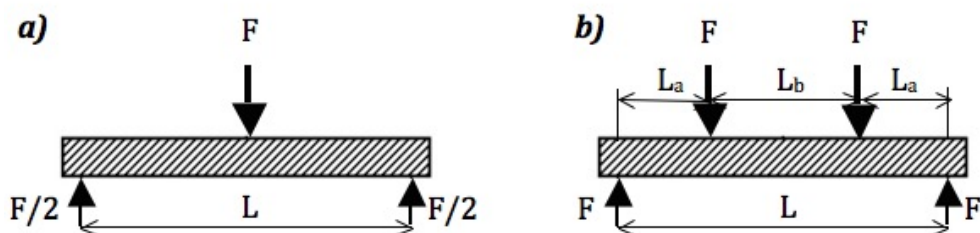


Obr. 17 Typické deformační křivky polymerů v tlaku [1]

2.3.3 Ohyb

Ohybové charakteristiky jsou důležité i u polymerních materiálů, jelikož se v dnešní době používají na výrobu různých nosníků, střešních konstrukcí či jako obkladové materiály. [1]

Zkouška v ohybu se v dnešní době provádí na dvou podpěrách ve tvaru válce, které jsou od sebe umístěny v předepsané vzdálenosti (L). Na tyto podpory je položeno zkušební těleso ve tvaru hranolu, na které působí, buď jedna síla uprostřed mezi podpěrami (jedná se o tříbodový ohyb) nebo síly dvě rozmístěné ve stejné vzdálenosti od podpěr (jedná se o čtyřbodový ohyb), viz Obr. 18. [1]



Obr. 18 a) tříbodový ohyb; b) čtyřbodový ohyb [1]

2.3.4 Tvrdost

Tvrdost polymerů stejně jako u kovů je důležitá mechanická vlastnost. Tvrdost je definována jako odpor povrchu materiálu vůči vnikání cizího (tvrdšího) tělesa.

Mezi nejtvrdší plasty se zařazují reaktoplasty, za nejméně tvrdé se pak označují kaučuky (tvrdost kaučuků však může být značně ovlivněna např. hustotou zesíťováním či přidáním přísad).

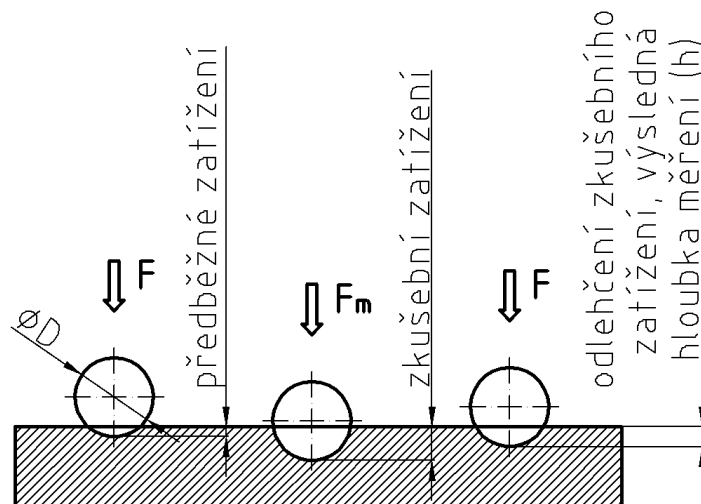
Hodnota tvrdosti při zkoušce plastů se odečítá ihned (při měření) nebo max. do několika sekund po odlehčení. Je to dáno tím, že u plastů dochází k elastickému zotavení, zejména u elastomerů se můžeme dostat zotavením skoro až na původní hodnoty (rozměry výrobku). Při zkoušce se měří hloubka vniknutí indentoru (tělíska) do polymeru při definované době a velikosti zatížení. Zatímco u kovů vzniká typická plastická deformace a měření se může provádět po odlehčení, u plastů se jedná o deformaci plasticko-elastickou a je tedy nutné si zvolit správnou zkušební metodu. [1]

Metody se od sebe liší tvarem a materiálem vnikajícího indentoru, velikostí, dobou zatížení či dobou odečtení hodnot (po odlehčení, při zatížení). Dle těchto kritérií jej můžeme rozdělit na:

- metoda vtlačování kuličky
- metoda Rockwell
- metoda Rockwell α
- metoda Shore
- metoda IRHD

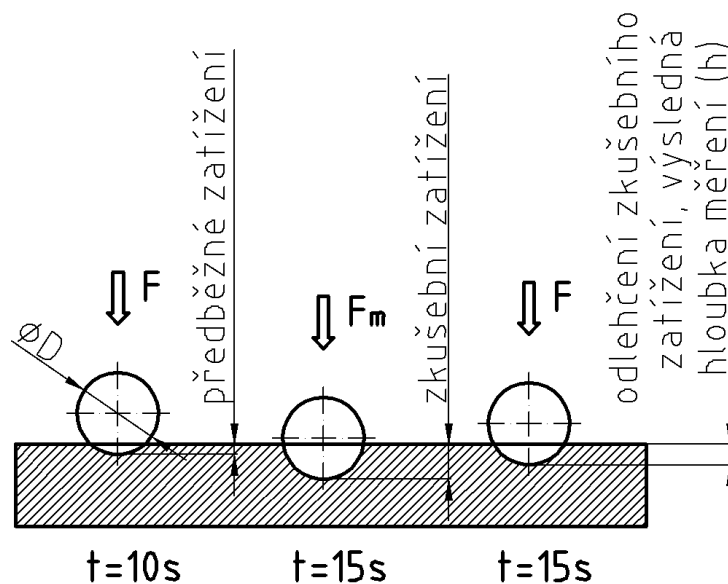
[1]

- **Metoda vtlačování kuličky** - princip této metody spočívá ve vtlačování kuličky do zkušebního materiálu. Kulička je vyrobena z kalené oceli o průměru 5 mm. Zkouška začíná počátečním zatížením (9,8 N), následně se zatíží přídatným zatížením (F_m). Odečtení hodnot hloubky vtlačení (h) se stanoví po 30 s aplikace přídatného zatížení. Tvrdost vtlačení kuličky se označuje H. [1]



Obr. 19 Metoda vtláčování kuličky

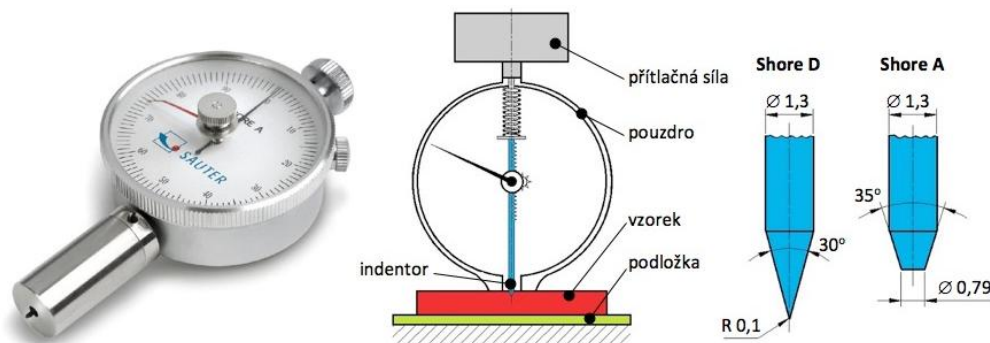
- **Metoda Rockwell** - princip této metody spočívá ve vtláčování kuliček o různých poloměrech do zkušebního tělesa. Průměry kuliček jsou 3,175 mm (označení E), 6,35 mm (označení L a M); 12,7 mm (označení R). Po dobu 10 s začíná zkouška počátečním zatížením (98N), toto předzatížení je lepší kvůli kontaktu mezi vzorkem a kuličkou. Následné přídavné zatížení (F_m) je aplikováno po dobu 15 s.



Obr. 20 Metoda Rockwell

Odečtení hodnoty hloubky vtisku probíhá po 15 s elastického zotavení. Označení výsledné tvrdosti je HR. [1]

- **Metoda Rockwell α** - při této metodě je do materiálu vlačována kulička o průměru 12,7 mm. Rozdíl oproti metodě Rockwell spočívá ve stanovení hodnoty hloubky vlačení ihned při měření, jedná se tedy o celkové zatížení. Označení výsledné tvrdosti je HR. [1]
- **Metoda Shore** - princip metody Shore spočívá ve vlačování kuželu do materiálu po dobu 1 s nebo 15 s. Tato metoda patří mezi nejrozšířenější metody měření tvrdosti u polymerních materiálů. Podle míry tvrdosti se metoda dělí na:
 - Metodu Shore D, kdy se vlačuje kužel s kulatým vrchlíkem. Používá se pro tvrdší materiály, kdy je hodnota na stupnici tvrdoměru vyšší než 90.
 - Metodu Shore A, kdy se vlačuje komolý kužel. Používá se pro materiály měkké, kdy hodnota na stupnici tvrdoměru je nižší než 20.



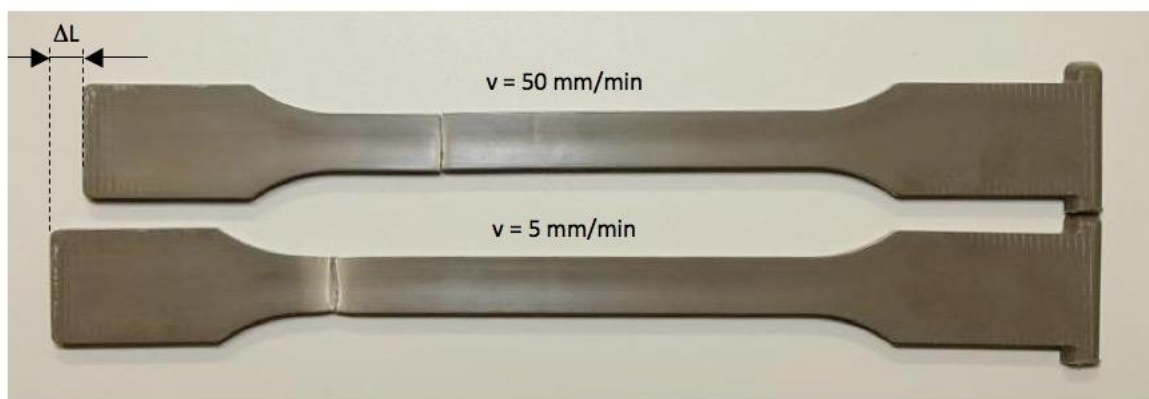
Obr. 21 Tvrdoměr Shore [1]

- **Metoda IRHD** - metoda založená na stejném principu jako metoda Shore. Ocelová kulička je vlačována do měkčeného termoplastu nebo elastomeru. Rozsah tvrdosti je 10 IRHD až 100 IRHD a dle tvrdosti je rozdělujeme do čtyř skupin:
 - metoda N – tvrdost 35 IRHD až 85 IRHD
 - metoda H – tvrdost 85 IRHD až 100 IRHD
 - metoda L – tvrdost 10 IRHD až 35 IRHD
 - metoda M – tvrdost 35 IRHD až 85 IRHD; zkouška mikrotvrdosti (menší přídavné zatížení)

2.4 Statické zkoušky – dlouhodobé

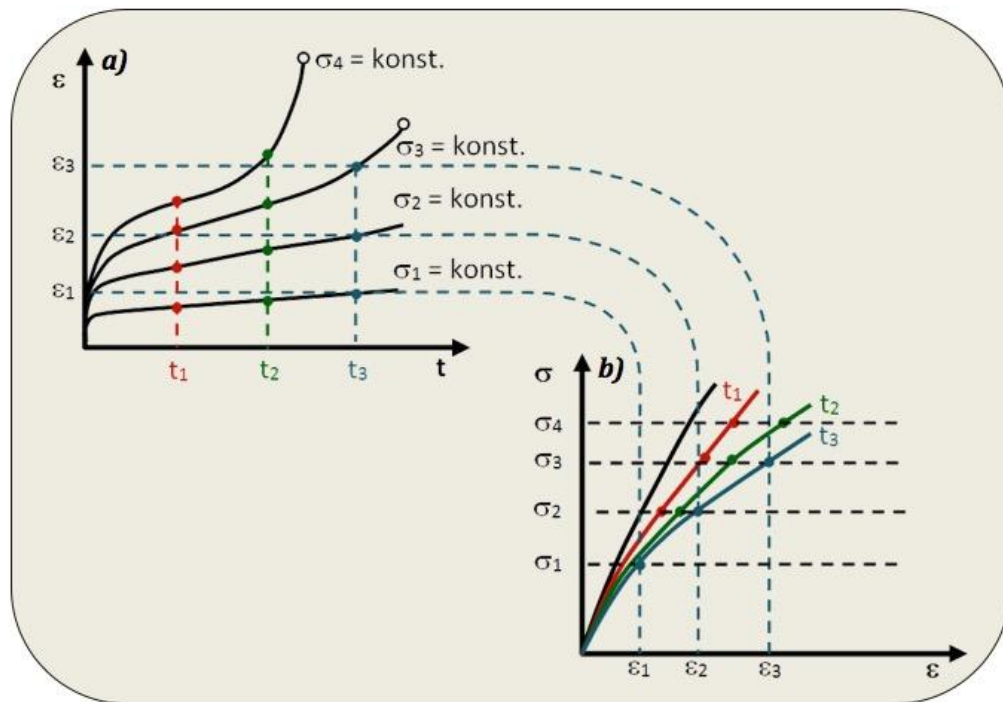
Mezi dlouhodobé statické mechanické zkoušky řadíme zkoušky tečení (kríp) a zkoušky relaxace. Tyto zkoušky jsou důležité z hlediska navrhování a dimenzování výrobků pro použití v delším časovém období (v řádu několika roků).

Jednou z vlastností polymerů je odlišné reagování materiálu na zkoušku krátkodobou a na zkoušku dlouhodobou. Dle výsledků zkoušek provedených u polypropylenu (PP) se ukázalo, že zkoušený vzorek namáhaný dlouhodobě má vyšší tažnost, menší pevnost a modul pružnosti než u vzorku, který byl namáhán krátkodobě, viz Obr. 22. Proto je důležité vycházet, jak už bylo řečeno, z charakteristik dlouhodobých mechanických zkoušek. [1]



Obr. 22 Prodloužení zkušebního tělesa v závislosti na rychlosti zatěžování [1]

K popisu chování mechanických vlastností u dlouhodobých zkoušek nám slouží kríповá a isochronní křivka. Kríповá křivka nám vyjadřuje závislost deformace (ϵ) na čase (t). Isochronní křivky můžeme sestavit, pokud máme k dispozici více kríповých křivek a to tak, že odečteme deformaci v daném čase pro různé hodnoty napětí, viz Obr. 23. [1]



Obr. 23 Schéma sestavení isochronních křivek (b) z křivek křipových (a) [1]

2.4.1 Křipová zkouška

Křipová zkouška neboli zkouška tečení je zkouška, u které dochází k nevratné změně tvaru vlivem působení dlouhodobého konstantního zatížení. Změna tvaru je způsobená viskózním chováním materiálu. [5]

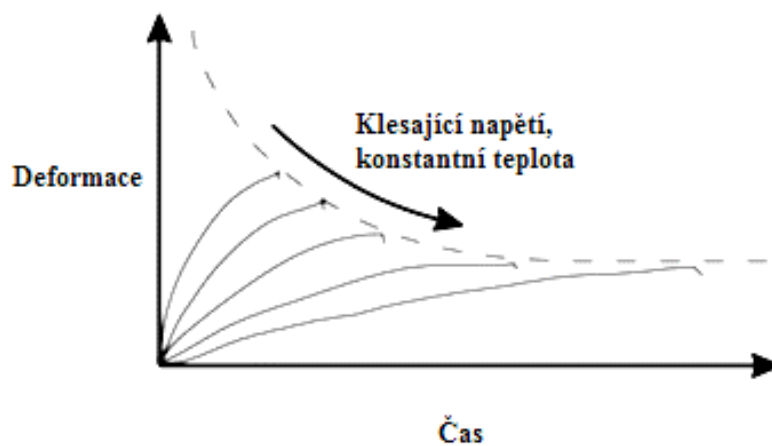
Dle provedení zkoušky je můžeme rozdělit na zkoušky tečení:

- v tahu
- v tlaku
- v ohybu

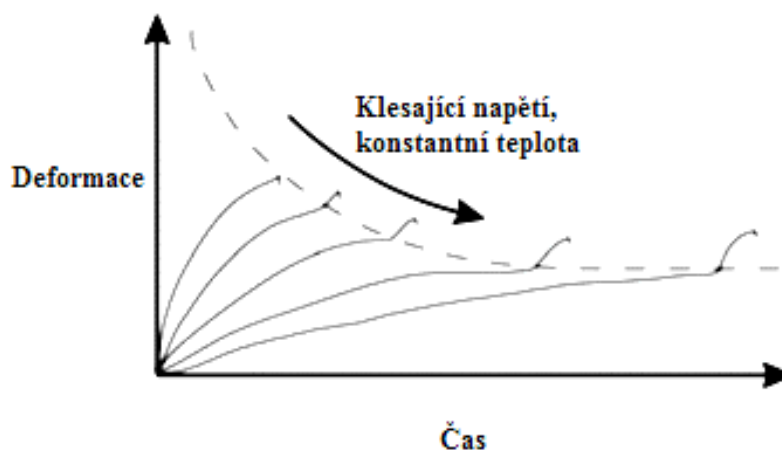
Pochopení křipového chování má v praxi velmi důležitý význam, proto se provádí křipové zkoušky za specifikovaných podmínek. Neboť křipové chování může vést k pozdější rozměrové nestabilitě na konečném výrobku nebo dokonce k selhání (lomu) výrobku. Na výrobek se sice aplikuje napětí výrazně nižší, než je mez pevnosti v tahu, avšak vlivem křípu i přesto může nastat lom. Tečení materiálu tedy omezuje použití materiálu v praxi a to zejména v prostředí s vyššími teplotami, kde má tendenci rychleji téci. [24]

Zkouška tečení v tahu

Princip provedení zkoušky spočívá v pevném uchycení vzorku do čelistí na jedné straně a na straně druhé je vzorek napínán konstantní silou, která způsobuje deformaci vzorku. Tuto zkoušku je důležité si pečlivě naplánovat, jelikož se jedná o zkoušku dlouhodobou v řádu až tisíců hodin. Je třeba si uvědomit hodnotu zatížení, kterou bude daný vzorek po definovaný čas namáhán, aby nedošlo po několika týdnech k neplánovanému porušení. Často se tedy provádí zkouška krátkodobá, kde se stanoví mez pevnosti a až následně se provede dlouhodobá zkouška se zatížením, které je o něco nižší než minimální hodnota pevnosti při krátkodobé zkoušce. [5]



Obr. 24 Křivka porušení materiálu tečením pro tuhé plasty [5]



Obr. 25 Křivka porušení materiálu tečením pro měkké plasty [5]

Metoda zkoušky: Kríp v tahu je popsán v normě ČSN EN ISO 899-1 (64 0621).

Zkouška tečení v tlaku

Tato zkouška má určitá pravidla, která jsou stejná jak u statické zkoušky v tlaku. Ve srovnání se zkouškou v ohybu je tento test na provedení jednodušší. [5]

Zkouška tečení v ohybu

Zkušební těleso je položeno stejně jako u statické ohybové zkoušky na dvou podporách. Uprostřed mezi podporami je aplikováno na těleso konstantní zatížení po definovaný interval odpovídající logaritmické stupnici (1, 6, 12, 30, 60, 120, 300 min, ...). [5]

Metoda zkoušky: Kríp v ohybu při třibodovém zatížení je popsán v normě ČSN EN ISO 899-2 (64 0621).

2.4.2 Zkouška relaxace

Relaxační zkouška je založena na opačném principu jako zkouška kríповá. Materiál je nejprve vlivem napětí vystaven elastické a plastické deformaci, přičemž během zkoušky dochází k relaxaci materiálu (uvolňování elastické deformace - materiál se vrací zpět do původního tvaru). [5]

2.5 Dynamické zkoušky

Dynamické zkoušky můžeme rozdělit stejně jako statické na krátkodobé a dlouhodobé. Mezi krátkodobé lze zařadit zkoušky: Rázová a vrubová houževnatost Charpy, Metoda Izod, Zkouška rázem v tahu, Zkouška padajícího závaží. Mezi dlouhodobé zkoušky můžeme zařadit zkoušky únavové a zkoušky DMA. Zkouška DMA je popsána v kapitole 3.

- **Zkoušky krátkodobé**

Jelikož přeražení zkušební tělesa závisí na rychlosti zatěžování, vznikla řada zkušebních metod a zařízení s příslušným softwarem pro provedení těchto zkoušek. U těchto metod dochází k namáhání zkušební tělesa rázem, za nějž považujeme namáhání o rychlosti 1 až 10 m/s. [1, 5]

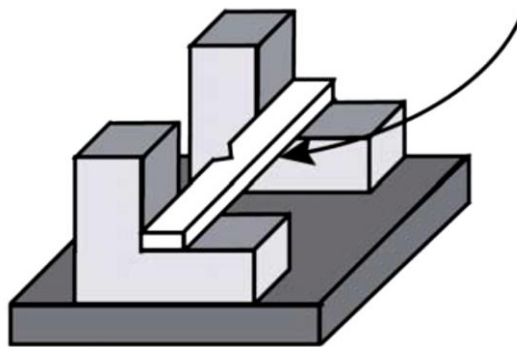
U rázových zkoušek se měří energie potřebná k přeražení zkušební tělesa. Výsledkem zkoušky je hodnota houževnatosti. Nejvyšší houževnatost mají elastomerní materiály (dobré útlumové vlastnosti) a nejnižší materiály z termoplastu nebo reaktoplastu, u kterých může dojít ke křehkému nebo houževnatému lomu. [1, 5]

Proces porušení zkušební tělesa probíhá ve dvou krocích:

- 1) iniciace trhliny ve zkoušeném materiálu
- 2) šíření trhliny až do úplného lomu [5]

2.5.1 Rázová a vrubová houževnatost Charpy

Postup provedení zkoušky spočívá v upnutí zkušební tělesa v upínacím přípravku a následném přeražení zkušební tělesa úderem tzv. Charpyho kladiva. Vzorek bývá ve tvaru hranolu opatřený jedním nebo dvojitým vrubem (zkoumání vlivu povrchových defektů). Během zkoušky se měří kinetická energie spotřebovaná k přeražení zkušební tělesa vztážená na jeho průřez. [1, 5]



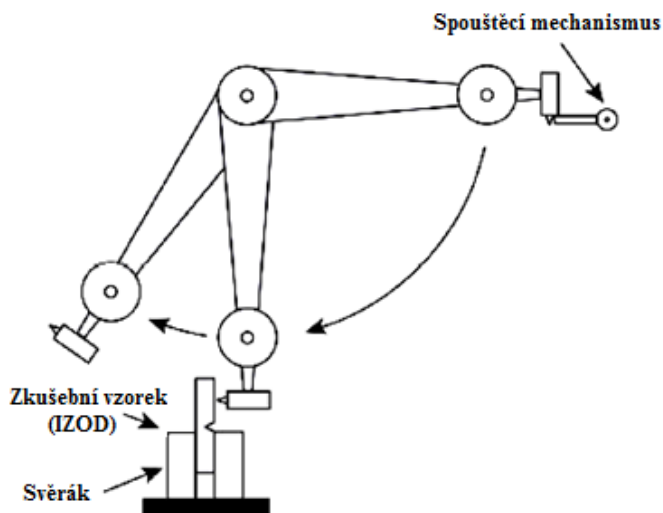
Obr. 26 Uchycení vzorku při metodě Charpy [5]

Charpyho kladivo můžeme přizpůsobit pro měření od křehkých až po velmi tvrdé materiály a to dvěma způsoby:

- změnou závaží
 - změnou zařízení (zařízení je určeno pro použití určitého rozsahu rázové energie)
- [5]

2.5.2 Metoda Izod

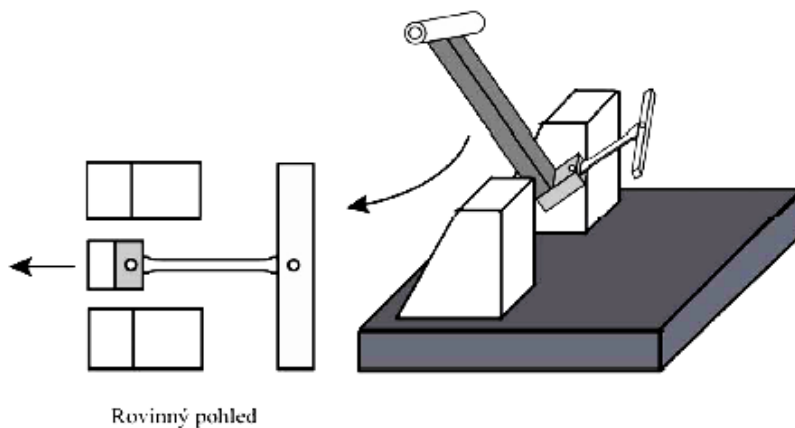
Metoda Izod je obdobná zkoušce rázové houževnatosti, liší se ve způsobu upnutí zkušebního tělesa (vzorek je uchycen jednostranně) a typem použitého kladiva (tlouku). Schéma zařízení lze vidět na Obr. 27. [5]



Obr. 27 Metoda Izod [5]

2.5.3 Zkouška rázem v tahu

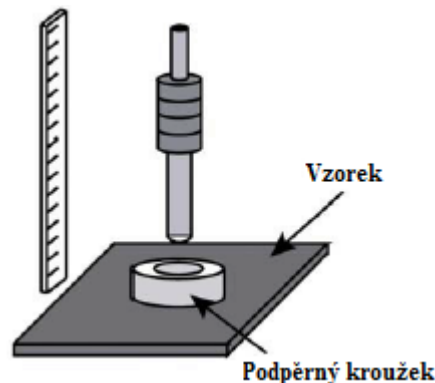
Zkušební těleso je při vysoké rychlosti zatěžováno čistým tahem, viz Obr. 28. Tento typ metody je vhodný pro vzorky, které jsou příliš ohebné nebo tenké a nelze je pomocí výše uvedených metod testovat. Nevýhodou je její časová náročnost z důvodu složitějšího upnutí a následném uvolnění vzorku. [5]



Obr. 28 Zařízení pro zkoušku rázem v tahu [5]

2.5.4 Zkoušky padajícím závažím

Princip zkoušky spočívá ve volném pádu kulového trnu do středu zkušebního tělesa, které může nebo nemusí být uchyceno po obvodě. Zkušební těleso může být čtvercového nebo kruhového tvaru o rozměrech od 60 do 100 mm. Schéma zkoušky je uvedeno na Obr. 29. [5]



Obr. 29 Zkouška padajícího závaží [5]

Na rozdíl od jiných metod se u této metody měří energie před vniknutím do zkušebního tělesa. U houževnatých materiálů je definován začátek jako porušení povrchu zkušebního tělesa v okamžiku vzniku vrypu nebo jeho rozšířením na určitý průměr. U materiálů křehkých se prostředek roztříští a vznikne díra. [5]

- **Zkoušky dlouhodobé**

Tyto zkoušky z hlediska dlouhodobého zatěžování patří také mezi velmi důležité, jelikož v praxi je celá řada polymerů namáhána opakovanými deformacemi. Tento způsob namáhání může a často bývá časově proměnný. Během namáhání se může objevit trhlinka, která se postupně rozšiřuje a vede až k únavovému lomu, ten je důsledkem únavy materiálu dynamického zatěžování. [1]

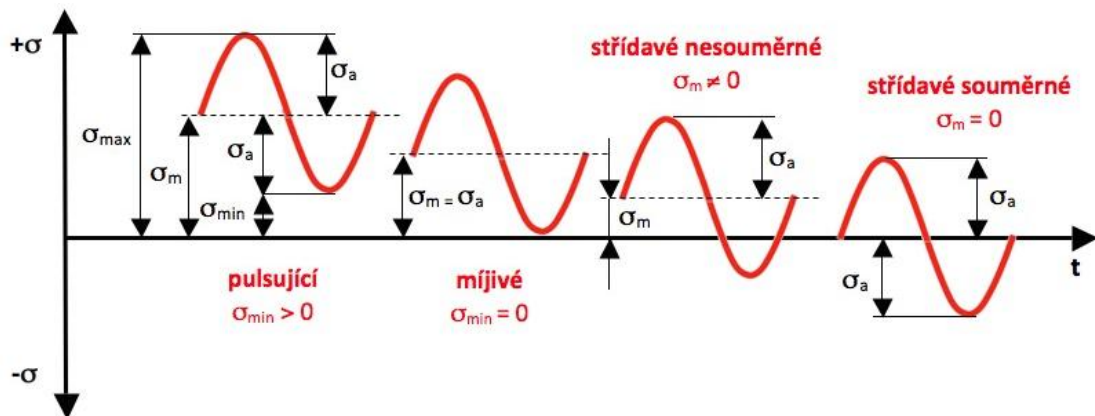
Životnost polymerů při dynamickém namáhání ovlivňuje mnoho faktorů, mezi něž patří:

- doba zatěžování
- způsob namáhání
- typ polymeru
- geometrie součásti
- stárnutí polymerů
- teplota a vlhkost prostředí
- velikost amplitudy napětí / deformace [1]

2.5.5 Únavová zkouška

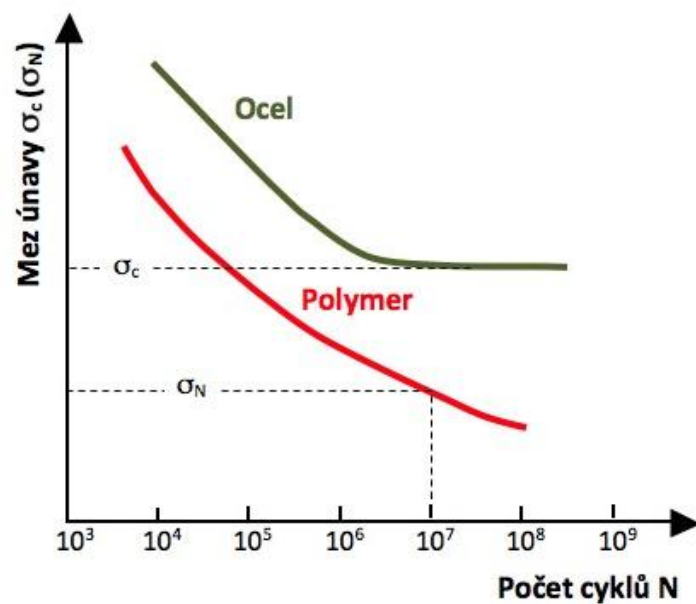
Princip zkoušky spočívá v pravidelném (cyklickém) nebo nepravidelném (acyklickém) zatěžování. U polymerního materiálu se jedná většinou o cyklické namáhání v tahu, tlaku, ohybu nebo v krutu. [1]

Charakter namáhání může být střídavý, pulsující nebo mívivý. Z hlediska časového průběhu se jedná většinou o sinusový charakter. [1]



Obr. 30 Schéma časové závislosti cyklického namáhání [1]

Výsledkem měření je časová závislost meze únavy (σ_c) na počtu zatěžujících cyklů (N). Křivka vzniklá z hodnot této závislosti se nazývá Wöhlerova křivka, viz Obr. 31. [1]



Obr. 31 Obecná Wöhlerova křivka pro ocel a polymer [1]

3 DMA TESTY

V praxi je materiál vystaven různorodým provozním podmínkám a to především mechanickému a tepelnému namáhání. Tyto faktory působící na materiál mohou mít rozhodující vliv na jeho vlastnosti. Za nejpřesnější analýzu, vyhodnocující různorodé děje vzniklé během mechanického zatížení ve vnitřní struktuře materiálu, je považována dynamicko-mechanická analýza (DMA). Zařízení měřící DMA sleduje viskoelastické chování materiálu během oscilujícího zatížení. [12]

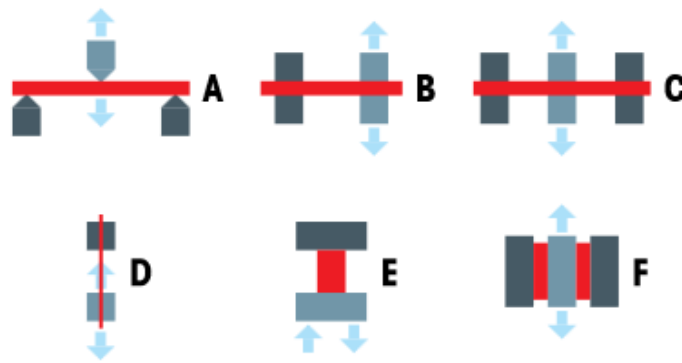


Obr. 32 TA Instruments RSA-G2 s geometrií pro tři bodový ohyb [9]

3.1 Princip DMA

Vzorek je nejprve pevně uchycen do čelistí, následně na něj působí mechanické zatížení o určité frekvenci při dané teplotě (v rozmezí od -190 [°C] do $+600$ [°C]), které vytváří v materiálu proměnné napětí. [12]

Na Obr. 33 můžeme vidět upnutí vzorku v zařízení Mettler – Toledo DMA 1, které nabízí výběr ze šesti různých typů zkoušek.

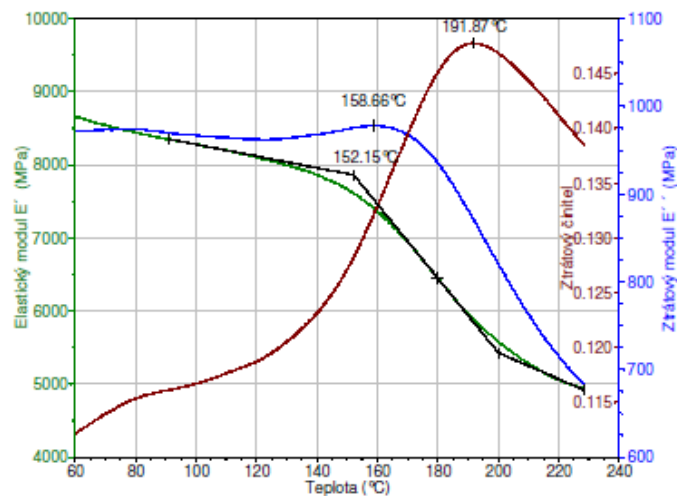


Obr. 33 Deformační módy [15]

Popis jednotlivých typů zkoušek dle Obr. 33:

- Zkouška A – tří bodový ohyb (použití pro velmi tuhé vzorky)
- Zkouška B – jednostranný konzolový ohyb (použití pro velmi tuhé vzorky)
- Zkouška C – dvojstranný konzolový ohyb (použití pro měkkí materiály)
- Zkouška D – tah (použití pro vlákna)
- Zkouška E – tlak (použití pro měření pěn, gelů a potravin)
- Zkouška F – zkouška smykem (použití pro měkké vzorky – elastomery, lepidla, ...)

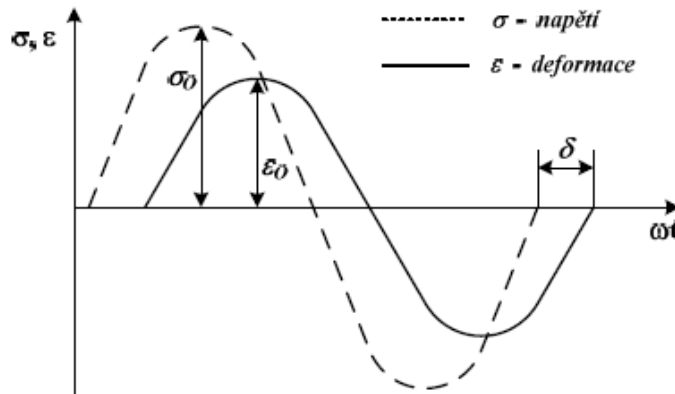
Výhodou DMA je možnost oddělení elastického modulu na reálnou a imaginární část. Do reálné části patří modul elasticity ozn. E' [MPa], schopnost materiálu akumulovat energii. Do imaginární části patří tzv. „ztrátový modul“ ozn. E'' [MPa], schopnost materiálu energii rozptýlit – ztratit. [12]



Obr. 34 DMA tříslóžkového kompozitního izolačního materiálu [12]

3.2 Viskoelastické chování materiálu

Viskoelastický materiál, zatížený mechanickým namáháním, můžeme popsat svým chováním současně jako pružnou hookovskou látku a viskózní newtonskou kapalinu. Typickým znakem tohoto chování je opožděná reakce materiálu na mechanickém namáhání, viz Obr. 35. Časový posun je dán uspořádáním a stavbou řetězců v polymerním systému. [14]



Obr. 35 Obecný průběh napětí σ a deformace ϵ pro viskoelastický materiál [12]

3.3 Aplikace využití DMA

Využití DMA je široké i díky početné paletě analyzovaných druhů materiálů, mezi něž patří např. termoplasty, reaktoplasty, elastomery, kompozitní materiály, kovy, ale i třeba potraviny nebo farmaceutické výrobky. Stav materiálu může být jak pevný, tak i vysoce viskózní. [15]

Pomocí různých, výše popsaných, nástavců (čelistí) lze vzorek uchytit do přístroje a měřit následující vlastnosti:

- viskoelastické chování
- krystalizaci a tavení
- relaxační chování
- skelný přechod
- fázové přechody
- mechanické moduly
- složení směsí
- tlumící vlastnosti
- měknutí
- viskózní tok

Na základě takto získaných výsledků můžeme řešit problematiku jako je stabilita, výrobní proces, rozsah praktického použití či poruchy a defekty materiálu [15].

4 STATISTIKA

V dnešní době je mnoho dat zpracováváno statistickým způsobem a výsledky jsou prezentovány v přehledných grafech, které jsou lépe a snadněji pochopitelné i pro širokou veřejnost.

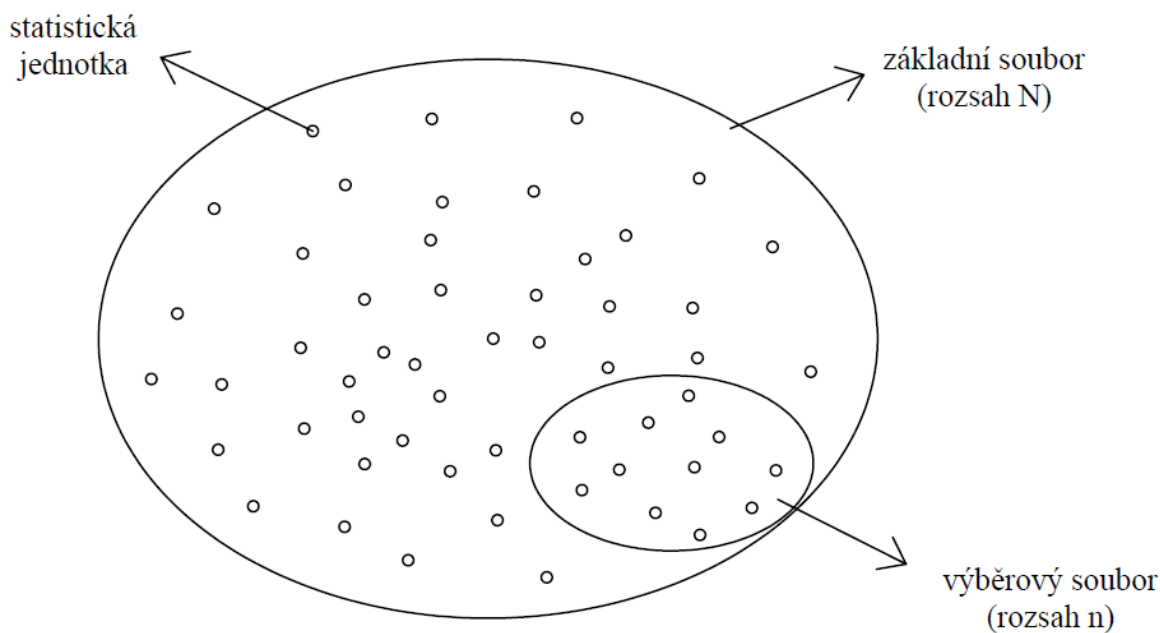
„Statistika je naukou, jak získat informace z numerických dat.“ [13]

Vyhodnocení statických dat, můžeme rozdělit do tří částí:

- 1) Získávání dat – zahrnuje metody sběru dat
- 2) Analýza dat – zpracování dat do přehledných grafů a numerických souhrnů do tabulek
- 3) Statistické usuzování – zhodnocení statistických výsledků, vytváření spolehlivých závěrů za pomoci pravděpodobnostních pojmů [13]

4.1 Statistický soubor

O statistickém souboru mluvíme tehdy, pokud jsou přesně definovány identické vlastnosti prvků určité množiny. Statickým souborem může být množina lidí, zvířat, věcí, událostí, atd. Sledovaným prvkem (znakem) určité množiny může být výška jedince, hmotnost jedince, věk, atd. Schéma na Obr. 36 zobrazuje základní statistické soubory. [19]



Obr. 36 Základní a statistický soubor

4.1.1 Základní soubor

Základní soubor neboli populace je soubor všech možných objektů (jedinců), u nichž se může vyskytovat sledovaný znak. Počet prvků v základním souboru označujeme N . Tento soubor, může být z časového hlediska konečný i nekonečný. [13, 19]

- **konečný** - oblast zkoumání je přesně definována (např. počet absolventů na UTB v roce 2015)
- **nekonečný** - oblast zkoumání není přesně definována (např. počet absolventů na UTB)

Jelikož populace je velmi rozsáhlá a není možné jak z časového, tak finančního či etického důvodu zkoumat u všech jedinců požadované znaky, zavádíme soubor výběrový. [19]

4.1.2 Výběrový soubor

Výběrový soubor je soubor, ve kterém je výběr určitého počtu objektů (jedinců) ze základního souboru. Počet prvků ve výběrovém souboru označujeme n a tento výběr nazýváme rozsah výběru.

Na základě výsledků z výběrového souboru se často dělají závěry o celé populaci, tento proces získávání závěrů pomocí výběru se ve statistice nazývá statistické usuzování. Pro dostatečnou důvěryhodnost výsledků je nutné, aby výběr objektů (jedinců) tohoto souboru byl náhodný. [13, 19]

4.2 Základní statistické vlastnosti

Data v tabulkách a grafech nám po stránce vizuální usnadňují čitelnost a rychlost orientace. Pro další zpracování je však potřebné tyto data, často z velmi velkého počtu, koncentrovat. K tomu to „zahušťování dat“ nám pomáhají tzv. popisné statistiky, mezi něž patří charakteristiky centrální tendence, rozptyl, šikmost nebo špičatost. Mezi míry centrální tendence se zařazuje aritmetický průměr, medián a modus. Tyto charakteristiky se snaží o popsání střední hodnoty dat nebo míry polohy (popisují, kde se daný vzorek na číselné ose nachází), jedná se o tzv. typickou hodnotu dat. [13]

4.2.1 Aritmetický průměr

„Aritmetický průměr je definován jako součet všech naměřených údajů vydělený jejich počtem.“ [13]

Symbol označení aritmetického průměru je \bar{x} a vypočte se dle vzorce:

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

Kde znak Σ vyjadřuje součet x_i pro všechny hodnoty indexu i .

Aritmetický průměr používáme:

- pokud jsou data získána v intervalovém měřítku
- pokud je rozdělení dat symetrické
- pokud chceme data použít na statistické testy [13]

4.2.2 Medián

Medián je hodnota, jež rozděluje řadu, seřazených výsledků dle velikosti, na dvě stejně početné poloviny. Symbol označení mediánu je Me nebo \tilde{x} a vypočte se dle vzorce:

- pro sudý počet hodnot (n)

$$Me = 0,5 \left(x_{\frac{n}{2}} + x_{\frac{n}{2}+1} \right) \quad (2)$$

- pro lichý počet hodnot (n)

$$Me = x_{(n+1)/2} \quad (3)$$

Medián používáme:

- pokud chceme znát střed rozdělení hodnot
- pokud jsou data získána minimálně v ordinálním měřítku
- pokud je rozdělení dat silně zešikmené
- pokud data obsahují odlehlé hodnoty [13]

4.2.3 Variační rozpětí

Variační rozpětí R se počítá jen zřídka, ačkoli se velmi často uvádí při popisu dat maximální a minimální hodnota. Variační rozpětí se vypočte dle vzorce:

$$R = x_{max} - x_{min} \quad (4)$$

Nevýhoda variačního rozpětí je jeho velká citlivost k odlehlým hodnotám. [13]

4.2.4 Rozptyl a směrodatná odchylka

Rozptyl a směrodatná odchylka jsou charakteristiky, které spolu úzce souvisí. Výhodou těchto dvou charakteristik je, že na rozdíl od variačního rozpětí R vyjadřují rozptýlenost dat kolem aritmetického průměru a dávají tak větší váhu odlehlejším hodnotám. [13]

„Rozptyl (R) je definován jako průměrná kvadratická odchylka měření od aritmetického průměru, přičemž při průměrování této odchylky dělíme číslem $(n-1)$.“ [13]

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

„Směrodatná odchylka (s) je odmocnina z rozptylu a vrací míru rozptýlenosti do měřítka původních dat.“ [13]

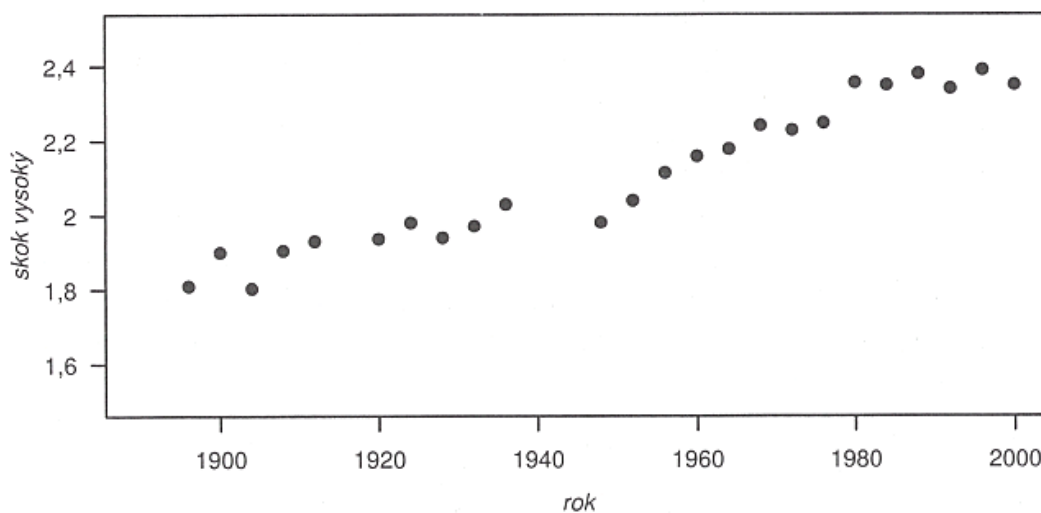
$$s = \sqrt{s^2} = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (6)$$

4.3 Metody zobrazení kvantitativních dat

Data získána z měření jsou nejprve vložena do tabulek, kde nám slouží pro první přehled. Pro ještě větší přehlednost vložíme data do grafů. Grafické zobrazení může být tvořeno z bodů, úseček, ploch a vytváří tak různé geometrické obrazce.

4.3.1 Bodový graf

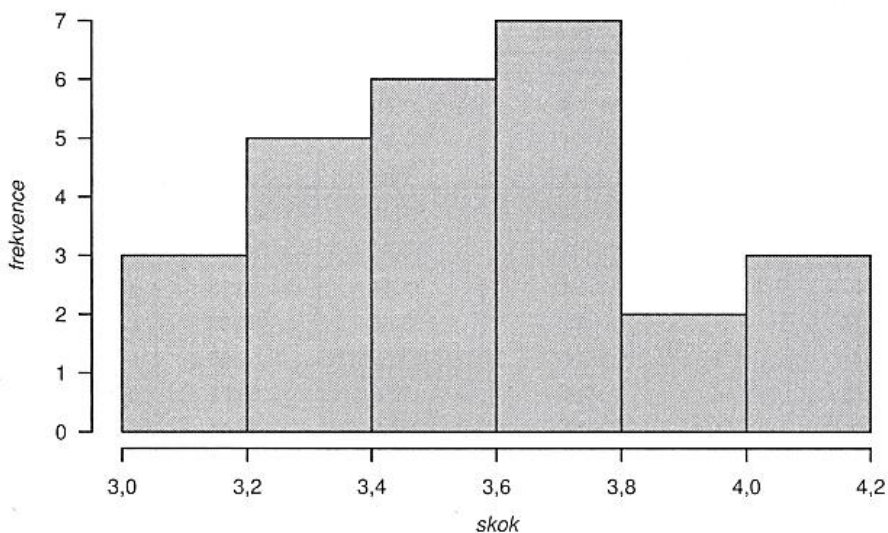
Bodový graf slouží k dvourozměrnému zobrazení hodnot. Každý bod odpovídá jednomu měření (jedné veličině). Bod se vynáší v souřadnicích $[x, y]$. Tento typ grafu se často prokládá křivkou (lineární, exponenciální a popř. vyšších řádů) ke zjištění vzájemné závislosti. [13]



Obr. 37 Bodový graf [13]

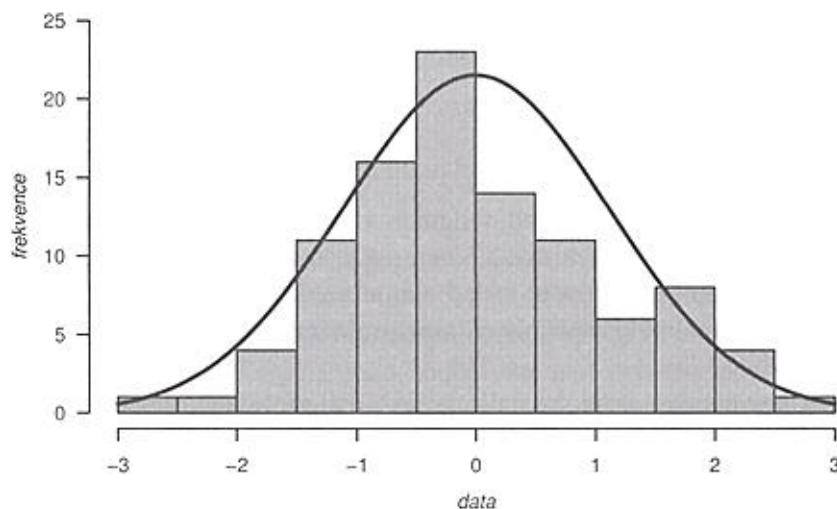
4.3.2 Histogram

Histogram je jeden z nejznámějších způsobů zobrazení hodnot jedné proměnné. Pro správné zobrazení je potřeba zvolit optimální počet tříd pro kompletní pokrytí rozmezí hodnot. Čím méně hodnot, tím menší počet tříd. Pro malé rozsahy dat se histogram nesestavuje. [13]



Obr. 38 Histogram četností [13]

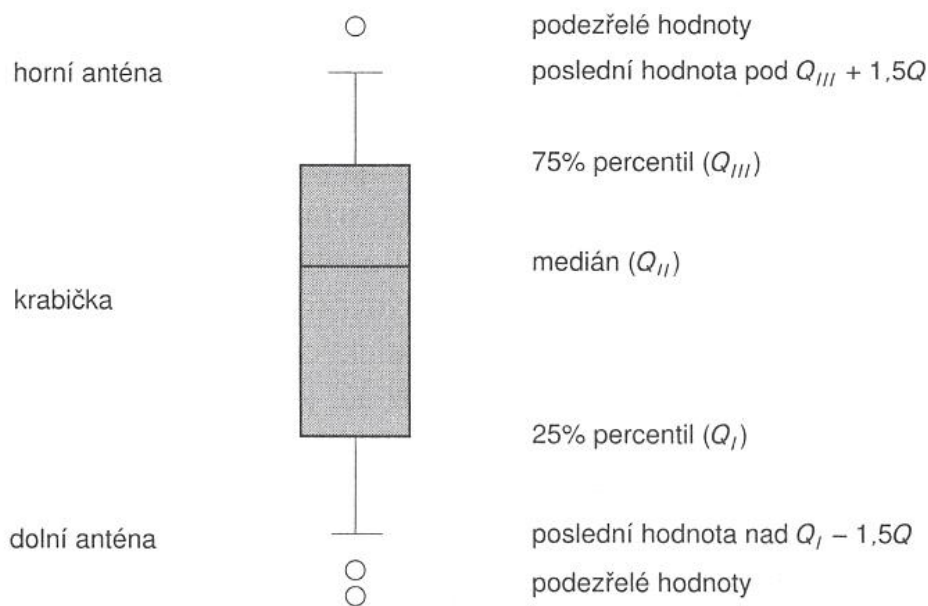
Na osu x vynášíme data (hodnoty) proměnné a na osu Y absolutní nebo relativní četnost. Histogram může mít tvar symetrický, zešikmený na pravou nebo levou stranu, mít jeden nebo více vrcholů. Histogram prokládáme někdy křivkou, nazývanou hustotou, která se následně porovnává s tvarem Gaussovské křivky. Tato křivka charakterizuje data normálně rozdělená a má zvonovitý tvar křivky, viz Obr. 39. [13]



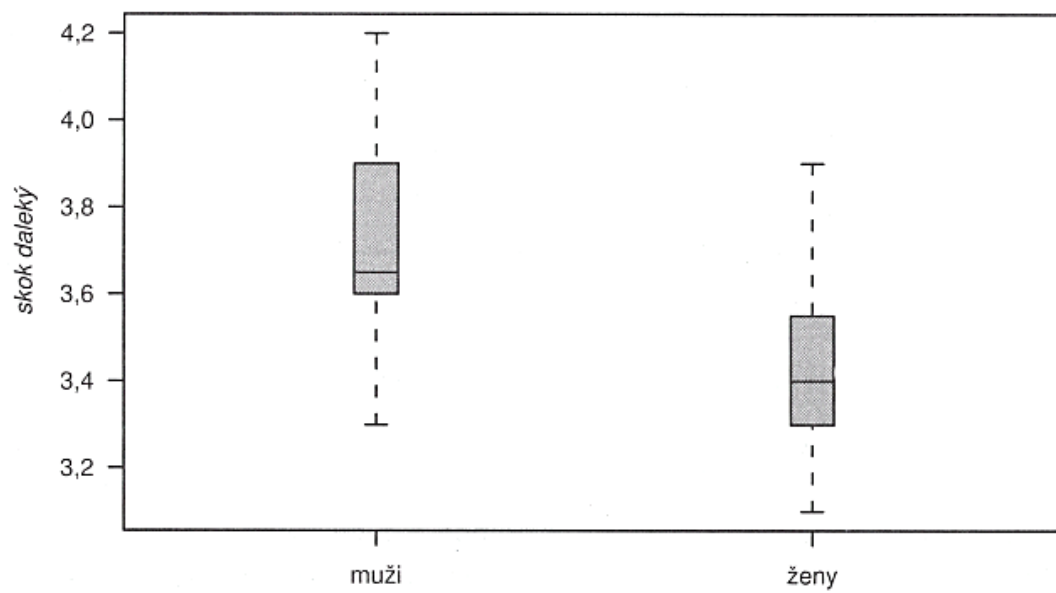
Obr. 39 Histogram proložený Gaussovskou křivkou [13]

4.3.3 Box plot

Box plot neboli krabicový graf patří mezi sofistikovanější metody grafického zobrazení hodnot. Zahrnuje v sobě pět hodnot, které se využívají k sestavení box-plotového grafu. Patří mezi ně: medián, 1. a 3. kvartil, minimální a maximální hodnota rozptylu. Tento typ zobrazení se používá pro znázornění jedné množiny, častěji však pro porovnávání více skupin. [13]



Obr. 40 Konstrukce box plotu [13]



Obr. 41 Příklad box plotu [13]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

5 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem této diplomové práce je zjistit možnosti hodnocení krípvých vlastností pomocí zařízení DMA (Mettler – Toledo DMA 1). Pro měření byly použity radiačně sít'ované zkušební vzorky materiálů HDPE a LDPE.

Zvolené cíle:

- **Zjistit možnosti hodnocení krípvých parametrů na DMA**

Kvůli omezení rozsahu měřených hodnot zařízením DMA je nejprve nutný návrh vhodné metody měření pro HDPE a LDPE zkušební vzorky. V této části je potřeba zjistit vhodné zatížení (v našem případě sílu) na měřicím zařízení DMA. Zvolené zatížení má vliv na prodloužení, které musí vycházet v rozsahu posunu dané zařízením (tj. maximální měřené prodloužení uvedené v technickém listě zařízení, tento list je také součástí přílohy této práce) a tyto naměřená data budou dále zpracována.

- **Zpracování naměřených dat**

Provést kontrolu naměřených dat na hrubé chyby a podezřelé hodnoty.

- **Vyhodnocení naměřených dat a jejich porovnání**

Provést analýzu naměřených dat a jejich vyhodnocení dle normy ČSN EN ISO 899-1 (64 0621). Z výsledných dat budou vyhotoveny křivky prodloužení pro jednotlivé dávky záření, a následně budou pro porovnání tyto křivky prodloužení vloženy do jednoho grafu. Stejný postup bude aplikován i pro vyhodnocení krípvého modulu v tahu.

- **Provedení regresní analýzy**

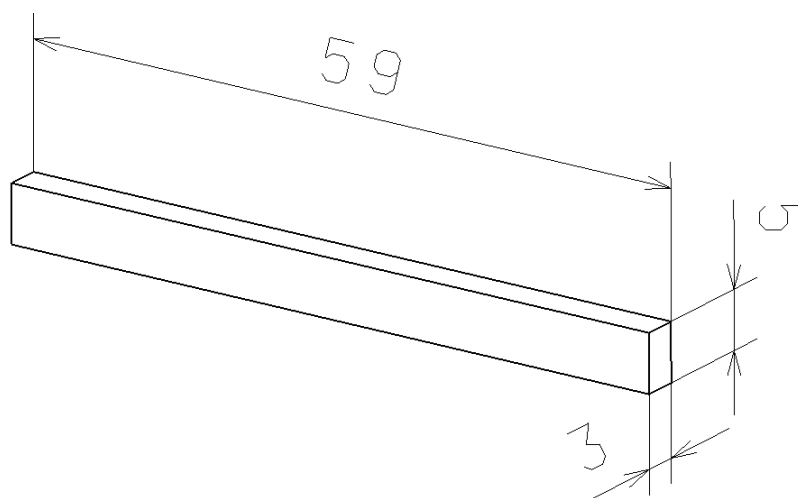
Dalším krokem bude provedení regresní analýzy pro získání jednotlivých parametrů rovnic krípvého modulu. Po dosazení za tyto parametry je možná určitá předpověď chování materiálu ve zvoleném čase.

- **Zhodnocení vlivu záření na krípvém chování**

Na závěr budou všechny získané výsledky zhodnoceny a porovnány s vlivem dávky záření na krípvém chování u materiálů HDPE a LDPE.

6 VÝROBA ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ

Pro kríповé zkoušky je nutné si nejprve připravit zkušební vzorky. Ty jsou pro zajištění opakovatelnosti měření připraveny v předem definovaných tvarů a rozměrů. Pro měření mechanických zkoušek standardně používáme vzorky ve tvaru oboustranných lopatek, pro měření kríповých vlastností na zařízení DMA byly použity vzorky ve tvaru kvádrů, který můžeme vidět na Obr. 42. Tento tvar a rozměry vzorků je přizpůsoben pro měření na DMA zařízení.

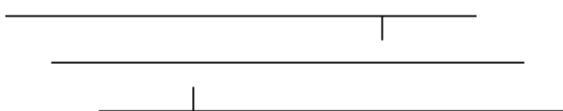


Obr. 42 Zkušební vzorek HDPE, LDPE

6.1 Materiál zkušebních vzorků

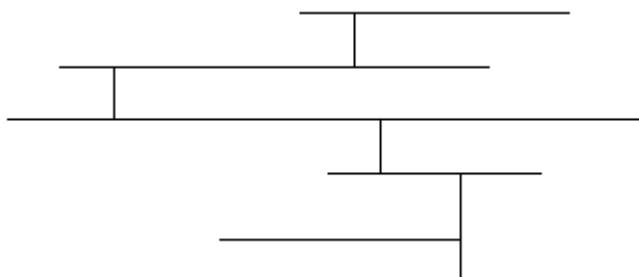
Jako materiál pro hodnocení kríповých zkoušek byl vybrán jeden z nejrozšířenějších a nejlevnějších polymerních materiálů a tím byl polyethylen ve dvou jeho modifikacích: vysokohustotní polyethylen (HDPE) a nízkohustotní polyethylen (LDPE).

- **HDPE** – zkratka je z anglického názvu High – density polyethylene, tedy vysokohustotní polyethylen. HDPE se řadí mezi nejtvrďší a nejméně ohebné typy polyethylenu. Tyto vlastnosti jsou díky jeho molekulární struktuře, která vykazuje téměř lineární molekulární strukturu s minimem postranních řetězců a tudíž možnost tvorby vysoké krystalinity. Je využíván pro řadu aplikací, např. plastové kýble, kanystry, bedny, atd. [1, 21]



Obr. 43 Molekulární struktura HDPE

- **LDPE** – zkratka je z anglického názvu Low – density polyethylene, tedy nízkohustotní polyethylen. LDPE je oproti HDPE měkký a ohebný, to je dáno jeho vysoce rozvětvenou strukturou. Jeho využití je např. v potravinářském průmyslu a to především jako obalový materiál (sáčky, pytle, fólie). Dále se LDPE využívá na igelitové tašky, poddajné víka, hadice, atd. [1, 21]



Obr. 44 Molekulární struktura LDPE

V následující tabulce (Tab. 2) jsou uvedeny základní fyzikální a mechanické vlastnosti pro HDPE a LDPE materiál.

Tab. 2 Vlastnosti HDPE, LDPE [22]

Parametr	HDPE (25055E)	Zkušební metoda	LDPE (780E)	Zkušební metoda
Hustota [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]	955	ASTM D792	923	ASTM D792
Index toku taveniny (MFR) [$\text{g}\cdot 10 \text{ min}^{-1}$] (190 °C / 2,16 kg)	25	ISO 1133	20	ISO 1133
Smrštění při vstřikování [%]	2,1	ASTM D955	2,3	ASTM D955
Pevnost v tahu [MPa]	25	ASTM D638	8,2	ISO 527-2
Pevnost v tahu [MPa] (do porušení)	27	ASTM D638	10,5	ISO 527-2
Prodloužení v tahu [%]	200	ASTM D638	700	ASTM D882
Rázová houževnatost v tahu [$\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$]	55	ASTM D1822	286	ISO 8256

6.2 Vstřikovací stroj

Zkušební vzorky byly připraveny metodou vstřikování na vstřikovacím stroji ARBURG 170 U Allrounder, který můžeme vidět na Obr. 45.



Obr. 45 ARBURG 170U Allrounder

Použitá vstřikovací forma byla určena pro vstřikování dvou typů zkušebních těles, standartních oboustranných lopatek - ČSN EN ISO 20 753 (64 0226) a lopatky ve tvaru kvádra, viz Obr. 42.

Tab. 3 Technické parametry stroje ARBURG 170 U Allrounder

Technické parametry	
Uzavírací síla [kN]	150
Maximální rozměr formy [mm]	170 x 170 x 200
Průměr šneku [mm]	22
Maximální vstřikovaný objem [cm ³]	34

Procesní parametry vstřikovacího stroje byly nastaveny na hodnoty uvedené v Tab. 4.

Tab. 4 Procesní parametry vstřikování

Parametry	Materiál	
	HDPE	LDPE
Teplota formy [°C]	40	40
Teplota vstupního pásma [°C]	185	175
Teplota přechodového pásma [°C]	195	185
Teplota výstupního pásma [°C]	200	195
Teplota trysky [°C]	205	200
Vstřikovací tlak [MPa]	60	60
Dotlak [MPa]	45	45
Doba dotlaku [s]	30	30
Vstřikovací rychlost [mm/s]	40	40
Dráha dávkování [mm]	48	48

6.3 Radiační ozařování zkušebních vzorků

Sítováním polyethylenu se obecně dosahuje vyšší teplotní, mechanické a chemické odolnosti a tím se rozšiřuje i jeho oblast použití. Zářením můžeme zesítovat všechny typy polyethylenu (HDPE, LDPE, UHMWPE). Sítování probíhá hlavně v amorfní oblasti, stupeň krystalizace a hustota zůstane téměř beze změn. [18]

Radiační ozařování zkušebních vzorků proběhlo v Německu ve firmě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG. Vzorky HDPE a LDPE byly ozářeny beta paprsky v dávkách 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy a 198 kGy.



Obr. 46 Radiační ozařování vzorků [18]

7 MĚŘENÍ

Zkušební zařízení, které bylo použito pro měření krípkových vlastností je od firmy Mettler – Toledo, konkrétně model DMA 1. Toto zařízení umožňuje kromě mnoha způsobů měření, např. vyšší rozlišitelnost, než při měření pomocí úchylkoměru. Získané hodnoty na více desetinných míst mohou být potřebné např. při měření tvrdších zkušebních těles, jelikož z hlediska zatížení jsme omezeni zařízením na 10 [N].

7.1 Zkušební zařízení

Zařízení Mettler – Toledo DMA 1, kromě mnoha způsobů měření zkoušek disponuje také bohatým příslušenstvím pro měření více typů zkoušek: tah, tlak, smyk, 3 – bodový ohyb, atd. Pomocí DMA 1 můžeme charakterizovat např. vlastnosti: skelného přechodu, měknutí, viskózní tok, relaxační a viskoelastické chování, složení směsi, atd.



Obr. 47 Mettler Toledo DMA 1

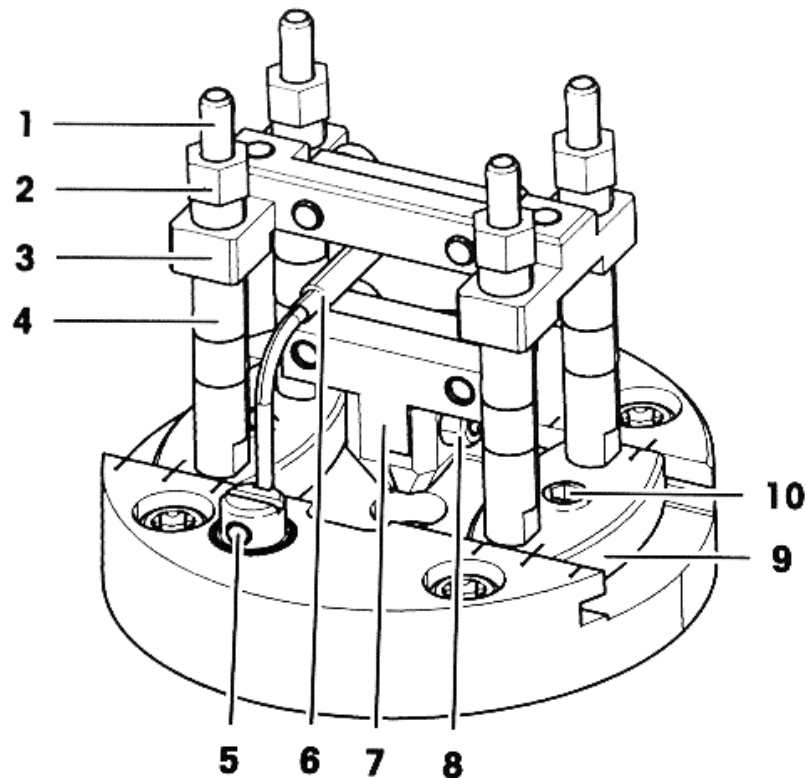
Díky měřicí hlavě lze měřit uvedené typy mechanických zkoušek v různých okolních podmínkách (zvýšená či snížená teplota nebo vlhkost) či dokonce měření v kapalinách. Technické parametry zařízení jsou uvedeny v příloze.

7.2 Metrologický postup měření

Pro zachování opakovatelnosti měření je potřeba kromě výroby stejných vzorků i dodržení stejných podmínek při měření.

7.2.1 Upnutí vzorku do čelistí

Obr. 48 popisuje základní komponenty použité pro upnutí vzorku při měření kríповé zkoušky v tahu.

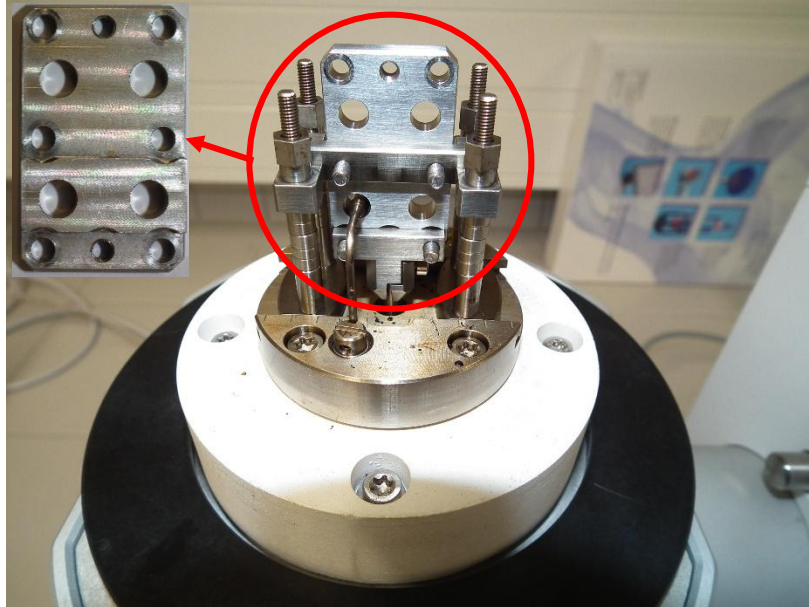


Obr. 48 Schéma držáku vzorku pro měření napětí [20]

Popis jednotlivých komponent na Obr. 45:

- | | |
|-------------------------------------|---------------------------------------------|
| 1 – Pilířová párová podpora | 6 – Teplotní čidlo |
| 2 – Prodloužená matice | 7 – Pohyblivá část svorky |
| 3 – Pevná část kotevní svorky | 8 – Šroub upevňující pohyblivou část svorky |
| 4 – Distanční vložky | 9 – Základna podpory páru pilíře |
| 5 – Šroub upevňující teplotní čidlo | 10 – Poziční šroub základny |

Před vložením vzorku do čelistí je nutné nejprve uchytit potřebné čelisti pro měření. Detail, který je zobrazen na Obr. 49, zobrazuje kovový prvek, který chrání měřicí mechanismus při upínání čelistí před nechtěnými vibracemi či neúmyslným poškozením.



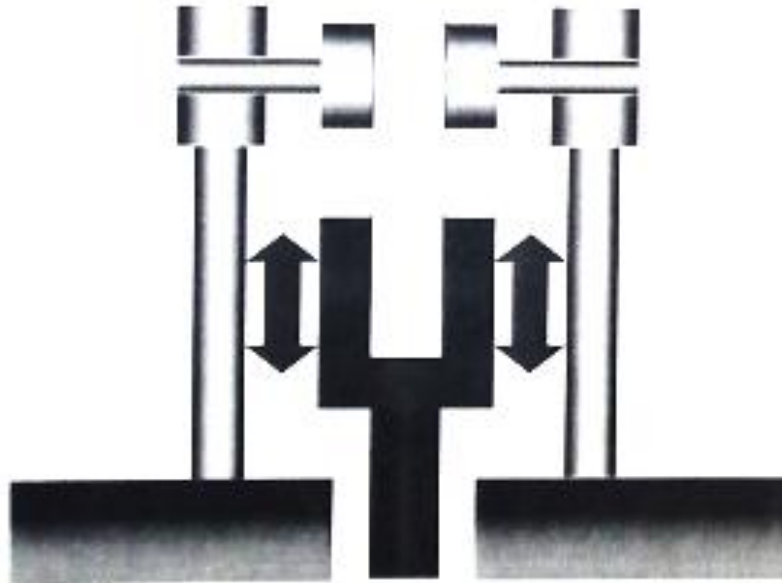
Obr. 49 Montáž čelistí

Uchycení vzorku je řešeno přes přítlačné lišty. Ty jsou dotaženy šrouby, které jsou z hlediska upevnění vzorku stabilnější než rychloupínáky, u nichž by vlivem vibrací mohlo dojít k dřívějšímu povolení. Šrouby jsou dotaženy momentovým šroubovákem o momentu 25 N·cm. Na Obr. 50 je znázorněn prvek, který slouží při upínání vzorku k ochraně čidla.



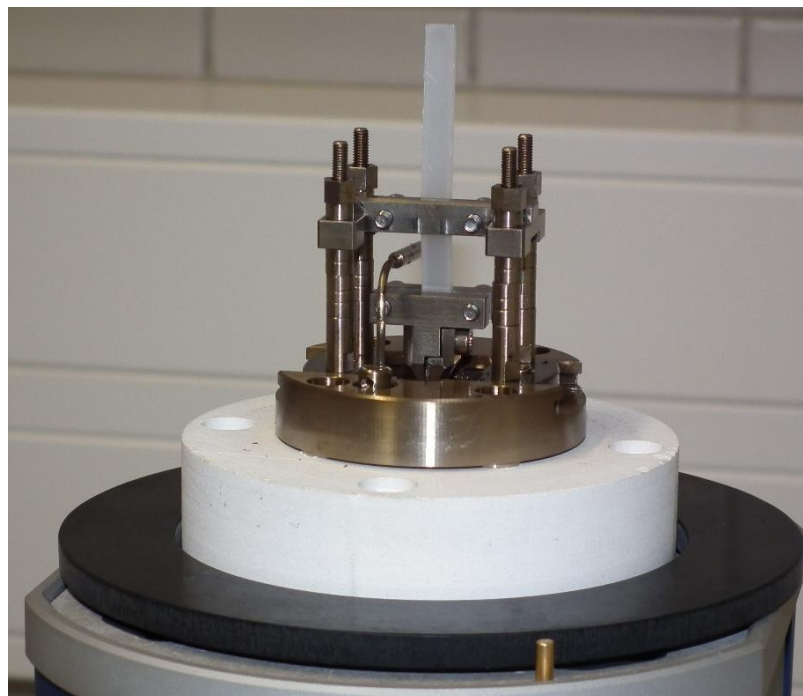
Obr. 50 Uchycení vzorku

Na Obr. 51 můžeme vidět boční řez upínacích čelistí (svorek) a směr působení napětí. Působící napětí je jednoosé a konstantní.



Obr. 51 Schéma měření napětí [20]

Na Obr. 52 lze vidět už upnutý vzorek nachystaný pro měření.

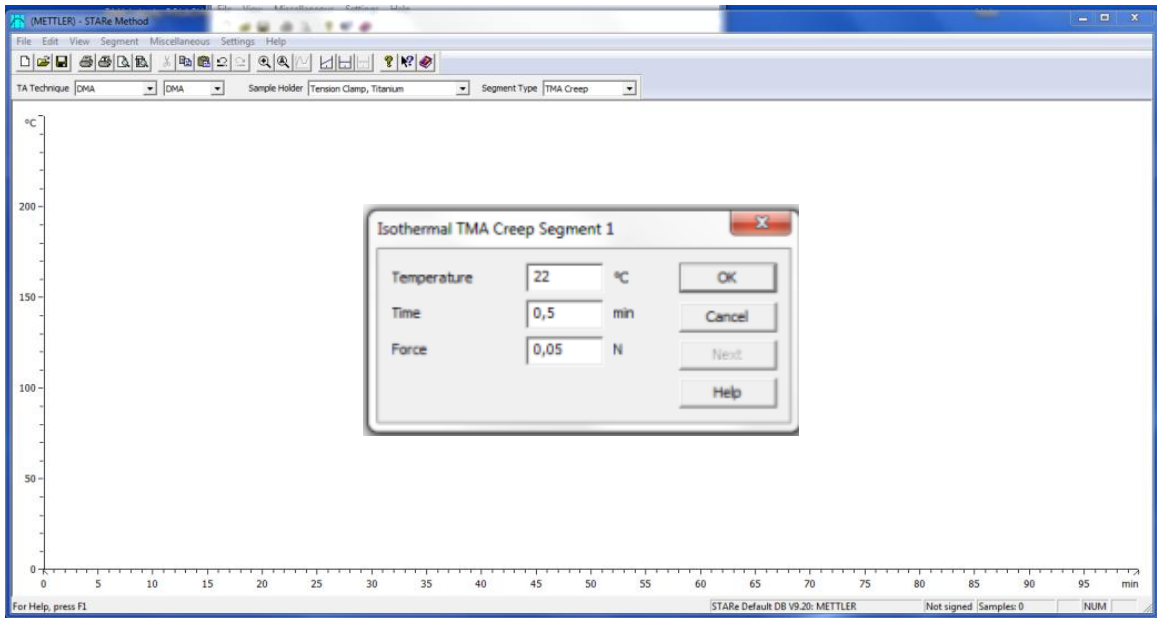


Obr. 52 Vzorek upnutý v měřící hlavě Mettler Toledo DMA 1

7.2.2 Nastavení metody měření v programu

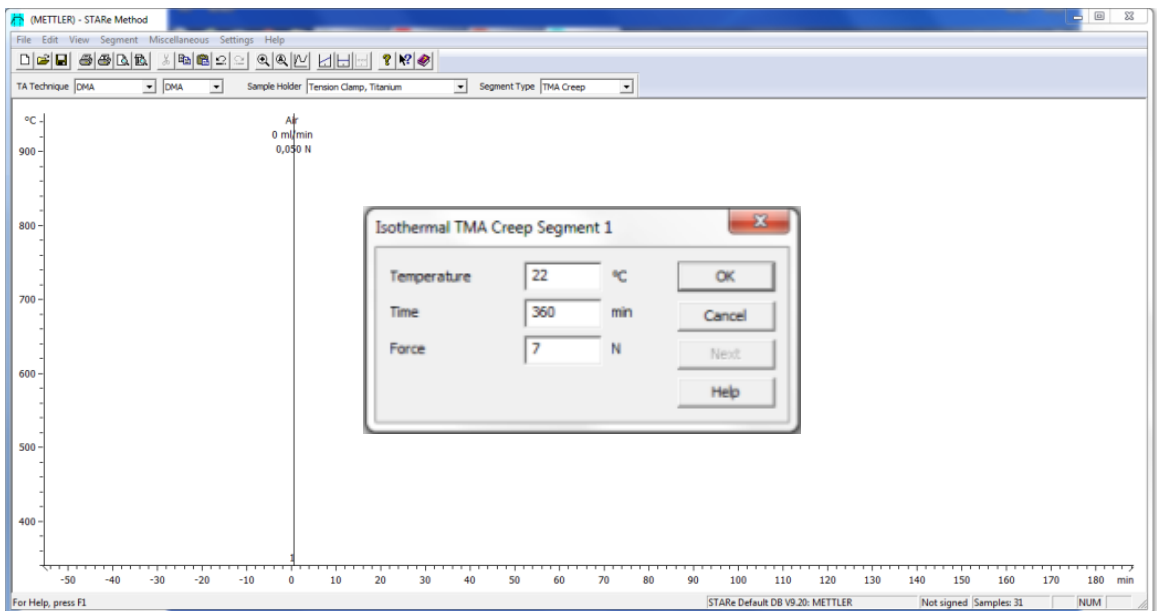
Po upnutí vzorku je potřeba si nastavit okrajové podmínky průběhu celého měření.

Nejprve bylo nastaveno předzatižení na hodnotu 0,05 N na dobu 30 s.



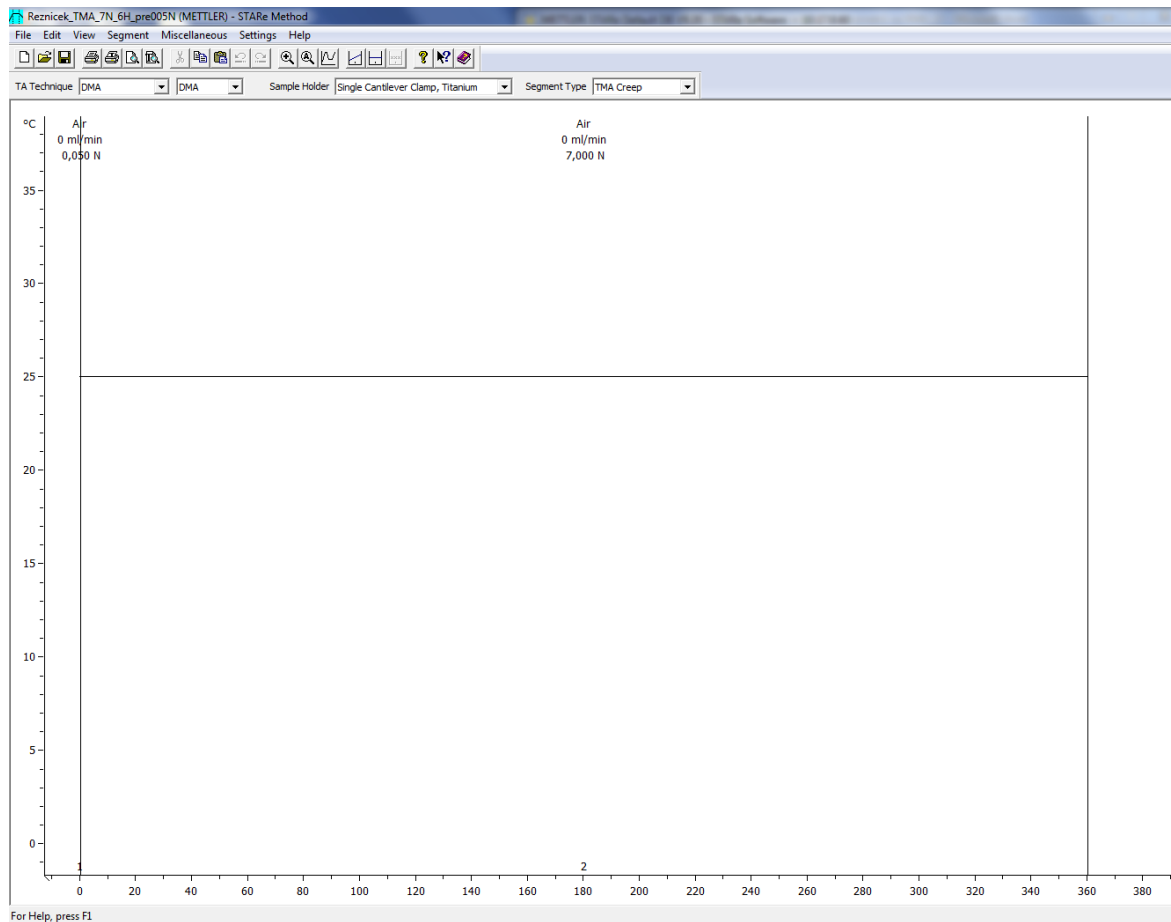
Obr. 53 Nastavení předzatižení

Zatížení pro křipovou zkoušku bylo nastaveno na hodnotu 7 N a délka zkoušky 360 minut.



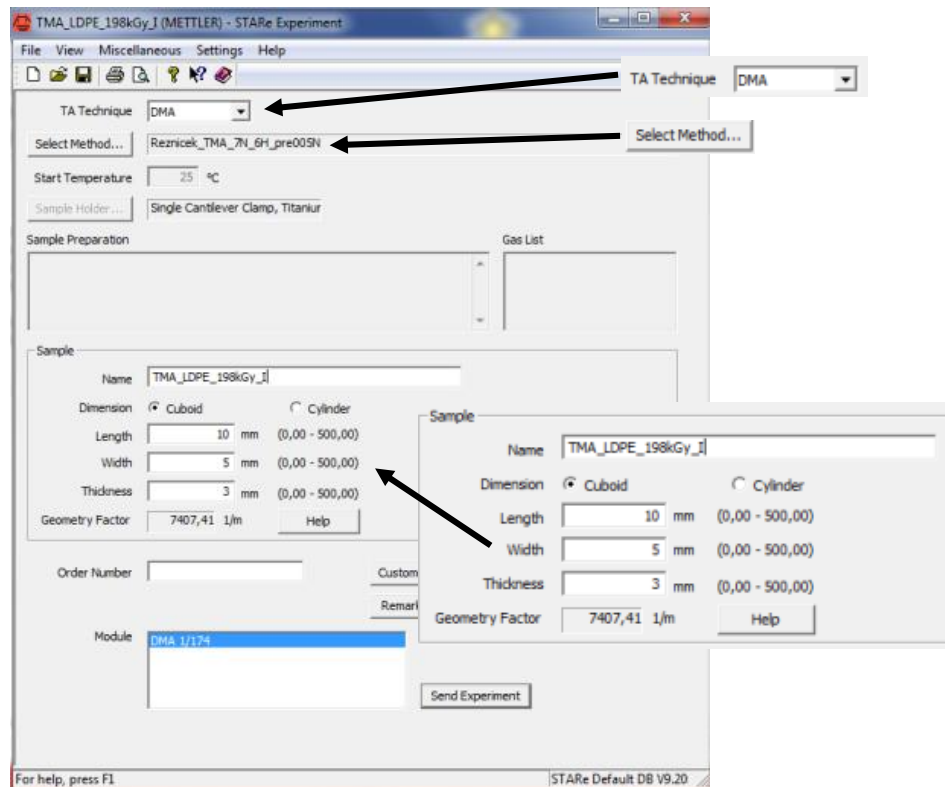
Obr. 54 Nastavení průběhu křipové zkoušky

Parametry, které uvádí tabulky na Obr. 53, 54 jsou uloženy v programu, v tzv. metodě. Ta je následně vyvolána při nastavení experimentu. Nastavený průběh metody můžeme vidět na Obr. 55.



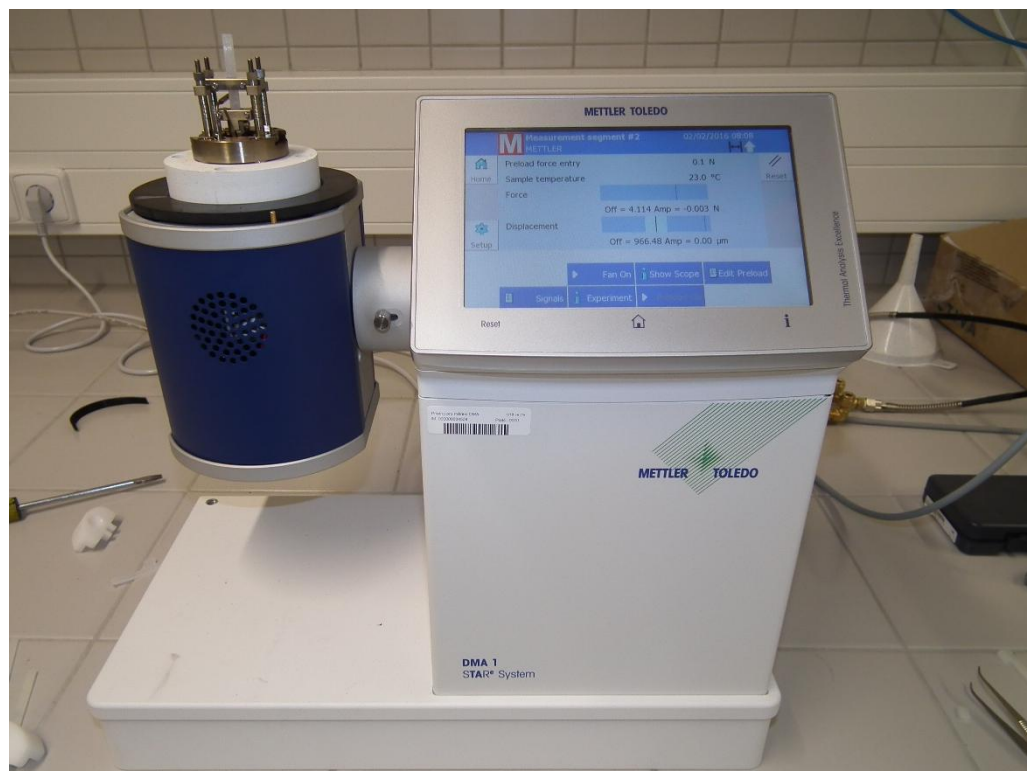
Obr. 55 Průběh metody

Na následujícím Obr. 56 lze vidět nastavení experimentu, kde bylo zapotřebí nastavit další důležité parametry pro měření. TA Technique (měřicí technika) – DMA, Select Method (metoda měření – viz Obr. 53, Obr. 54) a Sample (vzorek) – rozměry.



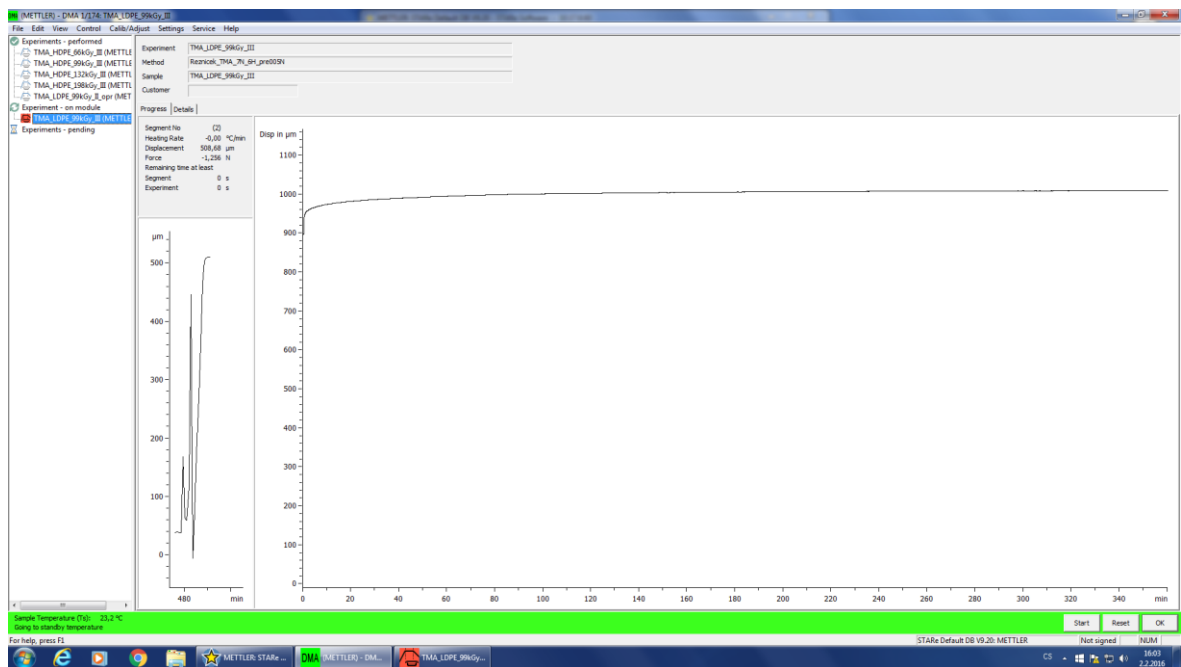
Obr. 56 Nastavení experimentu

Po nastavení těchto základních parametrů lze spustit měření. Na dotykovém displeji si lze zkontrolovat nastavené předzatížení a teplotu vzorku.



Obr. 57 Měření krípu na DMA

Po ukončení měření můžeme vidět kríповou křivku v programu STAR^e Evaluation Software.



Obr. 58 Výsledná kríповá křivka v programu STAR^e Evaluation Software

Další vyhodnocování v oblasti statistiky tento program velmi nepodporuje. Data proto byla pro další zpracování potřeba přenést do programu Minitab 15, který je určen pro statistické vyhodnocování. O následujícím zpracování dat pojednává kapitola 8.

8 POSTUP ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT

Vyhodnocení naměřených dat z hlediska statistiky bylo provedeno v programu Minitab 15. Postup zpracování dat je uveden níže v jednotlivých podkapitolách.

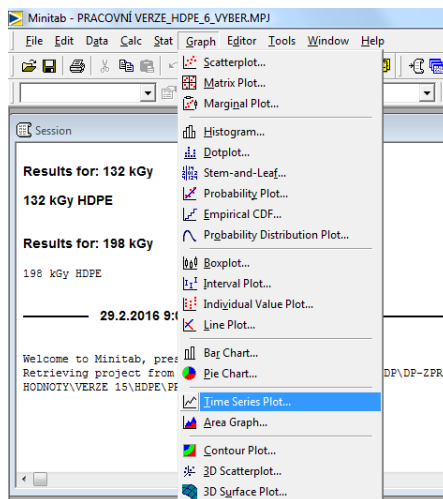
8.1 Příprava hodnot ke zpracování

Naměřené data obsahují tyto informace: index, doba zkoušky [s], teplota vzorku [°C], teplota referenční [°C], zatížení [N] a prodloužení [μm]. Tyto data byla nejprve přenesena do programu Minitab 15, kde byla zarovnána.

↓	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11	C12	C13	C14	C15	C16
	Index	t [s]	t [min]		Ts [°C]_I	Tr [°C]_I	F [N]_I	ΔL [μm]_I		Ts [°C]_II	Tr [°C]_II	F [N]_II	ΔL [μm]_II		Prumer F	Prumer ΔL
1	0	0	0		23,3516	25	5,84610	0,000		22,6000	25	6,49468	0,000		6,17039	0,0000
2	1	1	0		23,3484	25	5,84568	0,153		22,6000	25	6,49433	0,148		6,17000	0,1505
3	2	2	0		23,3452	25	5,84532	0,281		22,6000	25	6,49398	0,295		6,16965	0,2880
4	3	3	0		23,3419	25	5,84500	0,396		22,6000	25	6,49369	0,416		6,16934	0,4060
5	4	4	0		23,3387	25	5,84467	0,516		22,6000	25	6,49342	0,528		6,16905	0,5220
6	5	5	0		23,3355	25	5,84447	0,590		22,6000	25	6,49320	0,624		6,16883	0,6070
7	6	6	0		23,3323	25	5,84425	0,668		22,6000	25	6,49298	0,717		6,16862	0,6925
8	7	7	0		23,3290	25	5,84400	0,759		22,6000	25	6,49272	0,824		6,16836	0,7915
9	8	8	0		23,3258	25	5,84381	0,827		22,6000	25	6,49250	0,916		6,16816	0,8715
10	9	9	0		23,3226	25	5,84360	0,901		22,6000	25	6,49231	0,997		6,16796	0,9490
11	10	10	0		23,3194	25	5,84344	0,959		22,6000	25	6,49213	1,074		6,16779	1,0165
12	11	11	0		23,3161	25	5,84325	1,029		22,6000	25	6,49192	1,162		6,16759	1,0955
13	12	12	0		23,3129	25	5,84305	1,101		22,6000	25	6,49175	1,232		6,16740	1,1665
14	13	13	0		23,3097	25	5,84283	1,179		22,6000	25	6,49158	1,306		6,16721	1,2425
15	14	14	0		23,3065	25	5,84270	1,228		22,6000	25	6,49143	1,369		6,16707	1,2985

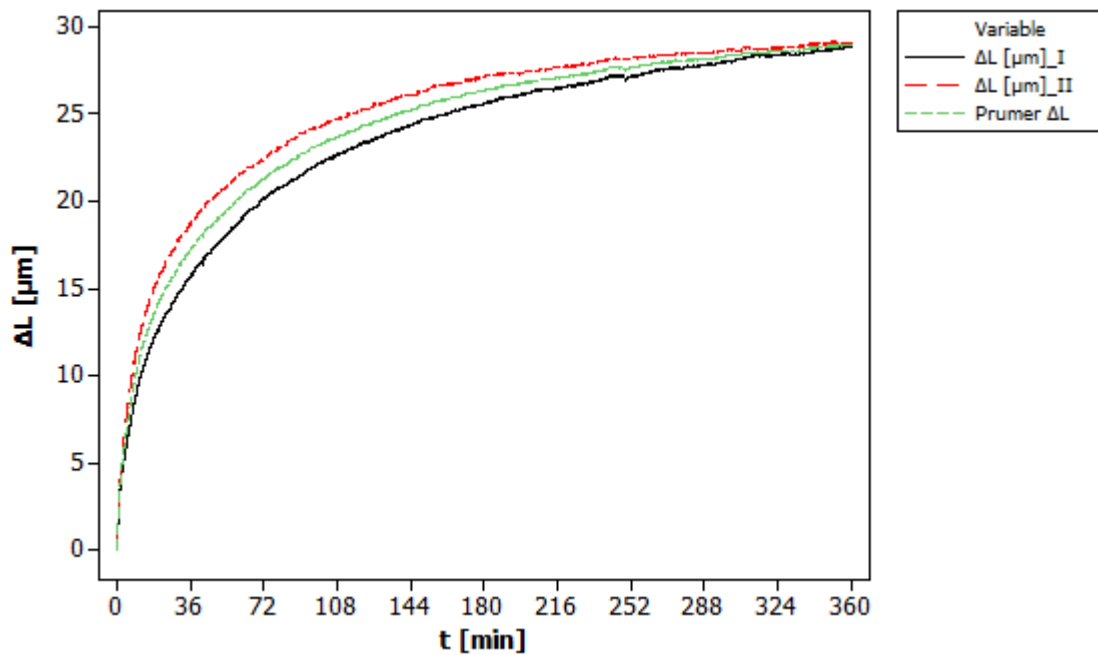
Obr. 59 Hodnoty přenesené do programu Minitab 15

Následně byly udělány aritmetické průměry prodloužení, které budou potřebné pro následné vyhodnocení křivky modulu v tahu. V grafickém zobrazení byly udělány pro jednotlivé série ozáření grafy, ve kterých je vykreslena závislost prodloužení (ΔL) na čase (t). Vícenásobné vykreslení křivek závislostí do jednoho grafu umožňuje v programu Minitab v záložce Graph funkce Time series plot, viz Obr. 60.



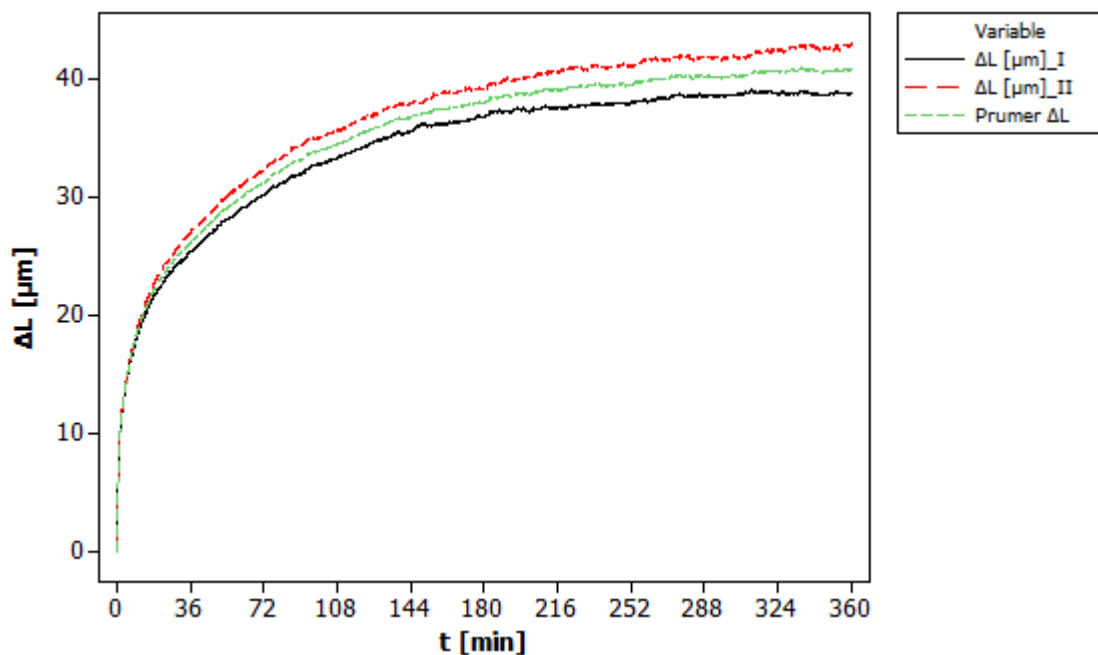
Obr. 60 Volba grafu

Jednotlivé prodloužení neozářených (0 kGy) HDPE vzorků a jejich průměr můžeme vidět na Obr. 61. V závislosti na čase lze pozorovat zvětšující se prodloužení zkušebního vzorku.



Obr. 61 Prodloužení HDPE (0 kGy)

Na Obr. 62 můžeme vidět prodloužení neozářeného vzorku (0 kGy) LDPE. Na první pohled můžeme pozorovat za stejný čas větší prodloužení u materiálu LDPE než HDPE, příčinou je strukturální složení daného materiálu.



Obr. 62 Prodloužení LDPE (0 kGy)

8.2 Výpočet kríповého modulu v tahu

Obdobně jako u zkoušky tahem u kovových materiálů se i u kríповého chování vypočítává modul, zatímco u kovových materiálů se jedná o modul pružnosti v tahu, u krípu se jedná o kríповý modul v tahu. Vzorec (7) je pro přímý výpočet kríповého modulu v tahu ze známých vstupních veličin. Vzorový výpočet pro 0 kGy HDPE v čase 1s je uveden níže.

Vstupní veličiny:

$$F = 6,17 \text{ [N]}$$

$$A = 15 \text{ [mm}^2\text{]} - \text{průřez tělesa } 5 \times 3 \text{ [mm]}$$

$$L_o = 10 \text{ [mm]}$$

$$(\Delta L)_t = 0,1505 \cdot 10^{-3} \text{ [mm]}$$

$$E_t = \frac{\sigma}{\varepsilon_t} = \frac{F \cdot L_o}{A \cdot (\Delta L)_t} = \frac{6,17 \cdot 10}{15 \cdot 0,1505 \cdot 10^{-3}} \doteq 27\,331 \text{ [MPa]} \quad [23] \quad (7)$$

Kde:

σ – napětí [MPa]

L_o – počáteční měřená délka [mm]

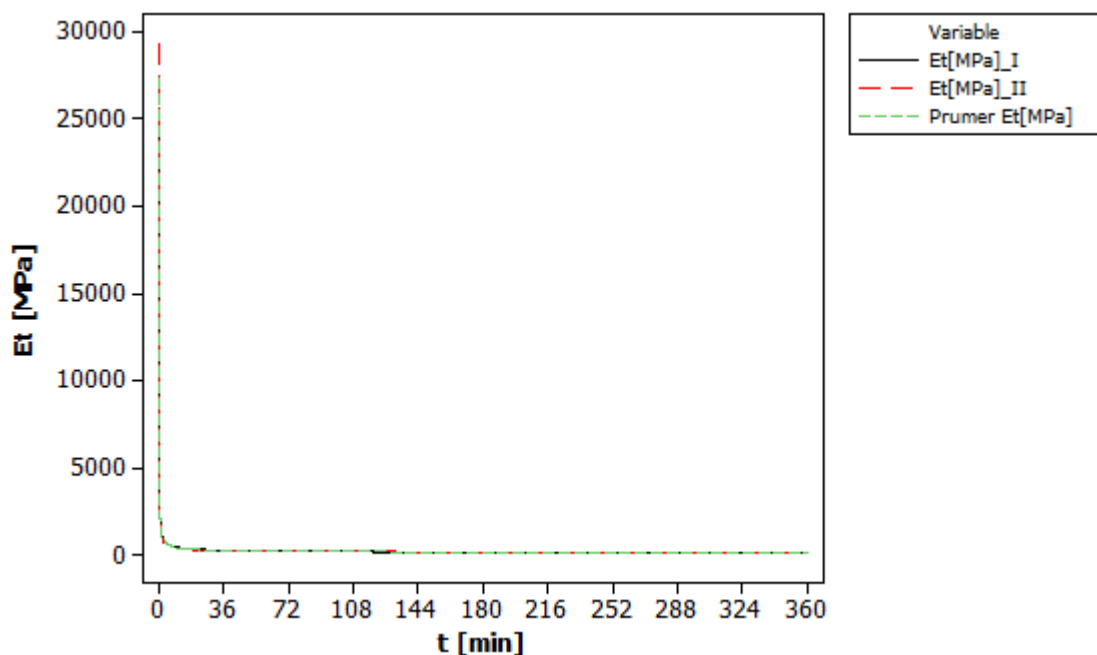
ε_t – poměrné prodloužení [-]

A – počáteční průřez tělesa [mm²]

F – zatěžující síla [N]

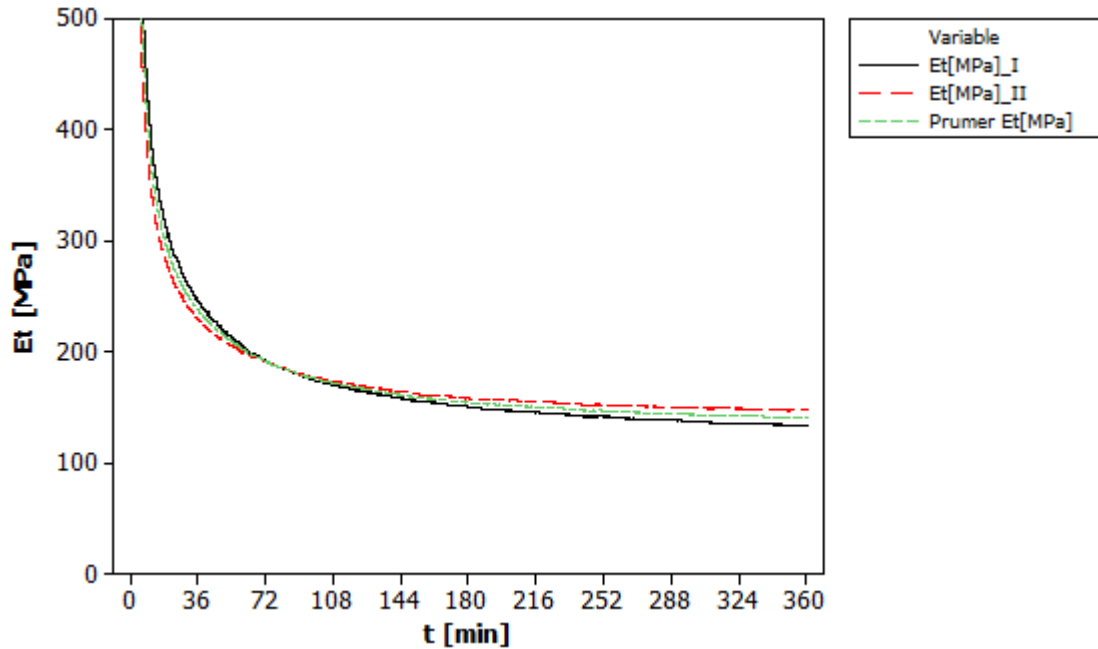
$(\Delta L)_t$ – prodloužení v čase [mm]

Z vypočítaných hodnot v Minitabu, dle vzorce (7), byl vyhotoven následující graf závislosti kríповého modulu (E_t) na čase (t). Na Obr. 63, 64 je graf závislosti pro vzorek 0 kGy HDPE.



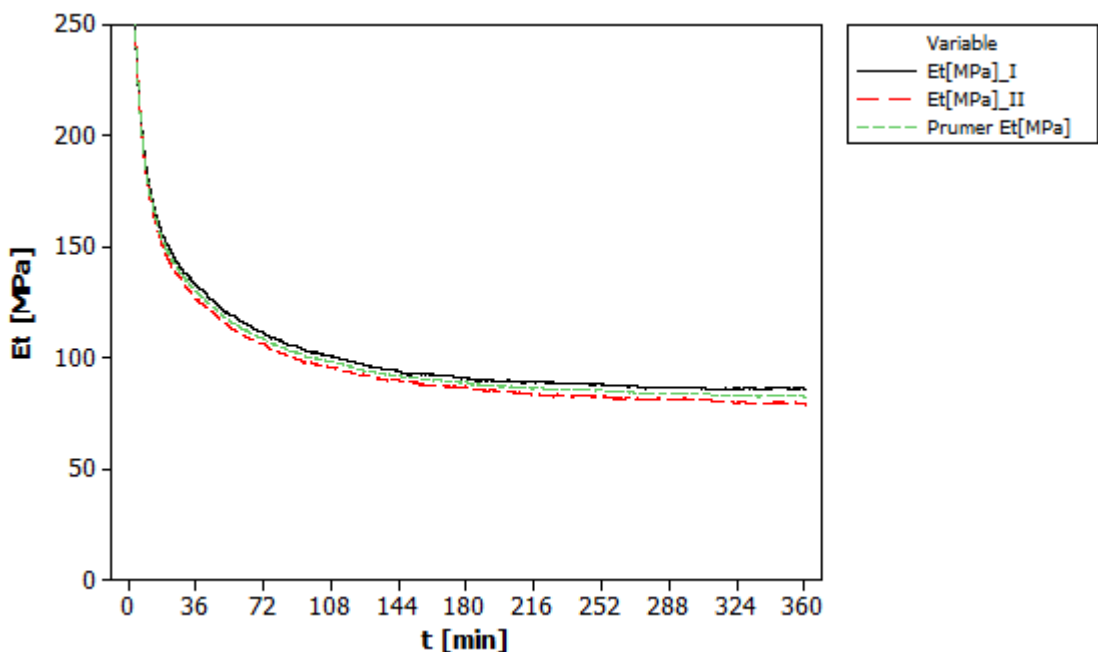
Obr. 63 Kríповý modul v tahu HDPE (0 kGy)

Z Obr. 63 je patrné, že první hodnoty velmi ovlivňují měřítko, a proto je na Obr. 64 zmenšený rozsah zobrazení kríповého modulu v tahu po max. hodnotu 500 MPa, což odpovídá od 5. minuty měření.



Obr. 64 Kríповý modul v tahu HDPE (0 kGy) od 5. minuty měření

Pro srovnání je na Obr. 65 zobrazen graf kríповého modulu v tahu vzorku 0 kGy LDPE. U LDPE bylo kvůli měřítko zobrazení max. hodnoty kríповého modulu 250 MPa, což odpovídá od 5. minuty měření.



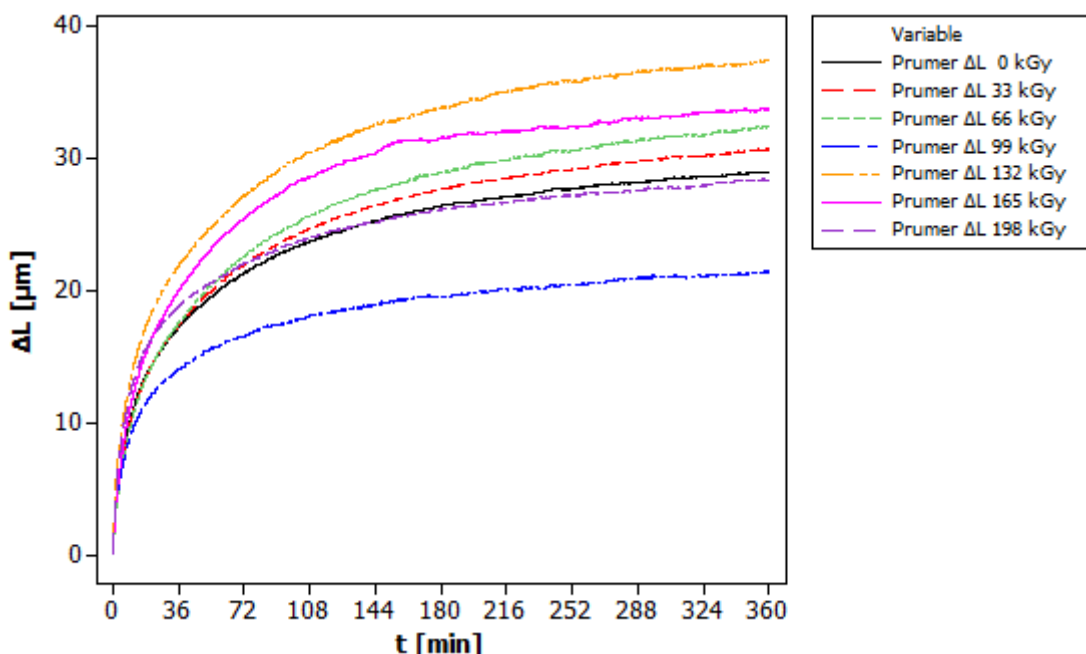
Obr. 65 Kríповý modul v tahu LDPE (0 kGy) od 5. minuty měření

9 VYHODNOCENÍ HODNOT

V kapitole 8 je ukázkový postup zpracování naměřených hodnot. Tento postup byl aplikován na všechny dávky záření v sérii u HDPE i LDPE vzorků. Z jednotlivých průměrů těchto dávek záření jsou v kapitole 9 vyhotoveny grafy prodloužení a grafy kríповých modulů pro materiál HDPE i LDPE, kde je vidět celkový vliv dávky záření na prodloužení a kríповém modulu v tahu.

9.1 Materiál HDPE

Na Obr. 66 lze pozorovat závislost dávky záření na prodloužení.



Obr. 66 Křivky prodloužení HDPE

Dle Obr. 66 lze vidět, že prodloužení u HDPE, v čase 360 minut se s dávkou záření liší. Konečné prodloužení se pohybuje od 21 do 37 μm . Podrobnější popis chování je uveden u histogramu v rámci poměrného prodloužení, viz popis Obr. 67. Ukázkový příklad pro výpočet poměrného prodloužení pro dávku 0 kGy HDPE je ve vzorci 8.

Vstupní veličiny:

$$L_o = 10 \text{ [mm]}$$

$$(\Delta L)_t = 28,929 \cdot 10^{-3} \text{ [mm]}$$

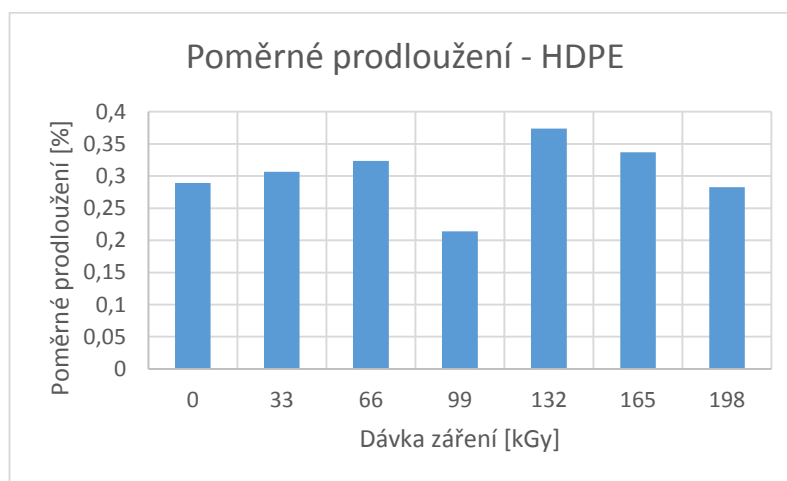
$$\varepsilon_t = \frac{(\Delta L)_t}{L_o} \cdot 100 = \frac{28,929 \cdot 10^{-3}}{10} \cdot 100 \doteq 0,28929 \text{ [%]} \quad [23] \quad (8)$$

Pro lepší přehlednost byly koncové hodnoty prodloužení, tj. v 360. minutě vloženy do Tab. 5. Tyto hodnoty byly dále přepočítány na poměrné prodloužení a následně z nich byl udělán histogram, viz Obr. 67.

Tab. 5 Prodloužení HDPE v 360. minutě měření

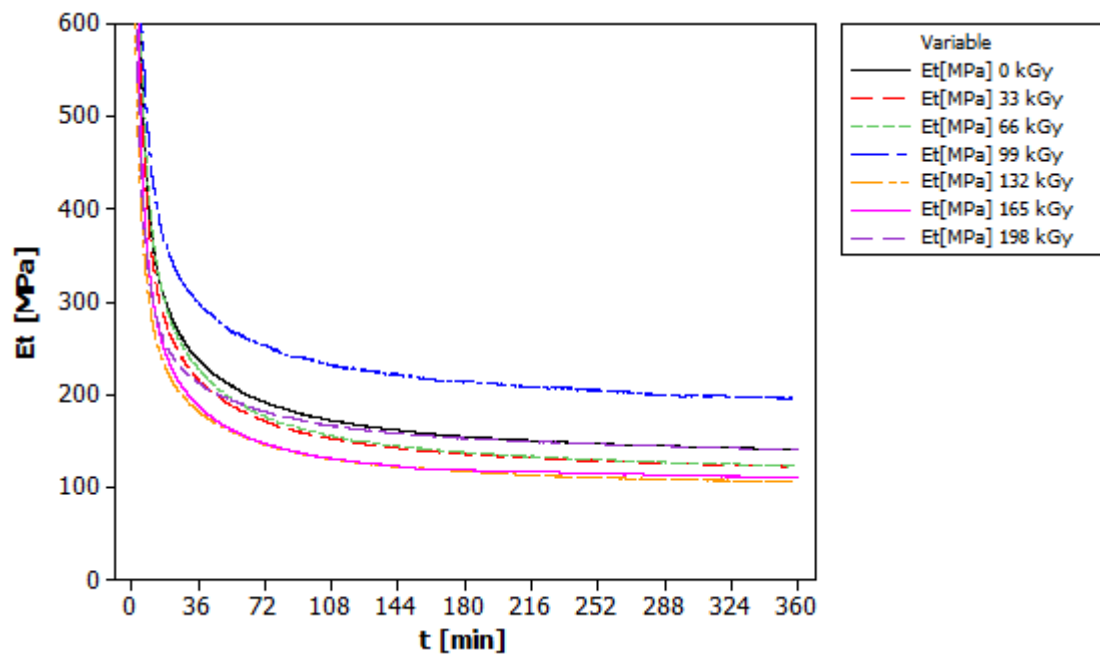
Dávka záření [kGy]	Prodloužení [μm]	Poměrné prodloužení [%]	Změna prodloužení [%]
0	28,9290	0,289290	100,0
33	30,6340	0,306340	105,9
66	32,3405	0,323405	111,8
99	21,4130	0,214130	74,0
132	37,3640	0,373640	129,2
165	33,6960	0,336960	116,5
198	28,2760	0,282760	97,7

V histogramu (Obr. 67) můžeme vidět závislost poměrného prodloužení na čase. Z hlediska chování lze pozorovat růst poměrného prodloužení na dávce záření až do dávky 99 kGy, která jako jediná má oproti neozařenému vzorku (0 kGy) menší prodloužení, tudíž se mechanické vlastnosti vlivem zářením proti krípu zlepšily (cca o 26 %). Dávky 132, 165 kGy vykazují zhoršení vlastností, prodloužení oproti neozařenému vzorku je vyšší. Nejhuře je na tom právě dávka 132 kGy, kdy dochází přibližně až o 29 % většímu prodloužení než o neozařeného. Poslední dávka 198 kGy vykazuje jen mírné zlepšení. Jednotlivé změny prodloužení lze vidět v Tab. 5.



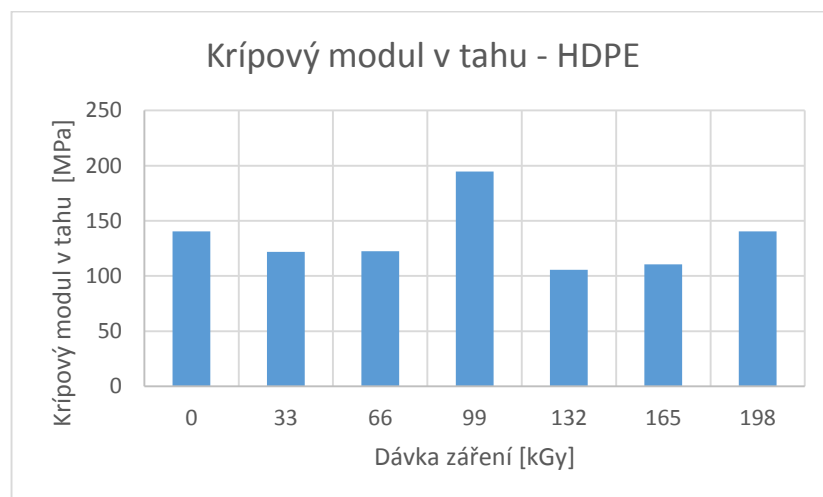
Obr. 67 Histogram poměrného prodloužení HDPE

Obr. 68 zobrazuje závislost kríповého modulu v tahu na čase. Z grafu můžeme vidět, velmi rychlý pokles kríповého modulu. Tento pokles je dán závislostí modulu na jeho vstupních hodnotách: prodloužení a zatěžující silou. Prodloužení na začátku měření je nejrychlejší a s časem zpomaluje. Tento trend se tedy projeví i právě na zmiňovaném modulu. Proto stejně jako u kap. 8.2 je zobrazeno měření od 5. minuty.



Obr. 68 Křivky kríповých modulů v tahu HDPE

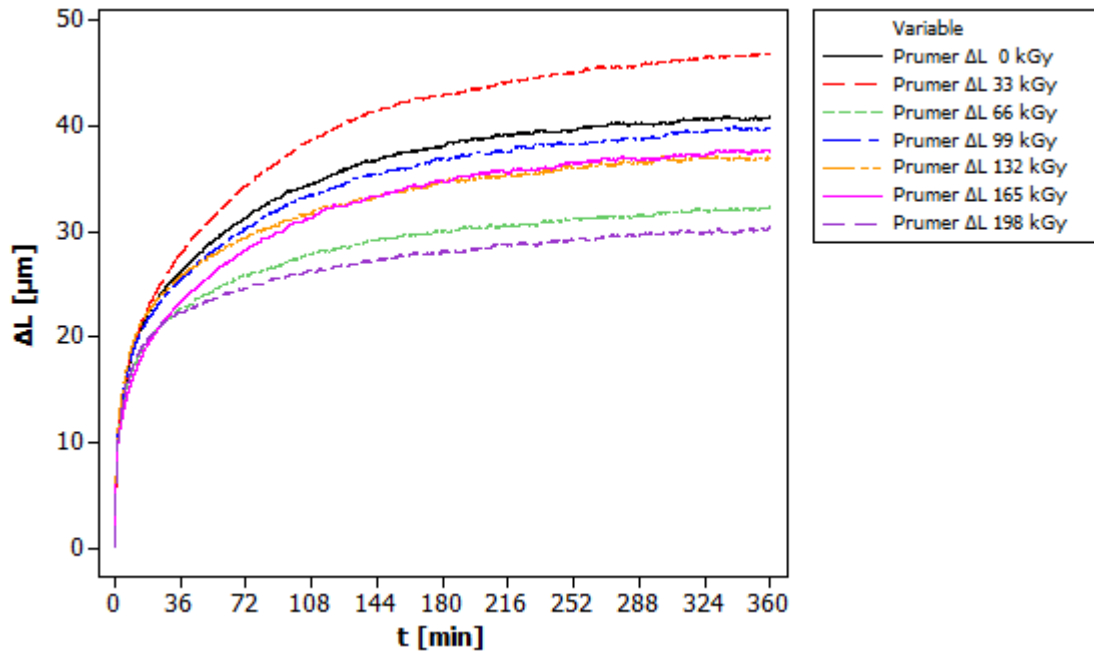
Hodnoty kríповého modulu v tahu na konci měření v 360. minutě byly vloženy do histogramu. Jak už byla popsána závislost kríповého modulu na prodloužení u Obr. 68, je zde na Obr. 69 zřetelněji vidět trend chování kopírující trend u prodloužení HDPE s opačným projevem (čím větší prodloužení, tím menší kríповý modul).



Obr. 69 Histogram kríповého modulu v tahu HDPE

9.2 Materiál LDPE

Na Obr. 70 stejně jako u HDPE lze pozorovat závislost dávky záření na prodloužení.



Obr. 70 Křivky prodloužení LDPE

Dle Obr. 70 lze vidět, že prodloužení u LDPE, v čase 360 minut se s dávkou záření liší. Konečné prodloužení se pohybuje od 30 do 46 μm . Podrobnější popis chování je uveden u histogramu v rámci poměrného prodloužení, viz popis Obr. 71. Ukázkový příklad pro výpočet poměrného prodloužení pro dávku 0 kGy LDPE je ve vzorci 9.

Vstupní veličiny:

$$L_o = 10 \text{ [mm]}$$

$$(\Delta L)_t = 40,85 \cdot 10^{-3} \text{ [mm]}$$

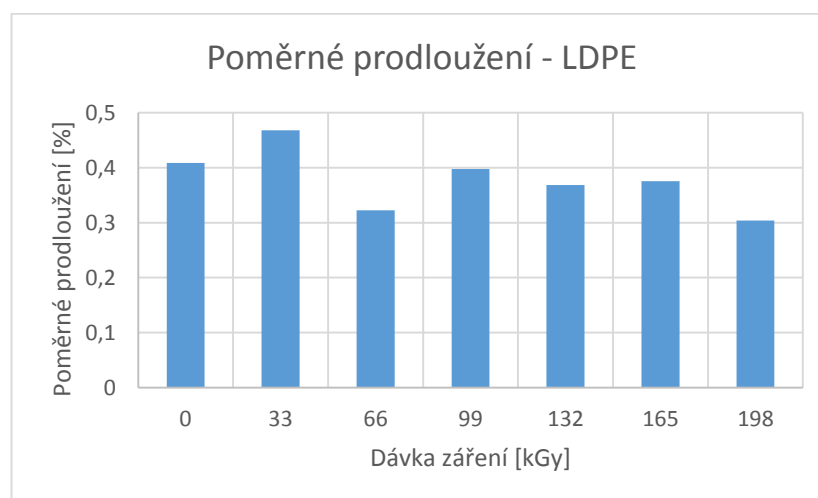
$$\varepsilon_t = \frac{(\Delta L)_t}{L_o} \cdot 100 = \frac{40,85}{10 \cdot 10^3} \cdot 100 \doteq 0,4085 \text{ [%]} \quad [23] \quad (9)$$

Stejně jako u HDPE byly pro lepší přehlednost koncové hodnoty prodloužení, tj. z 360. minuty měření vloženy do Tab. 6. Tyto hodnoty byly dále přepočítány na poměrné prodloužení a následně z nich byl udělán histogram, viz Obr. 71.

Tab. 6 Prodloužení LDPE v 360. minutě měření

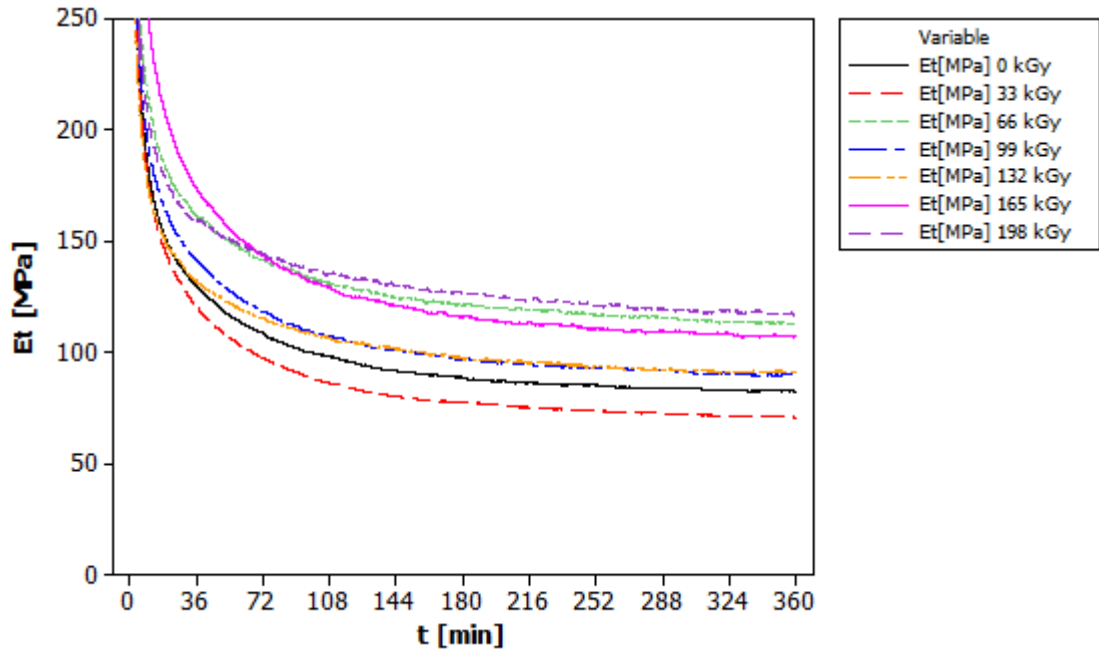
Dávka záření [kGy]	Prodloužení [μm]	Poměrné prodloužení [%]	Změna prodloužení [%]
0	40,8500	0,408500	100,0
33	46,7910	0,467910	114,5
66	32,2540	0,322540	79,0
99	39,7345	0,397345	97,3
132	36,8685	0,368685	90,3
165	37,5415	0,375415	91,9
198	30,3710	0,303710	74,3

Z histogramu LDPE na Obr. 71 můžeme říci, že kromě dávky 33 kGy vykazují ostatní dávky záření, zlepšení odolnosti proti krípu. Nejlépe je na tom vzorek 198 kGy, kdy poměrné prodloužení je téměř o 26 % menší než u neozářeného vzorku (0 kGy) LDPE. Naopak u dávky 33 kGy dochází k 14 % zhoršení (o 14 % se vzorek více prodlouží).



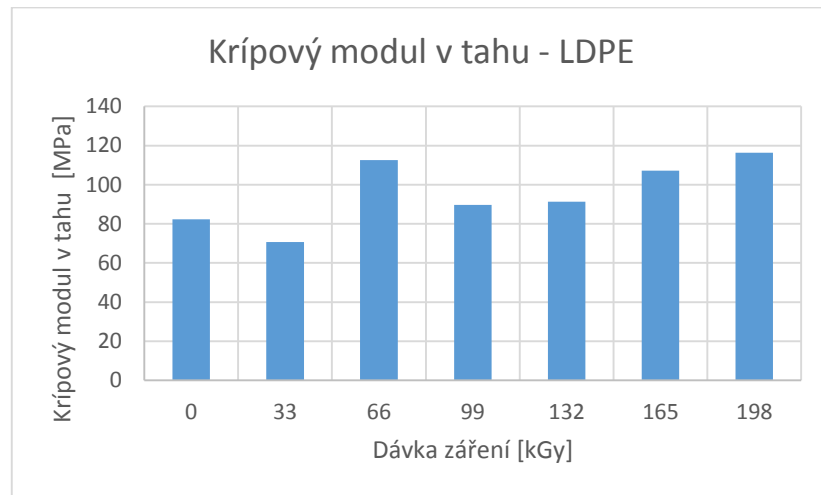
Obr. 71 Histogram poměrného prodloužení LDPE

Obr. 72 zobrazuje závislost kríповého modulu v tahu na čase. Trend křivky i její závislost na vstupních veličinách je stejná jako u popisu Obr. 68. Měřítka je zobrazeno pro hodnoty od 5. minuty měření.



Obr. 72 Křivky křipových modulů v tahu LDPE

Stejně jako u HDPE byly hodnoty křipového modulu v tahu na konci měření v 360. minutě byly vloženy do histogramu. Jak už byla popsána závislost křipového modulu na prodloužení u Obr. 68, je zde na Obr. 73 zřetelněji vidět trend chování kopírující trend u prodloužení LDPE s opačným projevem.



Obr. 73 Histogram křipového modulu v tahu LDPE

10 REGRESNÍ ANALÝZA

Regresní analýza je statistická technika pro vyšetřování a modelování vztahu mezi proměnnými. Aplikace regrese se vyskytuje téměř ve všech oblastech zahrnující strojírenství, fyzikální a chemické vědy, ekonomii, management, biologické a společenské vědy. [25]

Je to nástroj, pomocí kterého můžeme s velkou opatrností předpovídat chování materiálu v daném časovém období. Regrese znamená proložení grafu křivkou o určitém polynomickém stupni. V této práci byla provedena regrese křivkou třetího stupně, tato křivka spolu s rovnicíjevily nejvyšší spolehlivost (R-Sq). Pomocí získaných rovnic můžeme odhadovat prodloužení nebo kríkový modul ve zvoleném čase (t).

Z důvodu lepšího popisu sekundární části kríkové křivky, která představuje nejvýznamnější část zkoušky, byla z naměřených hodnot odstraněna primární část křivky (1 hodina).

Obecná rovnice kubické křivky neboli křivky polynomické třetího stupně, je:

$$y = a + b \cdot x + c \cdot x^2 + d \cdot x^3 \quad (10)$$

Parametry rovnice

- parametr: a – uvádí posun kubické křivky po ose y
- parametr: b, c, d – určuje tvar křivky

Popis parametrů

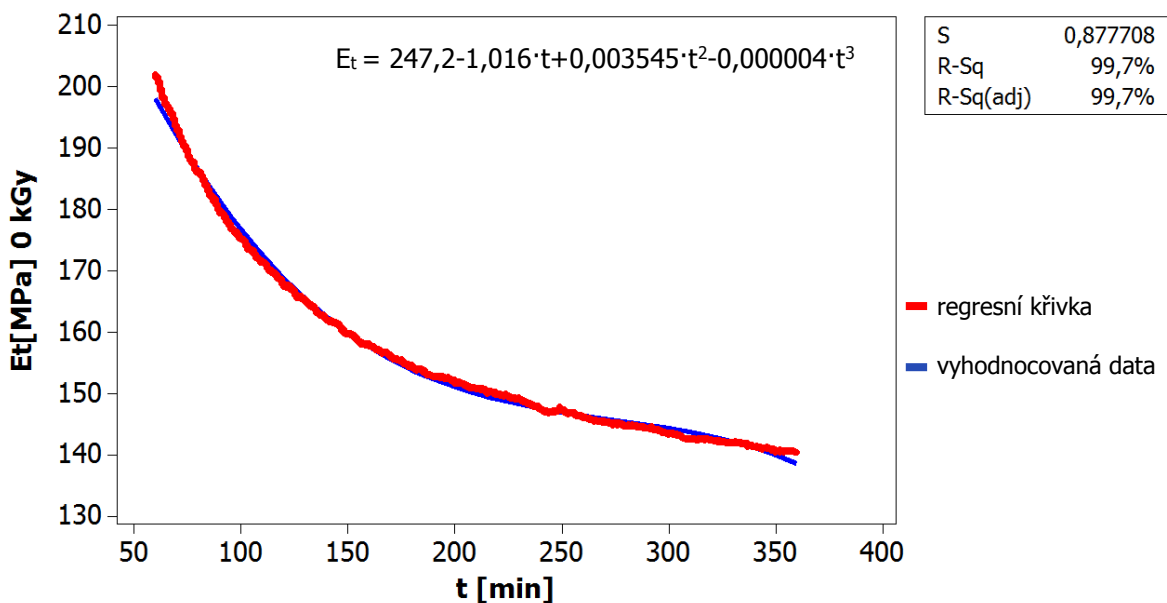
- parametr: a – absolutní člen
- parametr: b – lineární člen
- parametr: c – kvadratický člen
- parametr: d – kubický člen

Obecná rovnice upravena pro kríkový modul má tvar:

$$E_t = a - b \cdot t + c \cdot t^2 - d \cdot t^3 \quad (11)$$

10.1 Regresní křivka HDPE

Pro křípový modul v tahu byla pro vzorek 0 kGy HDPE provedena kubická regrese, viz Obr. 74.



Obr. 74 Kubická regrese – křípový modul v tahu HDPE 0kGy

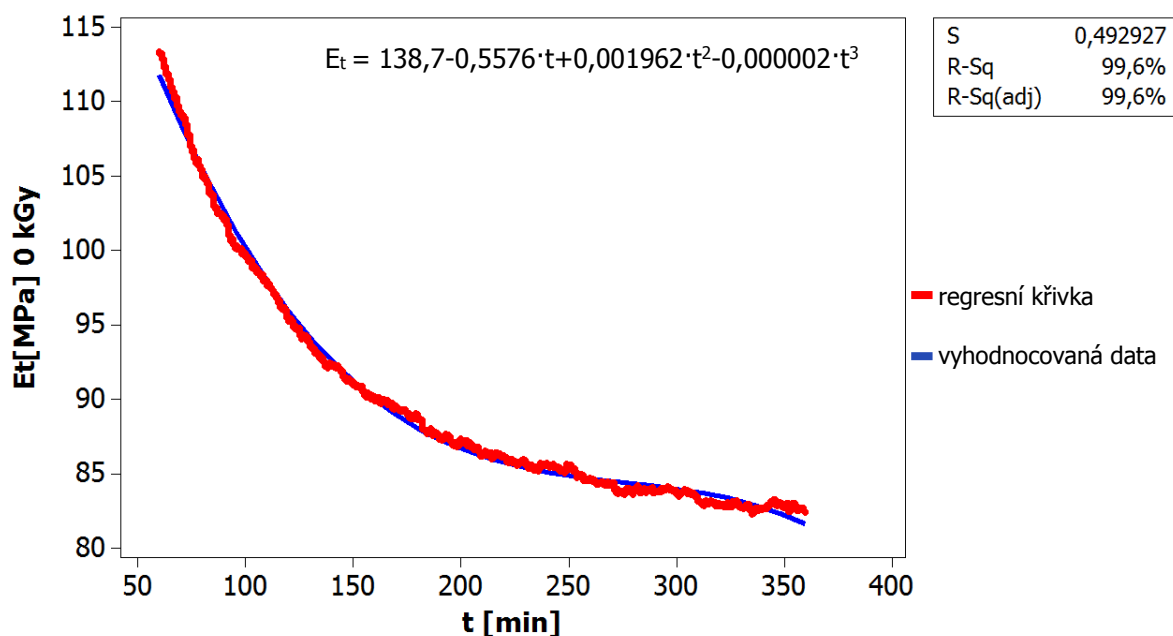
Na Obr. 74 můžeme vidět proložení křivkou 3. stupně. Tato regrese obsahuje 99,7 % všech hodnot z vyhodnocení. Tento typ regrese byl použit u všech dávek záření, výpis jednotlivých parametrů regresních rovnic můžeme vidět v Tab. 8.

Tab. 7 Parametry rovnice kubické regrese pro HDPE

Dávka záření [kGy]	1. Parametr rovnice (a) [-]	2. Parametr rovnice (b) [t]	3. Parametr rovnice (c) [t ²]	4. Parametr rovnice (d) [t ³]	Hodnota spolehlivosti (R-Sq) [%]
0	247,2	1,0160	0,003545	0,000004	99,7
33	225,1	0,9900	0,003486	0,000004	99,6
66	235,8	1,0950	0,003884	0,000005	99,5
99	306,3	0,9836	0,003294	0,000004	99,4
132	189,4	0,7897	0,002706	0,000003	99,5
165	196,5	0,9314	0,003581	0,000005	99,2
198	224,9	0,7957	0,002806	0,000004	99,7

10.2 Regresní křivka LDPE

Stejně jako pro HDPE byla i pro LDPE provedena kubická regrese. Na Obr. 75 lze vidět porovnání kubické křivky s křivkou vzniklé z naměřených dat LDPE 0 kGy.



Obr. 75 Kubická regrese – krípový modul v tahu LDPE 0kGy

I u LDPE byla použita kubická regrese u všech dávek záření, výpis jednotlivých parametrů regresních rovnic můžeme vidět v Tab. 9.

Tab. 8 Parametry rovnice kubické regrese pro LDPE

Dávka záření [kGy]	1. Parametr rovnice (a) [-]	2. Parametr rovnice (b) [t]	3. Parametr rovnice (c) [t ²]	4. Parametr rovnice (d) [t ³]	Hodnota spolehlivosti (R-Sq) [%]
0	138,7	0,5576	0,001962	0,000002	99,6
33	129,6	0,5958	0,002163	0,000003	99,4
66	171,4	0,5422	0,001880	0,000003	99,6
99	151,1	0,6014	0,002140	0,000003	99,6
132	138,5	0,4184	0,001329	0,000001	99,5
165	185,1	0,7633	0,002677	0,000003	99,5
198	166,6	0,3974	0,001205	0,000001	99,5

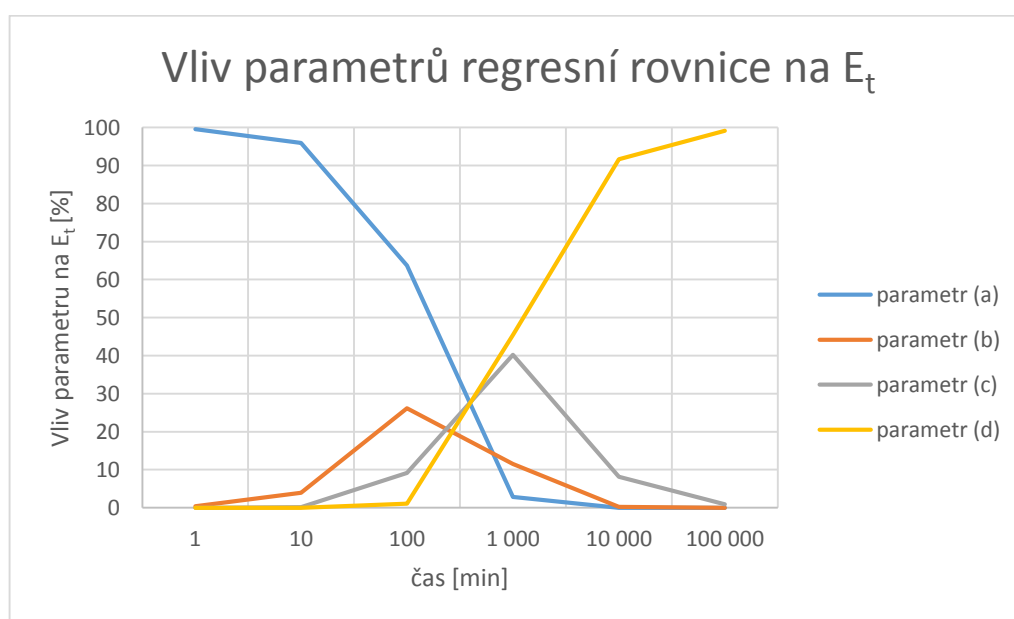
10.3 Vliv jednotlivých parametrů na průběh regresní křivky

Z výše uvedených tabulek Tab. 7, Tab. 8 lze vidět velikost parametrů rovnice regresních křivek, které mají konečný vliv na velikost kríповého modulu v tahu. Dle tabulek lze vidět, že velikost parametrů se zvyšujícím stupněm se zmenšují. Mohlo by se zdát, že parametry (c) a (d) jsou víceméně zanedbatelné, ale pozor se zvyšující se dobou predikce se právě tyto parametry stávají určující, viz Tab. 9, kde je pro dávku 0 kGy HDPE ukázka růstu jednotlivých parametrů v závislosti na čase.

Tab. 9 Velikost parametrů regresní rovnice v závislosti na čase (HDPE - 0 kGy)

HDPE 0 [kGy]	Zápis členů rovnice	Doba (t)					
		1 [min]	10 [min]	100 [min]	1 000 [min]	10 000 [min]	100 000 [min]
1. Parametr rovnice (a)	a	247,2	247,2	247,2	247,2	247,2	247,2
2. Parametr rovnice (b)	b·t	1,016	10,16	101,6	1 016	10 160	101 600
3. Parametr rovnice (c)	c·t ²	0,003545	0,3545	35,45	3545	354 500	35 450 000
4. Parametr rovnice (d)	d·t ³	0,000004	0,0004	4	4 000	4 000 000	4 000 000 000

Hodnoty z Tab. 9 byly vykresleny do následující grafu, Obr. 76, který zobrazuje procentuální vliv jednotlivých parametrů na výslednou velikost kríповého modulu v tahu.



Obr. 76 Procentuální vliv parametrů regresní rovnice na velikost E_t

11 ZÁVĚR

Cílem této diplomové práce bylo zjistit možnosti hodnocení kríповých parametrů na DMA. K měření byly použity radiačně ozářené vzorky HDPE a LDPE, kde byl vyhodnocen vliv dávky záření na kríповé vlastnosti. Měření prodloužení probíhalo na sofistikovaném zařízení DMA (Mettler – Toledo DMA 1), které disponuje mnoha variantami měření. Kvůli omezeným možnostem měření kríповých parametrů z hlediska rozsahu měření bylo zapotřebí si nejprve navrhnout vhodnou měřicí metodu, ta byla následně používána za dosažením opakovatelnosti měření. V této měřicí metodě byly nastaveny tyto hodnoty: předzatížení (0,05 N), doba předzatížení (30 s), zatížení (7 N), doba zatížení (360 min) a teplota vzorku (22 °C). Naměřená data byla přenesena do programu, který je součástí dodávky DMA zařízení. Tento program umožňuje vykreslení naměřených dat do grafu v závislosti měřené veličině na čase, další možnosti však z hlediska statistického nebo materiálového vyhodnocení nenabízí, proto pro další statistické zpracování byl použit program Minitab 15. V tomto programu byla data vložena do grafů, ve kterých lze zřetelně pozorovat účinky radiačního záření na kríповém chování.

U materiálu HDPE vykazuje největší vliv dávka záření 99 kGy, kdy je dosaženo 26 % zlepšení odolnosti proti krípu oproti neozářenému vzorku (0 kGy). Naopak u ostatních dávek se vlastnosti mírně zhoršily. Nejhuře dopadla dávka 132 kGy, kde došlo přibližně o 29 % k většímu prodloužení než u neozářeného vzorku.

Materiál LDPE vykazuje po radiačním záření také změnu v kríповém chování. Největší zlepšení dochází při dávce 66 kGy (o 21 %), zhoršení vykazuje dávka 33 kGy, kdy došlo k nárůstu prodloužení o 14,5 % oproti neozářenému vzorku. U ostatních dávek záření v materiálu LDPE s porovnáním HDPE se oproti neozářenému vzorku mírně zlepšily vlastnosti (menší prodloužení).

Na závěr byly provedeny regresní analýzy, i zde má Minitab možnosti výběru oproti programu dodávanému spolu s DMA zařízením, které nenabízí žádné. Díky nabídce proložení křivkou prvního až třetího polynomického stupně, byla možnost volby regrese s nejvyšším stupněm spolehlivosti. Při prokládání jednotlivými regresními křivkami se jako nejlepší jevila regrese kubická, což je regrese třetího polynomického stupně. U všech dávek materiálu HDPE i LDPE vykazoval stupeň spolehlivosti přes 99 %.

Z těchto regresí byly získány rovnice s koeficienty jednotlivých parametrů. Bylo zjištěno, že při dosazování doby měření má do 100 minut vliv především parametr (a), mezi 100 až 1000

minutami tento vliv přechází na parametry (b), (c), (d). Od 10 000 minut už určuje velikost kríповého modulu především parametr (d) a ostatní se stávají zanedbatelnými. Z toho vyplývá, že se zvyšující mocninou velmi rychle rostou i hodnoty velikosti jednotlivých členů rovnice. Pro predikce v delším časovém období je rozhodující parametr (d), který by měl být s přesností na velký počet desetinných míst.

Při vyhodnocování těchto výsledků se ukázalo, že program dodávaný spolu s DMA zařízením je vhodný spíše na nastavení vstupních parametrů a na základní zhodnocení měřených dat. Možnosti hodnocení kríповých parametrů v dodávaném programu pro DMA zařízení jsou tedy omezené a pro statistické vyhodnocení je lepší použít program na to zaměřený.

Dle vyhodnocených výsledků můžeme usoudit, že dávky záření mají proměnlivý vliv na kríповé chování u materiálu HDPE a LDPE při pokojové teplotě. Nelze říci, že s vzrůstající dávkou záření se přímo úměrně zlepšují nebo zhoršují vlastnosti. Nicméně LDPE by mohl být jeden z materiálů, který by mohl nahradit dražší, odolnější polymery. Nebo při použití LDPE polymeru jako obalového materiálu by se mohlo uspořit množství materiálu, např. menší tloušťka stěny obalu. Avšak je potřeba zvážit kompromis mezi cenou dávky záření a požadovanou výslednou vlastností.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] BĚHÁLEK, Luboš. *Polymery* [online]. 2015 [cit. 2015-11-02]. ISBN 978-80-88058-68-7. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/Impresum.html>
- [2] LENFELD, Petr. *Technologie II: Plasty a jejich zpracovatelské vlastnosti* [online]. [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce_plasty/01.htm
- [3] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2006, 278 s. ISBN 80-708-0617-6
- [4] *Polymerní materiály* [online]. [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/download/Polymery_2010.pdf
- [5] JANČÁŘ, Josef a Eva NEZBEDOVÁ. *Zkoušení plastů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2007, 1 CD-ROM. ISBN 978-80-214-3452-3.
- [6] *Příprava zkušebních těles a kondicionování* [online]. [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM_08.pdf
- [7] *Statické zkoušky dlouhodobé* [online]. [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM_10.pdf
- [8] DVOŘÁK, Zdeněk. *Zpracovatelské procesy gumárenské* [online]. Zlín, 2013 [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: <http://www.utb.cz/file/41195/>
- [9] *Vědci pro průmysl a praxi* [online]. [cit. 2015-11-20]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/kucerik-3>
- [10] *What Are polymers: Polymers* [online]. [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: <http://sunfh.tripod.com/chem2.htm>
- [11] VLACH, Bohumil a Rudolf FORET. *Mechanické vlastnosti pevných látek* [online]. [cit. 2015-11-02]. Dostupné z: http://www.sci.muni.cz/chemsekcce/c8870/pdf/Uloha12_mechan_vl.pdf
- [12] POLANSKÝ, Radek. Viskoelastické chování reaktoplastických kompozitních materiálů při mechanickém zatížení. *Elektrorevue* [online]. Fakulta elektrochemická, ZČU v Plzni, 2010, (5): 7 [cit. 2015-11-26]. ISSN 1213-1539. Dostupné z: <http://www.elektrorevue.cz/cz/download/viskoelasticke-chovani-reaktoplasticky-kompozitnich-materialu-pri-mechanicke-zatizeni/>.
- [13] HENDL, Jan. *Přehled statistických metod: analýza a metaanalýza dat*. 4., rozš. vyd. Praha: Portál, 2012, 734 s. ISBN 978-80-262-0200-4.
- [14] *Viskoelastická polymerů I – relaxace napětí* [online]. [cit. 2015-11-27]. Dostupné z: http://ufmi.ft.utb.cz/texty/fyzika_pol/FP2_lab_03.pdf

- [15] *Dynamická mechanická analýza* [online]. 2015 [cit. 2015-11-27]. Dostupné z: http://cs.mt.com/dam/MT-CZ/Brochures/LAB/30129289_V10.12_DMA1_Brochure_cz.pdf
- [16] PECH, Jaroslav. *Výroba plastů*. Vyd. 1. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1977, 164 s.
- [17] AUSPERGER, Aleš. *Technologie zpracování plastů* [online]. 2015 [cit. 2015-12-02]. ISBN 978-80-88058-77-9. Dostupné z: <https://publi.cz/books/183/Impresum.html>
- [18] *BGS: Beta-Gamma-Service GmbH* [online]. [cit. 2016-01-31]. Dostupné z: <http://de.bgs.eu>
- [19] BEDÁŇNOVÁ, Iveta a Vladimír VEČEREK. *Základy statistiky* [online]. Brno, 2007, 130 s. [cit. 2016-01-04]. Dostupné z: <http://cit.vfu.cz/statpotr/POTR/Skripta.pdf>
- [20] *Operating Instructions: Thermal Analysis Excellence DMA 1*. Mettler Toledo, 164 s.
- [21] *Petroleum.cz* [online]. [cit. 2016-02-24]. Dostupné z: <http://www.petroleum.cz/index.aspx>
- [22] *DOW: Polyethylene* [online]. [cit. 2016-02-24]. Dostupné z: <http://www.dow.com/polyethylene/eu/en/prod/>
- [23] ČSN EN ISO 899-1. *Plasty - Stanovení krípevého chování - Část 1: Kríp v tahu*. Praha: Český normalizační institut, 2004.
- [24] GUEDES, Rui Miranda. *Creep and fatigue in polymer matrix composites*. Philadelphia, PA: Woodhead Publishing, 2011, xv, 584 s. Woodhead Publishing in materials. ISBN 18-456-9656-5.
- [25] MONTGOMERY, MONTGOMERY, Douglas C, Elizabeth A PECK a G VINING. *Introduction to linear regression analysis*. 5th ed. Hoboken, NJ: Wiley, 2012, xvi, 645 s. Woodhead Publishing in materials. ISBN 978-047-0542-811.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

ΔL	Prodloužení	[mm]
ε_t	Poměrné prodloužení při krípu v tahu	[-], [%]
σ	Normálové napětí	[MPa]
σ_C	Mez únavy	[-]
\bar{x}	Odhad aritmetického průměru	[-]
x_i	Hodnota indexu i	[-]
A	Počáteční průřez tělesa	[mm ²]
E'	Modul elasticity (reálná část)	[MPa]
E''	Ztrátový modul (imaginární část)	[MPa]
E _t	Krípový modul v tahu	[MPa]
F	Zatěžující síla	[N]
F _m	Přídavné zatížení	[N]
h	Hloubka vtlačení indentoru	[mm]
H	Tvrdost – metoda vtlačování kuličky	[-]
HR	Tvrdost – metoda Rockwell	[-]
L	Vzdálenost podpěr	[mm]
L ₀	Počáteční měřená délka tělesa	[mm]
(ΔL) _t	Prodloužení v čase	[mm]
Me	Medián	[-]
N	Počet cyklů	[-]
n	Počet hodnot	[-]
R	Variační rozpětí	[-]
R-Sq	Hodnota spolehlivosti	[%]
s	Směrodatná odchylka	[-]
s ²	Rozptyl	[-]
t	Doba zatěžování	[min]
T _f	Teplota viskózního toku	[°C]
T _m	Teplota tání	[°C]
x _{max}	Maximální hodnota	[-]
x _{min}	Minimální hodnota	[-]

Polymerní materiály:

HDPE	Vysokohustotní polyethylen
LDPE	Nízkohustotní polyethylen
PS	Polystyren
ABS	Akrylonitrilbutadienstyren
PMMA	Polymethylmethakrylát
PC	Polykarbonát
PE	Polyethylen
PP	Polypropylen
PA	Polyamid
PA-6	Polyamid 6
PA-66	Polyamid 66
POM	Polyoxymethylen
PVC	Polyvinylchlorid
PEEK	Polyetheretherketon
PSU	Polysulfon
PTFE	Polytetrafluorethylen

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Schéma makromolekuly [1].....	12
Obr. 2 Lineární struktura [10].....	13
Obr. 3 Rozvětvená struktura [10]	13
Obr. 4 Zesíťovaná struktura [10]	14
Obr. 5 Amorfni struktura [1].....	14
Obr. 6 Semikrystalická struktura [1].....	15
Obr. 7 Rozdělení polymerů dle teplotního chování	15
Obr. 8 Rozdělení polymerů dle aplikace [1].....	17
Obr. 9 Schéma radiačního síťování PE elektronovým zářením [18]	18
Obr. 10 Schéma univerzálního zkušebního stroje [11].....	21
Obr. 11 Tvar zkušební tělesa pro materiál z termoplastu nebo reaktoplastu [5]	21
Obr. 12 Tvar zkušební tělesa z kaučuku [8]	22
Obr. 13 Deformační křivka pro semikrystalické polymery [1]	22
Obr. 14 Typické deformační křivky polymerů v tahu [1].....	23
Obr. 15 Standardizované vzorky pro tlakovou zkoušku.....	24
Obr. 16 Protivzpěrný upínací přípravek pro tenké vzorky pro tlakovou zkoušku.....	24
Obr. 17 Typické deformační křivky polymerů v tlaku [1]	25
Obr. 18 a) třibodový ohyb; b) čtyřbodový ohyb [1]	25
Obr. 19 Metoda vtláčování kuličky	27
Obr. 20 Metoda Rockwell.....	27
Obr. 21 Tvrdoměr Shore [1]	28
Obr. 22 Prodloužení zkušební tělesa v závislosti na rychlosti zatěžování [1].....	29
Obr. 23 Schéma sestavení isochronních křivek (b) z křivek krípkových (a) [1]	30
Obr. 24 Křivka porušení materiálu tečením pro tuhé plasty [5]	31
Obr. 25 Křivka porušení materiálu tečením pro měkké plasty [5]	31
Obr. 26 Uchycení vzorku při metodě Charpy [5]	33
Obr. 27 Metoda Izod [5]	34
Obr. 28 Zařízení pro zkoušku rázem v tahu [5]	34
Obr. 29 Zkouška padajícího závaží [5]	35
Obr. 30 Schéma časové závislosti cyklického namáhání [1].....	36
Obr. 31 Obecná Wöhlerova křivka pro ocel a polymer [1]	36
Obr. 32 TA Instruments RSA-G2 s geometrií pro tři bodový ohyb [9].....	37

Obr. 33 Deformační módy [15]	38
Obr. 34 DMA tříložkového kompozitního izolačního materiálu [12]	38
Obr. 35 Obecný průběh napětí σ a deformace ε pro viskoelastický materiál [12]	39
Obr. 36 Základní a statistický soubor	40
Obr. 37 Bodový graf [13]	44
Obr. 38 Histogram četností [13]	44
Obr. 39 Histogram proložený Gaussovskou křivkou [13]	45
Obr. 40 Konstrukce box plotu [13]	45
Obr. 41 Příklad box plotu [13]	46
Obr. 42 Zkušební vzorek HDPE, LDPE	49
Obr. 43 Molekulární struktura HDPE	49
Obr. 44 Molekulární struktura LDPE	50
Obr. 45 ARBURG 170U Allrounder	51
Obr. 46 Radiační ozařování vzorků [18]	52
Obr. 47 Mettler Toledo DMA 1	53
Obr. 48 Schéma držáku vzorku pro měření napětí [20]	54
Obr. 49 Montáž čelistí	55
Obr. 50 Uchycení vzorku	55
Obr. 51 Schéma měření napětí [20]	56
Obr. 52 Vzorek upnutý v měřicí hlavě Mettler Toledo DMA 1	56
Obr. 53 Nastavení předzatížení	57
Obr. 54 Nastavení průběhu kríповé zkoušky	57
Obr. 55 Průběh metody	58
Obr. 56 Nastavení experimentu	59
Obr. 57 Měření krípu na DMA	59
Obr. 58 Výsledná kríповá křivka v programu STAR ^e Evaluation Software	60
Obr. 59 Hodnoty přenesené do programu Minitab 15	61
Obr. 60 Volba grafu	61
Obr. 61 Prodloužení HDPE (0 kGy)	62
Obr. 62 Prodloužení LDPE (0 kGy)	62
Obr. 63 Kríповý modul v tahu HDPE (0 kGy)	63
Obr. 64 Kríповý modul v tahu HDPE (0 kGy) od 5. minuty měření	64
Obr. 65 Kríповý modul v tahu LDPE (0 kGy) od 5. minuty měření	64

Obr. 66 Křivky prodloužení HDPE	65
Obr. 67 Histogram poměrného prodloužení HDPE	66
Obr. 68 Křivky kríkových modulů v tahu HDPE	67
Obr. 69 Histogram kríkového modulu v tahu HDPE.....	67
Obr. 70 Křivky prodloužení LDPE	68
Obr. 71 Histogram poměrného prodloužení LDPE	69
Obr. 72 Křivky kríkových modulů v tahu LDPE.....	70
Obr. 73 Histogram kríkového modulu v tahu LDPE	70
Obr. 74 Kubická regrese – kríkový modul v tahu HDPE 0kGy	72
Obr. 75 Kubická regrese – kríkový modul v tahu LDPE 0kGy.....	73
Obr. 76 Procentuální vliv parametrů regresní rovnice na velikost E_t	74

SEZNAM TABULEK

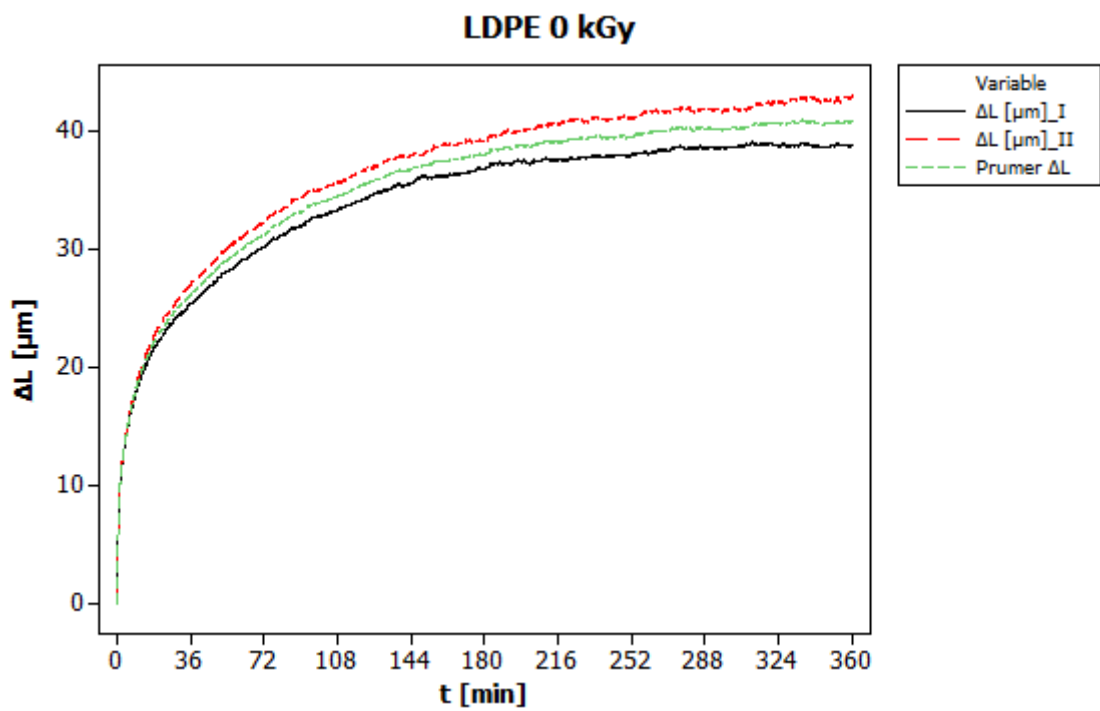
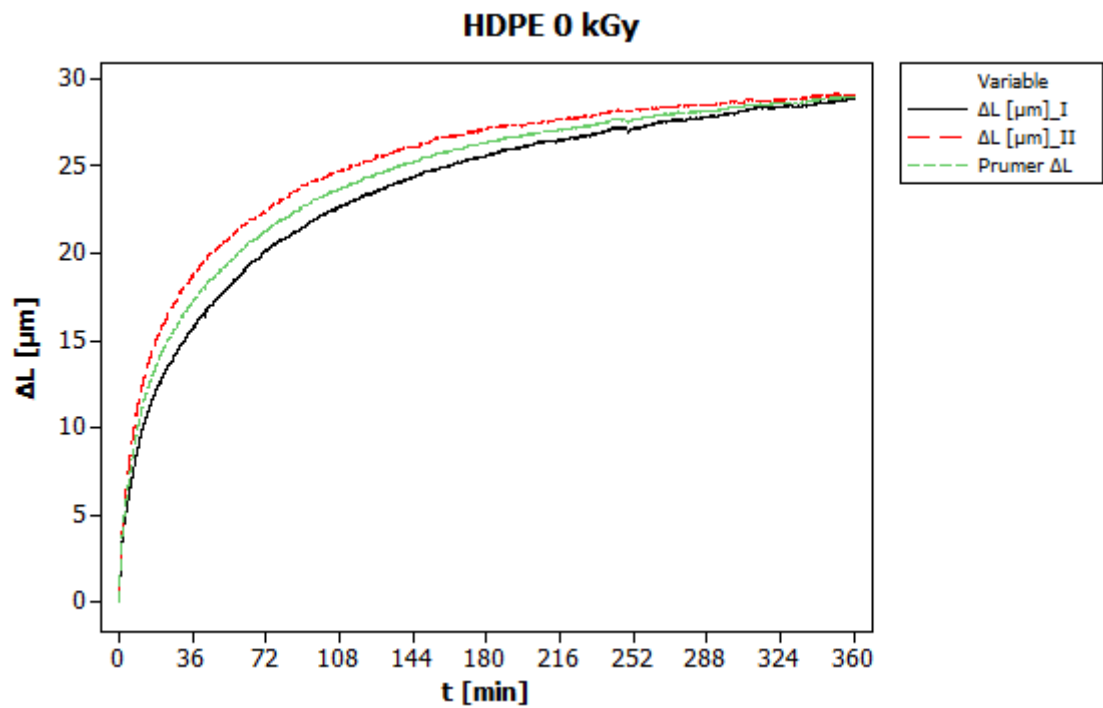
Tab. 1 Podle geografického rozdělení se používají tři zkušební klimata	20
Tab. 2 Vlastnosti HDPE, LDPE [22]	50
Tab. 3 Technické parametry stroje ARBURG 170 U Allrounder	51
Tab. 4 Procesní parametry vstřikování	52
Tab. 5 Prodloužení HDPE v 360. minutě měření	66
Tab. 6 Prodloužení LDPE v 360. minutě měření.....	69
Tab. 7 Parametry rovnice kubické regrese pro HDPE	72
Tab. 8 Parametry rovnice kubické regrese pro LDPE	73
Tab. 9 Velikost parametrů regresní rovnice v závislosti na čase (HDPE - 0 kGy)	74

SEZNAM PŘÍLOH

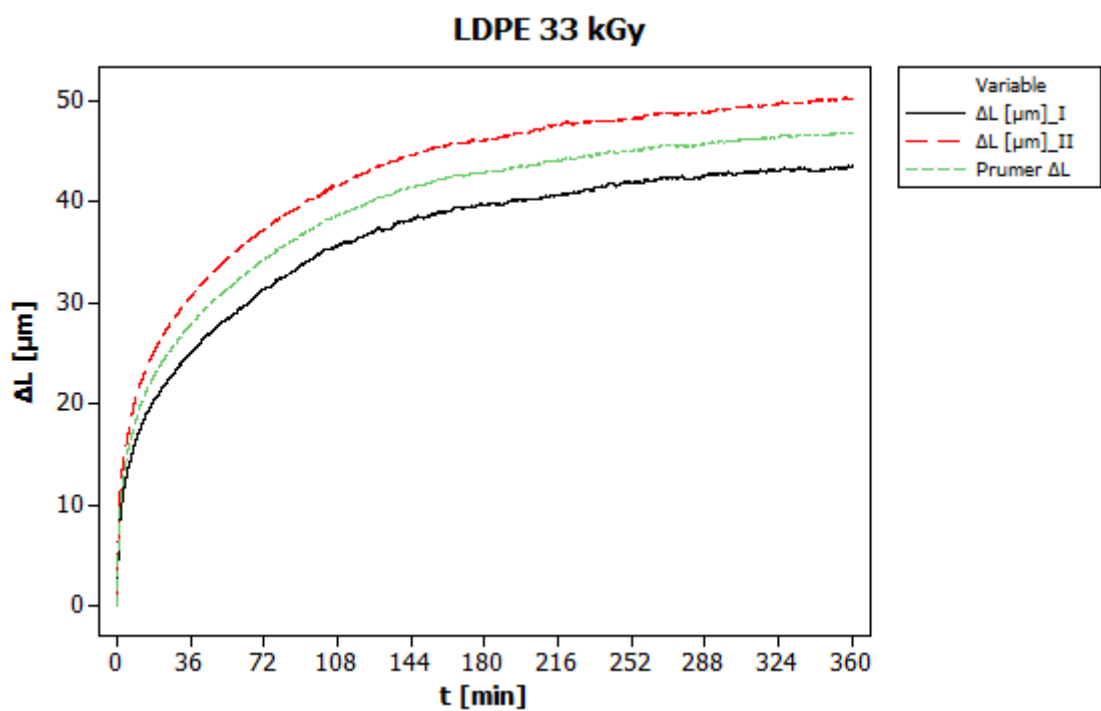
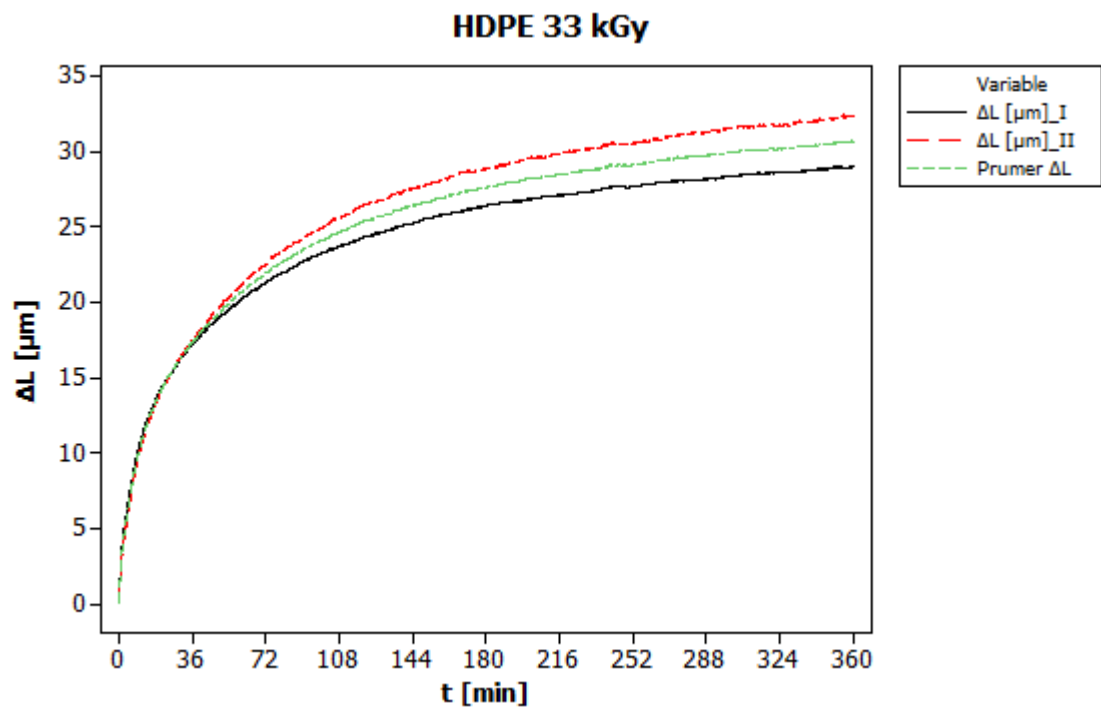
Seznam obrazové přílohy:

P I	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 0 KGY
P II	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 33 KGY
P III	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 66 KGY
P IV	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 99 KGY
P V	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 132 KGY
P VI	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 165 KGY
P VII	KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 198 KGY
P VIII	METTLER TOLEDO DMA 1

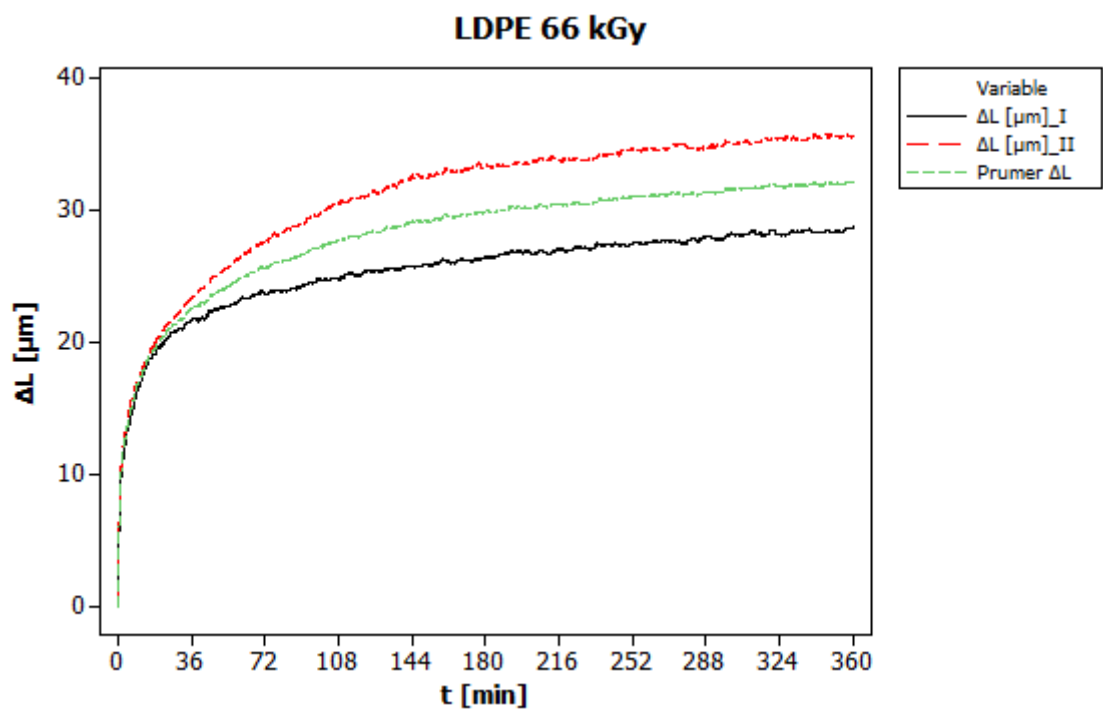
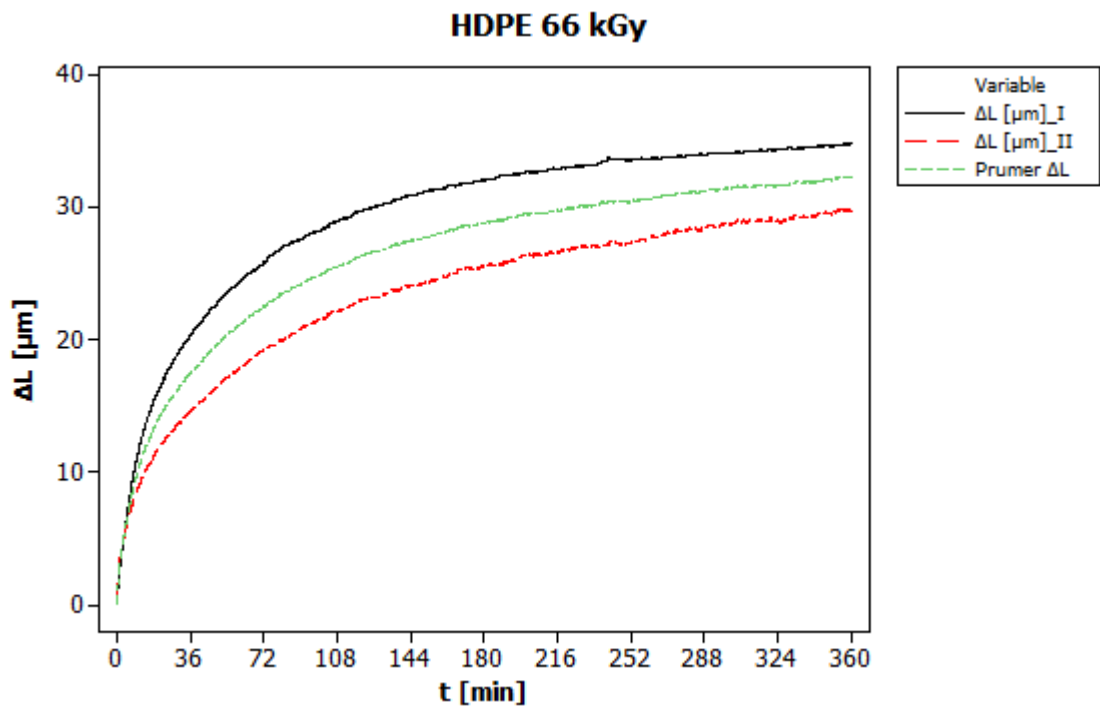
PŘÍLOHA P I: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 0 KGy



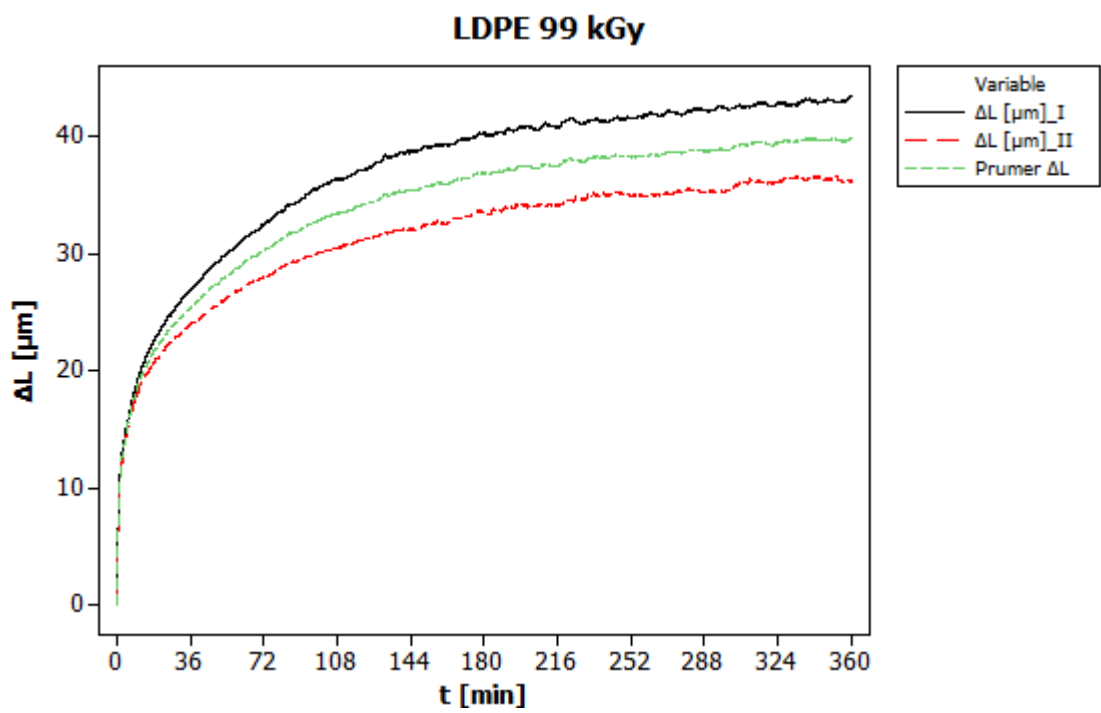
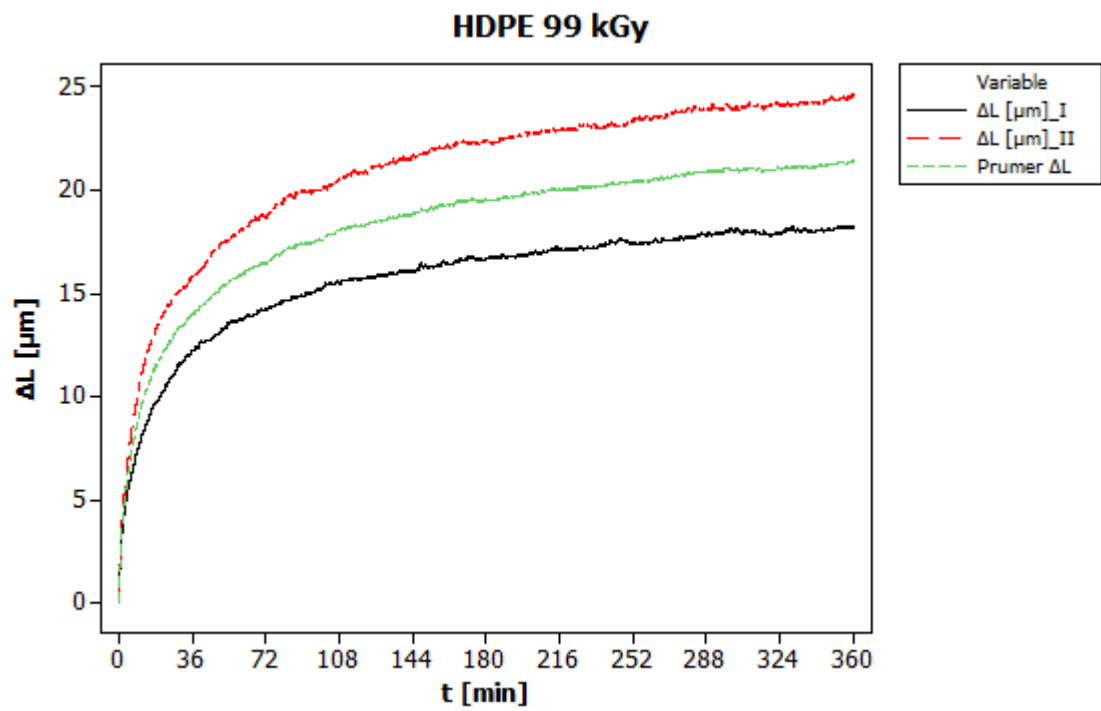
PŘÍLOHA P II: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 33 KGy



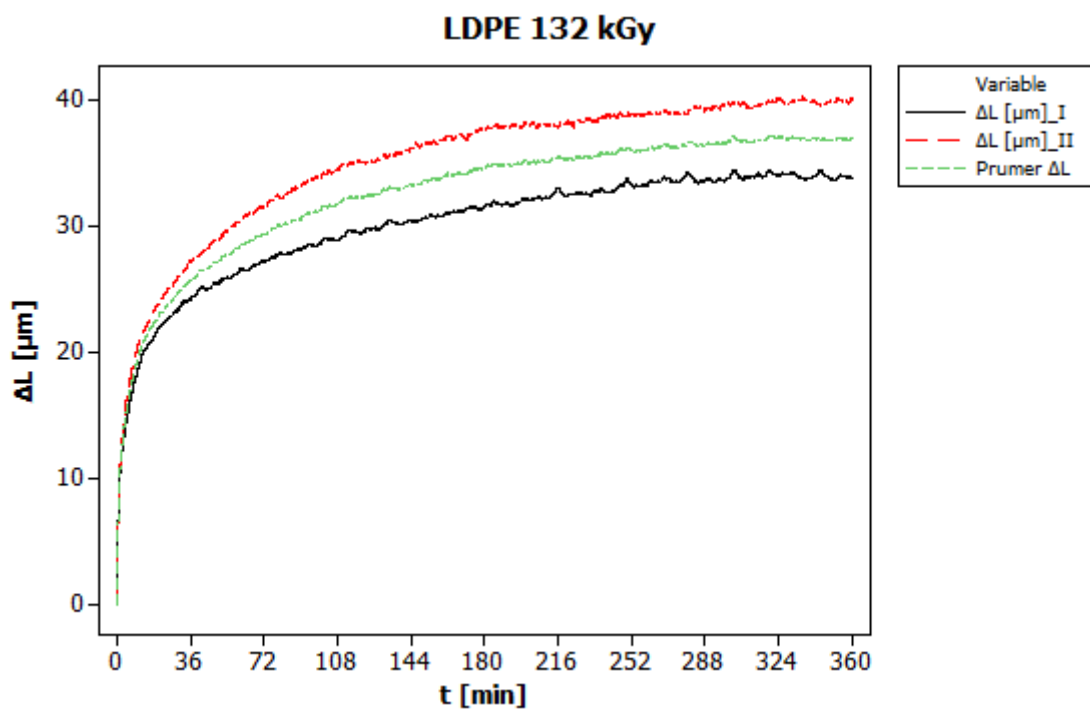
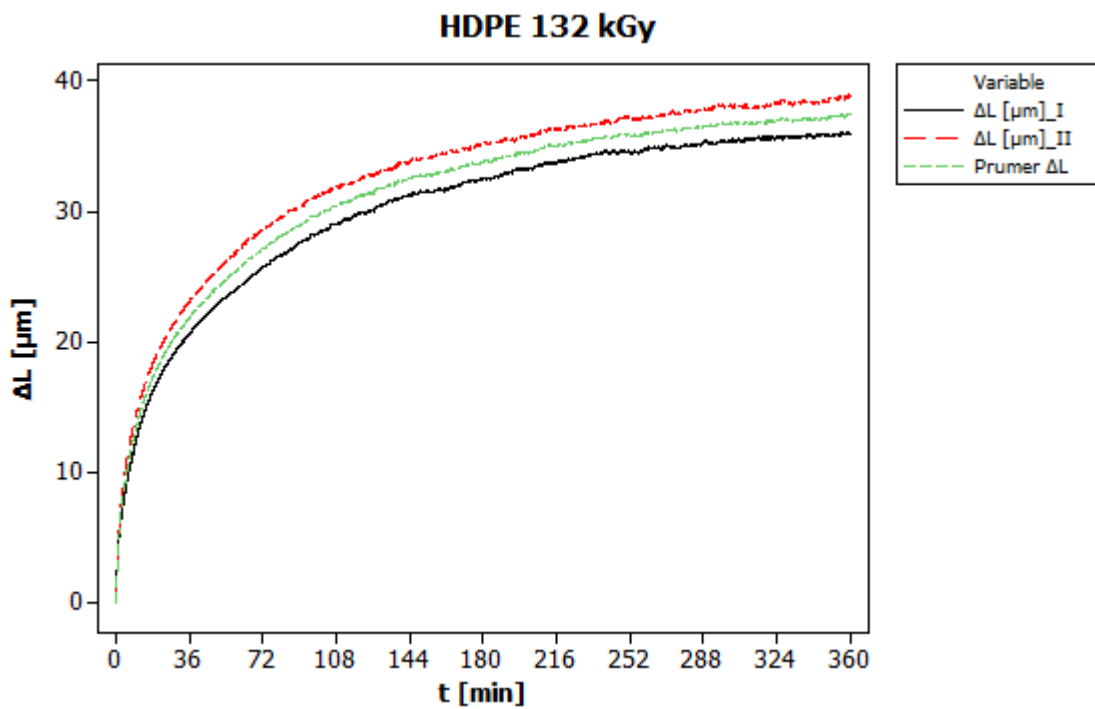
PŘÍLOHA P III: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 66 KGy



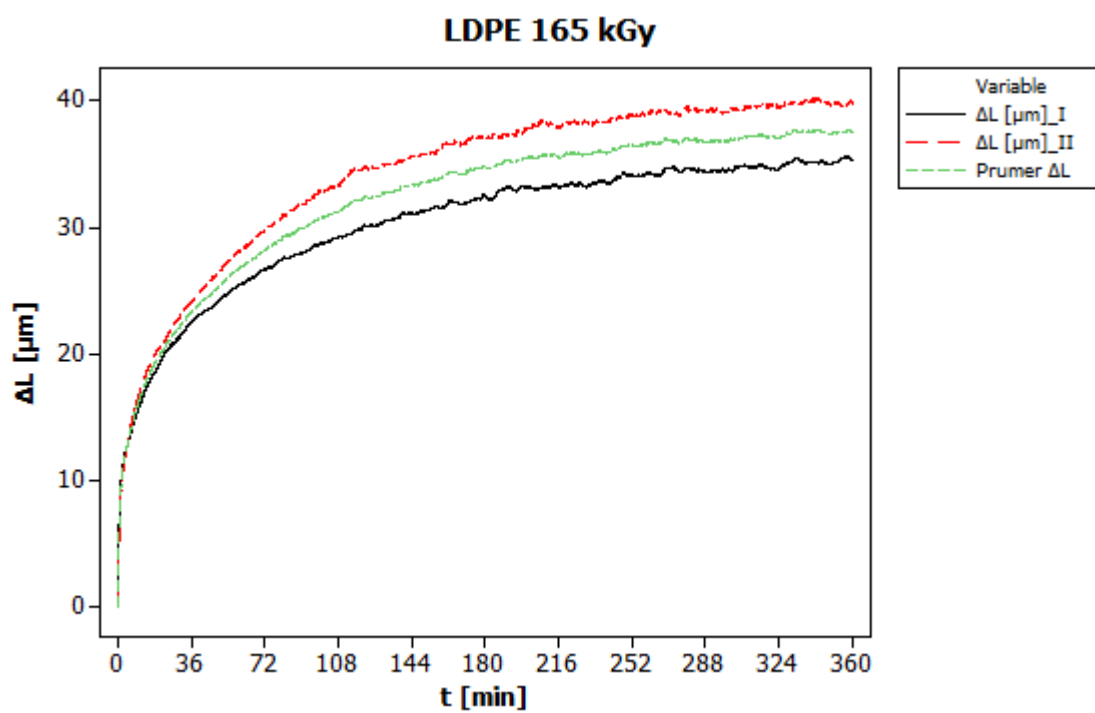
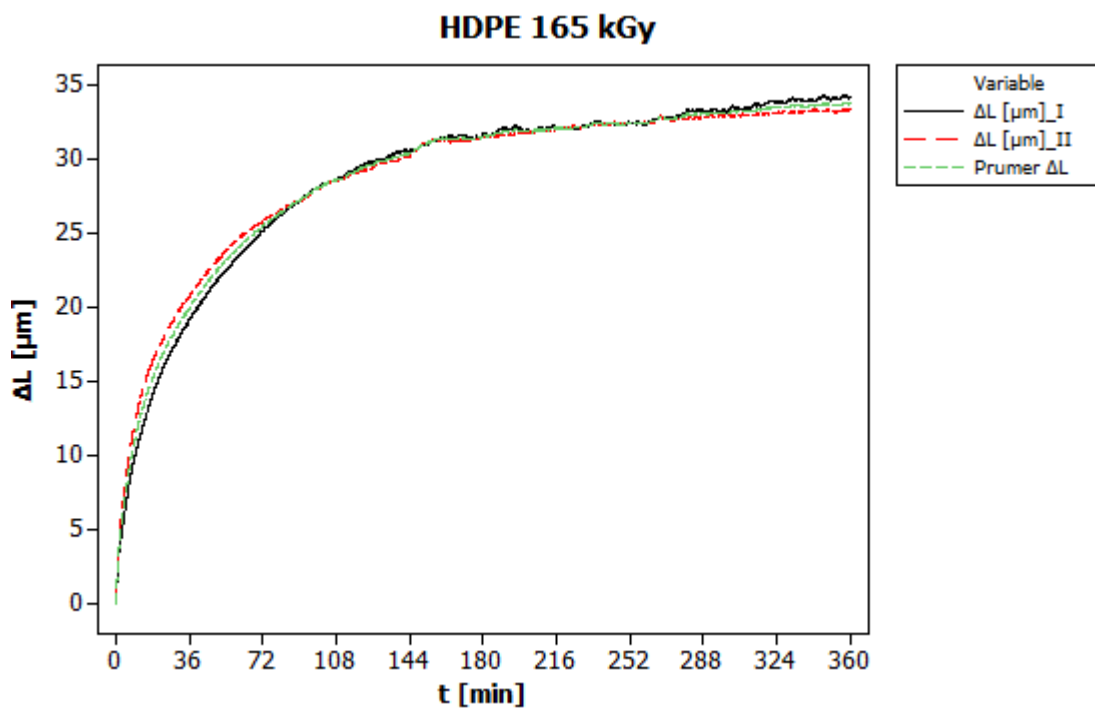
PŘÍLOHA P IV: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 99 KGy



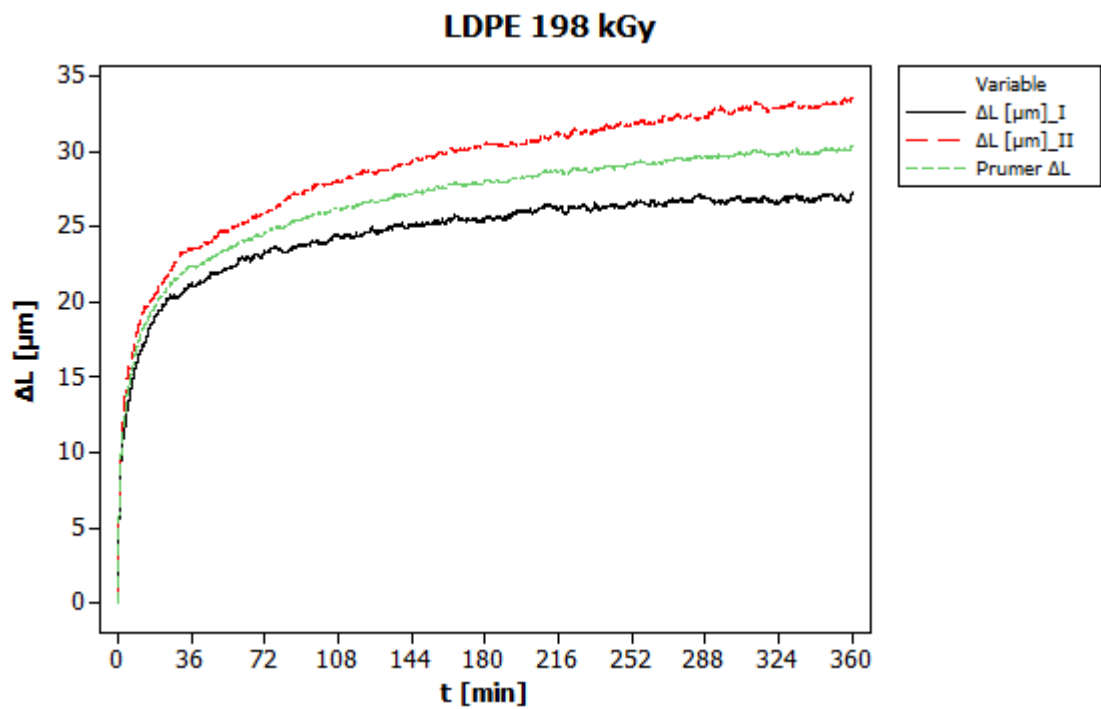
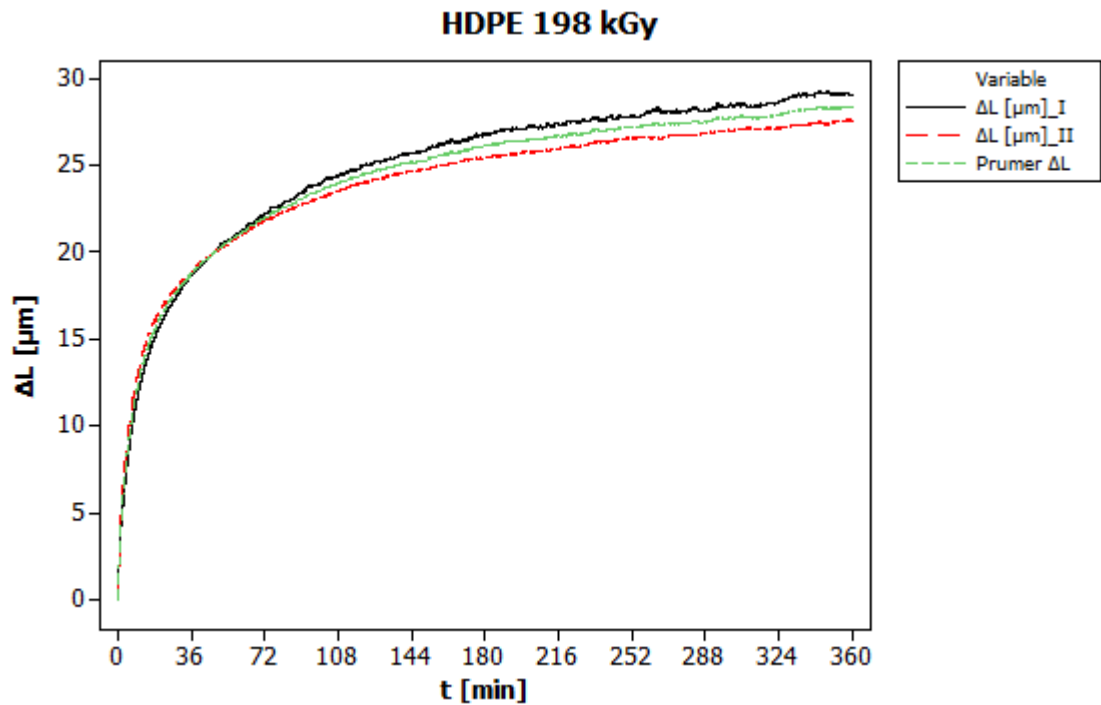
PŘÍLOHA P V: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 132 KGy



PŘÍLOHA P VI: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 165 KGy



PŘÍLOHA P VII: KŘIVKY PRODLOUŽENÍ HDPE A LDPE PRO DÁVKU 198 KGy



PŘÍLOHA P VIII: METTLER TOLEDO DMA 1

Technické parametry		
Teplota	Teplotní rozsah	-190 °C až 600 °C
	Technické rozlišení	0,1 °C
	Teplotní přesnost	0,75 °C
	Rychlost ohřevu	0,1 °C/min až 20 °C/min
	Rychlost ochlazení	0,1 °C/min až 30 °C/min
Síla	Rozsah síly	± 0,001 N až ± 10 N
	Technické rozlišení	0,25 mN
	Citlivost	1 mN
Posun	Rozsah posunu	± 1 mm
	Technické rozlišení	2 nm
	Citlivost	30 nm
Tuhost	Rozsah tuhosti	50 N/m až 10 ⁵ N/m
	Přesnost	0,5 %
Frekvence	Frekvenční rozsah	0,001 Hz až 300 Hz
	Technické rozlišení	0,0001 Hz
	Přesnost	0,001 Hz
	Frekvenční módy	Logaritmický nebo lineární sken Multi-frekvenční (postupný)
Modul nastavení vlhkosti	Teplotní rozsah	5 °C až 85 °C
	Rozsah vlhkosti	5% RH až 85 % RH
	Maximální délka vzorku	55 mm