

Měření mikrotvrdosti modifikovaných polymerů

Bc. Vlastimil Kovář

Diplomová práce
2013



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Vlastimil KOVÁŘ**
Osobní číslo: **T11728**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Konstrukce technologických zařízení**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření mikrotvrdosti modifikovaných polymerů**

Zásady pro vypracování:

- 1) Vypracovat literární studii na dané téma
- 2) Příprava zkušebních těles pro experimentální část
- 3) Provedení experimentu
- 4) Vyhodnocení naměřených výsledků

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

Dle doporučení vedoucího DP

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Martin Ovsík

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

8. února 2013


Termín odevzdání diplomové práce:

10. května 2013

Ve Zlíně dne 11. února 2013



doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan



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

Příjmení a jméno: KOVÁŘ VLASTIMIL

Obor: KTE

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 užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považuji se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 8. 5. 2013

.....
.....

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 díla vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

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

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

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užit 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 přihlídí k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

V diplomové práci se zabývám měřením mikrotvrlosti ozařovaného polymeru různými dávkami ozáření. V teoretické části jsem popsal metody měření tvrdosti a mikrotvrlosti různými způsoby. Praktická část zahrnuje nejprve přípravu vzorku, dále jeho ozáření různými dávkami a nakonec statické zpracování hodnot po měření.

Klíčová slova: Mikrotvrlost, tvrdost, Vickers, indentor, ozařování

ABSTRACT

The thesis deals with the microhardness of the irradiated polymer different doses of irradiation. In the theoretical part I described methods of measuring hardness and microhardness in different ways. The practical part includes first sample preparation, as well as its various irradiation doses and eventually still processing the measurement values.

Keywords: Micro-hardness, hardness, Vickers, indentor, irradiation

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu diplomové práce Ing. Martinu Ovsíkovi za odborné vedení a za čas, který mi věnoval při vypracování diplomové práce.

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

OBSAH

| | |
|--|-----------|
| ÚVOD | 10 |
| I TEORETICKÁ ČÁST | 11 |
| 1 POLYMERNÍ MATERIÁLY | 12 |
| 1.1 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ | 12 |
| 1.1.1 Rozdělení polymerů dle výchozí suroviny..... | 13 |
| 1.1.2 Struktura polymerních materiálů..... | 13 |
| 2 OZAŘOVÁNÍ POLYMERŮ | 15 |
| 2.1 ZÁKLADNÍ METODY OZAŘOVÁNÍ POLYMERŮ POMOCÍ ELEKTRICKY VYTVÁŘENÝCH ZDROJŮ | 17 |
| 2.2 SÍŤOVÁNÍ POLYMERŮ | 18 |
| 2.3 URČITÉ VÝHODY OZAŘOVACÍCH PROCESŮ NAD RŮZNÝMI CHEMICKÝMI ALTERNATIVAMI..... | 18 |
| 2.4 ZAŘÍZENÍ PRO OZAŘOVÁNÍ POLYMERŮ | 19 |
| 2.4.1 Zařízení pro gama ozařování..... | 20 |
| 2.4.2 Urychlovače elektronů | 21 |
| 3 TVRDOST | 24 |
| 3.1 ZKOUŠKY TVRDOSTI..... | 25 |
| 3.1.1 Tvrdost podle Rockwella | 25 |
| 3.1.2 Tvrdost podle Brinella..... | 27 |
| 3.1.3 Tvrdost podle Vickerse | 29 |
| 4 MIKROTVRDOST | 32 |
| 4.1 MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI POMOCÍ NANOINDENTORU | 33 |
| 4.2 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI | 34 |
| 4.2.1 Měření mikrotvrdoměří Vickers | 34 |
| 4.2.2 Měření mikrotvrdoměří Knoop..... | 36 |
| 4.2.3 Měření mikrotvrdoměří Berkovič..... | 37 |
| 4.3 MIKROTVRDOMĚRY..... | 37 |
| 4.3.1 Hannemanův mikrotvrdoměr | 38 |
| 4.3.2 Bergsmannův mikrotvrdoměr | 39 |
| 4.3.3 Mikrotvrdoměr PMT-3..... | 39 |
| 4.3.4 Mikrotvrdoměr Durimet..... | 40 |
| II PRAKTICKÁ ČÁST | 42 |
| 5 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE | 43 |
| 6 ZKOUŠENÝ VZOREK | 44 |
| 6.1 PŘÍPRAVA VZORKU | 44 |
| 6.2 POLYBUTYLENTEREFTALÁT (PBT)..... | 46 |
| 6.2.1 Aplikace PBT | 46 |
| 6.2.2 Aplikace PBT v automobilovém průmyslu..... | 46 |
| 6.3 VZOREK | 47 |
| 7 ZKOUŠKA MIKROTVRDOSTI | 49 |
| 8 VÝSLEDKY Z MĚŘENÍ | 51 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 8.1 | MĚŘENÍ PŘI ZATÍŽENÍ 0,5N | 51 |
| 8.2 | MĚŘENÍ PŘI ZATÍŽENÍ 1N | 57 |
| 8.3 | MĚŘENÍ PŘI ZATÍŽENÍ 5N | 63 |
| 9 | SOUHRN VÝSLEDKŮ U VŠECH ZATÍŽENÍ | 69 |
| | ZÁVĚR | 76 |
| | SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY..... | 78 |
| | SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK..... | 80 |
| | SEZNAM OBRÁZKŮ | 82 |
| | SEZNAM TABULEK..... | 85 |

ÚVOD

Polymer je látka sestávající z molekul jednoho nebo více druhů atomů nebo skupin spojených navzájem v tak velkém počtu, že řada fyzikálních a chemických vlastností této látky se nezmění přidáním nebo odebráním jedné nebo několika konstitučních jednotek. To, co odlišuje polymery od jiných materiálů, je řetězcová struktura jejich molekul, tj. dlouhá lineární řada vzájemně spojených atomů nebo skupin atomů představuje převažující strukturní motiv, který může (ale nemusí) být občas přerušen místy větvení (např. u větvených nebo roubovaných polymerů, případně u polymerních sítí). Z tohoto důvodu neřadíme k polymerům krystal diamantu nebo vrstvičku grafenu, i když jejich molekulové hmotnosti jsou rovněž vysoké. Polymery typicky vznikají polymerací nebo polykondenzací.

Průmysl výroby a zpracování polymerů byl vždy poměrně významným průmyslovým odvětvím a má v ČR dlouhou tradici. Svoje postavení si toto průmyslové odvětví zahrnující gumárenský a plastikářský průmysl stále drží a dnes patří gumárenství i zpracování plastů k úspěšným a rozvíjejícím se oborům.

I. TEORETICKÁ ČÁST

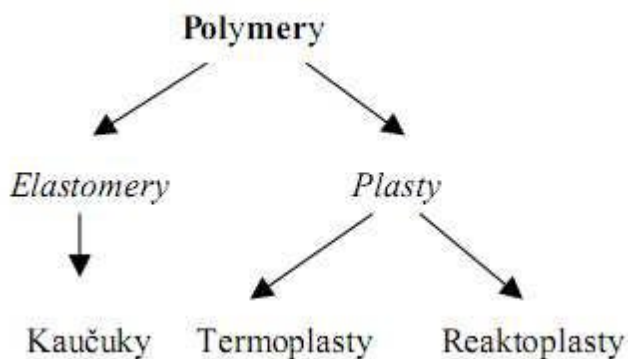
1 POLYMERNÍ MATERIÁLY

Slovo polymer se skládá ze dvou částí, *poly* znamená mnoho a *mer* jednotka. Polymerní materiály se tedy skládají z velkých molekul, které obsahují mnoho opakujících se stejných jednotek. Tyto velké molekuly se nazývají makromolekuly nebo polymerní řetězce. Z chemického hlediska jsou polymery nejčastěji sloučeniny uhlíku a vodíku, často obsahují taky kyslík, dusík, síru, chlór a další. [1]

Plasty tvoří nejen makromolekulární látky, která tvoří hlavní složku, ale taky řada příměsí (aditiv). Každá přísada, ať už jsou to plniva, stabilizátory, změkčovadla, maziva, barviva a různé, ovlivňují jak vlastnosti polymerní směsi, tak produktu, kterým je výsledkem jejich zpracování. [3]

1.1 Rozdělení polymerů

Polymery můžeme rozdělit do dvou základních skupin (Obr. 1): elastomery a plasty. Dále plasty můžeme dělit na termoplasty a reaktoplasty (Obr. 1).

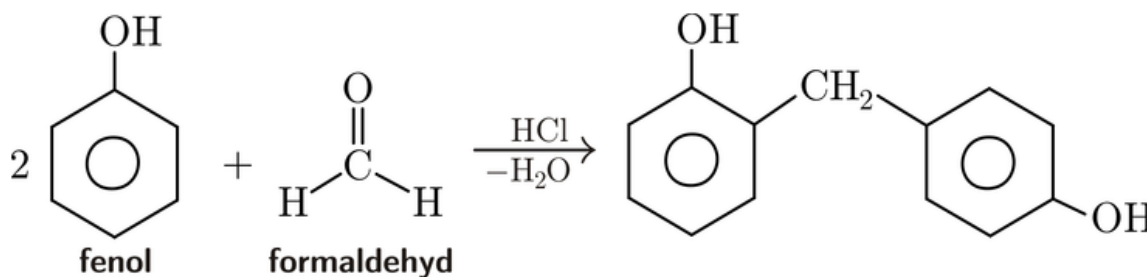


Obr. 1 Základní rozdělení

Elastomery (*kaučuky*) - jsou materiály schopné velké deformace při mechanickém zatížení. Tato deformace je elastická (pružná), to znamená, že po odlehčení se materiál vrací do původního tvaru. Zástupci elastomerů jsou kaučuky, například styrenbutadienový kaučuk, nebo isoprenový kaučuk. [3]

Termoplasty - jsou polymerní materiály, které za zvýšených teplot měknou a přecházejí do plastického stavu a za těchto podmínek je možné je tvarovat. Zástupcem termoplastů jsou - polyetylén (PE), polyvinylchlorid (PVC), polypropylén, polystyren atd.

Reaktoplasty (pryskyřice) - se chovají odlišně. Při zahřátí polotovaru, který má tvar budoucího výrobku, dojde k jeho vytvrzení a změně struktury (zesíťování) je nevratná. Výsledkem je tuhý a tvrdý materiál, který při opakovaném zahřátí neměkne ani se netaví. Mezi reaktoplasty patří: epoxidové pryskyřice, polyesterové pryskyřice, fenolformaldehydové pryskyřice (bakelit (Obr. 2)). [1]



Obr. 2 Polykondenzace fenolu a formaldehydu-chemická reakce na vznik bakelitu

1.1.1 Rozdělení polymerů dle výchozí suroviny

- *přírodní* – označujeme jako organické polymery, mohou být původní (bílkoviny, škrob, celulóza, kaučuk) nebo chemicky upravené, ale přírodním polymerům jsou podobné (celuloid, umělé hedvábí, umělá rohovina apod.).

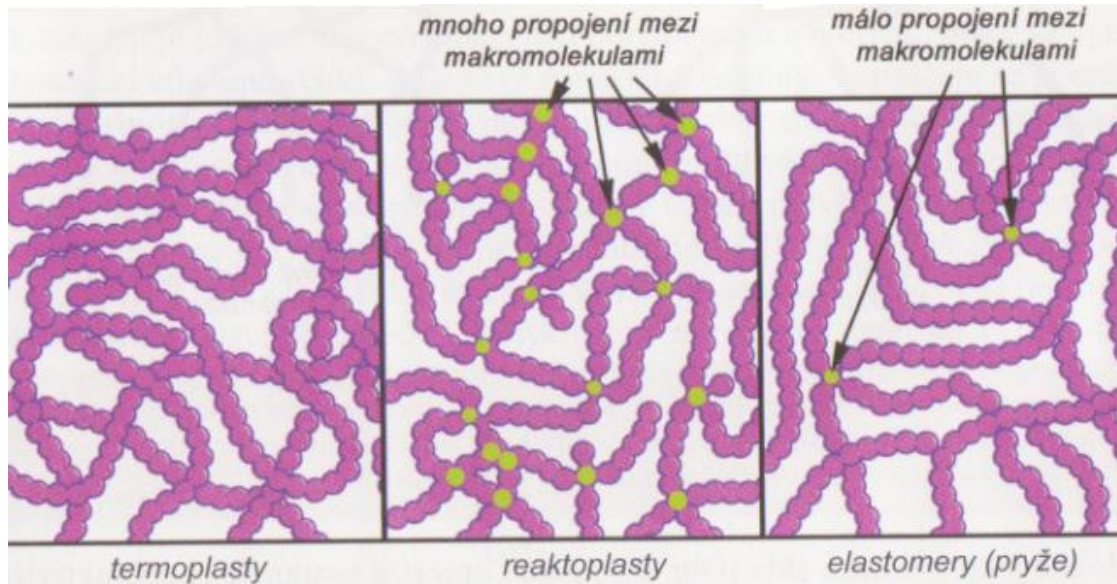
- *syntetické* – vznikají z nízkomolekulárních sloučenin chemickými reakcemi, podle typu reakce je můžeme rozdělit na polymery, které vznikly: [4]

- polymerací
- polykondenzací
- polyadící

1.1.2 Struktura polymerních materiálů

Polymerní materiály se skládají z makromolekul, v kterých jsou atomy prvků vzájemně spojené kovalentními vazbami. Důležitou vlastností polymerních materiálů je hmotnost makromolekul, na kterých závisí mnoho fyzikálních vlastností. S rostoucí molekulovou

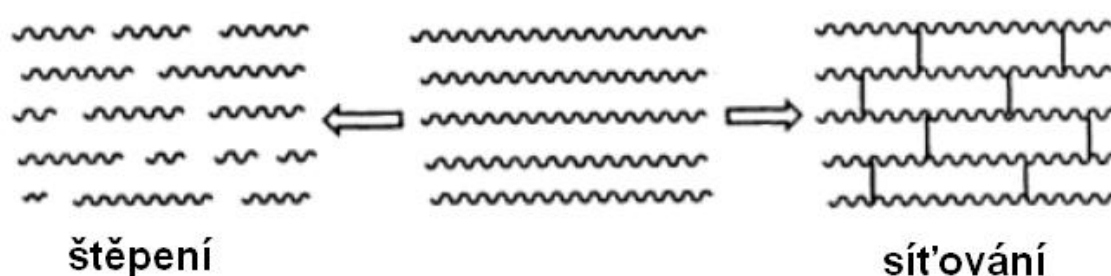
hmotností například roste viskozita taveniny, teplota tavení, pevnost i tepelná stabilita polymerních materiálů, naproti tomu se snižuje rozpustnost v kapalných rozpouštědlech. Na rozdíl od nízko-molekulárních látek nemají však všechny makromolekuly v polymerním materiálu stejnou hmotnost, její hmotnost leží vždy v určitém intervalu. [1]



Obr. 3 Struktura makromolekul

2 OZAŘOVÁNÍ POLYMERŮ

Radiační zpracování se začalo velmi brzy používat pro modifikaci polymerů. Ozařování polymerů pomocí ionizujícího záření (záření gama, X-paprsky, urychlené elektrony, iontové paprsky) vede k tvorbě velmi reaktivních polotovarů, u kterých dochází k disproporci, odběru vodíku, a následně vznikají i nové vazby (sít'ování) či zániku původních vazeb (degradace, štěpení). Stupeň těchto transformací závisí na struktuře polymeru a na procesních podmínkách před, během a po ozařování. V mnoha případech probíhá sít'ování a štěpení (degradace) současně, ale jeden nebo druhý proces převažuje, vzhledem k molekulární struktuře.

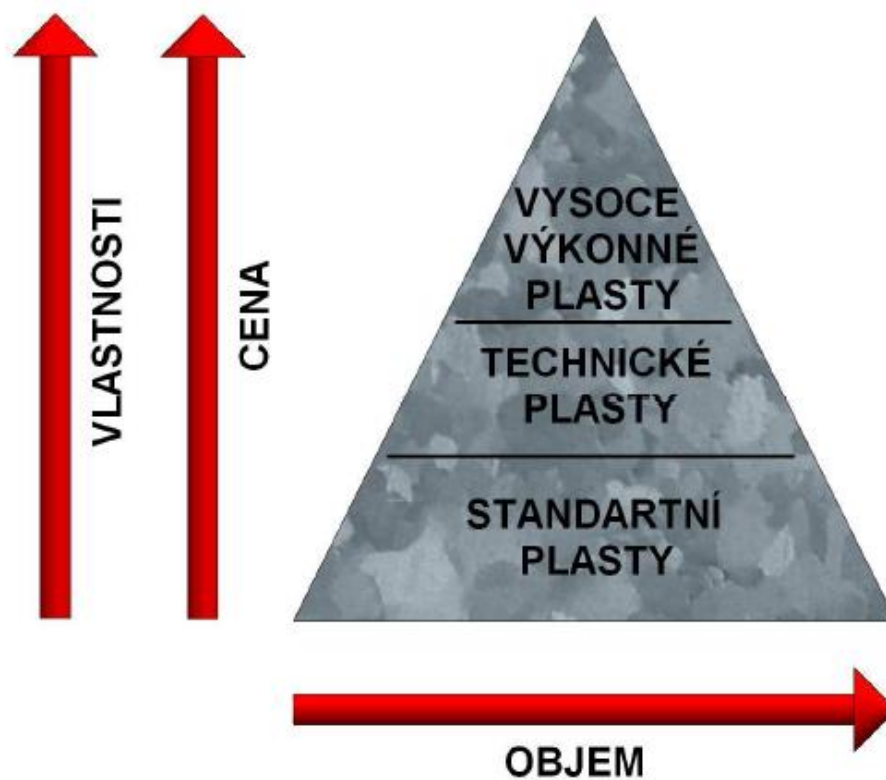


Obr. 4 Ilustrace zářením indukovaných procesů

Úspěch radiační technologie pro zpracování syntetických polymerů lze připsat dvěma faktorům: 1. Jednoduchost zpracování různých tvarů a velikostí

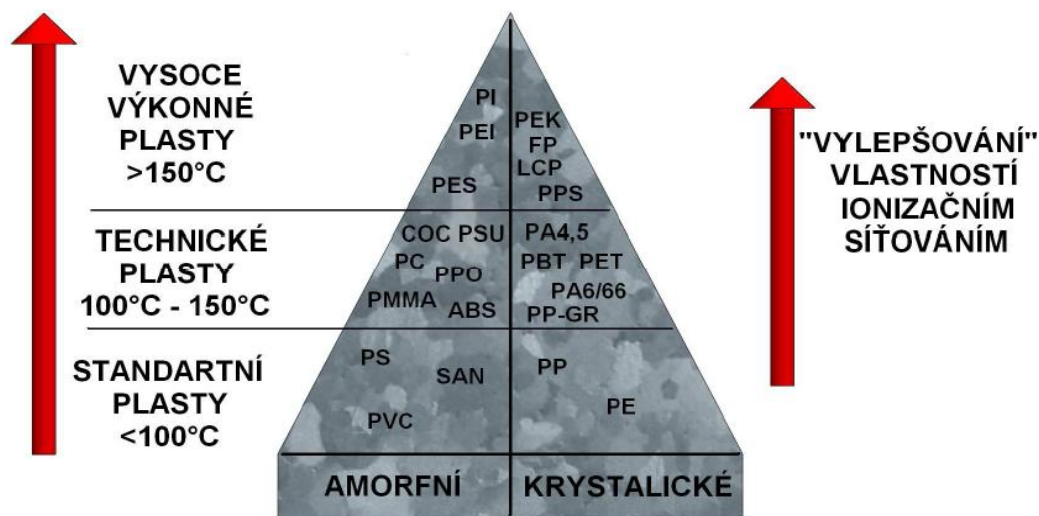
2. Většina těchto polymerů se dobře sít'uje vlivem záření

Na rozdíl u přírodních polymerů, ty se obtížně zpracovávají a dochází spíše k jejich degradaci při vystavení vysoko-energetického záření. [5]



Obr. 5 Hodnocení termoplastických polymerů

Obr. 5 vyjadřuje celkové hodnocení plastů. Můžeme zde vidět, že cena se pohybuje u plastů při zlepšování jejich vlastností. Například, když probíhá vylepšení při procesu ionizačního záření bývají technické plasty zdokonaleny na vysoce výkonné plasty. Tento proces bývá možný pouze s ohledem na vybraný materiál a jeho vlastnosti, jako například tepelná odolnost.



Obr. 6 Hodnocení termoplastických polymerů

Na obr. 6 můžeme vidět různé druhy plastů a jejich zkratky. Vhodné pro síťování jsou amorfní a krystalické plasty. Například u PE - může i nemusí být vhodný pro ionizační síťování, aniž bychom použili speciálních síťovacích přísad. Na druhou stranu u PA - musíme použít síťovacích přísad před zpracováním, aby u ozařování došlo k síťovací reakci.

2.1 Základní metody ozařování polymerů pomocí elektricky vytvářených zdrojů

Při průmyslovém využívání ozařování monomerů, oligomerů a polymerních látek se dá říct, že je závislé na dvou elektricky vytvářených zdrojích záření: urychlených elektronů (EB) a fotonů z vysoce-intenzivních ultrafialových lamp (UV). Mezi těmito dvěma metodami je rozdíl ten, že urychlené elektrony pronikají látkou a mohly by se zastavit pouze ve hmotě, ale vysoce-intenzivní ultrafialové světlo působí pouze na povrchu.

Z hlediska nákladů je UV ozařovací proces lepší možností, z důvodu toho, že zařízení je jednodušší a mnohem menší. V podstatě je levnější i samotné pořízení a jeho provoz. Není nutné používání dusíku, který nám zvyšuje provozní výdaje. Volné radikály, které vznikají při UV ošetřování, vyžadují přísady foto-iniciátorů, některé z nich jsou docela nákladné a při jejich použití mohou způsobit nežádoucí efekty, které zbarvují povrchovou vrstvu a někdy také způsobují silný zápach. Tyto efekty můžeme minimalizovat nebo eliminovat pomocí dusíku. [21]

Při ionizaci organických molekul je zapotřebí vyšší energie. Ionizační proces generuje pozitivní ionty a sekundární elektrony. Když probíhá reakce s odpovídajícími molekulami tak se pozitivní ionty přemění na volné radikály. A sekundární elektrony začnou ztrácet svou nadbytečnou energii, zpomalují se a pak se připojí k monomeru. Radikální anionty, tvořené touto cestou, jsou nadále zdrojem radikálů schopných indukovat rychlou přeměnu. [6]

UV a EB technologie zvyšují produktivitu, vznikají nové a často ještě lepší produkty, snižující náklady. Tato technologie se často používá pro ochranu, dekoraci nebo vznik vazby mezi věcmi, včetně optických vláken, CD, DVD, zdravotní zařízení, automobilové a letecké výrobky a mnoho dalších. [7]

2.2 Síťování polymerů

Síťování je nejdůležitější reakcí polymerů, při které se výrazně mění vlastnosti produktu. Při síťování se molekuly spojují a vytvářejí síť, která se chová funkčně. U síťování, za pomoci záření, se síťováním změní termoplast v termoset. Při rostoucí hustotě síťování se zvyšuje jeho tuhost, tvrdost a snižuje se stupeň bobtnání, zvětší se elektrický odpor a rezistence vůči rozpouštědlům. [8]

2.3 Určité výhody ozařovacích procesů nad různými chemickými alternativami

Radiační síťování má své výhody nebo možnosti speciálních aplikací oproti chemickým aplikacím, jako je síťování pomocí silanu či peroxidu.

a) Ionizační síťování pracuje při pokojové teplotě nebo může dojít až k nárůstu teploty na 60°C. Díky tomu, že se pohybujeme při nízkých teplotách, neexistují žádná omezení které se týkají tepelně citlivých látek v polymeru.

b) Radiační síťování je technicky a ekonomicky lepším řešením k čistému fyzikálnímu procesu, neexistují žádné kousky zbytků cizích látek potřebné pro chemický proces. Ty mohou omezovat použitelnost síťování produktů v oblastech, jako například potravinářské obaly, lékařské nástroje, nebo mohou měnit vlastnosti, které jsou nepostradatelné pro zvláštní použití. Variace stupně zesíťování v rámci produktu mohou být docíleny v případě elektronového paprsku správnou volbou stupně ozáření, nebo pomocí kovové masky, která pohlcuje elektrony nebo snižuje jejich energii před dosažením povrchu

výrobku. Proto můžeme vyrábět z jedné suroviny výrobky s lokálně odlišnými materiálovými vlastnostmi. Mnoho průmyslových odvětví využívá této skvělé možnosti, například výroba těžkých nákladních vozidel nebo pneumatik. [9]

c) Proces tvorby výrobků pomocí ionizačního síťování se mohou kontroly kvality provádět ještě před zahájením zesíťování. Pokud kterákoliv část výrobku nesplňuje požadující specifikace, se může materiál recyklovat ještě před zesíťováním, to vede k tomu, že se výrazně sníží ztráty materiálu.

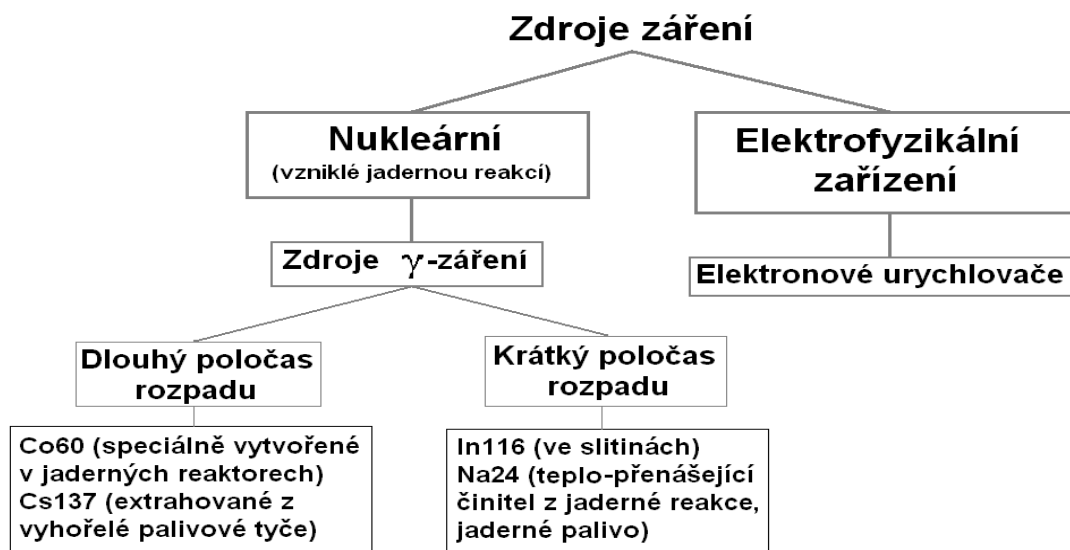
d) Díky povaze pomalého pronikání tepla do hloubky, když se používá ozařování se rychlost navinovaných výrobků, například drátů nízkého napětí (1kV), pohybuje od 500 do 600 m/min, oproti tomu při použití síťování za pomoci silanu se rychlost pohybuje od 60 do 200 m/min.

e) Ozařovací technologie nemusí mít licenci od konkrétních dodavatelů a tím bývá větší volnost při objednávání materiálů.

2.4 Zařízení pro ozařování polymerů

V dnešní době se u průmyslového odvětví, které se zabývá ozařováním polymerů, používají především dva typy záření: gama záření a záření urychlených elektronů. Výhodou gama záření je ta skutečnost, že prováděná technologie je docela jednoduchá, paprsky mají dobrou prostupnost materiálem a není tak náročná na využívání elektřiny oproti urychleným elektronům. Gama zdroje mají využití ve velké míře k radiační sterilizaci lékařských jednorázových polymerních produktů. Urychlené elektrony mohou umožnit vysokou dávku ozáření a to má za následek krátkou dobu jeho zpracování. I když mají omezený průnik ve srovnání s gama zářením, mají výborné využívání energie, protože se převážné množství záření absorbuje do ozařovaného produktu. Oproti tomu gama zařízení, kde se pro odstínění záření musí jeho zdroj ponořit do vodní nádrže

Podle druhu záření se mohou rozdělit jejich zdroje tak, jak uvádí obr. 7. [9]

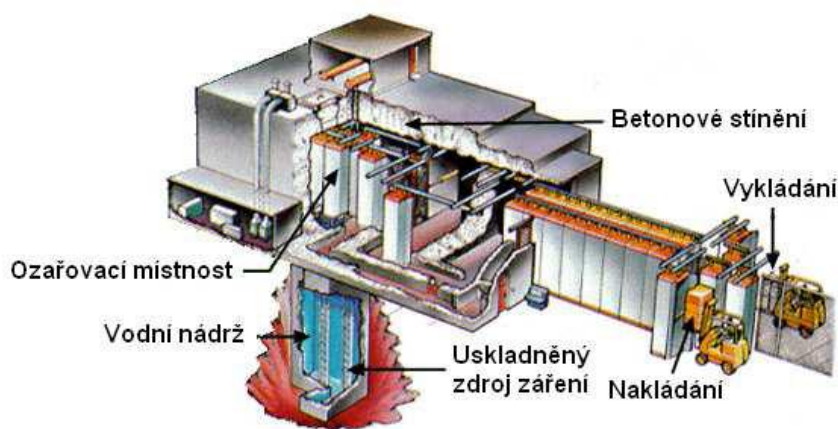


Obr. 7 Zdroje ionizujícího záření, které se používají pro ozařování polymerů

2.4.1 Zařízení pro gama ozařování

U průmyslových zařízení se v současné době obvykle používá jako zdroj gama záření radionuklidu kobaltu $Co60$, který může emitovat záření gama o střední energii cca 1,3 MeV a s vysokou penetrací. Celkové dávky ozařování se dosahuje opakovatelným procesem, který je objížděním palety kolem zdroje, přičemž je současně v poli záření více palet najednou.

Na Obr. 8 je schematicky znázorněné zařízení pro gama ozařování. [10]

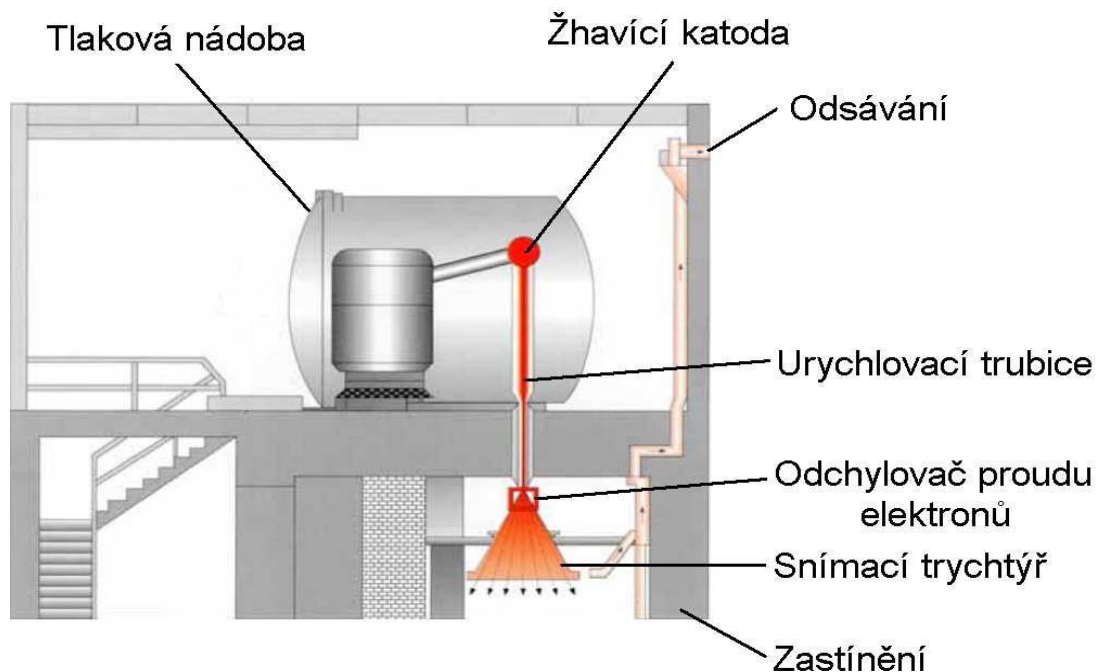


Obr. 8 Zařízení pro gama ozařování

2.4.2 Urychlovače elektronů

Zařízení, které má za úkol tvorbu elektronových paprsků hraje velkou roli při zpracování polymerních materiálů. Průmyslové urychlovače elektronů s energií od 150 do 300 keV se mohou používat v aplikacích, kde je zapotřebí nízké penetrace, například vytvrzování povrchového nátěru. Urychlovače pracující v rozsahu okolo 1,5 MeV a používají se v případech, kdy je zapotřebí větší penetrace, například pro síťování kabelů. [11]

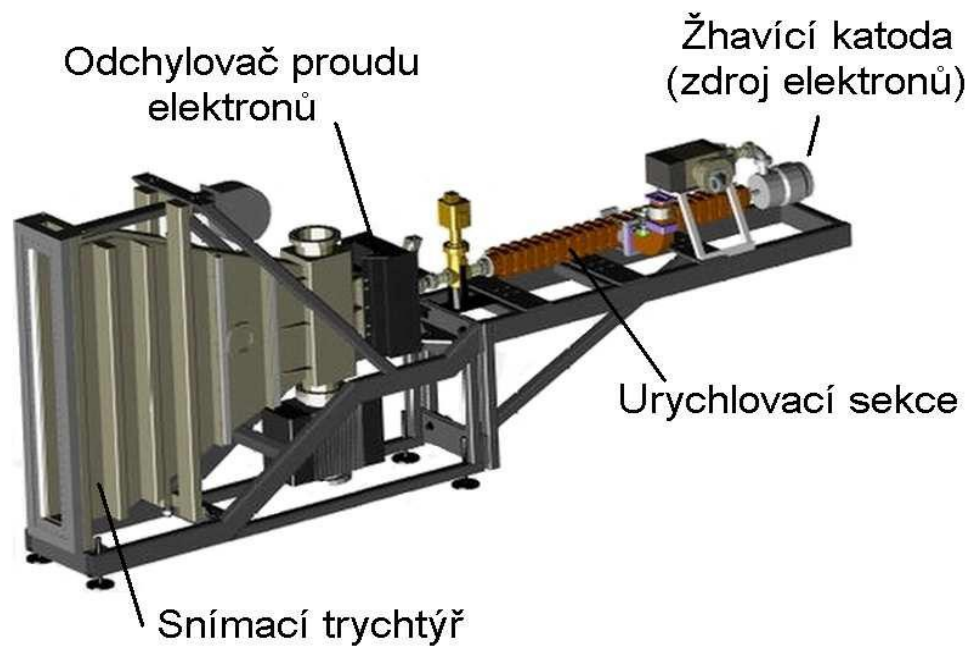
Výhodou elektronových urychlovačů je, že mají nižší radiační nebezpečí. Tvar, výkon, energie paprsku a intenzita proudu elektronů lze u urychlovačů elektronů lehce ovládat na rozdíl od radionuklidových zdrojů gama záření. [9]



Obr. 9 Schematicky znázorněný urychlovač elektronů

Lineární urychlovače:

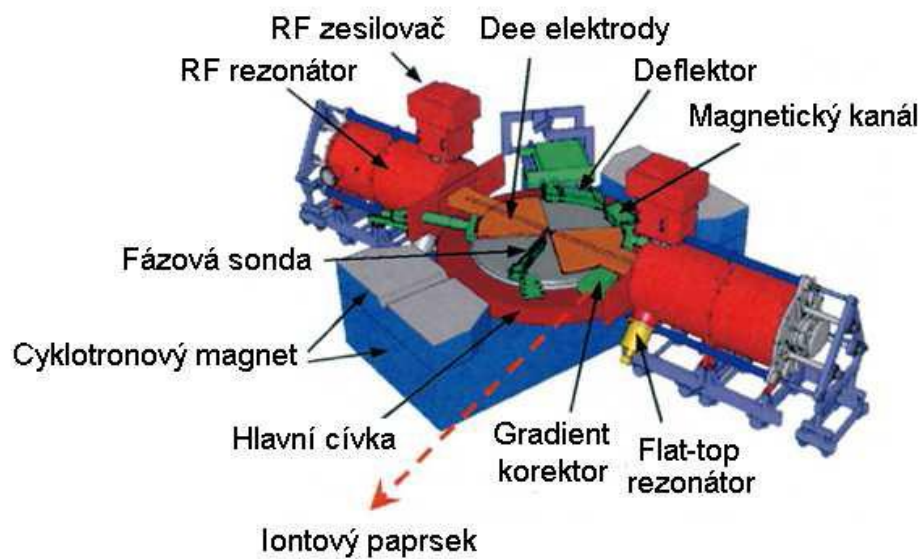
U lineárního urychlovače (Obr. 10) jsou elektrony akcelerované pomocí elektromagnetického pole, které je vytvořeno vysokofrekvenčním generátorem v rezonátoru s toroidním tvarem s výstupem na jedné straně. Lineární urychlovače jsou dosti rozšířené, používají se i pro počáteční nízko-energetické vstřelení částic do kruhových urychlovačů. [12]



Obr. 10 Lineární urychlovač

Kruhový urychlovač:

U kruhového urychlovače (Obr. 11) se částice pohybují v kruhu, do té doby dokud nedosáhnou vyhovujícího množství energie. Dráha částic se převážně usměrňuje do kruhu za pomoci elektromagnetů. Výhodou kruhových urychlovačů oproti lineárním urychlovačům je v tom, že kruhová topologie umožňuje neustálé zrychlení a setrvání částic v pohybu po neurčitou dobu, je menší než lineární o stejném výkonu. [12]













Obr. 11 Kruhový urychlovač

3 TVRDOST

Tvrдость je obecně definována jako odpor, který klade zkoušený materiál proti vnikání cizího tělesa. Při vnikání měřicího tělíska do povrchu zkoušeného předmětu vzniká deformace, podle jejíž velikosti tvrdost posuzujeme. Vniká-li při měření ve zkoušeném předmětu vtisk o rozměrech desetin milimetru až milimetrů, hovoříme o makrotvrđosti. Určujeme-li tvrdost jednotlivých strukturních složek (vtisky mají rozměry setin milimetru), hovoříme o mikrotvrđosti.

Pomocí zkoušek tvrdosti lze získat na malých vzorcích cenné charakteristiky materiálů. Zkoušky tvrdosti jsou rychlé a jednoduché, nevyžadují pracnou přípravu vzorků. Porušení materiálu je při nich minimální. Výsledná tvrdost se stanoví vždy jako průměr hodnot z několika měření. [13]

Tab. 1. Mohseova stupnice tvrdosti

| Tvrđost ± | Minerál ± | Chemický vzorec ± | Absolutní tvrdost ± | Obrázek ± |
|-----------|---------------------------|---------------------------|---------------------|---|
| 1 | Mastek | $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ | 1 |  |
| 2 | Sůl kamenná nebo Sádrovec | $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ | 3 |  |
| 3 | Kalcit - Vápeneć | $CaCO_3$ | 9 |  |
| 4 | Fluorit (kazivec) | CaF_2 | 21 |  |
| 5 | Apatit | $Ca_5(PO_4)_3(OH, Cl, F)$ | 48 |  |
| 6 | Ortoklas (živec) | $KAlSi_3O_8$ | 72 |  |
| 7 | Křemen | SiO_2 | 100 |  |
| 8 | Topaz | $Al_2SiO_4(OH, F)_2$ | 200 |  |
| 9 | Korund | Al_2O_3 | 400 |  |
| 10 | Diamant | C | 1600 |  |

3.1 Zkoušky tvrdosti

Nejrozšířenější je statická zkouška tvrdosti, ve které kulička, kužel nebo jehlan vnikají do testovaného materiálu. Vztah mezi zatížením a plochou nebo hloubkou vpichu odpovídá hodnotě tvrdosti - dle Brinella, Rockwella, Vickerse. Odlišné metody a jinak tvarovaná vnikací tělíska používaná např. při zkoušce podle Brinella a Rockwella dávají na stejném testovaném materiálu odlišné výsledky. Převáděcí tabulky mezi hodnotami HRC a HB jsou pouze přibližné - není zde žádný přesný matematický vztah pro převod z jedné stupnice tvrdosti do druhé. Tzv. konverzní tabulky musejí být určeny prakticky změřením specifického testovaného materiálu různými metodami. Pro srovnání tvrdosti dvou různých vzorků musejí být oba měřeny stejnou metodou - ve stejné stupnici tvrdosti, nebo jedna stupnice musí být převedena do druhé. [14]

Zkoušky tvrdosti můžeme rozdělit podle různých metod:

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

Podle charakteru zatěžující síly:

- Statické (tvrdost podle Brinella, Knoop, Rockwella, Vickerse)
- Dynamické (Poldiho kladivo, Baumanovo kladivo, Shoreho skleroskop) [15]

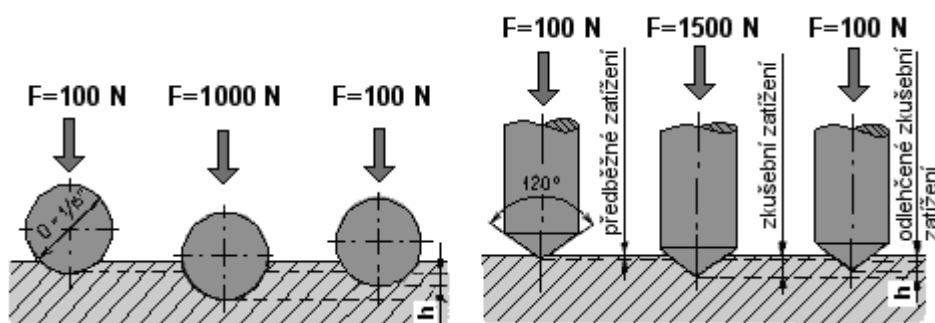
3.1.1 Tvrdoměr podle Rockwella

Patří mezi statické zkoušky tvrdosti materiálu. Určuje se na **Rockwellově tvrdoměru jako rozdíl hloubky vtisku vnikajícího tělesa** (ocelová kulička, diamantový kužel) mezi dvěma stupni zatížení (předběžného a celkového). Účelem předběžného zatížení je vyloučit z měřené hloubky nepřesnosti povrchových ploch.



Obr. 12 Automatický stolní tvrdoměr Rockwell

Kužel má vrcholový **úhel 120°** a **poloměr kulové části $0,2\text{ mm}$** (HRA, HRC). Kulička má průměr $1,5875\text{ mm}$ (HRB). Diamantový kužel nebo ocelová kulička, dotýkající se povrchu zkoušeného předmětu, se nejprve předběžně zatíží silou 100 N (výchozí poloha pro měření hloubky vtisku). Potom se pozvolna zvětšuje zatěžovací síla tak, aby se za 3 až 6 sekund dosáhlo zatížení předepsané normou (např. předběžné zatížení silou 100 N + zkušební zatížení silou 1400 N = celkové zatížení silou 1500 N). Pak se zatěžující síla opět zmenšuje až na 100 N a v tomto stavu se zjistí přírůstek h hloubky vtisku, který nastal proti výchozí poloze při 100 N . Zkouška tvrdosti podle Rockwella je rychlá, snadná a vpichy (důlky) jsou velmi malé (max. hloubka $0,2\text{ mm}$). Je vhodná pro běžnou kontrolu velkých sérií výrobků a tam, kde HB již není použitelná. [14]



Obr. 13 Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Značení a provedení jednotlivých druhů zkoušek podle Rockwella:

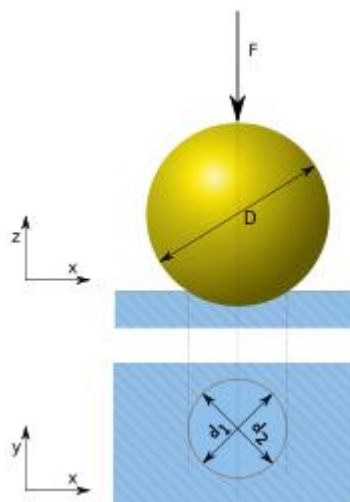
- **HRA** - indentorem je diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° , zkouška probíhá při zatěžování silou 600N
- **HRB** - indentorem je kalená kulička o průměru cca 1,6mm, zkouška probíhá při zatěžování silou 1000N
- **HRC** - indentorem je opět diamantový kužel, v tomto případě zkouška probíhá při zatěžování silou 1500N

HRA je nejméně invazivní metoda vhodná pro testování křehkých materiálů a tenkých vrstev, HRB se testují měkké a středně tvrdé materiály, HRC pak tvrdé materiály. [12]

3.1.2 Tvrдость podle Brinella

Podstatou zkoušky je, vtláčování ocelové kalené kuličky o průměru D do zkoušeného materiálu určitou silou F . [16]

Průměr D bývá 1 mm, 2,5 mm, 5 mm a 10 mm. Průměr kuličky závisí na tloušťce t měřeného materiálu. Platí, že minimální tloušťka materiálu je desetinásobek hloubky vtisku. V opačném případě by se mohla projevit tvrdost podložky. [14]



Obr. 14 Zkouška tvrdosti podle Brinella

Tvrдост se měří podle vzorce:

$$HB = \frac{F}{A}$$
$$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

F = zatěžující síla (N)

D = průměr kuličky (mm)

d = průměr otisknuté plochy (mm)

A = plocha otisku (mm²)

[16]

Brinellův tvrdoměr:

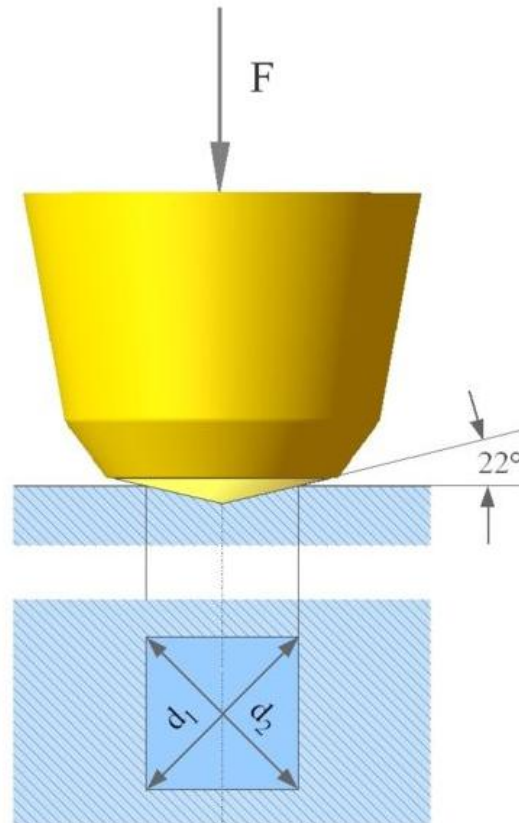
Brinellův tvrdoměr má různou velikost a provedení. V laboratořích existují velké stabilní přístroje. Pro malé dílny, sklady, montáže nebo pro zkušební účely na stavbách byly zkonstruovány malé jednoduché přístroje. Nejpoužívanější z nich je ruční přenosný (kapesní) tvrdoměr Poldi. Principem je porovnání známé pevnosti materiálu porovnávací tyčinky s pevností zkoušeného materiálu. Pracuje se s ním tak, že tvrdoměr přiložíme ke zkoušenému předmětu a kladívkem udeříme na úderník. [14]



Obr. 15 Přenosný tvrdoměr Brinell

3.1.3 Tvrdost podle Vickerse

Do materiálu se **vtlačuje pod zatížením silou F** (působí kolmo na povrch vzorku) diamantový pravidelný čtyřboký jehlan o daném vrcholovém úhlu mezi protilehlými stěnami po danou dobu. Následně se změří střední délka u obou úhlopříček vtisku. Zkušební zatěžující síla bývá od 10 do 1000 N. Doba zatížení se volí od 10 do 180 s. Použité zatížení píšeme do označení, např. HV 100 (HV 100 = 215).



Obr. 16 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Tvrдость podle Vickerse se vyjadřuje bezrozměrně. Tvrдость podle Vickerse je určena poměrem vlačovací síly F a povrchu vtisku

$$HV = 0.189 \frac{F}{d^2}$$

F - síla vlačování

d - úhlopříčka vtisku

Pro praktickou potřebu používáme tabulek, kde podle délky úhlopříčky d a použité síly F je uvedena odpovídající tvrдость.

Metodu měření tvrlosti podle Vickerse lze použít pro všechny tvrlosti. Metoda je velmi přesná a je minimálně závislá na zatížení. [14]



Obr. 17 Stolní tvrdoměr Vickers

4 MIKROTVRDOST

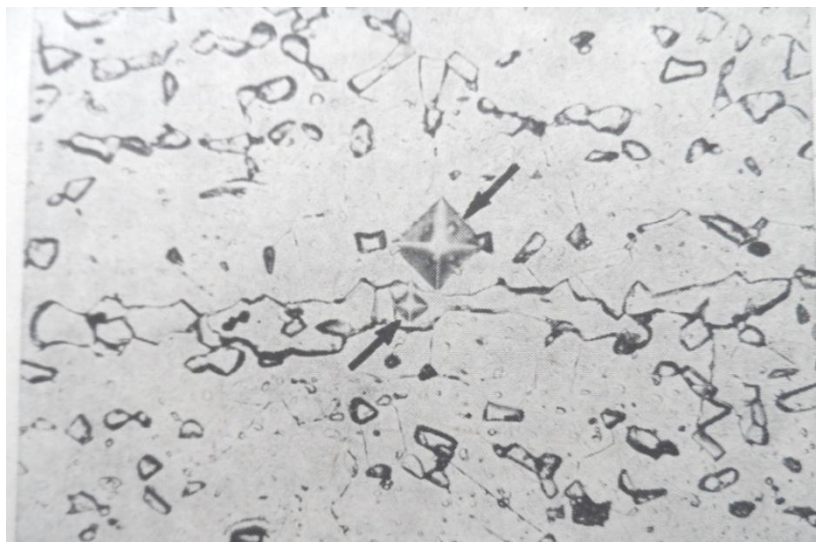
Tyto zkoušky se používají na měření tvrdosti velmi malých předmětů, tenkých vrstev, případně v metalografii na měření tvrdosti jednotlivých strukturních složek. Měření tvrdosti je realizované vtlačováním diamantového tělesa, tvaru Vickersova nebo Knoopova jehlanu do povrchu měřeného tělesa silami v rozsahu od 1g (0,09807 N) do 1000g (9,807N). Indentor tvaru čtyřbokého jehlanu je do zkušebního tělesa tlačeny určitým zatížením, které působí v kolmém směru určitou dobu. Po odlehčení se měří úhlopříčky otlačku.[2]

Hodnoty mikrotvrdosti nelze srovnávat výsledky měření makrotvrdosti ani při použití stejné metody. Hodnoty mikrotvrdosti jsou vždy vyšší než hodnoty makrotvrdosti. [13]

Protože otisky při mikrotvrdosti jsou malé, je použití této metody vhodné pro:

- Malé nebo tenké vzorky,
- Měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkušebního vzorku,
- Měření mikrotvrdosti strukturních složek,
- Hodnocení vrstev po chemicko-tepelném zpracování,
- Měření tvrdosti velmi tenkých kovových a jiných anorganických povlaků,
- Hodnocení svařených spojů,
- Měření křehkých materiálů, atd

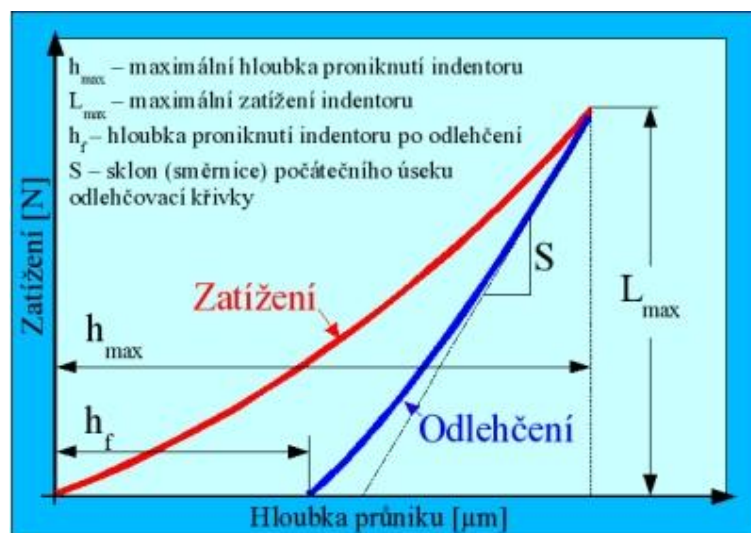
[2]



Obr. 18 Měřicí vtisky pro určení mikrotvrdosti dvou strukturních složek vysokolegované oceli (zvětšeno 500x, menší vtisk ve feritu, větší v austenitu – různé zátěžné síly)

4.1 Měření mikrotvrdomosti pomocí nanoindentoru

Nanoindentory umožňují provádět měření při velmi nízkých zatíženích (~ 10g). Tyto zkoušky nám poskytují flexibilní techniku k charakterizování mikrotvrdomosti tenké vrstvy. Přístroj provádí podrobné měření hloubky proniknutí hrotu v průběhu jeho zatěžování i odlehčování. Z těchto hodnot lze vypočítat nejen hodnotu mikrotvrdomosti, ale i podíl elastické d_e a plastické d_p deformace během zatěžovacího cyklu, což vyjadřuje tzv. faktor elastické návratnosti $R = d_e / d_p$. Z naměřených hodnot se vypočítají hodnoty mikrotvrdomosti. Hodnoty jsou vynášeny do grafů závislosti hloubky proniknutí hrotu h [μm] na velikosti zatížení L [g] (Obr. 19). Přístroj je řízen počítačem, který zaznamenává a zpracovává naměřené hodnoty. Významným přínosem při měření nanoindentorem je možnost výpočtu modulu pružnosti tenké vrstvy. [17]



Obr. 19 Schematické znázornění závislosti hloubky proniknutí hrotu na velikosti zatížení; L_{max} je maximální zatížení hrotu, h_{max} je hloubka proniknutí hrotu při maximálním zatížení, h_f je hloubka proniknutí hrotu po odlehčení, S je sklon počátečního úseku odlehčovací křivky

4.2 Zkoušky mikrotvrdomosti

Oblast praktického použití zkoušek mikrotvrdomosti je velmi široká. Například při zjišťování tvrdosti v břitu nástroje nebo velmi blízko hrany, zjišťování tvrdosti jemných drátů, nejjemnějších plechů, povrchových tvrdých vrstev, pokovovaných předmětů, ochranných nátěrů atd.

Síla, při které se vtlačuje zkušební těleso do zkušební vzorku, je v tomto případě daleko menší jako u zkoušek makrotvrdomosti, začali se prakticky uplatňovat až po roce 1935. Rozšíření těchto zkoušek bylo takové, že v dnešní době je známo velké množství přístrojů různé konstrukce. Makrotvrdomost nám zjišťuje tvrdost jednotlivých kovů jako krystalického celku, ale při měření mikrotvrdomosti můžeme stanovit tvrdosti jednotlivých strukturních vrstev kovů. [2]

4.2.1 Měření mikrotvrdomosti Vickers

Podstatou zkoušky je vnikání diamantového tělesa v tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a daným vrcholovým úhlem (136°) mezi protilehlými stěnami. Těleso je vtlačováno do povrchu zkoušeného vzorku a následně je měřena úhlopříčka otisku, která zůstane po odlehčení zkušební tělesa. [2]

Mikrotvrdomost podle Vickerse je následně vyjádřena jako poměr zkušební zatížení k ploše otisku, který se uvažuje jako pravidelný čtyřboký jehlan se čtvercovou základnou a s vrcholovým úhlem, který je roven úhlu vnikajícího tělesa (136°) :

$$HV = \frac{0,102.2F \sin(136^\circ/2)}{d^2}$$

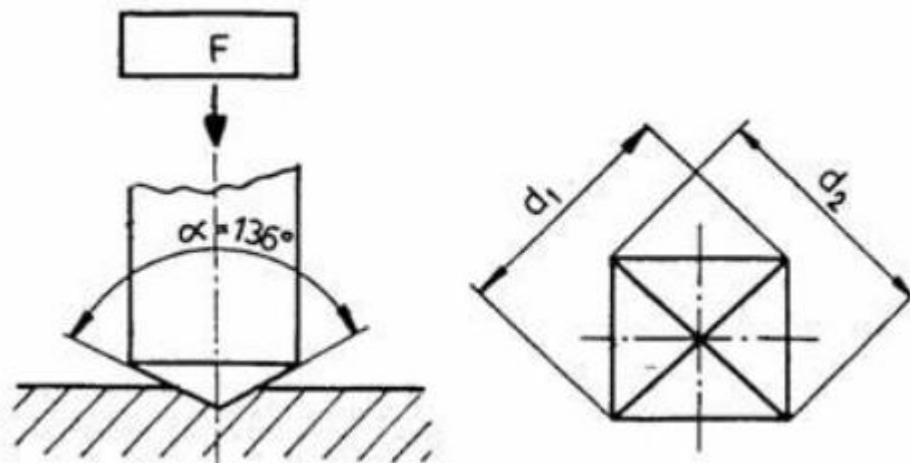
$$HV = 0,189 \frac{F}{d^2}$$

Kde d je aritmetický průměr dvou délek úhlopříček d_1 , d_2 v mm (obr. 20)

F je zkušební zatížení v newtonech

$0,102$ je konstanta $9,80662^{-1}$

[2]



Obr. 20 Zkouška podle Vickerse

Zkouška tvrdosti podle Vickerse je předepsána evropskou normou ČSN EN ISO 6507-1, a její způsob použití má tři různé případy (Tab. 2). [2]

Tab. 2. Hodnoty zkušebního zatížení dle Vickerse

| Oblast zkušebního zatížení, F N | Symbol tvrdosti | Předchozí označení (ISO 6507-1:1982) |
|--------------------------------------|---------------------|---|
| $F \geq 49,03$ | $\geq \text{HV } 5$ | Zkouška tvrdosti dle Vickerse |
| $1,961 \leq F < 49,03$ | HV 0,2 až < HV 5 | Zkouška tvrdosti dle Vickerse při nízkém zatížení |
| $0,09807 \leq F < 1,961$ | HV 0,01 až < HV 0,2 | Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse |

4.2.2 Měření mikrotvrlosti Knoop

Zkouška tvrdosti podle Knoopa pro kovové materiály je předepsaná mezinárodní normou ČSN ISO 4545, a zahrnuje zkušební zatížení do 9,807 N. [2]

Podstatou zkoušky je diamantové vnikající těleso ve tvaru jehlanu s kosočtverečnou základnou s předepsanými úhly protilehlých stran vtlačováno do povrchu zkušební tělesa. [18]

Metoda je založená na vtlačování diamantového vnikajícího tělesa ve tvaru čtyřboké jehlanu s vrcholovými úhly 172,5° a 130° do zkušební materiálu definovanou silou. Otisk má tvar kosočtverce a na rozdíl metody Vickers se měří pouze delší úhlopříčka. [19]

Tvrdotost podle Knoopa je následně vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše otisku, který se uvažuje jako jehlan s kosočtvercovou základnou a s vrcholovými úhly, které se rovnají úhlu vnikajícího tělesa:

$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{l^2 \cdot c} = 0,102 \cdot \frac{F}{0,07028 \cdot l^2} = 1,451 \cdot \frac{F}{l^2}$$

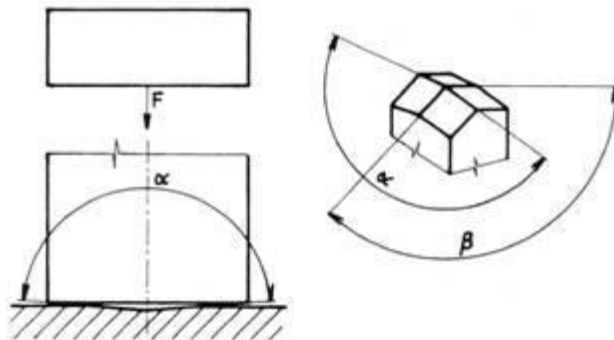
Kde:

l - délka úhlopříčky [mm],

F – zkušební zatížení [N],

konstanta - $\frac{1}{g_{\eta}} \frac{1}{9,80665} = 0,102$,

konstanta vnikajícího tělesa - $c = \frac{\tan \beta / 2}{2 \cdot \tan \alpha / 2}$. [2]



Obr. 21 Metoda zkoušky Knoop

4.2.3 Měření mikrotvrdomosti Berkovič

Metoda Berkovič je založená na podobném principu jako metoda Vickersova. Zkušební tělíčko je vtlačované na rozdíl od této metody tvarem trojbokého jehlanu o úhlu 65° mezi bočními stěnami a výškou. Hodnota mikrotvrdomosti se stanovuje ze vzorce:

$$H_{CH} = \frac{1570 \cdot F}{l^2},$$

kde F značí zatížení na jehlan v kilogramech,

l výška změřená na trojúhelníkovém otisku v μ .

Výhodu této metody je možné vidět v tom, že výroba tlačeného tělesa uvedeného tvaru z diamantu je jednodušší než je tomu u Vickersova jehlanu a proto i přesnost vypracování je tu větší. Stejně tak při pravidelném namáhání je tento tvar méně citlivý na nárazy a neopatrné zacházení. [15]

4.3 Mikrotvrdoměry

Při studování mikrostruktury kovů a slitin je někdy třeba určit i tvrdost jednotlivých strukturních složek k posouzení jejich vlastností, popřípadě k jejich identifikaci. Jindy je třeba měřit tvrdost drobných a tenkých součástek. To předpokládá vytvoření velmi malého, přesně umístěného otisku a tedy i použití velmi malých zařízení. K tomuto slouží mikrotvrdoměry. Pracují buď vnikací nebo vrypovou metodou, vnikacími tělísky jsou diamantové hroty. [20]

Podle provedení můžou být přístroje na měření mikrotvrdomosti rozdělené do dvou skupin:

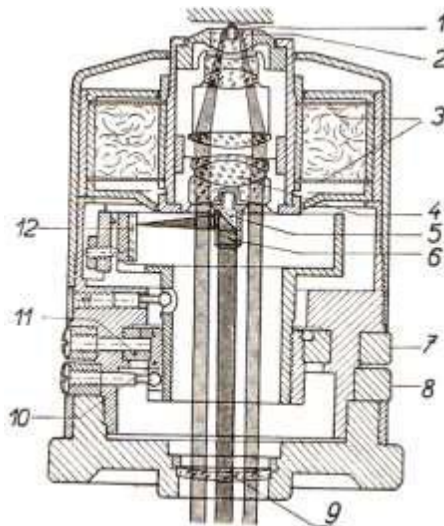
1. Mikrotvrdoměry u kterých je diamant vsazený přímo v objektivu mikroskopu. Přístroje tohoto druhu jsou většinou provedené jako doplněk metalografických mikroskopů.
2. Mikrotvrdoměry s diamantem v samostatném nástavci mimo optiku, většinou jsou konstruované jako přístroje pracující samostatně. [15]

U přístrojů v obou uvedených skupinách můžou být k zatěžování použité buď závaží s převodem nebo bez převodu, anebo pružiny (listové, spirálové). Velký počet mikrotvrdoměrů je sestavených pro používání v kombinaci s normálním metalografickým mikroskopem jako mikrotvrdoměr Hannemanův, Bergsmanův, Cookův apod. [15]

4.3.1 Hannemanův mikrotvrdoměr

Patří mezi nejvíce používané a nejstarší metody pro hodnocení mikrotvrdosti struktury kovů. Znárodnuje se na metalografických mikroskopech Neophot nebo Epityp. Skládá se ze dvou částí: z nástavce obsahujícího zkušební těleso i zatěžovaný mechanismus a z měřícího okuláru. Nástavec se vkládá do lůžka v tělese mikroskopu podobně jako normální metalografický objektiv.

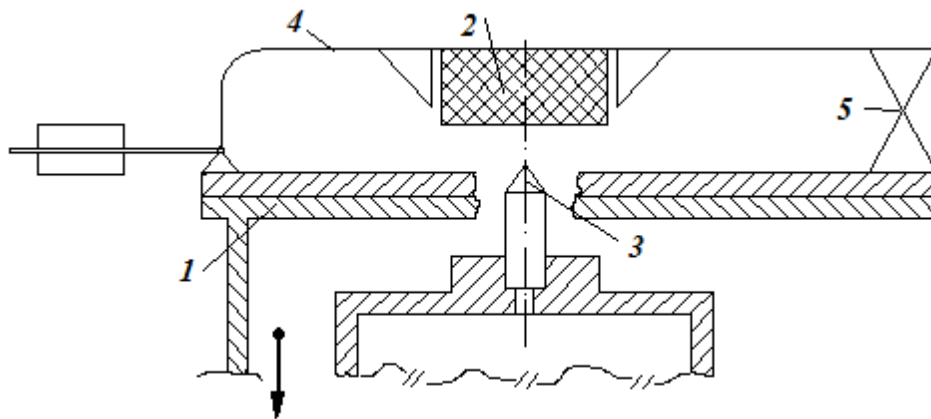
Základem tohoto mikrotvrdoměru je spojení Vickersova jehlanu k určování tvrdosti s čelní čočkou metalografického objektivu. [2, 15]



Obr. 22 Schematické znázornění mikrotvrdoměru Hanneman

4.3.2 Bergsmannův mikrotvrdoměr

Bergsmannův mikrotvrdoměr taky slouží v kombinaci s metalografickým mikroskopem, nemá však diamant vsazený přímo do objektivu. Nástavec s diamantem se nasazuje do mikroskopu tak, že je diamant přesně v optické ose a po vytvoření otisku se nástavec vymění za objektiv. Přístroj pracuje se zatížením 1 až 200 gramů. [15]



Obr. 23 Schéma Bergsmannova mikrotvrdoměru

(1- stolek, 2- měřené těleso, 3- zkušební těleso(diamant), 4- páka, 5- kontakty elektrického obvodu)

4.3.3 Mikrotvrdoměr PMT-3

Je zkonstruovaný jako samostatný přístroj. Zkušební těleso má opět tvar čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° .

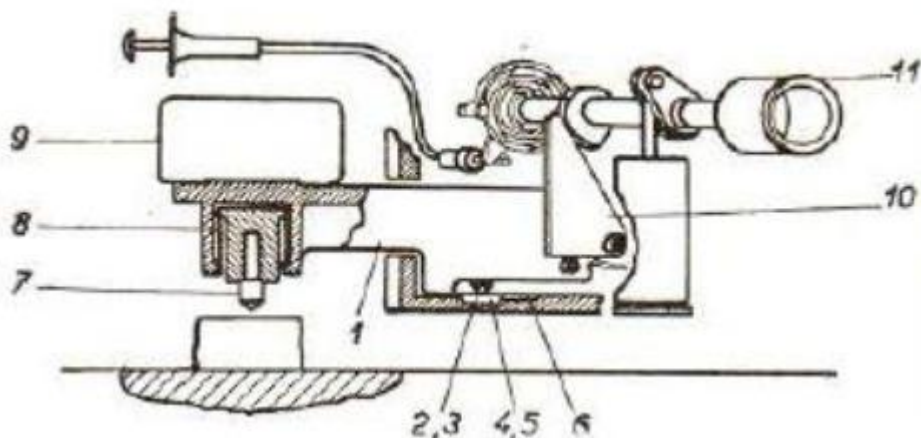


Obr. 24 Mikrotvrdoměr PMT-3

4.3.4 Mikrotvrdoměr Durimet

Má podobnou konstrukci jako předcházející typ PMT-3. Podobá se celkovou koncepcí, ale odlišuje se v provedení zatěžujícího mechanismu.

Přístroj Durimet je určený pro zkoušky mikrotvrlosti podle Vickerse a Knoop. Můžeme na něm provádět i vrypové zkoušky. Rozsah zatížení je od 15 do 500 g. [15]



Obr. 25 Schéma mikrotvrdoměru Durimet

(1- dvouramenná páka, 2,3- ocelové hroty, 4,5- opěrné desky, 6- listová pružina, 7- diamantový hrot, 8- ocelové dráty, 9- závaží, 10- trojúhelníková deska, 11- hlavice k ručnímu odtahení)

[15]



Obr. 26 Mikrotvrdoměr Durimet

PRAKTICKÁ ČÁST

5 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem diplomové práce je měřit mikrotvrdość materiálu PBT (polybutylentereftalát) na přístroji Micro-Combi Tester od firmy CSM. Polymer je modifikovaný různými dávkami beta záření, dávky jsou 0, 33, 66, 99, 132, 165, 198 kGy a zkoumá se, jak ovlivní různé dávky materiál při měření.

Dále jsou výsledky po měření zpracovávány do grafů a jejich porovnání. Měřicí indentor je používaný Vickers.

Budou stanoveny tyto parametry po měření.:

- HIT – vtisková tvrdost (MPa)
- EIT – vtiskový modul (GPa)
- HV – Vickersova tvrdost
- CIT – vtiskové tečení-creep (%)
- W_{el} – elastická deformační práce
- W_{pl} – plastická deformační práce
- W_{Total} – celková deformační práce

Použitý postup při vypracování diplomové práce:

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

6 ZKOUŠENÝ VZOREK

6.1 Příprava vzorku

Vzorek vyrobíme pomocí metody vstřikování na vstřikovacím stroji Arburg Allrounder 420C. Použili jsme materiál polybutylentereftalát (PBT).

Při vstřikování byly použity tyto procesní podmínky:

- Vstřikovací teplota 250 °C
- Teplota formy 75 °C
- Vstřikovací tlak 80 MPa



Obr. 27 Vstřikovací stroj ARBURG Allrounder 420C

Technické parametry stroje:

Tab. 3 Technické parametry vstřikovacího stroje ARBURG

| Typ stroje | Allrounder 420C | |
|---|-----------------|---------------------------------------|
| Uzavírací jednotka | | |
| Uzavírací síla | 1000 | max. kN |
| Otevírací síla / zvýšená otevírací síla | 35 / 250 | max. kN |
| Otevření | 500 | max. mm |
| Vzdálenost mezi vodícími sloupy | 420x420 | mm |
| Velikost upínací desky (šířka x výška) | 570x570 | mm |
| Vyhazovací síla | 40 | max. kN |
| Zdvih vyhazovače | 175 | max. mm |
| Hydraulika, pohon | | |
| Výkon čerpadla | 22 | kW |
| Celkový příkon stroje | 33,9 | kW |
| Vstřikovací jednotka | | |
| Průměr šneku | 40 | mm |
| Poměr šneku | 20 | L / D |
| Zdvih šneku | 145 | max. mm |
| Objem dávky | 182 | max. cm ³ |
| Vstřikovací tlak | 2120 | max. bar |
| Vstřikovací rychlost (objemová) | 168 | max. cm ³ .s ⁻¹ |
| Zpětný tlak pozitivní / negativní | 350 / 160 | max. bar |
| Krouticí moment šneku | 700 | max. Nm |
| Přítlačná síla trysky | 70 | max. kN |
| Objem násypky | 50 | l |
| Olejová náplň a hmotnost | | |
| Množství oleje | 235 | l |
| Hmotnost stroje, bez oleje | 3700 | kg |

6.2 Polybutylentereftalát (PBT)

Polybutylentereftalát je semikrystalický polymer- řazen mezi tzv. inženýrské plasty pro náročné aplikace. Vzniká polykondenzací kyseliny tereftalové s 1.4 butandiolem. Vlákna se nazývají také *4GT filamenty*.

Vlastnosti:

- Hustota 1,35 g/cm³
- Rázová houževnatost velmi vysoká
- T_m= 230°C, T_g okolo 40°C
- Vysoká mechanická pevnost a tuhost (E=2000-2700MPa, σ_y = 50-58MPa)
- Tvarová stálost za tepla –30 až do +165°C (do 100°C dlouhodobě)
- Odolný vůči oděru
- Malá absorpce vody (sklon k hydrolýze)
- Rozměrová stabilita
- Výborné elektroizolační vlastnosti, chemická odolnost, vysoký lesk povrchu výrobků

6.2.1 Aplikace PBT

- Používá se pro mechanicky i elektricky namáhané díly přístrojů spotřební elektroniky, elektrických strojů pro domácnost a elektrickou výbavu automobilů
- Spotřební zboží – kalkulačky, walkmany
- V oděvním průmyslu – zipy, plavky (43%PBT)

6.2.2 Aplikace PBT v automobilovém průmyslu

- **Těleso rozdělovače** - rozměrově velmi přesné, musí odolávat vibracím za zvýšené teploty
- **Čerpadlo ostřikovače** - nenavlhavý materiál odolný proti čistícím a rozmrazovacím prostředkům
- **Miniaturní automobilové konektory**

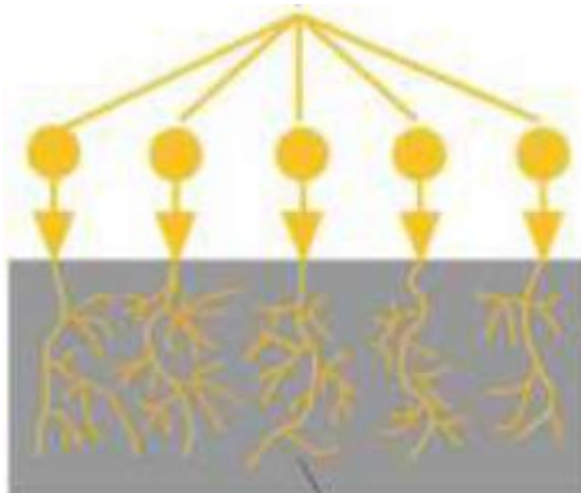
6.3 Vzorek

Při konečné úpravě se PBT ozařuje beta zářením určitými dávkami:- 0, 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Ozařování proběhlo ve firmě BGS.

Beta záření:

- Hmotnost beta částic je stejná jako hmotnost elektronů, ale mohou být buď negativně, nebo pozitivně nabitě. Díky svým malým rozměrům a náboji, proniknou snáze materiálem než částice alfa, ale snadněji se odchýlí. Mají vysokou rychlost, obvykle se blíží až rychlosti světla, znamená to, že jsou lehce ionizující.

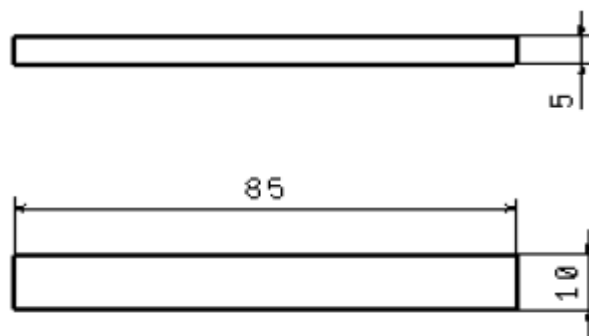
Beta záření může proniknout i materiály, které mají i nízkou hustotu nebo malou tloušťku. K tomu aby se částice zastavily, stačí vrstva vzduchu silná 1 m nebo vrstva kovu o šířce 1 mm.



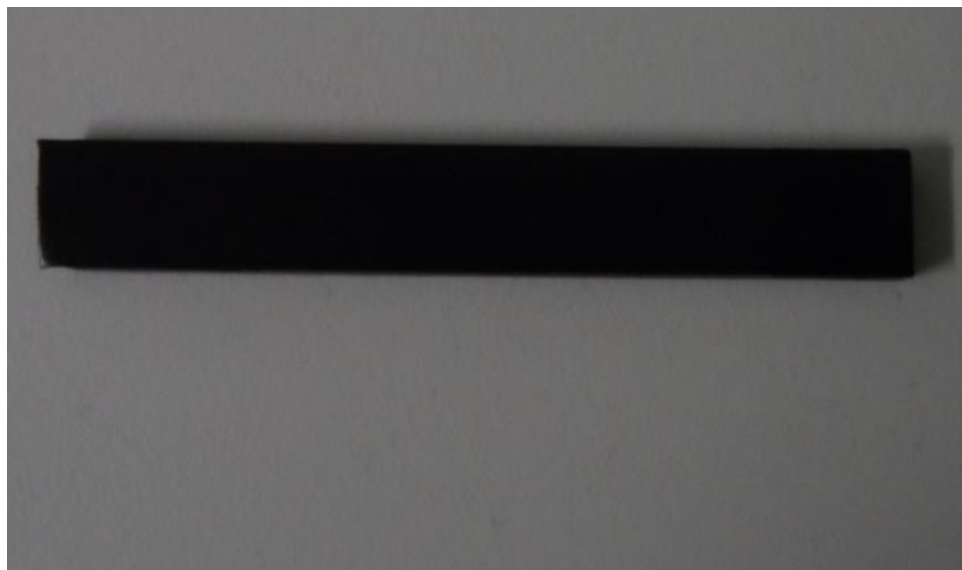
Obr. 28 Princip beta záření

Tvar vzorku:

- vzorek má tvar kvádrů s danými rozměry (Obr. 32)



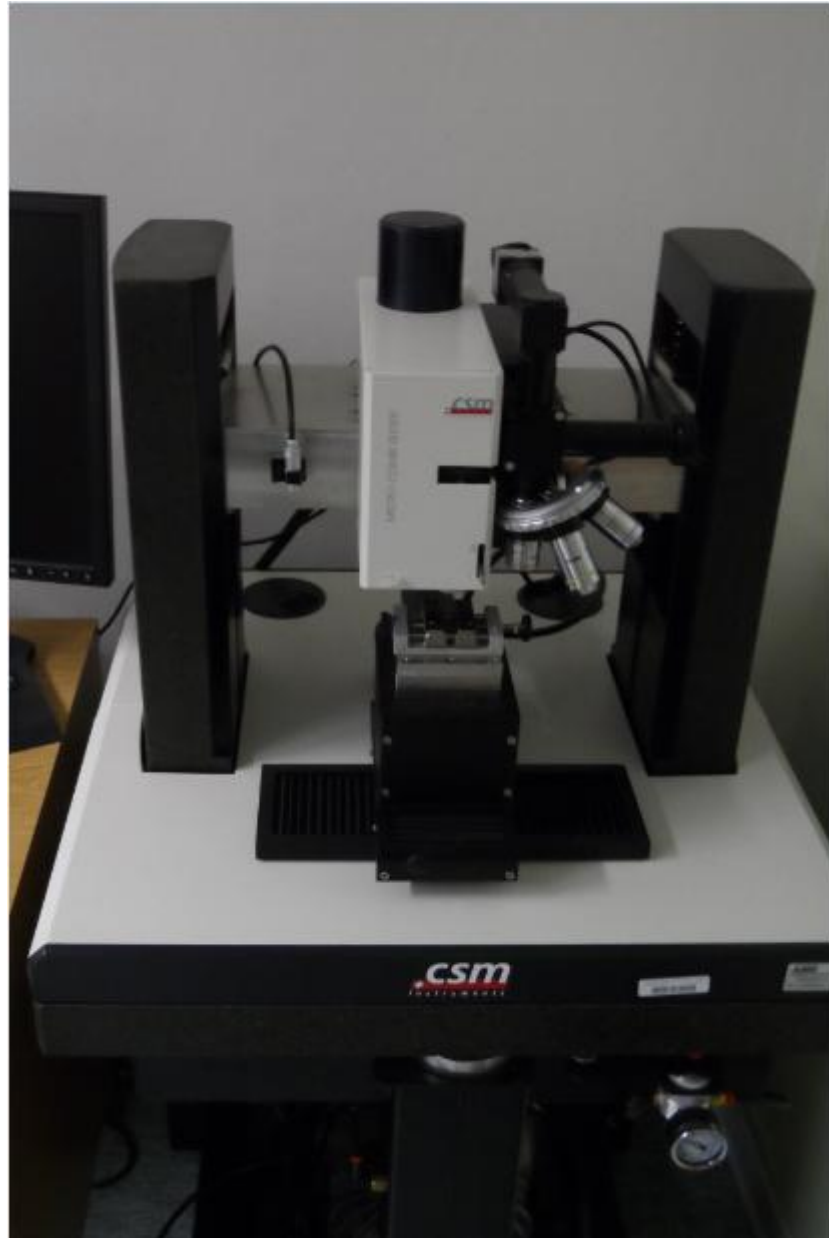
Obr. 29 Rozměry vzorku



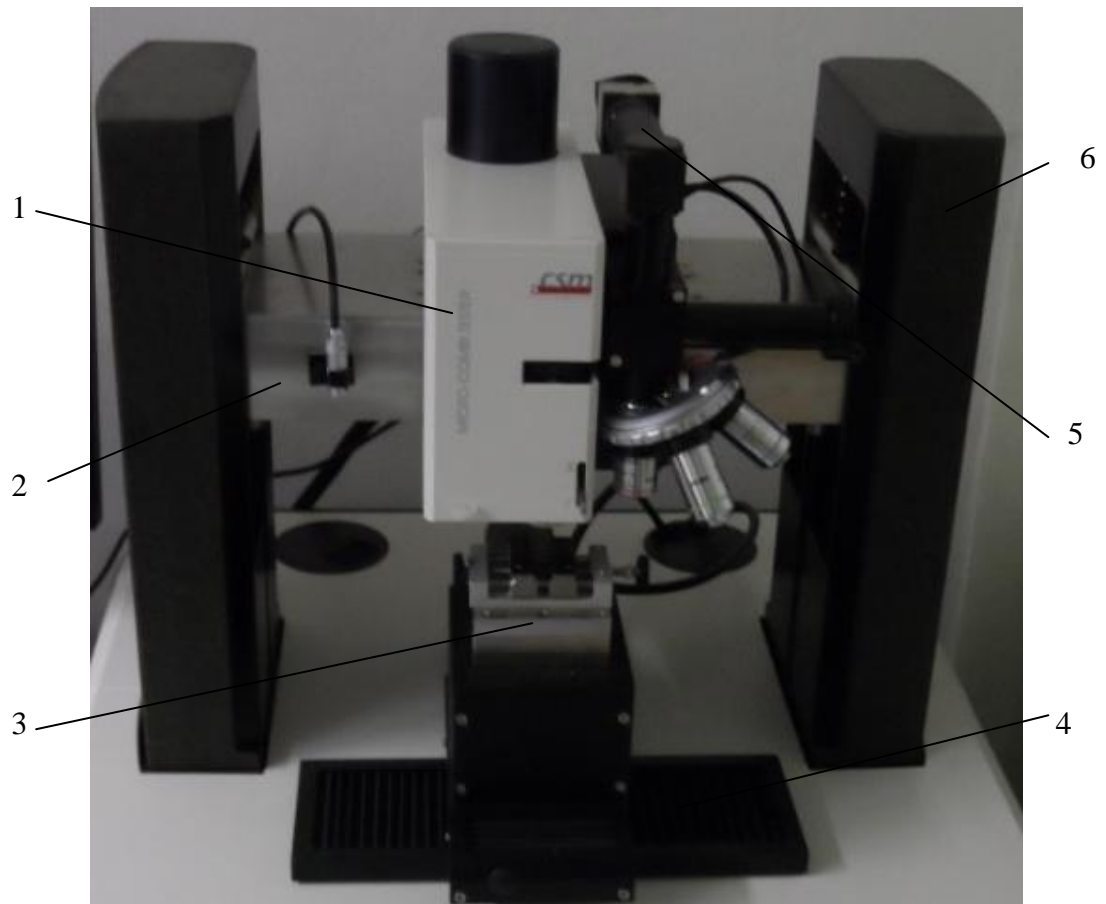
Obr. 30 Zkušební vzorek

7 ZKOUŠKA MIKROTVRDOSTI

Zkoušku a měření mikrotvrdomosti jsme prováděli na přístroji MICRO - COMBI TESTERU firmy CSM. Zkušební vzorky byly zatíženy třemi silami 0,5N, 1,5N a 5N. Výdrž zatížení na každý vzorek bylo 90s. Měření se provádělo na každém vzorku 10x.



Obr. 31 Přístroj Micro-Combi Tester



Obr. 32 Popis přístroje CSM

Tab. 4 Jednotlivé části přístroje CSM

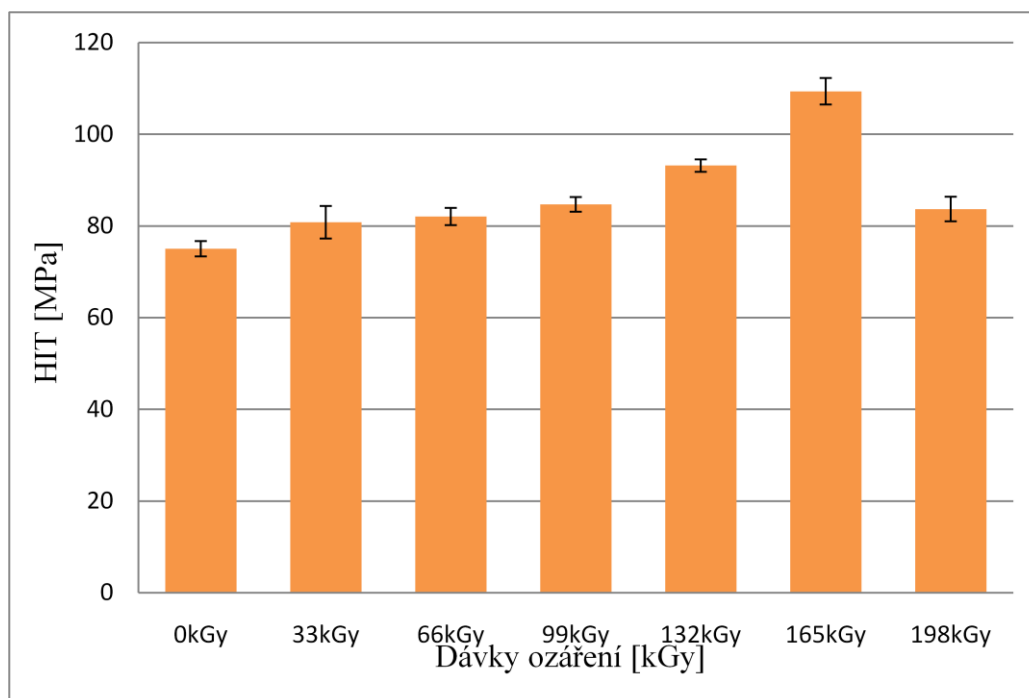
| | |
|---|---|
| 1 | Měřicí hlava |
| 2 | Modulová hlava s vertikálním nastavením |
| 3 | Univerzální držák vzorku |
| 4 | Posuny v ose X, Y, Z |
| 5 | Optický mikroskop |
| 6 | Antivibrační sloup |

8 VÝSLEDKY Z MĚŘENÍ

8.1 Měření při zatížení 0,5N

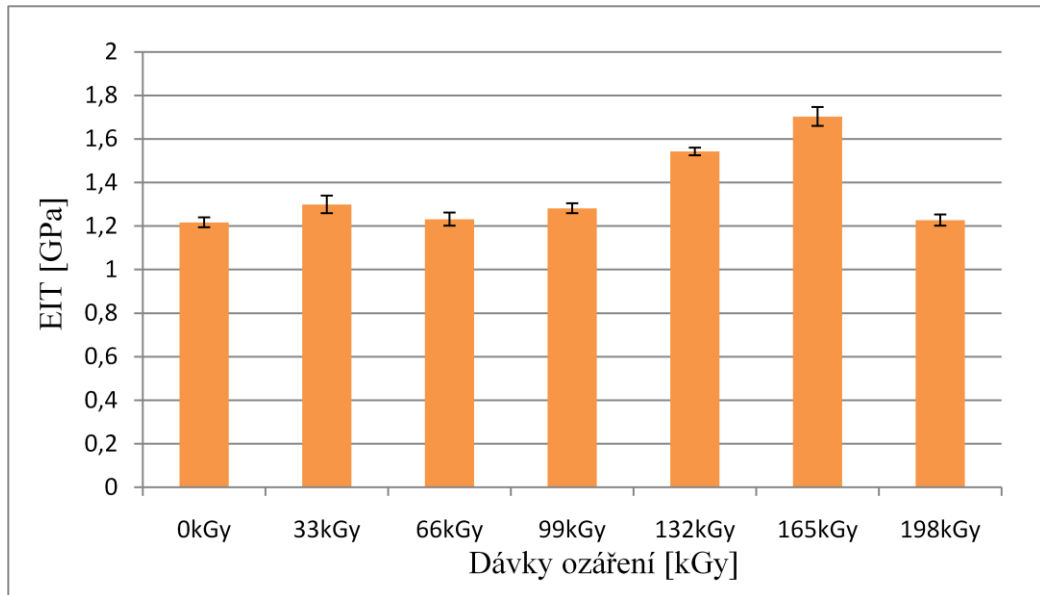
Tab. 5 Hodnoty při zatížení 0,5N

| | 0kGy | 33kGy | 66kGy | 99kGy | 132kGy | 165kGy | 198kGy |
|--------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|-----------|-----------|
| HIT [MPa] | 75,0007 | 80,8019 | 82,0559 | 84,7201 | 93,1674 | 109,3656 | 83,659 |
| EIT [GPa] | 1,21719 | 1,29899 | 1,23217 | 1,28185 | 1,54312 | 1,7033 | 1,22736 |
| HV [Vickers] | 7,07899 | 7,62657 | 7,74492 | 7,99639 | 8,7937 | 10,3227 | 7,89622 |
| CIT [%] | 6,765 | 6,375 | 6,125 | 5,837 | 7,82 | 6,16 | 5,756 |
| W_{el} | 1595937,28 | 1540979,9 | 1655271,49 | 1603101,8 | 1398463,31 | 1335861,1 | 1650838 |
| W_{pl} | 2177077,98 | 2109323,6 | 2031391,43 | 1987110,9 | 2143795,15 | 1870471,8 | 1979284,8 |
| W_{TOTAL} | 3773015,23 | 3650303,5 | 3686662,9 | 3590212,7 | 3542258,48 | 3206332,9 | 3630122,8 |



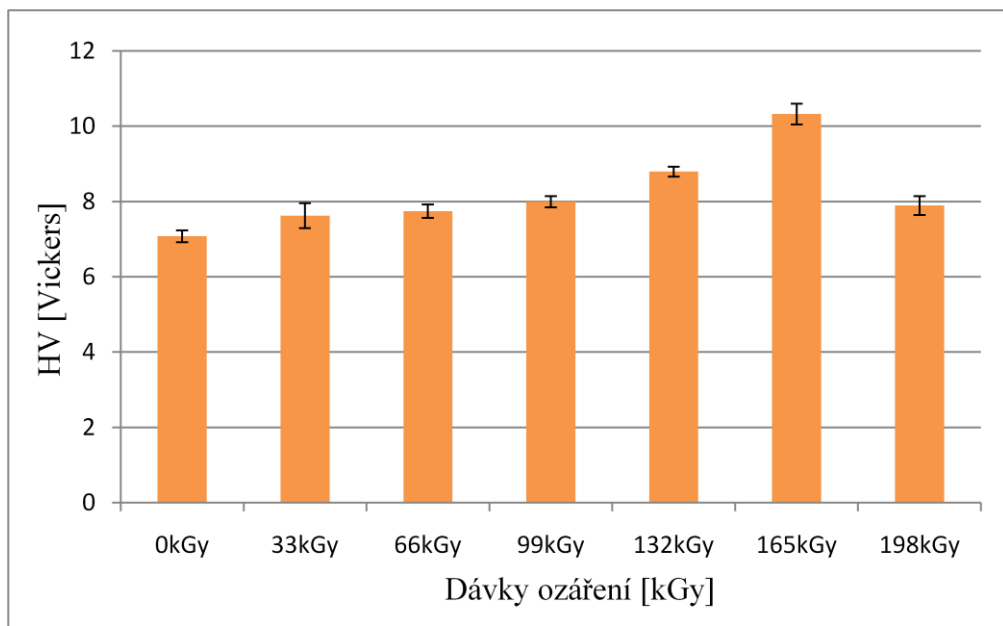
Obr. 33 Graf vyjadřující vtiskovou tvrdost HIT

Při zkoušce mikrotvrdomosti byla nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti HIT u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 33, Tab. 5), rozdíl v naměřených hodnotách mezi největší a nejmenší se pohybuje kolem 31,5%. Nejmenší hodnota je 75,0007MPa a největší hodnota je 109,3656MPa.



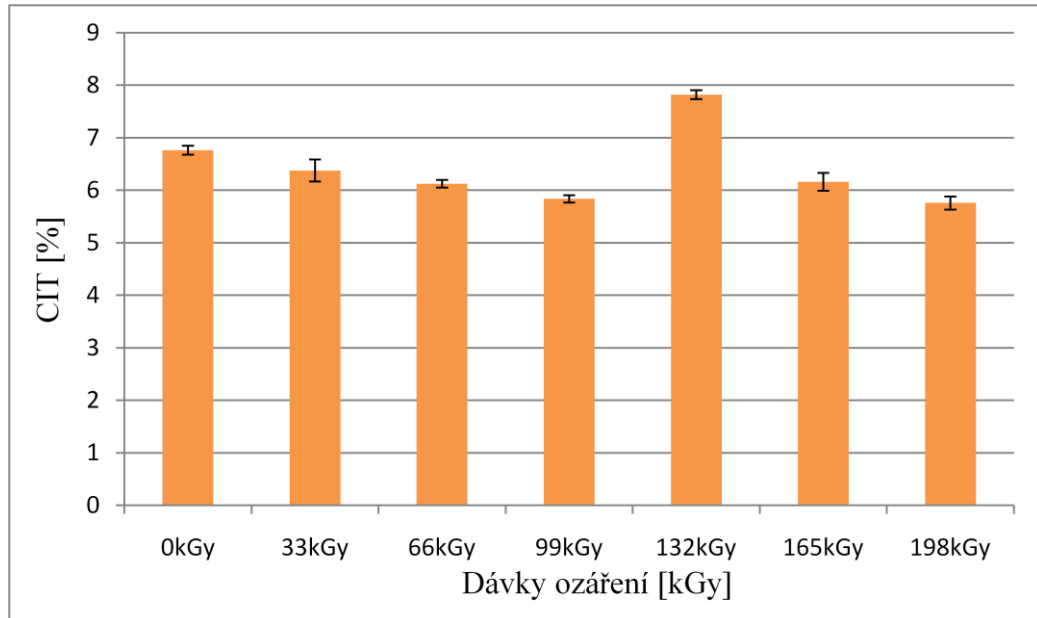
Obr. 34 Graf vyjadřující vtiskový modul EIT

U zkoušky mikrotvrdomosti můžeme z grafu vyčíst, že nejmenší hodnota vtiskového modulu EIT je u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 34, Tab. 5). Naměřené hodnoty u největšího 1,7033GPa a nejmenšího výsledku 1,21719GPa dosahují rozdílu kolem 28,5%.



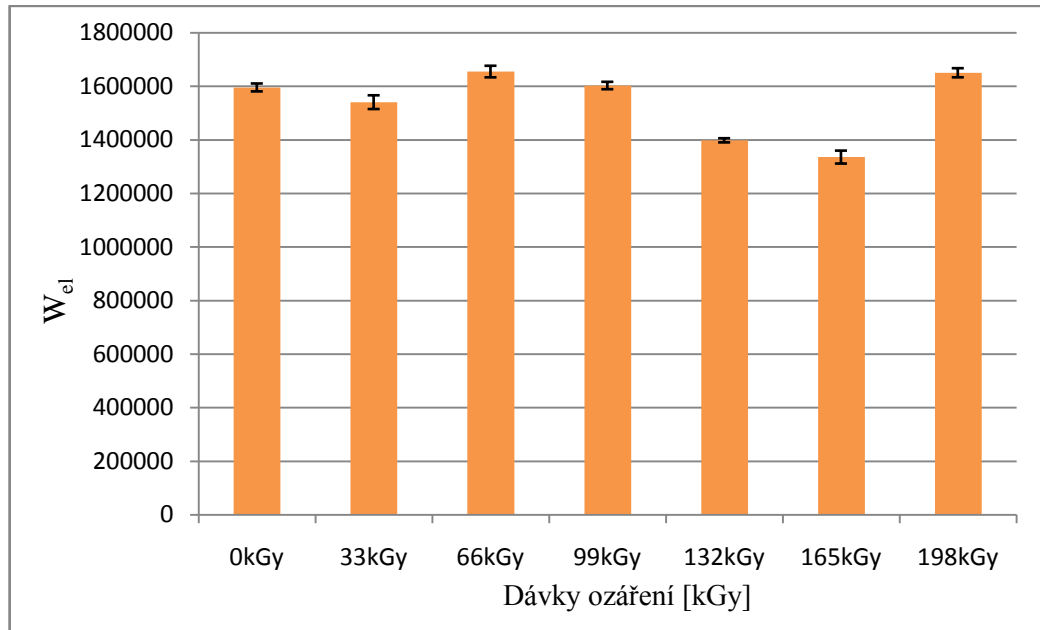
Obr. 35 Graf vyjadřující vickersovu tvrdost HV

Nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti HIT při zkoušce mikrotvrdosti byla u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 35, Tab. 5). Nejmenší hodnota byla naměřena 7,07889Vickers a největší 10,3227Vickers, jejich procentuální rozdíl je 31,5%.

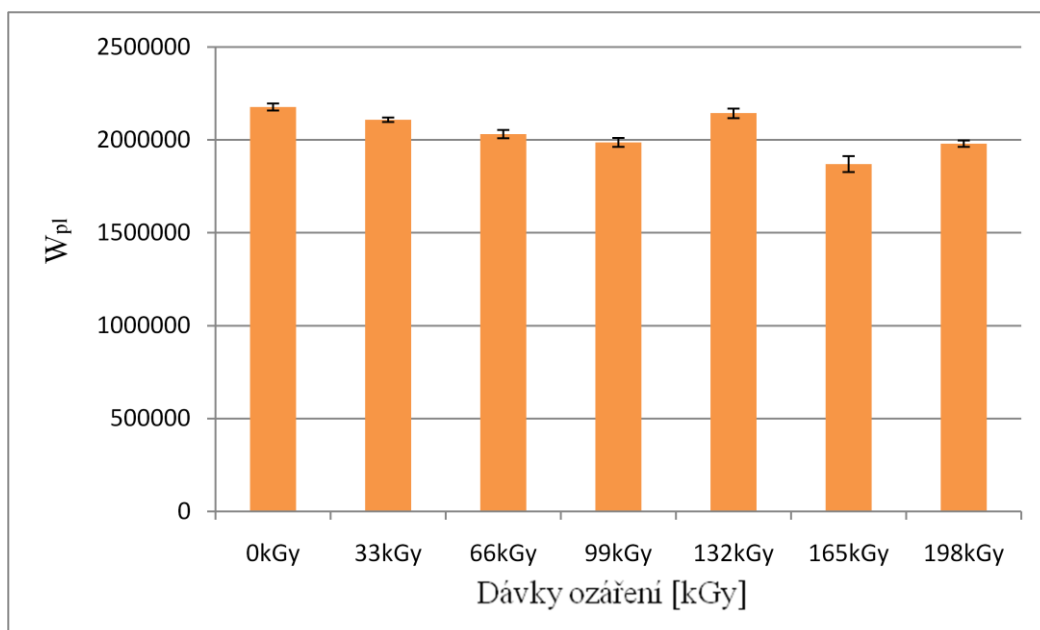


Obr. 36 Graf vyjadřující vtiskové tečení CIT

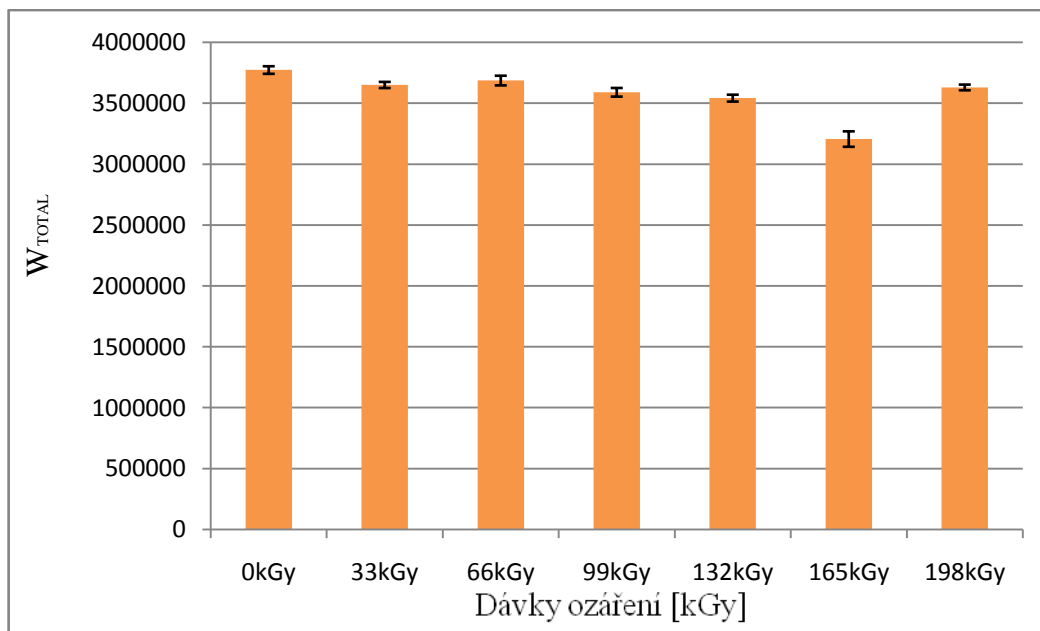
Při měření mikrotvrdosti má nejmenší hodnotu vtiskového tečení CIT materiál u dávky ozáření 99kGy a největší hodnotu materiál u ozáření 132kGy (Obr. 36, Tab. 5). Nejmenší hodnota je 5,756% a největší hodnota je 7,82%, jejich výsledný rozdíl je okolo 26,4%.

Obr. 37 Graf vyjadřující elastickou deformaci práce W_{el}

Z grafu můžeme vyčíst, že nejmenší hodnotu elastické deformace práce W_{el} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 66kGy (Obr. 37, Tab. 5). Při měření jsme zjistili, že nejmenší hodnota je 1335861,1 a největší je 1655271,49. Jejich procentuální rozdíl je 19,3%.

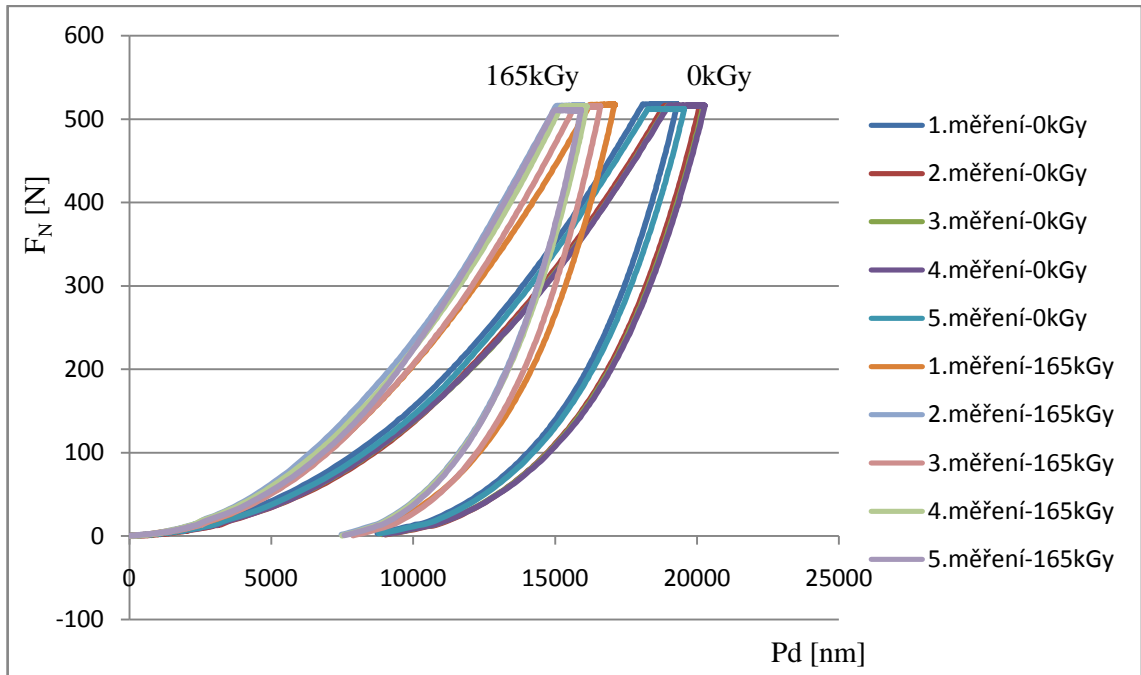
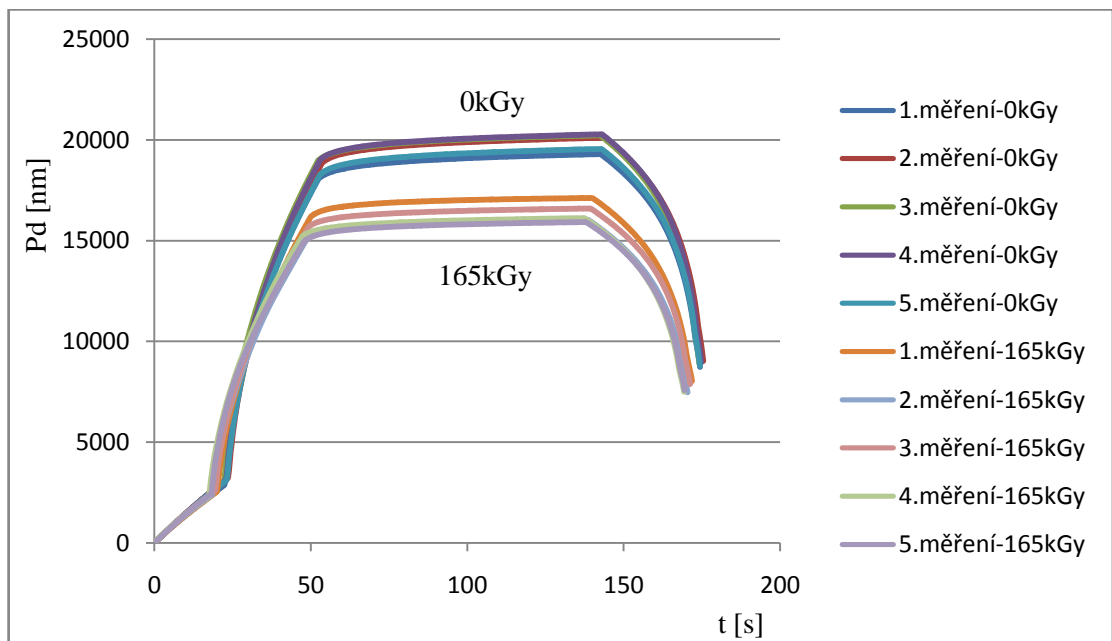
Obr. 38 Graf vyjadřující plastickou deformaci práce W_{pl}

Z výsledků zkoušky tvrdosti je zřejmé, že nejmenší hodnotu plastické deformace práce W_{pl} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 0kGy (Obr. 38, Tab. 5). Procentuální nárůst mezi nejmenší hodnotou 1870471,8 a největší hodnotou 2177077,98 vychází 14,1%.



Obr. 39 Graf vyjadřující celkovou deformaci práce W_{TOTAL}

Z naměřených hodnot je zřejmé že nejmenší hodnotu celkové deformace práce W_{TOTAL} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 0kGy (Obr. 39, Tab. 5). Při zkoumání výsledků je procentuální rozdíl mezi nejmenší hodnotou 3206332,9 a největší hodnotou 3773015,23 je 15,1%.

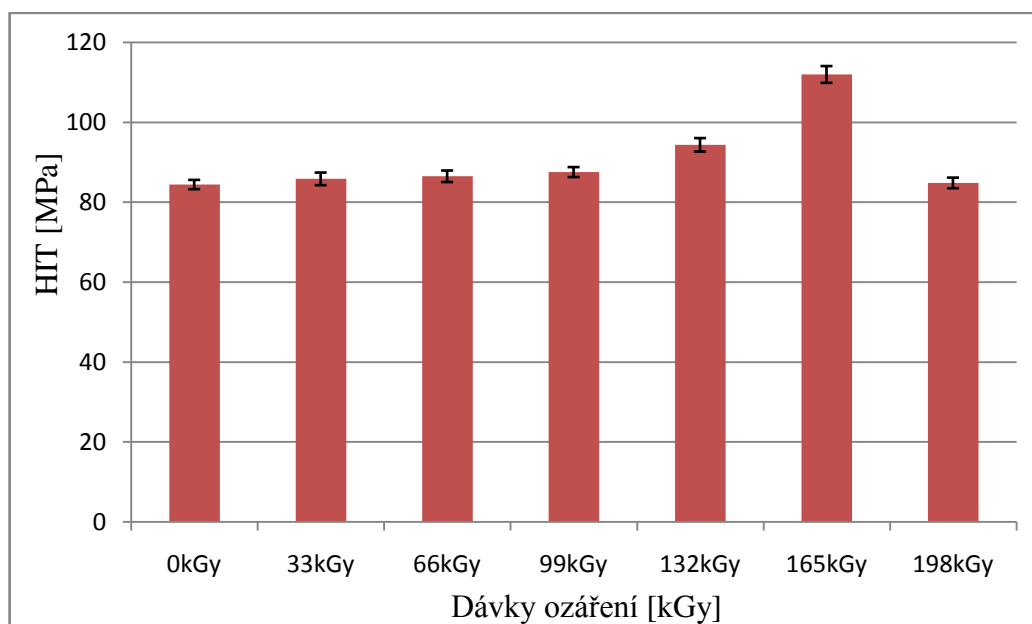
Obr. 40 Průběh zkoušky v závislosti zatěžující síly F_N na hloubce vtisku P_d Obr. 41 Průběh zkoušky v závislosti hloubky vtisku F_N na čase t

Z grafů můžeme vidět (obr. 40, 41) indentační charakteristiky, které nám charakterizují celý průběh indentačního procesu. Je zde vidět rozdíl v dosažených hloubkách při zatížení a rozdíl v dosažených hloubkách v určitém čase.

8.2 Měření při zatížení 1N

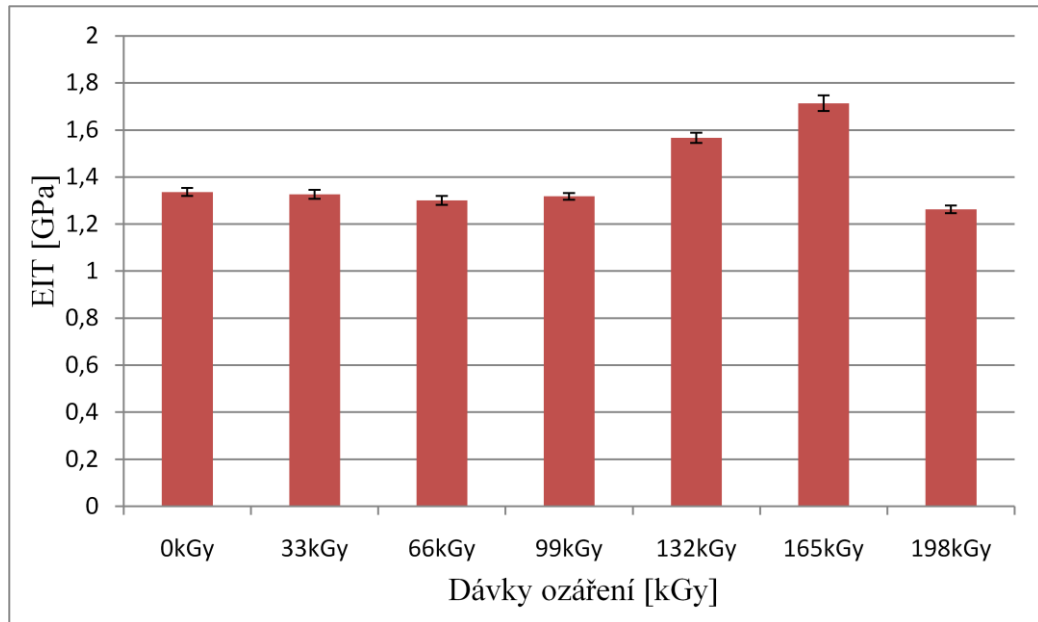
Tab. 6 Hodnoty při zatížení 1N

| | 0kGy | 33kGy | 66kGy | 99kGy | 132kGy | 165kGy | 198kGy |
|--------------|----------|---------|---------|---------|---------|----------|---------|
| HIT [MPa] | 84,4483 | 85,868 | 86,515 | 87,5651 | 94,3789 | 111,983 | 84,8508 |
| EIT [GPa] | 1,33599 | 1,32603 | 1,30057 | 1,31791 | 1,56636 | 1,71416 | 1,26273 |
| HV [Vickers] | 7,97073 | 8,10475 | 8,16581 | 8,2649 | 8,90805 | 10,56967 | 8,00873 |
| CIT [%] | 7,2 | 6,388 | 6,004 | 6,005 | 8,198 | 6,076 | 5,645 |
| W_{el} | 4150950 | 4224518 | 4355156 | 4282710 | 3736735 | 3643911 | 4446941 |
| W_{pl} | 5894753 | 5651372 | 5512633 | 5485035 | 5994500 | 5107289 | 5461605 |
| W_{TOTAL} | 10045702 | 9875891 | 9867789 | 9767745 | 9731235 | 8751200 | 9908545 |



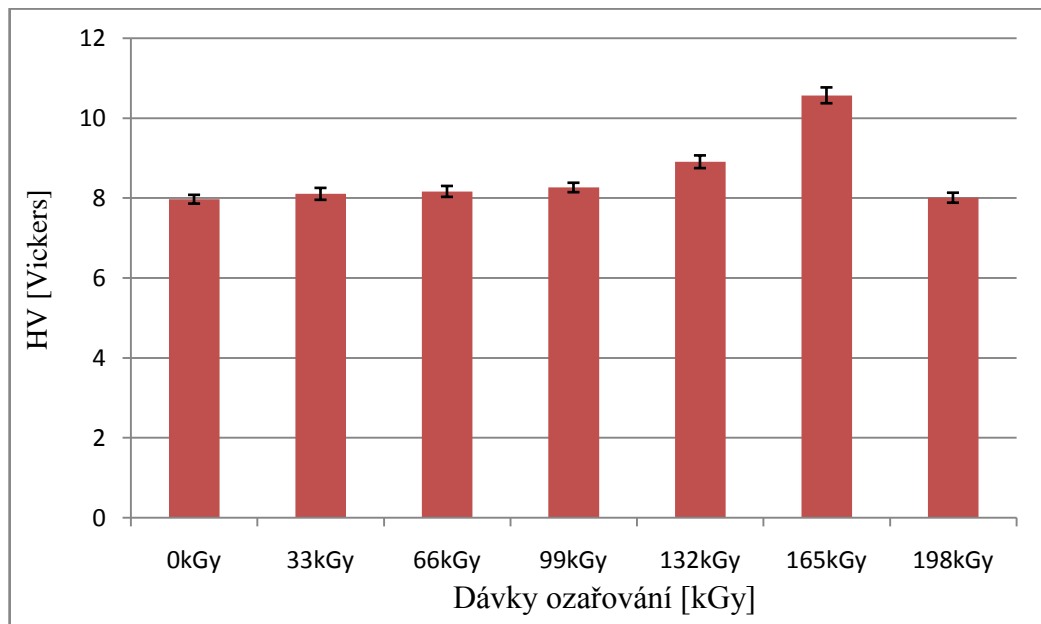
Obr. 42 Graf vyjadřující vtiskovou tvrdost HIT

Při zkoušce mikrotvrdomosti byla nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti HIT u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 42, Tab. 6), rozdíl v naměřených hodnotách mezi největší a nejmenší se pohybuje kolem 34,6%. Nejmenší hodnota je 84,4483MPa a největší hodnota je 111,983MPa.



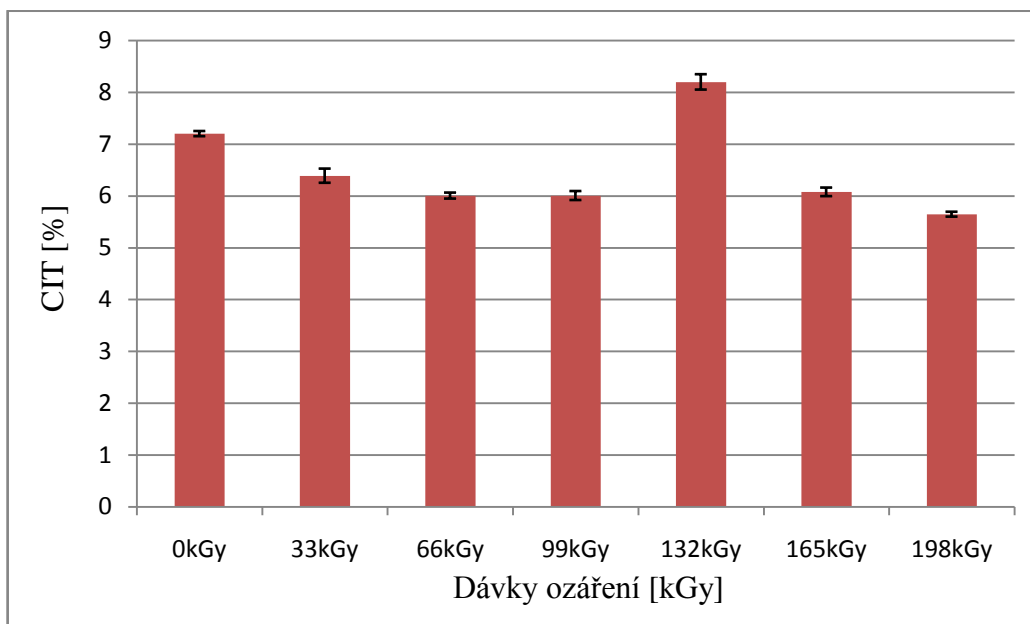
Obr. 43 Graf vyjadřující vtiskový modul EIT

U zkoušky mikrotvrdomosti můžeme z grafu vyčíst, že nejmenší hodnota vtiskového modulu EIT je u dávky ozáření 198kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 43, Tab. 6). Naměřené hodnoty u největšího výsledku 1,71416GPa a nejmenšího výsledku 1,26273GPa dosahují rozdílu kolem 26,4%.



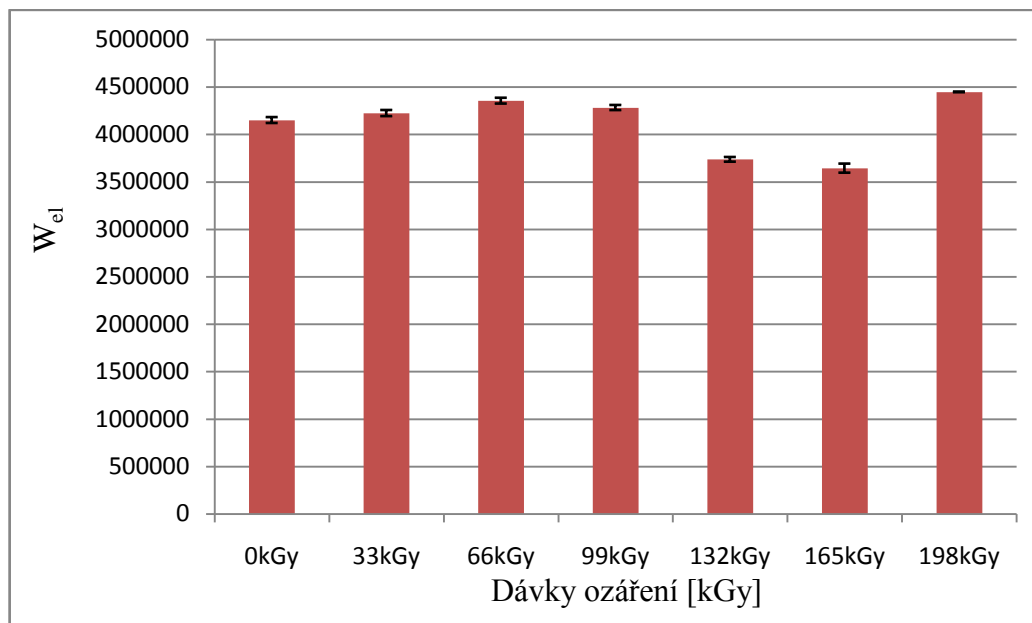
Obr. 44 Graf vyjadřující vickersovu tvrdost HV

Nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti HIT při zkoušce mikrotvrdosti byla u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 44, Tab. 6). Nejmenší hodnota byla naměřena 7,97073Vickers a největší 10,56967Vickers, jejich procentuální rozdíl je 34,6%.

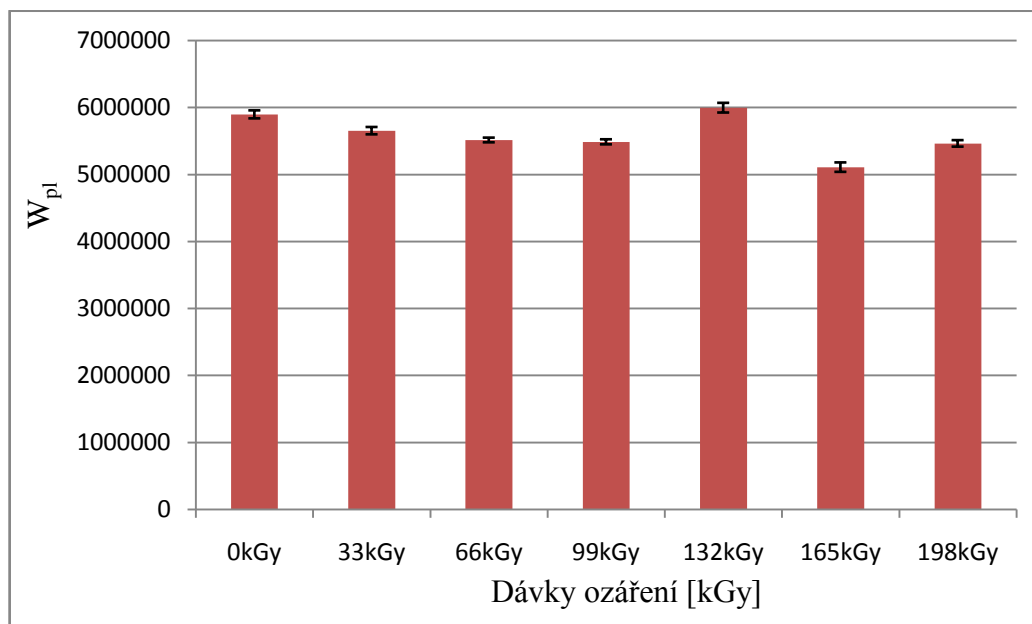


Obr. 45 Graf vyjadřující vtiskové tečení CIT

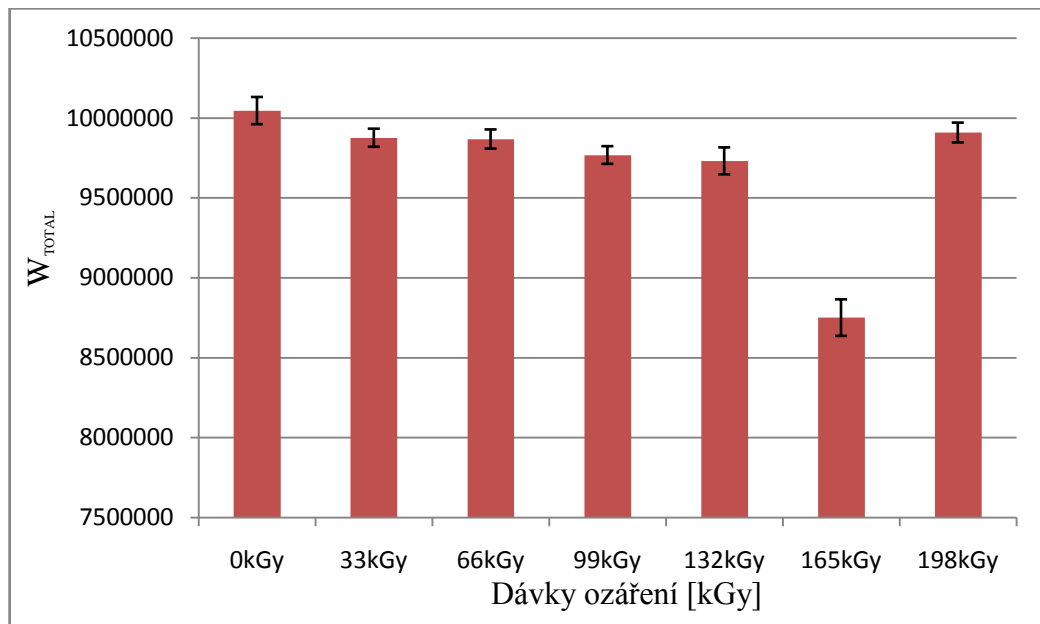
Při měření mikrotvrdosti má nejmenší hodnotu vtiskového tečení CIT materiál u dávky ozáření 198kGy a největší hodnotu materiál u ozáření 132kGy (Obr. 45, Tab. 6). Nejmenší hodnota je 5,645% a největší hodnota je 8,198%, jejich výsledný rozdíl je okolo 31,2%.

Obr. 46 Graf vyjadřující elasticou deformaci práce W_{el}

Z grafu můžeme vyčíst, že nejmenší hodnotu elasticke deformace práce W_{el} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 198kGy (Obr. 46, Tab. 6). Při měření jsme zjistili, že nejmenší hodnota je 3643911 a největší je 4446941. Jejich procentuální rozdíl je 18,1%.

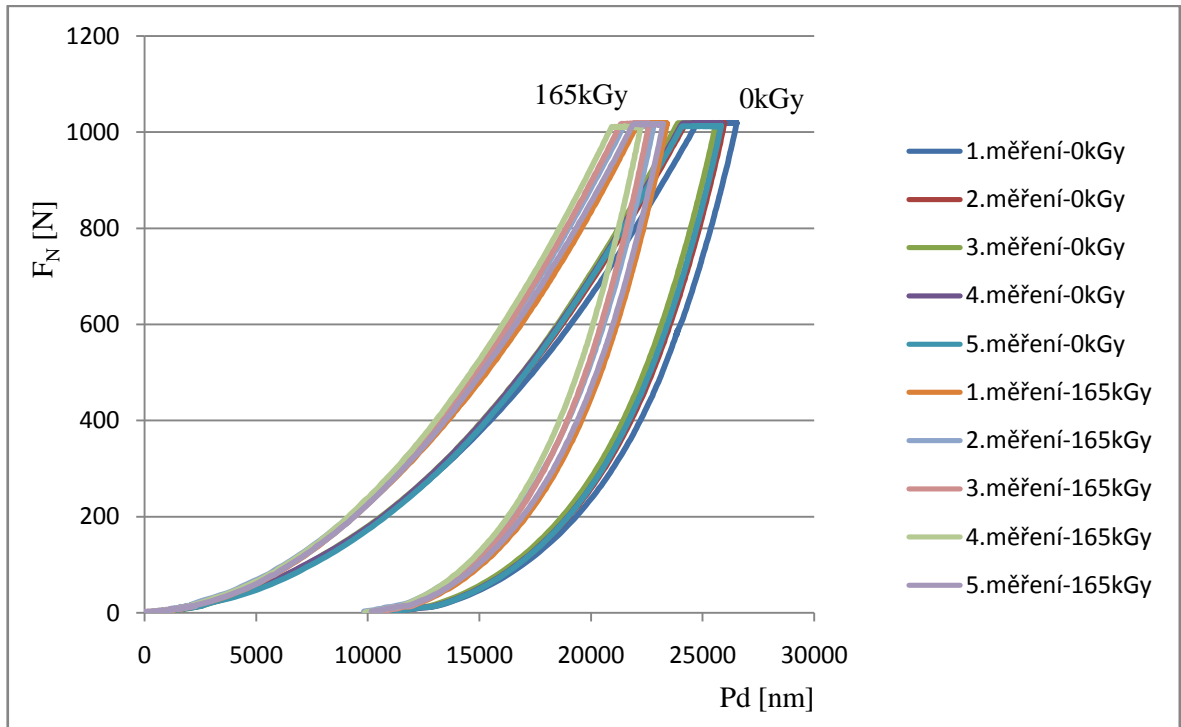
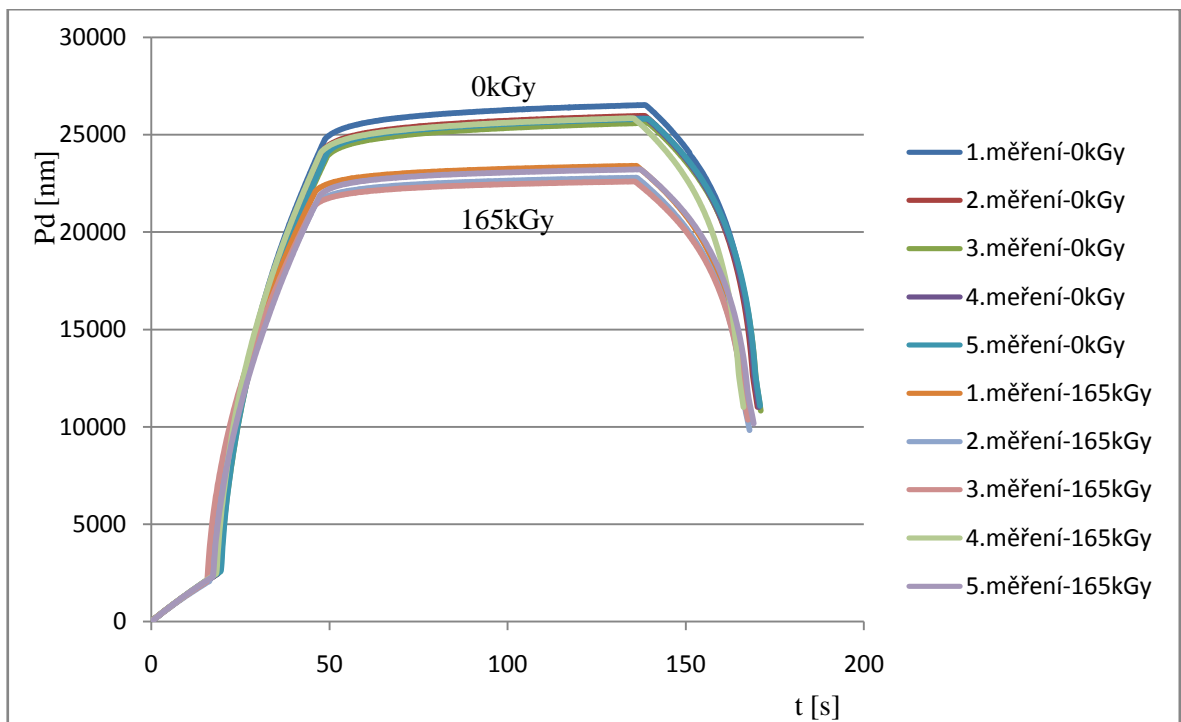
Obr. 47 Graf vyjadřující plasticou deformaci práce W_{pl}

Z výsledků zkoušky tvrdosti je zřejmé, že nejmenší hodnotu plastické deformace práce W_{pl} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 132kGy (Obr. 47, Tab. 6). Procentuální nárůst mezi nejmenší hodnotou 1870471,8 a největší hodnotou 2177077,98 vychází 14,1%.



Obr. 48 Graf vyjadřující celkovou deformaci práce W_{TOTAL}

Z naměřených hodnot je zřejmé že nejmenší hodnotu celkové deformace práce W_{TOTAL} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 0kGy (Obr. 48, Tab. 6). Při zkoumání výsledků je procentuální rozdíl mezi nejmenší hodnotou 8751200 a největší hodnotou 10045702 je 12,9%.

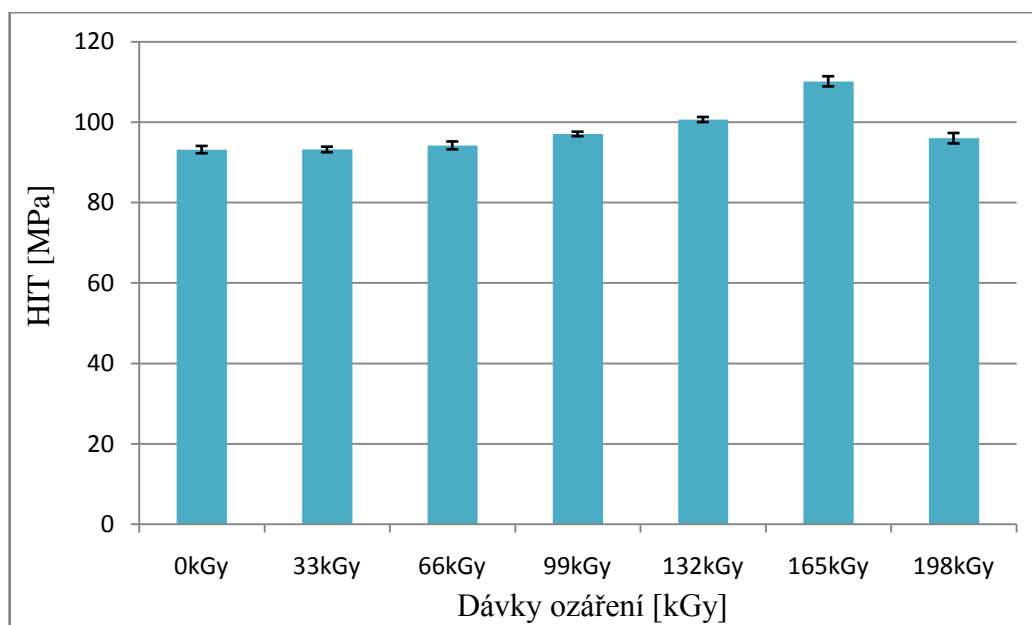
Obr. 49 Průběh zkoušky v závislosti zatěžující síly F_N na hloubce vtisku Pd Obr. 50 Průběh zkoušky v závislosti hloubky vtisku F_N na čase t

Z grafů můžeme vidět (obr. 49, 50) indentační charakteristiky, které nám charakterizují celý průběh indentačního procesu. Je zde vidět rozdíl v dosažených hloubkách při zatížení a rozdíl v dosažených hloubkách v určitém čase.

8.3 Měření při zatížení 5N

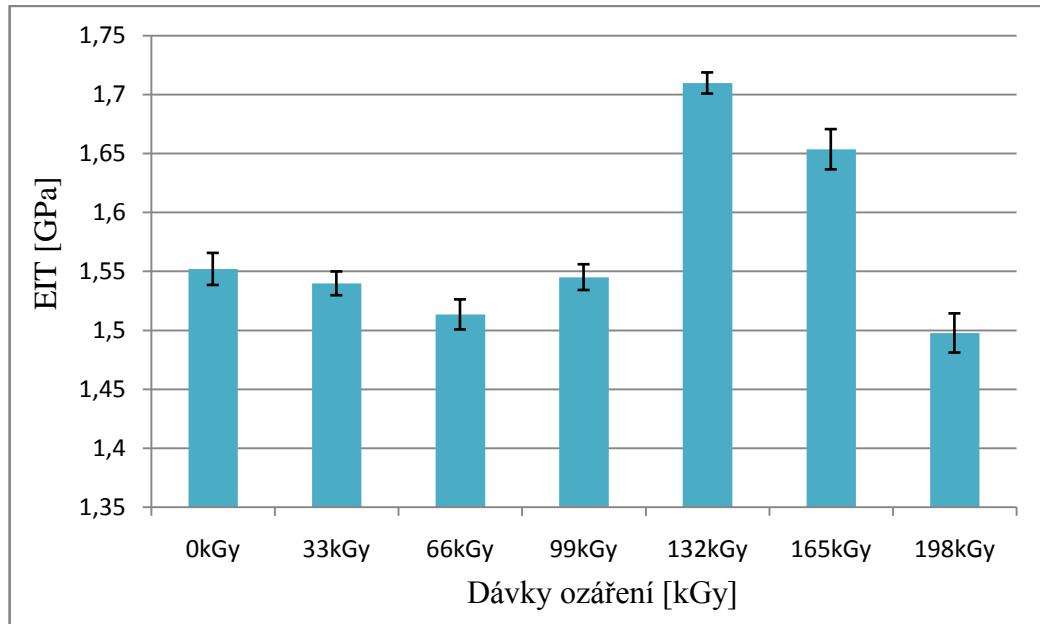
Tab. 7 Hodnoty při zatížení 1N

| | 0kGy | 33kGy | 66kGy | 99kGy | 132kGy | 165kGy | 198kGy |
|--------------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|
| HIT [MPa] | 93,1772 | 93,2105 | 94,2175 | 97,0665 | 100,648 | 110,157 | 96,0042 |
| EIT [GPa] | 1,55204 | 1,53982 | 1,5135 | 1,5451 | 1,70972 | 1,65355 | 1,49775 |
| HV [Vickers] | 8,79459 | 8,79774 | 8,8928 | 9,1617 | 9,49975 | 10,3973 | 9,06146 |
| CIT [%] | 6,619 | 5,775 | 5,46 | 5,529 | 7,595 | 5,67 | 5,206 |
| W_{el} | 40448726 | 40908154 | 42137253 | 41538098 | 37863606 | 40693844 | 42648952 |
| W_{pl} | 61823330 | 59698547 | 57588787 | 56903866 | 63483356 | 56334072 | 55918488 |
| W_{TOTAL} | 102272057 | 100606701 | 99726038 | 98441964 | 101346962 | 97027916 | 98567439 |



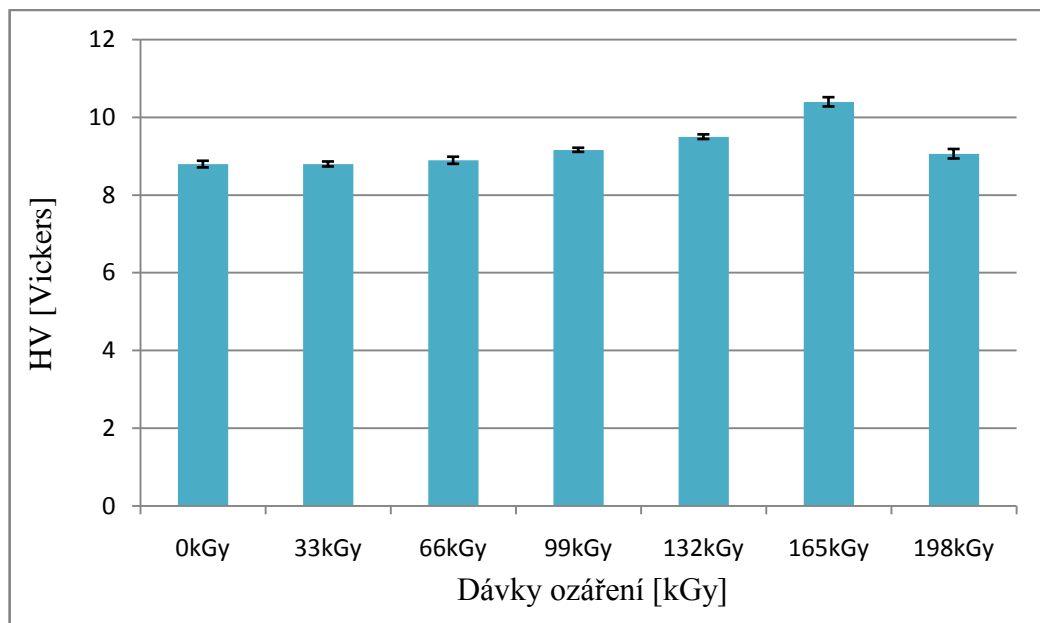
Obr. 51 Graf vyjadřující vtiskovou tvrdost HIT

Při zkoušce mikrotvrdosti byla nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti HIT u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 51, Tab. 7), rozdíl v naměřených hodnotách mezi největší a nejmenší se pohybuje kolem 15,5%. Nejmenší hodnota je 93,1772MPa a největší hodnota je 110,157MPa.



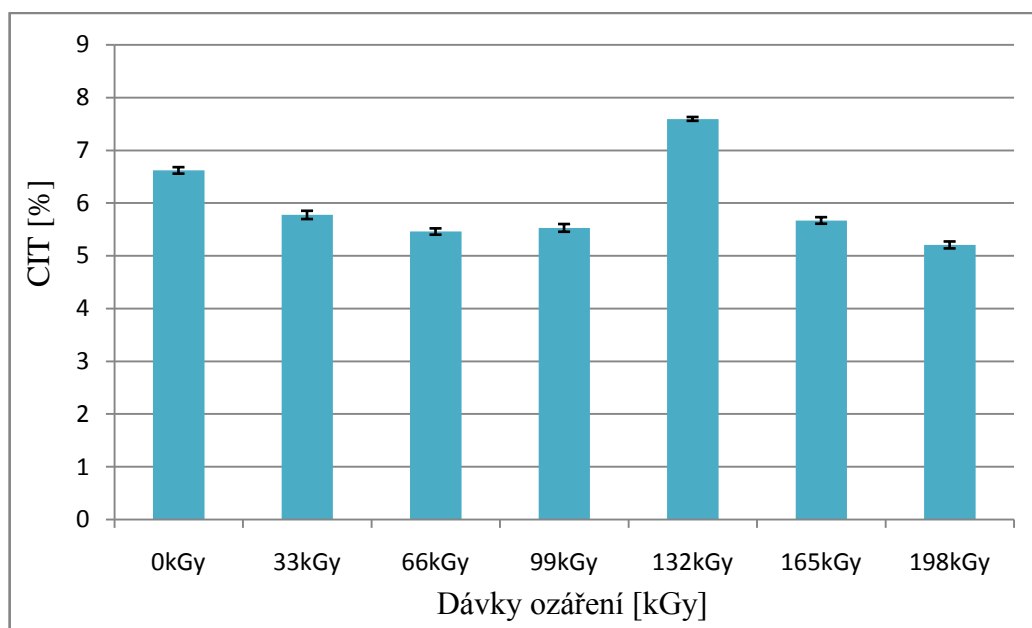
Obr. 52 Graf vyjadřující vtiskový modul EIT

U zkoušky mikrotvrdomosti můžeme z grafu vyčíst, že nejmenší hodnota vtiskového modulu EIT je u dávky ozáření 198kGy a největší hodnota u ozáření 132kGy (Obr. 52, Tab. 7). Naměřené hodnoty u největšího výsledku 1,70972GPa a nejmenšího výsledku 1,49775GPa dosahují rozdílu kolem 12,4%.



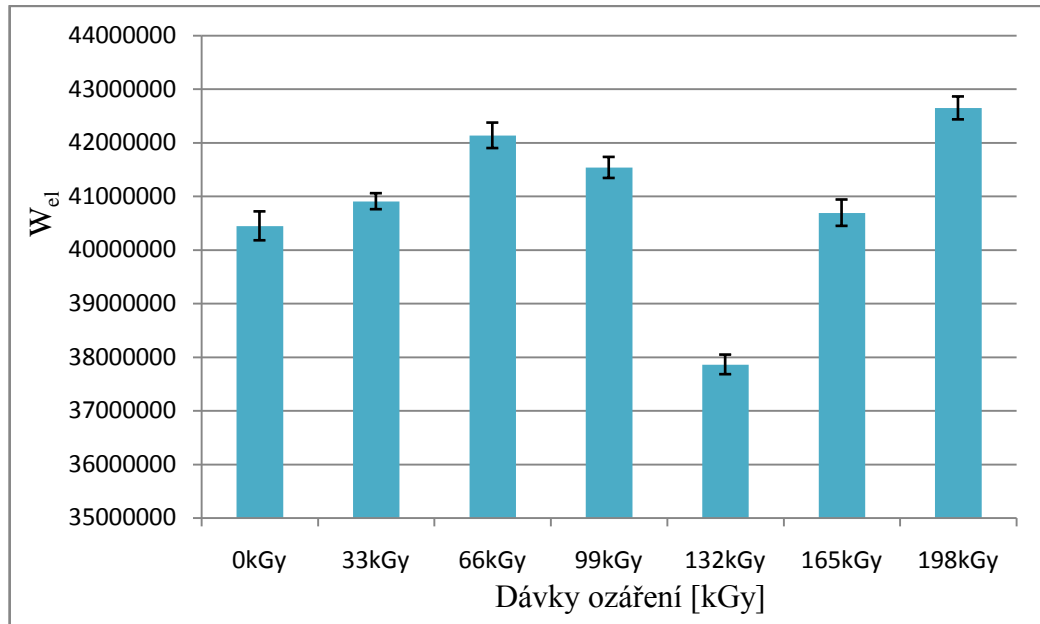
Obr. 53 Graf vyjadřující vickersovu tvrdost HV

Nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti HIT při zkoušce mikrotvrdosti byla u dávky ozáření 0kGy a největší hodnota u ozáření 165kGy (Obr. 55, Tab. 7). Nejmenší hodnota byla naměřena 8,79459Vickers a největší 10,3973Vickers, jejich procentuální rozdíl vychází 15,5%.

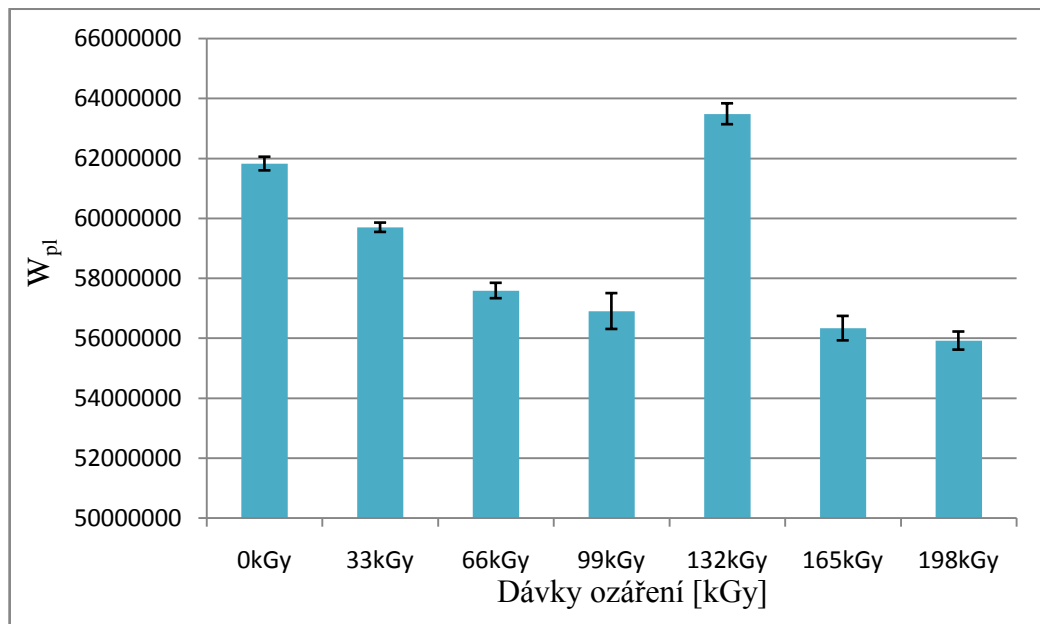


Obr. 54 Graf vyjadřující vtiskové tečení CIT

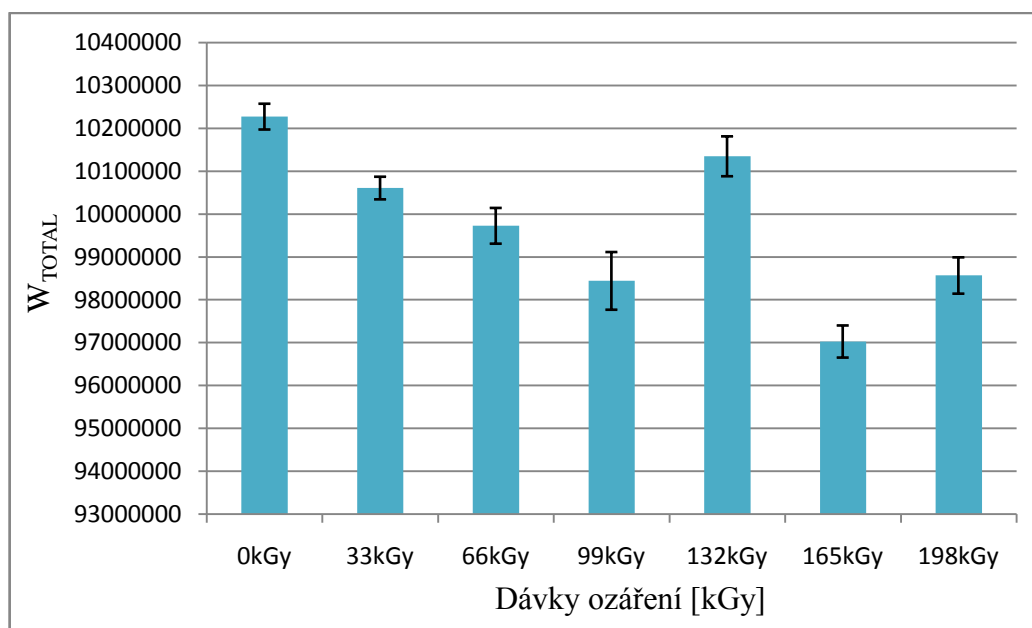
Při měření mikrotvrdosti má nejmenší hodnotu vtiskového tečení CIT materiál u dávky ozáření 198kGy a největší hodnotu materiál u ozáření 132kGy (Obr. 54, Tab. 7). Z grafu vyplývá, že nejmenší hodnota je 5,206% a největší hodnota je 7,595%, jejich výsledný rozdíl je okolo 31,5%.

Obr. 55 Graf vyjadřující elasticou deformaci práce W_{el}

Z grafu můžeme vyčíst, že nejmenší hodnotu elasticke deformace práce W_{el} má materiál s dávkou ozáření 132kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 198kGy (Obr. 46, Tab. 6). Při měření jsme zjistili, že nejmenší hodnota je 37863606 a největší je 42648952. Jejich procentuální rozdíl je 11,3%.

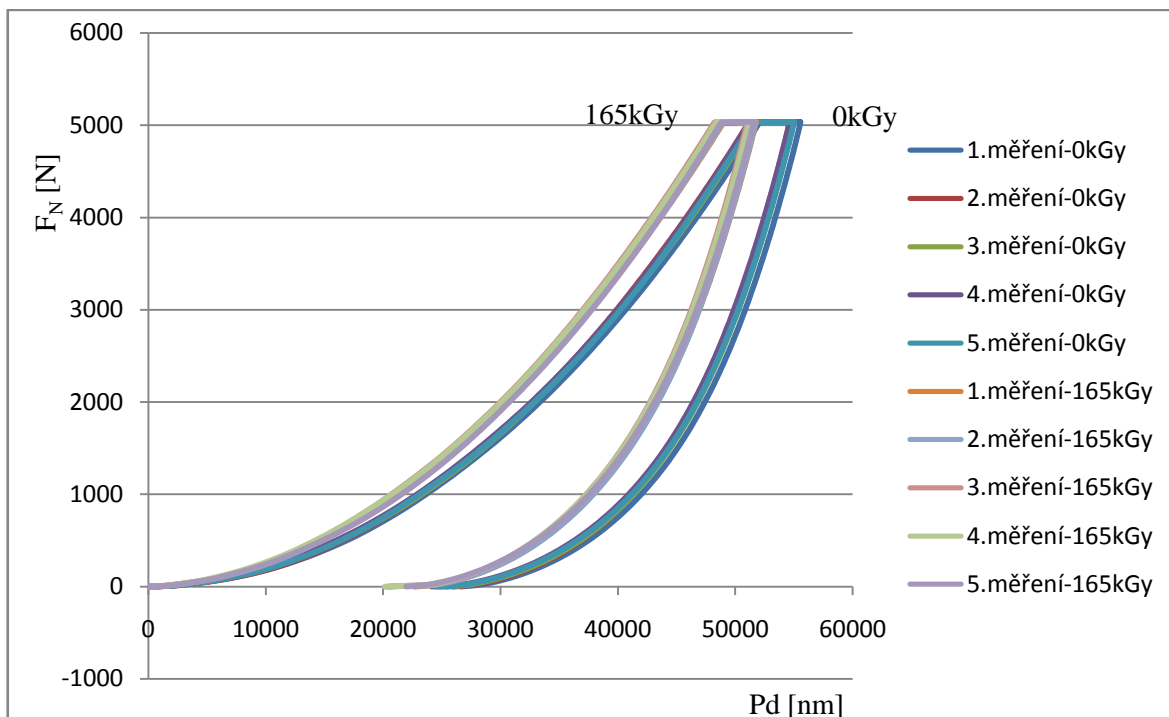
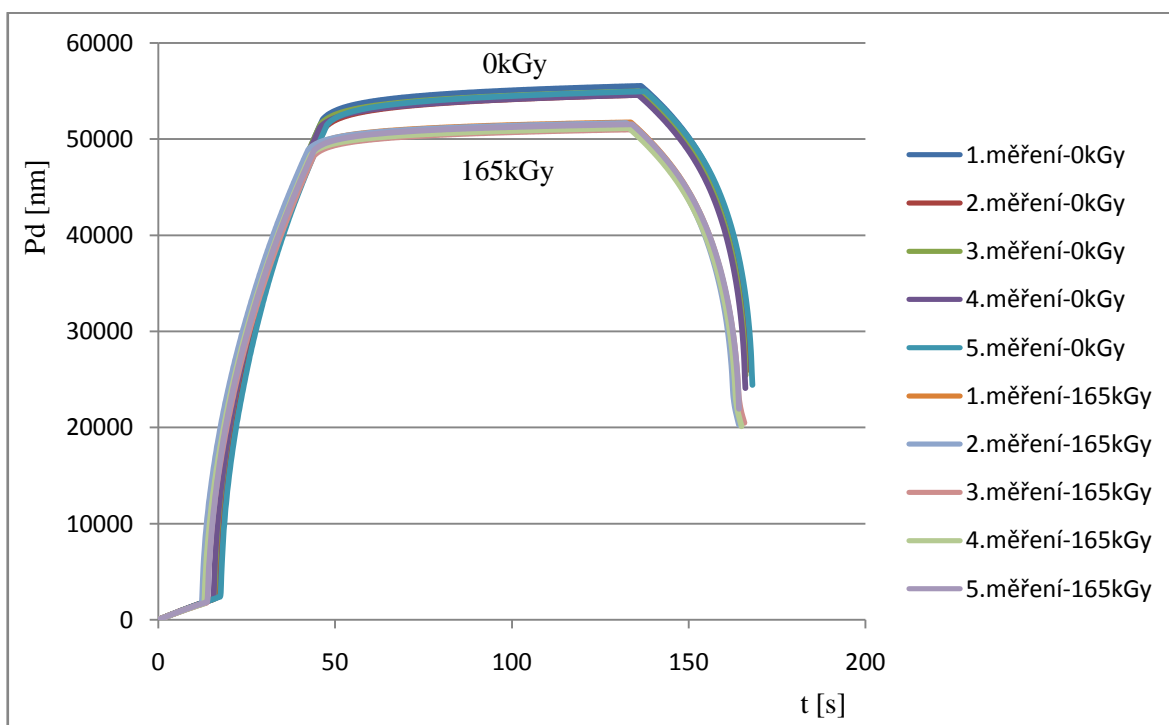
Obr. 56 Graf vyjadřující plasticou deformaci práce W_{pl}

Z výsledků zkoušky tvrdosti je zřejmé, že nejmenší hodnotu plastické deformace práce W_{pl} má materiál s dávkou ozáření 198kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 132kGy (Obr. 56, Tab. 7). Procentuální nárůst mezi nejmenší hodnotou 55918488 a největší hodnotou 63483356 vychází 12%.



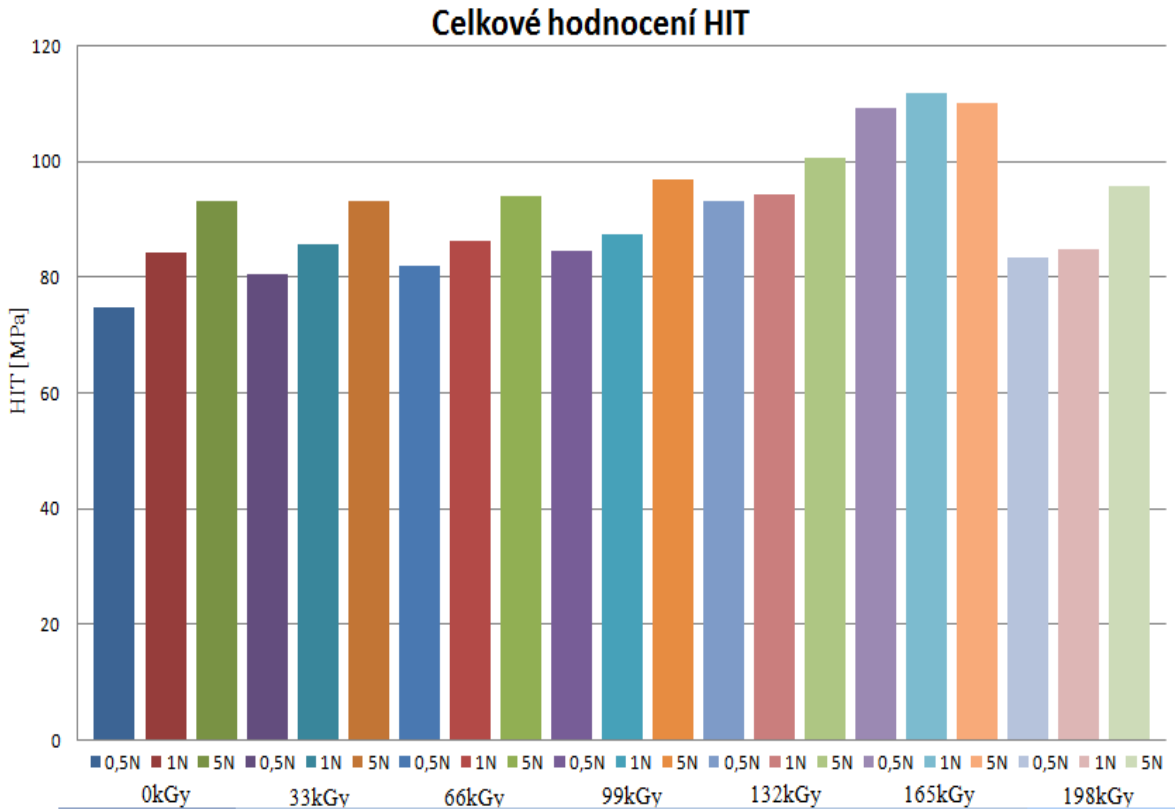
Obr. 57 Graf vyjadřující celkovou deformaci práce W_{TOTAL}

Z naměřených hodnot je zřejmé že nejmenší hodnotu celkové deformace práce W_{TOTAL} má materiál s dávkou ozáření 165kGy zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 0kGy (Obr. 57, Tab. 7). Při zkoumání výsledků je procentuální rozdíl mezi nejmenší hodnotou 97027916 a největší hodnotou 102272057 je 5,2%.

Obr. 58 Průběh zkoušky v závislosti zatěžující síly F_N na hloubce vtisku P_d Obr. 59 Průběh zkoušky v závislosti hloubky vtisku F_N na čase t

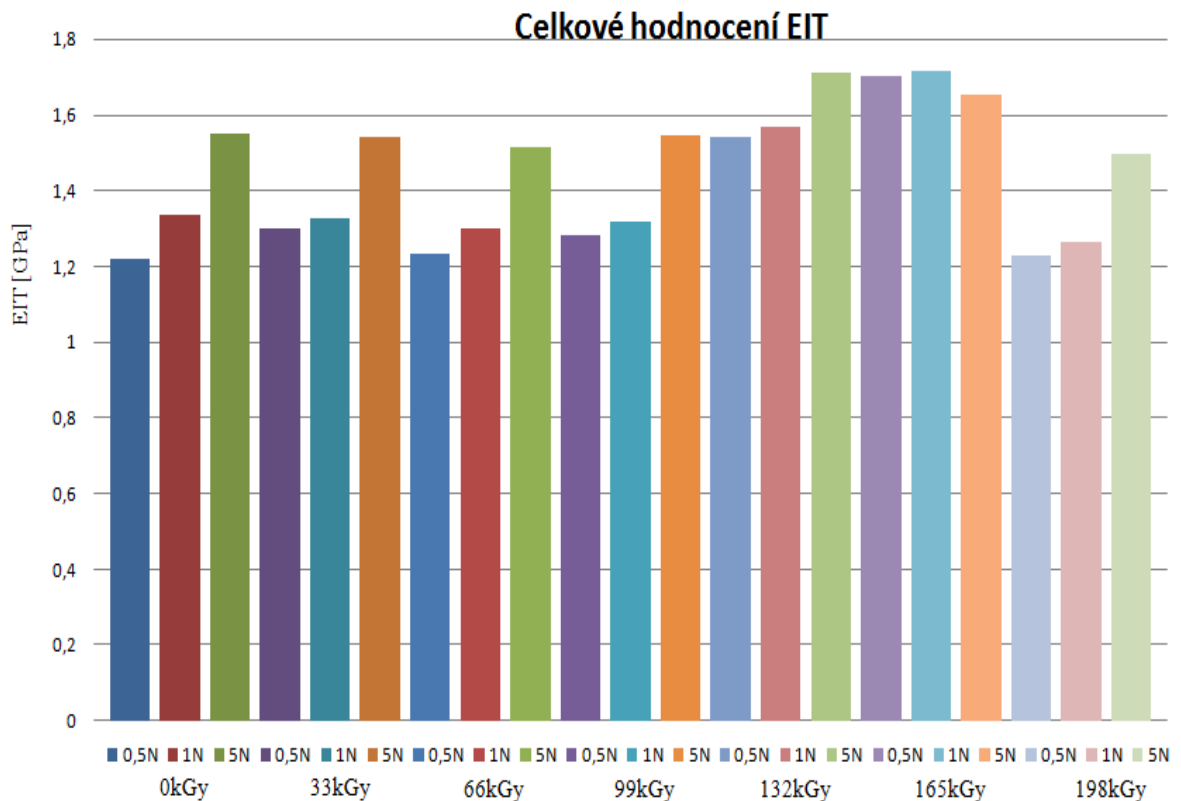
Z grafů můžeme vidět (obr. 58, 59) indentační charakteristiky, které nám charakterizují celý průběh indentačního procesu. Je zde vidět rozdíl v dosažených hloubkách při zatížení a rozdíl v dosažených hloubkách v určitém čase.

9 SOUHRN VÝSLEDKŮ U VŠECH ZATÍŽENÍ



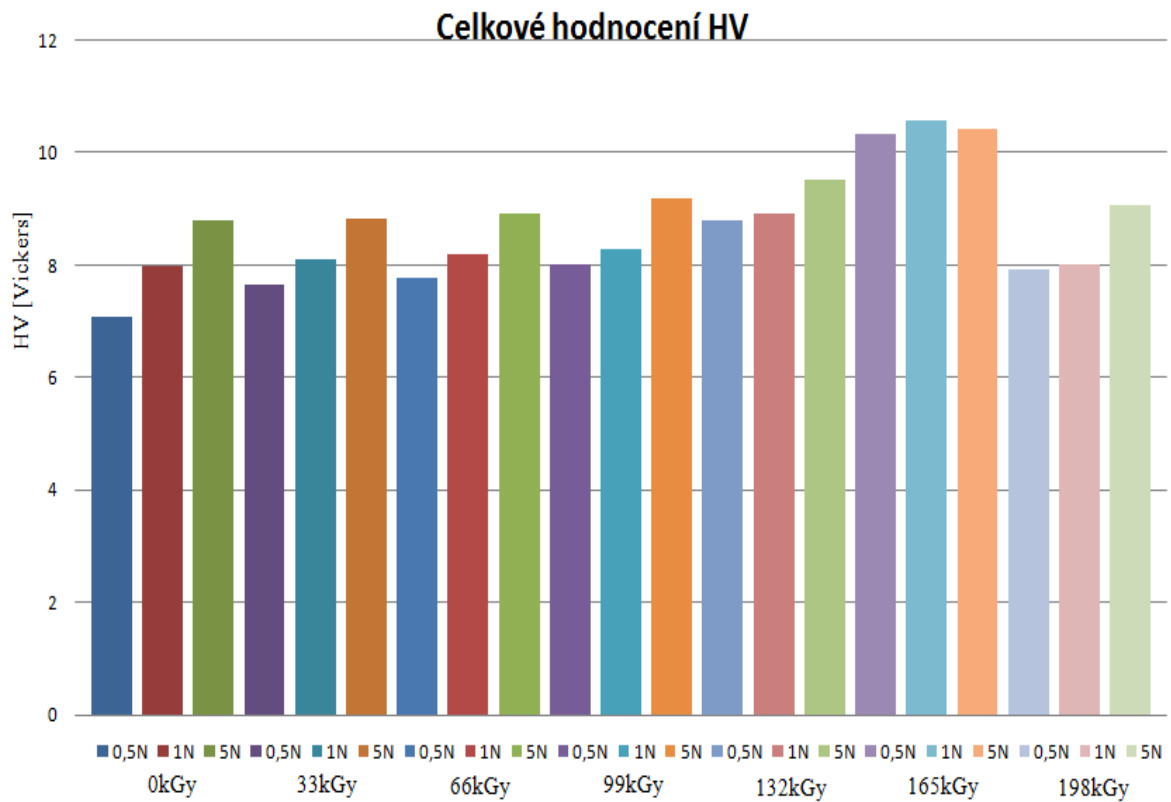
Obr. 60 Vtisková tvrdost HIT při všech zatížení

U všech zatížení při měření mikrotvrdosti, má nejmenší hodnotu vtiskové tvrdosti HIT, materiál ozářený 0kGy při zatížení 0,5N, jeho hodnota je 75,0007MPa a největší hodnotu má materiál ozářený 165kGy při zatížení 1N jehož hodnota je 111,983MPa (Obr. 60, Tab. 5,6,7). Procentuální nárůst mezi nejmenší a největší hodnotou je 31%.



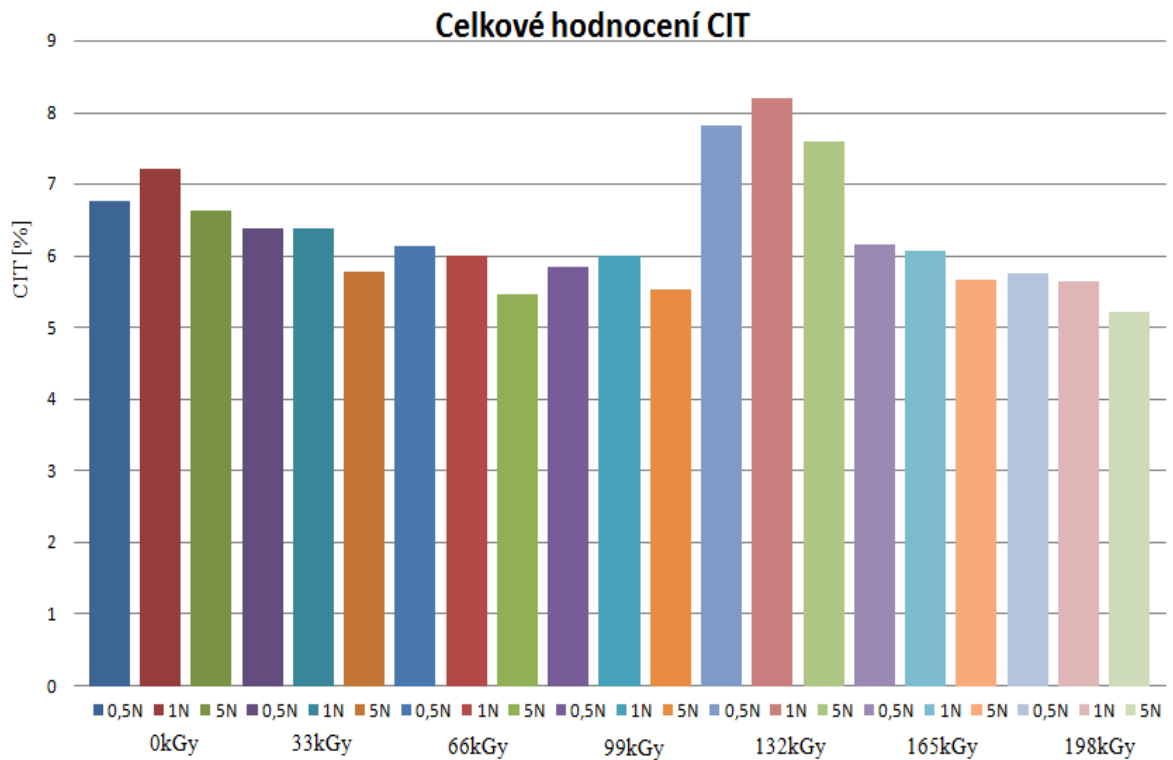
Obr. 61 Vtiskový modul EIT při všech zatížení

Z grafu můžeme vidět, že u všech zatížení při měření mikrotvrdomosti, má nejmenší hodnotu vtiskového modulu EIT, materiál ozářený 0kGy při zatížení 0,5N a největší hodnotu má materiál ozářený 165kGy při zatížení 1N (Obr. 61, Tab. 5,6,7). U nejmenší hodnoty jsme naměřili výsledek 1,21719GPa a u největší hodnoty byl naměřený výsledek 1,71416GPa. Procentuální rozdíl je 29%.



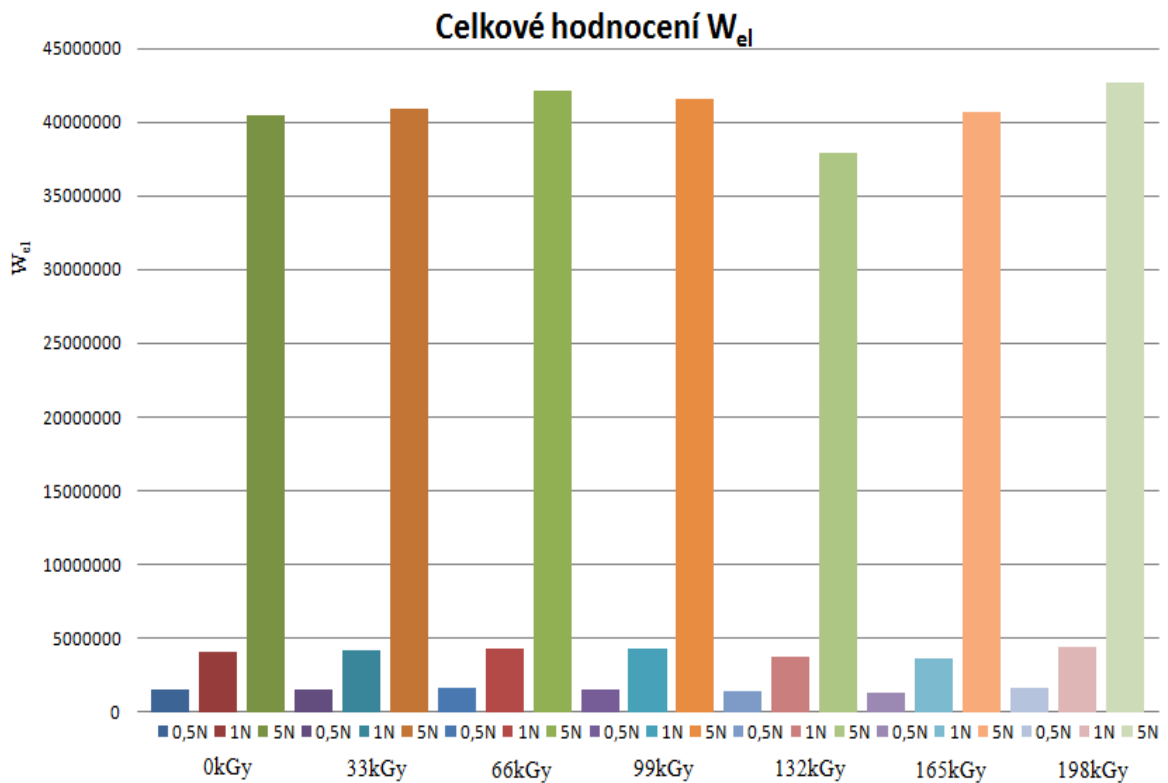
Obr. 62 Vickersova tvrdost HV při všech zatížení

Při měření mikrotvrdosti u všech zatížení má nejmenší hodnotu Vickersovi tvrdosti HV, materiál ozářený 0kGy při zatížení 0,5N jehož hodnota je 7,07899Vickers a největší hodnotu má materiál ozářený 165kGy při zatížení 1N jehož hodnota je 10,56967 (Obr. 62, Tab. 5,6,7). Procentuální rozdíl mezi nejmenší a největší hodnotou je 31%.



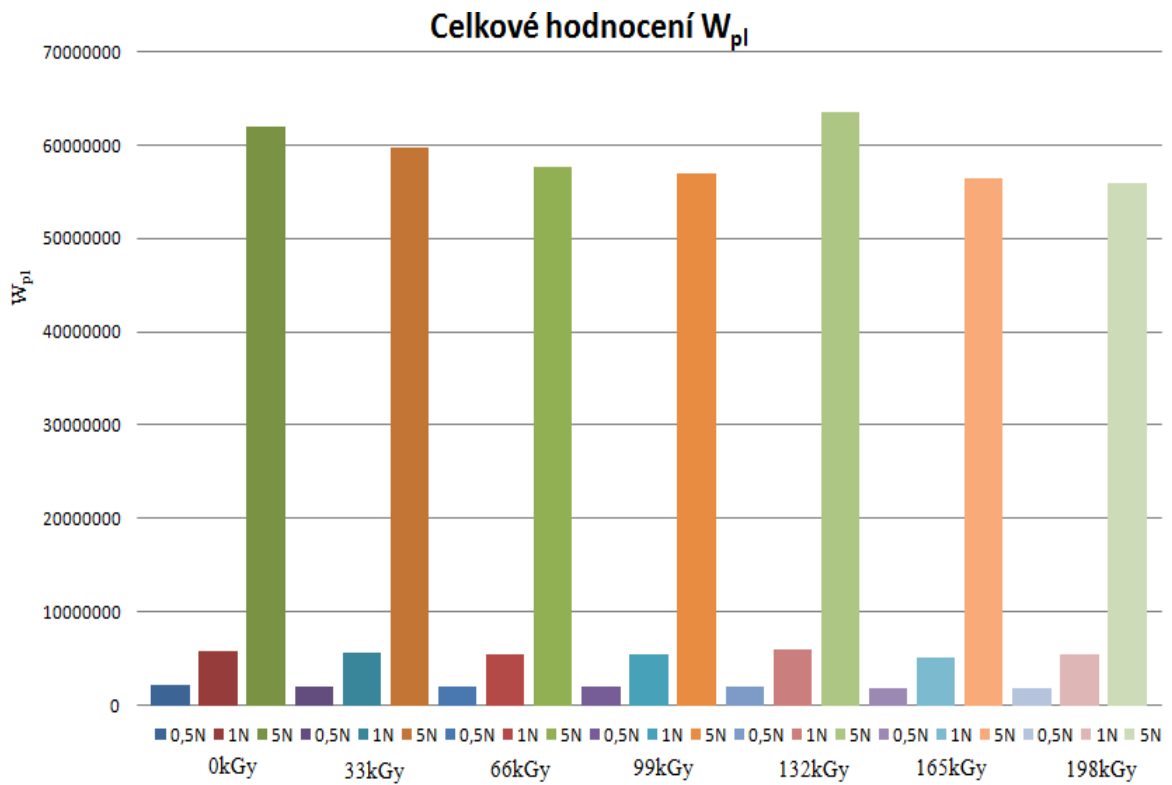
Obr. 63 Vtiskové tečení (creep) CIT při všech zatížení

U zkoušky mikrotvrdosti u všech zatížení má nejmenší hodnotu Vtiskového tečení CIT, materiál ozářený 198kGy při zatížení 5N a největší hodnotu má materiál ozářený 132kGy při zatížení 1N (Obr. 63, Tab. 5,6,7). Při měření jsme zjistili hodnotu nejmenšího výsledku 5,206% a největší naměřená hodnota je 8,198%, jejich procentuální rozdíl je 36,5%.



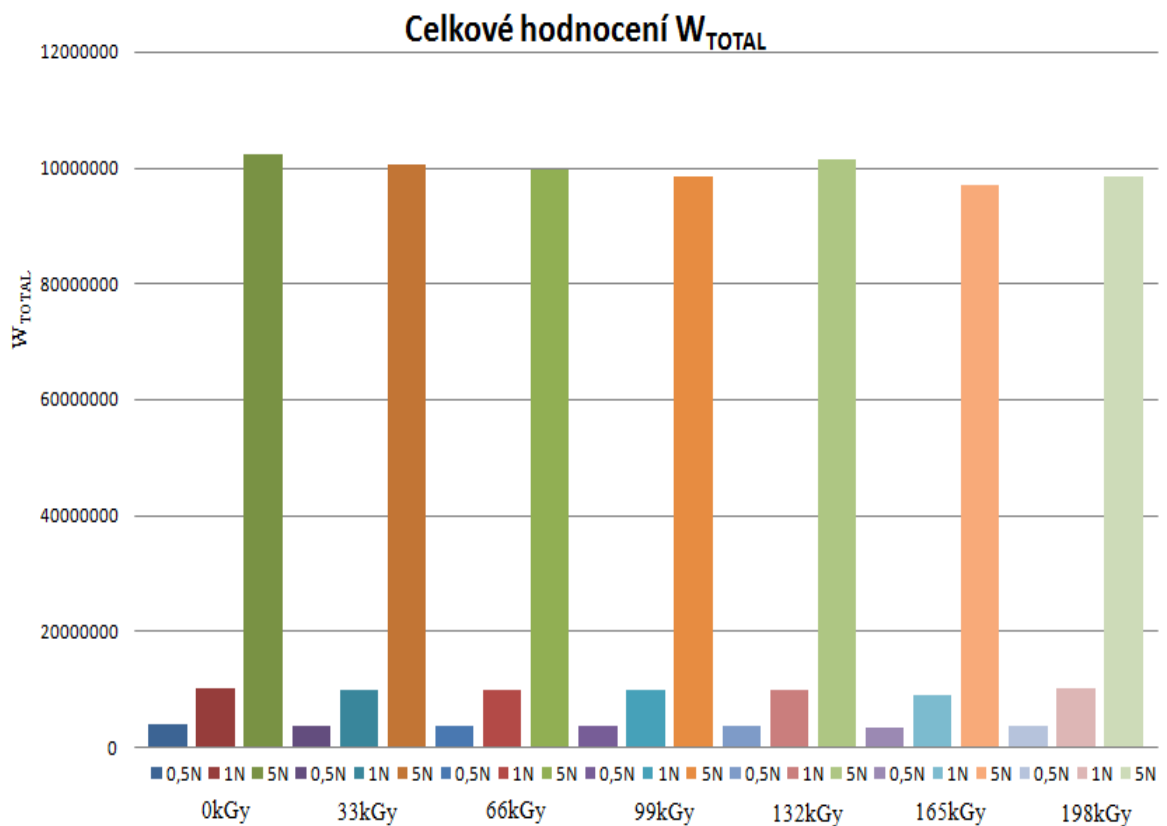
Obr. 64 Elastická deformace práce W_{el} při všech zatížení

Z grafu můžeme vidět, že nejmenší hodnotu elastické deformace práce W_{el} u všech zatížení má materiál s dávkou ozáření 165kGy při zatížení 0,5N jehož hodnota je 1335861,1 zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 198kGy při zatížení 5N jehož hodnota je 42648952 (Obr. 64, Tab. 5,6,7). Rozdílový nárůst mezi nejmenší hodnotou a největší je 97%.



Obr. 65 Plastická deformace práce W_{pl} při všech zatížení

Z naměřených hodnot můžeme vidět v grafu, že nejmenší hodnotu plastické deformace práce W_{el} u všech zatížení má materiál s dávkou ozáření 165kGy při zatížení 0,5N což je 1870471,8 zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 132kGy při zatížení 5N jehož hodnota je 63483356 (Obr. 65, Tab. 5,6,7). Jejich procentuální rozdíl je 97,1%.



Obr. 66 Celková deformace práce W_{TOTAL} při všech zatížení

Z grafu můžeme vidět, že nejmenší hodnotu celkové deformace práce W_{TOTAL} u všech zatížení má materiál s dávkou ozáření 165kGy při zatížení 0,5N jeho hodnota je 3206332,9 zatímco, největší hodnotu má materiál s dávkou ozáření 0kGy při zatížení 5N jehož naměřená hodnota je 102272057 (Obr. 66, Tab. 5,6,7). Rozdíl mezi těmito naměřenými hodnotami je 96,9%.

ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo provést měření mikrotvrdomosti na vyrobených zkušebních tělíscích, které byly z polymerního materiálu, konkrétně z polybutyléntereftalátu (PBT) a zjistit vliv ozáření na změnu jejich mikrotvrdomosti.

První část práce se zabývá teoretickou problematikou, v které jsou zahrnuté základní postupy a popisy měření metody tvrdosti a mikrotvrdomosti. Rovněž popisují různé druhy přístrojů pro měření mikrotvrdomosti.

Druhá část práce obsahuje přípravu vzorků, provedení zkoušek mikrotvrdomosti a statické zpracování naměřených výsledků.

Vzorky z materiálu PBT byly vyhotoveny na vstřikovacím stroji ARBURG Allrounder 420C, dále byly modifikovány beta zářením různými dávkami, ozáření proběhlo ve firmě BGS. U jednotlivě připravených vzorků byla následně provedena zkouška mikrotvrdomosti podle normy. Měření mikrotvrdomosti bylo provedeno na přístroji *Micro-Combi Tester* od firmy CSM, indentor při zkoušce byl Vickers. Přístroj na měření je součástí laboratoří UTB v budově U5. Výsledky měření byly zpracovány číselně i graficky.

Při měření mikrotvrdomosti jsme zkoumali, jak ozáření ovlivní vlastnosti jednotlivých zkušebních vzorků.

U vtiskové tvrdosti HIT jsme zjistily, že nejmenší hodnoty vykazuje neozářený vzorek a největší hodnoty vzorek ozářený 165kGy. Jeho vtisková tvrdost nejdříve roste s dávkami ozáření a potom klesá.

Zkoumání vtiskového modulu EIT nejmenší hodnoty vykazuje opět neozářený vzorek a největší hodnoty materiál ozářený 165kGy. U přidávání dávek ozáření jsou hodnoty přibližně stejné, až 165kGy stoupnou a pak zase klesají.

Při měření Vickersovi tvrdosti HV se nejmenší hodnoty objevují u materiálu neozářeného a u materiálu ozářeného 165kGy jsou hodnoty největší. Při zhodnocení výsledků zjistíme, že hodnoty Vickersovi tvrdosti pomalu stoupají a pak opět klesají.

Vtiskové tečení CIT ukazuje nejmenší hodnoty u ozáření dávkou 198kGy a největší 132kGy. U vtiskového tečení nejdříve hodnoty klesají po hodnotu 66kGy, dále rostou až po ozáření 132kGy a pak zase klesají.

U plastické, elastické, celkové deformační práce, materiál vykazuje největší hodnoty při největším zatížení a nejmenší při nejmenším zatížení. Jinak celkové hodnoty se pohybují přibližně stejně i s většími dávkami ozáření.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] VOJTĚCH, Dalibor. *Materiály a jejich mezní stavy*. Vyd. 1. Havlíčkův Brod : VŠCHT Praha, 2010. 212 s. ISBN 978-80-7080-741-5.
- [2] DOLEŽAL, Pavel; PACAL, Bohumil. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů*. Brno: VUT, 2006. 41 s.
- [3] Materiály ve strojírenství, [online], [cit. 2013-04-08], Dostupný z WWW: <http://www.fme.vutbr.cz/opory>
- [4] Navajo: Otevřená encyklopedie, [online], [cit. 2013-04-8], Dostupný z WWW: <http://navajo.cz/>
- [5] CHMIELEWSKI, A. G.: *Progress in Radiation processing of polymers*, Elsevier Science B.V. Warsaw, 2005
- [6] MEHNERT R., PINCUS A., JANORSKY I., STOWE R., BEREJKA A.: *UV & EB Curing Technology and Equipment*, London, John Wiley & Sons Ltd., 1998
- [7] DROBNY, J.: *Radiation Technology for Polymers*, Florida, CRC Press LLC, 2003
- [8] VÁLEK, M.: *Vliv ozařování na mechanické a termomechanické vlastnosti polypropylénu*, Zlín, 2006, UTB ve Zlíně
- [9] IVANOV, S.V.: *Radiation chemistry of polymers*, Tokyo, VSP, 1992
- [10] DANĚK M.: *Radiační síťování plastů*, Wiehl, BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co.KG, [cit 2009-04-07], Dostupný z WWW: <http://bgs.de/>
- [11] CLOUGH, R.L.: *High-energy radiation and polymers: A review of commercial process and emerging applications*, Elsevier Science B.V., Albuquerque, 2001
- [12] Wikipedia: Otevřená encyklopedie, [online], [cit. 2013-04-15], Dostupný z WWW: <http://www.wikipedia.cz>
- [13] MACEK, Karel a Petr ZUNA. *Nauka o materiálu*. 1. vyd. Praha: ČVUT, 1999, 209 s. ISBN 8001015076.
- [14] MĚŘENÍ TVRDOSTI. [online]. [cit. 2013-05-02]. Dostupné z WWW: <http://www.merenitvrlosti.cz>

- [15] PÍŠEK, František; VETIŠKA, Aleš; ŠKAREK, Jiří. *Nauka o materiálu II.*. Vyd. 1. Praha: Nakladatelství Československé akademie věd, 1959. 660 s.
- [16] PTÁČEK, L a kol. *Nauka o materiálu I.* Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2001. 505 s.
- [17] MATERIÁLOVÝ VÝZKUM. [online]. [cit. 2013-05-02]. Dostupné z WWW: <http://www.ateam.zcu.cz/vrstvy-mikrotrvdost.html>
- [18] ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ. [online]. [cit. 2013-05-02]. Dostupné z WWW: <http://www.ime.fme.vutbr.cz/>
- [19] TICHAVA, M.,: *Měření tvrdosti pryže a plastů v současném zkušebnictví: Technická zpráva VUGPT Zlín.* Zlín, 1985.
- [20] PLUHAŘ, J a kol. *Nauka o materiálech.* Praha: SNTL/ALFA, 1989. 549 s.
- [21] BEREJKA, A.J.: *Proceedings 3rd Annual Green Chemistry and Engineering Conference: Noviny Towards Industrial Ekology,* Washington D.C., 1999

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

| | |
|-----------------|----------------------------------|
| HRC | Tvrдость podle Rockwella |
| HB | Tvrдость podle Brinella |
| HRA | Tvrдость podle Rockwella |
| HRB | Tvrдость podle Rockwella |
| D | Průměr vnikající kuličky [mm] |
| F | Zatěžující působící síla [N] |
| d | Průměr otisknuté plochy [mm] |
| A | Plocha otisku [mm ²] |
| R | Faktor elastické návratnosti |
| h | Hloubka vtisku [μm] |
| L | Velikost zatížení [g] |
| d _p | Plastická deformace |
| d _e | Elastická deformace |
| d1 | Délka úhlopříčky [mm] |
| d2 | Délka úhlopříčky [mm] |
| HK | Tvrдость Knoop |
| l | Délka úhlopříčky [mm] |
| H _{CH} | Mikrotvrдость podle Berkoviče |
| PBT | Polybutylentereftalát |
| HIT | Vtisková tvrдость [MPa] |
| EIT | Vtiskový modul [GPa] |
| HV | Vickersova tvrдость |
| CIT | Vtiskové tečení (creep) [%] |
| W _{el} | Elastická deformační práce |
| W _{pl} | Plastická deformační práce |

W_{TOTAL} Celková deformační práce

E Modul pružnosti [GPa]

P_d Hloubka otisku [nm]

F_N Zatěžující síla [N]

t Čas při zatížení [s]

SEZNAM OBRÁZKŮ

| | |
|---|----|
| Obr. 1 Základní rozdělení..... | 12 |
| Obr. 2 Polykondenzace fenolu a formaldehydu-chemická reakce na vznik bakelitu..... | 13 |
| Obr. 3 Struktura makromolekul..... | 14 |
| Obr. 4 Ilustrace zářením indukovaných procesů..... | 15 |
| Obr. 5 Hodnocení termoplastických polymerů..... | 16 |
| Obr. 6 Hodnocení termoplastických polymerů..... | 17 |
| Obr. 7 Zdroje ionizujícího záření používané pro ozařování polymerů..... | 20 |
| Obr. 8 Zařízení pro gama ozařování..... | 20 |
| Obr. 9 Schematicky znázorněný urychlovač elektronů..... | 21 |
| Obr. 10 Lineární urychlovač..... | 22 |
| Obr. 11 Kruhový urychlovač..... | 23 |
| Obr. 12 Automatický stolní tvrdoměr Rockwell..... | 26 |
| Obr. 13 Zkouška tvrdosti podle Rockwella..... | 26 |
| Obr. 14 Zkouška tvrdosti podle Brinella..... | 27 |
| Obr. 15 Přenosný tvrdoměr Brinell..... | 29 |
| Obr. 16 Zkouška tvrdosti podle Vickerse..... | 30 |
| Obr. 17 Stolní tvrdoměr Vickers..... | 31 |
| Obr. 18 Měřicí vtisky pro určení mikrotvrdosti dvou strukturních složek | 32 |
| Obr.19Schematické znázornění závislosti hloubky proniknutí hrotu na velikosti zatížení..... | 33 |
| Obr. 20 Zkouška podle Vickerse..... | 35 |
| Obr. 21 Metoda zkoušky Knoop..... | 36 |
| Obr. 22 Schematické znázornění mikrotvrdoměru Hanneman..... | 38 |
| Obr. 23 Schéma Bergsmannova mikrotvrdoměru..... | 39 |
| Obr. 24 Mikrotvrdoměr PMT-3..... | 40 |
| Obr. 25 Schéma mikrotvrdoměru Durimet..... | 41 |

| | |
|--|----|
| Obr. 26 Mikrotvrdoměr Durimet..... | 41 |
| Obr. 27 Vstřikovací stroj ARBURG Allrounder 420C..... | 44 |
| Obr. 28 Princip beta záření..... | 47 |
| Obr. 29 Rozměry vzorku..... | 47 |
| Obr. 30 Zkušební vzorek..... | 48 |
| Obr. 31 Přístroj Micro-Combi Tester..... | 49 |
| Obr. 32 Popis přístroje CSM..... | 50 |
| Obr. 33 Graf vyjadřující vtiskovou tvrdost HIT..... | 51 |
| Obr. 34 Graf vyjadřující vtiskový modul EIT..... | 52 |
| Obr. 35 Graf vyjadřující vickersovu tvrdost HV..... | 52 |
| Obr. 36 Graf vyjadřující vtiskové tečení CIT..... | 53 |
| Obr. 37 Graf vyjadřující elastickou deformaci práce W_{el} | 54 |
| Obr. 38 Graf vyjadřující plastickou deformaci práce W_{pl} | 54 |
| Obr. 39 Graf vyjadřující celkovou deformaci práce W_{TOTAL} | 55 |
| Obr. 40 Průběh zkoušky v závislosti zatěžující síly FN na hloubce vtisku Pd..... | 56 |
| Obr. 41 Průběh zkoušky v závislosti hloubky vtisku FN na čase t..... | 56 |
| Obr. 42 Graf vyjadřující vtiskovou tvrdost HIT..... | 57 |
| Obr. 43 Graf vyjadřující vtiskový modul EIT..... | 58 |
| Obr. 44 Graf vyjadřující vickersovu tvrdost HV..... | 58 |
| Obr. 45 Graf vyjadřující vtiskové tečení CIT..... | 59 |
| Obr. 46 Graf vyjadřující elastickou deformaci práce W_{el} | 60 |
| Obr. 47 Graf vyjadřující plastickou deformaci práce W_{pl} | 60 |
| Obr. 48 Graf vyjadřující celkovou deformaci práce W_{TOTAL} | 61 |
| Obr. 49 Průběh zkoušky v závislosti zatěžující síly FN na hloubce vtisku Pd..... | 62 |
| Obr. 50 Průběh zkoušky v závislosti hloubky vtisku FN na čase t..... | 62 |
| Obr. 51 Graf vyjadřující vtiskovou tvrdost HIT..... | 63 |

| | |
|--|----|
| Obr. 52 Graf vyjadřující vtiskový modul EIT..... | 64 |
| Obr. 53 Graf vyjadřující vickersovu tvrdost HV..... | 64 |
| Obr. 54 Graf vyjadřující vtiskové tečení CIT..... | 65 |
| Obr. 55 Graf vyjadřující elastickou deformaci práce W_{el} | 66 |
| Obr. 56 Graf vyjadřující plastickou deformaci práce W_{pl} | 66 |
| Obr. 57 Graf vyjadřující celkovou deformaci práce W_{TOTAL} | 67 |
| Obr. 58 Průběh zkoušky v závislosti zatěžující síly FN na hloubce vtisku P_d | 68 |
| Obr. 59 Průběh zkoušky v závislosti hloubky vtisku FN na čase t | 68 |
| Obr. 60 Vtisková tvrdost HIT při všech zatížení..... | 69 |
| Obr. 61 Vtiskový modul EIT při všech zatížení..... | 70 |
| Obr. 62 Vickersova tvrdost HV při všech zatížení..... | 71 |
| Obr. 63 Vtiskové tečení (creep) CIT při všech zatížení..... | 72 |
| Obr. 64 Elastická deformace práce W_{el} při všech zatížení..... | 73 |
| Obr. 65 Plastická deformace práce W_{pl} při všech zatížení..... | 74 |
| Obr. 66 Celková deformace práce W_{TOTAL} při všech zatížení..... | 75 |

SEZNAM TABULEK

| | |
|---|----|
| Tab. 1. Mohseova stupnice tvrdosti..... | 24 |
| Tab. 2. Hodnoty zkušebního zatížení dle Vickerse..... | 35 |
| Tab. 3 Technické parametry vstřikovacího stroje ARBURG..... | 45 |
| Tab. 4 Jednotlivé části přístroje CSM..... | 50 |
| Tab. 5 Hodnoty při zatížení 0,5N..... | 51 |
| Tab. 6 Hodnoty při zatížení 1N..... | 57 |
| Tab. 7 Hodnoty při zatížení 1N..... | 63 |