# Vyhodnotenie krípových vlastností za zvýšených teplôt

Bc. Marek Solčanský

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)

Osobní číslo: Studijní obor: Forma studia:

Jméno a příjmení: Bc. Marek Solčanský T13535 Studijní program: N3909 Procesní inženýrství Výrobní inženýrství prezenční

Téma práce:

Vyhodnocení krípových vlastností za zvýšených teplot

Zásady pro vypracování:

1. Vypracování literární rešerše na dané téma

2. Provedení měření krípových vlastností polymerních materiálů

3. Provést statistické zpracování naměřených dat

4. Provést vyhodnocení naměřených dat

Rozsah diplomové práce: Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

- SCHÄTZ, M.; VONDRÁČEK, P. Zkoušení polymerů, 2 vyd.; VSCHT: Praha, 1988. 264 s. ISBN není.
- 2. RUSINKO, Andrew a Konstantin TSOKOS. Plasticitγ and creep of metals. Berlin: Springer-Verlag, c2011, xxiii, 824 p. ISBN 978-364-2212-130.
- DUCHÁČEK, V.: Polymery výroba, vlastnosti, zpracování, použití. 2. vyd. VŠCHT v Praze, 2006. 280 s, ISBN 80-7080-617-6.
- MELOUN, Milan a Jiří MILITKÝ. Kompendium statistického zpracování dat. Vγd. 3., V nakl. Karolinum 1. Praha: Karolinum, 2012, 982 s. ISBN 978-802-4621-968. str. 984.

Vedoucí diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: Termín odevzdání diplomové práce: Ing. Martin Řezníček Ústav výrobního inženýrství 30. ledna 2015 13. května 2015

Ve Zlíně dne 30. ledna 2015

doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D. děkan

prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D. ředitel ústavu Příjmení a jméno: SOLČANSKÝ MAREK

Obor: VYROBUL INZENYRSTVI

#### PROHLÁŠENÍ

#### Prohlašuji, že

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

Saland

<sup>3)</sup> zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola 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 neni-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.

<sup>2)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3: (3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přimého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo

studijních povinnosti vyplývajících z jeho právniho vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacího zařízení (školní dílo). <sup>3)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

Anton pocestaní provinci prezidenta do se provinci prezidente p Odpiteli dutor tukoveno una uden svojem dez vazieno davodu, monos se tyto osoby domana, namazem chytopeno projeta jeno vále u soudu. Ustanovení ji 53 odst. 32 úštává nedotčeno.
 Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy

(2) Nen-ii sjednano jinak, muże autor skoninio alia sve alio uzit ci posrytnout jinemu licenci, neni-ni to v rozporu s opruvnenymi zujiny svory nebo školského či vzdělávacího zařízení.
(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jim 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

Táto diplomová práca sa zaoberá vyhodnotením krípových vlastností pri zvýšených teplotách a vplyvom radiačného sieťovania polymérnych materiálov na tieto vlastnosti.

V prvej časti práce je vypracovaná literárna rešerš obsahujúca mechanickofyzikálne vlastnosti polymérnych materiálov a základy štatistického spracovania údajov.

V druhej, praktickej časti je popísaná príprava skúšobných telies, popis zariadenia pre meranie krípových vlastností a samotný postup merania, spracovania hodnôt. V poslednej časti je vyhodnotenie zístených výsledkov.

Klúčové slová: polyméry, kríp, sieťovanie, polyetylén, pomerné predĺženie, krípový modul

# ABSTRACT

This master thesis is about the evaluation of the creep properties at elevated temperatures and the impact of radiation crosslinking on these properties.

In the first part, the literature research is processed, containing mechanical-physical properties of polymer materials and elementary of statistic treatment.

In the second, practical part is description of the test samples preparation for the creep tests, description of the creep test facilities and also the measurement and treatment procedure. In the last part is evaluation of the found results.

Keywords: polymers, creep, cross linking, polyethylene, relative elongation, creep modulus Rád by som sa na tomto mieste poďakoval svojmu vedúcemu diplomovej práce Ing. Martinovi Řezníčkovi, Ph.D. hlavne za jeho odborné vedenie, rady a čas ktorý mi venoval v priebehu spracovania tejto práce.

Ďalej by som sa chcel taktiež poďakovať všetkým doktorantom a zamestnancom Ústavu výrobného inženýrství UTB za ich pomoc pri každodenných laboratórnych meraniach krípových vlastností. A v neposlednom rade patrí poďakovanie rodičom a všetkým ktorý ma podporovali počas celého štúdia.

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

# OBSAH

Ú	ÚVOD10				
L	I TEORETICKÁ ČASŤ				
1	MECHANICKÉ VLASTNOSTI POLYMÉROV				
	1.1 IDEÁLNE PRUŽNÉ LÁTKY				
	1.2 VISKOELASTICKÉ LÁTKY	7			
	1.2.1 Charakteristika vis	koelastických látok15			
	1.3 REOLOGICKÉ MODELY				
	1.3.1 Maxwellov model.				
	1.3.2 Kelvinov model				
	1.3.3 Maxwellov-Kelvin	ov model18			
2	2 KRIP				
	2.1 FYZIKÁLNE MECHANIZM	iy kripu19			
	2.1.1 Viskózny kríp				
	2.1.2 Krip polymerov 2.1.3 Difúzny kríp				
	2.1.4 Dislokačný kríp				
	2.2 Krípové skúšky				
3	3 SIEŤOVANIE				
3.1 Radiačné sieťovanie					
	3.1.1 Beta žiarenie				
	3.1.2 Gama žiarenie				
	3.2 PRÍNOS RADIAČNÉHO SI	eťovania31			
4	4 POLYETYLÉN (PE)				
	4.1 VÝROBA POLYETYLÉNU				
	4.2 ZÁKLADNÉ TYPY POLYE	TYLÉNU			
4.2.1 Lineárny polyetylén (HD-PE		n (HD-PE)			
	4.2.2 Rozvetvený polyet	ylén (LD-PE)			
_	4.3 FYZIKÁLNE A MECHANIC	CKÉ VLASTNOSTI POLYETYLÉNU			
5	5 ŠTATISTICKĖ SPRACOVANIE				
	5.1 CHARAKTERISTIKY ŠTATISTICKÝCH SÚBOROV				
	5.1.1 Aritmetický prieme	۲			
	5.1.2 Median				
	5.2 CHYBY MERANIA	36			
	5.2.1 Systematické chyb	v			
	5.2.2 Náhodné chyby				
	5.2.3 Hrubé chyby				
5.3 NEISTOTY MERANIA					
II	I PRAKTICKÁ ČASŤ				
6	6 CIELE DIPLOMOVEJ P	RÁCE41			
7	7 PRÍPRAVA SKÚŠOBNÝ	CH TELIES			

	7.1	PRÍPRAVA VZORIEK Z TERMOPLASTU	42	
	7.2	KONDICIONOVANIE	42	
	7.3	TVAR A ROZMERY	43	
	7.4	VÝROBA SKÚŠOBNÝCH TELIES	44	
	7.5	SIEŤOVANIE SKÚŠOBNÝCH TELIES.	45	
8	MI	ERANIE KRÍPU	46	
	8.1	ZARIADENIE PRE MERANIE KRÍPU	46	
	8.1	.1 Upínacie čeľuste	47	
	8.1	.2 Snímanie pretiehnutia	47	
	8.2	METROLOGICKÝ POSTUP MERANIA KRÍPU	48	
9	PO	STUP SPRACOVANIA VÝSLEDKOV	49	
	9.1	OREZANIE PREBYTOČNÝCH HODNÔT	49	
	9.2	PREPOČÍTANIE HODNÔT NA NULOVÝ ZAČIATOK	50	
	9.3	Ďalšie spracovanie hodnôt v programe Minitab 15	51	
	9.3	.1 Prvotná analýza a štatistické spracovanie hodnôt	51	
	9.3	.2 Prepočet hodnôt na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu	54	
	9.3	<ul> <li>.3 Prepočet hodnôt na menovitý krípový modul</li> <li>4 Vára šet a pitra et a bách projektore a post</li> </ul>	56	
	9.3	.4 Vypocet antmetických priemerov		
10	9.4	SPRACOVANIE ZOSTAVAJUCICH NAMERANYCH HODNOT	00	
ц		SLEDKY ΜΑΤΕΚΙΑLU HDPE	01	
	10.1	POMERNE PREDLZENIE PRI KRIPE V TAHU A JEHO ZAVISLOST NA TEPLOTE	61	
	10.2	MENOVITY KRIPOVY MODUL A JEHO ZAVISLOST NA TEPLOTE	63	
	10.3	VPLYV RADIACNEHO SIETOVANIA	65	
	10. 10	3.1 Vplyv radiačného sieťovania na pomerné predlženie pri kripe v ťahu	65 67	
11	10. VX	S.2 V pryv radiacheno sietovania na menovity kripovy modur	07 <b>70</b>	
11		Ρομερνέ αρερί ζενιε αρι κρίσε ν ταμμα τευο ζάνιει οςτινα τερι ότε	70 70	
	11.1	I OMERNE FREDLZENIE FRI KRIFE V TATO A JETO ZAVISLOST NA TEFLOTE Menovitý kríbový moduli a ieto závislosť na tedi ote	יייי. רד	
	11.2	VELVU PADIAČNÉHO SIEŤOVANIA	2 / 7 /	
	11.5	<ul> <li>V PLI V RADIACNEHO SIETOVANIA</li></ul>	74 74	
	11.	3.2 Vplyv radiačného sieťovania na menovitý krípový modul	74 76	
12	2 VY	HODNOTENIE VPLYVU RADIAČNÉHO SIEŤOVANIA	78	
Z	ÁVER			
Z	ΖΟΖΝΑΜ ΡΟΙΙŽΙΤΕΙ LITERATURY			
7	ΖΟΖΙΛΙΗ ΓΟΟΖΙΤΕ, ΕΓΕΛΗΤΟΚΤΗΜΑΤΟΚΤ ΖΟΖΝΑΜ ΡΟΙΙΖΙΤΎCH SYMBOLOV A SKRATIFK			
ZOZNAM OBRÁZKOV				
<u></u>	ZOZNAM TABULIEK			
Z	OZNA	M PRÍLOH		
-				

# ÚVOD

V súčasnosti patria polymérne materiály medzi najviac využívané materiály v technických aplikáciách ale aj v komerčnom využití. Polymérne materiály vďačia svojej relatívne jednoduchej a dostupnej spracovateľnosti, výborným mechanickým vlastnostiam a taktiež odolnosti voči chemickým látkam a vonkajším vplyvom.

Nakoľko technológia spracovania polymérov a ich použitie v praxi je známe už z 20. storočia, súčasný vývoj sa sústreďuje na zdokonalovanie vlastností a hľadaním nových možností spracovania a v konečnom dôsledku je to snaha o zníženie cien produktov z tých-to materiálov.

Jedným zo spôsobov modifikácie materiálov je radiačné sieťovanie a niektoré polymérne materiály disponujú vhodnosťou k ožarovaniu. Materiály ktoré boli ožiarené ionizačným beta žiarením, vykazujú po ožiarení zlepšenie mechanických, chemických a teplotných vlastností. Výhodnou technológie radiačného sieťovania je, že sa aplikuje až na hotové výrobky takže sieťovanie je veľmi efektívne. Ďalej je to možnosť rôznej úrovne zosieťovania použitím rôznych parametrov technológie a tak možno dosiahnuť rôzne ovplyvnenie vlastností.

Hlavný ciel tejto diplomovej práce je vyhodnotenie vybraných krípových vlastností pri zvýšených teplotách a vyhodnotenie vplyvu radiačného sieťovania. Získané namerané hodnoty budú spracované a následne vyhodnotené z hľadiska vplyvu teploty skúšky na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu, menovitý krípový modul a vyhodnotené z hľadiska prínosu radiačného sieťovania.

# I. TEORETICKÁ ČASŤ

# 1 MECHANICKÉ VLASTNOSTI POLYMÉROV

Mechanické vlastnosti polymérov sú závislé na podmienkach pri ktorých ich skúšame. Pri rôznych podmienkach sa môžu správať ako viskózne kvapaliny, kaučukovité látky alebo sklá. Medzi základné faktory ovplyvňujúce správanie sa polymérov patrí: rýchlosť zaťažovania, teplota a veľkosť deformácie.

Všeobecne priraďujeme k polymérom viskoelastické správanie, ktoré charakterizuje typ správania sa medzi kvapalinami a pružnými pevnými látkami. Medzi základné javy správania sa polymérov radíme: tečenie, krehký lom, tvorba krčku a predĺženie. Výhodou je, že všetky tieto javy možno sledovať pri jednom polymére jednoduchou zmenou teploty pri skúške. Bola vykonaná ťahová skúška určitého polyméru pri štyroch rôznych teplotách, pričom Obr.1 znázorňuje vývoj ťahových kriviek pre meniace sa teploty skúšky. [1]



Obr. 1 Ťahové krivky pri rôznych teplotách [1]

# 1.1 Ideálne pružné látky

Ideálne pružnú látku charakterizujeme ako látku, ktorá má schopnosť sa po odstránení pôsobiaceho napätia vrátiť do pôvodného stavu, teda rozmeru a tvaru. Deformáciu idálne pružných látok vyvolanú pôsobením vonkajších síl možno popísať hookovým zákonom:

$$\sigma = \mathbf{E}.\,\boldsymbol{\varepsilon} \qquad [\mathbf{MPa}] \tag{1}$$



Obr. 2 Modul pružnosti v ťahu [1]

Konštantu úmernosti E nazývame ako Youngov modul pružnosti, ktorý definujeme ako pomer pôsobiaceho napätia ktoré vyvolá určitú deformáciu. Parameter ε vyjadruje relatívnu deformáciu, resp. predĺženie a je daný vzťahom:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \qquad [\%] \tag{2}$$

 $(l_0 - pôvodná dĺžka, \Delta l - predĺženie telesa)$ 

Pri ťahovom namáhaní dochádza popri deformácii v smere namáhania, aj k priečnej deformácii. Tento jav, ktorý označujeme ako v, charakterizuje konštanta nazývaná Poisonov pomer alebo aj Poisonove číslo. Definovať ho možno ako absolútnu hodnotu pomeru relatívnej priečnej deformácie k relatívnemu predĺženiu v smere ťahového namáhania. Táto veličina je bezrozmerná. [1]

$$v = \left| \frac{\varepsilon y}{\varepsilon x} \right| \tag{3}$$

## **1.2** Viskoelastické látky

Viskoelastické látky možno definovať ako polymérne materiály, ktoré vplyvom mechanického zaťažovania vykazujú správanie súčasne ako pružná hookovská látka a viskózna newtonská kvapalina. [2]

Pre všeobecné elastické správanie sa látok platí rovnica:

$$\sigma = \sigma.(\varepsilon) \tag{4}$$

Pri grafickom znázornení elastického správania viz. Obr. 1, môžu látky nadobudnúť tri hlavné tvary:

- látka lineárne elastická (1)
- látka superplastická (2) modul pružnosti rastie s rastúcou zmenou deformácie

• Henckyho látka (3) - modul pružnosti klesá s rastúcou deformáciou



Obr. 3 Správanie sa elastikých látok [2]

Všeobecné správanie sa kvapalín možno definovať vzťahom:

$$\tau = \eta . \dot{\gamma} \tag{5}$$

( $\tau$ - šmykové napätie,  $\eta$ - viskozita,  $\gamma$ - rýchlosť deformácie)

Obr. 4 znázorňuje rôzne druhy správania sa kvapalín:

- newtonská tekutina (1)
- pseudoplastikcá tekutina (2) s rastúcim napätím viskozita klesá asymptoticky
- dilatantná látka (3) s rastúcim napätím viskozita rastie tiež
- elastická látka (4) nedochádza k deformácii ak na látku pôsobí napätie menšie ako hraničné napätie τ<sub>0</sub> ktoré nazývame ako medz tečenia. Pri prekročení tejto medze materiály tečú, deformácie rastú a po odľahčení sú trvalé. [2]



Obr. 4 Správanie sa kvapalín [2]

#### 1.2.1 Charakteristika viskoelastických látok

Ak vystavíme určitú reálnu látku napäťovému namáhaniu, vo väčšine prípadov dochádza k súčasnej elastickej a viskóznej deformácii. Teda k termodynamicky vratnej a nevratnej deformácii. Viskoelastické látky sa od týchto látok odlišujú javmi ako relaxácia napätia a tečenie. Pri toku viskoelastickej látky je viskozita nenewtonského charakteru a vznikajú normálové napätia, ktoré sú závislé na rýchlosti deformácie. Mechanické správanie sa materiálov vykazujúcich súčasne elastickú a viskóznu deformáciu možno popísať jednou alebo viacerými konštantami. Pre popis mechanického správania sa viskoelastickej látky je treba zadať funkcie na nekonečnom obore nezávislej premennej. Ako nezávislá premenná sa údáva čas alebo frekvencia. [3]

# 1.3 Reologické modely

Reologické modely predstavujú vyjadrenie experimentálneho chovania materiálov, ktoré majú viskózny charakter. Základné prvky ktoré sa využívajú pri zostavovaní reologických modelov sú oceľová pružina a piest. Oceľová pružina charakterizuje hookovskú elasticitu a piest charakterizuje newtonský tok. Pri tvorbe modelov volíme vhodné rozmery, aby geometrické konštanty boli jednotkové.

Reologický model ktorý zostavíme paralelným spojením pružiny a piestu sa nazýva Kelvinov (Voightov) model. Ak prvky zostavíme sériovo, hovoríme o Maxwelovom modele. Kombináciou Kelvinovho a Maxwelovho modelu, zostaveného sériovo, dostávame model Tucketov. Všeobecne platí, že lepšie vyjadrenie správania sa reálneho systému pomocou reologických modelov, sa dosahuje použitím viac prvkov v modele. [4],[5]

#### 1.3.1 Maxwellov model

Maxwellov model je zostavený sériovým zapojením elastického a viskózneho členu. Pri sériovom zapojení sa deformácia rovná súčtu deformácií jednotlivých prvkov, pričom napätie je v oboch prvkoch a v celom modele rovnaké. [5]



Obr. 5 Maxwellov model [5]

Zaťažením vzníká viskózna deformácia - nevratná a elastická deformácia - vratná. Rýchlosť deformácie vyjadruje rovnica:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{\rm V} + \dot{\varepsilon}_{\rm E} \tag{6}$$

po dosadení

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\sigma(t)}{\tau E_0} + \frac{\dot{\sigma}}{E_0}$$
(7)

• Kríp pri maxwellovom modeli

Integráciou vzťahu (6) v závislosti na čase *t*, pri konštantnom napätí  $\sigma_0 = konst$ , dostávame vzťah:

$$\varepsilon(t) = \frac{1}{\tau E_0} \int_0^t \sigma_0 dt + \frac{\sigma_0}{E_0}$$
(8)

Úpravou ( napätie je v pružine aj tlmiči rovnaké )

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{\tau E_0} t + \frac{\sigma_0}{E_0}$$
(9)

Zo vzťahu (9) možno vyjadriť krípovú poddajnosť

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} = \frac{1}{E_0} + \frac{1}{\tau E_0} t$$
(10)

#### 1.3.2 Kelvinov model

Kelvinov model je zostavený pomocou paralelného zapojenia kombinácie elastického a viskózneho člena. Napätie dostávame z rovnice:

$$\sigma(t) = \sigma V(t) + \sigma E(t) \tag{11}$$

Vyjadrením napätia v jednotlivých vetvách modelu dostávame:

$$\sigma(t) = \tau E \dot{\varepsilon}(t) + E \varepsilon(t) \tag{12}$$



Obr. 6 Kelvinov model [4]

Charakter deformácie pri Kelvinovom modele je vratný, ale jeho elasticita je brzdená, oneskorená v dôsledku zaradenia viskózneho prvku.

• Kríp pri Kelvinovom modele [5]

Z rovnice (12) sa pri konštantnom napätí  $\sigma = \sigma_0$ , stáva diferenciálna rovnica

$$\sigma_0 = \tau E \dot{\varepsilon}(t) + E \varepsilon(t) \tag{13}$$

ktorej riešením dostávame:

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma_0}{E} \left[ 1 - e - t/\tau \right]$$
(14)

Krípovú poddajnosť teda možno vyjadriť

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0} = \frac{1}{E} [1 - e - t/\tau]$$
(15)

# 1.3.3 Maxwellov-Kelvinov model

Maxwellov-Kelvinov model je tvorený Maxwellovým a Kelvinovým modelom, ktoré sú zostavené sériovo. [4]

Deformácia je určená troma základnými molekulárnymi mechanizmami:

- ideálne elastickou deformáciou valenčných uhlov, väzieb a medzimolekulových vzdialeností
- oneskorenou elastickou deformáciou polymerných klbiek
- nevratnými presunmi klbiek tokom



Obr. 7 Maxwellov-Kelvinov model [5]

• Kríp Maxwell-Kelvin modelu [5]

Krípovú poddajnosť získame súčtom poddajnosti Maxwellovho a Kelvinovho modelu:

$$D(t) = \frac{1}{E_0} + \frac{1}{\tau_1 E_0} + \frac{1}{E_2} \left[ 1 - e - t/\tau^2 \right]$$
(16)

# 2 KRÍP

Pojem kríp, tiež tečenie nielen za studena, predstavuje zmenu rozmerov dlhodobo staticky zaťažovaného telesa konštantnou silou resp. napätím pri konštantnej teplote. Štúdium krípového správania sa materiálov, možno využiť pri dimenzovaní a konštruovaní súčastí z týchto materiálov. V súčastnosti je možné relatívne presne určiť a predpovedať správanie sa materiálov v rôznom čase, pri rôznych teplotách a zaťaženiach. [7]

## 2.1 Fyzikálne mechanizmy krípu

Mechanizmus krípového chovania je ovplyvnený predovšetkým spôsobom zaťažovania, najmä teplotou a napätím. Hlavnou príčinou krípového chovania je pohyb atómov, molekúl, vakancií alebo dislokácií v pevnej fáze. Základné mechanizmy krípu sú: viskózny kríp, kríp polymérov, difúzny a dislokačný kríp. [7]

## 2.1.1 Viskózny kríp

Niektoré pevné látky, väčšinou amorfné látky ako sklo a polyméry sa môžu správať ako kvapaliny s veľmi vysokou viskozitou. Sú to aj kryštalické materiály, ktoré sa za určitých podmienok stávajú amorfnými, napríklad pri ich veľmi rýchlom ochladení, kedy molekuly nemajú dostatok času na kryštalizáciu. Viskozitu kvapalín definujeme ako pomer pôsobiaceho šmykového napätia a rýchlosti šmykovej deformácie. Viskozita kvapalín je teda daná vzťahmi:

šmyková viskozita 
$$\eta_{\tau} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$
 (17)

ťahová viskozita 
$$\eta = \frac{\sigma}{\hat{\varepsilon}}$$
 (18)

Ak je teleso ktoré vykazuje amorfnú štruktúru vystavené zaťaženiu, jeho molekuly sa v závislosti na čase začnú pohybovať, čo má za následok krípovú deformáciu. Dôležitú úlohu vzhľadom na rýchlosť a charakter deformácie zohráva teplota pri ktorej je teleso zaťažované. Pri zvyšovaní teploty , rastie aj oscilačný pohyb atómov v okolí rovno-vážnych polôh. Tento jav nazývame *tepelná aktivácia*, a možno ho popísať Arrheinovým vzťahom, resp. rovnicou:

$$\dot{\varepsilon} = A^{-Q}_{RT} \tag{19}$$

Aktivačná energia Q je fyzikálna konštanta, ktorá popisuje potencionálny odpor, ktorý treba prekonať aby atóm resp. molekula zmenil(a) svoju polohu. Podstatou krípu spôsobeného viskóznym tečením je závislosť medzi napätím a rýchlosť ou deformácie. Túto závislosť možno popísať rovnicou:

$$\varepsilon = A_1 \cdot \sigma^{-Q}_{RT} \quad [7] \tag{20}$$

#### 2.1.2 Kríp polymérov

Krípové vlastnosti sú ovplyvnené najmä teplotou pri zaťažovaní. Krípová deformácia sa prakticky nevyskytuje pod teplotou skelného prechodu  $T_g$ , preto sa zaoberáme iba teplotami nad touto hranicou. Rôzne druhy polymérov majú rôzne teploty skelného prechodu a rôzne teploty tavenia. Pre teploty výrazne prekračujúce  $T_g$  sú krípové vlastnosti charakterizované viskóznym tečením. V oblasti teplôt o niečo väčších ako je teplota skelného prechodu  $T_g$  je mechanické správanie zložitejšie. Pohyb molekulových reťazcov je náročnejší vzhľadom k tvaru a dĺžke reťazcov, stupňa sieťovania a prepletenia. Tieto štrukturálne vlastnosti majú za následok zvýšenie odporu materiálu voči deformácii. Ďalším javom ktorý ovplyvňuje krípovú deformáciu polymérov je tzv. "tvarová pamäť"- po uvolnení napätia dochádza v závislosti na čase k čiastočnej eliminácii krípovej deformácie resp. k regenerácii. Tieto javy sa líšia od elementárneho viskózneho správania, preto sa na ich popis používajú rôzne reologické modely. [7]

#### 2.1.3 Difúzny kríp

Základným javom krípových procesov je difúzia atómov. Krípová plastická deformácia je tvorená súčinnosťou difúzneho a dislokačného tečenia. Difúzne tečenie je závislé na vysokej teplote a vzniká aj pri nízkych napätiach. Difúzny kríp je charakteristický difundovaním vakancíí do kryštálovej mriežky zrna. V zaťaženom telese dochádza k vzniku ťahového a tlakového napätia, ktoré má za následok deformáciu v prislúchajúcom smere. Ak sú oblasti hranice zrna orientované kolmo k ťahovému napätiu vzniká ťahová deformácia, a v oblastiach rovnobežných s napätím vzniká tlaková deformácia. Pri ťahovej deformácii vznikajú vakancie a pri tlakovej deformácii vznikajú intersitciálne atómy.

Vzniká trvalá krípová deformácia v smere ťahového napätia, následkom difúzie, ktorá vyrovnáva koncentráciu týchto bodových porúch.

Difúzia môže prebiehať dvoma spôsobmi. Difúziu vakancií kryštálovou mriežkou nazývame Nabbaro herringov kríp a difúziu atómov pozdĺž hraníc zŕn nazývame Cobleho kríp. [7]



Obr. 8 Mechanizmy difúzie [7]

#### 2.1.4 Dislokačný kríp

Dislokačný kríp je vyvolaný uvoľnovaním dislokácií vplyvom difúzie atómov. Napätie pre pohyb dislokácií musí prekonať odpor kryštálovej mriežky a prekážky vyvolané jej distorziou, najmä atómov v tuhom roztoku, precipitátov, sieťových dislokácií a pod. Pri dislokačnom krípe dochádza k javu nazývanému "climb" resp. "šplh" dislokácií. V princípe ide o pohyb dislokácií naprieč kryštálovými rovinami a smermi. K dislokačnému šplhu dochádza za špecifických teplôt v rozmedzí (0.3-0.5) teploty tavenia T<sub>m</sub>. [7]



Obr. 9 Mechanizmus dislokačného krípu [7]

## 2.2 Krípové skúšky

Pre deformačné krípové skúšky v súčasnosti poznáme skúšky v ťahu, tlaku a ohybe. Najčastejšie ale používame skúšky v ťahu pretože majú jednoduchší mechaizmus deformácie a lepšiu citlivosť ako skúšky v tlaku a ohybe, ktoré je na druhú stranu možno vykonávať na jedoduchších zariadeniach. Princíp krípovej deformácie spočíva v zaťažení skúšobného telesa konštantnou silou z jednej strany, a z druhej je uchytené nepohyblivým spojom. Deformácia sa prejaví v zväčšení pôvodnej dĺžky l<sub>0</sub>, pričom deformáciu prierezu skúšobného telesa pri krípových skúškach zanedbávame. Veľkosť deformácie udávame v pomernom predĺžení  $\Delta l/l_0$  alebo v pomernom preťažení v %:

$$\varepsilon_1 = \left(\frac{\Delta l}{l_0}\right) . 100 \quad [\%] \tag{21}$$

Pomocou krípových skúšok možno zostrojiť krípovú krivku. Základná krivka popísaná veličinami deformácia - čas je zostrojená pomocou hodnôt pretiahnutia skúšobného telesa na základe určitých časových intervalov.



Obr. 10 Všeobecná krípová krivka [8]

Krivka znázorňuje vývoj deformácie v závislosti na čase, pričom je rozdelená na tri oblasti, resp. štádiá. Rýchlosť deformácie je najvyššia hneď od začiatku zaťažovania, pričom s postupom času klesá. Túto oblasť nazývame primárny kríp. Druhá oblasť, označovaná aj ako sekundárny kríp, je charakteristická konštantnou rýchlosť ou deformácie. Terciálny kríp, je tvorený treťou oblasť ou, pričom rýchlosť deformácie znova prudko rastie, až po moment porušenia skúšobného telesa. Z krípovej krivky možno vyjadriť krípovú rýchlosť- v<sub>k</sub>, ktorú možno charakterizovať ako prúrastok deformácie za jednotku času.

$$v_k(t_2, t_1) = \frac{\epsilon^2 - \epsilon_1}{t_2 - t_1}$$
 (22)

Tvar krípovej krivky je ovplyvnený typom polyméru, stupňom kryštalinity, použitých prísad a v neposlednej rade veľkosťou použitého napätia. Pre znázornenie priebehu krípovej deformácie vrátane deštrukcie, v rôznom čase a pri rôznych napätiach, používame krípový vejár. Hodnoty pri zostrojovaní krípového vejára vynášame v logaritmických súradniciach.



Obr. 11 Krípový vejár určitého materiálu pri 20°C [8]

Pre popis časovo závislého správania sa polymérov používame rôzne mechanické modely, ktoré je možno vyjadriť matematickými rovnicami. Pre použitie v praxi sa však používa empiricky odvodený vzťah popisuôuci zmenu deformácie v dôsledku ťahového namáhania, v tvare:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + m\left(\frac{t}{t_0}\right) \tag{23}$$

Priebeh krípovej deformácie možno graficky vyjadriť priamkou so sklonom *n* tak, že vynesieme hodnoty deformácie v logaritmických súradniciach *log* ( $\varepsilon$ - $\varepsilon_0$ ) a *log t*. [8]



Obr. 12 Priebeh krípovej deformáce v logaritmických súradniciach [8]

Nevýhodou krípovýh skúšok je ich veľmi veľká časová náročnosť, v niektorých prípadoch v rádoch niekoľkých rokov. Pre použitie v praxi možno krátkodobou skúškou určiť konštanty *m* a *n* z rovnice rýchlosti toku. Následnou diferenciáciou rovnice (23) dostávame rovnicu:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = m . n \left(\frac{t}{t_0}\right)^{n-1}$$
(24)

Dosadením konštánt *m* a *n* získaných krátkodobou skúškou do rovnice (24) možno vyjadriť zmenu deformácie v závislosti na čase. Pre získanie údajov o časovej pevnosti materiálu sa zostavuje krivka nanášaním logaritmických hodnôt napätia  $log \sigma$  a času log t, pre určité hodnoty deformácie až do porušenia skúšobného telesa.



Obr. 13 Krivka časovej pevnosti [8]

Pre získanie údajov časovo závislej deformácie k prísluchajúcemu napätiu možno zostaviť izochronnú krivku, ktorá dáva do pomeru napätie a deformáciu. Krivku zostavujeme z údajov krivky časovej pevnosti.



Obr. 14 Izochronná krivka napätie-deformácia [8]

Z uvedemých kriviek možno určiť rôzne požadované charakteristiky krípového správania sa materiálu:

 Tangentový krípový modul E<sub>0</sub> určujeme z izochronnej krivky napätie-deformácia odčítaním z počiatočných smerníc jednotlivých kriviek viz. Obr.14

$$E_0 = \frac{\sigma}{s} \qquad [MPa] \tag{25}$$

- Krípovú pevnosť σ<sub>k(t)</sub> určujeme z krivky časovej pevnosti. Predstavuje kritické napätie, pri ktorom dôjde k porušeniu skúšobného telesa v závislosti na určitom čase.
- Zmluvný krípový modul M<sub>k</sub> definuje vopred stanovené pretiahnutie skúšobného telesa ε, pri určitom napätí a určitej doby *t*.
- Zdanlivý krípový modul E<sub>k(t)</sub> určujeme z izochronnej krivky napätie-deformácia a je znázornený prerušovanou čiarou.

Zo zostrojených izochronných kriviek možno odvodiť ďalšie krivky popisujúce priebeh krípového správania sa materiálu, ako napríklad závislosť krípového modulu na čase alebo priebeh krípových kriviek pri rôznych napätiach a teplotách. [8]



Obr. 15 Závislosť krípového modulu na čase [8]

 $(\sigma_1 \leq \sigma_2 \leq \sigma_3 \leq \sigma_4 \leq \sigma_5)$ 



*Obr. 16 Priebeh krípových kriviek pri rôznych teplotách [8]* (-konštantné napätie 40 MPa, -- konštanté napätie 20 MPa)

$$(T_1 \leq T_2 \leq T_3 \leq T_4 \leq T_5)$$

Všeobecne rozoznávame krípové krivky dvoch druhov. V prvom prípade sa pri pôsobení konštantného napätia rýchlosť deformácie zmenšuje, až do momentu kedy rozvoj deformácie zaniká. Materiál sa už dalej nedeformuje, ani sa neporuší. V druhom prípade sú krípové krivky definované troma oblasťami. Prvú oblasť charakterizuje zmenšujúca sa rýchlosť deformácie, v druhej oblasti sa deformácia mení na ustálené tečenie na následne v tretej oblasti dochádza k porušeniu materiálu. Tieto vlastnosti definujú tri medzné stavy polymérnych materiálov:

- Prvý medzný stav, charakterizuje zastavenie deformačného procesu, pričom deformáciu považujeme za plne vratnú, teda viskoelastickú.
- Druhý medzný stav, charakterizuje porušenie materiálu vplyvom dlhodobého zaťaženia. Tento stav definuje krivka časovej pevnosti z ktorej vyplýva pokles medze pevnosti na hodnoty hraničiace s medzou dlhodobej pevnosti.
- Tretí medzný stav, charakterizuje prechod rýchlosti deformácie k ustálenému tečeniu materiálu. V tomto medzom stave dochádza k zmene povahy deformácie z viskoelastickej, teda po odľahčení plne vratnej, do deformácie plastickej, teda nevratnej. [7]



Obr. 17 Diagram medzných stavov [8]

- A- krivka prvého medzného stavu
- B- krivka druhého medzného stavu
- C- krivka tretieho medzného stavu

# **3** SIEŤOVANIE

Proces sieťovania označuje vzájomné spojovanie polymérnych reťazcov pričom dochádza k vzniku priestorovej sieťe. Použitím určitého množstva sieťovacieho činidla rastie molekulová hmotnosť polyméru. Po zosieťovaní sa menia vlastnosti polyméru, hlavne strácajú rozpustnosť, taviteľnosť a termoplasticitu ale aj nadobúdavajú tvarovú stálosť pri zvýšených teplotách a chemickú odolnosť. [20]

Sú známe viaceré spôsoby vzniku zosieťovaných štruktúr ako: polykondenzácia, polyadícia a kopolymerácia monomérov, implementácia priečnych väzieb medzi makromolekulárne reťazce alebo vzájomná reakcia makrololekulárnych reťazcov s reaktivnými skupinami [21]

V praxi sa proces sieťovania najčastejšie realizuje pomocou:

- peroxidov
- kyslíku
- na bázi 1,3 dienu sírou
- radiačné sieťovanie

Táto diplomová práca sa zaoberá vplyvom radiačného sieťovania na krípové vlastnosti vybraných materiálov.

## 3.1 Radiačné sieťovanie

Technológia radiačného sieťovania polymérnych materiálov je využívaná na zlepšovanie vlastností týchto materiálov, v rôznych technických aplikáciách. Chemické procesy prebiehajúce pri ožarovaní sú zložité, pretože prebieha viacero chemických reakcií súčasne. Pri ožarovaní prebieha: sieťovanie, degradácia, oxidácia, fragmentácia, disproporcionácia atd. Pre zlepšenie vlastností polyméru má najvačší význam reakcia sieťovania. Radiačné sieťovanie je výsledok rekombinácie voľných polymérnych radikálov, ktoré migrujú prevažne v amorfných oblastiach. Radiačné sieťovanie je podmienené vznikom sekundárnych radikálov v amorfných oblastiach viskoelastického stavu a pohyblivosťou polymérnych reťazcov nesúcich sekundárne radikály. [22]



Obr. 18 Tvorba priečnych väzieb v polyethylene, vyvolaná ionizačným žiarením (I- kryštalické oblasti, II- amorfné oblasti) [22]

Pri pôsobení ionizačného žiarenia dochádza k dvom súčasne protichodným procesom a to rozpadu hlavného reťazca a sieťovaniu. Ak je pomer spájania reťazcov k ich rozpadu vačší ako dva, prevažuje proces sieťovania. Procesné parametre ktorými možno regulovať vlastnosti polyméru sú pri konkrétnej chemickej štruktúre polyméru v priamej závislosti s absorbovanými dávkami. Dávky žiarenia ktoré polymér príjma sú funkciou rýchlosti ožiarovacej jednotky. Proces ožiarovania je veľmi spolahlivý, pretože všetky kľúčové parametre možno regulovať pomocou elektrických veličín. Absorbovaná dávka je množstvo energie ionizujúceho žiarenia, ktoré je absorbované jednotkou hmotnosti ožiarovaného materiálu. Jednotkou absorbovanej dávky je 1 Gray ( 1Gy= 1 J/kg). Výhodou radiačného sieťovania je kontrola vlastností materiálu, resp. úrovňe zosieťovania, ktorá je úmerná absorbovanej dávke. [22]

#### 3.1.1 Beta žiarenie

Beta žiarenie označujeme ako zrýchlený prúd elektrónov a rozdeľujeme ho na  $\beta^-$  a  $\beta^+$ . Pri žiarení  $\beta^-$  je nositeľom energie prúd elektrónov s nábojom e<sup>-</sup> a pri  $\beta^+$  žiarení je to prúd pozitrónov. Zdrojom beta žiarenia sú elektrónové urýchľovače elektrónov. Zo žhaviacej katódy sú emitované elektróny, pročom sú urýchľované v elektromagnetickom poli a ich rýchlosť je regulovaná striedavým napätím medzi katódou a anodou. Pomocou zvole-

nej energie možno ovplyvniť hĺbku ožiarenia, pričom jej veľkosť je obmedzená výkonom urýchlovača. [23]



*Obr. 19 Princíp beta ožiarovania urýchlenými elektrónmi [22]* (1- hĺbka vniknutia elektrónov, 2- primárne elektróny, 3- sekundárne elektróny, 4- ožiarený materiál)

## 3.1.2 Gama žiarenie

Gama žiarenie označujeme ako prúd častíc resp. fotónov, s frekvenciou nad 2,42 GHz a vlnovou dĺžkou 124pm. Gama žiarenie má väčšu hĺbku prieniku ako beta žiarenie. Využitie nachádza v sterilizácii zdravotníckych produktov a dekontaminácii, kôli jeho vysokoenergetickej povahe. Taktiež sa využíva pri radiačnom sieťovaní, hlavne pri ožarovaní veľkorozmerných plastových dielov. [23]



Obr. 20 Porovnanie prenikavosti žiarení [24]

## 3.2 Prínos radiačného sieťovania

Hlavným dôvodom úpravy termoplastických materiálov ionizačným žiarením je zlepšenie chemicko-fyzikálnych parametrov konštrukčne používaných polymérov na úroveň, ktorá by vo veľa prípadoch vyžadovala vysoko odolné a finančne náročné hi-tech polyméry. Radiačné sieťovanie umožnuje využitie materiálov v nových oblastiach technologických aplikácií. Ďalšou výhodou je to, že proces radičného sieťovania je oddelený od spracovateľského procesu, pretože prebieha až po ňom. Pri ožarovaní nevzniká nebezpečenstvo rádioaktivity v ožarovanom materiále ani v ožarovacom zariadení.Výsledné vlastnosti ožiareného polyméru sú ovplyvnené viacerými faktormi, napr. teplotou skelného prechodu, kryštalinitou, chemickou štruktúrou polyméru atd. Tieto vlastnosti treba brať do úvahy aby bol dosiahnutý požadovaný výsledok. [22]



Obr. 21 Polyméry komerčne vhodné pre radiačné sieťovanie [22]

Materiály sa delia do jednotlivých skupín podľa ich vlastností, chemického zloženia a vnútorného usporiadania. Vnútorné usporiadanie možno modifikovať rôznymi spôsobmi a medzi ne patrí aj radiačné sieťovanie. [27]

# 4 POLYETYLÉN (PE)

Polyetylén je termolpastický polymérny materiál, ktorý radíme do skupiny polyolefinov. Môžeme ho tiež označiť ako homopolymér etylénu. Vlastnosti polyetylénu sa odvýjajú od molekulovej hmotnosti, priestorovom usporiadaní v raťazci makromolekuly a stupňa kryštalinity. [11]

# 4.1 Výroba polyetylénu

Výroba polyetylénu siaha do roku 1935, kedy sa prvý krát podarilo vyrobiť vysokomolekulárny homopolymér etylénu. Bola použitá polymerácia etylénu v plynnej fáze použitím kyslíku ako iniciátoru, pri tlaku 100 až 200 MPa a teplote 150 až 400°C. Neskôr vznikali nové spôsoby výroby, najmä polymerácia suspenzií, emulzií alebo roztoková polymerácia pri vysokých tlakoch. V roku 1955 bol prvý krát polyetylén pripravený pomocou beztlakovej polymerácie za použitia katalyzátorov z alkylderivátov hliníku a chloridu titaničiého. Následne boli objavené spôsoby prípravy za rôznych tlakov a teplôt, ale najmä použitím nových katalyzátorov, napr. oxidu chromového na oxide hlintom ako nosiči. [11]

# 4.2 Základné typy polyetylénu

V súčasnosti je najpoužívanejšie rozdelenie polyetylénov na základe ich rozvetvenia makromolekúl. Rozoznávame teda dva základné druhy, a to lineárny a rozvetvený. [11]



Obr. 22 Štruktúra reťazcov polyethylenu [12]

#### 4.2.1 Lineárny polyetylén (HD-PE)

Lineárny polyetylén označujeme ako HD-PE ( z anglického výrazu High Density - vysoká hustota), je charakteristický svojou vysokou hustotou. Vysokohustotný PE sa vyrába dvoma hlavnými procesmi a to, polymerizáciou v suspenzii alebo v plynnej fáze. Ako katalyzátor týchto procesov sa používajú typy katalizátorov založené na titáne, chróme alebo metalocénoch. Vysokohustotný polyetylén je charakteristický vysokou kryštalinitou, vďaka ktorej ho radíme medzi najtvrdší a najmenej ohybný medzi rôznymi druhmi polyetylénov. Jeho hustota nikdy neklesá pod hranicu 940 kg/m<sup>3</sup>, pretože jeho molekula obsahuje minimum postranných reťazcov. Pre jeho vlastnosti je hojne využívaný vo veľa aplikáciách ako fólie, dosky, tlakové trubky, nádoby, netransparentné flaše, bedny atd. [11]

#### 4.2.2 Rozvetvený polyetylén (LD-PE)

Označenie LD-PE, rozvetveného polyetylénu je vďaka jeho nízkej hustote ( opäť z anglického výrazu Low Density - nízka hustota). Nízkohustotný polyetylén sa vyrába radikálovou polymeráciou, alebo polymeráciou v trubkových alebo vsádkových reaktoroch. Pri výrobe sú použité vysoké tlaky v rozmedzí 150 až 300 MPa a vysoké teploty 200 až 300°C. Procesné katalyzátory sú organického pôvodu, väčšinou vzduch alebo peroxidy. Hlavnou úlohou použitých procesných podmienok je vytvorenie rozvetvenej štruktúry. Hustota rozvetveného polyetylénu sa pohybuje medzi 915 až 935 kg/m<sup>3</sup>. Nízkohustotný polyetylén je charakteristický svojou pevnosťou, nízkou tvrdosťou a ohybnosťou vzhľadom k jeho rozvetvenej štruktúre. Využitie nachádza vo výrobe aplikácií ako fólie, dopravné vrecia, baliaci materiál a rôzne poddajné predmety. V minulosti bol používaný aj ako izolačný materiál. [11]

# 4.3 Fyzikálne a mechanické vlastnosti polyetylénu

Výrazný vplyv na vlastnosti polyetylénu má stupeň kryštalizácie s ktorou zároveň rastie aj jeho hustota. Spravidla polyetylény s väčšou kryštalinitou, teda aj hustotou vykazujú lepšie mechanické vlastnosti a chemickú odolnosť. Pri bežných teplotách je polyetylén odolný vode (napučiava menej ako 0,1 %), kyselinám, zásadám a soliam a ich roztokom. Je prakticky nerozpustný v polárnych rozpúštadlách, avšak jeho odolnosť voči nepolárnym rozpäštadlám ako benzén alebo toulén je horšia, najmä pri zvýšených teplotách. Z hľadiska priepustnosti prepúšťa kyslík, oxid uhličitý a aromatické zlučeniny. Je nepriepustný pre vodnú paru.

Polyetylén dobre odoláva nízkym teplotám, pričom krehne pri -120°C. Použitie za zvýšených teplôt je ale obmedzené. Rozvetvený PE možno použiť do hranice 90°C a lineárny PE do 100°C. Rôzne vlastnosti polyetylénu sú závislé od jeho hustoty a teploty, ako graficky znázorňuje obr. [12]



Obr. 23 Závislosť vlastností PE na hustote pri 23°C [12]

1- pevnosť v ohybe (MPa), 2- tvrdosť Shore,

3- priepustnosť pre vodnú paru fólií pri hrúbke  $100\mu m (g.m^{-2}.d^{-1})$ 

4- tvarová stálosť za tepla podľa Vicata (°C)

Vlastnosť Rozvetvený (LDPE) Lineárny (HDPE) Stupeň kryštalizácie (%) 64 93 Hustota  $(g/cm^3)$ 0,915-0,935 0,94-0,97 Pevnosť v ťahu (MPa) 10 25 Predĺženie v medzi pružnosti (%) 20 12 Modul pružnosti (N/mm<sup>2</sup>) 200 1000 1,7.10<sup>-4</sup> 2,1.10<sup>-4</sup> Koeficient teplotnej rozťažnosti (1/K)

Tab. 1 Prehľad niektorých mechanických vlastností polyetylénu [12]

# 5 ŠTATISTICKÉ SPRACOVANIE

Táto kapitola sa zaoberá štatistickým spracovaním dát, ktoré sme získali prostredníctvom merania uskutočneného experimentu. Spracovanie nameraných dát pozostáva z viacerých krokov, ktoré vedú k získaniu neskreslenému, neovplyvnenému a vierohodnému výsledku. [17]

## 5.1 Charakteristiky štatistických súborov

Pre určenie vlastností základného súboru možno použiť viacero popisných štatistických parametrov. Medzi najvyužívanejšie indikátory patria stredné hodnoty súboru, ktoré nesú informáciu o tom, kde sa nachádza stred súboru. Patria sem najmä parametre ako aritmetický priemer, modus, medián atd. Ďalšie indikátory určujú rozptýlenie hodnôt sledovanej veličiny okolo stredu súboru. V praxi je ale zložité pokryť celú škálu hodnôt v rámci štatistického spracovania, tak aby bolo možné presne určiť skutočné hodnoty týchto parametrov. Postupujeme tak, že zo základného súboru vybereme jeden alebo viac výberových súborov, a z nich vypočítame tzv. výberové charakteristiky. Z výberových charakteristík následne možno odhadnúť skutočné parametre základného súboru. [13]

Výberový súbor charakterizujeme ako súbor, ktorý nadobúda určitý a konečný počet *n* prvkov. Prvky sú podrobené výberu zo základného súboru a následne na nich meriame, sledujeme požadované vlastnosti. Výberový súbor musí byť čo najpresnejším a najlepším predstaviteľom základného súboru, pretože na základe určenia jeho vlastností odvodzujeme tieto charakteristiky pre celú populáciu. Prvky do výberového súboru sú vyberané náhodne. [14]

#### 5.1.1 Aritmetický priemer

Pojem artimetický priemer je definovaný ako súčet všetkých hodnôt náhodnej premennej  $x_i$ , delený počtom hodnôt. Takto vypočítaný aritmetický priemer udáva, aká rovnaká časť z úhrnu hodnôt pripadá na jednotku súboru. Výpočet aritmetického priemeru  $\mu$  pre základný súbor:

$$\mu = \frac{\sum_{i=1}^{n} xi}{N} \tag{26}$$

Ak poznáme rozdelenie početností pre výpočet priemeru, možno priemer počítať podľa vzorca váženého aritmetickéo priemeru, v ktorom jednotlivé varianty znaku násobíme ich početnosťami výskytu. Tento postup možno využiť najmä pri spojitých veličinách, kde pracujeme s triedami a ich početnosťami. Ak počet tried označíme ako k, stred triedy predstavujú jednotlivé hodnoty x<sub>i</sub>, ktoré násobíme početnosťami jednotlivých tried  $f_i$ , dostávame vážený aritmetický priemer. [13]

$$\mathbf{x} = \frac{\sum_{i=1}^{k} x_{i.fi}}{n} \tag{27}$$

#### 5.1.2 Medián

Medián možno charakterizovať ako 50% kvantil. Je to hodnota variačnej rady ktorá je usporiadaná podľa veľkosti a rozdeluje túto radu na dve rovnako veľké časti tak, že na jednej strane sú hodnoty menšie alebo rovné ako medián a v na strane druhej sa nachádzajú hodnoty rovnaké alebo väčšie ako medián. Ak má súbor párny počet hodnôt hovoríme o dvoch prostredných hodnotách variačnej rady a ak je počet hodnôt nepárny, existuje iba jedna prostredná hodnota. Pre výpočet mediánu je teda nutné zoradiť hodnoty do variačnej rady podľa ich veľkosti, spravidla od najmenšej po najväčšiu. Potom medián bude prostredný člen tejto usporiadanej rady hodnôt. [13]

#### 5.1.3 Modus

Modus možno charakterizovať ako hodnotu premennej, ktorá sa v súbore vyskytuje najčastejšie. Nachádza sa vždy na vrchole krivky rozdelenia. Modus nie je priamo ovplyvnený extrémnymi hodnotami v súbore. Možno ho určiť jednoducho z tabuľky rozdelenia je to hodnota s najväčšou početnosťou. [13]

# 5.2 Chyby merania

Meraním ako takým nemožno zistiť skutočnú, reálnu hodnotu meranej veličiny ale snažíme sa k nej čo najviac priblížiť. Samotné meranie je ovplyvnené viacerými faktormi ako nedokonalosť použitých prístrojov, metód merania, rôzne podmienky a v neposlednom rade ľudským faktorom. Chyba merania  $\kappa_x$  je rozptyl merania prislúchajúci k nameranej hodnote, alebo aj hodnota veličiny, ktorú charakterizujeme ako rozdiel reálnej hodnoty a nameranej hodnoty ktorá sa od nej líši. Index *x* označuje meranú veličinu. Chybu merania
nie je možné presne určiť, ale možno ju odhadnúť a následne stanoviť neistotu merania, ktorá charakterizuje rozsah hodnôt rozptýlených okolo výsledku merania. Chyby merania rozdeľujeme na absolútne a relatívne. Absolútna chyba sa vyjadruje v jednotkách meranej veličiny a charakterizuje odchýľku nameranej hodnoty od reálnej hodnoty *x* veličiny. Relatívna chyba vzťahuje veľkosť absolútnej chyby k nameranej hodnote a je určená vzťahom. [18]

$$K_{rx} = \frac{\kappa x}{x}$$
(28)

#### 5.2.1 Systematické chyby

Systematické alebo aj sústavné chyby ovplyvňujú výsledok s určitou pravideľnosťou a sú spôsobené kontrolovateľnými vplyvmi. Zdrojom systematických chýb sú spravidla použité metódy merania, osobné chyby a obmedzená presnosť meracích prístrojov. Sústavné chyby nie je možné odstrániť výpočtom. [18]



Obr. 24 Rozdielnosť systematických a náhodných chýb [19]

#### 5.2.2 Náhodné chyby

Náhodné chyby sú spôsobené nekontrolovatelnými vplyvmi spravidla vonkajšieho charakteru. Rôzne merania prevedené za tých istých podmienok môzu vykazovať mierne odlišné výsledky merania. Je to dané napríklad zmenou tlaku, teploty, magnetického poľa, vibráciami, vlhkosťou ai. Túto rozdielnosť vo výsledkoch charakterizujeme ako dôsledok náhodných chýb. [18]

#### 5.2.3 Hrubé chyby

Hrubú chybu možno identifikovať tak, že v súbore nameraných hodnôt výrazne vyčnieva, resp. sa odlišuje od ostatných hodnôt. Je spôsobená vačšinou výnimočným, netypickým ovplyvneným systému merania. Takéto hodnoty je nutné vylúčiť, pretože by prišlo k skresleniu výsledku. [16]

#### 5.3 Neistoty merania

Neistota merania definuje rozsah hodnôt meranej veličiny, ktoré sú rozptýlene okolo výsledku merania. Neistotu určujeme pre všetky články ktoré vstupujú do meriaceho reťazca. Teda neistotu určujeme pre výsledok merania, meradlá, použité konštanty, kalibračný postup atď. [18]

Základným nástrojom pre určovanie neistôt meranie je štatistický prístup. Uvažuje sa s určitým rozdelením pravdepodobnosti, ktoré definuje možnú odchýľku určitej hodnoty od skutočnej. Hovoríme o pravdepodobnosti, s ktorou sa v určitom intervale definovanom neistotou môže nachádzať skutočná hodnota.

Mierou neistoty merania je smerodajná odchýlka udávanej veličiny. Štandartná neistota *ua* udáva rozsah hodnôt okolo nameranej hodnoty. Štandartné neistoty sú rozdelené do dvoch skupín, typu A a typu B, ktoré sú udávané bez znamienka alebo so znamienkom  $\pm$  za hodnotou výsledku.

Štandardné neistoty typu **A - uA** sú vyvolané náhodnými chybami, pričom ich príčiny sa považujú všeobecne za neznáme. Vychádzame z viacerých opakovaných meraní rovnakej hodnoty za rovnakých podmienok. Tieto neistoty majú pri stúpajúcom počte opakovaní klesajúcu tendenciu. Predpokladá sa výskyt náhodných chýb s normálnym rozdelením.

Štandardné neistoty typu **B - uB** sú vyvolané známymi príčinami a možno ich odhadnúť. Ich identifikácia, hodnotenie a určovanie je pomerne zložité a vyžaduje skúsenosti experimentátora. Vykonáva sa detailný rozbor cháb, v závislosti od požadovanej presnosti a zložitosti použitých meracích zariadení. Tieto neistoty vychádzajú z rôznych zdrojov a výsledná neistota je daná ich súčtom, ktorý nezávisý od počtu opakovanýh meraní.

Kombinovaná štandardná neistota **-uC** je súčtom neistôt typu A a B. Ak hodnotíme výsledok merania kombinovanou neistotou, nie je potrebné rozlišovať druh neistoty.

Táto neistota charakterizuje interval, v ktorom sa s pomerne veľkou pravdepodobnosťou môže vyskytovať skutočná hodnota meranej veličiny.

Rozšírená štandardná neistota U sa používa, ak je potrebné zabezpečiť ešte väčšiu pravdepodobnosť správneho výsledku merania. Túto neistotu dostávame vynásobením kombinovanej štandardnej neistoty súčiniteľom  $k_u=2$ .

Ak zisťujeme jednotlivé štandardné neistoty, je treba brať v úvahu či je meranie priame alebo nepriame, alebo či je sa jedná o meranie jednej alebo viacerých veličín. Hodnoty koeficientov a neistôt zaokrúhľujú na tri platné číslice. Udávaná výsledná neistota sa zaokrúhľuje na dve platné číslice. [15]

# II. PRAKTICKÁ ČASŤ

### 6 CIELE DIPLOMOVEJ PRÁCE

Hlavným cielom tejto diplomovej práce je vyhodnotenie krípových vlastností a vplyvu radiačného sieťovania na tieto vlastnosti. Vyhodnotenie výsledkov sa vzťahuje na namerané hodnoty z ťahovej krípovej skúšky za rôznych zvýšených teplôt.

Pre ťahové krípové skúšky budú technológiou vstrekovania vyrobené skúšobné telesá, tvarom a rozmermi definované príslušnou normou. Materiál skúšobných telies je polyetylén, nízkohustotný LDPE a vysokohustotný HDPE. Prvá polovica vyrobených telies sa považuje za referenčný materiál a druhá polovica bude pre porovnanie radiačne sieťovaná. Materiál LDPE bude ožiarený dávkou 99 kGy a materiál HDPE dávkou 66 kGy. Ožiarenie týchto skúšobných telies zabezpečí firma BGS.

Ožiarené a referenčné skúšobné telesá budú podrobené ťahovej krípovej skúške po dobu 24 hodín pri rôznych teplotách. Rozsah teplôt bude pre materiál HDPE 40 - 80°C a pre materiál LDPE 40 - 70°C. Namerané hodnoty budú štatisticky spracované a následne budú prepočítané na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a na menovitý krípový modul. Z jednotlivých nameraných, spracovaných a prepočítaných hodnôt pre každý materiál a každú teplotu budú vypočítané stredné hodnoty. Výsledky vychádzajú z odhadov aritmetických priemerov hodnôt dosiahnutých na konci ťahovej krípovej skúšky, teda v čase 24 hodín.

Z takto spracovaných hodnôt budú vyhodnotené vybrané vlastnosti:

- vplyv teploty na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu
- vplyv teploty na menovitý krípový modul
- vplyv radiačného sieťovania na tieto vlastnosti

# 7 PRÍPRAVA SKÚŠOBNÝCH TELIES

Pre hodnotenie mechanických vlastností vybraných materiálov je potrebné pripraviť skušobné telesá vopred definovaného tvaru a rozmeru. Skúšobne telesá možno pripraviť dvoma spôsobmi:

- Vulkanizáciou, lisovaním alebo vstrekovaním, priamo zo skúšobných materiálov, alebo vytvrdzovaním v príslušných formách, ktoré majú definovaný tvar skúšobného telesa resp. vzorku, z ktorého následne úpravou dostaneme skúšobné teleso.
- Z hotových výrobkov alebo polotovarov vysekávaním, vyrezávaním alebo aj obrábaním.

Pri výrobe skúšobných telies v laboratóriu je potrebné najmä zaistiť reprodukovateľnosť podmienok. Medzi laboratórnymi podmienkami a reálnou výrobou môžu vzniknúť isté odchýlky, pretože v procese sú rozdielne podmienky teploty, tlaku, chladenia, objemu apod. [8]

### 7.1 Príprava vzoriek z termoplastu

Skúšobné telesá z termoplastov sa pripravujú vstrekovaním do formy, vytlačovaním, lisovaním alebo valcovaním. Možno pripraviť telesá v konečnom tvare vstrekovaním a lisovaním, alebo možno pripraviť polotovar ktorého úpravou napr. obrábaním možno dosiahnuť konečný tvar. Pre jednotlivé polyméry je nutné zvoliť iné parametre vstrekovacieho cyklu. Požadované vlastnosti a štruktúru ovplyvňujú najmä teplota taveniny a formy, tlak a rýchlost vstrekovania a rýchlosť ochladzovania. Pre dosiahnutie čo najpresnejších výsledkov je potrebné dodržať tvar a rozmery telesa, ktoré definuje norma. Všetky vyrobené skúšobné telesá sa kontrolujú z hľadiska priípadných vád a nedokonalostí. Najčastejšie sa vyskytujú rôzne povrchové porušenia, trhliny, vzduchové bubliny, prepadliny atd. ktoré negatívne ovplyvňujú homogenitu telesa. [8]

### 7.2 Kondicionovanie

Skúšobné telesá pripravené pre mechanicko-fyzikálne skúšky musia byť izolované od mechanického, chemického alebo tepelnému namáhaniu. Tieto namáhania by mohli negatívne ovplyvniť výsledky skúšok. Pred samotnou skúškou, je nutné mechať vzorky odležať tj.-kondicionovať, aby došlo k dosiahnutiu rovnovážneho stavu. Pri príprave

skúšobných telies sú vo väčšine spôsobov ich výroby tepelné namáhané. Hlavnými faktormi kondicionovania sú teplota a vzdušná vlhkosť.

Proces kondicionovania má za úlohu dosiahnuť teplotu a vlhkosť na úroveň ktorú udáva norma. Pre kondicionovanie používame uzavreté priestory, vybavené klimatizácioupre cirkuláciu vzduchu, regulátorom teploty a relatívnej vlhkosti. Doba potrebná na dosiahnutie požadovaného stavu, závisí na rozmeroch vzorku, teplote pri ktorej bol vyrobený, tepelnej vodivosti a difúznych vlastnostiach materiálu. Normované podmienky pre mierne pásma, teda aj pre Európu sú: teplota 20°C (tolerancia  $\pm$  2°C), relatívna vlhkosť 65% (tolerancia  $\pm$  5%) [8]

Skúšobné telesá boli kondicionované v laborátornych priestoroch spĺňajúcich požadované podmienky, 10 minút pred začatím každého merania.

#### 7.3 Tvar a rozmery

Pre skúšky na určenie ťahových vlastností sa používajú skúšobné telesá, ktoré majú tvar obojstranných lopatiek. Rozlišujeme dva typy 1A a 1B, vzhľadom na použitý spôsob prípravy týchto telies. Pre ťahové krípové skúšky bol vybraný typ telesa 1A. Tvar a rozmery skúšobného telesa sú znázornené na Obr. 25. [10]



Obr. 25 Tvar skúšobného telesa [10]

	Typ skúšobného telesa	1A [mm]	1B[mm]				
L	Počiatočná vzdialenosť medzi čelusťami	$115 \pm 1$					
L <sub>0</sub>	Počiatočná meraná dĺžka	$75,0 \pm 0,5$	$50,0 \pm 0,5$				
$l_1$	Dĺžka zúženej časti s rovnobežnými hranami	$80 \pm 2$	$60 \pm 0,5$				
	Vzdialenosť medzi rozšírenými časťami s rovnobežnými						
$l_2$	hranami	$109,3 \pm 3,2$	$108 \pm 1,6$				
l <sub>3</sub>	Celková dĺžka	170	≥150				
$b_1$	Šírka zúženej časti	$5,0 \pm 0,2$					
<b>b</b> <sub>2</sub>	Šírka koncov	$20,0 \pm 0,2$					
r	Polomer	$12 \pm 1$	$30 \pm 0,5$				
h	Doporučená hrúbka $3,0 \pm 0,2$						

Tab. 2 Rozmery	skúšobného	telesa	[10]
----------------	------------	--------	------

# 7.4 Výroba skúšobných telies

Skúšobné telesá boli vyrobené na vstrekovacom stroji ARBURG 170U Allrounder, pričom bola použitá forma pre výrobu dvoch typov skúšobných telies.



Obr. 26 Vstrekovací stroj ARBURG 170U Allrounder [26]

V tab. 3 sú uvedené technické parametre použitého vstrekovacieho stroja od firmy Arburg.

Tab.	. 3 Technické	parametre	stroja	ARBURG	170U	Allrounder
------	---------------	-----------	--------	--------	------	------------

Parametre									
Uzatváracia sila [kN]	150								
Maximálny rozmer formy [mm]	170x170x200								
Priemer šneku [mm]	22								
Maximálny vstrekovaný objem [cm <sup>3</sup> ]	34								

V tab. 4 sú uvedené použité parametre vstrekovania skúšoných telies pre jednotlivé vybrané materiály.

	Materiál				
Parametre	LDPE	HDPE			
Vstrekovací tlak [MPa]	60	60			
Dotlak [MPa]	40	40			
Doba dotlaku [s]	35	35			
vstrekovacia rýchlosť [mm/s]	40	40			
Dráha dávkovania [mm]	48	48			
Teplota formy [°C]	40	40			
Teplota vstupného pásma [°C]	170	180			
Teplota prechodového pásma [°C]	180	190			
Teplota výstupného pásma [°C]	185	195			
Teplota trysky [°C]	190	200			

Tab. 4 Parametre vstrekovania skúšobných telies

### 7.5 Sieťovanie skúšobných telies.

Polovica vyrobených skúšobných telies bola odoslaná do firmy BGS beta-Gamma Service GmbH, kde boli následne ožiarené β žiarením. Nízkohustotný polyethylen (LDPE) bol ožiarený dávkou 99 kGy a vysokohustotný polyethylen (HDPE) dávkou 66 kGy.



Obr. 27 Skúšobné telesá po ožiarení

### 8 MERANIE KRÍPU

Vyrobené skúšobné telesá boli podrobené ťahovým krípovým skúškam na zariadení pre skúšky tohto typu. Skúšky boli realizované pri rôznych vybraných zvýšených teplotách. Pre meranie krípu pri zvýšených teplotách bolo meracie zariadené upravené o vyhrievaciu komoru, ktorá zaručila konštantnú teplotu počas celého merania. Pre tieto konkrétne krípové skúšky bola zvolená metóda konštantného zaťaženia, vzhľadom k jej jednoduchšiemu prevedeniu oproti skúške konštantného napätia. [26]

### 8.1 Zariadenie pre meranie krípu

Zariadenie pre ťahové krípové skúšky sa skladá z viacerých častí: kovový rám, upínací mechanizmus skúšobných telies, ohrievacia komora, teplotný regulátor, závažie, snímače pretiahnutia, záchytný mechanizmus a počítač s softwérom potrebným pre zbieranie dát. Toto zariadenie pracuje pákovým mechanizmom, pretože sa dá jednoducho regulovať napätie resp. zaťaženie a zaručuje stabilitu zariadenia. [26]



Obr. 28 Zariadenie pre meranie krípu. [26]

### 8.1.1 Upínacie čeľuste

Skúšobné telesá sú upnuté pomocou upínacích čelustí s tvarovým vybratím v tvare skúšobného telesa, takže teleso je v nich výbone upnuté. Teleso je v čeľustiach upnuté formou dvoch šróbových spojov. [26]



Obr. 29 Upnínacie čeľuste. [26]

Na Obr. 30 vidíme fotografiu z prípravy merania, resp. upínania skúšobného telesa do čeľustí. Skúšobné teleso výborne zapadá do tvarovej drážky v hornej aj spodnej čeľusti.



Obr. 30 Mechanizmus upínania skúšobného telesa

### 8.1.2 Snímanie pretiehnutia

Pre meranie krípového správania je potrebná čo najväčšia rozlíšiteľnosť, preto boli zvolené úchylkomery Mitutoyo 543-250. Zvolený úchylkomer pracuje s rozlíšiteľnosťou

0,01 mm, rozsahom merania 25,4 mm. Úchylkomer dispouje rozhraním Digimatic, pomocou ktorého prenáša dáta do počítača. Úchylkomer je uchytený v ráme zariadenia a sníma polohu resp. pohyb spodnej čeľuste. [26]

### 8.2 Metrologický postup merania krípu

Z dôvodu zaručenia opakovateľnosti meraní krípových vlastností je potrebné, aby bol pri každom prevedenom meraní dodržaný presný metrologický postup.

Pred každým novým meraním je potrebné skontrolovať zariadenie z hľadiska funkčnosti všetkých jeho častí. Následne kontrolujeme funkčnosť úchyľkomerov a správnosť zapojenia konektoro k počítač resp. funkčnosť celého systému.

Na základe zvolenej metódy konštantného zaťaženia vypočítame potrebné závažie, ktoré následne odvážime na váhach s rozlíšiteľnosťou 0,1g. Je potrebné aby sme pri vážení brali v úvahu hmotnosť nosných častí závažia tj. nosná tyč a matica, takže celkové závažie sa rovná súčtu ich hmotností. Po príprave a kontrole meriaceho zariadenia, príprave závaží nasleduje upnutie skúšobných telies do čeľustí. Mechanizmus upnutia je popísaný v časti 8.1.1.

Záverečná fáza postupu merania krípu je temperácia skúšobných telies na požadovanú teplotu skúšky a nastavenie parametrov skúšky v určenom programe. Program umožňuje rôzne nastavenia skúšky a rôzne možnosti ukladania a zobrazenia jej výsledkov. Medzi základné nastavenia patrí:

- názov súboru ( prípona \*.txt )
- nastavenie teploty skúšky
- nastavenie intervalu vzorkovania pretiahnutia (napr. každých 5 sekúnd)
- možnosť vkladania poznámky do súboru s výsledkami (slúži pre l'ahšiu orientaciu medzi jednotlivými meraniami resp. podmienkami pri akých boli merané)

Po samotnom nastavení podmienok skúšky v programe a následnej kontrole spustíme meranie uvoľením záchytného mechanizmu a v tom istom momente stlačíme klávesu "Enter". Je vhodné priebežne kontrolovať priebeh skúšky, po uplynutí 24 hodín merania, meranie ukončíme súčasným stlačením klávesov "CTRL a C". [26]

### 9 POSTUP SPRACOVANIA VÝSLEDKOV

Po dokončení meraní krípových skúšok pre vybrané materiály a pri všetkých vybraných teplotách je potrebné získané hodnoty spacovať. Spracovanie výsledkov sa skladá z viacerých častí, z hľadiska štatistického a zároveň správneho postupu spracovania. V tejto kapitole je popísaný vzorový postup spracovania výsledkov krípového merania, pre jeden materiál pri jednej teplote. Zvyšné namerané hodnoty boli spracované podľa tohto postupu.

#### 9.1 Orezanie prebytočných hodnôt

Pre názornú ukážku postupu spracovania výsledkov krípového merania bol vybraný materiál vysokohustotný polyetylén - HDPE, zaťažený konštantným zaťažením 1,2kg a pri teplote 40°C. Ako je uvedené v predchádzajúcej kapitole o metrologickom postupe merania krípu (viz. 8.2) počítačový software exportuje namerané údaje vo forme textového dokumentu. Textový dokument obsahuje nami predvolené údaje, napr. čas, teplotu, jednotlivé porty, poznámky k meraniu atd.

		HD	PE_40_1.2	L - Notep	bad			_ = =	x
File Edit Format View Help									
HDPE 40 stupnov, 1.2kg	zatazen	ie, I me	reni						^
Rok, mes, den, hod, min, s	cas (s	) COM1	COM2	COM3	COM4	Tep1	akt tep	poz tep	
2014,8,26,10,7,57	0	+2,24	+1,77	+2,26	+2,54	40,62	41,4	40,0	
2014,8,26,10,8,2	5	+2,59	+1,92	+2,41	+2,65	40,81	41,5	40,0	
2014,8,26,10,8,7	10	+2,67	+1,97	+2,48	+2,72	41,06	41,5	40,0	
2014,8,26,10,8,12	15	+2,72	+2,02	+2,52	+2,76	41,19	41,6	40,0	
2014,8,26,10,8,17	20	+2,76	+2,06	+2,56	+2,79	41,38	41,7	40,0	
2014,8,26,10,8,22	25	+2,80	+2,09	+2,58	+2,82	41,56	41,8	40,0	
2014,8,26,10,8,27	30	+2,82	+2,11	+2,61	+2,84	41,69	41,8	40,0	
2014,8,26,10,8,32	35	+2,85	+2,13	+2,63	+2,87	41,81	41,8	40,0	
2014,8,26,10,8,37	40	+2,87	+2,15	+2,65	+2,89	41,88	41,9	40,0	
2014,8,26,10,8,42	45	+2,89	+2,17	+2,68	+2,90	41,94	42,0	40,0	
2014,8,26,10,8,47	50	+2,91	+2,19	+2,69	+2,92	42,06	42,0	40,0	
2014,8,26,10,8,52	55	+2,93	+2,20	+2,71	+2,94	42,12	42,1	40,0	
2014,8,26,10,8,57	60	+2,94	+2,21	+2,72	+2,95	42,12	42,1	40,0	
2014,8,26,10,9,2	65	+2,96	+2,23	+2,73	+2,96	42,19	42,2	40,0	
2014,8,26,10,9,7	70	+2,97	+2,24	+2,75	+2,97	42,25	42,2	40,0	
2014,8,26,10,9,12	75	+2,98	+2,25	+2,76	+2,98	42,31	42,3	40,0	
2014,8,26,10,9,17	80	+2,99	+2,26	+2,77	+2,99	42,31	42,3	40,0	
2014,8,26,10,9,22	85	+3,00	+2,27	+2,78	+3,01	42,38	42,3	40,0	
2014,8,26,10,9,27	90	+3,01	+2,28	+2,79	+3,01	42,38	42,3	40,0	
2014,8,26,10,9,32	95	+3,02	+2,29	+2,80	+3,03	42,44	42,4	40,0	
2014,8,26,10,9,37	100	+3,03	+2,30	+2,81	+3,03	42,44	42,4	40,0	
2014,8,26,10,9,42	105	+3,04	+2,31	+2,82	+3,04	42,44	42,4	40,0	
2014,8,26,10,9,47	110	+3,05	+2,31	+2,83	+3,05	42,44	42,5	40,0	
2014,8,26,10,9,52	115	+3,06	+2,32	+2,83	+3,05	42,44	42,5	40,0	
2014,8,26,10,9,57	120	+3,06	+2,32	+2,84	+3,06	42,44	42,5	40,0	
2014,8,26,10,10,2	125	+3,07	+2,33	+2,85	+3,07	42,44	42,5	40,0	
2014,8,26,10,10,7	130	+3,08	+2,34	+2,86	+3,07	42,50	42,5	40,0	
2014,8,26,10,10,12	135	+3,09	+2,34	+2,86	+3,08	42,44	42,6	40,0	~
1									

Obr. 31 Textový dokument s vyexportovanými hodnotami

Ako prvé treba orezať všetky prebytočné nasnímané hodnoty po čase 24 hodín, pretože namerané hodnoty budeme vyhodnocovať práve v čase 24 hodín od začiatku merania.

#### 9.2 Prepočítanie hodnôt na nulový začiatok

Po orezaní prebytočných hodnôt je textový dokument pripravený pre dalšie spracovanie. Jednotlivé hodnoty predĺženia ( v textovom dokumente označené ako COM1 -COM4 viz. Obr. 31), ktoré boli snímané samostatnými úchyľkomermi majú rôzne počiatočné hodnoty a treba ich dorovnať na jednotnú - nulovú hodnotu začiatku predĺženia . Rôzne počiatočné hodnoty predĺženia sú spôsobené odchýľkami pri upevňovaní jednotlivých skúšobných telies, a takisto konštrukciou zariadenia pre meranie krípu. Pre prepočet počiatočných predĺžení bol použitý program Microsoft Excel 2007, a jeho programovateľná funkcia makro, ktorý bol dodaný vedúcim práce. Pre správne prepočítanie je potrebné zadať cestu k textovému dokumentu, jeho presný názov a názov pod ktorým ho chceme uložiť. Po zadaní potrebných údajov stlačíme súčasne klávesy CTRL+Q, ktorých kombinácia spustí funkciu makra a všetky hodnoty predĺžení sa prepočítajú na nulový počiatok.

Ak všetko prebehlo správne, vytvorí sa nový zošit programu excel v adresári s pôvodným zošitom, pod názvom ktorý sme zadali pred spustením prepočtu. V tomto zošite sa nachádzajú všetky údaje z pôvodného textového dokumentu, pričom ako je možné vidieť na Obr. 32 sú všetky hodnoty predĺženia prepočítané na nulový začiatok.

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	ŀ	IDPE_4	0_1_23	4.201	S - Mi	crosoft	Excel				-	. 🗆	×
Domů Vložení Rozložení stránk	y Vzorce D	ata Ro	evize a	Zobraze	ni.							W -	<b>a</b> x
Normalne RozioZeni zistinky Zobrazeni selfiú	Pravitko     MVIzka     Panel zpráv     Zobrazit	/ Rådek / Nadpis (i skryt	vzorců Y	Q	100% J	Nejt na vjbër	영 Novi I Uspo 비 Ukot	i okno řádat vše vit příčky	0 0 0 8 4 4 9	Ulobit prost	acovní Přeprout. or okna *	Makra Makra	
Upozomění zabezpečení Byla zakázána dat	tovā připojení. 🚺	Možnosti.											
A1 🔹 🖉 🖌	IDPE 40 stupnov	, 1.2kg :	tatazeni	e, i me	reni								3
A	B	C	D	E	F	G	н	1	1	ĸ	L	M	
1 HDPE 40 stupnov, 1.2kg zatazenie, I	mereni		Původr	2.24	1,77	2.26	2.54						-
2 Rok,mes,den,hod,min,s	cas (s)	Cas[ho	Cas[ho	COM1	COM2	COM3	COM4	Tep1	akt_tep	poz_tep			
3 2014,8,26,10,7,57	0	0,000	0	0,00	0,00	0,00	0,00	40,62	41,40	40,00			
4 2014,8,26,10,8,2	5	0,001	0	0,35	0,15	0,15	0.11	40.81	41.50	40.00			
5 2014,8,26,10,8,7	10	0,003	0	0,43	0,20	0,22			Micr	osoft E	xcel	×	
6 2014,8,26,10,8,12	15	0,004	0	0,48	0,25	0,26				an a	and the second	-	
7 2014,8,26,10,8,17	20	0,006	0	0,52	0,29	0,30							
8 2014,8,26,10,8,22	25	0,007	0	0,56	0,32	0,32	V	innie	t dokon	čen a da	vnešolu st		
9 2014,8,26,10,8,27	30	0,008	0	0,58	0,34	0,35		poce	L GOKON	cen a ua	to diozeny.		
10 2014,8,26,10,8,32	35	0,010	0	0,61	0,36	0,37							
11 2014,8,26,10,8,37	40	0,011	0	0,63	0,38	0,39					1995	100	
12 2014,8,26,10,8,42	45	0,013	0	0,65	0,40	0,42					OK		
13 2014,8,26,10,8,47	50	0,014	0	0,67	0,42	0,43							
14 2014,8,26,10,8,52	55	0,015	0	0,69	0,43	0,45		_			1000	-	
+ + + Program List1 HDPE_40_	1.2 1 /0			- 800			100		-		1		

Obr. 32 Hodnoty predĺženia prepočítané na nulový počiatok

### 9.3 Ďalšie spracovanie hodnôt v programe Minitab 15

Namerané hodnoty teda boli orezané od prebytočných hodnôt a prepočítané na jednotný nulový začiatok - sú pripravené pre ďaľšie spracovanie, pre ktoré bol použitý program Minitab vo verzii 15. Hodnoty zo zošitu Excel jednoducho prekopírujeme do pracovného listu programu Minitab.

						40HDP	E ***							- 0	×
+	C1-T	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11	C12	C13-T	C14	^
	Rok,mes,den,hod,min,s	cas (s)	Cas[hod] desetiny	Cas[hod]	COM1	COM2	COM3	COM4	Tep1	akt_tep	poz_tep		Rok,mes,den,hod,min,s_1	cas (s)_1	С
1	2014,8,26,10,7,57	0	0,0000	0	0,00	0,00	0,00	0,00	40,62	41,40	40,00		2014,8,27,10,27,0	0	
2	2014,8,26,10,8,2	5	0,0014	0	0,14	0,15	0,15	0,11	40,81	41,50	40,00		2014,8,27,10,27,5	5	
3	2014,8,26,10,8,7	10	0,0028	0	0,19	0,20	0,22	0,18	41,06	41,50	40,00		2014,8,27,10,27,10	10	
4	2014,8,26,10,8,12	15	0,0042	0	0,23	0,25	0,26	0,22	41,19	41,60	40,00		2014,8,27,10,27,15	15	
5	2014,8,26,10,8,17	20	0,0056	0	0,25	0,29	0,30	0,25	41,38	41,70	40,00		2014,8,27,10,27,20	20	
6	2014,8,26,10,8,22	25	0,0069	0	0,28	0,32	0,32	0,28	41,56	41,80	40,00		2014,8,27,10,27,25	25	
7	2014,8,26,10,8,27	30	0,0083	0	0,29	0,34	0,35	0,30	41,69	41,80	40,00		2014,8,27,10,27,30	30	
8	2014,8,26,10,8,32	35	0,0097	0	0,31	0,36	0,37	0,33	41,81	41,80	40,00		2014,8,27,10,27,35	35	
9	2014,8,26,10,8,37	40	0,0111	0	0,33	0,38	0,39	0,35	41,88	41,90	40,00		2014,8,27,10,27,40	40	
10	2014,8,26,10,8,42	45	0,0125	0	0,34	0,40	0,42	0,36	41,94	42,00	40,00		2014,8,27,10,27,45	45	
11	2014,8,26,10,8,47	50	0,0139	0	0,35	0,42	0,43	0,38	42,06	42,00	40,00		2014,8,27,10,27,50	50	~
<															>

Obr. 33 Hodnoty prenesené do pracovného listu programu Minitab 15

#### 9.3.1 Prvotná analýza a štatistické spracovanie hodnôt

Pri spracovaní hodnôt v programe Minitab bol vytvorený graf závislosti predĺženia skúšobných telies na čase, ktorý slúži pre prvotnú analýzu hodnôt a na identifikáciu hrubých chýb a vychýlených hodnôt.

Postup vytvorenia grafu závislosti predĺženia na čase:

- V hornej časti obrazovky sa nachádza lišta s rôznymi nástrojmi. Kurzorom prejdeme na záložku "Graph" a následne zo zobrazenej ponuky vyberieme možnosť "Time series Plot".
- Po otvorení možnosti "Time series plot" sa zobrazí okno s ďalšími možnosťami zobrazenia grafu. Vyberieme možnosť "Multiple" nakoľko chceme zobraziť viacero kriviek hodnôt predĺženia súčasne.

								Minit	tab - HDPI	E273.MPJ
<b>e</b> 6	6 % 6 6	0.0	• 📴 † ‡ 🖊 🖗 🚫 💡	ø   •C 🗟	🗟 🛈 🖻	। 🗐 📲 पि				
fn	王-王山 🏭 🏏 🥂	6	2							
File	Edit Data Calc Stat	Gr	aph Editor Tools Window He	lp						
	- n@	1.4	Scatterplot	1	× O I	NT C	01.0	(A M		
_		RE	Matrix Plot		<b>N</b>   <b>N</b>   J	7 1				
		E	Marginal Plot							
		-								
		dlb	Histogram							
<b>H</b>		110	Dotpiot					40HD	PE ***	
+	C1-T	4124	Stem-and-Leag	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10
	Rok,mes,den,hod,n	E.	Probability Plot	Cas[hod]	COM2	COM3	COM4	Tep1	akt_tep	poz_tep
1	2014,8,26,10,7,57	12	Empirical CDF	0	0,00	0,00	0,00	40,62	41,40	40,00
2	2014,8,26,10,8,2	Λ	Probability Distribution Plot	0	0,15	0,15	0,11	40,81	41,50	40,00
3	2014,8,26,10,8,7	0.0	Boxplot	0	0,20	0,22	0,18	41,06	41,50	40,00
4	2014,8,26,10,8,12	h11	Interval Plot	0	0,25	0,26	0,22	41,19	41,60	40,00
5	2014,8,26,10,8,17	11	Individual Value Plot	0	0,29	0,30	0,25	41,38	41,70	40,00
6	2014,8,26,10,8,22	×	Line Plot	0	0,32	0,32	0,28	41,56	41,80	40,00
7	2014,8,26,10,8,27	-	2	0	0,34	0,35	0,30	41,69	41,80	40,00
8	2014,8,26,10,8,32	Ш	Bar Chart	0	0,36	0,37	0,33	41,81	41,80	40,00
9	2014,8,26,10,8,37	٠	Pie Chart	0	0,38	0,39	0,35	41,88	41,90	40,00
10	2014,8,26,10,8,42	5	Time Series Plot	0	0,40	0,42	0,36	41,94	42,00	40,00
11	2014,8,26,10,8,47		Area Graph	0	0,42	0,43	0,38	42,06	42,00	40,00
		-	Contour Plot					_		_
		非	3D Scatterplot							
		-	3D Surface Plot							

Obr. 34 Vytvárenie grafu závislosti predĺženia na čase

3. Následne definujeme konečné nastavenie parametrov a zobrazenia grafu.



Obr. 35 Graf závislosti predĺženia na čase

Z grafu (Obr. 35) vyplýva, že medzi nameranými hodnotami sa nenachádza žiadna hrubá chyba alebo vychýlená hodnota, takže súbor nie je nimi ovplyvený. U všetkých meraní bol zaznamenaný rovnaký trend rozptylu medzi všetkými hodnotami predĺženia.



*Obr. 36 Boxplotový graf pre predĺženie HDPE pri 40°C* 

Pre overenie nameraných a spracovaných hodnôt na hrubé chyby a vychýlené hodnoty bol vytvorený boxplotový graf. Z grafu možno vyčítať že odhad rozpätia sa v rôznych časoch počas skúšky významne nemení a teda možno potvrdiť správnosť tvrdenia, že namerané hodnoty nie sú ovplyvnené hrubými chybami alebo vychýlenými hodnotami.



Obr. 37 Rozptyl hodnôt merania HDPE pri 40°C

Na Obr. 37 je zobrazená krivka odhadu aritmetického premieru a krivka odhadu hornej a spodnej hranice rozptylu hodnôt. Rozptyl hodnôt vzrastá s časom skúšky a od času merania cca 3. hod nadobúda relatívne konštantný charakter.

Čas [hod]	Počet	<i>x</i> [mm]	u <sub>A</sub> [mm]	s [mm]	R [%]
3	10	1,08	0,02	0,07	7,71
6	10	1,15	0,02	0,07	8,85
9	10	1,19	0,02	0,07	9,15
12	10	1,22	0,02	0,07	8,71
15	10	1,24	0,02	0,07	8,86
18	10	1,25	0,02	0,07	8,93
21	10	1,27	0,02	0,06	9,77
24	10	1,29	0,02	0,06	9,92

Tab. 5 Statistické parametre pre HDPE, 40°
--

V tabuľke 5 sú uvedené vybrané vypočítané štatistické hodnoty pre materiál HDPE, v rôznych časoch merania pri 40°C. Neistota chyby typu A nadobúda konštantné hodnoty 0,02 mm, takže možno konštatovať veľmi dobrú opakovateľnosť merania. Boli zaznamenané pomerne zvýšené hodnoty rozptylu, ktoré potvdzujú zistenie z Obr. 36 o zistenom rozptyle pri prvotnej analýze grafu závislosti predĺženia na čase.

### 9.3.2 Prepočet hodnôt na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu

Po analýze hrubých chýb a vychýlených hodnôt pokračujeme v spracovaní nameraných hodnôt. Ďalším krokom je prepočítanie hodnôt na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu podľa vzorca :

$$\varepsilon'_{(t)} = \frac{\Delta \mathcal{L}_{(t)}}{L_0} \quad [24] \tag{29}$$

 $\Delta L_t$  - hodnota vzdialenosť i medzi čeľusť ami v milimetroch, v každom ľubovoľnom čase *t* v priebehu skúšky

L<sub>0</sub> - počiatočná vzdialenosť medzi čeľusťami v milimetroch

Postup prepočtu hodnôt na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu

- V pracovnom zošite minitab vytvoríme nové stĺpce, príslušné pre pôvodné hodnoty predĺženia, do ktorých dosadíme prepočítane hodnoty pomerného predĺženia pri krípe v ťahu. Nové stĺpce sú označené ako pôvodné porty, doplnené príponou "\_L" pre ľahšiu orientáciu medzi hodnotami. Teda, stĺpec hodnôt pomerného predĺženia pri krípe v ťahu pre port "COM2" má tvar "COM2\_L".
- K výpočtu použijeme nástroj kalkulačky "Calc" v programe Minitab 15, kde vyberieme miesto zápisu prepočtu a zadáme vzorec prepočtu (29) pre príslušný port.



Obr. 38 Kalkulačka v programe Minitab 15

Po nastavení prepočtu sa hodnoty zapíšu do novovytvorených stĺpcov pre pomerné predĺženie pre kríp v ťahu. Po dokončení prepočtu vytvoríme graf, ktorý znázorňuje závislosť pomerného predĺženia pri krípe v ťahu v percentách, na čase.



*Obr. 39 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu (HDPE)* 

Z Obr. 39 je evidentné že krípové krivky pomerného predĺženia sú identické s krivkami predĺženia, ale osa Y znázorňuje pomerné predĺženie vyjadrené v %, namiesto predĺženia v milimetroch.

#### 9.3.3 Prepočet hodnôt na menovitý krípový modul

Ďalším krokom spracovania údajov je vypočítanie menovitého krípového modulu -Eť. Menovitý krípový modul vypočítame vydelením počiatočného napätia  $\sigma$  nominálnym pomerným predĺžením v ťahu  $\varepsilon_t^*$  pri každom nameranom čase.

$$\acute{E}_{(t)} = \frac{\sigma}{\epsilon^{*}(t)} [MPa] [24]$$
(30)

Pre výpočet je nutné dopočítať pôsobiace napätie. Napätie je dané podielom sily vzťiahnutej na plochu skúšobného telesa v jeho najužšej časti.

$$\sigma = \frac{F}{S} [MPa]$$
(31)

$$\mathbf{F} = \mathbf{m}.\,\mathbf{g} \,\left[\mathbf{N}\right] \tag{32}$$

Celková hmosnosť závažia ktorá pôsobí na skúšobné teleso sa skladá z viacerých častí a je násobená v dôsledku pákového mechanizmu. Systém závažia tvorí: čeľusť, tiahlo, páka, oko, tyč, matica a samotné závažie. Celková hmotnosť závažia pre materiál HDPE aj LDPE sa nachádza v Tab. 6.

Vzorec výpočtu celkovej hmotnosti zaťaženia:

$$m_{celk} = m_{\check{c}} + m_t + (2.5.m_p) + (5.m_o) + (5.m_{z,t,m})$$
(33)

mč - hmotnosť čeľuste

mt - hmotnosť tiahla

m<sub>p</sub> - hmotnosť páky

mo - hmotnosť oka

m<sub>z,t,m</sub> - súčet hmotností závažia, tyče a matice

Tab. 6 Hodnoty hmotnosti závaží

	Čeľusť [g]	Tiahlo [g]	Páka [g]	Oko [g]	Závažie+tyč+matica [g]	Celková hmotnosť [g]
HDPE	550	653	195,3	69	1200	8036
LDPE	550	653	195,3	69	0	2036

Výpočet pôsobiaceho napätia

F= 8036,25g . 9,81m.s<sup>-1</sup> = 78835,6 N  $\sigma = \frac{78835,6 \text{ N}}{15 \text{ mm}^2} = 5255,7 \text{ Pa} = 5,26 \text{ MPa}$  Následne vypočítané hodnoty použijeme pri prepočte hodnôt na menovitý krípový modul podlľa vzorca (21), pre ktorý použijeme opäť nástroj kalkulačky a po dokončení prepočtu vytvoríme graf znázorňujúci závislosť menovitého krípového modulu na čase.



Obr. 40 Krivky menovitého krípového modulu v závislosti na čase (HDPE)

Na Obr. 40 vidíme krivku menovitého krípového modulu, ktorý dramaticky klesá už po veľmi krátkom čase skúšky. Na základe analýzy vzorca menovitého krípového modulu vyplýva, že pomerné predĺženie pri krípe v ťahu je nepriamo úmerné menovitému krípovému modulu. V prvých minútach je pomerné predĺžnie veĺmi malé a naopak krípový modul je veľmi veľký, čo pri zobrazení celkového priebehu merani počas 24 hodín má za následok veľké merítko grafu, ktorý sa stáva neprehľadným. V záujme lepšej prehľadnosti budú grafy menovitého krípového modulu zobrazované bez prvých štyroch minút skúšky, tj bez prvých 240 sekúnd.



*Obr. 41 Krivky menovitého krípového modulu.* (zobrazené od 4. minúty merania)

### 9.3.4 Výpočet aritmetických priemerov

Posledným krokom potrebným spracovania hodnôt je vypočet aritmetických priemerov z jednotlivých portov pomerného predĺženia pri krípe v ťahu a menovitého krípového modulu.

Postup výpočtu aritmetických priemerov

- v pracovnom zošite vytvoríme nové stĺpce, do ktorých dosadíme hodnoty aritmetických priemerov v tvare "ARI\_L" pre pomerné predĺženie a "ARI\_M" pre krípový modul.
- 2. Pre výpočet aritmetických priemerov použijeme nástroj "Row statistic"



Obr. 42 Nástroj pre výpočet aritmetických priemerov

3- nástroj "Row statistic" obsahuje viacero možností prepočtov údajov. Pre výpočet aritmetických priemerov použijeme možnosť "Sum". Následne z ľavého výberového poľa označíme a presunieme požadované porty. Pre pomerné predĺženie pri krípe v ťahu označíme všetky porty "COM\_L" a pre menovitý krípový modul "COM\_M".

Hodnoty aritmetických priemerov sa zapísali do príslušných stĺpcov. Z týchto vypočítaných hodnôt zostrojíme graf závislosti aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu na čase a závislosti aritmetického priemeru menovitého krípového modulu na čase.



Obr. 43 Krivka odhadu aritmetického priemeru pomerných predĺžení pri krípe v ťahu (HDPE)



*Obr. 44 Krivka odhadu aritmetického priemeru menovitých krípových modulov na čase (HDPE)* 

### 9.4 Spracovanie zostávajúcich nameraných hodnôt

Postup popísaný v kapitole 9 tejto diplomovej práce opakujeme identicky pre všetky zvyšné namerané hodnoty. Pre spracovanie výsledkov budú smerodajné najmä hodnoty odhadu aritmetických priemerov pomerného predĺženia pri krípe v ťahu a odhad aritmetických priemerov menovitého krípového modulu. Po spracovaní a prepočítaní zostávajúcich hodnôt vytvoríme nový dokument programu minitab 15 do ktorého tieto hodnoty jedoducho prekopírujeme.

### 10 VÝSLEDKY MATERIÁLU HDPE

V kapitole 9 tejto práce bol popísaný postup spracovania nameraných hodnôt krípových vlastností, ktorého výsledkom sú odhady aritmetických priemerov nameraných a vypočítaných hodnôt pomerného predĺženia pri krípe v ťahu a menovitého krípového modulu. Na základe týchto spracovaných hodnôt možno vyhodnotiť krípové správanie sa vybraných materiálov pri rôznych teplotách a takisto vplyv radiačného sieťovania na tieto vlastnosti.

Vybrané hodnotené vlastnosti:

- Pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a jeho závislosť na teplote
- Menovitý krípový modul a jeho závislosť na teplote
- Vplyv radiačného sieťovania

### 10.1 Pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a jeho závislosť na teplote

Z nameraných a spracovaných hodnôt materiálu HDPE boli zostrojené krivky odhadu aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu. v Tab. 7 sú uvedené výsledné dosiahnuté pomerné predĺženia pri rôznych teplotách v čase merania 24 hodín aj s príslušnými smerodajnými odchýľkami pre každú hodnotu.

Parametre skúšky:

- Hmotnosť závažia: 1,2 kg
- Teplota: 40-80°C

krípe v ťahu HDPE, v čase 24 hodín

Teplota	Pomerné predĺženie [%]		
[°C]	RS - HDPE	HDPE	
40	$4,07 \pm 0,19$	$4,\!29 \pm 0,\!22$	
50	$5,72 \pm 0,45$	$6,\!29 \pm 0,\!35$	
60	$7,32 \pm 0,62$	$8,22 \pm 0,44$	
70	$9,13 \pm 0,72$	$10,58 \pm 0,73$	
80	$11,3 \pm 1,1$	$14,04 \pm 0,57$	

Tab. 7 Výsledné hodnoty pomerného predĺženia pri



Obr. 45 Krivky pomerného predĺženia HDPE pri krípe v ťahu

Obr. 45 a Obr. 46 zobrazuje krivky odhadu aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu pre referenčný materiál HDPE a radiačne sieťovaný HDPE (66 kGy). Z grafov vyplýva potvrdenie faktu, že skúšobné telesá ktoré boli počas merania exponované vyššej teplote, vykazujú väčší percentálny pomer predĺženia, ako skúšobné telesá exponované teplote menšej. Ako je zrejmé skúšobné telesá dosiahli najväčšiu časť z výsledného predĺženia v primárnej fáze krípovej skúšky.



Obr. 46 Krivky pomerného predĺženia RS-HDPE pri krípe v ťahu

Na Obr. 47 sú graficky porovnané výsledné pomerné predĺženia pri krípe v ťahu materiálu HDPE v závislosti na teplote, v čase 24 hodín.



Obr. 47 Výsledné pomerné predĺženia v závislosti na teplote

### 10.2 Menovitý krípový modul a jeho závislosť na teplote

Na základe nameraných a spracovaných hodnôt materiálu HDPE boli zostrojené krivky odhadu aritmetickýho priemeru menovitého krípového modulu pri rôznych teplotách. Tabuľka 8 uvádza zistené hodnoty krípového modulu aj s príslušnými smerodajnými odchýľkami v čase skúšky 24 hodín.

Parametre skúšky:

- Hmotnosť závažia: 1,2 kg
- Teplota: 40-80°C

Tab. 8 Výsledné hodnoty menovitého krípového

Teplota	Krípový mod	dul [MPa]
[°C]	RS - HDPE	HDPE
40	1,29 ± 0,06	1,23 ± 0,06
50	0,95 ± 0,07	0,9 ± 0,07
60	0,72 ± 0,06	0,64 ± 0,03
70	0,58 ± 0,05	0,5 ± 0,03
80	0,47 ± 0,05	0,38 ± 0,02



Obr. 48 Krivky menovitého krípového modulu HDPE

Na Obr. 48 (HDPE) a Obr. 49 (RS-HDPE) sú zobrazené krivky odhadu aritmetického priemeru menovitého krípového modulu, ktoré definujú jeho vývoj v čase merania skúšky pri rôznych teplotách. Menovitý krípový modul významne klesá v úvodných minútach skúšky a v ďalšom priebehu sa rýchlosť straty modulu ustáli. Hodnoty krípového modulu sú tým väčšie, čím je menšia teplota ktorej bolo skúšobné teleso vystavené počas skúšky.



Obr. 49 Krivky menovitého krípového modulu RS-HDPE

Obr. 50 graficky porovnáva výsledné hodnoty menovitého krípového modulu materiálu HDPE v závislosti na rôznych teplotách, v čase 24 hodín.



Obr. 50 Výsledné krípové moduly v závislosti na teplote

### 10.3 Vplyv radiačného sieťovania

V tejto časti práce je vyhodnotený vplyv radiačného sieťovania na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a vplyv na menovitý krípový modul, pri teplotách 40-80°C. V čase skúšky 24 hodín boli odčítané hodnoty pomerného predĺženia (viz. Tab.7) a krípového modulu (viz. Tab.8) pre referenčný (HDPE) aj radiačne sieťovaný materiál (RS-HDPE 66 kGy). Následne bol percentuálne vyjadrený vplyv radiačného sieťovania na vyššie spomenuté vlastnosti.

#### 10.3.1 Vplyv radiačného sieťovania na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu

V tabuľke 9 sú uvedené výsledné pomerné predĺženia pri krípe v ťahu v čase skúšky 24 hodín.

Teplota [°C]	Pomerné predĺženie [%]		Zlančania [0/]
	RS - HDPE	HDPE	Ziepsenie [%]
40	4,07	4,29	+5,1
50	5,72	6,29	+9,1
60	7,32	8,22	+10,9
70	9,13	10,58	+13,7
80	11,3	14,04	+19,5

Tab. 9 Porovnanie výsledných pomerných predĺženi pri krípe v ťahu



*Obr. 51 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu pri teplote 40-50°C.* 

Na Obr. 51 sú zobrazené krivky odhadu aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu, pre referenčný materiál a radiačne sieťovaný materiál, pri teplotách 40°C a 50°C. Pri oboch teplotách dosiahli radiačne sieťované materiály menšie hodnoty pomerného predĺženia oproti referenčným materiálom. Pri teplote 40°C je to zlepšenie o 5,1% a pri teplote 50°C až o 9,1%.



*Obr. 52 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu pri teplote 60-70°C* 

Radiačne sieťované skúšobné telesá z vykazujú menšie hodnoty pomerného predĺženia pri krípe v ťahu. Pri teplote 60°C je hodnota zlepšenia 10,9 % a pri teplote 70°C je to 13,7 %.



Obr. 53 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu pri teplote 80°C

Pri teplote skúšky 80°C bol zistený najväčší vplyv radiačného sieťovania materiálu. Zlepšenie pri pomernom predĺžení pri krípe v ťahu, pri tejto teplote je až 19,5% voči referenčnému materiálu.

### 10.3.2 Vplyv radiačného sieťovania na menovitý krípový modul

V tabuľke 10 sú uvedené výsledné pomerné predĺženia pri krípe v ťahu v čase skúšky 24 hodín.

Toplota [°C]	Krípový modul [MPa]		Zlančania [9/]
	RS - HDPE	HDPE	Ziepseille [%]
40	1,29	1,23	4,9
50	0,95	0,9	5,6
60	0,72	0,64	12,5
70	0,58	0,5	16,0
80	0,47	0,38	23,7

Tab. 10 Porovnanie výsledných menovitých krípových modulov HDPE





Na Obr.54 sú zobrazené krivky menovitého krípového modulu referenčného a radiačne sieťovaného materiálu, pri teplotách 40°C a 50°C. Radiačne sieťovaný materiál si pri oboch uvedených teplotách zachoval väčší krípový modul ako referenčný materiál. Dosiahnuté zlepšenie pri týchto teplotách je 4,9% resp. 5,6%.



*Obr. 55 Krivky menovitého krípového modulu* pri teplote 60-70°C

Radiačne sieťovaný materiál vykazuje opäť pozitývny vplyv na hodnoty menovitého krípového modulu. Hodnota zlepšenia pri 60°C je 12,5% a pri 70°C až 16%.



Obr. 56 Krivky menovitého krípového modulu

### pri teplote 80°C

Dosiahnuté zlepšenie hodnôt menovitého krípového modulu radiačne sieťovaného materiálu je najväčšie pri teplote 80°C, konkrétne je to 23,7%

# 11 VÝSLEDKY MATERIÁLU LDPE

Pre pôvodný materiál LDPE a radiačne sieťovaný LDPE boli identicky ako v kapitole 10 zostrojené krivky odhadu aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu, krivky krivky odhadu aritmetického priemeru menovitého krípového modulu a vplyv radiačného sieťovania na tieto krípové vlastnosti.

### 11.1 Pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a jeho závislosť na teplote

Z nameraných a spracovaných hodnôt materiálu LDPE boli zostrojené krivky odhadu aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu. V tabuľke 11 sú uvedené výsledné dosiahnuté pomerné predĺženia a ich smerodajné odchýľky pri rôznych teplotách v čase skúšky 24 hodín.

Parametre skúšky:

- Hmotnosť závažia: 0 kg
- Teplota: 40-70°C

## Tab. 11 Výsledné hodnoty pomerného predĺženia

Pomerné predĺženie [%] Teplota [°C] **RS - LDPE** LDPE 40 2,44 ± 0,59 2,66 ± 0,38 3,77 ± 0,61 50 3,38 ± 0,49 60 4,85 ± 0,58 5,73 ± 0,4 70 7,65 ± 0,39 9,5 ± 0,9

pri krípe v ťahu LDPE v čase 24 hodín



Obr. 57 Krivky pomerného predĺženia LDPE pri krípe v ťahu

Na Obr.57 (LDPE) a Obr.58 (RS-LDPE 99 kGy) sú zobrazené krivky odhadu aritmetického priemeru pomerného predĺženia pri krípe v ťahu, ich vývoj v čase a závislosť výsledného pomerného predĺženia na teplote skúšky. Obdobne ako pri materiále HDPE je rýchlosť pomerného predĺženia najväčšia v úvode meraní a s postupom času klesá až do konca merania. Výsledné pomerné predĺženia sú v priamej úmere s teplotou pri ktorou boli jednotlivé telesá exponované.



Obr. 58 Krivky pomerného predĺženia RS-LDPE pri krípe v ťahu

Na Obr. 59 sú graficky porovnané výsledné pomerné predĺženia materiálu LDPE v závislosti od teploty skušky v čase 24 hodín.



*Obr. 59 Výsledné pomerné predĺženia v závislosti na teplote (LDPE)* 

### 11.2 Menovitý krípový modul a jeho závislosť na teplote

Na základe nameraných a spracovaných hodnôt materiálu LDPE boli zostrojené krivky odhadu aritmetického priemeru menovitého krípového modulu pri rôznych teplotách. V tabuľke 12 sú uvedené dosiahnuté hodnoty krípového modulu v čase skúšky 24 hodín aj s príslušnými smerodajnými odchýľkami.

Parametre skúšky:

- Hmotnosť závažia: 0 kg
- Teplota: 40-70°C

Tab. 12 Výsledné hodnoty menovitého krípového modulu LDPE

Teplota	Krípový modul [MPa]		
[°C]	RS - LDPE	LDPE	
40	0,57 ± 0,14	0,52 ± 0,07	
50	0,4 ± 0,06	0,36 ± 0,06	
60	0,28 ± 0,04	0,24 ± 0,02	
70	0,17 ± 0,01	0,14 ± 0,02	


Obr. 60 Krivky menovitého krípového modulu LDPE

Na Obr. 60 (LDPE) a Obr. 61 (RS-HDPE 99 kGy) sú zobrazené krivky odhadu aritmetického priemeru menovitého krípového modulu, ktoré definujú jeho vývoj v čase merania skúšky pri rôznych teplotách. Najväčšiu časť zo svojho krípového modulu skúšobné telesá strácajú v primárnej fáze, pričom s časom sa rýchlosť straty modulu ustáli. Menovitý krípový modul skúšobných telies je nepriamo úmerný teplote skúšok, teda skúšobné teleso vystavené väčšej teplote, vykazuje menšie hodnoty krípového modulu v každom čase merania.



Obr. 61 Krivky menovitého krípového modulu RS-LDPE



Na obr. 62 sú v čase 24 hodín graficky porovnané dosiahnuté menovité krípové moduly LDPE, v závislosti na teplote počas skúšky.

Obr. 62 Výsledné krípové moduly v závislosti na teplote LDPE

#### 11.3 Vplyv radiačného sieťovania

V tejto časti práce je rovnako ako pre materiál HDPE vyhodnotený vplyv radiačného sieťovania na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a vplyv na menovitý krípový modul. Materiál LDPE bol exponovaný konštantným teplotám 40°C - 70°C počas trvania skúšky, teda 24 hodín. V tomto čase boli odčítané hodnoty hodnotených vlastností a následne bol percentuálne vyjadrený vplyv radiačného sieťovania na tieto vlastnosti.

#### 11.3.1 Vplyv radiačného sieťovania na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu

V tabuľke 13 sú uvedené výsledné pomerné predĺženia pri krípe v ťahu v čase skúšky 24 hodín.

Toplota [°C]	Pomerné predĺženie [%]		Zlančania [%]
Teplota [ C]	RS-LDPE	LDPE	Ziepseille [%]
40	2,44	2,66	8,3
50	3,38	3,77	10,3
60	4,85	5,73	15,4
70	7,65	9,5	19,5

Tab. 13 Porovnanie výsledných pomerných predĺženi pri krípe v ťahu





Na Obr. 63 sú zobrazené krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu referenčného a radiačne sieťovaného materiálu, pri teplote 40°C a 50°C. Ožiarené materiály vykazujú pri oboch teplotách menšie pomerné predĺženie. Hodnota zlepšenia pri 40°C je 8,3% a pri 50°C je to 10,3%, voči referenčnému materiálu.



Obr. 64 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu

pri teplote 60-70°C

Aj pri teplotách 60°C a 70°C pozorujeme pozitívny vplyv radiačného sieťovania na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu. Pri teplote 60°C dosiahlo zlepšenie úrovne 15,4% a pri teplote 70°C bol zaznamenaný najväčší vplyv radiačného sieťovania - zlepšenie o 19,5%.

#### 11.3.2 Vplyv radiačného sieťovania na menovitý krípový modul

V tabuľke 14 sú uvedené výsledné pomerné predĺženia pri krípe v ťahu v čase skúšky 24 hodín.

Toplota [°C]	Krípový modul [MPa]		Zlančania [9/]	
Teplota [ C]	RS-LDPE	LDPE	Ziepseilie [%]	
40	0,57	0,52	9,6	
50	0,4	0,36	11,1	
60	0,28	0,24	16,7	
70	0,17	0,14	21,4	

Tab. 14 Porovnanie výsledných menovitých krípových modulov

Na Obr. 65 sú zobrazené krivky menovitého krípového modulu a ich vývoj v čase pri teplotách 40°C a 50°C, pre referenčný materiál (LDPE) a radiačne sieťovaný materiál (RS-LDPE 99 kGy). Pri oboch uvedených teplotách si na konci merania ožiarené skúšobné telesá zachvali väčší krípový modul. Pri teplote 40°C je krípový modul ožiareného LDPE väčší o 9,6% a pri teplote 50°C o 11,1%.



*Obr. 65 Krivky menovitého krípového modulu,* pri teplote 40-50°C



*Obr. 66 Krivky menovitého krípového modulu* pri teplote 60-70°C

Pri teplote 60°C je krípový modul ožiareného materiálu väčší o 16,7% ako referenčného materiálu. Pri teplote 70°C bol zaznamenaný najväčší prínos radiačného sieťovania. Hodnota zlepšenia pri teplote skúšky 70°C je až 21,4%.

### 12 VYHODNOTENIE VPLYVU RADIAČNÉHO SIEŤOVANIA

Z nameraných a spracovaných hodnôt vyplýva, že radiačné sieťovanie vybraných materiálov má vyznamý vplyv na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu ako aj na menovitý krípový modul. Boli zaznamenané rôzne úrovne zlepšenia týchto vlastností v závislosti na teplote skúšky.

HDPE	Zler	ošenie [%]
Teplota	Pomerné predĺženie	Krípový modul
40	5,1	4,9
50	9,1	5,6
60	10,9	12,5
70	13,7	16,0
80	19,5	23,7

Tab. 15 Zlep	ošenie vla	astností m	nateriálu	HDPE
--------------	------------	------------	-----------	------

V tabuľkách 15 a 16 sú uvedené zistené hodnoty zlepšenia hodnotených vlastností v čase skúšky 24 hodín, v dôsledku radiačného sieťovania.

Tab. 16 Zlepšenie vlastností LDPE

LDPE	Zlepšenie [%]	
Teplota	Pomerné predĺženie	Krípový modul
40	8,3	9,6
50	10,3	11,1
60	15,4	16,7
70	19,5	21,4



Obr. 67 Vplyv radiačného sieťovania na výsledné pomerné predĺženie HDPE pri krípe v ťahu.

Pre oba radiačne sieťované materiály boli zaznamenané menšie hodnoty pomerného predĺženia ako pri nesieťovaných - referenčných materiáloch. Na obr. 67 a 68 je vidieť závislosť medzi teplotou a veľkosťou vplyvu ožarovania materiálu. Platí, čím vyššia teplota skúšky, tým vyššia úroveň zlepšenia, čo potvrdzuje aj Tab. 15 a 16.



Obr. 68 Vplyv radiačného sieťovania na výsledné pomerné predĺženie LDPE pri krípe v ťahu



Obr. 69 Vplyv radiačného sieťovania na výsledný menovitý

#### krípový modul HDPE

Ako pri pomernom predĺžení pri krípe v ťahu, tak aj pri menovitom krípovom module bol zaznamenaný pozitívny vplyv radiačného sieťovania, v závislosti od teploty. Radiačne sieťované skúšobné telesá dosiahli v priemere vyššie hodnoty konečného menovitého modulu. Opäť platí, že so stúpajúcou teplotou skúšky rástla aj úroveň zlepšenia viz. Tab.15 a 16.



Obr. 70 Vplyv radiačného sieťovania na výsledný menovitý krípový modul LDPE



Obr. 71 Grafické znázornenie závislosti úrovne zlepšenia od teploty HDPE

Na obr. 71 a 72 sú graficky znázornené úrovne zlepšenia v dôsledku radiačného sieťovania v závislosti od teploty skúšky. Vidíme stúpajúcu tendenciu úrovne zlepšenia so stúpajúcou teplotou.



Obr. 72 Grafické znázornenie závislosti úrovne zlepšenia od teploty LDPE

#### ZÁVER

Cielom tejto práce bolo vyhodnotenie krípových vlastností pri rôznych zvýšených teplotách a vplyv radiačného sieťovania na tieto vlastnosti. Vybrané porovnávané vlastnosti boli: pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a menovitý krípový modul. Pri oboch materiáloch, teda HDPE aj LDPE bola zaznamenaná priamo úmerná závislosť teploty skúšky na výslednom pomernom predĺžení aj výslednom krípovom module. So stúpajúcou teplotou skúšky rástlo priamo úmerne aj výsledné pomerné predĺženie a naopak so stúpajúcou teplotou skúšky menovitý krípový modul nadobúdal menšie výsledné hodnoty.

Najväčšie pomerné predĺženie bolo zaznamenané pri teplote 80°C, resp. 70°C v závislosti od materiálu: HDPE - 14%, RS-HDPE - 11,3%, LDPE - 9,5%, RS-LDPE 7,7%. Naopak, najväčšie hodnoty menovitého krípového modulu si materiály zachovali pri 40°C: HDPE - 1,23 MPa, RS-HDPE - 1,29 MPa, LDPE - 0,52 MPa, RS-LDPE - 0,57 MPa.

Ďalej bol skúmaný vplyv radiačného sieťovania na vybrané vlastnosti, teda znova na pomerné predĺženie pri krípe v ťahu a na menovitý krípový modul. Pri oboch materiáloch bol zaznamenaný pozitívny vplyv radiačného sieťovania, ktorý mal dokonca so stúpajúcou teplotou skúšky stúpajúcu tendenciu. Radiačne sieťovaný HDPE dávkou 66 kGy vykázal najväčšie zlepšenia pri teplote 80°C, pre priemerné pomerné predĺženia o 19,5% a pre priemerné krípové moduly dokonca o 23,7%. Radiačné sieťovanie materiálu LDPE dávkou 99 kGy bolo najúčinejsie pri teplote 70°C. Pri priemernom pomernom predĺžení doiahlo toto zlepšenie 19,5% a pri priemernom krípovom module až 21,4%.

Z vyhodnotených výsledkov vyplýva, že ožarovanie vybraných materiálov beta žiarením má podstatný vplyv na vybrané hodnotené vlastnosti. Výsledkom práce je zistenie, že pri rôznych technických aplikáciách vybraných materiálov pri zvýšených teplotách možno nahradiť materiály s lepšími mechanickými vlastnosťami, materiálmi ktoré sa modifikujú radiačným sieťovaním. Uvedenými modifikáciami materiálov možno dosiahnuť zníženie nákladov použitím lacnejších, radiačne sieťovaných materiálov.

#### ZOZNAM POUŽITEJ LITERATURY

- [1] HOCKICK, P., KÚDELČÍK, J., JAMNICKÝ, I. Základy fyziky elektronický materiál k videoanalýze fyzikálnych dejov. Žilina: Žilinská univerzita, 2011, ISBN 978-80-554-0431-8 Dostupné z: http://fyzika.utc.sk/sk/zaklady/zaklady/08.pdf
- [2] WARD, I a J SWEENEY. Mechanical properties of solid polymers. Third edition /.
   xi, 461 pages. ISBN 9781444319507
- [3] MACHÁČEK, L., Struktura a vlastnosti materiálů, Brno VUT, 1987
- [4] RUSINKO, Andrew a Konstantin TSOKOS. *Plasticity and creep of metals*. Berlin: Springer-Verlag, C2011, xxii, 824p. ISBN 978-364-2212-130.
- [5] MEISSNER, B., ZILVAR, V., Fyzika polymerů. Struktura a vlastnosti polymerních materiálů, Praha, 1987
- [6] Modely viskoelastického materiálu [online]. [cit 2015-02-05] Dostupné z: http://www.matmodel.cz/content/files/studijnipodklady/Viskoelasticita.pdf>
- [7] VLACH, B., *Creep a lom při creepu*. [online].[cit 2015-02-05]. Dostupné z: http://www.zam.fme.vutbr.cz/~vlach/6ms/prednasky/creep.doc>
- [8] SCHÄTZ, M., VONDRÁČEK, P., Zkoušení polymerů, Praha VŠCHT, 1979, 143-148s
- [9] ČSN ISO 527-2 Stanovení tahových vlastností Část 2: Zkušební podmínky pro tváře-né plasty, 2012, Praha, 7-9s
- [10] DUCHÁČEK, V., Polymery Výroba, vlastnosti, zpracování, použití, Praha VŠCHT, 2005, 81-85s, ISBN 80-7080-617-6
- [11] Polyolefiny, polyetylen, polypropylen [online]. [cit. 2015-03-15]. Dostupné z: http://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/PE%20a%20PP2013.pdf
- [12] Popisné charakteristiky statistických souborů [online]. [cit. 2015-02-03]. Dostupné z: http://cit.vfu.cz/statpotr/POTR/Teorie/Predn1/strednih.htm
- [13] Statistické soubory [online]. [cit. 2015-02-03]Dostupné z: http://cit.vfu.cz/statpotr/POTR/Teorie/Predn1/soubory.htm
- [14] Nejistoty měření. In: České vysoké učení technické v Praze: Fakulta strojní [online]. 2011 [cit. 2015-03-07]

Dostupné z: http://www1.fs.cvut.cz/cz/u12110/tem/nejistoty/nejistoty1.pdf>

[15] Chyby měření. Západočeská univerzita v Plzni, Katedra fyziky [online]. 2013 [cit. 2015- 03-07]

Dostupné z: http://www.kfy.zcu.cz/dokumenty/FP1/chyby\_mereni.pdf

- [16] Spracovanie dát pozorovaní. Technická univerzita v košiciach fyziky [online].[cit.
   2015- 03-08]. Dostupné z: http://www.fberg.tuke.sk/upam/SSD1.pdf
- [17] NOVÁK R., NOVÁKOVÁ, D., Základy měření a zpracování dat, ČVUT 1999
- [18] HODOŇ, M., Analýza náhodných zložiek GPS signálu. In Posterus [online], roč.
  3, vyd. 2010, č. 10 [cit. 2011-04-25]. Dostupné z:http://www.posterus.sk/?p=8876>
- [19] VESELÝ, K. Polymery : Struktura, syntézy, vlastnosti, zpracování. Brno : ČSPCH, 1992. 178 s. ISBN 80-02-00951-7.
- [20] LAMBOROVÁ, R., Recyklace ozářených polymerů . Zlín, 2009. 95 s. Diplomová práce. UTB Zlín
- [21] Radiačné sieťovanie metóda zlepšovania vlastností polymérov, 1.časť [online].
   2015 [cit. 2015- 04-09]. Dostupné z: http://www.plasticportal.sk/sk/radiacne-sietovanie-metoda-zlepsovania-vlastnosti-polymerov-1-cast/c/2641>
- [22] ISO 22088. Plastics Determination of resistance to environmental stress cracking (ESC). Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2006.
- [23] Nukleárna medicína. Prístroje na detekciu žiarenia. [online].[cit. 2015- 04-01].Dostupné z:http://www.inmm.sk/web\_object/4.ppt
- [24] ČSN EN ISO 899-1 Plasty Stanovení krípového chování Část 1 : Kríp v tahu,
   2004, Praha
- [25] Micro moulding machine ALLROUNDER 170U Dostupné z: http://www.arburg.com/fileadmin/redaktion/bilder/vollbild\_650x320px/29977\_920 sge\_170s.jpg
- [26] ŘEZNÍČEK, M.: Konstrukce měřícího zařízení a metody hodnocení krípových zkoušek "Způsob měření a intervalového hodnocení krípových zkoušek" Disertační práce, UTB, FT, Zlín 2014
- [27] WOODS, R.J.: Applied radiation chemistry: radiation processing, 1993, ISBN 0-471-54452-3

# ZOZNAM POUŽITÝCH SYMBOLOV A SKRATIEK

PE	polyetylén
HDPE	vysokohustotný polyetylén
RS-HDPE	radiačne sieťovaný vysokohustotný polyetylén
LDPE	nízkohustotný polyetylén
RS-LDPE	radiačne sieťovaný nízkohustotný polyetylén
$l_0$	počiatočná meraná dĺžka [mm]
Δl	zmena dĺžky skúšobného telesa [mm]
$\sigma_0$	počiatočné napätie [MPa]
σ	šmykové napätie [MPa]
γ	rýchlosť šmykovej deformácie [s <sup>-1</sup> ]
G	modul pružnosti v šmyku [MPa]
η	šmyková viskozita [Pa.s]
t	čas [s]
Q	aktivačná energia [kJ.mol <sup>-1</sup> ]
Т	teplota [°C]
m	hmotnosť [kg]
V	objem [m <sup>3</sup> ]
ρ	hustota [kg.m <sup>3</sup> ]
β	beta žiarenie
Tg	teplota skelného prechodu [°C]
T <sub>m</sub>	teplota tavenia [°C]

### ZOZNAM OBRÁZKOV

Obr. 1 Ťahové krivky pri rôznych teplotách [1]	12
Obr. 2 Modul pružnosti v ťahu [1]	13
Obr. 3 Správanie sa elastikých látok [2]	14
Obr. 4 Správanie sa kvapalín [2]	14
Obr. 5 Maxwellov model [5]	16
Obr. 6 Kelvinov model [4]	17
Obr. 7 Maxwellov-Kelvinov model [5]	
Obr. 8 Mechanizmy difúzie [7]	21
Obr. 9 Mechanizmus dislokačného krípu [7]	21
Obr. 10 Všeobecná krípová krivka [8]	22
Obr. 11 Krípový vejár určitého materiálu pri 20°C [8]	23
Obr. 12 Priebeh krípovej deformáce v logaritmických súradniciach [8]	24
Obr. 13 Krivka časovej pevnosti [8]	24
Obr. 14 Izochronná krivka napätie-deformácia [8]	25
Obr. 15 Závislosť krípového modulu na čase [8]	
Obr. 16 Priebeh krípových kriviek pri rôznych teplotách [8]	26
Obr. 17 Diagram medzných stavov [8]	27
Obr. 18 Tvorba priečnych väzieb v polyethylene, vyvolaná ionizačným žiarením	29
Obr. 19 Princíp beta ožiarovania urýchlenými elektrónmi [22]	30
Obr. 20 Porovnanie prenikavosti žiarení [24]	30
Obr. 21 Polyméry komerčne vhodné pre radiačné sieťovanie [22]	
Obr. 22 Štruktúra reťazcov polyethylenu [12]	
Obr. 23 Závislosť vlastností PE na hustote pri 23°C [12]	34
Obr. 24 Rozdielnosť systematických a náhodných chýb [19]	
Obr. 25 Tvar skúšobného telesa [10]	43
Obr. 26 Vstrekovací stroj ARBURG 170U Allrounder [26]	44
Obr. 27 Skúšobné telesá po ožiarení	45
Obr. 28 Zariadenie pre meranie krípu. [26]	46
Obr. 29 Upnínacie čeľuste. [26]	47
Obr. 30 Mechanizmus upínania skúšobného telesa	47

Obr. 31 Textový dokument s vyexportovanými hodnotami	
Obr. 32 Hodnoty predĺženia prepočítané na nulový počiatok	
Obr. 33 Hodnoty prenesené do pracovného listu programu Minitab 15	51
Obr. 34 Vytvárenie grafu závislosti predĺženia na čase	
Obr. 35 Graf závislosti predĺženia na čase	
Obr. 36 Boxplotový graf pre predĺženie HDPE pri 40°C	
Obr. 37 Rozptyl hodnôt merania HDPE pri 40°C	
Obr. 38 Kalkulačka v programe Minitab 15	
Obr. 39 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu (HDPE)	
Obr. 40 Krivky menovitého krípového modulu v závislosti na čase (HDPE)	
Obr. 41 Krivky menovitého krípového modulu	
Obr. 42 Nástroj pre výpočet aritmetických priemerov	59
Obr. 43 Krivka odhadu aritmetického priemeru	
Obr. 44 Krivka odhadu aritmetického priemeru	60
Obr. 45 Krivky pomerného predĺženia HDPE pri krípe v ťahu	
Obr. 46 Krivky pomerného predĺženia RS-HDPE pri krípe v ťahu	62
Obr. 47 Výsledné pomerné predĺženia v závislosti na teplote	63
Obr. 48 Krivky menovitého krípového modulu HDPE	64
Obr. 49 Krivky menovitého krípového modulu RS-HDPE	64
Obr. 50 Výsledné krípové moduly v závislosti na teplote	65
Obr. 51 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu	66
Obr. 52 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu pri	66
Obr. 53 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu	67
Obr. 54 Krivky menovitého krípového modulu	
Obr. 55 Krivky menovitého krípového modulu	68
Obr. 56 Krivky menovitého krípového modulu	69
Obr. 57 Krivky pomerného predĺženia LDPE pri krípe v ťahu	71
Obr. 58 Krivky pomerného predĺženia RS-LDPE pri krípe v ťahu	71
Obr. 59 Výsledné pomerné predĺženia v závislosti na teplote (LDPE)	72
Obr. 60 Krivky menovitého krípového modulu LDPE	73
Obr. 61 Krivky menovitého krípového modulu RS-LDPE	73
Obr. 62 Výsledné krípové moduly v závislosti na teplote LDPE	74

Obr. 63 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu	75
Obr. 64 Krivky pomerného predĺženia pri krípe v ťahu	75
Obr. 65 Krivky menovitého krípového modulu,	76
Obr. 66 Krivky menovitého krípového modulu	77
Obr. 67 Vplyv radiačného sieťovania na výsledné pomerné	79
Obr. 68 Vplyv radiačného sieťovania na výsledné pomerné	79
Obr. 69 Vplyv radiačného sieťovania na výsledný menovitý	
Obr. 70 Vplyv radiačného sieťovania na výsledný menovitý	
Obr. 71 Grafické znázornenie závislosti úrovne zlepšenia od teploty HDPE	
Obr. 72 Grafické znázornenie závislosti úrovne zlepšenia od teploty LDPE	

### ZOZNAM TABULIEK

Tab. 1 Prehľad niektorých mechanických vlastností polyetylénu [11]	
Tab. 2 Rozmery skúšobného telesa [9]	
Tab. 3 Technické parametre stroja ARBURG 170U Allrounder	
Tab. 4 Parametre vstrekovania skúšobných telies	
Tab. 5 Štatistické parametre pre HDPE, 40°C	
Tab. 6 Hodnoty hmotnosti závaží	56
Tab. 7 Výsledné hodnoty pomerného predĺženia pri	61
Tab. 8 Výsledné hodnoty menovitého krípového	
Tab. 9 Porovnanie výsledných pomerných predĺženi pri krípe v ťahu	65
Tab. 10 Porovnanie výsledných menovitých krípových modulov HDPE	67
Tab. 11 Výsledné hodnoty pomerného predĺženia	70
Tab. 12 Výsledné hodnoty menovitého krípového modulu LDPE	72
Tab. 13 Porovnanie výsledných pomerných predĺženi pri krípe v ťahu	74
Tab. 14 Porovnanie výsledných menovitých krípových modulov	76
Tab. 15 Zlepšenie vlastností materiálu HDPE	78
Tab. 16 Zlepšenie vlastností LDPE	78

## ZOZNAM PRÍLOH

PRÍLOHA P I:	KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 40°C
PRÍLOHA P II:	KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 50°C
PRÍLOHA P III:	KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 60°C
PRÍLOHA P IV:	KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 70°C
PRÍLOHA P V:	KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 80°C
PRÍLOHA P VI:	KRIVKY PREDĹŽENIA LDPE 40°C
PRÍLOHA P VII:	KRIVKY PREDĹŽENIA LDPE 50°C
PRÍLOHA P VIII:	KRIVKY PREDĹŽENIA LDPE 60°C
PRÍLOHA P IX:	KRIVKY PREDĹŽENIA LDPE 70°C
PRÍLOHA P X:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 40°C 66 kGy
PRÍLOHA P X:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 50°C 66 kGy
PRÍLOHA P XI:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 60°C 66 kGy
PRÍLOHA P XII:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 70°C 66 kGy
PRÍLOHA P XIII:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 80°C 66 kGy
PRÍLOHA P XIV:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 40°C 99 kGy
PRÍLOHA P XV:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 50°C 99 kGy
PRÍLOHA P XVI:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 60°C 99 kGy
PRÍLOHA P XVII:	KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 70°C 99 kGy





PRÍLOHA P II: KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 50°C







PRÍLOHA P IV: KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 70°C





# PRÍLOHA P V: KRIVKY PREDĹŽENIA HDPE 80°C

PRÍLOHA P VI: KRIVKY PREDĹŽENIA LDPE 40°C







PRÍLOHA P VIII: KRIVKY PREDĹŽENIA LDPE 60°C







PRÍLOHA P X: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 40°C 66 kGy



## PRÍLOHA P X: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 50°C 66 kGy



PRÍLOHA P XI: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 60°C 66 kGy



## PRÍLOHA P XII: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 70°C 66 kGy



PRÍLOHA P XIII: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - HDPE 80°C 66 kGy



# PRÍLOHA P XIV: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 40°C 99 kGy



PRÍLOHA P XV: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 50°C 99 kGy



# PRÍLOHA P XVI: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 60°C 99 kGy



PRÍLOHA P XVII: KRIVKY PREDĹŽENIA RS - LDPE 70°C 99 kGy

