

# Měření vlastností tenké povrchové vrstvy HDPE nanoindentací

Bc. Jaroslav Novotný

---

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. Jaroslav Novotný**  
Osobní číslo: **T12444**  
Studijní program: **N3909 Procesní inženýrství**  
Studijní obor: **Konstrukce technologických zařízení**  
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Měření vlastností tenké povrchové vrstvy HDPE nanoindentací**

Zásady pro vypracování:

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

Rozsah diplomové práce:

Rozsah příloh:

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

Seznam odborné literatury:

**Dle doporučení vedoucího diplomové práce.**

Vedoucí diplomové práce:

**doc. Ing. David Mañas, Ph.D.**

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

**10. února 2014**

Termín odevzdání diplomové práce:

**12. května 2014**

Ve Zlíně dne 10. února 2014

  
doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
*děkan*



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

Příjmení a jméno: .....

Obor: .....

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

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

Ve Zlíně .....

.....

---

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

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

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

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

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

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

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

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpirá-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**

Vysokohustotní polyetylen (HDPE) je běžně dostupným polymerním materiálem používaným ve velké míře ve spotřebním průmyslu. Modifikace HDPE beta zářením byla publikována v mnoha příspěvcích. Ovlivňování vlastností povrchové vrstvy (do hloubky mikrometrů) se jeví jako zajímavé řešení pro průmyslovou sféru (kabely apod.). Zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování a následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Výsledky měření ukázaly zlepšení mikromechanických vlastností povrchové vrstvy testovaných zkušebních těles HDPE modifikovaných beta zářením. Měření mikromechanických vlastností povrchové vrstvy bylo realizováno instrumentovanou zkouškou nanotvrdosti.

Klíčová slova:

Měření tvrdosti a nanotvrdosti, vysokohustotní polyetylen, beta záření, mikromechanické vlastnosti, povrchová vrstva.

## **ABSTRACT**

High-density polyethylene (HDPE) is readily available polymer material widely used in consumer product industry. There were many works published on HDPE modification by beta rays, control of properties of surface layer appears to be of interest to industrial sphere (cable production etc.). Test volumes were produced using injection technology and then exposed to beta rays in 0, 33, 66, 99, 132, 165, and 198 kGy quantities. Measurement results has shown an improvement of micromechanical properties of surface layer of HDPE test volumes modified by beta rays. Micromechanical property measurement has been performed by instrumented nanohardness test.

Keywords:

hardness and nanohardness test, high-density polyetylen, beta rays, micromechanical properties, surface layer.

## **PODĚKOVÁNÍ**

Děkuji vedoucímu diplomové práce panu doc. Ing. Davidu Maňasovi, Ph.D. za odborné vedení diplomové práce, poskytování rad a materiálních podkladů k práci.

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci vypracoval samostatně a použil jen uvedené literatury a elektronických zdrojů, které jsem citoval.

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

Ve Zlíně .....

.....

podpis studenta

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>11</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>12</b>
<b>1 TVRDOST</b> .....	<b>13</b>
1.1 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI .....	14
1.2 NANOTVRDOST.....	14
<b>2 ZKOUŠKY TVRDOSTI</b> .....	<b>16</b>
2.1 ZKOUŠKY STATICKÉ .....	16
2.2 ZKOUŠKY DYNAMICKÉ .....	18
2.3 ZKOUŠKY VRYPOVÉ .....	18
<b>3 STATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI</b> .....	<b>19</b>
3.1 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE BRINELLA .....	19
3.1.1 Popis zkoušky.....	19
3.1.2 Označení tvrdosti .....	19
3.1.3 Přesnost zkoušky .....	19
3.1.4 Stupeň zatížení a zkušební síly .....	20
3.1.5 Doba zatížení.....	20
3.1.6 Vyhodnocení vtisků .....	20
3.2 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE ROCKWELLA.....	22
3.2.1 Popis zkoušky.....	22
3.2.2 Označení tvrdosti .....	22
3.2.3 Doba zatížení.....	23
3.2.4 Vyhodnocení vtisků .....	23
3.3 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE VICKERSE .....	24
3.3.1 Popis zkoušky.....	24
3.3.2 Vyhodnocení vtisků .....	25
3.3.3 Zatěžovací síly .....	26
3.4 ZKOUŠKA TVRDOSTI DLE KNOOPA .....	26
3.4.1 Popis zkoušky.....	26
3.4.2 Vyhodnocení vtisků .....	27
<b>4 DYNAMICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI</b> .....	<b>29</b>
4.1 POLDI Kladívko.....	29
4.1.1 Popis zkoušky.....	29
4.2 BAUMANOVO Kladívko .....	30
4.2.1 Popis zkoušky.....	30
4.3 SHOREHO SKLEROSKOP .....	32
4.3.1 Popis zkoušky.....	32
4.3.2 Vyhodnocení vtisků .....	32
4.4 DUROSKOP .....	33
4.4.1 Popis zkoušky.....	33
4.4.2 Zkušební zařízení .....	33
<b>5 VRYPOVÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI</b> .....	<b>35</b>



5.1	ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE MARTENSE .....	35
5.1.1	Popis zkoušky.....	35
<b>6</b>	<b>MĚŘENÍ NANOTVRDOSTI.....</b>	<b>37</b>
6.1	NANOINDENTAČNÍ METODY HODNOCENÍ POVRCHU MATERIÁLU .....	38
6.2	ZKOUŠKA TVRDOSTI PODLE BERKOVICHE .....	40
6.2.1	Popis zkoušky.....	40
6.2.2	Vyhodnocení vtisků .....	40
<b>II</b>	<b>PRAKTICKÁ ČÁST .....</b>	<b>42</b>
<b>7</b>	<b>CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE .....</b>	<b>43</b>
<b>8</b>	<b>MATERIÁLY .....</b>	<b>44</b>
8.1	MODIFIKOVÉ POLYMERY .....	45
8.2	POLYOLEFINY .....	45
8.2.1	Polyetylen (PE) .....	47
8.2.1.1	Nízkohustotní polyetylen (LDPE) .....	48
8.2.1.2	Lineární nízkohustotní polyetylen (LLDPE) .....	48
8.2.1.3	Vysokohustotní polyetylen (HDPE) .....	49
<b>9</b>	<b>IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ .....</b>	<b>52</b>
9.1	KORPUSKULÁRNÍ IONIZUJÍCÍ ZÁŘENÍ .....	52
9.2	FOTONOVÉ IONIZUJÍCÍ ZÁŘENÍ .....	53
9.3	ZÁŘENÍ ALFA ( $\alpha$ ) .....	53
9.4	ZÁŘENÍ BETA ( $\beta$ ) .....	54
9.4.1	Záření $\beta^-$ .....	54
9.4.2	Záření $\beta^+$ .....	54
9.5	ZÁŘENÍ GAMA ( $\gamma$ ) .....	55
<b>10</b>	<b>VÝROBA A OZÁŘOVÁNÍ ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ.....</b>	<b>56</b>
10.1	VÝROBA ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ .....	56
10.2	OZÁŘOVÁNÍ ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ.....	57
<b>11</b>	<b>MĚŘÍCÍ ZAŘÍZENÍ A PRINCIP MĚŘENÍ.....</b>	<b>58</b>
11.1	MĚŘÍCÍ ZAŘÍZENÍ.....	58
11.2	PRINCIP MĚŘENÍ .....	59
<b>12</b>	<b>NAMĚŘENÉ A ZPRACOVANÉ HODNOTY.....</b>	<b>60</b>
12.1	MĚŘENÍ NANOTVRDOSTI .....	60
12.1.1	Dávka záření.....	60
12.1.2	Dávková intenzita.....	60
12.2	VZTAHY PRO VÝPOČET .....	60
12.2.1	Vtisková tvrdost $H_{IT}$ .....	60
12.2.1.1	Hloubka kontaktu vnikacího tělesa se zkušebním tělesem $h_c$ .....	60
12.2.2	Vtiskový modul $E_{IT}$ .....	61
12.2.2.1	Modul vnikacího tělesa $E_f$ .....	62
12.2.3	Vtiskové tečení (creep) $C_{IT}$ .....	62
12.2.4	Celková deformační práce $W_{total}$ .....	63
12.3	VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ .....	64
12.3.1	Vyhodnocení vtiskové tvrdosti $H_{IT}$ pro zatížení 50 mN .....	64

12.3.2	Vyhodnocení vtiskového modulu pružnosti pro zatížení 50 mN.....	65
12.3.3	Vyhodnocení vtiskového tečení pro zatížení 50 mN .....	66
12.3.4	Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro zatížení 50 mN.....	67
12.3.5	Vyhodnocení vtiskové tvrdosti pro zatížení 250 mN.....	68
12.3.6	Vyhodnocení vtiskového modulu pružnosti pro zatížení 250 mN.....	69
12.3.7	Vyhodnocení vtiskového tečení pro zatížení 250 mN .....	70
12.3.8	Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro zatížení 250 mN.....	71
<b>13</b>	<b>DISKUZE VÝSLEDKŮ.....</b>	<b>72</b>
13.1	HODNOCENÍ VTISKOVÉ TVRDOSTI .....	72
13.2	HODNOCENÍ VTISKOVÉHO MODULU PRUŽNOSTI .....	73
13.3	HODNOCENÍ CREEPOVÉHO CHOVÁNÍ .....	74
13.4	HODNOCENÍ SLOŽEK DEFORMAČNÍ PRÁCE A KOEFICIENTU ZPĚTNÉ DEFORMACE .....	75
	<b>ZÁVĚR .....</b>	<b>76</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>77</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>81</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>85</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>87</b>

## ÚVOD

Jednou ze základních mechanických vlastností konstrukčních materiálů je tvrdost, a proto je velmi často měřena v technické praxi. Právě tvrdost zajímala lidstvo už od pravěku, kdy měl pračlověk starost, čím si oseká dřevo, nebo rozdrť kosti. V současné době, kdy dochází k neustálému zmenšování např. elektronických součástek, jemně mletých surovin pro výrobu keramiky, či kompozitu, je stále častěji používána metoda měření mikrotvrdosti až nanotvrdosti.

Tvrdost je definována jako odpor, který klade materiál proti vnikání cizího tělesa - indentoru. Při zkoušce tvrdosti dochází k plastické deformaci materiálu v místě vtisku.

Neustále rostoucí požadavky na vlastnosti polymerních materiálů musí být splněny při zaručené bezpečnosti, spolehlivosti a životnosti vyráběných součástí, převážně v automobilovém, obalovém a lékařském průmyslu, ale i v jiných průmyslových odvětvích. V dnešní době se uvádí, že 29 % z celkové produkce polymerních materiálů je využito právě na výrobu obalů.

Polymery již delší dobu nahrazují tradičně používané materiály, jako jsou kovy, sklo, keramika, dřevo. Vývoj polymerních materiálů byl původně zaměřen na dosažení, co možná nejlepších fyzikálních, chemických a mechanických vlastností, tedy i maximální stálosti a odolnosti těchto materiálů v přírodním prostředí. Je snahou snižovat spotřebu materiálu, především kovů, ale i energie a lidské práce ve výrobních procesech. Mezi jejich hlavní přednosti lze přiřadit snadnou zpracovatelnost, nízkou hmotnost, odolnost proti stárnutí, zvýšení houževnatosti a pružnosti a dobrou tepelnou odolnost.

Chování materiálu je výrazně závislé na jejich mikrostruktuře a také na vlastnostech jednotlivých fází. Současné materiálové modely se pokoušejí tuto skutečnost zohlednit a celkovou odpověď materiálu odvozují od jeho mikrostruktury. Díky vývoji experimentálních metod v minulých letech je možné určovat mechanické vlastnosti různých materiálů v měřítku menším než mikrony. Nanoindentace je jednou z těchto nových experimentálních metod.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 TVRDOST

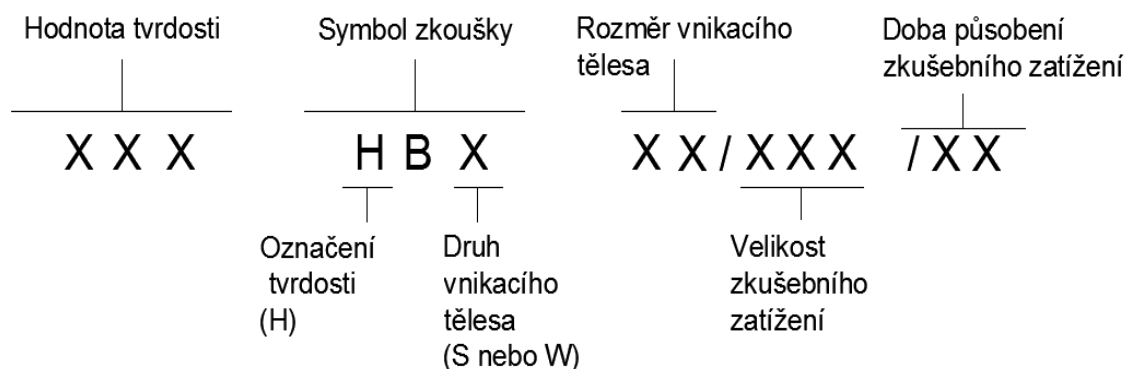
Tvrдость je obecně definována jako vlastnost, jež se projevuje odporem proti pružné, nebo plastické deformaci tělesa, nebo oddělování části povrchu, nebo jejich kombinací. Uvedené, dosti obecné definici vyhovuje více než 100 existujících zkušebních metod zkoušení tvrdosti. Obecně je možno rozdělit metody pro měření tvrdosti na metody vnikací a odrazové. [1]

Právě tvrdost zajímala lidstvo už od pravěku, kdy měl pračlověk starost, čím si oseká dřevo, nebo rozdrťí kosti. V současné době, kdy dochází k neustálému zmenšování např. elektronických součástek, jemně mletých surovin pro výrobu keramiky či kompozitu, je stále častěji používána metoda měření mikrotvrđosti. [3]

Tvrđost však není žádnou fyzikálně definovanou vlastností, nýbrž je výslednice celé řady vlastností hmoty, a to zejména vlastností povrchu. [4]

Podle způsobu porušení povrchu zkoušeného kovu se dělí zkoušky tvrdosti na [4]:

- 1) **Statické:** indentor se vtlačuje klidnou silou ve směru kolmém ke zkoušenému povrchu. Tyto zkoušky jsou označovány jako „zkoušky vnikací“. Jsou nejčastěji používány pro svoji přesnost, jednoduchost a dobrou reprodukovatelnost.
- 2) **Dynamické:** indentor proniká do zkoumaného povrchu rázem vedeným kolmo tzv. „rázové zkoušky“.
- 3) Porušení je dosaženo pohybem ostrého nástroje rovnoběžného s povrchem zkoušeného kovu tak, aby se vytvořil vryp. Tento způsob zatížení se volí u křehkých materiálů, zvláště u minerálů.



Obr. 1. Označení tvrdosti [8]

## 1.1 Zkoušky mikrotvrlosti

Název mikrotvrlost se ustálil pro tvrdost určenou použitím zcela malých zatížení, aby vznikly vtisky nepatrné velikosti. Často se uvádí 19,8 N jako hranice mezi makrotvrdotí a mikrotvrdotí. Mikrotvrdotost nelze určovat obvyklými tvrdoměry, neboť vyžaduje nesrovnatelně větší přesnost jak při zatěžování, tak i při proměřování vtisku. Nejpřesnější je přímé zatěžování závažím nebo přesně cejchovanou pružinkou. K proměřování vtisku slouží přesná optika. [4]

Pro zkoušky mikrotvrlosti jsou použitelné jediné vnikací metody s diamantovým indenterem. Prakticky přichází v úvahu pouze metoda Vickerse, Knoopova nebo Berkovičova. [4]

Nezávislost tvrdosti na velikosti zatěžující síly u Vickersovy metody je výhodná tím, že měření je možné provádět i při velice malých zatíženích 1 až  $10^{-3}$  N. Tyto zkoušky se označují termínem „mikrotvrdotost“. Na metalografických připravených výbrusech je možné měřit tvrdost jednotlivých zrn, průběh tvrdosti v okolí svarového spoje, povrchové vrstvy apod. [2]

Protože vtisky při zkoušení mikrotvrlosti jsou malé, metoda je vhodná pro: [21]

- malé nebo tenké součásti,
- měření mikrotvrlosti strukturních složek a fází,
- měření tvrdostí malých vybraných oblastí zkoušeného vzorku,
- hodnocení vrstev po chemicko tepelném zpracování,
- hodnocení svárových spojů,
- měření tvrdosti velmi tenkých kovových a jiných anorganických povlaků,
- měření křehkých materiálů,
- studium difúzních pochodů,
- pro hodnocení oduhličujících procesů.

## 1.2 Nanotvrdotost

Nanotvrdotost je termín pro hodnoty mikrotvrlosti zjištěné při extrémně nízkých hodnotách zatížení (až 0,01 g). Tyto vytvořené vtisky v materiálu mívají často rozměry menší než 100 nm ( $10^{-4}$  m). Z důvodu požadované přesnosti naměřených hodnot mikrotvrlosti jsou schopny užívané přístroje – nanoindentory měřit hloubku proniknutí indentoru  $h$  s přesností 0,2 nm. [4]

Zaznamenaná závislost zatížení a hloubka vtisku se využívá pro měření velmi tenkých vrstev, strukturních složek ve slitinách kovů, popřípadě povlaků a filmů. Zaznamenané hodnoty se využívají k měření dalších mechanických vlastností lomové houževnatosti křehkých materiálů a modulu pružnosti v tahu.

Pro měření nanotvrdosti se používá řada vnikacích těles vyrobených z různých materiálů. Nejpoužívanějším materiálem je diamant, vzhledem k jeho vysoké tvrdosti a také vysokému modulu pružnosti, aby bylo dosaženo co nejmenších deformací a opotřebení indentoru na přesné výsledky měření. K měření nanotvrdosti se používá jako vnikací těleso trojboký jehlan podle Berkoviche, který nám zachová stejný poměr hloubky a plochy vtisku jako Vickersův jehlan, ale oproti Vickersově jehlanu (který bývá zakončen 0,0005 mm dlouhým příčným ostřím u nejlepších hrotů), má výhodu v možnosti vybrousit špičku do bodu a zachovat si tak geometrickou podobnost různě velkých a tedy i těch nejmenších vtisků. Dalším indentorem je kulička, která má výhodu postupného nárůstu zatížení nejprve v rozsahu elastických zatížení než je tomu v případě Berkovichově jehlanu. Identifikujeme přechod od elastických k plastickým deformacím a vyhodnocujeme mez kluzu a zpevnování materiálu. Kuželové nanoindentory mají výhodu, nevznikají zde koncentrace napětí na ostrých hranách jako je tomu u ostatních indentorů. Tvar vtisku je dán tvarem vnikajícího tělíska. Po odlehčení zůstanou ve zkoušeném materiálu jen nevratné plastické deformace, což umožňuje rozlišit velikost elastických a plastických deformací. [21]

## 2 ZKOUŠKY TVRDOSTI

Zkoušky tvrdosti patří mezi nejstarší a nejrozšířenější zkoušky kovů a jiných technických materiálů. Jedná se prakticky o zkoušky nedestruktivní, neboť funkční a vzhledové porušení zkoušených dílů je většinou bezvýznamné.

Přesné porovnávání hodnot tvrdosti je možné pouze při použití stejné metody a stejného zkušebního zatížení.

Hodnoty tvrdosti zjištěné jednou metodou nelze obecně převádět na jiné stupnice tvrdosti nebo pevnost v tahu. Takových převodů je třeba se vyvarovat s výjimkou takových případů, kdy jsou k dispozici podklady pro přepočet z porovnávacích zkoušek. [2]

Zkouška tvrdosti je rychlou a levnou zkouškou, která slouží k odhadu mechanických vlastností materiálu. Tvrdost se určuje vtlačováním indentoru (vnikacího tělíska) definovanou silou do povrchu zkoušeného materiálu. V principu existují dva způsoby měření tvrdosti.

První způsob je používán u kovů a keramiky, kdy je indentor zamáčknut do materiálu tak, aby došlo k plastické (trvalé) deformaci materiálu. Tyto metody označujeme jako metody vnikací. Druhý způsob měření tvrdosti je založen na principu elastické interakce povrchu materiálu a zkušebního tělíska a v současné době se používá většinou pro hodnocení pryží a plastů. [2]

### 2.1 Zkoušky statické

Všeobecného rozšíření dosáhly statické vnikací metody, u kterých je měřítkem tvrdosti velikost plastické deformace (metody Brinell, Vickers, Knoop), nebo metody, u kterých je měřítkem tvrdosti velikost elasticko-plastické deformace (metody Rockwell).

Tvrdost je u vnikacích metod definována jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa.

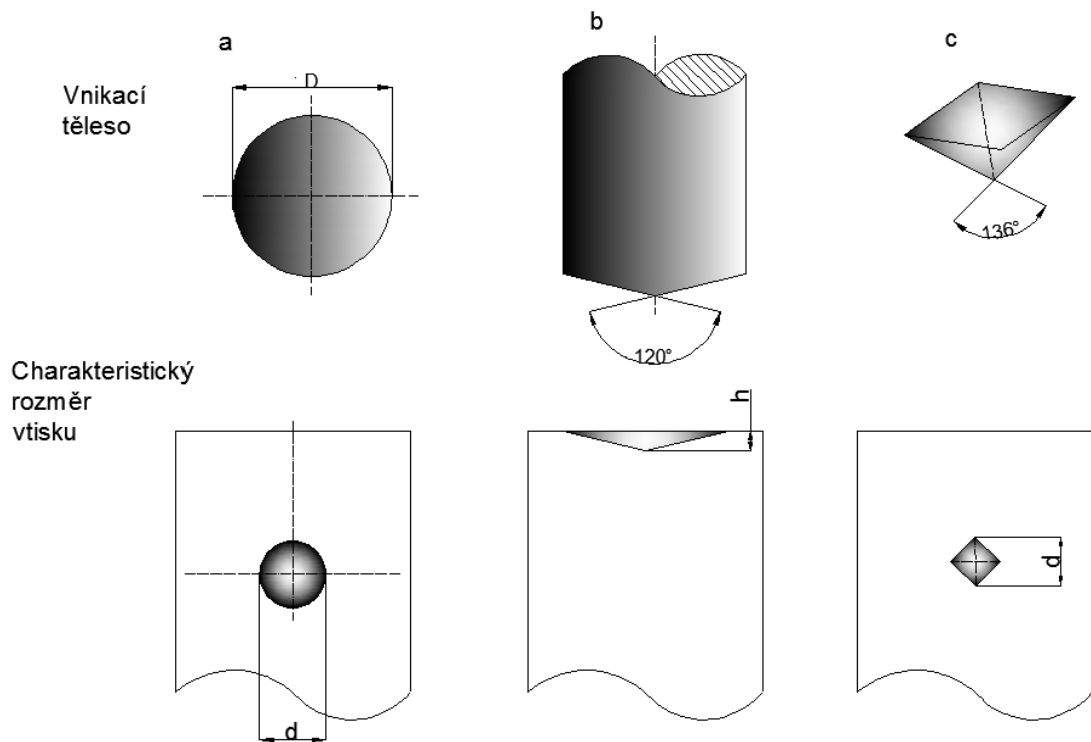
Vnikací tělesa jsou obvykle jednoduchého geometrického tvaru (koule, kužel, jehlan), nebo tvaru, který se těmto tvarům přibližuje - například kužel s malým zaoblením vrcholu u některých metod Rockwell. Zvolením těchto tvarů se sledovala jednoduchost a reprodukovatelnost jejich výroby, optimální využití vlastností materiálu vnikacího tělesa (např. tvar vnikacího tělesa Vickers respektuje tvar krystalu diamantu a tak i jeho maximální tvrdost).



Volbou tvaru kužele a jehlanu (pyramidy) se sledovala možnost stanovování tvrdosti nezávislé na velikosti použité zkušební síly (podobnost vtisků). Tvrdost u vnikacích metod je definována jako poměr mezi použitým zatížením a plochou vtisku (metody Brinell, Vickers), nebo poměrem mezi použitým zatížením a plochou průmětu vtisku (Knoop). U metody Rockwell je tvrdost určována přímo z trvalé hloubky vtisku. [3]

Mezi statické zkoušky tvrdosti patří [5]:

- Brinellova
- Rockwellova
- Vickerse
- Knoopa



Obr. 2. Tvar vnikacího tělesa, charakteristiky a rozměr vtisku. Zkouška tvrdosti podle a) Brinella b) Rockwella c) Vickerse [2]

## 2.2 Zkoušky dynamické

Dynamická metoda je vhodná pro měření tvrdosti hrubozrnných materiálů, pro měření velkých dílů (odlitky, výkovky). Nevhodná je pro měření velmi malých dílů. Má menší nároky na kvalitu povrchu měřeného materiálu. Dynamická metoda je založena na rozdílu kinetické energie kuličky vystřelené proti povrchu měřeného materiálu a kuličky od tohoto materiálu odražené. [6]

Kinetická energie se snímá pomocí elektromagnetické indukční cívky. Úbytek energie je závislý na tvrdosti a modulu pružnosti měřeného materiálu. [7]

Mezi dynamické zkoušky tvrdosti patří:[5]

- Poldi kladívko
- Baumanovo kladívko
- Shoreho skleroskop
- Duroskop

## 2.3 Zkoušky vrypové

Způsob zjišťování tvrdosti vrypovou metodou je značně nepřesný, a proto se velmi málo používá. Jediné současné praktické využití vrypové zkoušky je možno nalézt při studiu velmi tvrdých povrchových, několik mikronů tenkých vrstev nitridů, popřípadě karbidů kovů. V literatuře se tato zkouška nazývá Scratch Test. [4]

Mezi vrypové zkoušky tvrdosti patří:[4]

- Martensova

### 3 STATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI

#### 3.1 Zkouška tvrdosti dle Brinella

##### 3.1.1 Popis zkoušky

Tvrdot podle Brinella HB se zjišťuje vtláčováním ocelové kalené kuličky rovnoměrně stupňovitou silou  $F$  po dobu  $t$  do lesklé rovné plochy zkušebního vzorku nebo zkoušené součásti. Měřtkem tvrdosti je pak průměr vtisku, který se změří 2x (kolmo na sebe), aby se vyloučily chyby v nepřesnosti vtisku. Pro praktickou potřebu jsou sestaveny tabulky, ve kterých se podle průměru vtisku  $d$  a velikosti použité síly  $F$  najde přímo odpovídající tvrdost. [9]

##### 3.1.2 Označení tvrdosti

Skládá se ze značky tvrdosti HB a k ní připojených údajů o podmínkách zkoušky, tj. průměru kuličky  $D$ , zatížení  $F$  a době zatížení  $t$ . Zmiňované údaje jsou od sebe odděleny lomítky. Například HB 10/30 000/30 = 400. Pro běžné podmínky se používá jen označení HB (př. HB = 210). [9]

##### 3.1.3 Přesnost zkoušky

Závisí na správném proměření vtisku. U Brinellovy zkoušky je toto proměření obtížné a nepřesné. Další nepřesnost je způsobena deformací vtláčované kuličky. [9]

Nejstarší indentor je kulička  $\varnothing 10$  mm vyrobená z vysokopevné oceli případně karbidu wolframu. Později byl použit místo kuličky diamant vybroušený do tvaru pyramidy případně kužele. Výhodou tohoto tvaru indentoru je, že v širokém intervalu zatěžujících sil jsou vtisky geometricky podobné a tedy vyhodnocená veličina nezávisí na podmínkách zkoušky. [2]

### 3.1.4 Stupeň zatížení a zkušební síly

Zatížení a průměry kuliček je třeba volit tak, aby průměr vtisku byl v mezích od  $d = 0,2 D$  až  $0,7 D$ . Čím měkčí jsou materiály, tím menší musí být zvoleno zatížení. [10]

### 3.1.5 Doba zatížení

Je normalizována 10 s (např. u oceli / litiny). U měkčích a velmi měkkých materiálů (např. olovo, zinek) se doba zatížení volí až 30 s. U neželezných slitin od 10 do 180 s. [10]

### 3.1.6 Vyhodnocení vtisků

Průměry vtisků kuličky se měří pomocí měřicí lupy nebo mikroskopu ve dvou kolmých směrech, směrodatná hodnota je průměrná hodnota a slouží k určení tvrdosti podle Brinella HB.

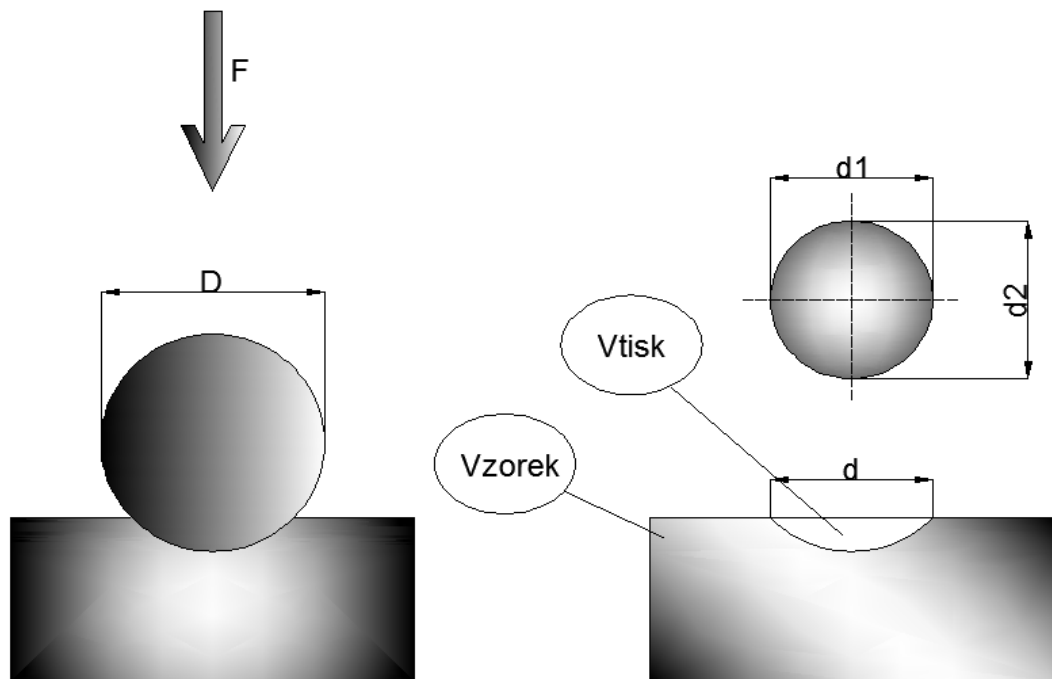
Podle průměru vtisku může být tvrdost vypočtena nebo určena pomocí tabulek tvrdosti.

Tvrdost se stanoví podle vztahu [10]:

$$H_B = \frac{0,102 * F}{S} \quad (1)$$

F – zkušební síla v [N]

S – plocha vtisku v [mm<sup>2</sup>]



Obr. 3. Zkouška tvrdosti podle Brinella [11]



Obr. 4. Brinellův tvrdoměr AT 300 [12]

**Zatížení:** 60; 62,5; 100; 125; 150; 187,5 kg

**Aplikace zkušební síly:** automatiky pro motorizovaný posuv pomocí klávesnice nebo nožního spínače

**Jednotky:** HB 30; HB 10; HB 5; ( $\text{kg}/\text{mm}^2$ ,  $\text{N}/\text{mm}^2$ )

**Pracovní výška:** 420 mm

**Pracovní šířka:** 220 mm [12]

## 3.2 Zkouška tvrdosti dle Rockwella

### 3.2.1 Popis zkoušky

U této zkoušky vtlačujeme buď diamantový kužel s vrcholovým úhlem  $120^\circ$  nebo pro měkkí materiály ocelovou kalenou kuličku o průměru 1,56 mm. Měřítkem tvrdosti je hloubka vtisku, kterou odečítáme přímo na stupnici tvrdoměru. Aby se při zkoušce vymezily nerovnosti povrchu a vůle v přístroji, je součást nejprve zatížena předběžným zatížením 100 N. Pak teprve zatížení zvětšíme na pracovní zatížení. Odlehčíme na předběžné zatížení a odečítáme tvrdost přímo na stupnici tvrdoměru. Tato zkouška má několik variant, tvrdost se označuje HRA, HRB, HRC. Výhodou jsou malé vtisky a velmi rychlé a snadné měření. Proto je HRC nejpoužívanější zkouška tvrdosti. [13]

### 3.2.2 Označení tvrdosti

Tab. 1. Označení tvrdosti podle Rockwella [10]

	Hloubka vtisku $t$ až 0,2 mm největší		Hloubka vtisku $t$ až 0,26 mm	
Rockwellova metoda	HRA	HRC	HRB	Kulička ze slinutého karbidu
Použití	Pro tvrdé materiály		Pro měkké materiály	
	66 až 88 HRA	20 až 70 HRC	35 až 100 HRB	60 až 100 HRB
Vnikací těleso	Diamantový kužel		Ocelová kulička	
Předběžné zatížení	98 N		98 N	

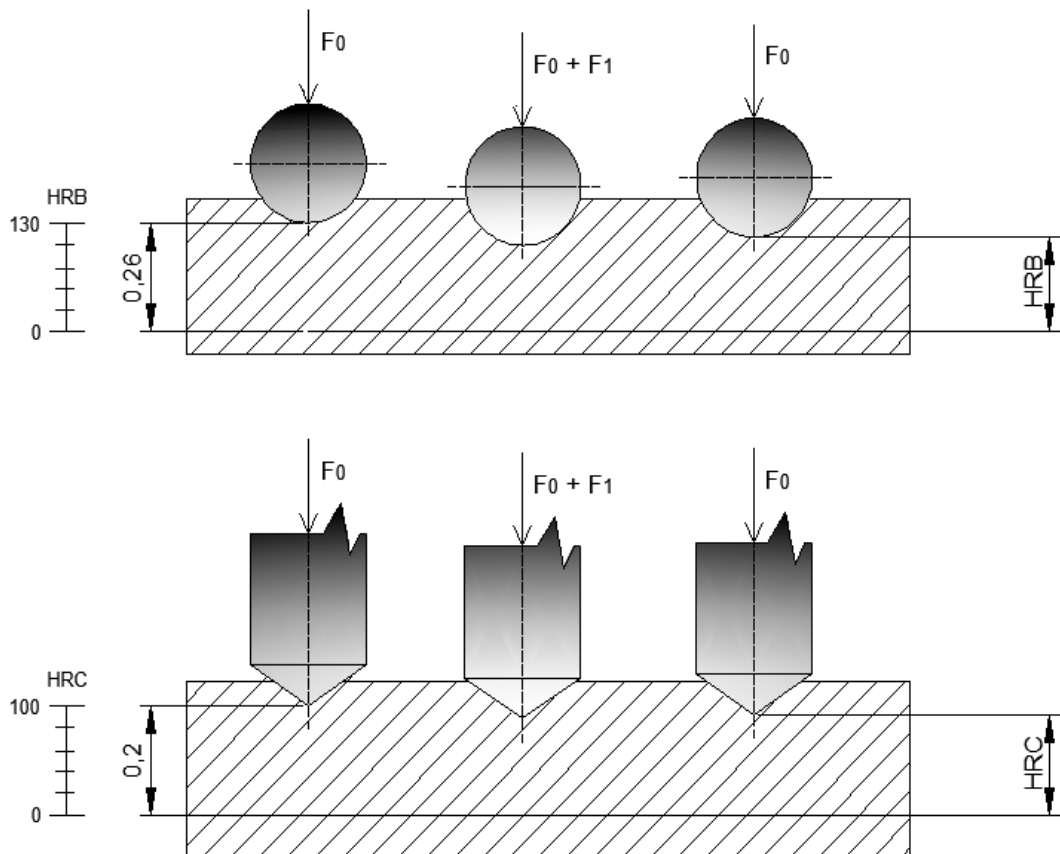
Zatěžovací síla	490,3 N	1373 N	882,6 N	490,3 N
Celková zatěžovací síla	588,3 N	1471 N	980,6 N	588,3 N
Rockwellova tvrdost	$HRA = 100 - \frac{t}{0,002}$	$HRC = 100 - \frac{t}{0,002}$	$HRB = 130 - \frac{t}{0,002}$	$HRF = 130 - \frac{t}{0,002}$

### 3.2.3 Doba zatížení

Zatěžovací síla má působit mezi 3 až 5 sekundami a přeruší se teprve tehdy, až se ručička číselníkového úchylkoměru zastaví. [10]

### 3.2.4 Vyhodnocení vtisků

Měření probíhá ve dvou stupních zatížení (1. předběžné zatížení, 2. zatěžovací síla). Abychom zabránili měřicím chybám, (např. nečistým povrchem obrobku), zatížíme vtiskované těleso, nejprve předběžným zatížením 98 N. Pak se nastaví číselný úchylkoměr na 100 a přidá se příslušná zatěžovací síla (viz. Tab. 1). Potom sílu opět snížíme na 98 N, tato hloubka je rozhodující k určení hodnoty tvrdosti: 1 jednotka Rockwella = 0,002 mm. [10]



Obr. 5. Průběh Rockwellovy zkoušky tvrdosti

$$F_0 + F_1 = F \quad (2)$$

$F_0$  – předzátěž [N]

$F$  – zátěž [N]

HRB – stupnice pro zkoušku kuličkou a jí odpovídající hloubce vtlačení

HRC – stupnice pro zkoušku kuželem a jí odpovídající hloubka vtlačení [14]

### 3.3 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

#### 3.3.1 Popis zkoušky

Do materiálu se vtlačuje pod zatížením silou  $F$  (působí kolmo na povrch vzorku) diamantový pravidelný čtyřboký jehlan o daném vrcholovém úhlu mezi protilehlými stěnami po danou dobu. Následně se změří střední délka u obou úhlopříček vtisku. Zkušební zatě-



žující síla je od 10 do 1000 N. Doba zatížení se volí od 10 do 180 s. Použité zatížení píše-me do označení, např. HV 100 (HV 100 = 215).

Pro běžně zkušební zatížení 300 N a dobu od 10 do 15 s se používá označení HV. [15]

### 3.3.2 Vyhodnocení vtisků

Tvrдость se stanoví podle vztahu:

$$HV = 0,189 * \frac{F}{d_s^2} \quad (3)$$

F – zkušební síla [N]

$d_s$  – střední hodnota úhlopříček [mm]

Pro praktickou potřebu používáme tabulek, kde podle délky úhlopříčky  $d_s$  a použité síly F je uvedena odpovídající tvrдость. [15]

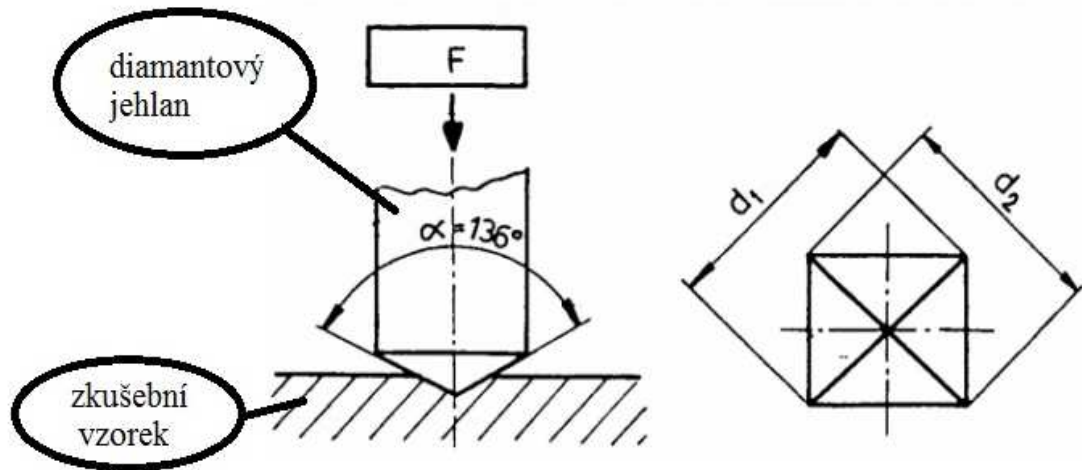
Tab. 2. Přehled používaných zatížení při Vickersově metodě [23]

Označení	Symbol tvrlosti	Zkušební zatížení [N]	Zkušební metoda
Zkouška tvrlosti podle Vickerse	HV 5 – HV 100	49,03 – 980,7	ČSN EN/80 6507/1
Zkouška tvrlosti podle Vickerse při nízkém zatížení	HV 0,2 – HV 5	1,961 – 49,07	ČSN EN/80 6507/2
Zkouška mikrotvrlosti podle Vickerse	< HV 0,2	< 1,961	ČSN EN/80 6507/3

Tuto metodu můžeme použít pro všechny tvrlosti. Je velmi přesná a není téměř závislá na zatížení. Pro kontrolování tvrlosti po celou pracovní dobu se používá ve velkých závo-dech zdokonalených Vickersových tvrdoměrů, tzv. diatestorů. Obraz čtvercového vtisku je promítán ve zvětšeném měřítku na matici. Toto umožňuje pohodlné a rychlé čtení délky úhlopříčky  $d$ . [9]

### 3.3.3 Zatěžovací síly

980,7 N (HV 100); 490,3 N (HV 50); 294,2 N (HV 30); 196,1 N (HV 20); 98,07 (HV 10); 49,03 N (HV 5). [8]



Obr. 6. Zkouška tvrdosti podle Vickerse [3]

## 3.4 Zkouška tvrdosti dle Knoop

### 3.4.1 Popis zkoušky

Do povrchu materiálu se vtláčuje pod zatížením silou  $F$  (působí kolmo na povrch vzorku) čtyřboký diamantový jehlan, poměr úhlopříček 7:1, úhly  $130^\circ$  a  $172,5^\circ$ , poměr délky úhlopříček k hloubce je 30. Metoda podle Knoop patří mezi metody měření mikrotvrdosti. Metoda je vhodná pro tenké plastové desky, tenké kovové desky a křehké materiály.

Zatěžovaná síla u metody podle Knoop se pohybuje mezi 25 - 3600 gf (gram-force). Otisky při této metodě jsou při stejném zatížení téměř trojnásobně delší a mělké než u zkoušky podle Vickerse. Mělkost otisku může působit problémy při odčítání velikosti otisku. Při měření tvrdosti podle Knoop jsou kladeny vysoké nároky na úpravu povrchu zkoušeného materiálu a na ostrost hran vnikacího tělesa. [15]

Výhodou Knoopova indentoru je, že deformace jsou relativně největší u krátké úhlopříčky a v tomto směru je tedy největší odpružení při odlehčení. Ve směru dlouhé úhlopříčky je odpružení zanedbatelné. Další velkou výhodou je, že lze vtisky vytvořit tak, že můžeme s velkou přesností změřit tvrdost úzkých součástí (např. drátů). Klade-li se delší úhlopříčka rovnoběžně s povrchem, můžeme u cementovaných popř. nitridovaných povrchů zachytit

podstatně citlivěji změny tvrdosti než Vickersovým indentorem. S ohledem na malou hloubku průniku indentoru lze tuto metodu s výhodou použít i u materiálů se slabou povrchovou vrstvou. [4]

### 3.4.2 Vyhodnocení vtisků

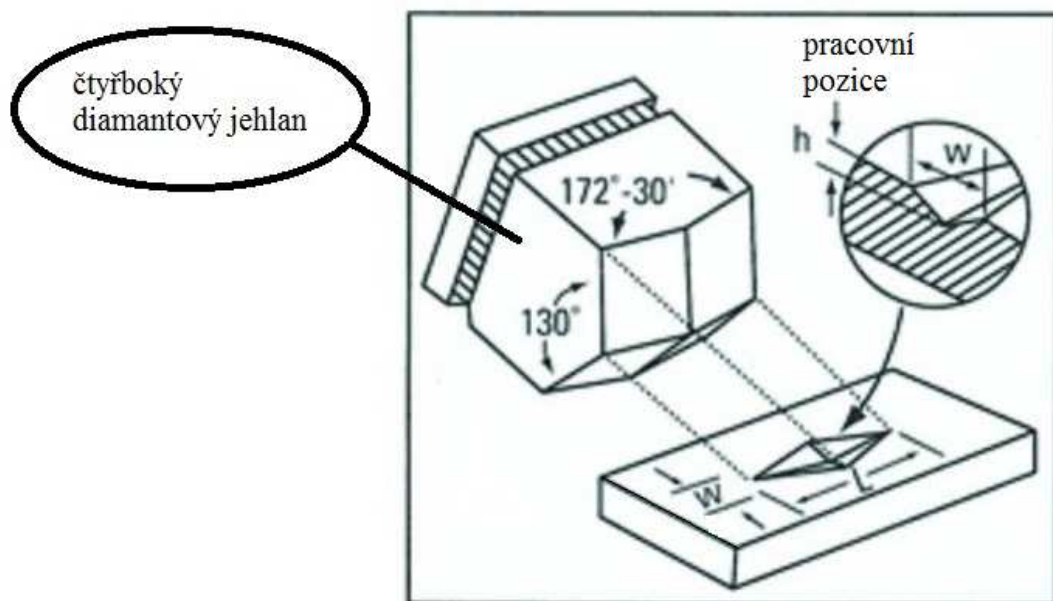
Tvrdost podle Knoop se vyjadřuje bezrozměrně [15]:

$$HK = (1,4509 * F) / l * 2 \quad (4)$$

F – zatížení (působící síla) [N]

l – délka delší úhlopříčky vtisku [mm]

Jehlan ve tvaru diamantu se používá pro testování mikrotvrdosti podle Knoop. Tento indentor se liší od jehlanu používaného pro zkoušku tvrdosti podle Vickerse. Knoopova metoda se běžně používá, kde jsou vtisky blízko sebe, nebo v těsné blízkosti okraje vzorku. Knoopův indentor je protáhlejší, nebo má obdélníkový tvar. Šířka vtisku při Knoopově metodě, může poskytnout větší rozlišení pro měření a vtisk ve zkušebním vzorku je méně hluboký. [16]



Obr. 7. Zkouška tvrdosti dle Knoop [17]



*Obr. 8. Knoop tvrdoměr W – 402 MVD [18]*

**Měření tvrdosti:** Knoop, Vickers

**Zkušební zatížení:** 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500, 1000, 2000 gf

**Zatížení:** automatické (zatížení, výdrž, odlehčení)

**Doba prodlevy:** 5 – 99 s

**Osvětlení vzorku:** halogenové

**Přeměna:** Brinell, Rockwell, pevnost v tahu

**Statistika:** počet, průměr, směrodatná odchylka, rozsah

**Maximální výška vzorku:** 95 mm (3,75 in)

**Objektiv:** 10x, 40x

**Zvětšení:** 400x (pro měření)

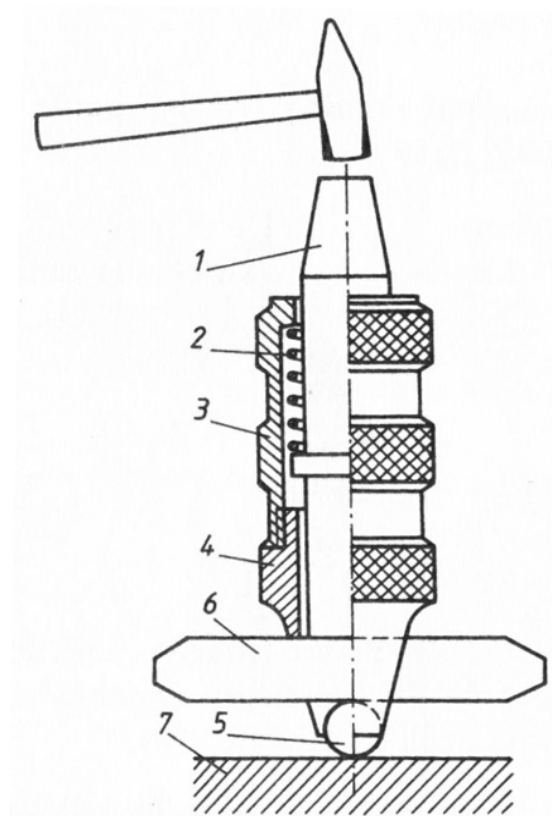
**Rozsah měření:** 100x (pro pozorování 200  $\mu\text{m}$ )

## 4 DYNAMICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI

### 4.1 Poldi kladívko

#### 4.1.1 Popis zkoušky

Zkouška se provádí na jednoduchém malém a přenosném zařízení o malé hmotnosti. Soupravu tvoří tvrdoměr Poldi, porovnávací tyčinka, Brinellova lupa a tabulky tvrdosti. Vnikacím tělískem je kalená ocelová kulička, která je umístěna ve třmenu spojeném s vlastním tělesem. Mezi úderník a kuličku se vkládá porovnávací tyčinka. Pak se tento tvrdoměr postaví kolmo na zkoušený vzorek a úderem kladívka na tvrdoměr se vytvoří vtisk. Změří se průměry vtisku v obou směrech, jak v tyčince, tak ve zkoušeném vzorku. Vypočítají se aritmetické průměry vtisků a z tabulek se zjistí tvrdost. Zjištěnou tvrdost značíme HB. Výhodou této zkoušky je, že můžeme měřit tvrdost velkých součástí, které bychom těžko přenesli do laboratoře. [19]



Obr. 9. Řez ručního tvrdoměru Poldi [8]

- 1 – úderník; 2 – pružina; 3 – těleso; 4 – nástavec; 5 – kulička; 6 – porovnávací tyčinka;  
7 – zkoušený materiál



*Obr. 10. Přenosný tvrdoměr – Poldi kladívko [20]*

**Měřicí rozsah:** do 450 HBS

**Průměr kuličky:** 10 mm

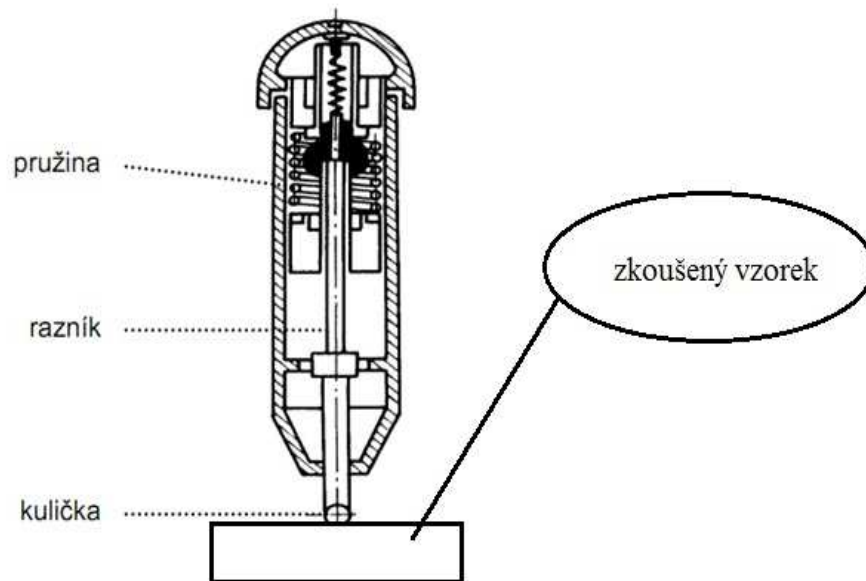
**Počet hranolů:** 2 ks

**Zvětšení mikroskopu:** 20x

## 4.2 Baumanovo kladívko

### 4.2.1 Popis zkoušky

Zkouška se provádí na jednoduchém přenosném zařízení o malé hmotnosti. Soupravu tvoří tvrdoměr, Brinellova lupa, cejchovací kotouč pro kontrolu přesnosti kladiva a tabulky tvrdosti. Vnikacím tělískem je ocelová kalená kulička. Tvrdost se určuje v Brinellových stupních. Zatížení je vytvořeno pružinou stlačenou o konstantní zdvih. Při stlačení uvolní západka pružinu, která vymrští razník na držák vnikacího tělíska a to vytvoří ve zkoušeném vzorku vtisk. Dynamický ráz potřebný k vtlačení kuličky do zkoušeného materiálu je stále stejný a vyvozuje se deformací cejchované pružiny. Pomocí Brinellovy lupy se změří ve dvou směrech průměry vtisku. Vypočítá se aritmetický průměr vtisku a z tabulek se určí tvrdost, která se značí HB. [19]



Obr. 11. Schéma Baumanova kladívka [21]



Obr. 12. Baumanovo kladívko s lupou [22]

**Měřicí rozsah:** 100 – 400 HBS

**Působící energie:** 4,9 J

**Průměr kuličky:** 10 mm

**Rozměry:** 55 x 370 mm

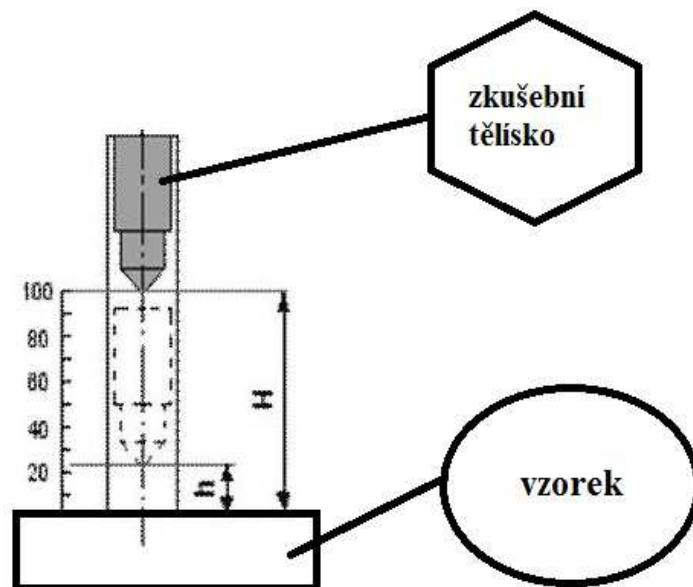
### 4.3 Shoreho skleroskop

#### 4.3.1 Popis zkoušky

U Shoreho skleroskopu se pohybuje válcový čep ve skleněné trubce opatřené stupnicí, na které se odečte pomocí lupy dosažená výška odrazu tělesa. Nastavení počáteční výšky tělesa je možné například vysátím vzduchu nad tělesem, nebo použitím pružiny. Dopadající těleso je válcového tvaru a je ukončené diamantovým hrotem s poloměrem zaoblení 1 mm (Obr. 13). [23]

#### 4.3.2 Vyhodnocení vtisků

U moderních přístrojů je vyhodnocení prováděno elektronicky s možností přepočtu na jiné stupnice tvrdosti. Přesnost měření závisí na mnoha faktorech, jako je hladkost povrchu, kolmost dopadu tělíska, hmotnost zkoušeného předmětu a především na modulu pružnosti zkoušeného materiálu, takže porovnávat výsledky měření lze jen u materiálů s přibližně stejným modulem pružnosti. [23]

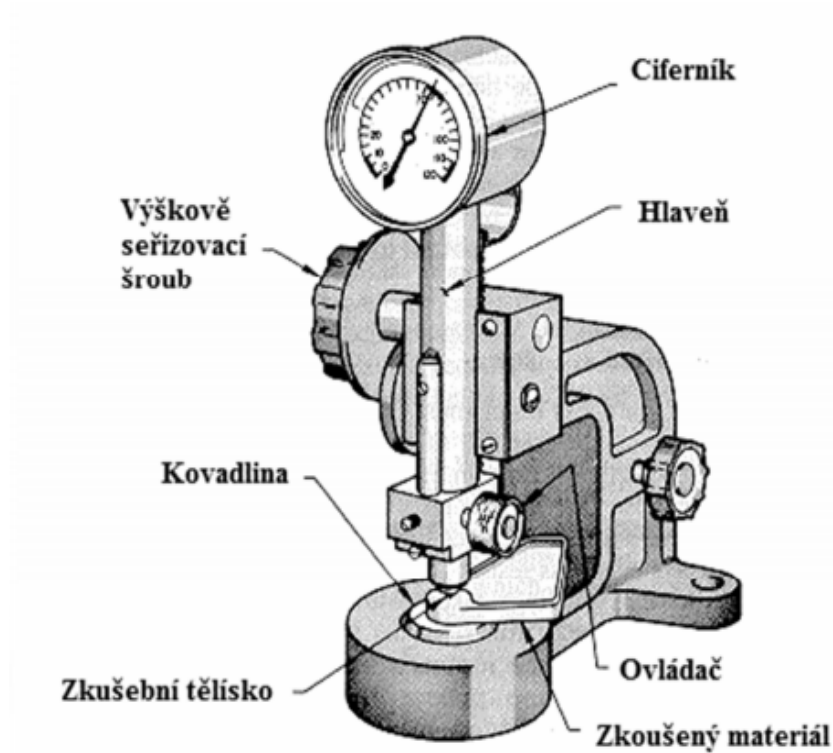


Obr. 13. Schéma Shoreho skleroskopu [24]

H – pádová výška [mm]

h – výška odskoku [mm]





Obr. 14. Shoreho skleroskop [25]

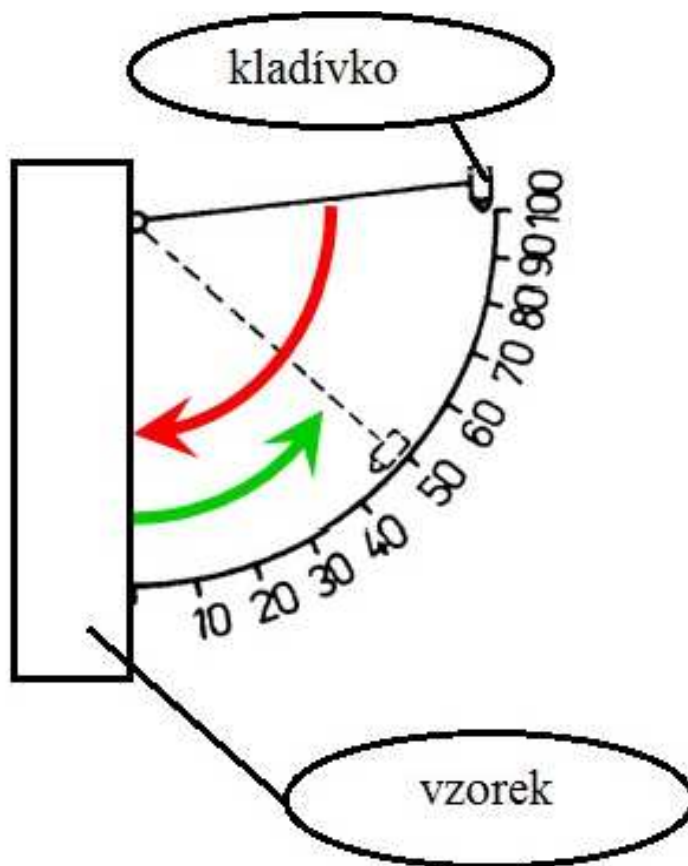
## 4.4 Duroskop

### 4.4.1 Popis zkoušky

Metoda Duroskop se používá na měření tvrdosti svislých ploch. Velikost tvrdosti je pak vyjádřena pomocí úhlu odrazu definovaného zkušebního tělesa (kladívka). Výhodou je vyloučení vlivu tření kladívka ve vedení, ke kterému dochází u Shoreho skleroskopu. [21]

### 4.4.2 Zkušební zařízení

Přístroj (Obr. 15) se skládá z kladívka nesoucího na jednom konci ocelovou kuličku, které je umístěno na otočném rameni. Kladívko padá z určitého úhlu na zkoušený předmět a při zpětném odrazu vezme s sebou vlečnou ručičku, která ukáže úhel odrazu kladívka. Dosažená hodnota tvrdosti se obvykle odečítá přímo na stupnici přístroje. Nepřesnost měření tvrdosti duroskopem je (podobně jako u Shoreho skleroskopu) velká. [21]



Obr. 15. Měření tvrdosti duroskopem [21]

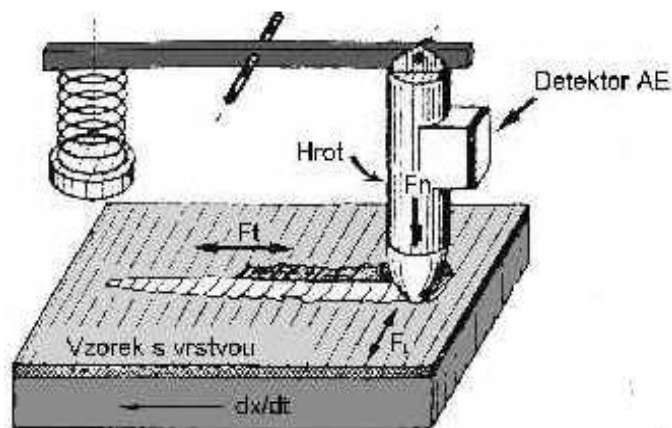
## 5 VRYPOVÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI

### 5.1 Zkouška tvrdosti podle Martense

#### 5.1.1 Popis zkoušky

Po vyhlazené ploše zkoušeného kovu pojíždí diamantový kužel s vrcholovým úhlem  $90^\circ$ , který můžeme zatížit silou až 19,8 N. Vytvořený vryp v materiálu se měří pomocí optického mikroskopu. Číslům tvrdosti dle Martense je zatížení, které vytvoří vryp o šířce 0,01 mm. Druhou možností je, že se při stejném zatížení vytvoří vryp a porovnává se šířka vrypu. Tento způsob zjišťování tvrdosti vrypovou metodou je značně nepřesný, a proto se velmi málo používá.

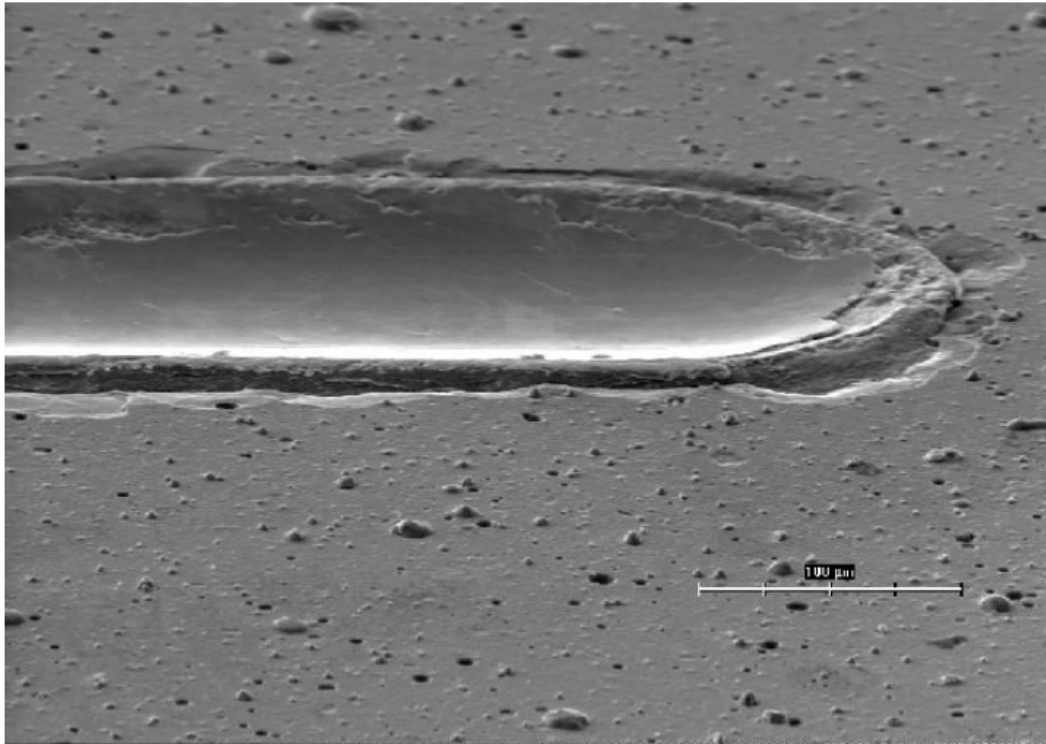
V tomto případě je zatěžující síla proměnná. Na určité délce se vytvoří vryp s narůstající silou, např. od 0 do 1,96 N. U těchto vrstev se pak analyzuje jejich adhezivně-kohezivní chování, tj. odezva vrstvy na pronikající pohybující se indentor. Indentorem je opět diamantový kužel s vrcholovým úhlem  $120^\circ$  a poloměr zaoblení vrcholu je 0,2 mm. V tomto případě se pak určuje kritické zatížení  $L_c$ , které mělo za následek adhezní odtržení vrstvy. Standardní rychlost posuvu vzorku  $dx/dt$  má hodnotu 10 mm/min a rychlost zvyšování síly  $dL/dt = 100$  N/min. [26]



Obr. 16. Vrypové znázornění tvrdosti [26]

Hodnota drsnosti  $R_a$  měřeného povrchu by neměla překročit hodnotu  $0,25 \mu\text{m}$ . Přístroj Scratch Testu zaznamenává průběh normálové  $F_n$  a tangenciální  $F_t$  síly působící na indentor. Po provedení zkoušky se povrch vrypu vyhodnocuje pomocí optického, popř. řádkova-

cího elektronového mikroskopu. Sledují se lokality s adhezním i kohezním porušením vrstvy. Všechna tato porušení vrstvy se vyhodnocují v korelaci s výsledky signálu akustické emise. Zjištěné hodnoty se udávají v závislosti zatížení  $L_c$  a jsou plně uznávány jako veličiny charakterizující adhezní vlastnosti systému tenká vrstva-substrát (Obr. 17). [4]

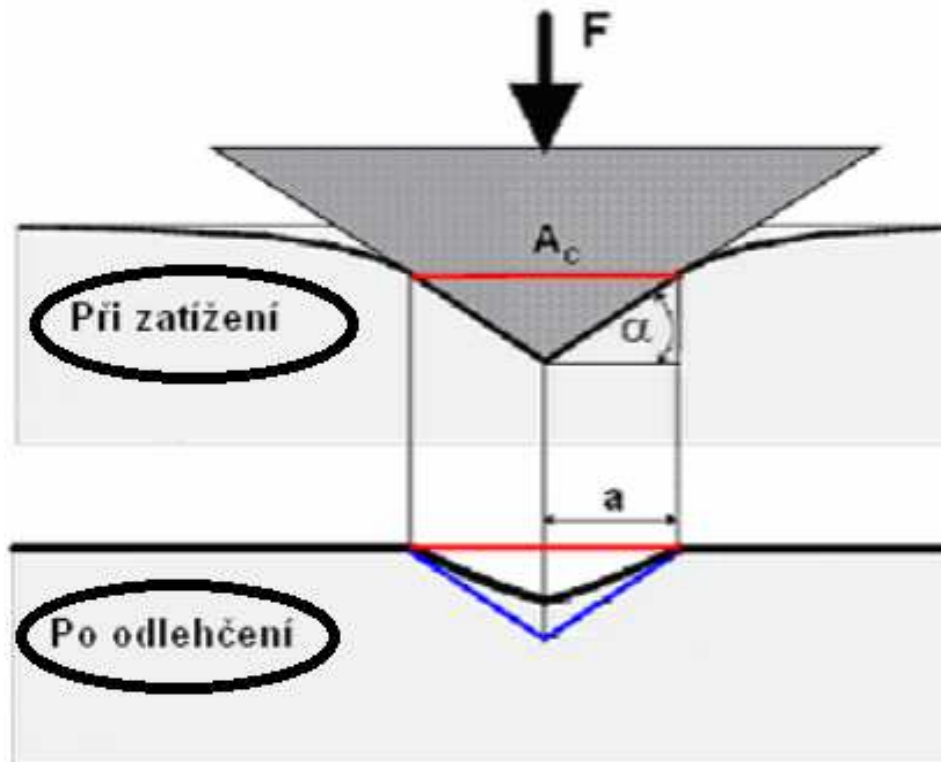


*Obr. 17. Koncová část vrypu zachycena řádkovacím elektronovým mikroskopem [4]*

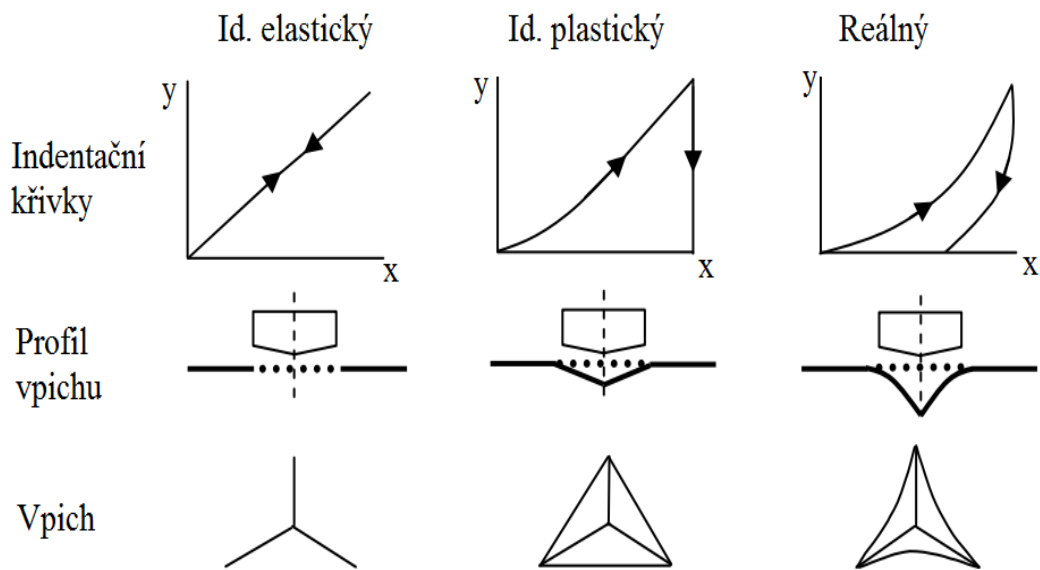
## 6 MĚŘENÍ NANOTVRDOSTI

Při měření nanotvrdoti se využívá stejných postupů jako při měření mikrotvrdoti. Hodnoty zatížení se pohybují v ještě nižších hodnotách, a to až 1 nN. Hloubky vtisků se pak mohou dostat až k hodnotě 0,1 nm. Pro měření nanotvrdoti se používá nejčastěji nanoindentor - Berkovichův jehlan, který se dá relativně snadno vybrousit do bodové špičky. Při zkoušce prováděné Berkovichovým diamantem dochází u vzorku současně k plastické i elastické deformaci. [27]

Při vyhodnocování výsledků zkoušky je výhodnější, aby k plastické a elastické deformaci docházelo postupně. Toho lze dosáhnout použitím nanoindentoru ve tvaru kuličky, při jehož aplikaci dochází nejprve k elastické a potom k plastické deformaci. Problém nastane, že nanoindentory jsou vyráběny z diamantu a vyrobit kuličku z tohoto materiálu je velmi obtížné, což je důvod globálního preferování Berkovichova jehlanu. Výroba Berkovichova jehlanu je poměrně jednodušší. Po odlehčení zkušebního tělesa, zůstává v materiálu vlivem plastické deformace vtisk. (Obr. 18). [27]



Obr. 18. Profil vtisku při a po zatížení silou [27]



Obr. 19. Závislost nanoindentačních křivek a vpichu na charakteru materiálu [27]

Výsledkem zkoušky jsou tzv. indentační křivky, které udávají závislost velikosti síly (osa  $y$ ) a hloubky vtisku (osa  $x$ ) viz Obr. 19. Na Obr. 19 je znázorněno, že vpich do ideálně elastického materiálu po odlehčení v podstatě zaniká, v případě ideálně plastického materiálu naopak zůstává stejný jako při zatížení. Indentační křivka reálného materiálu zahrnuje vliv elastické i plastické deformace. Při zatížení vzniká vtisk, který se po odlehčení zmenší o přetvoření vzniklé vlivem elastické deformace, zatímco přetvoření vzniklé mechanismem plastické deformace zůstává. To je možné vidět také na Obr. 18, kde vtisk naznačený modře zahrnuje obě složky deformace (při zatěžování) a vtisk naznačený černě je už výsledný vtisk zmenšený o přetvoření vlivem elastické deformace (po odlehčení).

Měření nanotvrdosti se v současné době užívá ke zjišťování tvrdosti tenkých povrchových vrstev, hodnocení povrchových úprav výrobků a měření tvrdosti fází materiálu. Taktéž je možné ji využít k zjišťování mechanických vlastností materiálu (elasticko plastické, lomové nebo únavové). [27]

## 6.1 Nanoindentační metody hodnocení povrchu materiálu

Vzhledem k rostoucím požadavkům hodnocení povrchu materiálu, povrchových vrstev s klesající tloušťkou vrstev je potřeba přecházet od hodnocení pomocí mikrotvrdosti, neboť zatížení musí klesat k nižším hodnotám, aby měření nebyla ovlivněna vlastnostmi základ-

ního materiálu. Při poklesu těchto zatížení v případě velmi tvrdých tenkých vrstev ovšem čitelnost vtisků v případě, když velikost zatížení může klesnout na klasických mikrotvrdoměrech k této malé velikosti, je velmi špatná vzhledem k jejich velikosti. Muselo by se přecházet na hodnocení povrchů se stále nižší drsností a na hodnocení vtisků při větších zvětšeních než je možné u světelné mikroskopie, tudíž pomocí řádkovací elektronové mikroskopie. Tato hodnocení jsou jednak neoperativní a též vyhledávání vtisků je vcelku neřešitelné. To by muselo být realizováno měření přímo v řádkovacím elektronovém mikroskopu, což by bylo technicky velmi náročné a tím i ekonomicky. Přechází se na hodnocení ne velikosti vtisků po indentaci, ale na hodnocení indentačních křivek - závislosti hloubky proniknutí indentoru na velikosti normálového zatížení. Tato závislost na nastaveném měření je zaznamenávána buď pouze při zatěžování a časové prodlevě při maximálním zatížení, nebo v průběhu celého zatěžování, časové prodlevě při maximálním zatížení a při odlehčování. Na základě této indentační křivky lze určovat nejen nanotvrdost, ale i poměr elastické a plastické deformace a popřípadě další charakteristiky materiálového systému. [28]



Obr. 20. Nanoindentační přístroj [29]

## 6.2 Zkouška tvrdosti podle Berkoviche

### 6.2.1 Popis zkoušky

Zkouška tvrdosti podle Berkoviche využívá pro měření nepravidelný trojboký jehlan, který je zhotoven z diamantu s úhlem  $65,27^\circ$  mezi bočními stěnami a výškou jehlanu, který odpovídá podmínce stejného poměru projekční plochy k hloubce vtisku, jako má Vickersův jehlan. Hodnota tvrdosti podle Berkoviche ( $H_{CH}$ ) je vyjádřena poměrem velikosti zatěžující síly a plochy (Obr. 21). [30]

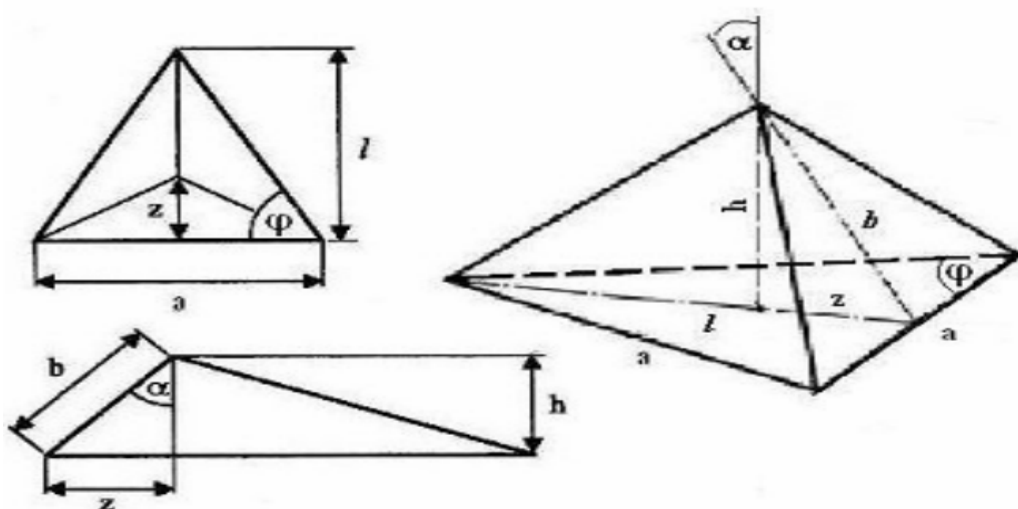
### 6.2.2 Vyhodnocení vtisků

$$H_{CH} = 1570 * \frac{F}{l^2} \quad (5)$$

$F$  – velikost zatížení na jehlan [kg]

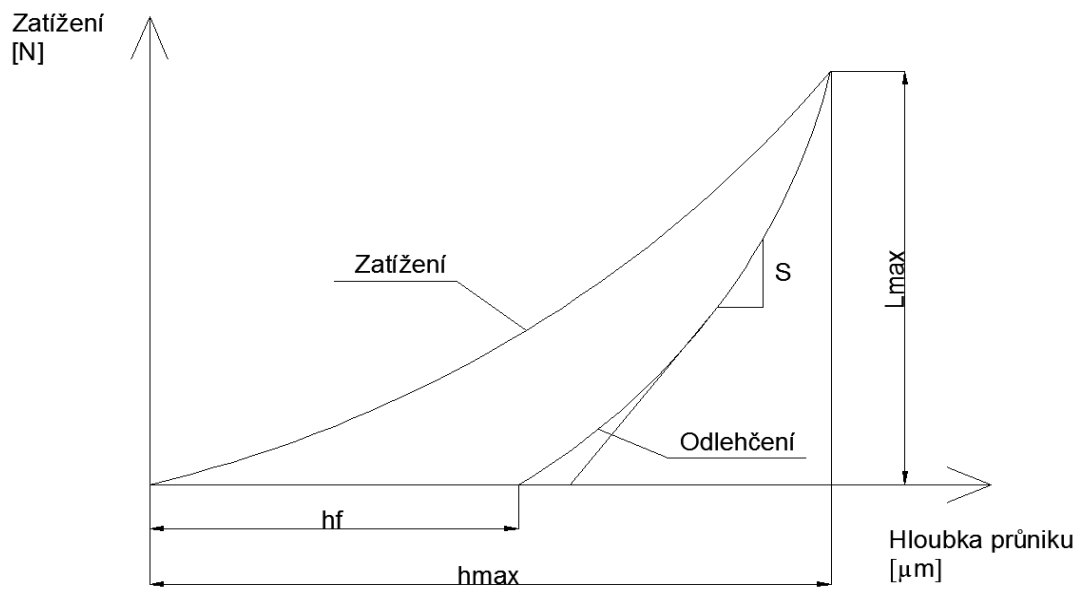
$l$  – výška trojúhelníku změřená na vtisku [ $\mu$ ]

Hlavní důvod pro vytvoření Berkovichova indentoru - nastal problém s výrobou čtyřbokého jehlanu a dodržení geometrických podmínek sbíhavosti hran Vickersova jehlanu, který v případě výroby třístěnného jehlanu odpadá. Díky svému tvaru je třístěnný jehlan méně citlivý na nárazy a neopatrné zacházení. V současnosti se Berkovichův indentor používá pro nanoindentační zkoušky. [30]



Obr. 21. Berkovichův indentor [30]





Obr. 22. Berkovichova závislost [31]

$h_{\text{max}}$  – maximální hloubka proniknutí indentoru

$L_{\text{max}}$  – maximální zatížení indentoru

$h_f$  – hloubka proniknutí indentoru po odlehčení

$S$  – sklon (směrnice) počátečního úseku odlehčovací křivky

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 7 CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem diplomové práce bylo měření vlastností povrchové vrstvy HDPE instrumentovanou zkouškou nanotvrdosti modifikovaného beta zářením.

Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470 C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Měření instrumentované zkoušky nanotvrdosti proběhlo na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments při zatížení 50 mN a 250 mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Cíle diplomové práce byly následující:

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

## 8 MATERIÁLY

Pro praktickou část diplomové práce bylo nutností zajistit vhodné zkušební tělesa, jejich výrobu provedla německá firma BGS (Beta-Gamma Service). Pro měření je použit vysokohustotní polyetylen (HDPE). Zkušební vzorky byly připraveny vstřikováním, následně ozářeny dávkami záření 0, 33, 66, 99, 132, 165, 198 kGy (ionizačním elektronovým zářením beta). Připravená tělesa podstoupila následně sérii měření.

Polymery jsou přírodní nebo syntetické látky. Syntetické polymery se vyvinuly v první polovině 20. století a v současné době jsou používány ve všech oborech lidské činnosti. Polymery jsou chemické látky, které ve svých velkých molekulách bývají označovány jako (makromolekuly), obsahují atomy uhlíku, vodíku, kyslíku, dusíku, chloru a jiných prvků. Výrobky z polymerů se nacházejí většinou v tuhém stavu. Předchází jim kapalný stav, který je pro zpracování polymerů charakteristický. Pro zpracování polymerních materiálů je typické využití vyšších teplot a tlaků, které nám umožňují zpracovat taveninu do požadovaného tvaru, který je i tvarem konečného výrobku. [34]

Rychlý rozvoj výroby a značné rozšíření aplikačních oblastí polymerních materiálů v průběhu posledních desetiletí má kromě velkého hospodářského významu i různé negativní dopady. Uplatnění polymerů je dáno především jejich materiálovými vlastnostmi, dostupnými surovinovými zdroji a výrobními postupy. Například v obalovém hospodářství ve značné míře polymery vytlačily dříve používané materiály – kovy, dřevo, papír. V dnešní době se uvádí, že 29 % z celkové produkce polymerních materiálů je využito právě na výrobu obalů.

Vývoj polymerních materiálů byl původně zaměřen na dosažení co možná nejlepších vlastností fyzikálních, chemických a mechanických, tedy i maximální stálosti a odolnosti těchto materiálů v přírodním prostředí. Tento vývojový směr se nyní stává příčinou obtíží při snahách o odstranění a následné likvidaci polymerních výrobků z našeho životního prostředí. [34]

Polymery se dělí na [34]:

- **Elastomery:** jsou vysoce elastické polymerní materiály, které je možné s použitím poměrně malých sil značně deformovat, aniž by došlo k jejich porušení. Uvažovaná deformace je převážně vratná. Typickým příkladem je pryž vyrobená z kaučuku.
- **Termoplasty:** jsou za běžných podmínek houževnaté, tvrdé a křehké. Při zvýšených teplotách se stávají plastickými a tvarovatelnými a jejich změny jsou vratné a opakovatelné. Typickým příkladem je polyetylen, polystyren nebo polypropylen.
- **Reaktoplasty:** jsou za běžných teplot tuhé, tvrdé a křehké a nejsou schopny tvarování při zvýšených teplotách. Příkladem reaktoplastu je epoxidová pryskyřice.

## 8.1 Modifikové polymery

Modifikace polymerů zahrnuje velké množství způsobů fyzikálních a chemických přeměn polymerů. Jedná se o záměrnou přeměnu polymerů prováděnou za účelem získání nového polymerního materiálu s odlišnými vlastnostmi. K neustále stoupajícím nárokům na vlastnosti polymerů v souvislosti se stále se rozšiřujícími oblastmi jejich použití význam modifikace polymerů neustále roste. [35]

Pro získávání modifikovaných polymerů se používá těchto základních způsobů: [34]

- **Fyzikální modifikace:** mechanickým smíšením dvou a více polymerů vznikají směsi s vynikajícími mechanickými vlastnostmi.
- **Mechanochemická modifikace:** mechanickou cestou, např. intenzivním hnětením, za podmínek a přítomnosti látek usnadňujících destrukci, vznikají reaktivní úseky polymerních řetězců, které se buď navzájem propojí, nebo reagují s přítomným monomerem schopným polymerace.
- **Chemické modifikace:** na základě chemických reakcí účinných látek s reaktivními skupinami polymerních řetězců.

## 8.2 Polyolefiny

Polyolefiny představují kvantitativně největší skupinu syntetických polymerů, což je způsobeno hlavně snadnou dostupností surovin pro výrobu monomerů a to tím, že jde o výrobu poměrně levnou. Polyolefiny jsou tedy cenově nejvýhodnější polymery. Dalším důvo-

dem pro jejich široké rozšíření je dobrá zpracovatelnost nejproduktivnějšími technologickými postupy i velmi dobré a široce využitelné výsledné vlastnosti. Nejvýznamnější polyolefiny jsou uvedeny v tabulce 3. [36]

Tab. 3. Charakteristiky nejvýznamnějších polyolefinů [35]

<b>Polyolefin</b>	<b>Krystalinita</b> %	<b>Hustota</b> g *cm <sup>-3</sup>	<b>Teplota tání</b> °C	<b>Modul E</b> MPa	<b>Pevnost v tahu</b> MPa
<b>Polyetylen</b>					
- lineární	65 až 95	0,954 až 0,970	125 až 136	700 až 1400	20 až 33
- rozvětvený	50 až 70	0,915 až 0,935	105 až 115	200 až 400	9 až 15
<b>Polypropylen</b>					
- izotaktický	60 - 70	0,905 až 0,912	160 až 176	1100 až 1500	34 až 38
- ataktický	0	0,85 až 0,87	T <sub>g</sub> = 25°C	-	-
<b>Poly-1-buten</b>					
-izotaktický	40 – 50	9,15	125	200 až 500	10 až 15
- ataktický	0	0,880	T <sub>g</sub> = - 3°C	-	-
<b>Polyisobuten</b>					
- ataktický	0	0,90 – 0,92	T <sub>g</sub> = - 73°C	-	2 až 6
<b>Poly-4-metyl-1-penten</b>					
-izotaktický	40	0,83	179	1500	27,5

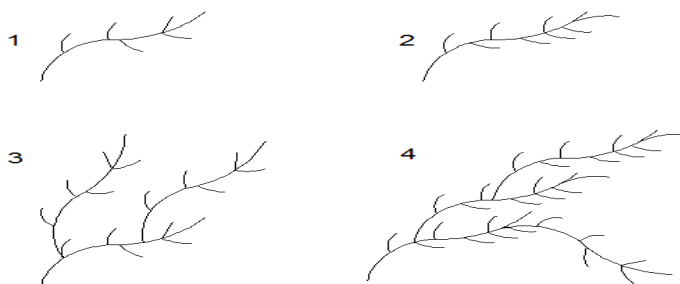
Světelná degradace je jedním z nejúčinnějších činitelů přirozeného stárnutí polymerních materiálů. Z nejběžnějších polymerů jí nejvíce podléhají polyolefiny, které velmi účinně absorbují ultrafialovou složku slunečního záření. Po absorpci záření vlnových délek 300 nm až 400 nm dochází k oxidačním a síťovacím reakcím makromolekulárních řetězců. Na makromolekulární řetězce působí samozřejmě také záření o vysoké energii (ionizující

záření), které je buď štěpí, nebo sítuje. Oba děje probíhají současně a o tom, který děj bude převažovat, rozhoduje hlavně struktura makromolekulárních řetězců. [34]

### 8.2.1 Polyetylen (PE)

Polyetylen je celosvětově nejvíce rozšířený vyráběný polymer a každý s ním denně přichází do kontaktu. Polyetylen může být vyráběn ve formě měkkých, flexibilních, pevných, tvrdých a odolných výrobků. Lze ho nalézt v předmětech všech rozměrů s jednoduchým nebo složitým designem. Mimo jiné může také být součástí každodenních předmětů, obalů, potrubí a hraček. Polyetylenové výrobky stále nahrazují tradiční materiály, jako např. papír nebo kovy. Existují tři hlavní typy polyetylenů. Všechny tyto typy jsou používány ve více než 90 % všech aplikacích polyetylenu. [37]

Polyetylen je tuhá látka, v tenkých vrstvách nebo filmech ohebná, elastická, téměř průhledná, popřípadě s mléčným zákalem. Na omak má voskovitý charakter. Všechny typy PE mají vysokou krystalinitu. Teplota tavení se pohybuje mezi 105 až 136 °C. PE má vysokou houževnatost a tažnost, je velmi stálý proti chemickým činidlům. Polyetylen nepropouští vodní páru a je mrazuvzdorný. Absorbuje tuky, uhlovodíky, aminy, ethery, ketony i jiné kapalné organické sloučeniny, které jim zvolna difundují. Podléhá studenému toku a má sklon k praskání pod napětím. Nejúčinnějším stabilizátorem PE jsou saze. Po 10 letech nedošlo u PE plněného sazemi k významným změnám pevnosti. Odolnost proti povětrnosti se zvyšuje přidávkem 2 % ZnO (oxid zinečnatý). Zásadní rozdíl mezi jednotlivými druhy spočívá ve stupni větvení, který ovlivňuje rozsah krystaliny a hustotu. [36]

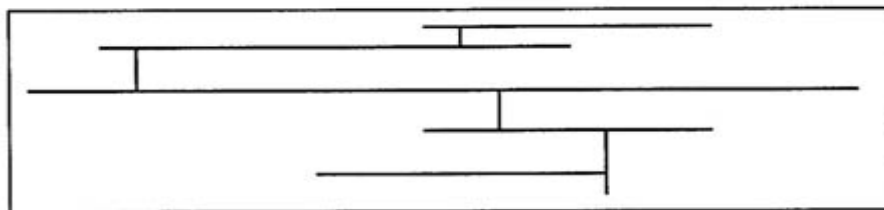


Obr. 23. Struktura makromolekul různých typů polyetylenu [36]

1 – lineární HDPE, 2 – LLDPE, 3 – rozvětvený LDPE vyrobený v trubkovém reaktoru,  
4 – rozvětvený LDPE vyrobený v autoklávu

### 8.2.1.1 Nízkohustotní polyetylen (LDPE)

Nejstarší typ polyetyleny byl připraven v roce 1933 v laboratořích britské firmy ICI reakcí za vysokého tlaku a teploty. Podle toho se zpočátku označoval jako „vysokotlaký“ typ. Význam později ukázal, že vysoký tlak a teplota při polymerační reakci jsou příčinou, že molekuly tohoto polyetyleny se větví jako kořeny stromu. To omezuje jejich schopnost krystalizovat. Takový materiál má vzhledem k ostatním typům polyetyleny nižší hustotu. Dnes se mu proto říká nízkohustotní polyetylen, anglicky low-density polyethylene, zkráceně LDPE. Tento polyetylen má vzhledem k ostatním nejnižší pevnost, tuhost i tvrdost, lze do něj rýpat nehtem a podle toho se i snadno rozpozná. Na druhé straně má vysokou houževnatost a je velmi odolný korozi. Krátce po zahájení průmyslové výroby v roce 1938 získal polyetylen doslova strategické postavení. Byl úspěšně použit k izolaci a ochraně podmorských kabelů, díky jeho dielektrickým vlastnostem se umožnila konstrukce prvních radarů. [38]

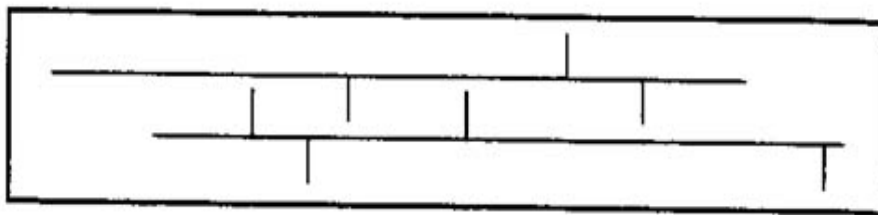


Obr. 24. Molekulární struktura LDPE [39]

### 8.2.1.2 Lineární nízkohustotní polyetylen (LLDPE)

Lineární nízkohustotní polyetylen je nejmladším ze všech typů PE. Jeho struktura je podobná struktuře HDPE, ale má nízkou krystalinitu vzhledem k velkému počtu krátkých řetězců. Z toho důvodu má také nízkou hustotu (obvykle nižší než  $940 \text{ kg/m}^3$ ). LLDPE je používán k výrobě jak ohebných, tak i pevných produktů. LLDPE je často používán ve směsi s jedním z dříve zmiňovaných materiálů k výrobě tenších filmů. Používá se v obalech tvořených vícevrstevnými filmy. LLDPE je velmi pevný a zachovává si tvar. Tyto vlastnosti jsou užitečné pro výrobu větších předmětů jako víka. Obr. 25 ukazuje molekulární strukturu LLDPE s typicky krátkými rozvětvenými řetězci způsobenými specifickými komonomery. [39]

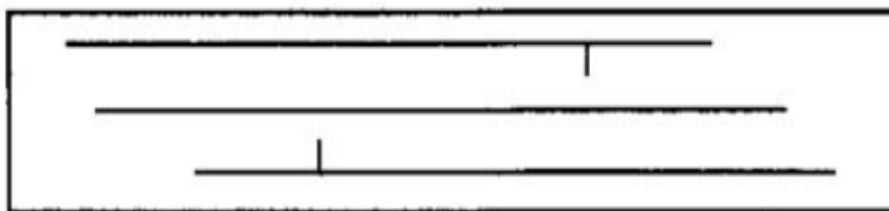




Obr. 25. Molekulární struktura LLDPE [39]

### 8.2.1.3 Vysokohustotní polyetylen (HDPE)

Díky vysoké krystalinitě je vysokohustotní polyetylen nejvíce tvrdý a nejméně ohebný mezi různými typy polyetylenů. HDPE má v molekule minimum postranních řetězců. Proto je hustota vždy vyšší než  $940 \text{ kg/m}^3$ . Tuhý a poněkud tvrdý charakter je užitečný pro širokou řadu aplikací. Obrázek 26 ukazuje téměř lineární molekulární strukturu vysokohustotního polyetylenu. [39]

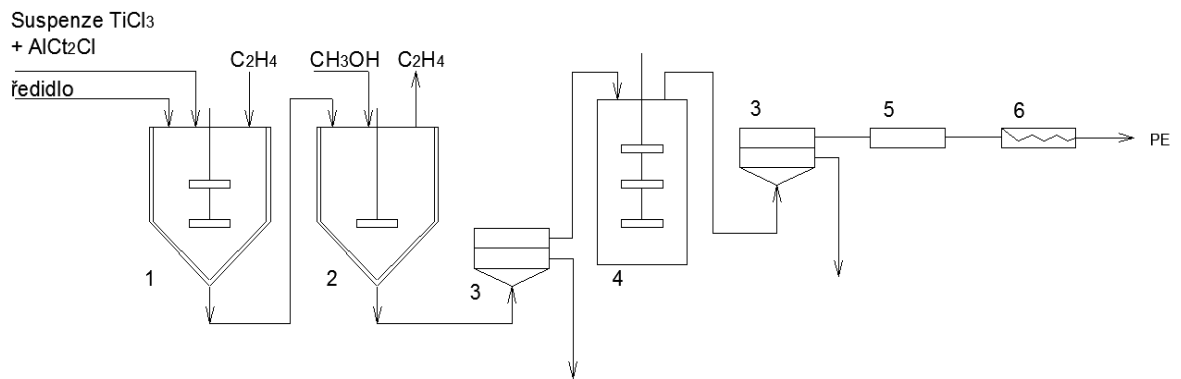


Obr. 26. Molekulární struktura HDPE [39]

V současné době se používají tři základní technologické postupy: suspenzní, roztokový a v plynné fázi.

- Suspenzní postup

Suspenzní postup je vlastně srážecí polymerací. Polymerace probíhá v prostředí rozpouštědla, ve kterém je monomer rozpustný a polymer v podstatě nerozpustný (v hexanu nebo v benzínové frakci v rozmezí  $130$  až  $160^\circ\text{C}$ ). Pracuje se při teplotách pod  $100^\circ\text{C}$  (zpravidla  $60$  až  $75^\circ\text{C}$ ) za míchání a chlazení. Tlak je do  $4 \text{ MPa}$  (zpravidla  $0,2 \text{ MPa}$ ). [36]



Obr. 27. Schéma klasického výrobního zařízení pro suspenzní výrobu polyethylenu [39]

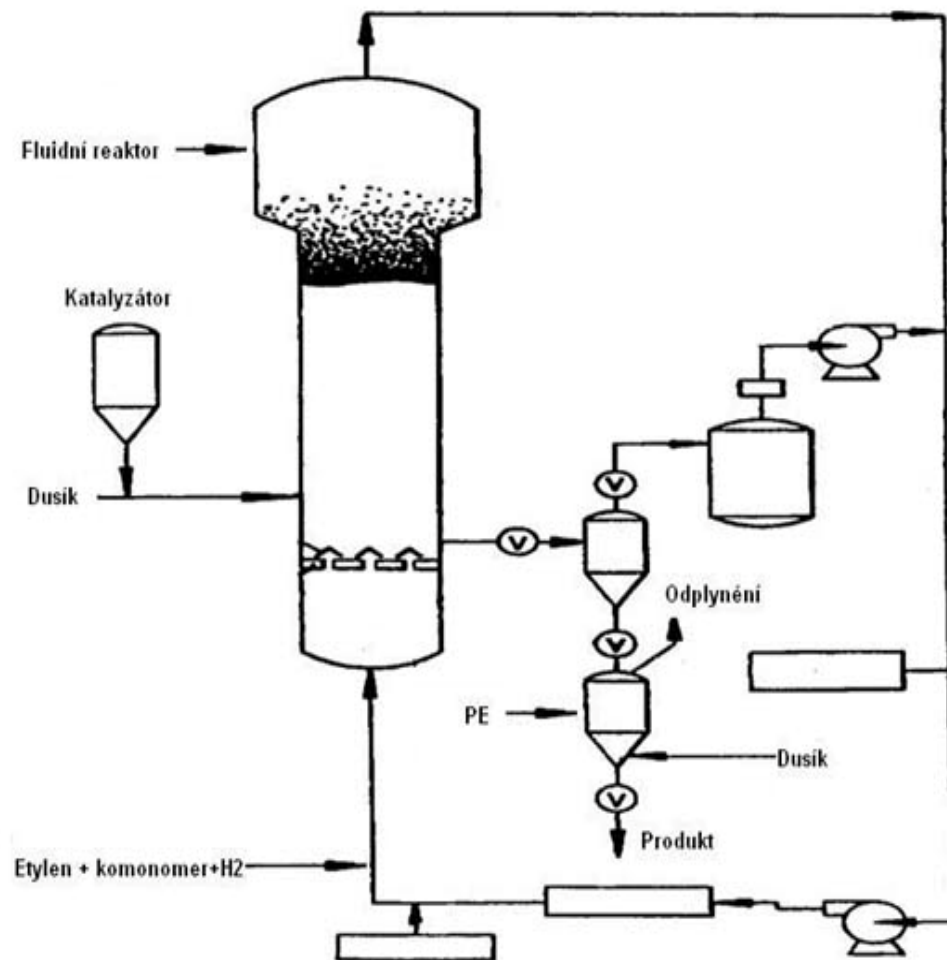
1 – polymerační reaktor, 2 – rozkladný reaktor, 3 – odstředivka, 4 – extraktor, 5 – sušárna, 6 – extrudér

- Roztokový postup

Při roztokovém postupu se rovněž používá jemně disperzní heterogenní katalyzátor (velikost částicěk často pod  $0,1 \mu\text{m}$ ), ale monomer i polymer jsou rozpuštěny. Aby se dosáhlo dostatečné rozpustnosti polymeru, pracuje se za teplot nad  $130^\circ\text{C}$  ( $150^\circ\text{C}$  až  $240^\circ\text{C}$ ). Potřebné relativně vysoké reakční teploty si vynucují vyšší tlaky (3 až 6 MPa). Vzhledem k vyšší polymerační rychlosti lze za těchto podmínek používat menší reaktory. Zbytky katalyzátorů se prostě odfiltrují a rozpouštědlo se z polymeru po snížení tlaku odpaří nebo se vyžene vodní párou. [36]

- Polymerace v plynné fázi

Vývojem katalyzátorů o vysoké účinnosti, jejichž zbytky se nemusí z polymeru odstraňovat a které umožňují vznik zrn polymeru o průměru  $500 \mu\text{m}$  s úzkou distribucí zrn, byly dány předpoklady pro polymeraci etylenu ve fluidní vrstvě. Jako reakční médium zde slouží plynný etylen. [36]



Obr. 28. Plynofázni výroba HDPE [39]

## 9 IONIZAČNÍ ZÁŘENÍ

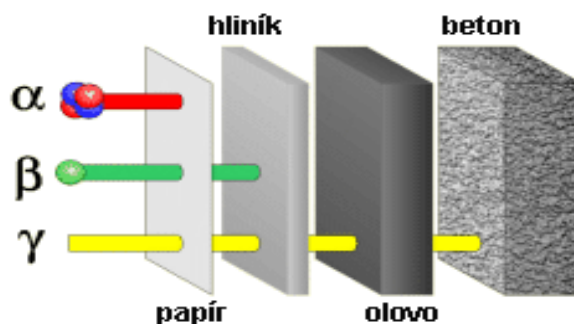
Ionizujícím zářením nazýváme takové záření, jehož kvanta mají natolik vysokou energii, že jsou schopna vyrážet elektrony z atomového obalu a tím látku ionizovat.

Záření (radiace) je obecně proces, při němž dochází k přenosu energie prostorem „na dálku“, prostřednictvím fyzikálních polí nebo mikročástic. Při záření se přenáší s energií také hmota a informace. [42]

Druhy ionizujícího záření [43]:

**Přímo ionizující záření:** je tvořeno nabitými částicemi (elektrony, protony, pozitrony a částicemi  $\alpha$  a  $\beta$ ), které mají dostatečnou kinetickou energii k tomu, aby vyvolaly ionizaci.

**Nepřímo ionizující záření:** patří zde nenabité částice (neutrony a fotony), které sami v prostředí neionizují, ale uvolňují sekundární, přímo ionizující částice při interakci s prostředím. Sekundární částice způsobí ionizaci prostředí.



Obr. 29. Průchodnost záření látkou [44]

### 9.1 Korpuskulární ionizující záření

Je charakteristické elektrickým nábojem, klidovou hmotností a kinetickou energií.

Podle hmotnosti částice dělíme [43]:

- těžké (částice  $\alpha$ , protony a neutrony)
- středně těžké (mezony)
- lehké (elektrony a pozitrony)

## 9.2 Fotonové ionizující záření

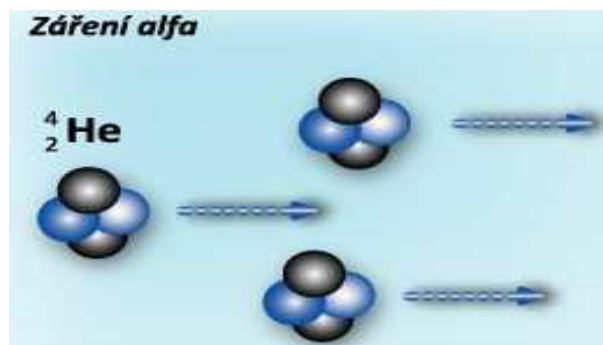
Má duální charakter (vlastnost jak elektromagnetického vlnění, tak i vlastnosti částic o nulové hmotnosti). Druhy fotonového ionizujícího záření [43]:

- fotonové záření  $\gamma$
- rentgenové záření

Z fyzikálního hlediska jde v podstatě o stejný typ záření, rozdíl je ve vlnové délce. Záření  $\gamma$  vzniká v atomovém jádře (přirozená a umělá radioaktivita). Rentgenové záření vzniká interakcí elektronu z obalu s těžkými atomy v materiálu anody. [43]

## 9.3 Záření alfa ( $\alpha$ )

Tento typ záření vydává většina přírodně radioaktivních izotopů. Částic  $\alpha$  se označuje jádro hélia ( ${}^4_2\text{He}$ ). Alfa částice je tedy tvořena ze dvou protonů a dvou neutronů, což znamená, že alfa částice je kladně nabitá, a to s nábojem  $e^{+2}$ . Proud těchto částic se nazývá alfa záření. Alfa záření vzniká tak, že původní jádro ztrácí dva protony a dva neutrony. Příkladem izotopu, který generuje  $\alpha$  záření je izotop uranu  ${}^{238}\text{U}$ . Záření  $\alpha$  silně ionizuje prostředí, kterým prochází a dá se velmi snadno odstínit a to listem papíru. Z hlediska využití je  $\alpha$  záření nejméně důležité. Záření  $\alpha$  vzniká jen u ztěžklých jader, navíc má malou pronikavost. Používá se jako hlásič požáru, v medicíně se nepoužívá. [45]



Obr. 30. Záření  $\alpha$  [46]

## 9.4 Záření beta ( $\beta$ )

Záření  $\beta$  je tvořeno rychlými elektrony nebo pozitrony se značným rozsahem energie. Elektrony jsou z jádra emitovány při samovolné přeměně jaderného neutronu na proton, elektron a antineutrino. Záření  $\beta$  má spojité energetické spektrum, to znamená, že obsahuje částice s energiemi od nuly až po určitou maximální energii, která je pro daný radionuklid charakteristická. Hodnoty maximální energie u běžně používaných  $\beta$  zářičů činí desítky keV a jednotky MeV. Největší energetické ztráty elektronu při jeho průchodu absorbuji hmotou připadají na ionizaci a excitaci. Ve srovnání se zářením  $\alpha$  mají však elektrony menší hmotnost i menší náboj, proto je jejich specifická lineární ionizace mnohem menší ve srovnání se zářením  $\alpha$ . Jejich dolet je proto větší. Uplatňuje se též mnohem více pružný rozptyl elektronů (skutečná dráha vykonaná elektronem v absorbuji látce je asi 4x větší než jeho dolet). [43]

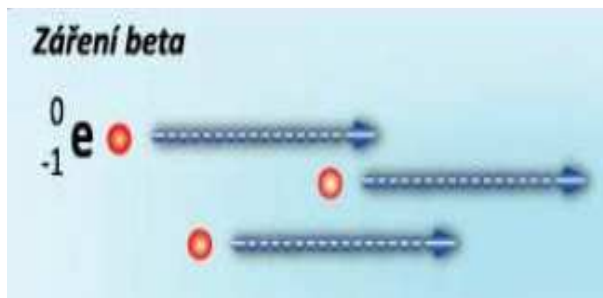
U záření beta rozlišujeme dva druhy [45]:

### 9.4.1 Záření $\beta^-$

Je tvořeno proudem záporných elektronů  $e^-$ , vznikajících v jádře radioaktivního prvku. Během beta rozpadu dochází k přeměně neutronu na proton. Nové jádro má o jednotku zvýšený kladný náboj, přičemž hmotnost jádra zůstává přibližně zachována.

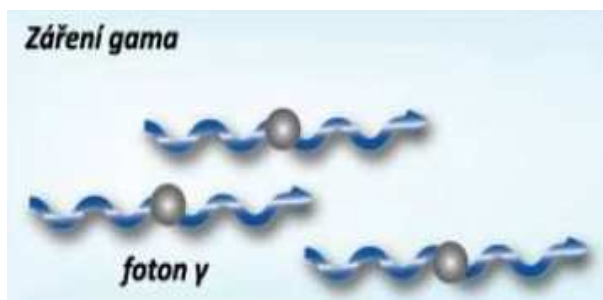
### 9.4.2 Záření $\beta^+$

Je tvořeno kladným proudem pozitronů, což je antičástice k elektronu. Oproti záření  $\alpha$  má záření  $\beta$  větší pronikavost. Záření  $\beta^+$  se využívá v medicíně v systému PET (pozitivní emisní tomografie). V systému PET se využívá efekt anihilace elektronů za vzniku  $\gamma$  záření  $e^+ + e^- \rightarrow 2\gamma$ . Vzniklé dvě kvanta  $\gamma$  záření o energii 511 keV opouští místo anihilace v protilehlých směrech (pod úhlem  $180^\circ$ ).

Obr. 31. Zářením  $\beta$  [46]

## 9.5 Zářením gama ( $\gamma$ )

Zářením  $\gamma$  je vysoko energetické elektromagnetické záření. Na rozdíl od předchozích typů  $\alpha$ ,  $\beta$  záření nese  $\gamma$  záření žádný náboj. Neexistuje čistý přírodní  $\gamma$  zářič. Zářením  $\gamma$  vzniká často spolu s  $\alpha$  nebo  $\beta$  zářením při radioaktivním rozpadu jader. Dceřiné jádro, které vzniká po vyzáření  $\alpha$  nebo  $\beta$  záření, se v mnoha případech nachází v excitovaném stavu. Jádro pak může přejít do stavu s nižší energií, což je doprovázeno vyzářením fotonu  $\gamma$ . Při vyzáření  $\gamma$  fotonu nevzniká jiný izotop, jádro pouze ztrácí část své energie. Zářením  $\gamma$  je velmi pronikavé, ale méně ionizující. Odstínit se dá jen velmi silnými vrstvami kovu nebo betonu. Často se používá k podobným účelům jako rentgenové záření, protože má podobné vlastnosti. Pokud chceme získat čistý  $\gamma$  zářič, musí být vyroben. Pro získání čistého  $\gamma$  zářiče je často používán radionuklid molybdenu  $^{99}\text{Mo}$ , který se mění  $\beta^-$  rozpadem s poločasem rozpadu  $T_{1/2} = 2,66$  dne na izotop technecia  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  do jeho vybuzeného stavu (hladina o energii 140 keV), který je metastabilní s poločasem rozpadu  $T_{1/2} = 6,02$  hodin. Pokud se oddělí produkt  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  od mateřského molybdenu  $^{99}\text{Mo}$ , získáme čistý  $\gamma$  zářič, který postupně vyzařuje záření  $\gamma$  o energii 140 keV. [45]

Obr. 32. Zářením  $\gamma$  [46]

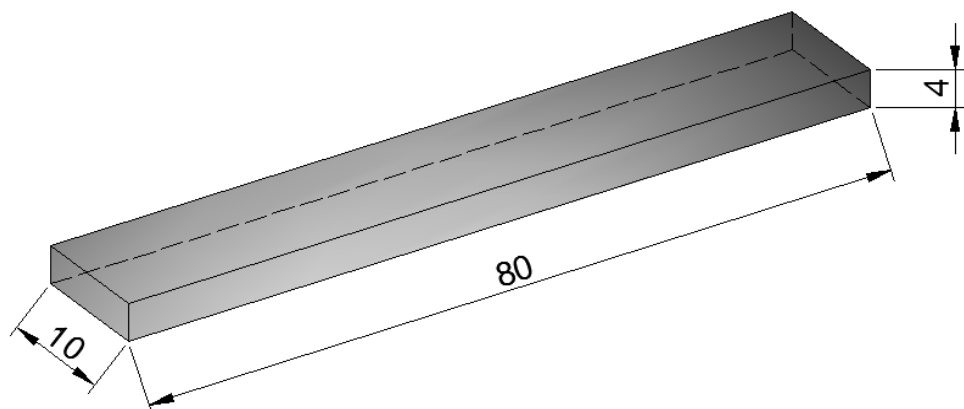
## 10 VÝROBA A OZÁŘOVÁNÍ ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ

### 10.1 Výroba zkušebních vzorků

Zkušební vzorky z polymerního materiálu HDPE byly pro zkoušku vyrobeny vstříkovací technologií na vstříkovacím stroji ARBURG ALLROUNDER 470 C. Parametry pro vstříkování byly nastaveny podle doporučení výrobce materiálu.



Obr. 33. Vstříkovací stroj Arburg Allrounder 470 C



Obr. 34. Tvar zkušebního vzorku včetně rozměrů



## 10.2 Ozařování zkušebních vzorků

Ozařování zkušebních tělísek provedla německá firma BGS (Beta-Gamma Servise). Zkušební tělíška HDPE byla ozářena elektronovým  $\beta$  (Beta) zářením. Elektrony jsou urychlovány v cyklickém střídavém poli v několika etapách o maximální energii 10 Mev. BGS používá rezonanční urychlovač typu Rhodotron. Dávky záření byly následující: 0, 33, 66, 99, 132, 165, 198 kGy.



*Obr. 35. Linka na ozařování zářením  $\beta$  [40]*

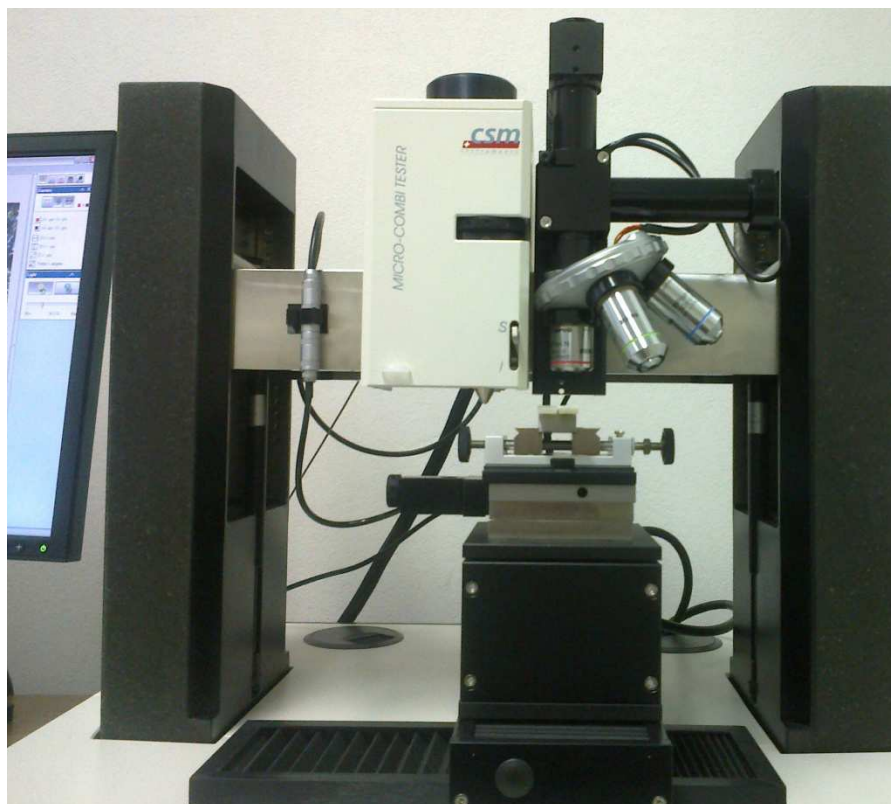
## 11 MĚŘÍCÍ ZAŘÍZENÍ A PRINCIP MĚŘENÍ

### 11.1 Měřicí zařízení

Měření probíhalo na MicroCombi Testeru od firmy CSM Instruments. Je to stolní přístroj, který je kompaktní a může být použit na libovolném stabilním stole. S jeho kombinovaným ovládáním z počítače a softwarem představuje snadno použitelný nástroj pro všechny laboratoře, které mají zájem o provádění makromechanických testů. Jako vnikací tělísko (Berkovičův indentor) byl použit diamantový čtyřboký jehlan.

Přístroj je umístěný v laboratoři Ústavu výrobního inženýrství UTB ve Zlíně. [30, 32]

MicroCombi Tester je určený pro nízké zatížení s hloubkou měření v měřítku nanometrů. Systém může být použit k charakterizaci organických, anorganických, tvrdých a měkkých materiálů. Přístroj je schopen provádět vnikací zkoušky mikrotvrdomosti v rozsahu zatížení (od 0 do 30 N) a zkoušky nanotvrdomosti (od 0 do 500 mN). [33]



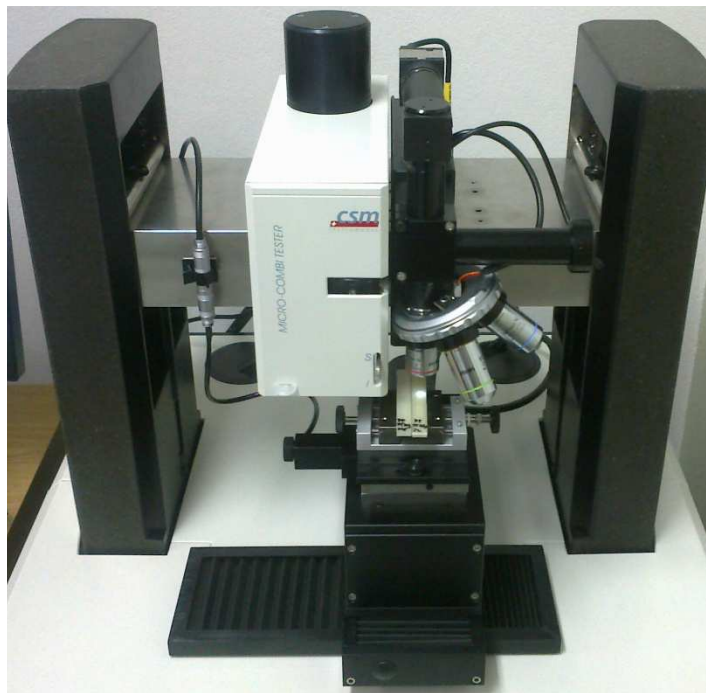
*Obr. 36. MicroCombi Tester*

Dva hlavní moduly přístroje:

- Mikroindentační a nanoindentační modul a dále „Scratch Testy”
- Modul opatřený optickým mikroskopem (z pořízení fotografie popřípadě videozáznamu). [33]

## 11.2 Princip měření

Princip spočívá v přímočarém kolmém pohybu indentoru (Berkovičův indentor) po zkušebním vzorku. Indentor vniká do zkušebního vzorku a následně zjišťujeme míru deformace tohoto materiálu. Přírodním výsledkem měření jsou délky úhlopříček vtisknutého indentoru - jehlanu. Po přiblížení optickým mikroskopem (po testu) lze zjistit velikost délek úhlopříček a charakter opotřebení indentoru.



*Obr. 37. Upnutí vzorků při měření*

## 12 NAMĚŘENÉ A ZPRACOVANÉ HODNOTY

### 12.1 Měření nanotvrdosti

Po vyrobení a ozáření zkušebních těles bylo provedeno měření nanotvrdosti podle Berkoviče. Bylo provedeno vždy 10x měření pro dávky ozáření 0, 33, 66, 99, 132, 165, 198 kGy.

#### 12.1.1 Dávka záření

Absorbovaná energie záření/hmoty: Gy (Gray) 1 Gy = 1 Joule/kg = 100 rad

#### 12.1.2 Dávková intenzita

Absorbovaní energie záření za čas: Gy/s (Gray za sekundu) 1Gy/s = 1 Watt/kg

### 12.2 Vztahy pro výpočet

Zde jsou popsány výpočtové vztahy pro výpočet hlavních výsledků zkoušek.

#### 12.2.1 Vtisková tvrdost $H_{IT}$

Vtisková tvrdost je míra rezistence k trvalé deformaci nebo poškození a definujeme ji jako maximální zatěžující sílu dělenou průmětem kontaktní plochy. [30, 41]

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \text{ [MPa]} \quad (6)$$

$F_{max}$  - maximální zatěžující síla [N]

$A_p$  - průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti  $h_c$  od hrotu [ $\text{mm}^2$ ]

##### 12.2.1.1 Hloubka kontaktu vnikacího tělesa se zkušebním tělesem $h_c$

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon * \frac{F_{\max}}{S} \text{ [mm]} \quad (7)$$

$h_{\max}$  - maximální hloubka vtisku při  $F_{\max}$  [mm]

$F_{\max}$  - maximální zkušební zatížení [N]

$S$  - počáteční tuhost

$\varepsilon$  - korekční faktor pro rozdílnou geometrii vnikacího tělesa, viz Tab. 4.

Tab. 4. Korekční faktor pro rozdílné geometrie [30, 41]

Geometrie vnikacího tělesa	$\varepsilon$
Plochý razník	1
Kužel	$2(\pi-2) / \pi = 0,73$
Rotační paraboloid	3/4
Berkovich, Vickers	3/4

### 12.2.2 Vtiskový modul $E_{IT}$

Vtiskový modul se určuje ze směrnice tečny, který nám slouží k výpočtu vtiskové tvrdosti  $H_{IT}$ . Vtiskový modul je rovný elastickému (Youngovému) modulu. [30, 41]

$$E_{IT} = \frac{1-v_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-v_i^2}{E_i}} \text{ [MPa]} \quad (8)$$

$v_s$  - Poissonův poměr zkoušeného tělesa

$v_i$  - Poissonův poměr vnikacího tělesa (diamant 0,07)

$E_i$  - redukovaný modul vtiskového kontaktu [MPa]

$E_r$  - modul vnikacího tělesa [MPa]

**12.2.2.1 Modul vnikacího tělesa  $E_r$** 

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2c\sqrt{A_p}} [\text{MPa}] \quad (9)$$

$A_p$  - průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa ve vzdálenosti  $h_c$  od hrotu [ $\text{mm}^2$ ]

$C$  - kontaktní poddajnost

**12.2.3 Vtiskové tečení (creep)  $C_{IT}$** 

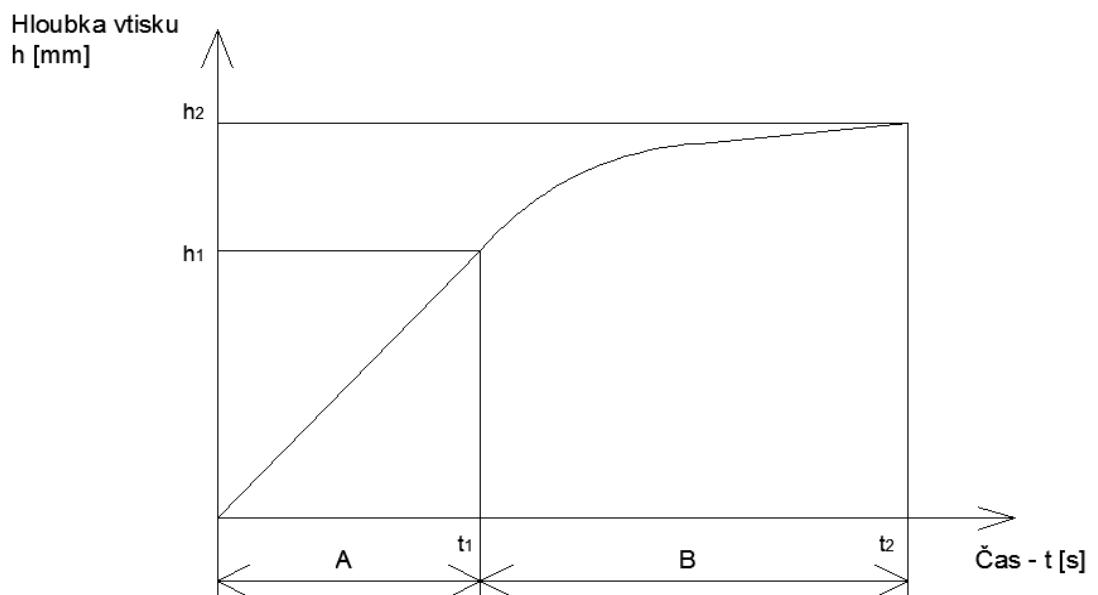
Pomalá plastická deformace materiálu vyvolaná dlouhodobým působením teploty a času.

Udává nám hodnotu tečení materiálu neboli creep. [30, 41]

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} * 100 [\%] \quad (10)$$

$h_2$  - hloubka vtisku v mm v čase  $t_2$ , výdrž na konstantní úrovni zkušebního tělíska [mm]

$h_1$  - hloubka vtisku v mm v čase  $t_1$ , kde je dosaženo zkušebního zatížení [mm]



Obr. 38. Vtiskové tečení (creep)[41]

A - zkušební zatížení

B - zkušební zatížení udržované na konstantní úrovni od  $t_1$  do  $t_2$

#### 12.2.4 Celková deformační práce $W_{total}$

Celková deformační práce se rovná součtu elastické deformační práce a plastické části deformační práce.

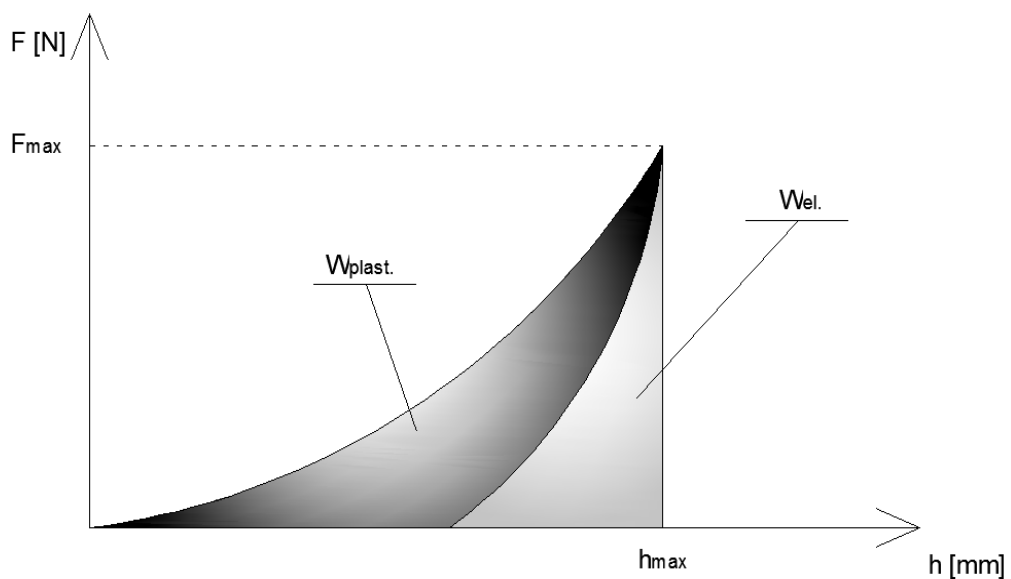
Elastická část deformační práce ( $W_{elast.}$ ) je vykreslena pod odlehčovací křivkou, která nám určuje, jak materiál reaguje na zatížení vratnou deformací.

Plastická část deformační práce ( $W_{plast.}$ ), je rovna ploše mezi křivkou zatěžovací a křivkou odlehčovací. Určuje nám houževnatost zkoušeného materiálu a také jeho odolnost vůči plastické deformaci. [30, 41]

$$W_{TOTAL} = W_{elast.} + W_{plast.} \text{ [J]} \quad (11)$$

$W_{elast.}$  - elastická část deformační práce [J]

$W_{plast.}$  - plastická část deformační práce [J]



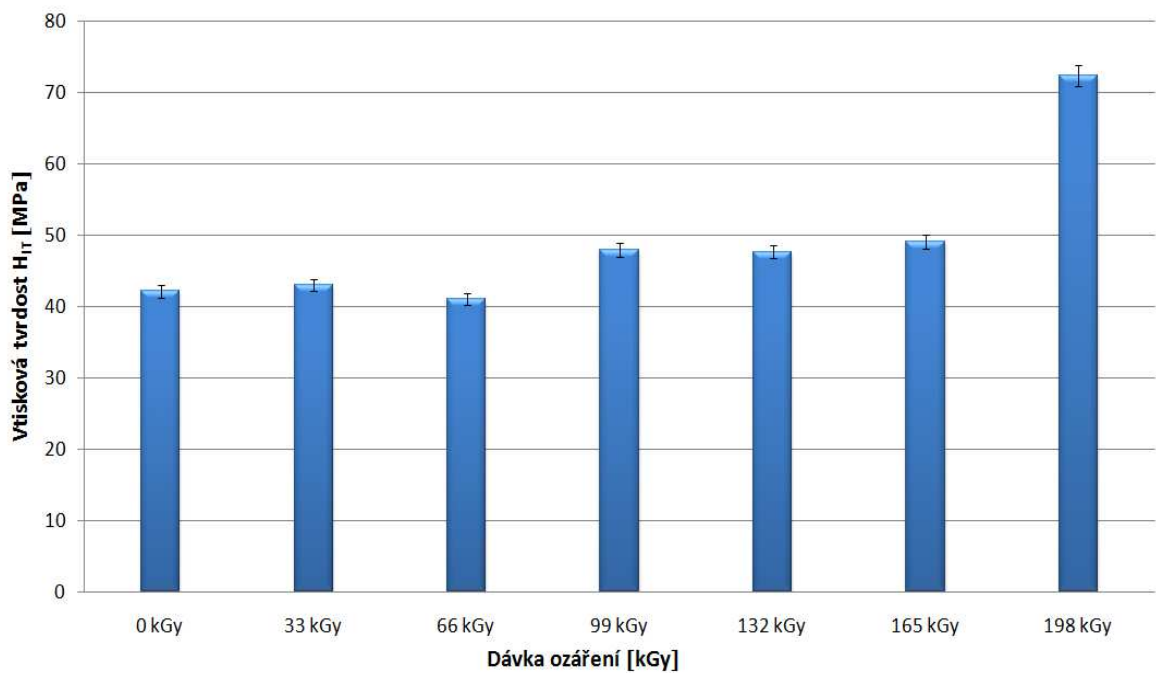
Obr. 39. Plastická a elastická část práce [41]

## 12.3 Vyhodnocení výsledků

Tab. 5. Přehled výsledků pro zatížení 50 mN při různém ozáření

	$H_{IT}$ [MPa]	$E_{IT}$ [GPa]	$C_{IT}$ [%]	$W_{elast}$ [nJ]	$W_{plast}$ [nJ]	$\eta_{IT}$ [%]
0 kGy	42,074	1,334	15,916	36,074	133,775	21,239
33 kGy	42,976	1,304	16,266	37,2	133,425	21,806
66 kGy	40,966	1,215	15,986	38,762	131,983	22,703
99 kGy	47,620	1,325	15,538	38,183	121,54	23,905
132 kGy	49,002	1,388	15,337	36,330	119,529	23,311
165 kGy	49,002	1,436	14,654	35,839	117,187	23,423
198 kGy	72,314	1,893	18,041	32,664	110,614	23,014

### 12.3.1 Vyhodnocení vtiskové tvrdosti $H_{IT}$ pro zatížení 50 mN

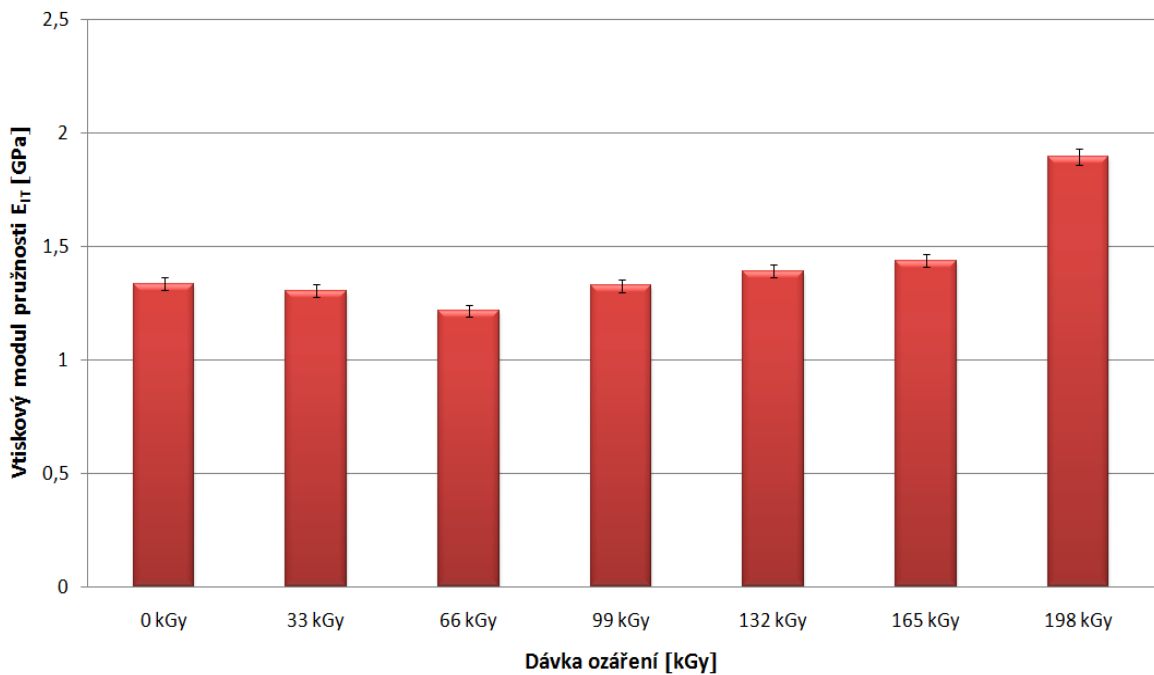


Obr. 40. Vtisková tvrdost pro různé dávky záření



Z výsledků měření nanotvrdosti bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti byly zjištěny u HDPE modifikovaného dávkou záření 198 kGy (72 MPa). Nejnižší hodnoty byly naměřeny u HDPE ozářeného dávkou beta záření 66 kGy (41 MPa), jak je viditelné z Obr. 40.

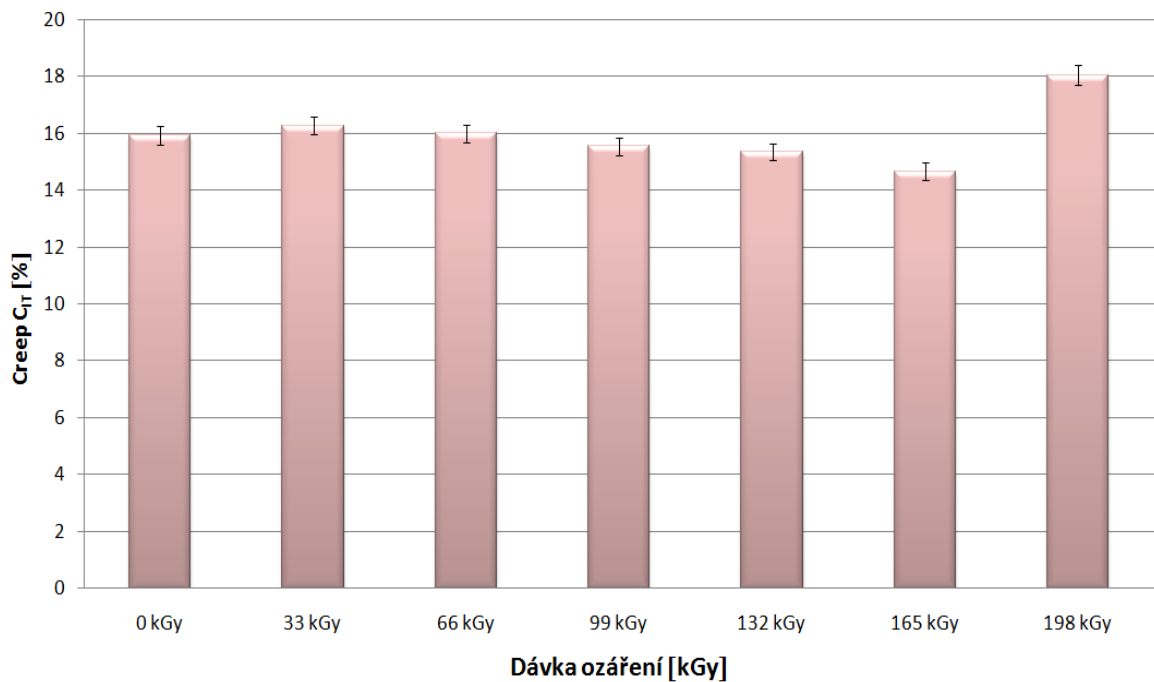
### 12.3.2 Vyhodnocení vtiskového modulu pružnosti pro zatížení 50 mN



Obr. 41. Vtiskový modul pružnosti pro různé dávky záření

Z měření mikromechanických vlastností povrchové vrstvy vyšlo najevo, že nejmenší hodnoty vtiskového modulu pružnosti reprezentující mikrotuhost testované povrchové vrstvy byly zjištěny u HDPE ozářeného dávkou beta záření 66 kGy. Naopak nejvyšší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u HDPE ozářeného dávkou beta záření 198 kGy, jak je patrné z Obr. 41.

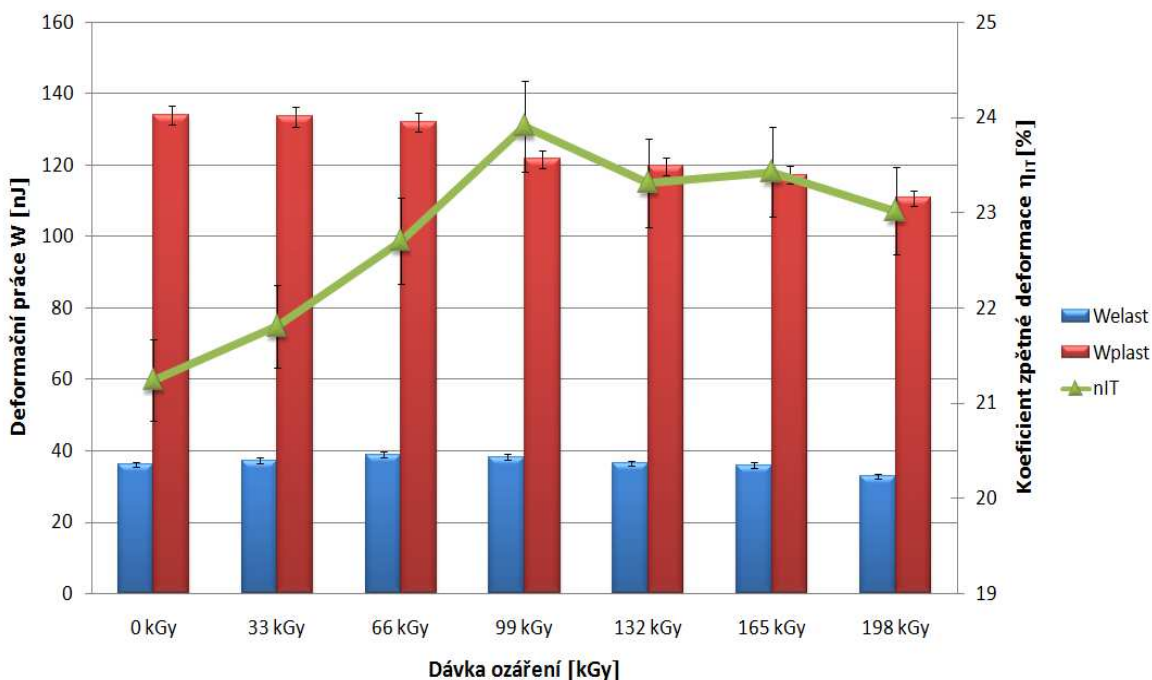
### 12.3.3 Vyhodnocení vtiskového tečení pro zatížení 50 mN



Obr. 42. Creep pro různé dávky záření

Nejmenší hodnota vtiskového tečení reprezentující mikrokríp byla naměřena u dávky ozáření 165 kGy (14 %), naopak největší hodnota mikrokrípu byla zjištěna u dávky ozáření 198 kGy (18 %), jak je patrné z Obr. 42. Neozářený HDPE vykazoval hodnoty mikrokrípu 16 %.

## 12.3.4 Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro zatížení 50 mN



Obr. 43. Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro různé dávky záření

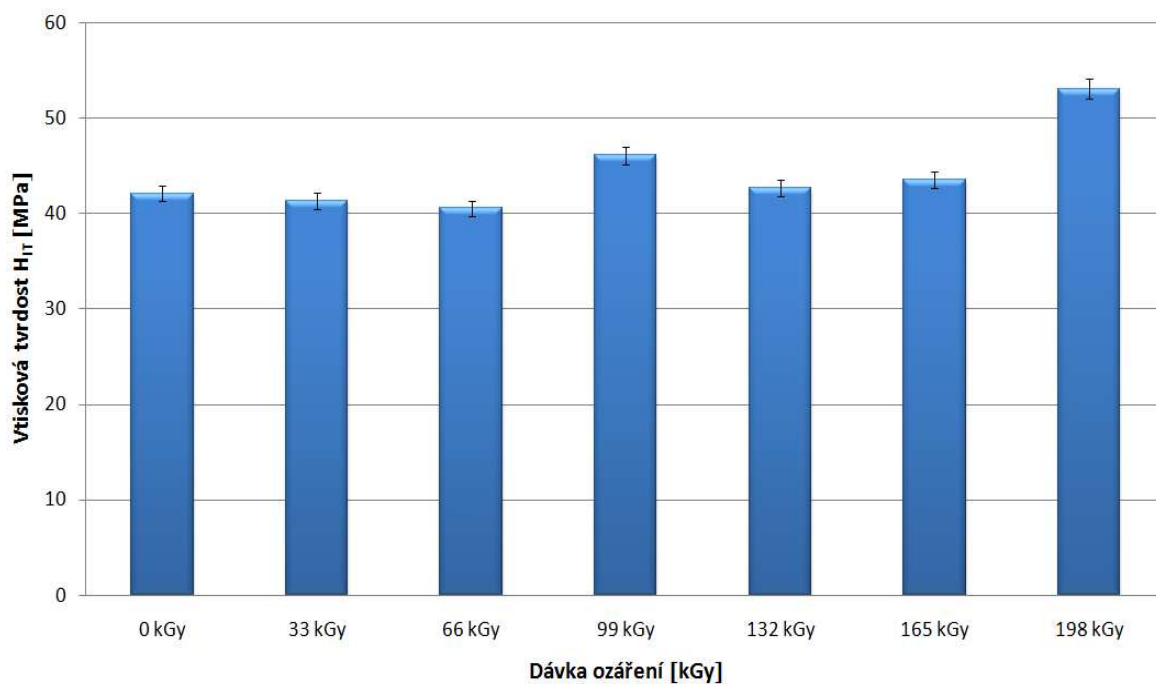
Elastická (pružná) a plastická (trvalá) část deformační práce. Elastická část deformační práce  $W_{\text{elast}}$  vyjadřuje zatížení zkoušeného vzorku a následnou zpětnou deformaci. Obr. 43 znázorňuje také plastickou část deformační práce  $W_{\text{plast}}$ . Tato práce charakterizuje tuhost zkoušeného materiálu a jeho odpor vůči trvalé deformaci.

Jednotlivé složky deformační práce poskytují důležité informace o chování testované povrchové vrstvy HDPE modifikované beta zářením. Z výsledků testů nanotvrlosti vyplynulo, že nejmenší hodnota elastické deformační práce byla naměřena u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 198 kGy. Nejvyšší hodnota elastické deformační práce byla zjištěna u HDPE ozářeného dávkou beta záření 66 kGy. U plastické deformační práce byla nejvyšší její hodnota naměřena u neozářeného HDPE. Nejnižší hodnota plastické deformační práce byla zjištěna u HDPE ozářeného dávkou beta záření 198 kGy, jak je zobrazeno na Obr. 43. Nejmenší hodnota koeficientu zpětné deformace byla zjištěna u neozářeného HDPE, naopak nejvyšší hodnota byla naměřena u HDPE ozářeného dávkou beta záření 99 kGy.

Tab. 6. Přehled výsledků pro zatížení 250 mN při různém ozáření

	$H_{IT}$ [MPa]	$E_{IT}$ [GPa]	$C_{IT}$ [%]	$W_{elast}$ [nJ]	$W_{plast}$ [nJ]	$\eta_{IT}$ [%]
0 kGy	42,070	1,350	15,748	398,891	1520,009	20,787
33 kGy	41,279	1,336	15,199	402,190	1512,512	21,008
66 kGy	40,497	1,257	15,311	423,565	1525,191	21,736
99 kGy	46,025	1,305	16,147	426,233	1482,292	22,455
132 kGy	42,613	1,337	14,577	406,326	1463,644	21,730
165 kGy	43,491	1,345	14,345	408,814	1458,950	21,889
198 kGy	53,016	1,450	16,705	414,527	1434,009	22,433

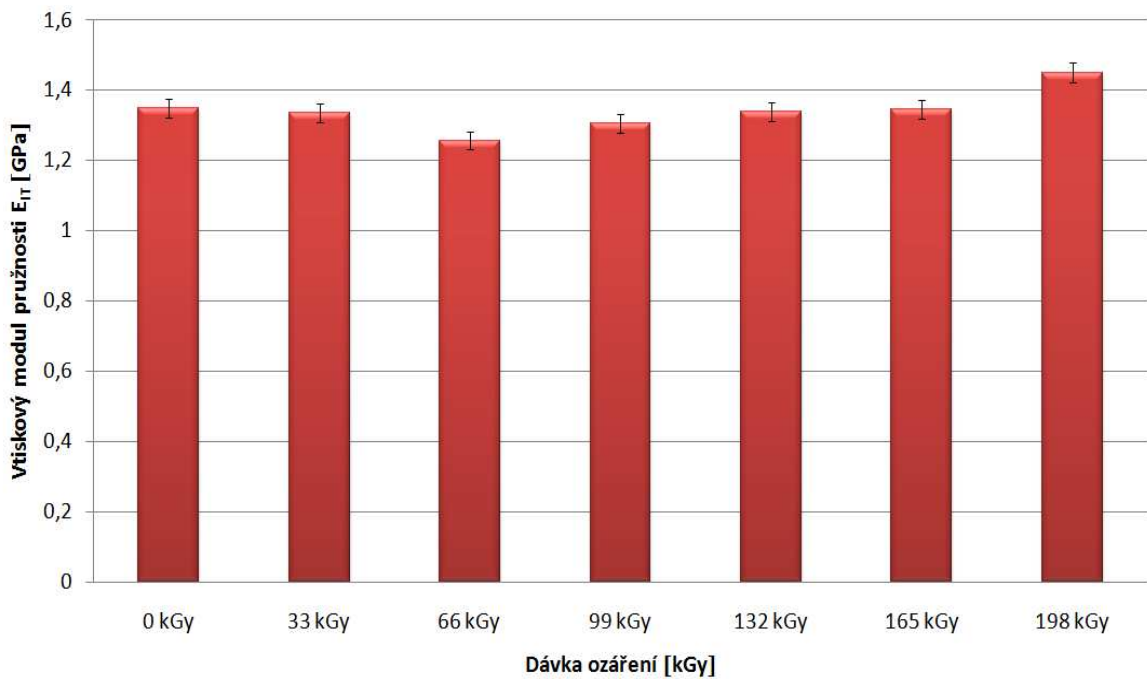
### 12.3.5 Vyhodnocení vtiskové tvrdosti pro zatížení 250 mN



Obr. 44. Vtisková tvrdost pro různé dávky záření

Z výsledků měření nanotvrdosti bylo zjištěno, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti byly zjištěny u HDPE modifikovaného dávkou záření 198 kGy (53 MPa). Nejnižší hodnoty byly naměřeny u HDPE ozářeného dávkou beta záření 66 kGy (41 MPa), jak je patrné z Obr. 44.

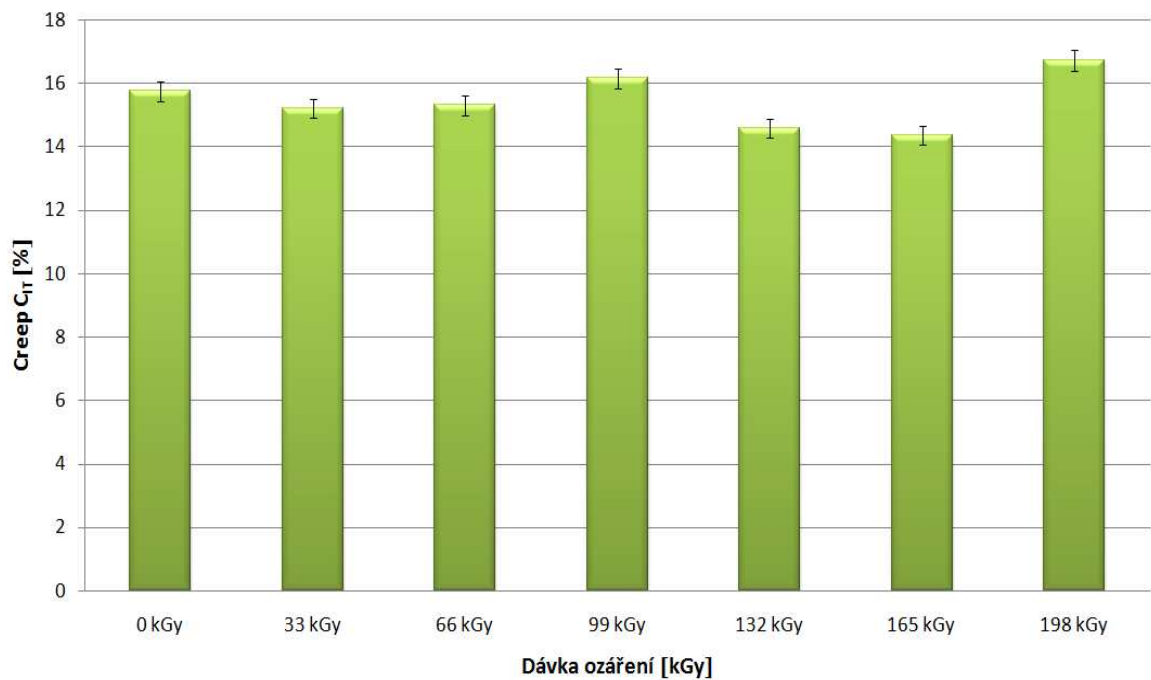
### 12.3.6 Vyhodnocení vtiskového modulu pružnosti pro zatížení 250 mN



Obr. 45. Vtiskový modul pružnosti pro různé dávky záření

Z měření mikromechanických vlastností povrchové vrstvy vyšlo najevo, že nejmenší hodnoty vtiskového modulu pružnosti reprezentující mikrotuhost testované povrchové vrstvy byly zjištěny u HDPE ozářeného dávkou beta záření 66 kGy. Naopak nejvyšší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u HDPE ozářeného dávkou beta záření 198 kGy, jak je patrné z Obr. 45.

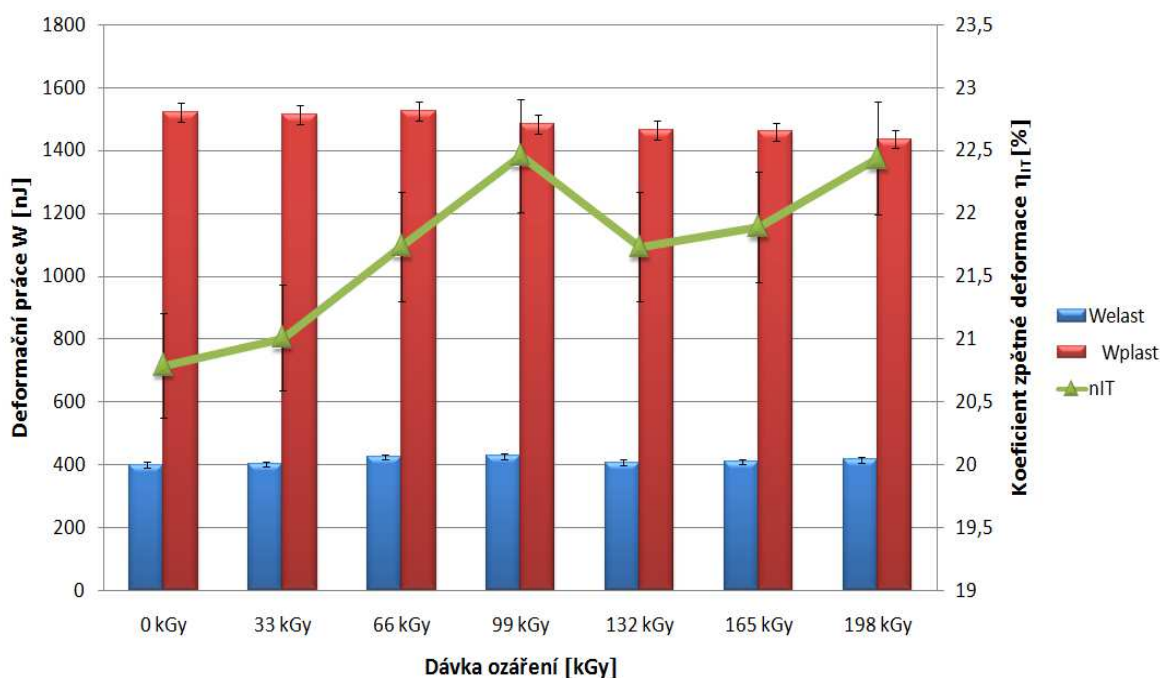
## 12.3.7 Vyhodnocení vtiskového tečení pro zatížení 250 mN



Obr. 46. Creep pro různé dávky záření

Nejmenší hodnota vtiskového tečení reprezentující mikrokríp byla naměřena u dávky ozáření 165 kGy (14 %), naopak největší hodnota mikrokrípu byla zjištěna u dávky ozáření 198 kGy (16 %), jak je patrné z Obr. 46. Neozářený HDPE vykazoval hodnoty mikrokrípu 16 %.

## 12.3.8 Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro zatížení 250 mN



Obr. 47. Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro různé dávky záření

Elastická (pružná) a plastická (trvalá) část deformační práce. Elastická část deformační práce  $W_{elast}$  vyjadřuje zatížení zkoušeného vzorku a následnou zpětnou deformaci. Obr. 47 znázorňuje mimo jiné také plastickou část deformační práce  $W_{plast}$ . Tato práce charakterizuje tuhost zkoušeného materiálu a jeho odpor vůči trvalé deformaci.

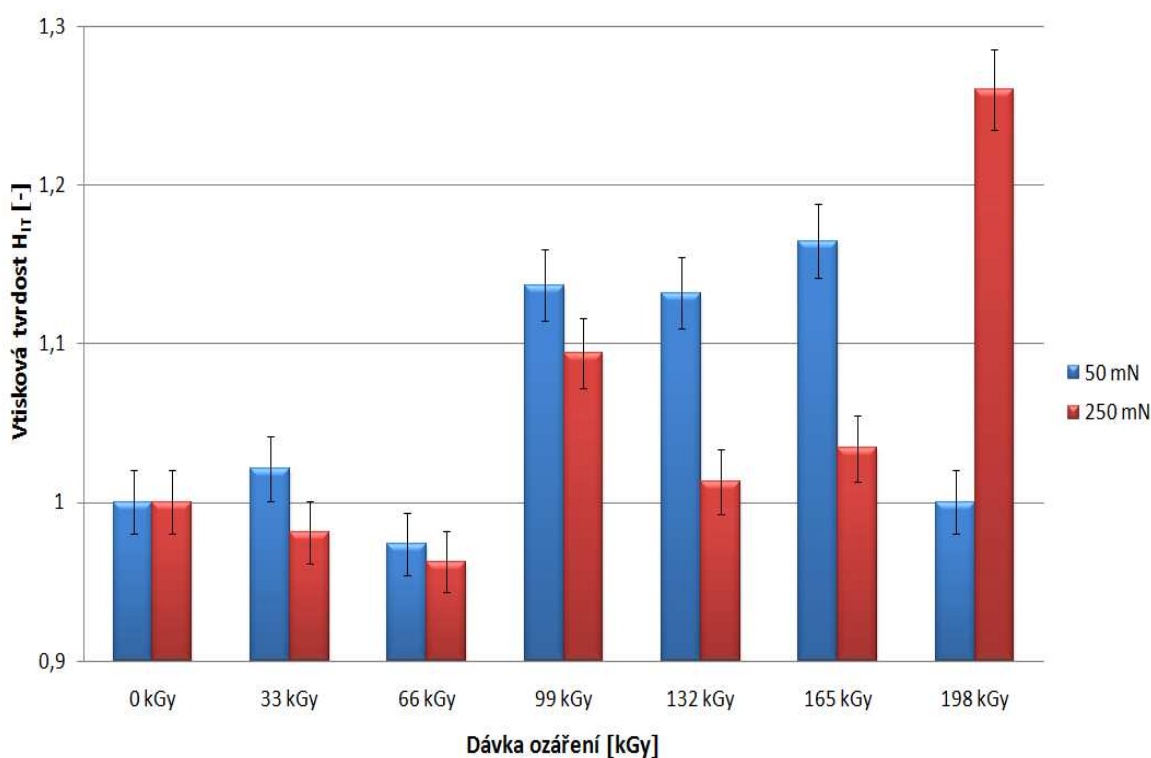
Jednotlivé složky deformační práce poskytují důležité informace o chování testované povrchové vrstvy HDPE modifikovaného beta zářením. Z výsledku testů nanotvrdosti vyplynulo, že nejmenší hodnota elastické deformační práce byla naměřena u neozářeného zkušebního tělesa. Nejvyšší hodnota elastické deformační práce byla zjištěna u HDPE ozářeného dávkou beta záření 99 kGy. U plastické deformační práce byla nejvyšší její hodnota naměřena u HDPE ozářeného dávkou beta záření 66 kGy. Nejnižší hodnota plastické deformační práce byla zjištěna u HDPE ozářeného dávkou beta záření 198 kGy, jak je zobrazeno na Obr. 47. Nejmenší hodnota koeficientu zpětné deformace byla zjištěna u neozářeného HDPE, naopak nejvyšší hodnota byla naměřena u HDPE ozářeného dávkou beta záření 99 kGy.

## 13 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Diplomová práce se zabývá měřením vlastností povrchové vrstvy HDPE, modifikovaného beta zářením.

Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470 C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Měření nanotvrdosti proběhlo na mikrotvrdoměru MicroCombi Testeru od firmy CSM Instruments při zatížení 50 mN a 250 mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

### 13.1 Hodnocení vtiskové tvrdosti



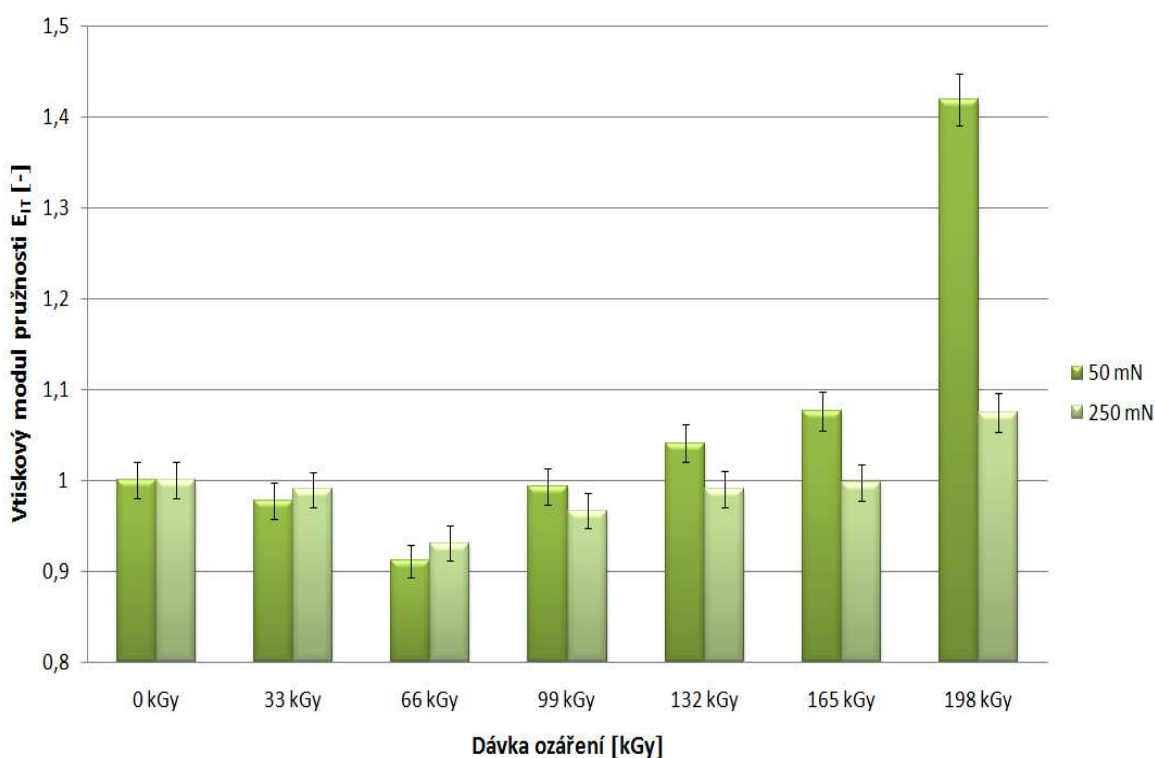
Obr. 48. Vtisková tvrdost při různém zatížení, bezrozměrná

Výsledky měření nanotvrdosti ukázaly, že největší nárůst hodnot vtiskové tvrdosti byl zaznamenán u zkušebních těles HDPE ozářených dávkou beta záření 198 kGy. Pokles hodnot vtiskové tvrdosti byl zaznamenán u dávky beta záření 66 kGy. Při porovnání s neozářeným HDPE byl zaznamenán nárůst hodnot vtiskové tvrdosti oproti neozářenému HDPE o 25 % (198 kGy). Naopak právě u dávky beta záření 66 kGy byl zaznamenán pokles hodnot vtis-



kové tvrdosti o 4 %. Při aplikaci malých zatížení (50 mN), byly naměřeny v celé škále dávek ozáření vyšší hodnoty vtiskové tvrdosti, než je tomu při aplikaci vyššího zatížení (250 mN). Zvýšení hodnot vtiskové tvrdosti posouvá oblast použití HDPE do oblastí, kde je třeba vyšší odolnost používaných materiálů vůči opotřebení.

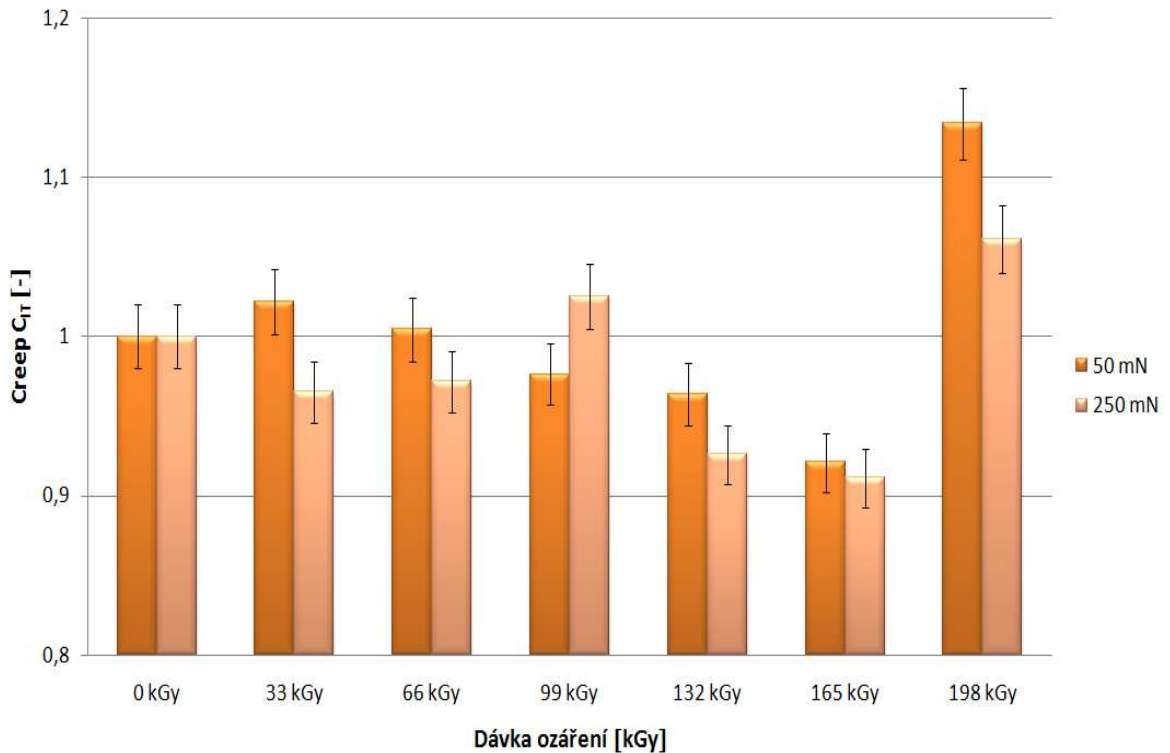
### 13.2 Hodnocení vtiskového modulu pružnosti



Obr. 49. Vtiskový modul pružnosti při různém zatížení, bezrozměrný

Výsledky mikrotuhosti povrchové vrstvy reprezentované vtiskovým modulem pružnosti ukázaly, že nejvyšší hodnota mikrotuhosti byla naměřena u dávky beta záření 198 kGy. Nejmenší hodnota byla naopak zjištěna u dávky beta záření 66 kGy. Při porovnání obou dávek s neozářeným HDPE vyšlo najevo, že nejvyšší hodnota zaznamenala nárůst vůči neozářenému HDPE o 42 %, zatímco nejmenší hodnota vykázala pokles o 7 %. Podobně jako u vtiskové tvrdosti byly naměřeny vyšší hodnoty vtiskové tvrdosti při aplikaci nižšího zatížení (50 mN), zatímco u vyššího zatížení (250 mN) byly zjištěny hodnoty vtiskové tvrdosti vyšší.

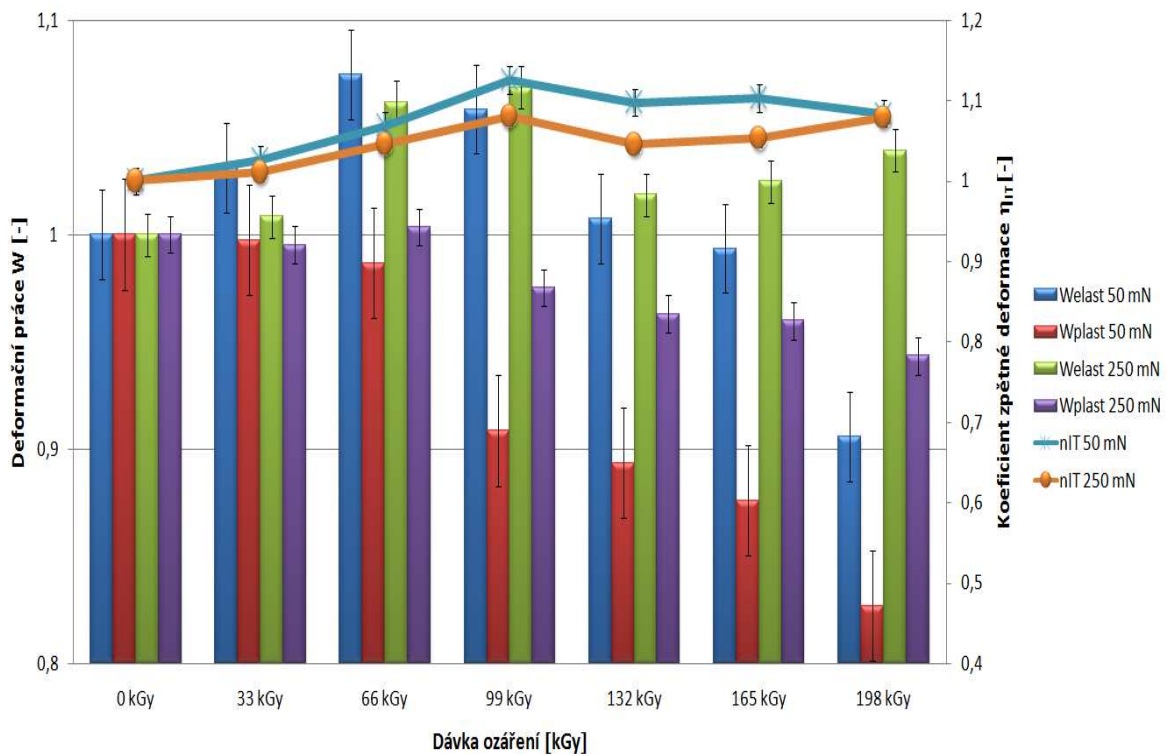
### 13.3 Hodnocení creepového chování



Obr. 50. Creep při různém zatížení, bezrozměrný

Odolnost povrchové vrstvy HDPE modifikovaného beta zářením proti působení konstantního napětí v průběhu času je zobrazena na Obr. 50. Výsledky měření vtiskového tečení, které reprezentuje mikrokríp, ukázaly, že nejvyšší hodnota byla zjištěna u dávky ozáření 198 kGy. Nejmenší hodnota byla zaznamenána u dávky beta záření 165 kGy. Aplikace rozdílného zatížení při měření nanotvrdosti ukázala, že nižší zatížení (50 mN) vykazuje vyšší hodnoty mikrokrípu, než je tomu při aplikaci vyššího zatížení (250 mN). Nejmenší naměřené hodnoty mikrokrípu poklesly v porovnání s neozářeným HDPE o 7 %. V případě zjištěných nejvyšších hodnot mikrokrípu byl zaznamenán nárůst o 11 %.

### 13.4 Hodnocení složek deformační práce a koeficientu zpětné deformace



Obr. 51. Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace při různém zatížení, bezrozměrné

Z naměřených výsledků je zřejmé, že u elastické složky deformační práce byla při aplikovaném zatížení 50 mN zjištěna nejvyšší hodnota u HDPE ozářeného dávkou 66 kGy, nejmenší hodnota u vzorku HDPE ozářeného dávkou 198 kGy. U plastické složky deformační práce byla při stejném zatížení zjištěna nejvyšší hodnota u neozářeného HDPE materiálu, naopak nejmenší hodnota byla naměřena u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 198 kGy. Při dalším aplikovaném zatížení 250 mN byla nejmenší hodnota elastické složky deformační práce zjištěna u neozářeného HDPE, naopak nejvyšší hodnota byla dosažena u HDPE ozářeného dávkou 99 kGy. Nejvyšší hodnota plastické složky deformační práce byla při stejném zatížení (250 mN) zjištěna u ozářeného HDPE dávkou záření 66 kGy, naopak nejmenší hodnota byla naměřena u HDPE ozářeného dávkou 198 kGy. Koeficient zpětné deformace je nejmenší u neozářeného zkušebního tělesa při obojím zatížení, naopak největší hodnota koeficientu zpětné deformace je u zkušebního tělesa ozářeného dávkou 99 kGy, při obojím zatížení.

## ZÁVĚR

Diplomová práce se zabývá měřením vlastností povrchové vrstvy HDPE modifikovaného beta zářením. Vlastnosti povrchové vrstvy HDPE byly měřeny instrumentovanou zkouškou nanotvrdosti při zatížení 50 mN a 250 mN na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments. Každý testovaný soubor měření obsahoval vždy 10 kusů zkušebních těles. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny. Testovaná zkušební tělesa byla vyrobena technologií vstřikování na vstřikovacím stroji ARABURG ALLROUNDER 470 C. Zkušební tělesa byla následně ozářena beta zářením v dávkách 0, 33, 66, 99, 132, 165 a 198 kGy. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Z naměřených výsledků vyplynulo, že nejvyšší vtiskové tvrdosti  $H_{IT}$  a vtiskového modulu pružnosti  $E_{IT}$  bylo dosaženo u HDPE ozářeného dávkou 198 kGy. Ozářený vzorek HDPE dávkou 66 kGy vykazoval nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti a vtiskového modulu pružnosti. Při porovnání naměřených výsledků mikrokríповého chování  $C_{IT}$  je patrné, že největších hodnot dosáhl vzorek HDPE ozářený dávkou 198 kGy. Nejmenší hodnota mikrokríповého chování byla změřena u HDPE ozářeného dávkou 165 kGy. Složka elastické deformační práce dosáhla největší hodnoty u HDPE ozářeného dávkou 99 kGy při zatížení 250 mN. Při aplikovaném zatížení 50 mN dosáhla složka elastické deformační práce největší hodnoty u HDPE ozářeného dávkou 66 kGy. Složka elastické deformační práce dosáhla nejmenší hodnoty u neozářeného HDPE při zatížení 250 mN. Při aplikovaném zatížení 50 mN dosáhla složka elastické deformační práce nejmenší hodnoty u HDPE ozářeného dávkou 198 kGy. Složka plastické deformační práce dosáhla nejmenší hodnoty u HDPE ozářeného dávkou 198 kGy, naopak největší byla dosažena u neozářeného HDPE. Nejmenší hodnoty koeficient zpětné deformace  $\eta_{IT}$  dosáhl u neozářeného HDPE, naopak největší koeficient zpětné deformace byl dosažen u HDPE, který byl ozářený dávkou 99 kGy. Nárůst mikromechanických vlastností povrchové vrstvy dosáhl u vtiskové tvrdosti 25 %, u vtiskového modulu pružnosti byl nárůst o 42 %. Mikrokríp naopak pokles o 7 %.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] LUDVÍK, J., BÍLEK, K., LUDVÍK, Š. *Zkoušky tvrdosti* [online]. 2010 [cit. 2013 - 10 - 20]. Dostupný z WWW:<[http://www.metrotest.cz/files/zkousky\\_tvrlosti.pdf](http://www.metrotest.cz/files/zkousky_tvrlosti.pdf)>
- [2] PTÁČEK, L. a kolektiv. *Nauka o materiálu I*. 1. vyd. Brno: CERM, 2001. 505 s. ISBN 80-7204-193-2
- [3] *Tvrlost (mikrotvrlost)* [online]. 2013 [cit. 2013 - 10 - 22]. Dostupný z WWW:<<http://www.chempoint.cz/tvrlost-mikrotvrlost>>
- [4] *Zkoušky tvrdosti* [online]. 2005 [cit. 2013 - 10 - 22]. Dostupný z WWW:<[http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrlosti.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf)>
- [5] *Tvrlost* [online]. 2002 [cit. 2013 - 10 - 25]. Dostupný z WWW:<<http://www.converter.cz/tabulky/tvrlost.htm>>
- [6] *Dynamická metoda dle standardu ASTM 956* [online]. 2008 [cit. 2013 - 10 - 25]. Dostupný z WWW: <[http://www.ndt.cz/prilohy/67/astm\\_956.pdf](http://www.ndt.cz/prilohy/67/astm_956.pdf)>
- [7] *Měření tvrdosti* [online]. 2012 [cit. 2013 - 10 - 26]. Dostupný z WWW:<<http://www.tvrlost.cz/>>
- [8] *Strojírenská technologie* [online]. 2005 - 2007 [cit. 2013 - 11 - 05]. Dostupný z WWW: <[http://www.strojirenstvi.wz.cz/stt/rocnik1/06b\\_tvrlost.php](http://www.strojirenstvi.wz.cz/stt/rocnik1/06b_tvrlost.php)>
- [9] HLUCHÝ, M., BENEŠ, J. *Strojírenská technologie: pro SPŠ nestrojnické*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1981. 248 s. ISBN není.
- [10] FRISCHHERZ, A., SKOP, P. *Technologie zpracování kovů 1: základní poznatky*. Praha: SNTL, 1996. 268 s. ISBN 80-902110-0-3.
- [11] *Zkouška tvrdosti podle Brinella*. [online]. 2008 [cit. 2013 - 11 - 06]. Dostupný z WWW:<<http://www.zadania-seminarky.sk/meranie/zkouska-tvrlosti-podle-brinella/14977>>
- [12] *Brinellův tvrdoměr*. [online]. 2013 [cit. 2013 - 11 - 10]. Dostupný z WWW:<<http://www.tsisystem.cz/produkty/modelova-rada-at-300--371>>
- [13] *Zkoušky tvrdosti*. [online]. 2011 - 2012 [cit. 2013 - 11 - 10]. Dostupný z WWW:<[http://www.strojka.opava.cz/UserFiles/File/\\_sablonu/KOM\\_III/VY\\_52\\_INOVACE\\_J-05-29.pdf](http://www.strojka.opava.cz/UserFiles/File/_sablonu/KOM_III/VY_52_INOVACE_J-05-29.pdf)>

- [14] *Průběh Rockwellovy zkoušky tvrdosti*. [online]. 2013 [cit. 2013 - 11 - 15]. Dostupný z WWW:<[http://www.spstr.pilsedu.cz/osobnistranky/josef\\_gruber/kom/tvrdost/rock1.jpg](http://www.spstr.pilsedu.cz/osobnistranky/josef_gruber/kom/tvrdost/rock1.jpg)>
- [15] *Měření tvrdosti* [online]. 2011 [cit. 2013 - 11 - 15]. Dostupný z WWW:<<http://www.merenitvrdosti.cz/tvrdost.html>>
- [16] *Knoop Hardness Testing* [online]. 2010 [cit. 2013 - 11 - 20]. Dostupný z WWW:<<http://www.hardnesstesters.com/Applications/Knoop-Testing.aspx>>
- [17] *Knoop indenter* [online]. 1999 - 2003 [cit. 2013 - 11 - 20]. Dostupný z WWW:<<http://www.aliexpress.com/item/Diamond-Rockwell-Vickers-Knoops-indenter-hardness-tester/529284646.html>>
- [18] *Knoop tester* [online]. 2013 [cit. 2013 - 11 - 22]. Dostupný z WWW:<<http://www.buehler.com/hardness-testing/products/400-series-knoopvickers-hardness-testers>>
- [19] *Strojní a technologická měření* [online]. 2006 [cit. 2013 - 11 - 22]. Dostupný z WWW:<[http://www.spskarvina.cz/projekty/Ict2005/manual/data/odborne/mereni/Strojni\\_a\\_tecnologicka\\_mereni.pdf](http://www.spskarvina.cz/projekty/Ict2005/manual/data/odborne/mereni/Strojni_a_tecnologicka_mereni.pdf)>
- [20] *Výrobní stroje* [online]. 2013 [cit. 2013 - 11 - 25]. Dostupný z WWW:<[http://www.vyrobnistroje.cz/cz/Meridla\\_Ostatni\\_Tvrdomery\\_Prenosne.aspx](http://www.vyrobnistroje.cz/cz/Meridla_Ostatni_Tvrdomery_Prenosne.aspx)>
- [21] *Ústav materiálových věd a inženýrství* [online]. 2012 [cit. 2013 - 11 - 25]. Dostupný z WWW:<<http://ime.fme.vutbr.cz/index.php/cs/studium/studijni-opory>>
- [22] *PCE Instruments* [online]. 2013 [cit. 2013 - 11 - 26]. Dostupný z WWW:<<http://www.pce-cihazlari.com.tr/teknik-bilgiler/metal-sertligi-test-cihazlari-pce-hbx-05.htm>>
- [23] *Povrcháři* [online]. 2010 [cit. 2013 - 11 - 26]. Dostupný z WWW:<[http://povrchari.cz/kestazeni/201005\\_povrchari.pdf](http://povrchari.cz/kestazeni/201005_povrchari.pdf)>
- [24] *Zkoušky tvrdosti – SHORE* [online]. 2013 [cit. 2013 - 11 - 28]. Dostupný z WWW:<<http://www.strojari.wz.cz/kom/shore.htm>>
- [25] *Scleroscope Hardness* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 05]. Dostupný z WWW:<<http://classes.mst.edu/civeng120/lessons/hardness/equipment/scleroscope/index.html>>

- [26] *Vrypová zkouška* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 05]. Dostupný z WWW:  
<[http://www.kmm.zcu.cz/inzenyrstvi/vrypova\\_zkouska.htm](http://www.kmm.zcu.cz/inzenyrstvi/vrypova_zkouska.htm)>
- [27] *Nanoindentačné merania tenkých vrstiev* [online]. 2005 [cit. 2013 - 12 - 08]. Dostupný z WWW:  
<[http://www.kme.zcu.cz/download/seminar/savkova\\_nanoindentace\\_25\\_10\\_2006.pdf](http://www.kme.zcu.cz/download/seminar/savkova_nanoindentace_25_10_2006.pdf)>
- [28] *Metal 2005* [online]. 2005 [cit. 2013 - 12 - 08]. Dostupný z WWW:  
<[http://www.metal2014.com/files/proceedings/metal\\_05/papers/203.pdf](http://www.metal2014.com/files/proceedings/metal_05/papers/203.pdf)>
- [29] *CSM Instruments* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 10]. Dostupný z WWW:  
<<http://www.csm-instruments.com/en/Nanoindentation>>
- [30] OVSÍK, M. *Disertační práce – Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů*. Zlín: UTB 2013, 178 s.
- [31] *Nauka o materiálu I* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 10]. Dostupný z WWW:<[http://www.technomat.cz/data/katedry/kmt/KMT\\_NMI\\_PR\\_05\\_CZE\\_Odehnalova\\_Zkouseni\\_materialovych\\_vlastnosti\\_II.pdf](http://www.technomat.cz/data/katedry/kmt/KMT_NMI_PR_05_CZE_Odehnalova_Zkouseni_materialovych_vlastnosti_II.pdf)>
- [32] NOVOTNÝ, J. *Bakalářská práce – Měření vlastností modifikovaných polymerů*. Zlín: UTB 2012, 93 s.
- [33] CMS Instruments, Switzerland. *MicroIndentacion Tester* [online]. 2011 [cit. 2013 - 12 - 12]. Dostupný z WWW:  
<<http://www.stinstruments.com/uploads/editor/brochures/CSM%20company.pdf>>
- [34] KROISOVÁ, D. *Biodegradovatelné polymery – úvod do problematiky*. 1. vyd. Liberec: Technická univerzita v Liberci – Fakulta strojní, 2009. 78 s. ISBN 978-80-7372-468-9.
- [35] DUCHÁČEK, V. *Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 2. vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2006. 280 s. ISBN 80-7080-617-6.
- [36] MLEZIVA, J. *Polymery struktura, vlastnosti a použití*. 1. vyd. Praha: SOBOTÁLES, 1993. 528 s. ISBN 80-901570-4-1
- [37] *Polyetylen* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 14]. Dostupný z WWW:  
<<http://www.petroleum.cz/vyrobky/polyethylen.aspx>>
- [38] *Nízkohustotní polyetylen* [online]. 2011 [cit. 2013 - 12 - 14]. Dostupný z WWW:  
<<http://www.lunaplast.cz/index.php?page=99001&lang=cz>>

- [39] *Lineární nízkohustotní polyetylen* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 18]. Dostupný z WWW: <http://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/PE%20a%20PP2013.pdf>
- [40] *BGS Beta Radiation* [online]. 2013 [cit. 2013 - 12 - 20]. Dostupný z WWW: <http://www.bgs.eu/betastrahlung.html?&L=1>
- [41] VALENTA, T. *Diplomová práce – Měření mikrotvrdosti modifikovaného PA6*. Zlín: UTB 2013, 129 s.
- [42] *Ionizující záření* [online]. 2013 [cit. 2014 - 12 - 21]. Dostupný z WWW: <http://astronuklfyzika.cz/JadRadFyzika6.htm>
- [43] *Základní fyzikální poznatky o ionizujícím a neionizujícím záření* [online]. 2014 [cit. 2014 - 01 - 05]. Dostupný z WWW: <http://fbmi.sirdik.org/>
- [44] *Druhy ionizujícího záření* [online]. 2014 [cit. 2014 - 01 - 08]. Dostupný z WWW: [http://www.cez.cz/edee/content/file/static/encyklopedie/encyklopedie-energetiky/03/druhy\\_5.html](http://www.cez.cz/edee/content/file/static/encyklopedie/encyklopedie-energetiky/03/druhy_5.html)
- [45] *Biomedicínská a klinická technika – identifikace typu záření* [online]. 2013 [cit. 2014 - 01 - 17]. Dostupný z WWW: [www.fbmi.cvut.cz/e/04-identifikace-typu-zareni/1937.pdf](http://www.fbmi.cvut.cz/e/04-identifikace-typu-zareni/1937.pdf)
- [46] *Radioaktivita* [online]. 2014 [cit. 2014 - 01 - 20]. Dostupný z WWW: [http://artemis.osu.cz/mm fyz/jm/jm\\_2\\_2.htm](http://artemis.osu.cz/mm fyz/jm/jm_2_2.htm)



**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

N	Jednotka síly [Newton]
g	Jednotka hmotnosti [gram]
nm	Nanometry [nm]
mm	Jednotka délky [milimetr]
h	Hloubka proniknutí indentoru [mm]
HB	Tvrdost podle Brinella
F	Zkušební (zatěžující) síla [N]
t	Doba zatížení [s]
d	Průměr vtisku [mm]
D	Průměr kuličky [mm]
∅	Průměr [mm]
s	Jednotka času [sekunda]
S	Plocha vtisku [mm <sup>2</sup> ]
d <sub>1</sub>	Průměr kuličky, délky úhlopříček [mm]
d <sub>2</sub>	Průměr kuličky, délky úhlopříček [mm]
kg	Jednotka hmotnosti [kilogram]
HRB	Tvrdost podle Rockwella - kulička
HRC	Tvrdost podle Rockwella - kužel
F <sub>0</sub>	Předzátěž [N]
d <sub>s</sub>	Střední hodnota úhlopříček [mm]
α	Úhel alfa [°]
gf	Jednotka síly [gram-force]
HK	Tvrdost podle Knoopu

inch	Jednotka délky [Inches]
$\mu\text{m}$	Jednotka délky [mikrometry]
J	Energie [Joule]
H	Pádová výška [mm]
h	Výška odskoku [mm]
$L_c$	Kritické zatížení [N]
$R_a$	Hodnota drsnosti [ $\mu\text{m}$ ]
$F_n$	Normálová síla [N]
$F_t$	Tangenciální síla [N]
nN	Jednotka síly [nanonewton]
$H_{CH}$	Tvrдость podle Berkoviche
l	Výška trojúhelníku změřená na vtisku [ $\mu\text{m}$ ]
$h_{\text{max}}$	Maximální hloubka proniknutí indentoru [ $\mu\text{m}$ ]
$L_{\text{max}}$	Maximální zatížení indentoru [mN]
$h_f$	Hloubka proniknutí indentoru po odlehčení [ $\mu\text{m}$ ]
S	Sklon počátečního úseku odlehčovací křivky
HDPE	Vysokohustotní polyetylen
kGy	Velikost ozáření [kilo-Gray]
BGS	Beta-Gama Service
MPa	Tlak [megapaskaly]
E	Modul pružnosti [MPa]
$T_g$	Teplota skelného přechodu [ $^{\circ}\text{C}$ ]
PE	Polyetylen
$^{\circ}\text{C}$	Teplota [ $^{\circ}\text{Celsia}$ ]
ZnO	Oxid zinečnatý

LLDPE	Lineární nízkohustotní polyetylen
LDPE	Nízkohustotní polyetylen
$\alpha$	Záření alfa [Gray]
$\beta$	Záření beta [Gray]
$\gamma$	Záření gama [Gray]
He	Helium
e	Elektron
U	Uran
keV	Jednotka energie [kilo elektrovolt]
MeV	Jednotka energie [mega elektrovolt]
PET	Pozitivní emisní tomografie
$H_{IT}$	Vtisková tvrdost [MPa]
$F_{max}$	Maximální zatěžující síla [N]
$A_P$	Průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa [ $mm^2$ ]
$h_c$	Hloubka kontaktu vnikacího tělesa se zkušebním tělesem [mm]
$\epsilon$	Korekční faktor pro rozdílnou geometrii [-]
$E_{IT}$	Vtiskový modul [MPa]
$\nu_s$	Poissonův poměr zkoušeného tělesa [-]
$\nu_i$	Poissonův poměr vnikacího tělesa [-]
$E_i$	Redukovaný modul vtiskového kontaktu [MPa]
$E_r$	Modul vnikacího tělesa [MPa]
C	Kontaktní poddajnost [-]
$C_{IT}$	Vtiskové tečení [%]
$h_2$	Hloubka vtisku v mm v čase $t_2$ , výdrž na konstantní úrovni zkušebního tělesa [mm]

---

$h_1$	Hloubka vtisku v mm v čase $t_1$ , dosaženo zkušebního zatížení [mm]
$W_{\text{total}}$	Celková deformační práce [J]
$W_{\text{elast}}$	Elastická část deformační práce [J]
$W_{\text{plast}}$	Plastická část deformační práce [J]
$\eta_{\text{IT}}$	Koeficient zpětné deformace [%]

## SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obr. 1. Označení tvrdosti [8].....</i>	13
<i>Obr. 2. Tvar vnikacího tělesa, charakteristiky a rozměr vtisku. Zkouška tvrdosti podle a) Brinella b) Rockwella c) Vickerse [2].....</i>	17
<i>Obr. 3. Zkouška tvrdosti podle Brinella [11].....</i>	21
<i>Obr. 4. Brinellův tvrdoměr AT 300 [12].....</i>	21
<i>Obr. 5. Průběh Rockwellovy zkoušky tvrdosti .....</i>	24
<i>Obr. 6. Zkouška tvrdosti podle Vickerse [3].....</i>	26
<i>Obr. 7. Zkouška tvrdosti dle Knoopa [17].....</i>	27
<i>Obr. 8. Knoop tvrdoměr W – 402 MVD [18].....</i>	28
<i>Obr. 9. Řez ručního tvrdoměru Poldi [8].....</i>	29
<i>Obr. 10. Přenosný tvrdoměr – Poldi kladívko [20] .....</i>	30
<i>Obr. 11. Schéma Baumanova kladívka [21].....</i>	31
<i>Obr. 12. Baumanovo kladívko s lupou [22].....</i>	31
<i>Obr. 13. Schéma Shoreho skleroskopu [24] .....</i>	32
<i>Obr. 14. Shoreho skleroskop [25].....</i>	33
<i>Obr. 15. Měření tvrdosti duroskopem [21].....</i>	34
<i>Obr. 16. Vrypové znázornění tvrdosti [26].....</i>	35
<i>Obr. 17. Koncová část vrypu zachycena řádkovacím elektronovým mikroskopem [4].....</i>	36
<i>Obr. 18. Profil vtisku při a po zatížení silou [27].....</i>	37
<i>Obr. 19. Závislost nanoindentčních křivek a vpichu na charakteru materiálu [27].....</i>	38
<i>Obr. 20. Nanoindentační přístroj [29].....</i>	39
<i>Obr. 21. Berkovichův indentor [30].....</i>	40
<i>Obr. 22. Berkovichova závislost [31].....</i>	41
<i>Obr. 23. Struktura makromolekul různých typů polyetyleny [36].....</i>	47
<i>Obr. 24. Molekulární struktura LDPE [39].....</i>	48
<i>Obr. 25. Molekulární struktura LLDPE [39].....</i>	49
<i>Obr. 26. Molekulární struktura HDPE [39].....</i>	49
<i>Obr. 27. Schéma klasického výrobního zařízení pro suspenzní výrobu polyetyleny [39].....</i>	50
<i>Obr. 28. Plynofázní výroba HDPE [39] .....</i>	51

<i>Obr. 29. Průchodnost záření látkou [44].....</i>	<i>52</i>
<i>Obr. 30. Záření <math>\alpha</math> [46].....</i>	<i>53</i>
<i>Obr. 31. Záření <math>\beta</math> [46].....</i>	<i>55</i>
<i>Obr. 32. Záření <math>\gamma</math> [46].....</i>	<i>55</i>
<i>Obr. 33. Vstřikovací stroj Arburg Allrounder 470 C.....</i>	<i>56</i>
<i>Obr. 34. Tvar zkušebního vzorku včetně rozměrů .....</i>	<i>56</i>
<i>Obr. 35. Linka na ozařování zářením <math>\beta</math> [40].....</i>	<i>57</i>
<i>Obr. 36. MicroCombi Tester.....</i>	<i>58</i>
<i>Obr. 37. Upnutí vzorků při měření .....</i>	<i>59</i>
<i>Obr. 38. Vtiskové tečení (creep)[41].....</i>	<i>62</i>
<i>Obr. 39. Plastická a elastická část práce [41].....</i>	<i>63</i>
<i>Obr. 40. Vtisková tvrdost pro různé dávky záření .....</i>	<i>64</i>
<i>Obr. 41. Vtiskový modul pružnosti pro různé dávky záření.....</i>	<i>65</i>
<i>Obr. 42. Creep pro různé dávky záření .....</i>	<i>66</i>
<i>Obr. 43. Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace .....</i>	<i>67</i>
<i>Obr. 44. Vtisková tvrdost pro různé dávky záření .....</i>	<i>68</i>
<i>Obr. 45. Vtiskový modul pružnosti pro různé dávky záření.....</i>	<i>69</i>
<i>Obr. 46. Creep pro různé dávky záření .....</i>	<i>70</i>
<i>Obr. 47. Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace pro různé dávky záření .....</i>	<i>71</i>
<i>Obr. 48. Vtisková tvrdost při různém zatížení, bezrozměrná.....</i>	<i>72</i>
<i>Obr. 49. Vtiskový modul pružnosti při různém zatížení, bezrozměrný .....</i>	<i>73</i>
<i>Obr. 50. Creep při různém zatížení, bezrozměrný .....</i>	<i>74</i>
<i>Obr. 51. Složky deformační práce a koeficient zpětné deformace při různém zatížení, bezrozměrné.....</i>	<i>75</i>

**SEZNAM TABULEK**

<i>Tab. 1. Označení tvrdosti podle Rockwella [10].....</i>	<i>22</i>
<i>Tab. 2. Přehled používaných zatížení při Vickersově metodě [23].....</i>	<i>25</i>
<i>Tab. 3. Charakteristiky nejvýznamnějších polyolefinů [35].....</i>	<i>46</i>
<i>Tab. 4. Korekční faktor pro rozdílné geometrie [30, 41].....</i>	<i>61</i>
<i>Tab. 5. Přehled výsledků pro zatížení 50 mN při různém ozáření.....</i>	<i>64</i>
<i>Tab. 6. Přehled výsledků pro zatížení 250 mN při různém ozáření.....</i>	<i>68</i>