Vliv beta záření na mikro-mechanické vlastnosti polymerů

Bc. Martin Pouzar

Diplomová práce
2015

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická
Ústav výrobního inženýrství
akademický rok: 2014/2015

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE
(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení:	**Bc. Martin Pouzar**
Osobní číslo:	**T13691**
Studijní program:	**N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor:	**Výrobní inženýrství**
Forma studia:	**prezenční**
Téma práce:	**Vliv beta záření na mikro-mechanické vlastnosti polymerů**

Zásady pro vypracování:

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

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

Dle doporučení vedoucího DP

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Martin Ovsík, Ph.D.**
Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce: **30. ledna 2015**

Termín odevzdání diplomové práce: **13. května 2015**

Ve Zlíně dne 30. ledna 2015

doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.
děkan

UNIVERZITA TOMÁŠE BATI VE ZLÍNĚ
Fakulta technologická
L.S.

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

Příjmení a jméno: Bc. Martin Pouzar Obor: Výrobní inženýrství

P R O H L Á Š E N Í

Prohlašuji, že

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

Ve Zlíně .....

.....

[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 nevýdělečně 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 přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá problematikou mikrotvrdosti vybraného polymeru modifikovaného beta zářením. Práce je rozdělena na teoretickou a praktickou část.

Teoretická část popisuje problematiku radiačního síťování, zkoušky tvrdosti a mikrotvrdosti, a vlastnosti vybraného polymeru. K zjištění materiálových vlastností bude využita instrumentovaná zkouška tvrdosti (DSI).

V praktické části jsou nejprve popsána zařízení pro experiment, vlastnosti zkoušeného materiálu a jeho síťování. Dále popisuje zjištění materiálových vlastností pomocí metody DSI. Na závěr je provedeno zhodnocení naměřených výsledků.

Klíčová slova: Polymer, síťování, beta záření, modifikace polymerů, mikrotvrdost, Instrumentovaná zkouška tvrdosti (DSI)

ABSTRACT

The diploma thesis deal with microhardness of the selected polymer modified using beta radiation. The work is divided into theoretical and practical part.

The theoretical part describes the radiation crosslinking, hardness and microhardness testing, and properties of the selected polymer. To determine the material properties will be used instrumented hardness test (DSI).

In the practical part are first described devices for experiment, properties of the tested material and its crosslinking. Then it describes determination of material properties using the DSI method. At the end is performed the evaluation of the measured results.

Keywords: Polymer, crosslinking, beta radiation, polymers modification, microhardness, Instrumented hardness test (DSI).

Na tomto místě bych chtěl poděkovat především vedoucímu diplomové práce Ing. Martinu Ovsíkovi, Ph.D. za odborné vedení diplomové práce a za pomoc při získávání informací potřebných k jejímu vypracování.

Dále bych chtěl také poděkovat firmě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG v Saal an der Donau za provedení ozáření zpracovaných materiálů.

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

OBSAH

ÚVOD **11**

I TEORETICKÁ ČÁST **12**

1 POLYMERY A JEJICH TŘÍDĚNÍ **13**

1.1 ELASTOMERY 13

1.2 TERMOPLASTY 13

1.3 REAKTOPLASTY 13

2 IONIZUJÍCÍ ZÁŘENÍ **15**

2.1 DRUHY ZÁŘENÍ 15

2.1.1 Záření alfa (α) 15
2.1.2 Záření beta (β) 16
2.1.3 Záření gama (γ) 17
2.1.4 Neutronové záření 18
2.1.5 Rentgenové záření 19

3 ZKOUŠKY TVRDOSTI **21**

3.1 ZKOUŠKY VNIKACÍ 21

3.1.1 Brinellova zkouška 21
3.1.2 Ludwikova zkouška 22
3.1.3 Rockwellova zkouška 23
3.1.4 Vickersova zkouška 24
3.1.5 Knoopova zkouška 25
3.1.6 Bierkovičova zkouška 26

3.2 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI 26

3.2.1 Princip zkoušky 27
3.2.2 Vnikací těleso 27
3.2.3 Vztahy pro výpočet mikrotvrdosti 28
3.2.4 Zkušební zařízení 28
3.2.5 Výsledky měření 29

3.3 DYNAMICKÉ ZKOUŠKY VNIKACÍ 30

3.3.1 Tvrdoměr Poldi 30
3.3.2 Baumanovo kladívko 31

3.4 ZKOUŠKY ODRAZOVÉ 32

3.4.1 Shoreho metoda (Shoreho skleroskop) 32
3.4.2 Duroskop 33

3.5 ZKOUŠKY VRYPOVÉ 33

4 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI **35**

4.1 PŘEDMĚT NORMY 35

4.2 ZNAČKY A JEJICH VÝZNAM 36

4.3 ZPRACOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT 37

4.3.1 Tvrdost podle Marthense HM 37

4.3.2 Vtisková tvrdost H_{IT} ... 38
4.3.3 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} ... 38
4.3.4 Vtiskové tečení C_{IT} ... 39
4.3.5 Vtisková relaxace ... 39
4.3.6 Plastická a pružná část práce vnikacího procesu ... 40
4.4 TYPY ŘÍZENÍ POUŽÍVANÉ U VNIKACÍHO PROCESU ... 41
5 POLYPROPYLEN ... 42
5.1 VLASTNOSTI ... 42
5.2 MOŽNOSTI POUŽITÍ POLYPROPYLENU ... 42
II PRAKTICKÁ ČÁST ... 44
6 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE ... 45
7 ZAŘÍZENÍ PRO EXPERIMENT ... 46
7.1 VSTŘIKOVACÍ STROJ ... 46
7.2 VSTŘIKOVACÍ PARAMETRY ... 47
7.3 TVRDOMĚR MICRO-COMBI TESTER ... 47
8 SÍŤOVÁNÍ VZORKŮ ... 49
9 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI ... 50
10 MATERIÁL ... 51
10.1 POPIS PP GF30 ... 51
10.2 POUŽITÍ PP GF30 ... 51
10.3 ZÁKLADNÍ VLASTNOSTI PP GF30 ... 52
11 STATICKÉ VYHODNOCENÍ PRAKTICKÉ ČÁSTI ... 53
11.1 STATISTICKÉ VZTAHY ... 53
11.2 NAMĚŘENÁ DATA ... 55
11.2.1 Vtisková tvrdost H_{IT} ... 56
11.2.2 Vtiskový modul pružnosti E_{IT} ... 58
11.2.3 Vtiskové tečení (Creep) C_{IT} ... 60
11.2.4 Tvrdost dle Vickerse H_{VIT} ... 64
11.2.5 Deformační práce ... 66
11.3 INDENTAČNÍ CHARAKTERISTIKY ... 69
12 DISKUSE VÝSLEDKŮ ... 73
12.1 VTISKOVÁ TVRDOST H_{IT} ... 73
12.2 VTISKOVÝ MODUL E_{IT} ... 74
12.3 VTISKOVÉ TEČENÍ (CREEP) C_{IT} ... 75
ZÁVĚR ... 76
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY ... 78
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK ... 80

SEZNAM OBRÁZKŮ 82
SEZNAM TABULEK 84

ÚVOD

Téma diplomové práce jsem si vybral zejména proto, že v současné době polymery často nahrazují klasické materiály jako dřevo, kov, keramiku, sklo aj. Je to i díky jeho vlastnostem, které umožňují široké a relativně snadné zpracování převedením do nejrůznějších tvarů. Mezi další výhody jsou dále pak relativně levné a dostupné suroviny, které mohou nahradit nedostatkové a drahé materiály.

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

S rostoucím uplatněním polymerních materiálů rostou i nároky na jejich vlastnosti. Je proto nezbytné zkoumat vlastnosti polymerních materiálů. Zlepšení polymerních vlastností, kterými se zabývá tato diplomová práce, jejíž základ spočívá ve vytvoření sítě, k čemuž dochází při ozáření materiálu ionizačním beta zářením. Polymerní materiály do určité dávky ozáření získávají lepší mechanické, chemické i teplotní vlastnosti.

Hlavním úkolem této diplomové práce je zjistit a porovnat, jaký vliv mají různé dávky záření na mikro-mechanické vlastnosti polymeru. V současné době došlo k několika inovacím při měření tvrdosti polymerních materiálů. Jednou z nich je metoda DSI neboli instrumentovaná zkouška tvrdosti. Tato metoda nám relativně snadno umožní změřit jak tvrdost, tak i další důležité vlastnosti materiálu. Mezi tyto vlastnosti, patří např. creepové chování, modul pružnosti a celková deformační práce.

Testovaný materiál (PP plněný 30% skelných vláken) po zpracování do podoby zkušebních těles podstoupí proces ozáření v německé firmě BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG. Poté dojde k provedení Instrumentované zkoušky tvrdosti DSI na měřicím přístroji MICRO-COMBI TESTER od firmy CSM, kde získané a naměřené hodnoty budou následně vyhodnoceny.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 POLYMERY A JEJICH TŘÍDĚNÍ

Polymery patří mezi důležitou materiálovou skupinu. Polymery mají uplatnění v nejrůznějších oborech lidské činnosti, přináší potřebu měřit a sledovat jejich vlastnosti. Proto vznikla celá oblast zkoušení polymerů, která se zabývá sledováním veličin a vypracováním příslušných zkušebních metod. Polymerní materiály jsou rozděleny do tří základních kategorií. [1]

1.1 Elastomery

Jsou polymery s kaučukovou elasticitou, které se při malém napětí silně deformují a po uvolnění se rychle, nebo pomalu vracejí do původního tvaru. Elastomery jsou obvykle přírodní a syntetické kaučuky, které vulkanizací vytvářejí řídkou trojrozměrnou kaučukovou síť za vzniku vysoce elastické pryže. Patří sem i nevulkanizující elastomerní látky jako je například izobutylén, termoplastické elastomery aj. [2]

1.2 Termoplasty

Jsou polymery, které je možno opakovatelně tvářet či tvarovat. Opětovným zahřátím a ochlazením přecházejí do tuhého, většinou sklovitého, někdy i krystalického stavu. Mezi termoplasty patří například polystyrén, polyetylén, polypropylén, polyamidy, polyvinylchlorid, polymetylmetakrylát a mnoho dalších polymerů. Jsou i termoplasty, které se teplem netaví a přecházejí do plastického stavu pomocí plastifikátorů nebo přechodnou chemickou modifikací, jako polyvinylalkohol, celulóza a některé jejich deriváty. [3]

1.3 Reaktoplasty

Jsou polymery, které vytvrzením za normální teploty, nebo i za tepla vytvářejí hustou prostorovou síť. Reaktoplasty jsou po vytvrzení nerozpustné, netavitelné, tvrdé, a proto jsou ve vytvrzeném stavu nazývány dimery. Mezi reaktoplasty zařazujeme například fenolformaldehydové pryskyřice epoxidové a polyesterové pryskyřice aj. [4]

Podle typů makromolekul, které tvoří základ polymerního materiálu, se můžou polymery dělit také na:

Lineární – tvořené nerozvětvenými makromolekulami

Větvené – tvořené makromolekulami, u nichž jsou na hlavním řetězci navázány různě dlouhé postranní řetězce.

Síťované – tvořené z makromolekul navzájem spojených příčnými vazbami. [5]

Syntetické polymery vznikají pomocí tří základních chemických reakcí: polymerací, polykondenzací a polyadicí. [2]

Polymerace je řetězová chemická reakce velkého počtu molekul monomeru, při které vznikají dlouhé makromolekuly polymeru. Výsledkem polymerace je makromolekulární řetězec, který ve velmi krátké době narůstá do své „nekonečné“ délky, a proto v reakční směsi existují vedle sebe nezreagované molekuly monomeru a makromolekuly polymeru ve své konečné velikosti. [2]

Polykondenzace je reakce, při které reagují dva stejné nebo různé monomery. Tyto monomery obsahují dvě nebo více reakčních funkčních skupin a dochází k postupnému nárůstu molekulové hmotnosti. V průběhu reakce nevzniká jen polymer, ale vzniká i nízkomolekulární produkt (např. voda, methanol, amoniak). Výsledkem polykondenzačních reakcí jsou polyamidy nebo polyestery. [2]

Sloučeniny, které obsahují molekuly násobné vazby nebo jsou tvořeny kruhy s malým počtem členů, mohou být mimo vzájemné spojování (řetězení) schopny adičních reakcí se sloučeninami, jejichž molekuly obsahují vhodné funkční skupiny. Pokud mají tyto sloučeniny ve svých molekulách alespoň dvě funkční skupiny, může mnohonásobnou adicí vzniknout polymer. Tato reakce je nazývána **polyadice**. Příkladem polyadice je například vznik polyuretanů z diizokyanátů a glykolů. Na rozdíl od polymerace poskytuje polyadice strukturu základního článku polymeru odlišnou od struktury výchozích látek. [2]

2 IONIZUJÍCÍ ZÁŘENÍ

S rostoucím rozvojem lidské společnosti se stále častěji setkáváme s novými poznatky a vlivy, které se nás nějakým způsobem dotýkají. Jedním z vlivů je například záření produkované přístroji, které jsou prvotně určeny k tomu, aby nám nějakým způsobem usnadňovaly práci. Některá zařízení či provozy mají ale také vedle předností i své nedostatky. Příkladem mohou být třeba některé diagnostické přístroje používané v medicíně či jaderné provozy. Zde vstupuje do hry záření, které je těmito zařízeními produkováno. Zvýšenou pozornost je pak třeba věnovat škodlivému záření, které může mít negativní účinky na osoby nacházející se v blízkosti zdroje tohoto záření. Toto škodlivé záření se označuje též jako ionizující záření. [3]

Charakteristika tohoto záření je, že ionizuje látku, se kterou přijde do styku. To znamená, že z neutrálních atomů je schopno „vytrhnout“ elektrony a vytvořit tak kladně a záporně nabité ionty. Ionty pak mohou vést až k disociaci molekul, která může v těžší formě přerůst až v nemoc z ozáření. [3]

2.1 Druhy záření

Mezi ionizující záření patří záření alfa, záření beta, záření gama, neutronové a rentgenové záření. Tato záření vznikají při procesech probíhajících na atomární úrovni (tj. v elektronových obalech či atomových jádrech) a jsou částicového nebo vlnového charakteru. [3]

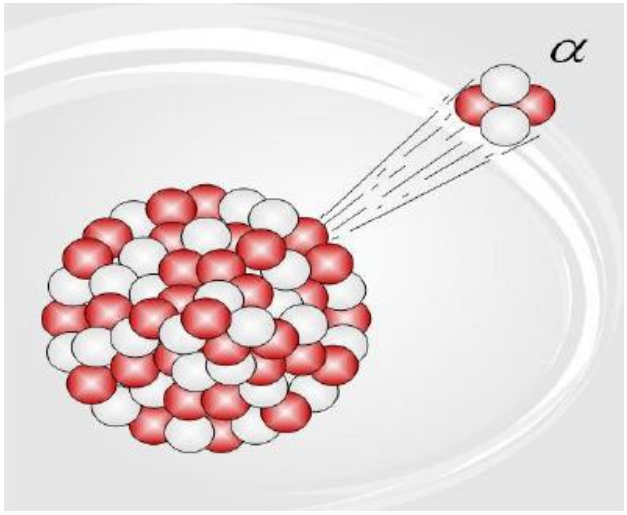
2.1.1 Záření alfa (α)

Záření alfa se skládá ze dvou protonů a dvou neutronů, jedná se tedy o jádro helia. Vzhledem k tomu, že tyto čtyři nukleony mají velkou vazebnou energii, chová se jejich seskupení jako jedna částice. [3]

Vzhledem k velké hmotnosti částice alfa a vzhledem k tomu, že částice alfa nese poměrně velký elektrický náboj (dva kladné elementární náboje), jsou ionizační ztráty energie částice při průchodu absorbujícím prostředím velké (platí, že při stejné rychlosti je ionizační schopnost částice tím větší, čím větší má náboj; proto částice alfa vyvolávají větší ionizaci než protony nebo deutorony). Částice alfa mají vysokou specifickou lineární ionizaci (vznikají řádově desítky tisíc iontů na dráze 1 cm, takže dráha je souvislou stopou). Protože ionizační ztráty jsou velké, dolet částic alfa je velmi malý (ve vzduchu při energiích kolem

10 MeV se pohybuje kolem 10 cm). Přibližně polovina energetických ztrát ionizující alfa částice připadá polovina na ionizaci a polovina na excitaci atomů prostředí. Další interakce záření alfa, tj. pružné a nepružné srážky, jsou prakticky zanedbatelné. [4]

Při dopadu na kůži se záření alfa absorbuje již v horních vrstvách (dolet částice alfa v tkáni jsou řádově jen mikrometry). Z tohoto důvodu není záření alfa při vnějším ozáření (jen s výjimkou oka) nebezpečné. Při vnitřní kontaminaci se však energie částic alfa absorbuje v malém objemu tkáně, a proto působí biologicky negativně. [4]



Obr. 1. Záření alfa [5]

2.1.2 Záření beta (β)

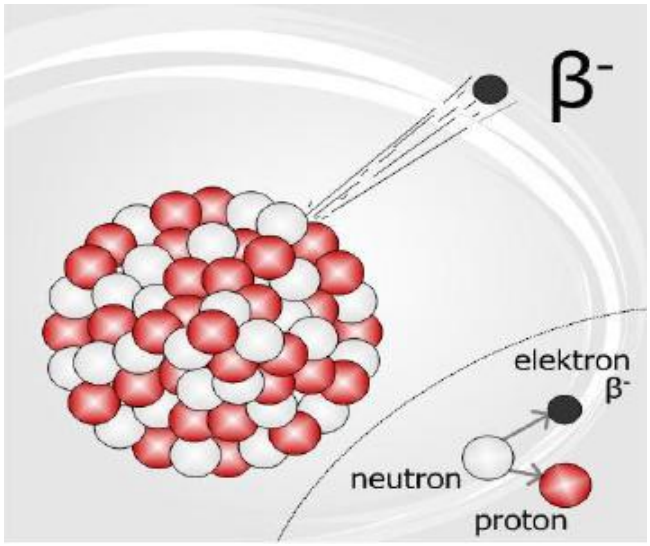
Je tvořeno buď pozitrony, nebo elektrony. Lze jej tedy vychylovat elektrickým a magnetickým pólem. Je mnohem pronikavější než záření alfa. Pohltí ho vrstva kovu od tloušťky 1 mm. [3]

Záření beta má spojité energetické spektrum. Znamená to, že obsahuje částice s energiemi od nuly až po určitou maximální energii, která je pro daný radionuklid charakteristická. Hodnoty beta zářičů činí desítky keV a jednotky MeV. [3]

Největší energetické ztráty elektronu při jeho průchodu absorbující hmotou připadají na ionizaci a excitaci. Ve srovnání se zářením alfa mají elektrony menší hmotnost i menší náboj, proto je jejich specifická lineární ionizace mnohem menší ve srovnání se zářením alfa. Jejich dolet je proto větší. Uplatňuje se též mnohem více pružný rozptyl elektronů (skutečná dráha vykonaná elektronem v absorbující látce je asi 4x větší než jeho dolet) a tvorba tzv. brzdného záření (v oblasti vlnových délek rentgenového záření). [3]

Brzdné záření je elektromagnetické vlnění, které vzniká při zabrzdění pohybujícího se elektronu v elektrostatickém poli atomového jádra následkem coulombovské interakce. Při zabrzdění elektronu je uvolněno elektromagnetické vlnění v původním směru jeho pohybu a jeho intenzita je přímo úměrná protonovému číslu absorbujícího materiálu a energii elektronů. Poměr ztrát energie elektronů brzdným zářením a ionizací (excitací) závisí na energii emitovaných elektronů. Při nízkých energiích jsou ztráty energie v důsledku brzdného záření poměrně malé, uplatňují se až při vyšších energiích emitovaných elektronů. Energetické spektrum brzdného záření je spojité, neboť velikost interakce mezi částicí a jádrem závisí na jejich vzdálenosti. [3]

Beta částice jsou relativně velmi malé a lehké (ve srovnání s částicemi alfa), proto jsou při průchodu hmotným prostředím velmi často rozptylovány jenom s malými ztrátami energie a jejich dráha může tedy být značně klikatá. Pokud je absorbující prostředí složeno z lehkých prvků, nezávisí dolet záření beta prakticky vůbec na konkrétním chemickém složení prostředí. Pro ilustraci lze uvést, že beta záření s maximální energií 2 MeV má dolet ve vzduchu přibližně 8 m, ve vodě 1 cm a v hliníku 4 mm. [4]



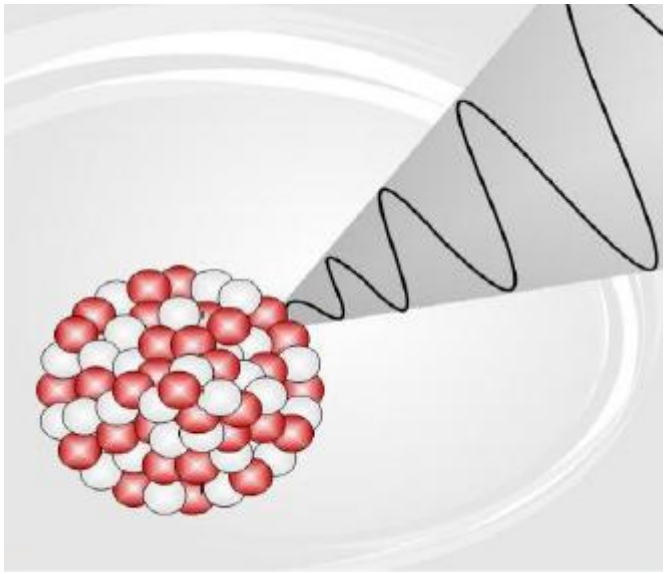
Obr. 2. Záření beta [5]

2.1.3 Záření gama (γ)

Jedná se o elektromagnetické vlnění o vysoké energii, jež vzniká při radioaktivním rozpadu jader. Ze všech záření je nejpronikavější a méně ionizuje. Zastaví ho např. až několikametrová vrstva betonu. [3]

Záření gama je elektromagnetické záření (fotony) s velmi krátkou vlnovou délkou řádu 10^{-11} až 10^{-13}m. Vzniká při jaderných reakcích nebo radioaktivní přeměně přechodem jádra z vyššího do nižšího energetického stavu, přičemž se jádro zbavuje své excitační energie. Čistých gama zářičů je málo, záření gama obvykle doprovází alfa nebo beta 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.

Interakce gama záření s hmotným prostředím se výrazně odlišuje od interakce elektricky nabitých částic. Při průchodu prostředím uvolňují fotony elektricky nabité částice a předávají jim energii dodatečnou k tomu, aby byly schopné prostředí ionizovat a excitovat. Záření gama interaguje s prostředím nepřímo, pomocí fotoelektrického jevu, Comptonova rozptylu a tvorby elektron-pozitronových párů. [4]



Obr. 3. Záření gama [5]

2.1.4 Neutronové záření

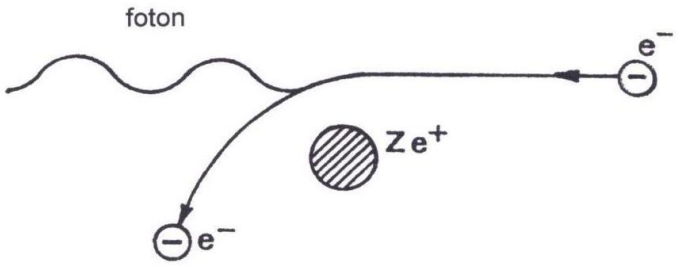
Jde o proud rychle letících neutronů. Ty jsou velice pronikavé, jelikož nenesou elektrický náboj a nemohou tak ztrácet energii interakcí s ionty. Stínění je zde složitější (obecně musí sestávat ze tří vrstev). Neutrony je třeba zpomalit a absorbovat a následně je pak ještě nutné absorbovat sekundárně vzniklé γ-záření. [3]

Lze jej vyvolat uměle v jaderných reaktorech nebo při jaderné explozi. Proud rychle letících neutronů má vysokou pronikavost díky tomu, že nesnese elektrický náboj, a nemůže tak ztrácet energii přímou ionizaci. [5]

2.1.5 Rentgenové záření

Rentgenové záření je elektromagnetické záření o krátkých vlnových délkách v intervalu 10^{-9} - 10^{-13} m. Vzniká v rentgenkách zabrzděním rychle letících elektronů v těžkých kovech. Rozlišujeme 2 druhy rentgenového záření - brzdné a charakteristické. [4]

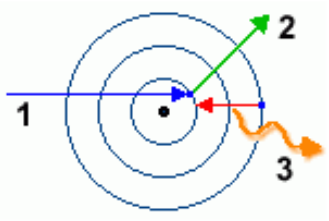
Brzdné rentgenové záření vzniká náhlou změnou rychlosti (zabrzděním) pohybujícího se elektronu. Jestliže se primární elektron letící od katody rentgenky dostane do bezprostřední blízkosti atomového jádra materiálu anody, zakřivuje se jeho dráha a prudce se snižuje jeho rychlost v elektrostatickém poli atomového jádra v důsledku silného působení coulombovských sil. Část (nebo celá) kinetické energie, kterou při zabrzdění elektron ztratil, se přemění na foton rentgenového záření o odpovídající energii. Podle popsaného mechanizmu vzniku bylo toto záření pojmenováno brzdným rentgenovým zářením. Protože většina dopadajících primárních elektronů ztrácí různou část své energie nárazy na periferní elektronové vrstvy atomů anody, do silového pole se dostává směs elektronů o různých energiích. Při zabrzdění v elektrostatickém poli jádra ztrácí každý elektron také jiné množství své kinetické energie. Vznikají tudíž současně fotony rentgenového záření s nejrůznějšími vlnovými délkami. Proto je jeho spektrum spojité. [4]



Obr. 4. Schéma vzniku brzdného záření. [4]

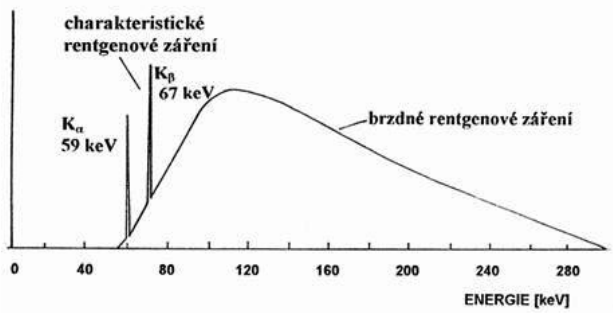
Charakteristické rentgenové záření vzniká při dopadu rychlých elektronů (elektronů s vysokou energií) na anodu (na obrázku označeno číslem 1). Přitom elektrony odevzdávají svojí kinetickou energii některému z elektronů vnitřní slupky elektronového obalu

(na obrázku označeno číslem 2), což vede k jeho přemístění do vyšší energetické hladiny (excitace) nebo k úplnému vyražení z atomu (ionizace). Excitovaný nebo ionizovaný atom je nestabilní a stabilitu získává návratem do základního stavu (přechodem elektronu z vyšší energetické hladiny na uvolněné místo). Při přechodu z vyšší energetické hladiny na nižší energetickou hladinu se musí elektron zbavit přebytku energie. Příslušný rozdíl energie se vyzáří ve formě fotonu elektromagnetického záření, tzv. charakteristického rentgenového záření pro danou elektronovou vrstvu (na obrázku označeno číslem 3). [4]



Obr. 5. Schéma vzniku charakteristického záření. [4]

Charakteristické záření má čárové spektrum a jeho energie je závislá na materiálu anody. [4]



Obr. 6. Charakteristické a brzdné záření. [4]

Interakce rentgenového záření s atomy prostředí jsou podobné jako u záření gama (fotoelektrický jev, Comptonův rozptyl, tvorba elektron-pozitronových párů). [4]

3 ZKOUŠKY TVRDOSTI

Zkouška tvrdosti je rychlou a levnou zkouškou, která slouží k odhadu mechanických vlastností materiálu. [9] Tvrdost se zkouší na povrchu materiálu a záleží nejčastěji na vtlačování cizího tělesa do zkoušeného dílce. Tvrdost se pak hodnotí podle rozměrů důlku, hloubky vniku apod. Při zkoušce se zkoušený dílec neporuší, proto je vhodná ke zkoušení hotových výrobků. Hodnoty tvrdosti jsou závislé na době působení cizího tělesa, na jeho vlastnostech a rozměrech, velikosti zatížení, elastických vlastnostech zkoušeného materiálu a na teplotě při zkoušce. Zjištěné hodnoty tvrdosti musí být proto doplněny popisem podmínek při zkoušce. Mimoto je nutno doplnit údaje charakterizující stav zkoušeného dílce (vlhkost, krystalinita, způsob výroby aj.). [7]

Podle způsobu porušení povrchu zkoušeného kovu se dělí zkoušky tvrdosti na:

- **Statické** – indentor je vtlačován malou silou ve směru kolmém ke zkoušenému povrchu. Statické zkoušky jsou označovány jako „zkoušky vnikací“. Jsou nejčastějšími zkouškami pro svoji přesnost, dobrou reprodukovatelnost a jednoduchost
- **Dynamické** – indentor do zkoumaného povrchu proniká rázem vedeným kolmo - tzv. „rázové zkoušky“
- Porušení zkoušeného tělíska je dosaženo pohybem ostrého nástroje rovnoběžně s povrchem zkoušeného materiálu tak, aby se vytvořil vryp. Tento způsob zatížení se volí u křehkých materiálů, zvláště u minerálů. [7]

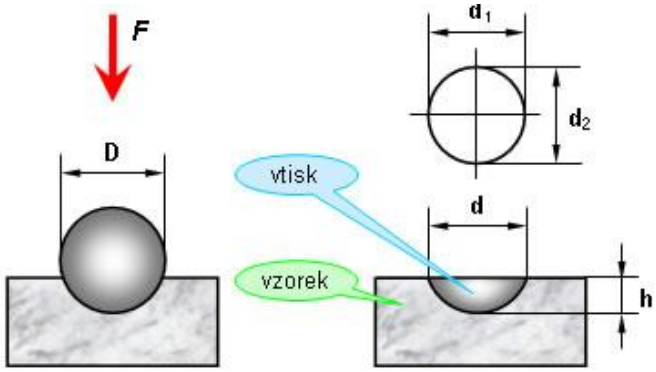
3.1 Zkoušky vnikací

Podle požadavků z praxe se rozšířilo několik druhů vnikacích zkoušek, které se od sebe liší materiálem a tvarem indentoru, způsobem vyhodnocení a velikostí zatížení. Budou uvedeny v chronologickém pořadí vzniku. [7]

3.1.1 Brinellova zkouška

Na druhém mezinárodním kongresu pro zkoušení materiálu v Paříži v roce 1900 předložil švédský vědec Brinell svoji metodu určování tvrdosti. Tato metoda se velmi rychle rozšířila a je dnes ve všech průmyslových státech normována (ČSN 42 0371). Podstatou

Brinellovy zkoušky je zatlačování ocelové kalené kuličky průměru D do vyleštěné plochy zkoušeného kovu nebo polymeru konstantním zatížením. Obr. č. 7. [11]



Obr. 7. Brinellova zkouška [12]

Po provedení zkoušky je zapotřebí změřit průměr nebo hloubku vtisku. Měření průměru je měřeno pomocí měřícího mikroskopu, tzv. Brinellovy lupy. Brinellova lupa měří s přesností na setiny milimetru. Přesné změření hloubky je mnohem obtížnější. Při sériových zkouškách je měření mikroskopem pomalé, a proto jsou tvrdoměry zkonstruovány tak, že lze přímo tuto hloubku odečíst na přístroji. S ohledem na možnost vytvoření valu v okolí vtisku je tento postup vhodný pouze při poměrném stanovování tvrdosti. Pro přesnější určování hodnot tvrdosti je třeba vycházet z průměru vtisku. [11]

Podmínky při zkouškách je nutné dodržovat z důvodu srovnatelnosti naměřených výsledků. Na výsledky má vliv zejména velikost zatížení. Zatížení se volí s ohledem na měřený materiál a na průměr použité kuličky. [11]

Výsledkem měření tvrdosti obsahuje číslo tvrdosti, symboly HBS nebo HBW a dále podmínky při zkoušce v pořadí (průměr kuličky, velikost zkušebního zatížení, doba působení zkušebního zatížení v sekundách, liší-li se od doby stanovené touto normou). [7]

3.1.2 Ludwikova zkouška

Přes rychlé rozšíření zkoušky Brinellovy byla pociťována její velká nevýhoda. Tvrdost je závislá na velikosti zatížení. (V roce 1885 vyslovil Kick známý zákon o úměrnosti přetvárné práce a příslušného deformovaného objemu. Tento zákon pro Brinellovu zkoušku neplatí, neboť poměry napjatosti se při změně zatížení mění složitějším způsobem.) Tento uvedený nedostatek odstranil Ludwik v roce 1907, když nahradil kuličku za kužel. U kuželu

zůstává při všech zatíženích poměr tangenciálního a normálního napětí stejný a tedy hodnota tvrdosti je na zatížení nezávislá. [11]

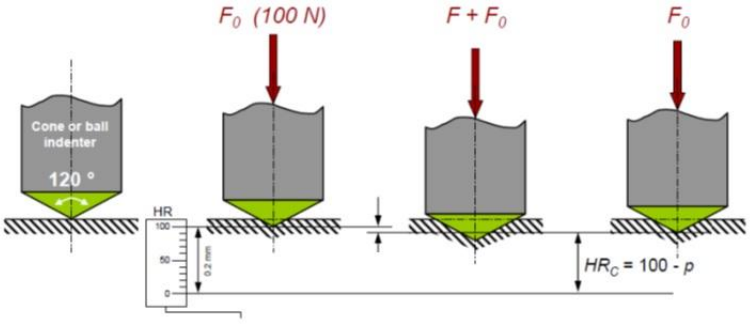
Ludwik použil pro zkoušky kužele z kalené ocele s vrcholovým úhlem 120, 90 a 60° z praktických důvodů jsou vrcholy zaobleny s poloměrem 0,2 mm. Ludwik zkoušel na mědi zpevnění materiálu v okolí vtisku v souvislosti s vrcholovým úhlem. Při 120° je měď nejvíce zpevněna při dně vtisku a ke kraji její tvrdost zcela rovnoměrně ubývá. Při použití kuželu o vrcholovém úhlu 90° je tvrdost rozdělena rovnoměrněji, s tím, že ve dně je podstatně menší a okraj je naopak více zpevněn, než při 120°. Při použití kuželu o vrcholovém úhlu 60° je dno minimálně zpevněno, zatímco deformace v okolí vtisku jsou do značné vzdálenosti výrazné. [11]

Ludwikova metoda se i přes svoje některé výhody neujala. Měla ovšem velký vliv na rozvoj dalších měřících metod. Přestože Ludwikova metoda ukázala nevýhody Brinellovi zkoušky, používá se Brinellova metoda dodnes, zatímco metoda Ludwikova je používána jen ve speciálních případech. [11]

3.1.3 Rockwellova zkouška

Rockwellova zkouška je založena na stejném principu jako zkouška Ludwikova. Rockwell však použil indentor z diamantu a zatížení je podstatně menší než u Ludwikovi zkoušky (9,8 – 49 kN). Protože tření při vnikání indentoru je menší, čím větší je jeho vrcholový úhel, použil Rockwell diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° a zaoblením 0,2 mm. [11]

Metoda je vypracována pro kontrolní zkoušky sériové zušlechťovaných, kalených nebo jinak tepelně zpracovaných ocelí. Rockwellova zkouška tvrdosti nevyžaduje upravený povrch zkoušeného materiálu. Hloubka vtisku je měřena tak, že při zatížení 98 N se ustaví hloubkoměr na nulu a dále se zatíží hlavní silou. Po odlehčení na původní hodnotu 98 N se hloubka vtisku odečte. Kdyby se odečítalo při plném zatížení, tvrdost by se jevila značně menší nejen o pružné deformace vtisku, ale také o veškeré pružné deformace podložky, stojanu stroje apod. [11]



Obr. 8. Rockwellova zkouška [12]

Celková hloubka při použití kuželového indentoru je 0,2 mm. Tato hloubka je rozdělena na 100 dílků. Tvrdost materiálu je rovna tvrdosti diamantu v případě že se hrot po odlehčení na 98 N vrátí do původní, nulové polohy. [12]

Tvrdost podle Rockwella je vyjádřena číslem, které určující hodnotu tvrdosti a písmeny HR s uvedením stupnice tvrdosti. [12]

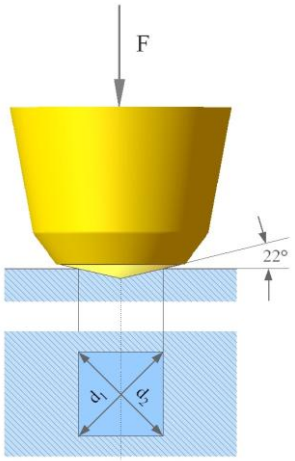
3.1.4 Vickersova zkouška

Ve stejné době, jako v Americe vznikala Rockwellova metoda, vznikla v Anglii jiná vnikací zkouška, kterou popsali Smith a Sandland. V Evropě se tato zkouška nazývá Vickersova, podle stejnojmenné firmy Vickers. V USA se obvykle označuje diamond pyramid hardness test.

Vnikací těleso z diamantu ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a s daným vrcholovým úhlem mezi protilehlými stěnami je vtlačováno do povrchu vzorku. Úhel je volen tak, aby tření co nejméně ovlivňovalo výsledek a dále proto, aby se hodnoty tvrdosti příliš neodlišovaly od tvrdosti stanovené metodou dle Brinella. [11]

Tvrdost podle Vickerse je vyjádřená jako poměr zkušebního zatížení k ploše povrchu vtisku, jenž se uvažuje jako pravidelný čtyřboký jehlan se čtvercovou základnou a s vrcholovým úhlem rovnajícím se úhlu vnikajícího tělesa. Vnikací těleso je pro všechny metody Vickers shodné. Tvoří ho diamant ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou (pyramida). Vrcholový úhel 136° ± 0,5°. [12]

Vickersova zkouška je zatím ze všech dosavadních zkoušek metod jediná, která splňuje všechny teoretické požadavky. Dává jednotnou stupnici tvrdosti od nejměkčích kovů až po nejtvrdší kalené ocele. Hodnoty tvrdosti jsou na velikosti zatížení prakticky nezávislé. [12]



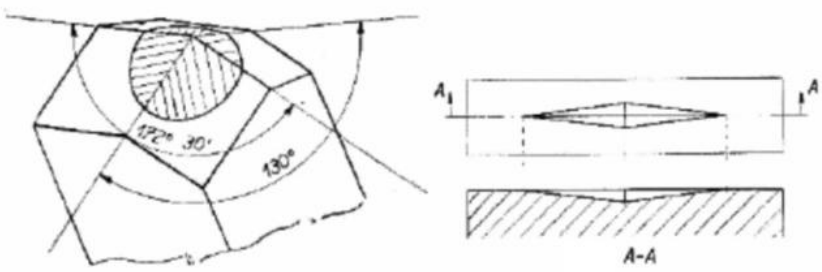
Obr. 9. Vickersova zkouška [12]

Výsledek měření tvrdosti obsahuje číslo tvrdosti a symbol HV s číslem odpovídajícím použitému zkušebnímu zatížení. [12]

3.1.5 Knoopova zkouška

V roce 1939 v americkém National Bureau of Standards byla vypracována nová metoda zkoušky tvrdosti, která se od Vickersovy metody odlišuje tvarem indentoru. Vickersova metoda je určena pro měření tenkých vrstev (např. nitridových vrstev) s poměrem úhlopříček asi 7,11:1. Hloubka vtisku je asi 1/30 délky dlouhé úhlopříčky. Tato metoda je založena na vtlačování tělesa ve tvaru čtyřbokého jehlanu s vrcholovými úhly 172,5° a 130° do zkoušeného materiálu definovanou silou. Materiál indentoru je diamant. Vtisk má tvar protáhlého kosočtverce. Oproti Vickersovi metody se u Knoopovi zkoušky měří pouze delší úhlopříčka. [11]

Tvrdost podle Knoopa je určována jako podíl zatěžovací síly a druhé mocniny delší úhlopříčky vtisku. [12]



Obr. 10. Knoopova Zkouška [12]

Velkou výhodou Knoopova indentoru je, že deformace jsou největší u krátké úhlopříčky a v tomto směru je tedy největší odpružení při odlehčení. Naopak ve směru dlouhé úhlopříčky je odpružení zanedbatelné. Mezi další výhody patří možnost vytvořit vtisk tak, že lze s velkou přesností změřit tvrdost u velmi úzkých součástí (např. dráty). Je-li kladena delší úhlopříčka rovnoběžně s povrchem, tak lze u cementovaných popř. nitridovaných povrchů zachytit podstatně citlivěji změny tvrdosti, než Vickersovým indentorem. S ohledem na velmi malou hloubku průniku indentoru je tato metoda využívána i u materiálů se slabou povrchovou vrstvou. Zatížení se volí od 1,96; 2,94; 4,9; 9,8 N. [12]

Tvrdost dle Knoopa je označována jako HK 0,2; HK 0,3; HK 0,5 nebo HK 1. [12]

3.1.6 Bierkovičova zkouška

Bierkovičova zkouška tvrdosti patří mezi další zkoušky, která je vyvinuta ze zkoušky Vickersovy. Jako indentor je zde zvolen pravidelný diamantový jehlan. Základnou jehlanu je rovnostranný trojúhelník. Vrcholový úhel tohoto jehlanu je 65°. Metoda je vyhodnocována měřením velikosti výšek jednotlivých stran. [12]

Tato metoda našla největší uplatnění hlavně pro velmi tvrdé materiály. Mezi velmi tvrdé materiály patří např. slinuté karbidy. [12]

3.2 Zkoušky mikrotvrdosti

Název mikrotvrdost se ustálil pro tvrdost určenou použitím zcela malých zatížení, tak aby vznikly vtisky nepatrné velikosti. Hranice mezi makro a mikrotvrdostí se často uvádím 19,8 N. [12]

Zatímco při makrotvrdosti se zjišťuje tvrdost kovu jako krystalického celku, je možno při mikrotvrdosti stanovit tvrdosti jednotlivých strukturních součástek kovu. Mikrotvrdost nelze určovat obvyklými tvrdoměry, protože měření vyžaduje nesrovnatelně větší přesnost jak při zatěžování, tak i u proměřování vtisku. U mikrotvrdosti je nejpřesnější přímé zatěžování závažím nebo přesně cejchovanou pružinkou. Pro proměřování vtisku slouží přesná optika. [12]

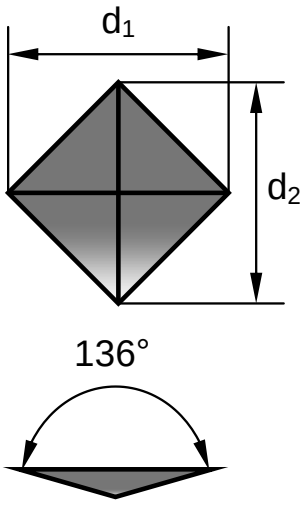
Pro zkoušky mikrotvrdosti lze použít jedině vnikací metody s diamantovým indentorem. Prakticky přicházejí v úvahu pouze metody (Vickersova, Knoopova, Bierkovičova). [12]

3.2.1 Princip zkoušky

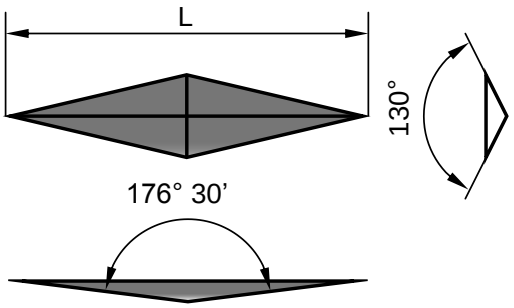
Tyto zkoušky jsou používány na měření tvrdosti velmi malých předmětů, tenkých vrstev, případně v metalografii na měření tvrdosti jednotlivých strukturních složek. Indentor ve tvaru čtyřbokého jehlanu je do zkušebního tělesa vtlačován pod zkušebním zatížením, které působí v kolmém směru stanovenou dobu. Po odlehčení se změří úhlopříčky vtisku. Zkušební zatížení je maximálně 2 N. [13]

3.2.2 Vnikací těleso

Vnikající těleso je tvořeno diamantovým jehlanem, buď se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem 136° (Vickers, obr. 11) nebo s kosočtverečnou základnou s úhlopříčkami v poměru 7:1 a vrcholovými úhly 130° a 176°30’ (Knoop, obr. 12). Podle použitého indentoru potom určujeme mikrotvrdost buď podle Vickerse nebo podle Knoopa. [13]



Obr. 11. Vtisk podle Vickerse [13]



Obr. 12. Vtisk podle Knoopa [13]

3.2.3 Vztahy pro výpočet mikrotvrdosti

U Vickersovy metody se změří velikost úhlopříček d_1 a d_2, u měření podle Knoopovy metody se změří délka vtisku L. Výsledná tvrdost se vypočítá pomocí vztahů:

$$HV = 1{,}854 \cdot \frac{F}{d^2} \tag{1}$$

$$KHN = \frac{F}{0{,}07028 \cdot L^2} \tag{2}$$

HV - tvrdost podle Vickerse

KHN - Knoopovo číslo tvrdosti (*Knoop hardness number*)

F - zkušební zatížení v [N]

d - průměrná úhlopříčka vtisku v [mm];

$$\boldsymbol{d} = \frac{\boldsymbol{d}_1 + \boldsymbol{d}_2}{2} \tag{3}$$

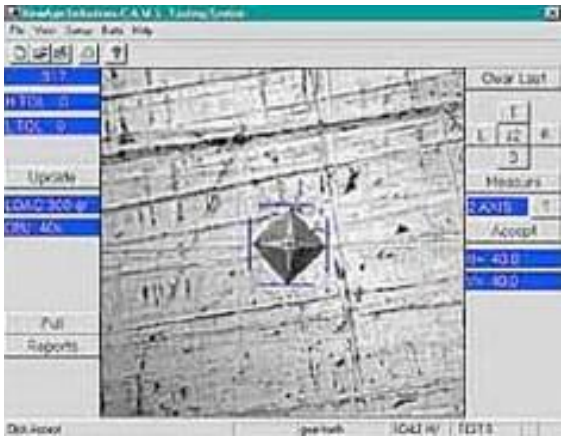
L - délka vtisku v [mm] [13]

3.2.4 Zkušební zařízení

V současnosti se mikrotvrdost měří na zařízení (**obr. 13**), které se skládá z: zatěžovacího zařízení s indentorem mikroskopu se dvěma objektivy (zvětšení 100x až 400x) digitální kamery stolku s posuvem ve 2 horizontálních osách PC. [13]

Mikrotvrdoměr je vybaven stolkem s mikrometrickým posuvem a mikroskopem s digitální kamerou. Ta je propojena s počítačem a velikost vtisku je měřena na obrazovce pomocí myši (**obr. 14**). Vyhodnocení mikrotvrdosti provádí přímo počítač. Počítač je schopen přesně řídit i stolek se vzorkem a proto celé měření včetně rozmístění vtisků může být plně automatizováno. [13]

Obr. 13. Mikrotvrdoměr s PC [13]



Obr. 14. Měření vtisku na obrazovce [13]

3.2.5 Výsledky měření

Měření mikrotvrdosti podle Vickerse je méně přesné, méně náročné na přípravu povrchu a hodí se na měření tvrdosti menších pravidelných ploch. Měření metodou Knoop se používá na měření tvrdosti malých podlouhlých a tenkých vzorků z velmi tvrdých a křehkých materiálů.

Hodnoty mikrotvrdosti závisí na velikosti použitého zatížení, rozměrech vtisku, přesnosti odečítání, kvalitě povrchu, rovnoměrnosti struktury vzorku apod. Nelze je proto porovnávat s hodnotami makrotvrdosti získanými měřením při mnohonásobně větším zatížení. Fyzikální jednotky se u hodnot mikrotvrdosti také neuvádí. [13]

3.3 Dynamické zkoušky vnikací

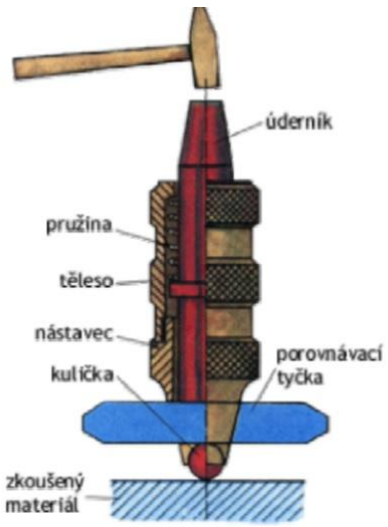
Rozdílem od statických zkoušek, u kterých se zkušební tělísko nejprve nastaví na zkoušený předmět a pak pozvolna vzrůstající silou se vtlačuje, jsou při dynamických zkouškách poměry při vtiskování zcela jiné. Zkušební tělísko je buď z určené vzdálenosti proti zkoušenému předmětu vrženo, nebo na něm volně leží a jiným tělesem je rázem do něj vtisknuto. [11]

Dynamické zkoušky jsou obdobou zkoušek statických. U nás se nejvíce uplatňuje měření tvrdosti pomocí kladívka Poldi a Baumannova kladívka. V těchto případech je vnikacím tělískem kulička. [12]

3.3.1 Tvrdoměr Poldi

Tvrdoměr Poldi je menší přenosný tvrdoměr, který umožňuje stanovit tvrdost na základě plastické deformace vzniklé rázem porovnáním velikosti vzniklého vtisku s velikostí vtisku na materiálu o známé tvrdosti. Tvrdoměr Poldi je nejmenším přenosným tvrdoměrem, který měří tvrdost podle metody Brinell. [12]

Oblast využití tvrdoměru Poldi je především při nutnosti měření tvrdosti na velkých výrobcích a konstrukcích, které nelze měřit na statickém nebo přenosném tvrdoměru, pracující normalizovanou metodou Brinell. Mezi velké výhody tvrdoměru patří jeho malé rozměry, malá hmotnost a možnost funkce prakticky v jakékoliv poloze. Tvrdoměr Poldi byl vyroben a patentován už v roce 1921. [12]



Obr. 15. Poldiho kladívko [12]

Tvrdoměr se skládá z odpruženého pístu a z pouzdra. Na konci pouzdra je držák ocelové kuličky o průměru 10 mm. Mezi píst a kuličku je vložena porovnávací kalibrovaná tyčka čtvercového průřezu o hraně 11 mm a tvrdosti cca 200 HBS. [12]

Tyčinka je pružinou svorníkem přitlačovaná ke kuličce. Během zkoušky se tvrdoměr přiloží ke zkoušenému materiálu tak, aby kulička dosedla na zkušební místo. Osa tvrdoměru Musí být kolmá k povrchu zkoušeného matriálu. Na horní část Poldiho kladívka se udeří ručním kladivem. Ráz je přenesen na kuličku, která vytvoří vtisky ve zkoušeném předmětu i v etalonu. Sílu úderu není třeba měřit, protože poměr velikosti obou vtisků zůstává zachován nezávisle na působící síle. Po vytažení porovnávací tyčinky z přístroje se pomocí lupy, která je opatřena měřítkem, stanoví průměr vtisku d1 v etalonu a průměr vtisku d2 ve zkoušejícím materiálu. [12]

Z tabulek je podle hodnot d1 a d2 je potom stanovena tvrdost zkoušeného materiálu. Tabulky platí pro porovnávací tyčinku z oceli o pevnosti Rm = 686,5 MPa. Měření je zatíženo poměrně značně velkou chybou (až ± 10 %). Na změřenou hodnotu je nutné hledět jen jako na hodnotu informativní. Výsledná informace o hodnotě tvrdosti je zapisována způsobem: HB POLDI. [12]

3.3.2 Baumanovo kladívko

Tato zkouška pracuje na principu vyvolání rázové energie k vytvoření vtisku pružinou. Pružina má definovanou tuhost. Proto je vždy kulička vtiskována stálou energií do zkoušeného materiálu. [12]

Spuštěním a odjištěním pružiny dojde k úderu razníku na vnikací tělísko ve tvaru kuličky a k jeho vtlačení do povrchu zkoušejícího tělesa. Měřen je průměr vtisku *d*mat. Vtisk zůstane na povrchu zkušebního materiálu. Tvrdost je určována jako poměr zkušebního zatížení a povrchu vtisku (má povahu napětí). Tvrdost materiálu je definována pomocí hodnoty *d*mat (aritmetický průměr dvou kolmých vtisků ve zkoušeném materiálu *d*mat1 a *d*mat2) z tabulek. Výsledná informace o hodnotě tvrdosti je zapisována způsobem: HB BAUMANN. [12]

3.4 Zkoušky odrazové

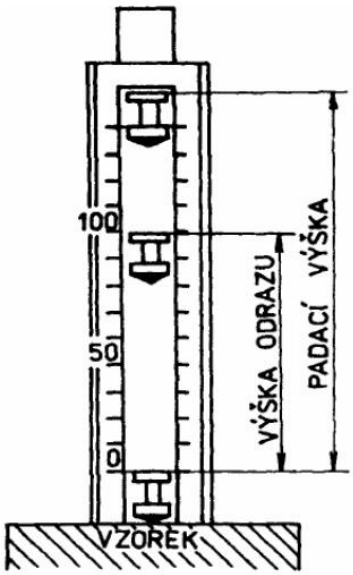
Zkoušky odrazové jsou založeny na měření tvrdosti na základě pružného odrazu tělesa, padajícího na povrch kovu z určité výše. Úhel, nebo výška odrazu tohoto tělesa charakterizují tvrdost zkoušeného materiálu. [11]

Při nárazu tělesa se malá část kinetické energie spotřebuje na nevratnou plastickou deformaci povrchu zkoušeného tělesa a zbývající energie se projeví odrazem tělesa. Celková energie je součtem trvalých a pružných energií. Poměr těchto energií je pak ukazatelem tvrdosti materiálu. Hodnota u dynamických odrazových metod nedosahuje přesnosti statických metod. [12]

3.4.1 Shoreho metoda (Shoreho skleroskop)

Metoda Shoreho skleroskopu patří mezi metody odrazové. U této metody se pohybuje ve skleněné trubce opatřené stupnicí válcový čep. Skleněná trubice je opatřena lupou, na které se pak odečte výška odrazu tělesa. Počáteční výšku tělesa je možné nastavit buď, vysátím vzduch nad tělesem pomocí gumového balónku, nebo u některých přístrojů pomocí pružiny. [12]

Shoreho skleroskopy se dříve používaly především k měření válců do válcových stolic. Používaly se ve 2 stupnicích – HSC a HSD. Pádové těleso má tvar válce a je ukončené diamantovým hrotem o zaoblení 1 mm. [12]

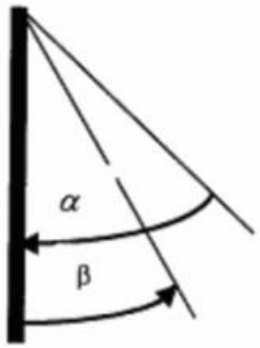


Obr. 16. Shoreho skleroskop [12]

U moderních přístrojů pro odrazové dynamické zkoušky tvrdosti se používají tělíska o jiném tvaru i hmotnosti než u metody původní. K udělení počáteční energie se využívá buď energie pružiny, nebo energie elektromagnetického pole. Vyhodnocení je prováděno elektronicky s možností přepočtu na jiné stupnice tvrdosti. Přesnost měření je závislá na mnoha faktorech. Mezi tyto faktory patří: kolmost dopadu tělíska, hladkost povrchu, hmotnosti zkoušeného předmětu a hlavně na modulu pružnosti zkoušeného materiálu, takže výsledky měření lze porovnávat jen u materiálů s přibližně stejným modulem pružnosti. [12]

3.4.2 Duroskop

Postatou této zkoušky je spuštění definovaného zkušebního tělíska z určitého úhlu α na svislou stěnu zkoušeného materiálu. Je sledován úhel β, do něhož zkušební tělísko po dopadu odskočí. Někdy bývá měřítko odskoku kalibrováno přímo v jednotkách tvrdosti. Vzhledem k tomu, že je zkouška založena na elastické deformaci zkoušeného povrchu, nemohou být na tělese patrny viditelné stopy deformace. [12]



Obr. 17. Duroskop [12]

3.5 Zkoušky vrypové

Zkoušky vrypové patří mezi nejstarší způsoby zkoušení tvrdosti. Princip zkoušek byl převzat z mineralogie, kde se ke klasifikaci tvrdosti používá tzv. Mohsova stupnice. V této stupnici je seřazeno 10 nerostů (viz tab. 1), z nichž každý následující je schopen vyrýt do všech přecházejících nerostů vryp. [11]

Tab. 1. MOHSOVA stupnice - tabulka tvrdosti látek (minerály, prvky) [11]

Tvrdost	Látka	Chemický název	Chemický vzorec	Absolutní tvrdost
1	mastek	kyselý metakřemičitan hořečnatý	$H_2Mg_3(SiO_3)_4$	1
2	sůl kamenná	chlorid sodný	NaCl	3
3	kalcit (vápenec)	uhličitan vápenatý	$CaCO_3$	9
4	fluorit (kazivec)	fluorid vápenatý	CaF_2	21
5	apatit	fosforečnan vápenatý	$Ca(PO_4)_3$	48
6	živec (ortoklas)	křemičitan hlinitodraselný	$KAlSi_3O_8$	72
7	křemen	oxid křemičitý	SiO_2	100
8	topaz	složitý křemičitan hliníku	Al_2SiO_4	200
9	korund	oxid hlinitý	Al_2O_3	400
10	diamant	uhlík	C	1500

Citlivost Mohsovi stupnice je však velmi malá, proto se u kovů a slitin určuje tvrdost na základě šířky vytvořeného vrypu. K určování této tvrdosti se používá přístroj, který zavedl Martens. Přístroj s diamantovým kuželem, s vrcholovým úhlem 90° a zatěžující silou až 19,8 N pojíždí po vyhlazené ploše zkoušeného materiálu, kde vytvoří vryp. Vytvořený vryp se měří pomocí mikroskopu. Číslem tvrdosti dle Martense je zatížení, které vytvoří vryp šířky 0,01 mm. [12]

Další možností je, že při stejném zatížení se vytvoří vryp a porovnává se šířka vrypu. Způsob zjišťování tvrdosti vrypovou zkouškou je značně nepřesný, a proto se používá velmi málo. Jediné současné využití je možno nalézt při studiu velmi tvrdých povrchových několik mikronů tenkých vrstev nitridů popř. karbidů kovů. V literatuře je tato zkouška nazývána scratch test. [12]

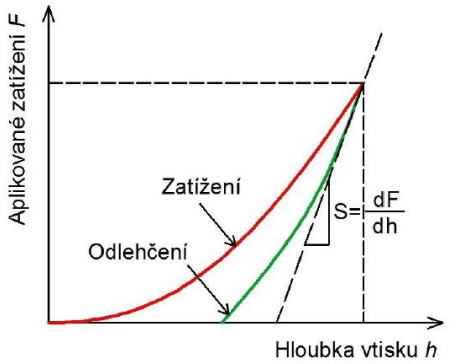
U tohoto případu je zátěžná síla proměnná. Na určité délce se vytvoří vryp s narůstající silou, např. od 0 do 1,96 N. U těchto vrstev se pak analyzuje jejich adhezivně-kohezivní chování, tj. odezva vrstvy na pronikající pohybující se indentor. Indentor je diamantový kužel s úhlem 120° s poloměrem zaoblení vrcholu 0,2 mm. V tomto případě se pak určuje kritické zatížení Lc, které mělo za následek adhezní odtržení vrstvy. [12]

4 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI DSI

To čím se metoda DSI odlišuje od tradičních zkoušek jak tvrdosti, tak i mikrotvrdosti je způsob vyhodnocení vnikání zkušebního tělesa. U těchto zkoušek se opticky vyhodnocuje velikost zanechaného vtisku. Naproti tomu metoda DSI monitoruje celý průběh zkoušky. Výstupem, je tedy charakteristická indentační křivka, závislost hloubky vtisku na aplikovaném zatížení.

Norma ISO 14577 byla vypracována tak, aby každý uživatel měl možnost vyhodnotit vtisky do materiálu. Měřením mohou však být stanoveny i další vlastnosti materiálu jako je vtiskový modul a pružně-plastická tvrdost. [14]

Tvrdost je definována jako odpor materiálu proti trvalému vniknutí, tvrdšího materiálu. Výsledky získané ze zkoušek podle Brinella, Vickerse a Rockwella se určují po odlehčení. Proto se vliv pružné deformace pod vnikacím tělesem zanedbává. [14]



Obr. 18. Indentační křivka [14]

4.1 Předmět normy

Tato část ISO 14577 specifikuje metodu instrumentované vnikací zkoušky stanovení tvrdosti a dalších materiálových parametrů pro tři rozsahy uvedené v tabulce. [14]

Tab. 2. Rozsahy použití [14]

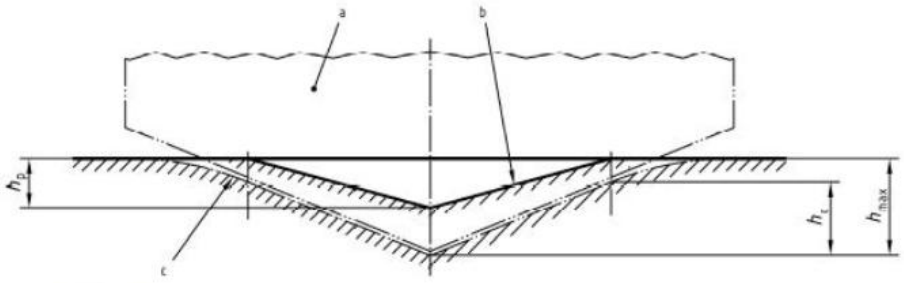
Rozsah makro	Rozsah mikro	Rozsah nano [a]
$2N \le F \le 30kN$	$2N > F; h > 0{,}2\mu m$	$h \le 0{,}2\mu m$
[a] U rozsahu nano je mechanická deformace silně závislá na skutečném tvaru hrotu vnikacího tělesa a vypočtené materiálové parametry jsou významně ovlivněny funkcí kontaktní plochy vnikacího tělesa použitého ve zkušebním stroji. Aby se dosáhla přijatelná reprodukovatelnost materiálových parametrů stanovených na odlišných strojích, vyžaduje se proto pečlivá kalibrace jak přístroje, tak i tvaru vnikacího tělesa		

4.2 Značky a jejich význam

Pro účely této mezinárodní platí značky a významy uvedené v tabulce 3 a dále obrázek 19. [14]

Tab. 3. Značky a jejich význam [14]

Značka	Význam	Jednotka
$A_p(h_c)$	Průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti h_c od hrotu	mm^2
$A_s(h)$	Plocha povrchu vnikacího tělesa ve vzdálenosti *h* od hrotu	mm^2
C_{IT}	Vtiskové tečení	%
E_{IT}	Vtiskový modul	N/mm^2
F	Zkušební zatížení	N/mm2
F_{max}	Maximální zkušební zatížení	N/mm2
h	Hloubka vtisku při aplikaci zkušebního zatížení	mm
h_c	Hloubka kontaktu vnikacího tělesa se zkušebním tělesem při F_{max}	mm
h_{max}	Maximální hloubka vtisku	mm
h_p	Trvalá hloubka vtisku po odlehčení zkušebního zatížení	mm
h_r	Průsečík tečny *c* ke křivce *b* v F_{max} s osou hloubky vtisku (viz obrázek 1)	mm
H_{IT}	Vtisková tvrdost	N/mm^2
HM	Tvrdost podle Martense	N/mm^2
HM_s	Tvrdost podle Martense stanovená ze směrnice závislosti rostoucí zatížení/hloubka vtisku	N/mm^2
r	Poloměr kulového vnikacího tělesa	mm
R_{IT}	Vtisková relaxace	%
$W_{elast.}$	Pružná zpětná deformační práce vnikacího procesu	N.m
W_{total}	Celková mechanická práce vnikacího procesu	N.m
α	Vrcholový úhel jehlanového vnikacího tělesa	°
η_{IT}	Vztah W_{elast}/W_{total}	%
POZNÁMKA 1: Abychom se vyhnuli velmi dlouhým číslům, je povoleno používat desetinásobky, nebo desetinné podíly jednotek.		
POZNÁMKA 2: 1 N/mm^2 = 1MPa		



[a] Vnikací těleso

[b] Povrch zbytkového plastického vtisku ve zkušebním tělese

[c] Povrch zkušebního tělesa při maximální hloubce vtisku a maximálním zkušebním zatížení.

Obr. 19. Znázornění příčného řezu vtisku [14]

4.3 Zpracování naměřených dat

4.3.1 Tvrdost podle Marthense HM

Tvrdost modle Marthense se měří při vloženém zkušebním zatížení. Stanoví se z hodnot daných křivkou zatížení/hloubka vtisku v oblasti rostoucího zkušebního zatížení, přednostně pak po dosažení stanoveného zkušebního zatížení. Tvrdost podle Marthense zahrnuje plastickou a pružnou deformaci, a tedy tato hodnota tvrdosti může být vypočítána pro všechny materiály. [14]

Vnikací těleso podle Vickerse

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26{,}43.h^2} \tag{4}$$

$$A_S(h) = \frac{4.\sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{\cos^2\left(\frac{\alpha}{2}\right)}.h^2 \tag{5}$$

Vnikající těleso podle Berkoviche

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26{,}43.h^2} \tag{6}$$

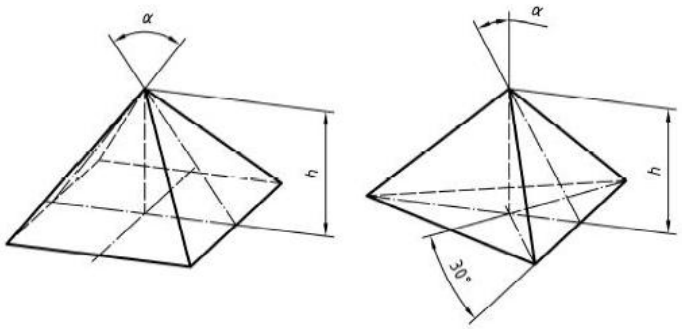
$$A_S(h) = \frac{3.\sqrt{3.\tan\alpha}}{\cos\alpha}.h^2 \tag{7}$$

Kde: HM – hodnota Martensovy tvrdosti

F – zkušební zatížení (N)

A_S – plocha vtisku (mm^2)

h – hloubka vtisku (mm) [14]



Obr. 20. Tvar vnikacích těles pro stanovení HM [14]

4.3.2 Vtisková tvrdost H_{IT}

Vtisková tvrdost H_{IT} je mírou rezistence k trvalé deformaci nebo poškození.

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} \tag{8}$$

Kde: F_{max} – maximální zkušební zatížení (N)

A_p – průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti h_c od hrotu (mm^2) [14]

4.3.3 Vtiskový modul pružnosti E_{IT}

Vtiskový modul E_{IT} se může vypočítat ze směrnice tečny k výpočtu vtiskové tvrdosti H_{IT} a je srovnatelný s Youngovým modulem materiálu. Avšak mezi vtiskovým modulem E_{IT} a Youngovým modulem se mohou vyskytovat významné rozdíly v případě, kdy vtisková deformace je provázena formacemi „pile-up" nebo „sink-in". [14]

$$E_{IT} = \frac{1-(\nu_s)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-(\nu_i)^2}{E_i}} \tag{9}$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}} \tag{10}$$

Kde: v_S – Poissonův poměr zkušebního tělesa

V_i – Poissonův poměr vnikacího tělesa

E_r – redukovaný modul vtiskového kontaktu (u diamantu 0,07)

E_I – modul vnikacího tělesa (u diamantu 1,14 x 106 N/mm^2) [14]

C – kontaktní poddajnost, tj. dh/dF křivky odlehčení hodnocený v maximu zkušebního zatížení

A_p – průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti h_c od hrotu (mm^2) [14]

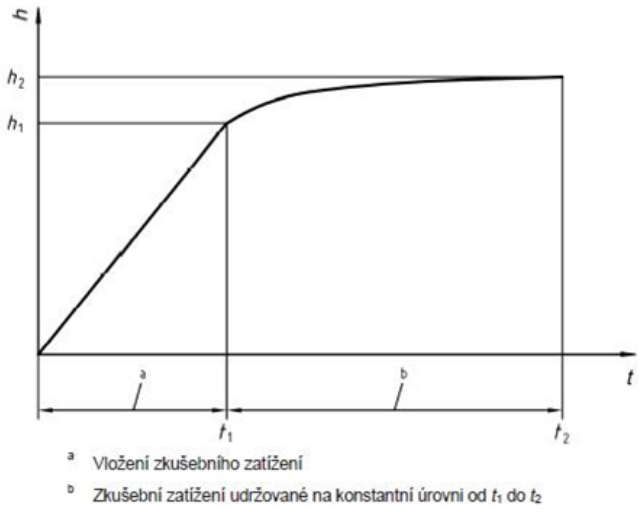
4.3.4 Vtiskové tečení C_{IT}

Jestliže se při konstantním zatížení měří hloubka vtisku, může se vypočítat relativní změna hloubky vtisku. Jedná se o hodnotu tečení materiálu. [14]

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1}.100 \tag{11}$$

Kde: h_1 – hloubka vtisku v milimetrech v čase (t_1), kdy je dosaženo zkušební zatížení (které je udržováno na konstantní úrovni)

h_2 – hloubka vtisku v milimetrech v čase (t_2) výdrže na konstantní úrovni zkušebního zatížení. [14]



Obr. 21. Znázornění vtiskového tečení [14]

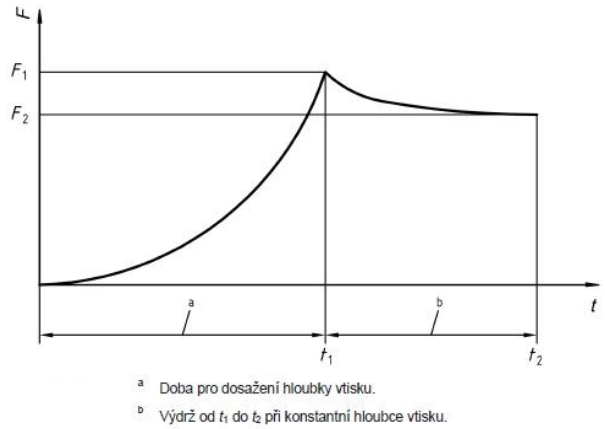
4.3.5 Vtisková relaxace

Jestliže se při konstantní hloubce vtisku měří změna zkušebního zatížení, může se vypočítat relativní změna zkušebního zatížení. Jedná se o hodnotu relaxace materiálu. [14]

$$R_{IT} = \frac{F_1 - F_2}{F_1}.100 \tag{12}$$

Kde: F_1 – zatížení v newtonech po dosažení hloubky vtisku, která je udržována na konstantní úrovni.

F_2 – zatížení v newtonech po čase, kdy byla hloubka vtisku udržována na konstantní úrovni. [14]



Obr. 22. Znázornění vtiskové relaxace [14]

4.3.6 Plastická a pružná část práce vnikacího procesu

Celková mechanická práce W_{total} vnikacího procesu je pouze částečně spotřebována jako deformační práce plastická, W_{plast}. V průběhu odlehčování zkušebního zatížení je zbytková část považovaná za práci pružné zpětné deformace, W_{elast}. Podle definice mechanické práce, $W = \int F.dh$, se obě části na obrázku 23 jeví jako odlišné plochy. Vztah

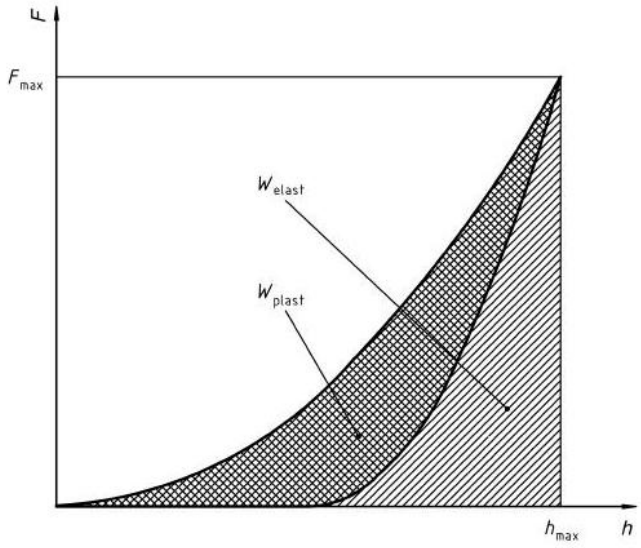
$$\eta_{IT} = \frac{W_{elast}}{W_{total}}.100 \tag{13}$$

Obsahuje informaci, která je vhodná k charakterizování zkušebního tělesa, kde

$$W_{total} = W_{elast} + W_{plast} \tag{14}$$

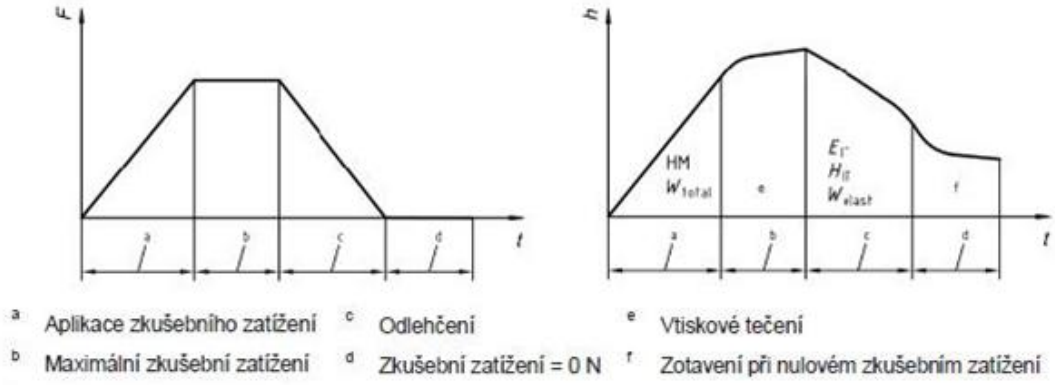
Praktická část W_{plast}/ W_{total} je pak

$$100\% - \eta_{IT} \tag{15}$$

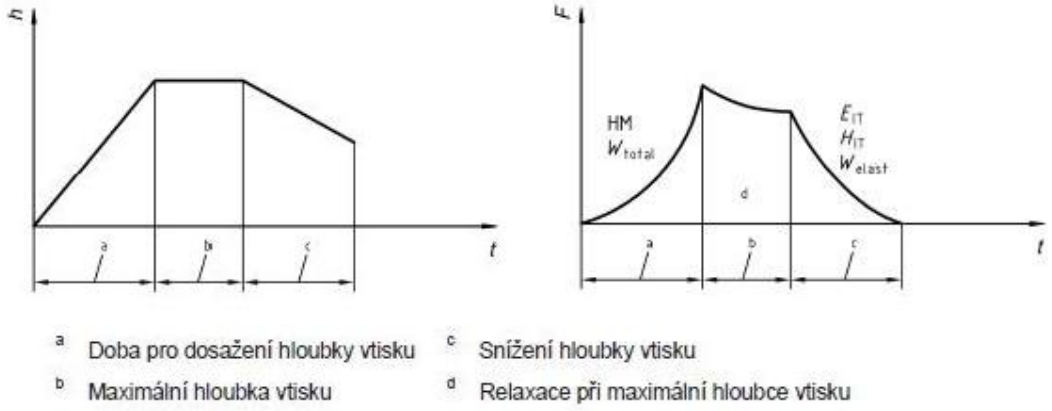


Obr. 23. Plastická a pružná část práce [14]

4.4 Typy řízení používané u vnikacího procesu



Obr. 24. Zkušebního postupu řízený zkušebním zatížením v závislosti na čase [14]



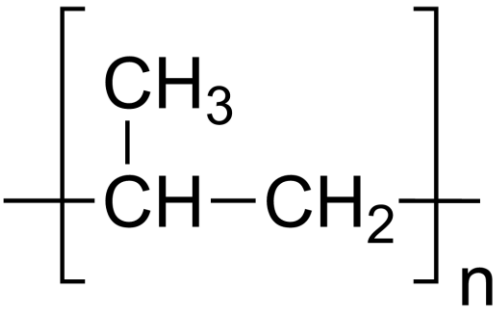
Obr. 25. Zkušebního postupu řízený hloubkou vtisku v závislosti na čase [14]

5 POLYPROPYLEN

Polypropylen je označován PP. Polypropylen je termoplastický polymer, který patří do skupiny polyolefinů. Používá se v mnoha odvětvích potravinářského a textilního průmyslu. Prodává se pod obchodním názvem Triplen, Tatren, Mosten atd. [15]

5.1 Vlastnosti

Polypropylen má podobné fyzikálně-chemické vlastnosti jako polyetylen. Křehne při nízkých teplotách, kolem 140-150 stupňů Celsia měkne, kolem 160-170 stupňů Celsia se taví. Je odolný vůči olejům, organickým rozpouštědlům a alkoholům, dobře se rozpouští v xylenech či tetrahydronaftalenu. Polypropylen vyniká velmi dobrou chemickou a mechanickou odolností. [15]



Obr. 26. Strukturní vzorec [15]

5.2 Možnosti použití Polypropylenu

Polypropylen se často používá pro výrobu lan a provazů kvůli své nízké hustotě hmotnosti. Lana jsou pak dostatečně lehká, tak můžou plavat na hladině.

Polypropylen se také užívá jako alternativa polyvinylchloridu (PVC) pro izolaci elektrických kabelů v málo větraných prostředích, především v tunelech. Polypropylen totiž při hoření neprodukuje tolik kouře a žádné toxické halogenuhlovodíky, které by mohly za vysokých teplot přispět ke vzniku různých kyselin.

V roce 2001 dosáhla roční celosvětová produkce polypropylenu přes 30 miliónů tun. [15]

Tab. 4. Vlastnosti polypropylenu [16]

Fyzikální a chemické vlastnosti látky	**Polypropylen**
skupenství při 20°C	pevná látka
barva	bez barvy
zápach	bez zápachu
hodnota pH	neuvádí se
hustota [$kg.m^{-3}$]	900-920
rozpustnost ve vodě při 20°C [$g.l^{-2}$]	nerozpustný
hořlavost	hořlavý
teplota vzplanutí [°C]	350-360
bod tání [°C]	160
možné trvale používat do... [°C] (bez mechanického namáhání	100
teplota skelného přechodu [°C]	-10
teplota měknutí podle Vicata [°C]	150
teplota tání krystalických podílů [°C]	160-168
spalné teplo [$MJ.kg^{-1}$]	44-46

II. PRAKTICKÁ ČÁST

6 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem diplomové práce je zkoumání a zjištění vlivu beta záření na mechanických vlastnostech polymeru PP s 30 % skelných vláken. Zkušební vzorky byly ozářeny dávkami 33, 66 a 99 kGy. Pro zjištění vlastností budou tyto vzorky včetně vzorku neozářeného porovnány mezi sebou.

Materiál ve formě granulí byl zpracován na vstřikovacím stroji firmy Arburg a následně byly vzorky ozářeny beta zářením. Po ozáření byly vzorky testovány na měřicím přístroji MICRO-COMBI TESTER. Výsledky testu jsou následně graficky zpracovány v této práci.

Postup pro vypracování diplomové práce:

1. Vypracování teoretické části
2. Volba a příprava zkušebních vzorků
3. Provedení experimentálního měření
4. Vyhodnocení naměřených hodnot

7 ZAŘÍZENÍ PRO EXPERIMENT

V této kapitole si představíme zařízení využité pro vyhodnocení a naměření hodnot. Materiál ve formě granulátu byl zpracován na školním vstřikovacím stroji od firmy Arburg. Měření mikrotvrdosti zkušebních vzorků bylo provedeno na tvrdoměru MICRO-COMBI TESTER. Podrobnější popis zařízení je popsán níže.

7.1 Vstřikovací stroj

Německá společnost Arburg je přední světový výrobce vstřikovacích strojů na zpracování polymerů. Společnost ARBURG nabízí podporu v oblasti technologie vstřikování a servisní služby dostupné po celém světě. Poradenství a služby zajišťují odborní pracovníci mateřského závodu v Německu, pobočky po celém světě a obchodní zastoupení dle požadavků zákazníka a v co nejkratším čase.

Vstřikovací stroje ALLROUNDER jsou synonymem pro kvalitu, spolehlivost, efektivitu a hospodárnost výroby. Nabídka modulárních produktů začíná základními hydraulickými modely, pokračuje přes hybridní systémy vysoce výkonných strojů a končí velmi přesnými elektrickými a ergonomickými vertikálními stroji.

Stroj pracuje se seřizovacím asistentem SELOGICA, který zaručuje rychlé seřizování a rychlo instalaci forem, kde není potřeba odborných znalostí. [17]

Obr. 27. Vstřikovací stroj ARBURG typu Allrounder 470H

7.2 Vstřikovací parametry

Příprava zkušebních těles proběhla vstřikováním na vstřikovacích strojích firmy ARBURG typu Allrounder 470H. Parametry stroje byly nastaveny dle doporučení výrobců.

Tab. 5. Parametry při vstřikování

Procesní podmínky	
Vstřikovací rychlost [mm/s]	50
Vstřikovací tlak [MPa]	85
Čas vstřikování [s]	0,5
Čas chlazení [s]	45
Teplota formy [°C]	45
Dráha dávkování [mm]	40
Celkový čas dotlaku [s]	10
Dotlak [MPa]	12
Teploty pásem plastikační jednotky	
Teplota pod násypkou [°C]	30
Pásmo 1 [°C]	210
Pásmo 2 [°C]	220
Pásmo 3 [°C]	230
Pásmo 4 [°C]	240

7.3 Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER

Měření bylo prováděno na přístroji MICRO-COMBI TESTER od firmy CSM. Aplikované zatížení při měření bylo 0,5 N, 1 N a 5 N. Výdrž na zkušebním vzorku byla 90 s. Na každém vzorku se provádělo maticovým způsobem 10 měření. Výsledky byly zpracovány v programu MS Excel.

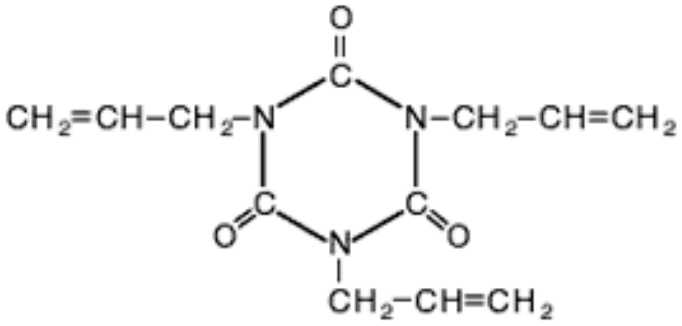
Obr. 28. Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER

(1 - měřící hlava; 2 – univerzální držák; 5 – posuv; 6 – optický mikroskop; 7 – modulová hlava; 8 – anti-vibrační stojan; 9 – optický senzor;10 kryt stolu)

8 SÍŤOVÁNÍ VZORKŮ

Aby bylo možno tento typ materiálu modifikovat pomocí radiačního síťování, je nutné dodat síťovací činidlo. V tomto případě bylo dodáno 5 objem. % TAIC (triallyl isokyanurát). Přidáním TAIC při procesu síťování polymerů (také elastomerů) lze výrazně zvýšit efektivity zesíťování, teplotní odolnost a mechanické vlastnosti.

Kvalita zesítění se zvyšuje dodáním tří funkčních allylových skupin, pomocí trizonového jádra je vylepšena teplotní odolnost. Jiné typy polymerů mohou být vylepšeny jako kopolymery.



Obr. 29. Síťovací činidlo „TAIC"-strukturní vzorec

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 99 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.

9 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI

Měření Instrumentované zkoušky tvrdosti bylo provedeno na přístroji MICRO-COMBI TESTER od firmy CSM Instruments dle normy ČSN EN ISO 14577.

Zvolené parametry zkoušky:

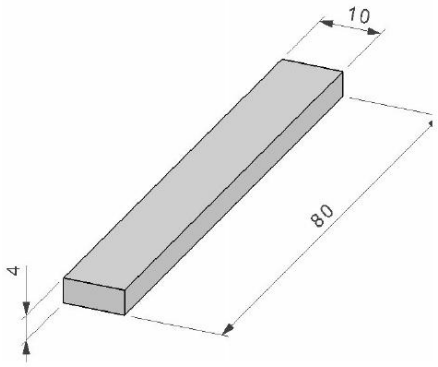
- aplikované zatížení – 0,5 N, 1 N a 5N
- výdrž na maximálním zatížení - 90 s (mikrotvrdost),
- zatěžující a odtěžující rychlost – 1N/min, 2 N/min a 10N/min
- Poissonovo číslo - 0,3.

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.

10 MATERIÁL

Pro experiment byl zvolen materiál PP plněný 30% skelných vláken (PP GF30).

Materiál byl vstřikován do normalizačního zkušebního tělesa, které je používáno při testech na zkoušení lomové houževnatosti.



Obr. 30. Rozměry vzorku

10.1 Popis PP GF30

- Obsahuje 30% skelných vláken
- Dlouhodobá teplotní stabilita
- Vysoká tuhost ve velkém rozsahu teplot
- Velmi dobrá chemická odolnost

10.2 Použití PP GF30

- Chemický průmysl
- Výroba zásobníků
- Textilní průmysl
- Potravinářský průmysl
- Laboratorní technika

10.3 Základní vlastnosti PP GF30

Tab. 6. Základní vlastnosti PP GF30

Název	Jednotky	Hodnota
Hustota	g/cm3	1,14
Teplotní rozsah použití	°C	0 až 100
Pevnost v tahu	MPa	85
Modul pružnosti	MPa	6500
Napětí na mezi kluzu	MPa	100
Tažnost	%	3,4
Tvrdost podle Brinella	MPa	110
Charpy-vrubová houževnatost při 23 °C	KJ/m^2	12

11 STATICKÉ VYHODNOCENÍ PRAKTICKÉ ČÁSTI

Naměřené hodnoty a jejich následné vyhodnocení jsou v souladu s normou 14577, která popisuje a určuje metodu instrumentované vnikací zkoušky k stanovení tvrdosti a dalších materiálových parametrů.

Během experimentu budou následně vyhodnoceny tyto materiálové parametry:

1. Vtisková tvrdost H_{IT} [MPa]
2. Vtiskový modul pružnosti E_{IT} [GPa]
3. Vtiskové tečení (Creep) C_{IT} [%]
4. Tvrdost dle Vickerse H_{VIT} [HV]
5. Elastická deformační práce W_e [pJ]
6. Plastická deformační práce W_p [pJ]
7. Celková deformační práce W_{total} [pJ]

11.1 Statistické vztahy

Pro vyhodnocení naměřených hodnot je nutné využití několika statistických vztahů.

1. Aritmetický průměr

Aritmetický průměr je součtem všech hodnot vyděleným jejich počtem. Všechny hodnoty ve výpočtu mají stejnou důležitost – váhu.

$$\bar{x} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i = \frac{x_1 + x_2 + \ldots + x_n}{n} \tag{16}$$

Kde: $\bar{x}$ – aritmetický průměr

x_1 – první hodnota statistického znaku

x_2 – druhá hodnota statistického znaku

x_n – jednotlivá hodnota statistického znaku

n – celkový počet hodnot

2. Směrodatná odchylka

Směrodatná odchylka je v teorii pravděpodobnosti a statistice často používanou mírou statistické disperze. Jedná se o kvadratický průměrodchylek hodnot znaku od jejich aritmetického průměru.

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1}\sum_{i=1}^{N}\left(x_i - \bar{x}\right)^2} \tag{17}$$

Kde: s – směrodatná odchylka

x_i – hodnota i-tého pozorování

$\bar{x}$ – průměrná hodnota všech pozorování

N – počet pozorování

11.2 Naměřená data

Naměřené hodnoty ze zkoušek byly statisticky vyhodnoceny a jsou zapsány v následujících tabulkách.

Tab. 7. Naměřená data pro zatížení 0,5 N

	0kGy	33kGy	66kGy	99kGy
H_{IT} [MPa]	83,643	121,592	124,532	105,460
E_{IT} [GPa]	1,802	2,512	2,534	2,050
C_{IT} [%]	12,797	12,067	11,611	10,076
HV_{IT} [Vickers]	7,895	11,477	11,754	9,954
W_{elast} [µJ]	1,230	0,978	0,968	0,939
W_{plast} [µJ]	2,948	2,272	2,193	2,387
W_{total} [µJ]	4,178	3,249	3,162	3,326

Tab. 8. Naměřená data pro zatížení 1 N

	0kGy	33kGy	66kGy	99kGy
H_{IT} [MPa]	79,247	114,340	120,093	105,268
E_{IT} [GPa]	1,729	2,198	2,519	2,072
C_{IT} [%]	13,012	10,937	11,794	11,397
HV_{IT} [Vickers]	7,480	10,792	11,335	9,936
W_{elast} [µJ]	3,522	2,697	2,598	2,778
W_{plast} [µJ]	7,822	6,072	6,475	6,594
W_{total} [µJ]	11,345	8,769	9,073	9,371

Tab. 9. Naměřená data pro zatížení 5 N

	0kGy	33kGy	66kGy	99kGy
H_{IT} [MPa]	80,389	114,592	126,873	116,276
E_{IT} [GPa]	1,854	2,447	2,441	2,471
C_{IT} [%]	11,364	10,656	10,217	9,894
HV_{IT} [Vickers]	7,588	10,816	11,975	10,975
W_{elast} [µJ]	37,382	29,954	29,148	29,685
W_{plast} [µJ]	79,247	65,892	63,510	65,331
W_{total} [µJ]	116,628	95,846	92,658	95,016

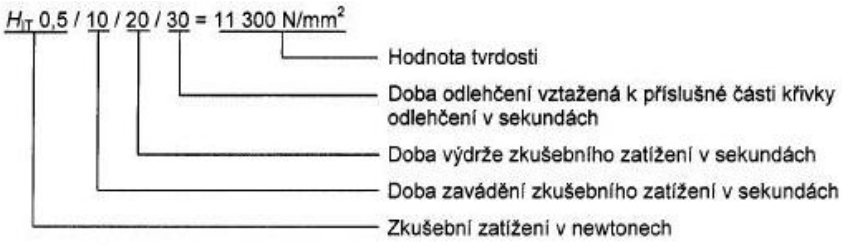
11.2.1 Vtisková tvrdost H_{IT}

Vtisková tvrdost H_{IT} je mírou rezistence k trvalé deformaci nebo poškození. [14]

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \tag{17}$$

Kde: F_{max} – maximální zkušební zatížení (N)

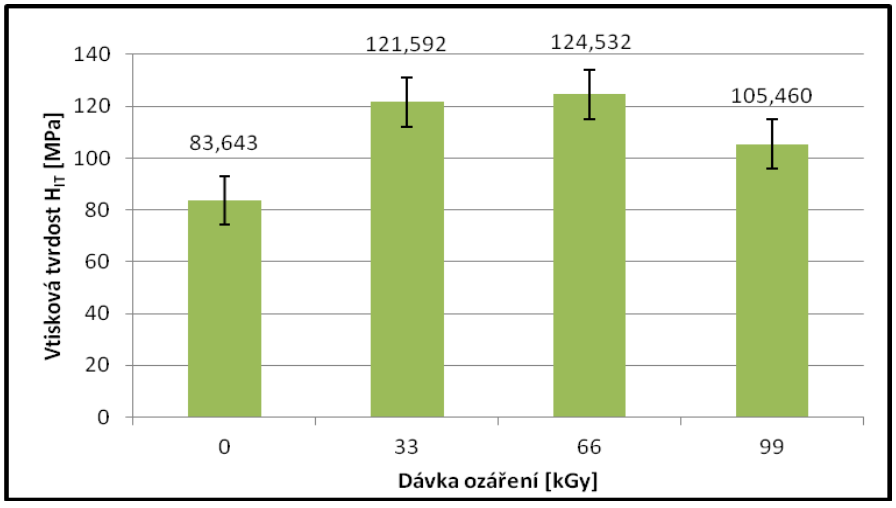
A_p – průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti h_c od hrotu (mm^2)



Obr. 31. Značení vtiskové tvrdosti [14]

- **Vtisková tvrdost při zatížení 0,5 N**

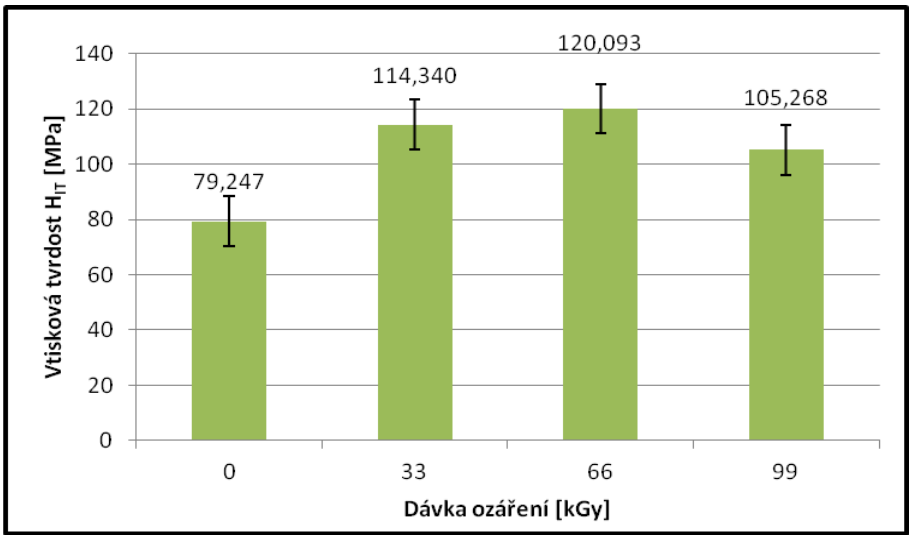
Z naměřených hodnot vyplívá, že u vzorku, který byl radiačně síťován, došlo k nárůstu vtiskové tvrdosti. Vzorek byl zatížen 0,5 N. Nejnižší hodnotu vtiskové tvrdosti vykazoval neozářený vzorek a naopak nejvyšší hodnota byla u vzorku ozářeného při dávce 66 kGy. Nárůst vtiskové tvrdosti byl přibližně 49% od neozářeného vzorku.



Obr. 32. Vtisková tvrdost PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N

- **Vtisková tvrdost při zatížení 1 N**

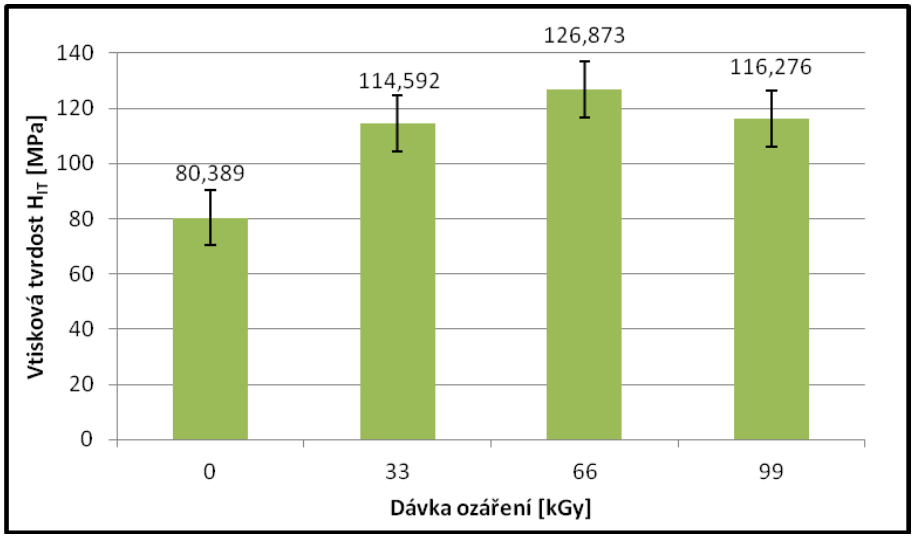
U druhého měření byl vzorek vystaven zatížení 1 N. Na grafu je možné vidět, že opět tělísko, které bylo ozářeno hodnotou 66 kGy má nejvyšší vtiskovou tvrdost. Hodnota s nejnižší vtiskovou tvrdostí je u vzorku neozářeného. Nárůst mezi těmito vzorky činil 52%.



Obr. 33 Vtisková tvrdost PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N

- **Vtisková tvrdost při zatížení 5 N**

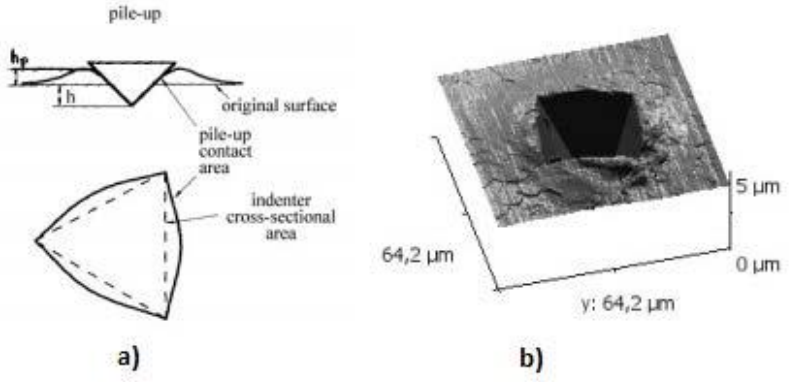
Při posledním měření bylo tělísko zatíženo 5 N. Výsledky jsou znázorněny na Obr. 34. A můžeme říct, že graf má totožný průběh jako při zatížení 0,5 a 1 N.



Obr. 34 *Vtisková tvrdost PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N*

11.2.2 Vtiskový modul pružnosti E_{IT}

Vtiskový modul E_{IT} se může vypočítat ze směrnice tečny k výpočtu vtiskové tvrdosti H_{IT} a je srovnatelný s Youngovým modulem materiálu. Avšak mezi vtiskovým modulem E_{IT} a Youngovým modulem se mohou vyskytovat významné rozdíly v případě, kdy vtisková deformace je provázena formacemi „pile-up" nebo „sink-in". Jedná se tedy o případy, kdy při penetraci zkušebního vzorku dochází k nahromadění materiálu pod hrotem zkušebního tělíska. Skin-in je přesným opakem pile-up což značí, že dochází k propadu materiálu. [14]



Obr. 35. a) Schéma Pile up b) efekt Pile up [14]

$$E_{IT} = \frac{1-(v_s)^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-(v_i)^2}{E_i}} \tag{18}$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}} \tag{19}$$

Kde: v_S – Poissonův poměr zkušebního tělesa

V_i – Poissonův poměr vnikacího tělesa

E_r – redukovaný modul vtiskového kontaktu (u diamantu 0,07)

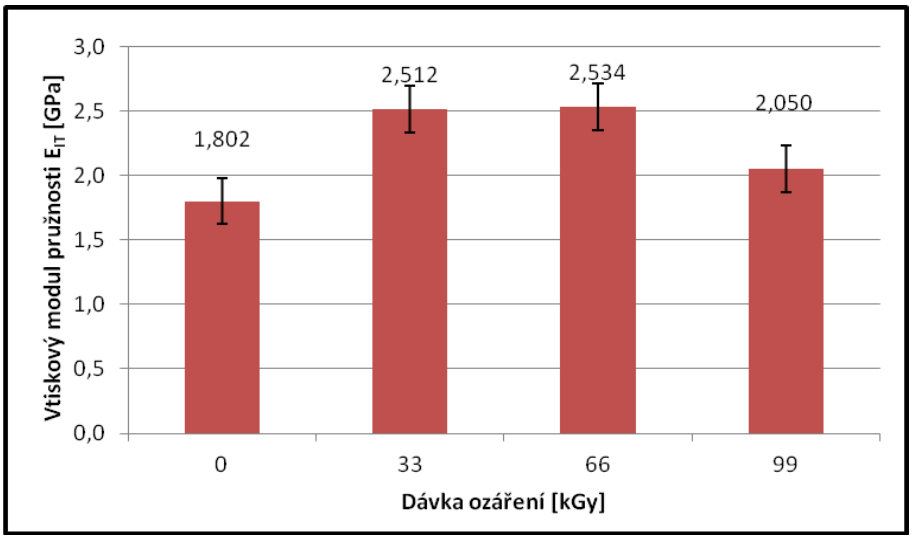
E_I – modul vnikacího tělesa (u diamantu 1,14 x 106 N/mm^2) [14]

C – kontaktní poddajnost, tj. dh/dF křivky odlehčení hodnocený v maximu zkušebního zatížení

A_p – průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti h_c od hrotu (mm^2)

- **Vtiskový modul pružnosti při zatížení 0,5 N**

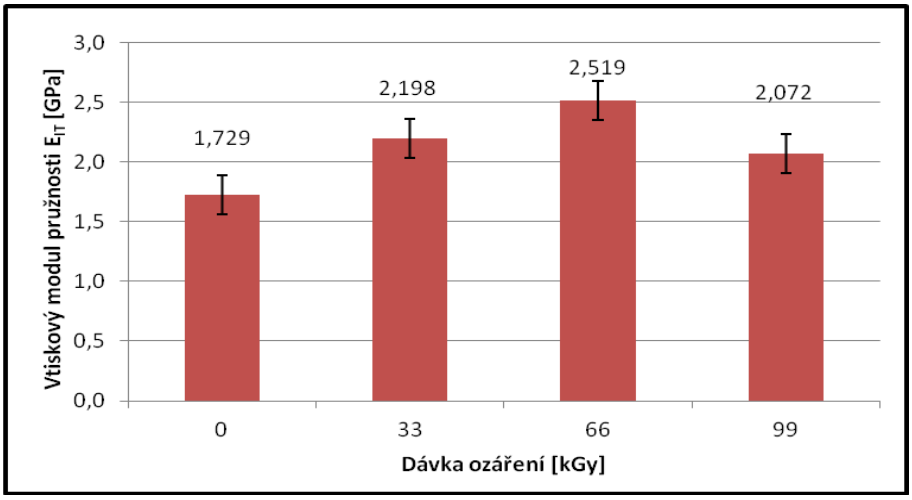
Z měření při zatížení 0,5 N lze vidět, že nejnižší hodnotu nabýval vzorek neozářený, u kterého vtiskový modul činil 1,802 GPa. S růstem dávky ozáření došlo k nárůstu modulu. Maximální hodnota činila 2,534 GPa u vzorku ozářeného 66 kGy. Tento nárůst činil přibližně 41%.



Obr. 36. Vtiskový modul PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N

- **Vtiskový modul pružnosti při zatížení 1N**

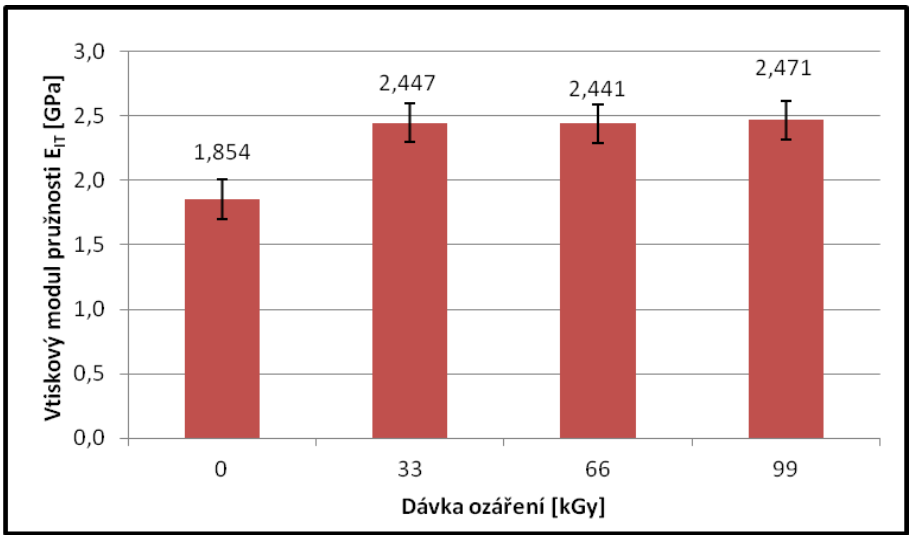
Z výsledků druhého měření vtiskového modulu (Obr. 37), kde zatěžující síla je 1 N, lze říci, že minimální hodnotu vykazoval vzorek bez dávky záření. Naopak maximální hodnoty, bylo dosaženo při ozáření vzorku 66 kGy. Nárůst činí přibližně 46%.



Obr. 37 Vtiskový modul PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N

- **Vtiskový modul pružnosti při zatížení 5 N**

U třetího měření (Obr. 38) se zatížením 5 N, lze konstatovat, že minimální hodnotu opět vykazoval vzorek neozářený. Maximální hodnota vtiskového modulu pak byla naměřena u ozáření 33 kGy. Nárůst vtiskového modulu při zatížení 5N činí 32%.



Obr. 38. Vtiskový modul PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N

11.2.3 Vtiskové tečení (Creep) C_{IT}

Další z veličin, kterou lze změřit při metodě DSI je vtiskové tečení tedy Creep. Vtiskové tečení je definováno jako relativní změna hloubky vtisku a je značena C_{IT}. [14]

Vztah pro výpočet vtiskového tečení:

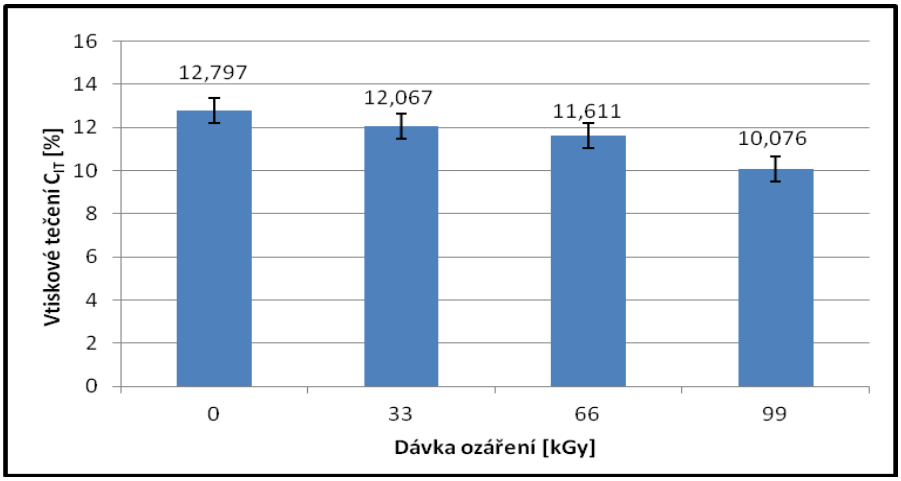
$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1}.100 \qquad (20)$$

Kde: h_1 – hloubka vtisku v milimetrech v čase (t_1), kdy je dosaženo zkušební zatížení (které je udržováno na konstantní úrovni)

h_2 – hloubka vtisku v milimetrech v čase (t_2) výdrže na konstantní úrovni zkušebního zatížení.

- **Vtiskové tečení (Creep) při zatížení 0,5 N**

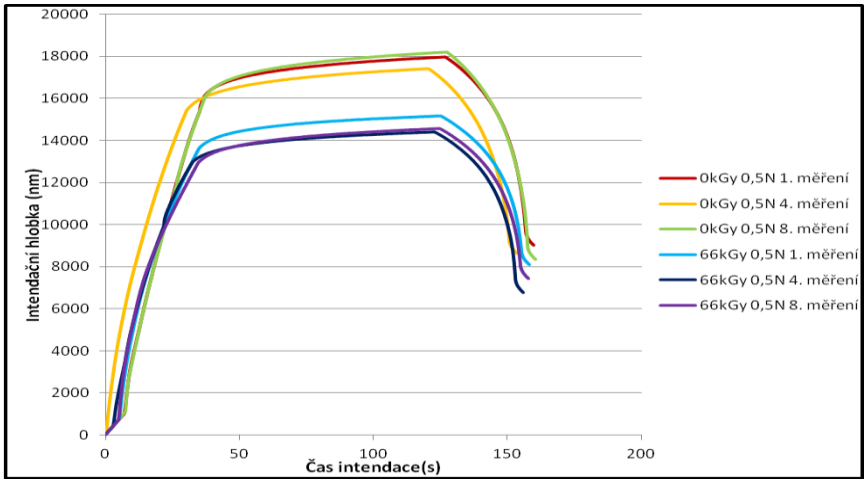
Měření mikro-mechanických vlastností poskytlo také důležité informace o chování povrchové vrstvy při zatížení konstantní silou v průběhu času. Nejmenší hodnota vtiskového tečení byla naměřena u ozářeného vzorku dávkou 99 kGy. Naopak hodnota nejvyššího vtiskového tečení byla zajištěna u neozářeného vzorku, jak je patrné z obrázku (Obr. 39). Procentuální pokles je přibližně 27%.



Obr. 39 Vtiskové tečení PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N

- **Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 0,5 N**

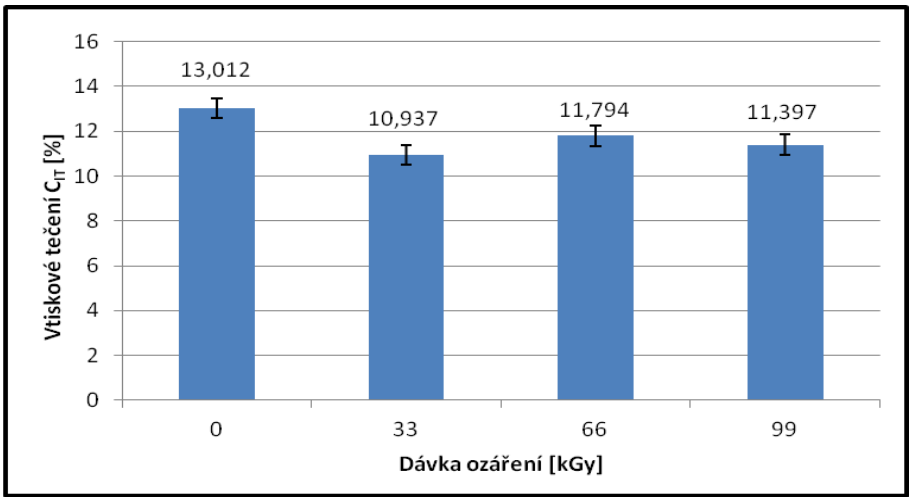
Následující graf, znázorňuje závislost indentační hloubky na čase při zatížení 0,5 N. Časový průběh indentační hloubky je důležitým průběhem měření pro určení creepového chování polymerů (vtiskové tečení).



Obr. 40. Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 0,5N

- **Vtiskové tečení (Creep) při zatížení 1N**

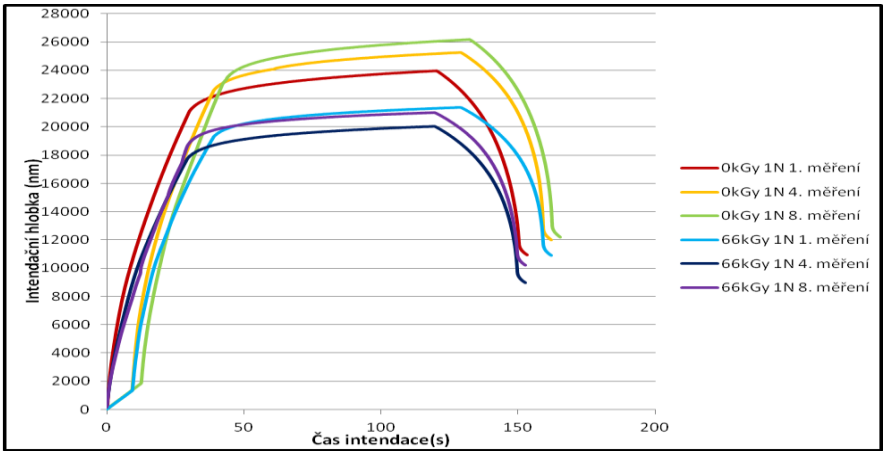
Z grafu měření vtiskového tečení při zkušebním zatížení 1N je patrné, že nejvyšší hodnota byla naměřena 13 % u neozářeného vzorku a naopak nejvyšší hodnota u ozářeného vzorku 33 kGy 11 %. Rozdíl mezi maximem a minimem činí přibližně 19 %.



Obr. 41. Vtiskové tečení PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N

- **Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 1 N**

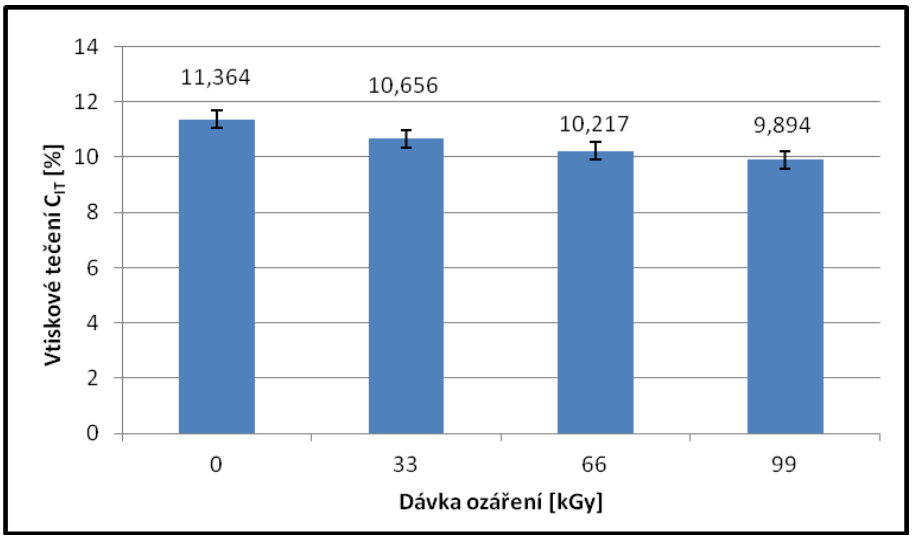
Na následujícím obrázku (Obr. 42) je znázorněna závislost hloubky vtisku na čase při zatížení 1 N. Z počátku je patrný nárůst hloubky vtisku, to je způsobeno pozvolným náběhem zatížení. Je zde vidět i počátek creepu, kdy zůstává určitou dobu konstantní.



Obr. 42. Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 1N

- **Vtiskové tečení (Creep) při zatížení 5 N**

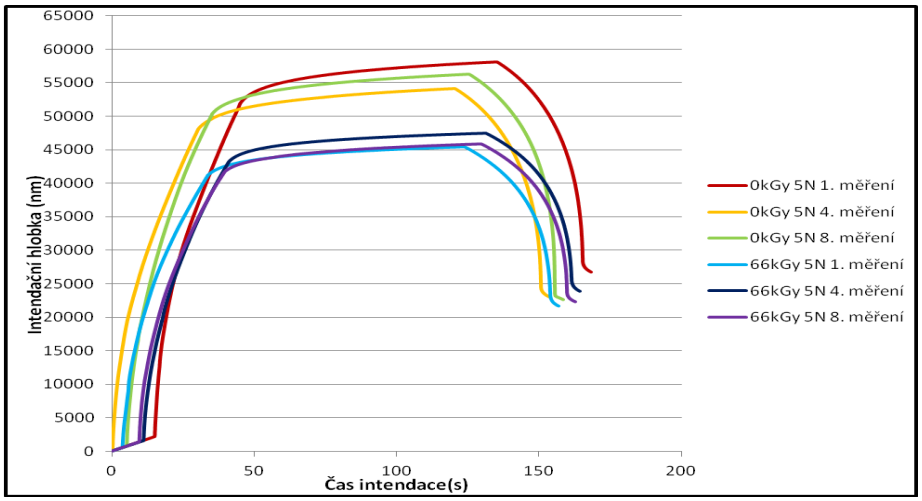
U zatížení 5 N bylo naměřeno největší vtiskové tečení u vzorku, který nebyl vystaven záření. Kdežto minimální vtiskové tečení bylo naměřeno při dávce 99 kGy. V tomto případě došlo k poklesu 15 %.



Obr. 43. Vtiskové tečení PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N

- **Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 5 N**

Na obrázku 55, který charakterizuje závislost indentační hloubky na čase indentace při zatížení 5 N, vyplývá, že ozařování mírně ovlivňuje creepové chování polymerů.



Obr. 44. Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 5N

11.2.4 Tvrdost dle Vickerse H_{VIT}

Vtisková tvrdost H_{IT} je mírou resistence k trvalé deformace nebo poškození.

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \tag{21}$$

Kde: F_{max} – maximální zkušební zatížení

A_p – průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa a zkušebního tělesa určený z křivky zatížení-hloubka vtisku a znalosti funkce plochy vnikacího tělesa.

Rovnice (21) definuje tvrdost jako maximální vložené zatížení podělené průmětem kontaktní plochy vnikacího tělesa s tělesem zkušebním. Tato definice je ve shodě obecně platnou definicí navrženou Meyerem.

Pro hloubky vtisku > 6μm je průmět plochy, A_p, v prvním přiblížení dán teoretickým tvarem vnikacího tělesa. [14]

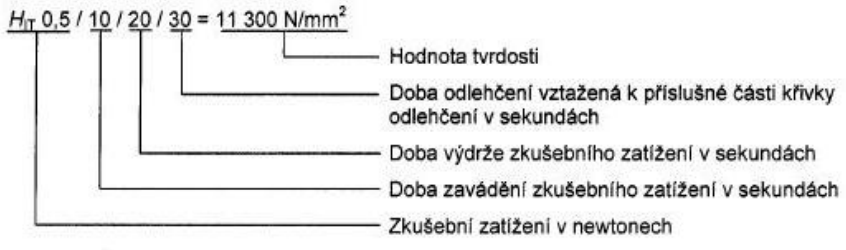
U vnikacího tělesa podle Vickerse:

$$A_p = 24{,}50.h_c^2 \tag{21}$$

U dokonalého vnikacího tělesa podle Berkoviche:

$$A_p = 23{,}96.h_c^2 \tag{22}$$

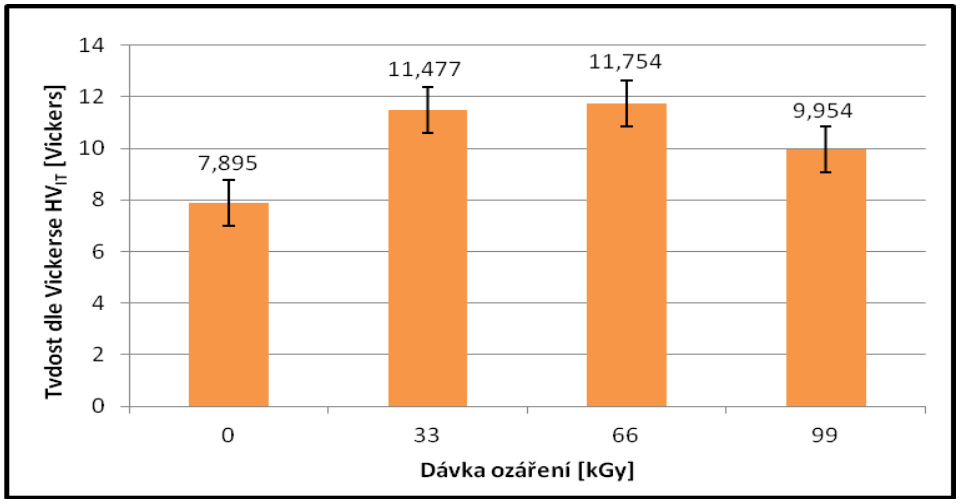
Označení vtiskové tvrdosti H_{IT}:



Obr. 45. Označení vtiskové tvrdosti podle normy [14]

- **Tvrdost dle Vickerse při zatížení 0,5 N**

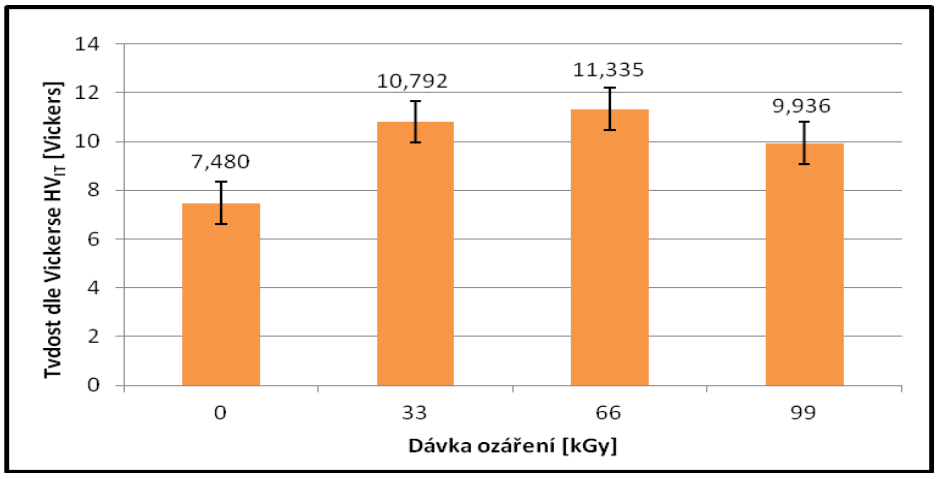
Z instrumentované zkoušky tvrdosti (DSI) při aplikovaném zatížení 0,5 N bylo zjištěno, že nejmenší tvrdost byla naměřena u neozářeného vzorku a to 7,9 HV a naopak největší tvrdost byla zaznamenána u ozářeného vzorku dávkou 66 kGy. Hodnota u toho vzorku činila 11,8 HV. Přírůstek neozářeného vzorku k ozářenému 66 kGy činil 49 %.



Obr. 46. *Tvrdost dle Vickerse PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N*

- **Tvrdost dle Vickerse při zatížení 1N**

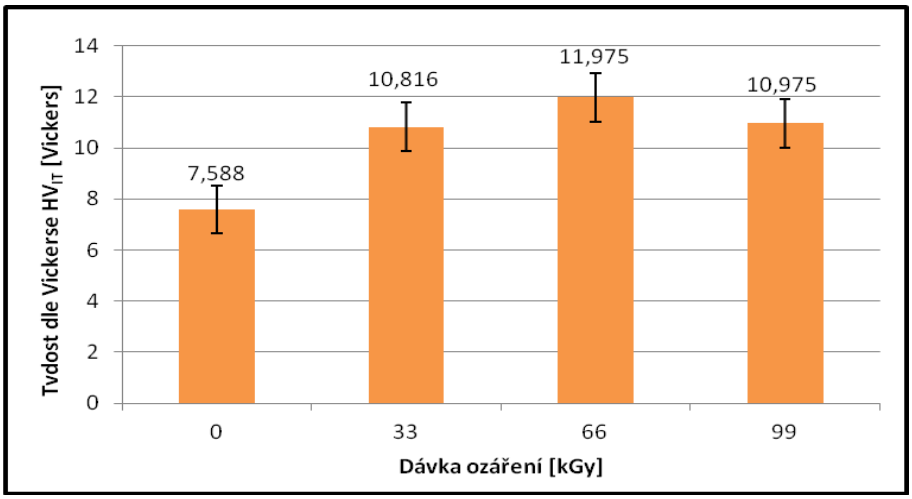
Z naměřených hodnot, které byly naměřeny při zkušebním zatížení 1 N, je patrné, že maximální hodnota 11,3 HV byla naměřena u ozářeného vzorku 66 kGy. A naopak nejnižší hodnota 7,5 HV byla zaznamenána u neozářeného vzorku. Procentuální tvrdost se tedy zvýšila o 55 %.



Obr. 47. Tvrdost dle Vickerse PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N

- **Tvrdost dle Vickerse při zatížení 5 N**

Při posledním zkušebním zatížení 5 N je zaznamenána nejnižší hodnota u neozářeného prvního vzorku, kde byla hodnota rovna 7,6 HV. Nejvyšší hodnota 12 HV byla při tomto měření spatřena u vzorku třetího, který je ozářen 66 kGy. Procentuální rozdíl mezi prvním a třetím vzorkem činí 58 %.



Obr. 48. Tvrdost dle Vickerse PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N

11.2.5 Deformační práce

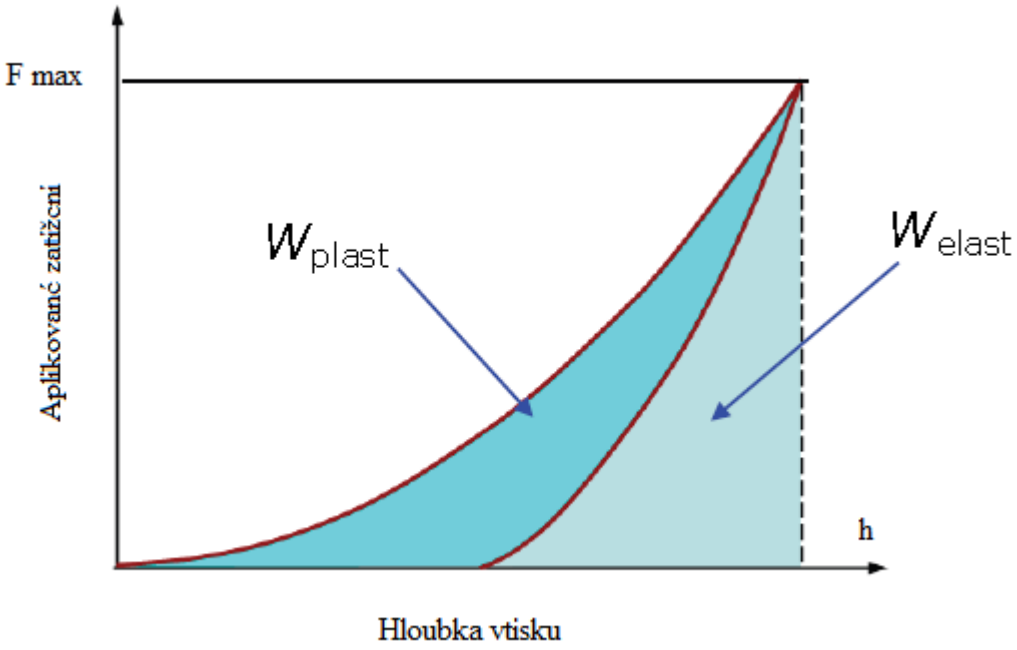
K dalším důležitým parametrům získaných při měření mikrotvrdosti je deformační práce. Deformační práce je složená ze dvou částí. První část obsahuje elastickou (deformační) práci, jenž je reakcí materiálu na aplikované zatížení s vratnou deformací. Druhou částí je plastická (deformační) práce. Tato práce je definována, jako odolnost testovaného materiálu proti vzniku plastické deformace. [14]

Deformační práci lze definovat z následující rovnice:

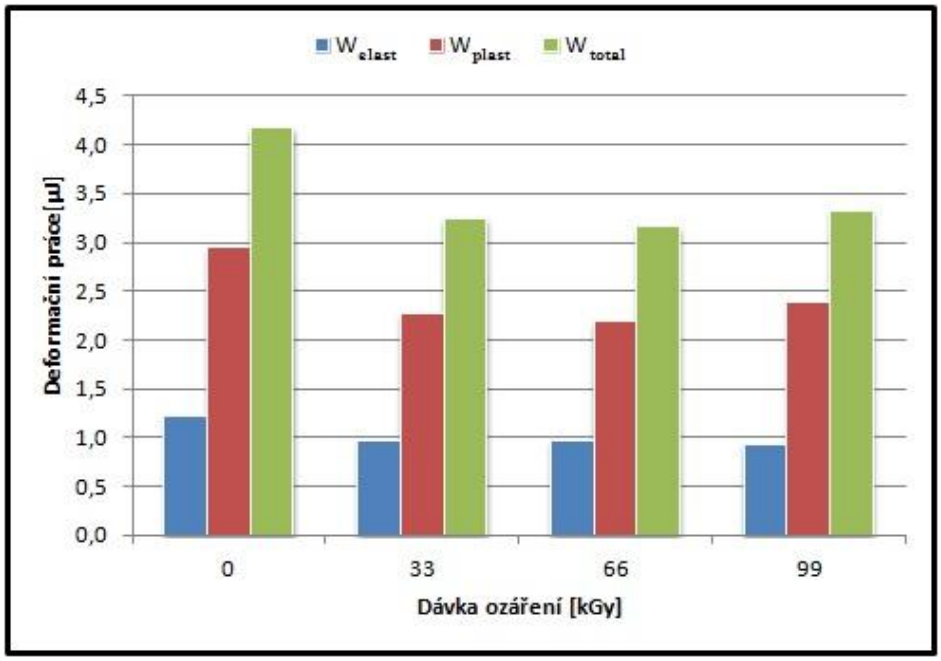
$$W_{total} = W_{elast} + W_{plast} \tag{22}$$

Kde: W_{plast} – práce plastická

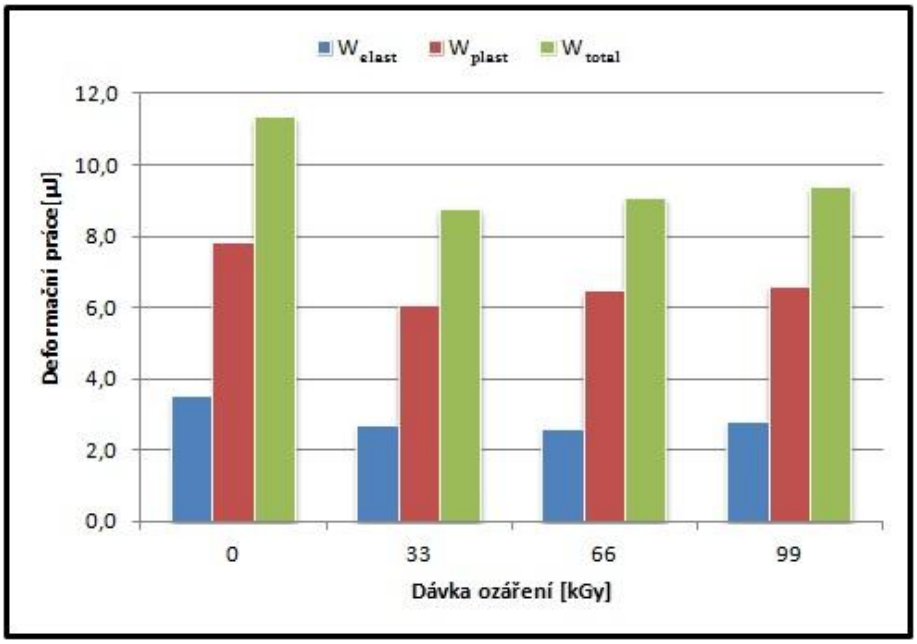
W_{elast} – práce elastická



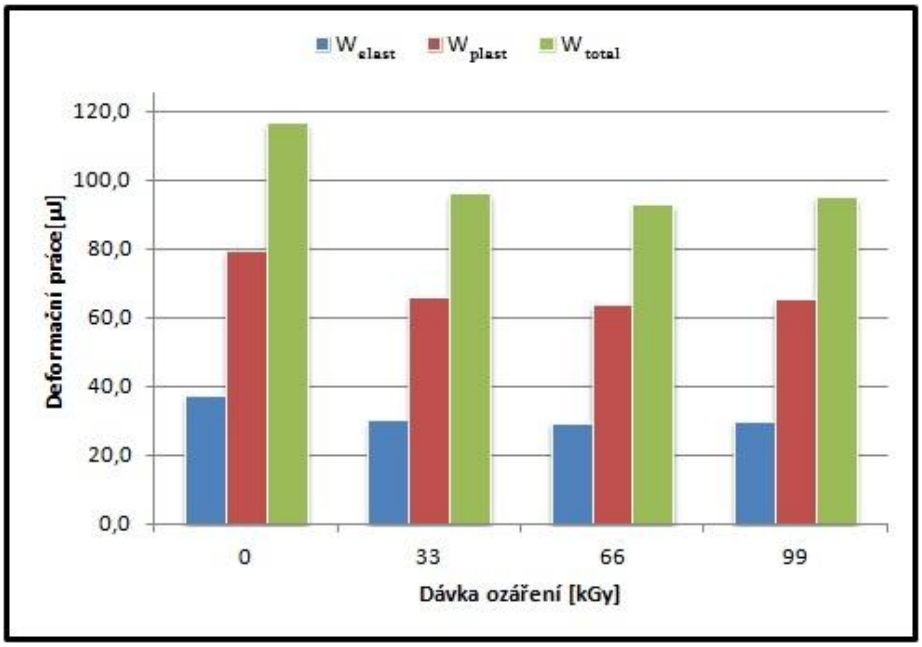
Obr. 49. Deformační práce [14]



Obr. 50. Deformační práce PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N



Obr. 51. Deformační práce PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N



Obr. 52. Deformační práce PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N

Na 3 grafech o určitém zatížení jsou znázorněny výsledky deformačních prací. Ve všech třech případech převládá práce plastická oproti práci elastické. K dalším poznatkům z těchto grafů, je patrné, že se zvětšující se dávkou ozáření dochází k poklesu deformační práce. Ve všech třech případech byla naměřena největší deformační práce u neozářeného vzorku.

11.3 Indentační charakteristiky

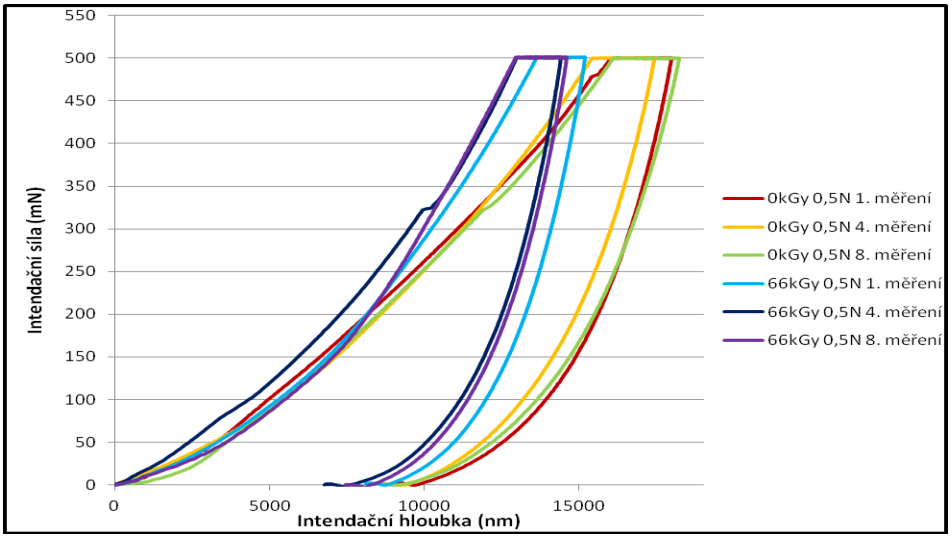
V další kapitole, budou popsány indentační křivky. Indentační křivky jsou hlavním zdrojem informací metody měření DSI.

Indentační křivka dává možnost získat hodnoty vtiskové tvrdosti, vtiskového modulu a velikosti deformační elastické, plastické a celkové práce potřebné pro vytvoření vtisku. Naopak časový průběh indetační hloubky je důležitým průběhem měření pro určení creepového chování polymerů (vtiskové tečení).

Křivky budou znázorňovat v první řadě závislost indentační síly na indentační hloubce a v další řadě indentační hloubku na čase indentace.

- **Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 0,5 N**

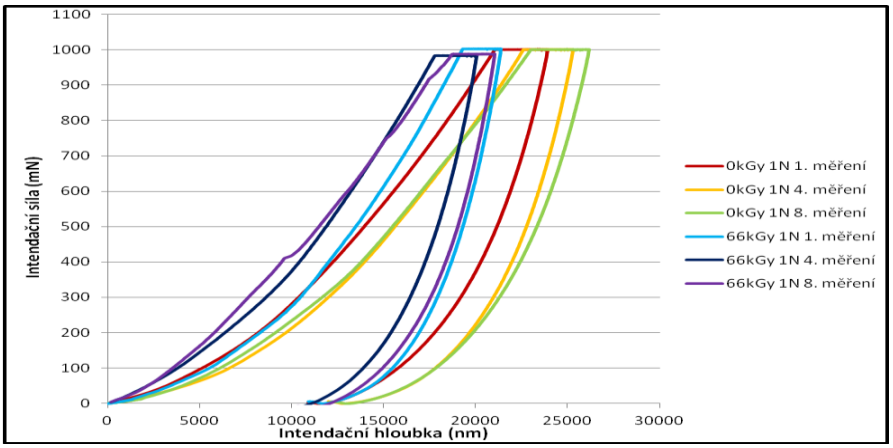
  Z grafu závislosti intendační síly na intendační hloubce při zatížení 0,5 N (Obr. 53), kdy jsou porovnány neozářené vzorky se vzorkem ozářeným 66 kGy, který vykazoval nejlepší vlastnosti, je možno zahlédnout, že u tohoto materiálu, jsou zaznamenány největší změny vlastností, které se u tohoto materiálu projevily.



Obr. 53. Závislost identační síly na indentační hloubce při zatížení 0,5N

- **Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 1 N**

Na obrázku 54 je graficky znázorněna indentační charakteristika stanovená metodou DSI. V grafu je znázorněna závislost neozářeného vzorku a ozářeného vzorku, u kterého byla naměřena nejvyšší hodnota mechanických vlastností.

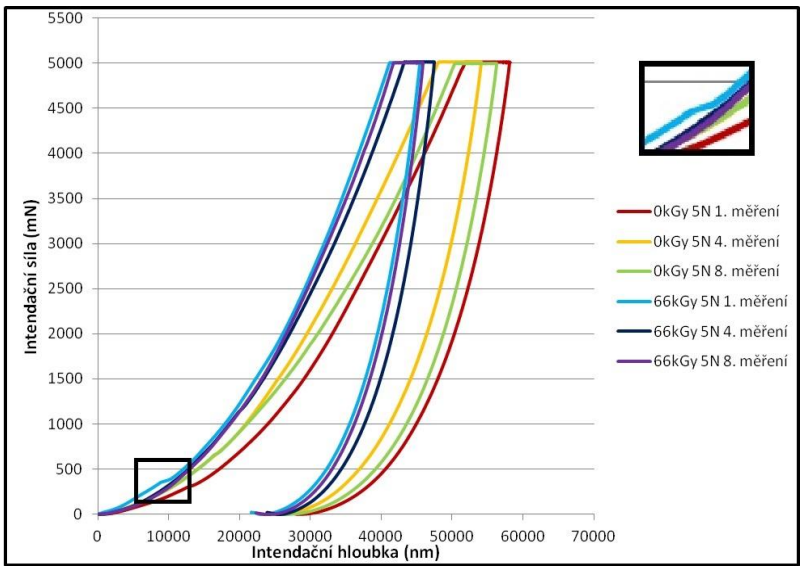


Obr. 54. Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 1N

- **Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 5 N**

Na následujícím obrázku (Obr. 55), kde je vykreslena závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 5 N u neozářeného a ozářeného vzorku, u kterého byla naměřena nejvyšší hodnota mechanických vlastností.

Jak je vidět na následujícím obrázku (Obr. 55) u jedné indentační křivky, bylo při hloubce asi 9000 nm detekováno plnivo – skelná vlákna.

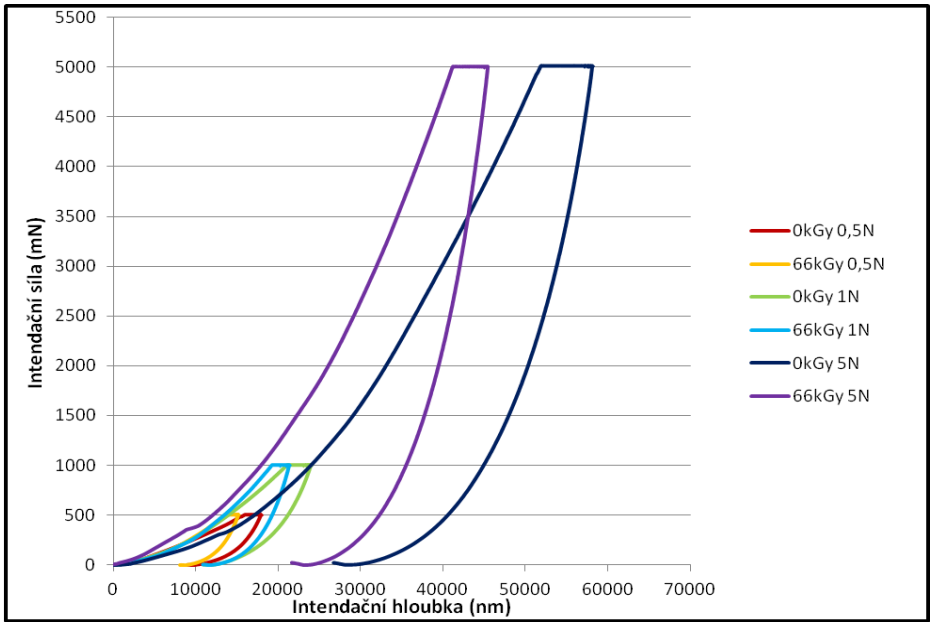


Obr. 55. Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 5N

- **Závislost indentační síly na indentační hloubce u všech zatížení**

Následující graf nám ukazuje závislost indentační síly na indentační hloubce. Hodnoty pro křivky v grafu byly voleny taky, aby porovnávali maximální a minimální hodnoty, které byly zjištěny v předchozích kapitolách (tedy dávky 0 kGy, a 66 kGy se zatížením 0,5 N, 1N a 5 N)

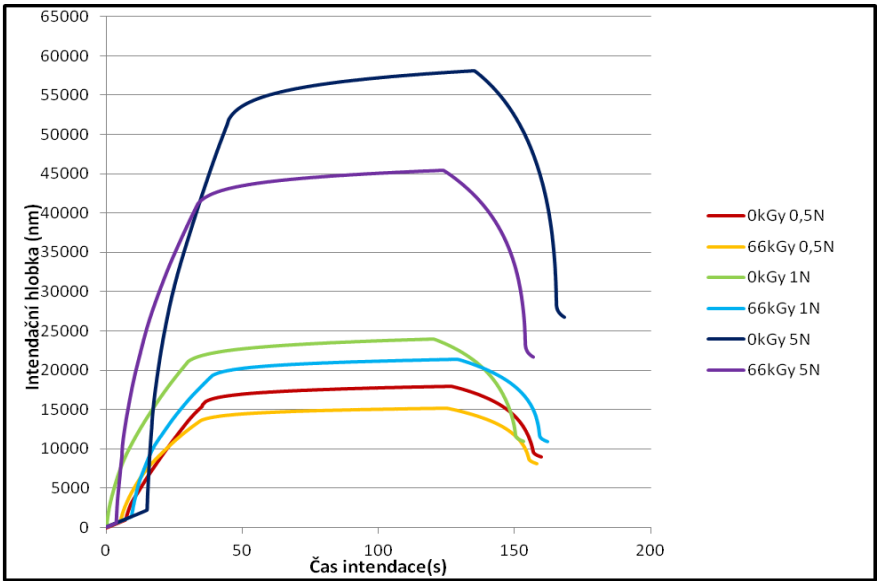
Na grafu je možné vidět rozdílné křivky mezi neozářeným materiálem a materiálem, který byl vystaven určitým dávkám záření. U materiálu, který nebyl vystaven žáření, dochází k vytvoření větší deformační práce.



Obr. 56. Závislost indentační síly na indentační hloubce

- **Závislost indentační hloubky na času indentace u všech zatížení**

Z grafu na kterém je znázorněna závislost indentační hloubky na času indentace je možno vidět pokles hloubky vtisku u vzorků, které byly vystaveny záření. Příčinou tohoto poklesu je nárůst tvrdosti. Z grafu je dále možno definovat creepové chování materiálu a to v hodnotách přibližně 25 – 125 s.



Obr. 57. Závislost indentační hloubky na času indentace

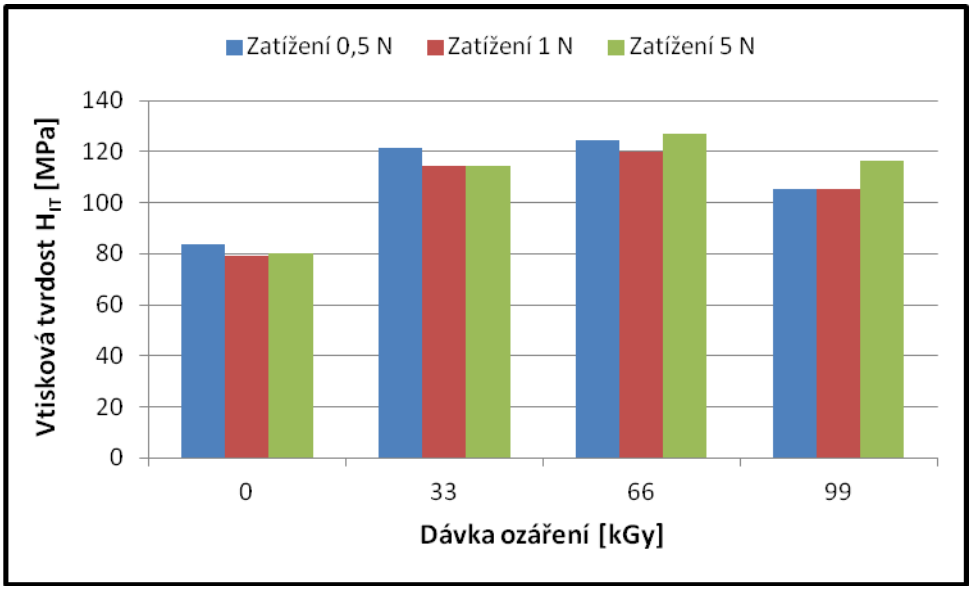
12 DISKUSE VÝSLEDKŮ

V praktické části bylo provedeno měření mikrotvrdosti metodou DSI. Materiál pro měření byl Polypropylen s 30% skelných vláken. Zkušební vzorky byly následně ozářeny dávkami 33 kGy, 66 kGy 99 kGy a následně staticky vyhodnoceny a mezi sebou porovnány. Každý vzorek byl měřený desetkrát při 3 aplikačních zatížení, a to 0,5 N, 1 N, 5 N.

12.1 Vtisková tvrdost H_{IT}

Z porovnání výsledků vtiskové tvrdosti pro všechny zatížení, měl nejvyšší hodnotu vzorek ozářeny 66 kGy a naopak nejnižší hodnotu vykazoval vzorek neozářeny.

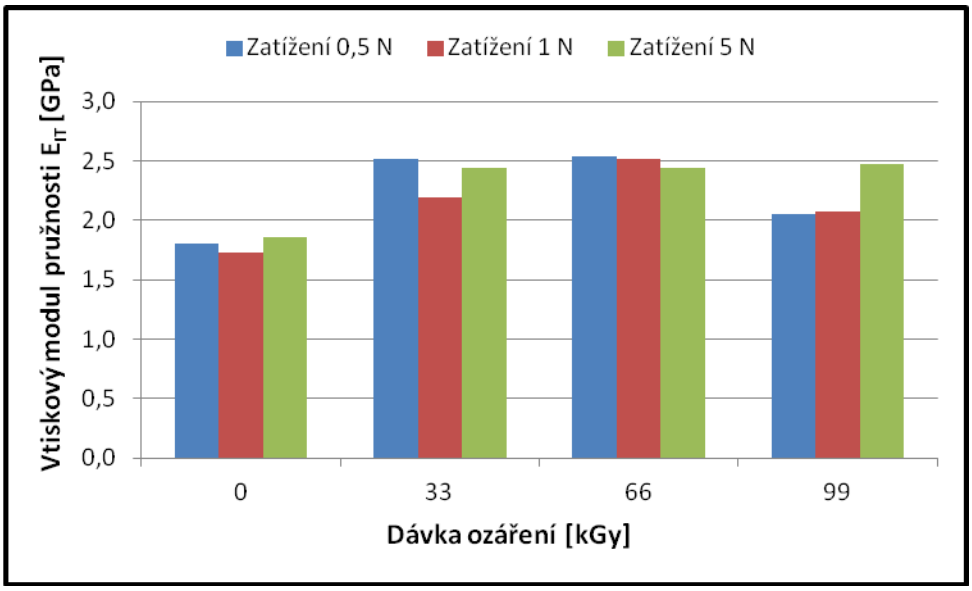
Během experimentu, kdy byly aplikovány tři testovací zatížení, došlo k zjištění, že nejvyšší hodnotu vtiskové tvrdosti byl dosáhnut u vzorku, který byl zatížen 5 N. Procentuální rozdíl největších vtiskových tvrdostí je přibližně 2 % mezi 0,5 a 5N. U druhého případu (zatížení 1 a 5 N) je procentuální rozdíl okolo 6 %.



Obr. 58. Srovnání výsledků vtiskové tvrdosti při různých zatížení

12.2 Vtiskový modul E_{IT}

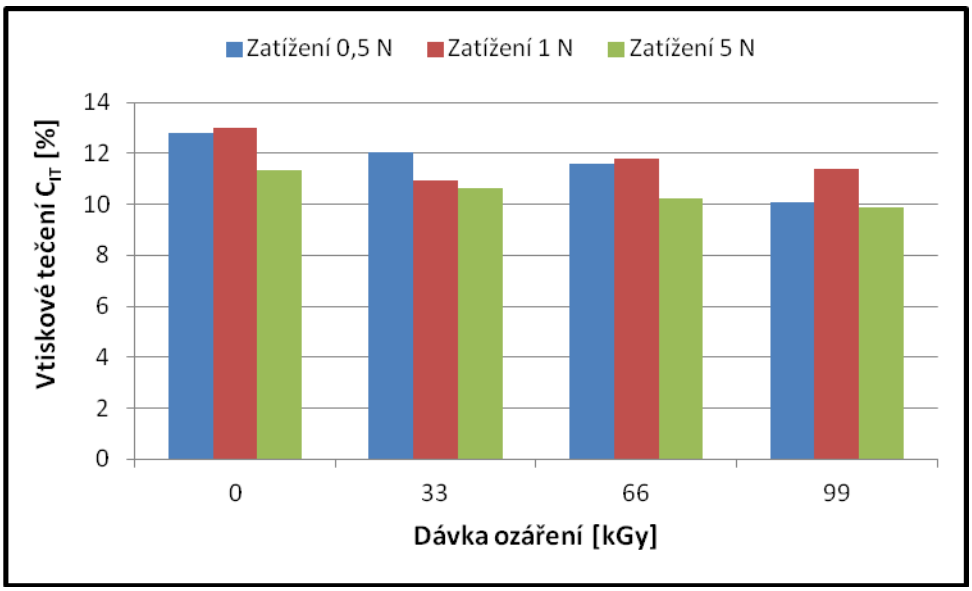
Další vyhodnocenou veličinou je vtiskový modul. Z naměřených výsledků mikrotvrdosti je zjevné, že se vtiskový modul pružnosti u všech třech zatížení výrazně neliší. Největší vtiskový modul pružnosti nastal u vzorku ozářeného 66 kGy při zatížení 0,5 N. Nejmenší hodnota byla zaznamenána u neozářeného vzorku zatíženým 1 N. Nárůst mezi největší a nejmenší hodnotou je téměř 47 %.



Obr. 59. Srovnání výsledků vtiskového modulu při různých zatížení

12.3 Vtiskové tečení (Creep) C_{IT}

Pomocí metody DSI bylo naměřeno i vtiskové tečení (creep). Z grafu lze říci, že nejnižší hodnoty byly naměřeny při dávce 99 kGy a to v případě při zatížení 0,5 a 5 N. Ve třetím případě došlo ke změně a nejnižší hodnota byla zjištěna při dávce 33 kGy se zatížením 1 N. Naopak nejvyšší hodnota vtiskového tečení byla zaznamenána u vzorku neozářeného zatíženého 5 N. Navýšení mezi nejmenší a největší hodnou činí 22 %.



Obr. 60. Srovnání výsledků vtiskového tečení při různých zatížení

ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo stanovit, jak velký vliv má ozáření na mikro-mechanické vlastnosti vybraného polymeru. Materiál byl zvolen PP plněný 30% skelných vláken s přidáním 5 objemových % síťovacího činidla. Tento polymer byl zpracován a následně odeslán do německé firmy BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG v pobočce Saal an der Donau kde byly vzorky ozářeny beta zářením dávkami 33; 66; 99 kGy.

Pomocí metody DSI bylo zjišťovány mikro-mechanické vlastnosti na zařízení MICRO-COMBI TESTER s indentorem podle Vickerse. Při měření jsme postupovali podle použité normy ČSN EN ISO 14577, která se zabývá tematikou Instrumentované zkoušky tvrdosti DSI. Během zkoušení polymeru byly využity tři zkušební zatížení 0,5; 1; 5 N. Na každém zkušebním vzorku se provádělo maticovým způsobem 10 měření na různých místech. Hodnoty získané z měření byly následně statisticky vyhodnoceny, upraveny do tabulek a vyhodnoceny v grafech.

Mezi mechanické vlastnosti, které byly při zkoušení polymeru zjišťovány, patří vtisková tvrdost, vtiskový modul pružnosti, vtiskové tečení, tvrdost dle Vickerse, elastická deformační práce, plastická deformační práce a celková deformační práce.

Při zjišťování vtiskové tvrdosti, se došlo k závěru, že nejmenší vtiskovou tvrdost vykazoval vzorek PP neozářený. Nejlépe si naopak vedl vzorek ozářený 66 kGy, který ve všech třech případech nabýval nejvyšších hodnot. Procentuální nárůst u zatížení 0,5 N byl 49 %, při zatížení 1 N pak 52 %. U zatížení posledního tedy 5 N vykazoval vzorek procentuální nárůst od vzorku neozářeného 58 %.

Mezi další mechanickou vlastnost, která byla v diplomové práci vyhodnocena, byl vtiskový modul pružnosti. U této zkoumané vlastnosti měl vzorek neozářený ve všech třech případech opět nejnižší hodnotu. Nejlépe si vedl vzorek ozářený 66 kGy a to ve dvou případech. Ve třetím, kdy byl vzorek zatížen 5 N, nabýval nejvyšších hodnot vzorek, který byl ozářen 33 kGy. Můžeme říct, že u této zkoumané mechanické vlastnosti došlo jen k nepatrným odlišným hodnotám mezi vzorkem ozářeným 33 kGy a 66 kGy. Procentuální rozdíl minimálních a maximálních hodnot u zatížení 0,5 N činil 41 %, u zatížení 1 N 46 % a při zatížení 5 N 32 %.

Třetí zkoumanou hodnotou je vtiskové tečení (creepu), což znamená změna hloubky vtisku při konstantním zatížení. U této vlastnosti bylo zjištěno, že maximální hodnota byla naměřena u vzorku neozářeného a to ve všech třech případech. Nejnižší hodnoty pak byly naměřeny při dávce ozáření 99 kGy a to v případě zatížení 0,5 N a 5 N. U vzorku který byl zatížen 1 N pak vykazoval nejnižší hodnotu vzorek ozářený 33 kGy. Procentuální pokles u vzorku se zatížením 0,5 N je 21 %, u zatížení 1N 16 % a u zatížení 5 N 13 %.

Další hodnotou, která byla zkoumána v diplomové práci, byla hodnota tvrdosti dle Vickerse. Nejnižší hodnoty tvrdosti byly zaznamenány u vzorku neozářeného. Naopak hodnoty nejvyšší byly u všech zatížení u vzorku ozářeného 66 kGy. Procentuální nárůst od vzorků neozářených k ozářeným 66 kGy činil 49 % u zatížení 0,5 N, 52% u zatížení 1N a 58 % u zatížení 5 N.

K dalším důležitým parametrům získaných při měření mikrotvrdosti v diplomové práci je deformační práce. Při měření, jsme dospěli k závěru, že ve všech třech případech převládá práce plastická oproti práci elastické. Dále je z výsledků patrné, že se zvětšující se dávkou ozáření dochází k poklesu deformační práce. Ve všech třech případech byla naměřena největší deformační práce u neozářeného vzorku.

Z celkového pohledu na experiment vyplývá, že nejhůře dopadl PP neozářený. Ve všech případech vykazoval nejnižší hodnoty. Z výsledků dále vyplývá, že ideální dávkou ozáření je 66 kGy. U této dávky vykazoval zkoušený materiál nejlepší vlastnosti. Při překročení této dávky došlo ke zhoršení vlastností, což je zapříčiněno pravděpodobně degradací materiálu.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

[1] SCHAETZ, Miroslav. *Zkoušení polymerů*. 2. přepr. a dopl.vyd. Praha: VŠCHT, 1979, 276 s.

[2] Polymery „stručně“. [online]. [cit. 2014-10-17]. Dostupné z: http://old.vscht.cz/ipl/osobni/svorcik/Polymery.pdf

[3] Ionizující záření. [online]. [cit. 2014-10-17]. Dostupné z: http://www.fce.vutbr.cz/veda/juniorstav2008_sekce/pdf/4_2/Prochazka_David_CL.pdf

[4] Ionizující záření. [online]. [cit. 2014-10-17]. Dostupné z: http://fbmi.sirdik.org/1-kapitola/14/141.html

[5] Adámek, R., Diplomová práce – *Vliv záření na vlastnosti vybraných plastů.* Zlín UTB 2008. 135 s.

[6] PLUHAŘ, Jaroslav. *Nauka o materiálech*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1989, 549 s.

[7] RYBNIKÁŘ, František. *Analýza a zkoušení plastických hmot*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1965, 418 s.

[8] LAPČÍK, Ľubomír. *Nauka o materiálech II*. 1. vyd. Zlín: Univerzita Tomáše Bati, 2000, 115 s. ISBN 80-238-6527-7.

[9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II.* Brno: CERM, c1999, 350 s. ISBN 80-720-4130-4.

[10] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I.* Brno: CERM, c2001, 505 s. ISBN 80-720-4193-2.

[11] Zkoušky tvrdosti. [online]. [cit. 2014-10-17]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrdosti.pdf

[12] Zkoušky tvrdosti. [online]. [cit. 2014-10-18]. Dostupné z: http://uvp3d.cz/drtic/?page_id=2076

[13] Zkoušky mikrotvrdosti. [online]. [cit. 2014-10-18]. Dostupné z: http://www.kluvi.com/

[14] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály-instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů-Část 1:Zkušební metoda*. Pra-ha: Český normalizační institut, 2003. 31s.

[15] Polypropylen. [online]. [cit. 2015-02-17]. Dostupné z: http://cs.wikipedia.org/wiki/Polypropylen

[16] Polypropylen. [online]. [cit. 2015-02-17]. Dostupné z: http://www.umela-trava.cz/download/cj-vlastnosti_polypropylenu_a%20polyetylenu.pdf

[17] Vstřikovací stroj. [online]. [cit. 2015-02-20]. Dostupné z: http://www.arburg.com/cs/cz

[18] VOJTĚCH, Dalibor. Materiály a jejich mezní stavy. Vyd. 1. Havlíčkův Brod : VŠCHT Praha, 2010. 212 s. ISBN 978-80-7080-741-5.

[19] DOLEŽAL, Pavel; PACAL, Bohumil. Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů. Brno: VUT, 2006. 41 s.

[20] TICHAVA, Miroslav. Měření tvrdosti pryže a plastů v současném zkušeb-nictví: Technická zpráva VUGPT Zlín. Zlín 1985 s 31-34

[21] DUCHÁČEK, Vratislav. Polymery výroba, vlastnosti, zpracování, použití. 2. vydání. Praha: Vysoká škola chemická, 2006. 280 s

[22] BGS -Beta-Gamma-Service. [online].[cit.2013-1-21]. Dostupný z WWW: http://www.bgs.de

[23] MLEZIVA, Josef. Polymery struktura, vlastnosti a použití. Praha: Sobotáles, 1993,525 s

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

E_i	Elastický modul pružnosti indentoru
E_{IT}	Vtiskový modul
C_{IT}	Creep
HV	Tvrdost dle Vickerse
HK	Tvrdost dle Knoopa
H_{ch}	Tvrdost dle Berkoviče
H_{IT}	Vtisková tvrdost
W_{elest}	Elastická deformační práce
W_{plast}	Plastická deformační práce
W_{total}	Celková deformační práce
F_{max}	Maximální síla
A_p	Průmět kontaktní plochy (teoretická nebo kalibrovaná)
S_t	Vtisková tuhost
H_c	Hloubka vtisku
S	Plocha
l	Délka úhlopříčky
l	Výška změřená na trojúhelníkovém vtisku
k_1	Korekční faktor daný cejchováním rozměrů použitého tělíska
k_2	Konstanta pro přepočet délky úhlopříčky na plochu vtisku
PP	Polypropylen
u	Délka úhlopříčky
v_i	Poissonova konstanta indentoru
v_s	Poissonova konstanta vzorku
h_r	hloubka zbytkového vtisku

h_t hloubka při maximálním zatížení Ft

h_e hloubka odpovídající elastické relaxaci

h_a hloubka od kraje kontaktu k povrchu vzorku při plném zatížení

h_r hloubka zbytkového vtisku

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Záření alfa [5] 16
Obr. 2. Záření beta [5] 17
Obr. 3. Záření gama [5] 18
Obr. 4. Schéma vzniku brzdného záření. [4] 19
Obr. 5. Schéma vzniku charakteristického záření. [4] 20
Obr. 6. Charakteristické a brzdné záření. [4] 20
Obr. 7. Brinellova zkouška [12] 22
Obr. 8. Rockwellova zkouška [12] 24
Obr. 9. Vickersova zkouška [12] 25
Obr. 10. Knoopova Zkouška [12] 25
Obr. 11. Vtisk podle Vickerse [13] 27
Obr. 12. Vtisk podle Knoopa [13] 28
Obr. 13. Mikrotvrdoměr s PC [13] 29
Obr. 14. Měření vtisku na obrazovce [13] 29
Obr. 15. Poldiho kladívko [12] 30
Obr. 16. Shoreho skleroskop [12] 32
Obr. 17. Duroskop [12] 33
Obr. 18. Indentační křivka [14] 35
Obr. 19. Znázornění příčného řezu vtisku [14] 36
Obr. 20. Tvar vnikacích těles pro stanovení HM [14] 38
Obr. 21. Znázornění vtiskového tečení [14] 39
Obr. 22. Znázornění vtiskové relaxace [14] 40
Obr. 23. Plastická a pružná část práce [14] 41
Obr. 24. Zkušebního postupu řízený zkušebním zatížením v závislosti na čase [14] 41
Obr. 25. Zkušebního postupu řízený hloubkou vtisku v závislosti na čase [14] 41
Obr. 26. Strukturní vzorec [15] 42
Obr. 27. Vstřikovací stroj ARBURG typu Allrounder 470H 46
Obr. 28. Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER 48
Obr. 29. Síťovací činidlo „TAIC“-strukturní vzorec 49
Obr. 30. Rozměry vzorku 51
Obr. 31. Značení vtiskové tvrdosti [14] 56

Obr. 32. Vtisková tvrdost PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N 56
Obr. 33 Vtisková tvrdost PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N 57
Obr. 34 *Vtisková tvrdost PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N* 57
Obr. 35. a) Schéma Pile up b) efekt Pile up [14] 58
Obr. 36. Vtiskový modul PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N 59
Obr. 37 Vtiskový modul PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N 59
Obr. 38. Vtiskový modul PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N 60
Obr. 39 Vtiskové tečení PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N 61
Obr. 40. Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 0,5N 61
Obr. 41. Vtiskové tečení PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N 62
Obr. 42. Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 1N 62
Obr. 43. Vtiskové tečení PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N 63
Obr. 44. Závislost indentační hloubky na času indentace při zatížení 5N 63
Obr. 45. Označení vtiskové tvrdosti podle normy [14] 64
Obr. 46. *Tvrdost dle Vickerse PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N* 65
Obr. 47. Tvrdost dle Vickerse PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N 65
Obr. 48. Tvrdost dle Vickerse PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N 66
Obr. 49. Deformační práce [14] 67
Obr. 50. Deformační práce PP s 30% skelných vláken při zatížení 0,5 N 67
Obr. 51. Deformační práce PP s 30% skelných vláken při zatížení 1 N 68
Obr. 52. Deformační práce PP s 30% skelných vláken při zatížení 5 N 68
Obr. 53. Závislost identační síly na indentační hloubce při zatížení 0,5N 69
Obr. 54. Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 1N 70
Obr. 55. Závislost indentační síly na indentační hloubce při zatížení 5N 70
Obr. 56. Závislost indentační síly na indentační hloubce 71
Obr. 57. Závislost indentační hloubky na času indentace 72
Obr. 58. Srovnání výsledků vtiskové tvrdosti při různých zatížení 73
Obr. 59. Srovnání výsledků vtiskového modulu při různých zatížení 74
Obr. 60. Srovnání výsledků vtiskového tečení při různých zatížení 75

SEZNAM TABULEK

Tab. 1. MOHSOVA stupnice - tabulka tvrdosti látek (minerály, prvky) [11] 34
Tab. 2. Rozsahy použití [14] 35
Tab. 3. Značky a jejich význam [14] 36
Tab. 4. Vlastnosti polypropylenu [16] 43
Tab. 5. Parametry při vstřikování 47
Tab. 6. Základní vlastnosti PP GF30 52
Tab. 7. Naměřená data pro zatížení 0,5 N 55
Tab. 8. Naměřená data pro zatížení 1 N 55
Tab. 9. Naměřená data pro zatížení 5 N 55