

Měření tvrdosti polymerů

Pavel Berčík

Bakalářská práce
2012

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2011/2012

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Pavel BERČÍK**
Osobní číslo: **T080128**
Studijní program: **B 3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**

Téma práce: **Měření tvrdosti polymerů**

Zásady pro vypracování:

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

Rozsah bakalářské práce:
Rozsah příloh:
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**
Seznam odborné literatury:
Dle doporučení vedoucího BP

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. David Mañas, Ph.D.**
Ústav výrobního inženýrství
Datum zadání bakalářské práce: **13. února 2012**
Termín odevzdání bakalářské práce: **25. května 2012**

Ve Zlíně dne 10. února 2012


doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan




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

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 2 a 3 mohu užit své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 28. 5. 2012



.....

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ABSTRAKT

Má bakalářská práce si klade za cíl seznámit čtenáře s problémem měření tvrdosti různých druhů polymerů. V úvodní teoretické části se zabývá jednotlivými druhy měření tvrdosti, a to podle Brinella, Rockvella, Vickerse a Shoreho. Praktická část sestává ze série měření tvrdosti různých druhů plastů a jejího grafického znázornění a vyhodnocení.

Klíčová slova: tvrdost polymerů, zkouška podle Brinella, Rockvella, Vickerse a Shoreho

ABSTRACT

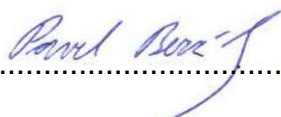
My bachelor thesis is intended to familiarize readers with problem of measuring hardness of different types of polymers. In the introductory theoretical part deals with various kinds of measuring hardness according to Brinell, Rockwell, Vickers and Shore. The practical part consists of a series of metering hardness of different types of plastics and its evaluation and graphical representation.

Keywords: hardness of polymers, test according to Brinell, Rockwell, Vickers and Shore

Zde bych chtěl velmi poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce doc. Ing. Davidu Maňasovi, PhD., za cenné rady, odborné vedení, připomínky a soustavnou pomoc, které mi při vypracovávání této bakalářské práce věnoval.

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

Ve Zlíně 28. 5. 2012


.....
Podpis diplomanta

OBSAH

ÚVOD.....	10
I TEORETICKÁ ČÁST.....	11
1 METODY MĚŘENÍ TVRDOSTI POLYMERŮ	12
1.1 VYMEZENÍ ZÁKLADNÍCH POJMŮ	12
1.1.1 Definice tvrdosti.....	12
1.1.2 Rozdělení zkoušek tvrdosti	12
1.1.3 Zkušební tělesa a jejich příprava.....	13
1.1.4 Kondicionování zkušebních těles.....	13
1.2 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE BRINELLA.....	14
1.2.1 Princip metody	14
1.2.2 Vnikací kuličky	15
1.2.3 Zkušební tělesa.....	16
1.2.4 Podmínky při provádění zkoušky.....	16
1.2.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření	17
1.3 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE ROCKWELLA.....	19
1.3.1 Princip metody	19
1.3.2 Vnikací kuličky	20
1.3.3 Zkušební tělesa.....	21
1.3.4 Podmínky při provádění zkoušky.....	21
1.3.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření	22
1.4 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE VICKERSE.....	24
1.4.1 Princip metody	24
1.4.2 Vnikací těleso.....	25
1.4.3 Zkušební tělesa.....	26
1.4.4 Podmínky při provádění zkoušky.....	26
1.4.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření	27
1.5 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE SHOREHO	28
1.5.1 Princip metody	28
1.5.2 Zkušební zařízení	28
1.5.3 Zkušební tělesa.....	29
1.5.4 Podmínky při provádění zkoušky.....	29
1.5.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření	30
1.6 ZKOUŠKA TVRDOSTI METODOU IRHD	31
1.6.1 Princip metody	31
1.6.2 Zkušební zařízení	32
1.6.3 Zkušební tělesa.....	32
1.6.4 Podmínky při provádění zkoušky.....	33
1.6.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření	34
1.7 OSTATNÍ METODY MĚŘENÍ TVRDOSTI.....	35
1.7.1 Mohsova tvrdost.....	35
1.7.2 Tvrdost podle DVM	36
II PRAKTICKÁ ČÁST	37
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	38

2.1	MĚŘENÍ A VYHODNOCENÍ TVRDOSTI	38
2.1.1	Použité měřicí zařízení	38
2.1.2	Matematické zpracování naměřených hodnot.....	40
2.2	POLYOLEFINY	41
2.2.1	Nízkohustotní polyetylen LDPE	41
2.3	POLYACETALY	43
2.3.1	Polyoxymethylen POM	43
2.4	POLYAMIDY	46
2.4.1	Polyamid 12-čirý	47
2.4.2	Polyamid 12-mléčný	49
2.4.3	Polyamid 6 GF33	51
2.4.4	Polyamid 6.6	54
2.4.5	Polyamid 66 GF25	57
2.4.6	Polyamid 66 GF33	59
3	DISKUZE VÝSLEDKŮ.....	62
	ZÁVĚR	67
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	68
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	70
	SEZNAM OBRÁZKŮ	71
	SEZNAM TABULEK.....	73

ÚVOD

Tvrdotost je velmi známou a často užívanou mechanickou vlastností materiálu. Nejedná se o klasickou fyzikální veličinu, ale o vektorovou fyzikální vlastnost. Obecně se jedná především o odpor materiálu bránící vniknutí cizího tělesa do něj. Tvrdotost materiálu nám tedy charakterizuje především vlastnosti povrchové vrstvy materiálu, a první metody jejího měření - podle Mohse a Kohinoora, byly založeny na tom, zda zanechá zkušební těleso z materiálu o známé tvrdosti ve zkoušeném materiálu vryp.

Tvrdotost je v praxi velmi často používána, neboť její měření je vcelku jednoduché, levné a lehce opakovatelné. Také se dá provádět buď přímo na výrobku, případně na zkušebním tělese vyrobeném i pro jiné mechanické zkoušky (zkouška tahem). Měří se při statických podmínkách. Existuje mnoho metod na měření tvrdosti, tato práce se zabývá pouze těmi nejznámějšími a nejpoužívanějšími. Měření se při mnou zmiňovaných metodách provádí pomocí vnikacího tělesa (indentoru) přesně definovaných rozměrů a tvaru a při použití jasně definovaných podmínek.

Pomocí změřených hodnot tvrdosti lze také vypočítat různé jiné mechanické vlastnosti zkoušeného materiálu. Podle empirických vztahů se z ní dá určit například pevnost v tahu.

Má bakalářská práce se v teoretické části zabývá jednotlivými metodami měření tvrdosti, které se používají u polymerů. Tvrdotost polymerních materiálů se odlišuje od tvrdosti kovů, především z důvodu větší či menší deformace povrchu při měření. V praktické části je provedeno měření tvrdosti zkušebních vzorků, vyhodnocení a grafické vyjádření naměřených dat.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 METODY MĚŘENÍ TVRDOSTI POLYMERŮ

Tvrdot patří k důležitým a často používaným vlastnostem polymerních materiálů. Oproti kovům je specifickým polymerů, že se při zatížení zkušebním tělesem deformují v celém objemu. Jsou houževnaté a například pryž je i pružná. Zkoušky tvrdosti proto u polymerů představují odpor celého objemu tělesa proti vnikání zkušebního tělíska. Pro jednotlivé druhy materiálů se používají různé metody jejího měření. [1]

1.1 Vymezení základních pojmů

V této části budou definovány důležité pojmy, které jsou nutné pro popis používaných metod měření.

1.1.1 Definice tvrdosti

Tvrdot je jednou z fyzikálních vlastností materiálu, která se dá definovat mnoha způsoby. Nejpoužívanější je definice, že tvrdost materiálu představuje jeho odpor proti vnikání zkušebního tělesa. U jednotlivých metod je přesně definován rozměr a tvar tohoto tělesa i podmínky, za kterých se zkouška provádí. Hodnota tvrdosti, kterou naměříme, se uvádí buďto bez jednotek nebo se převede na MPa podle známého vztahu. Nejčastěji se používá vyjádření tvrdosti bez jednotek a uvede se za její hodnotu zkratka způsobu jejího měření. Tvrdot je označena písmenem H - podle anglického výrazu hardness. [1]

1.1.2 Rozdělení zkoušek tvrdosti

Zkoušky tvrdosti představují častou zkoušku materiálu, a to z důvodu nízkých nákladů a rychlosti jejího provedení. V praxi se tyto zkoušky dělí na 2 skupiny:

- Zkoušky vnikací
- Zkoušky na principu elastické interakce povrchu se zkušebním tělesem

Vnikací zkoušky se používají především u kovů a skla. Pro hodnocení polymerních materiálů se nejčastěji používají metody z druhé skupiny zkoušek. Nejčastěji se v Evropě používá zkouška podle Vickerse. Ve strojírenství je ale častější použití metody podle Brinella, především pro méně náročnou přípravu povrchu zkoušeného tělesa. Dále se používá metoda vyvinutá v USA Rockwellem. Všechny tyto zkoušky patří do první skupiny a používají se jen pro tvrdé plasty. Z druhé skupiny je nejčastější zkouška pomocí Shoreho skleroskopu, která se používá u měkkých polymerů. Dále se používá metoda IRHD. [2]

Další možnou skupinou zkoušek tvrdosti jsou zkoušky vrypové. Vrypové zkoušky patří k nejstarším zkouškám tvrdosti materiálů. Tyto zkoušky se v současné době používají pouze pro tvrdé a křehké materiály, například porcelán nebo sklo. Pro polymerní materiály a obecně měkké materiály nejsou vhodné. Pro takové materiály se používá se zkouška tvrdosti podle Martense. [3]

1.1.3 Zkušební tělesa a jejich příprava

Zkoušky tvrdosti, na rozdíl např. od zkoušek tahem nebo rázem v ohybu, nevyžadují specifické zkušební těleso. Lze použít zkušební tělesa určená pro výše uvedené zkoušky, případně lze tvrdost měřit přímo na povrchu výrobku. Podmínkou je pouze existence 2 rovnoběžných ploch na vzorku. Lokální nerovnosti na povrchu musí být obroušeny. Vlastnosti, příprava a zpracování zkušebních těles mohou ovlivnit výsledky provedené zkoušky. Přesto však neexistuje jednotný postup jejich přípravy pro všechny materiály. [6]

1.1.4 Kondicionování zkušebních těles

V každém používaném polymerním materiálu je obsaženo určité množství vlhkosti. Ta, spolu s teplotou, nepříznivě ovlivňuje výsledek zkoušek. Proto je nutné dosáhnout u měřeného vzorku před měřením tvrdosti vlhkosti, jaká je u daného materiálu nejčastější.

Ze znalosti průběhu sorpce vlhkosti u zkoušeného materiálu se určí podmínky kondicionování. U polymerů je rychlost sorpce poměrně malá a dosažení rovnováhy by trvalo dlouhou dobu. Proto se zkušební těleso máčí ve vodě nebo roztocích soli a dodatečně upravuje, čímž dojde ke zkrácení doby této úpravy. Provádí se nejčastěji uložení zkušebních těles ve skříni s regulovanou teplotou, vlhkostí a prouděním vzduchu. Máčením se zvyšuje obsah vody v okrajových vrstvách, dodatečnou úpravou se dosahuje vyrovnání vlhkosti v celém průřezu zkoušeného tělesa. Během doby této přípravy proběhne smrštění a částečně se odstraní vnitřní pnutí. Zkušební tělesa lze také upravovat v exsikátoru nebo v roztocích solí. Volbou vhodného roztoku a teploty můžeme měnit relativní vlhkost materiálu ve velmi širokém rozmezí.

Přesné podmínky pro kondicionování zkušebních těles jsou uvedeny v normě ČSN EN ISO 291 a jsou odlišné pro země s tropickým klimatem a pro ostatní země. [6]

1.2 Zkouška tvrdosti podle Brinella

Zkouška tvrdosti metodou vtlačení kuličky patří k nejvíce a nejčastěji používaným metodám měření tvrdosti plastů. [2]

Zkouška tvrdosti podle Brinella byla původně používána pouze u kovů. Pro měření tvrdosti plastických materiálů byla upravena. Tato úprava spočívá především ve zvětšení průměrů měřících kuliček a snížení vlačovací síly. Metoda podle Brinella se používá pro měření tvrdosti tuhých polymerních systémů. Pro měkké systémy není vhodná. [1]

1.2.1 Princip metody

Metoda měření tvrdosti podle Brinella je založena na vnikání zkušební ocelové kuličky do zkoušeného materiálu. Tvrdost vyjadřujeme pomocí vztahu mezi silou, kterou je ocelová kulička vtlačena do zkoušeného materiálu a velikostí důlku, který po určité době na povrchu tělesa vznikne. [4]

Tvrdost podle Brinella je definována podle následujícího vztahu:

$$HB = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi \cdot D \cdot h} [MPa] \quad (1)$$

Kde:

F...síla, kterou je kulička vtlačována do zkušební tělesa

S...plocha důlku vytlačeného kuličkou v [mm²]

h...hloubka důlku vytlačeného kuličkou v [mm]

D...průměr ocelové kuličky [mm]

Pokud měříme průměr okraje důlku d, pak platí vztah:

$$h = \frac{D}{2} - \sqrt{\frac{D^2}{4} - \frac{d^2}{4}} [MPa] \quad (2)$$

Potom pro výpočet tvrdosti použijeme vztah:

$$H_B = \frac{2F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} [MPa] \quad (3)$$

Kde:

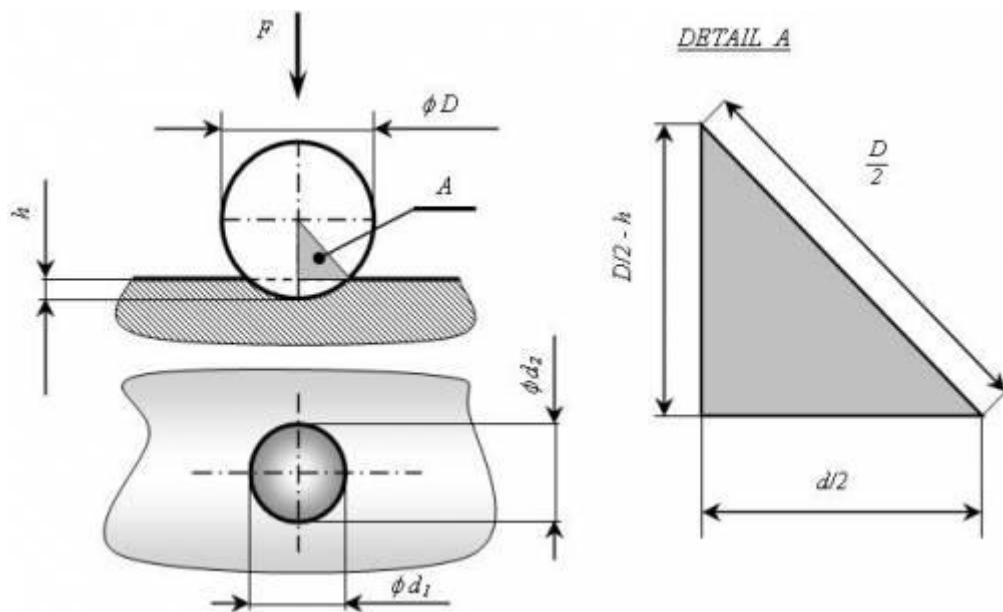
d...kulová výseč kuličky vniklé do zkoušeného materiálu [mm]

h...hloubka vtisku [mm]

D...průměr zkušební kuličky [mm]

Tvrdot polymerních materiálů podle Brinella dříve stanovovala norma ČSN 64 0128. [1]

Dnes je provádění zkoušky tvrdosti podle Brinella stanoveno aktualizovanou normou ČSN EN ISO 2039-1.



Obr. 1 Princip měření tvrdosti metodou Brinell [13]

1.2.2 Vnikací kuličky

Vnikací kulička je vyrobena z leštěné nerezové oceli. Průměr kuličky pro polymerní materiály je stanoven na $5 \pm 0,05$ mm. Použit se mohou celkem 4 druhy zkušebního zatížení, v závislosti na tvrdosti zkoušeného materiálu, a to 49, 132, 358 nebo 961 N. Tolerance použitého zatížení je stanovena na $\pm 1\%$. Pro všechna uvedená zatížení je jednotná doba odečítání 30s. Odečítat můžeme buď hloubku důlku h při zatížení (indikátorem na měřicím zařízení), nebo průměr důlku d po odlehčení (mikroskopem).[9]

1.2.3 Zkušební tělesa

Pro zkoušky tvrdosti platí, že zkušební tělesa by měla mít takové rozměry, aby výsledek zkoušky nemohl být ovlivněn okrajovými defekty, výškou vzorku nebo tvrdostí podložky. Zkušební tělesa mají mít minimální tloušťku 4 mm a šířku 15 mm. Zkouška se provádí vždy na 5 vzorcích a odečítají se hodnoty po 30 sekundách.

1.2.4 Podmínky při provádění zkoušky

Zkouška by se měla provádět při teplotách v rozmezí 10°C - 35°C. Nejpřesnějších hodnot lze dosáhnout při použití zkušebního prostředí podle normy ČSN EN ISO 291. Použité zkušební zatížení musí odpovídat použité kuličce a tvrdosti zkoušeného materiálu. [7]

Zatěžující sílu musíme volit tak, aby se hloubka důlku h pohybovala v rozmezí 0,15-0,35 mm. Pokud je hloubka menší, musíme zvolit větší zatížení, pokud je hloubka vtisku větší, musíme použít naopak menší zatížení. Obecně je přesnost měření závislá na přesnosti určení hloubky důlku. Proto je lepší používat větší průměr kuličky a větší zatížení.

Vzdálenost vytvořeného důlku by měla být rovna minimálně dvěma průměrům důlku. Zkušební vzorky by měly mít pro jedno měření stejnou tloušťku, aby nedošlo k naměření odlišných hodnot z důvodu odlišné elastické deformace vzorku. [6]

Vzorek musí v průběhu zkoušky ležet na pružné podložce a nesmí se pohnout. Také nesmí mít znečištěné dosedací plochy.

Zkušební kulička je poté vtlačována do povrchu vzorku, a to kolmo k jeho povrchu, bez chvění a rázů. Nejprve se vzorek zatíží předběžným zkušebním zatížením o velikosti 9,8 N. Poté dojde k vynulování hloubkoměru a aplikuje se zvolené zkušební zatížení po určenou dobu, tedy 30 sekund. [7]

1.2.5 Zázpis naměřených hodnot, možná chyba měření

Naměřená hodnota tvrdosti podle Brinella je zapisována podle následujícího schématu:

Hodnota tvrdosti	Symbol zkoušky	Rozměr vnikacího tělesa	Velikost zkušebního zatížení	Doba působení zkušebního zatížení
$\frac{\perp}{XXX}$	$\frac{\perp}{HB}$	$\frac{\perp}{XX}$	$\frac{\perp}{XXX}$	$\frac{\perp}{XX}$

Obr. 2 Zázpis hodnoty tvrdosti podle Brinella [3]

Tedy: 90 HB 5/132/30 značí hodnotu Brinellovy tvrdosti 90, použitá kulička průměru 5 mm, se zatěžující silou 132 N a hodnotou hloubky vtisku odečtenou po 30 sekundách.



Obr. 3 Příklad na měření tvrdosti metodou
Brinell - LaborTech BRFest 29A [14]

1.3 Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Druhá metoda měření tvrdosti pochází z USA a byla vyvinuta firmou Rockwell.

Její podstatou je opět vnikání zkušebního tělesa do povrchu zkoušeného materiálu. Tvrdost se měří na základě hloubky vniknutí malé kuličky nebo diamantového kužele při zatížení definovanou silou. Tato metoda nemá přepočtové tabulky, hodnota tvrdosti se odečítá na stupnici hloubkoměru, který je součástí tvrdoměru. Tato metoda měření tvrdosti polymerů je používána hlavně v USA, kde také vznikla.

Používá se několik stupnic měření podle Rockwella, a to stupnice M, L, R, E. [2]

1.3.1 Princip metody

Princip Rockwellovy metody spočívá při použití kuličky v jejím postupném vtlačování do povrchu zkušebního tělesa, a to dvěma stupni zatížení. Poté je změřena trvalá hloubka vtisku h . Vnikacím tělesem je ocelová kulička o definovaném průměru. Celkové zatížení při zkoušce F se skládá z předběžného zatížení F_0 a přídavného zatížení F_1 .

Každý dílek na Rockwellově stupnici tvrdosti představuje svislý posun měřicí kuličky o 0,002 mm. Maximální hloubka vtlačení kuličky je 0,2 mm. Hodnota tvrdosti podle Rockwella se v praxi odvozuje z následujícího vztahu:

$$HR = 130 - e \quad (4)$$

Kde:

HR...hodnota tvrdosti podle Rockwella

e...hloubka vtisku po odstranění přídavného zatížení [0,002 mm]

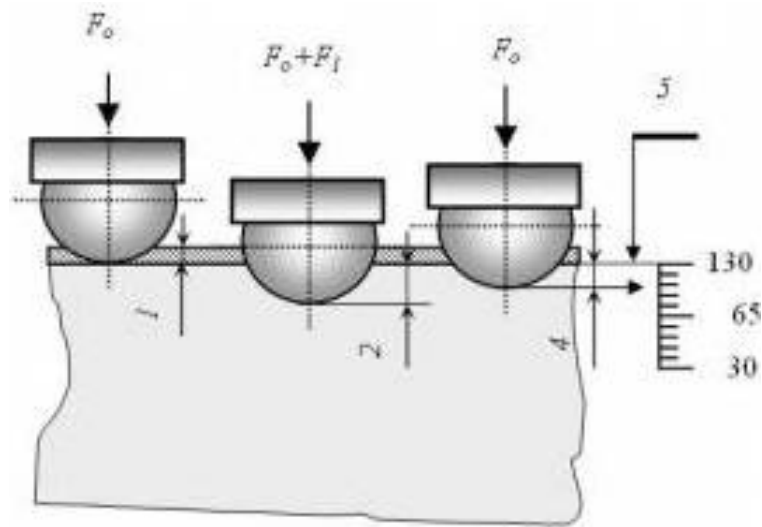
Tento vztah je použitelný pouze pro stupnice M, L, R, E. [10]

Pokud je nám známa trvalá hloubka vtlačení, vypočítáme hloubku vtlačení e podle vzorce:

$$e = \frac{h}{0,002} \quad (5)$$

Kde:

h...trvalá hloubka vtlačení [mm] [10]



Obr. 4 Princip měření tvrdosti metodou Rockwell [13]

1.3.2 Vnikací kuličky

Vnikacím tělesem je kulička vyrobená z leštěné nerezové oceli. Jednotlivé stupnice měření, průměry kuliček a hodnoty zatížení jsou uvedeny v následující tabulce 1.

Tab. 1 Zatížení a průměry kuliček u metody Rockwell [10]

Stupnice Rockwellovy tvrdosti	Předběžné zatížení [N]	Přídavné zatížení [N]	Průměr vnikací kuličky [N]
R	98,07	588,4	12,7±0,015
L	98,07	588,4	6,35±0,015
M	98,07	980,7	6,35±0,015
E	98,07	980,7	3,175±0,015

Maximální odchylka pro jednotlivá zatížení je 2%. [10]

1.3.3 Zkušební tělesa

Při provádění zkoušky podle Rockwella je nutné zkušební tělesa kondicionovat, podmínky kondicionování udává norma ČSN EN ISO 291. Pokud udává prostředí pro kondicionování příslušná materiálová norma, pak podle této materiálové normy.

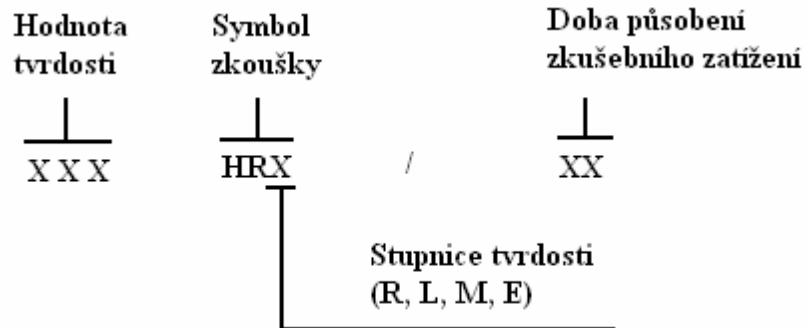
Jako zkušební těleso by měla být použita plochá rovinná deska minimální tloušťky 6 mm. Pokud není možné dosáhnout této tloušťky, může se použít několik plochých desek ze stejného materiálu položených na sobě tak, aby byl zaručen jejich dokonalý kontakt, nenarušený nerovnostmi. Veškerá vtláčení musí být provedena na jedné desce, a po oddálení vnikacího tělesa nesmí být na podložce nalezen zřetelný otisk zkušebního tělesa. [10]

1.3.4 Podmínky při provádění zkoušky

Tato zkouška se nejčastěji provádí při teplotách prostředí od 10°C do 35°C. Pro dosažení nejpřesnějších hodnot je nutné se při zkoušce řídit přesně podle normy ČSN EN ISO 291. Vzorek má být umístěn na pevné podložce a nesmí se během vtláčování kuličky pohnout. Styčné plochy musí být bez nečistot a cizích těles. Vnikací kulička je při zkoušce vtláčována do povrchu zkušebního tělesa danou silou kolmo a bez rázů a chvění. Nejprve dojde k zatížení vzorku předběžným zatížením předepsané hodnoty, po kterém se vynuluje úchylkoměr. Do 10 s po aplikaci tohoto zatížení se provede zatížení přídatným zatížením na dobu 15 s, a poté je odečtena hodnota na úchylkoměru. Měření je nutné provádět více než 10 mm daleko od okraje tělesa nebo od sebe navzájem. Provádí se 5 měření na jednom povrchu. Naměřené hodnoty u této metody by měly ležet v intervalu 50-115, pokud dojde k naměření vyšších hodnot, mělo by být provedeno nové měření s použitím jiné stupnice. Pokud ani stupnice R nevyhovuje, je nutné zvolit jinou metodu měření tvrdosti a to nejlépe metodou Shore. [10]

1.3.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření

Naměřená hodnota tvrdosti podle Rockwella je zapisována podle následujícího schématu:



Obr. 5 Princip měření tvrdosti metodou Rockwell [3]

Hodnotu tvrdosti naměřenou Rockwellovou metodou tedy nelze převádět na tvrdost podle jiných metod nebo pevnost v tahu.

Např. hodnota 62 HRL značí Rockwellovu tvrdost 62 podle stupnice L s kuličkou 6,35 mm.



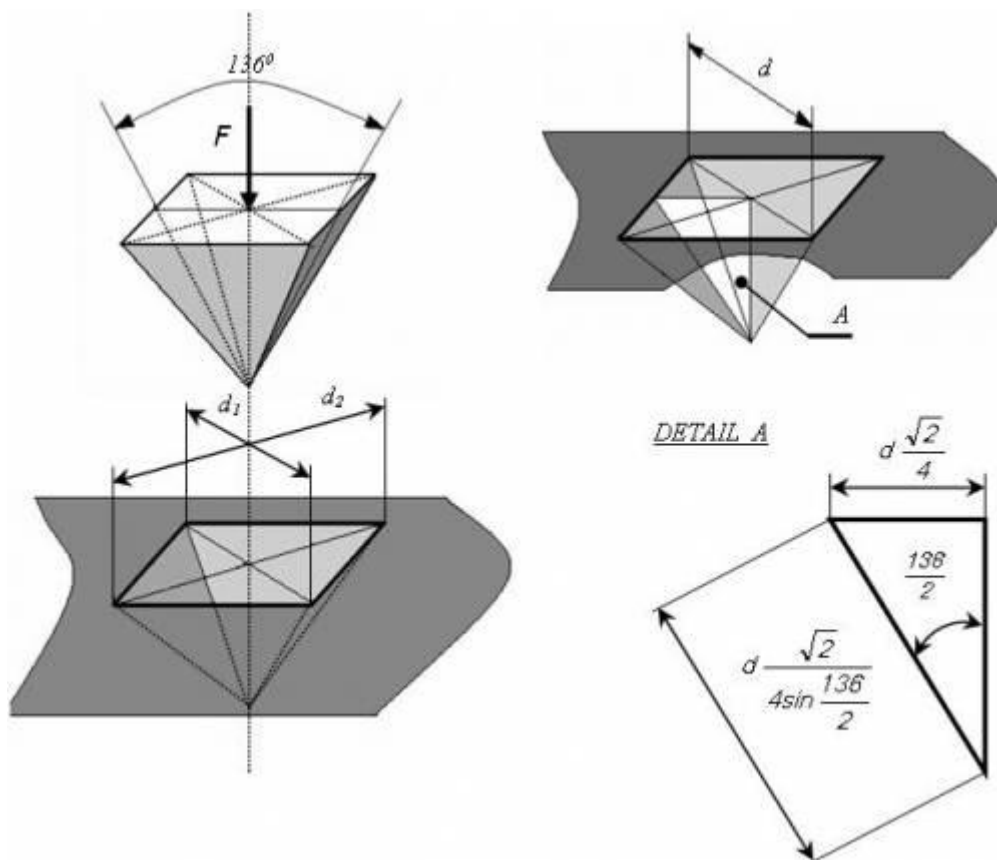
Obr. 6 Příklad přístroje na měření tvrdosti metodou Rockwell - Struers DuraJet [15]

1.4 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Zkouška tvrdosti podle Vickerse je nejrozšířenější vnikací zkouškou v Evropě. Je velmi podobná Brinellově zkoušce, s nejzásadnějším rozdílem, že se používá vnikací těleso jehlanovitého tvaru se čtvercovou základnou. [2]

1.4.1 Princip metody

Jak již bylo uvedeno výše, principem Vickersovy metody je vtlačování indentoru ve tvaru pravidelného čtyřbokého hranolu s vrcholovým úhlem 136° do povrchu zkušební tělesa. Indentor je opět zatížen stanoveným zkušebním zatížením po danou dobu. Zjišťuje se úhlopříčka vtisku vzniklého po odlehčení zatížení, a to změřením dvou úhlopříček a vypočítáním aritmetického průměru jejich délek. [4]



Obr. 7 Princip měření tvrdosti metodou Vickers [13]

Tvrlost podle Vickerse se vypočítává pomocí následujícího vztahu:

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{1,8544 \cdot F}{d_{12}^2} \quad (6)$$

Kde:

F...zatěžující síla [N]

d_{12} ... aritmetický průměr úhlopříček vtisku [mm]

Obsah plochy vtisku potom vypočítáme pomocí vztahu:

$$S = \frac{d_{12}^2}{2 \cdot \sin \frac{136}{2}} \quad (7)$$

Kde:

S...plocha vtisku [mm²]

d_{12} ... aritmetický průměr úhlopříček vtisku [mm] [4]

Metoda měření tvrdosti podle Vickerse se opět dělí podle použitého zatížení, a to celkem do 3 skupin: [3]

Tab. 2 Skupiny měření tvrdosti podle Vickerse [3]

Označení	Hodnota tvrdosti HV	Zkušební zatížení [N]
Zkouška tvrdosti podle Vickerse	$\geq HV5$	$F \leq 49,03$
Zkouška tvrdosti podle Vickerse s nízkým zatížením	HV 0,2 - HV 5	$1,961 \leq F \leq 49,03$
Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse	HV 0,01 < HV 0,2	$0,09807 \leq F \leq 1,961$

1.4.2 Vnikací těleso

Vnikacím tělesem je u této metody čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem 136°. Zkušební zatížení je voleno podle skupiny měření, a to na základě tabulky. Zkušební zatížení by mělo působit od 10 do 15 s, pokud je možné použít u některého materiálu delší dobu vnikání, je nutné tuto dobu uvést do zápisu naměřené hodnoty tvrdosti. [2]

1.4.3 Zkušební tělesa

Podobně jako u Brinellovy metody i zde platí, že zkušební těleso by mělo být voleno tak, aby výsledek měření nebyl ovlivněn okrajovými defekty, tvrdostí použité podložky a výškou vzorku. Je bezpodmínečně nutné dodržet stanovenou minimální tloušťku zkušebního vzorku. Pro stanovení minimální tloušťky vzorku byl stanoven empirický vztah:

$$t = 1,945 \cdot \sqrt{\frac{F}{HV}} + 10h \quad (8)$$

Kde:

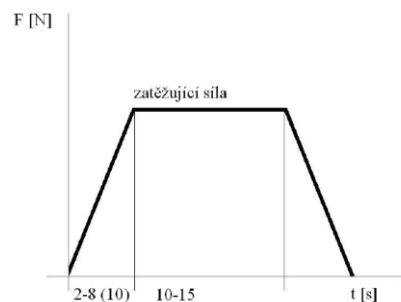
F...zatěžující síla [N]

h...hloubka vtisku [mm]

HV...tvrdost podle Vickerse [2]

1.4.4 Podmínky při provádění zkoušky

Zkouška by měla být prováděna při teplotách od 10°C do 35°C. Pro dosažení nejpřesnějších hodnot je nutné se při zkoušce řídit přesně podle normy ČSN EN ISO 291. Použije se zkušební zatížení podle tabulky. Vzorek má být umístěn na pevné podložce a nesmí se během vtlačování jehlanu pohnout. Styčné plochy musí být bez nečistot a cizích těles. Vnikací jehlan je při zkoušce vtlačován do povrchu zkušebního tělesa danou silou kolmo a bez rázů a chvění. Doba, po kterou zatěžujeme po dosažení zkušební síly, nesmí být kratší než 2 sekundy a nesmí přesáhnout 8 sekund. Doba působení zatěžující síly se musí pohybovat od 10 do 15 sekund. Při zatížení nízkou zatěžující silou nesmí celková doba působení přesáhnout 10 sekund. [7]



Obr. 8 Průběh zkušebního zatížení
metody Vickers [7]

1.4.5 Zázpis naměřených hodnot, možná chyba měření

Naměřená hodnota tvrdosti se zapisuje podle následujícího schématu. Doba působení zkušebního zatížení se uvádí, pouze pokud je odlišná od stanovené doby. [3]

Hodnota tvrdosti	Symbol zkoušky	Velikost zkušebního zatížení	Doba působení zkušebního zatížení
$\frac{\quad}{XXX}$	$\frac{\quad}{HV}$	$\frac{\quad}{XXX}$	$\frac{\quad}{XX}$

Obr. 9 Princip měření tvrdosti metodou Vickers [3]



Obr. 10 Přístroj na měření tvrdosti metodou Vickers - Igitur 432/452 SVD

1.5 Zkouška tvrdosti podle Shoreho

Metoda měření tvrdosti metodou Shore patří do skupiny odrazových metod. Je velmi vhodná pro pryže, které mají nízký modul pružnosti a velkou elastickou deformaci. Byla modifikována i pro pomalé zatěžování. [2]

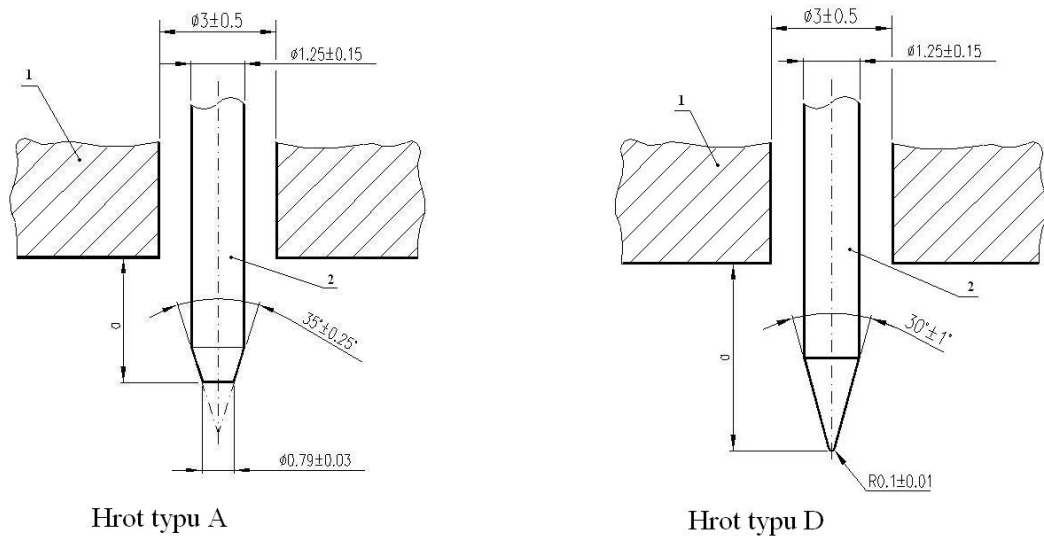
Zkouška je založena na měření odporu proti vtlačování ocelových hrotů různých tvarů. Používají se tvrdoměry typu A nebo D. [1]

1.5.1 Princip metody

Principem metody Shore je vtlačování ocelového hrotu do materiálu za stanovených podmínek. Hloubka vtlačeného hrotu je nepřímo úměrná hodnotě tvrdosti. Tvrdoměry typu A se používají pro měkčí materiály a tvrdoměry typu D pro tvrdé materiály. Obecně je tato metoda používána, pokud už nelze spolehlivě změřit tvrdost Rockwellovou metodou podle stupnice R. [1]

1.5.2 Zkušební zařízení

K měření tvrdosti metodou Shore se používají dva typy tvrdoměrů, a to tvrdoměr typu A a tvrdoměr typu D. Všechny tvrdoměry používají pro vyvození vnikací síly pružiny. Tvrdoměry obou typů jsou vyobrazeny na obrázku. Každý tvrdoměr se skládá z opěrné patky (1), zkušební hrotu (2), ukazatele délky a pružiny, která musí být kalibrována. Zkušební hrot tvoří tyčinka z kalené oceli s rozměry uvedenými v obrázku. [11]



Obr. 11 Hroty tvrdoměrů Shore A, D [11]

Ukazatel délky slouží pro odečet délky vysunutí zkušební hrotu z opěrné patky. Bývá opatřen stupnicí, která umožňuje odečítat délku vysunutí přímo v jednotkách od 0 do 100.

Použité pružiny pro vyvození zkušební zátěže musí být kalibrovány tak, aby působily na hrot tvrdoměru silou specifikovanou dvěma rovnicemi, odlišnými pro typ tvrdoměru A a typ D:

$$F = 550 + 750H_A \quad (9)$$

Kde:

F...síla vtlačování [mN]

H_A...hodnota tvrdosti na tvrdoměru typu A

$$F = 455H_D \quad (10)$$

Kde:

F...síla vtlačování [mN]

H_D...hodnota tvrdosti na tvrdoměru typu D [11]

1.5.3 Zkušební tělesa

Minimální tloušťka zkušební tělesa pro zkoušku Shore musí být 4 mm. Pokud není možné této tloušťky dosáhnout, lze zkušební těleso složit z více tenčích těles, ovšem výsledky z takového složeného tělesa se nemusí shodovat s výsledky z jednoho tělesa z důvodu nedokonalého kontaktu mezi jednotlivými vrstvami. [11]

1.5.4 Podmínky při provádění zkoušky

Zkušební těleso musí při provádění zkoušky být položeno na tvrdém vodorovném povrchu. Tvrdoměr se k tělesu přiloží tak, aby špička byla od okraje zkušební tělesa vzdálená nejméně 9 mm. Poté se na zkušební těleso co nejrychleji a bez nárazů přitlačí opěrná patka tak, aby byla rovnoběžná s okrajem zkušební tělesa. Tlak musí být volen dostatečně k tomu, aby byl zabezpečen pevný kontakt zkušební tělesa s opěrnou patkou. [11]

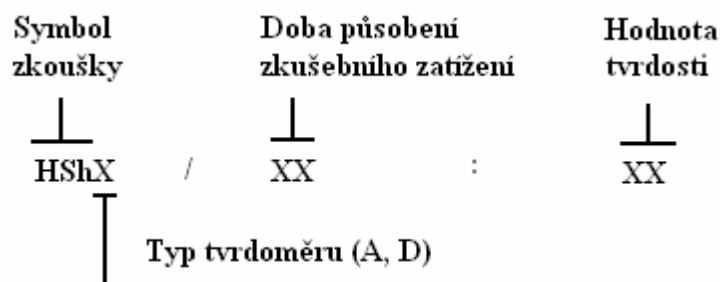
Tvrdost je odečítána po uplynutí požadované doby. Pokud je požadována počáteční hodnota tvrdosti, musí tato být odečtena do 1 sekundy po kontaktu opěrné patky se

zkušební tělesem. Odečte se maximální hodnota na tvrdoměru. Na různých místech zkušební tělesa, vzdálených minimálně 6 mm od sebe se provede nejméně 5 měření a vypočítá se jejich aritmetický průměr. [10]

Při měření tvrdosti tvrdoměrem A se hodnota odečte po 2 sekundách, pokud se dále mění, po dalších 15 sekundách. Při měření tvrdoměrem D se hodnota odečítá po 15 sekundách. [1]

1.5.5 Zázpis naměřených hodnot, možná chyba měření

Naměřená hodnota tvrdosti se zapisuje podle následujícího schématu.



Obr. 12 Princip měření tvrdosti metodou Shore [3]

Takže údaj HShD/15:60 značí měření tvrdosti tvrdoměrem typu D, se zkušební dobou 15 sekund a zjištěnou hodnotou tvrdosti podle Shoreho 60.



Obr. 13 Přístroj na měření tvrdosti metodou Shore - Somex Sh A [17]

1.6 Zkouška tvrdosti metodou IRHD

Metoda měření tvrdosti IRHD se používá pro rychlé měření tvrdosti pryže. Její výhodou proti měření metodou Shore je jednodušší měřicí přístroj s absencí pružiny, která může být zdrojem nepřesností. Při metodě IRHD je opět použito kuličky vnikající do povrchu zkoušeného materiálu. IRHD je zkratkou z anglického názvu International Rubber Hardness Degree. Stupnice této metody má rozsah 10-100 IRHD. [1]

V této práci budou uvedeny čtyři metody pro stanovení tvrdosti termoplastických nebo vulkanizovaných pryží a 4 metody pro měření zdánlivé tvrdosti zakřivených povrchů, označované jako metody zdánlivé tvrdosti.

1.6.1 Princip metody

Standardní metody

Standardní metody jsou prováděny na zkušebních tělesech stanovené nejmenší tloušťky a nejmenší velikosti. Rozdělují se na metody N, H, L a M.

Metoda N se nazývá normální zkouška a je vhodná pro měření tvrdosti pryže v rozsahu 35-85 IRHD, ale připouští se i použití pro rozsah 30-95 IRHD.

Metoda H se nazývá zkouška pro vysoké tvrdosti a je vhodná pro pryže o rozsahu tvrdostí 85-100 IRHD.

Metoda L se nazývá zkouška pro nízké tvrdosti a je vhodná pro pryže o tvrdostech v rozsahu 10-35 IRHD

Metoda M se nazývá zkouška mikrotvrdosti a je v podstatě zmenšenou obdobou metody N. Je vhodná pro tvrdosti pryže v rozsahu 35-85 IRHD. Používá se především pro zkoušení malých nebo tenkých zkušebních těles. [12]

Metody stanovení zdánlivé tvrdosti

Pro zkoušky zdánlivé tvrdosti jsou stanoveny celkem 4 metody, které jsou ve své podstatě modifikacemi standardních metod IRHD. Jsou to metody CN, CH, CL a CM. Metoda měření zdánlivé tvrdosti je od ostatních metod měření tvrdosti odlišná především tím, že se provádí na finálním výrobku. Ta se od zkušebních těles odlišuje především tím, může být zakřivená, tloušťka materiálu může být různá. Také boční rozměry nemusí odpovídat

nejmenší povolené vzdálenosti. Hodnoty určené na zkušebních tělesech proto většinou neodpovídají hodnotám, které byly změřeny na hotových výrobcích. [12]

1.6.2 Zkušební zařízení

Rozměry vnikacích kuliček a celého zkušebního zařízení, včetně používaných zkušebních zatížení, uvádí následující tabulka: [12]

Tab. 3 Hodnoty pro měření tvrdosti podle IRHD [12]

Zkouška	Rozměry [mm]	Síla působící na kuličku			Síla na patku [N]
		Kontaktní [N]	Vtlačovací [N]	Celková [N]	
Metoda N – normální tvrdost	Kulička 2,50±0,01 Patka 20±1,00 Otvor 6±1,00	0,3±0,02	5,4±0,01	5,7±0,03	8,3±1,5
Metoda H – vysoká tvrdost	Kulička 1±0,01 Patka 20±1,00 Otvor 6±1,00	0,3±0,02	5,4±0,01	5,7±0,03	8,3±1,5
Metoda L – nízká tvrdost	Kulička 5±0,01 Patka 22±1,00 Otvor 10±1,00	0,3±0,02	5,4±0,01	5,7±0,03	8,3±1,5
Metoda M – mikrotvrdost	Kulička 0,395±0,05 Patka 3,35±0,15 Otvor 1±0,15	[mN]	[mN]	[mN]	[mN]
		8,3±0,5	145±0,5	153,3±1,0	235±30,0

1.6.3 Zkušební tělesa

Pro zkušební tělesa při zkoušce metodou IRHD obecně platí, že by měla být vyrobena se stejnou tloušťkou. Dále by měla tělesa mít horní a dolní povrchy ploché, navzájem rovnoběžné a hladké.

Zkušební tělesa pro metodu N a H musí mít tloušťku 8-10 mm a musí je tvořit vrstvy pryže. Tloušťka nejtenčí vrstvy nesmí klesnout pod 2 mm. Mohou se použít také nestandardní zkušební tělesa s tloušťkou přesahující 4 mm. V tabulce je uvedena nejmenší vzdálenost měřeného místa od okraje zkušební tělesa.

Při použití metody L musí zkušební tělesa dosahovat tloušťky 10-15 mm, musí být tvořena vrstvami pryže opět o nejmenší tloušťce 2 mm. Mohou se použít také nestandardní tělesa s tloušťkou přesahující 4 mm. V tabulce je uvedena nejmenší vzdálenost měřeného místa od okraje zkušební tělesa. [12]

Tab. 4 Nejmenší vzdálenosti bodů měření od okraje vzorku [12]

Tloušťka zkušební tělesa [mm]	Minimální vzdálenost měřicího bodu od okrajů zkušební tělesa [mm]
4	7
6	8
8	9
10	10
15	11,5
25	13

Pokud je použita metoda M, musí standardní zkušební těleso mít tloušťku $2 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$. Opět je povoleno použití nestandardního zkušební tělesa, jehož tloušťka nesmí klesnout pod 1 mm. Při použití této metody také nesmí vzdálenost měřeného místa od okraje zkušební tělesa klesnout pod 2 mm. [12]

1.6.4 Podmínky při provádění zkoušky

Horní a spodní povrch zkušební tělesa se před prováděním zkoušky musí zaprášit separačním činidlem. Poté dojde k umístění měřeného tělesa na pevný povrch a spuštění přitlačné patky. Potom je přitlačena vnikací kulička do povrchu zkušební tělesa. Toto by mělo trvat 5 sekund. Každé měření tvrdosti metodou IRHD by mělo být provedeno ve třech bodech na různých místech povrchu a body by měly být od sebe vzdáleny alespoň 6 mm.

Stupnice přístroje IRHD mohou být provedeny buď přímo v hodnotách mezinárodní stupnice IRHD, nebo v metrických jednotkách. Na jejich provedení je závislý způsob odečítání naměřených hodnot.

Pokud je stupnice provedena v jednotkách IRHD, musí se po 5 sekundách kontaktu přitlačné patky stupnice nastavit na hodnotu 100, a po dalších 30 sekundách působení zátěžové síly se odečte hodnota tvrdosti.

Pokud je stupnice v metrických jednotkách, zaznamená se hloubka vtlačení kuličky po 30 sekundách působení zatěžovací síly v setinách milimetru. Tvrdost IRHD je potom určena z tabulek nebo grafů. [12]

1.6.5 Zápis naměřených hodnot, možná chyba měření

Tvrdost je vyjádřena jako střední hodnota z jednotlivých provedených měření, zaokrouhlená na nejbližší celé číslo a v mezinárodních stupnicích tvrdosti pryže je označena symbolem °. [12]

1.7 Ostatní metody měření tvrdosti

V posledních dvou kapitolách teoretické části budou stručně uvedeny další metody měření tvrdosti polymerů, které jsou někdy v praxi používány. Jejich využití je však oproti předchozím metodám daleko méně časté.

1.7.1 Mohsova tvrdost

Tvrdostí podle Mohse se označuje tvrdost nerostu ze stupnice, v níž jsou jednotlivé nerosty seřazeny podle své tvrdosti. Tvrdost se určuje postupně, rýpáním ostrou hranu nerostu do zkoušeného materiálu, až dojdeme po nerost, kterým se do materiálu vryp nevytvoří. Tím ověříme, že jsou oba nerosty stejně tvrdé a tvrdost materiálu odpovídá číslu tvrdosti použitého nerostu. Tato stupnice je však pro polymerní materiály téměř nevyužitelná.[4]

Hodnoty tvrdosti podle Mohsovy stupnice obsahuje následující tabulka.

Tab. 5 Hodnoty Mohsovy stupnice tvrdosti [4]

Stupnice tvrdosti	Nerost	Stupnice tvrdosti	Nerost
1	Mastek	6	Živec
2	Kamenná sůl	7	Křemen
3	Vápenec	8	Topas
4	Kazivec	9	Korund
5	Apetit	10	Diamant

1.7.2 Tvrdość podle DVM

Pro velmi měkké materiály, jako jsou například PVC plastigely nebo velmi měkké pryže, se dá použít také metoda měření tvrdosti podle DVM. Tato metoda vznikla menší úpravou Martensova kuličkového tvrdoměru, který používal pro měření pryže kuličku o průměru 5 mm zatíženou konstantním zatížením 1000 gramů. [1]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V experimentální části práce bylo provedeno měření zkušebních vzorků vybraných druhů plněných a neplněných polymerů. Byly zvoleny různé materiály a různé metody měření tvrdosti. Materiály použité v experimentální části patří do skupiny polyolefinů, polyacetalů a polyamidů. Bylo měřeno celkem 9 druhů materiálu.

Polyolefiny: nízkohustotní izotaktický polyetylen (LDPE-IZ).

Polyacetal: polyoxymetylen s 30% skelných vláken (POM GF33)

Polyamidy: polyamid 12-čirý (PA12-čirý), polyamid 12-mléčný (PA12-mléčný), polyamid 6 s 33% skelných vláken (PA6 GF33), polyamid 66 s 25% skelných vláken (PA66 GF25), polyamid 66 (PA66).

2.1 Měření a vyhodnocení tvrdosti

Praktické měření tvrdosti bylo provedeno na dvou druzích tvrdoměrů, které jsou dostupné na ÚVI FT UTB ve Zlíně. Oba tyto přístroje jsou výrobkem italské firmy OMAG AFFRI. Naměřené hodnoty byly dále statisticky vyhodnoceny a graficky zpracovány do grafů.

2.1.1 Použité měřicí zařízení

Zkoušky tvrdosti metodou Shore D byly provedeny na menším z obou zařízení, a to na tvrdoměru OMAG AFFRI ART 13 (obr.). Druhý typ provedených zkoušek, a to metodou vtlačení kuličky (BIM) byla provedena na tvrdoměru stejné firmy typu AFFRI Integral 2E.



Obr. 14 Přístroj AFFRI ART13



Obr. 15 *Přístroj AFFRI Integral 2E*

2.1.2 Matematické zpracování naměřených hodnot

Veškeré naměřené hodnoty byly dále zpracovány v programu Microsoft Excel do tabulek a grafů. Při vyhodnocování bylo použito několik základních statistických veličin.

Aritmetický průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (11)$$

Kde:

\bar{x} ...aritmetický průměr

n ...počet měření

x_i ...i-tá hodnota měřené veličiny

Střední kvadratická odchylka:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (12)$$

Kde:

s ...směrodatná odchylka

\bar{x} ...aritmetický průměr

n ...počet měření

x_i ...i-tá hodnota měřené veličiny

2.2 Polyolefiny

Polyolefiny jsou největší skupinou syntetických polymerů, a to především díky snadné dostupnosti surovin pro jejich výrobu a tomu, že jejich výroba je relativně levná. Dalším důvodem pro jejich velké rozšíření je jejich dobrá zpracovatelnost a velmi dobré výsledné vlastnosti.[8]

2.2.1 Nízkohustotní polyetylen LDPE

Polyethyleny se nejčastěji dělí do skupin, a to podle hustoty, na které se nejvíce projevují rozdíly ve struktuře. Potom máme tedy rozdělení na polyetylen o nízké hustotě LDPE (hustota 0,915-0,925 g.cm⁻³) a vysokohustotní polyetylen HDPE (0,950-0,960 g. cm⁻³). Zásadním rozdílem mezi LDPE a HDPE je stavba jejich řetězců, u LDPE jsou řetězce silně rozvětvené, kdežto HDPE má řetězce lineární. LDPE se nazývá také jako vysokotlaký polyetylen a vyrábí se výhradně radikálovou polymerací.[8]

Vlastnosti:

- Tuhá látka voskovitého charakteru, průhledná nebo mléčně zakalená, ohebná a elastická
- Vysoká krystalinita
- Teplota tání 105-115°C
- Mez pevnosti v tahu 9-15 MPa

Vlastnosti:

- Vstřikování
- Vytlačování
- Vyfukování

Oblast použití:

- Folie a sáčky všech tloušťek, smršťovací folie, opláštění vodičů a kabelů, nanášení tenkých povlaků na papír, výroba profilů a rotační odlévání výrobků, obaly na fotografické materiály a léčiva

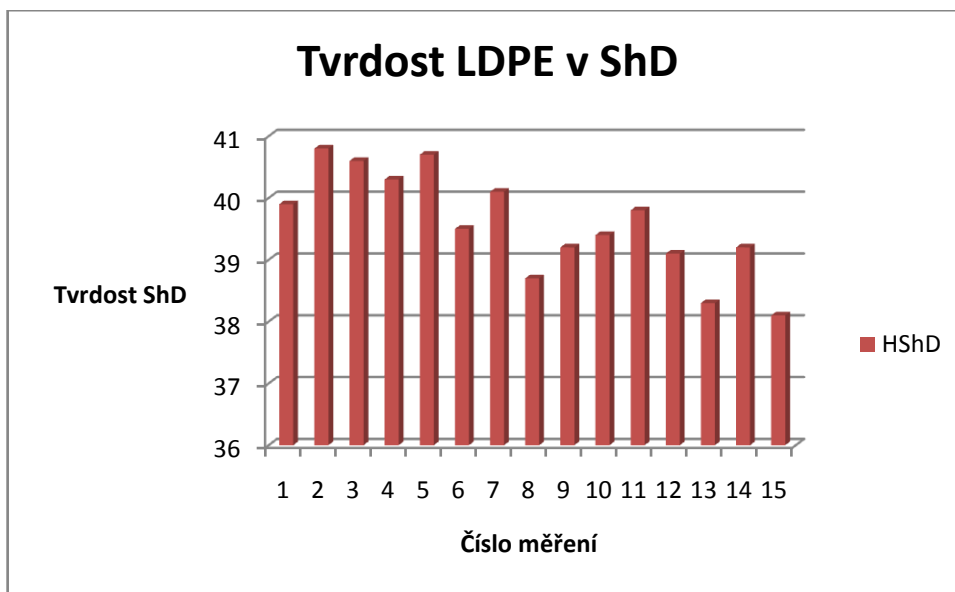
Naměřené hodnoty pro LDPE metodou Shore D

Tab. 6 Naměřené hodnoty LDPE metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	39,9	40,8	40,6	40,3	40,7	39,5	40,1	38,7	39,2	39,4	39,8	39,1	38,3	39,2	38,1

$$\bar{x} = 39,58$$

$$s=0,79$$



Obr. 16 Naměřené hodnoty LDPE metodou Shore D

Výsledná tvrdość materiálu LDPE naměřená metodou Shore D je tedy **39,58 ± 0,79 ShD**.

Naměřené hodnoty pro LDPE metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

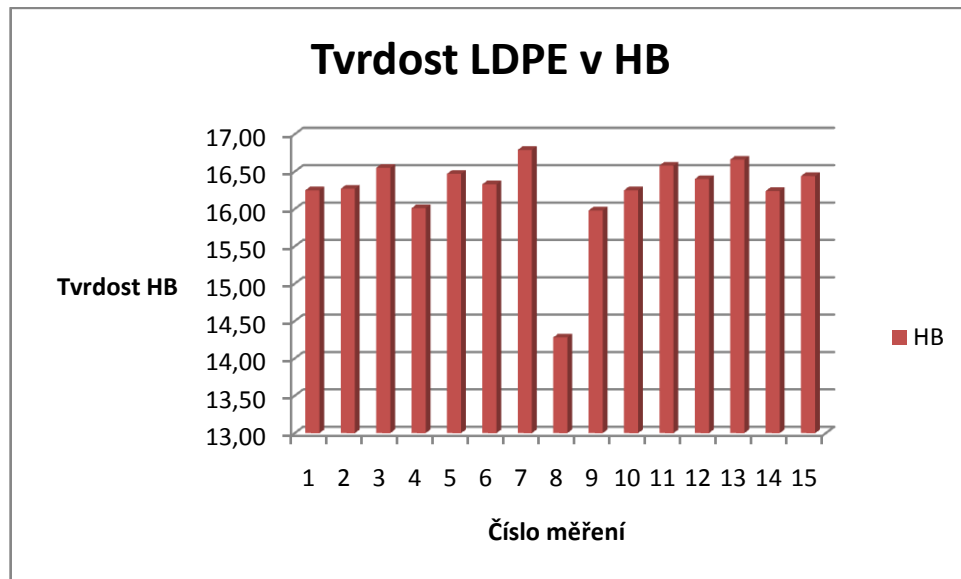
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 7 Naměřené hodnoty LDPE metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
HB	16,25	16,27	16,55	16,01	16,47	16,33	16,79	14,28	15,98	16,25	16,58	16,40
n	13	14	15									
HB	16,66	16,24	16,44									

$$\bar{x} = 16,23$$

$$s = 0,55$$



Obr. 17 Naměřené hodnoty LDPE metodou BIM5/134/4

Výsledná tvrdost materiálu LDPE naměřená metodou vtlačení kuličky BIM5/132/4 je tedy **16,23 ± 0,55 HB**.

Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

V průběhu měření bylo zjištěno, že pro použitou zatěžovací sílu a daný materiál není tato metoda vhodná. Materiál je příliš měkký pro aplikaci zátěžné síly 358 N, a nebylo možné jeho tvrdost změřit.

2.3 Polyacetal

Polyacetal představují spíše méně rozšířenou skupinu používaných plastů. Technický význam mají pouze polymery a kopolymery formaldehydu, např. polyoxymetylen.[8]

2.3.1 Polyoxymethylen POM

Termoplastické polymery na bázi formaldehydu se označují jako polyoxymetylen, v technické praxi jsou často nazývány jako polyformaldehyd. Formaldehyd sám o sobě polymeruje velmi snadno a velmi obtížně se připravuje v nejčistější formě, protože i malé množství nečistot vyvolá neřízenou polymeraci. Takto vzniklý materiál je velmi křehký a při tavení se rozkládá na plynný formaldehyd. Proto pro výrobu POM musí být použit vysoce čistý monomerní formaldehyd. [8]

Vlastnosti:

- Tuhá krystalická látka, bílé barvy, je možná ho obarvit na všechny barvy
- Vysoká krystalinita
- Teplota tání 162-173°C
- Hustota 1,410-1,420g.cm⁻³
- Mez pevnosti v tahu 70-90 MPa

Vlastnosti:

- Vstřikování
- Vytlačování
- Vyfukování

Oblast použití:

- Součásti strojů s vysokou tvrdostí, pevností a rázovou houževnatostí, čepy, ozubená kola, ventily, čerpadla, trubky, kloubové čepy

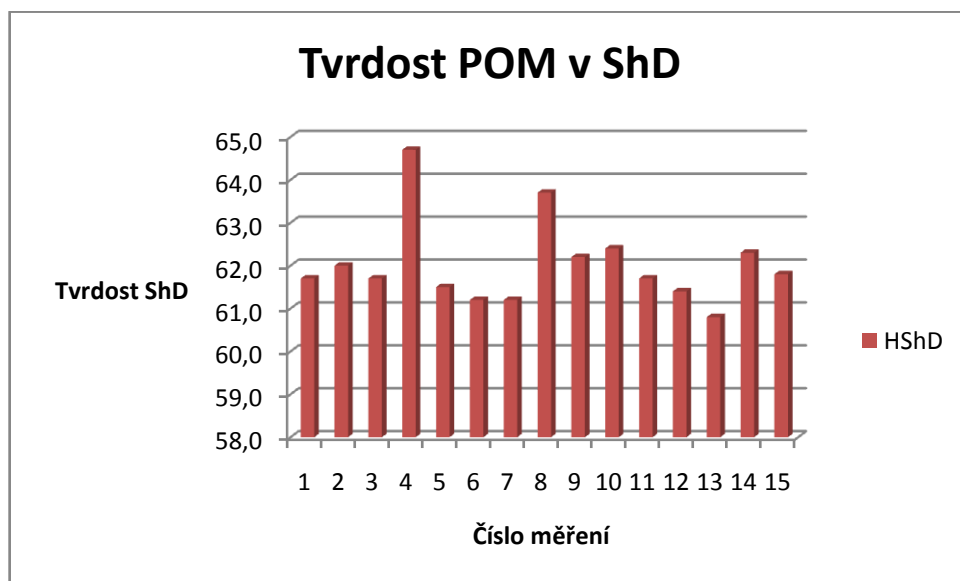
Naměřené hodnoty pro POM metodou Shore D

Tab. 8 Naměřené hodnoty POM metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	61,7	62,0	61,7	64,7	61,5	61,2	61,2	63,7	62,2	62,4	61,7	61,4	60,8	62,3	61,8

$$\bar{x} = 62,02$$

$$s = 0,94$$



Obr. 18 Naměřené hodnoty POM metodou Shore D

Výsledná tvrdost materiálu POM naměřená metodou Shore D je tedy **62,02 ± 0,94 ShD**.

Naměřené hodnoty pro POM metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

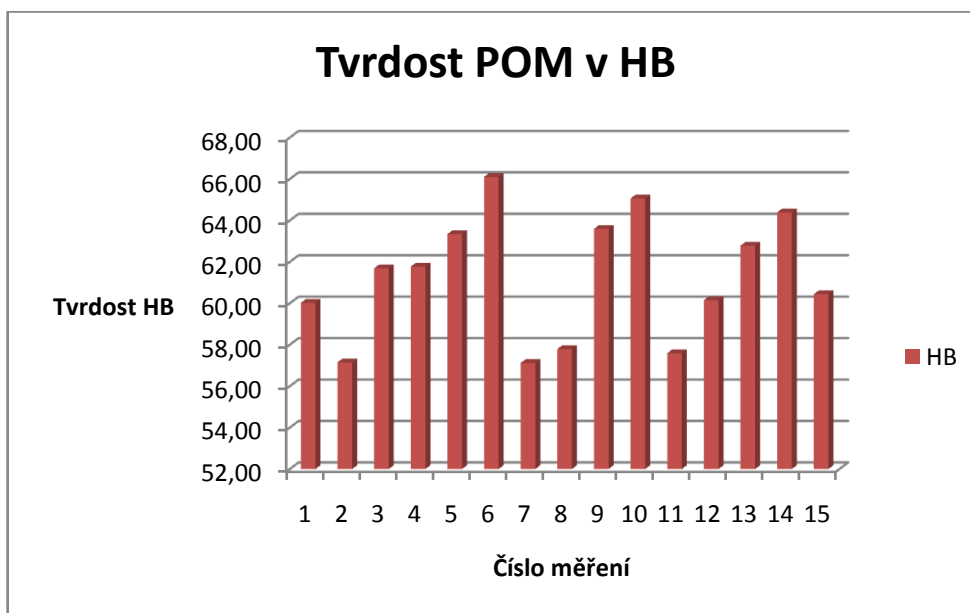
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 9 Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
HB	60,02	57,15	61,69	61,77	63,34	66,10	57,12	57,79	63,59	65,06	57,59	60,15
n	13	14	15									
HB	62,78	64,39	60,44									

$$\bar{x} = 61,27$$

$$s = 2,87$$



Obr. 19 Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/134/4

Výsledná tvrdost materiálu POM naměřená metodou vtlačení kuličky se zátěžnou silou 132 N je tedy **61,27 ± 2,87 HB**.

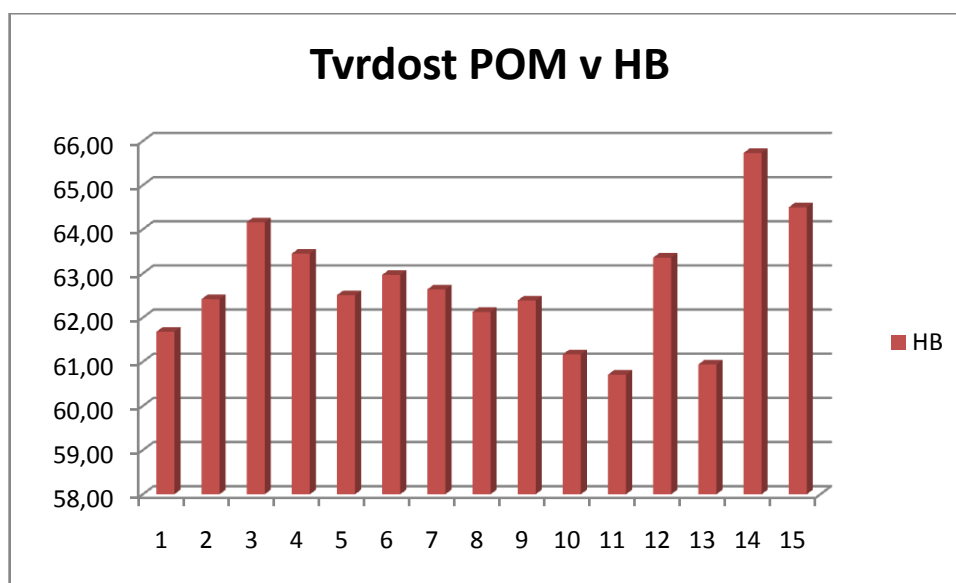
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358N:

Tab. 10 Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
HB	61,68	62,42	64,16	63,45	62,51	62,97	62,64	62,13	62,39	61,17	60,71	63,36
n	13	14	15									
HB	60,94	65,73	64,50									

$$\bar{x} = 61,27$$

$$s = 2,87$$



Obr. 20 Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrdost materiálu POM naměřená metodou vtačení kuličky se zátěžnou silou 132 N je tedy **61,27 ± 2,87 HB**.

2.4 Polyamidy

Polyamidy představují lineární polymery, které obsahují ve svých řetězcích amidové skupiny –CONH. Nejvíce používané jsou polymery s alifatickými řetězci, existují však i polymery s řetězci aromatickými. Pro jejich jednoduché označování se používá systém, kdy je udán počet uhlíků v základních stavebních jednotkách řetězců, např. polyamid 6 obsahuje 6 uhlíků v řetězci. Alifatické polyamidy se také označují podle svého obchodního názvu jako nylony. [8]

2.4.1 Polyamid 12-čirý

Polyamid 12 je materiál vyráběný polymerací laurallaktanu. Je velmi houževnatým materiálem, málo navlhavým a použitelným v rozmezí teplot $-70-80^{\circ}\text{C}$. Zpracovává se především vstřikováním a vytlačováním. Používán je nejčastěji na strojírenské součástky s velkou houževnatostí a odolností, má také velmi dobré kluzné vlastnosti a je odolný proti korozi pod napětím. [8]

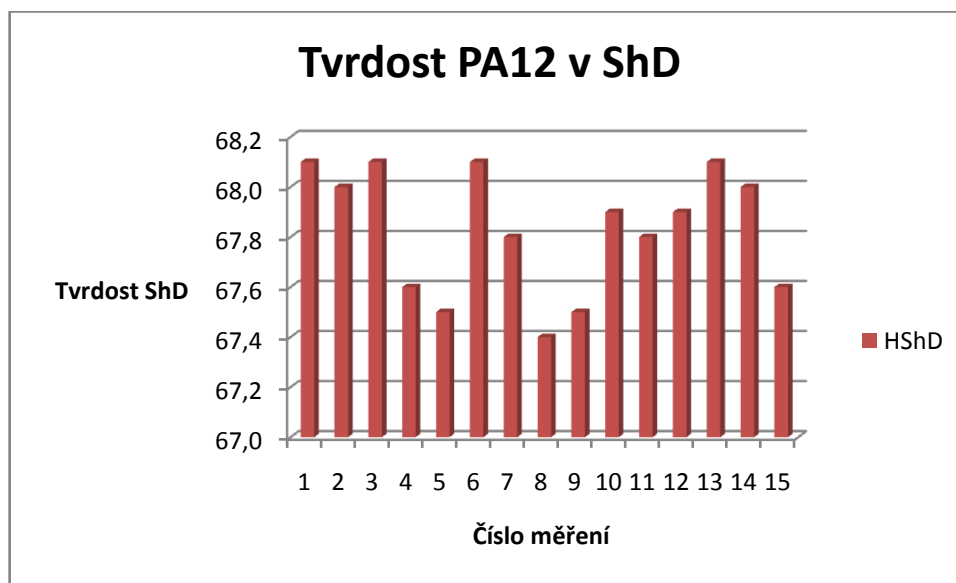
Naměřené hodnoty pro PA12-čirý metodou Shore D

Tab. 11 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	68,1	68,0	68,1	67,6	67,5	68,1	67,8	67,4	67,5	67,9	67,8	67,9	68,1	68,0	67,6

$$\bar{x} = 67,83$$

$$s = 0,24$$



Obr. 21 Naměřené hodnoty PA12 - čirý metodou Shore D

Výsledná tvrđost materiálu PA12-čirý naměřená metodou Shore D je tedy **$67,83 \pm 0,24$ ShD**

Naměřené hodnoty pro PA12-čirý metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

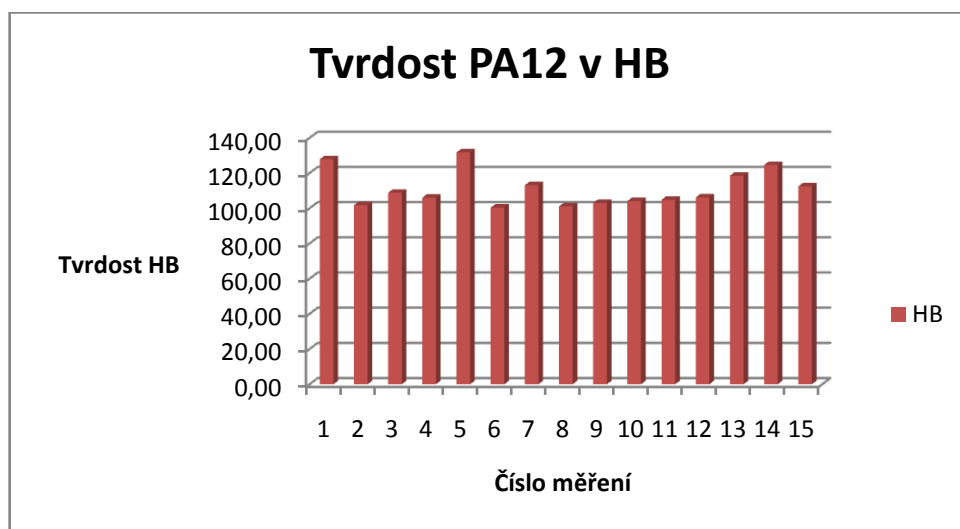
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 12 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	127,90	101,77	108,85	106,04	131,75	100,39	113,14	101,09	103,03	104,12
n	11	12	13	14	15					
HB	104,86	106,18	118,54	124,60	112,45					

$$\bar{x} = 110,98$$

$$s = 9,87$$



Obr. 22 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/132/4

Výsledná tvrđost PA12-čirý naměřená metodou BIM5/132/4 je tedy **110,98 ± 9,87 HB**.

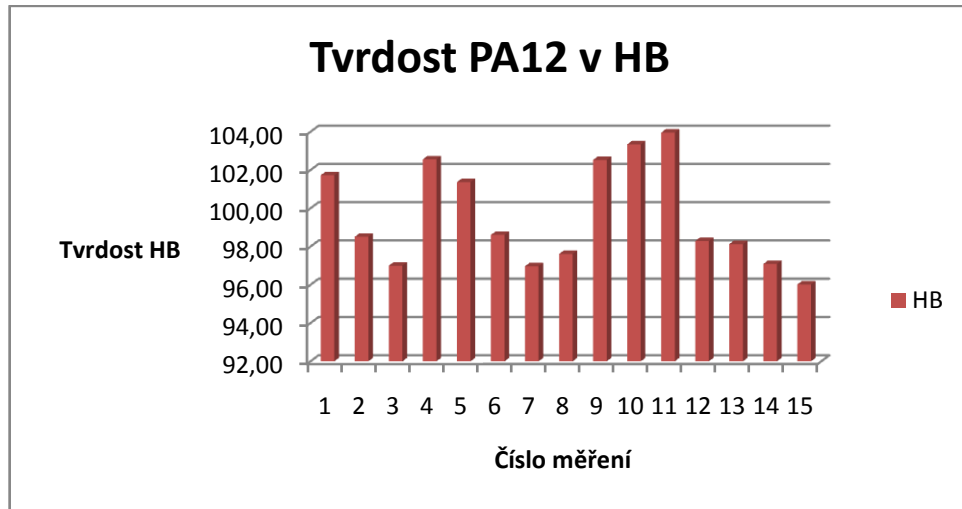
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

Tab. 13 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	101,73	98,51	97,00	102,56	101,37	98,61	96,97	97,61	102,53	103,34
n	11	12	13	14	15					
HB	103,96	98,29	98,13	97,09	96,02					

$$\bar{x} = 99,58$$

$$s = 2,59$$



Obr. 23 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrđost PA12-čirý naměřená metodou BIM5/358/4 je tedy **99,58 ± 2,59 HB**.

2.4.2 Polyamid 12-mléčný

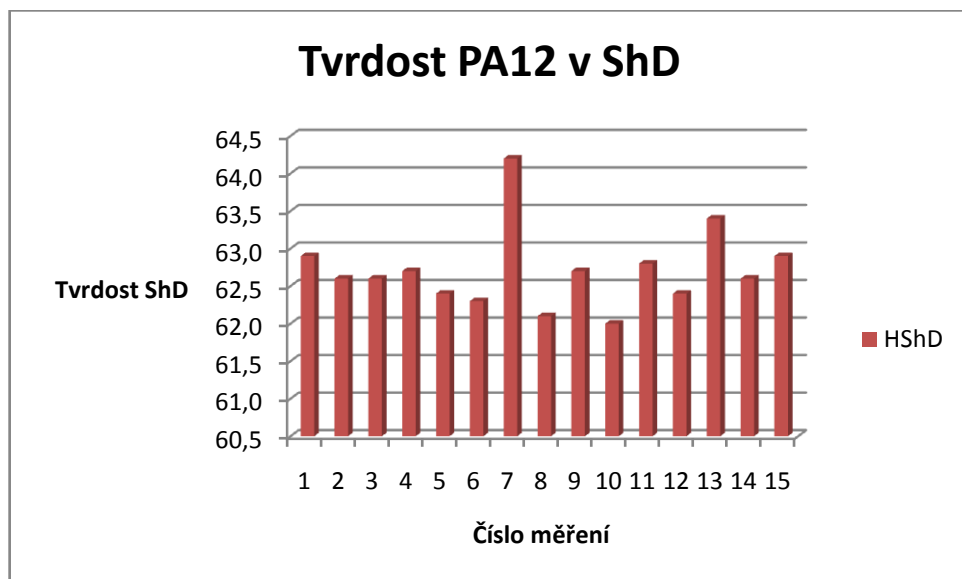
Naměřené hodnoty pro PA12-mléčný metodou Shore D

Tab. 14 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	x
HShD	62,9	62,6	62,6	62,7	62,4	62,3	64,2	62,1	62,7	62,0	62,8	62,4	63,4	62,6	62,9	62,70667

$$\bar{x} = 62,70$$

$$s = 0,52$$



Obr. 24 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou Shore D

Výsledná tvrdost materiálu PA12-mléčný naměřená metodou Shore D je tedy **62,70 ± 0,52 ShD**.

Naměřené hodnoty pro PA12-mléčný metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

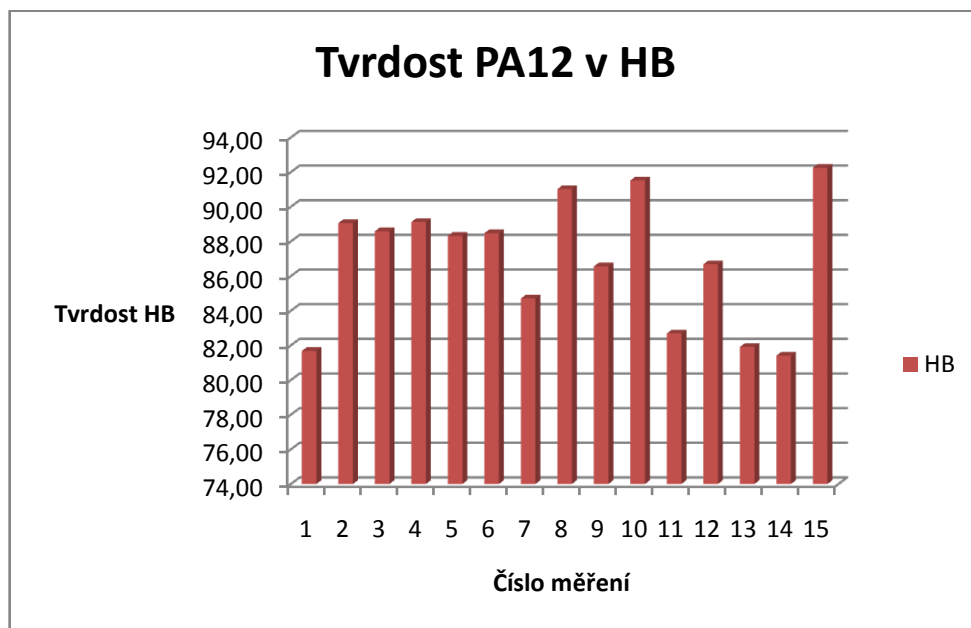
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 15 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	81,68	89,06	88,59	89,12	88,32	88,48	84,71	91,02	86,56	91,52
n	11	12	13	14	15					
HB	82,69	86,68	81,91	81,41	92,25					

$$\bar{x} = 86,93$$

$$s = 3,55$$



Obr. 25 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/132/4

Výsledná tvrdost PA12-mléčný naměřená metodou BIM5/132/4 je tedy **86,93 ± 3,55 HB**.

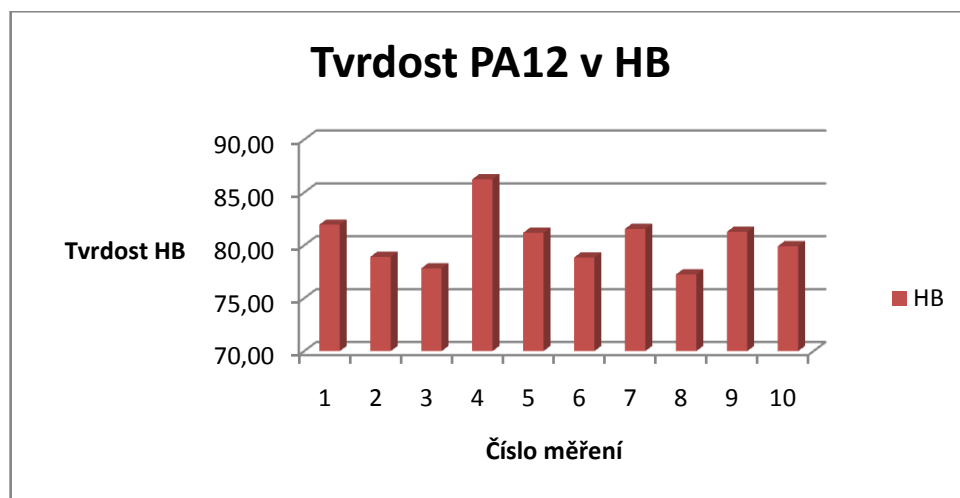
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

Tab. 16 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	81,96	78,92	77,83	86,25	81,19	78,86	81,57	77,25	81,29	79,93
n	11	12	13	14	15					
HB	81,80	79,32	79,87	81,37	75,36					

$$\bar{x} = 80,18$$

$$s = 2,45$$



Obr. 26 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrdost PA12-mléčný naměřená metodou BIM5/132/4 je tedy **80,18 ± 2,45 HB**.

2.4.3 Polyamid 6 GF33

Polyamid 6 se 33% skelných vláken se vyrábí z kyseliny 6-aminokapronové. Jedná se o odolný, houževnatý materiál, který je však velmi navlhavý. Je použitelný v rozmezí teplot -30 až 100°C. Je široce používán v textilním průmyslu. Dále se také používá na výrobu ozubených kol a ovládacích elementů. Je velmi dobře zpracovatelný vstřikováním, vytlačováním i vyfukováním.[8]

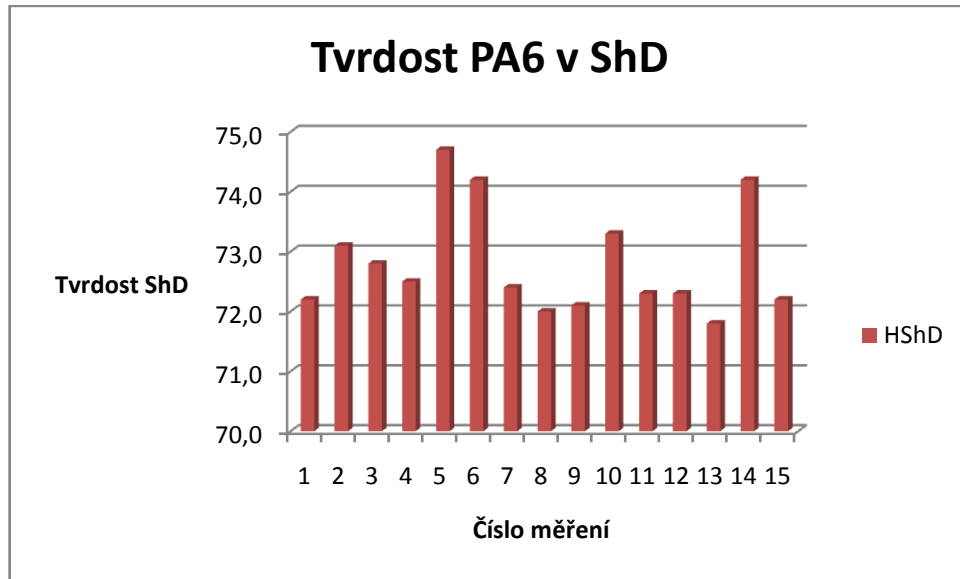
Naměřené hodnoty pro PA6 GF33 metodou Shore D

Tab. 17 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	72,2	73,1	72,8	72,5	74,7	74,2	72,4	72,0	72,1	73,3	72,3	72,3	71,8	74,2	72,2

$$\bar{x} = 72,80$$

$$s = 0,87$$



Obr. 27 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou Shore D

Výsledná tvrđost materiálu PA6 GF33 naměřená metodou Shore D je tedy **72,80 ± 0,87 ShD**.

Naměřené hodnoty pro PA6 GF33 metodou BIM (vtlačéním kuličky)

Metodou vtlačéní kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

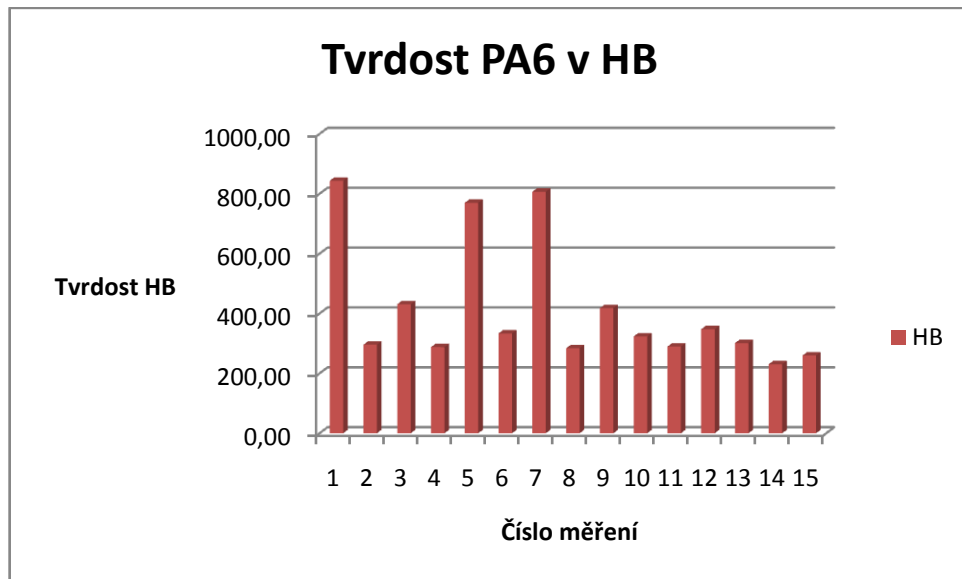
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 18 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	843,35	295,84	430,94	287,76	769,87	333,44	806,72	283,94	417,85	323,36
n	11	12	13	14	15					
HB	289,53	347,55	301,15	230,60	259,71					

$$\bar{x} = 414,77$$

$$s = 202,83$$



Obr. 28 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/132/4

Výsledná tvrđost PA6 GF33 naměřená metodou BIM5/132/4 je tedy **414,77 ± 202,83 HB**.

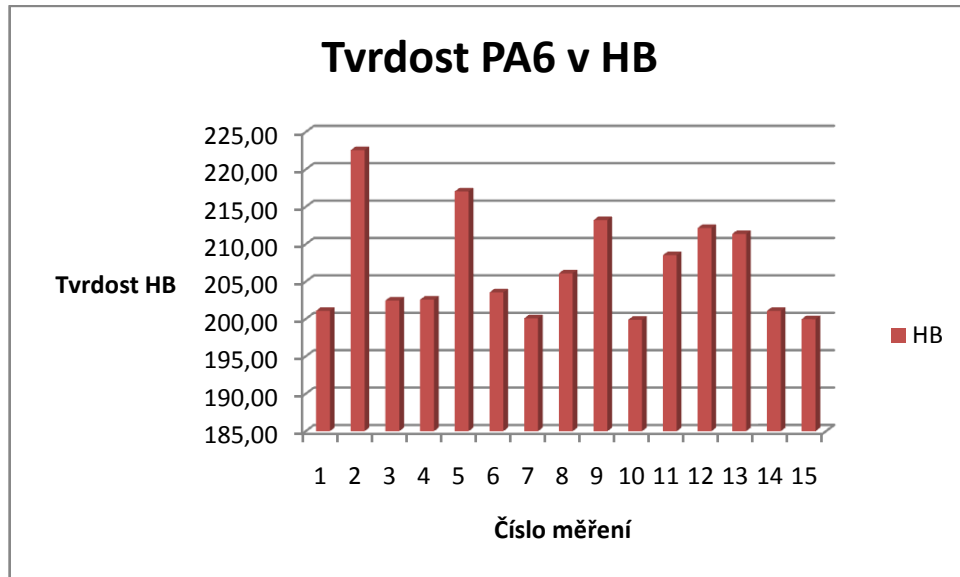
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

Tab. 19 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	201,10	222,58	202,48	202,59	217,07	203,55	200,09	206,11	213,22	199,90
n	11	12	13	14	15					
HB	208,54	212,17	211,38	201,10	199,98					

$$\bar{x} = 206,79$$

$$s = 6,83$$



Obr. 29 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrđost PA6 GF33 naměřená metodou BIM5/358/4 je tedy **206,79 ± 6,83 HB**.

2.4.4 Polyamid 6.6

Polyamid 6.6 je polymerem, který se vyrábí polymerací hexametylendiaminu a kyseliny adipové. Má vysokou odolnost proti oděru a vysokou tuhost a pevnost při horších provozních podmínkách. Je trvale použitelný při teplotách do 90°C. Je vysoce nasávkavý, má dobré kluzné vlastnosti. V anglosaské literatuře se označuje jako nylon 6.6. Nejvíce je používán v textilním průmyslu.[8]

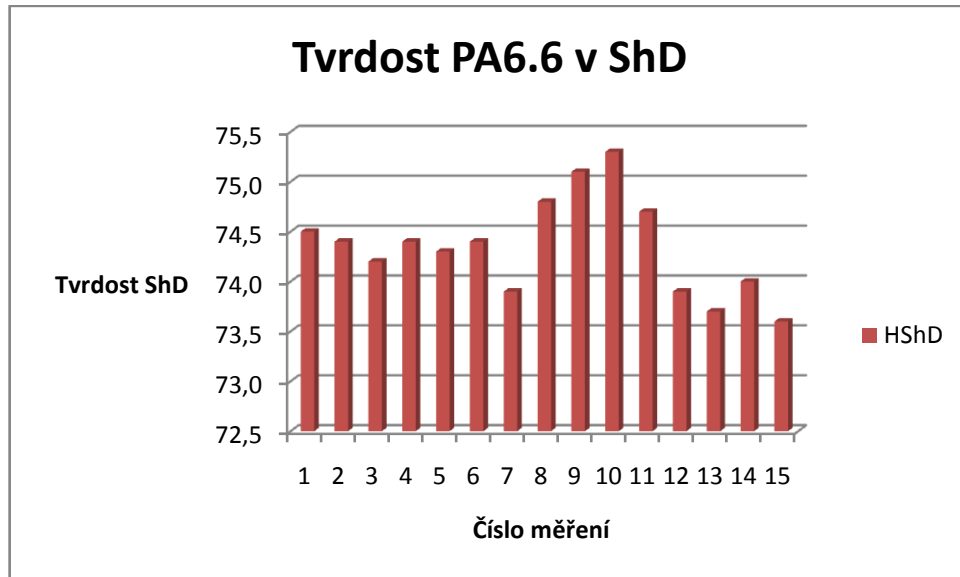
Naměřené hodnoty pro PA6.6 metodou Shore D

Tab. 20 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	74,5	74,4	74,2	74,4	74,3	74,4	73,9	74,8	75,1	75,3	74,7	73,9	73,7	74,0	73,6

$$\bar{x} = 74,35$$

$$s = 0,47$$



Obr. 30 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou Shore D

Výsledná tvrdość materiálu PA6.6 naměřená metodou Shore D je tedy **74,35 ± 0,47 ShD**.

Naměřené hodnoty pro PA6.6 metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

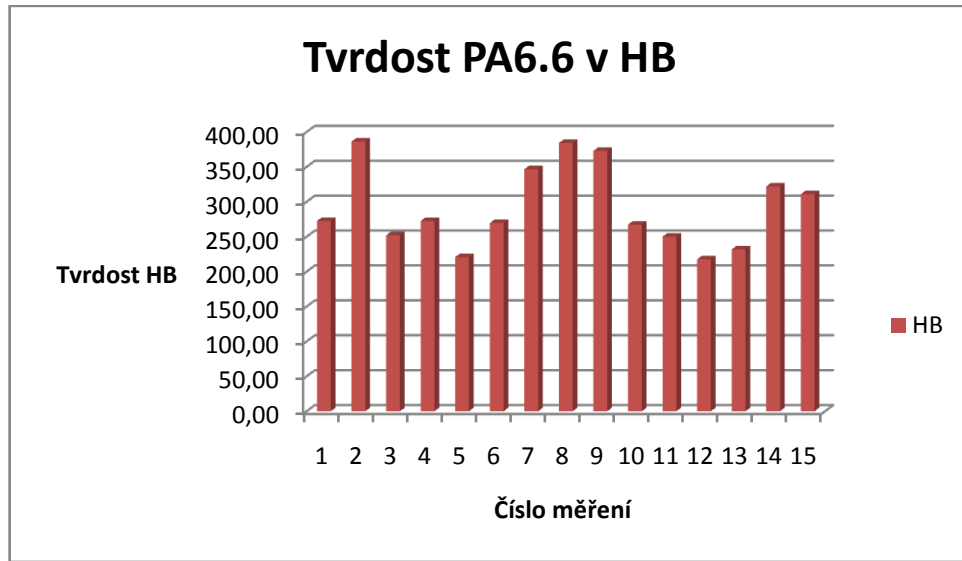
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 21 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	272,54	386,36	252,06	272,52	220,80	269,52	346,70	384,26	372,89	267,30
n	11	12	13	14	15					
HB	250,14	217,53	231,82	322,00	310,88					

$$\bar{x} = 61,27$$

$$s = 2,87$$



Obr. 31 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/134/4

Výsledná tvrđost materiálu PA6.6 naměřená metodou vtlaceni kuličky se zátěžnou silou 132 N je tedy **291,82 ± 56,37 HB**.

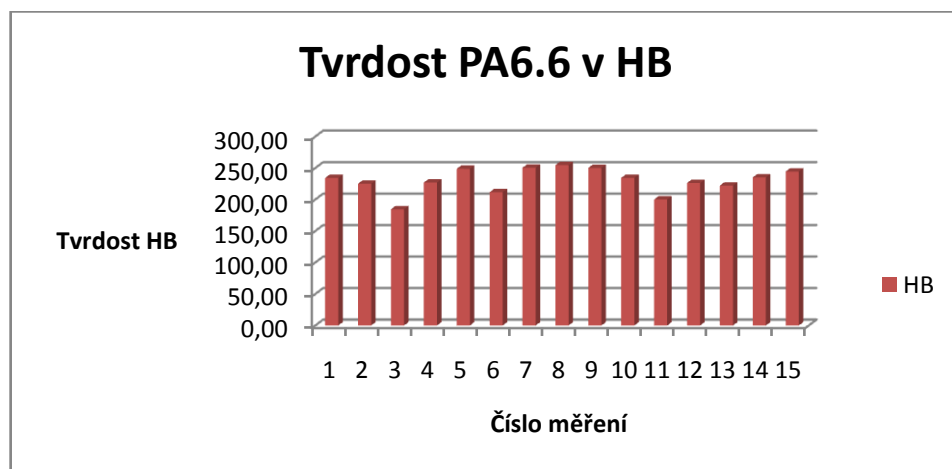
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

Tab. 22 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	234,21	225,12	184,47	226,96	248,76	211,52	250,45	254,55	250,16	234,33
n	11	12	13	14	15					
HB	200,01	226,15	222,15	235,17	244,45					

$$\bar{x} = 229,90$$

$$s = 19,10$$



Obr. 32 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrdost materiálu PA6.6 naměřená metodou vtažení kuličky se zátěžnou silou 358 N je tedy **229,90 ± 19,10 HB**.

2.4.5 Polyamid 66 GF25

Polyamid 66 GF25 se od předchozího polyamidu liší přidavkem 25% skelných vláken. Ta jsou přidávána za účelem zvýšení pevnosti materiálu.[8]

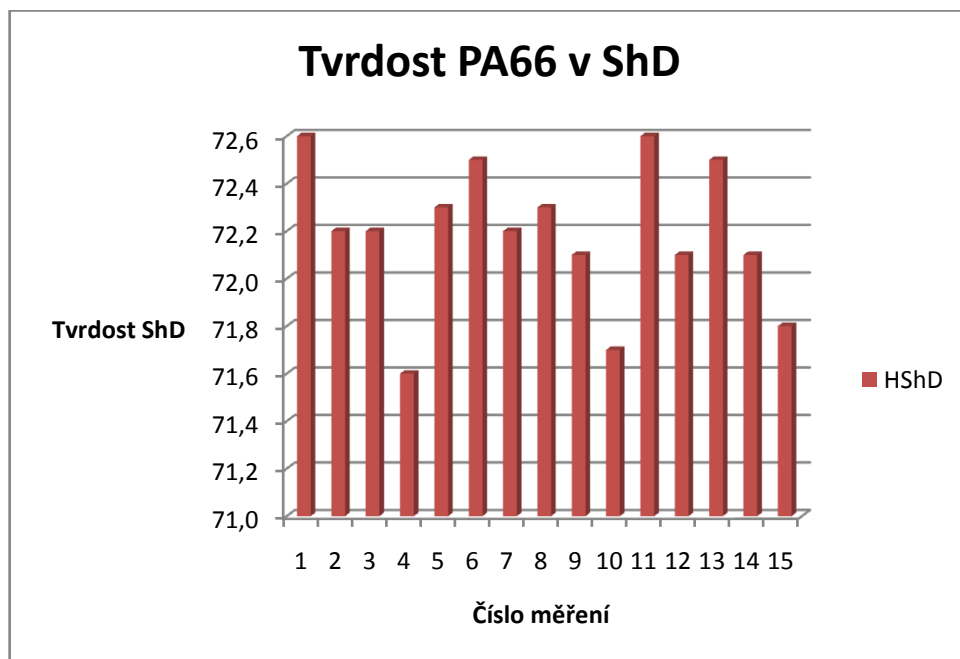
Naměřené hodnoty pro PA66 GF25 metodou Shore D

Tab. 23 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	72,6	72,2	72,2	71,6	72,3	72,5	72,2	72,3	72,1	71,7	72,6	72,1	72,5	72,1	71,8

$$\bar{x} = 72,19$$

$$s = 0,29$$



Obr. 33 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou ShD

Výsledná tvrdost materiálu PA66 GF25 naměřená metodou Shore D je tedy **72,19 ± 0,29 ShD**.

Naměřené hodnoty pro PA66 metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

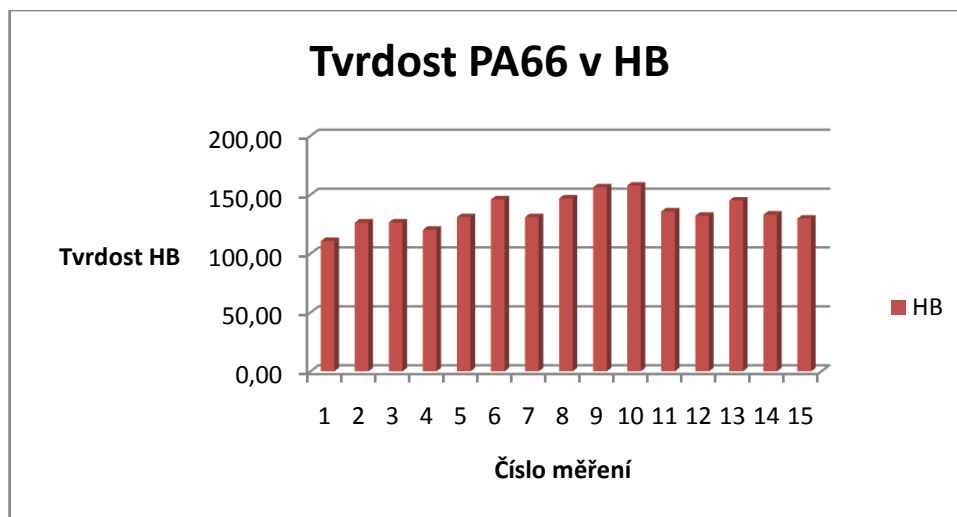
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 24 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	110,61	126,35	126,46	120,27	130,99	145,96	130,99	146,81	156,34	157,78
n	11	12	13	14	15					
HB	135,76	132,12	145,10	133,11	129,76					

$$\bar{x} = 135,23$$

$$s = 12,56$$



Obr. 34 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/134/4

Výsledná tvrđost materiálu PA66 naměřená metodou vtlačení kuličky se zátěžnou silou 132N je tedy **135,23 ± 12,56 HB**.

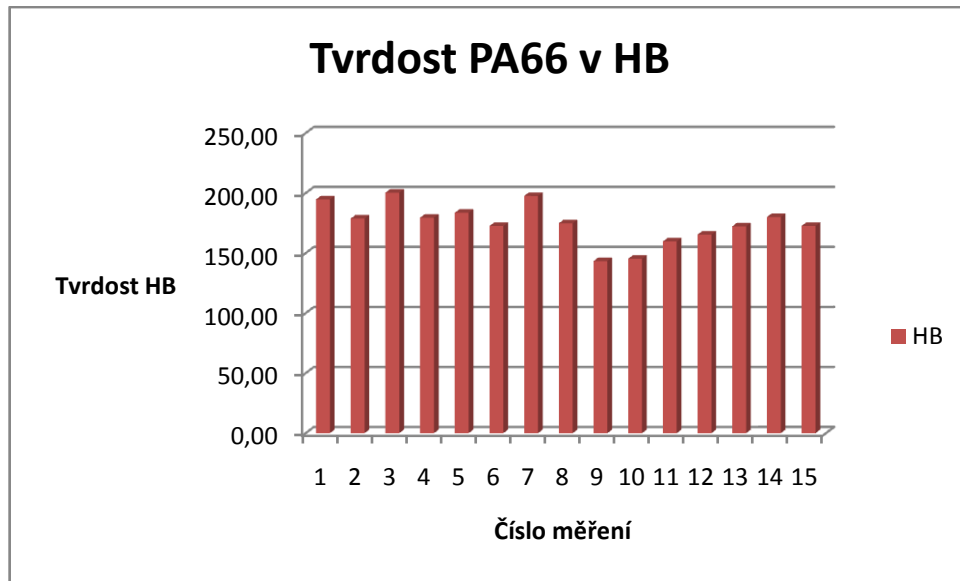
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

Tab. 25 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	194,79	178,84	200,36	179,54	183,62	172,57	197,63	174,88	143,36	145,36
n	11	12	13	14	15					
HB	159,71	165,43	172,31	180,12	172,72					

$$\bar{x} = 174,75$$

$$s = 16,14$$



Obr. 35 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrđost materiálu PA66 naměřená metodou vtačení kuličky se zátěžnou silou 132N je tedy **174,75 ± 16,14 HB**.

2.4.6 Polyamid 66 GF33

Polyamid 66 GF33 je dalším zástupcem materiálů ze skupiny polyamidů, tentokrát se liší přídavkem 33% skelných vláken. [8]

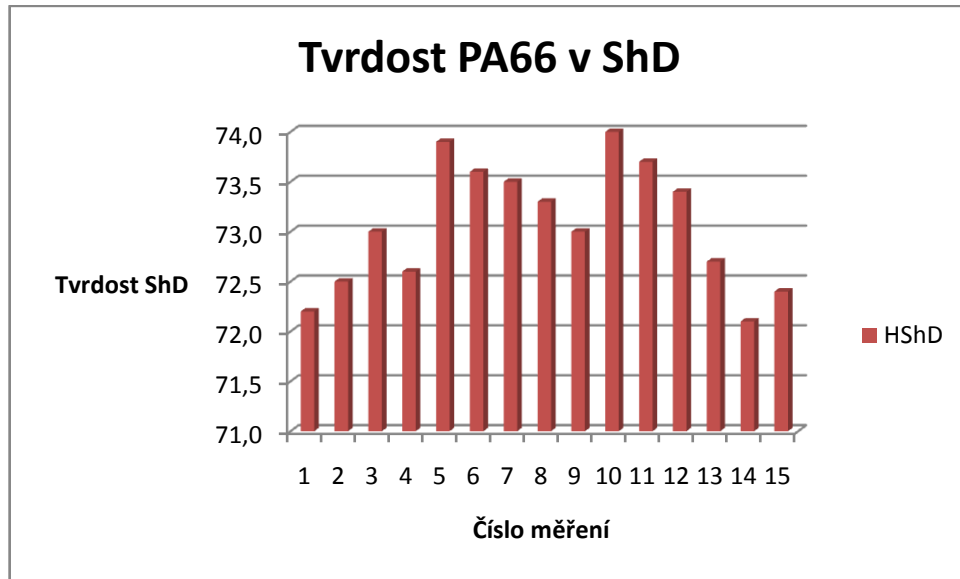
Naměřené hodnoty pro PA66 GF33 metodou Shore D

Tab. 26 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou ShD

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
HShD	72,2	72,5	73,0	72,6	73,9	73,6	73,5	73,3	73,0	74,0	73,7	73,4	72,7	72,1	72,4

$$\bar{x} = 73,06$$

$$s = 0,60$$



Obr. 36 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou ShD

Výsledná tvrdost materiálu PA66 GF33 naměřená metodou Shore D je tedy **73,06 ± 0,60 ShD**.

Naměřené hodnoty pro PA66 metodou BIM (vtlačení kuličky)

Metodou vtlačení kuličky byla provedena celkem 2 měření, která se lišila použitou zatěžovací silou. Průměr kuličky byl v obou případech 5 mm a bylo použito předběžného zatížení 9,8 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

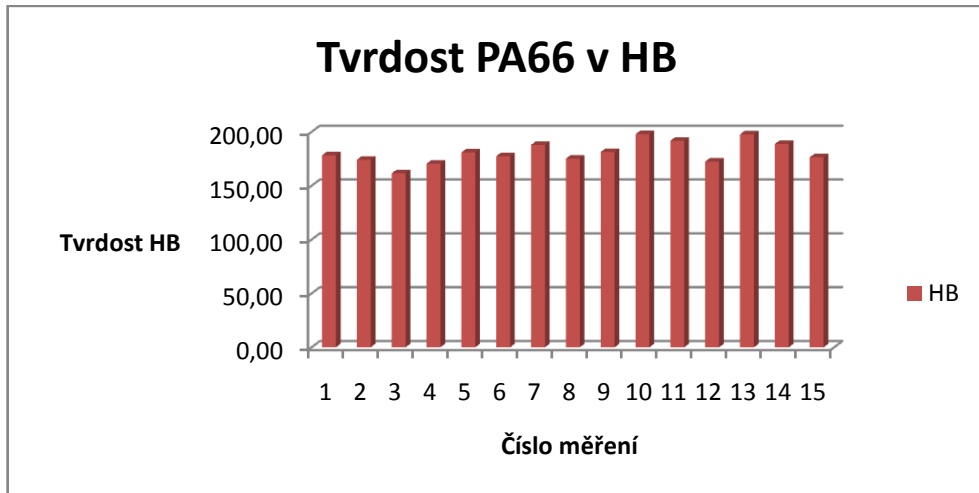
Naměřená data pro zatěžovací sílu 132 N:

Tab. 27 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/132/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	178,30	174,12	161,52	170,50	180,92	177,45	187,89	175,20	181,32	197,95
n	11	12	13	14	15					
HB	191,82	172,50	197,81	188,83	176,42					

$$\bar{x} = 180,84$$

$$s = 9,93$$



Obr. 37 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/134/4

Výsledná tvrđost materiálu PA66 GF33 naměřená metodou vtlačení kuličky se zátěžnou silou 132 N je tedy **180,84 ± 9,93 HB**.

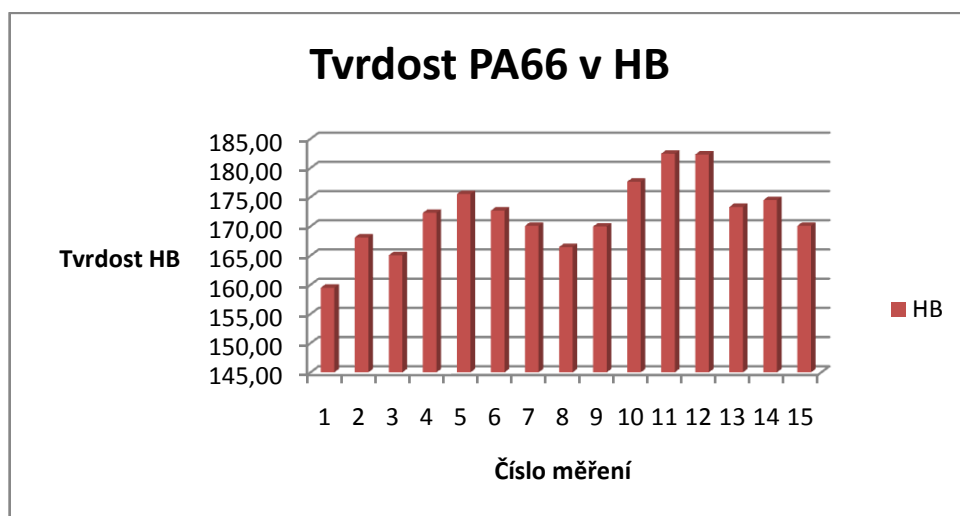
Naměřená data pro zatěžovací sílu 358 N:

Tab. 28 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/358/4

n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HB	159,49	168,11	165,06	172,32	175,54	172,71	170,10	166,45	169,98	177,65
n	11	12	13	14	15					
HB	182,45	182,31	173,32	174,50	170,10					

$$\bar{x} = 172,01$$

$$s = 5,95$$



Obr. 38 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/358/4

Výsledná tvrđost PA66 GF33 vtlačení kuličky se silou 132N je **172,01 ± 5,95 HB**.

3 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Experimentální část spočívala v provedeném měření tvrdosti různých druhů polymerů. Bylo vybráno celkem 8 zkušebních vzorků z různých materiálů, z nichž byla vyrobena zkušební tělesa. Na těchto zkušebních tělesech bylo provedeno měření tvrdosti celkem 3 metodami. První metodou byla zkouška tvrdosti podle Shoreho stupnice D, dále byly použity metody vtláčování kuličky, které se lišily použitým zkušebním zatížením. Bylo použito zkušební zatížení 132 a 358 N, u obou byla použita shodná kulička průměru 5 mm a shodná doba zatížení 4 sekundy. Hlavním cílem experimentální části bylo srovnání tvrdostí jednotlivých polymerních materiálů.

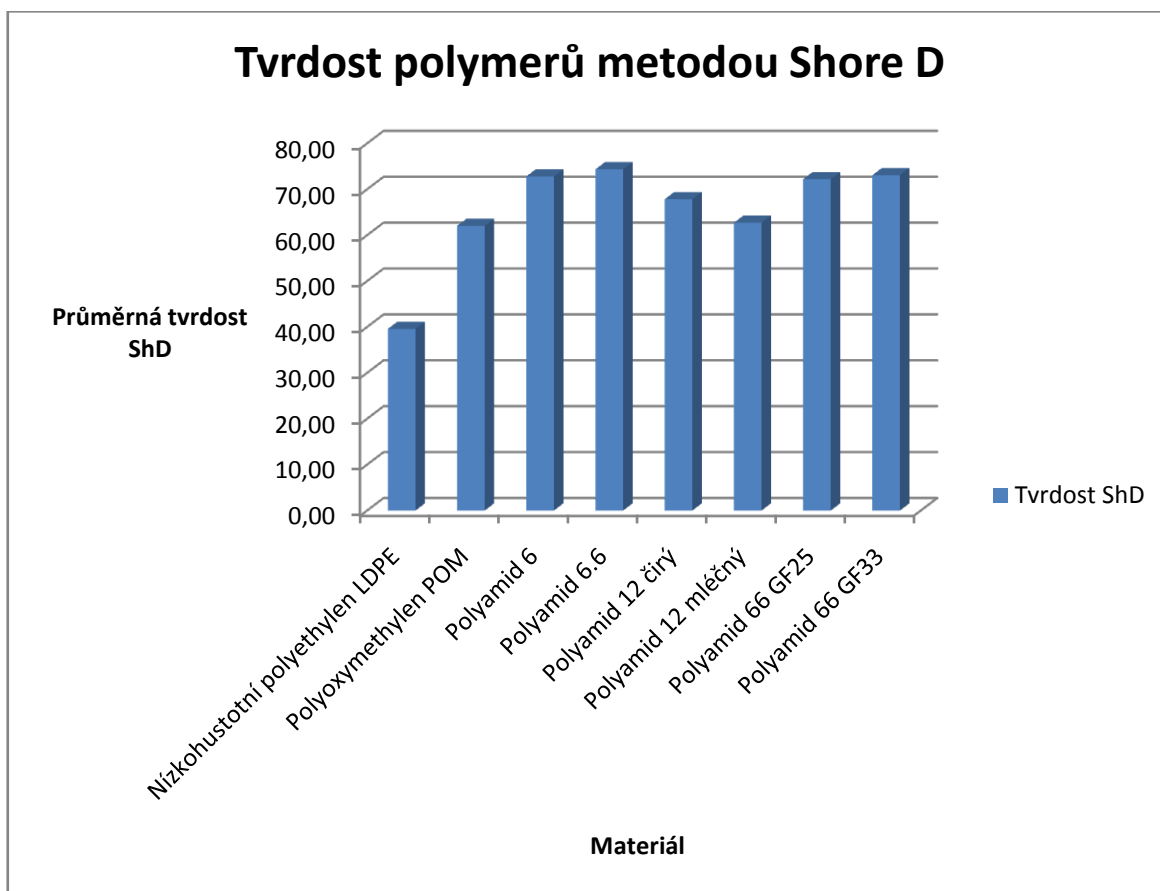
Každý z vybraných zkušebních vzorků byl změřen každou metodou celkem 15-krát na různých místech.

Po provedeném měření byly jeho výsledky počítačově zpracovány v programu MS Excel a bylo provedeno jejich grafické vyhodnocení ve formě tabulek a grafů.

V následující tabulce jsou uvedeny aritmetické průměry naměřených hodnot metodu Shore D pro jednotlivé zkušební vzorky z měřených materiálů. Pod ní následuje graf, ve kterém jsou zobrazeny naměřené výsledky. Metoda Shore D se ukázala jako velmi vhodná pro všechny zadané polymery, protože naměřené hodnoty pro jednotlivé druhy materiálů nevykazovaly velký rozptyl a metoda byla bez problémů použitelná pro všechny druhy materiálů.

Tab. 29 Porovnání výsledků metodou Shore D

Porovnání tvrdosti materiálů metodou Shore D	
Materiál	Průměrná tvrdost ShD
Nízkohustotnípolyethylen LDPE	39,58
Polyoxymethylen POM	62,02
Polyamid 6	72,80
Polyamid 6.6	74,35
Polyamid 12 čirý	67,83
Polyamid 12 mléčný	62,70
Polyamid 66 GF25	72,19
Polyamid 66 GF33	73,06



Obr. 39 Porovnání výsledků metodou Shore D

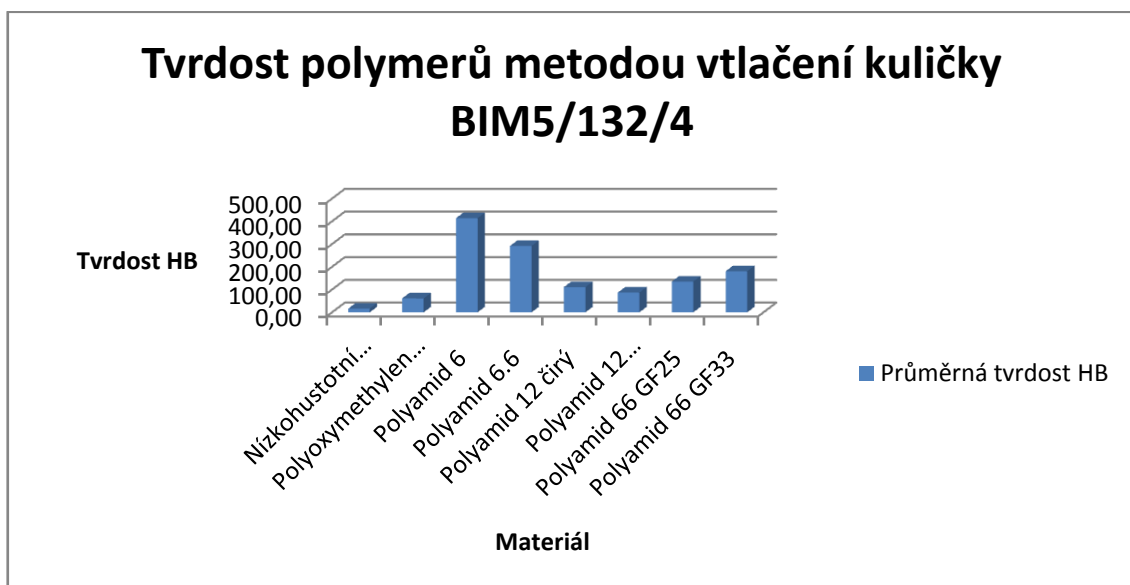
Metodou Shore D byly naměřeny tvrdosti v rozmezí 39,58 - 74,35 ShD. Z tabulky i grafu je patrné, že nejvyšší tvrdosti dosahují materiály z polyamidové skupiny, oproti polyethylenu a polyoxymethylenu. Polyetylen dosahuje oproti polyamidům zhruba poloviční tvrdosti. Nejtvrdším materiálem byl Polyamid 6.6 neboli nylon 6.6, který dosáhl tvrdosti 74,35 ShD. Dále následovaly ostatní polyamidy, za nimi byl polyoxymethylen s tvrdostí 62,02 ShD a jako nejměkčí byl změřen polyetylen s tvrdostí 39,58 ShD. Z obrázku 39 je dále patrné, že tvrdost polyamidu 66 příliš nezávisí na obsahu skelných vláken. Tvrдость polymerů je nejvíce závislá na jejich chemickém složení.

Další použitou metodou měření tvrdosti byla metoda vtlačení kuličky BIM5/132/4. Byla použita kulička o průměru 5 mm, těleso bylo nejprve zatíženo předběžným zatížením 9,8 N a potom zkušebním zatížením 132 N. Doba zatěžování činila 4 sekundy.

Naměřená data jsou uvedena v následující tabulce a grafu. Je z nich patrné, že metoda není vhodná pro měření tvrdosti tvrdých polyamidů, kde došlo k naměření výsledků neodpovídajících metodě Shore D. Největší rozdíl byl dosažen u materiálu Polyamid 6, kde i z velké hodnoty směrodatné odchylky je patrné, že metoda není pro měření tohoto materiálu vhodná. Dále se projevilo, že metoda také není vhodná pro příliš měkké materiály, protože u polyethylenu nebylo také dosaženo požadovaného výsledku. Jediným materiálem kde může být metoda spolehlivě použita je tedy polyoxymethylen POM, kde naměřená hodnota odpovídala hodnotě naměřené metodou Shore D.

Tab. 30 Porovnání výsledků metodou BIM5/134/4

Porovnání tvrdosti materiálů metodou BIM5/132/4	
Materiál	Průměrná tvrdost HB
Nízkohustotnípolyethylen LDPE	16,23
Polyoxymethylen POM	61,27
Polyamid 6	414,27
Polyamid 6.6	291,82
Polyamid 12 čirý	110,98
Polyamid 12 mléčný	86,93
Polyamid 66 GF25	135,23
Polyamid 66 GF33	180,84



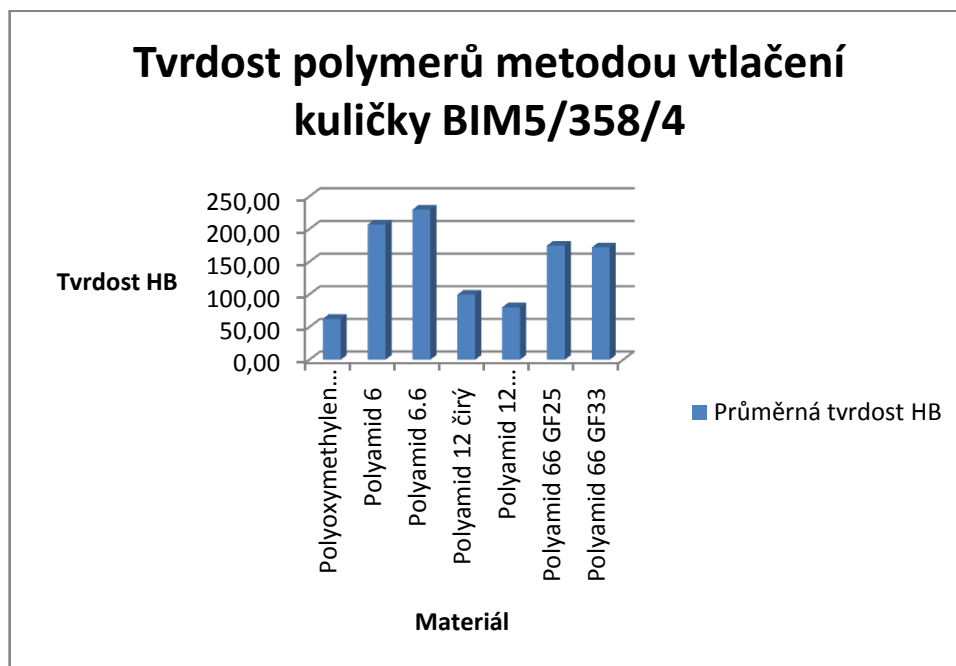
Obr. 40 Porovnání výsledků metodou BIM5/132/4

Další použitou metodou byla stejná metoda vtlačení kuličky. Veškeré parametry měření zůstaly stejné, pouze bylo použito většího zkušebního zatížení 358 N.

Výsledky provedeného měření jsou zaznamenány v následující tabulce a grafu. Je z nich opět patrných několik zjištění. Jediným materiálem, u kterého bylo dosaženo spolehlivého výsledku je opět polyoxymethylen POM. Pro měkký polyetylen LDPE nebylo vůbec možné měření provést, vždy došlo k chybě měřícího zařízení. U tvrdých polyamidů opět došlo k neuspokojivým výsledkům. Pouze u polyamidu 12 už se hodnoty alespoň více přiblížily k hodnotám z metody Shore D.

Tab. 31 Porovnání výsledků metodou BIM5/358/4

Porovnání tvrdosti materiálů metodou BIM5/358/4	
Materiál	Průměrná tvrdost HB
Nízkohustotnípolyethylen LDPE	-
Polyoxymethylen POM	62,72
Polyamid 6	206,79
Polyamid 6.6	229,90
Polyamid 12 čirý	99,58
Polyamid 12 mléčný	80,18
Polyamid 66 GF25	174,75
Polyamid 66 GF33	172,01



Obr. 41 Porovnání výsledků metodou BIM5/358/4

Z provedených měření tvrdosti polymerů 3 různými metodami tedy vyplynulo, že nejvhodnější metodou je metoda Shore D. Tato metoda byla spolehlivě použitelná pro všechny zadané zkušební vzorky z různých materiálů. Naměřené výsledky pro jednotlivý materiál se od sebe příliš nelišily a bylo dosaženo pouze malé směrodatné odchylky. Tato metoda tedy pro většinu polymerních materiálů je vhodná a může být spolehlivě použita.

Metodou vtlačení kuličky nebylo dosaženo spolehlivých výsledků u mnoha materiálů. Z výsledků vyplývá, že není vhodná pro měkké materiály jako LDPE, a také se nehodí pro měření tvrdých materiálů ze skupiny polyamidů. Při použití menší i větší zátěžné síly byl spolehlivý výsledek dosažen pouze u polyoxymethylenu, který je středně tvrdým materiálem. Dále se ukázalo, že při použití ještě větší zátěžné síly by možná došlo k naměření spolehlivých výsledků i u skupiny polyamidových materiálů, protože při větší zátěžné síle došlo k přiblížení výsledků k výsledkům získaným metodou Shore D.

Spolehlivých výsledků nebylo dosaženo u měkkých materiálů nejspíš neúměrně hlubokým vniknutím zkušební kuličky do povrchu materiálu. U tvrdých polyamidů zase menší zátěžné síly neumožnily dostatečně hluboký vtisk, a v důsledku toho byly naměřeny neúměrně vysoké hodnoty, které neodpovídají metodě Shore.

ZÁVĚR

Tato bakalářská práce se zabývala problémem měření tvrdosti různých druhů polymerů, a to za použití 3 různých metod měření. V teoretické části byl proveden úvod do měření tvrdosti polymerů, byly popsány jednotlivé měřicí metody používané v praxi. V experimentální části bylo prováděno měření celkem 8 různých druhů polymerních materiálů. Byly vybrány materiály ze skupiny polyolefinů, polyacetalů a polyamidů. Poté následovalo zpracování výsledků.

Použity byly 3 metody. První metodou byla metoda Shore D, dále bylo použito 2x metody měření tvrdosti vtlačáním kuličky. Pouze bylo použito odlišné zkušební zatížení. Každý materiál byl změřen každou metodou celkem 15-krát na různých místech.

Po provedeném měření byly naměřené výsledky počítačově zpracovány do tabulek a grafů pomocí programu MS Excel. Z výsledků experimentální části vyplynulo několik podstatných skutečností. Jako nejvhodnější metoda se projevila metoda Shore D. touto metodou byly bez problémů změřeny všechny vybrané zkušební vzorky a poskytla spolehlivé výsledky. Metoda vtlačáním kuličky BIM5/132/4 byla použitelná pouze pro středně tvrdý materiál polyoxymethylen POM, pro zbylých 7 druhů materiálů nebyla vhodná. Metoda BIM5/358/4 byla opět vhodná pouze pro POM, materiál LDPE nebylo možné vůbec změřit z důvodu příliš hlubokého vniknutí kuličky do jeho povrchu. U tvrdých polyamidů se ukázalo, že pokud by bylo použito ještě větší zatěžovací síly, bylo by možné dosáhnout také spolehlivých výsledků.

Metoda Shore D tedy byla pro zvolené materiály nejvhodnější a je možné ji doporučit pro jejich měření. U ostatních použitých metod vtlačáním kuličky bylo zvoleno nevhodné zkušební zatížení, které pro měkké materiály bylo příliš velké, a naopak pro tvrdé materiály příliš malé.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] SCHATZ, Miroslav, VONDRÁČEK, Petr. *Zkoušení polymeru*. 1. vyd. Praha: SNTL-nakladatelství technické literatury, 1979. 264 s.
- [2] PTÁČEK, Ludvík a kolektiv. *Nauka o materiálu*. 2. vyd. Brno: CERM-akademické nakladatelství. 520 s.
- [3] HLUCHÝ, Miroslav, KOLOUCH, Jan. *Stojírenská technologie 1 - 1. díl: Nauka o materiálu*. 3. vyd. Praha: Scientia, 2002. 266 s.
- [4] JARUŠEK, Jaroslav. *Metody zkoumání polymerů*. 2. vyd. Pardubice: Vysoká škola chemicko-technologická v Pardubicích, 1984. 105 s.
- [5] TICHAVA, Miroslav. *Měření tvrdosti pryže a plastů v současném zkušebnictví: Technická zpráva VUGPT Zlín*. Zlín 1985
- [6] RYBNÍKÁŘ, František a kolektiv. *Analýza a zkoušení plastických hmot*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1965. 420 s.
- [7] LUDVÍK, Jan, BÍLEK, Karel, LUDVÍK Štěpán. *Zkoušky tvrdosti..* 3. vyd. Kladno: Metrotest Kladno. 22 s.
- [8] MLEZIVA, Josef. *Polymery-struktura, vlastnosti, použití*. 1. vyd. Praha: Sobotáles, 1993. 528 s.
- [9] ČSN EN ISO 2039-1. *Plasty – Stanovení tvrdosti – Část 1 : Metoda vtlačení kuličky*. Praha: Český normalizační institut, 2003. 12 s.
- [10] ČSN EN ISO 2039-2. *Plasty – Stanovení tvrdosti – Část 2 : Tvrdost dle Rockwella*. Praha: Český normalizační institut, 2000. 12 s.
- [11] ČSN EN ISO 868. *Plasty a ebonit – Stanovení tvrdosti vtlačováním hrotu tvrdoměru (tvrdost Shore)*. Praha: Český normalizační institut, 2003. 12 s.
- [12] ČSN ISO 48. *Pryž, vulkanizovaný nebo termoplastický elastomer – Stanovení tvrdosti (tvrdost mezi 10 IRHD a 100 IRHD)*. Praha: Český normalizační institut, 2008. 24 s.
- [13] Skúšky tvrdosti [online]. 2011, [cit. 2011-20-1].
<http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531>
- [14] Labortech s. r. o. Opava [online]. 2011, [cit. 2011-20-1].
<http://www.labortech.cz/clanek/tvrdomer-brinel-brfest-29a/65/>

- [15] Struers Česká republika [online]. 2011, [cit. 2011-22-1].
<http://www.struers.com/resources/elements/7/2991591.jpg>
- [16] Igitur spol. s. r. o. Louny [online]. 2011, [cit. 2011-23-1].
http://www.igitur.cz/index.php?main_page=product_info&products_id=43
- [17] Somex servis spol. s. r. o. Teplice [online]. 2011, [cit. 2011-24-1].
<http://somex.cz/tvrdomer-shore-typ-a.html>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

ČSN	Česká norma.
D	Průměr měřicí kuličky.
d	Průměr vtisku.
d ₁	Délka úhlopříčky.
d ₂	Délka úhlopříčky.
d _{1,2}	Aritmetický průměr úhlopříček.
e	Hloubka vtisku.
F	Zkušební síla.
F ₀	Počáteční zkušební zatížení.
F ₁	Přídavné zkušební zatížení.
F _r	Redukované zkušební zatížení.
H	Značka tvrdosti.
h	Hloubka vtisku.
h ₁	Reverzibilní (vratná) hloubka vtisku.
h ₂	Ireverzibilní (nevratná) hloubka vtisku.
HA	Hodnota tvrdosti naměřená tvrdoměrem typu A.
HD	Hodnota tvrdosti naměřená tvrdoměrem typu D.
HB	Tvrdoměr podle Brinella.
HMa	Tvrdoměr podle Martense.
HR	Tvrdoměr podle Rockwella.
h _r	Redukovaná hloubka vtlačení, která má hodnotu 0,25mm.
HSh	Tvrdoměr podle Shoreho.

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Princip měření tvrdosti metodou Brinell [13]	15
Obr. 2 Zápis hodnoty tvrdosti podle Brinella [3].....	17
Obr. 3 Přístroj na měření tvrdosti metodou.....	18
Obr. 4 Princip měření tvrdosti metodou Rockwell [13].....	20
Obr. 5 Princip měření tvrdosti metodou Rockwell [3].....	22
Obr. 6 Přístroj na měření tvrdosti metodou Rockwell - Struers DuraJet [15]	23
Obr. 7 Princip měření tvrdosti metodou Vickers [13]	24
Obr. 8 Průběh zkušebního zatížení	26
Obr. 9 Princip měření tvrdosti metodou Vickers [3]	27
Obr. 10 Přístroj na měření tvrdosti metodou Vickers - Igitur 432/452 SVD [16]	27
Obr. 11 Hroty tvrdoměrů Shore A, D [11].....	28
Obr. 12 Princip měření tvrdosti metodou Shore [3]	30
Obr. 13 Přístroj na měření tvrdosti metodou Shore - Somex Sh A [17]	30
Obr. 14 Přístroj AFFRI ART13.....	38
Obr. 15 Přístroj AFFRI Integral 2E	39
Obr. 16 Naměřené hodnoty LDPE metodou Shore D.....	42
Obr. 17 Naměřené hodnoty LDPE metodou BIM5/134/4.....	43
Obr. 18 Naměřené hodnoty POM metodou Shore D	44
Obr. 19 Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/134/4	45
Obr. 20 Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/358/4	46
Obr. 21 Naměřené hodnoty PA12 - čirý metodou Shore D	47
Obr. 22 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/132/4	48
Obr. 23 Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/358/4	49
Obr. 24 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou Shore D	49
Obr. 25 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/132/4	50
Obr. 26 Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/358/4	51
Obr. 27 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou Shore D.....	52
Obr. 28 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/132/4.....	53
Obr. 29 Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/358/4.....	54
Obr. 30 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou Shore D.....	55
Obr. 31 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/134/4	56
Obr. 32 Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/358/4.....	56

Obr. 33 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou ShD	57
Obr. 34 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/134/4.....	58
Obr. 35 Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/358/4.....	59
Obr. 36 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou ShD	60
Obr. 37 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/134/4.....	61
Obr. 38 Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/358/4.....	61
Obr. 39 Porovnání výsledků metodou Shore D.....	63
Obr. 40 Porovnání výsledků metodou BIM5/132/4	64
Obr. 41 Porovnání výsledků metodou BIM5/358/4	65

SEZNAM TABULEK

Tab. 1 <i>Zatížení a průměry kuliček u metody Rockwell [10]</i>	20
Tab. 2 <i>Skupiny měření tvrdosti podle Vickerse [3]</i>	25
Tab. 3 <i>Hodnoty pro měření tvrdosti podle IRHD [12]</i>	32
Tab. 4 <i>Nejmenší vzdálenosti bodů měření od okraje vzorku [12]</i>	33
Tab. 5 <i>Hodnoty Mohsovy stupnice tvrdosti [4]</i>	35
Tab. 6 <i>Naměřené hodnoty LDPE metodou ShD</i>	42
Tab. 7 <i>Naměřené hodnoty LDPE metodou BIM5/132/4</i>	42
Tab. 8 <i>Naměřené hodnoty POM metodou ShD</i>	44
Tab. 9 <i>Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/132/4</i>	45
Tab. 10 <i>Naměřené hodnoty POM metodou BIM5/358/4</i>	46
Tab. 11 <i>Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou ShD</i>	47
Tab. 12 <i>Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/132/4</i>	48
Tab. 13 <i>Naměřené hodnoty PA12-čirý metodou BIM5/358/4</i>	48
Tab. 14 <i>Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou ShD</i>	49
Tab. 15 <i>Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/132/4</i>	50
Tab. 16 <i>Naměřené hodnoty PA12-mléčný metodou BIM5/358/4</i>	51
Tab. 17 <i>Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou ShD</i>	51
Tab. 18 <i>Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/132/4</i>	52
Tab. 19 <i>Naměřené hodnoty PA6 GF33 metodou BIM5/358/4</i>	53
Tab. 20 <i>Naměřené hodnoty PA6.6 metodou ShD</i>	54
Tab. 21 <i>Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/132/4</i>	55
Tab. 22 <i>Naměřené hodnoty PA6.6 metodou BIM5/358/4</i>	56
Tab. 23 <i>Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou ShD</i>	57
Tab. 24 <i>Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/132/4</i>	58
Tab. 25 <i>Naměřené hodnoty PA66 GF25 metodou BIM5/358/4</i>	58
Tab. 26 <i>Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou ShD</i>	59
Tab. 27 <i>Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/132/4</i>	60
Tab. 28 <i>Naměřené hodnoty PA66 GF33 metodou BIM5/358/4</i>	61
Tab. 29 <i>Porovnání výsledků metodou Shore D</i>	62
Tab. 30 <i>Porovnání výsledků metodou BIM5/134/4</i>	64
Tab. 31 <i>Porovnání výsledků metodou BIM5/358/4</i>	65