

Měření mikrotvrdości modifikovaného polyamidu

Bc. Jakub Měrka

Diplomová práce
2014



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2013/2014

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Jakub Měrka**
Osobní číslo: **T12886**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Řízení jakosti**
Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Měření mikrotvrdosti modifikovaného polyamidu**

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:

10. února 2014

Termín odevzdání diplomové práce:

12. května 2014

Ve Zlíně dne 10. února 2014


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 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 29.4.2014


.....

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá měřením mikrotvrlosti modifikovaného polymeru. Teoretická část je zaměřena na charakteristiku polymerů a definování základních pojmů z oblasti tvrdosti a mikrotvrlosti. Dále obsahuje přehled používaných metod pro měření mikrotvrlosti, popis vlivu ionizujícího záření na polymerní materiály a instrumentovanou zkoušku tvrdosti DSI.

Praktická část je zaměřena na ověření přínosu ionizačního záření na hodnoty mikrotvrlosti a další vybrané vlastnosti zvoleného materiálu spojené s tvrdostí. Závěr se věnuje diskusi získaných výsledků, jejich vyhodnocení a porovnání s neozářeným materiálem.

Klíčová slova: mikrotvrlost, Vickers, zkouška tvrdosti DSI, ionizující záření

ABSTRACT

The thesis deals with measuring of modified polymer microhardness. Theoretical part focuses on the characterization of polymers and defining the basic concepts of polymers' hardness and microhardness. It includes overview of the methods used for measuring microhardness, description of the effects of ionizing radiation on polymer materials and instrumented DSI hardness test.

The practical part is focused on verifying the contribution of ionizing radiation on the values of microhardness and other selected properties associated with the selected material's hardness. The conclusion concerns with discussion of the results obtained, their evaluation and comparison with non-irradiated material.

Keywords: micro-hardness, Vickers, instrumented DSI hardness test, ionizing radiation

Děkuji vedoucímu mé diplomové práce panu Ing. Martinu Ovsíkovi Ph.D. Velmi si cením jeho odborné pomoci, cenných rad, ochoty a vynaloženého času v průběhu vedení této práce. Dále chci poděkovat lidem, kteří mě po celou dobu studia podporovali.

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 HISTORIE POLYMERŮ	13
1.2 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ	15
2 POLYAMIDY	18
2.1 CHARAKTERISTIKA POLYAMIDŮ	18
2.2 ROZDĚLENÍ A VLASTNOSTI POLYAMIDŮ	18
2.2.1 Alifatické polyamidy	19
2.2.2 Aromatické polyamidy	22
3 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ	24
3.1 MĚRNÉ JEDNOTKY CHARAKTERIZUJÍCÍ IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ	26
3.2 DRUHY IONIZAČNÍHO ZÁŘENÍ	26
3.2.1 Záření alfa α	26
3.2.2 Záření beta β	27
3.2.3 Záření gama γ	28
Vnitřní konverze záření γ	30
4 MĚŘENÍ TVRDOSTI A MIKROTVRDOSTI	32
4.1 ROZDĚLENÍ ZKOUŠEK TVRDOSTI	32
4.1.1 Podle principu zkoušky	32
4.1.2 Podle působení zatěžující síly	33
4.1.3 Podle velikosti působící síly a hloubky vtisku	35
4.2 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE BRINELLA	35
4.3 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE ROCKWELLA	37
4.4 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE VICKERSE	39
4.5 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE BERKOVIČE	41
4.6 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE KNOOPA	43
5 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI	45
5.1 INDENTAČNÍ KŘIVKY	47
5.2 FAKTORY OVLIVŇUJÍCÍ PŘESNOST INDENTAČNÍHO MĚŘENÍ	49
II PRAKTICKÁ ČÁST	50
6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	51
6.1 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE	51
6.2 POPIS MATERIÁLU	52
6.2.1 Síťování	52
6.3 PŘÍPRAVA ZKUŠEBNÍCH TĚLES A POUŽITÁ ZAŘÍZENÍ	53
6.3.1 Vstřikovací zařízení	53
6.3.2 Ozařování zkušebních těles	54

6.4	INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI.....	55
6.5	ZKUŠEBNÍ TĚLESO	56
6.6	VÝPOČTOVÉ VZTAHY	57
7	ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT	60
7.1	ZKUŠEBNÍ ZATÍŽENÍ 0,5N	61
7.1.1	Vyhodnocení vtiskové tvrdosti H_{IT} pro zatížení 0,5 N.....	62
7.1.2	Vyhodnocení modulu pružnosti E_{IT} pro zatížení 0,5 N	62
7.1.3	Vyhodnocení tvrdosti dle Vickerse HV pro zatížení 0,5 N	63
7.1.4	Porovnání složek deformační práce pro zatížení 0,5 N	64
7.2	ZKUŠEBNÍ ZATÍŽENÍ 1N	65
7.2.1	Vyhodnocení vtiskové tvrdosti H_{IT} pro zatížení 1 N.....	65
7.2.2	Vyhodnocení modulu pružnosti E_{IT} pro zatížení 1 N	66
7.2.3	Vyhodnocení tvrdosti dle Vickerse HV pro zatížení 1 N	66
7.2.4	Porovnání složek deformační práce pro zatížení 1 N	67
7.3	ZKUŠEBNÍ ZATÍŽENÍ 5N	68
7.3.1	Vyhodnocení vtiskové tvrdosti H_{IT} pro zatížení 5 N.....	68
7.3.2	Vyhodnocení modulu pružnosti E_{IT} pro zatížení 5 N	69
7.3.3	Vyhodnocení tvrdosti dle Vickerse HV pro zatížení 5 N	69
7.3.4	Porovnání složek deformační práce pro zatížení 5 N	70
7.4	VTISKOVÉ TEČENÍ C_{IT} (CREEP)	71
7.5	SHRNUTÍ VÝSLEDKŮ	71
	ZÁVĚR	78
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	80
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	83
	SEZNAM OBRÁZKŮ	85
	SEZNAM TABULEK	87
	SEZNAM PŘÍLOH	88

ÚVOD

Jednou ze základních mechanických vlastností konstrukčních materiálů je tvrdost, a proto je velmi důležitá v technické praxi. V současné době, kdy dochází k neustálému zmenšování součástek, je stále častěji používána metoda měření mikrotvrdomosti. Jelikož výroba plastů se využívá ve velké míře v mnoha průmyslových odvětvích čím dál častěji, je proto kladen velký důraz na jejich mechanické vlastnosti. Se zmenšováním součástí muselo postupem času docházet i ke zdokonalování metod hodnocení tvrdosti. Největší posun v oblasti přesnosti měření mikrotvrdomosti nastal při nástupu digitálních měřících zařízení, která jsou schopna měřit nejen tvrdost, ale také další parametry s tvrdostí spojené.

Nejvyšším vývojovým stupněm v oblasti měření mikrotvrdomosti a nanotvrdomosti je instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti DSI (Depth Sensing Indentation nebo také Instrumented Indentation Testing) jež se začala používat v 70. letech 20. století. Dokáže vyhodnotit celý průběh měření včetně zatěžování, odlehčování a také elastické chování zkoušeného materiálu. Teoretická část diplomové práce se zabývá podrobnějším popisem metod pro měření mikrotvrdomosti. Dále je zpracován popis ionizačního záření a jeho účinky na polymerní materiály. Jedním ze způsobů jak dosáhnout u polymerních materiálů požadovaných mechanických vlastností a kvalit je právě využití ozařování. Lze docílit vylepšení těchto vlastností a přiblížit se k vlastnostem, které vykazují vysoce odolné konstrukční plasty.

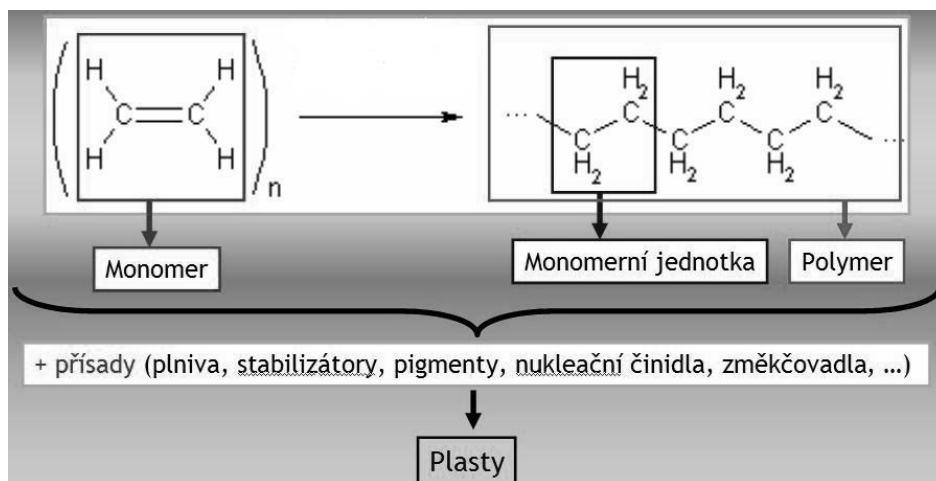
Cílem práce bylo zjistit, jaký vliv má ozařování na mikrotvrdomost vybraného polymerního materiálu. Zkušební vzorky byly vystaveny různým dávkám elektronového beta záření. Poté následovalo vlastní měření modifikovaného PA6 metodou DSI, která dokáže vyhodnotit jak mikrotvrdomost, tak další materiálové parametry. Získaná data byla statisticky vyhodnocena a zanesena do tabulek a grafů.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYMERNÍ MATERIÁLY

Polymery jsou přírodní nebo syntetické látky, v jejichž veliké molekule (makromolekule) se jako článek v řetězu mnohonásobně opakuje základní monomerní jednotka. Představují tedy chemickou stavebnici, která umožňuje neobyčejnou proměnlivost struktur i vlastností výsledných látek. Syntetické polymery vyvinuté v první polovině 20. století umožnily rozvoj plastikářského průmyslu, gumárenství, výroby syntetických vláken, průmyslu folií a obalů, průmyslu nátěrových hmot a kompozitních materiálů, které ovlivnily vývoj od letectví až po sportovní výzbroj. Tyto materiály a průmyslové oblasti jsou neodmyslitelně spojeny se světovým hospodářstvím konce 20. století. Kdyby náhle nějakým nařízením nebo kouzlem polymery zmizely ze světa, okamžitě by se zhroutila i současná technická civilizace. [1]

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. [2]



Obr. 1 Vznik polymeru [1]

1.1 Historie polymerů

Řada technologických procesů, u nichž bylo pracováno s přírodními makromolekulárními látkami, byla vyvinuta empiricky v době, kdy znalosti o probíhajících chemických reakcích byly velmi omezené (např. koželužství nebo vulkanizace přírodního kaučuku). V oblasti organických polymerů převládal tento empirický charakter používání technologií do poloviny minulého století, v oblasti vývoje lze říci, že může převládat i dodnes. [2]

1. etapa – do 50. let – výzkum chemických látek a reakcí

- 1907 – bakelit (na bázi fenolformaldehydové pryskyřice)
 - dobré mechanické a elektrické vlastnosti
 - řadicí páka Rolls-Royce 1917
- 1835 – PVC (průmyslově až 1925)
- 1927 – acetát celulózy,
- 30. léta: PS, PA (PA 66 - Nylon), PE
- 50. léta: PE, PP, PET, PC a další

2. etapa – 60.-70. léta – výzkum vlastností plastů, aplikace

- přesto vzniká nová skupina
- PSU (polysulfon), PI, Kevlar

3. etapa – 80. léta doteď – polymerní směsi, kompozity

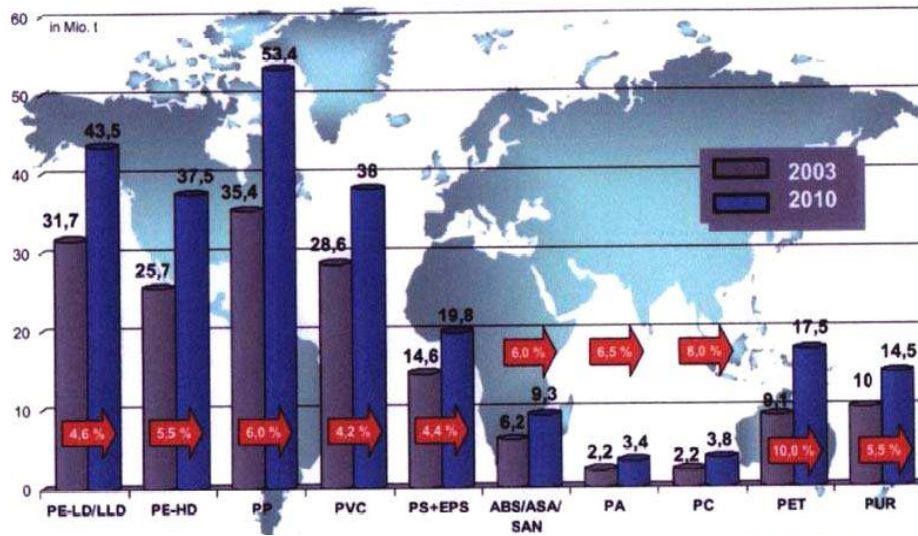
- PSU/ABS, PC/ABS a další

4. etapa – 90. léta doteď – blendy (plasty na míru)

- metalloceny – metallocenové katalyzátory – umožňují citlivé řízení distribuce délek makromolekul a syntézu dosud netušených polymerů

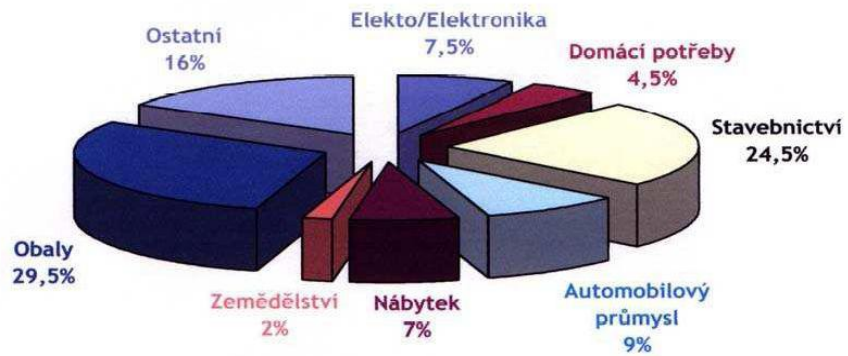
Za zakladatele makromolekulární chemie, lze považovat H. Staudingera, jež v letech 1920-1929 řadou experimentů prokázal existenci dlouhých molekul tvořených řetězcí uhlíku nebo uhlíku a kyslíku. Následně po těchto objevech se zapojilo větší množství vědců do výzkumu makromolekulárních látek. [2]

V roce 2000 byla průměrná světová spotřeba polymerů asi 240 kg na osobu. Převážná část polymerů ze současné světové produkce patří mezi syntetické polymery. [3]



Obr. 2 Celosvětová spotřeba vybraných plastů v roce 2003 a její prognóza v roce 2010 [3]

SVĚTOVÁ SPOTŘEBA PLASTŮ DLE APLIKACE



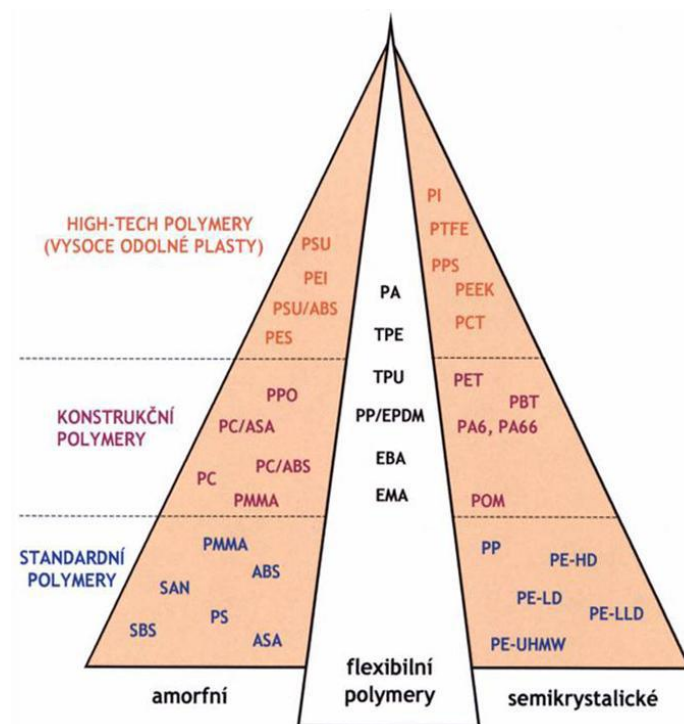
Obr. 3 Spotřeba plastů ve vybraných průmyslových odvětvích na světě v roce 2003 [3].

1.2 Rozdělení polymerů

Polymery vykazují díky svým obrovským molekulám širokou škálu vlastností. Plasty lze pak klasifikovat dle mnoha různých hledisek:

a) Dle konstrukční složitosti vyráběných dílů, můžeme plasty rozdělit do následujících skupin:

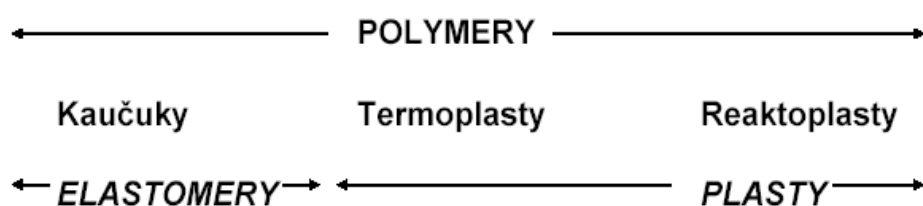
- plasty pro široké použití, tzv. komoditní, mezi které patří polyolefiny (PE, PP), polystyrénové hmoty (PS), polyvinylchlorid (PVC), fenolformaldehydové (PF) a močovinoformaldehydové hmoty (UF)
- konstrukční polymery, což jsou plasty pro inženýrské aplikace, kam lze zařadit polyamidy (PA), polykarbonáty (PC), polyoximetylen (POM), polymethylmetakrylát (PMMA), akrylonitril (ABS), polyfenilénoxid (PPO), polyuretan (PU), epoxidové (EP) a polyesterové (UP) pryskyřice,
- vysoce odolné plasty pro špičkové aplikace, do kterých lze zařadit polysulfon (PSU), polyfenylénsulfid (PPS), tetrafluoretylén (PTFE), polyimidy (PI) a další. [4]



Obr. 4 Rozdělení polymerů dle aplikace [4]

b) Na základě teplotního chování, podle působení teploty na:

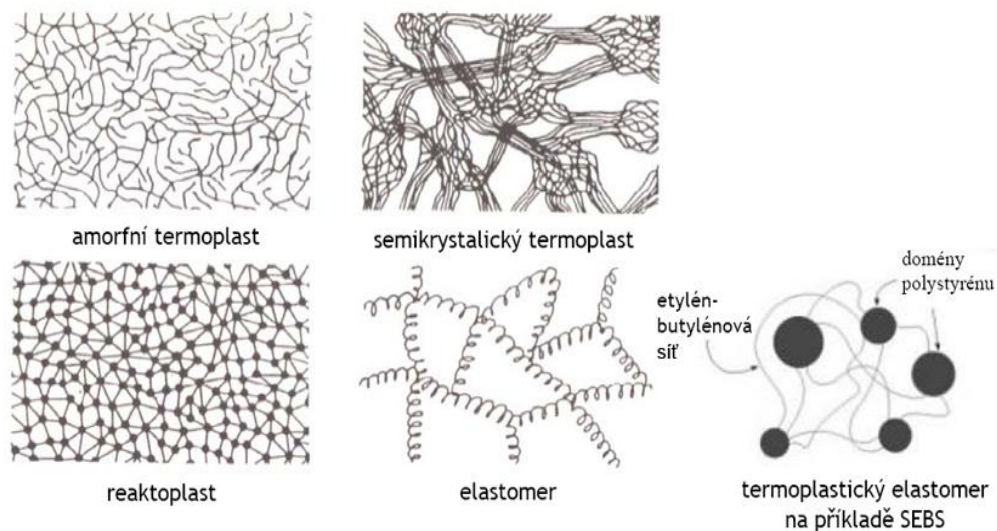
- **termoplasty** - jedná se o polymerní materiály, které při zahřívání přecházejí do plastického stavu, do stavu vysoce viskózních neneutronovských kapalin, kde je lze snadno tvářet a zpracovávat různými technologiemi. Do tuhého stavu přejdou ochlazením pod teplotu tání T_m (semikrystalické plasty), resp. teplotu viskózního toku T_f (amorfní plasty). Protože při zahřívání nedochází ke změnám chemické struktury, lze proces měknutí a následného tuhnutí opakovat teoreticky bez omezení. Jedná se pouze o fyzikální proces. K termoplastům patří většina zpracovávaných hmot, jako je polyethylen (PE), polypropylen (PP), polystyren (PS), polyvinylchlorid (PVC), polyamid (PA), atd. [4]
- **reaktoplasty** - jedná se o polymerní materiály, dříve nazývané termosety, které rovněž v první fázi zahřívání měknou a lze je tvářet, avšak jen omezenou dobu. Během dalšího zahřívání dochází k chemické reakci, tzv. prostorovému zesíťování struktury, k tzv. vytvrzování. Výrobek je možno považovat za jednu velkou makromolekulu. Ochlazování reaktoplastů probíhá mimo nástroj, neboť zajištění rychlého ohřevu formy pro vytvrzení a následné rychlé ochlazení materiálu by bylo obtížné. Tento děj je nevratný a vytvrzené plasty nelze roztavit ani rozpustit, dalším zahříváním dojde k rozkladu hmoty (degradaci). Patří sem fenolformaldehydové hmoty, epoxidové pryskyřice, polyesterové hmoty, apod. [4]
- **elastomery** – (kaučuk, pryž) - jedná se o polymerní materiály, které rovněž v první fázi zahřívání měknou a lze je tvářet, avšak jen omezenou dobu. Během dalšího zahřívání dochází k chemické reakci – prostorovému zesíťování struktury, probíhá tzv. vulkanizace. U elastomerů na bázi termoplastů nedochází ke změnám chemické struktury, proces měknutí a následného tuhnutí lze opakovat teoreticky bez omezení, probíhá zde pouze fyzikální děj. [4]



Obr. 5 Rozdělení polymerů

c) Dle nadmolekulární struktury na:

- **amorfní** - Tyto polymery jsou tvořeny makromolekulami, které jsou stočeny do globulí. Plasty s touto strukturou jsou často průhledné, odolávají křupu, mají dobrou vrubovou houževnatost a malé smrštění. Makromolekuly zaujímají zcela nahodilou pozici. Patří sem např. PS, PMMA, PC, apod. Jsou charakteristické tvrdostí, křehkostí, vysokou pevností, modulem pružnosti a jsou vzhledem k nízkému indexu lomu (1,4 až 1,6) průhledné, resp. dle propustnosti světla čiré (92 % propustnosti světla), transparentní anebo průhledné (60 % propustnosti světla). Součinitel teplotní roztažnosti α je menší, než u semikrystalických polymerů. Použitelnost amorfních polymerů je do teploty zesklnění T_g . [4]
- **krystalické** - (semikrystalické) plasty, které vykazují určitý stupeň uspořádanosti. Ten se označuje jako stupeň krystalinity (pohybuje se od 40 do 90 %) a vyjadřuje relativní podíl uspořádaných oblastí, uložených mezi oblastmi amorfními. Nemůže nikdy dosáhnout 100 %, proto se krystalické plasty označují jako semikrystalické. Patří sem PE, PP, PA, PTFE, POM, atd. Jsou mléčně zakalené, index lomu je větší a jsou charakterizovány houževnatostí materiálu, pevnost a modul pružnosti roste se stupněm krystalinity. Použitelnost semikrystalických plastů je do teploty tání T_m . [4]



Nadmolekulární struktura polymerů

Obr. 6 Nadmolekulární struktura polymerů

2 POLYAMIDY

Polyamidy jsou lineární alifatické i aromatické polymery, které v hlavním řetězci obsahují amidové skupiny –CONH–. Vyrábějí se čtyřmi možnými postupy: polykondenzací dikarboxylových kyselin a diaminů, polykondenzací ω -aminokarboxylových kyselin, polymerací cyklických laktamů nebo polykondenzací dichloridů aromatických dikarboxylových kyselin s aromatickými diaminy. [5]

2.1 Charakteristika polyamidů

Polyamidy patří mezi tzv. konstrukční plasty, používané velice často k výrobě namáhaných technických součástí. Dnes je využívána řada základních druhů polyamidů, které se liší sice svým chemickým složením a způsobem výroby, ale podobají se základními vlastnostmi. Označují se čísly, charakterizující počet atomů uhlíku výchozích sloučenin. [6]

Vlastnosti PA se mění podle výchozích monomerů, všechny jsou z 30 až 50 % krystalické a neprůhledné, řetězce jsou provázány vodíkovými můstky, mezi amidovými skupinami, jejichž množství ovlivňuje krystalickou strukturu, bod tání a teplotu skelného přechodu aj. Typická je vysoká houževnatost, tvrdost, odolnost proti oděru a nasákavost. Polární charakter PA a nasákavost omezují vznik elektrostatického náboje. Polyamidy mají velmi malou viskozitu taveniny a lze ji zpracovat všemi technologiemi pro zpracování termoplastů.

2.2 Rozdělení a vlastnosti polyamidů

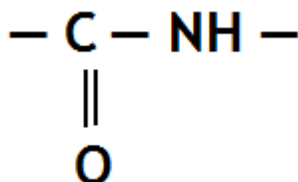
Nejvýznamnější a nejrozšířenější jsou polyamidy s alifatickými řetězci, na trhu jsou však dostupné i typy aromatické.

Polyamidy se vyrábějí 4 hlavními způsoby:

- a) Polykondenzace dikarboxylových kyselin a diaminů
- b) Polykondenzací ω -aminokarboxylových kyselin
- c) Polymerací cyklických laktamů
- d) Polykondenzací dichloridů aromatických dikarboxylových kyselin s aromatickými diaminy. [5]

2.2.1 Alifatické polyamidy

Lineární polymery obsahující amidovou skupinu (CONH) v hlavním řetězci.



Obr. 7 Amidová skupina v hlavním řetězci

Rozdělení alifatických polyamidů:

- **polyamid 6 (PA6) Silon** -se vyrábí z ϵ -kaprolaktamu
- **polyamid 66 (PA66) Nylon** - se vyrábí z hexamethyldiaminu a kyseliny adipové
- **polyamid 11 (PA 11)** - výroba z kyseliny aminoundekanové
- **polyamid 12 (PA 12)** - výroba z lauryllaktamu
- **polyamid 610** - výroba z hexamethyldiaminu a kyseliny sebakové

a) **Polyamid 6** (polykaprolaktam) $[-\text{NH}-(\text{CH}_2)_5-\text{CO}-]_n$

Polyamid 6 se vyrábí z kyseliny 6-aminokapronové. Tento polymer je houževnatý, odolný proti oděru a je navlhavý. Trvale použitelný od -30°C do 100°C . Používá se v textilním průmyslu a vyrábějí se z něj technické dílce (ozubená kola a ovládací elementy). Dobře se zpracovává všemi běžnými způsoby (vstřikování, vytlačování, vyfukování). [5]

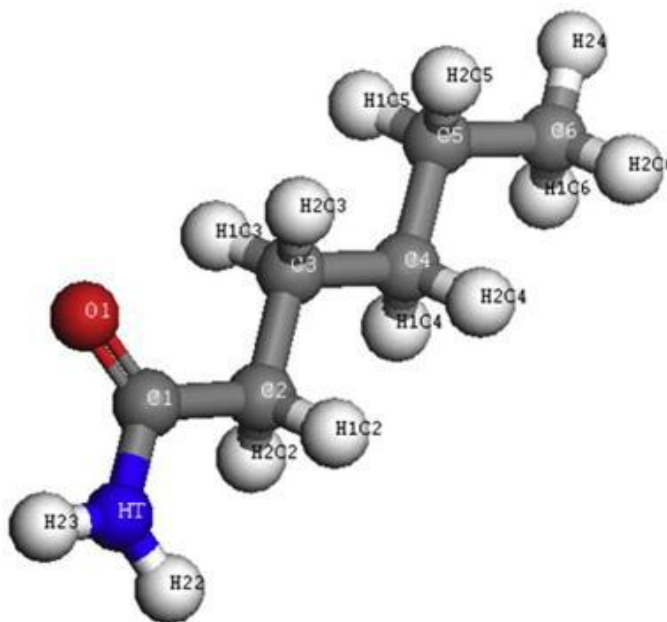
Existují dva druhy možné výroby PA6:

- **Aniontová polymerace** laktamů probíhá dostatečně rychle při teplotách nad 150°C . Pro její iniciaci se používá alkalických kovů (konkrétně jejich hydridů, alkoholátů a hydroxidů). Odtud je utvořen alternativní pojem alkalická polymerace. Technologie výroby alkalického polyamidu se značně zjednodušila katalýzou reakce komplexními sloučeninami, jejichž reakcí s laktamem vzniká iniciátor bez vedlejších produktů (vodík, voda a alkohol), které inhibují polymeraci. Technologie výroby odlitků z

alkalického polyamidu je poměrně jednoduchá. Pracuje se při teplotách od 150°C do 200°C. Při těchto teplotách má laktam nízkou viskozitu a lze jej snadno zhomogenizovat s katalyzátorem pro následné nalití do formy. Ve formě zpolymeruje v rozmezí od 2 do 30 minut. [7]

- **Hydrolytická polymerace** kaprolaktamu je stupňovitou polymerací - zvláštním typem polyadice. Při tomto druhu polymerace vzniká polykaprolaktam přes mezistupeň kyseliny 6-aminokapronové. V technologické praxi se jako aktivátor používá vedle vody vždy přípravků dalších (kyselce reagujících látek, které podle své povahy působí jako katalyzátory hydrolyzy anebo jako stabilizátory molekulové hmotnosti vznikajícího polymeru). Stejně jako voda mohou působit i alkoholy. Surový hydrolytický polyamid obsahuje vždy volný 6-kaprolaktam, který se musí odstranit vypíráním granulí vodou nebo odpařením z taveniny. Odpaření z taveniny se využívá častěji kvůli menšímu počtu výrobních operací. [7]

Na obr. 8 je znázorněna struktura uspořádání atomu v meru PA6. Kyslík je znázorněn červeně, uhlík šedě, vodík bíle a dusík modře.

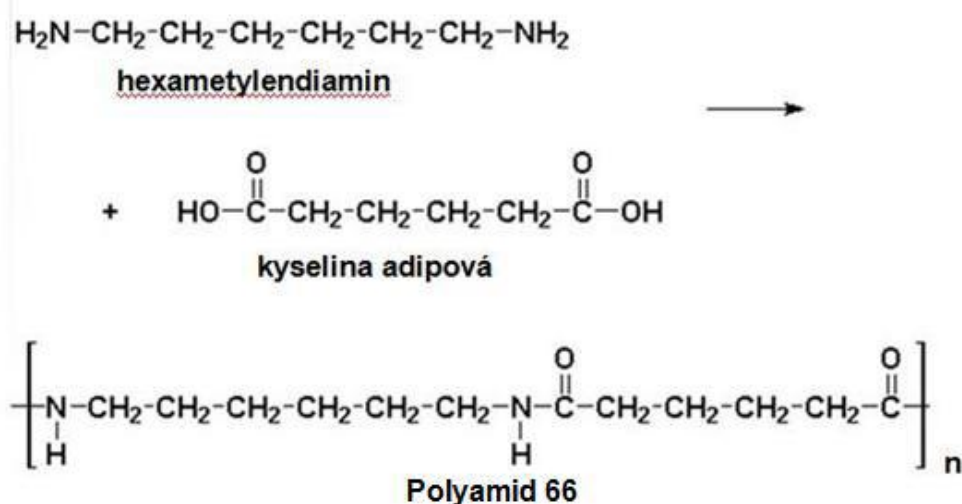


Obr. 8 Strukturální model PA6

b) Polyamid 66 (PA 66)

Polyamid 6.6 je v anglosaské literatuře také nazýván jako nylon 66. Tento polymer má vysokou nasákavost, dobré kluzné vlastnosti, vysokou odolnost proti otěru a výbornou tuhost a pevnost při delších vyšších provozních teplotách (trvale použitelný do 90°C). Používá se hlavně v textilním průmyslu. [5]

PA 66 je dnes jedním z nejrozšířenějších typů polyamidu vyráběného polykondenzací (zřejmě především pro snadnou dostupnost potřebných monomerů). Monomery pro výrobu PA 66 jsou kyselina adipová a hexametyldiamin. Polymerace probíhá ve dvou stupních. [7]



Obr. 9 Výroba PA66 [10]

c) Polyamid 11 (PA 11)

Polyamid 11 se vyrábí z kyseliny aminoundekanové. Tento polymer je málo navlhavý, odolný vůči chemickým činidlům. Trvale použitelný do 90°C. Používá se hlavně na antikoroziční povlaky na kovy a vyrábějí se z něj technické dílce. Dobře se zpracovává všemi běžnými způsoby (vstřikování, vytlačování, vyfukování). [5]

PA11 taje při teplotě 185°C, je méně navlhavý oproti PA6 a PA66 a více odolný vůči chemickým látkám a vyznačuje se dobrou stabilitou taveniny. Je vhodný jako konstrukční plast (využití v textilním průmyslu nemá význam právě pro nízkou teplotu tání a menší krystalinitu). Zpracovávat lze například vytlačováním a vstřiková-

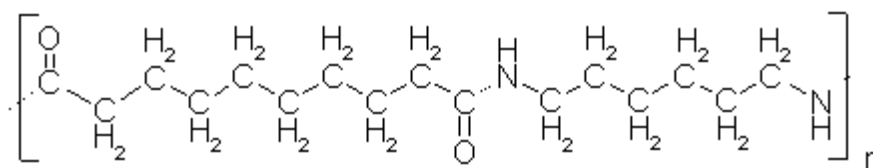
ním. Z PA11 lze vyrábět ozubená kola, kladky, západky, vrtulky a jiné. Významně se používá pro přípravu antikoročních povlaků na kovy. [5]

d) Polyamid 12

Polyamid 12 se vyrábí polymerací lauryllaktamu. Tento polymer je málo navlhavý, velmi houževnatý a trvale použitelný od -70 do 80°C . Používá se hlavně na technické součástky s vyšší houževnatostí, dobrými kluznými vlastnostmi, odolnostmi proti opotřebení a odolností vůči korozi pod napětím. Zpracovává se vstřikováním a vytlačováním. [5]

e) Polyamid 6.10

Monomery pro výrobu PA 6.10 jsou kyselina sebaková a hexametylendiamin. Připravuje se v menším měřítku obdobnou technologií jako PA66 z podobné soli. Polykondenzace probíhá ve dvou stupních. Nejdříve dochází k vzniku krystalické nylonové soli a poté k vlastní polykondenzaci. Výsledná struktura má lineární uspořádání řetězců

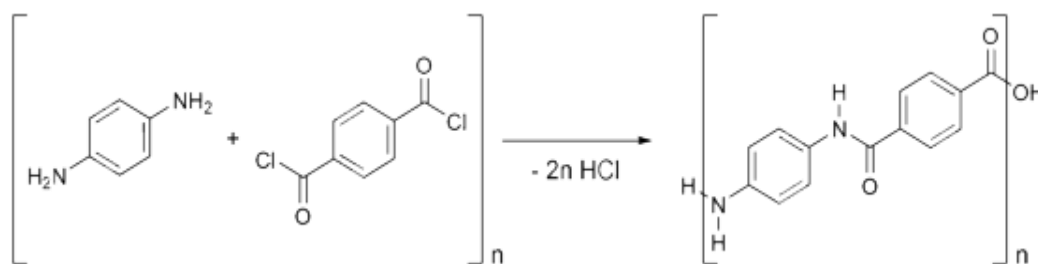


Obr. 10 Strukturální vzorec PA 6.10 [10]

2.2.2 Aromatické polyamidy

Lineární aromatické polyamidy jsou také často označovány souhrnným názvem aramidy. Aramidy jsou získávány polykondenzací aromatických dikarboxylových kyselin a aromatických diaminů. Díky plně aromatické struktuře se tyto polyamidy vyznačují především výtečnou tepelnou odolností, odolností vůči hoření a chemikáliím a mají ultravysokou pevnost. Mezi aromatické polyamidy patří například poly(m-fenylen isoftalamid) obchodním názvem Nomex (vyráběn firmou Du Pont). Dalším zástupcem aromatických polyamidů je poly(p-fenylen tereftalamid) pod obchodním označením firmy Du Pont jako Kevlar. [8]

Kevlarová vlákna vynikají tepelnou odolností a navíc také vysokou pevností, za což vděčí velice dobré symetrii makromolekuly. Kevlar se používá již od 70. let (byl vytvořen ale již v roce 1965) díky svým výborným vlastnostem v široké oblasti. Uplatňuje se při výrobě neprůstřelných vest, letadel, sportovního náčiní, v kosmické technice atd. Kevlar existuje ve třech třídách Kevlar, Kevlar 29 (využívá se na balistické aplikace, lana a kabely, ochranné oblečení, přilby a posílení pneumatik a hadic) a Kevlar 49 (Má největší pevnost v tahu ze všech aramidů a používá se jako plastické zpevnění trupů lodí, letadel, v kosmonautice, na ochranu optických kabelů a na sportovní potřeby jako rámy kol, rakety, rybářské pruty atd.). Největší nevýhodou Kevlaru je, že se rozpadá v zásaditých podmínkách nebo pokud je vystaven chloru či UV záření. [9]



Obr. 11 Výrobní chemická syntéza kevlaru

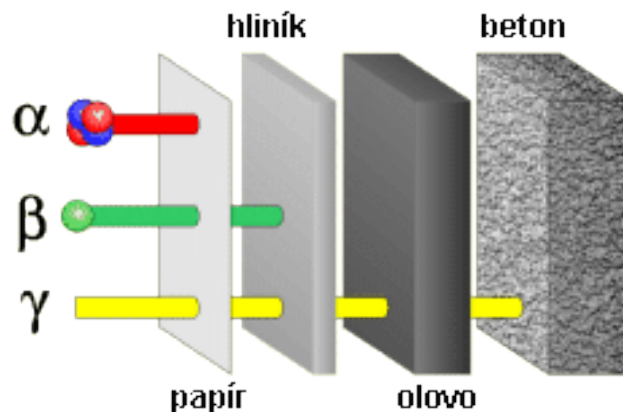


Obr. 12 Struktura vlákna kevlaru

3 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ

Záření (radiace) je proces, při kterém dochází k přenosu energie prostorem. Tento přenos energie může být uskutečňován dvěma druhy mechanismů:

- **Časové proměnné pole** – šíří se prostorem ve formě vln, ty se odpoutávají od zdroje a přenášejí do prostoru část energie z tohoto zdroje (např. elektromagnetické vlny). Rovnice těchto polí mají vlnové šíření.
- **Pohybující se částice** – jsou eliminovány zdrojem, velkou rychlostí letí prostorem a přenášejí kinetickou energii, hybnost a někdy také elektrický náboj, ze zdroje do okolního prostoru.



Obr. 13 Působení záření [27]

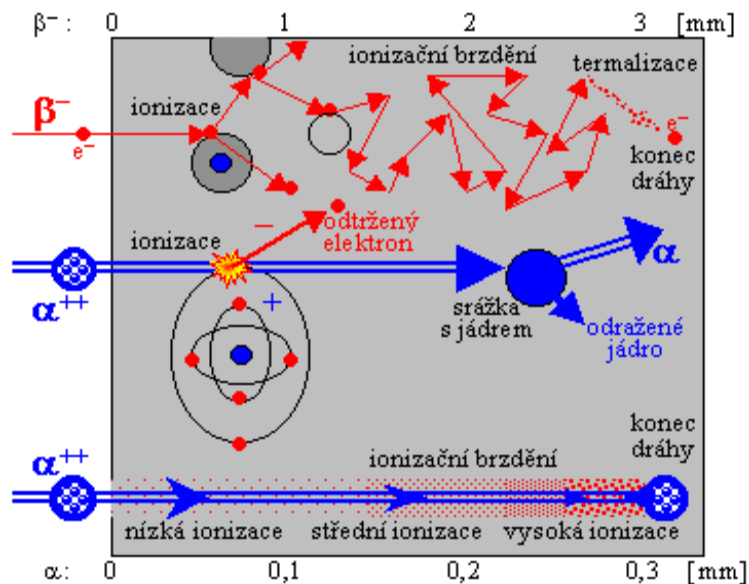
Ionizujícím zářením nazýváme takové záření, jehož kvanta mají natolik vysokou energii, že jsou schopna vyrážet elektrony s atomového obalu a tím látku ionizovat. Toto záření je ve formě záření korpuskulárního a elektromagnetického.

- **Korpuskulární záření** – je druh částicového záření představující proud částic o uspořádaném pohybu s nenulovou klidovou hmotností, pohybující se rychlostí menší než rychlost světla. Zachovává si svou existenci i po zastavení pohybu. Mezi toto záření se řadí záření α , β^- elektrony, β^+ (pozistory), protonové záření p^+ , neutronové záření n^0 , atd.

- **Vlnové-Elektromagnetické záření** – je záření ve tvaru příčné vlny charakterizované dvěma na sebe navzájem kolmými vektory (intenzitou elektrického pole a magnetickou indukcí). Kvanta tohoto záření nemají klidovou hmotnost, jsou to kvanta vlnění, pohybující se rychlostí světla (fotony – záření γ).

Ionizující záření je schopné při průchodu prostředím způsobit jeho ionizaci, tj. vytvořit z původně elektricky neutrálních atomů kladné a záporné ionty (iontové páry). S ohledem na charakter ionizačního procesu lze ionizující záření rozdělit na přímo ionizující a nepřímo ionizující. [26]

- **Přímo ionizující** – je tvořeno nabitými částicemi (elektrony, pozitrony, protony, částice α a β apod.), které mají dostatečnou kinetickou energii k tomu, aby mohly vyvolat ionizaci. [26]
- **Nepřímo ionizující** – zahrnuje nenabitě částice (fotony – částice γ , neutrony apod.), které samy prostředí neionizují, ale při interakcích s prostředím uvolňují sekundární nabitě částice, které způsobují ionizaci prostředí. [26]



Obr. 14 Průchod částic beta a alfa látkou a mechanismus ionizace. [28]

3.1 Měrné jednotky charakterizující ionizační záření

- **Kinetická energie elektronu**

Kinetická energie elektronu vyjádřená v joulech je velmi malé číslo, používá se z praktických důvodů jednotka elektrovolt (eV). Jeden elektrovolt odpovídá kinetické energii, kterou získá elektron urychlený ve vakuu napětím jednoho voltu. [18]

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

- **Dávková intenzita**

Je definována jako přírůstek dávky za časový interval. Dříve se používal pojem dávková rychlost. Jednotkou je $\text{Gy} \cdot \text{s}^{-1}$ nebo $\text{W} \cdot \text{kg}^{-1}$. [18]

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

- **Dávka**

Je definovaná jako poměr střední energie předané ionizujícím zářením látce o dané hmotnosti. Základní jednotkou absorbované dávky je Gray (Gy). Je to energie jednoho joulu absorbovaná v kilogramu látky. Dříve užívaná jednotka byla rad. [18]

$$1\text{Gy} = 1\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} = 100\text{rad} \quad (3)$$

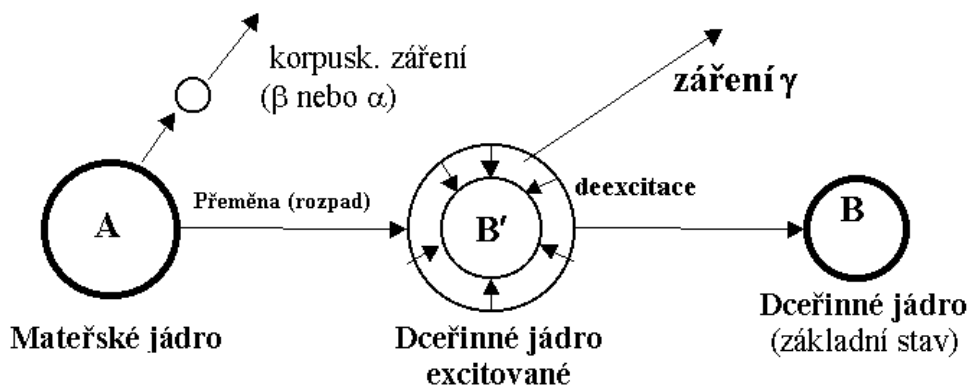
3.2 Druhy ionizačního záření

3.2.1 Záření alfa α

Záření α je pohlcováno již listem papíru, ve vzduchu se pohltí na dráze asi 40 cm. Před zářením α se lze snadno chránit. Zářič α může být ovšem nebezpečný při vdechnutí či požití, kdy bude působit uvnitř organismu. Záření α se vychyluje jak v elektrickém poli, tak v magnetickém poli. [29]

Částice α nese vzhledem k přítomnosti dvou protonů dva kladné elementární náboje. Částice α se skládá ze dvou protonů a dvou neutronů, jde tedy o jádro helia (označení He^{2+}). Proud α částic se označuje jako záření alfa, z historických důvodů, a to i přesto, že vlastně nejde o elektromagnetické záření. Nejde o fotony, ale částice s nenulovou klidovou hmotností, proto se nemohou pohybovat rychlostí světla, ale pouze nižšími rychlostmi.

Vzhledem k tomu, že tyto 4 nukleony mají velkou vazebnou energii, chová se jejich seskupení jako jedna částice. Částice α nese vzhledem k přítomnosti dvou protonů dva kladné elementární náboje. [30]



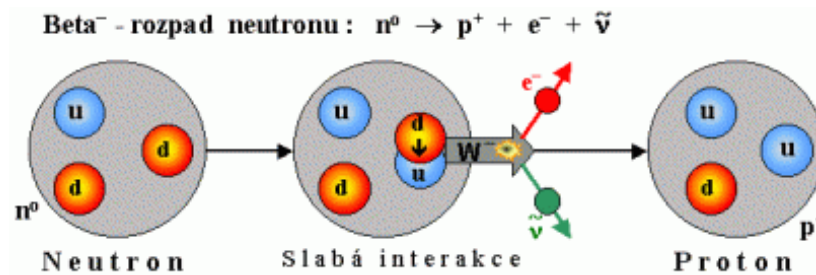
Obr. 15 Obecné schéma přeměny záření α

3.2.2 Záření beta β

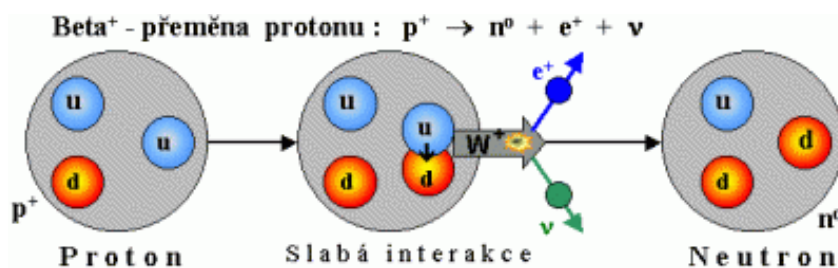
Záření β pohlcuje tenký hliníkový plech, v suchém vzduchu je nutná vzdálenost asi 2,5 m. Záření β se vychyluje také v elektrickém poli a magnetickém poli - jedná se tedy o nabitě částice. [29]

Záření β je tvořeno nabitými částicemi, a proto interaguje s atomovým obalem. Atomy, s nimiž se částice β srazí, jsou při této interakci excitovány nebo ionizovány (podobně jako u záření α). Záření β má ale menší zpomalovací schopnost než záření α , a proto je dráha, na níž částice β ztratí svoji energii, ve srovnání s α částicemi, delší. Při pozorování trajektorií částic se zjistilo, že tyto trajektorie mají (ve srovnání s α částicemi) větší rozpětí a nejsou tudíž stejně dlouhé. [29]

Záření beta mínus (β^-) je proud elektronů e^- , které vyletují z jádra atomu. Malá hmotnost částic se projevuje výrazným zakřivením trajektorie částic jak v magnetickém, tak v elektrickém poli, avšak na opačnou stranu než záření alfa. Energie elektronů záření dosahuje 10 MeV a jejich rychlost se blíží rychlosti světla. Elektrony v jádře vznikají přeměnou z neutronu, za vzniku protonu a antineutrina. Vzhledem k tomu, že elektrony v jádře nejsou, předchází β^- rozpadu přeměna neutronu (n^0) v jádře na proton (p^+), elektron (e^-) a antineutrino ($\bar{\nu}$). [30]

Obr. 16 Obecné schéma přeměny β^- [30]

Záření beta plus (β^+) je proud pozitronů e^+ vyzařovaných některými radionuklidy při jaderných přeměnách. Toto záření je však v praxi velmi vzácné a v drtivé většině případů se setkáme s prvním typem záření. Jádru emituje pozitron, který vzniká přeměnou protonu (p^+) v jádře na neutron (n^0), pozitron (e^+) a neutrino (ν). [30]

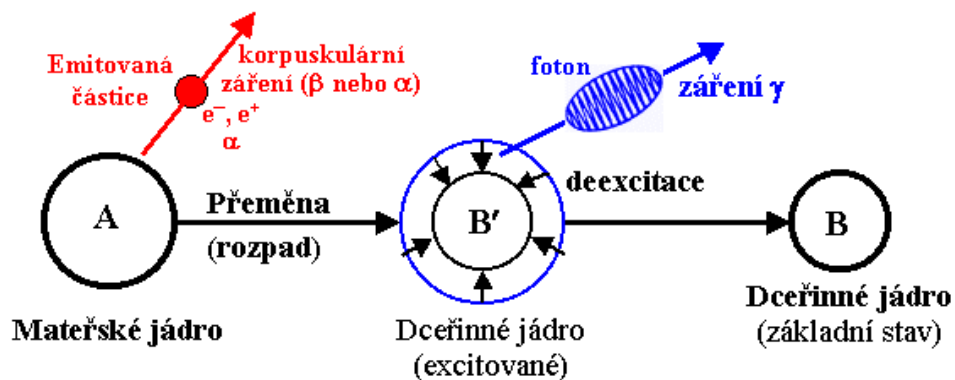
Obr. 17 Obecné schéma přeměny β^+ [30]

3.2.3 Záření gama γ

Záření γ je ze všech druhů radioaktivního záření nejpronikavější. Jedná se o elektromagnetické záření s vlnovými délkami kratšími než 300 pm. Protože fotony nemají elektrický náboj, záření γ se neodchyluje od svého původního směru ani v elektrickém poli ani v magnetickém poli. Proto se látkou volně šíří a značně se rozptyluje. Látku, s níž interaguje, silně ionizuje a uvolňuje z ní nabitě částice. Pro záření γ neexistuje žádná bezpečná vzdálenost, kde by jeho intenzita klesla na nulu. Je možné ji snížit, ale není možné záření γ zcela pohltit. [29]

Jadernou reakcí kteréhokoliv typu zpravidla nevzniká výsledné jádro ve svém základním (nejnižším) energetickém stavu. Většinou jak po vynucené, tak i po spontánní přeměně zůstává ve stavu energeticky vzbuzeném. Nadbytečné energie se při přímém nebo postupném návratu do základního stavu zbavuje kromě emise částice také emisí jednoho nebo několika fotonů záření γ . Doba existence excitovaného jádra je obecně nesmírně

krátká a přímo neměřitelná, takže foton se vyzáří prakticky současně s emisí hmotné částice. Ionizující záření γ je příbuzné jak rentgenovým paprskům, tak i světlu, ovšem s kratší vlnovou délkou (kolem 10^{-13} m). Vzhledem k velmi krátkým vlnovým délkám má záření γ velkou energii a tudíž vysokou pronikavost. U přirozeně radioaktivních prvků často doprovází přechod excitovaného dceřiného jádra do stabilnějšího stavu při přeměně α a β . Přeměnou γ se protonové ani hmotnostní číslo prvku nemění. Jen za určitých podmínek může nabýt doba života vzbuzené formy atomu dostatečně veliké, měřitelné hodnoty. Takové jádro jeví svou vlastní radioaktivitu γ o určitém charakteristickém poločasu. Jde tu o izomerii jádra a přechod metastabilní formy v nižší nebo základní stav se nazývá **izomerní přechod**. [30]



Obr. 18 Obecné schéma přeměny γ [31]

Čistých gama zářičů je málo, záření gama obvykle doprovází alfa nebo beta záření. Energie fotonů gama záření je dána vztahem:

$$E = h \cdot \frac{c}{\lambda} \quad (4)$$

h - Planckova konstanta, $6,64 \cdot 10^{-34}$ J.s

c - rychlost elektromagnetického záření ve vakuu, $3 \cdot 10^8$ m.s⁻¹

λ - vlnová délka záření

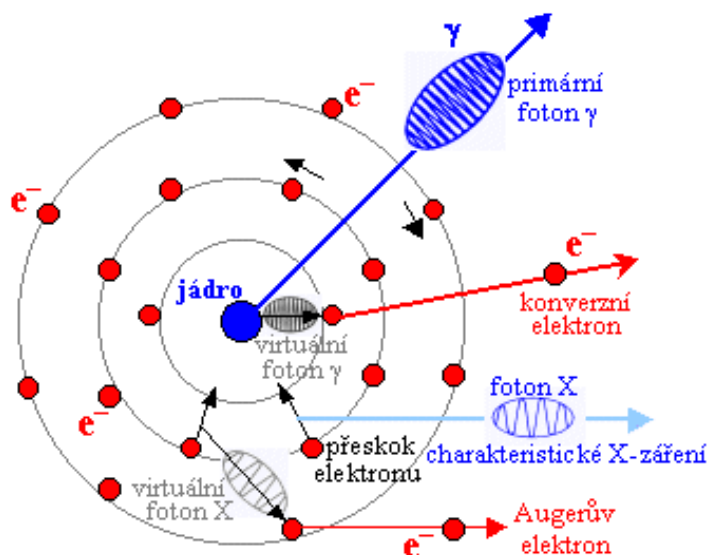
Záření gama má čárové spektrum, to znamená, že daný radionuklid emituje pouze fotony s určitými energiemi, které jsou pro jeho přeměnu charakteristické. U prakticky

používaných zdrojů záření gama činí jeho energie desítky keV až jednotky MeV. K nejčastěji používaným zdrojům gama záření patří kobalt ^{60}Co , cesium ^{137}Cs a iridium ^{192}Ir . [30]

Interakce gama záření s hmotným prostředím se výrazně odlišuje od interakce elektricky nabitých částic. Při průchodu prostředím uvolňují fotony elektricky nabitě částice a předávají jim energii dodatečnou k tomu, aby byly schopné prostředí ionizovat a excitovat. [30]

Vnitřní konverze záření γ

Pokud je jádro součástí atomu (což je téměř vždycky), nemusí se všechny v jádře vzniklé fotony záření γ skutečně vyzářit. Může dojít k procesům zabraňujícím emisi části fotonů záření γ při de-excitaci vzbuzených jaderných hladin - k procesu tzv. **vnitřní elektronové konverze** záření gama (zkráceně jen *vnitřní konverze gama*). [31]



Obr. 19 Schéma vnitřní konverze záření γ [31]

V levé části obrázku jsou schematicky znázorněny všechny příslušné procesy. Především, modrou šipkou je znázorněn základní případ "nerušeného" vyzáření fotonu γ z excitovaného jádra. Proces vnitřní konverze si můžeme zjednodušeně představit tak, že foton gama, emitovaný při de-excitaci vzbuzené jaderné hladiny, se může "srazit" s obalovým elektronem vlastního atomu, který přebere veškerou jeho energii (dojde k fotoefektu), foton gama zanikne a místo něj vyletí elektron uvolněný díky přijaté energii z vazby v atomu (tlustší červená šipka). Tento jev je skutečně pozorován, nazývá se **vnitřní konverze** záření gama (dříve se nazýval též "vnitřní fotoefekt") a příslušné elektrony se nazývají **konverzní elektrony**. V důsledku vnitřní konverze se na vnitřní slupce (nejčastěji K) atomo-

vého obalu uvolní místo po konverzním elektronu, takže okamžitě dochází k přeskoku elektronu z vyšší hladiny (nejčastěji L) za vyzáření kvanta **charakteristického X-záření** (světlejší modrá šipka). [31]

4 MĚŘENÍ TVRDOSTI A MIKROTVRDOSTI

Tvrdot definujeme jako odpor, který klade materiál proti vnikání cizího tělesa. Na této definici je založena většina přístrojů k měření tvrdosti. Hodnoty tvrdosti se uvádějí buď bez jednotek, nebo, jsou-li odvozeny ze vztahu mezi tlakovou silou a plochou vtisku, přisuzujeme jim jednotku MPa. Protože však tento způsob může vést k omylům (k záměně za pevnost), je lépe uvádět tvrdost jako číslo nepojmenované, pouze s udáním způsobu měření nebo stupnice. Pro tvrdost používáme značku H.

Z tvrdosti často usuzujeme i některé další vlastnosti materiálu (pevnost v tahu, obrobitelnost, apod.) Zkouší se buď na zkušebních vzorcích, nebo přímo na hotových výrobcích. [11]

Na výslednou hodnotu tvrdosti působí celá řada faktorů, ta je tak určena komplexem mechanických a fyzikálních vlastností.

4.1 Rozdělení zkoušek tvrdosti

Měření tvrdosti je možné rozdělit dle několika různých hledisek:

4.1.1 Podle principu zkoušky

Vtiskové metody

Jedná se o nejvíce rozšířené metody. Základem těchto metod je měření velikosti vtisku, který ve zkoušeném materiálu zanechá vnikací těleso - indentor. Ten může mít tvar kuličky, jehlanu, kužele nebo dalších přesně definovaných geometrických těles. Materiál indentoru je většinou diamant nebo kalená ocel.

Patří sem metody dle: Brinella, Rockwella, Vickerse, Knoop, Berkoviče, metoda vtlačení kuličky (BIM), Shore A a D, IRHD. [12]

Vrypové metody

Tvrdot se určí na základě šířky vrypu, který ve zkoušeném materiálu zanechal diamantový hrot. Podmínkou při měření je dokonale vyleštěný povrch zkoušeného vzorku. Příkladem této metody je Martensova zkouška. [12]

Odrazové metody

Princip spočívá v měření výšky (Shoreho skleroskop) nebo úhlu odrazu (duroskop) zkušební tělesa, které dopadá na zkoušený vzorek z určité výšky. V případě měření výšky odrazu je tímto tělesem závaží s kulovitě vybroušeným diamantovým hrotem. [12]

Kyvadlové metody

Měří se úbytek energie kyvadla s kuličkou, které zvětšuje předem vytvořený vtisk ve zkušebním vzorku. [12]

4.1.2 Podle působení zatěžující síly

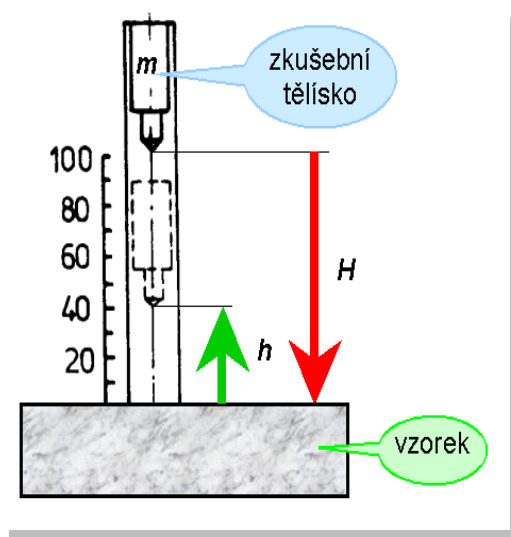
Staticko - plastické

Zatěžující síla působí na zkoušený povrch staticky v kolmém směru. Využívá se pro laboratorní měření.

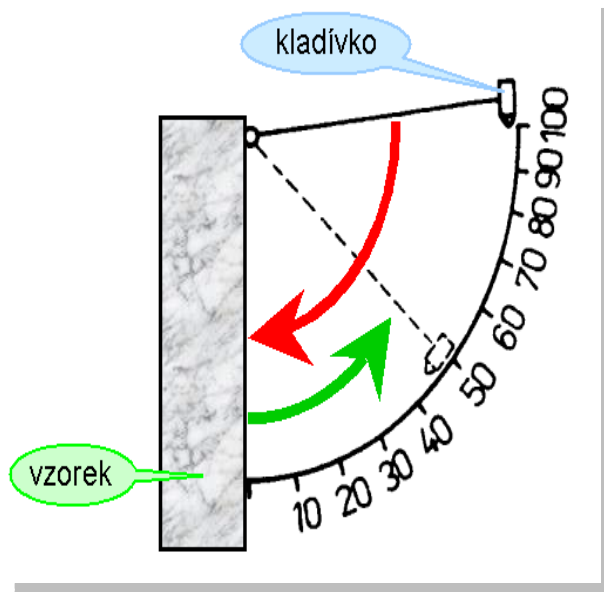
Patří sem metody dle: Brinella, Rockwella, Vickerse, Knoop, atd. [12]

Dynamicko – elastické

Jedná se o již popsané odrazové metody, kdy se měří výška nebo úhel odrazu dopadajícího tělesa. V místě nárazu dochází k elastické deformaci, přičemž se spotřebuje část kinetické energie dopadajícího zkušební tělesa, to se tak již neodrazí do výchozí polohy. [12]



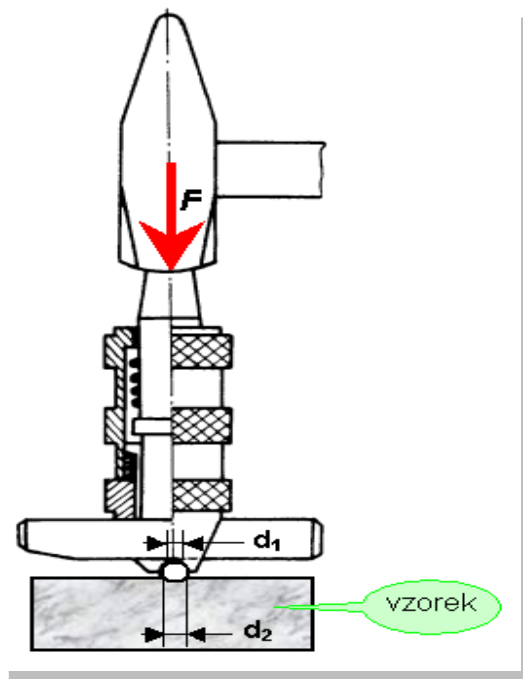
Obr. 20 Shoreho skleroskop



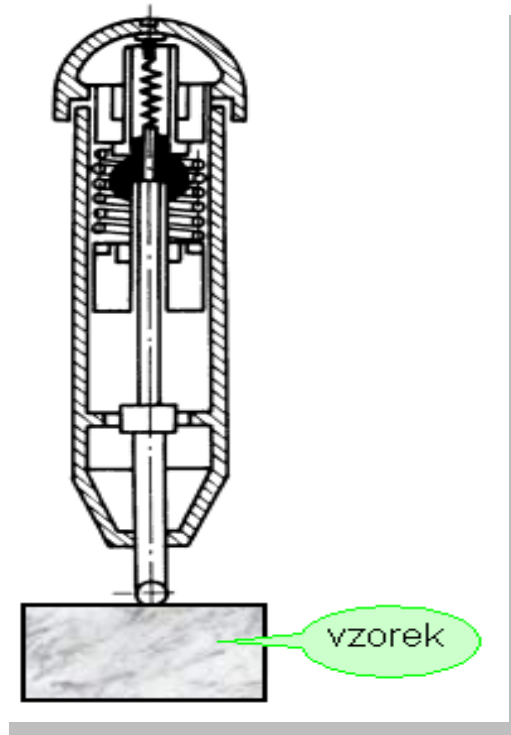
Obr. 21 Duroskop

Dynamicko – plastické

Zkušební těleso (obvykle kulička) vniká do zkoušeného materiálu účinkem rázového zatížení a vytváří na povrchu trvalý vtisk. Patří zde Poldi kladívko a Baumanovo kladívko. Výhodou přístrojů pro dynamické zkoušky jsou jejich malé rozměry. Přístroje jsou tak snadno přenositelné a vhodné pro dílenskou kontrolu. [12]



Obr. 22 Poldi kladívko



Obr. 23 Baumannovo kladívko

4.1.3 Podle velikosti působící síly a hloubky vtisku

Dle tohoto hlediska zkoušky tvrdosti dělíme na:

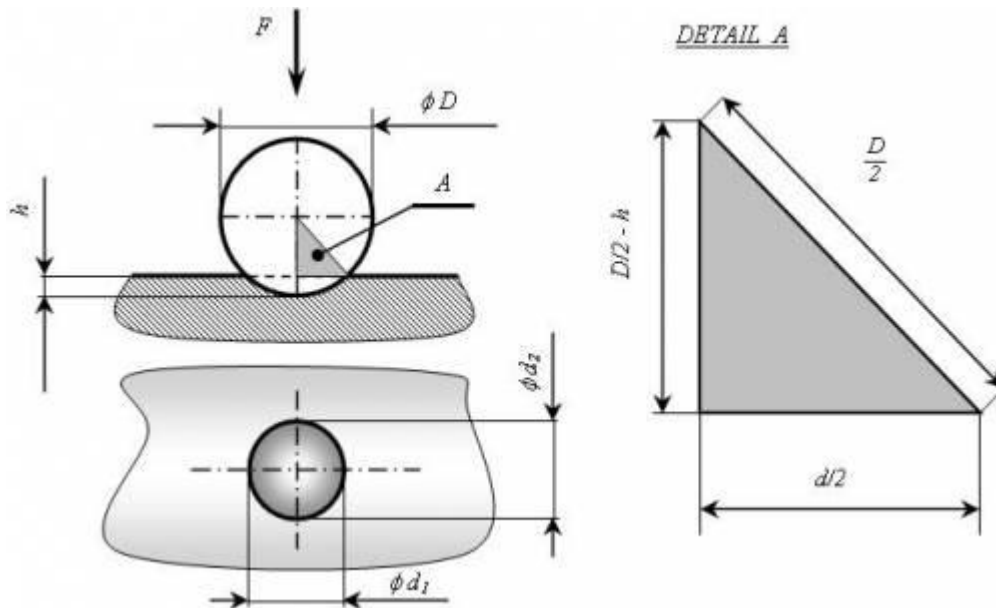
- Zkoušky makrotvrdomsti, kdy velikost vtisku je v řádu mm (10^{-3} m). Jsou vhodné pro měření tvrdosti materiálu jako celku.
- Zkoušky mikrotvrdomsti, kdy velikost vtisku je v řádu μm (10^{-6} m). Uplatňují se při měření tvrdosti jednotlivých strukturních vrstev, tenkých povlaků, atd.
- Zkoušky nanotvrdomsti, kdy velikost vtisku je v řádu nm (10^{-9} m). Oblast použití je v mnohém podobná jako u mikrotvrdomsti, tedy měření velmi tenkých povlaků, filmů a strukturních fází

4.2 Zkouška tvrdosti dle Brinella

V roce 1900 na světové výstavě v Paříži předvedl poprvé veřejnosti švédský inženýr Brinell zkoušku tvrdosti materiálu ocelovou kuličkou. Dnes je to nejběžnější zkouška tvrdosti převážně pro kovové materiály [13]

Dříve se k měření tvrdosti polymerů využívalo zkoušky podle Brinella stejně jako u kovů. Používaly se kuličky různého průměru, pro určité skupiny materiálů. Postupem času

byla metoda upravena do dnešní podoby, kdy se používá již jen jeden průměr kuličky a různá zatížení. Metoda je specifikovaná v normě ČSN EN ISO 2039-1 (640619): Plasty - Stanovení tvrdosti - Část 1: Metoda vtlačení kuličky. Podstatou zkoušky je vtlačení kuličky pod specifikovaným zatížením do povrchu zkušební vzorku. Hloubky vtlačení je měřena pod zatížením a plocha je vypočtena z hloubky vtisku. [15]



Obr. 24 Zkouška dle Brinella [14]

Tvrdość podle Brinella je dána dělením poměrem získaného zkušební zatížení F a plochou zaobleného povrchu vtisku S .

$$HB = \frac{F}{S} \quad (5)$$

$$HB = \frac{2 \cdot 0,102 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (6)$$

Kde D je velký průměr kuličky, d je střední průměr vtisku a F zkušební zatížení.

Vhodné vyžití Brinellovi zkoušky je pro měkké a středně tvrdé materiály, které mají heterogenní strukturu.



Obr. 25 Tvrdoměr Brinell [16]

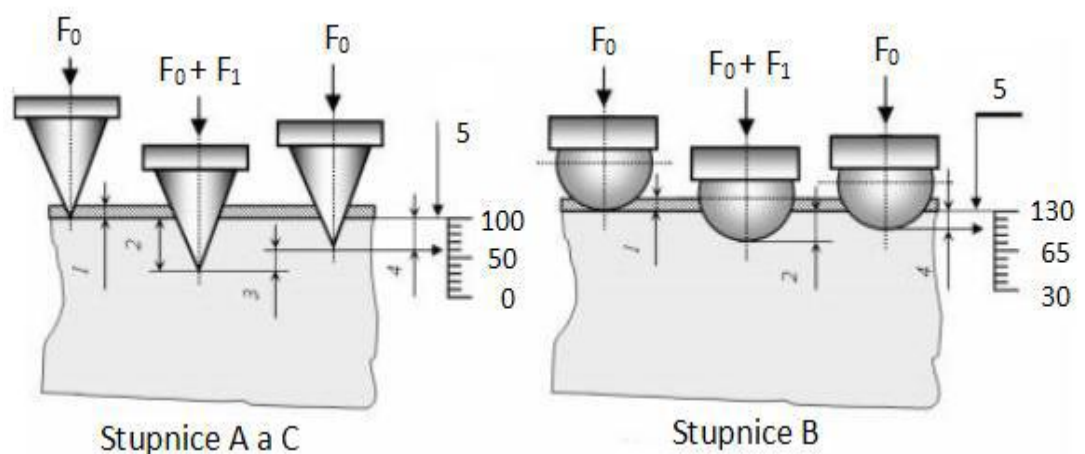
4.3 Zkouška tvrdosti dle Rockwella

Princip této metody spočívá v postupném (dvoustupňovém zatížení) vtláčování vnikajícího tělesa do povrchu zkušební tělesa a změření trvalé hloubky vtisku h . Požadovaný vtisk vznikne aplikováním konstantního předběžného a následně přídavného zatížení, poté následuje návrat k témuž předběžnému zatížení. Celkové zkušební zatížení F se skládá z předběžného zatížení F_0 a přídavného zatížení F_1 .

Vnikacím tělesem je diamantový kužel o vrcholovém úhlu 120° nebo kulička z tvrdokovu o průměru 1,5857 mm nebo 3,175 mm. Diamantový kužel nebo kuličku z tvrdokovu, dotýkající se povrchu zkoušeného tělesa (výchozí poloha pro měření hloubky vtisku), zatížíme předběžnou silou F_0 . Potom zvolna sílu zvětšujeme o přídavné zatížení F_1 , až dosáhneme celkového zatížení F předepsané normou. Pak přídavné zatížení F_1 opět odlehčujeme na předběžné zatížení F_0 a zjistíme hloubku vtisku h . [11]

U nás jsou normalizovány tři zkoušky tvrdosti podle Rockwella. Tvrdost zjištěnou při těchto zkouškách označujeme **HRA**, **HRB**, **HRC**. Volba Rockwellovy stupnice (tj. druhu vnikacího tělíska) závisí hlavně na předpokládané tvrdosti zkoušeného materiálu.

- **HRA** - Tvrdost určená diamantovým kuželem při celkovém zatížení 600 N. Pro sli nuté karbidy a tenké povrchové vrstvy.
- **HRB** - Tvrdost určená ocelovou kuličkou (B = ball) při celkovém zatížení 1000 N. Pro měkčí kovy (25 - 100 HRB).
- **HRC** - Tvrdost určená diamantovým kuželem (C = cone) při celkovém zatížení 1500 N. Doporučuje se používat pro rozsah HRC = 20 - 67. [17]



Obr. 26 Zkouška dle Rockwella [18]

Tvrdost podle Rockwella se označujeme podle následujícího příkladu: 65 HRC čteme jako 65 stupňů tvrdosti podle Rockwella na stupnici C. Podobně 95 HRB je tvrdost podle Rockwella měřená na stupnici B. Jeden stupeň Rockwellovi tvrdosti = jeden dílek na stupnici s velikostí $S = 0,002$ mm.

Tvrlost proto vyjádříme pro stupnice HRA a HRC:

$$HRA, HRC = 100 - \frac{h}{0,002} \quad (7)$$

Pro stupnici HRB:

$$HRB = 130 - \frac{h}{0,002} \quad (8)$$

Čím je zkoušený materiál tvrdší, tím je menší trvalá hloubka vtisku h . Metoda měření tvrdosti podle Rockwella má široké uplatnění při měření kovových i nekovových materiálů. Největší výhodou měření tvrdosti podle Rockwella je především v její rychlosti, protože není potřeba měřit parametry vtisku. Přístroje určené k měření tvrdosti dle Rockwella udávají přímo hodnotu tvrdosti, je proto možné tuto metodu relativně snadno zautomatizovat. [18], [19]

4.4 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Zkouška spočívá ve vtlačování diamantového vnikacího tělesa do zkušební tělesa pod zkušebním zatížením F po stanovenou dobu a změření úhlopříček vtisku (zjišťuje se aritmetický průměr délek obou změřených úhlopříček u_1 a u_2), který zůstane po odlehčení zatížení. Vnikacím tělesem je diamantový čtyřboký jehlan o vrcholovém úhlu 136° . Doba působení plného zkušební zatížení musí být 10 až 15 s. Tuto metodu můžeme použít pro všechny tvrdosti. Je velmi přesná a není téměř závislá na zatížení. Ve velkých závodech používáme zdokonalených Vickersových tvrdoměrů. Obraz čtvercového vtisku je promítán ve zvětšeném měřítku na matnici. To umožňuje pohodlné a rychlé čtení délky úhlopříčky.

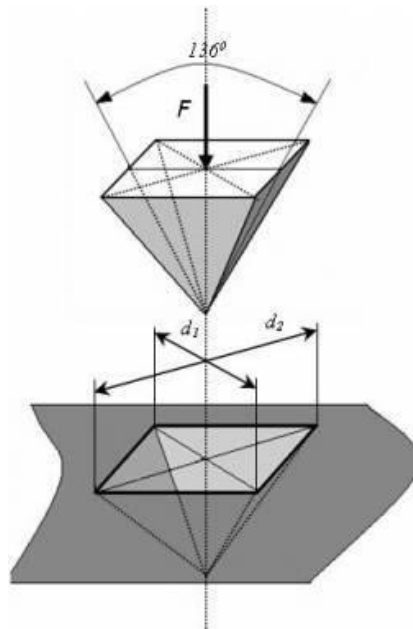
Hodnoty tvrdosti podle HV nelze obecně převést na jiné tvrdosti nebo pevnost v tahu. Takové přepočty lze používat jen tehdy, pokud jsou k dispozici spolehlivé podklady. [11]

Tab. 1 Rozsah zkušebního zatížení

Rozsah zkušebního zatížení, F [N]	Označení tvrdosti	Rozdělení zkoušek
$F \geq 49,03$	HV 5	Zkouška tvrdosti podle Vickerse
$1,961 \leq F \leq 49,03$	HV 0,2 až HV 5	Zkouška tvrdosti podle Vickerse při nízkých zatížení
$0,09807 \leq F \leq 1,961$	HV 0,01 až HV 0,2	Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse

$$HV = \frac{0,102 \cdot 2 \cdot F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} \quad (9)$$

Kde F je zkušební zatížení a d je aritmetický průměr dvou délek úhlopříček d_1 , d_2 .



Obr. 27 Zkouška dle Vickerse [18]

Tab. 2 Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Vickerse

Zkouška tvrdosti		Zkouška tvrdosti při nízkém zatížení		Zkouška mikrotvrdosti	
Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]	Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]	Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,1471
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2942
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

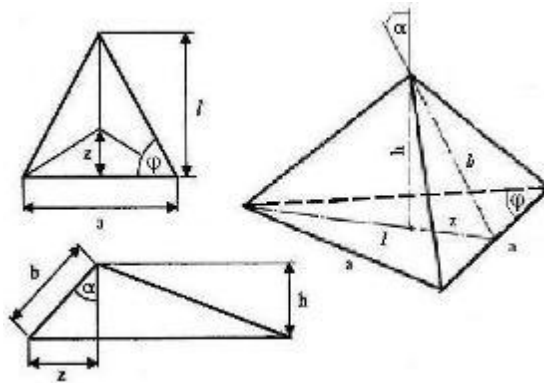
Hodnoty mikrotvrdosti jsou ve srovnání s hodnotami makrotvrdosti vždy větší. Typický růst hodnot mikrotvrdosti s klesajícím zatížením se přisuzuje tzv. ISE (Indentation Size Effect – vliv velikosti vtisku). Hlavní příčinou ISE je nárůst elastické deformace ve srovnání s deformací plastickou, což se projeví při odlehčení indentoru a důsledkem je menší plocha průmětu vtisku. Předností zkoušky tvrdosti podle Vickerse je nezávislost tvrdosti na velikosti zatěžující síly, tedy měření je možné provádět i při velice malých zatěžujících silách. Zkouška podle Vickerse se nehodí na měření materiálů s velkou mírou povrchové hrubosti a silnou heterogenní strukturou povrchu. [20]

4.5 Zkouška tvrdosti dle Berkoviče

Zkouška tvrdosti podle Berkoviče využívá pro měření nepravidelný trojboký jehlan s diamantu s úhlem $65,27^\circ$ mezi bočními stěnami a výškou jehlanu, což odpovídá podmínce stejného poměru projekční plochy k hloubce vtisku, jako má Vickersův jehlan. Hodnota tvrdosti podle Berkoviče (H_{ch}) je vyjádřena jako poměr velikosti zatěžující síly a plochy. [19]

Hlavním důvodem uvedení nového indentoru byly problémy s výrobou čtyřbokého jehlanu a dodržení geometrické podmínky sbíhavosti hran Vickersova jehlanu, která v případě výroby třístěnného jehlanu odpadá. Rovněž díky svému tvaru je jehlan během svého provozního namáhání méně citlivý na nárazy a neopatrné zacházení. V současné době je

Berkovičův indentor zcela běžně používán v nanoindentačních zkouškách. Původní „standardní“ Berkovičův indentor byl navržen tak, aby byl stejný poměr plochy stěn jehlanu k jeho výšce jako v případě Vickersova jehlanu. Tomu u třístěnného jehlanu odpovídá úhel $65,03^\circ$ mezi bočními stěnami a výškou jehlanu. Později, s rozšířením koncepce tvrdosti jako poměru síly a projekční plochy vtisku, byl vyroben tzv. modifikovaný Berkovičův indentor. [21]



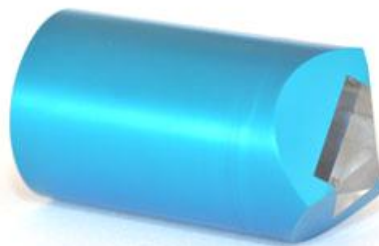
Obr. 28 Schéma Berkovičova indentoru

Hodnota mikrotvrdosti se stanovuje ze vzorce:

$$H_{CH} = \frac{1570 \cdot F}{l^2} \quad (10)$$

kde F je velikost zatěžující síly jehlanu a l je výška trojúhelníku změřená na vtisku.

Výhodou této metody je možné vidět v tom, že výroba tlačného 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.

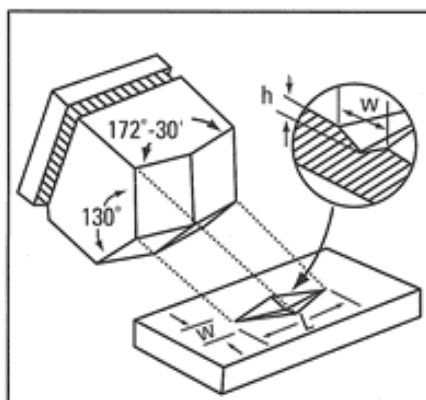


Obr. 29 Berkovičův indentor [22]

4.6 Zkouška tvrdosti dle Knoop

Zkouška tvrdosti dle Knoop pro kovové materiály je předepsána mezinárodní normou ČSN ISO 4545 a zahrnuje zkušební zatížení do 9,807 N včetně.

Diamantové vnikající těleso ve tvaru jehlanu s kosočtvercovou základnou s předepsanými úhly protilehlých stran je vtlačováno do povrchu zkušebního tělesa. Následně je měřena delší úhlopříčka vtisku, která zůstane po odlehčení zkušebního zatížení F . [24]



Obr. 30 Zkouška dle Knoop [23]

Tvrdość dle Knoop je následně vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše vtisku, jenž se uvažuje jako jehlan s kosočtverečnou základnou a s vrcholovými úhly rovnající se úhlům vnikajícího tělesa:

$$HK = 1,45 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (11)$$

kde je F zkušební zatížení a d je délka delší úhlopříčky.

Tab. 3 Zkušební zatížení dle Knoop

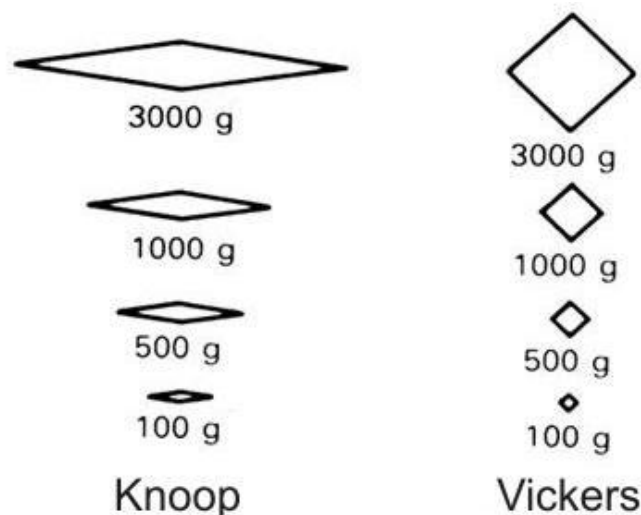
Tvrdość dle Knoop	
Symbol tvrdosti	Zkušebního zatížení F [N]
HK 0,01	0,09807
HK 0,02	0,1961
HK 0,025	0,2452
HK 0,05	0,4903
HK 0,1	0,9807
HK 0,2	1,961
HK 0,3	2,942
HK 0,5	4,903
HK 1	9,807

Zkušební těleso musí být uloženo na tuhé podložce, tak aby se během zkoušky nepohnulo. Vnikající těleso (indentor) se zatlačuje do zkušebního tělesa zkušebním zatížením (tab. 1) směřující kolmo k jeho povrchu. Doba od začátku zatěžování až do jeho plné hodnoty nesmí překročit 10 s. Rychlost přibližování vnikajícího tělesa musí být v rozmezí od 15 $\mu\text{m/s}$ do 70 μm . Doba plného zkušebního zatížení musí být v rozmezí 10 až 15 s.

Jednotlivé vtisky musí být umístěné tak aby byla splněna podmínka, že vzdálenost středů dvou sousedních vtisků musí být nejméně 3násobek kratší úhlopříčky vtisku (ocel, měď, slitiny mědi) a nejméně 6násobek v případě lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. Vzdálenosti středů každého vtisku od okraje zkušebního vzorku musí být nejméně 2,5 násobek kratší úhlopříčky vtisku (pro ocel, měď a slitiny mědi) a nejméně 3násobek v případě lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. [24]

Porovnáním vtisků vytvořených Knoopovým a Vickersovým indentorem při stejném zkušebním zatížení a stejném zkoušeném materiálu bylo zjištěno, že:

Hloubka vtisku je u Vickerse téměř dvojnásobná a velikost delší úhlopříčky je u Knoopu asi 3x větší než úhlopříčka u Vickerse. Knoop je tedy vhodnější pro měření velmi tenkých a křehkých materiálů, ale je citlivější na kvalitu připraveného povrchu než Vickers. Dle tvaru indentoru je Knoop vhodnější pro malé protáhlejší oblasti a Vickers zase pro kruhové oblasti. Velikost vtisku pro jednotlivé metody při stejném zatížení a stejném zkoušeném materiálu ukazuje obrázek (Obr. 24).



Obr. 31 Porovnání zkoušek Knoop a Vickers

5 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI

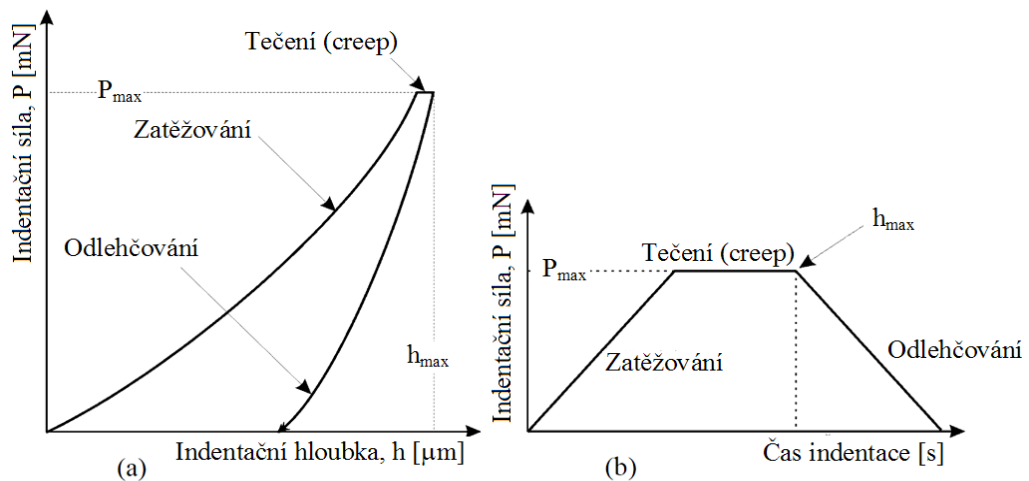
Metody měření tvrdosti, které jsme si představili v minulé kapitole, jsou používány v technické praxi i dnes, ale již nejsou dostačující pro všechny oblasti. Zvláště pak při měření mechanických vlastností tenkých vrstev bylo nutné vypracovat novou metodu, která by umožnila co nejvíce odizolovat vliv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

Podstatou této metody je, že přístroj je schopen detekovat okamžitou hloubku vtisku a hodnotu zatížení, což umožňuje podrobně sledovat průběh měření a také lépe zhodnotit jeho výsledky. Po napojení měřicího přístroje na počítač je možné sledovat okamžitě hodnoty a tyto vynášet do grafu závislosti hloubky vtisku na působícím zatížení, čímž vznikají specifické indentační křivky, které nám umožňují s velkou přesností určovat mechanické vlastnosti tenkých vrstev o tloušťce několika set nanometrů.

Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti (Depth Sensing Indentation nebo také Instrumented Indentation Testing) se začala používat v 70. letech 20. století. Poprvé se o její uvedení do praxe pokusili ruští vědci Bulychev a Alekin. Ač byli schopni sledovat okamžitou hloubku vtisku v závislosti na zatížení, nedokázali tyto hodnoty použít k výpočtu kontaktní plochy. Prvním úspěšným modelem, který se o to pokusil, byla analýza Doernera a Nixe, kteří předpokládali, že budou-li změny kontaktní plochy vzorku a indentoru při odlehčování dostatečně malé, je možné jimi použitý indentor považovat za část podstavy válce. [21]

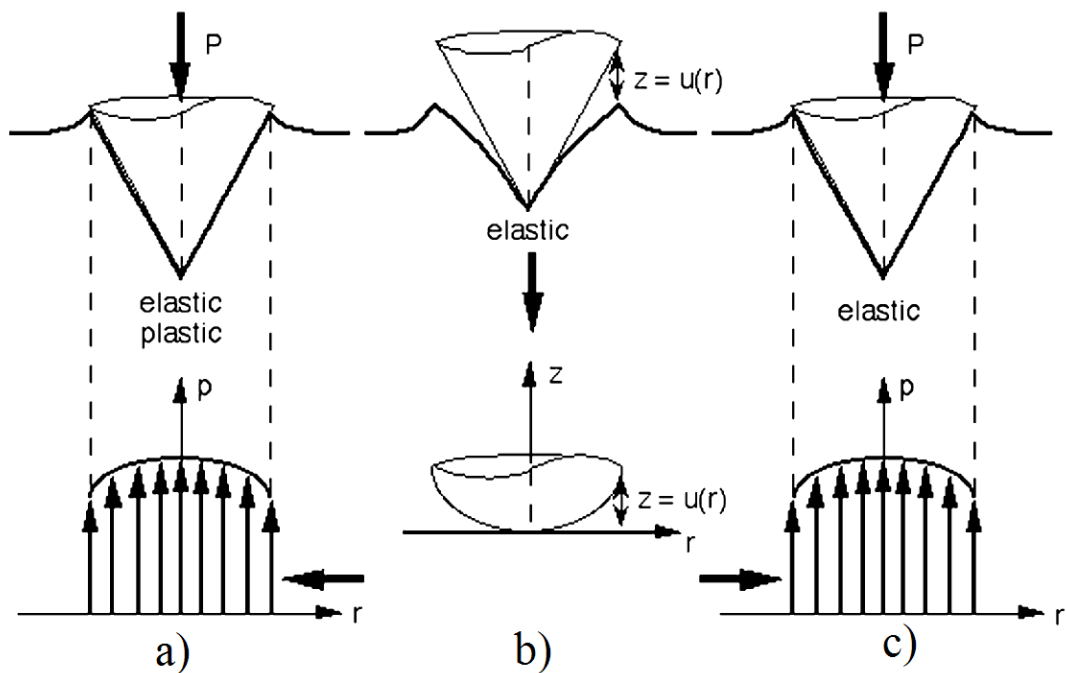
Číselná hodnota tvrdosti se obecně definuje jako podíl působící maximální velikosti síly F_{\max} a zbytkové kontaktní (styčné) plochy vtisku A_s :

$$H = \frac{F_{\max}}{A_s} \quad (12)$$



Obr. 32 Indentační křivka (a), časový diagram indentační zkoušky (b) [25]

Během zatěžování dochází k elasticko-plastické deformaci a tvar vtisku odpovídá tvaru indentoru (obr. 26 a), nicméně během odlehčování dochází k elastickému zotavení a dochází ke změně tvaru vtisku, kde tvar vtisku neodpovídá tvaru indentoru (obr. 26 b). Během opětovného zatížení se kontaktní plocha postupně zvyšuje až do plného zatížení. Při procesu opětovného zatížení a odlehčování dochází u obou procesů k elastické deformaci (obr. 26 c). [25]



Obr. 33 Průběh zatěžování a odlehčování indentoru: a) zatížení, b) odlehčení, c) opětovné zatížení [25]

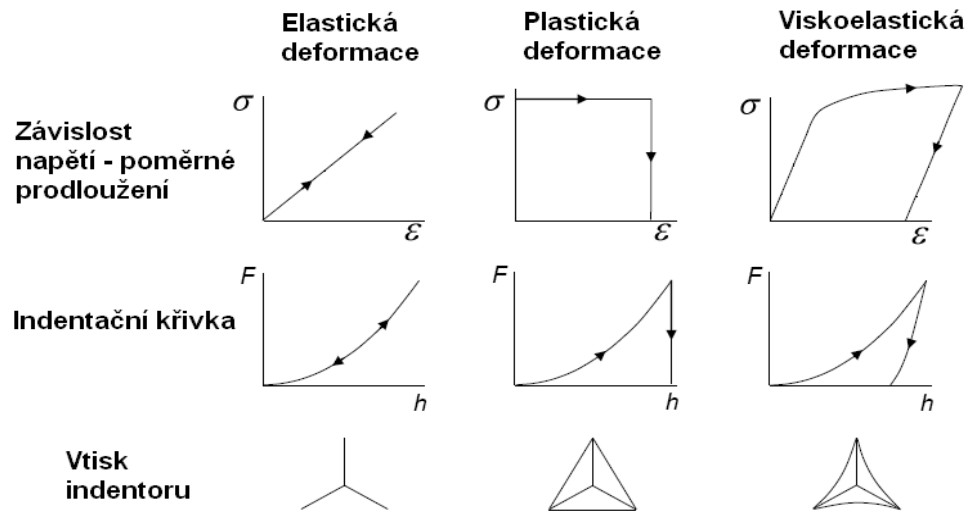
5.1 Indentační křivky

Geometrie indentoru a jeho hloubka průniku do materiálu poskytují nepřímou informaci o velikosti kontaktní plochy při plném zatížení, ze které se vypočítá průměrný kontaktní tlak a tak i tvrdost. Při odlehčování dochází k tzv. zotavování vtisku tj. materiál se „snaží“ dostat do svého původního tvaru uvolňováním elastických deformací. Zejména u kovů však k zotavení nikdy nedojde v plné míře díky již vzniklé plastické deformaci. Analýza počáteční části elastické relaxace v průběhu odlehčování tak umožňuje určit elastický modul zkoumaného materiálu. Tvary indentačních křivek, respektive křivek poddajnosti jsou si bez ohledu na použitý indentor velice podobné. [21]

Metoda DSI se v praxi používá na širokém rozmanitém množství materiálů, měkkými polymery počínaje a tvrdými uhlíkovými diamantu podobnými vrstvami. Jinými slovy odezva měřeného materiálu na indentaci je hlavním činitelem, který ovlivňuje tvar indentační křivky. Tvar indentační křivky neslouží pouze k výpočtu tvrdosti a modulu pružnosti, ale je zdrojem velmi důležitých informací, které se projeví náhodným nespojitým průběhem např. fázová transformace, trhliny a delaminace vrstvy. [21]

Avšak, obecně je nutné si uvědomit, že materiály lze rozdělit do čtyř skupin podle reakce na vnější silové působení:

- elastické,
- elasticko-plastické,
- plastické,
- viskoplastické,

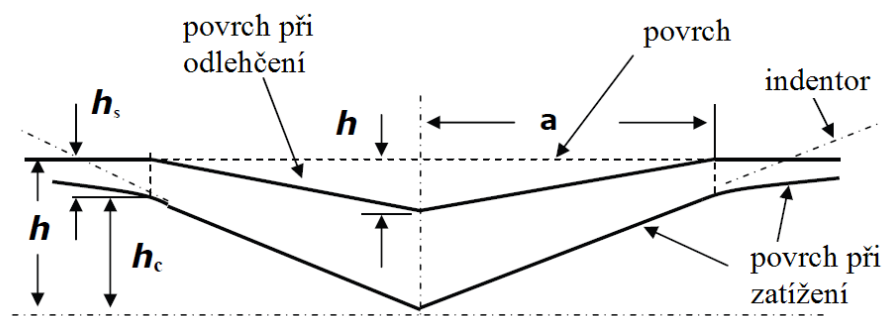


Obr. 34 Charakteristické tvary indentačních křivek pro různé materiály [25]

V případě čisté elastické odezvy na indentaci nenastává žádná plastická deformace tj. žádný viditelný zbytkový vtisk. Napětí, která indentor indukuje ve vzorku, se uloží jako elastická deformační energie, která se v průběhu odlehčování zcela uvolní. Výsledkem je, že zatěžovací a odlehčovací křivky spolu vzájemně splývají.

U materiálu čistě plastického během indentace nedochází k elastické deformaci. Jestliže uvnitř vzorku nedošlo k rozvoji elastické deformace v průběhu zatěžování, je výsledkem celého indentačního cyklu zatížení/odlehčení vtisk, jehož hloubka odpovídá hloubce při maximálně zatíženém indentoru. [21]

Většina materiálů, zejména strojírenských, reaguje na vnější zatížení elasto-plasticky a jejich indentační křivky tak tvoří střed mezi indentačními křivkami, které vytváří předchozí dvě skupiny materiálů. Zatěžující křivka, (resp. její tvar), elasto-plastického materiálu je dána jak elastickou, tak plastickou deformací indentovaného materiálu. [21]



Obr. 35 Schéma zatěžování a odlehčování [25]

5.2 Faktory ovlivňující přesnost indentačního měření

Na rozdíl od běžných zkoušek tvrdosti je podstatou Instrumentované zkoušky tvrdosti nepřímé určení hodnot tvrdosti z přesného určení hloubky průniku indentoru do měřeného vzorku. V praxi je však přesné změření hloubky indentace a zatěžující síly obtížné a výsledky tak bývají ovlivněny chybami.

Faktory ovlivňující přesnost měření lze rozdělit do 2 skupin:

- Vliv vlastností měřicího přístroje:
 - kolísání teploty,
 - určení bodu prvního dotyku indentoru,
 - tuhost měřicího přístroje,
 - geometrie indentoru,
- Vlastnosti povrchu měřeného materiálu:
 - tvar vtisku (pile-up, sink-in),
 - vliv velikosti vtisku (ISE),
 - jakost povrchu měřeného vzorku,
 - zbytkové napětí,
 - vliv substrátu,

II. PRAKTICKÁ ČÁST

6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

6.1 Cíl diplomové práce

- Cílem diplomové práce bylo studium vlivu velikosti dávky radiačního záření na vlastnosti vybraného polymerního materiálu, konkrétně PA6. Pomocí Instrumentované zkoušky tvrdosti bylo provedeno měření vzorků na přístroji Micro - Combi Tester od firmy CSM Instruments dle normy ČSN EN ISO 14577. Hlavním sledovaným parametrem je tedy mikrotvrdość, která je reprezentována veličinami vtiskové tvrdosti H_{IT} , tvrdosti dle Vickerse HV a dalšími materiálovými parametry.

- Zkušební tělesa byla ozářena zářením beta v normální atmosféře za pokojové teploty v závodě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG v pobočce Saal an der Donau. Mikrotvrdość byla u polymeru PA6 stanovena při aplikovaném zatížení 0,5 N, 1 N, 5N. Rozsah dávek záření byl stanoven v rozmezí 33kGy, 66kGy, 99kGy, 132kGy, 165kGy a 198kGy.

- Naměřená data byla statisticky vyhodnocena za účelem porovnání vlivu jednotlivých dávek ozáření na výsledné hodnoty mikrotvrdości materiálu a následně zanesena do grafů. Na konci celé práce bylo provedeno porovnání získaných hodnot u ozářených a neozářených vzorků.

6.2 Popis materiálu

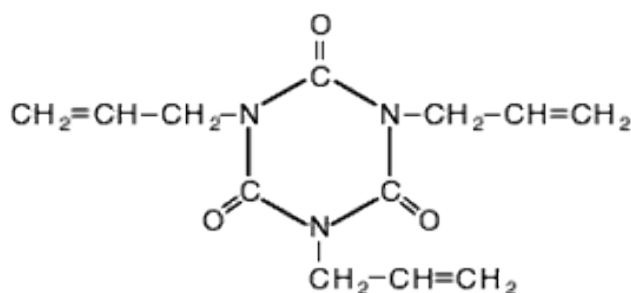
Pro experimentální část byl vybrán materiál polyamid 6, konkrétně PA 6 FRIANYL B63 VN dodaný výrobcem Frisetta. Polyamid 6 je houževnatý, odolný proti oděru a je navlhavý, proto je třeba granulát před zpracováním vysušit. Vyniká vysokou mechanickou pevností při statickém a dynamickém namáhání, nízkým tečením i při dlouhodobém zatížení a použitelností v širokém rozsahu teplot. Trvale použitelný od - 30°C do 100°C. Používá se v textilním průmyslu a vyrábějí se z něj technické dílce (ozubená kola a ovládací elementy). Dobře se zpracovává všemi běžnými způsoby (vstřikování, vytlačování, vyfukování).

Tab. 4 Specifikace PA6

vlastnost	hodnota
hustota	1,14 g.cm ⁻³
bod tání	215 – 235 °C
pevnost v tahu	65 MPa
mez kluzu v tahu	68-73 MPa
tažnost	30-50 %
E-modul pružnosti v tahu	2450 MPa
E-modul pružnosti v ohybu	2100 MPa
tvrdost (Shore D)	80 MPa

6.2.1 Síťování

Aby bylo možno tento typ materiálu modifikovat pomocí radičního síťování, je nutné dodat síťovací činidlo. V tomto případě bylo dodáno 6 objem. % TAIC (triallyl isokyanurát). Přidáním TAIC při procesu síťování polymerů (také elastomerů) lze výrazně zvýšit efektivitu zesíťování, teplotní odolnost a mechanické vlastnosti. Kvalita zesíťování se zvyšuje dodáním tří funkčních allylových skupin, pomocí trizonového jádra je vylepšena teplotní odolnost. Jiné typy polymerů mohou být vylepšeny jako kopolymery.



Obr. 36 Strukturální vzorec síťovacího činidla

6.3 Příprava zkušebních těles a použitá zařízení

Příprava zkušebních těles proběhla vstřikováním na vstřikovacích strojích firmy ARBURG typu Allrounder 420C. Parametry stroje byly nastaveny dle doporučení výrobců.

Následně pak byly zkušební vzorky odeslány k ozáření do firmy BGS.

Tab. 5 Vstřikovací parametry u PA6 neplněný

parametr	hodnota
Vstřikovací tlak	65 MPa
Dráha dávkování	20 mm
Doba chlazení	17 s
Teplota formy	70 °C
T. pod násypkou	40 °C
Teplotní pásmo 1	220 °C
Teplotní pásmo 2	250 °C
Teplotní pásmo 3	270 °C
Teplotní pásmo 4	280 °C
Teplota trysky	310 °C

6.3.1 Vstřikovací zařízení

Vstřikovací stroj ALLROUNDER 420C od firmy ARBURG je vybaven řídicím systémem SELOGICA s multiprocesorem řídicího systému, umožňující přehledné, snadné a rychlé programování a tím i jednoduché a rychlé ovládání stroje. Na obrazovce výklopného terminálu jsou přehledně zobrazovány informace z klávesnice ve formě grafických symbolů. Díky tomuto řídicímu systému může uživatel jednoduše a rychle zvládnout široké spektrum úkolů v oblasti technologie vstřikování. [32]



Obr. 37 Vstřikovací zařízení Allrounder 420C

6.3.2 Ozařování zkušebních těles

Zkušební tělesa byla ozářena zářením beta v normální atmosféře za pokojové teploty v závodě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG v pobočce Saal an der Donau. Zdrojem záření byl toroidní elektronový urychlovač Rhodotron – 10 MeV – 200 kW. Rozsah dávek záření byl stanoven na základě zkušeností z praxe industriálního ozařování v rozmezí 33 až 198 kGy. Každý průjezd pod scannerem urychlovače se rovnal dávce záření 33 kGy. Absorbovaná dávka záření byla ověřena dozimetrem a následně stanovena fotometricky na zkušebním přístroji Spectronic Genesys 5.

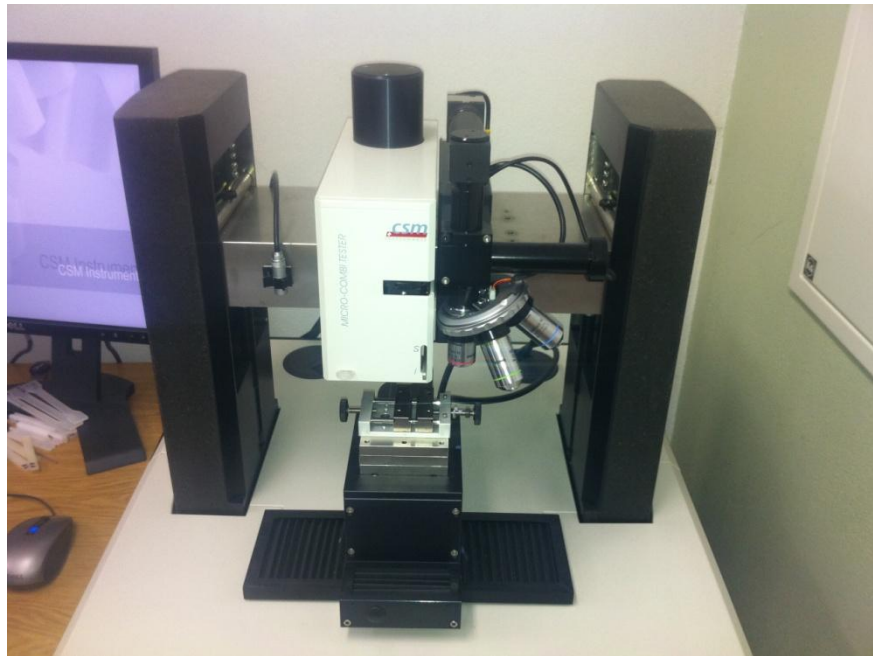


Obr. 38 Závod BGS v Saal am Donau [33]

6.4 Instrumentovaná zkouška tvrdosti

Měření Instrumentované zkoušky tvrdosti bylo provedeno na přístroji Micro - Combi Tester od firmy CSM Instruments dle normy ČSN EN ISO 14577.

Vyhodnocovaly se následující veličiny: vtisková tvrdost H_{IT} , vtiskový modul pružnosti E_{IT} , tvrdost dle Vickerse HV , creep C_{IT} , elastická část práce vtisku W_{elast} , plastická část práce vtisku W_{plast} , celková mechanická práce vtisku W_{total} a koeficient zpětné relaxace η_{IT} .

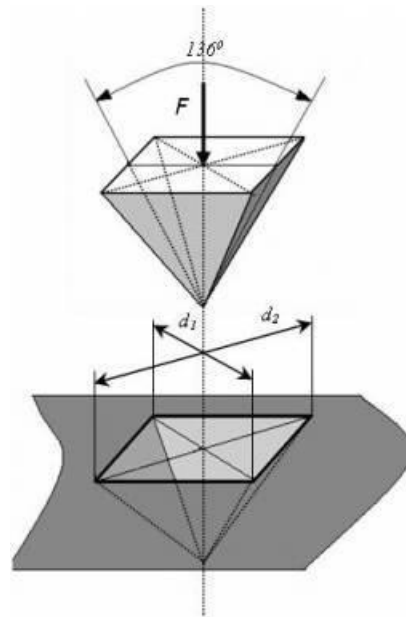


Obr. 39 Měřící zařízení Micro-Combi Tester

Zvolené parametry zkoušky:

- aplikované zatížení – 0,5 N, 1 N a 5N
- výdrž na maximálním zatížení - 90 s (mikrotvrdost),
- zatěžující a odtěžující rychlost – $1\text{N}\cdot\text{min}^{-1}$, $2\text{N}\cdot\text{min}^{-1}$ a $10\text{N}\cdot\text{min}^{-1}$
- Poissonovo číslo - 0,3.

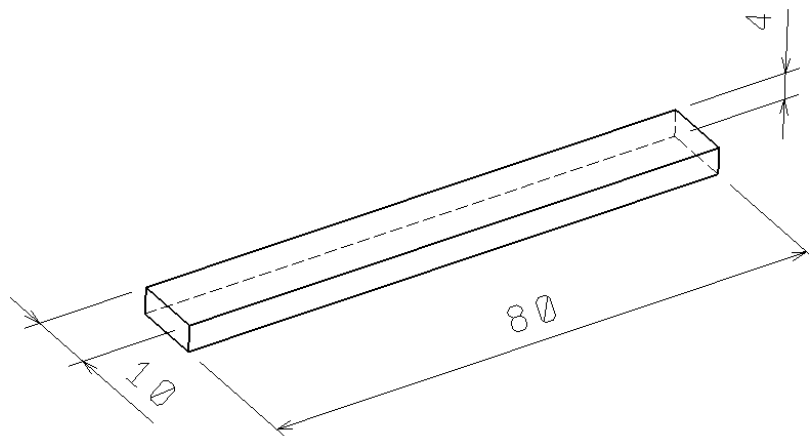
Jako vnikací tělísko byl použit čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem 136° (Vickersův indentor). Měření byla provedena metodou DSI a vyhodnocení mechanických vlastností bylo provedeno metodou Oliver & Pharr.



Obr. 40 Vnikací těleso a tvar vtisku

6.5 Zkušební těleso

Tvar a rozměry zkušebního tělesa jsou vyobrazeny na obr. 41. Rozměry vyrobeného zkušebního tělesa jsou 80 x 10 x 4 mm.



Obr. 41 Zkušební těleso

6.6 Výpočtové vztahy

Vtisková tvrdost H_{IT}

Vtisková tvrdost je mírou rezistence k trvalé deformaci nebo poškození a je definována jako maximální zatěžující síla podělená průmětem kontaktní plochy.

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \quad (13)$$

Kde: H_{IT} – vtisková tvrdost [MPa]

F_{max} – maximální zatěžující síla [N]

A_p – průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa [mm²]

Vtiskový modul E_{IT}

Vtiskový modul se může vypočítat ze směrnice tečny sloužící k výpočtu H_{IT} je srovnatelný s Youngovým modulem materiálu. Mezi E_{IT} Youngovým modulem se mohou vyskytovat významné rozdíly, pokud je vtisková deformace provázána několika jevy. Jde o nakupení materiálu pod hrotem vnikacího tělesa nebo naopak propad materiálu pod hrotem vnikacího tělesa.

$$E_{IT} = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (14)$$

Kde: E_{IT} – vtiskový modul [MPa]

ν_s – Poissonův poměr zkušebního tělesa

ν_i – Poissonův poměr vnikacího tělesa

E_i – redukovaný modul vtiskového kontaktu [MPa]

E_r – modul vnikacího tělesa [MPa]

Vtiskový tečení (*creep*) C_{IT}

Pomocí Instrumentované zkoušky tvrdosti byl studován vliv dávky záření na creepové chování testovaného polymeru. Vtiskové tečení je určeno ze závislosti indentační hloubky na čase indentace. Pokud je při konstantním zatížení změřena změna hloubky vtisku, lze vypočítat relativní změna hloubky vtisku.

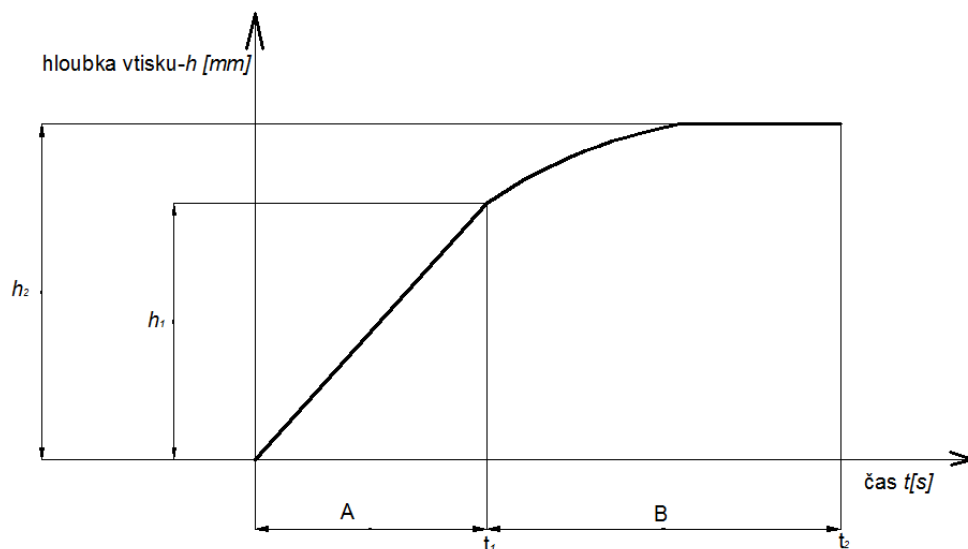
$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100 \quad (15)$$

Kde: C_{IT} – vtiskové tečení [%]

h_1 – hloubka vtisku v mm v čase t_1 , kdy je dosaženo zkušebního zatížení udržované na konstantní úrovni) [mm]

h_2 – hloubka vtisku v mm v čase t_2 , výdrže na konstantní úrovni zkušebního tělesa [mm]

Část A zobrazuje zkušební zatížení a část B zkušební zatížení na konstantní úrovni kdy je h_2 hloubka vtisku v čase t_2 , při výdrži na dosaženém maximálním zkušebním zatížení. (obr. 42)



Obr. 42 Vyjádření vtiskového tečení (*creep*)

Celková mechanická práce W_{total}

Celková práce W_{total} spotřebovaná v průběhu indentačního cyklu je rovna ploše pod zatěžovací křivkou. Plocha mezi zatěžovací a odlehčovací křivkou udává nevratnou plastickou práci W_{plast} a plocha pod odlehčovací křivkou vratnou elastickou práci W_{elast} .

$$W_{total} = W_{plast} + W_{elast} \quad (16)$$

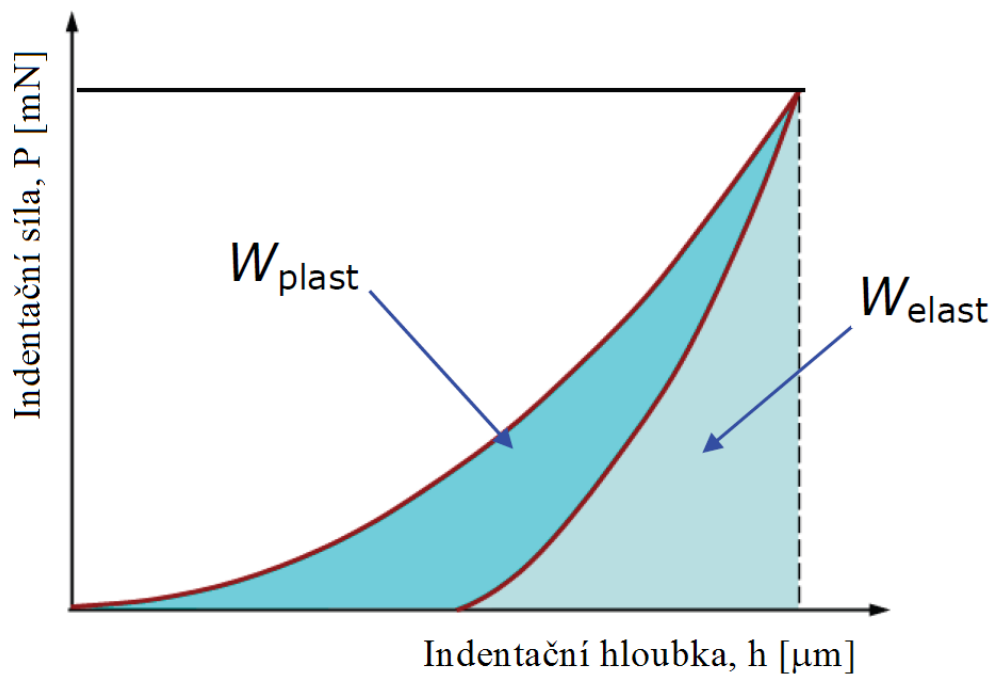
$$\eta_{IT} = \frac{W_{elast}}{W_{total}} \cdot 100 \quad (17)$$

Kde: η_{IT} – koeficient zpětné relaxace [%]

W_{plast} – deformační práce plastická [J]

W_{elast} – pružná zpětná deformační práce vnikacího procesu [J]

W_{total} – celková deformační práce [J]



Obr. 43 Indentační křivka

7 ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT

Při vlastním měření bylo provedeno vždy 10 měření pro neozařené vzorky a taktéž 10 měření pro ozařené vzorky šesti různými velikostmi dávek ozáření. Pro zjištění závislosti velikosti zatěžující síly na hloubce penetrace vnikacího tělesa byly zvoleny tři různé velikosti zatěžující síly 0,5N, 1N a 5N. Hlavním důvodem volby většího počtu zatížení byla možnost porovnat větší množství získaných dat.

Tab. 6 Ukázka naměřených dat

Měření č. 1		
PA6, zatížení 0,5N, ozáření 0 kGy		
t (s)- čas	Pd (nm) – hloubka penetrace	Fn (N)- zatěžující síla
0,1538	23,0666	0,0088
0,3076	48,6197	0,2177
0,4614	64,3036	0,2062
0,6152	172,408	0,574
0,769	743,0962	3,2693
0,9228	1244,343	6,1578
1,0766	1610,549	8,8276
1,2304	1889,961	11,5104
1,3842	2143,924	13,9648
1,538	2384,598	16,6207
1,6918	2608,449	19,1441
1,8456	2828,475	21,7549
1,9994	3046,266	24,3645
2,1532	3242,899	26,8644
2,307	3451,993	29,5874
2,4608	3630,41	32,0208
.	.	.
.	.	.

Z měřicího zařízení Micro-Combi Tester od CMS Instrument byla pomocí jeho vyhodnocovacího programu získána data, která byla následně exportována do programu MS Excel. Získaná data jsou vyjádřena v tab. 6. Dále program vyhodnocoval námi sledované hodnoty jako vtiskovou tvrdost H_{IT} , vtiskový modul pružnosti E_{IT} , tvrdost dle Vickerse HV ,

creep C_{IT} , elastickou část práce vtisku W_{elast} , plastickou část práce vtisku W_{plast} , celkovou mechanickou práci vtisku W_{total} a koeficient zpětné relaxace η_{IT} . Výsledky měření byly zpracovány do tabulek a grafů. Tabulky obsahují průměrné hodnoty ze souboru měření, ty jsou vyneseny do grafů společně s chybovými úsečkami, které reprezentují kladnou a zápornou směrodatnou odchylku.

Aritmetický průměr:

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

Směrodatná odchylka:

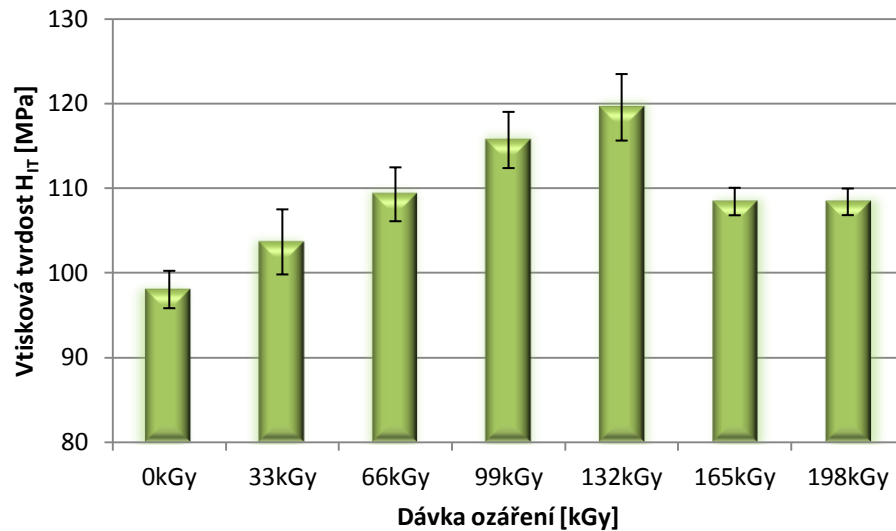
$$s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (19)$$

7.1 Zkušební zatížení 0,5N

Tab. 7 Naměřené hodnoty pro zatížení 0,5N

	H_{IT} (MPa)	E_{IT} (GPa)	HV	C_{IT} (%)	W_{elast} (mJ)	W_{plast} (mJ)	W_{total} (mJ)	η_{IT} (%)
0kGy	98,0065	2,12573	9,25051	13,158	1,079608	2,403548	3,483156	31,06
33kGy	103,6334	2,09892	9,78151	13,001	1,1411509	2,290281	3,431432	33,27
66kGy	109,258	2,02175	10,31248	13,713	1,2418477	2,338013	3,579861	34,71
99kGy	115,673	2,15676	10,91824	13,972	1,13464	2,355160	3,489801	32,56
132kGy	119,533	2,2068	11,28222	13,781	1,135196	2,289568	3,424764	33,19
165kGy	108,403	2,00011	10,23157	13,005	1,184499	2,318646	3,503145	33,85
198kGy	108,367	2,03733	10,2284	13,313	1,175222	2,389521	3,564743	32,99

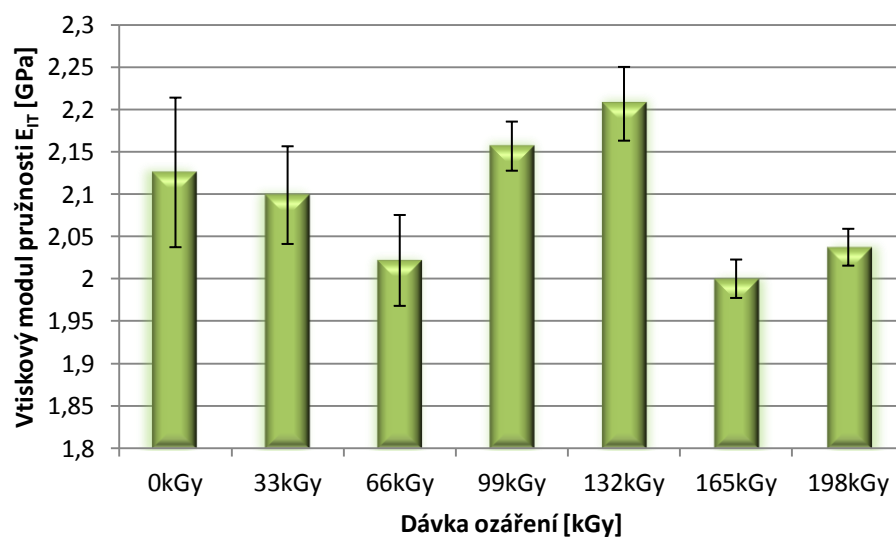
7.1.1 Vyhodnocení vtiskové tvrdosti H_{IT} pro zatížení 0,5 N



Obr. 44 Vtisková tvrdost H_{IT} při zatížení 0,5N

Z obrázku 44 je zřejmé, že nejnižší hodnotu vtiskové tvrdosti H_{IT} vykazuje neozářený vzorek, a to 98,007 MPa. Nejvyšší hodnotou 119,533 MPa disponuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy. Vyšší dávky záření můžou mít za následek degradaci materiálu, což je způsobeno poklesem tvrdosti. Podíl nárůstu tvrdosti u ozářeného vzorku dávkou záření 132 kGy a neozářeného vzorku činí 22%.

7.1.2 Vyhodnocení modulu pružnosti E_{IT} pro zatížení 0,5 N

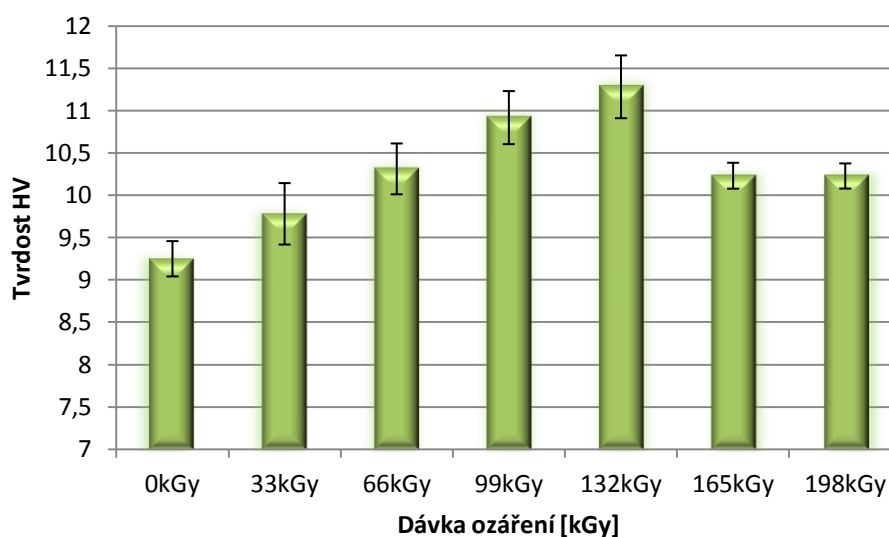


Obr. 45 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zatížení 0,5N

Mezi velmi důležité mechanické vlastnosti určované u polymerních materiálů je modul pružnosti v tahu. Pomocí metody DSI je možné získat vtiskový modul, který odpovídá modulu pružnosti.

Vtiskový modul pružnosti E_{IT} dosahuje nejvyšší hodnoty 2,207 GPa u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Nejnižší hodnota odpovídá vzorku s ozářením 165 kGy, konkrétně 2,000 GPa.

7.1.3 Vyhodnocení tvrdosti dle Vickerse HV pro zatížení 0,5 N

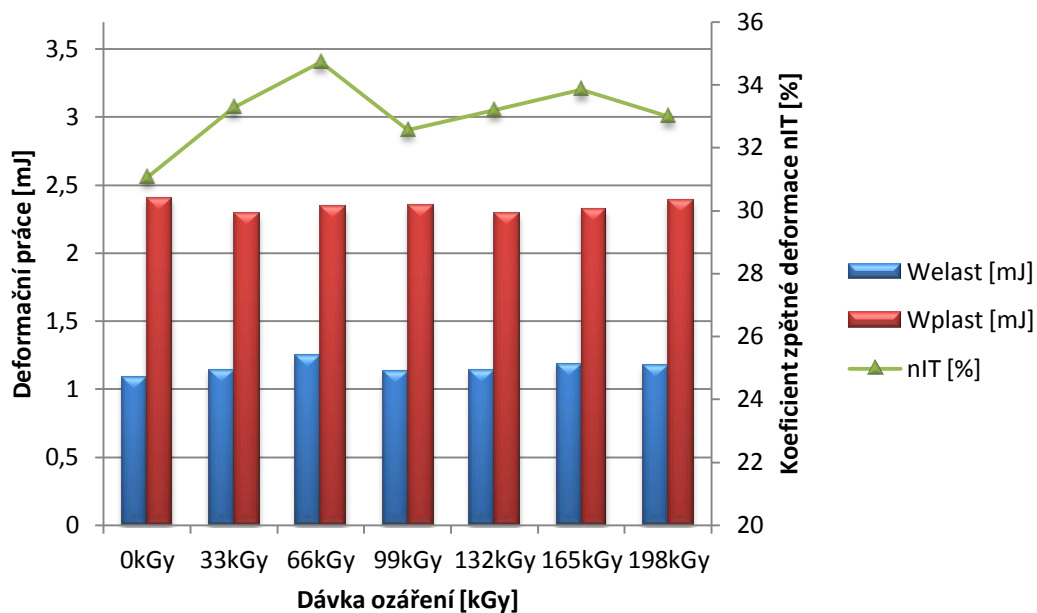


Obr. 46 Tvrdość dle Vickerse HV při zatížení 0,5N

Pomocí Instrumentované zkoušky tvrdosti je možné určit hodnotu Vickersovi tvrdosti, která je velmi často používána pro řadu konstrukčních materiálů.

Nejvyšší hodnota tvrdosti 11,282 HV dle Vickerse byla naměřena u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Nejnižší hodnota tvrdosti byla oproti tomu u neozářeného vzorku, konkrétně 9,251 HV. Stejně jako u vtiskové tvrdosti H_{IT} . Nárůst tvrdosti u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy oproti neozářenému vzorku je 22 %.

7.1.4 Porovnání složek deformační práce pro zatížení 0,5 N



Obr. 47 Elastická a plastická část deformační práce při zatížení 0,5N

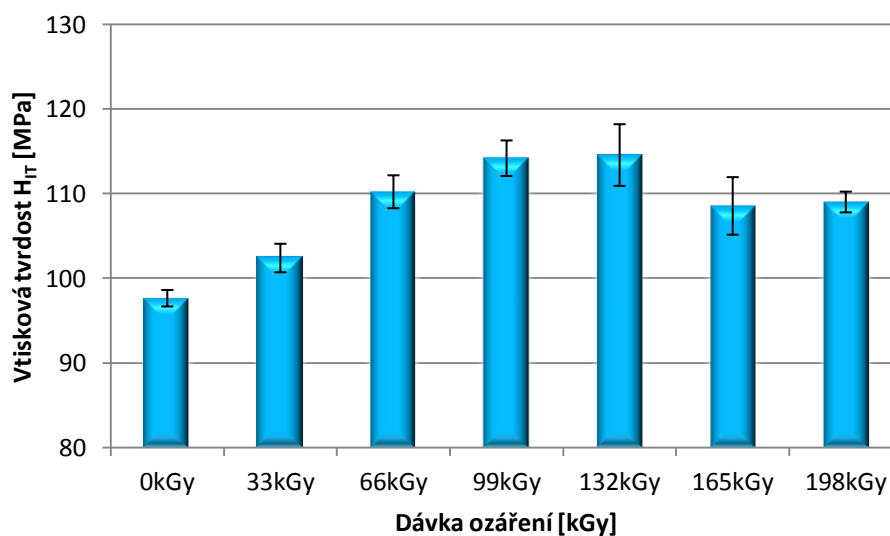
Nejvyšších hodnot složek deformační práce bylo dosaženo u neozářených vzorků, jak je vidět na obr. 47. Nejnižších hodnot bylo dosaženo u vzorků ozářených dávkami 132 kGy. Dle získaných výsledků, lze usoudit, že ozáření vzorků způsobuje snížení hodnot plastické části, zatímco u elastické složky dochází se zvýšení hodnot deformační práce. Další parametr ke zkoumání slouží koeficient zpětné deformace η_{IT} . Hlavní vypovídající hodnotou η_{IT} je možnost posoudit především povrchovou strukturu ozářených vzorků PA6. Nejvyšší hodnoty byly naměřeny pro dávky ozáření 66 kGy, nejnižší hodnoty pak pro neozářené vzorky.

7.2 Zkušební zatížení 1N

Tab. 8 Naměřené hodnoty pro zatížení 1N

	H_{IT} (MPa)	E_{IT} (GPa)	HV	C_{IT} (%)	W_{elast} (mJ)	W_{plast} (mJ)	W_{total} (mJ)	η_{IT} (%)
0kGy	97,6423	2,12452	9,21608	12,780	3,03997	6,451098	9,49106	32,06
33kGy	102,3929	2,07844	9,66431	14,072	3,25661	6,79636	10,05297	32,39
66kGy	110,222	2,09818	10,4034	12,668	3,36015	6,26574	9,625895	34,915
99kGy	114,184	2,21342	10,7774	13,250	3,16191	6,31195	9,47387	33,394
132kGy	114,558	2,21278	10,81264	13,657	3,09881	6,52837	9,62718	32,228
165kGy	108,5459	2,05727	10,2451	13,427	3,26390	6,43442	9,69832	33,663
198kGy	109,01	2,0865	10,28903	12,744	3,26994	6,54235	9,81228	33,333

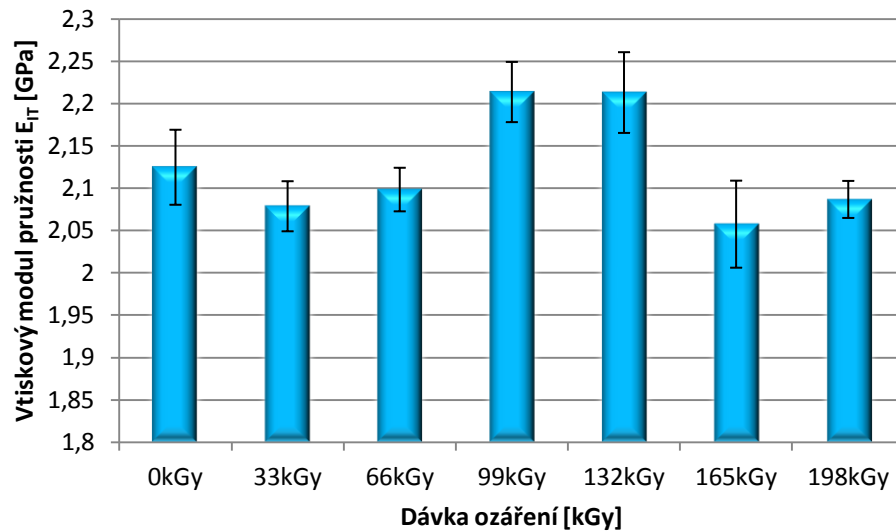
7.2.1 Vyhodnocení vtiskové tvrdosti H_{IT} pro zatížení 1 N



Obr. 48 Vtisková tvrdost H_{IT} při zatížení 1N

Z obrázku 48 je zřejmé, že nejnižší hodnotu vtiskové tvrdosti H_{IT} vykazuje neozářený vzorek, a to 97,6423 MPa. Nejvyšší hodnotou 114,558 MPa disponuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy. Opět lze vidět, že při použití vyšší dávky záření dochází k degradaci materiálu a následnému poklesu tvrdosti. Nárůst vtiskové tvrdosti u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy oproti neozářenému vzorku je 17 %.

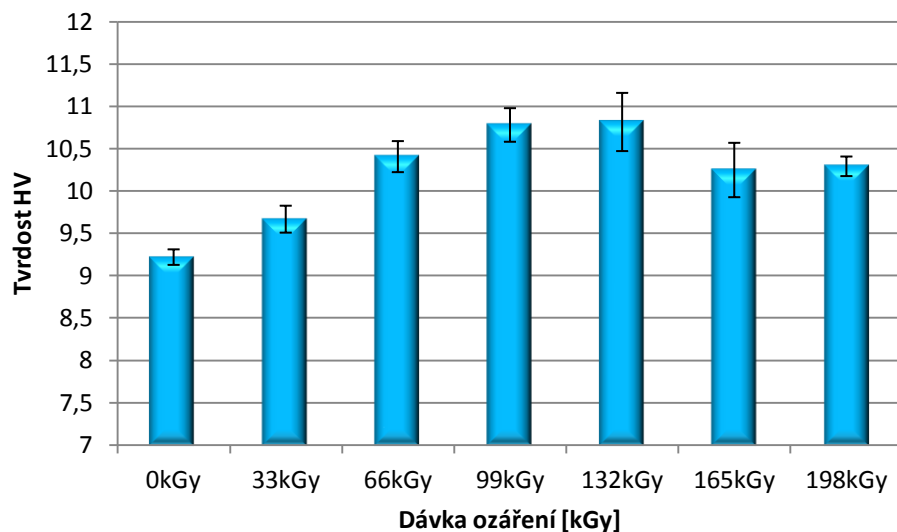
7.2.2 Vyhodnocení modulu pružnosti E_{IT} pro zatížení 1 N



Obr. 49 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zatížení 1N

Vtiskový modul pružnosti E_{IT} dosahuje nejvyšší hodnoty 2,213 GPa u vzorku s dávkou ozáření 99 kGy. Nejnižší hodnota odpovídá vzorku s ozářením 165 kGy, konkrétně 2,057 GPa.

7.2.3 Vyhodnocení tvrdosti dle Vickerse HV pro zatížení 1 N

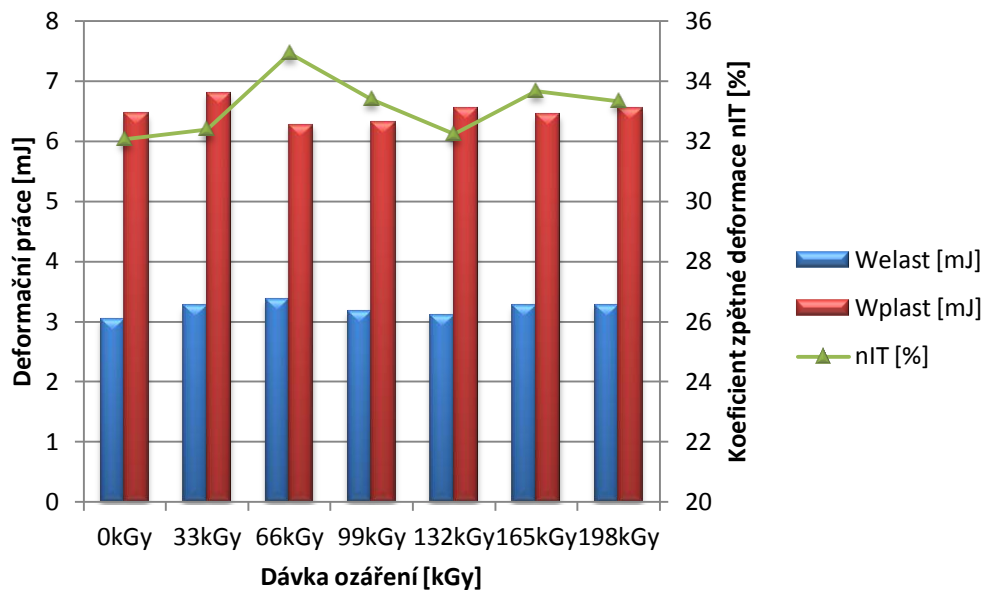


Obr. 50 Tvrdość dle Vickerse HV při zatížení 1N

Nejvyšší hodnota tvrdosti 10,813 HV dle Vickerse byla naměřena u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Nejnižší hodnota tvrdosti byla oproti tomu u neozářeného vzorku, kon-

krétně 9,216 HV. Opět stejně jako u vtiskové tvrdosti H_{IT} . Tvrdost dle Vickerse tedy dosahuje nejvyšších hodnot u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy, což je o 17% více než u neozařeného vzorku.

7.2.4 Porovnání složek deformační práce pro zatížení 1 N



Obr. 51 Elastická a plastická část deformační práce při zatížení 1N

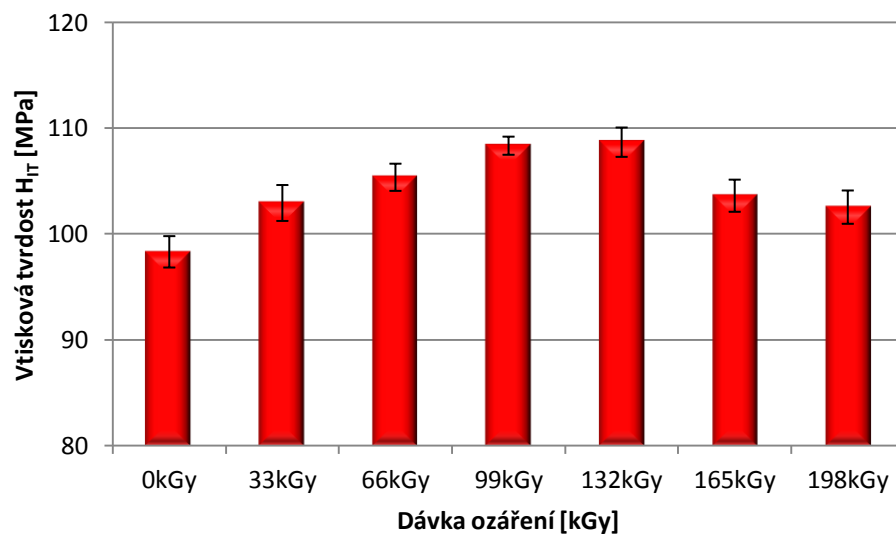
Nejvyšších hodnot složek deformační práce bylo dosaženo u vzorků ozářených dávkou záření 33 kGy, jak je vidět na obr. 51. Nejnižších hodnot bylo dosaženo u vzorků ozářených dávkami 66 kGy. Dle získaných výsledků, lze usoudit, že v případě ozáření dávkami 33 kGy, 132 kGy a 198 kGy jsou hodnoty plastické části deformační práce vyšší než u neozařených vzorků. V případě elastické složky dochází se zvýšení hodnot deformační práce ve všech případech dávek ozáření oproti neozařeným vzorkům. Dále lze vypožorovat, že jak část plastická, tak část elastická se více než zdvojnásobila v porovnání s aplikovaným zatížením 0,5 N. Dalším parametrem ke zkoumání je koeficient zpětné deformace η_{IT} . Hlavní vypovídající hodnotou η_{IT} je možnost posoudit především povrchovou strukturu ozářených vzorků PA6. Nejvyšší hodnoty byly naměřeny stejně jako u zatížení 0,5 N pro dávky ozáření 66 kGy, nejnižší hodnoty pak pro neozařené vzorky.

7.3 Zkušební zatížení 5N

Tab. 9 Naměřené hodnoty pro zatížení 5N

	H_{IT} (MPa)	E_{IT} (GPa)	HV	C_{IT} (%)	W_{elast} (mJ)	W_{plast} (mJ)	W_{total} (mJ)	η_{IT} (%)
0kGy	98,3114	2,07949	9,27917	12,486	34,4551	73,6878	108,1429	31,86
33kGy	102,9276	2,12652	9,71476	13,402	34,8009	75,5653	110,3662	31,537
66kGy	105,355	2,08224	9,94398	14,291	36,8669	74,6529	111,5197	33,059
99kGy	108,341	2,23385	10,22583	13,573	34,8430	72,9336	107,7766	32,329
132kGy	108,673	2,23248	10,25695	13,359	34,5993	72,6853	107,2846	32,253
165kGy	103,613	2,12443	9,77962	13,235	35,9241	72,5371	108,4612	33,124
198kGy	102,5346	2,13884	9,67774	12,599	34,8310	70,5119	105,3429	33,069

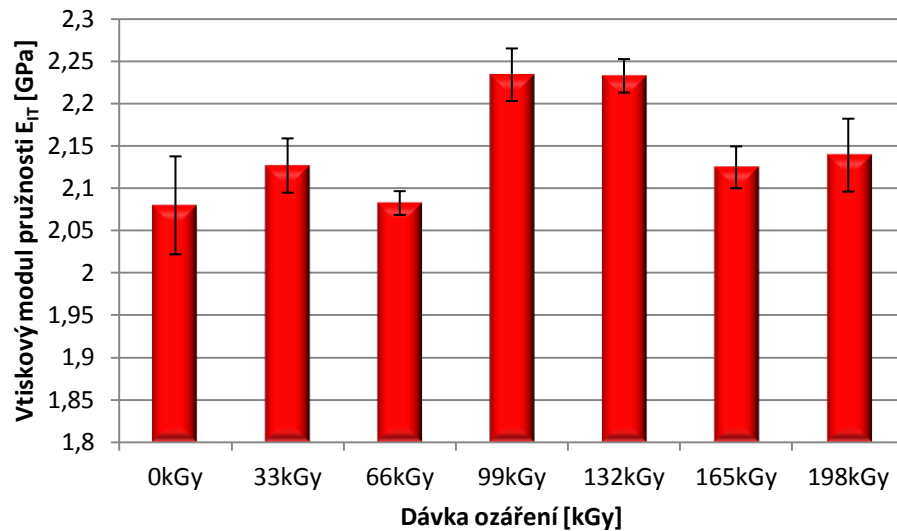
7.3.1 Vyhodnocení vtiskové tvrdosti H_{IT} pro zatížení 5 N



Obr. 52 Vtisková tvrdost H_{IT} při zatížení 5N

Z grafu (Obr. 52) je zřejmé, že nejnižší hodnotu vtiskové tvrdosti H_{IT} vykazuje opět neozářený vzorek, a to 98,314 MPa. Nejvyšší hodnotou 108,673 MPa disponuje vzorek s dávkou ozáření 132 kGy. Při porovnání s neozářeným vzorkem je vtisková tvrdost vyšší o 10%.

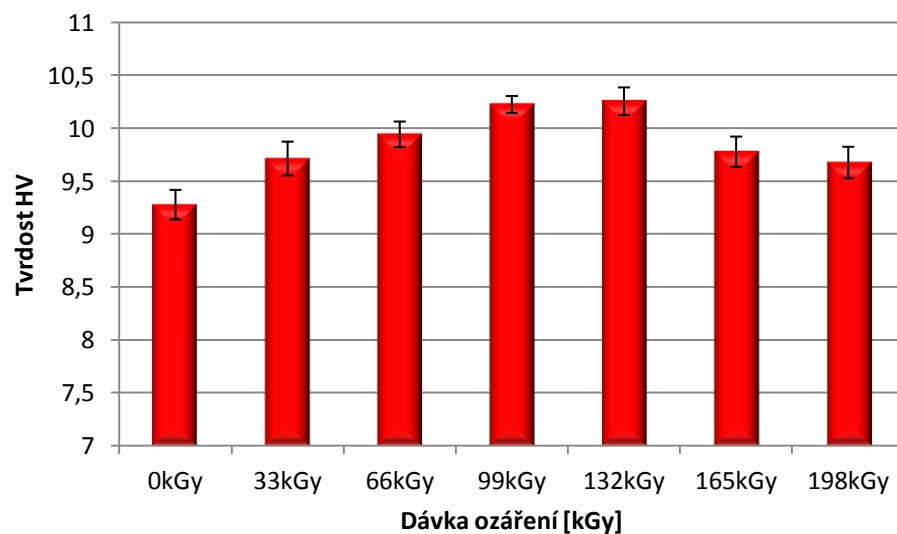
7.3.2 Vyhodnocení modulu pružnosti E_{IT} pro zatížení 5 N



Obr. 53 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zatížení 5N

Vtiskový modul pružnosti E_{IT} dosahuje nejvyšší hodnoty 2,23385 GPa u vzorku s dávkou ozáření 99 kGy. Nejnižší hodnota odpovídá neozářenému vzorku, konkrétně 2,07949 GPa. Jako nejvhodnější dávka ozáření pro modifikovaný materiál PA6 se tedy jeví dávka ozáření o velikosti 99 kGy.

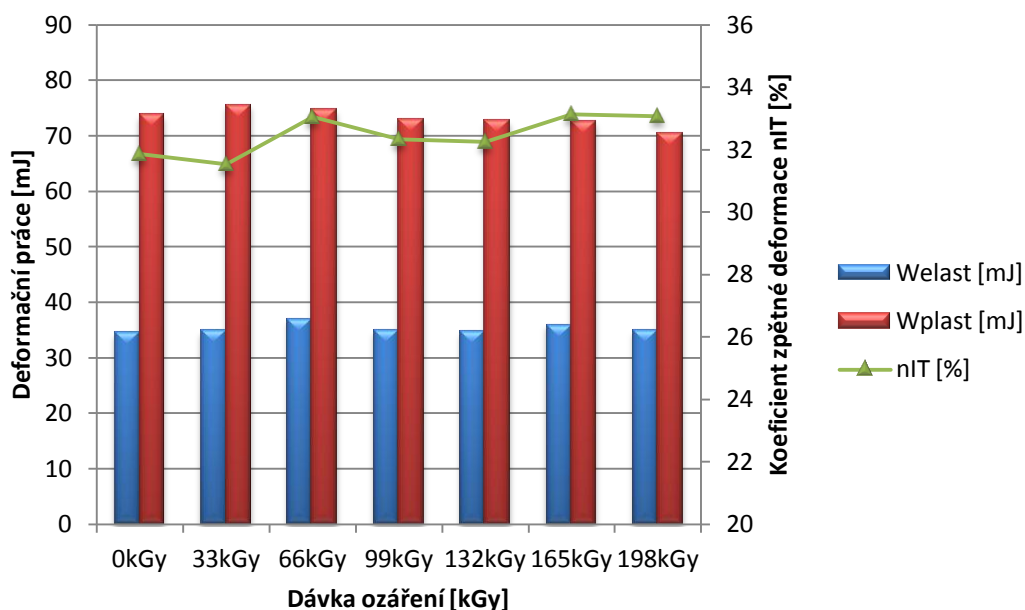
7.3.3 Vyhodnocení tvrdosti dle Vickerse HV pro zatížení 5 N



Obr. 54 Tvrdość dle Vickerse HV při zatížení 5N

Nejvyšší hodnota tvrdosti 10,25695 HV dle Vickerse byla naměřena u vzorku s dávkou ozáření 132 kGy. Nejnižší hodnota tvrdosti byla oproti tomu opět u neozářeného vzorku, konkrétně 9,2792 HV. Zvýšení tvrdosti je zhruba o 11% ve srovnání s neozářeným vzorkem.

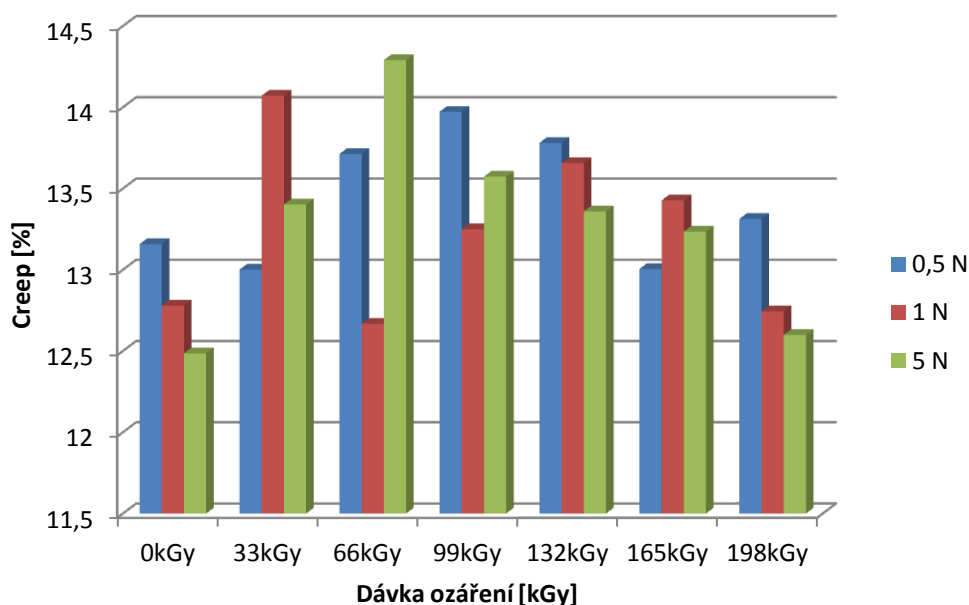
7.3.4 Porovnání složek deformační práce pro zatížení 5 N



Obr. 55 Elastická a plastická část deformační práce při zatížení 5N

Nejvyšších hodnot složek deformační práce bylo dosaženo u vzorků ozářených dávkou záření 33 kGy, jak je vidět na obr. 55. Nejnižších hodnot bylo dosaženo u vzorků ozářených dávkami 198 kGy. V případě elastické složky W_{elast} dochází se zvýšení hodnot deformační práce ve všech případech dávek ozáření oproti neozářeným vzorkům. Dále lze vypořádat, že hodnota části plastické W_{plast} se od dávky ozáření 90 kGy snižuje. Dalším parametrem ke zkoumání je koeficient zpětné deformace η_{IT} . Hlavní vypovídající hodnotou η_{IT} je možnost posoudit povrchovou strukturu ozářených vzorků PA6. Nejvyšší hodnoty byly naměřeny u aplikovaného zatížení 0,5 N pro dávky ozáření 165 kGy, nejnižší hodnoty pak pro vzorky s ozářením 33 kGy.

7.4 Vtiskové tečení C_{IT} (creep)



Obr. 56 Hodnoty creepu pro různá zatížení a dávky ozáření

Měření mikrotvrdomosti nám umožňuje vyhodnotit i vtiskové tečení C_{IT} (creep). Creep (tečení materiálu) je tendence polymeru k pomalému neustálému pohybu molekul a deformaci tělesa pod vlivem zatížení. Metoda DSI umožňuje během pár minut změřit hodnoty vtiskového tečení, které běžnými způsoby trvá v řádech desítek hodin. Creep se projevuje postupným propadáním indentoru při dosaženém zkušebním zatížení. Rozdíl hloubky po dosažení zkušebního zatížení se po době výdrže na tomto zatížení udává hodnotou creepu. Nejnižší hodnoty creepu bylo dosaženo u neozářeného vzorku s aplikovaným zatížením 5 N, kde lze z (Obr. 56) usoudit, že od dávky ozáření 66 kGy, která dosahuje nejvyšší hodnoty, dochází ke snižování se zvyšováním dávky ozáření. Pro bližší zjištění creepového chování by bylo vhodné provést specializované zkoušky (také při různých teplotách).

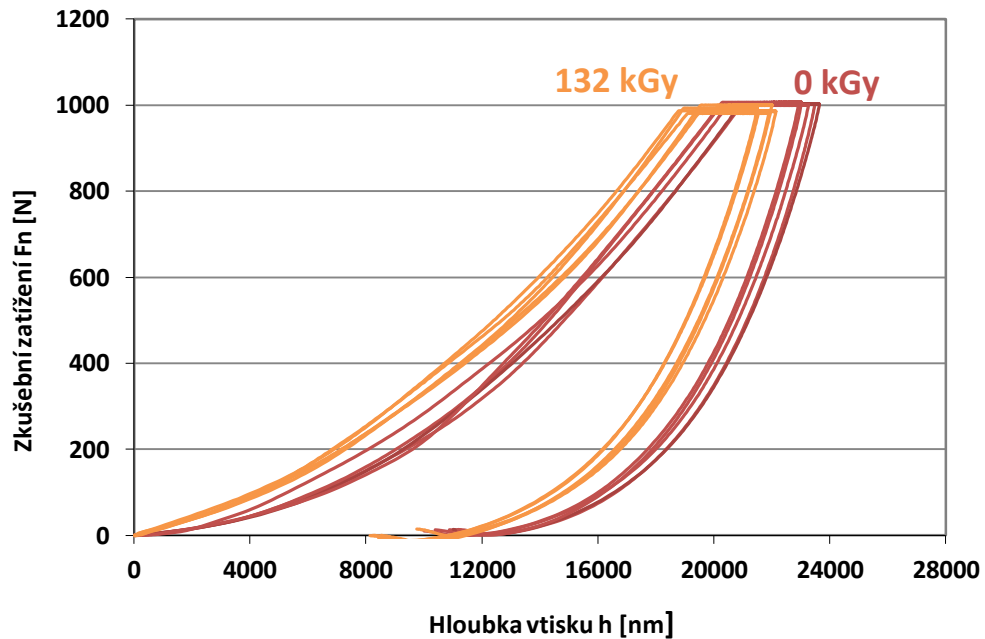
7.5 Shrnutí výsledků

Praktická část této práce byla zaměřena na měření mikrotvrdomosti modifikovaného polyamidu 6. Měření probíhalo pomocí instrumentované zkoušky tvrdosti DSI při třech zkušebních zatíženích, a to 0,5 N, 1 N a 5 N. Zkušební vzorky byly modifikovány elektronovým β zářením o dávkách ozáření 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy a 198 kGy.

Při vyhodnocování se jeví pro zkušební tělesa jako nejvhodnější zvolené ozařování s dávkou 132 kGy.

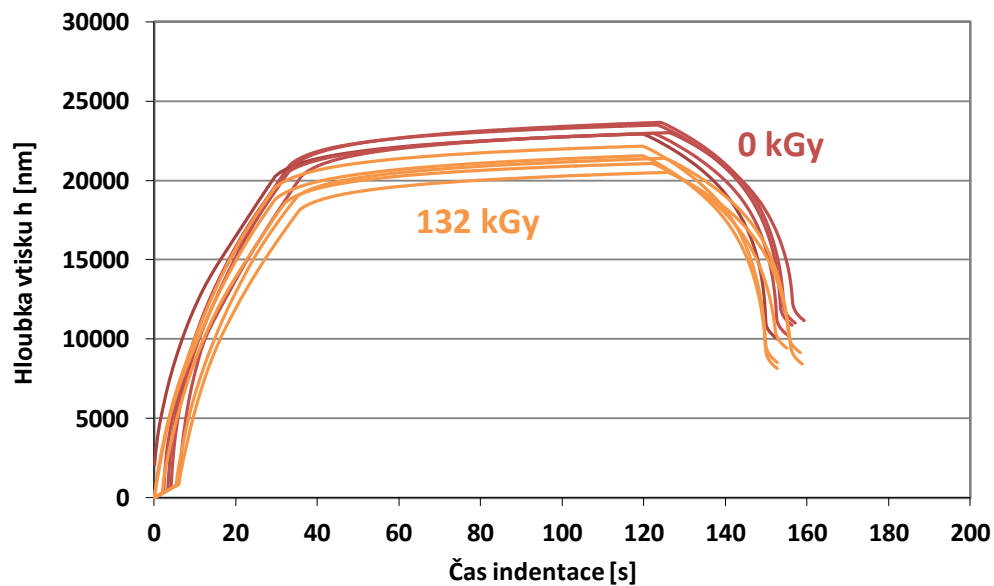
Závislost zkušebního zatížení na hloubce vtisku

Metoda DSI umožňuje doplnit naměřená data tvrdosti ještě o závislost zkušebního zatížení na hloubce vtisku (indentační křivka) a závislosti hloubky vtisku na čase. Průběh indentačních křivek pro případ zatížení $F_{\max}=1$ N je zobrazen na (Obr. 57) a (Obr. 58) níže.



Obr. 57 Vztah mezi zkušebním zatížením a hloubkou vtisku (0 kGy, 132 kGy)

Vztah mezi zkušebním zatížením a hloubkou vtisku je důkazem vlivu ozařování na změnu mechanických vlastností (v povrchových vrstvách materiálu). Neozářené vzorky vykazují menší hodnoty tvrdosti, zvětšuje se hloubka vtisku do povrchu zkoušeného materiálu. V porovnání se vzorky ozářenými dávkou 132 kGy, vykazují větší hloubku vtisku, z čehož lze usoudit vyšší hodnoty tvrdosti u ozářených vzorků a také předpokládat i vyšší odolnost povrchových vrstev PA6 vůči otěru. Při zatěžování se materiál chová plasticky a během odlehčování dochází k elastickému zotavení.

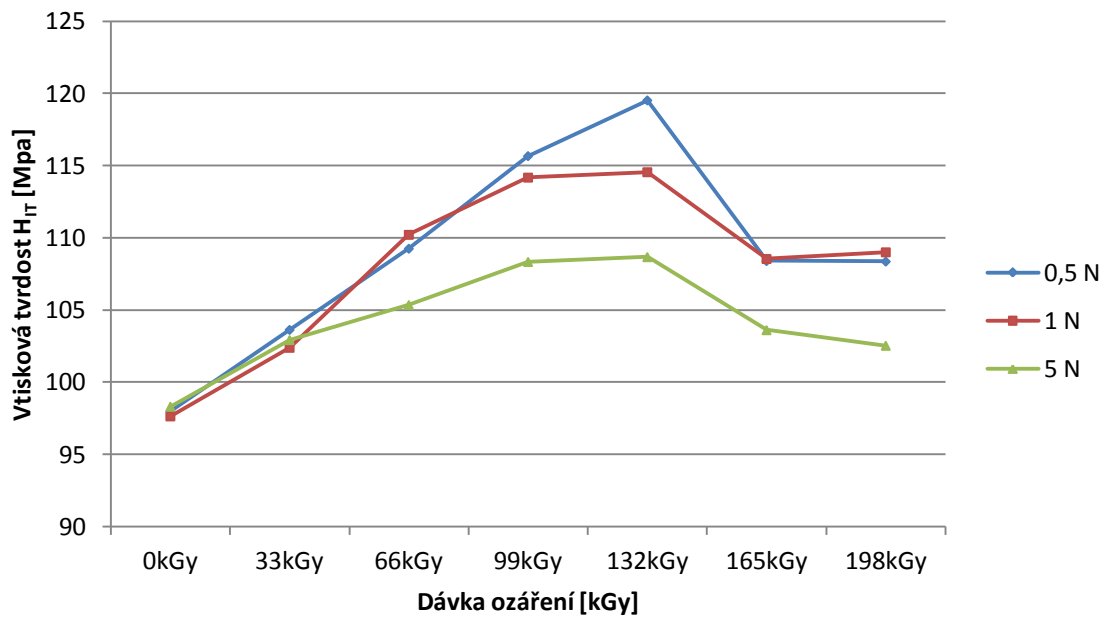


Obr. 58 Závislost hloubky vtisku na čase pro vzorky (0 kGy, 132 kGy)

Na obrázku (Obr. 58) je patrná závislost hloubky vtisku na čase. Z počátku je vidět mírný nárůst hloubky vtisku, to je způsobeno velmi pozvolným náběhem zatížení. Projevuje se zde opět vyšší hodnota mikrotvrlosti u ozářených vzorků posunem křivky k menším hodnotám hloubky vtisku. Tyto indentační křivky slouží k určení creepového chování.

Srovnání vtiskové tvrdosti H_{IT} pro různá zkušební zatížení

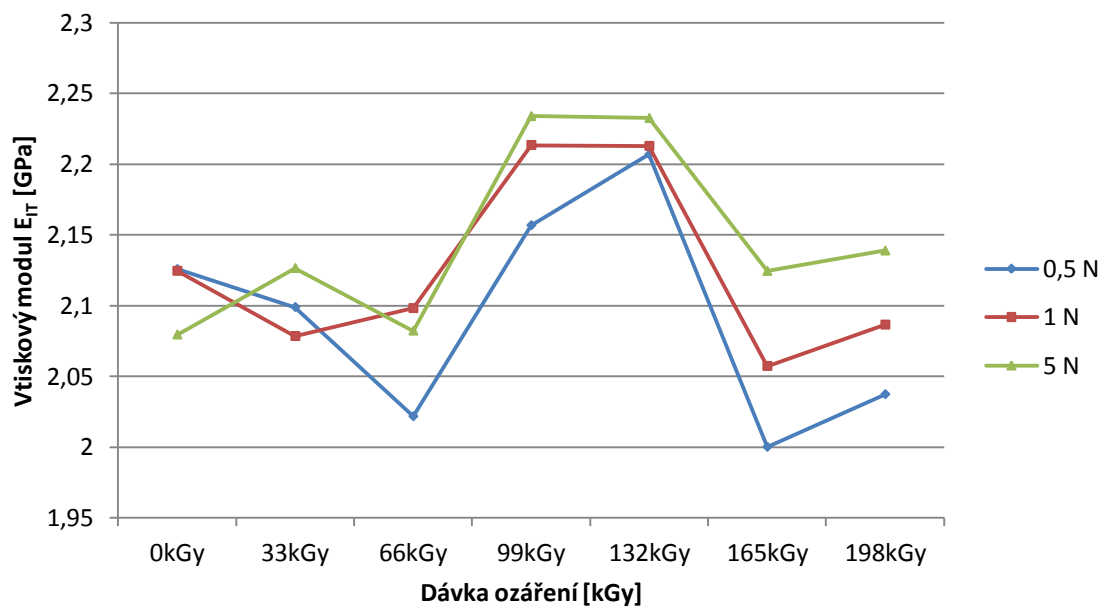
Při porovnání hodnot vtiskové tvrdosti pro různá zatížení a různé dávky ozáření vzorků je zřetelné, že nejvyšších hodnot bylo shodně dosaženo ve všech třech případech maximálního zatížení u vzorků PA6 ozářených dávkami 132 kGy. Při aplikaci vyšších dávek záření dochází ke snížení hodnot vtiskové tvrdosti ve všech případech zatížení s výjimkou zatížení $F_{\max}=1\text{N}$, kdy při ozáření dávkou 198 kGy dojde k mírnému zvýšení hodnot vtiskové tvrdosti.



Obr. 59 Srovnání vtiskové tvrdosti H_{IT}

Srovnání vtiskového modulu E_{IT} pro různá zkušební zatížení

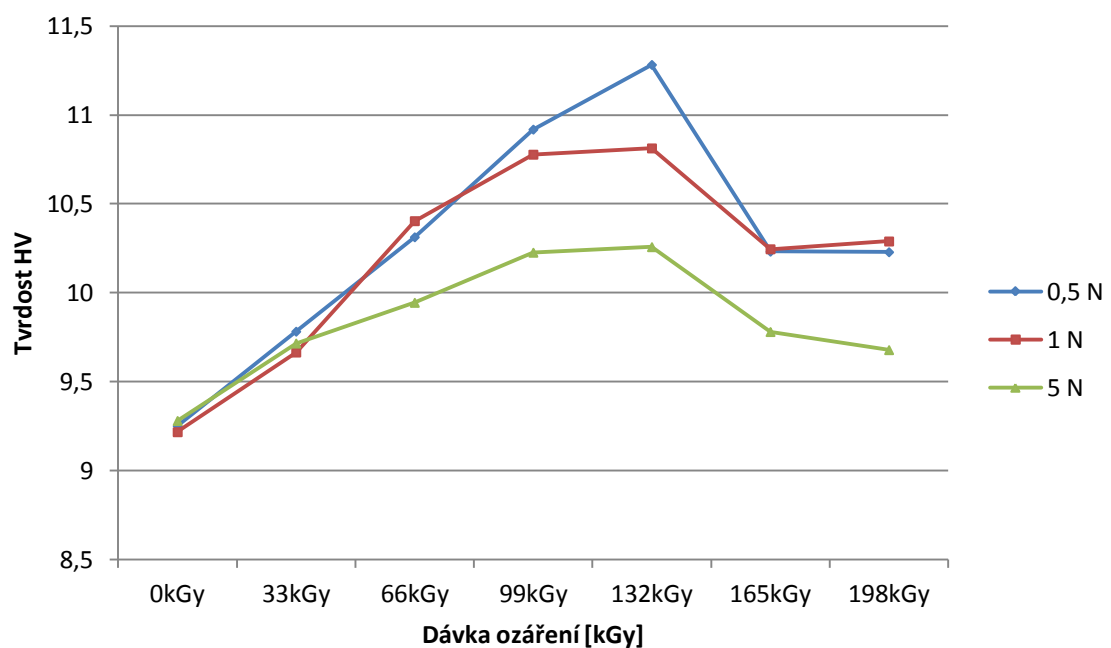
Porovnáním hodnot vtiskového modulu je opět zřejmé, že neoptimálnějších hodnot dosahují vzorky s ozáření 132 kGy u všech aplikovaných zatížení. Po následné aplikaci vyššími hodnotami znovu dochází k výraznému poklesu hodnot vtiskového modulu stejně jako u vtiskové tvrdosti H_{IT} .



Obr. 60 Srovnání vtiskového modulu E_{IT}

Srovnání tvrdosti dle Vickerse HV pro různá zkušební zatížení

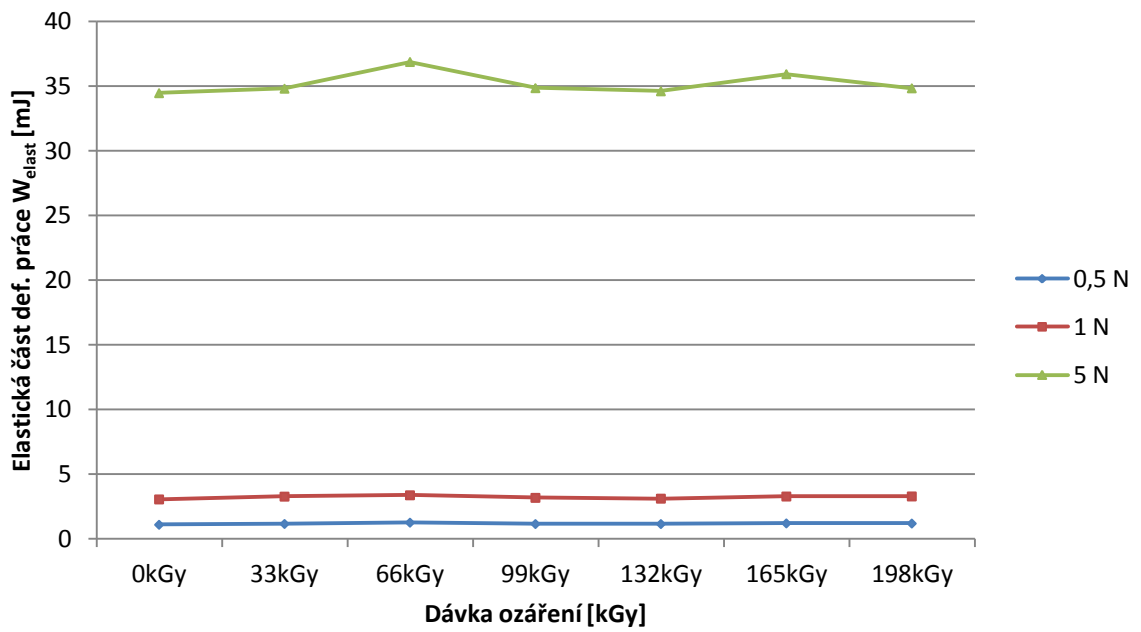
Z grafu je zřejmé, že nejnižších hodnot mikrotvrdomosti dosahuje u všech použitých zkušebních zatížení neozářený vzorek (0 kGy). Vlivem ozáření tedy došlo ke zvýšení hodnot mikrotvrdomosti. Nejvyšší hodnoty mikrotvrdomosti vykazuje u všech zkušebních zatížení vzorek s dávkou ozáření 132 kGy. Maximální hodnota tvrdosti HV byla naměřena při zkušebním zatížení $F_{\max}=0,5$ N. Ze získaných výsledků lze obecně říci, že vlivem ozáření materiálu elektronovým zářením lze zvýšit tvrdost HV o zhruba 22%, při dávce ozáření 132 kGy v porovnání s neozářenými vzorky.



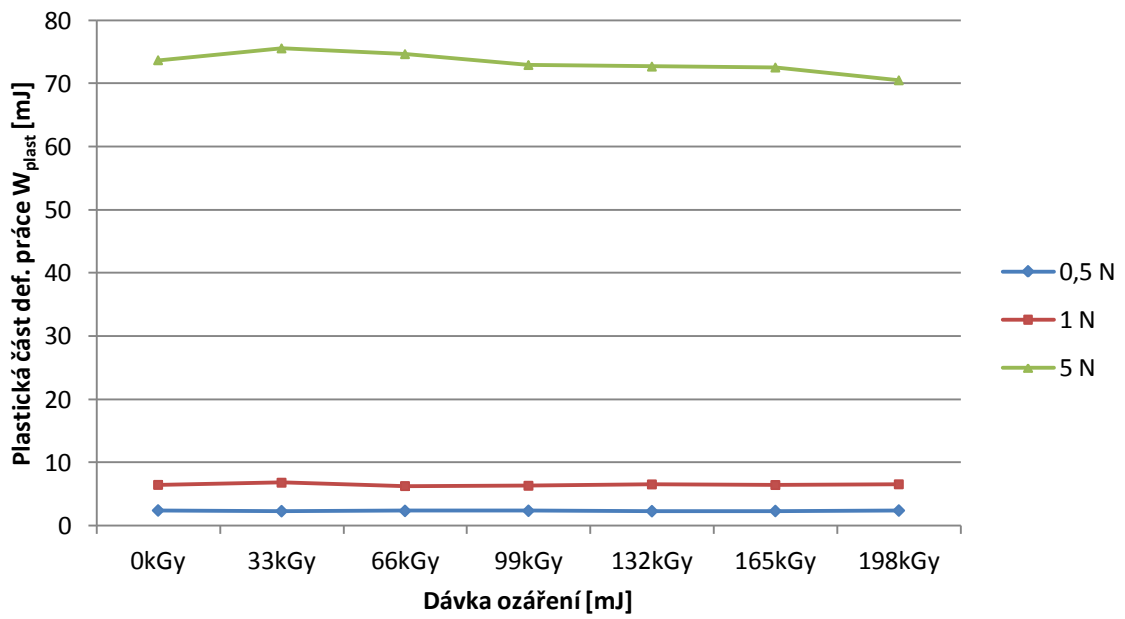
Obr. 61 Srovnání tvrdosti dle Vickerse HV

Porovnání elastické a plastické části deformační práce W_{elast} a W_{plast}

Výsledky pro elastickou a plastickou část deformační práce pro jednotlivá zatížení prokázaly, že u ozářených vzorků s dávkou ozáření 66 kGy byly při zkouškách naměřeny nejvyšší hodnoty deformační práce. U vzorků, které nebyly vystaveny záření, byly zjištěny nižší hodnoty složek deformační práce. Z Obr. 62 a Obr. 63 je zřejmé, že při nižších zatíženích (0,5N a 1N) nejsou tak viditelné změny hodnot deformační práce jako u zatížení 5 N.



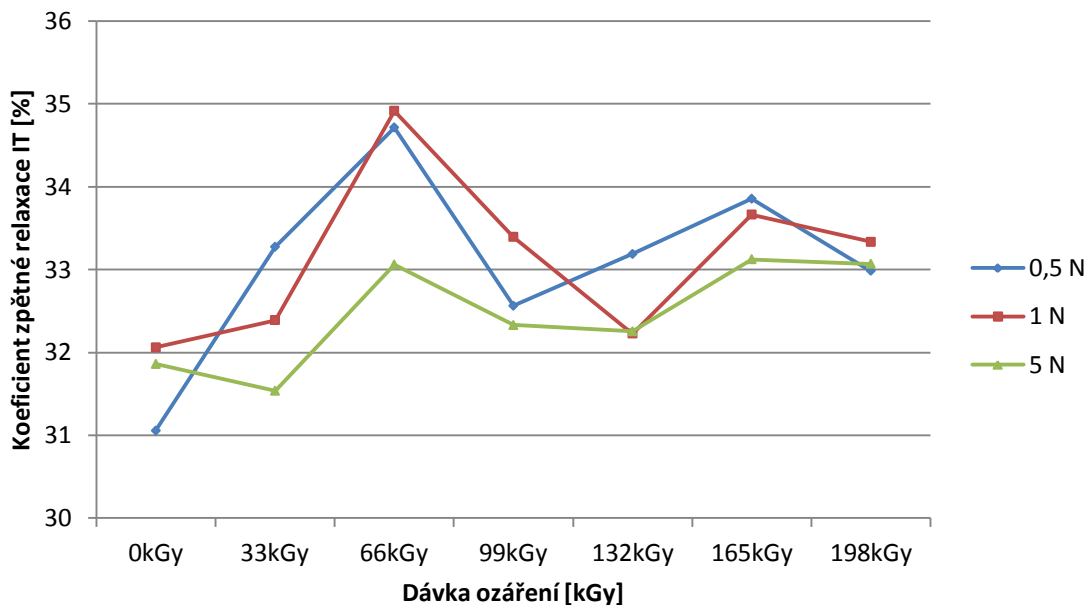
Obr. 62 Porovnání elastické části def. práce W_{elast}



Obr. 63 Porovnání plastické části def. práce W_{plast}

Porovnání koeficientu zpětné relaxace η_{IT} pro různá zkušební zatížení

Koeficient zpětné relaxace η_{IT} , který udává podíl elastické části práce vtisku k celkové mechanické práci vtisku, dosahuje nejvyšších hodnot u vzorku s dávkou ozáření 66 kGy (nárůst o cca 4% oproti neozářeným vzorkům). Zvýšená dávka ozáření způsobuje zvýšení hodnot deformační práce, v souladu s tím je znázorněn koeficient zpětné relaxace pro různá zatížení.



Obr. 64 Porovnání koeficientu relaxace η_{IT}

ZÁVĚR

Cílem mé diplomové práce bylo měření mikrotvrlosti modifikovaného polymerního materiálu. Vybraným materiálem byl PA 6 FRIANYL B63 VN vyrobený firmou Frisetta. Vzorky byly poté ozářeny elektronovým β zářením v německém závodě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. Vlastní měření proběhlo na nemodifikovaném vzorku a šesti modifikovaných vzorcích s hodnotami ozáření 33 kGy, 66 kGy, 99 kGy, 132 kGy, 165 kGy a 198 kGy.

Experimentální část byla zaměřena na zkoumání vlivu ozáření na hodnoty mikrotvrlosti zkušebních vzorků. Na zkušebních vzorcích byly provedeny zkoušky mikrotvrlosti dle ČSN EN ISO 14577. Pro větší objem získaných dat byly zvoleny 3 zkušební zatížení o velikostech 0,5 N, 1 N a 5 N. Naměřená data byla statisticky vyhodnocena a vynesena do grafů. Pro každý typ zkušebního zatížení a dávky ozáření byly vyhodnoceny hodnoty jako je vtisková tvrdost H_{IT} , vtiskový modul pružnosti E_{IT} , tvrdost dle Vickerse HV , creep C_{IT} , elastická část práce vtisku W_{elast} , plastická část práce vtisku W_{plast} , celková mechanická práce vtisku W_{total} a koeficient zpětné relaxace η_{IT} .

Ze získaných dat vyplývá, že pomocí elektronového β záření bylo dosaženo zlepšení u povrchových vrstev zkušebních vzorků oproti vzorkům, které nebyly modifikovány. Hodnoty vtiskového modulu E_{IT} narůstají pouze v řádech setin GPa, a to do dávky ozáření 132 kGy. Poté dochází k poklesu hodnot vtiskového modulu. Jako optimální se z použitých dávek ozáření pro snížení creepové deformace jeví neozářené vzorky s dávkou 0 kGy. Lze říci, že ozařování má vliv na zvyšování creepového chování zvoleného materiálu PA6. Elastická a plastická část deformační práce nám vypovídá o změnách chování povrchových vrstev materiálu. U ozářených vzorků dochází ke zvyšování hodnot elastické části deformační práce na úkor plastické. V oblasti mikrotvrlosti se jeví jako nejvhodnější vzorky s dávkou ozáření 132 kGy. Hodnoty mikrotvrlosti zde vzrostly zhruba o 22%. Jako příklad lze uvést zvýšení hodnot mikrotvrlosti HV při zatížení 0,5N, kdy při dávce ozáření 0 kGy dosahuje $HV=9,251\pm 0,21$ MPa a nejvyšších hodnot dosahuje při dávce ozáření 132 kGy, kde činí tvrdost dle Vickerse $HV=11,28\pm 0,37$ MPa.

Na základě získaných výsledků vykazuje tento experiment, že při aplikaci vyšších dávek záření než 132 kGy dochází k poklesu hodnot mikromechanických vlastností PA6. V nejlepším případě dochází ke zvýšení hodnot mikrotvrlosti o 22% oproti neozářeným

vzorkům. Lze tedy konstatovat, že u ostatních veličin není přínos ionizačního záření významný.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] VESELÝ, Karel. *Polymery: Struktura, syntézy, vlastnosti, zpracování*. Brno: ČSPCH, 1992, 177 s. ISBN 80-020-0951-7.
- [2] VOJTĚCH, Dalibor. *Materiály a jejich mezní stavy*. Vyd. 1. V Praze: Vysoká škola chemicko-technologická, 2010, 204 s. ISBN 978-80-7080-741-5
- [3] KRATOCHVÍL, Bohumil, Václav ŠVORČÍK a Dalibor VOJTĚCH. *Úvod do studia materiálů*. Vyd. 1. Praha: VŠCHT, 2005, 190 s. ISBN 80-708-0568-4.
- [4] *Plasty a jejich zpracovatelské vlastnosti*. [online]. [cit. 2013-11-19]. Dostupné z http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce_plasty/01.htm
- [5] MLEZIVA, Josef. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. přepr. vyd. Praha: Sobotáles, 2000, 537 s. ISBN 80-859-2072-7.
- [6] VESELÝ, K. *Plasty a kaučuk*, Praha: SNTL, 1981
- [7] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2006, 278 s. ISBN 80-708-0617-6.
- [8] PROKOPOVÁ, Irena. *Makromolekulární chemie*. Vyd. 2., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2007, 207 s. ISBN 978-807-0806-623.
- [9] CLARK, Jim. Polyamides: Kevlar. [online]. [cit. 2013-12-02]. Dostupné z: <http://www.chemguide.co.uk/organicprops/amides/polyamides.html#top>
- [10] HŘIBOVÁ, M., *Konstrukční polymery II, podklady k přednáškám*, Zlín: UTB 2010
- [11] HLUCHÝ, Miroslav a Jan KOLOUCH. *Strojírenská technologie I*. 4., rev. vyd. Praha: Scientia, 2007, 266 s. ISBN 978-80-86960-26-5.
- [12] MOLLIKOVÁ, Eva. *ZKOUŠENÍ MATERIÁLŮ A VÝROBKŮ: Dělení metod určování tvrdosti* [online]. [cit. 2013-12-02].
Dostupné:
<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/zmv/2%20deleni%20metod%20urcovani%20tvrlosti.doc>
- [13] *Quido magazin: Měření* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z: <http://www.quido.cz/mereni/brinell.htm>

- [14] Vestar. *Zkoušky plechů* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z:
http://vestar.chytrak.cz/tvrdost_b.html
- [15] HAMERNÍK, Jan. *Vlastnosti kovových materiálů* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z: <http://jhamernik.sweb.cz/vlastnosti.htm>
- [16] DVOŘÁK. *Tvrdoměry* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z:
http://www.testsysteme.cz/detail-72-tvrdomer_brinell_typu_nexus_3000_serie.html
- [17] Converter. *Zkoušky tvrdosti* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z:
<http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-rockwell.htm>
- [18] *MatNet: Zkušky tvrdosti* [online]. [cit. 2013-12-09]. Dostupné z:
<http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531>
- [19] BRZOBOHATÝ, T.: *Současné trendy v metodách měření tvrdosti*, Brno, 2010, 32 s.
- [20] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-720-4283-1.
- [21] DUŠEK, J. *Tvrdost, Mikrotvrdost, nanotvrdost – čisté kovy měřené metodou DSI*. Brno, 2008. 171 s. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [22] Nanoindenter. SYNTON. [online]. [cit. 2013-12-10]. Dostupné z: <http://www.synton-mdp.ch/en/products/nanoindentertip.40.html>
- [23] INSTRON. [online]. [cit. 2013-12-10]. Dostupné z:
http://www.instron.us/wa/applications/test_types/hardness/knoop.aspx
- [24] DOLEŽAL, P.; PACAL, B. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů*. VUT, Brno: 2007
- [25] OVŠÍK, Martin. *Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů*. Zlín, 2013. Dizertační práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [26] DROBNY, Jiri George. *Radiation technology for polymers*. Boca Raton, Fla.: CRC Press, c2003, 206 p. ISBN 15-871-6108-7.

- [27] *Druhy ionizujícího záření* [online]. [cit. 2014-01-06]. Dostupné z: http://www.energyweb.cz/web/index.php?display_page=2&subitem=1&ee_chapter=3.5.2
- [28] *Mechanismus ionizace*. [online]. [cit. 2014-01-06]. Dostupné z: <http://astronuklfyzika.cz/JadRadFyzika6.htm>
- [29] Fyzika J. Reichl. *Encyklopedie fyziky* [online]. [cit. 2014-01-06]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/803-zareni-alfa>
- [30] *Radiobiologie*. [online]. [cit. 2014-01-06]. Dostupné z: <http://fbmi.sirdik.org/1-kapitola/13/133.html>
- [31] *Fyzika v moderním lékařství*. [online]. [cit. 2014-01-06]. Dostupné z: <http://cz7asm.wz.cz/fyz/index.php?page=zargam>
- [32] ARBURG. *Hydraulické stroje řady ALLROUNDER* [online]. [cit. 2014-03-11]. http://www.arburg.com/fileadmin/redaktion/Mediathek/Prospekte/ARBURG_hydraulici_ALLROUNDERS_680480_cz.pdf
- [33] BGS SERVICE GMBH. [online]. [cit. 2014-03-11]. Dostupné z: http://www.bgs.eu/standort_saal.html?&L=1

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PA6	polyamid 6
P66	polyamid 66
P11	polyamid 11
P12	polyamid 12
PVC	polyvinylchlorid
PS	polystyren
PE	polyetylen
PET	polyethylentereftalát
PC	polykarbonát
PI	polyamid
ABS	akrylonitril-butadien-styren
PU	polyuretan
T_m	teplota tání polymer [°C]
T_f	teplota viskózního toku polymeru [°C]
HB	tvrdost vtlačení kuličky [N.mm ⁻¹]
F	zkušební zatížení [N]
D	velký průměr kuličky [mm]
d	střední průměr vtisku [mm]
h	hloubka vtisku [mm]
HV	tvrdost dle Vickerse [MPa]
HK	tvrdost dle Knoopu [MPa]
E	energie fotonů [eV]
h_p	Planckova konstanta [J.s ⁻¹]
c	rychlost el. magnetického záření ve vakuu [m.s ⁻¹]
λ	vlnová délka záření [m]

H_{IT}	vtisková tvrdost [MPa]
F_{max}	maximální zatěžující síla [N]
A_p	průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa [mm ²]
E_{IT}	vtiskový modul [GPa]
ν_s	poissonův poměr zkušebního tělesa [-]
ν_i	poissonův poměr vnikacího tělesa [-]
E_r	modul vnikacího tělesa [MPa]
E_i	redukovaný modul vtiskového kontaktu [MPa]
C_{IT}	vtiskové tečení (creep) [%]
h_1	hloubka vtisku v čase t_1 , dosaženo zkušebního zatížení [mm]
h_2	hloubka vtisku v čase t_2 , výdrž na konstantní úrovni
η_{IT}	koeficient zpětné relaxace [%]
W_{total}	celková deformační práce [mJ]
W_{plast}	plastická část deformační práce [mJ]
W_{elast}	elastická část deformační práce [mJ]
P_d	hloubka penetrace [nm]
F_n	zatěžující síla [N]

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1</i> Vznik polymeru [1]	12
<i>Obr. 2</i> Celosvětová spotřeba vybraných plastů v roce 2003	14
<i>Obr. 3</i> Spotřeba plastů ve vybraných průmyslových odvětvích	14
<i>Obr. 4</i> Rozdělení polymerů dle aplikace [4]	15
<i>Obr. 5</i> Rozdělení polymerů	16
<i>Obr. 6</i> Nadmolekulární struktura polymerů	17
<i>Obr. 7</i> Amidová skupina v hlavním řetězci	19
<i>Obr. 8</i> Strukturní model PA6	20
<i>Obr. 9</i> Výroba PA66 [10]	21
<i>Obr. 10</i> Strukturní vzorec PA 6.10 [10]	22
<i>Obr. 11</i> Výrobní chemická syntéza kevlaru	23
<i>Obr. 12</i> Struktura vlákna kevlaru.....	23
<i>Obr. 13</i> Působení záření [27].....	24
<i>Obr. 14</i> Průchod částic β^- a α látkou a mechanismus	25
<i>Obr. 15</i> Obecné schéma přeměny záření α	27
<i>Obr. 16</i> Obecné schéma přeměny β^- [30]	28
<i>Obr. 17</i> Obecné schéma přeměny β^+ [30]	28
<i>Obr. 18</i> Obecné schéma přeměny γ [31]	29
<i>Obr. 19</i> Schéma vnitřní konverze záření γ [31].....	30
<i>Obr. 20</i> Shoreho skleroskop.....	33
<i>Obr. 21</i> Duroskop.....	34
<i>Obr. 22</i> Poldi kladívko	34
<i>Obr. 23</i> Baumannovo kladívko	35
<i>Obr. 24</i> Zkouška dle Brinella [14]	36
<i>Obr. 25</i> Tvrdoměr Brinell [16].....	37
<i>Obr. 26</i> Zkouška dle Rockwella [18].....	38
<i>Obr. 27</i> Zkouška dle Vickerse [18].....	40
<i>Obr. 28</i> Schéma Berkovičova indentoru.....	42
<i>Obr. 29</i> Berkovičův indentor [22].....	42
<i>Obr. 30</i> Zkouška dle Knoop [23].....	43
<i>Obr. 31</i> Porovnání zkoušek Knoop a Vickers	44
<i>Obr. 32</i> Indentační křivka (a), časový diagram indentační zkoušky (b) [25]	46

<i>Obr. 33 Průběh zatěžování a odlehování indentoru: a) zatížení,</i>	46
<i>Obr. 34 Charakteristické tvary indentačních křivek pro</i>	48
<i>Obr. 35 Schéma zatěžování a odlehčování [25].....</i>	48
<i>Obr. 36 Strukturní vzorec síťovacího činidla</i>	52
<i>Obr. 37 Vstřikovací zařízení Allrounder 420C</i>	53
<i>Obr. 38 Závod BGS v Saal am Donau [33]</i>	54
<i>Obr. 39 Měřicí zařízení Micro-Combi Tester</i>	55
<i>Obr. 40 Vnikací těleso a tvar vtisku</i>	56
<i>Obr. 41 Zkušební těleso</i>	56
<i>Obr. 42 Vyjádření vtiskového tečení (creep)</i>	58
<i>Obr. 43 Indentační křivka</i>	59
<i>Obr. 44 Vtisková tvrdost H_{IT} při zatížení 0,5N</i>	62
<i>Obr. 45 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zatížení 0,5N.....</i>	62
<i>Obr. 46 Tvrdost dle Vickerse HV při zatížení 0,5N.....</i>	63
<i>Obr. 47 Elastická a plastická část deformační práce při zatížení 0,5N.....</i>	64
<i>Obr. 48 Vtisková tvrdost H_{IT} při zatížení 1N</i>	65
<i>Obr. 49 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zatížení 1N.....</i>	66
<i>Obr. 50 Tvrdost dle Vickerse HV při zatížení 1N</i>	66
<i>Obr. 51 Elastická a plastická část deformační práce při zatížení 1N.....</i>	67
<i>Obr. 52 Vtisková tvrdost H_{IT} při zatížení 5N</i>	68
<i>Obr. 53 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} při zatížení 5N.....</i>	69
<i>Obr. 54 Tvrdost dle Vickerse HV při zatížení 5N</i>	69
<i>Obr. 55 Elastická a plastická část deformační práce při zatížení 5N.....</i>	70
<i>Obr. 56 Hodnoty creepu pro různá zatížení a dávky ozáření</i>	71
<i>Obr. 57 Vztah mezi zkušebním zatížením a hloubkou vtisku (0 kGy, 132 kGy).....</i>	72
<i>Obr. 58 Závislost hloubky vtisku na čase pro vzorky (0 kGy, 132 kGy)</i>	73
<i>Obr. 59 Srovnání vtiskové tvrdosti H_{IT}.....</i>	74
<i>Obr. 60 Srovnání vtiskového modulu E_{IT}.....</i>	74
<i>Obr. 61 Srovnání tvrdosti dle Vickerse HV</i>	75
<i>Obr. 62 Porovnání elastické části def. práce W_{elast}.....</i>	76
<i>Obr. 63 Porovnání plastické části def. práce W_{plast}</i>	76
<i>Obr. 64 Porovnání koeficientu relaxace η_{IT}</i>	77

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1</i> Rozsah zkušebního zatížení	40
<i>Tab. 2</i> Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Vickerse	41
<i>Tab. 3</i> Zkušební zatížení dle Knoopu.....	43
<i>Tab. 4</i> Specifikace PA6.....	52
<i>Tab. 5</i> Vstřikovací parametry u PA6 neplněný	53
<i>Tab. 6</i> Ukázka naměřených dat.....	60
<i>Tab. 7</i> Naměřené hodnoty pro zatížení 0,5N	61
<i>Tab. 8</i> Naměřené hodnoty pro zatížení 1N	65
<i>Tab. 9</i> Naměřené hodnoty pro zatížení 5N	68

SEZNAM PŘÍLOH

PŘÍLOHA PI: CD obsahující diplomovou práci a výsledky

