

Vliv beta záření na mikro-mechanické vlastnosti plněného PBT

Bc. Petr Matocha

Diplomová práce
2014



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

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

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Petr Matocha**
Osobní číslo: **T12441**
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Konstrukce technologických zařízení**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Vliv beta záření na mikro-mechanické vlastnosti
plněného PBT**

Zásady pro vypracování:

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

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

Dle doporučení vedoucího diplomové práce.

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Martin Ovsík

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

10. února 2014

Termín odevzdání diplomové práce:

12. května 2014

Ve Zlíně dne 10. února 2014


doc. Ing. Román Čermák, Ph.D.
děkan



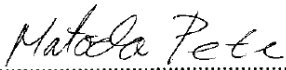

prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D.
ředitel ústavu

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl jsem seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou 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 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 práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 07. 05. 2014


.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací

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

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

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

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

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

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

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

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

ABSTRAKT

Diplomová práce řeší problematiku mechanických vlastností především tvrdosti polymerů, které modifikovány radiačním síťováním. Teoretická část se zabývá problematikou radiačního síťování, vlastnostmi PBT a metodiku měření tvrdosti. K zjištění vlastností materiálu bude využita metoda DSI. Tato metoda umožňuje zjištění materiálových vlastností (vtiskový modul, tvrdost, creep, ...) Studie změn bude závislá na dávce záření.

Klíčová slova: Tvrdost, mikrotvrdost, polymer, tvrdoměry, síťování, záření beta a gama
Metoda DSI, modifikace PTB, polybutadien tereftalát, radiační síťování

ABSTRACT

This thesis addresses the issue of mechanical properties especially hardness of polymers modified by radiation crosslinking. The theoretical part deals with the radiation crosslinking properties of PBT and methodology for measuring hardness. To determine the properties of the material will be used DSI method. This method allows to determine the material properties (indentation modulus, hardness, creep, ...) A study of changes will depend on the radiation dose.

Keywords: Hardness, microhardness, polymer, hardness, networking, beta and gamma radiation, method DSI, modification PTB, polybutadiene terephthalate, Radiation crosslinking

PODĚKOVÁNÍ

Tímto způsobem bych chtěl poděkovat mému školiteli panu Ing. Martinu Ovsíkovi, Ph.D. za odborné rady při konzultaci, jenž mi umožnily zpracovat jak teoretickou tak i praktickou část Diplomové práce. Dále bych chtěl poděkovat za obětavý přístup při přípravě vzorků a následovného praktického měření.

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

ve Zlíně 07. 05. 2014

OBSAH

ÚVOD	11
1 TEORETICKÁ ČÁST	12
1 ROZDĚLENÍ MATERIÁLŮ	13
2 POLYMERNÍ MATERIÁLY	14
2.1 CHEMICKÁ STRUKTURA POLYMERŮ	15
2.2 MECHANICKÉ VLASTNOSTI POLYMERŮ	16
3 PŘÍSADE DO POLYMERŮ (ADITIVA)	18
4 PLNIVA	19
4.1 STRUKTURA PLNIVA	19
5 POLYBUTADIEN TEREFTELAT (PBT)	21
5.1 MORFOLOGIE, KRYSTALIZACE, VLIV TEPLoty NA VLASTNOSTI.....	21
5.2 POLYMERIZACE PBT	22
5.3 MECHANICKÉ VLASTNOSTI PBT.....	22
5.3.1 Pevnost/ mez pevnosti.....	22
5.3.2 Creep	23
5.3.3 Únavová odolnost PBT	24
5.4 MODIFIKACE PBT	24
5.4.1 Neplněný PBT	24
5.4.2 PBT s 30% uhlíku	25
5.4.3 PBT s 30% skelnými vlákny	25
5.4.4 PBT s UV stabilizátory	25
5.4.5 PBT s 2% silikonovým mazivem.....	25
5.4.6 PBTs 15% PTFE mazivem.....	26
5.4.7 PBT s 45% minerálním a skelným plnivem.....	26
6 RADIAČNÍ SÍŤOVÁNÍ POLYMERŮ	27
6.1 SÍŤOVÁNÍ TRUBEK A HADIC	28
6.2 SÍŤOVÁNÍ VSTŘIKOVANÝCH DÍLŮ	29
6.3 MATERIÁLY PRO RADIAČNÍ SÍŤOVÁNÍ.....	30
6.4 PRINCIP SÍŤOVÁNÍ.....	30
6.4.1 Elektronové záření (beta)	31
6.4.2 Záření gama.....	31
7 DEGRADACE A STABILITA	33
7.1 TERMODEGRADACE.....	33
7.2 VAKANCE A BAREVNOST	33
7.3 ZÁŘENÍM INDUKOVANÁ VODIVOST.....	34
8 TVRDOST	35
8.1 ZKOUŠKY TVRDOSTI.....	36
9 STATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI	38

9.1	ZKOUŠKA VRYPEM	38
9.2	ZKOUŠKA PODLE BRINELLA	39
9.3	ZKOUŠKA PODLE ROCKWELLA	40
10	MIKROTVRDOST	43
10.1	ZKOUŠKA PODLE VICKERSE	43
10.2	ZKOUŠKA PODLE KNOOPA.....	45
10.3	ZKOUŠKA PODLE BERKOVIČE.....	47
10.4	TVRDOST SHORE	48
11	METODA DSI	50
11.1	INTENDAČNÍ KŘIVKY	50
11.2	ZPRACOVÁNÍ DAT.....	51
12	DYNAMICKÉ ZKOUŽKY	54
12.1	BAUMANNOVO KLADIVO	54
12.2	KLADÍVKO POLDI	55
12.3	SHOREHO SKLEROSKOP	56
12.4	DUROSKOP	57
II	PRAKTICKÁ ČÁST	58
13	CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE	59
14	ZAŘÍZENÍ PRO EXPERIMENT	60
14.1	VSTŘIKOVACÍ STROJ.....	60
14.2	PARAMETRY PŘI VSTŘIKOVÁNÍ.....	61
14.3	TVRDOMĚR MICRO-COMBI TESTER.....	61
14.4	PARAMETRY PŘI MĚŘENÍ TVRDOSTI.....	63
15	SÍŤOVÁNÍ VZORKŮ.....	64
15.1	SÍŤOVACÍ ČINIDLO TAIC (TRIALLYLISOKYANURÁT)	64
16	MATERIÁL	66
17	MIKROTVRDOST	67
18	STATISTICKÉ VYHODNOCENÍ PRAKTICKÉ ČÁSTI.....	68
18.1	STATISTICKÉ VZTAHY	68
18.2	NAMĚŘENÉ HODNOTY	69
18.3	VTISKOVÁ TVRDOST HIT	69
18.4	VTISKOVÝ MODUL E_{IT}	72
18.5	VTISKOVÉ TEČENÍ (CREEP).....	75
18.6	TVRDOST DLE VICKERSE	77
18.7	DEFORMAČNÍ PRÁCE	78
18.8	MIKRO-MECHANICKÉ VLASTNOSTI.....	81
19	DISKUSE VÝSLEDKŮ	84

19.1	VTISKOVÁ TVRDOST.....	84
19.2	VTISKOVÝ MODUL.....	84
19.3	TVRDOST DLE VICKERSE.....	85
19.4	VTISKOVÉ TEČENÍ.....	86
19.5	DEFORMAČNÍ PRÁCE.....	86
20	ZÁVĚR.....	88
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	90
	SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....	92
	SEZNAM OBRÁZKŮ.....	94
	SEZNAM TABULEK.....	97

ÚVOD

V současné době je trendem nahrazování kovových materiálů polymerními materiály. Proto je nezbytné zkoumat vlastnosti polymerů. Ve většině případů se hledá kompromis mezi tvrdostí a houževnatostí.

Diplomová práce se bude zabývat vlivu beta záření na povrchové vlastnosti polymerních materiálů. Radiační síťování patří k metodám jak zvýšit kvalitu povrchu aniž by došlo ke změně houževnatého jádra. Princip síťování je založen na absorpci energie, která uvnitř materiálu vytvoří radikály. Tyto radikály reagují a vytváří tak spojení mezi jednotlivými řetězci, což má za následek zlepšení mechanických a tepelných vlastností.

V současnosti došlo k několika inovacím při měření tvrdosti. Jednou z nich je metoda DSI neboli Depthsensingindentation. Tato metoda kromě toho, že měří tvrdost, může vyhodnotit i další důležité vlastnosti materiálu. Mezi tyto vlastnosti patří např. creepové chování, modul pružnosti. Charakteristickým rysem metody DSI je grafický záznam okamžité změny hloubky indentoru.

Radiační síťování má velký potenciál. Proto se vývoj technologií upírá tímto směrem. Dochází k vývoji urychlovačů elektronů, které umožňují navýšení výrobních kapacit, a umožňují ozařování z obou stran.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 ROZDĚLENÍ MATERIÁLŮ

V dnešní době existuje více než 80 tisíc různých materiálů. Hlavní skupinu tvoří materiály přírodního původu, jako je dřevo, kámen, kůže. Materiály, které využívá člověk, se musejí vyrábět určitými technologickými postupy z vytěžených surovin (ropa, zemní plyn, kovonosných rud, hornin,...).

Nejmodernější materiály jsou kompozity, které kombinují vlastnosti svých často zcela rozdílných složek.

Díky velkému počtu různých materiálů bylo nezbytně nutné uvést do chodu vhodný systém jejich rozřazení. Materiály jsou rozděleny do čtyř hlavních skupin:

1. Materiály kovové:

Hlavní složkou jsou kovové prvky. Jsou charakterizovány tvárností, houževnatostí a kovovým leskem.

2. Materiály nekovové:

Příkladem této skupiny je oxidované sklo. Bývají průhledná, křehká a poměrně tvrdá. Dalším materiálem je keramika, pro kterou je charakteristická křehkost a tvrdost.

3. Materiály polymerní:

Jsou to organické materiály složené z velkých molekul. Hlavními složky jsou prvky uhlíku a vodíku. Jsou lehké, poměrně měkké a málo pevné, mají špatnou tepelnou odolnost.

4. Materiály kompozitní:

Jsou složeny ze dvou i více druhů materiálů, jejichž výhody v sobě kombinují a nevýhody potlačují. [1;22]

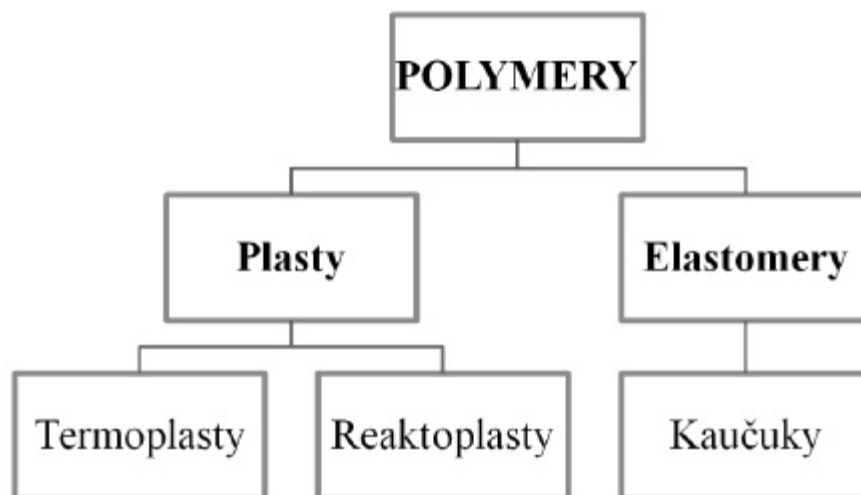
2 POLYMERNÍ MATERIÁLY

Polymery jsou buďto přírodní i syntetické. Tyto látky jsou složeny z velkých molekul, které zahrnují mnoho opakujících se shodných jednotek.

Polymery jsou nejčastěji chemické sloučeniny uhlíku a vodíku. Mnohdy můžeme nalézt další prvky jako je například dusík, kyslík. Polymery vznikají z nízkomolekulárních sloučenin monomerů, při určitém typu polyreakce. Tyto chemické reakce jsou polymerace, polyadice, polykondenzace.

Mezi vlastnosti, které obvykle vlastní polymery, patří velmi malá hustota i tvrdost, ve srovnání s kovy relativně malá pevnost v tahu a malá tepelná odolnost. Většina polymerních materiálů jsou elektrické izolanty. Ve srovnání s kovy mají polymery několik výhod, mezi ně patří nízká hustota a nízká energetická náročnost výroby. Mezi nevýhody patří obtížná recyklovatelnost.[1;22]

Základní rozdělení polymerních materiálů je zobrazeno na Obr. 1



Obr. 1 Rozdělení polymerních materiálů

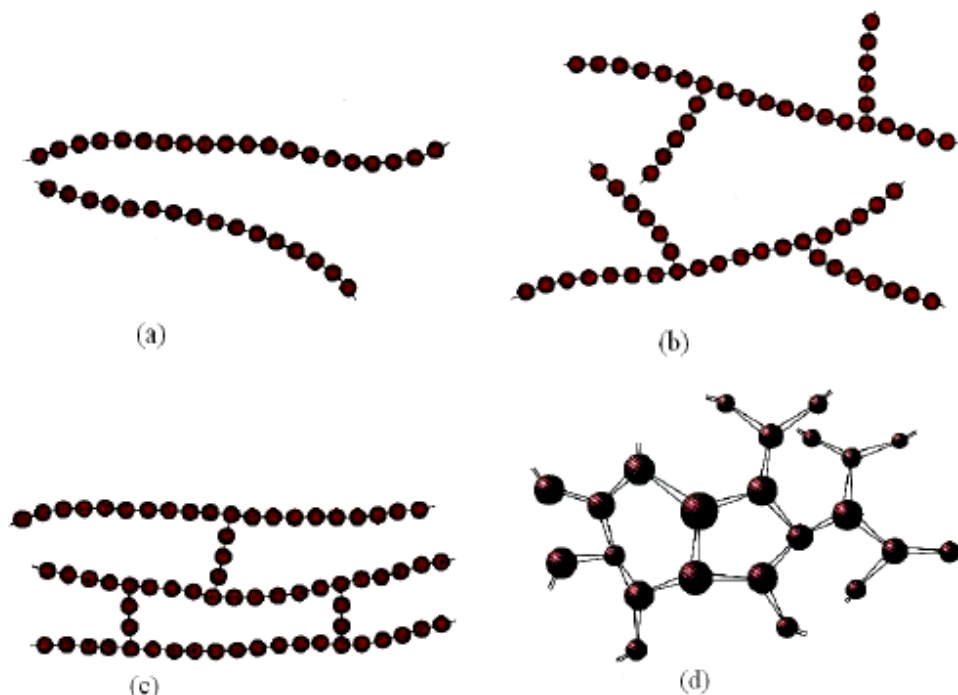
Termoplasty: Za zvýšených teplot měknou a přecházejí do plastického stavu a za těchto podmínek je lze tvářet.

Reaktoplasty: charakteristickou vlastností je, že opakovaným zahřátím neměknou ani se netaví. Během prvního zahřátí získávají materiály budoucí tvar.

Elastomery: Výhodou těchto materiálů je jejich schopnost velkých deformací při různých mechanických zatížení. Tyto deformace jsou vratné.[1;22]

2.1 Chemická struktura polymerů

Polymery vznikají především polymerací což je spojování dvou nebo více nízkomolekulárních sloučenin (monomerů) a vytvářejí řetězce. Na takto vzniklé řetězce působí Van der Waalsovy síly. Monomer obsahuje jenom dvě místa (funkce), která umožní vytvořit kovalentní chemickou vazbu, vznikají polymery lineární. S rostoucím počtem funkcí mohou vznikat polymery rozvětvené nebo prostorově zasítované. [2]



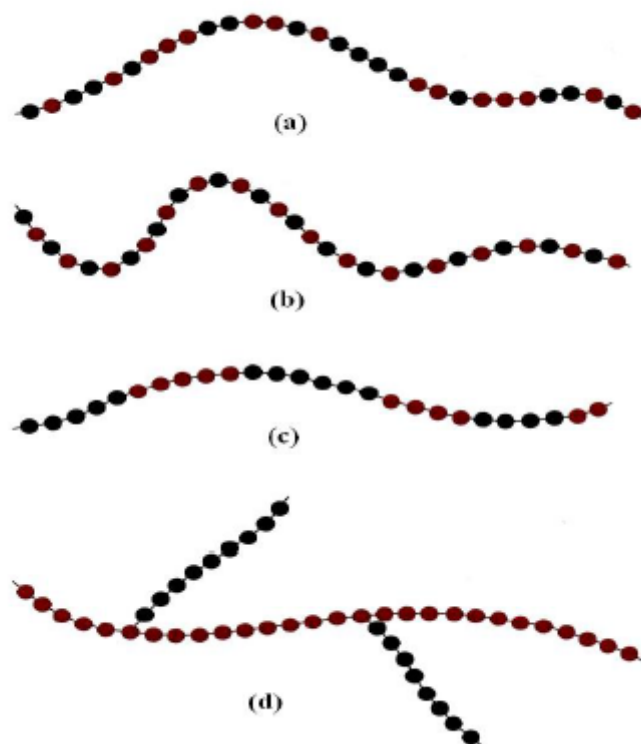
Obr. 2 Tvary molekul polymerů (a) lineární

b) rozvětvený c) zesítovaný d) prostorově zesítovaný[7]

Základní stavební jednotkou je monomer. Tato jednotka určuje chemickou strukturu polymeru a rozhoduje o jeho chemických, fyzikálních a mechanických vlastnostech. Základní jednotka není u všech polymerů totožná s chemickou strukturou monomerů. Sloučením monomerů mohou nastat dva druhy polymerů. První je homopolymer a druhý kopolymer.

Homopolymer: je tvořen většinou z jednoho typu monomeru. Základní stavební jednotka, charakterizující chemickou strukturu polymeru, je u všech shodná. Umístění monomerních jednotek je zpravidla náhodná nebo střídavá

Kopolymery: jsou složeny ze dvou nebo několika odlišných monomerů. Kopolymery mohou mít strukturu náhodnou, střídavou, statistickou a blokovou.[2;22]

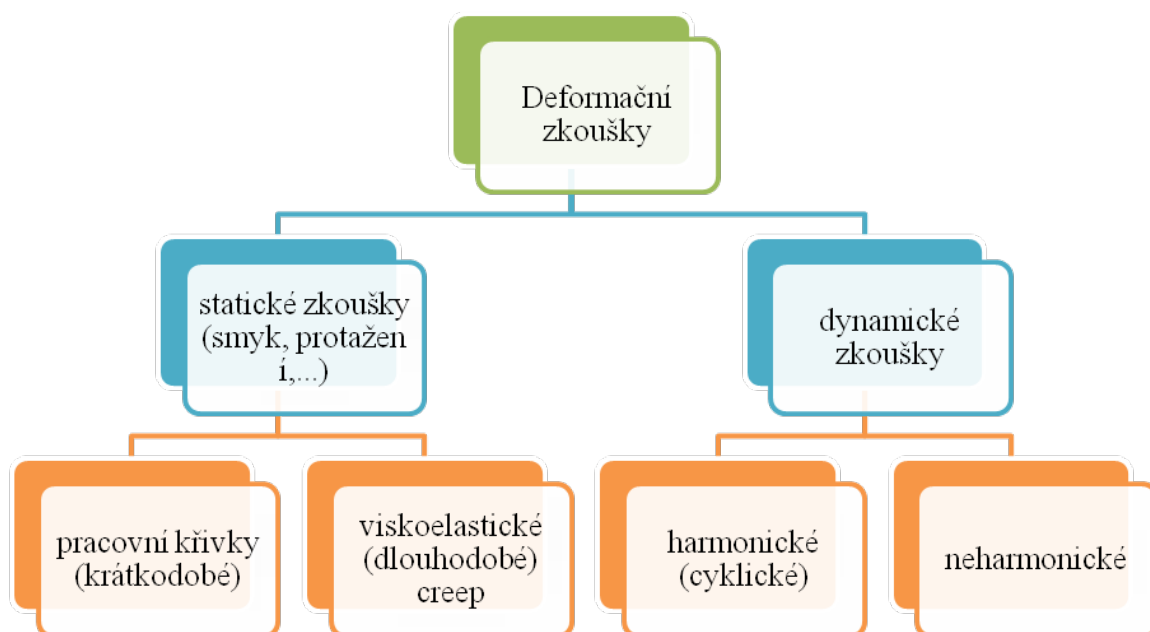


Obr. 3 Struktura kopolymeru a) náhodná b) střídavá
c) statistická d) bloková[7]

Jednou z hlavních věcí je tzv. polymerační stupeň. Ten určuje množství opakujících se monomerů v daném řetězci. Polymerační stupeň může měnit vlastnosti polymerů. S vyšším počtem stupně dochází k tomu, že materiál je tužší a odolnější ale hůře tavitelný.

2.2 Mechanické vlastnosti polymerů

Je to souhrn vlastností, které polymery vykazují vlivem zatížení. Na tyto vlastnosti má vliv fázový stav polymeru, teplota, čas a velikost a směr zatížení. Mechanické vlastnosti se určují pomocí deformačních zkoušek. Hlavními parametry těchto zkoušek jsou napětí, relativní deformace. Přehled deformačních zkoušek je uveden v Obr. 4 [15]



Obr. 4 schéma deformačních zkoušek[15]

3 PŘÍŠADY DO POLYMERŮ (ADITIVA)

Některé přísady využívané v polymerech umožňují odstranit jejich nedostatky popřípadě zlepšit jejich zpracovatelnost. K hlavním nedostatkům patří malá odolnost vůči degradaci, hořlavost, malá houževnatost a tvrdost nebo vznik elektrostatického výboje na povrchu.

Přísady se dělí podle účinku:

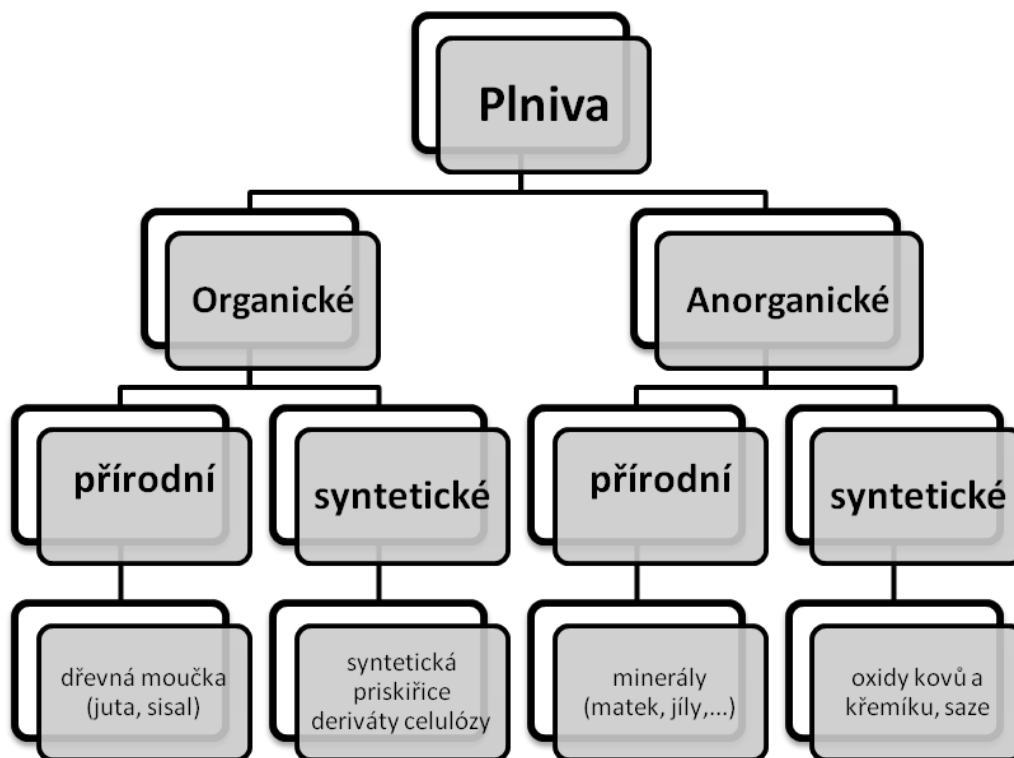
1. S ochranným účinkem
2. Změnou fyzikálních vlastností

Hlavní zástupci přísad:

- a) **Plastikací činidla:** jsou to přísady, jež ulehčují první operaci při zpracování kaučuku
- b) **Maziva:** tyto přísady byly vyvinuty pro usnadnění obtížně zpracovatelných plastů.
- c) **SeparáčnÍ činidla:** slouží k snadnějšímu vyjímání výrobku z formy
- d) **Změkčovadla:** umožňují polymerům větší ohebnost, tvárnost a vláčnost
- e) **Antidegradanty, antioxidanty a antiozonanty:** chrání před vnějšími vlivy
- f) **Nadouvadla:** slouží k tvorbě pórovitých výrobků
- g) **Pigmenty:** jedná se o barevné prášky nerozpustné v polymerech. Slouží pro vytváření barevných odstínů.
- h) **Plniva:** slouží ke zlepšení mechanických vlastností[15]

4 PLNIVA

Patří k hlavním přísadám pro polymery. Díky široké paletě plniv můžeme ovlivňovat vlastnosti výrobků v širokých mezích. Plniva se vyrábí ve formě prášku a kvůli snížení prašivosti se plniva granulují. Základní rozdělení plniv je znázorněno na obr. 5



Obr. 5 Klasifikace plniv s ohledem na výrobní proces [10]

Z termoplastického polymeru se plní hlavně polyolefiny a polyamidy. Větší uplatnění však nalézají u reaktoplastů. [11]

4.1 Struktura plniva

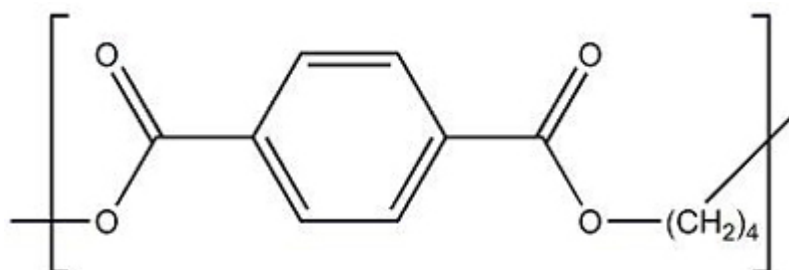
Plniva pro polymerní materiály vykazují různou chemickou povahu tj. velikost částice a také tvar. V podstatě rozlišujeme tři základní tvary kouli, lamelu či disky nebo vlákna. Tyto základní tvary lze dále kombinovat s následkem poměrně složitých geometrických objektů znázorněných na obr. 6. [10]



Obr. 6 Základní tvary plniva[10]

5 POLYBUTADIEN TEREFTELAT (PBT)

Vývoj PBT začal více než před padesáti lety. Počáteční PBT byl vyvíjen jako plnivo. Materiál PET byl poprvé uveden na trh jako konstrukční termoplast pro vstřikování v roce 1966. Vzhledem k jeho nízké rychlosti tečení a krystalizaci bylo nutné získat dostatečně krystalický materiál pro zkrácení cyklu. To vedlo k zavádění výstužných vláken z PBT v roce 1970. Během několika let několik firem ve Spojených státech a západní Evropě představila velmi široký sortiment vstřikovaných výrobků. Díky velmi snadnému zpracování a rychlé krystalizaci se na začátku sedmdesátých let vstřikovaný PBT stal více populární než PET, který do té doby obýval malou část na trhu i přes vyšší teplotní odolnost, lepší mechanické vlastnosti a nízké ceně.

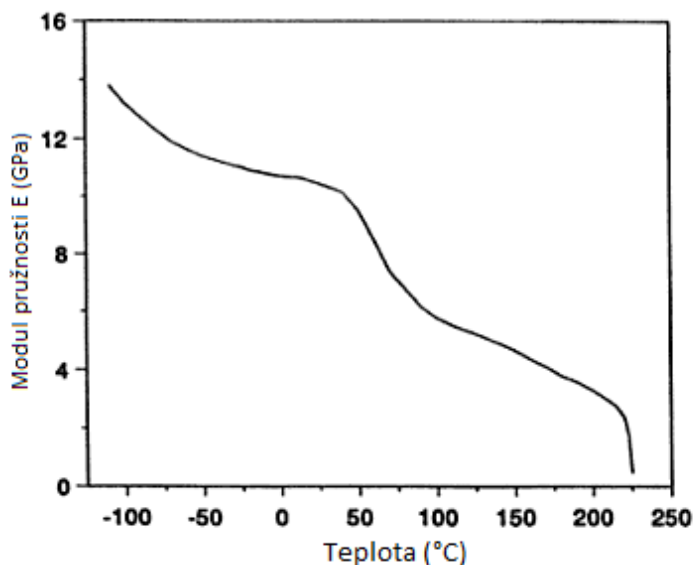


Poly(butylene terephthalate) - PBT

Obr. 7 Strukturální vzorec PBT

5.1 Morfologie, krystalizace, vliv teploty na vlastnosti

Vlastnosti PBT jsou vysoce závislé na morfologii materiálu, tj. jak polymerní řetězce jsou uspořádány amorfni a krystalické oblasti v materiálu. PBT patří k tzv. semikrystalickým polymerům, které jsou charakterizovány skelným přechodem (T_g) z amorfni fáze a teplotou tavení (T_m) z krystalické fáze. V obou teplotách se vlastnosti PBT výrazně mění. Tyto změny jsou znázorněny v Obr. 8. Zde ukazují jak na teplotě, závisí modul pružnosti E (tuhosti) PBT. Při teplotě skelného přechodu T_g (40°C) se mobilita polymerních řetězců v amorfni oblasti značně zvyšuje což má v důsledku snížení tuhosti. Ačkoliv PBT zůstává dostatečně tuhé pro nosné aplikace až po teploty poblíž teploty tavení (223°C), zejména pokud byl vystižen skelnými plnivými.



Obr. 8 Závislost modulu pružnosti na teplotě PBT+30%skelného plniva

Je jasné, že vlastnosti PBT (přesněji okolo T_g) jsou ovlivněny mírou a povahou krystalizace. PBT má relativně velký míru krystalizace (mnohem rychleji než PET ale pomalejší než PE), který zajišťuje dobrou zpracovatelnost, tj. vstřikování při vstřikovací teplotě 80°C a to bez potřeby nukleacích činidel.

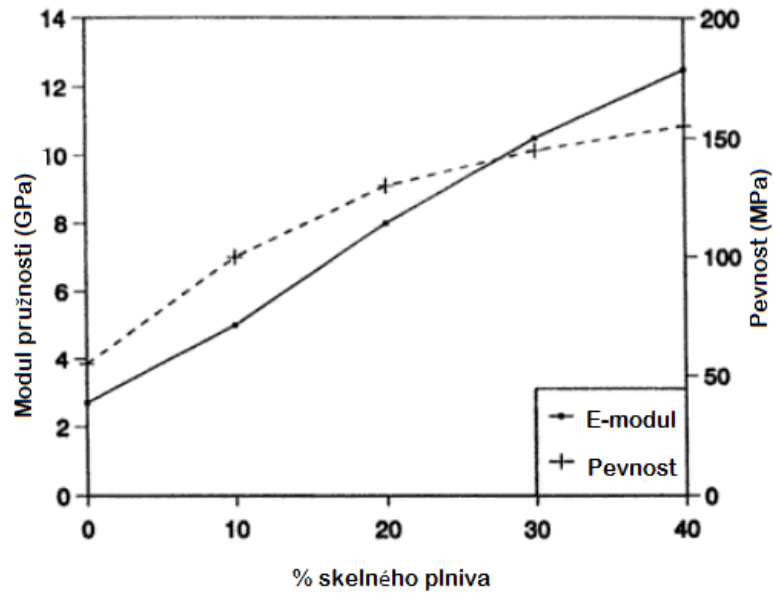
5.2 Polymerizace PBT

Polymerizace probíhá ve dvou stupních. První stupeň (transesterifikační stupeň), kdy se formuje přes transesterifikacidimethyltereftalát (DMT) s 1,4-butanediolem. Druhý stupeň je tedy polykondenzace na PBT s eliminací 1,4-butanediolu. Pevný stav polykondenzace je využíván jako vysokomolekulární PBT.

5.3 Mechanické vlastnosti PBT

5.3.1 Pevnost/ mez pevnosti

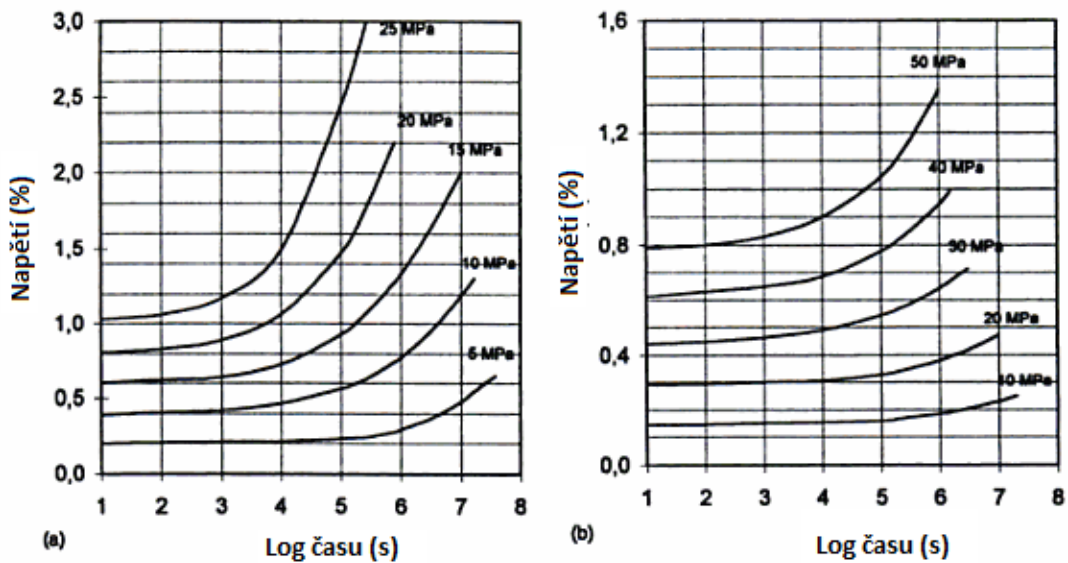
Tuhost, mez pevnosti v tahu a pevnost v ohybu PBT je možné navýšit pomocí plniv, jako jsou například skelná či uhlíková vlákna. Závislost mezi pevností a koncentrací plniv jsou znázorněny na Obr. 9. Zde můžeme pozorovat, že vyšší koncentrace skelného plniva zvýší pevnost na úkor tažnosti. Dosažitelné maximum koncentrace sklených plniv spočívá mezi 40-50% z důvodu horší zpracovatelnosti.



Obr. 9 Vliv koncentrace skelných plniv na modul pružnosti a pevnost PBT

5.3.2 Creep

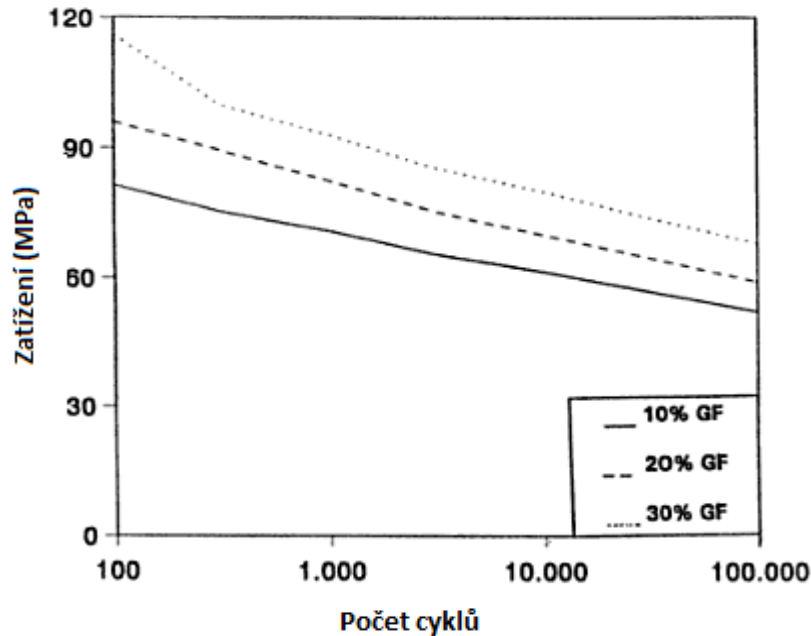
Závislost mechanických vlastností PBT na čase nejlépe znázorňují křivky Creepu. Na Obr. 10 jsou vyneseny závislosti napětí na logaritmu času. Z křivek vyplývá, je-li PBT využíváno v oblastech trvale zatížených, musí být napětí nižší, než je standardní tj. udáno v materiálovém listě.



Obr. 10 Creep chování při různých zátěžích a) neplněný PBT b) PBT s 20% grafitu

5.3.3 Únavová odolnost PBT

Únavová odolnost se testuje v souladu s metodami používaných v oblasti kovů, tj. měření Wohlerových křivek. Na Obr. 11 můžeme vidět vliv plniv na únavu materiálu.



Obr. 11 Wohlerovy křivky plněného PBT skelnými vlákny (10, 20, 30%)

Hlavními faktory, ovlivňující únavovou odolnost, jsou orientace plniva a studené spoje.[12]

5.4 Modifikace PBT

Vlastnosti PBT mohou být modifikovány mnoha způsoby, abychom mohli jej využít ve specifických oblastech použití. Kopolymerizace, mísení s jinými polymery (tj. PC, ASA) a další plniva retardéry hoření, stabilizátory atd., během mísení jsou rozdílné způsoby jak modifikovat vlastnosti PBT.[14]

5.4.1 Neplněný PBT

Výhody: dobrá kombinace tuhosti a houževnatosti, možnost použití retardérů hašení, výdrž do 120°C

Nevýhody: Velké smrštění ve formě, špatná odolnost vůči hydrolýze.

Využití: vnější části automobilů, světlomety, reflektory, spínače, cívky, rukojeti štětců, ozubené kola,...

5.4.2 PBT s 30% uhlíku

Výhody: nízká lineární expanze, vysoký modul pružnosti, pevnost v tahu a tepelné deformace jsou srovnatelné s neplněným PBT, antistatické vlastnosti.

Nevýhody: drahé jelikož není žádné spojovací (vazební) činidlo, snížená tažnost při porovnání s neplněným PBT, fyzikální vlastnosti mohou být vysoce anizotropní při vstříkování.

Využití: pro zařízení kde je potřeba vysoká pevnost a tuhost.

5.4.3 PBT s 30% skelnými vlákny

Výhody: vyšší pevnost v tahu, modul, malé smrštění ve srovnání s neplněným PBT.

Nevýhody: snížená rázová houževnatost a tažnost

Využití: strojní součástky, podpěrné desky a rámy

5.4.4 PBT s UV stabilizátory

Výhody: lepší odolnost vůči slunečnímu a UV záření než neplněný PBT

Nevýhody: mírně snížená pevnost v tahu, tažnost a vrubová houževnatost proti PBT

Využití: vnější části automobilů a světlometů

5.4.5 PBT s 2% silikonovým mazivem

Výhody: lepší mazací účinky, nižší tření a opotřebení mezi pohybujícími se díly při srovnání s PBT

Nevýhody: vysoká cena, snížená tažnost a vrubová houževnatost, obtížnější svařitelnost ultrazvukem než u neplněného PBT

Využití: ozubená kola, ložiska

5.4.6 PBTs 15% PTFE mazivem

Výhody: lepší mazací účinky, nižší tření a opotřebení mezi pohybujícími se díly při srovnání s PBT

Nevýhody: horší povrchový vzhled a zpracovatelnost, vyšší cena, snížená pevnost v tahu a modul, tažnost a vrubová houževnost při srovnání s neplněným PBT

Využití: ozubená kola, ložiska

5.4.7 PBT s 45% minerálním a skelným plnivem

Výhody: nízká deformace, více sjednocených vlastností než u PBT plněného pouze skelným plnivem. Dobrá tepelná odolnost, bez použití retardérů. Zlepšená pevnost v tahu, modul pružnosti,

Nevýhody: snížená tažnost

Využití: kuchyňské spínače, adaptéry, trouby a jiné domácí aplikace. [14]

6 RADIČNÍ SÍTOVÁNÍ POLYMERŮ

Je proces, který se využívá pro výrobu tepelně odolných kabelů a vodičů. V ideální kombinaci umožňuje vysokou flexibilitu při volbě surovin. Cílem této metody je zlepšit mechanické vlastnosti jakož i výrobně-technické a ekonomické výhody.

Radiační síťování umožňuje zlepšit tyto vlastnosti:

a) Tvarovou stálost za tepla:

- Teplotní roztažnost
- Odolnost proti tlaku (za vyšší teploty)
- Odolnost proti teplotním špičkám

b) Vyšší mechanickou odolnost:

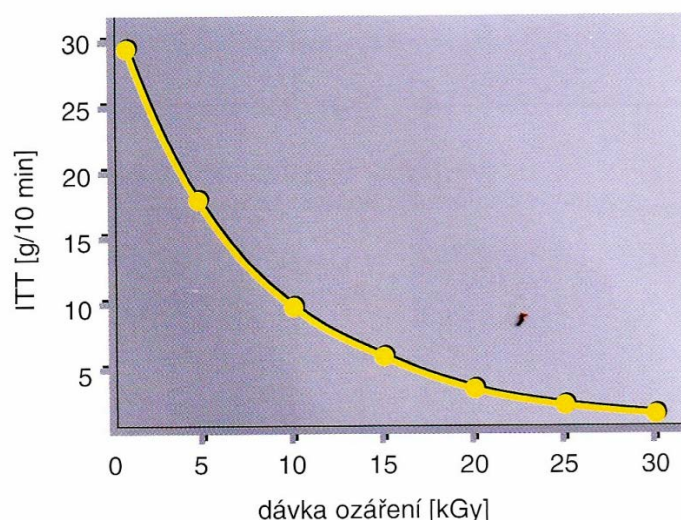
- Pevnost v tahu
- Mez únavy při namáhání středovým ohybem
- Odolnost proti otěru

c) Odolnost proti chemikáliím:

- Odolnost proti olejům a hydrolýze
- Zlepšení elastických vlastností
- Odolnost vůči vnitřnímu pnutí a redukce šíření trhlin

d) Odolnost proti stárnutí

Síťovat můžeme různorodé polymery. U některých polymerů může docházet vlivem ionizujícího záření nebo podmínkami ozařování k degradaci. Tomuto efektu podléhají např. polypropylen a polytetrafluoretylen.



Obr. 12 Závislost indexu toku taveniny na dávce záření [21]

Avšak u některých polymerů může docházet ke zlepšení vlastností u vstřikovaných dílů a taktéž ke zkrácení doby cyklu. Tohoto jevu se využívá k zvýšení respektive ke snížení indexu toku taveniny.

Vlivem dodání energie je možné naleznout i další efekty. Vlivem záření na draho-kamy můžeme zpozorovat jejich následné zbarvení, což přidává na estetických požadav-cích. Tento jev může nastat i u ozářeného skla a pigmentovaných termoplastů.

V současnosti dochází k inovacím v oblasti radiačního síťování, které umožňují využití výrobků ve zdravotnickém průmyslu, jakož to vybavení laboratoří či sterilizaci.[21]

6.1 Síťování trubek a hadic

Radiační síťování u hadic a trubek se využívá u odpadů z vytlačování, jelikož zůstávají nezasíťované a mohou být vráceny zpětně do procesu. Zařízení pro síťování trubek a hadic se využívají urychlovače elektronů. Tyto stroje jsou vybaveny zařízením, které umožňuje trubkám či hadicím, aby byly navinuty na bubny vysokou rychlostí, protáhnuty polem oza-řování a nakonec znova navinuty.

Účelem síťování trubek a hadic je zlepšení těchto vlastností:

a) Mechanické vlastnosti:

- Nárůst Youngova modulu pružnosti
- Pevnost v tahu
- Odolnost proti vnitřnímu tlaku
- Mez únavy při cyklickém namáhání
- Tečení při zatížení
- Tok za studena

b) Tvarová stálost za tepla:

- Teplotní roztažnost
- Vyšší pracovní teploty

c) Odolnost proti chemikáliím:

- Odolnost proti olejům a hydrolýze
- Odolnost proti trhlinám způsobeným pnutím[21]

6.2 Síťování vstřikovaných dílů

Zkušenosti získané síťováním trubek a hadic byly využity a přeneseny na díly vyráběné vstřikováním což vedlo k rostoucímu počtu zajímavých aplikací.

Mezi klasické materiály (termoplasty) jako polyetylen, etylenové kopolymery nebo měkčené PVC a jejich směsi se v dnešních dobách využívají konstrukční materiály jako polyamid, polybutylentereftalat, polyuretan a termoplastické elastomery.

Síťované výstřiky se využívají zpravidla pro elektrotechnický průmysl, kde musí tyto výstřiky odolávat krátkodobému vysokému teplotnímu zatížení. V mnoha případech dochází k nahrazování termosetů (duroplasty) síťovanými termoplasty. Dále se využívají k zmenšení trvalých deformací při tlakovém namáhání (pro těsnící či tlumící elementy).

Technologie síťování umožňuje zastínit části výrobků tak, že může dojít k vytvoření oblastí s různými vlastnostmi. Těchto vlastností se využívá pro plynulá spojení tvrdoměkkých oblastí v jednom výrobku.

U zasíťovaných vstřiků dochází ke zlepšení:

a) Mechanických vlastností

- Pevnost
- Nárůst Youngova modulu pružnosti
- Creepového chování (studený tok)
- Pevnosti v ohybu při cyklickém namáhání
- Pevnosti studených spojů

b) Tepelných vlastností

- Tvarové stálosti za tepla
- Tlakovému formování zbytků
- Odolnosti vůči hoření

c) Chemických vlastností

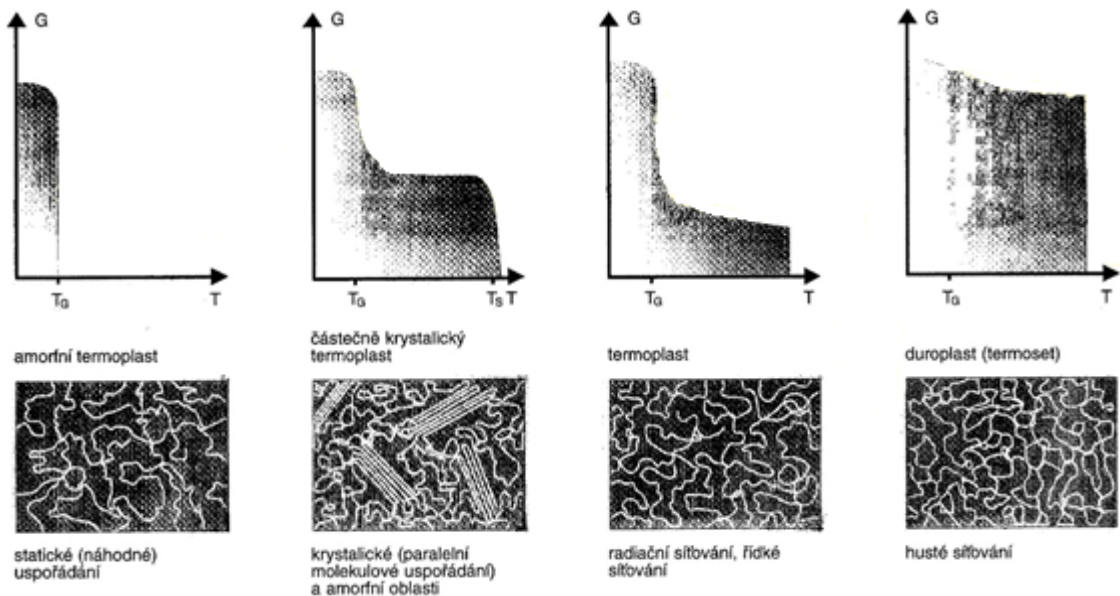
- Odolnost proti bobtnání
- Odolnost proti hydrolýze
- Odolnost proti olejům a mazivům

6.3 Materiály pro radiační síťování

V současné době existuje mnoho materiálů, avšak pro správnou volbu je nutné znát požadované vlastnosti. V průmyslové výrobě se využívá termoplastů, elastomerů a termoplastických elastomerů.[21]



Obr. 13 Vybrané materiály pro radiační síťování. [21]



Obr. 14 Vliv síťovacího činidla na smykový modul T_g teplota skelného přechodu T_s teplota tání.[21]

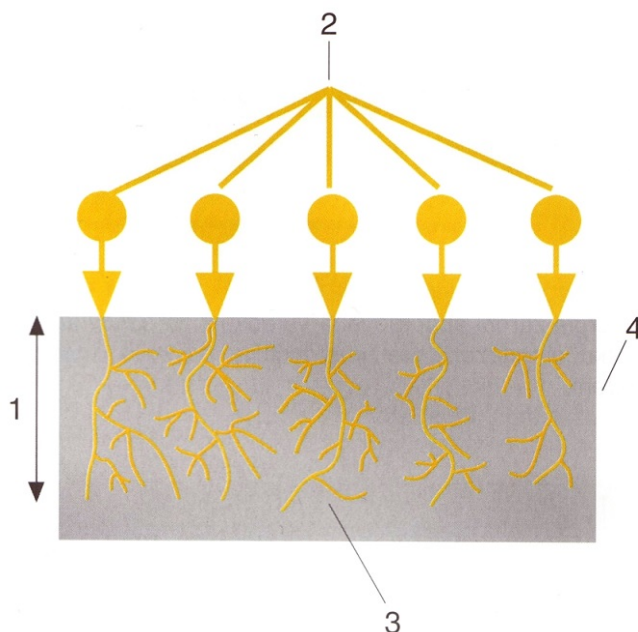
6.4 Princip síťování

Princip radiačního síťování se liší podle druhu použitého záření tj. gama nebo beta. Kdy gama záření je tvořeno elektromagnetickými vlny a záření beta je tvořeno částicové záření (elektronové).

Základním rozdíl mezi těmito druhy záření spočívá v prostupnosti materiálem a intenzitou dávky. Záření beta využívá vysoké intenzity dávek ozáření ale má omezenou hloubku vniknutí. Záření gama umožňuje vysokou schopnost penetrace při nízké intenzitě dávky ozáření. Pro většinou polymerních materiálu se využívá záření beta z důvodů potřeby vysoké dávky ozáření pro zasítování. Záření gama se využívá pro objemově tvarových a složité díly.

6.4.1 Elektronové záření (beta)

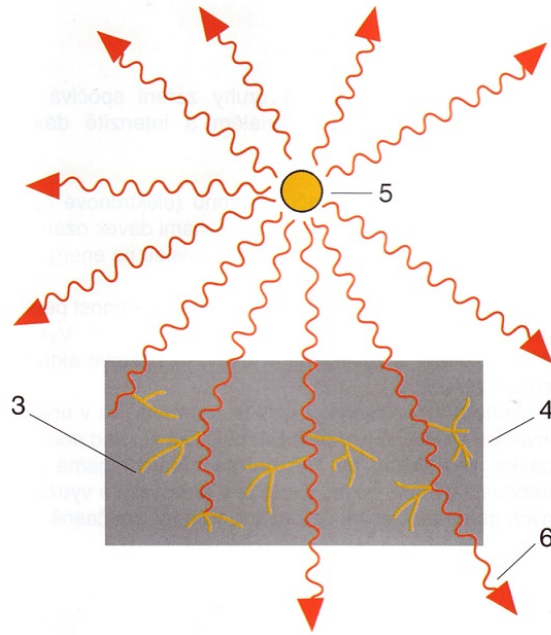
K zasítování dochází vlivem pronikání elektronů do materiálu. Uvnitř materiálu dochází k aktivaci a ionizaci molekul.[21]



Obr. 15. Princip beta záření. 1 - hloubka vniknutí elektronů, 2 – primární elektrony, 3 – sekundární elektrony, 4 – ozářený materiál.[21]

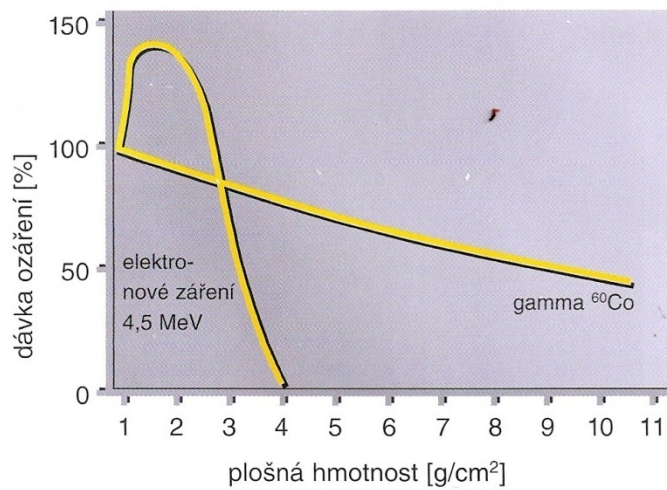
6.4.2 Záření gama

Při pronikání gama záření do materiálu dochází ke vzniku sekundárních elektronů, které způsobí opětovné ionizaci molekul.



Obr. 16. Princip gama záření. 5 – zapouzdřený zdroj záření Co^{60} , 6 – γ – kvanta.

Závislost schopnosti penetrace gama a beta záření je znázorněno na Obr. 17.



Obr. 17 Hloubka penetrace gama a beta záření. [21]

7 DEGRADACE A STABILITA

Dlouhodobá degradace materiálu vystavených ionizujícím záření při jejich použití je v centru zájmu. Příslušné aplikace zahrnují jak post expoziční účinky v materiálech podrobených zpracování zářením (zesíťování, roubování, sterilizace atd.).

Polymerní materiály vykazují široké spektrum radiační stability. Odolnost proti záření je silně ovlivněna několika faktory, zahrnující molekulovou strukturu, přítomnost určitých přísad.

Na polymery mohou podléhat změnám vlivem faktorů, které na ně působí. K změnám může docházet vlivem zpracovatelské teploty či mechanického namáhání.

Degradační procesy můžeme rozdělit do několika skupin

- a) Termodegradaci
- b) Fotodegradaci
- c) Mechanodegradaci
- d) Biodegradaci

7.1 Termodegradace

Jedná se o tepelný rozklad polymeru vlivem účinku tepelné energie. Při termodegradaci dochází ke vzniku těkavých produktů o různorodém chemickém složení a uhlíkovém zbytku s nedefinovatelným složením. Termodegradace vzniká zpravidla při průběhu zpracování, tedy kdy polymer je vystaven tepelným změnám.

Odolnost polymeru vůči degradaci závisí na pevnosti vazeb, které jsou v daném polymeru. Při degradaci dochází k odbourávání řetězců dvěma způsoby:

- 1) Statické štěpení: dochází ke štěpení na různých místech řetězce
- 2) Depolymerace: dochází ke vzniku monomeru o vysokém procentu výtěžku[9]

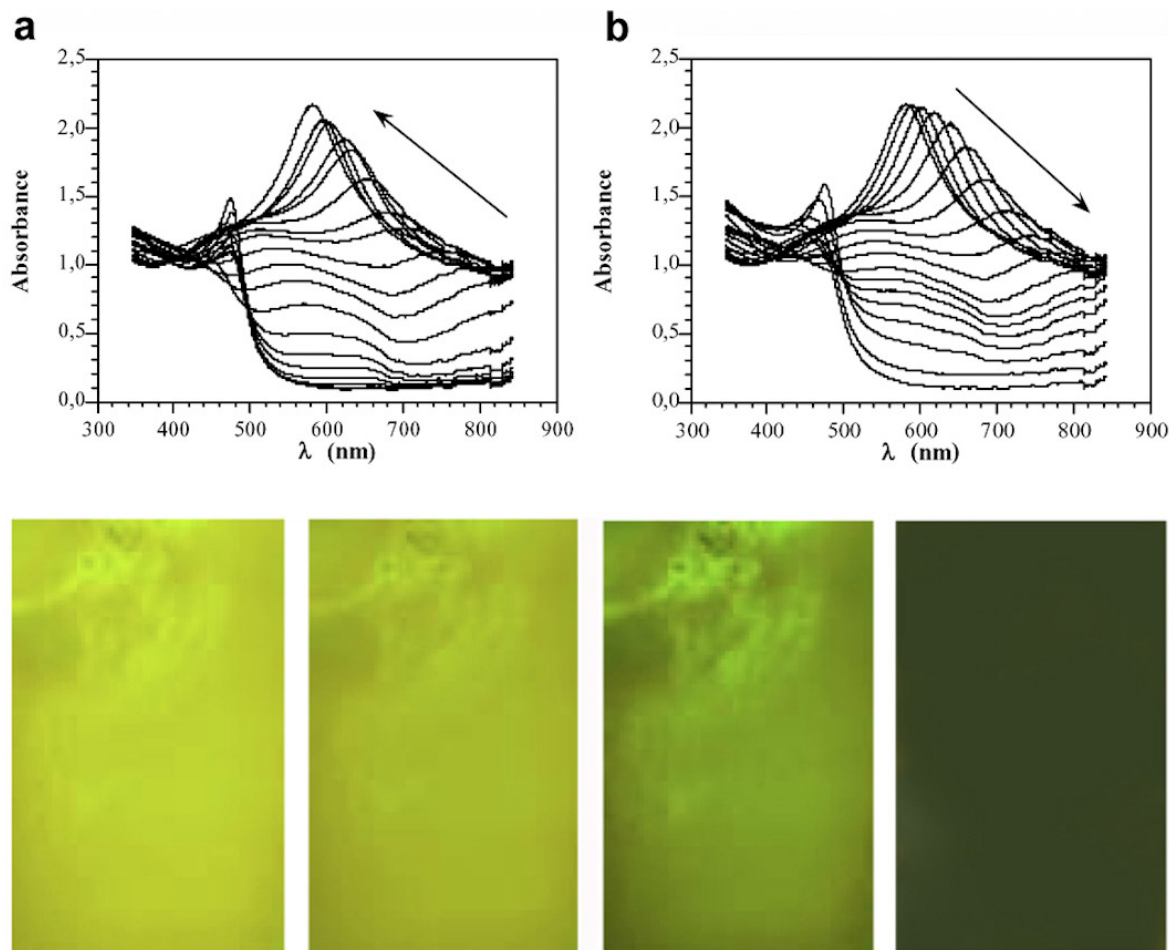
7.2 Vakance a barevnost

Důležitou strukturální změna vyplývající z ozáření, je tvorba nenasycených míst (vakancí). Dochází ke ztrátě řetězců nebo vedlejších skupin, jako například sousední atomy vodíku.

Některé polymery mohou být podrobeny změně barvy při ozáření. K tomuto jevu dochází z důvodu tvorby konjugovaných vazeb nebo radikálů. Například PVC tmavne při

dávkách 50-150 kGy a mnoho polyolefinů mají tendenci žloutnout v dávkách obvykle 100 kGy. Například polystyren odolává barevné změně.

Přičemž malé množství nečistot nebo přídatných látek výrazně podporují barevnou změnu v ozářených polymerních materiálech.[13]



Obr. 18 Změna barvy polymerů [13]

7.3 Zářením indukovaná vodivost

Zářením indukovaná elektrická vodivost se nachází u všech organických polymerů, kvůli generaci iontů. Přičemž indukovaný proud je funkcí dávky. Vodivost se obvykle rozkládá exponenciálně v průběhu dnů nebo měsíců, v závislosti na typu materiálu.[13]

8 TVRDOST

Zkoušky tvrdosti se řadí mezi nejstarší a nejrozšířenější metodám. Metody zkoumání tvrdosti mají výjimečné postavení ohledně materiálových charakteristik. Samotná tvrdost je definována jako odolnost materiálu vůči indentoru (pevné těleso). Z tohoto důvodu je nezbytné charakterizovat rozměry vnikacího tělesa, zkušební zatížení a tvar vzorku. Tvrdost je vlastnost materiálu, která udává jeho schopnost odolávat trvalé plastické deformaci. Vtisková tvrdost je odpor, vyvolaný materiálem, který klade proti vytvoření vtisku. Tvrdost je hodnocena z velikosti trvalé deformace, kterou vyvolá indenter na povrchu vzorku. Důležité je, že indenter nesmí podléhat plastickým deformacím a zároveň musí vykazovat vysokou tvrdost. Při měření tvrdosti dochází u vzorku ke vzniku více osému namáhání. Proto mohou být výsledné hodnoty tvrdosti ovlivněny celou řadou faktorů. Výsledná tvrdost je tak ovlivněna souborem mechanickým a fyzikálních vlastností.

Může záležet na:

1. elastických vlastnostech vzorku (modul pružnosti v tahu a ve smyku)
2. plastických vlastnostech vzorku, zejména na mezi kluzu a na míře deformačního zpevnění vzorku
3. velikosti zátěžové síly a rychlosti, kterou indenter vniká do vzorku

Je nezbytné vzít v úvahu, že stejný materiál může mít odlišné hodnoty tvrdosti.

Z hlediska struktury může záviset na:

1. velikosti zrna (jemnozrnné materiály vykazují větší tvrdost)
2. Teplotě (s vyšší teplotou se vlivem roztažnosti stávají vazby méně pevné)
3. množství cizí příměsí (snižují plastické deformace a zvyšují pevnost)
4. vnitřní pnutí (vzniklé tvářením za studena atd. zvyšují pevnost)

Dále může záviset na atomové struktuře:

1. meziatomová vzdálenost
2. meziatomové síly

Z důvodů uvedených výše nelze jednoznačně charakterizovat tvrdost jako fyzikální veličinu. Lze tedy říci, že tvrdost je jak na fyzikálních tak i na materiálových vlastnostech[4;6;22]

8.1 Zkoušky tvrdosti

Obecně vzato tyto zkoušky patří ke zkouškám nedestruktivním, jelikož nedochází k velkým deformacím, které by ovlivnily funkci a vzhled měřených dílů.

Metodiku tvrdosti lze rozdělit na několik způsobů:

Dle porušení povrchu

1. Staticko – plastické (Brinell, Rockwell, Vickers)
2. dynamicko – plastické (Poldi kladívko, Baumanovo Kladívko)
3. dynamicko – elastické (Shoreho skleroskop, duroskop)

Staticko – plastické jsou nejrozsáhlejší zkoušky v oblasti laboratorního výzkumu.

Další dvě skupiny zkoušek jsou především využívány ve výrobě, kde ověřují požadovanou kvalitu.[4,6;22]

Dle velikosti zatěžující síly

1. zkoušky makrotvrdosti – $2 \text{ N} < F < 30 \text{ kN}$
2. zkoušky mikrotvrdosti – $2 \text{ N} > F$; $h > 200 \text{ nm}$
3. zkoušky nanotvrdosti $h < 200 \text{ nm}$ [4]

Dle principu zkoušky

1. Vrypové:

tvrdým hrotem se vytvoří na broušeném povrchu zkoušeného materiálu vryp a dle šířky vrypu je určena tvrdost.

2. odrazové:

Tvrdost je měřena dle velikosti odrazu závaží.

3. vtiskové:

Tvrdost je definována z velikosti vtisku, způsobeného Indentorem.

Tvrdost se posuzuje podle deformace za působení stálé síly nebo podle síly při stejné deformaci materiálu. Čím menší je odpor proti těmto deformacím, tím menšího zatížení je třeba k dosažení určité deformace, a tím menší tvrdost má zkoušené těleso.

Zkoušky tvrdosti jsou poměrně rychlé a dají se provést přímo bez další úpravy na předmětu, v některých případech lze získat přepočtem z jiné mechanické hodnoty např. pevnost.[4;22]

Platí zásada, že při aplikování stejné metody a stejného zkušebního zatížení, je možno hodnoty tvrdosti porovnávat.

Ve většině případů nelze zjištěné hodnoty tvrdosti převádět na jiné stupnice tvrdosti nebo pevnost v tahu.

9 STATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI

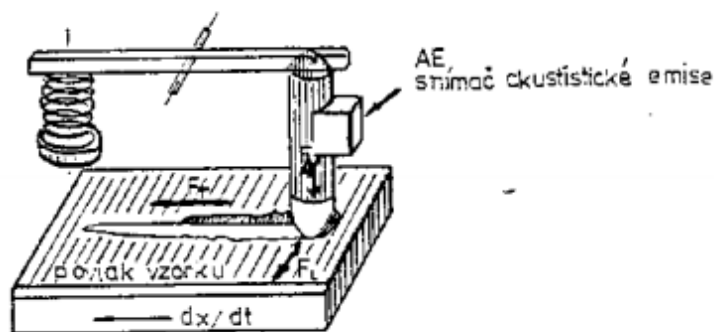
9.1 Zkouška vrypem

Tato zkouška patří mezi nejstarší způsoby zkoušení tvrdosti a její princip byl převzat z mineralogie, kde se ke klasifikaci tvrdosti užívá tzv. Mohseovy stupnice tvrdosti. V stupnici je seřazeno deset nerostů, z nichž každý je schopen vyrýt vryp.

Tab. 1. Sestavení nerostů podle Mohseovy
stupnice tvrdosti[2]

stupeň	referenční nerost	stupeň	referenční nerost
1.	Mastek	6.	Živec
2.	Sůl ka- menná	7.	Křemen
3.	Vápenec	8.	Topas
4.	Kazivec	9.	Korund
5.	Apatit	10.	Diamant

Tyto stupně tvrdosti jsou však příliš hrubé. Zkušebním tělískem je broušený diamant, upevněný ve dvojramenné páce, který má hrot ve tvaru kužele. Diamant se postupně zatěžuje, aby se při pohybu stolu se vytvořil na vzorku vryp o šířce 0,01 mm. Jiný způsob je ten, že se měří šířka vrypu.



Obr. 19 Martensův přístroj k vrypové zkoušce tvrdosti [22]

9.2 Zkouška podle Brinella

Zkouška dle Brinella je jednou ze zkoušek patřící do staticko-plastických zkoušek.

Principem zkoušky je vtlačování kuličky o známém průměru D , na které působí známé zatížení. Po odlehčení se stanoví průměr vtisku d a určí se tvrdost.[4]

Tvrdost se stanoví z následujícího vztahu:

$$HB = \frac{W}{S} \quad (1)$$

Kde: S povrch kulového vrchlíku

W zatížení

Pro povrch kuželového vrchlíku platí tato rovnice:

$$S = D\pi t = \frac{D^2\pi}{2} - \frac{D\pi}{2}\sqrt{D^2 - d^2} = \frac{D\pi}{2}(D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (2)$$

Kde: t hloubka kulového vrchlíku

D průměr vtlačované kuličky

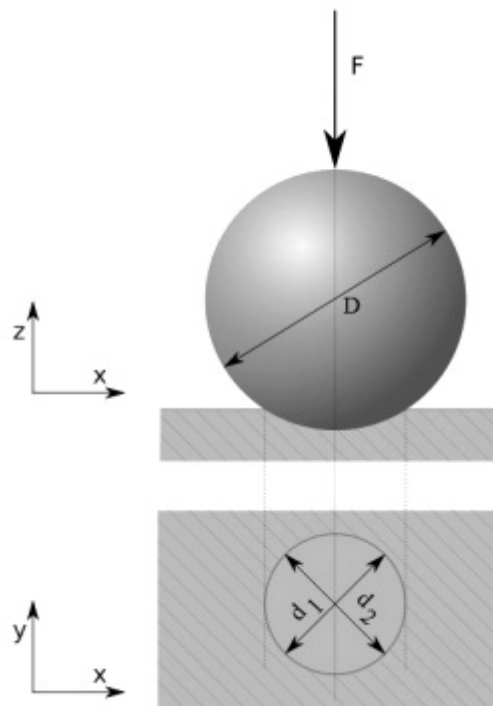
d průměr vrchlíku

dosazením rovnice (2) do rovnice (1) získáme vztah pro Brhelovu tvrdost:

$$HB = \frac{2W}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (3)$$

Průměr kuličky je normalizován. Průměry dle normy jsou 1 mm, 2,5 mm, 5 mm, 10 mm. Volba kuličky závisí na tloušťce zkoušeného materiálu. Zpravidla platí, že minimální tloušťka je desetinásobek hloubky vtisku. Neboť v opačném případě by se mohla ukázat tvrdost podložky.[5;22]

Doba působení a velikost síly je závislá na struktuře materiálu. Z pravidla měkké materiály jsou zatěžovány po delší dobu. U tvrdých materiálů jako jsou slitiny železa, je doba zatížení od 10 do 15 s. U neželezných slitin v rozmezí od 10 do 180 s.[5;22]



Obr. 20 Zkouška dle Brinella[20]

Přesnost měření je závislá na přesném změření vtisku. U Brinellovy zkoušky je měření vtisku poměrně nepřesné. Jelikož vtisk bývá někdy nejasný a asymetrický. Na průměr vtisku má velký vliv i vtažení materiálu po kraji vtisku u materiálu nezpevněného nebo naopak vytažení obvodového valu u materiálu zpevněného. Příčinou další chyby je deformace použité vlačované kuličky (je z kalené oceli). Pro materiály tvrdší než HB=400 není ocelová kulička vhodná a používají se kuličky ze slinutých karbidů.[5,20;22]

9.3 Zkouška podle Rockwella

Zvláštěností této metody měření tvrdosti je, že se neměří vtisk jako u většiny metod, nýbrž hloubka vtisku.

Zkouška je založena na postupném vtlačování vnikacího tělesa do povrchu zkušebního tělesa a následným změřením hloubky vtisku. Indentor je buď diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° nebo kulička z tvrdokovu s normalizovaným průměrem 3,175 nebo 1,585 mm.

Zkušební zatížení je složeno ze dvou částí tj. předběžného o velikosti 98,07 N a přídatného, které závisí na Rockwellově stupnici tvrdosti.[8;22]

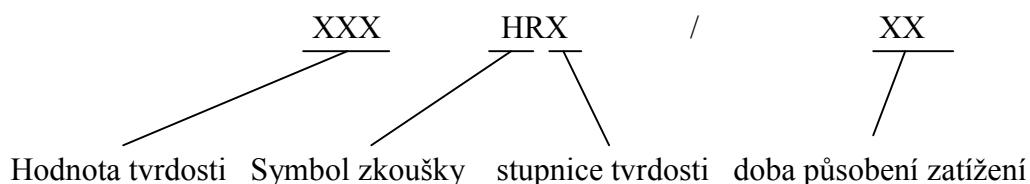
Rockwellova stupnice je rozdělena do několika skupin.

Tab. 2 Stupnice tvrdosti dle Rockwella

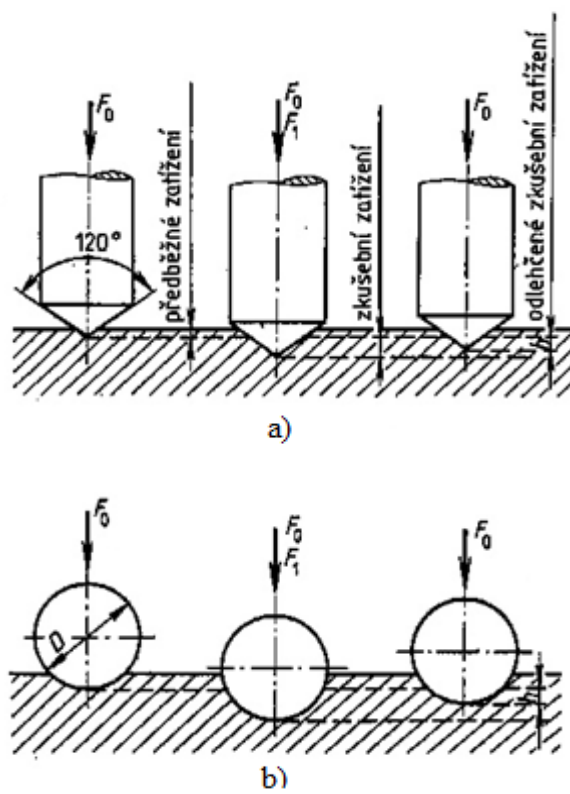
Stupnice tvrdosti	Symbol tvrdosti	Vnikací těleso	Předzátěž F_0 (N)	Celkové ztížení F (N)	Oblast použití
A	HRA	Diamantový kužel	98,07 (10kg)	588,4 (60 kg)	20-88 HRA
B	HRB	Ocelová kulička (1/16")		980,7 (100kg)	20-100 HRB
C	HRC	Diamantový kužel		1471 (150kg)	20-70 HRC
D	HRD	Diamantový kužel		980,7 (100kg)	40-70 HRD
E	HRE	Ocelová kulička(1/8")		980,7 (100kg)	70-100 HRE
F	HRF	Ocelová kulička(1/16")		588,4 (60 kg)	60-100 HRF
G	HRG	Ocelová kulička(1/16")		1471 (150kg)	30-94 HRG
H	HRH	Ocelová kulička(1/8")		588,4 (60 kg)	80-100 HRH
K	HRK	Ocelová kulička (1/8")		1471 (150kg)	40-100 HRK

Postup zkoušky je následující. Indentor (kulička či kužel)dotýkající se povrchu zkoušeného tělesa, je zatížen předběžnou silou (98,07 N). Po dosažení předběžné síly je aplikováno přídatné zatížení (udáno normou). Posléze dochází k odstranění přídatného zatížení (odlehčení) přičemž předběžné zatížení zůstává a odečteme hloubku vtisku. Následná tvrdost se vypočítá dle Rockwellova vzorce.[5;22]

Zápis tvrdosti dle Rockwella:



Metoda je vypracována pro sériové kontrolní zkoušky kalených, zušlechťovaných nebo jinak tepelně zpracovaných ocelí. Hodnoty tvrdosti podle Rockwella nelze převést na jiné tvrdosti nebo pevnost v tahu.[5;22]



Obr. 21 Zkouška podle Rockwella (a) diamantový kužel b) kulička)[5]

10 MIKROTVRDOST

V tomto případě je prováděno vlačování tělesa do povrchu zkoušeného tělesa v rozsahu od 1 g do 1000g. Tyto zkoušky nalezly uplatnění převážně při měření:

- velmi malých a tenkých předmětů
- křehkých materiálů
- vrstev chemicko-tepelného zpracování
- hodnocení svarových spojů
- kovových nebo anorganických povlaků

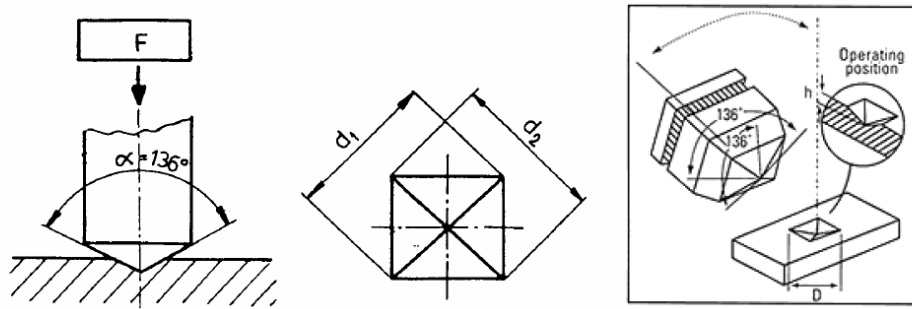
V následující podkapitole budou popsány metody, které se využívají při mikro-
tvrdosti.[22]

10.1 Zkouška podle Vickerse

Indentor je vyroben ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem 136° . Jako materiál byl zvolen diamant. Stanovená tvrdost je určena z úhlopříček vtisku, které vzniknou po odlehčení zkušebního zatížení v materiálu. Zkušební zatížení je voleno podle typu a rozsahu použití. [5;6;22]

Tab. 3 Typy zkoušek a rozsahy použití [6]

Označení	Symbol tvrdosti HV	Zkušební zatížení [N]
Zkouška tvrdosti podle Vickerse	$\geq HV 5$	$F \leq 49,03$
Zkouška tvrdosti podle Vickerse při nízkém zatížení	HV 0,2 a6 HV5	$1,961 \leq F \leq 49,03$
Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse	$HV 0,01 < HV 0,2$	$0,09807 \leq F \leq 1,961$



Obr. 22 Zkouška dle Vickerse[6]

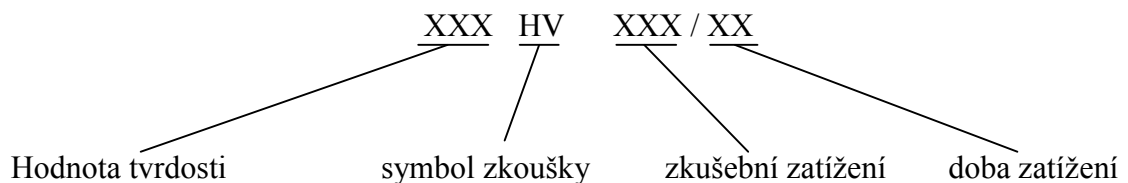
Vickersova tvrdost je definována podílem zatížení a povrchu vtisku.

$$HV = \frac{\text{zkušební zatížení}}{\text{povrch vtisku}} = [\text{MPa}] \quad (4)$$

kde povrch vtisku je dán ze vztahu

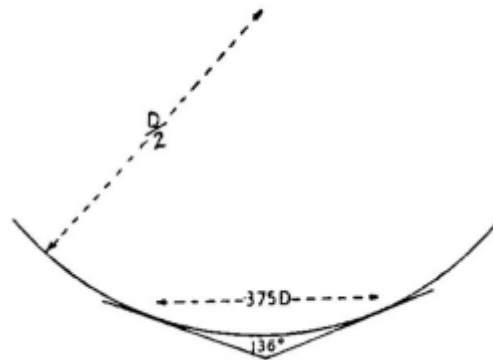
$$S = \frac{u^2}{2 \cdot \sin \frac{136}{2}} = \frac{u^2}{1,8544} \quad (5)$$

Tvrdost podle Vickerse se značí symbolem HV. Za symbol se udává hodnota velikosti zkušebního zatížení a doba působení zatížení.



Počátek indentoru je datován od roku 1922, kdy L. Smith a G. E. Sandland představili světu pravidelný čtyřboký jehlan pro měření tvrdosti. Metodu měření tvrdosti v roce 1925 pak zdokonalila společnost Messrs.Vickers-Amstrong, Ltd.

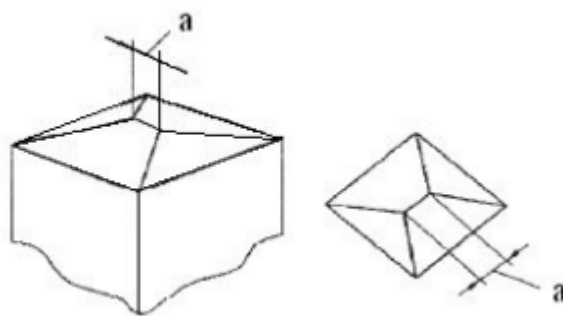
Uhel 136° byl vyvinut z analýz Brinelova testu. U Brinelova testu je využívána normalizovaná kulička, tato kulička ve většině případů vytváří kulové vrchlíky v rozsahu 0,25 – 0,5 průměru kuličky. Budou-li vedeny tečny od kontaktních bodů vtisku pak uhel, který svírají tyto tečny v průřezu je roven 136°.[19]



Obr. 23 Určení vrcholového úhlu

Mezi hlavní přednosti patří možnost aplikování široké škály zatížení. V současnosti je metoda Vickerse vhodná pro měření mikrotvrdomosti a částečně mikrotvrdomosti. Hlavní nevýhodou je, že hodnoty tvrdosti nelze převádět na jiné tvrdosti nebo pevnosti.[5]

Důležitou podmínkou při zhotovování indentoru je tzv. sbíhavost hran do bodu (vrcholu). Z toho vyplývá, že stěny jehlanu musí mít stejný úhel vztahující se k ose kuželu. Tento úhel se může maximálně lišit o $0,5^\circ$. Společná hrana, která vzniká při výrobě, mezi dvěma stěnami nesmí přesáhnout délky $0,5 \mu\text{m}$. [19]



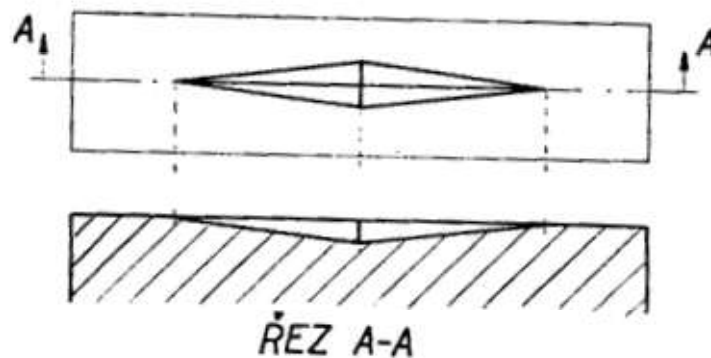
Obr. 24 Podmínka sbíhavosti [19]

10.2 Zkouška podle Knoop

V roce 1939 byl ve společnosti U. S. National Bureau of Standards vyvinut indentor, jenž byl znám jako Knoopův. Účelem vývoje bylo nalezení indentoru vhodného pro zkou-

mání mikrotvrdomosti tenkých plechů a křehkých minerálů, jelikož ostatní geometrie intenderů nebyly vhodné.[19]

Knoopův indentor je vyroben ze čtyřstěnného diamantového jehlanu ve tvaru kosoúhelníku. Úhlopříčky (hlavní a vedlejší) jsou v poměru 7,11:1. Pro vyhodnocení tvrdosti se měří delší úhlopříčka. [3]



Obr. 25 Vzhled vtisku dle Knoopu [2]

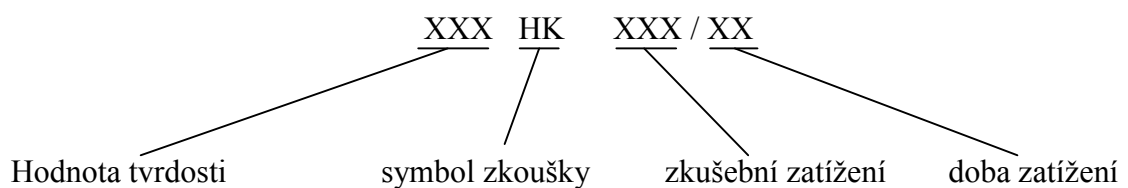
Tvrdomost je definována poměrem zkušebního zatížení k ploše vtisku.

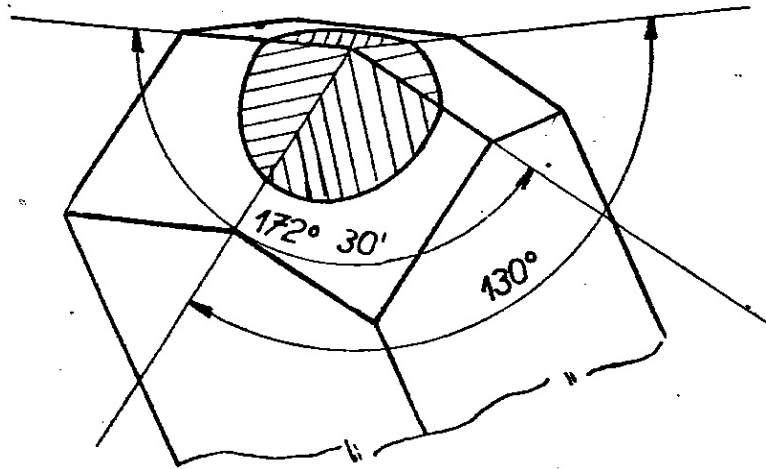
$$HK = \frac{F}{S} = \frac{F \cdot k_1}{l^2 \cdot k_2} \quad (6)$$

kde:

F	zkušební zatížení
S	plocha vtisku
l	délka úhlopříčky
k ₁	korekční faktor daný cejchováním rozměrů použitého tělíska
k ₂	konstanta pro přepočet délky úhlopříčky na plochu vtisku

Tvrdomost dle Knoopu je značena symbolem HK.





Obr. 26 Tvar diamantového jehlanu podle Knoopa [2]

Výhodou je velmi plytký vtisk, který je vhodný pro zkoumání jemných drátů a plechů, součásti povrchově kalených nebo nitrídaných. Dále se využívá ke zkoušení tvrdosti křehkých látek, které se při jiných metodách třítí (sklo, porcelán,...). Další výhodou je tvar diamantu, který umožňuje velmi přesná měření, neboť materiál se na konci dlouhé úhlopříčky nevzdouvá ani nepropadá.

Mezi nevýhody patří jakost povrchu zkoušeného vzorku, kdy povrch musí být velmi pečlivě vybroušen a vyleštěn. Jelikož vtisk nelze přesně proměřit.[3,20;22]

10.3 Zkouška podle Berkoviče

Objev třístěnného indentoru byl, zaznamenán v roce 1951. Důvodem pro zavedení této zkoušky byly problémy s geometrií Vickersova jehlanu tedy s jeho sbíhavostí. U trojstěnného jehlanu tato podmínka odpadá.

Metoda je prováděna nastejném principu jako Vickersova s jediným rozdílem a to ve vtláčovaném tělisku. Berkovičův indentor svírá mezi bočními stěnami a výškou 65° úhel.

Výhodou je, že tělisko díky své geometrii, je méně citlivý na rázy a na neopatrné zacházení. Současně je vyráběn tzv. modifikovaný indentor u něhož byla pozměněna geometrie a to z 65° na $65,27^\circ$. Takto upravený indentor se aplikuje pro nanoindentační zkoušky.[3,20]

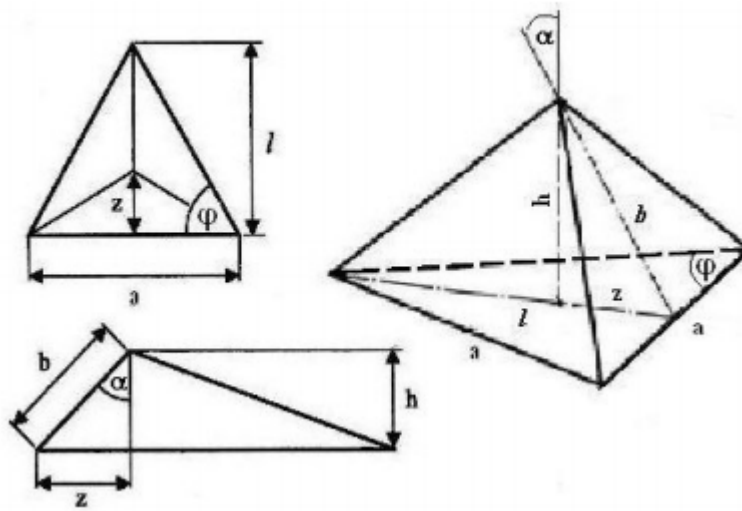
Tvrlost je definována vztahem:

$$H_{ch} = 1570 \frac{F}{l^2} \quad (7)$$

Kde:

F zkušební zatížení

l výška změřená na trojúhelníkovém vtisku

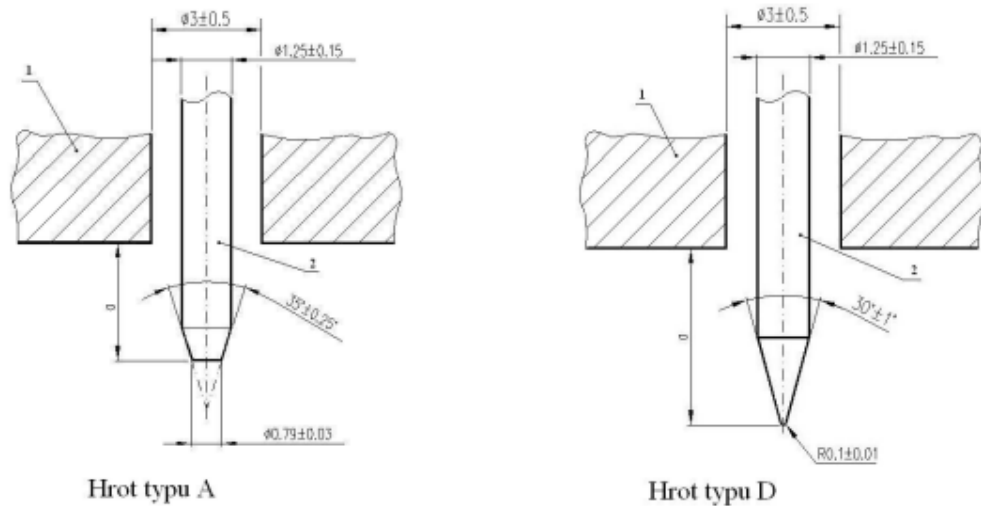


Obr. 27 Schéma tříbokého jehlanu[19]

10.4 Tvrdość Shore

Základem zkoušky je vnikání indentoru do zkoušeného materiálu. Jediný rozdíl je, že tvrdość je nepřímo úměrná hloubce proniknutí.

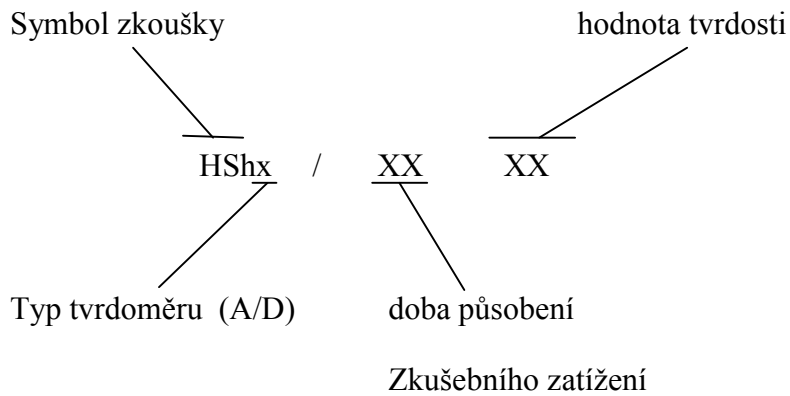
Pro metodu Shore byly vyvinuty dva odlišné indentory. První se využívá pro měkké materiály typ A (seříznutý kužel) a druhý pro tvrdé typ D (kužel).



Obr. 28 Indentory Shore[8]

Dle normy zkoušený materiál musí mít minimální tloušťku 4 mm. Pokud zkušební vzorek tuto podmínku nespĺňuje je možno vrstvit materiál do povolené tloušťky. Samozřejmě dochází při porovnání k rozdílným výsledkům tvrdosti mezi složeným a celobjemovým materiálu. Příčinu lze nalézt v nedokonalém kontaktu mezi vrstvami.

Zápis tvrdosti dle normy[8]:



11 METODA DSI

V předchozí kapitole byly popsány staré způsoby měření tvrdosti, ačkoliv jsou v současnosti stále používány, nejsou schopné změřit tvrdost a jiné mechanické vlastnosti velmi tenkých vrstev. Důvodem je aplikované zatížení. Při malých silách by nevznikla plastická deformace naopak při velkém zatížení by mohlo dojít k destrukci tenké vrstvy.

Z tohoto důvodu byla objevena nová metoda, která umožňuje měřit tvrdost v řádech stovek nanometrů. Principem této metody je detekce hloubky vtisku s okamžitou intenzitou zatížení. Výsledkem této metody jsou specifické grafy (závislost hloubky vtisku na zatížení).

11.1 Intendační křivky

Veškeré mechanické vlastnosti se určují z těchto grafů. Tvar indentační křivky je ovlivněn odporem materiálu. Na následujícím obrázku jsou znázorněny grafy určitých materiálů.

V prvním případě byl testován diamant. Zde je vidět, že došlo k elastické deformaci. Po odlehčení se materiál vrátil do původního stavu z důvodu použití malého zatížení.

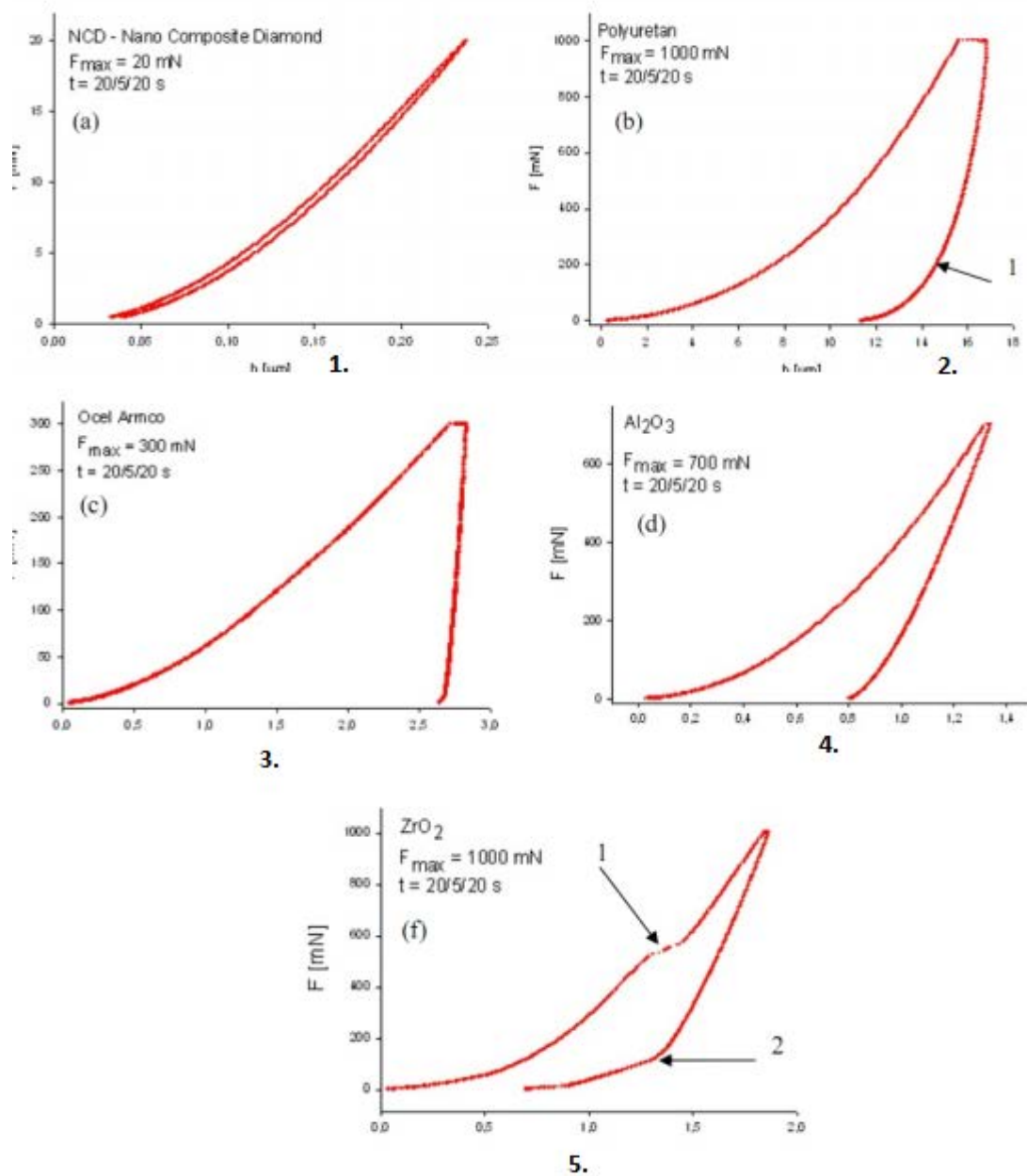
V druhém případě byl testován polyuretan. Materiál vykazoval při konstantním zatížení deformaci (creep).

Na dalším grafu (třetí případ) je znázorněna ocel. U tohoto materiálu došlo k výskytu creepu. Hlavním rozdílem je minimální elastická deformace a převažující plastická deformace.

Vlastnosti keramiky jsou znázorněny ve čtvrtém případě. Zde je patrné, že poměr deformací je přibližně stejný.

Poslední graf znázorňuje křehký materiál s určitým podílem příměsí. Na křivce jsou znázorněny náhlé změny hloubky. Tyto změny jsou způsobeny praskáním materiálu.

Metoda DSI patří k nejpřesnějším způsobům měření tvrdosti. Nevýhodou je, že přesnost výsledků této metody mohou být ovlivněny velkým množstvím faktorů. Mnohdy může docházet k růstu hodnoty tvrdosti při klesajícím zatížení (do 5N). Tento jev může být spatřen u materiálu, které mají rozdílné vlastnosti povrchu vůči zbytku objemu. Oxidovaný povrch může nabývat vyšších hodnot tvrdosti než při velkých zatížení. [19]



Obr. 29 Intendační krřivky[19]

11.2 Zpracování dat

Nejpoužívanější metoda na zpracování dat je Oliver and Pharr. Tato metoda spadá pod multibodové. Účelem multibodové metody je stanovení sklonu tangenty od počátku křivky odlehčení. Hloubka vtisku se následně odečte jako průsečík tangenty s osou x.

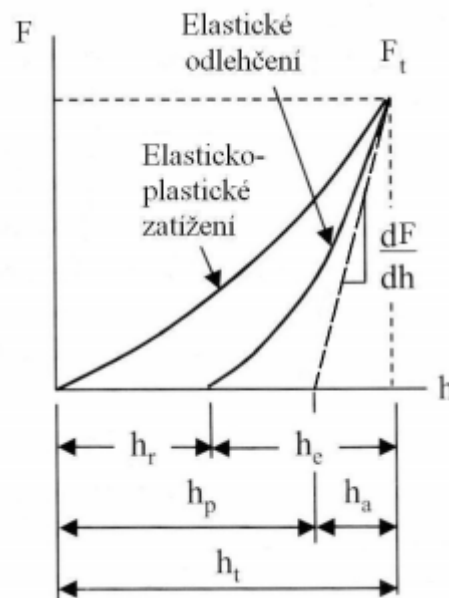
Při odlehčování počítáme s čistě elastickou deformací. Jejíž vztah je definován pro působící sílu a vzdáleností, kterou je schopen indentor urazit.

$$F = \frac{2}{\pi} \cdot E^* \cdot h_e^2 \cdot \operatorname{tg} \alpha' \quad (8)$$

Kde: α' je kombinovaný uhel indentoru

Z grafu, kde je zaznamenána závislost hloubky při zatěžování (elasticko-plastická deformace) a odlehčování (elastická def.) lze určit následující hodnoty:

- h_r hloubka zbytkového vtisku
- h_t hloubka při maximálním zatížení F_t
- h_e hloubka odpovídající elastické relaxaci
- h_a hloubka od kraje kontaktu k povrchu vzorku při plném zatížení
- h_r hloubka zbytkového vtisku



Obr. 30 závislost hloubky při zatížení

Sklon tangenty je určen derivací vztahu (8)

$$\frac{dF}{dh} = 2 \cdot \frac{2 \cdot E^* \cdot \operatorname{tg} \alpha'}{\pi} \cdot h_e \quad (9)$$

Vztah pro kontaktní hloubku je definován:

$$h_p = h_t - \varepsilon \frac{F_t}{dF/dh} \quad (10)$$

Číselná hodnota ε je závislá na geometrii intendoru. Z měření vyplývá, že geometrická směrnice $\varepsilon = 0,75$ pro kuželový intendor.[19]

12 DYNAMICKÉ ZKOUŽKY

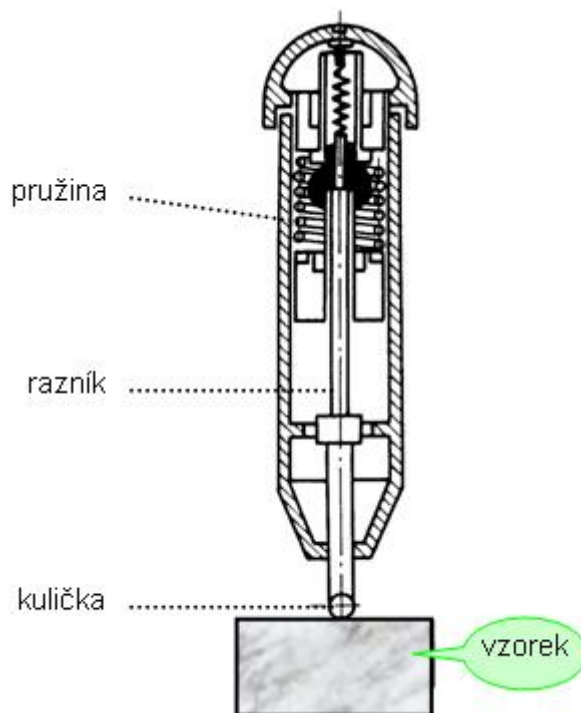
Metody spočívají na měření tvrdosti pomocí pružného odrazu tělíska, padajícího s určité výšky. Energie, kterou má testovací tělísko je po dopadu spotřebována na dvě části. První část je spotřebována na vytvoření trvalé deformace na vzorku. Druhá část energie zapříčiní pružnou deformaci tedy odraz tělíska.

Na výšku odrazu má vliv:

1. **Tvar hrotu padajícího tělíska**
2. **Velikost dopadové energie**
3. **Velikost zkoušeného předmětu**[2;3;22]

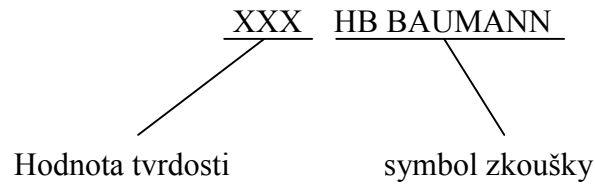
12.1 Baumannovo kladivo

Tvrdoměr využívá k vygenerování zkušebního zatížení soustavu pružin. Pružiny způsobí, že pomocí úderníku je vtlačována ocelová kulička do zkoušeného materiálu definovanou silou. Kulička zapříčiní, že se vytvoří vtisk v materiálu, který se následně pomocí lupy změří a pomocí tabulek je určena tvrdost. Předností metody je, že není nutné používat etalon, protože síla úderníku je stejná. [3;5;22]



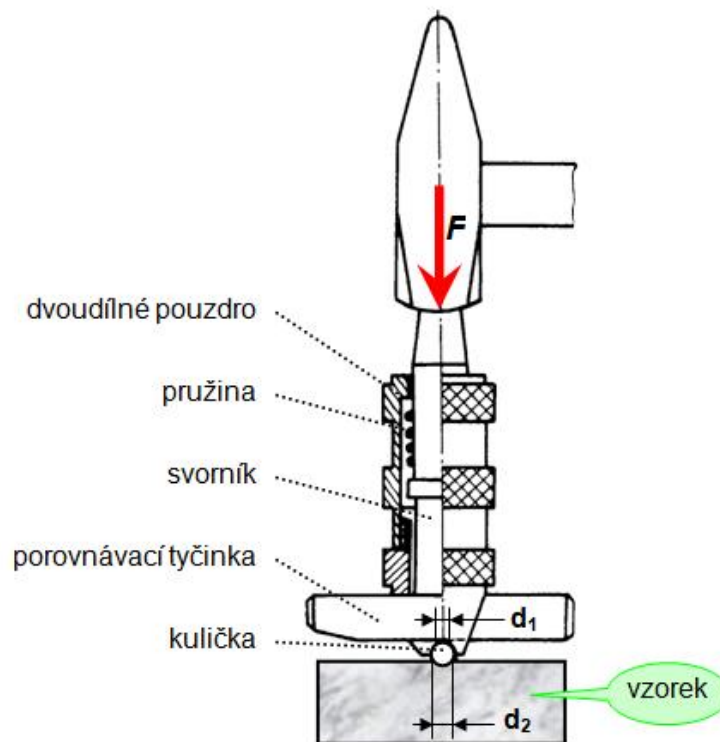
Obr. 31 Baumannovo Kladivo

Zápis tvrdosti je následující:



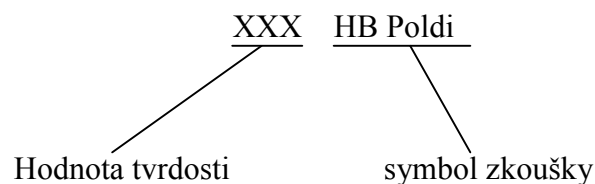
12.2 Kladívko Poldi

Tvrdoměr je založen na porovnávání tvrdosti etalonu (porovnávací tyčinky) a vzorku. Tvrdoměr je přiložen na zkoušený materiál a úderem kladívkem udeříme na úderník. Ocelová kulička vytvoří vtisk do zkoušeného materiálu a do normalizované tyčinky. Pro zhodnocení tvrdosti jsou změřeny oba vtisky pomocí lupy. Porovnáním velikosti vtisků, se určí pomocí tabulek tvrdost materiálu.[3,5;22]



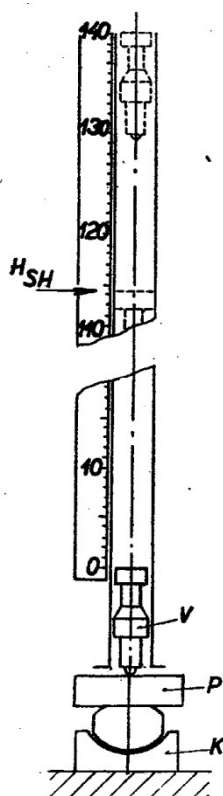
Obr. 32 Kladívko Poldi

Tvrdoměr je založen na porovnávání tvrdosti etalonu (porovnávací tyčinky) a vzorku. Tvrdoměr je přiložen na zkoušený materiál a úderem kladívkem udeříme na úderník. Ocelová kulička vytvoří vtisk do zkoušeného materiálu a do normalizované tyčinky. Pro zhodnocení tvrdosti jsou změřeny oba vtisky pomocí lupy. Porovnáním velikosti vtisků, se určí pomocí tabulek tvrdost materiálu.[3,5;22]



12.3 Shoreho skleroskop

Zařízení je složeno ze dvou částí tj. z průhledné trubičky a tělíska o hmotnosti 2,5g, zakončeným kulovitě vybroušeným diamantem. Za trubičkou je umístěna stupnice, která slouží pro odečtení tvrdosti. Zkušební těleso využívá podtlaku, aby se dostalo do výchozí polohy, kde je ukotveno v čelistech. Po uvolnění z čelistí dopadá tělísko na zkoušený předmět. Po odrazu od zkoumaného vzorku se zjistí tvrdost.[3;22]



Obr. 33 Skleroskop

V- zkušební tělísko

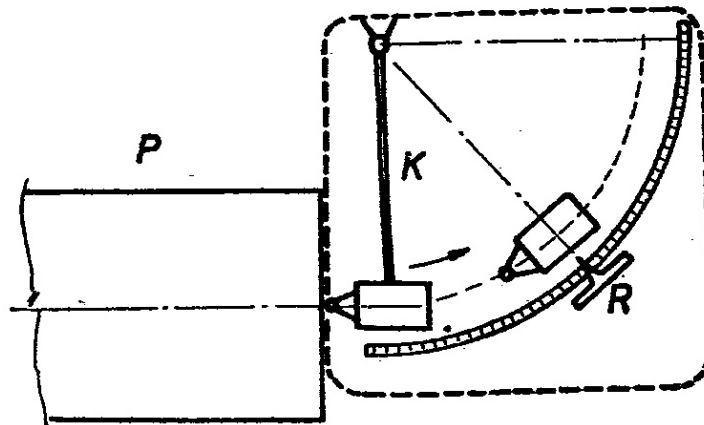
P- zkoušený předmět

K – podložka[3]

Pro použití této metody musí být povrch předmětu hladký. Platí podmínka čím má těleso větší tvrdost, tím se tělísko odrazí výše. Pokud je zkoušený předmět šikmý nebo oblý, využívá se k měření podložek. Značnou nevýhodou je, že po nárazu tělíska dochází ke zpevnění povrchu, což může způsobit zkreslení měření. Z tohoto důvodu se nesmí měřit stejné místo. V současnosti se využívá pro měření tvrdosti tvrzených válců nebo pro zjišťování tvrdosti velmi tenkých vrstev (nitridování,...).[3;22]

12.4 Duroskop

Zařízení je složeno z kladívka upevněného na čepu a volném konci opatřený ocelovou kuličkou. Zařízení pracuje na principu pružného odrazu tak jako skleroskop. Kdy z určité výšky je uvolněno. Při odrazu vezme sebou vlečnou ručičku, která ukáže výšku odrazeného kladívka. Hodnota tvrdosti je následně odečtena ze stupnice.



Obr. 34 Schéma duroskopu, *P* – zkoušený předmět

K – kladívko, *R* – vlečná ručička [2]

Hodnoty zjištěné pomocí duroskopu slouží jako orientační, neboť chyby při měření jsou velké.[2;3;22]

II. PRAKTICKÁ ČÁST

13 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Primárním cílem diplomové práce je zjištění vlivu beta záření (dávky záření 33, 66, 99, 132, 165 a 198) na mechanické vlastnosti polymeru PBT s 35% skelných vláken. Pro zjištění efektu ať už pozitivního či negativního budou tyto vzorky porovnány s neozářeným PBT.

Granulovaný materiál byl zpracován na vstřikovacím stroji firmy Arburg. Posléze byly vzorky vystaveny záření. Po ozáření vzorky byly testovány na tvrdost na stroji MICRO-COMBI TESTER. Výsledky zkoumání jsou názorně graficky zpracovány.

Postup pro vypracování diplomové práce:

1. Vypracování teoretické části
2. Volba a příprava zkušných vzorků
3. Provedení experimentálního měření
4. Statistické vyhodnocení naměřených hodnot

14 ZAŘÍZENÍ PRO EXPERIMENT

V této části kapitoly budou představovány zařízení, které jsem potřeboval pro vyhodnocení a naměření hodnot. Materiál ve formě granulátu byl zpracován na vstřikovacím stroji od firmy Arburg. Měření tvrdosti na zkušebních vzorcích bylo provedeno na tvrdoměru MICRO-COMBI TESTER. Obě zařízení jsou popsány níže.

14.1 Vstřikovací stroj

Německá společnost Arburg je světový výrobce kvalitních vstřikovacích strojů na zpracování polymerů. Společnost nabízí rozmanité spektrum strojů, které se liší uzavíracími silami.

Vstřikovací stroje z řady Allrounder se vyznačují vysokou kvalitou zpracování a výkonností, vynikající dostupností a dlouhou životností. Stroj disponuje spolehlivou uzavírací jednotou, pomocí níž je možné dosáhnout vysoké rychlosti pojezdů tak i pomalého pohybu s velkou silou. Uzavírací je snadno přístupná a umožňuje snadnou a rychlou výměnu forem.

Stroj pracuje s řídicím systémem SELOGICA. Tento program umožňuje intuitivní programování procesů pracovního cyklu prostřednictvím grafických symbolů, což umožňuje snadné seřizování a kontrolu zadaných dat.[17]



Obr. 35 Vstřikovací stroj ARBURG typu Allrounder 420C a Allrounder 170 U[17]

14.2 Parametry při vstřikování

Příprava zkušebních těles proběhla vstřikováním na vstřikovacích strojích firmy ARBURG typu Allrounder 420C a Allrounder 170 U. Parametry stroje byly nastaveny dle doporučení výrobců.

Vstřikovací parametry	
Vstřikovací tlak [MPa]	65
Dráha dávkování [mm]	20
Doba chlazení [s]	20
Teplota formy [°C]	90
T. pod násypkou [°C]	40
Teplotní pásmo 1 [°C]	230
Teplotní pásmo 2 [°C]	250
Teplotní pásmo 3 [°C]	260
Teplotní pásmo 4 [°C]	270
Teplota trysky [°C]	280

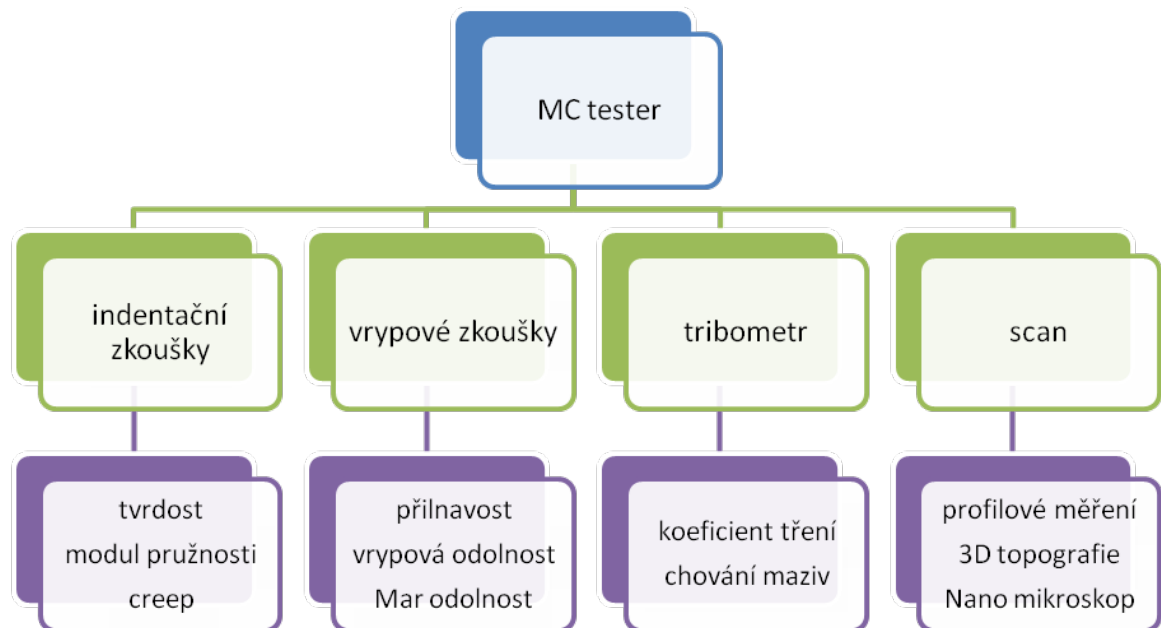
Obr. 36 Parametry při vstřikování

14.3 Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER

Tvrdoměr poskytuje celou řadu způsobů měření z nabízených modulů. Tyto moduly jsou popsány v Obr. 37.

Intendační zkoušky slouží ke zjišťování mechanických vlastností filmů. Tvrdoměr může měřit tvrdost na různorodých materiálech (měkké, tvrdé, křehké).

Princip průběhu zkoušky je následující: Nejdříve se zvolí typ indentoru, který se umístí kolmo na povrch zkoušeného vzorku. Posléze dochází k zatěžování až do určité hodnoty, která je předem nastavená. Po dosažení této hodnoty dochází k odlehčení a materiál začíná relaxovat.[16]



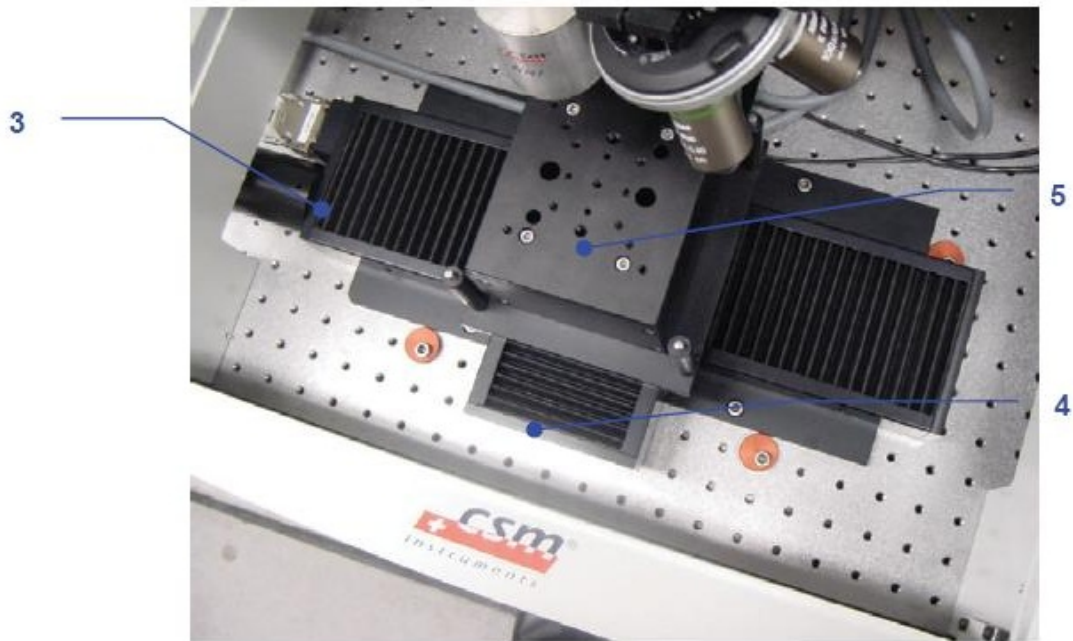
Obr. 37 moduly pro MICRO-COMBI TESTER

Hlavní části tvrdoměru jsou zobrazeny na Obr. 38 a 39



Obr. 38 Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER

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



Obr. 39 Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER

(3 – posuv osa X; 4 – posuv osa Y; 5 – posuv osa Z)[16]

14.4 Parametry při měření tvrdosti.

Měření a volené parametry byly voleny tak, aby splňovali normu ČSN EN ISO 14577.

Zvolené parametry zkoušky:

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

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

15 SÍŤOVÁNÍ VZORKŮ

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

15.1 Síťovací činidlo TAIC (triallylisokyanurát)

Aby bylo možno tento typ materiálu modifikovat pomocí radiačního síťování, je nutné dodat síťovací činidlo. V tomto případě bylo dodáno 5 objem. % TAIC (triallylisokyanurát).

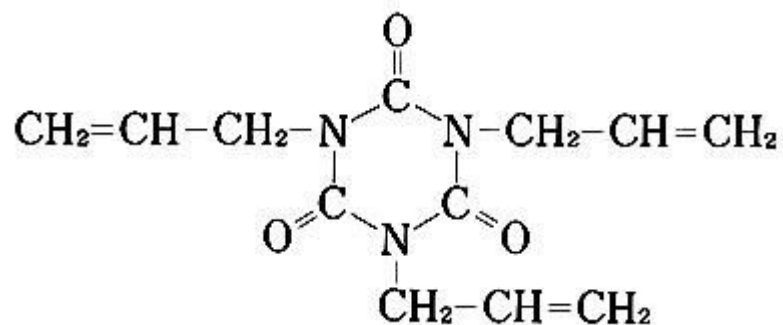
Kvalita zesíťení se zvyšuje dodáním tří funkčních allylových skupin, pomocí trizonoového jádra je vylepšena teplotní odolnost. Jiné typy polymerů mohou být vylepšeny jako kopolymery. Přidáním TAIC při procesu síťování polymerů (také elastomerů) lze výrazně zvýšit:

- 1) Tepelnou odolnost
- 2) Mechanické vlastnosti
- 3) Nasákavost
- 4) Odolnost vůči povětrnostním podmínkám
- 5) Efektivitu síťování

Základní charakteristiky činidla jsou popsány v Tab. 4.

Tab. 4 Vlastnosti činidla

Chemická struktura	$C_{12}H_{15}N_3O_3$
Vzhled	Lehce nažloutlá kapalina nebo bílá tuhá látka
Bod tání	23° - 27°C
Vlhkost	Max. 0,1%
Viskozita	80-110 Pa•s při 30°C



Obr. 40 Chemická struktura síťovacího činidla TAIC

Síťovací činidlo se prodává pod různými typy, které se liší vlastnostmi.

A) TAIC™ M-60

Činidlo je vyrobeno impregnací křemeliny. Produkt je v práškové formě což umožňuje snadné aplikování do gumy atd.

B) TAIC™ M-60

Činidlo je vyrobeno impregnací bílého uhlíku (Chaoit).

C) TAIC™ prepolymer

Činidlo je vyrobeno jako prášek s nízkou těkavostí. Vhodný pro zpracování za vysokých teplot.

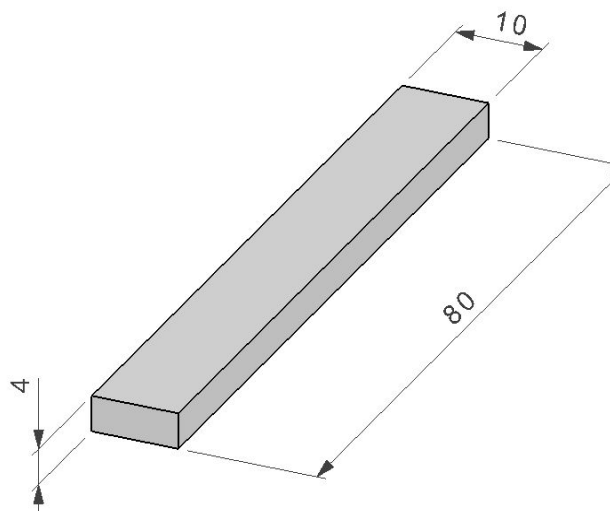
D) TAIC™-6B

Produkt se používá pro materiály PP a PS. U těchto materiálů umožňuje schopnost vysoké teplotní odolnosti[18]

16 MATERIÁL

Pro experiment byl zvolen materiál PBT plněný 35% skelných vláken s obchodním názvem V-PTS-CREATEC-B3HZC * M800/25 od výrobce PTS.

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



Obr. 41 rozměry vzorku

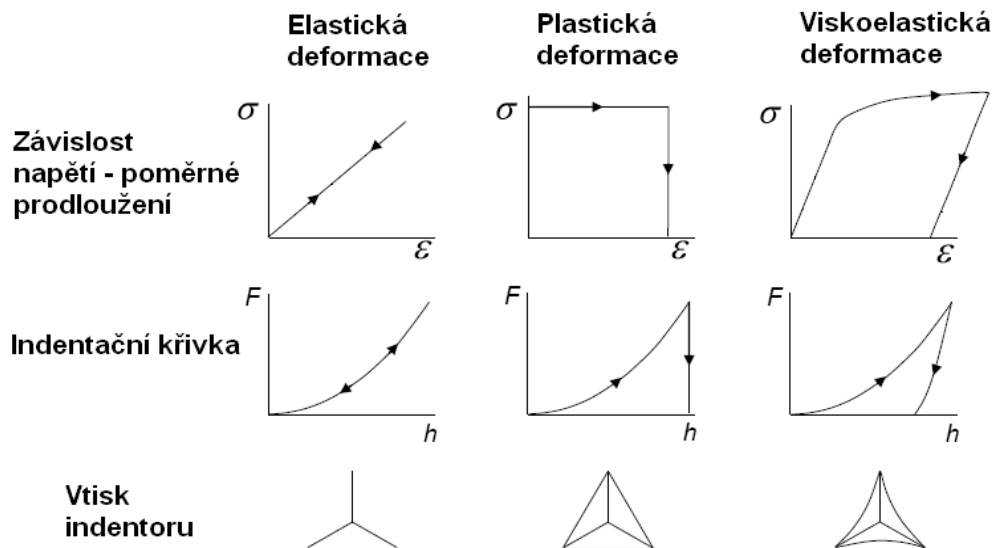
Základní vlastnosti jsou popsány v Tab.5.

Tab. 5 Základní vlastnosti PBT s 35% skelných vláken

Vlastnosti	Jednotka	Norma	Hodnota
hustota	g/cm ³	ISO 1183	1,42
smrštění	%	ISO 294-4	0,4/0,6
Absorpce vody (24h)	%	ISO 62	0,5
Absorpce vody (max)	%	ISO 62	4
Vrubová houževnatost	kJ/m ²	ISO 179-1/1eU	8
Lomová houževnatost	kJ/m ²	ISO 179-1/1eU	40
Prodloužení při přetržení	%	ISO 527-1/-2	2

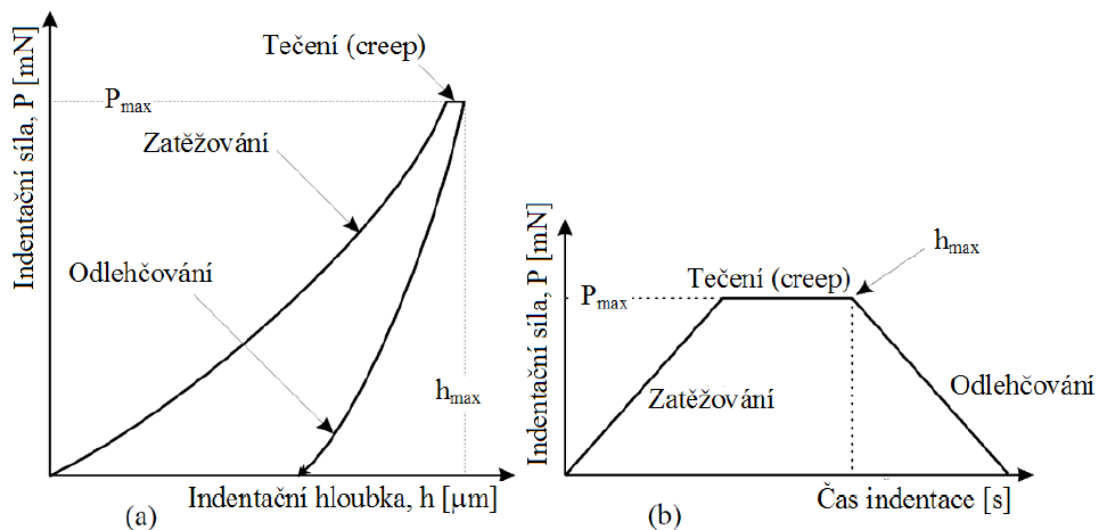
17 MIKROTVRDOST

Při měření tvrdosti pomocí metody DSI (která může být aplikována v širokém sortimentu materiálů) jsou Indentační křivky. Indentační křivky mohou nabývat různých tvarů, tyto tvary jsou ovlivněny reakcí materiálu. Křivky pro hlavní materiály jsou znázorněny na Obr.42.



Obr. 42 Indentační křivky[22]

Principem této metody je měření okamžité hloubky vtisku ve zkoušeném materiálu. V průběhu zatěžování a odlehčování vzniká charakteristická křivka. Tato křivka se skládá ze tří částí první je postupné zvětšování zatěžující síly, druhá část výdrž na maximální síle a třetí část spočívá v odlehčení. Mezi hlavní výhodu patří možnost měření creepu.[7]



Obr. 43 a) Indentační křivka b) časový diagram zkoušky.[7]

18 STATISTICKÉ VYHODNOCENÍ PRAKTICKÉ ČÁSTI

Naměřené hodnoty a následné vyhodnocení je se souladu s normou ISO 14577, která určuje metodu instrumentované vnikací zkoušky stanovení tvrdosti a dalších materiálových parametrů.

Pro experiment bylo zvoleno několik zkušebních zatížení tj. 0,5;1;5 N jehož vyhodnocení je popsáno v této kapitole.

Během experimentu budou následně vyhodnoceny tyto materiálové parametry:

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

18.1 Statistické vztahy

Pro správné vyhodnocení naměřených hodnot je nutno využít několika statistických vztahů.

A) Aritmetický průměr:

Jedná se o statistickou veličinu, jenž je definována jako součet všech náhodných hodnot X_i podělený počtem hodnot.

Vztah pro aritmetický průměr:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} (x_1 + x_2 + \dots + x_n) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (11)$$

B) Směrodatná odchylka:

Ve statistické terminologii je mírou statické disperze. Jedná se o kvadratický průměr odchylek hodnot znaku od jejich aritmetického průměru.

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}. \quad (12)$$

18.2 Naměřené hodnoty

Naměřené hodnoty byly statisticky vyhodnoceny a názorně zapsány do tabulek.

Tab. 6 Naměřené hodnoty při zatížení 0,5N.

	0kGy	33kGy	66kGy	99kGy	132kGy	165kGy	198kGy
HIT	52,058	83,339	83,791	86,836	88,537	107,249	104,604
EIT	1,090	1,789	1,704	1,7 49	1,784	2,469	2,185
CIT	9,962	10,235	9,514	8,178	7,748	7,447	7,686
HVIT	4,914	7,866	7,909	8,252	8,357	10,123	9,873
Welast	1,809E+06	1,299E+06	1,307E+06	1,314E+06	1,249E+06	1,072E+06	1,108E+06
Wplast	3,071E+06	2,526E+06	2,477E+06	2,445E+06	2,278E+06	2,102E+06	2,105E+06
Wtotal	4,880E+06	3,825E+06	3,784E+06	3,889E+06	3,527E+06	3,174E+06	3,213E+06

Tab. 7 Naměřené hodnoty při zatížení 1N.

	0kGy	33kGy	66kGy	99kGy	132kGy	165kGy	198kGy
HIT	53,371	81,802	81,923	88,211	90,530	112,754	105,005
EIT	1,155	1,748	1,632	1,675	1,825	2,174	2,228
CIT	9,481	10,146	9,383	8,342	7,960	7,672	6,726
HVIT	5,037	7,721	7,732	8,382	8,545	10,643	9,911
Welast	4,787E+06	3,542E+06	3,529E+06	3,539E+06	3,479E+06	2,956E+06	3,149E+06
Wplast	8,221E+06	6,861E+06	6,928E+06	7,034E+06	6,206E+06	5,632E+06	5,631E+06
Wtotal	1,301E+07	1,040E+07	1,046E+07	1,077E+07	9,685E+06	8,588E+06	8,781E+06

Tab. 8 Naměřené hodnoty při zatížení 5N.

	0kGy	33kGy	66kGy	99kGy	132kGy	165kGy	198kGy
HIT	57,785	82,182	82,664	91,096	100,000	118,762	113,910
EIT	1,325	1,888	1,862	1,845	1,896	2,604	2,510
CIT	8,967	9,809	8,783	8,402	7,424	7,449	6,744
HVIT	5,454	7,757	7,802	8,654	9,439	11,209	10,751
Welast	4,826E+07	3,94E+07	3,937E+07	3,897E+07	3,682E+07	3,276E+07	3,312E+07
Wplast	8,55E+07	7,58E+07	7,28E+07	7,07E+07	6,49E+07	6,00E+07	5,81E+07
Wtotal	1,33E+08	1,15E+08	1,12E+08	1,11E+08	1,017E+08	9,27E+07	9,12E+07

18.3 Vtisková Tvrdost HIT

Vtisková tvrdost je definována jako míra odolnosti vůči trvalé deformaci nebo poškození tj. míra maximálního zatížení podělená průmětem stykové plochy.

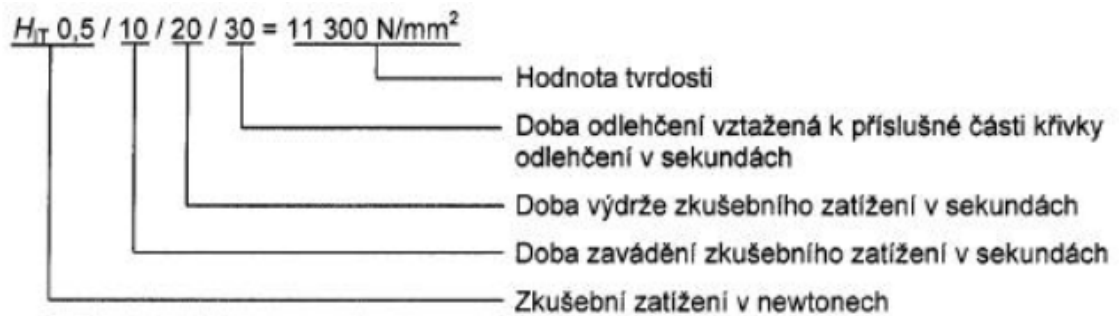
$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} \quad (13)$$

kde: F_{\max} je maximální síla

A_p je průmět kontaktní plochy (teoretická nebo kalibrovaná)

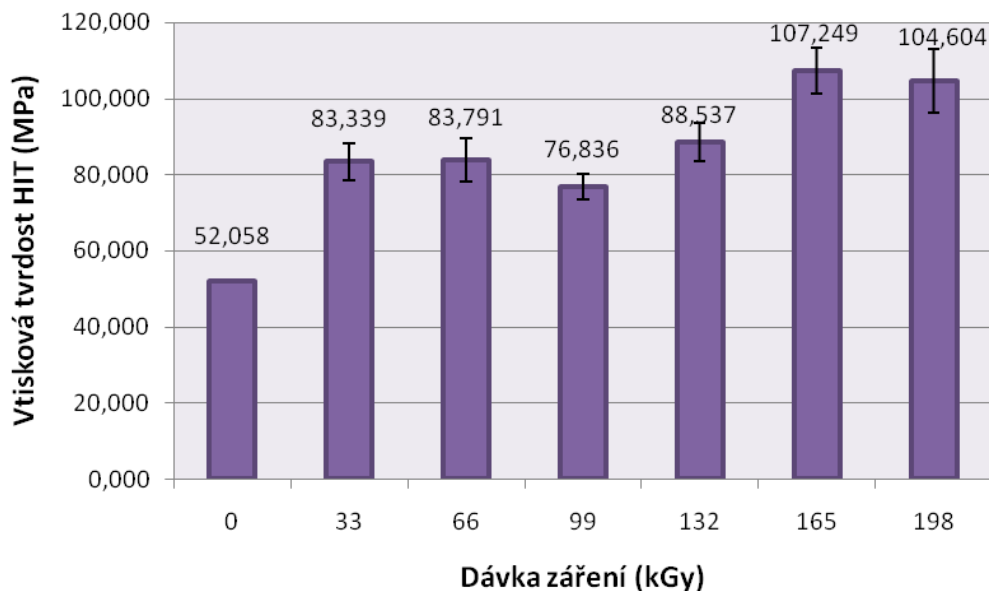
H_{IT} vtisková tvrdost

Dle normy výsledné značení vtiskové tvrdosti



Obr. 44 Příklad značení vtiskové tvrdosti

Z naměřených hodnot vyplývá, že u vzorku, který byl radiačně sítován, došlo k nárůstu vtiskového modulu. Při tomto měření bylo vyvinuto zatížení o síle 0,5N. Nejnižší hodnotu vtiskové tvrdosti vykazoval u neozářeného vzorku. Nejvyšší hodnota byla naměřena při dávce 165 kGy, kdy nárůst vtiskové tvrdosti byl přibližně 106% od neozářeného vzorku.

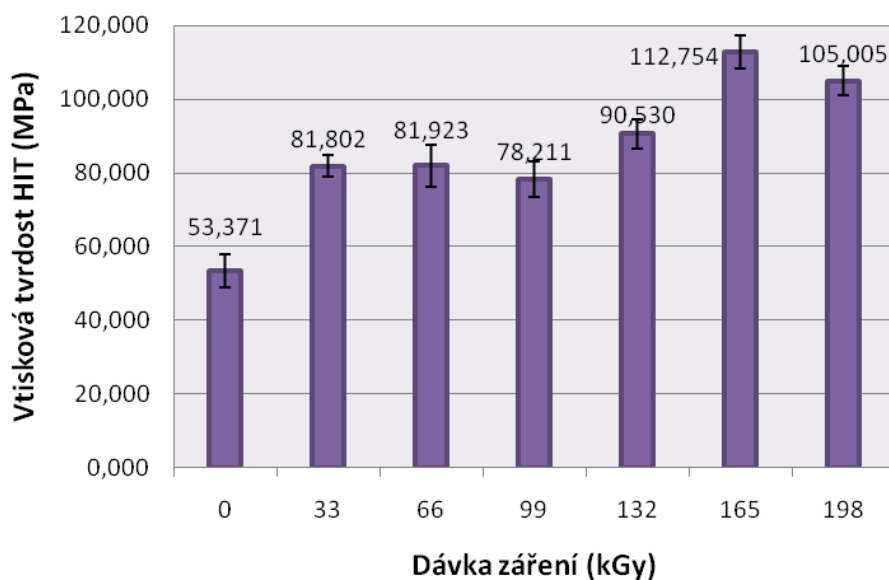


Obr. 45 Vtisková tvrdost PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5N

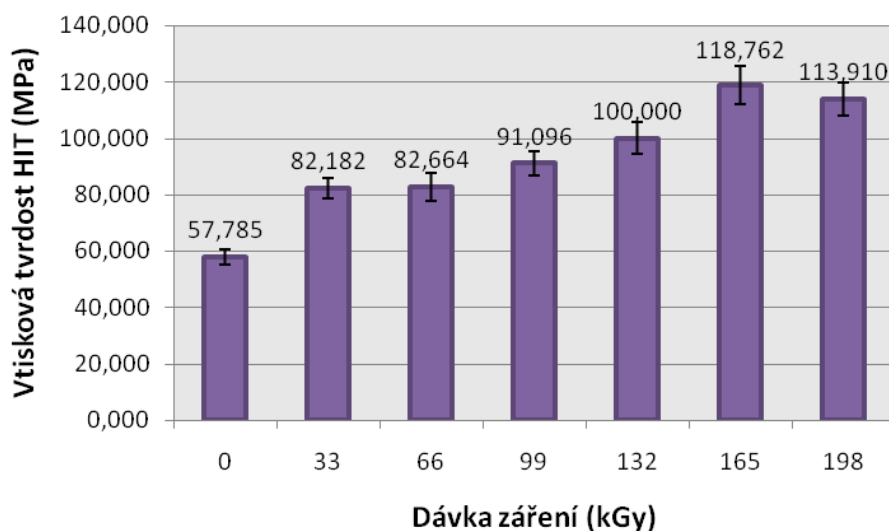
Z druhého měření, kdy byl vzorek vystaven zatížení o velikosti 1 N a stejné velikosti záření, je možné vidět stoupající tendenci vtiskové tvrdosti. Z obr. 46 lze říci, že nej-

nižší hodnotu jsem naměřil u vzorku, který nebyl vystaven záření. Maximální hodnota je při dávce 165 kGy. Nárůst činí přibližně 110%.

Při posledním měření bylo použito zatížení o síle 5 N, jehož výsledky jsou znázorněny v Obr. 47. Z vyhodnocení je možné spatřit totožný průběh grafu jak při zatížení 0,5 a 1 N.



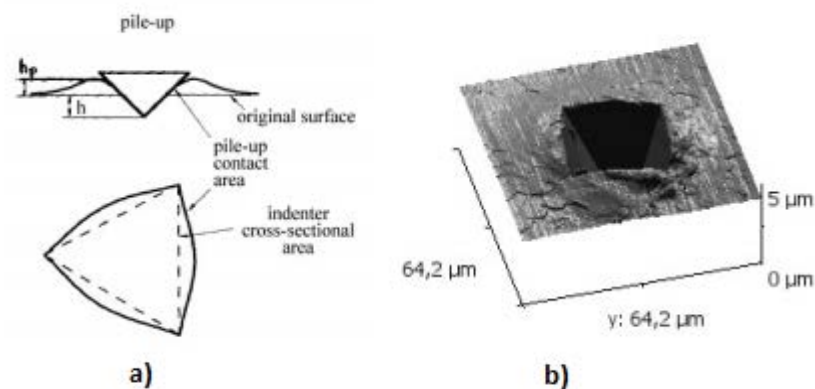
Obr. 46 Vtisková tvrdost PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1N



Obr. 47 Vtisková tvrdost PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5N

18.4 Vtiskový modul E_{IT}

Z instrumentované zkoušky lze určit i vtiskový modul. Modul je zde vyjádřen jako směrnice tečny odtěžující křivky. Hodnoty modulu následně odpovídají Youngověmu (elastickému) modulu. Avšak může docházet k významným rozdílům a to tehdy je-li vtisková deformace provázána formacemi „pile up anebo skin-in“. Jedná se tedy o případy, kdy se při penetraci zkušební vzorku dochází k nahromadění materiálu pod hrotem zkušebního tělíska (pile up). Skin-in je přesným opakem pile up což značí, že dochází k propadu materiálu.



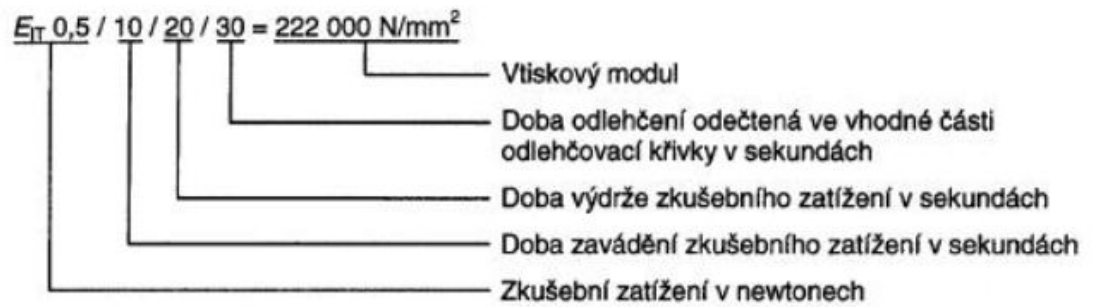
Obr. 48 a) Schéma Pile up b) 3D efekt Pile up[19]

Vzorec pro výpočet vtiskového modulu:

$$E_{IT} = E^* \cdot (1 - \nu_s^2) \quad (14)$$

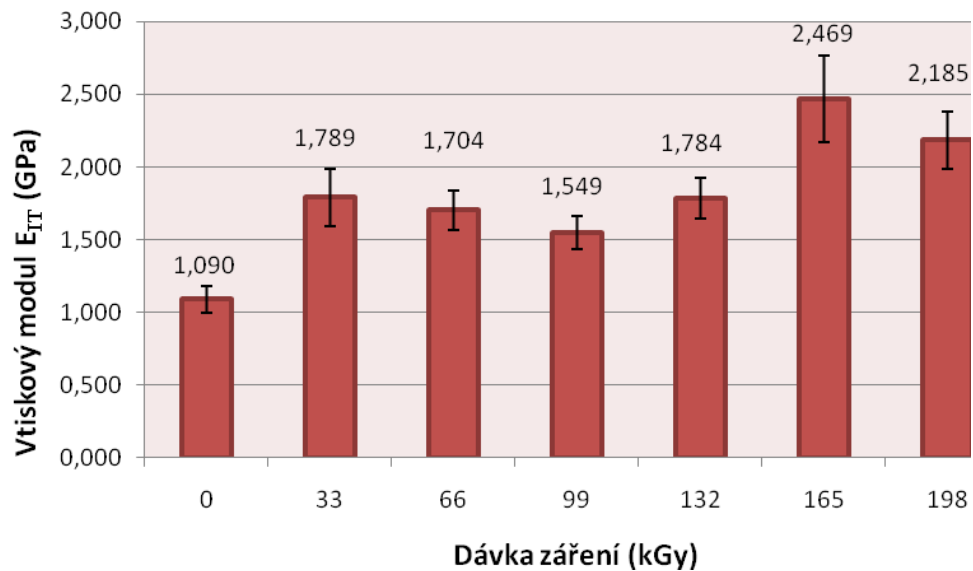
kde: E^* komplexní modul
 ν_s Poissonova konstanta vzorku
 E_{IT} vtiskový modul

Příklad značení vtiskového modulu je následující:

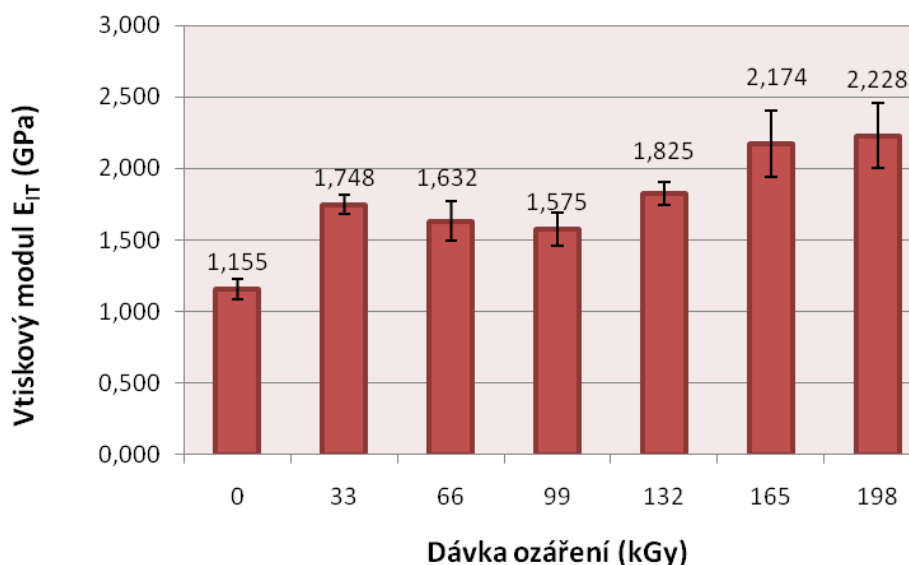


Obr. 49 Příklad značení vtiskového modulu dle normy.

Z měření (při zatížení 0,5N) lze vidět, že nejnižších hodnot nabýval neozářený vzorek. S růstem dávky ozáření docházelo k nárůstu modulu. Maximální nárůst modulu byl při dávce 165 kGy tento nárůst činil přibližně o 126 %.

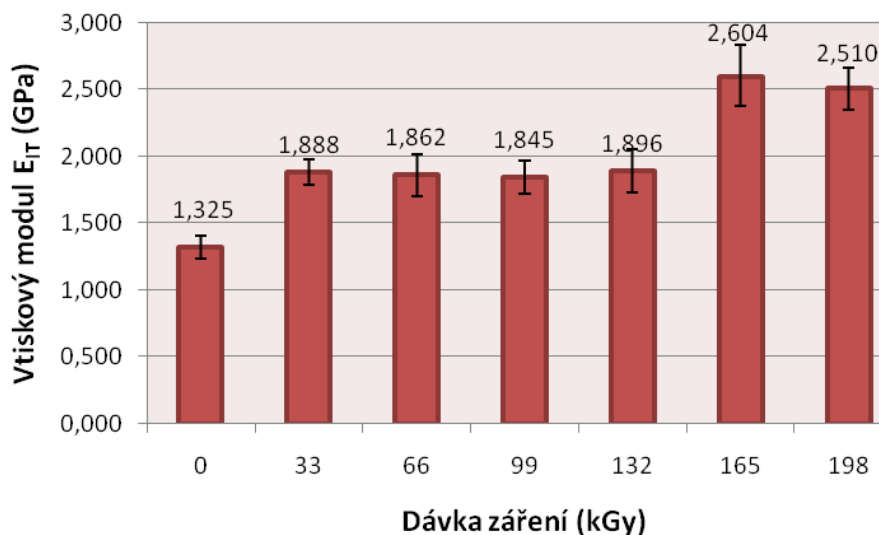


Obr. 50 Vtiskový modul PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5N



Obr. 51 Vtiskový modul PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1N

Z výsledku druhého Obr. 51 (zatěžující síla 1N) a třetího měření Obr. 52 (zatěžující síla 5N) lze říci, že v obou případech minimálních hodnot vykazoval vzorek bez dávky záření. Naopak maximální hodnoty nabývali při různých dávkách záření pro zatížení 1N to bylo při 198 kGy a pro 5 N při 165 kGy. Nárůst vtiskového modulu je přibližně 83% při zatížení 1 N a při zatížení 5 N činí nárůst téměř 97 %.



Obr. 52 Vtiskový modul PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5N

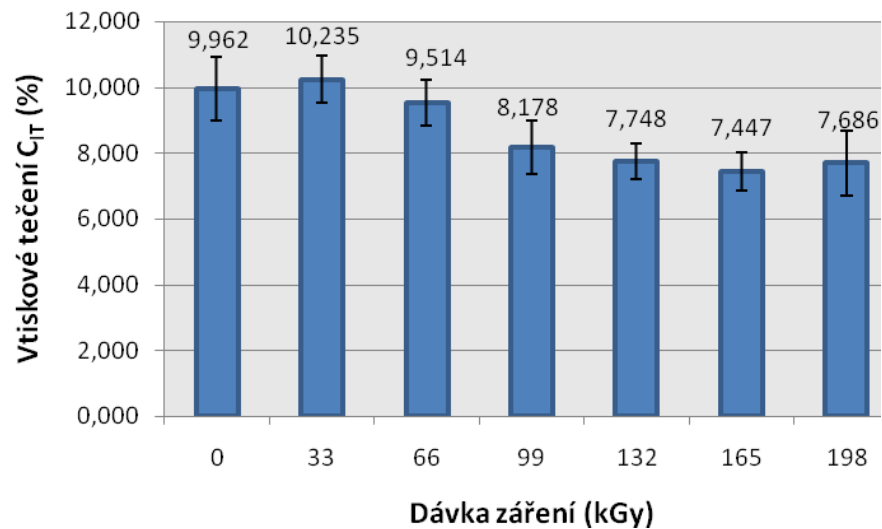
18.5 Vtiskové tečení (Creep)

Jednou z veličin, které je možno změřit při metodě DSI je vtiskové tečení tedy Creep. Creep je definován jako relativní změna hloubky vtisku a je značen C_{IT} .

Vztah pro výpočet Creepu:

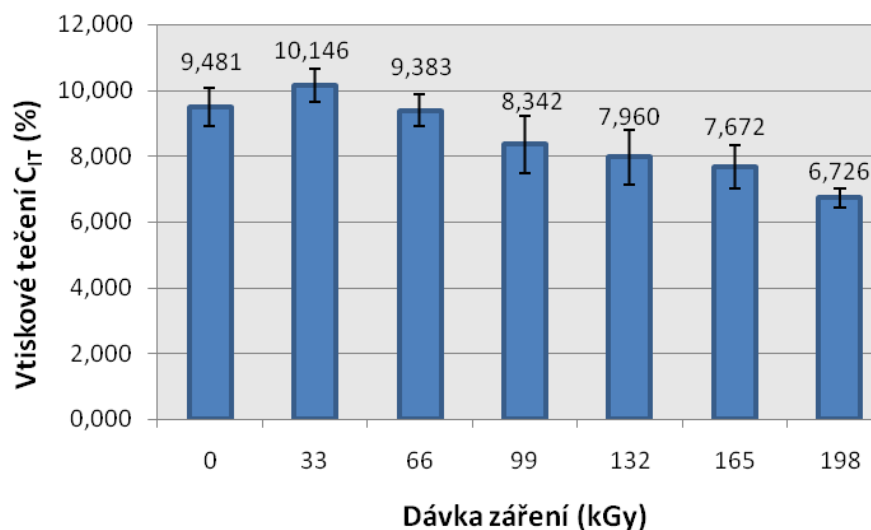
$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100 \quad (16)$$

kde: h_1 hloubka vtisku dosaženého zkušební silou (je udržována konstantě)
 h_2 hloubka vtisku během průběhu zkoušky konstantní silou
 C_{IT} Creep



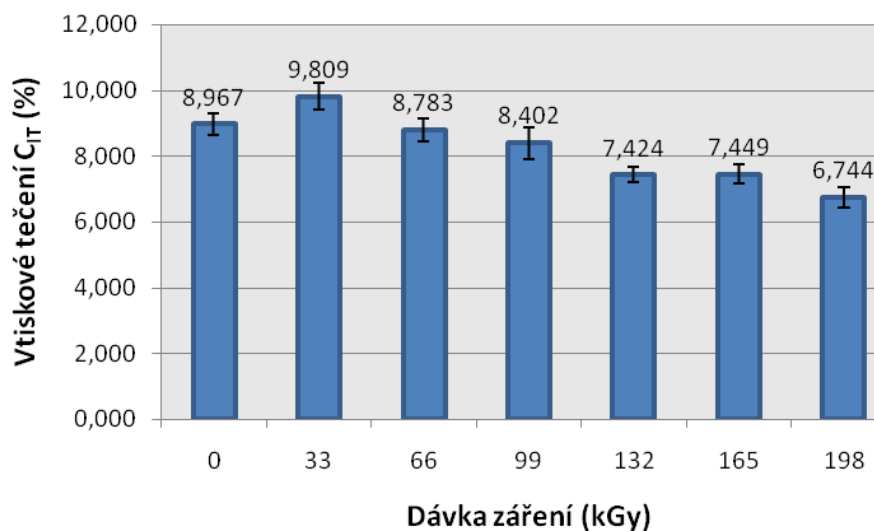
Obr. 53 Vtiskové tečení PBT+35% skelných vláken při zatížení 0,5N

Při zkoumání mikro-mechanických vlastností, mezi něž patří i vtiskové tečení, byla naměřena maximální hodnota 10,2 při dávce záření 33 kGy a minimální 7,4 při 165 kGy (zatížení 0,5N). Procentuální pokles vtiskového tečení je přibližně 27 %.



Obr. 54 Vtiskové tečení PBT+35% skelných vláken při zatížení 1N

Z výsledků měření vtiskového tečení při zkušebním zatížení 1N vyplynulo, že nejvyšší hodnota byla naměřena 9,4 % a nejnižší 6,7%. Rozdíl mezi maximem a minimem je přibližně 35 %.



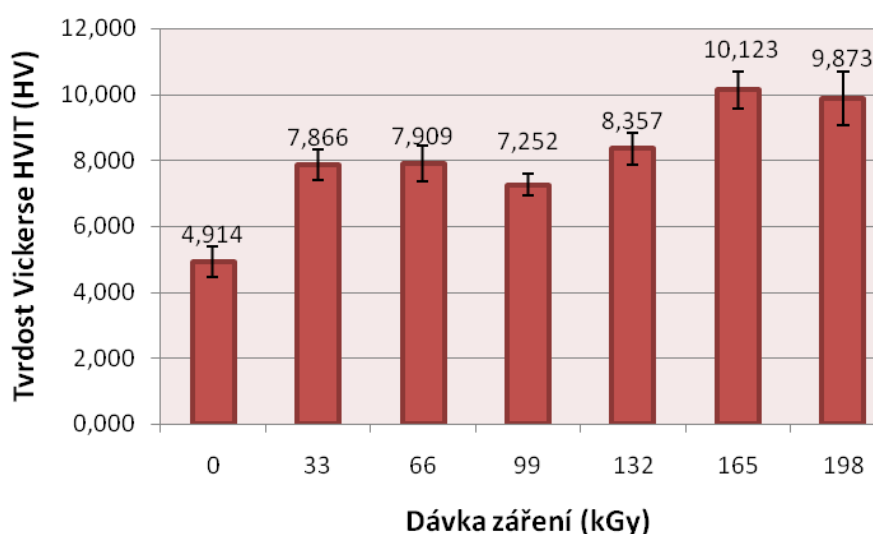
Obr. 55 Vtiskové tečení PBT+35% skelných vláken při zatížení 5N

Největší vtiskové tečení při zatížení 5N bylo naměřeno u druhého vzorku vystavenému 33 kGy dávce záření. Kdežto minimální vtiskové tečení bylo naměřeno při dávce 198 kGy. V tomto případě došlo k poklesu creepu přibližně o 31 %.

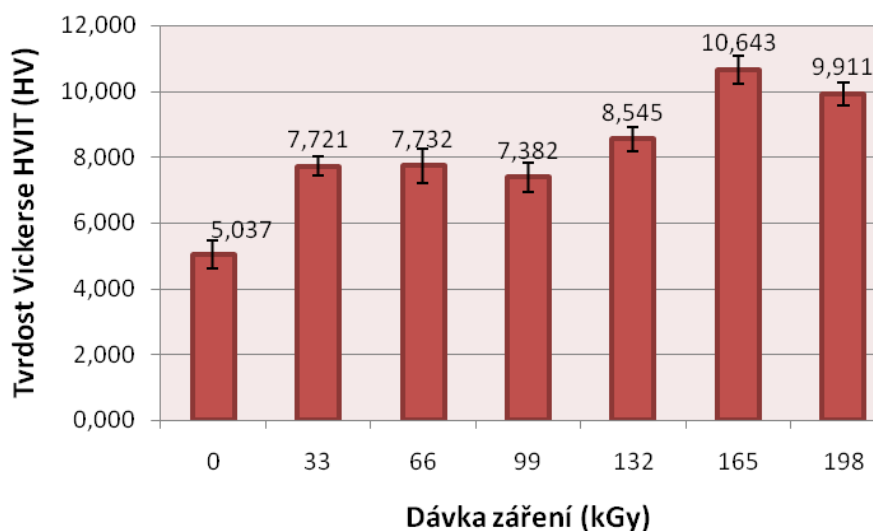
18.6 Tvrdość dle Vickerse

K základním vlastnostem k Vickersově zkoušce patří široká paleta použití. K hlavním výhodám patří vysoká přesnost měření, malý rozměr vtisku a tím i způsobená deformace na vzorku.

Z instrumentované zkoušky tvrdosti (DSI) při aplikovaném zatížení 0,5 N bylo zjištěno, že nejmenší tvrdost byla naměřena u vzorku bez dávky záření tj. 4,9 HV a největší byla naměřena u dávky záření 165 kGy tedy 10,1 HV. Přírůstek tvrdosti byl přibližně 49 %.

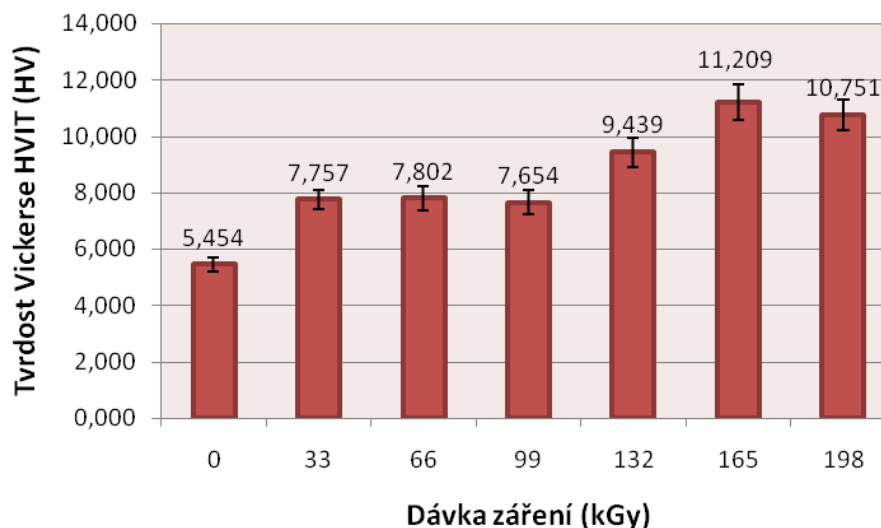


Obr. 56 Tvrdość dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5 N



Obr. 57 Tvrdość dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1 N

Z naměřených hodnot, které byly naměřeny při použitím zkušebním zatížení 1 N, je zřejmé, že minimální hodnota byla přibližně 5 HV. Naopak nejvyšší tvrdost byla dosažena při dávce 165 kGy (Obr. 57). V tomto případě se tvrdost zvýšila o 112 %.



Obr. 58 Tvrdost dle Vickersse PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5 N

Nejnižší hodnotu tvrdosti (Obr. 58) lze spatřit u prvního vzorku, kde byla hodnota rovna 5,4 HV. Nejvyšší hodnota byla spatřena při dávce 165 kGy tedy 11,2 HV. Procentuální rozdíl (maximem a minimem) zde činil přibližně 51 %.

Hodnoty vtiskové tvrdosti dle normy.

$$H_{IT0,5/10/90/10} = 107,2 \text{ MPa}$$

$$H_{IT1/10/90/10} = 112,7 \text{ MPa}$$

$$H_{IT5/10/90/10} = 118,7 \text{ MPa}$$

18.7 Deformační práce

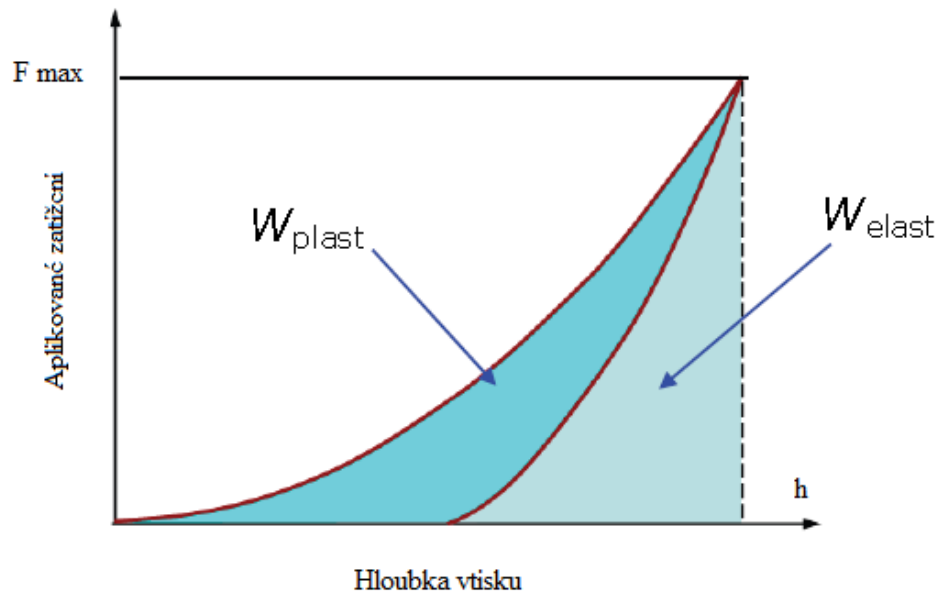
K důležitým parametrům získaných při měření mikrotvrdosti je deformační práce. Deformační práce je složena ze dvou částí. První část obsahuje elastickou (deformační) práci, jenž je reakcí materiálu na aplikované zatížení s vratnou deformací. Druhou částí je plastická (deformační) práce. Tato práce je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

Deformační práci lze definovat z následující rovnice:

$$W_{total} = W_{plast} + W_{elast} \quad (17)$$

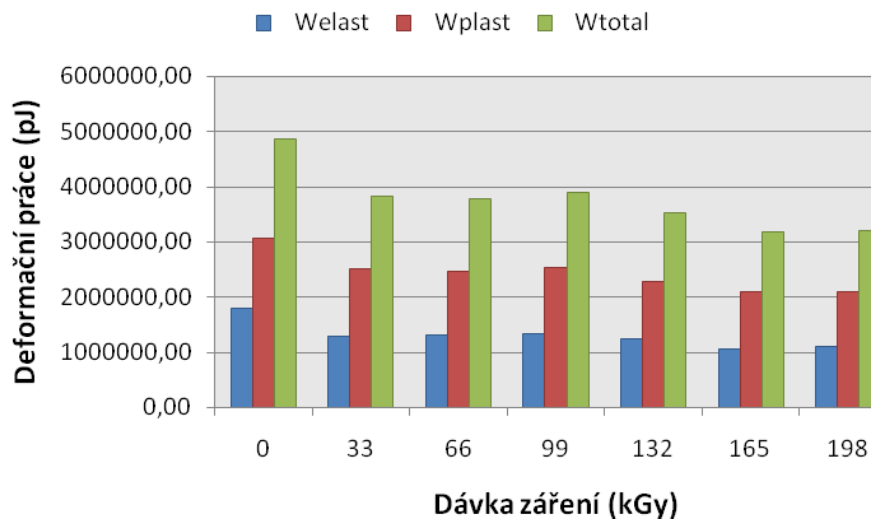
kde: W_{plast} práce plastická

W_{elast} práce elastická

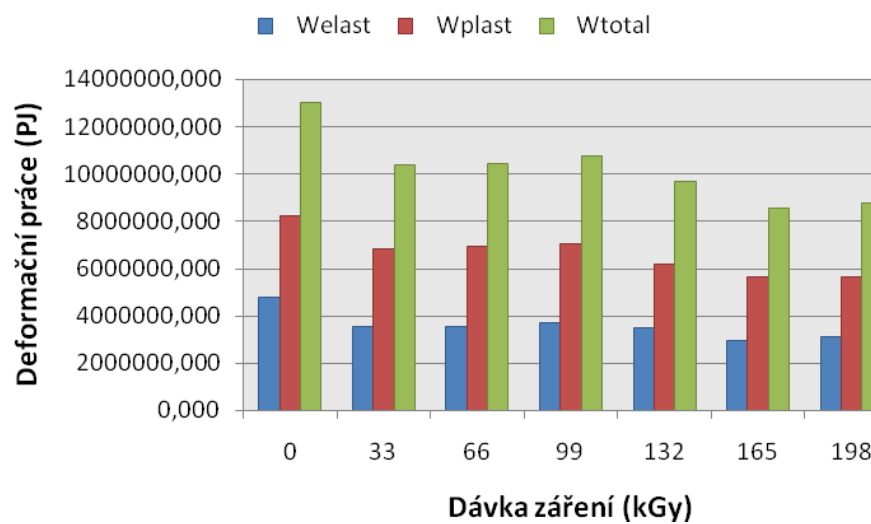


Obr. 59 Deformační práce (W_{plast} – práce plastická,
 W_{elast} – práce elastická)

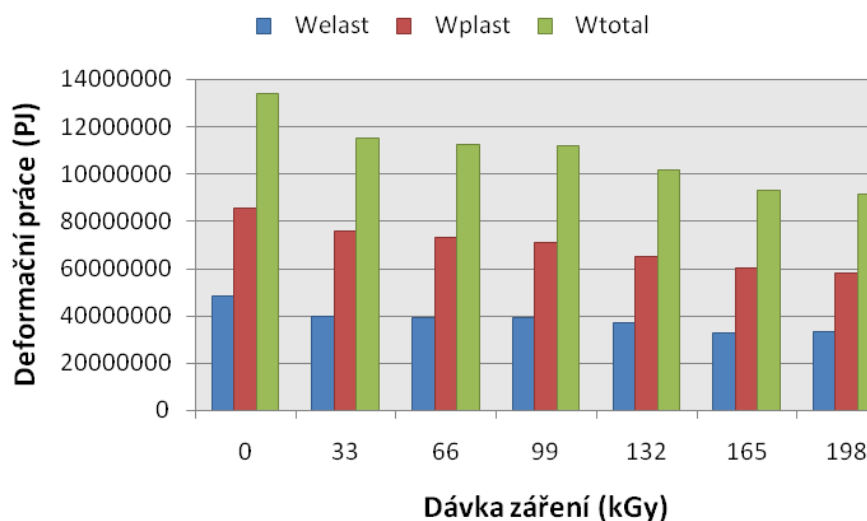
Na následujících obrázcích jsou znázorněny výsledky deformačních prací. Ve všech třech případech převládala práce plastická nad elastickou. Dalším poznatkem je, že se zvětšující se dávkou záření dochází k poklesu deformační práce. Kdy maximální hodnoty byly vždy naměřeny u vzorku, jež nebyl ozářen.



Obr. 60 Deformační práce PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5N



Obr. 61 Deformační práce PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1N

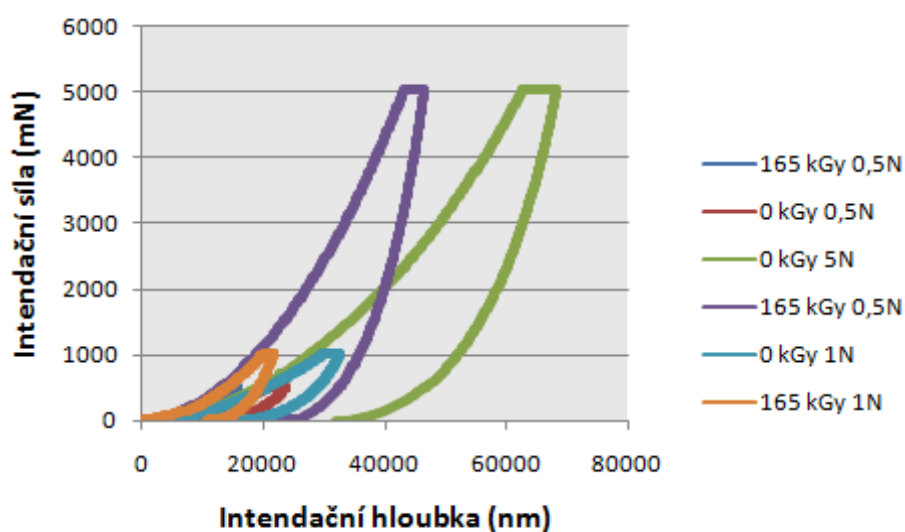


Obr. 62 Deformační práce PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5N

18.8 Mikro-mechanické vlastnosti

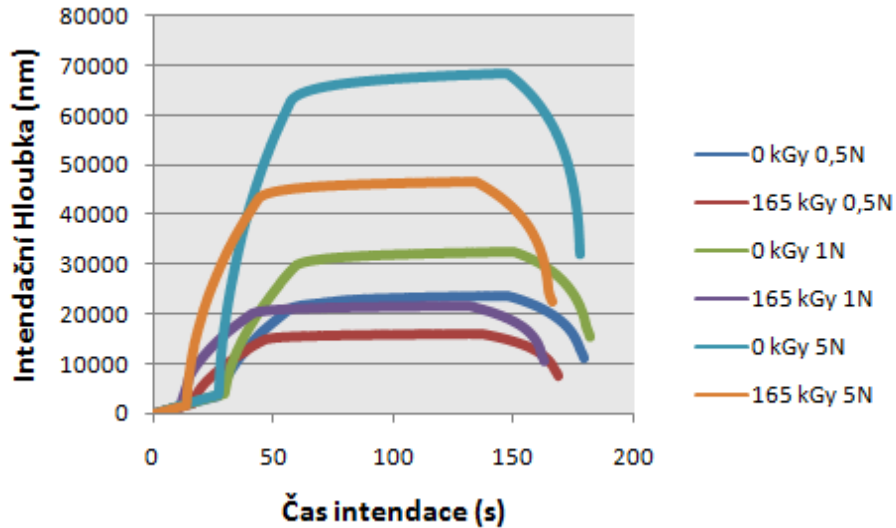
V následující kapitole budou popsány intendační křivky, které jsou hlavním zdrojem informací metody DSI. Křivky budou znázorňovat závislost intendační síly na intendační hloubce a intendační hloubku na čase intendace.

První křivka ukazuje závislost intendační síly na intendační hloubce. Hodnoty pro tyto křivky byly voleny tak, aby porovnávali maximální a minimální hodnoty, které byly zjištěny v předcházejících podkapitolách (tedy dávky 0 kGy a 165 kGy)



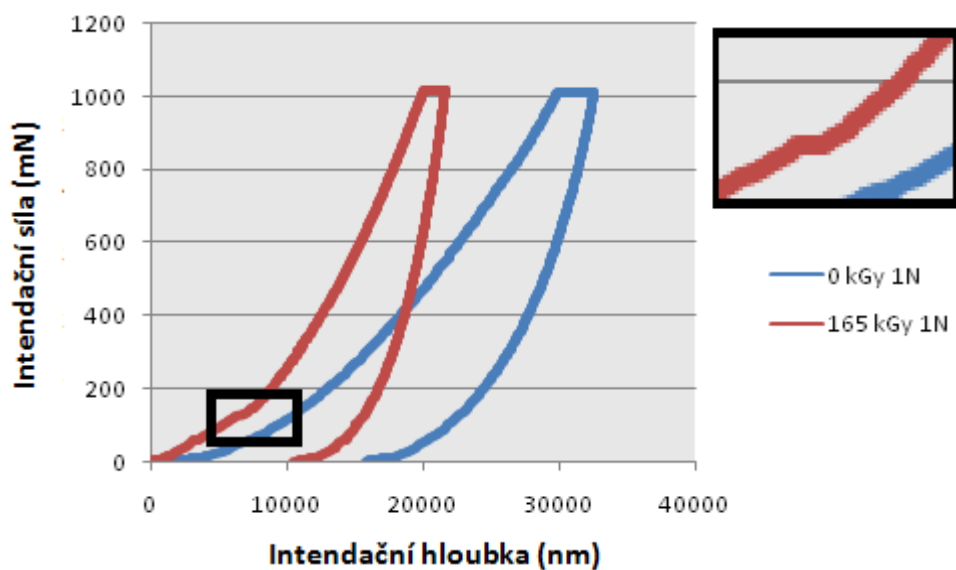
Obr. 63 Závislost intendační síly na intendační hloubce

Z grafu závislosti Intendační síly a intendační hloubky je možné vidět rozdílné křivky mezi neozářeným materiálem a materiálem, který byl vystaven určitým dávkám záření. U materiálu, jenž nebyl vystaven záření, dochází k vytvoření větší deformační práce.



Obr. 64 Závislost intendační hloubky na čase intencace

Z grafu, na kterém je znázorněna závislost intendační hloubky na čase intencace je vidět pokles hloubky vtisku u vzorků vystavených záření. Tento pokles je způsoben nárůstem tvrdosti. Dále lze zde definovat hodnotu creepového chování materiálu a to přibližně v rozmezí 50 – 150 s.



Obr. 65 Skluz intendačních křivek

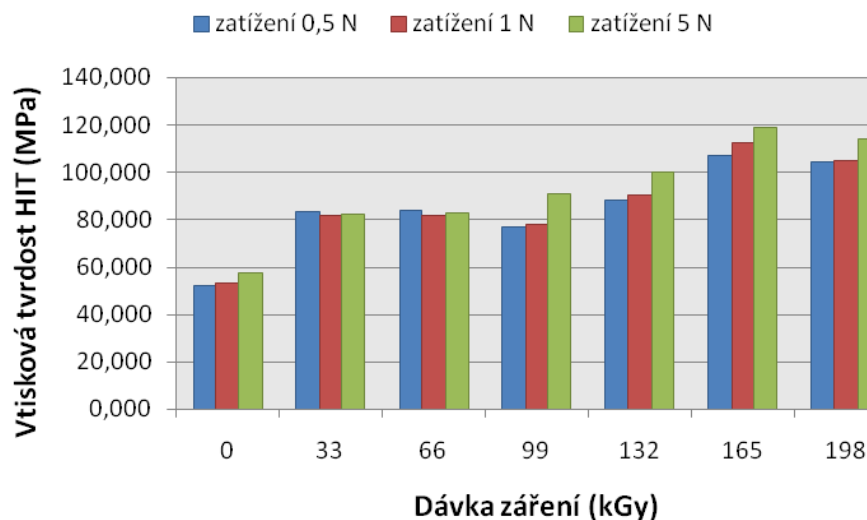
Některé vzorky vykazovali tzv. skluz (Obr. 65). Tento skluz může být zapříčiněn možnou rozdílnou strukturou materiálu. V případě plněného PBT s 35% skelných vláken se jedná o zachycení plniva v polymeru.

19 DISKUSE VÝSLEDKŮ

V následující kapitole budou mezi sebou porovnávány a následně vyhodnoceny.

19.1 Vtisková tvrdost

Grafické srovnání výsledků vtiskové tvrdosti (tj. všechny zatížení) je znázorněno na Obr. 66. Z grafu lze říci, že vznikají nepatrné rozdíly mezi výsledky při nízkých dávkách záření.



Obr. 66 Srovnání výsledků vtiskové tvrdosti při různých zatížení

Během experimentu, kdy bylo aplikováno tři testovací zatížení, došlo k zjištění, že největší vtisková tvrdost byla dosažena při 5 N. Procentuální rozdíl největších vtiskových tvrdostí je přibližně 10% mezi 0,5 a 5N. V druhém případě (1 a 5 N) je rozdíl okolo 5%.

19.2 Vtiskový modul

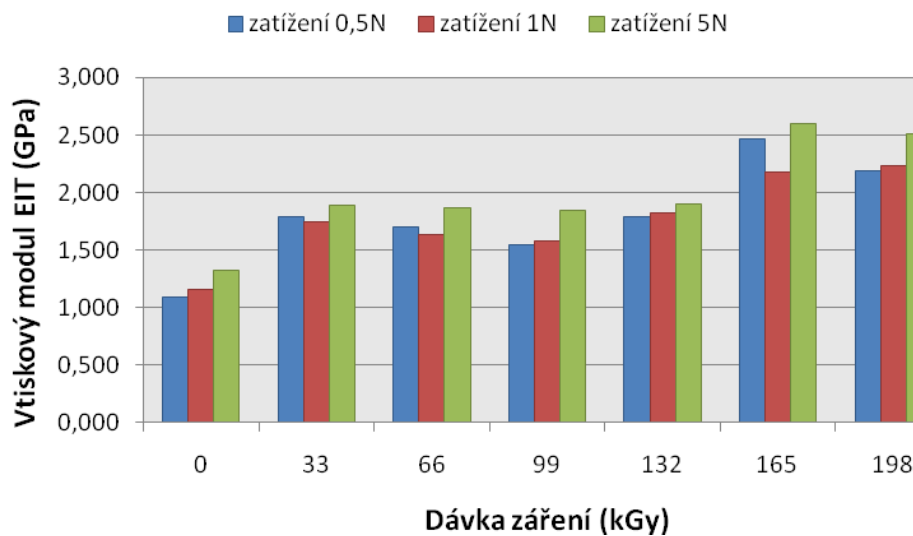
Druhou veličinou je vtiskový modul. Při srovnání výsledků zjišťují, že hodnoty při zatížení 0,5 a 5 N vykazují přibližně stejnou tendenci nárůstu vtiskového modulu. U měření při zatížení 1N došlo ke změně v dávce 165 a 198 kGy.

Výsledky maximálních hodnot jsou popsány dle normy ČSN EN ISO 14577-1. Tyto výsledky mají přibližně stejnou hodnotu.

$$E_{IT0,5/10/90/10} = 2,4 \text{ GPa}$$

$$E_{IT 1/10/90/10} = 2,2 \text{ GPa}$$

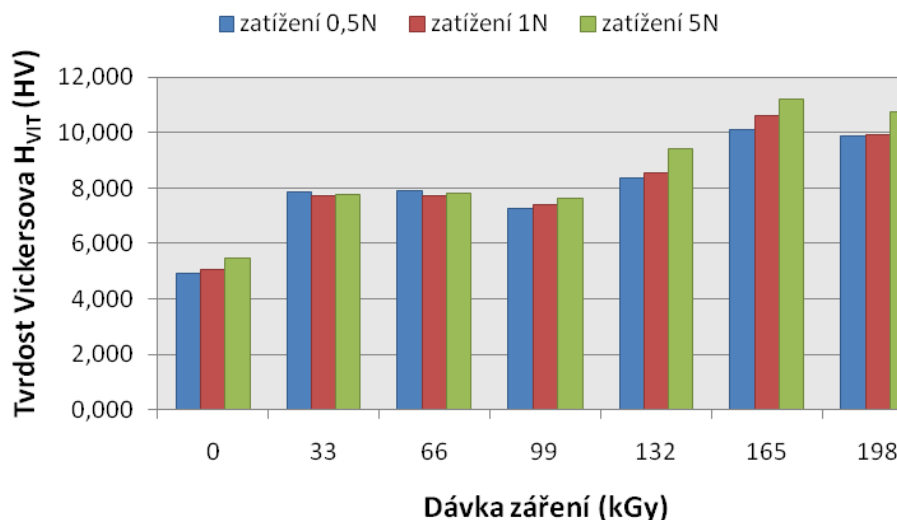
$$E_{IT5/10/90/10} = 2,6 \text{ GPa}$$



Obr. 67 Srovnání výsledků vtiskového modulu při různých zatížení

19.3 Tvrdost dle Vickerse

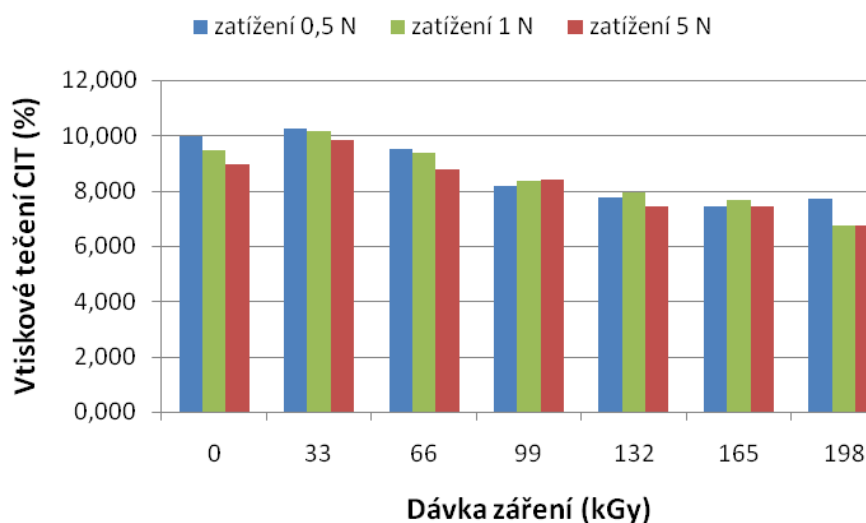
Během srovnávání tvrdosti bylo zjištěno, že došlo k nárůstům tvrdosti při změně zatížení, tzn., že hodnoty naměřené při zatížení 0,5 N byly nižší než hodnoty při 1 N a 5 N. Nárůst tvrdosti mezi zatížením 0,5 až 1 N je přibližně 2-5% a mezi 0,5 až 5N je přibližně 10%. Tento nepatrný nárůst může být ovlivněn změnou struktury polymeru tedy, kdy v materiálu převládala amorfnní část.



Obr. 68 Srovnání naměřené tvrdosti dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken

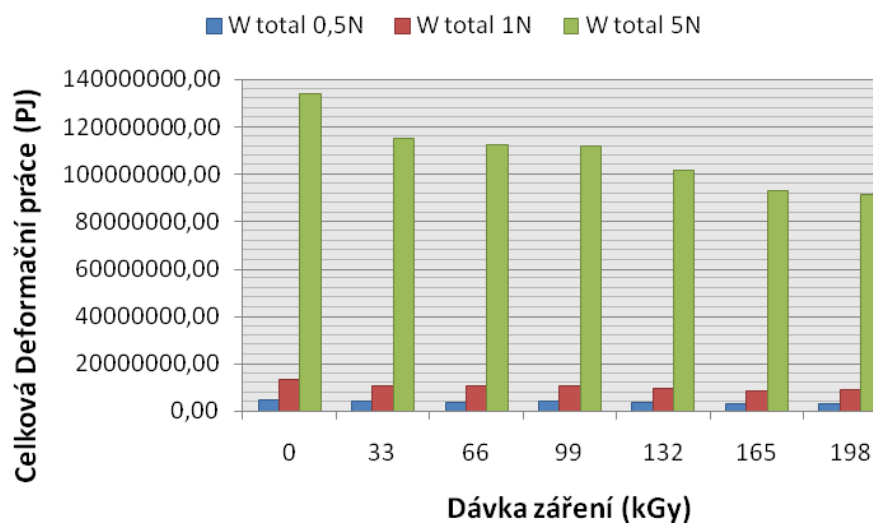
19.4 Vtiskové tečení

Pomocí metody DSI bylo naměřeno vtiskové tečení. Z grafu lze říci, že nejnižší hodnoty byly naměřeny při dávce 198 kGy a to v případě při zatížení 1 a 5 N. Ve třetím případě došlo k změně, nejnižší hodnota byla zjištěna při dávce 165 kGy. Procentuální rozdíl mezi hodnotami při zatížení 1 a 5 N je přibližně 0,5 %. V druhém případě (0,5 a 1N) je rozdíl okolo 9%.



Obr. 69 Srovnání vtiskového tečení

19.5 Deformační práce



Obr. 70 Srovnání celkové deformační práce při různých zatížení

V této podkapitole bude porovnávána pouze celková deformační práce, jelikož hodnoty obsahují jak plastickou tak i elastickou část.

Z porovnávaných dat lze určit poznatek, který určuje, že se zvětšující se zatížením rapidně vzrůstá deformační práce. Maximální hodnoty byly ve všech třech případech zatížení naměřeny u neozářeného materiálu. Procentuální rozdíl je přibližně 96% mezi 0,5 a 5 N. Mezi 1 a 5 N je rozdíl 90%.

20 ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo zkoumat mokro-mechanické vlastnosti plněného PBT. Jako plnivo pro námi zvolený materiál byl grafit. Obsah plniva byl 35%.

Vstříknuté zkušební vzorky byly poslány do Německa, kde ve společnosti BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG byly vystaveny dávkám záření beta. Aplikované dávky záření byly 33; 66; 99; 132; 165 a 198 kGy.

Mikro-mechanické vlastnosti byly zjišťovány pomocí metody DSI na zařízení Micro-combi tester. Během měření jsme postupovali dle použité normy ČSN EN ISO 14577, jenž se zabývájí se tematikou DSI. Během testování bylo využito tří zkušebních zatížení 0,5; 1; 5N. Naměřené hodnoty byly statisticky vyhodnoceny.

Poznatkem je, že radiační síťování má pozitivní vliv na vlastnosti materiálu. S rostoucí dávkou se zlepšovali mikro-mechanické vlastnosti.

Mezi mechanické vlastnosti, které byly zjišťovány při tomto experimentu, patří vtisková tvrdost, vtiskový modul, tvrdost dle Vickerse a vtiskové tečení.

Při zjišťování první veličiny tj. vtiskové tvrdosti se došlo k závěru, že nejmenší vtiskovou tvrdost měl neozářený PBT. Nejlépe si vedl vzorek s dávkou záření 165 kGy. Ve všech třech případech nabýval nejvyšších hodnot. Procentuální nárůst byl při zatížení 0,5 N 106%, 1 N 110% a u zatížení 5 N přibližně 111 %.

Další mechanickou vlastností byl vtiskový modul, u této veličiny měl nejnižší hodnotu neozářený PBT. Ačkoliv u maximálních hodnot došlo ke změně, ve dvou případech nabýval nejvyšších hodnot při dávce 165 kGy tj. při 0,5 a 5 N. Při zatížení 1 N získal při dávce 198 kGy.

U vtiskového tečení (creepu) což je relativní změna hloubky vtisku při konstantním zatížení, bylo zjištěno, že maximální hodnoty byly naměřeny u PBT s dávkou 33 kGy. Nejnižší hodnoty byly naměřeny při dávce 196 kGy (zatížení 1 a 5 N). U zatížení 0,5 N nejnižších hodnot získal při dávce 165 kGy. Procentuální pokles vtiskového tečení je 27% u zatížení 0,5, 35% u zatížení 1 N a 31% u zatížení 5 N

Nejnižších hodnot tvrdosti HV byly zaznamenány u neozářený PBT. Naopak nejvyšší tvrdosti vykazovaly vzorky s dávkou záření 165 kGy.

Z experimentu vyplývá, že nejhůře dopadl neozářeny PBT ve všech případech měření vykazoval nejnižší hodnoty. Ideální dávka záření byla 165 kGy. Při této dávce vykazoval zkoušený materiál nejlepší vlastnosti ve většině případů. V některých případech měření materiál vykazoval ideální hodnoty při jiné dávce záření. Tento jev může být zapříčiněn anizotropní strukturou způsobenou vlivem plniva, popřípadě vlivu skin-core efektu.

Při překročení dávky 165 kGy došlo ke zhoršení vlastností, což může být způsobeno pravděpodobnou degradací materiálu.

Metoda DSI je vhodnou pro zkoumání vybraných vlastností polymerních materiálů.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] VOJTĚCH, Dalibor. *Materiály a jejich mezní stavy*. Vyd. 1. V Praze: Vysoká škola chemicko-technologická, 2010, 204 s. ISBN 978-80-7080-741-5.
- [2] PLUHAŘ, Jaroslav. KOLEKTIV. *Nauka o materiálech*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1989, 549 s.
- [3] PÍŠEK, František. *Nauka o materiálu III: 2. svazek*. Praha: Československá akademie věd, 1962, 658 s.
- [4] DOLETAL, Pavel; PACAL, Bohumil. *Hodnocení mikrotvrdomosti struktur materiálů*. Brno: VUT, 2006. 41 s.
- [5] HLUCHÝ, Miroslav, PAŇÁK Rudolf a MODRÁČEK Oldřich. KOLOUCH. *Strojírenská technologie: Nauka o materiálu*.
- [6] DUŠEK, Jiří. *Tvrdomost, mikrotvrdomost, nanotvrdomost - čisté kovy měřené metodou DSI*. Brno, 2008. 171 s. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [7] OVSÍK, Martin. *Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů*: Disertační práce, Zlín: Univerzita Tomáše Bati, Technologická fakulta, 2013. 179 l. Školitel disertační práce Ing. David Mañas, Ph.D.
- [8] MARTÍNEK, Michal. *Studium Měření tvrdosti polymerů*: Bakalářská práce, Zlín: Univerzita Tomáše Bati, Technologická fakulta, 2010. 98 l. Školitel bakalářské práce Ing. David Mañas, Ph.D.
- [9] HAGEN, Vladislav. *Únava a stárnutí material* Brno VUT, 1981 74s.
- [10]LEBLANC L.,Jean.: *Filled Polymers: Science and Industrial Applications*, vyd. CRC Press, 2009. Str. 444. ISBN9781439800430
- [11] DUCHÁČEK V.: *Polymery-výroba, vlastnosti, zpracování, použití 2.vyd.* Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Praha 2006. Str. 155. ISBN 80-7080-617-6
- [12]OLAGIKE Olabisi, KOLAPO Adewale.: *Handbook of thermoplastics*.Vyd.CRCPress, 1997. Str. 1080. ISBN 9780824797973
- [13]DROBNY, Jiri George.: *Ionizing Radiation and Polymers: Principles, Technology, and Applications*. Vyd.William Andrew, 2012. Str. 320. ISBN1455778826
- [14]HOUGH, Michael; DOLBEY Rebecca.: *The Plastics Compendium: Keyproperties and sources*, Vyd. iSmithers Rapra Publishing, 1995. Str. 414. ISBN9781859570586

- [15] ŠVORČÍK, V.: *Polymery*, [online], [citováno 2. 2. 2014]. Dostupné na <http://www.vsch.t.cz/ipl/osobni/svorcik/Polymery.pdf>
- [16] CSM Instruments. *Instrumented indentation, scratch and triology* [online]. CSM Instruments, 2014 dostupné z: <http://www.stinstruments.com/uploads/editor/brochures/CSM%20company.pdf>
- [17] ARBURG. *Hydraulické stroje řady ALLROUNDER. Vstřikovací stroje různé kategorie* [online]. ARBURG, 2013 dostupné z: http://www.arburg.com/fileadmin/redaktion/Mediathek/Prospekte/ARBURG_hydraulic_ALLROUNDERS_680480_cz.pdf
- [18] NIPPON KASEI CHEMICAL COMPANY. [online]. NIPPON KASEI CHEMICAL COMPANY, 2013 dostupné z: http://www.nkchemical.co.jp/ver_03/english/product_e/taic_e.html
- [19] DUŠEK, Jiří. *Tvrdość, mikrotvrdość, nanotvrdość – čisté kovy měřené metodou DSI*: Disertační práce, Brno: Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, 2008. 171 l. Školitel disertační práce Prof. RNDr. Vladislav Navrátil, CSc.
- [20] NOVOTNÝ, Tomáš. *Studium mechanických vlastností tenkých vrstev*: Diplomová práce, Brno: Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, 2012. 92 l. Školitel diplomové práce RNDr. Vilma Buršíková, PhD
- [21] BGS IDEEN PLUS ENERGIE, *Radiační síťování plastů*. Prospekt firmy BGS, str. 16. www.bgs.de
- [22] MATOCHA, Petr. *Vliv procesních parametrů na mikrotvrdość plněných polymerů*: Bakalářská práce, Zlín: univerzita Tomáše Bati, fakulta Technologická, 2012, 61 l. Školitel bakalářské práce Ing. Martin Ovsík.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

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

h_t	hloubka při maximálním zatížení F_t
h_e	hloubka odpovídající elastické relaxaci
h_a	hloubka od kraje kontaktu k povrchu vzorku při plném zatížení
h_r	hloubka zbytkového vtisku

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1 Rozdělení polymerních materiálů</i>	14
<i>Obr. 2 Tvary molekul polymerů (a) lineární</i>	15
<i>Obr. 3 Struktura kopolymeru a) náhodná b) střídavá</i>	16
<i>Obr. 4 schéma deformačních zkoušek[15]</i>	17
<i>Obr. 5 Klasifikace plniv s ohledem na výrobní proces[10]</i>	19
<i>Obr. 6 Základní tvary plniva[10]</i>	20
<i>Obr. 7 Strukturální vzorec PBT</i>	21
<i>Obr. 8 Závislost modulu pružnosti na</i>	22
<i>Obr. 9 Vliv koncentrace skelných plniv</i>	23
<i>Obr. 10 Creep chování při různých zátěžích a) neplněný PBT b) PBT s 20% grafitu</i>	23
<i>Obr. 11 Wohlerovy křivky plněného PBT</i>	24
<i>Obr. 12 Závislost indexu toku taveniny na dávce záření [21]</i>	27
<i>Obr. 13 Vybrané materiály pro radiační síťování. [21]</i>	30
<i>Obr. 14 Vliv síťovacího činidla na smykový modul Tg teplota skelného přechodu Ts teplota tání. [21]</i>	30
<i>Obr. 15. Princip beta záření. I - hloubka</i>	31
<i>Obr. 16. Princip gama záření. 5 – zapouzdřený zdroj záření Co⁶⁰, 6 – γ – kvanta.</i>	32
<i>Obr. 17 Hloubka penetrace gama a beta záření. [21]</i>	32
<i>Obr. 18 změna barvy polymerů [13]</i>	34
<i>Obr. 19 Martensův přístroj k vrypové zkoušce tvrdosti [22]</i>	38
<i>Obr. 20 Zkouška dle Brinella[20]</i>	40
<i>Obr. 21 Zkouška podle Rockwella (a) diamant-</i>	42
<i>Obr. 22 Zkouška dle Vickerse[6]</i>	44
<i>Obr. 23 Určení vrcholového úhlu</i>	45
<i>Obr. 24 Podmínka sbíhavosti[19]</i>	45
<i>Obr. 25 Vzhled vtisku dle Knoopu [2]</i>	46
<i>Obr. 26 Tvar diamantového jehlanu podle Knoopu [2]</i>	47
<i>Obr. 27 Schéma tribokého jehlanu[19]</i>	48
<i>Obr. 28 Indentory Shore [8]</i>	49
<i>Obr. 29 Intendační křivky [19]</i>	51
<i>Obr. 30 závislost hloubky při zatížení</i>	52
<i>Obr. 31Baumannovo Kladivo</i>	54

Obr. 32 Kladívko Poldi	55
Obr. 33 Skleroskop	56
Obr. 34 Schéma durokopu, P – zkoušený předmět.....	57
Obr. 35 Vstřikovací stroj ARBURG typu Allrounder 420C a Allrounder 170 U[17]	60
Obr. 36 Parametry při vstřikování	61
Obr. 37 moduly pro MICRO-COMBI TESTER	62
Obr. 38 Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER.....	62
Obr. 39 Tvrdoměr MICRO-COMBI TESTER.....	63
Obr. 40 Chemická struktura síťovacího činidla TAIC.....	65
Obr. 41 rozměry vzorku	66
Obr. 42 Intendační křivky [22]	67
Obr. 43 a) Intendační křivka b) časový diagram zkoušky. [7].....	67
Obr. 44 Příklad značení vtiskové tvrdosti.....	70
Obr. 45 Vtisková tvrdost PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5N	70
Obr. 46 Vtisková tvrdost PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1N	71
Obr. 47 Vtisková tvrdost PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5N	71
Obr. 48 a) Schéma Pile up b) 3D efekt Pile up[19]	72
Obr. 49 Příklad značení vtiskového modulu dle normy.....	73
Obr. 50 Vtiskový modul PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5N.....	73
Obr. 51 Vtiskový modul PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1N.....	74
Obr. 52 Vtiskový modul PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5N.....	74
Obr. 53 Vtiskové tečení PBT+35% skelných vláken při zatížení 0,5N.....	75
Obr. 54 Vtiskové tečení PBT+35% skelných vláken při zatížení 1N.....	76
Obr. 55 Vtiskové tečení PBT+35% skelných vláken při zatížení 5N.....	76
Obr. 56 Tvrdost dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5 N	77
Obr. 57 Tvrdost dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1 N	77
Obr. 58 Tvrdost dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5 N	78
Obr. 59 Deformační práce (W_{plast} – práce plastická,	79
Obr. 60 Deformační práce PBT s 35% skelných vláken při zatížení 0,5N	80
Obr. 61 Deformační práce PBT s 35% skelných vláken při zatížení 1N	80
Obr. 62 Deformační práce PBT s 35% skelných vláken při zatížení 5N	81
Obr. 63 Závislost intendační síly na intendační hloubce.....	81
Obr. 64 Závislost intendační hloubky na času intencace	82

<i>Obr. 65 Skluz intendačních křivek</i>	82
<i>Obr. 66 Srovnání výsledků vtiskové tvrdosti při různých zatížení</i>	84
<i>Obr. 67 Srovnání výsledků vtiskového modulu při různých zatížení</i>	85
<i>Obr. 68 Srovnání naměřené tvrdosti dle Vickerse PBT s 35% skelných vláken.....</i>	85
<i>Obr. 69 Srovnání vtiskového tečení</i>	86
<i>Obr. 70 Srovnání celkové deformační práce při různých zatížení.....</i>	86

SEZNAM TABULEK

<i>Tab. 1. Sestavení nerostů podle Mohseovy</i>	38
<i>Tab. 2. Stupnice tvrdosti dle Rockwella</i>	41
<i>Tab. 3. Typy zkoušek a rozsahy použití [6]</i>	43
<i>Tab. 4. Vlastnosti činidla</i>	64
<i>Tab. 5. Základní vlastnosti PBT s 35% skelných vláken</i>	66
<i>Tab. 6. Naměřené hodnoty při zatížení 0,5N.</i>	69
<i>Tab. 7. Naměřené hodnoty při zatížení 1N.</i>	69
<i>Tab. 8. Naměřené hodnoty při zatížení 5N.</i>	69