

# Měření mikrotvrdosti polymerů

Radoslav Milde

---

Bakalářská práce  
2014



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

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

## **ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Radoslav Milde**  
Osobní číslo: **T11642**  
Studijní program: **B3909 Procesní inženýrství**  
Studijní obor: **Technologická zařízení**  
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření mikrotvrdosti polypropylenu**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracování literární studie na dané téma.
2. Příprava zkušebních vzorků na experimentální část.
3. Provedení experimentu.
4. Vyhodnocení naměřených hodnot.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

**Dle doporučení vedoucího bakalářské práce.**

Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. David Maňas, Ph.D.**

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání bakalářské práce: **10. února 2014**

Termín odevzdání bakalářské práce: **23. 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 obhajoby <sup>1)</sup>;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 <sup>2)</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> 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 20.5.2014

.....

<sup>1)</sup> 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 výtisky, zápisy nebo rozmnoženiny.

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

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

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

<sup>20</sup> 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 díla:

(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**

Balalářská práce se zabývá měřením mikrotvrdomosti povrchové vrstvy polypropylenu neplněného a plněného 25% skelných vláken, modifikovaného beta zářením. V teoretické části jsou popsány jednotlivé metody měření mikrotvrdomosti. V praktické části jsou uvedeny výsledky zkoušek mikrotvrdomosti, které se prováděly na mikrotvrdomoměru MicroCombi tester od firmy CSM Instruments.

Klíčová slova: Mikrotvrdomost, neplněný PP, plněný PP 25%, ozáření

## **ABSTRACT**

Bachelor work deals with the measurement of micro-hardness of the surface layer polypropylene unfilled and filled with 25% glass fibers, modified beta radiation. The theoretical part describes the different methods of measuring microhardness. In the practical section provides results microhardness tests that were performed on microhardness tester MicroCombi from CSM Instruments.

Keywords: Microhardness, unfilled PP and filled PP 25%, irradiation

Tímto bych rád poděkoval svému vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Davidu Maňasovi Ph.D., za odborné vedení, cenné rady a připomínky, které mi byly poskytnuty v průběhu vypracování této práce.

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

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>11</b>
<b>1 POLYMERNÍ MATERIÁLY</b> .....	<b>12</b>
1.1 ROZDĚLENÍ POLYMERŮ .....	12
1.2 TERMOPLASTY .....	13
1.3 REAKTOPLASTY.....	13
1.4 ELASTOMERY .....	13
<b>2 ZKOUŠKY TVRDOSTI</b> .....	<b>14</b>
2.1 ROZDĚLENÍ ZKOUŠEK .....	14
2.2 ZKOUŠKA VRYPEM .....	15
2.3 ZKOUŠKA VRYPEM PODLE MARTENSE.....	15
2.4 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE BRINELLA.....	16
2.5 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE VICKERSE .....	18
2.5.1 Princip zkoušky .....	18
2.5.2 Postup při měření .....	19
2.5.3 Chyby při měření.....	20
2.6 ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE ROCKWELLA.....	20
2.6.1 Princip zkoušky .....	20
<b>3 MIKROTVRDOST</b> .....	<b>22</b>
3.1 PŘÍPRAVA VZORKU.....	22
3.1.1 Odběr a značení zkušebních vzorků.....	22
3.1.2 Broušení vzorků .....	23
3.1.3 Leštění vzorků .....	23
3.1.3.1 Mechanické broušení .....	23
3.1.3.2 Elektrolytické leštění .....	24
3.1.3.3 Chemické leštění.....	25
3.1.4 Leptání výbrusů.....	25
3.2 MIKROTVRDOST DLE VICKERSE .....	26
3.2.1 Princip zkoušky .....	26
3.2.2 Korekce zkoušky .....	27
3.2.3 Označení tvrdosti .....	28
3.2.4 Zkušební těleso.....	28
3.2.5 Provedení zkoušky .....	30
3.3 MIKROTVRDOST DLE KNOOPA .....	32
3.3.1 Princip zkoušky.....	32
3.3.2 Označování tvrdosti .....	33
3.3.3 Zkušební těleso.....	34
3.3.4 Provedení zkoušky .....	34
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>35</b>
<b>4 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE</b> .....	<b>36</b>
<b>5 MATERIÁL PP</b> .....	<b>37</b>



5.1	VÝROBA PP.....	37
5.2	ZÁKLADNÍ VLASTNOSTI PP .....	38
<b>6</b>	<b>VÝSLEDKY MĚŘENÍ .....</b>	<b>39</b>
6.1	VÝSLEDKY PRO PLNĚNÝ POLYPROPYLEN 25% .....	39
6.2	VÝSLEDKY PRO NEPLNĚNÝ POLYPROPYLEN .....	42
<b>7</b>	<b>DISKUZE VÝSLEDKŮ.....</b>	<b>46</b>
7.1	POROVNÁNÍ HODNOT PRO PLNĚNÝ POLYPROPYLEN 25% .....	46
7.2	POROVNÁNÍ HODNOT PRO NEPLNĚNÝ POLYPROPYLEN .....	49
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>52</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>53</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK .....</b>	<b>55</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>56</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>58</b>

## ÚVOD

Už od počátku civilizace se lidé snaží zdokonalovat materiály, které jim usnadní práci. Stále se zvyšující se nároky na materiály s sebou přinášejí potřebu nových progresivnějších materiálů. Hlavní požadavky na materiál jsou tvrdost, houževnatost, odolnost proti opotřebení a v dnešní době také cena.

Tvrdost je definována jako odpor proti vnikání cizího tělesa. Počátky zkoušek tvrdosti, tak jak je známe dnes, jsou datovány do poloviny 19. století. Kdy rakouský mineralog Friedrich Mohs vytvořil stupnici tvrdosti, která obsahuje 10 nerostů, z nichž každý následující je schopen vyrýt do všech předcházejících nerostů vryp. Nevýhodou této metody je široký rozptyl mezi jednotlivými stupni tvrdosti, tudíž pro dnešní dobu nedostačující.

V polovině 20. století zažilo měření tvrdosti velký rozvoj. Byly objeveny metody měření, které se využívají až do dnešní doby. Jedná se například o zkoušku podle Brinella, Rockwella nebo Vickerse. Ovšem zvyšující se nároky nejenom na materiál, ale také na rozměry součásti, snižování nákladů na provoz a neustálý boj s konkurencí, zapříčinily vznik nové oblasti měření tvrdosti – mikrotvrdost. Jednalo se hlavně o měření tenkých vrstev, protože standartní metody nebyly schopné podávat relevantní výsledky.

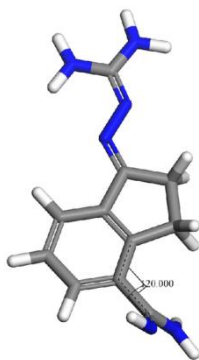
Měření mikrotvrdosti se provádí vtláčováním diamantového tělesa tvaru Knoopova nebo Vickersova jehlanu do povrchu měřeného tělesa v rozsahu od 1 g (0,09807 N) do 1000 g (9,807 N).

Jako nejnovější můžeme uvést metodu DSI (Depth Sensing Indentation), která byla objevena v sedmdesátých letech 20. století. V České republice známá jako Instrumentovaná zkouška tvrdosti. Její výhodou je propojení, měřícího přístroje s počítačem. Tato metoda nezjišťuje pouze tvrdost, ale také elastický modul, creepové chování materiálu, lomovou houževnatost a práci vynaloženou na vtisk.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 POLYMERNÍ MATERIÁLY

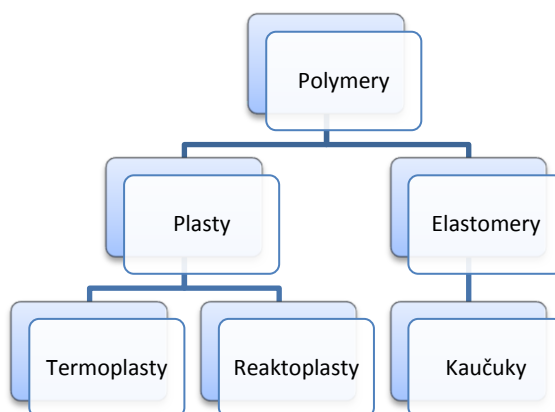
Slovo polymer vzniklo z řeckého slova POLY – mnoho a MEROS – část. Tímto názvem označujeme přírodní nebo syntetické látky. Přírodní polymery jako je kůže, bavlna a dřevo znali lidé po tisíce let. Ovšem znali pouze jejich užitečné vlastnosti. Až s rozvojem vědy se začalo zjišťovat složení a struktura polymerů. První syntetický polymer byl vyroben H. V. Regnaultem v roce 1835 - polyvinylchlorid (PVC). K průmyslovému zpracování došlo až v roce 1925 v Německu. Velký rozvoj polymerů nastal po 2. světové válce. Vědci zjistili, že plasty mohou nahradit materiály jako kovy, keramiku nebo sklo. Díky snadnému zpracování a nízkými náklady na výrobu, tak postupně začali vytlačovat do té doby často využívané materiály. [1,7]



Obrázek 1- Řetězec polymeru [10]

### 1.1 Rozdělení polymerů

Základním a nejběžnějším rozdělení polymerů je na plasty a elastomery. Plasty dále dělíme na termoplasty a reaktoplasty. Mezi elastomery patří hlavně kaučuky. [1]



Obrázek 2 - Rozdělení polymerů [7]

## 1.2 Termoplasty

Jejich charakteristickou vlastností je, že při nízkých teplotách tvrdnou a při vyšších naopak měknou. Jsou tvořeny lineárními nebo mírně rozvětvenými řetězci. Při technologickém procesu se zvyšuje teplota až do teploty tavení, poté se tavenina vstříkuje do formy, kdy následně tuhne. Jedná se o vratné přeměny. Mezi termoplasty patří např. polystyren, polyetylen, polypropylen a polyamid. [1,7]

## 1.3 Reaktoplasty

Reaktoplasty jsou stále tvrdé za působením zvýšených teplot a neměknou. Při vytvrzování se vytváří příčné vazby mezi sousedními molekulárními řetězci a tyto vazby váží jednotlivé řetězce tak, řetězce odolávají vibracím a rotacím při zvýšených teplotách. V porovnání s termoplasty mají větší rozměrovou stabilitu, jsou pevnější a tvrdší. [1]

## 1.4 Elastomery

Elastomery lze za obvyklých podmínek lehce deformovat malou silou bez porušení. Jedná se především o vratné deformace. Hlavní skupinou jsou kaučuky, z kterých se vyrábí pryž. Ta se dělí na přírodní a syntetickou. [1]

## 2 ZKOUŠKY TVRDOSTI

V praxi nejpoužívanější obor zkoušení materiálu. Tvrdost je definována jako odpor proti vnikání cizího tělesa do povrchu zkoušeného materiálu. Podle toho jaký vznikl otisk na povrchu, když jsme do něj vtlačovali předem dané těleso (kulička, jehlan, kužel), s daným materiálem (kalená ocel, slinutý karbid, diamant) a definovaným podmínkám, vyhodnotíme tvrdost materiálu. Provádí se vždy na povrchu tělesa. Mezi výhody měření tvrdosti patří především její rychlost, jednoduchost a také schopnost charakteristiky odporu na malých nebo mikroskopických objemech materiálu. Nevýhodou může být velké množství zkoušek tvrdosti. Díky tomu se hodnoty tvrdosti udávají v nejrůznějších stupnicích bez exaktního vzájemného vztahu. Toto je hlavní úskalí jinak velmi využívané a rozšířené zkoušky. [2,3]

### 2.1 Rozdělení zkoušek

Zkoušky tvrdosti můžeme dělit podle více hledisek:

#### a) Principu zkoušky

- zkoušky vrypové
- zkoušky vnikající
- zkoušky nárazové
- zkoušky odrazové

#### b) Rychlosti zatěžující síly

- statické
- dynamické

#### c) Účelu měření

- zkoušky makrotvrdosti
- zkoušky mikrotvrdosti

## 2.2 Zkouška vrypem

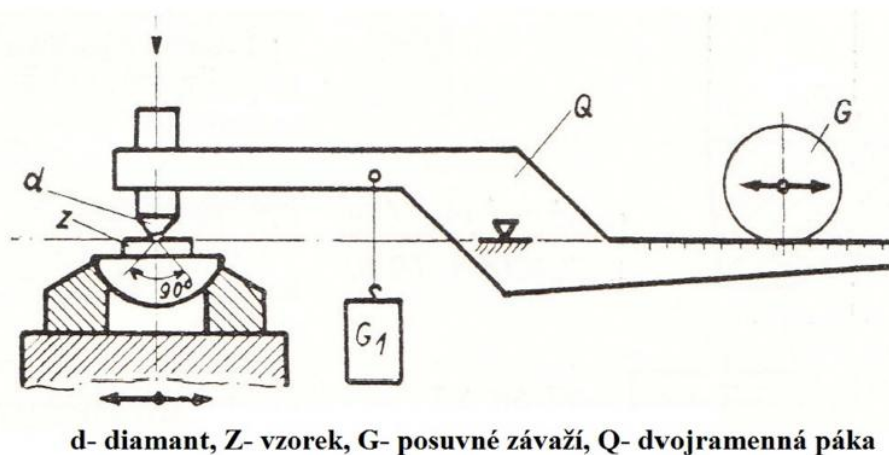
Jedním z nejstarších způsobů zkoušky tvrdosti je zkouška vrypem. Tento způsob měření byl převzat z mineralogie. Využívá se v něm Mohseovy stupnice tvrdosti, ve kterém je seřazeno 10 nerostů, z nichž každý následující je schopen vyrýt do všech předcházejících nerostů vryp. Mezi jednotlivými stupni tvrdosti je velký rozptyl, tudíž je metoda hodně nepřesná. [2]

Tabulka 1 - Sestavení nerostů podle Mohseovy stupnice tvrdosti [2]

1. mastek	6. živec
2. sůl kamenná	7. křemen
3. vápenec	8. topas
4. kazivec	9. korund
5. apatit	10. diamant

## 2.3 Zkouška vrypem podle Martense

Tento druh zkoušky je definován šířkou vrypu. Zkušebním tělískem (nástrojem) je broušený diamant, upevněný ve dvojramenné páce, který má hrot ve tvaru kužele o vrcholovém úhlu  $90^\circ$ . Na druhém konci se nachází posuvné závaží. Zkoušený vzorek položíme na stůl, který je kulově uložen v podstavci tak, aby se dal posouvat v podélné ose přístroje. Postupným zatížením se snažíme dosáhnout na zkoušeném vzorku vrypu o šířce 0,01 mm. [2,3]



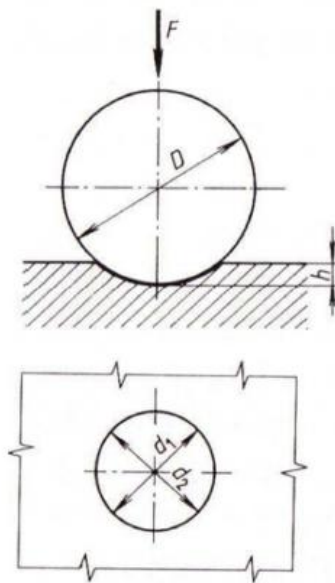
Obrázek 3 - Martensův přístroj k vrypové zkoušce tvrdosti [4]

Druhý způsob, jak zjistit tvrdost podle vrypu je měření šířky vrypu nebo její převrácené hodnoty, kterou získáme při stálém zatížení. Tento způsob je ovšem velmi nepřesný. V dnešní době se využívá už jen při měření velmi tenkých a tvrdých vrstev galvanických potahů. [2,3]

## 2.4 Zkouška tvrdosti podle Brinella

Tento druh zkoušky se řadí ke zkouškám tvrdosti na principu vtiskovém. Velmi záleží jaké tvárné vlastnosti má těleso, rozměry kuličky a na rychlosti vtlačování kuličky do tělesa.

Při této zkoušce zatlačujeme určitou silou  $F$  ocelovou kalenou kuličku o daném průměru a daném zatížení. Po odlehčení změříme průměr vtisku a poté z něj stanovíme tvrdost. [2,3]



Obrázek 4 - Princip zkoušky tvrdosti Podle Brinella [13]



Obrázek 5 - Tvrdoměr Brinell [11]



Vzorec pro výpočet tvrdosti podle Brinella:

(2.1)

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

F – zatěžující síla [N]

A – povrch vytlačovaného důlku [mm<sup>2</sup>]

D – průměr kuličky [mm]

d – aritmetický průměr vtisku [mm]

(2.2)

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

konstanta  $0,102 = \frac{1}{g} = \frac{1}{9,81}$

Zatížení volíme jako násobek čtverce průměru kuličky  $F = K \cdot D^2$ . Kde D je průměr kuličky a K je konstanta která nabývá hodnot od 2,5 do 30. Záleží na tom jaký materiál zatěžíme (ocel, neželezné kovy, slitiny, měkké neželezné kovy atd.). Doba zatížení se pohybuje u ocelí a litin 10 – 15, u neželezných kovů 10 – 180 s. Díky tomuto můžeme zkoušky srovnávat.

Průměr vtisku měříme vhodným měřicím přístrojem (mikroskopem) a to ve dvou navzájem kolmých směrech. Povrch na kterém zkoušíme tvrdost musí být dostatečně rovný, hladký a bez nečistot.

Nejčastěji používané kuličky mají 10 mm, 5 mm a 2,5 mm. Menší rozměry se používají pouze pro tenké předměty nebo předměty malých rozměrů ze stejnorodého materiálu.

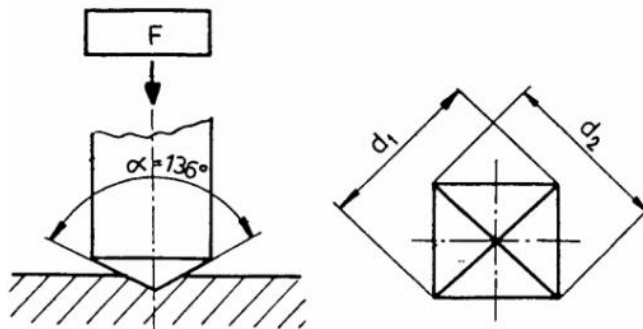
[2,3,6]

## 2.5 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Jedná se o velmi přesnou a citlivou metodu používanou převážně v laboratořích. Byla objevena v Anglii v roce 1922 R. L. Smithem a G. E. Sandlandem. První tvrdoměr pro tuto zkoušku byl navržen a zkonstruován ve firmě Vickers. Podle ní se pak pojmenovala celá metoda. [2,3,6]

### 2.5.1 Princip zkoušky

Jedná se o vtlačování čtyřbokého diamantového jehlanu s vrcholovým úhlem  $136^\circ$  do materiálu s předem definovanou silou  $F$ , která musí působit kolmo na povrch. Poté materiál odlehčíme a změříme úhlopříčky vtisku  $d$ , ze kterých stanovíme plochu povrchu. Tvrdost podle Vickerse je pak vyjádřena podílem zatěžující síly  $F$  a plochy vtisku  $A$ . [2,3,6]



Obrázek 6 - Princip zkoušky tvrdosti podle Vickerse [12]



Obrázek 7 - Tvrdoměr Vickers [14]

Vzorec pro výpočet tvrdosti podle Vickerse:

(2.3)

$$HV = 0,102 \cdot \frac{F}{A} = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2}$$

F – zatěžující síla [N]

A – povrch vtisku [mm<sup>2</sup>]

d – aritmetický průměr vtisku -  $d = \frac{du_1 + du_2}{2}$  [mm]

$\alpha$  – aritmetický průměr vtisku [°]

Velkou výhodou Vickersovy zkoušky je možnost použít různých zatěžujících sil, aniž by se měnily hodnoty tvrdosti. Pouze u velmi malých zátěžných sil jsou zjišťované hodnoty tvrdosti poněkud zvýšené. Tato závislost hodnoty tvrdosti na zatížení diamantu je pozorována při zatížení 5 kg. [2,3,6]

### 2.5.2 Postup při měření

Pro tento postup se používá norma ČSN 420374. U měření musíme dbát, aby zatížení rostlo rovnoměrně bez rázů v době kolem 10 s na žádanou hodnotu. Přesnou dobu, po kterou necháme působit zatížení najdeme v tabulce:

[2,3,6]

Tabulka 2 - Předepsané zátěžné doby při zkoušce podle Vickerse [3]

Materiál	Doba působení zatížení
Železo a jeho slitiny o tvrdosti nad 140	10 s
Železo a jeho slitiny o tvrdosti pod 140	30 s
Barevné a lehké kovy a jejich slitiny o tvrdosti nad 40	30 s
Barevné a lehké kovy a jejich slitiny o tvrdosti pod 40	30 s
Olovo, komposice, olovnaté bronzy apod.	180 s

Vzdálenost středů vtisků od okraje zkoušeného tělesa a vzdálenost středů vtisků od obvodu sousedního vtisku musí být alespoň trojnásobek úhlopříčky vtisku. Úhlopříčky měříme mikroskopicky s přesností  $\pm 1\%$ . Musíme změřit obě úhlopříčky, abychom z nich mohli poté spočítat aritmetický průměr. Naměřené hodnoty úhlopříček se nesmí lišit o víc jak 5% jejich hodnoty. Další věcí kterou musíme dodržet je tloušťka stěny zkoumaného vzorku. [2,3,6]

K tomu slouží vztah:

(2.4)

$$a - 10t = 1,945 \cdot \sqrt{\frac{P}{H_V}}$$

P – zatěžující síla [N]

t – hloubka vtisku [mm]

a – minimální tloušťka vzorku [mm]

### 2.5.3 Chyby při měření

Chyby jsou způsobeny jednak vlastnostmi zkušene látky a také zkoušecím zařízením. Pokud tlačíme do hrubého a silného materiálu malou silou, tak nastane situace, kdy se vtisk otlačí pouze na jedné strukturní součásti a výsledná tvrdost nebude odpovídat celkové tvrdosti součástky. Proto se u této zkoušky nedoporučuje pro zvláště hrubé a nestejnorodé struktury, které má například litina. [2,3,6]

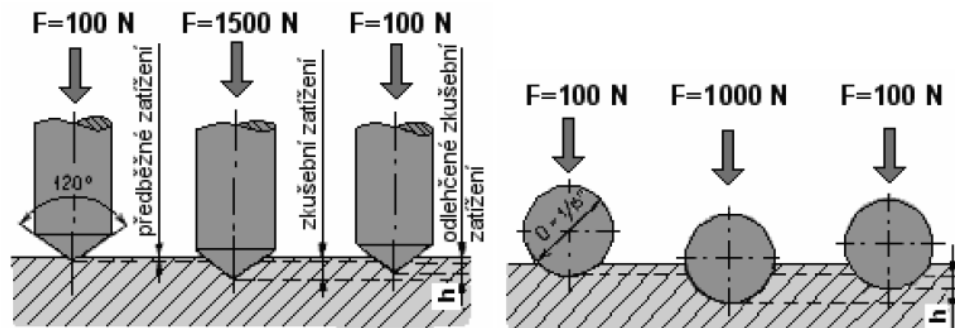
## 2.6 Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Patří do skupiny zkoušek vnikacích (vtiskových). Liší se od zkoušek Brinella a Vickerse tím, že tvrdost se určuje z hloubky vtisku ocelové kuličky (pro měkký materiál) nebo diamantového kuželu (pro tvrdý materiál). [2,3,6]

### 2.6.1 Princip zkoušky

Na stůl přístroje položíme připravený předmět ke zkoušce a pozvolna se přibližujeme pohybem stolu ke hrotu diamantu. Diamant se přitiskne k předmětu přibližným zatížením  $F_0$ ,

abychom vymezili vliv povrchové vrstvy. Stupnici hloubkoměru nastavíme v tomto stavu do počáteční polohy. Pak aplikujeme zkušební zatížení  $F_1$ . Poté odlehčíme zpět na  $F_0$  a na hloubkoměru odečteme přímo tvrdost v příslušné stupnici. [2,3,6]



Obrázek 8 - Princip zkoušky tvrdosti podle Rockwella [15]



Obrázek 9 - Tvrdost podle Rockwella [16]

### 3 MIKROTVRDOST

Mikrotvrdość je měření tvrdosti při velmi malém zatížení v rozsahu od 1 g (0,09807 N) do 1000 g (9,807 N). Vtlačujeme diamantové těleso tvaru Knoopova nebo Vickersova jehlanu do povrchu tělesa na kterém chceme změřit tvrdost. U běžných zkoušek tvrdosti (makro-tvrdości) zatěžujeme těleso silou v rozmezí 10 N – 1200 N, zatímco u mikrotvrdości to je pod 10 N. [4,7]

Jelikož je vtisk při zkoušce mikrotvrdości malý, používáme tuto metodu pro:

- malé nebo tenké součásti
- měření tvrdosti malých, vybraných oblastí zkušebního vzorku
- měření mikrotvrdości strukturních složek a fází
- hodnocení vrstev pro chemicko-tepelné zpracování
- měření tvrdosti velmi tenkých kovových a jiných anorganických povlaků
- honocení svarových spojů
- pro hodnocení oduhličujících procesů
- studium difuzních pochodů
- měření křehkých materiálů [4,7]

#### 3.1 Příprava vzorku

Pro mikroskopické pozorování je příprava vzorku velmi složitá a pracná. Pokud při této činnosti uděláme chybu, může mít za následek špatné vyhodnocení. Proces při přípravě vzorku se skládá z odběru vzorku a jeho označení, broušení, leštění a vyvolání struktury (leptání). [4,7]

##### 3.1.1 Odběr a značení zkušebních vzorků

Správně odebraný vzorek musí plně charakterizovat zkoumaný materiál. Než začneme s vlastním odběrem, co chceme v mikrostruktuře pozorovat. Je třeba zvážit, místo a způsob, na kterém chceme vzorek oddělit. Důležitá je také orientace roviny vzhledem k celé součásti (polotovaru) kvůli pozorování. Dobré je najít na vzorku místo ve kterém si myslíme, že může dojít k poruše materiálu (trhlina, slévárenské vady, atd.). Při odběru nesmíme dovolit, aby se struktura tepelně neovlivnila nebo aby vzorek nebyl příliš silně vrstvě tvá-

řen (stříhání, obrábění tuptupým nástrojem). Vzorek musíme po odběru zřetelně a trvale označit (kovovým razidlem, elektrickou jedlou apod.). [4,7]

### 3.1.2 Broušení vzorků

Nejprve povrch určený k pozorování opracujeme pilníkem, poté následuje hrubé broušení. Pak následuje vlastní broušení, ve kterém postupujeme od nejhrubšího k nejjemnějšímu brusnému papíru. Brusný papír připevníme na metalografickou brusku. Snažíme se vzorek lehce přitlačovat, aby nedošlo k brusnému papíru, aby nedošlo k vyhrátí a plastické deformaci povrchové vrstvy výbrusu. Na papíře stejné zrnitosti se směr broušení nemění. Před přechodem na jemnější papír otřeme vzorek vatou, abychom odstranili zbytky brusiva z předešlého broušení. Při přechodu na jemnější papír se mění směr broušení o 90°. Když zmizí všechny rýhy po předchozím zpracování na jednom papíře je broušení ukončeno. Snažíme se také dodržovat rovinnost broušené plochy, protože zaoblení plochy výbrusu se negativně projevuje při pozorování a fotografování struktury obrazu. Proto je lepší (hlavně u vzorků menších rozměrů) zalít vzorek do formy. K zalévání vrorku se nejčastěji používá dentacrylu. Je to metakrylátová rychle tuhnoucí pryskyřice. Díky tomuto kroku získáme vzorek s větší plochou a lepší manipulovatelností. [4,7]

### 3.1.3 Leštění vzorků

Vybroušený vzorek se zbaví zbytků brusiva a leští se buď mechanicky, elektroliticky nebo chemicky. [4,7]

#### 3.1.3.1 *Mechanické broušení*

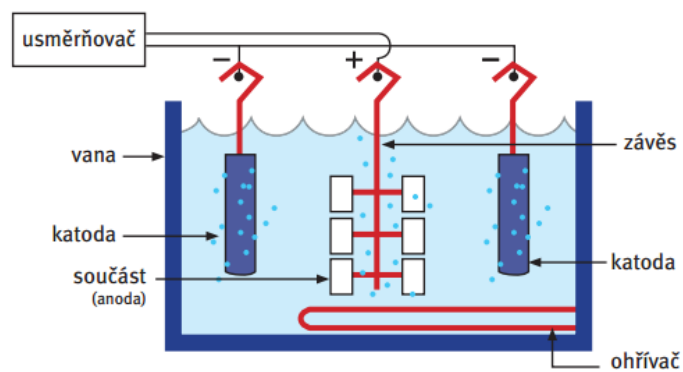
Používáme při něm nejjemnější zrnitosti práškového kysličníku uhličitého. Leštíme na otáčejícím se kotouči potaženém plstí, sukнем nebo sametem. Tento kotouč jemně navlhčujeme jemně rozptýleným kysličníkem ve vodě. Přitom ale stále otáčíme se vzorkem. Držíme ho tak, aby rýhy po broušení byly kolmo ve směru pohybu kotouče. Nevýhodou tohoto broušení je, že při něm vzniká Beilbyho vrstva, což je deformace povrchových nerovností, která zkresluje skutečnou strukturu vzorku. [4,7]



Obrázek 10 - Přístroj pro mechanické broušení [17]

### 3.1.3.2 Elektrolytické leštění

Při tomto druhu leštění nedochází k vzniku Beilbyho vrstvy. Jedná se o anodové rozpouštění povrchu vzorku v prostředí elektrolytu. Katodou je přitom materiál, který se v elektrolytu nerozpouští. Doba leštění trvá řádově několik sekund i za tak krátkou dobu dojde k dokonalému výbrusu (bez rysek). Tento způsob leštění je ovšem nevhodný v případech, kdy vyvolává naleptání některé strukturní složky nebo způsobuje vznik korozních důlků v okolí částic (vměstků). [4,7]



Obrázek 11 - Schéma elektrolytického broušení [18]



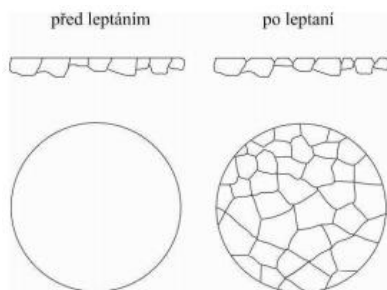
### 3.1.3.3 Chemické leštění

Používá se hlavně pro měď, olovo, hliník a jejich slitiny. Většinou při vyšších teplotách a působením vhodných činidel přednostně rozpouštíme vystupující části povrchu kovu. Mezi výhody této metody patří (stejně jako u elektrolytického broušení) především rychlost a vysoká kvalita povrchu. [4,7]

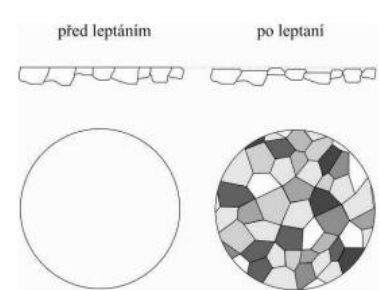
Na vyleštěném vzorku výbrusu můžeme pozorovat některé detaily bez dalších úprav například vměstky, póry, mikrotrhliny apod. Pro ostatní detaily struktury musíme použít leptání. [4,7]

### 3.1.4 Leptání výbrusů

Správně zvolené leptadlo rozlišuje různé strukturní složky i jednotlivá zrna téže složky, podle krystalografické orientace vzhledem k rovině výbrusu. Leptání dělíme na dva hlavní druhy, leptání na hranici zrn a plošné leptání. [4,7]



Obrázek 12 - Leptání na hranici zrn [19]



Obrázek 13 - Plošné leptání [19]

### 3.2 Mikrotvrдость dle Vickerse

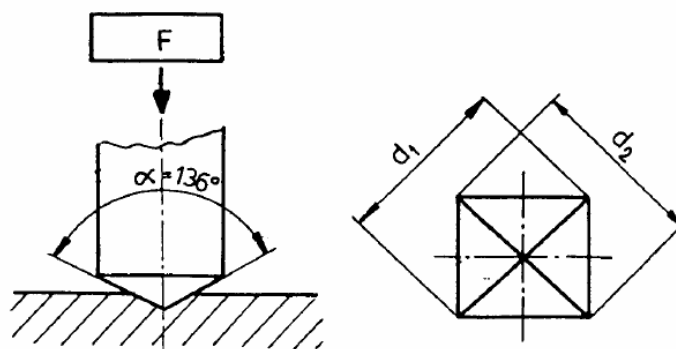
Zkouška tvrdosti dle Vickerse se dělí na 3 základní oblasti zkušebního zatížení (viz. tabulka) podle normy ČSN EN ISO 6507-1. [2,4]

Tabulka 3 - Tvrđost dle Vickerse - oblasti zkušebního zatížení pro kovové materiály [4]

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

#### 3.2.1 Princip zkoušky

Diamantové vnikající těleso ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a daným vrcholovým úhlem ( $136^\circ$ ) mezi protilehlými stěnami je vlačováno do povrchu zkušebního tělesa. Následně je měřena úhlopříčka vtisku, která zůstane po odlehčení zkušebního tělesa. [2,4]



Obrázek 14 - Princip zkoušky Mikrotvrđosti dle Vickerse [20]

Vztah pro výpočet mikrotvrdomosti:

(3.1)

$$HV = \frac{\textit{konstanta} \cdot \textit{zkušební zatížení}}{\textit{plocha povrchu vtisku}}$$

(3.2)

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HV – tvrdost dle Vickerse

F – zkušební zatížení [N]

d – aritmetický průměr dvou úhlopříček  $d_1, d_2$  [mm]

$$\textit{konstanta} - \frac{1}{g} = \frac{1}{9,8} = 0,102$$

Výsledná tvrdost je úměrná stlačení určitého objemu materiálu umístěného proti vtlačovanému jehlanu. [2,4]

### 3.2.2 Korekce zkoušky

Zkoušku můžeme korigovat na základě Meyerova exponentu a to kvůli tomu, že nemůžeme bez patřičného přepočtu srovnávat hodnoty mikrotvrdomosti s hodnotami makrotvrdomosti, i když jsou prováděny stejným vtiskovaným tělískem.

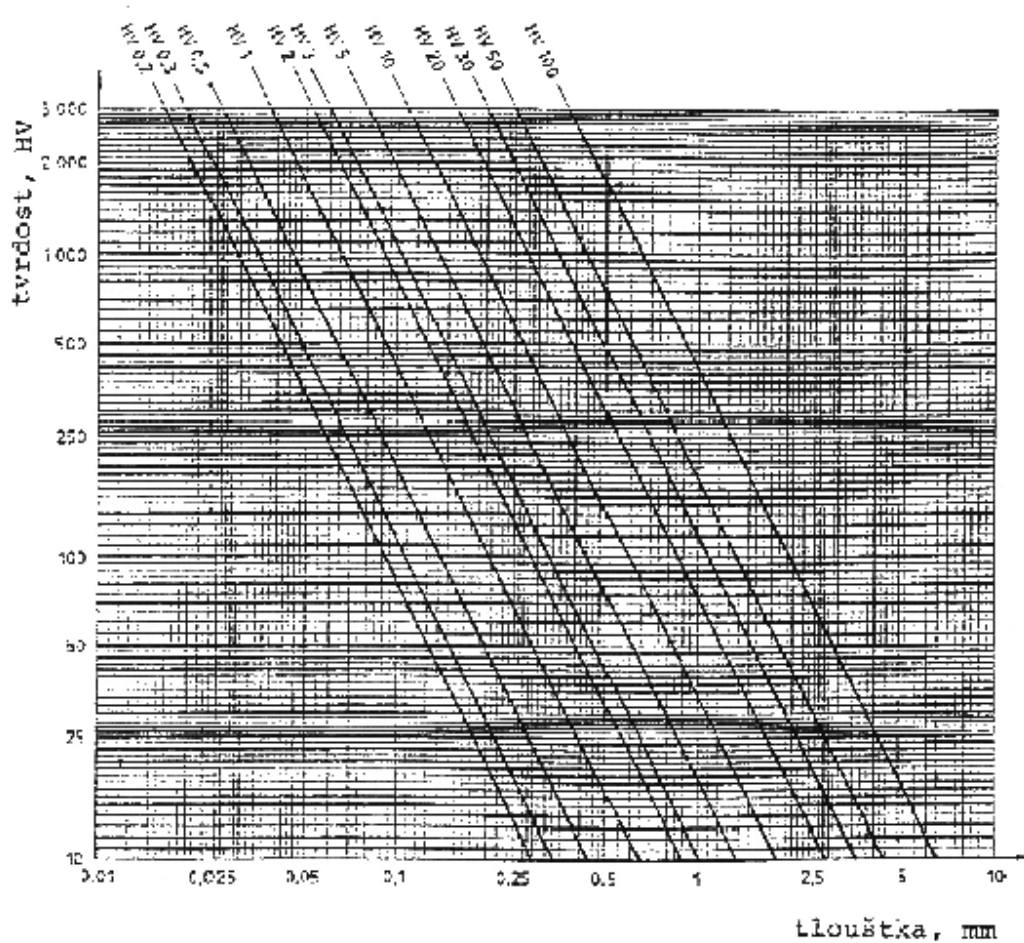
Další korekce je na základě pokusných vtisků. Vzniká při vtisku jehlanu kromě trvalého i pružné přetvoření materiálu v okolí vtisku. Vtisk měřený za působícího zatížení je větší než po odlehčení. To platí tím více, čím je zatěžující síla menší. Odchylka tvrdosti je tím větší, čím méně je překročena mez pružnosti při vtiskování zkušebního tělíska do zkoušeného materiálu. K vymezení vlivu zpětného dopružování po odlehčení vtisku jsou některými badateli doporučovány přibližné metody používající korekční hodnoty pro měřené vtisky v rozsahu 2 až 5  $\mu$ . [2,4]

### 3.2.3 Označení tvrdosti

Tvrdot podle Vickerse značíme HV. Za tímto označení následuje číslice vyjadřující velikost zkušebního zatížení a doba působení zkušebního zatížení v sekundách (jenom pokud se liší od předepsané doby 10 – 15 s). Například označení 640 HV 30 při zkušebním zatížení 294,2 N působícím po dobu od 10 do 15 s nebo zápis 640 HV 30/20 znamená, že doba potřebná pro zkoušku je 20 s. [2,4]

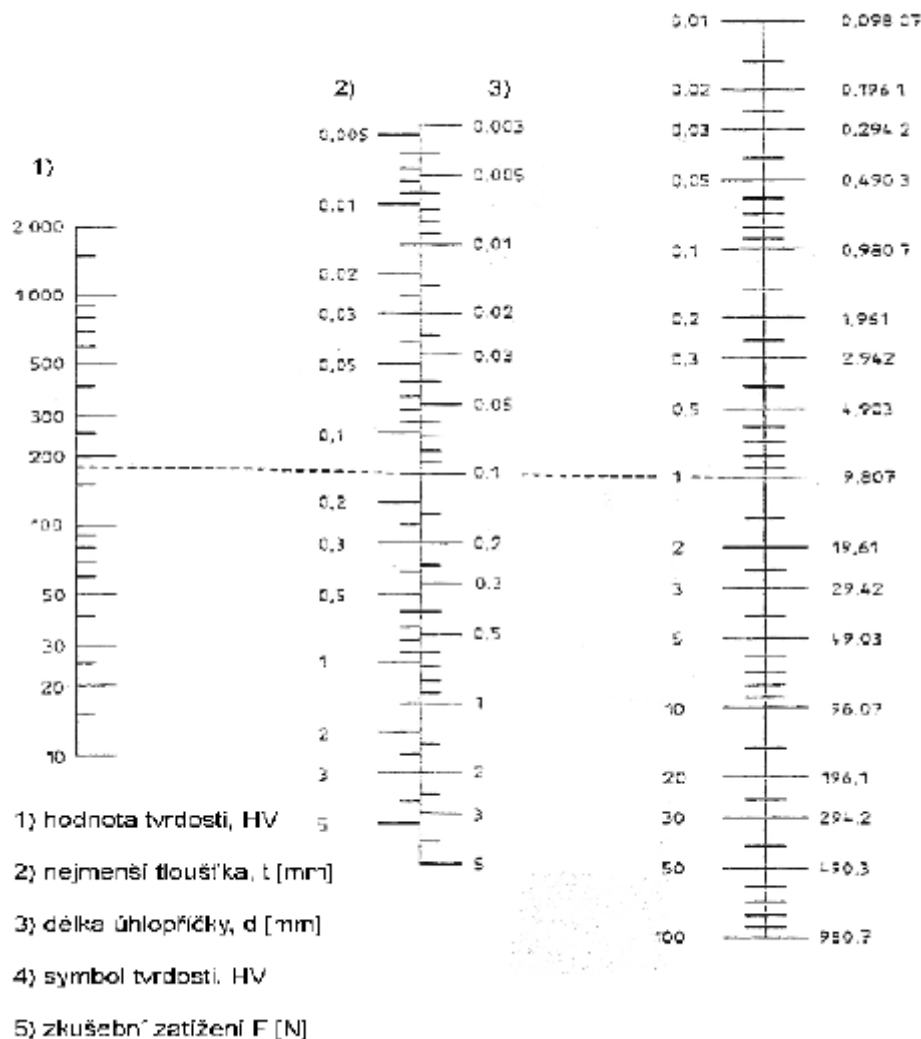
### 3.2.4 Zkušební těleso

Při měření mikrotvrdoti musí být umožněno přesné měření úhlopříček vtisku. Na vzorku nesmí být mazadla, okuje, a cizí tělíka. Rovněž také musí být zajištěn rovný a hladký povrch. Příprava vzorku probíhá jako metalografický výbrus, to znamená, že nesmí dojít deformacím nebo tepelnému ovlivnění povrchu. Příprava se běžně provádí broušením za mokra, leštěním na diamantových pastách a elektroleštěním. Tloušťka zkušebního tělesa nebo vrstvy musí být nejméně 1,5násobek délky úhlopříčky vtisku. [2,4]



Obrázek 15 - Grafické znázornění nejmenší tloušťky zkušebního tělesa s ohledem na zkušební zatížení a hodnotu tvrdosti [4]

Monogram na obr. 12 znázorňuje nejmenší tloušťku zkušebního tělesa za předpokladu, že je 1,5násobkem délky úhlopříčky vtisku. Požadovaná nejmenší tloušťka je dána průsečíkem na její stupnici (stupnice 2) s přímkou spojující hodnotu zkušebního zatížení (pravá stupnice) a hodnotu tvrdosti (levá stupnice). [2,4]



Obrázek 16 - Nejmenší tloušťku zkušebního tělesa za předpokladu, že je 1,5násobkem délky úhlopříčky vtisku [4]

### 3.2.5 Provedení zkoušky

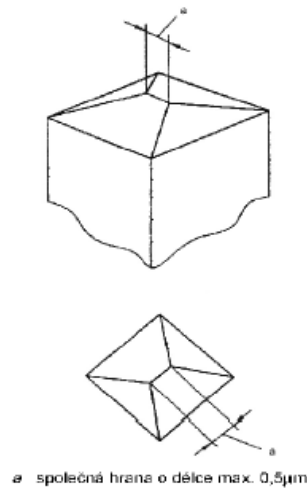
Na velmi tuhou podložku umístíme zkušební těleso, tak aby se nemohlo během zkoušky pohybovat. Vnikající těleso zatlačujeme do zkušebního tělesa při zkušebním zatížení, které směřuje kolmo k jeho povrchu. Doba zatěžování se pohybuje v rozmezí 2 s až 8 s (od začátku až do plné hodnoty). Nesmí být delší ani kratší. Tato doba nesmí u zkoušky tvrdosti při nízkém zatížení a zkoušky mikrotvrdosti překročit 10 s a přitom nemůže rychlost zatěžování překročit 0,2 mm/s. Doba, po kterou probíhá plné zkušební zatížení musí být v rozmezí 10 s až 15 s.

To co ovlivňuje výsledek zkoušky je také umístění vtisků. Platí, že středy dvou sousedních vtisků musí být nejméně trojnásobkem průměrné hodnoty úhlopříček vtisku (měď, ocel, slitiny mědi) a nejméně šestinásobek v případě lehkých kovů (cín, olovo, jejich slitiny). Také vzdálenost středů každého vtisku od okraje zkušební vzorku musí splňovat podmínku, že vzdálenost musí být nejméně dva a půl násobkem průměrné hodnoty úhlopříček vtisku (měď, ocel, slitiny mědi) a nejméně trojnásobku pro lehké kovy (olovo, cín, jejich slitiny). [2,4]

Tabulka 4 - Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Vickerse [2]

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

Vickersův diamant ve tvaru čtyřbokého jehlanu musí splňovat velmi přísná kritéria, aby mohl být použit pro zkoušky mikrotvrdosti. Jeho vrcholový úhel musí být  $136 \pm 0,5^\circ$ . Ověříme ho pomocí dvoukruhového goniometru. Všechny čtyři stěny jehlanu musí být vzhledem k ose vnikajícího tělesa skloněny pod stejným a musí se protínat v jednom bodě; délka společné hrany mezi dvěma protilehlými stěnami nesmí přesáhnout  $0,5 \mu\text{m}$ . [2,4]

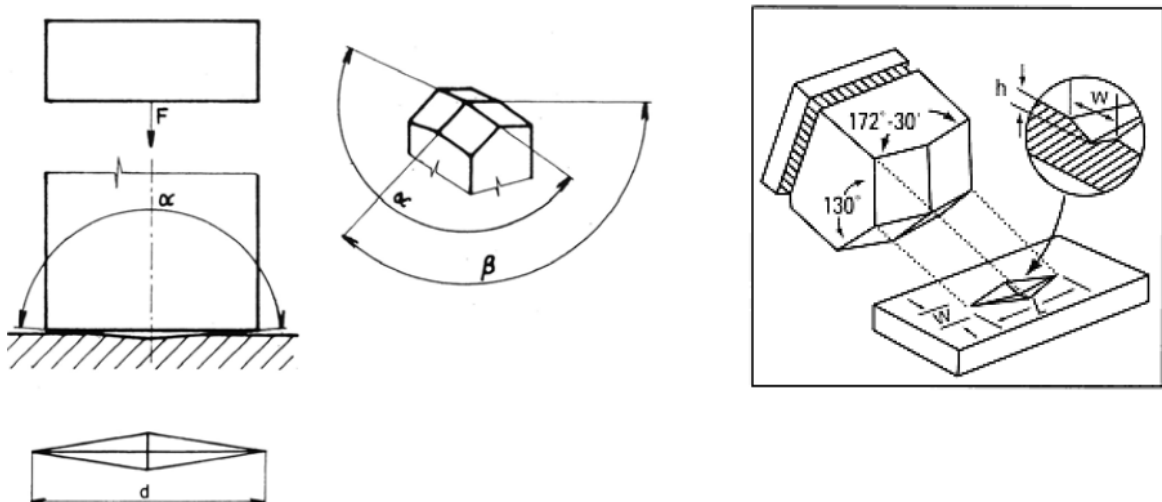


Obrázek 17 - Obvyklý tvar vrcholu vnikajícího tělesa, při velkém zvětšení [21]

### 3.3 Mikrotvrдость dle Knoopa

#### 3.3.1 Princip zloušky

Do povrchu zkoušeného materiálu vtlačujeme diamantové vnikací těleso ve tvaru jehlanu se základnou tvaru kosočtverce a předepsanými úhly protilehlých stran. Poté změříme delší úhlopříčku vtisku, která vznikne po odlehčení. Definice této zkoušky je obsažena v normě ČSN ISO 4545, která udává zatěžující zatížení do 9,807 N. [4]



Obrázek 18 - Princip zkoušky tvrdosti podle Knoopa [4]



Následná tvrdost je vyjádřena jako poměr zkušební zátěže k ploše vtisku. Plochou vtisku myslíme jehlan s kosočtvercovou základnou a s vrcholovými úhly, které se rovnají úhlům vnikajícího tělesa. [4]

Vztah pro výpočet mikrotvrdosti: (3.3)

$$HK = \frac{\textit{konstanta} \cdot \textit{zkušební zátěž}}{\textit{plocha povrchu vtisku}}$$

(3.4)

$$HK = 0,102 \cdot \frac{F}{d^2 \cdot c} = 0,102 \cdot \frac{F}{0,07028 \cdot d^2} = 0,1451 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HK – tvrdost dle Knoopu

F – zkušební zátěž [N]

d – délka delší úhlopříčky [mm]

$$\textit{konstanta} - \frac{1}{g} = \frac{1}{9,8} = 0,102$$

$$\textit{konstanta vnikajícího tělesa} - c = \frac{\tan \frac{\beta}{2}}{2 \cdot \tan \frac{\alpha}{2}} = \frac{1}{9,8} = 0,07028$$

### 3.3.2 Označování tvrdosti

Tvrdost dle Knoopu označujeme HK. Za tímto označením je číslice, která udává velikost zkušební zátěže a doba působení zkušební zátěže v sekundách (pokud se liší od předepsané doby 10 s – 15 s):

[4]

Př.1: 630 HV 0,2 = tvrdost dle Knoopu 630 stanovená při zkušební zátěži 1,961 N působícím po dobu od 10 do 15 s

Př.2: 630 HV 0,2/25 = tvrdost dle Knoopu 630 stanovená při zkušební zátěži 1,961 N působícím po dobu 25 s

Tabulka 5 - Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Knoop [4]

Zkouška tvrdosti dle Knoop	
Symbol tvrdosti	Nominální hodnota zkušebního zatížení F [N]
HK 0,01	0,09807
HK 0,02	0,1961
HK 0,025	0,2452
HK 0,05	0,4903
HK0,1	0,9807
HK 0,2	1,961
HK 0,3	2,942
HK 0,5	4,903
HK 1	9,807

### 3.3.3 Zkušební těleso

Kvůli přesnému měření delší úhlopříčky vtisku musíme zkušební těleso upravit. Důležité je, aby vzorek měl hladký a rovný povrch, bez mazadel a cizích tělísek. U vzorku nesmí dojít k deformační nebo tepelnému ovlivnění povrchu. To znamená, že vzorek připravujeme jako metalografický výbrus. Toho docílíme broušením za mokra a elektroleštěním. [4]

### 3.3.4 Provedení zkoušky

Zajistíme zkušební vzorek na podložce tak, aby se při zkoušce nemohl pohnout. Vnikací těleso zatlačujeme do zkušebního vzorku předem definovanou silou. Zatížení plnou silou musí proběhnout do 10 s. Celá zkouška trvá obvykle v rozmezí 10 s – 15 s. Rychlost přibližování vnikajícího tělesa musí být v rozmezí od 15  $\mu\text{m/s}$  do 70  $\mu\text{m/s}$ . Jednotlivé vtisky musí být od sebe vzdáleny tak, aby se dodržela norma ČSN ISO 4545. [4]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 4 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem bakalářské práce bylo měření mikrotvrdotit materiálu polypropylenu neplněného a plněného 25% skelných vláken, modifikovaného beta zářením. Do PP 25% G.F. bylo přidáno síťovací činidlo TAIC v množství 5% objemových procent. Celkový proces přípravy prováděla firma PTS Plastic Technologie Service, Hautschenmühle 3, Adelshofen, Deutschland.

Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření mikrotvrdoti proběhlo na mikrotvrdoměru Micro-Combi testeru od firmy CSM Instruments, při zatížení 0.5N. Každý soubor měření obsahoval 10 kusů zkušebních těles. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Cíle bakalářské práce byly následující:

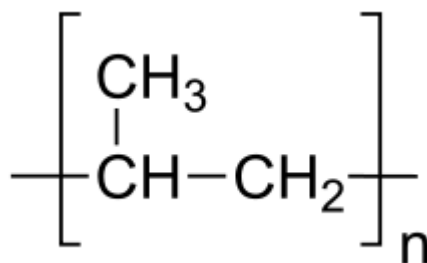
1. Vypracování literární studie na dané téma.
2. Příprava zkušebních těles pro experimentální část.
3. Provedení experimentu.
4. Vyhodnocení naměřených výsledků.

## 5 MATERIÁL PP

### 5.1 Výroba PP

Vyrábí se v několika tlakových nádobách, opatřených vytápěním a míchadlem. V první nádobě se připravuje katalytický roztok. Další slouží jako polymerizátor, pak následuje odplyňovací nádoba, dále odstředivky, nádoba na odstraňování zbytků katalyzátoru, sušení, granulace a balení produktu. Celé zařízení doplňují potřebné destilační na regeneraci vypírácích rozpouštědel a samozřejmě potřebné kompresory a čerpadla. [21]

Vlastní polymerace probíhá obvykle při 80°C a tlaku do 3 MPa. Do n-heptanu, ve kterém je rozptýlen katalyzátor se přivádí propén, který ihned polymeruje na polypropylen. Vznikající reakční teplo se odvádí pláštěm. Z důvodu ekonomie a jednotnosti produktu se obvykle při poklesu polymerační rychlosti část produktu z polymerizátoru odvede a doplní čerstvými látkami. Tento proces je prakticky kontinuální. Vypuštěný produkt se vede do odplyňovacího kotle a dále se suspenze vede do odstředivek. V matečném louhu (roztok, který zbývá po vykrytalizování některé krystalické látky) zůstává převážná část alkalických podílů. Potom následuje vypírání (metanolem) za účelem rozložení zbytků katalyzátoru, vypírání nebo vyvaření ve vodě, sušení a granulace na dvojšnekových vytlačovacích strojích s vakuovou zónou. Dopravuje se zpravidla v papírových pytlích vyložených polyetylénovou fólií, obsahujících 25 kg granulátu. [21]



Obrázek 19 - Polypropylen [22]

## 5.2 Základní vlastnosti PP

Modul pružnosti v ohybu: 1 240 MPa

Mez kluzu: 30 MPa

Pevnost v tahu pi přetržení: 40 - 44 MPa

Teplota tání: 165 – 170 °C

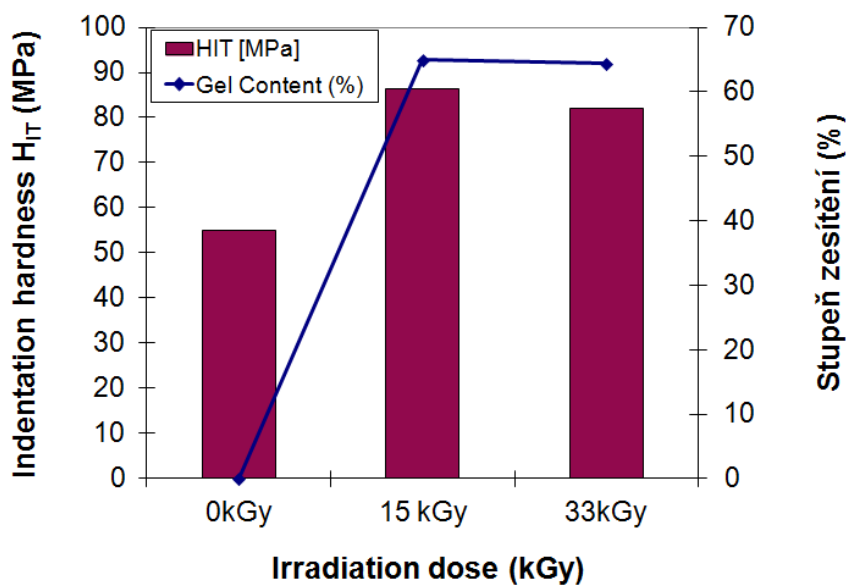
Teplota skelného přechodu: -20 °C

Rozsah teplot při použití: 0 – 100 °C

## 6 VÝSLEDKY MĚŘENÍ

### 6.1 Výsledky pro plněný Polypropylen 25%

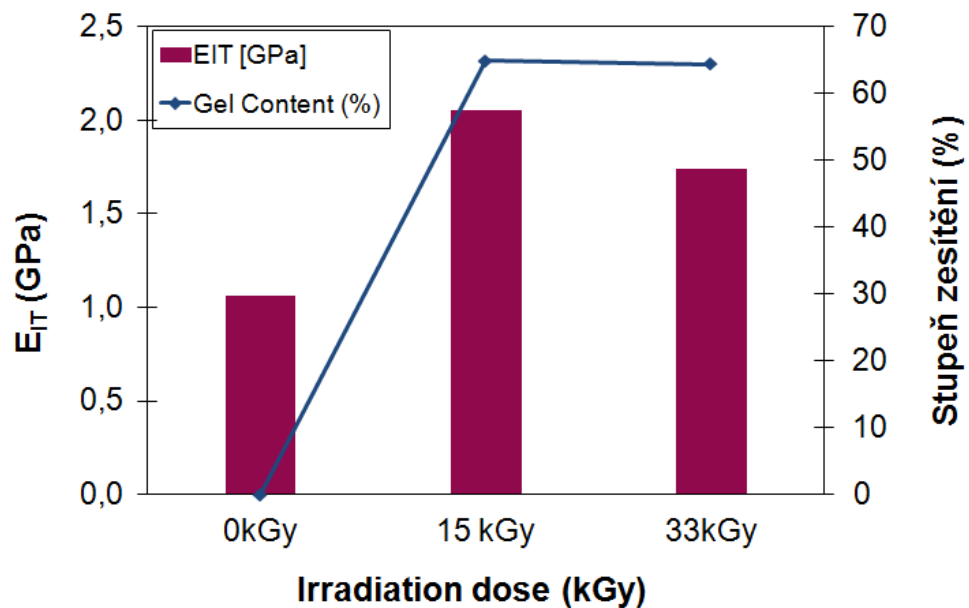
- Vtisková tvrdost



Obrázek 20 – Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota vtiskové tvrdosti byla naměřena u dávky záření 33 kGy a nejmenší hodnota byla zjištěna u 0 kGy. (viz. Obr. 19)

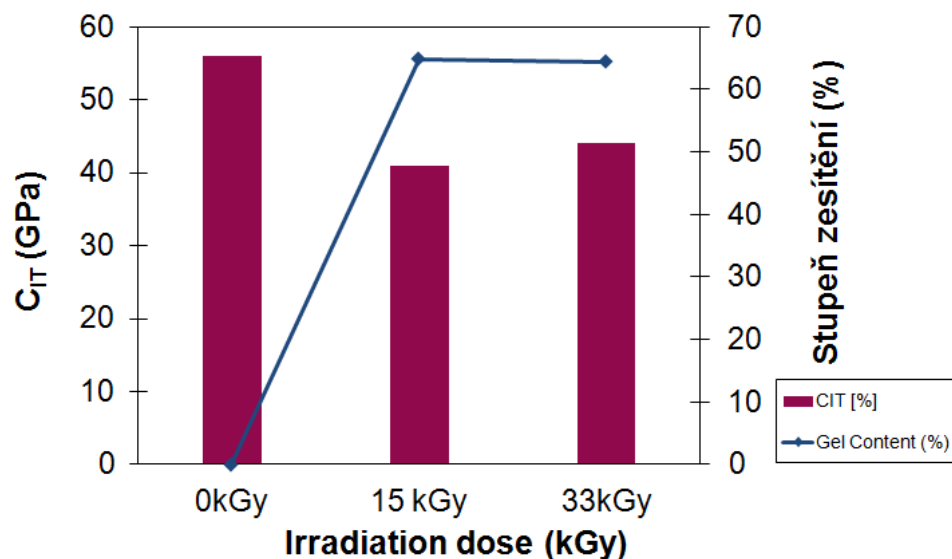
- Vtiskový modul



Obrázek 21 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota vtiskového modulu byla zjištěna u dávky záření 15 kGy, zatím co nejnižší hodnota byla dosažena u 0 kGy. (viz. Obr. 20)

- Creep

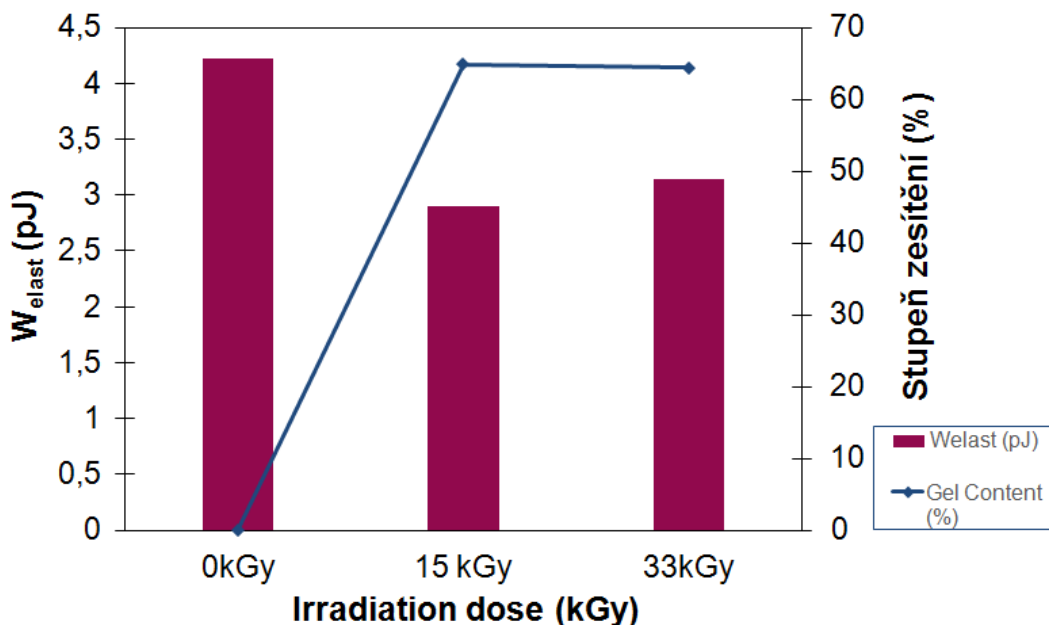


Obrázek 22 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N

Nejmenší hodnota creepu u zkoušky mikrotvrdosti byla naměřena u dávky záření 15 kGy a naopak nejvyšší hodnota creepu je u dávky záření 0 kGy. (viz. Obr. 21)



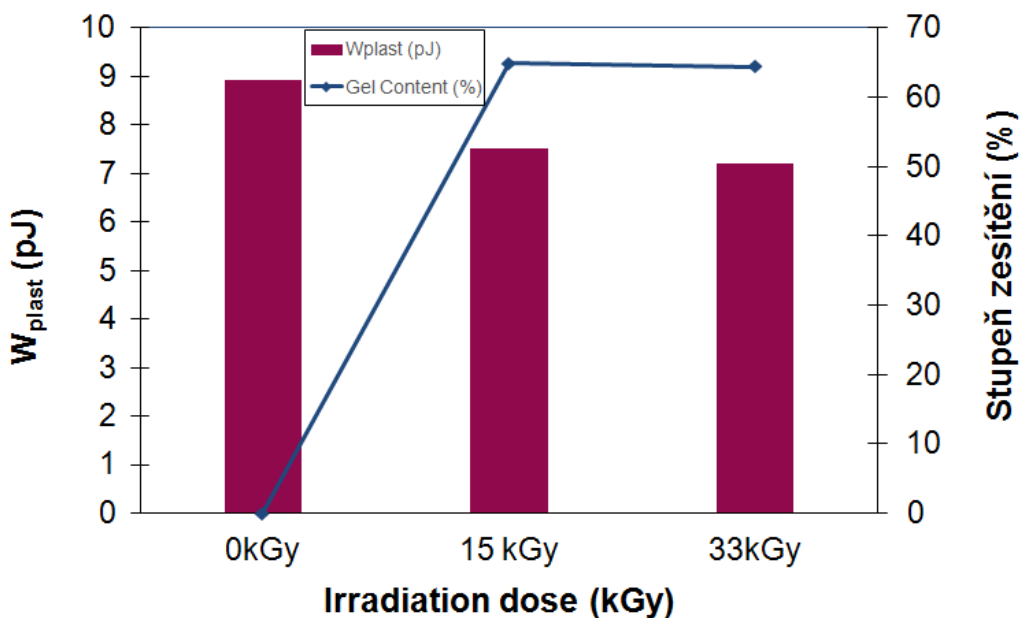
- **Elastická deformační práce**



Obrázek 23 – Elastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota elastické deformační práce byla naměřena u dávky záření 15 kGy, naopak nejmenší u dávky záření 0 kGy. (viz. Obr. 22)

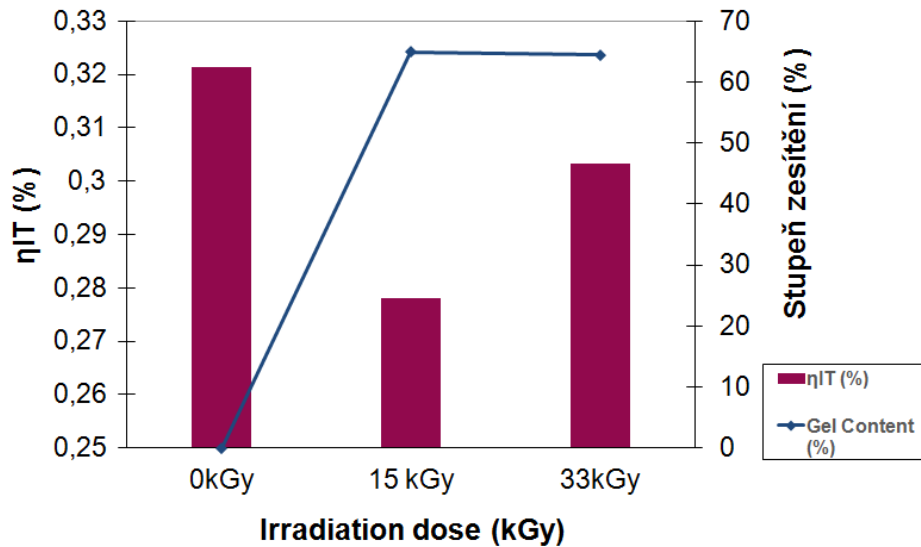
- **Plastická deformační práce**



Obrázek 24 - Plastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota plastické deformační práce byla naměřena u dávky záření 0 kGy, naopak nejmenší u dávky záření 33 kGy. (viz. Obr. 23)

- Koeficient zpětné relaxace

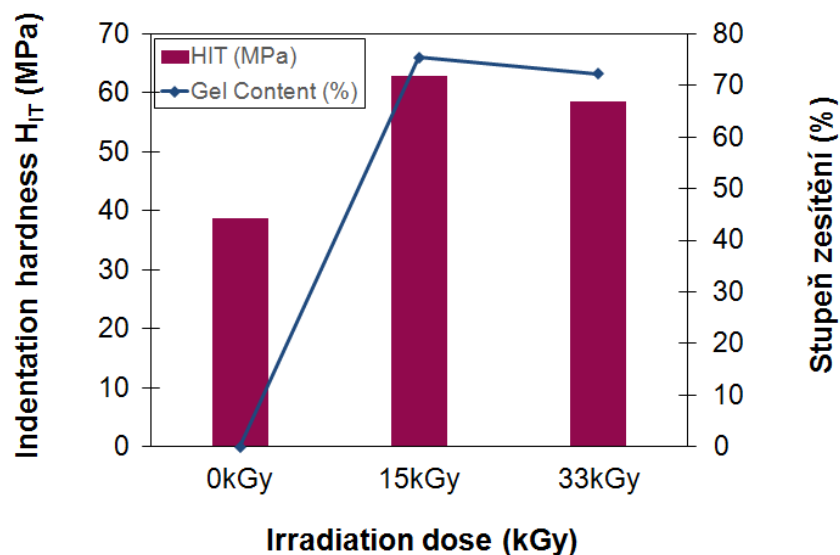


Obrázek 25 – Hodnota koeficientu zpětné relaxace naměřená při zatížení 0,5 N

Nejmenší hodnota koeficientu zpětné korelace u zkoušky mikrotvrdomosti byla naměřena u dávky záření 0 kGy a naopak nejvyšší hodnota je u dávky záření 15 kGy. (viz. Obr. 24)

## 6.2 Výsledky pro neplněný Polypropylen

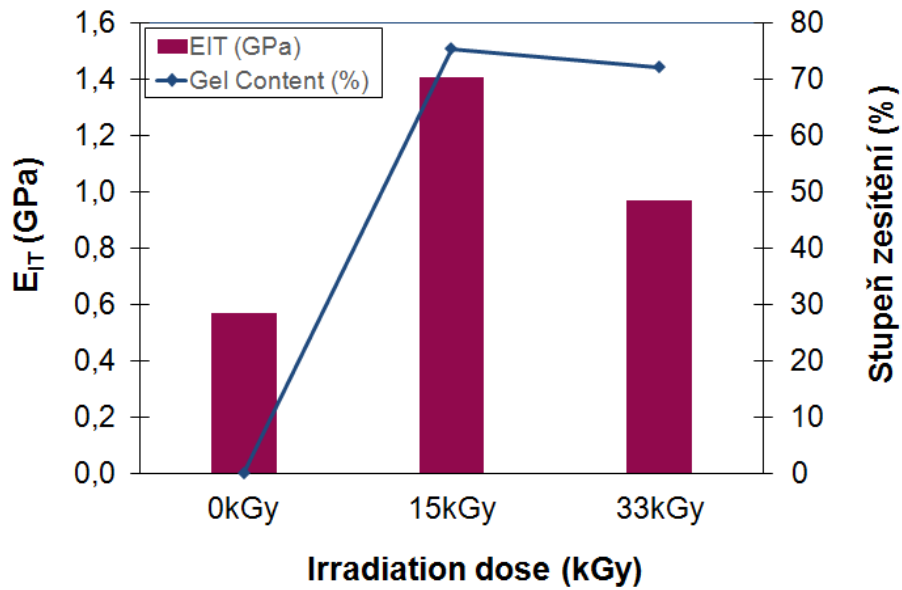
- Vtisková tvrdost



Obrázek 26 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota vtiskové tvrdosti byla naměřena u dávky záření 15 kGy a nejmenší hodnota byla zjištěna u 0 kGy. (viz. Obr. 25)

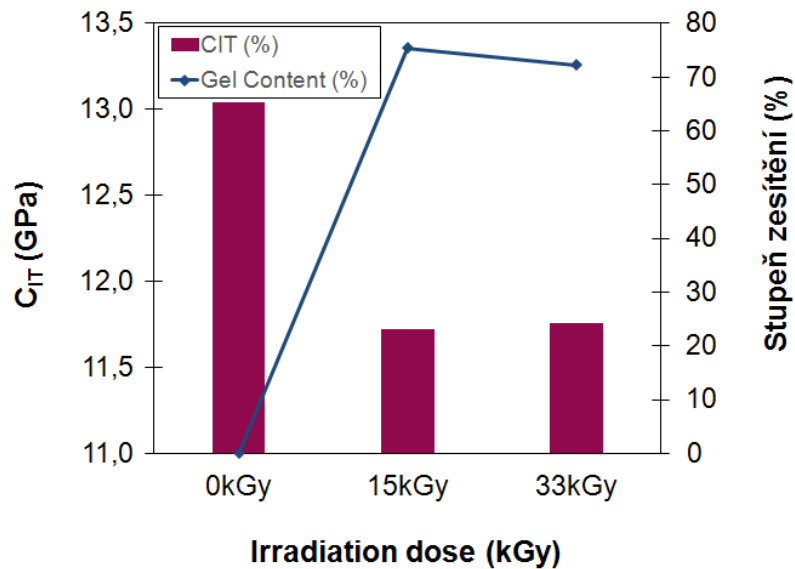
- **Vtiskový modul**



Obrázek 27 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota vtiskového modulu byla zjištěna u dávky záření 15 kGy, zatím co nejnižší hodnota byla dosažena u 0 kGy. (viz. Obr. 26)

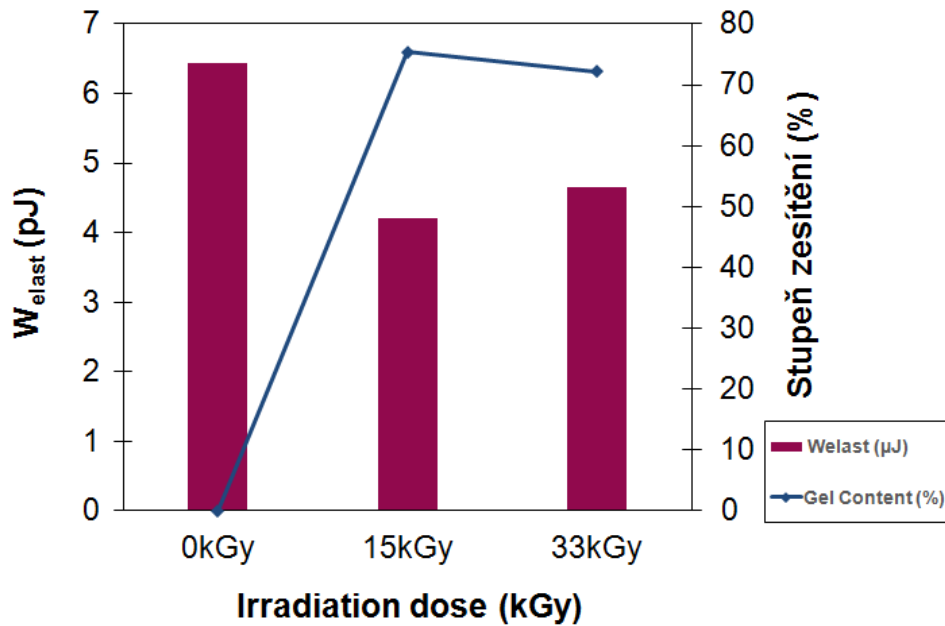
- **Creep**



Obrázek 28 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N

Nejmenší hodnota creepu u zkoušky mikrotvrdosti byla naměřena u dávky záření 15 kGy a naopak nejvyšší hodnota creepu je u dávky záření 0 kGy. (viz. Obr. 27)

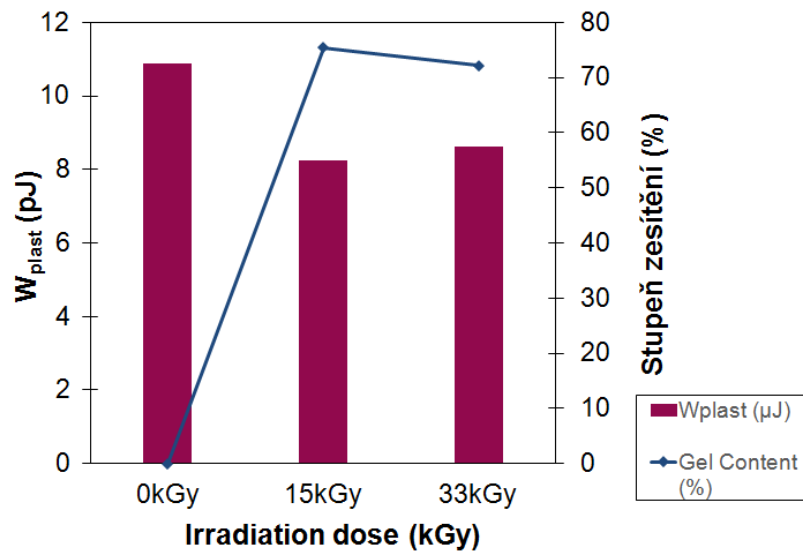
- **Elastická deformační práce**



Obrázek 29 - Elastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota elastické deformační práce byla naměřena u dávky záření 0 kGy, naopak nejmenší u dávky záření 15 kGy. (viz. Obr. 28)

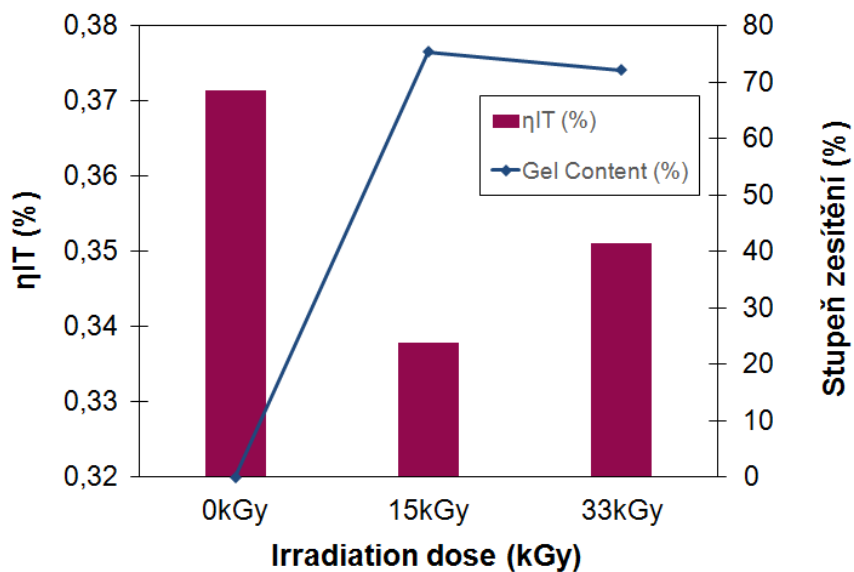
- **Plastická deformační práce**



Obrázek 30 - Plastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N

Největší hodnota plastické deformační práce byla naměřena u dávky záření 0 kGy, naopak nejmenší u dávky záření 15 kGy. (viz. Obr. 29)

- Koeficient zpětné relaxace



Obrázek 31 - Hodnota koeficientu zpětné relaxace naměřená při zatížení 0,5 N

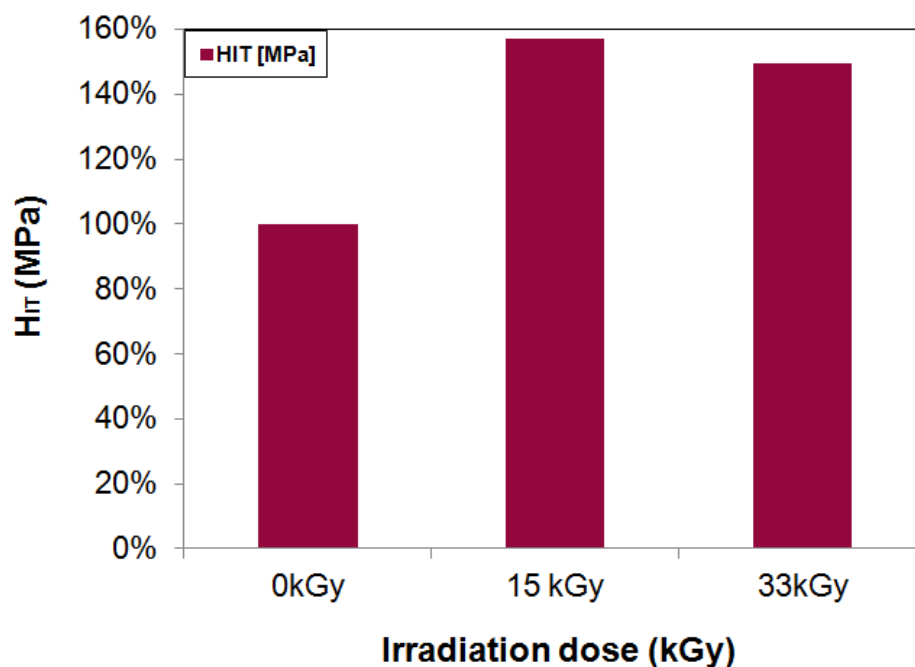
Nejmenší hodnota koeficientu zpětné korelace u zkoušky mikrotvrlosti byla naměřena u dávky záření 0 kGy a naopak nejvyšší hodnota je u dávky záření 15 kGy. (viz. Obr. 24)

## 7 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Balalářská práce se zabývá měřením mikrotvrdomosti povrchové vrstvy polypropylenu neplněného a plněného 25% skelných vláken, modifikovaného beta zářením. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření mikrotvrdomosti proběhlo na mikrotvrdoměru MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments, při zatížení 0.5N. Každý soubor měření obsahoval 10 kusů zkušebních těles. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

### 7.1 Porovnání hodnot pro plněný Polypropylen 25%

- Vtisková tvrdost

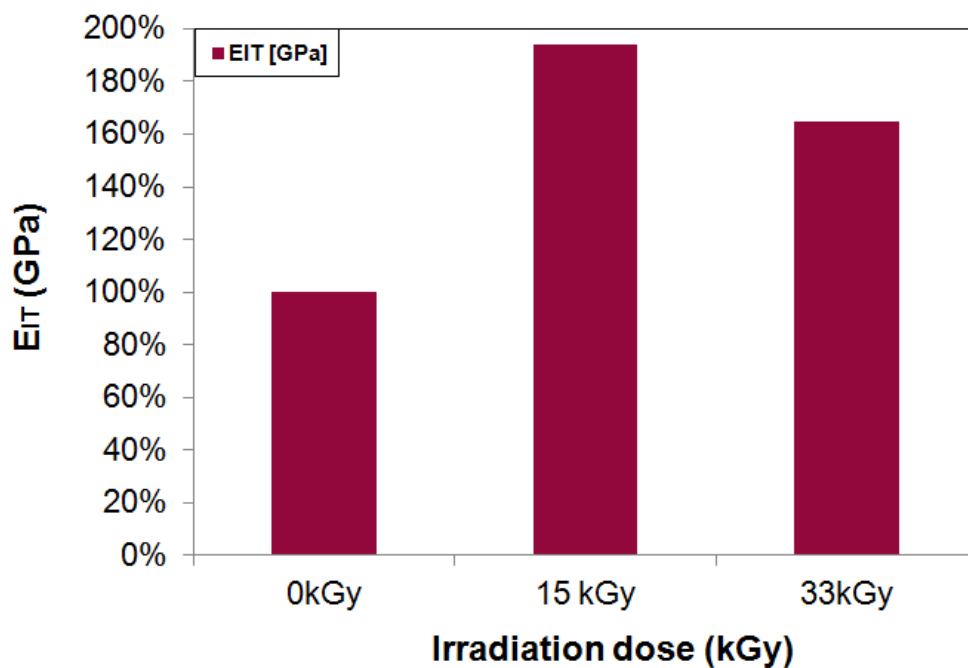


Obrázek 32 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Z výsledků měření mikrotvrdomosti vyplynulo, že nejvyšší hodnoty mikrotvrdomosti byly naměřeny u zkušebního testovaného tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy. Naopak nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti byla zjištěna u neozářeného zkušebního tělesa. Nárůst hodnot vtiskové u zkušebního tělesa ozářeného dávkou záření 15 kGy v porovnání s neozá-

řeným zkušebním tělesem o 56%. V případě aplikované druhé dávky beta záření došlo k nárůstu vtiskové tvrdosti v porovnání s neozářeným zkušebním tělesem o 50%, jak je patrné z obrázku 32.

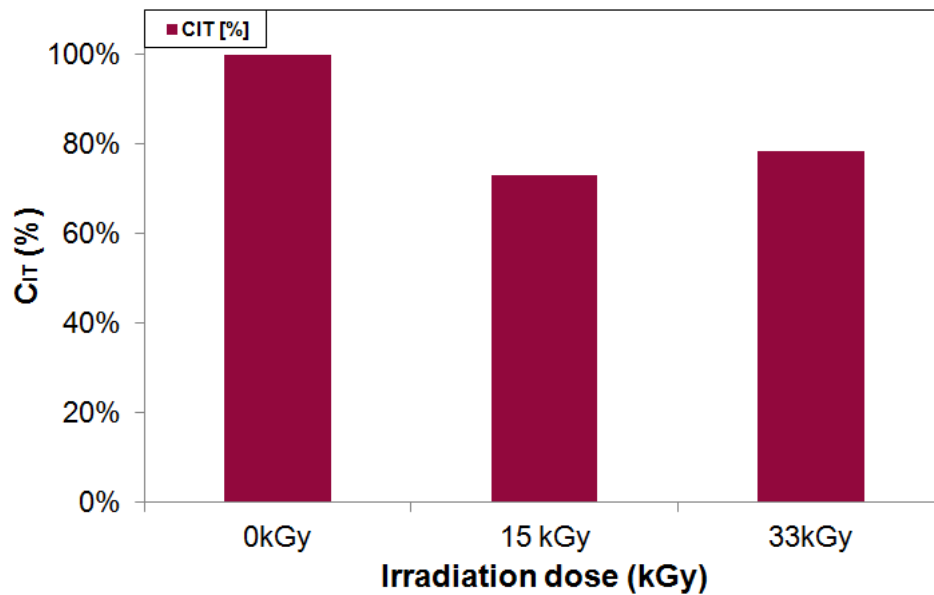
- **Vtiskový modul**



Obrázek 33 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Výsledky měření vtiskového modulu pružnosti, který reprezentuje mikrotuhost testované povrchové vrstvy zkušebního tělesa ukázaly, nejvyšší hodnota mikrotuhosti byla zjištěna u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy. Naoak nejmenší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u neozářeného zkušebního tělesa. Nárůst hodnot mikrotuhosti zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy v porovnání s neozářeným zkušebním tělesem byl o 94%. U aplikované druhé dávky beta záření byl zaznamenán nárůst vůči neozářenému zkušebnímu tělesu o 64%, jak je patrné z obrázku 33.

## ▪ Creep



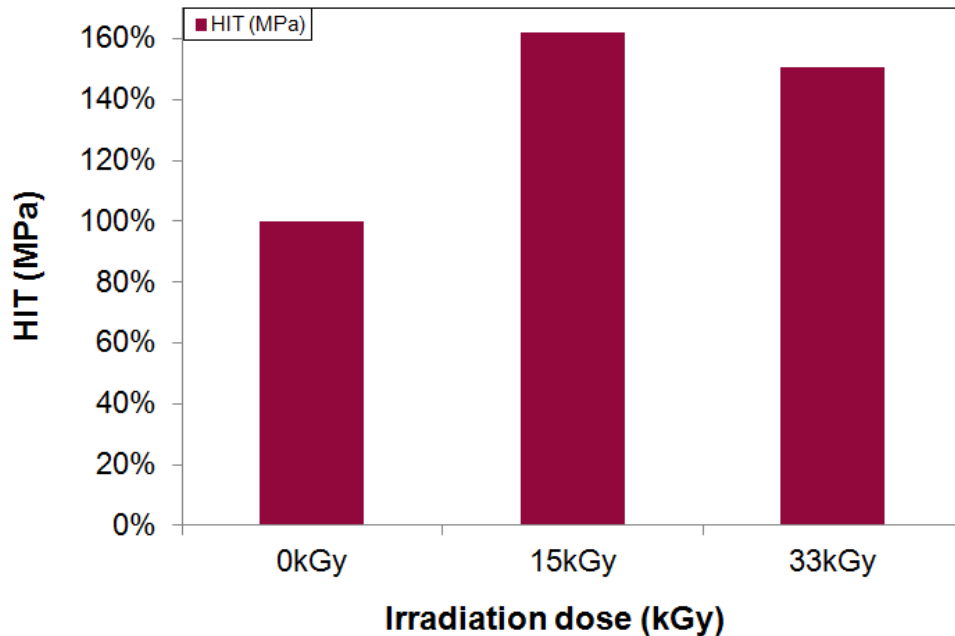
Obrázek 34 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N

Výsledky vtiskového tečení, které reprezentuje mikrokríp testované povrchové vrstvy ukázaly, že nejmenší hodnota mikrokrípu byla naměřena u testovaného zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy neozářeného testovaného zkušebního tělesa. Naopak nejvyšší hodnota mikrokrípu byla zjištěna u neozářeného testovaného zkušebního tělesa. Pokles hodnot mikrokrípu u testovaného zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření vůči neozářenému zkušebnímu tělesu byl o 27%, jak je zobrazeno na obrázku 34. Druhá aplikovaná dávka beta záření zkušebního testovaného zkušebního tělesa zaznamenalo pokles hodnot mikrokrípu vůči neozářenému zkušebnímu tělesu o 22%.



## 7.2 Porovnání hodnot pro neplněný Polypropylen

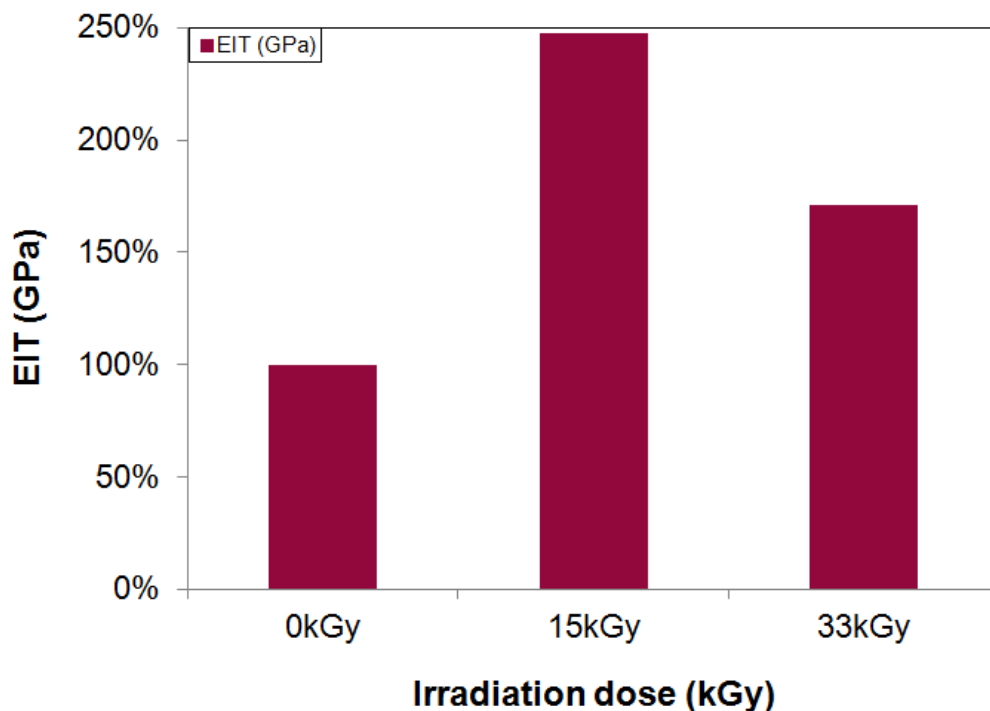
- Vtisková tvrdost



Obrázek 35 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Z výsledků měření mikrotvrdomosti vyplynulo, že nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti byla zjištěna u neozářeného zkušební tělesa. Nejvyšší hodnoty mikrotvrdomosti byly naměřeny u zkušební testovaného tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy. Nárůst hodnot vtiskové u zkušební tělesa ozářeného dávkou záření 15 kGy v porovnání s neozářeným zkušebním tělesem o 62%. Neozářené zkušební těleso bylo v porovnání s aplikovanou druhou dávkou beta záření o 51% větší, jak je patrné z obrázku 35.

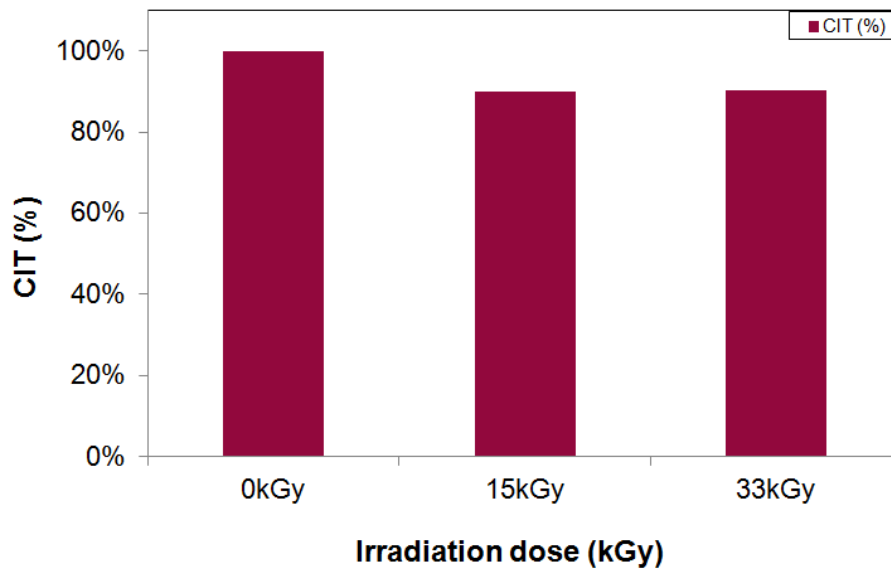
- Vtiskový modul



Obrázek 36 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N

Mikrotuhost testované povrchové vrstvy zkušební tělesa, které reprezentují výsledky měření vtiskového modulu pružnosti, ukázaly, že nejmenší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u neozářeného zkušební tělesa. Naopak nejvyšší hodnota mikrotuhosti byla zjištěna u zkušební tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy. Nárůst hodnot mikrotuhosti zkušební tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy v porovnání s neozářeným zkušebním tělesem byl o 148%. U aplikované druhé dávky beta záření byl zaznamenán nárůst vůči neozářenému zkušebnímu tělesu o 71%, jak je patrné z obrázku 36.

- Creep



Obrázek 37 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N

Výsledky vtiskového tečení, které reprezentuje mikrokríp testované povrchové vrstvy ukázaly, že nejvyšší hodnota mikrokrípu byla zjištěna u neozářeného testovaného zkušební tělesa. Naopak nejmenší hodnota mikrokrípu byla naměřena u testovaného zkušební tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy neozářeného testovaného zkušební tělesa. Pokles hodnot mikrokrípu u testovaného zkušební tělesa ozářeného dávkou 15 kGy vůči neozářenému zkušebnímu tělesu byl o 11%, jak je zobrazeno na obrázku 37. Druhá aplikovaná dávka beta záření 33 kGy zkušebního testovaného zkušební tělesa zaznamenalo pokles hodnot mikrokrípu vůči neozářenému zkušebnímu tělesu o 10%.

## ZÁVĚR

Balalářská práce se zabývala měřením mikrotvrdomosti povrchové vrstvy polypropylenu neplněného a plněného 25% skelných vláken, modifikovaného beta zářením. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologii vstřikování na vstřikovacím stroji ARBURG ALLROUNDER 470C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, a 99 kGy. Měření mikrotvrdomosti proběhlo na mikrotvrdoměru MicroCombi testeru od firmy CSM Instruments, při zatížení 0.5N. Každý soubor měření obsahoval 10 kusů zkušebních těles. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Výsledky měření mikrotvrdomosti ukázaly, že modifikace polypropylénu neplněného a plněného 25 % skelných vláken má pozitivní vliv na mikromechanické vlastnosti testované povrchové vrstvy. Hodnoty vtiskové tvrdosti u PP 25% G.F, ozářeného dávkou beta záření 15 kGy ukázaly nárůst hodnot vůči neozářenému PP 25% G.F. o 56%. Vtiskový modul pružnosti, který reprezentuje mikrokríp testované povrchové vrstvy vykázal nárůst hodnot u testovaných zkušebních těles ozářených dávkou beta záření 15 kGy vůči neozářeným zkušebním tělesům o 94%. Vtiskové tečení reprezentující mikrokríp testovaného povrchové vrstvy pokles u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy o 27%.

Hodnoty vtiskové tvrdosti u neplněného PP, ozářeného dávkou beta záření 15 kGy ukázaly nárůst hodnot vůči neozářenému neplněnému PP o 62%. Vtiskový modul pružnosti, který reprezentuje mikrokríp testované povrchové vrstvy vykázal nárůst hodnot u testovaných zkušebních těles ozářených dávkou beta záření 15 kGy vůči neozářeným zkušebním tělesům o 148%. Vtiskové tečení reprezentující mikrokríp testovaného povrchové vrstvy pokles u zkušebního tělesa ozářeného dávkou beta záření 15 kGy o 10%.

Naměřené výsledky ukazují, že modifikace plněného a neplněného polypropylenu nízkými dávkami beta záření mají zásadní vliv na mikromechanické vlastnosti testované povrchové vrstvy. Zvýšení hodnot mikrotuhosti a pokles hodnot mikrokrípu posouvají testované zkušební tělesa modifikované beta zářením do oblasti náročných aplikací v průmyslové sféře. Uplatnění mohou najít právě tam, kde je požadavek na vysokou odolnost proti opotřebení povrchové vrstvy výrobků.

## SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MACHEK, V., SODOMKA, J. *Nauka o materiálu. 4. část. Polymery a kompozity s polymerní matricí.*, 1. vydání. Praha : nakladatelství ČVUT, 2008. 86 s. ISBN 978-80-01-03927-4
- [2] PÍŠEK, František. *Nauka o Materiálu II.: 1. svazek.* Praha: Československé akademie věd, 1959.
- [3] PLUHARŮ, Jaroslav, Josef KORITA a KOL. *Strojírenské materiály: Druhé přepracované vydání.* Praha: Nakladatelství technické literatury, 1977.
- [4] DOLEŽAL, Pavel a Bohumil PACAL. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů* [online]. Vysoké učení technické v Brně, 2006,
- [5] DUŠEK, Jiří. *Tvrdost, mikrotvrdost, nanotvrdost – čisté kovy měřené metodou DSI* [online]. Brno, 2008
- [6] DOLEŽAL, P., PACAL, B. *Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálu.* Brno : VUT 2006.
- [7] SKÁLOVÁ, Jana, Rudolf KOVAŘÍK a Vladimír BENEDIKT. *Základní zkoušky kovových materiálů.* 4. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2005, 175 s. ISBN 80-704-3417-1.
- [8] VSCHT. *VSCHT v Praze* [online]. 2006 [cit. 2014-05-02]. Dostupné z: [http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_isbn-80-7080-617-6/pages-img/016.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_isbn-80-7080-617-6/pages-img/016.html)
- [9] Polymery. *Polymery stručně* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z: <http://www.vscht.cz/ipl/osobni/svorcik/Polymery.pdf>
- [10] Accelrys. In: *Accelrys.com/* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z: <http://accelrys.com/products/materials-studio/images/conformers.gif>
- [11] Proinex. *Http://www.proinex.cz/* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z: [http://www.proinex.cz/components/com\\_virtuemart/shop\\_image/product/Digit\\_1n\\_\\_stol\\_5152ea7ef1887.jpg](http://www.proinex.cz/components/com_virtuemart/shop_image/product/Digit_1n__stol_5152ea7ef1887.jpg)
- [12] Chempoint. *Http://www.chempoint.cz/* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/data/imgs/00454l.png>
- [13] HLUCHÝ, Miroslav a Jan KOLOUCH. *Strojírenská technologie 1. 3., přeprac.* vyd. Praha: Scientia, 2002, 266 s. ISBN 80-718-3262-6.

- [14] Výrobní stroje, s.r.o. [online]. [© 2009-2013] [cit. 2013-01-17]. Dostupné z:  
<http://www.vyrobnistroje.cz/cz/Default.aspx>
- [15] Converter. *Converter.cz* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z:  
<http://www.converter.cz/jednotky/tvrdest-brinell.htm>
- [16] Mbcalibr. *Mbcalibr.cz* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z:  
<http://www.mbcalibr.cz/produkty/big-298618c.jpg>
- [17] Metalografie. *VSCHT v Praze* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z:  
[http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor/fm\\_metalografie\\_1/teorie.htm](http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor/fm_metalografie_1/teorie.htm)
- [18] Euro-inox. *Euro-inox.org* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z:  
[http://www.euro-inox.org/pdf/map/Electropolishing\\_CZ.pdf](http://www.euro-inox.org/pdf/map/Electropolishing_CZ.pdf)
- [19] Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii. *Fyzika.upo.cz* [online]. [cit. 2014-05-02]. Dostupné z:  
<http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf>
- [20] Internetová podpora pro studenty VUT z  
<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/hmsm/index.htm>
- [21] Vysoké učení technické v Brně. [online]. [cit. 2013-01-17]. Dostupné z:  
<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/hmsm/index.htm>

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

HIT	Vtisková tvrdost
EIT	Vtiskový modul pružnosti
We	Elastická deformační práce
Wp	Plastická deformační práce
HV	Tvrdomost podle Vickerse
HB	Tvrdomost podle Brinella
HR	Tvrdomost podle Rockwella
CIT	Creep
EIT	Vtiskový modul
HK	Tvrdomost dle Knoopu
PP	Polypropylen
HIT	Vtisková tvrdost
Wtotal	Celková deformační práce
Fmax	Maximální síla
Hc	Hloubka vtisku
S	Plocha
l	Délka úhlopříčky
kGy	Jednotka intenzity záření
KHN	Mikrotvrdomost podle Knoopu
F	Zatěžující síla [N]
H	Tvrdomost
DSI	Depth Sensing Indentation – Instru- mentovaná vnikací zkouška

## SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obrázek 1 - Řetězec polymeru [10]</i> .....	12
<i>Obrázek 2 - Rozdělení polymerů [7]</i> .....	12
<i>Obrázek 3 - Martensův přístroj k vrypové zkoušce tvrdosti [4]</i> .....	15
<i>Obrázek 4 - Princip zkoušky tvrdosti Podle Brinella [13]</i> .....	16
<i>Obrázek 5 - Tvrdoměr Brinell [11]</i> .....	16
<i>Obrázek 6 - Princip zkoušky tvrdosti podle Vickerse [12]</i> .....	18
<i>Obrázek 7 - TvrdoměrVickersl [14]</i> .....	18
<i>Obrázek 8 - Princip zkoušky tvrdosti podle Rockwella [15]</i> .....	21
<i>Obrázek 9 - Tvrdost podle Rockwella [16]</i> .....	21
<i>Obrázek 10 - Přístroj pro mechanické broušení [17]</i> .....	24
<i>Obrázek 11 - Schéma elektrolytického broušení [18]</i> .....	24
<i>Obrázek 12 - Leptání na hranici zrn [19]</i> .....	25
<i>Obrázek 13 - Plošné leptání [19]</i> .....	25
<i>Obrázek 14 - Princip zkoušky Mikrotvrdosti dle Vickerse [20]</i> .....	26
<i>Obrázek 15 - Grafické znázornění nejmenší tloušťky zkušebního tělesa s ohledem na zkušební zatížení a hodnotu tvrdosti [4]</i> .....	29
<i>Obrázek 16 - Nejmenší tloušťku zkušebního tělesa za předpokladu, že je 1,5násobkem délky úhlopříčky vtisku [4]</i> .....	30
<i>Obrázek 17 - Obvyklý tvar vrcholu vnikajícího tělesa, při velkém zvětšení [21]</i> .....	32
<i>Obrázek 18 - Princip zkoušky tvrdosti podle Knoopu [4]</i> .....	32
<i>Obrázek 19 - Polypropylen [22]</i> .....	37
<i>Obrázek 20 – Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	39
<i>Obrázek 21 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	40
<i>Obrázek 22 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N</i> .....	40
<i>Obrázek 23 – Elastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	41
<i>Obrázek 24 - Plastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	41
<i>Obrázek 25 – Hodnota koeficientu zpětné relaxace naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	42
<i>Obrázek 26 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	42
<i>Obrázek 27 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	43
<i>Obrázek 28 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N</i> .....	43
<i>Obrázek 29 - Elastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	44
<i>Obrázek 30 - Plastická deformační práce naměřená při zatížení 0,5 N</i> .....	44



---

<i>Obrázek 31 - Hodnota koeficientu zpětné relaxace naměřená při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>45</i>
<i>Obrázek 32 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>46</i>
<i>Obrázek 33 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>47</i>
<i>Obrázek 34 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>48</i>
<i>Obrázek 35 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>49</i>
<i>Obrázek 36 - Vtisková tvrdost naměřená při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>50</i>
<i>Obrázek 37 - Creep naměřený při zatížení 0,5 N .....</i>	<i>51</i>

**SEZNAM TABULEK**

<i>Tabulka 1 - Sestavení nerostů podle Mohseovy stupnice tvrdosti [2] .....</i>	<i>15</i>
<i>Tabulka 2 - Předepsané zátěžné doby při zkoušce podle Vickerse [3].....</i>	<i>19</i>
<i>Tabulka 3 - Tvrdost dle Vickerse - oblasti zkušebního zatížení pro kovové materiály [4].....</i>	<i>26</i>
<i>Tabulka 4 - Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Vickerse [2] .....</i>	<i>31</i>
<i>Tabulka 5 - Zkušební zatížení pro zkoušku tvrdosti dle Knoopu [4] .....</i>	<i>34</i>