

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní



DIPLOMOVÁ PRÁCE

Mikrotvrdost amorfních polymerních materiálů

Microhardness of amorphous polymeric materials

Mirosław Morawski

2007

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálů

Studijní program: M 2301 Strojní inženýrství

Obor: 2303 T 002 Strojírenská technologie

Zaměření: Materiálové inženýrství

Mikrotvrdość amorfních polymerních materiálů

Microhardness of amorphous polymeric materials

Mirosław Morawski

KMT – 231

Vedoucí diplomové práce: doc. RNDr. František Lednický, CSc.

Konzultant diplomové práce: Ing. Dora Kroisová, Ph.D.

Ing. Dita Novotná

Dr hab. inž. Piotr Niedzielski

Rozsah práce:

Počet stran: 60

Počet tabulek: 12

Počet obrázků: 32

Datum: 25.5.2007

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálů

Hálkova 6, 461 18 Liberec

Telefon: 420 485 353 116, fax: 420 485 353 342

ANOTACE

Diplomant: **Mirosław MORAWSKI**

Studijní program: **M 2301 Strojní inženýrství**

Obor: **2303 T 002 Strojírenská technologie**

Zaměření: **Materiálové inženýrství**

Téma práce: **Mikrotvrdost amorfních polymerních materiálů**
Microhardness of amorphous polymeric materials

Číslo diplomové práce: **KMT - 231**

Vedoucí diplomové práce: **Doc. RNDr. František Lednický, CSc.**

Konzultant diplomové práce: **Ing. Dora Kroisová, Ph.D.**
Ing. Dita Novotná
Dr hab. inž. Piotr Niedzielski

Anotace:

Diplomová práce se zabývá metodikou měření tvrdosti a mikrotvrdosti amorfních polymerních materiálů. V teoretické části jsou obecně uvedeny metody zjišťování tvrdosti materiálů a také některé vlastnosti vybraných plastů. Experimentální část obsahuje popis měření na přístroji Micrometr 2100, pracovní postup při stanovení mikrotvrdosti Vickersovou metodou a změření vtisku v programu LUCIA G. Data získaná měření vtisků jsou zpracována početně i graficky, výsledky jsou diskutovány.

Abstrakt:

Praca dyplomowa dotyczy metodyki pomiaru twardości i mikrotwardości amorficznych materiałów polimerowych. W części teoretycznej zawarte są metody pomiaru twardości, a także opisane niektóre własności wybranych polimerów. Część eksperymentalna zawiera opis pomiarów na urządzeniu Mikrometr 2100, przebieg pomiarów metodą Vickersa i pomiar wielkości odcisków w programie LUCIA G. Wyniki pomiarów są przeliczone i przedstawione w postaci graficznej, wyciągnięte są wnioski z pomiarów.

Abstract:

Master's thesis concerns the methodology of amorphous polymer materials hardness and microhardness measurement. Theoretical part of this thesis is about methods of hardness measurement and, also, some properties of selected polymeric materials are described. Experimental section concerns description of measurement methods with using Mikrometr 2100 (device), the course (methodology) of Vickers method measurement and hardness indentation mark measurement using LUCIA G application. Results are calculated, presented in graphs and conclusions are drawn.

Místopřísežné prohlášení:

Místopřísežně prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Liberci, 25. května 2007

.....

Poděkování

Na prvním místě bych chtěl poděkovat rodičům za možnost mého studia na TU v Lodzi a TU v Liberci. Děkuji prof. dr hab. Stanisławowi Miturze a prof. Ing. Petru Loudovi za možnost studia na fakultě strojní TU v Liberci. Děkuji doc. RNDr. Františku Lednickému, CSc. , Ing. Doře Kroisové Ph.D. a Ing. Ditě Novotné za odborné vedení při psaní této práce. Děkuji všem, kteří se jakýmkoliv způsobem podíleli na vzniku této diplomové práce. Dále děkuji Ing. Zbigniewowi Rożkowi za pomoc v čase mého studia v Liberci a kamarádům, kteří se mnou tady studovali. Poděkování také patří všem členům Katedry Materiálů, kteří mi byli během mého studia vždy ochotni kdykoli pomoci a poskytnout radu.

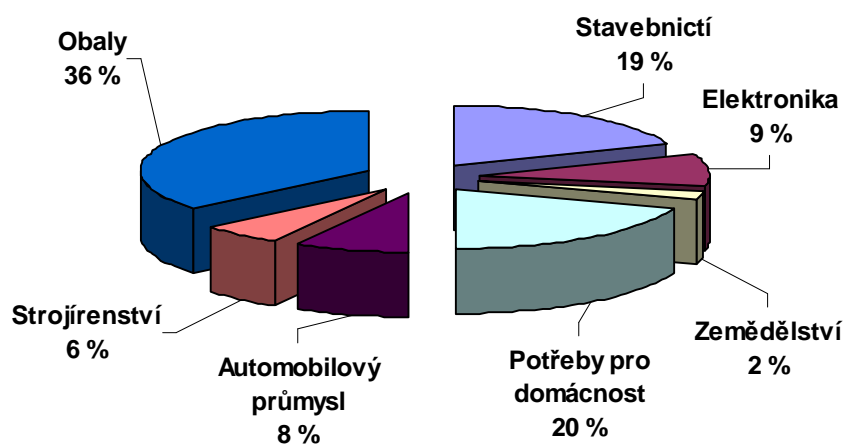


OBSAH

1.	ÚVOD.....	9
2.	TEORETICKÁ ČÁST.....	11
2.1.	Definice plastů.....	11
2.1.1.	Výroba plastů.....	11
2.1.2.	Rozdělení plastů podle původu.....	13
2.1.3.	Rozdělení plastů podle reologických vlastností.....	13
2.1.4.	Rozdělení plastů podle užitečnosti.....	14
2.2.	Struktura a přechodové teploty plastů.....	15
2.2.1.	Amorfnní materiály.....	15
2.3.	Vlastnosti vybraných termoplastů.....	17
2.4.	Zkoušení polymerních materiálů.....	22
2.4.1.	Tvrdomost.....	22
2.4.1.1.	Tvrdomost technických materiálů.....	23
2.4.1.2.	Tvrdomost polymerních materiálů.....	28
2.4.2.	Mikrotvrdomost.....	30
2.5.	Viskoelastické chování plastů.....	30
2.5.1.	Burgersův - Tuckettův model.....	31
3.	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	33
3.1.	Označení a stručná charakteristika měřených vzorků.....	33
3.2.	Stanovení mikrotvrdomosti podle technických norem.....	36
3.3.	Měřicí pracoviště.....	36
3.4.	Program LUCIA G.....	37
3.5.	Postup měření.....	38
4.	HODNOCENÍ VÝSLEDKŮ.....	39
4.1.	Označení velikostí vtisku.....	39
4.2.	Výsledky měření.....	40
4.3.	Výpočet mikrotvrdomosti.....	48
4.4.	Srovnání vtisků.....	53
4.5.	Shrnutí.....	55
5.	ZÁVĚR.....	56
6.	LITERATURA.....	57

1. ÚVOD

Polymery se nyní používají všude. Můžeme se s nimi setkat na každém kroku v každodenním životě a prakticky také v každém hospodářském odvětví. To je možné díky mnoha přednostem polymerů, jako jsou: nízká měrná hmotnost (lehkost materiálu), vysoká chemická odolnost, snadnost zpracování a barvení, vhodné mechanické vlastnosti, estetický vzhled a nízké náklady.



Obr. 1: Spotřeba plastů v Evropě podle jejich použití [10].

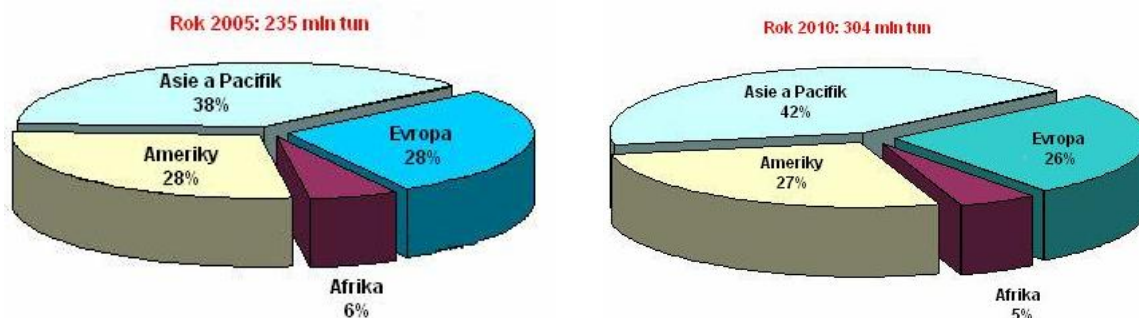
Díky specifickým vlastnostem, které vyplývají z amorfní struktury, představují polymery velmi početnou skupinu konstrukčních materiálů. Zastoupení těchto materiálů v technice systematicky stoupá již mnoho let. Používají se, zvláště pokud jde o kompozitní materiály na jejich bázi, v mnoha konstrukčních řešeních, kde by nebylo možné použít jiný materiál nebo by to bylo velmi obtížné. Jejich převaha nad kovovými materiály vyplývá nejen z užitkových vlastností, ale také z ekonomických důvodů.



Obr. 2: Světová produkce polymerů [10].



Není těžké odhadnout, že v blízké budoucnosti bude počet vyráběných plastických hmot dále stoupat, protože se stále častěji používají ve všech oblastech života. Vliv na to má také stále lepší poznání jejich vlastností, možnosti modifikace, zpracování a výroby.



Obr. 3: Světová spotřeba polymerů 2005 – 2010 [10].

Cílem této práce je stanovení mikrotvrdomosti vybraných polymerních materiálů a zlepšení použité metody měření zlepšením zřetelnosti obrazu vtisku. Je třeba také porovnat možnost používání této metody u polymerů, které vykazují tvrdost při pokojové teplotě, a u polymerů, které vykazují určité plastické vlastnosti, a zhodnotit vliv doby zatížení vnikacího tělíska na naměřené hodnoty mikrotvrdomosti.

V teoretické části byly popsány plastické hmoty (definice a rozdělení), metody jejich zkoušení (metody hodnocení a měření tvrdosti a mikrotvrdomosti), a také popsané amorfnní polymerní materiály vybrané ke zkoušení.

Experimentální část obsahuje popis zkoušky mikrotvrdomosti, výsledky zkoušky, výpočty a srovnání jednotlivých polymerů. Byly také porovnány výsledky měření u polymerů opatřených tenkou kovovou vrstvou a bez vrstvy, a také vliv této vrstvy na průběh měření a zjištěný vliv doby zatížení vnikacího tělíska na výsledky měření mikrotvrdomosti.



2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1. Definice plastů

Materiály, které označujeme jako plastické hmoty, jsou materiály na bázi syntetických polymerů, které v současnosti stále častěji nahrazují jiné materiály jako jsou: kovy, dřevo, přírodní kaučuk nebo keramika. Představují naprosto novou, odlišnou skupinu látek, které v přírodě nemají svůj ekvivalent [1,5].

Plastické hmoty se však neskládají pouze z polymerů. Jejich součástí jsou také plastifikátory (změkčovadla), plniva (snižují konečnou cenu výrobku a mění některé jeho mechanické vlastnosti), stabilizátory, nadouvadla a barviva [1,5].

Polymer (řec. *polymeres* – skládající se z mnoha částí) je chemická sloučenina, která má velmi vysokou molekulovou hmotnost a skládá se z mnoha opakovaných jednotlivých částí zvaných mery.

Mer (řec. *meros* – část) je nejjednodušší, stále se opakující část polymeru, kterou jsme schopni odlišit. „Velmi vysoká molekulová hmotnost“ je příčinou toho, že připojení nebo odpojení jednoho meru ze struktury polymeru nemá podstatný vliv na chemické a fyzikální vlastnosti celé sloučeniny [1,5].

2.1.1. Výroba plastů

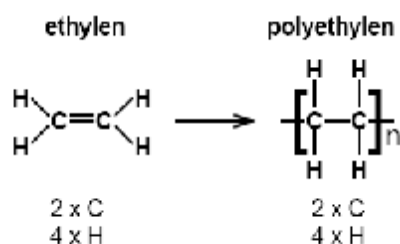
Polymery vznikají chemickými reakcemi, kterým se říká polyreakce. Polyreakce, které vedou ke vzniku makromolekulárních látek lze rozdělit podle jejich průběhu do tří skupin:

- polymerizace a kopolymerizace,
- polykondenzace,
- polyadice.

Polymerizace je reakce, při které se jednoduché molekuly (monomery) slučují a tvoří makromolekulární sloučeninu (polymer). Typickou vlastností polymerizační



reakce je to, že nevznikaj vedlejší produkty. Stavba makromolekuly do značné míry závisí na parametrech reakce, jako je: teplota, tlak a čas. Tato reakce závisí na řetězovch reakcích, jejichž průběh je velmi rychlý. Monomery jsou sloučeniny, které obsahuj několikanásobné vazby (dvojn, trojn), které při štěpení umořňuj vzájemné spojování velmi vysokého počtu monomerních jednotek. Příkladem polymerizační reakce můž být výroba polyethylenu:

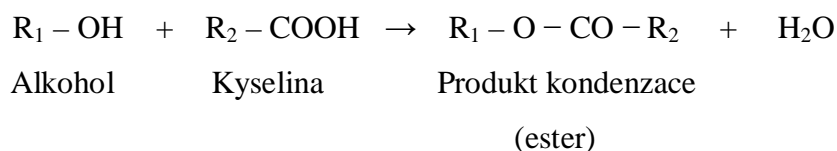


Obr. 4: Polymerizace ethylénu [1].

Existuje mnoho způsobů provedení polymerizačních reakcí, mezi které patří polymerace: bloková, suspenzní, emulzní, roztoková a v plynn fázi [1,5].

Kopolymerizace je současn polymerizace dvou nebo vtšího počtu různch druhů monomerů. Příkladem můž být výroba syntetického butadien–styrenového kaučuku. Používáním různch monomerů a volbou vhodného kvantitativního poměru můžeme získat kopolymery různho složení. Tímto způsobem se vyráb látky jako: kopolymer ABS (akrylonitril – butadien – styren), kopolymer SAN (styren – akrylonitril) a jiné [1].

Kondenzace je chemický proces, jehož dsledkem je vzájemná reakce dvou malch částic a uvolnní vedlejšího produktu, kterm je obvykle jednoduch chemická látka, např.: H₂O, NH₃, HCl atp. Příkladem kondenzace je reakce alkoholu s organickou kyselinou:



Pokud se v procesu pouřij sloučeniny obsahujcí mnoho hydroxylovch skupin a sloučeniny obsahujcí mnoho karboxylovch skupin, tedy sloučeniny obsahujcí vtší počet funkčních skupin v částicích, je možná reakce s více částicemi současn. Tehdy



vzniká velká částice polymeru. Taková reakce se nazývá polykondenzační reakcí. Příkladem může být polykondenzace jednotek aminokyselin: $\text{HOOC} - \text{R} - \text{NH}_2$, který obsahuje dvě funkční skupiny: karboxylovou $-\text{COOH}$ a aminovou $-\text{NH}_2$. Reakce probíhá tak, že karboxylová skupina jedné jednotky aminokyseliny reaguje se skupinou aminokyselin druhé jednotky aminokyseliny atd., vedlejším produktem je voda [1].

Polyadice je vzácněji používaný druh polyreakce, který vykazuje vlastnosti polymerace i polykondenzace. Stejně jako v případě polymerace, nevzniká zde žádný vedlejší produkt. Vlastností, která přibližuje polyadici k polykondenzaci je to, že se této polyreakci účastní dva různé druhy monomerů a proces probíhá postupně. Zvláštní vlastností polyadice je časté přeskupování atomů v částici monomeru, které dovoluje růst polymerního řetězce. Příkladem polyadiční reakce je např. syntéza polyuretanů v reakci thiaminu a diizokyanátu. Katalyzátory polyadiční reakce jsou nejčastěji: voda, kyseliny, soli nebo hydroxidy. Čím vyšší teplota a delší čas trvání reakce, tím vyšší je molekulová hmotnost získaných makromolekul [1].

2.1.2. Rozdělení plastů podle původu

Z hlediska původu můžeme polymery rozdělit na:

- přírodní polymery - polymery, které byly celé vytvořeny živými organismy; patří k nim mj. celulóza, bílkoviny, kyselina nukleová,
- syntetické polymery - polymery, které byly vcelku vytvořeny během procesu chemické syntézy, která začíná od velmi jednoduchých merů,
- modifikované polymery – přírodní polymery, které byly do určité míry chemicky modifikovány za účelem změny jejich užitkových vlastností; patří k nim mj. acetát celulózy, modifikované bílkoviny, modifikovaná celulóza [1,5].

2.1.3. Rozdělení plastů podle reologických vlastností

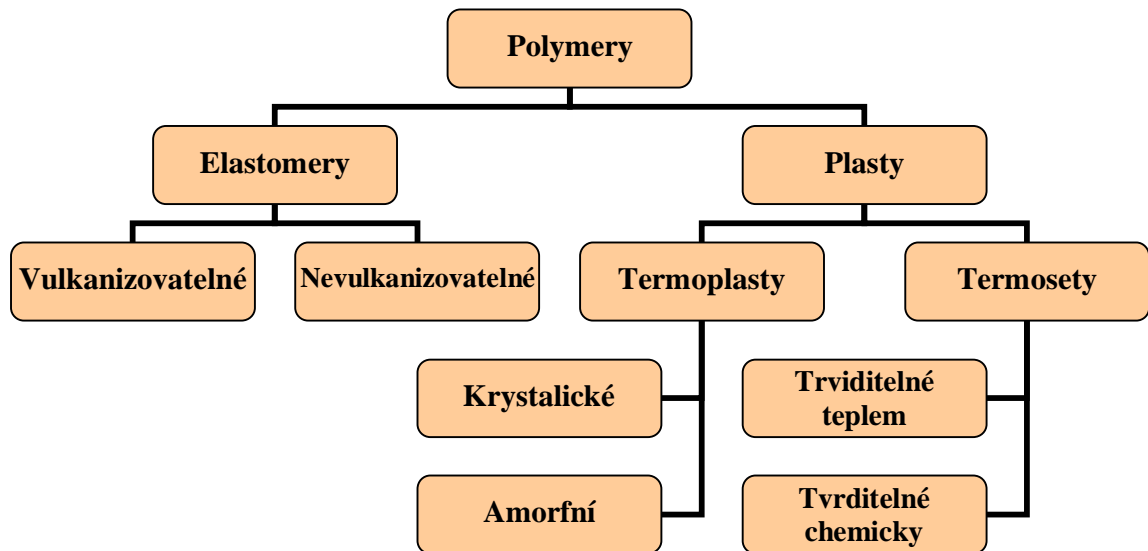
Hlavní rozdělení z hlediska chování polymerů na základě závislosti: napětí – deformace $\sigma = f(\epsilon)$ vypadá následovně:

- elastomery – polymery, které se při malém napětí prodlužují $\geq 100\%$,
- plasty – polymery, u kterých je prodloužení $\ll 100\%$ [1].



2.1.4. Rozdělení plastů podle užitečnosti

Polymerní látky dělíme podle jejich užitkových vlastností následovně:



Obr. 5: Rozdělení plastů podle užitečných vlastností [1].

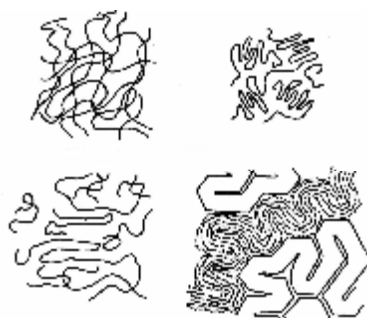


2.2. Struktura a přechodové teploty plastů

Struktura polymerů v pevném stavu je beztvářá (amorfní) s uspořádanými prvky (krystalickými) [1].

2.2.1. Amorfní materiály

Struktura amorfních polymerů připomíná snímek „špaget“:



Obr. 6: Příklad struktury amorfních materiálů [1].

Amorfní polymery se mohou v závislosti na druhu namáhání, teploty a jiných faktorech vyskytovat ve třech fyzikálních stavech:

- skelném,
- viskoelastickém,
- plastickém.

Skelný stav – při teplotě nižší než teplota zesklenní T_g je vnitřní energie E_k molekul polymeru příliš nízká na to, aby vlivem vnější energie E_z (mechanické a tepelné) mohlo dojít k vzájemnému přemísťování molekul. V tomto stavu jsou plasty tvrdé a mají další výhodné mechanické vlastnosti. Chování a vlastnosti látky v tomto stavu připomínají poněkud sklo (křehkost), proto se tento stav nazývá skelným stavem [1,5].

Viskoelastický stav – pokud na látku necháme působit vnější sílu, dojde jejím působením k pružné deformaci, látka se tedy vrací do původního stavu. Viskoelastický stav se liší od skelného stavu tím, že pružná deformace je závislá na čase. Ve skelném



stavu po odstranění působící síly pružná deformace ihned vymizí. Viskoelastická deformace vymizí během stejné doby, kterou trvalo její vyvolání [1,5].

Plastický stav – velikost vnitřní energie E_k je rovna velikosti vnější energie E_z . Deformace vyvolané vnější silou nepůsobí vznik pnutí v plastu, proto po odstranění působící síly deformace nevymizí. Jednotlivé molekuly polymeru se mohou vzájemně přemísťovat a díky tomu lze plast zpracovávat metodou vstřikování, nízkotlakého lisování, odlévání atp. [1].

Mezi teplotou zesklnění T_g a tečení T_p je teplota měknutí T_k . Představuje hranici mezi rozsahem použití plastické hmoty a jejího zpracování. Nad teplotou rozkladu T_r dochází k jejímu tepelnému rozkladu. Dodatečná mechanická energie se sčítá s tepelným působením, což způsobuje posun všech rozsahů směrem k nižším teplotám [1].

U polymerů, kde amorfní struktura převažuje nad krystalickou, probíhá přechod z jednoho stavu do druhého kontinuálním způsobem. Prakticky není možné stanovit konkrétní hodnotu teploty, takže je udáván určitý teplotní rozsah [1].

Hodnoty teploty tečení a zesklnění plastů lze regulovat kopolymerací (např. PE z PP) nebo přidáním plastifikátorů, které účinně snižují teplotu zesklnění T_g a měknutí T_k .

Existuje mnoho polymerů, které se vyskytují při teplotě místnosti ve skelném stavu. Jsou to např. tvrzené epoxidové pryskyřice nebo fenoplasty. Existují také polymery, pro které je vysoká elasticita konečným stavem (elastomery). Příkladem může být vulkanizovaný kaučuk [1,5].

Teplem tvrditelné polymery pod vlivem teploty přecházejí na začátku do elastoplastického stavu, a pak po dalším zahřívání – do skelného stavu. Tváření těchto plastů se provádí metodou lisování tlakem, lisování vstřikem, někdy vstřikování v ohřívacích formách zahřátých formách v plastickém stavu [1,5].



2.3. Vlastnosti vybraných materiálů

Polyamid 6 (PA 6)

Polyamid PA 6 je lineárním termoplastem. Je částečně krystalický. Stupeň krystalinity činí 30 až 50 %. Hustota kolísá v rozmezí 1,13 – 1,15 g/cm³. Teplota tání je 220°C. Pracovní teplota se pohybuje v rozmezí -30 až +100 °C. Látka má mléčně bílou nebo žlutou barvu [1,5,10].

Díky částečné krystalické struktuře má polyamid PA 6 vlastnosti, díky kterým má široké použití jako konstrukční materiál. Mezi nejdůležitější vlastnosti tohoto konstrukčního materiálu patří:

- velká pevnost, tvrdost, trvanlivost a mechanická odolnost ,
- vysoká pružnost,
- velmi stabilní tvar v podmínkách působení tepelného zatížení,
- dobré kluzné vlastnosti,
- optimální odolnost proti otěru,
- velmi dobré elektroizolační vlastnosti u nemodifikovaných druhů,
- vysoká schopnost tlumení vibrací a odolnost vůči nárazu,
- vysoká rázová pevnost,
- vysoká odolnost vůči působení UV, X a gamma záření,
- dobrá zpracovatelnost (řezání, soustružení, frézování),
- dobrá chemická odolnost vůči olejům, tukům, mazivům, benzínu,
- nízká tepelná roztažnost.

Velmi dobré fyzikální a chemické vlastnosti lze získat zušlechtním základní látky [1,13].

PA 6 vyniká ze skupiny polyamidů největší nasákavostí vody v procentech. Pohybuje se v rozmezí 9 – 11 %. Díky tomu dochází ke zlepšení takových mechanických vlastností jako je rázová pevnost a pružnost, naopak se snižuje odolnost



vůči roztažení a modul pružnosti. Nasákavost vody zhoršuje elektrické vlastnosti, např. specifický odpor [1,10] .



Obr. 7: Aplikace PA 6 [13,14].

Polyamid PA 6 se velmi často využívá v technice jako konstrukční materiál. Vyrábí se z něj: kluzná ložiska, ozubená kola, řemenové kotouče, válečky pro dopravníky, zuby řetězových kol, těsnící kroužky, palivové filtry, pružné podložky, kladiva, elektrické izolátory, rybářské sítě atp. [4,10,13].

Polystyren (PS)

Polystyren se vyrábí polymerizací styrenu. Hustota polystyrenu činí $1,05 \text{ g/cm}^3$. Pracovní teplota se pohybuje v rozmezí -10 až $+75 \text{ }^\circ\text{C}$. Je odolný vůči kyselinám, louhům, olejům, alkoholům a vodě. Je však rozpustný v některých uhlovodících. Polystyren patří také mezi nejlepší dielektrika. V závislosti na obsahu butadienu se vyznačuje nízkou nebo vysokou rázovou pevností.

Polystyren má však také některé nevýhodné vlastnosti: malou tepelnou odolnost, malou rázovou pevnost, je křehký, povrchově tvrdý a hořlavý [1,10,14].

Vzhledem k různým vlastnostem polystyrenu (málo houževnatý, houževnatý) a jeho kopolymerů nalezl tento materiál široké uplatnění. Využívá se k výrobě obalů pro kosmetiku, farmaceutický, spotřební a elektrotechnický průmysl, k výrobě hraček, galanterie atp. Houževnaté druhy se používají při výrobě součástí strojů, vybavení automobilů, při výrobě domácích spotřebičů.



Zvláštním druhem polystyrenu je pěnový polystyren, který se využívá ve stavebnictví, chladiřnictví a k výrobě obalů [10,15].



Obr. 8: Aplikace PS [10,15].

Polymethylmethakrylát (PMMA)

Polymethylmethakrylát (PMMA) je amorfní termoplast, vyráběný polymerizací methilmethakrylátu. Jeho hustota činí $1,18 \text{ g/cm}^3$. Je známý jako organické sklo (plexisklo). PMMA je křehká, tvrdá látka, odolná vůči poškrábání, hladká s vysokým povrchovým leskem díky možnosti leštění. Pro tyto vlastnosti je přirovnáván ke sklu (odtud jeho obecný název – organické sklo). Díky takovým vlastnostem jako: odolnost vůči působení atmosférických vlivů, tuků, olejů, benzínu, slabých kyselin, nepolárních rozpouštědel a vody má široké uplatnění v mnoha technických oborech [1,8,10,15].

Plexisklo lze po zahřátí na teplotu $140 - 150 \text{ }^\circ\text{C}$ snadno tvářet. Můžeme jej také mechanicky obrábět. Obvykle se vyrábí v podobě tyčí, trubek, bloků, desek apod. Díky možnosti mechanického a tepelného obrábění mohou být polotovary z PMMA dále zpracovávány.

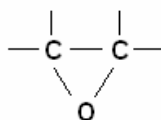
Velmi důležitou výhodou tohoto materiálu je jeho průhlednost (90 – 99 %). Díky této vlastnosti se z něj vyrábí letecké, automobilové a jiné sklo, čočky, hodinová sklíčka, kancelářské potřeby, odrazové materiály, součástky reflektorů a domácích spotřebičů [1,8,10,15].



Obr. 9: Aplikace PMMA [10,16].

Epoxidové pryskyřice

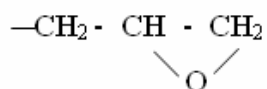
Charakteristickým prvkem struktury epoxidových pryskyřic je epoxidová skupina:



Praktické uplatnění našly pryskyřice, které mají v makromolekule dvě nebo více těchto skupin. Díky tomu je možné vytvářet z tohoto materiálu velmi tuhé prostorové struktury.

Epoxidové pryskyřice lze vyrábět dvěma metodami:

- polyadiční reakcí epichlorhydrinu a dienů,



- oxidací nenasycených sloučenin.



Epoxidové pryskyřice mají velmi široké uplatnění. Využívá se jich především:

- § k výrobě lepidel a laků,
- § k výrobě odlitků a laminátů na bázi epoxidů,
- § k výrobě tmelu a nátěrových tmelů,
- § jako univerzální směsi: lepidla pro hermetizaci a utěsnění odlitků.

K vytvrzování epoxidových pryskyřic dochází následkem chemických reakcí s tvrdidly. Vytvrzování probíhá za studena (v pokojové teplotě) nebo při teplotě 80 – 100 °C [1].

Tvrzené epoxidové pryskyřice mají velkou mechanickou odolnost, velmi dobré dielektrické vlastnosti a velkou odolnost vůči působení chemikálií a agresivních atmosférických vlivů. Velmi dobře se pojí se dřevem, keramikou, kovy a jinými látkami.

Epoxidové pryskyřice tvoří skupinu polymerních látek s velmi širokým spektrem uplatnění. Jejich vývoj úzce souvisí s vývojem kompozitních materiálů. Epoxidové materiály se používají ve strojírenském, automobilovém, loďařském, leteckém průmyslu apod. Používají se také k výrobě laminátů na bázi textilií a skelných rohoží. Slouží mimo jiné k výrobě velkých odlitků, lisovacích hmot plněných řezanými vlákny, křemičitou a porcelánovou moučkou, hliníkovým a zinkovým prachem, grafitem, křemenem atd. [1].



Obr. 10: Aplikace epoxidových pryskyřic [21,22].



2.4. Zkoušení polymerních materiálů

Vezmeme-li v úvahu to, že plastické hmoty se vyskytují v různých fyzikálních stavech, jejich zkoušení není jednoduché. Každý stav se totiž vyznačuje jinými vlastnostmi a vyžaduje úplně jiné výzkumné metody. K tomu je třeba připočítat ještě různé druhy zkoušení jako: zpracovatelské, mechanické, tepelné, elektrické. Úplně jinak vypadá zkoušení hotových výrobků z plastických hmot. Je jich tolik, kolik je druhů použití těchto látek, tedy prakticky neomezený počet. Existují však určité druhy předmětů, kde byly jisté druhy zkoušek normalizovány, např. podlahové materiály, dokončovací lišty, vodní a kanalizační trubky atp. [2].

U plastických hmot je převážně třeba uvádět mnoho dodatečných informací týkajících se průběhu měření. Pokud zkoumáme již hotové výrobky, problém je ještě větší. Nestačí nám pouze definovat např. odolnost, ale musíme znát pracovní podmínky a na jejich základě provést měření, které nás zajímá. Vypadá to často tak, že zkoušení předmětu spočívá v reprodukci jeho pracovních podmínek a simulaci vlastní práce, abychom mohli určit počet pracovních cyklů nebo dobu bezporuchové činnosti. Takto jsou zkoušena např. ozubená kola z polymerů, součástky vystavené únavě materiálu atp. Na základě těchto zkoušek pak výrobci součástek a zařízení poskytují časovou záruku nebo certifikáty [2].

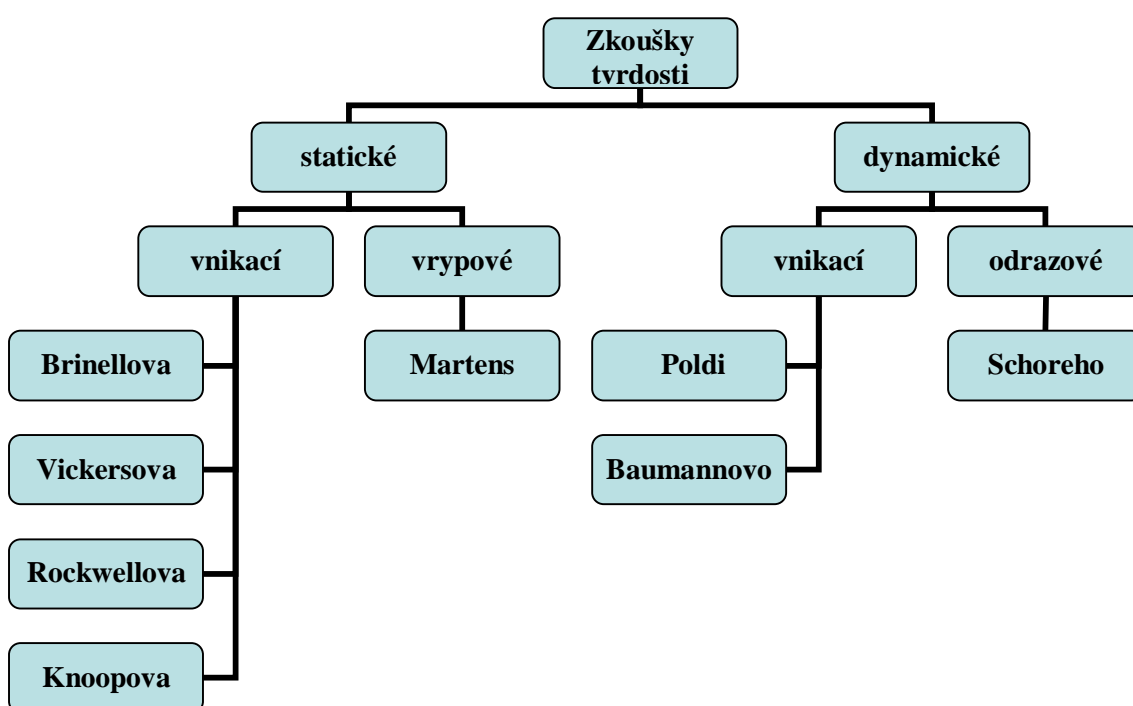
Přes odlišnost druhů plastických hmot (termoplastické, tvrditelné teplem, tvrditelné chemicky) je možné jejich zkoušení pomocí stejných přístrojů a stejné metody. Proto také můžeme tyto látky porovnat z hlediska jedné vlastnosti, která nás zajímá, a přizpůsobit náš výběr konkrétnímu použití [2].

2.4.1. Tvrdość

Tvrdość je jednou ze základních mechanických vlastností konstrukčních materiálů. Podle ní se často stanovuje vhodnost daného materiálu pro konkrétní použití. Proto jsou zkoušky tvrdosti materiálů velmi rozšířené a jejich průběh a podmínky jsou přesně vymezeny normami.

2.4.1.1. Tvrdość technickch materiálů

Tvrdość materiálu je jeho odolnoř vůči kolmmu vtlcovn do jeho povrchu specilnho vnikacho tlska přisluřnou silou nebo vrypem, dokud nedojde k plastick deformaci. V zvislosti na druhu zkouřenho materiálu (mkk nebo tvrd) rozliřujeme mnoho zkuřebnch metod. V zvislosti na druhu zkouřky (zatřen) se mřen tvrdosti dl na statick a dynamick.



Obr. 11: Schematick rozdlen zkouřek tvrdosti [11].

Každ z mřicch metod se vyznačuje jinm druhem (tvar, materil) vnikacho tlska a tvarem vtisku. Z toho důvodu mme tak různ namřen velikosti vtisku.



Zkouška	Těliško	Vtisk
Brinellova		
Vickersova		
Knoopova		
Rockwellova		

Obr. 12: Používan vnikací tělesa s výsledným vtiskem [12].

Metoda podle Brinella je jednou z nejstarších dnes používaných metod měření tvrdosti. Spočív ve vtlačování kuličky o průměru D do povrchu zkoušeného materiálu silou F . Tvrdost se určuje na základě velikosti průměru vtisku zanechaného kuličkou.

Tvrdost podle Brinella je tedy vyjádřena poměrem síly F na působící povrch vtisku A , vynásobeným příslušným koeficientem:

$$HB = 0,102 \cdot \frac{F}{A} \quad (1)$$

kde:

HB – tvrdost podle Brinella v dohodnuté jednotce, která činí: $1 HB = 9,807 \text{ MPa}$,

A – povrch kulového vrchlíku vtisku, který vypočteme podle vzorce:

$$A = \frac{p \cdot D}{2} \cdot \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right), \quad (2)$$

F – zátěžná síla [N]



U látek s tvrdostí vyšší než 630 HB se tato metoda nepoužívá. Normalizované velikosti kuliček Brinellova tvrdoměru činí: 10; 5; 2,5; 2; 1 mm. Doporučuje se používat kuličky s co největším průměrem. Norma určuje také dobu, po kterou kulička provádí vtisk. Za účelem důkladného měření tvrdosti je třeba vykonat alespoň tři vtisky. Velikost vtisků se měří pomocí mikroskopu. K výhodám Brinellovy metody patří možnost zkoušení slitin s nestejnou strukturou (velký vtisk zprůměrovává výsledek) a jedna stupnice tvrdosti. Nevýhodou je dlouhá doba měření, nemožnost zkoušení malých předmětů a tenkých tvrzených vrstev, omezení rozsahu měření na 630 HB [3,9].

Metoda měření tvrdosti podle Vickerse spočívá ve vtlačování do zkoušeného materiálu pod zatížením příslušnou silou vnikacího tělíska, jímž je diamantový čtyřboký jehlan o vrcholovém úhlu 136°. Zkušební zatěžující síla se pohybuje v rozmezí 9,8 – 980 N. Tvrdomost vypočteme podle vzorce:

$$HV = \frac{F}{A} \quad (3)$$

kde:

HV – tvrdost podle Vickerse [MPa],

A – plocha vtisku [mm²],

F – zátěžná síla [N]

Za účelem zjednodušení měření se používá vzorec:

$$HV = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (4)$$

kde:

HV – tvrdost podle Vickerse [MPa],

F – zátěžná síla [N],

d – aritmetický průměr délky úhlopříček vtisku [mm]

nebo

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (5)$$



kde:

HV – tvrdost podle Vickerse,

F – zátěžná síla [kp],

d – aritmetický průměr délky úhlopříček vtisku [mm]

Hodnota tvrdosti podle Vickersovy metody se pohybuje v rozmezí 80 – 700 HV. Jde o velmi univerzální metodu. Spojuje v sobě metody podle Brinella a Rockwella, má jednu univerzální stupnici pro všechny druhy materiálů jako Brinellova metoda, avšak s její pomocí můžeme měřit i tenké vzorky stejně jako u metody podle Rockwella. Výhodou je také to, že je málo invazivní, vtisky jsou velmi malé, což umožňuje zkoušet také hotové výrobky, zejména po povrchovém zpracování jako je: karbonizace, nitridace, kyanidování atd. Výsledek měření má nejmenší chybu ze všech metod. Rozdíly v délce úhlopříček vtisku jehlanu (nesymetričnost) vyplývají obvykle z anizotropie zkoušeného materiálu [9,20].

Metoda podle Rockwella spočívá, podobně jako výše popsané metody, ve vtlačování vnikacího tělíska do povrchu materiálu. V tomto případě může být vnikacím tělískem ocelová kulička o průměru 1/16 palce (1,588 mm) nebo diamantový kužel o vrcholovém úhlu 120° a poloměru zaoblení $r = 2$ mm.

V závislosti na tom, jaký materiál chceme zkoušet, volíme příslušné vnikací tělísko. Tvrdé materiály ($HB > 400$), jako např. kalená ocel, se zkoušejí pomocí kuželu, tvrdost se odečítá z černé stupnice (C) a označuje jako HRC. Měkké materiály se zkoušejí pomocí kuličky, tvrdost se odečítá z červené stupnice (B) a označuje jako HRB. Používá se postupné zatěžování. Celkové zatížení činí 1471 N (150 kp) pro kužel a 981 N (100 kp) pro kuličku. Na začátku se však používá předběžné zatížení $F_0 = 98$ N (10 kp). Tvrdost určujeme na základě hloubky vtisku zanechaného vnikacím tělískem, při čemž jeden dílek odpovídá hloubce 0,002 mm. Aby naměřená tvrdost rostla společně se skutečnou tvrdostí materiálu, hloubka prohlubně se počítá od určité teoretické roviny pod povrchem materiálu X, která se pro kužel nachází v hloubce 0,20 mm a pro kuličku 0,26 mm [3,9].

Měření Rockwellovým tvrdoměrem je velmi rychlé, a proto velmi praktické a často používané. Vnikací tělísko zanechává nevelkou stopu, což umožňuje zkoušet hotové výrobky. V závislosti na parametrech měření (vnikací tělísko, zatížení) můžeme rozlišit stupnice: A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T [3,9].



Metoda Poldi patří mezi dynamické metody měření. Měřicí zařízení se nazývá Poldi kladívko. Měření spočívá ve srovnání vtisku ve zkoušeném a porovnávacím materiálu známé tvrdosti. Ocelová kulička o průměru $D = 10$ mm se na jedné straně stýká se zkoušeným materiálem, na druhé s porovnávacím. Po úderu na trn pouzdra porovnávacího materiálu obdržíme dva vtisky: na zkoušeném a porovnávacím materiálu. Funguje to na principu akce – reakce.

Metoda Poldi má dvě základní přednosti: možnost zkoušení tvrdosti velkých a těžkých předmětů a zkoušení předmětů se zvýšenou teplotou (krátká doba kontaktu kuličky s předmětem). Hlavním nedostatkem je, že naměřená tvrdost je pouze přibližná [3].

Metoda podle Knoop je podobná Vickersově metodě. Vnikací tělísko je rovněž vyrobeno z diamantu, avšak není to pravidelný jehlan, ale jehlan s kosočtvercovou základnou s příslušnými úhly. Vtisk má tvar kosočtverce.

Měření tvrdosti spočívá ve zhotovení vtisku a změření delší úhlopříčky l [mm]. Výsledek obdržíme pomocí vzorce:

$$HK = 14,228 \cdot \frac{0,102 \cdot F}{l^2} \quad (6)$$

kde

F je zátěžná síla [N]

Metodu podle Knoop můžeme používat při měření tvrdosti tenčích vzorků, poněvadž hloubka vtisku je mnohem menší než např. u Vickersovy metody. Používá se často k měření tvrdých a křehkých materiálů. Využívá se také pro zjišťování anizotropie, a to tak, že změříme tvrdost ve dvou vzájemně kolmých směrech a porovnáme výsledky [3].

Metoda podle Shoreho spočívá v měření výšky odskoku závažíčka, na jehož konci se nachází speciální tvrdé vnikací tělísko. Závažíčko se odráží tím výše, čím tvrdší je materiál. Za účelem zjištění průměrného výsledku je třeba provést několik měření. Je třeba poznamenat, že každé měření je třeba vykonat na jiném místě, protože následkem úderu závažíčka se materiál v daném místě mění. Tato metoda se využívá ke zkoušení tvrdosti především malých předmětů. Metoda však není příliš přesná, a proto je výsledky nutno srovnat s výsledky měření získanými jinými metodami (podle



Brinella, Rockwella, Vickerse). K výhodám Shoreova skleroskopu patří především rychlost měření (cca. 1,5 s) a také to, že vnikací tělísko prakticky nezanechává na zkoušeném povrchu žádné stopy. Nevýhodou je, že u této metody naměřená tvrdost nezávisí jen na skutečné tvrdosti, ale i na pružnosti materiálu. Jednou zkalibrovaný skleroskop může měřit tvrdost jen jednoho typu materiálu [2].

2.4.1.2. Tvrdost polymerních materiálů

Tvrdost plastů definujeme jako odpor zkoušeného materiálu, pokud je kolmo na jeho povrch vtlačováno příslušné vnikací tělísko. Tlak by měl být tak veliký, aby u materiálu došlo k trvalé deformaci. Vnikací tělíska mají normalizované tvary a rozměry. Bývají to kuličky, kužely a jehlany. Materiál, ze kterého jsou vyrobeny, závisí na tvrdosti zkoušeného materiálu a může jim být: kalená ocel, diamant a slinutý karbid.

Měření tvrdosti plastů se provádí podobně jako u kovových materiálů, pomocí stejného zařízení. Existují však také speciální přístroje sestavené právě pro měření polymerů.

Měření tvrdosti polymerů se obvykle provádí pomocí vnikacích tělísek v podobě kuliček. Rozdíl mezi zkoušením kovů a polymerů spočívá v tom, že velikost vtisku (přesněji jeho hloubka) se měří při trvalém zatížení. Je tomu tak proto, že polymery mají tendenci k rychlému návratu do původního tvaru, čímž se snižuje hloubka vtisku a výsledek měření je zkreslený.

K měření tvrdosti plastických hmot můžeme použít standardní Brinellův tvrdoměr. Můžeme v něm nastavit několik pracovních i předběžných zatížení. Čidlo tvrdoměru zaznamenává hloubku vtisku pod daným zatížením. Měření probíhá tak, že nejprve nastavíme předběžné zatížení, pak měřicí zatížení a po 30 vteřinách při trvalém zatížení měříme hloubku vtisku. Měřené vzorky by měly být planoparalelní, minimální tloušťky 4 mm [2].

Polymery lze zkoušet také Rockwellovým tvrdoměrem. Tvrdost zde závisí na hloubce vtisku po pružném návratu materiálu. Metoda má několik stupnic, avšak pro



plasty se využívá pouze stupnice R, kde vnikací tělísko představuje kulička o průměru 12,7 mm, a zatěžovací síla činí 588,4 N. Hloubku vtisku přepočítáváme na výsledek, který je násobkem hodnoty 0,002 mm. Ke zkoušení je třeba připravit planparalelní vzorky o tloušťce 4 mm [2].

Tvrdost plastických hmot můžeme zkoušet také pomocí Vickersovy metody. Vtisk diamantového jehlanu má řádově velikost milimetrů. Zatížení při zkoušení plastů je mnohem menší než u kovů. Velikost vtisku (úhlopříčku vtisku) měříme pomocí mikroskopu [3].

K měření tvrdosti pružných plastů, jako jsou pryže, se používá Shoreova metoda. Vnikací tělísko Shoreova tvrdoměru je spojeno s pružinou, která jej tlačí ven. Toto vnikací tělísko je během měření přitisknuto k plastu, a pak se stanovuje rovnováha mezi pružinou a pružností plastu. Na stupnici tvrdoměru odečítáme výsledek měření vyjádřený ve stupních Shorea ($^{\circ}\text{Sh}$) v rozsahu 0 – 100°. V závislosti na tvrdosti materiálu se používají různé druhy tvrdoměrů. Pro nižší tvrdost typ A (pod 90 $^{\circ}\text{Sh}$), pro větší (nad 90 $^{\circ}\text{Sh}$) typy C a D. Vnikací tělísko tvrdoměru A je ukončeno komom kuželem, u typu D je vnikací tělísko naostřené [2].

Tvrdost plastů můžeme měřit také pomocí mezinárodní stupnice IRHD (International Rubber Hardness Degrese). Měření spočívá v nalezení rozdílu mezi důlkem v plastu po kuličce o určitém průměru (pryž, plasty podobné pryži) pod předběžným zatížením a měřicím zatížením. V závislosti na tvrdosti se používají kuličky různé velikosti. Pokud je měření provedeno podle norem a s jejich omezeními, můžeme pomocí tohoto měření určit také Youngův modul materiálu [2].

Jinou metodou měření tvrdosti pryže je metoda podle Schoppera. Jejím principem je vtlačování kuličky o průměru 10 mm pod zatížením 1 kg. Výsledek měření se obvykle uvádí jako stupeň měkkosti. Pro přepočítání tvrdosti na stupně měkkosti se používá speciální diagram [2].

Pro pružné porézní materiály existuje pojem *ukazatel tvrdosti*. Podle určovací metody A je to síla potřebná k vtisknutí patky přístroje nebo, v případě metody B, vtlačovacího kotouče do zkoušeného vzorku [2].



2.4.2. Mikrotvrđost

Mikrotvrđost je tvrđost, kterou měříme pŕi velmi malěm zatĕžení. Vsledkem jsou malé vtisky v materiálu, a tak je moĝné zkoumat tvrđost jednotlivch fz struktury a mikrostruktury, jednotliv zrna a ciz pŕíměsi. Zkoušky mikrotvrđosti se využívaj pŕi zjišťování anizotropie, efekt plastickch deformac, difuze atp.

Mikrotvrđost lze zkoušet několika zpsoby, napŕ. vrypovou metodou nebo vtlačovnm vnikacho tělska. Jako vnikac tělska slouĝ Vickersovy nebo Knoopovy diamantov jehlany. Mikrotvrđoměry mohou bt oddělenmi zaŕízeními nebo mohou bt integran součst metalografickch mikroskop. Pŕi zkoušení mikrotvrđosti nesmme zanedbat deformaci kolem vtisk, protože mže mt značn vliv na vsledek měření [3,6,7].

2.5. Viskoelastick chovn plast

Charakteristickou vlastnost pevnch těles je jejich mechanick stabilita, tedy odolnost vči psoben vnější ztěĝe. Reakce pevnho tělesa na vnější deformačn sly vyplv z toho, ŝe v materiálu existuj na molekulrn úrovni pruĝn sly a centran sly krtkho dosahu. Z makroskopickho hlediska tuto zvislost popisuje Hookev zkon, kter řk, ŝe vnitŕn napět je pŕmo uměrn deformaci:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (7)$$

kde:

σ – normlov napět [N/m²]

E – modul pruĝnosti v tahu zvan Youngv modul [N/m²]

ε – deformace, tedy relativn změna rozměru

Podmnkou aplikace Hookeova zkona pro skutečn materily je nepŕilš velk deformace. U idelně pruĝnho materilu se kŕivky napět – deformace pŕi zatĕžení a po odlehčn kryj. Hookev zkon odrz pŕedevšími vlastnost kov. Mechanickm modelem, kter odrz Hookev zkon, je ideln pruĝina [2,5].



Smykové pnutí v dokonale viskózních kapalinách lze popsat pomocí Newtonova zákona pro kapaliny:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (8)$$

kde:

τ – smykové napětí [Pa]

η – dynamická viskozita [kg/m·s]

$\dot{\gamma}$ – rychlost smykové deformace [1/s]

Newtonův zákon se vztahuje na nestlačitelné kapaliny, tedy takové, u kterých je smykové napětí úměrné rychlosti deformace. Znamená to, že deformace tekutiny závisí na napětí a době jeho působení. Mechanickým modelem, který popisuje Newtonův zákon pro kapaliny je ideální kapalinový tlumič.

Plasty jsou látkami, které v sobě spojují vlastnosti pevných těles (kovů) a kapalin. Nazýváme je viskoelastickými tělesy. Ve srovnání s kovy vykazují vyšší schopnost deformace. Celkovou deformaci definuje závislost:

$$\gamma = \gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3 \quad (9)$$

kde:

γ – deformace celková,

γ_1 – deformace pružná,

γ_2 – zpožděná elastická deformace,

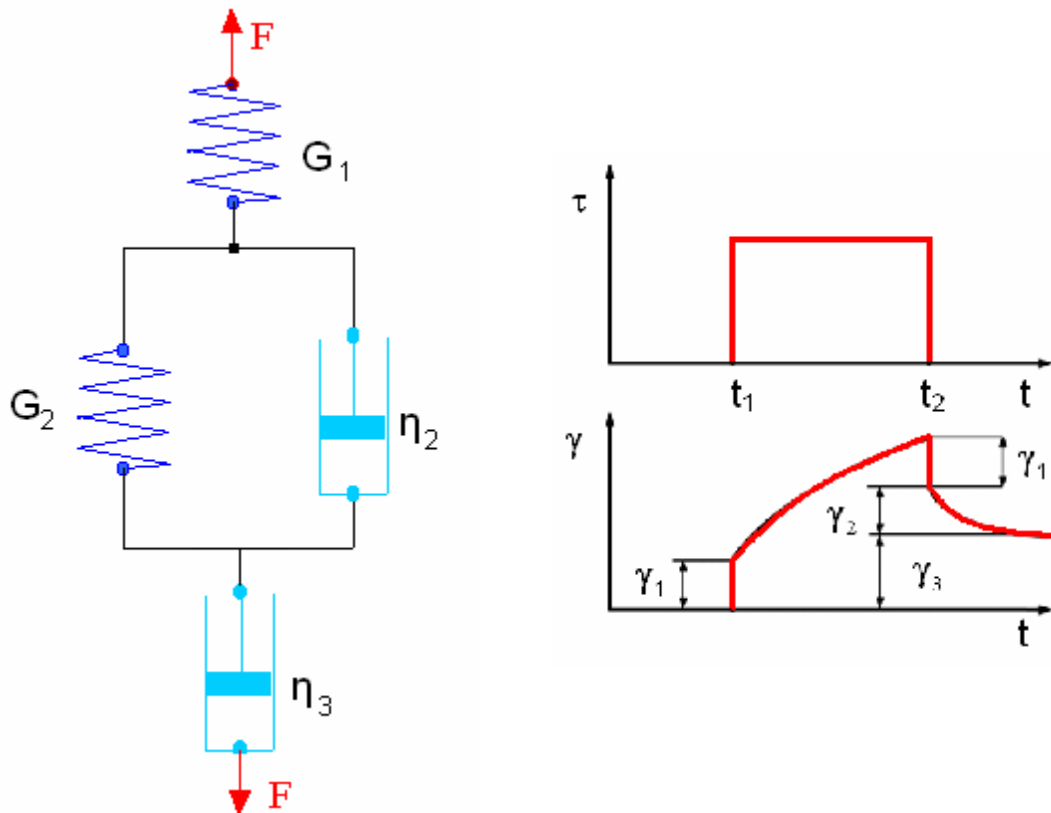
γ_3 – deformace plastická.

Deformace zpožděná elastická se liší od pružné tím, že návrat do původního stavu není okamžitý, ale opožděný. Dobu zpoždění nazýváme relaxační doba [2,5].

2.5.1. Burgersův – Tucketův model

Modelem chování plastů pod vlivem zátěže způsobující deformace může být sériové nebo paralelní spojení ideálních pružin a ideálních tlumičů. V literatuře můžeme nalézt mnoho takových modelů, mj.: Kelvina – Voigta (paralelní

spojení pružiny a tlumiče) nebo Maxwella (sériové spojení pružiny a tlumiče). Nejlépe reprezentativním modelem je však složitější model Burgersův – Tucketův:



Obr. 13: Burgersův – Tucketův model znázorňující deformaci viskoelastického tělesa [5].

Tento model se skládá ze tří článků. První článek (G_1) je ideální pružina, která imituje elastické deformace γ_1 . Druhý článek (G_2, η_2), který je modelem podle Kelvina, imituje zpožděné elastické deformace γ_2 . Třetí článek, který je ideálním viskózním tlumičem imituje plastické deformace γ_3 .

V době t_1 dochází k deformaci prvního článku (ideální pružina), což způsobuje růst napětí v soustavě. V době $t_1 - t_2$ dochází k deformaci druhého článku (ideální pružina a ideální tlumič) a třetího článku (ideální tlumič). V době t_2 zatížení vymizí, a pak se do původního stavu okamžitě vrací první článek (elastická deformace), po určité době se do původního stavu vrátí druhý článek (viskoelastická deformace). Třetí článek se do původního stavu nevrací, zůstává v deformovaném stavu (plastická deformace) [5].



3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Zkoušené vzorky materiálu odrážejí světlo jen v malé míře, což značně ztěžuje měření velikosti vtisků v mikroskopu. Za účelem zlepšení zřetelnosti byla na povrch vzorků nanесena tenká kovová vrstva. Jde o platinový povlak o tloušťce asi 8 nm, nanесený naprašovací metodou ve vakuu. Povlak byl nanесen pomocí zařízení SCD 050 firmy BalTech v Ústavu makromolekulární chemie v Praze (Česká republika).

3.1. Označení a stručna charakteristika měřených vzorků

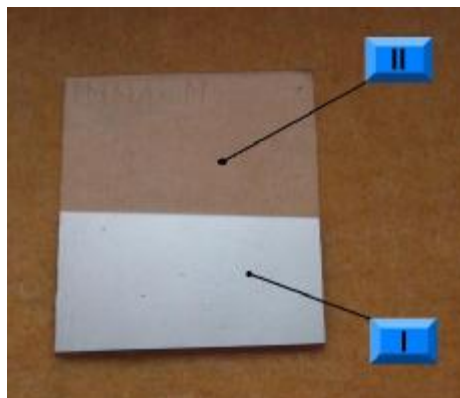
Tab. 1: Označení vzorků.

Označení vzorku	Materiál	Povrchová úprava
I	PMMA	pokoveno
II		nepokoveno
III	PS	pokoveno
IV		nepokoveno
V	PA 6	pokoveno
VI		nepokoveno
VII	Epoxidové pryskyřice	pokoveno
VIII		nepokoveno



Vzorky I a II – polymethylmethakrylát (PMMA)

Polymethylmethakrylát je amorfní termoplast. Běžný název je organické sklo (plexisklo). Je tvrdý, křehký a odolný vůči poškrábání.

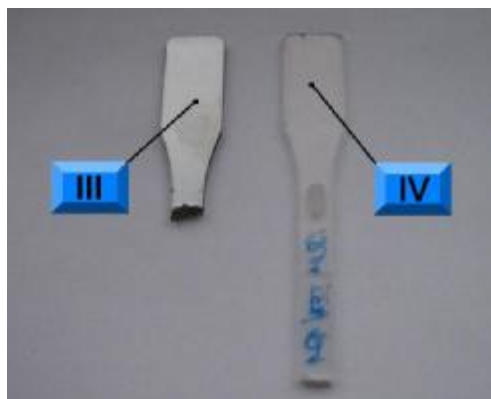


Obr. 14: Vzorky PMMA: I – vzorek pokovený, II – vzorek nepokovený.

Používá se pro okenní tabule všeho druhu, kryty, čočky, kancelářské potřeby atd. Vyrábí se v podobě tyčí, desek, bloků, trubek apod.

Vzorky III a IV – polystyren (PS)

Polystyren je široce využívaný polymer. Může se používat jako konstrukční materiál. Existuje velké množství druhů. Má velmi dobré dielektrické vlastnosti. Využívá se ve výrobě obalů, elektrotechnickém průmyslu, při výrobě hraček a mnoho jiných. Ke zkoušení byl využit polystyren pod obchodním názvem KRASTEN 171.

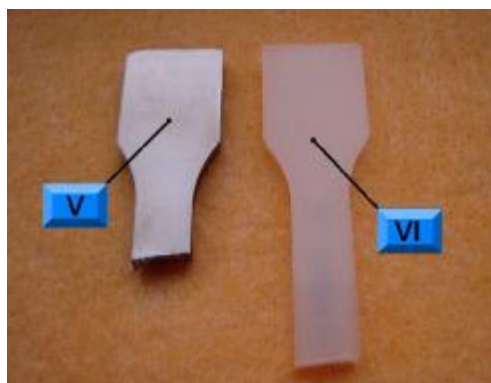


Obr. 15: Vzorky PS: III – vzorek pokovený, IV – vzorek nepokovený.



Vzorky V a VI – polyamid (PA 6)

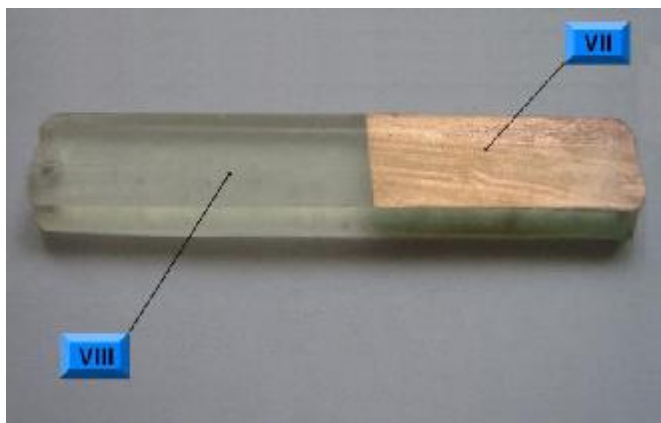
Polyamid PA 6 patří mezi konstrukční polymery. Lze jej obrábět řezáním. Pro své dobré mechanické vlastnosti se využívá při výrobě ozubených kol, řemenových kotoučů, automobilových součástek, kluzných ložisek atp.



Obr. 16: Vzorky PA 6: V – vzorek pokovený, VI – vzorek nepokovený.

Vzorky VII a VIII – Epoxidové prskyřice

Vzorky VII a VIII jsou epoxidové prskyřice. Tvoří skupinu polymerních látek s velmi širokým spektrem uplatnění. Epoxidové materiály se používají ve strojírenském, automobilovém, loďařském, leteckém průmyslu apod. Používají se k výrobě laminátů na bázi textilií a skelných rohoží.



Obr. 17: Vzorky epoxidových prskyřic : VII – vzorek pokovený, VIII – vzorek nepokovený.



3.2. Stanovení mikrotvrdosti podle technických norem

K měření tvrdosti polymerních materiálů se využívá několika metod, které jsou předmětem normalizace:

- Ø ČSN EN ISO 2439: 6/2001: Měkké lehčené polymerní materiály - Stanovení tvrdosti vtlačováním
- Ø ČSN EN ISO 2039 – 1: 9/2003: Plasty – Stanovení tvrdosti – Část 1: Metoda vtlačováním kuličky.
- Ø ČSN EN ISO 2039 – 2: 5/2000: Plasty – Stanovení tvrdosti – Část 2: Tvrdost dle Rockwella.
- Ø ČSN EN ISO 868: 11/2003: Plasty a ebonit – Stanovení tvrdostí vtlačováním hrotu tvrdoměru (tvrdost Shore).

3.3. Měřicí pracoviště

Měření mikrotvrdosti polymerů popsaná v této práci byla provedena Vickersovou metodou. Základem byla norma ČSN EN ISO 4516: 2-2003: Kovové a jiné anorganické povlaky - Zkoušky mikrotvrdosti podle Vickerse a podle Knoop. Norma stanovuje zkoušky mikrotvrdosti kovových povlaků, avšak během měření zohledňuje viskoelastické vlastnosti materiálů, může se používat pro měření mikrotvrdosti polymerů.

Měření bylo provedeno pomocí mikrotvrdoměru Micromet 2101 firmy Buehler, připojeného k počítači a programu LUCIA G. Měřicí stanoviště, kde byly provedeny zkoušky, se nachází na Katedře materiálu Strojní fakulty na Technické univerzitě v Liberci.



Obr. 18: Měřicí pracoviště [19].

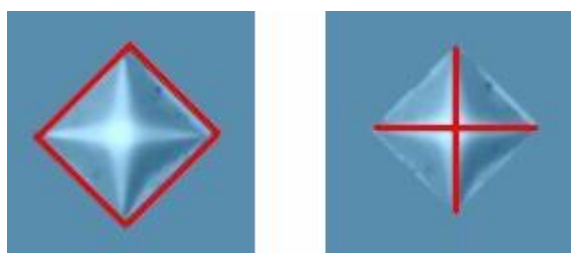


3.4. Program LUCIA G

Slovo LUCIA je zkratkou názvu Laboratory Universal Computer Image Analysis. LUCIA je profesionální, počítačový software pro analýzu obrazu používaný ve spojení s mikroskopy vybavenými kamerami. Program se používá v biologických, geologických, biolékařských, kriminalistických laboratořích, ve sklárnách a hutích, v továrnách na výrobu náhradních dílů pro automobily, v chemickém odvětví a mnoha jiných vědeckých ústavech. LUCIA je univerzální nástroj se snadnou obsluhou [17,18].

Počítačový program LUCIA Hardness byl vyvinut speciálně pro měření mikrotvrdoti podle Vickersa a Knoopa. Přes USB port na počítači je LUCIA spojena s mikrometrickými šrouby na mikroskopu. Díky digitálnímu spojení počítače a mikroskopu nemusíme výsledky měření odečítat přímo z mikrometrických šroubů. Souřadnice X a Y můžeme sledovat přímo na monitoru.

Metoda měření je jednoduchá – provedeme vtisk, a pak pomocí programu LUCIA na monitoru zjistíme velikost vtisku. Tuto hodnotu můžeme určit dvěma způsoby: měřením úhlopříčky nebo obvodu vtisku. Volbu způsobu měření i ostatních parametrů měření můžeme provést v nabídce programu [17,18].



Obr. 19: Možnosti měření vtisku [20].



3.5. Postup měření

Měření mikrotvrdomosti bylo provedeno Vickersovou metodou při třech různých zatíženích.

Pro měření tvrdosti byly připraveny čtyři druhy materiálu: PMMA, PS, PA 6 a epoxidové pryskyřice. Každý z nich měl povrch upravený dvojím způsobem: bez povlaku a s kovovým povlakem. Povlak byl platinový, nanášený naprašovací metodou o tloušťce asi 8 nm.

Připravený vzorek byl upevněn vodorovně na stolek mikroskopu, kolmo na osu vnikacího tělíska, takže pohyb vzorku je vyloučen. Měření bylo provedeno v laboratoři za těchto podmínek: teplota 23 ± 5 °C, vlhkost ~ 50 %. Doba zatížení vnikacího tělíska byla neměnná a činila 12 s. Mikrotvrdoměr byl vybaven dvěma objektivy se zvětšením 10x a 40x. Byla použita tři zatížení: 10 g, 50 g a 100 g. Měření bylo u každého zatížení provedeno nejméně čtyřikrát.

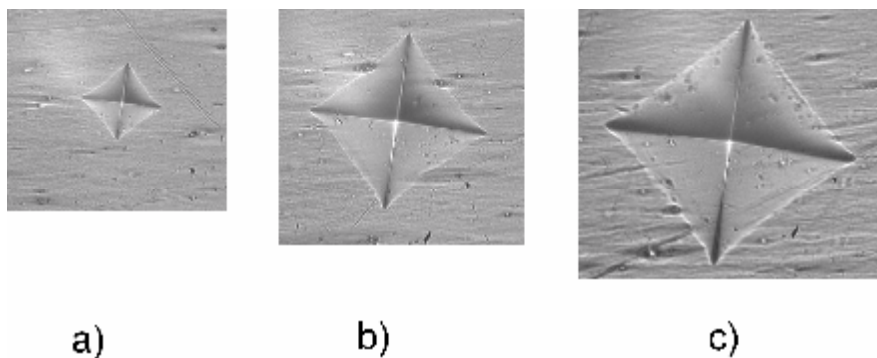
Měření začíná nastavením programu LUCIA. Je třeba nastavit druh metody, kterou budeme měřit (Vickerse nebo Knoopa), hodnotu zatížení a zvětšení. Stejně parametry je třeba nastavit na mikrotvrdoměru. Poté byl zaostřen obraz na monitoru. Vzdálenost jednotlivých vtisků by měla být minimálně pětinásobně větší než úhlopříčka vtisku. Je třeba věnovat pozornost také vzdálenosti vtisku od okraje vzorku. Tato doporučení umožňují správné provedení zkoušek. Po nastavení přístrojů byl proveden vtisk. Po odlehčení zatížení se na monitoru objevil vtisk vnikacího tělíska. Po nastavení ostrosti obrazu bylo zahájeno jeho měření pomocí programu LUCIA. Měření spočívá ve stanovení čtyř měřicích bodů na koncích dvou úhlopříček vtisku. Skutečný rozměr úhlopříček určí program podle naprogramovaného algoritmu. Výše uvedený postup byl dodržen u všech tří hodnot zatížení a u všech zkoušených vzorků. Výsledky měření byly zapsány do tabulek ve formátu MS Excel. Obsahují velikosti obou úhlopříček vtisku a jejich průměrnou hodnotu. Pomocí programu LUCIA můžeme obdržet kompletní protokol z provedené zkoušky, který obsahuje: název metody měření, zvětšení objektivu, hodnotu zatížení, dobu zatížení, označení vzorků a výsledky měření vtisku [9,18].



4. HODNOCENÍ VYSLEDKŮ

4.1. Označení velikostí vtisku

Vzhledem k viskoelastickým vlastnostem polymerních materiálů je nutné věnovat zvláštní péči pozorování a měření vtisků. Měření spočívalo v označení obou úhlopříček vtisku d_1 a d_2 , a pak byl vypočten jejich aritmetický průměr d . Každý vzorek byl zkoušen při třech různých zatíženích. Pro každé zatížení bylo provedeno čtyři nebo pět měření, což představuje dvanáct či patnáct výsledků měření.



Obr. 20: Vtisky PS (vzorek III pokovený):

- a) zatížení 10 g, objektiv 40x
- b) zatížení 50 g, objektiv 40x
- c) zatížení 100 g, objektiv 40x

V tabulkách 2 - 9 jsou uvedeny výsledky měření úhlopříček vtisků a jejich aritmetické průměry pro každé ze tří zatížení.



4.2. Výsledky měření

Vzorky I a II (PMMA)

Tab. 2: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku I (doba zatížení 12 s).

vzorek I. (PMMA pokovený) doba 12 s									
	zatížení 10 g			zatížení 50 g			zatížení 100 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	27,8	28,1	27,9	63,0	63,2	63,1	91,1	90,0	90,5
2.	27,8	27,6	27,7	64,1	63,0	63,6	90,6	88,8	89,7
3.	27,9	27,8	27,8	63,8	62,5	62,5	91,1	89,9	90,5
4.	27,6	27,8	27,7	63,7	62,6	63,1	91,1	89,2	90,1
5.	27,8	27,9	27,9	63,8	63,0	63,4	91,1	88,5	89,8

Tab. 3: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku II (doba zatížení 12 s).

vzorek II. (PMMA nepokovený) doba 12 s									
	zatížení 10 g			zatížení 50 g			zatížení 100 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	28,1	27,0	27,5	63,5	61,6	62,5	92,4	89,0	90,7
2.	27,8	28,6	28,2	64,9	63,2	64,1	87,7	91,4	89,5
3.	28,4	27,3	27,9	65,1	62,5	63,8	92,6	89,3	90,9
4.	28,4	27,4	27,9	64,3	64,8	64,6	92,0	88,8	90,4
5.	28,1	26,6	27,3	64,1	61,7	62,9	92,9	89,4	91,1

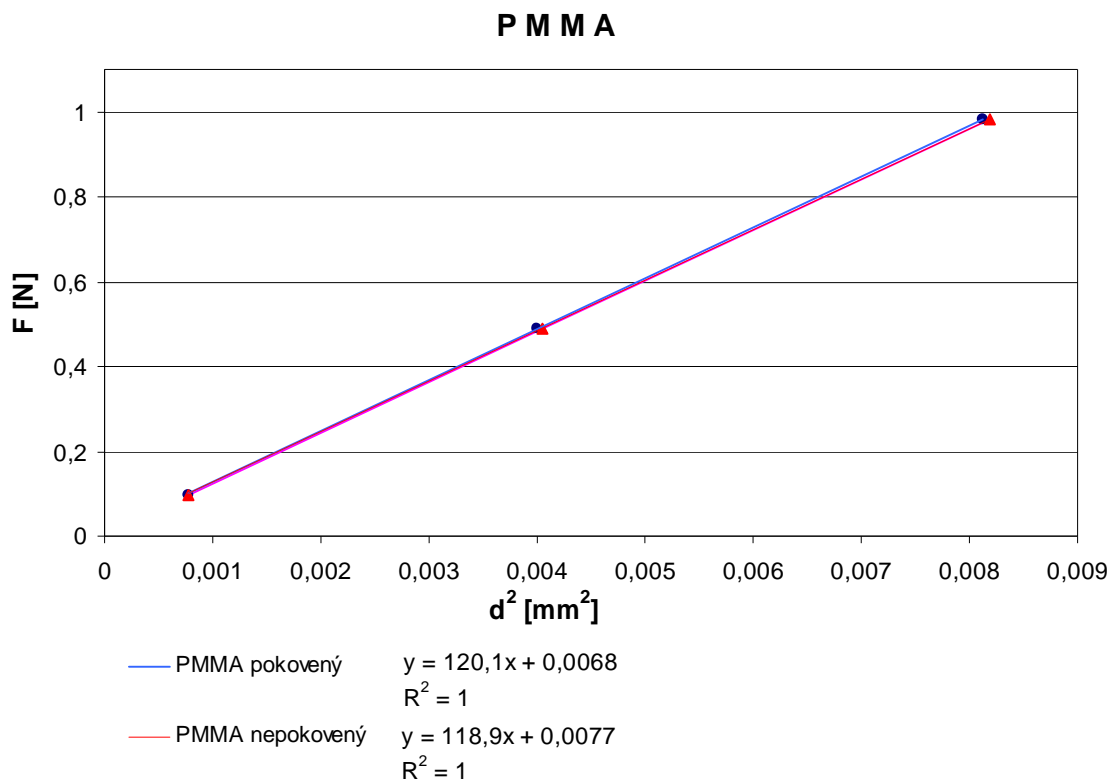


Tab. 4: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku I (doba zatížení 5 s).

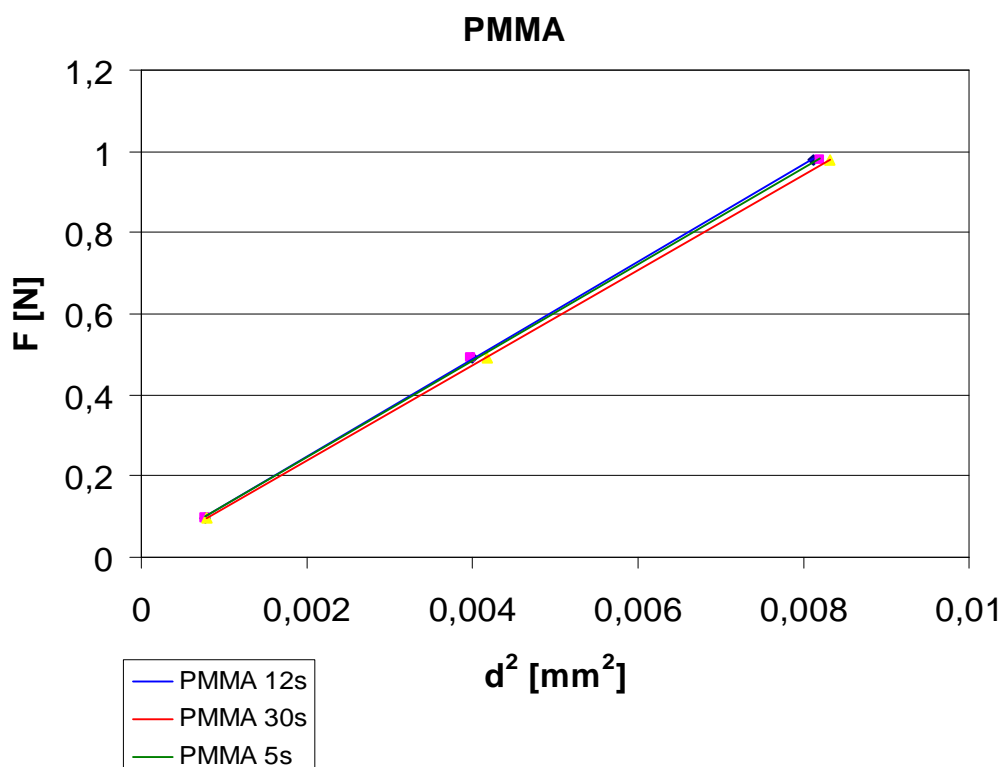
vzorek I. (PMMA pokovený) doba 5 s									
	zatížení 10 g			zatížení 50 g			zatížení 100 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	27,9	28,0	27,9	61,8	62,4	62,1	91,3	89,4	90,4
2.	27,3	27,7	27,5	62,3	64,8	63,6	98,0	88,8	93,4
3.	28,4	27,4	27,9	64,8	62,6	63,7	90,7	89,5	90,1
4.	28,2	26,4	27,3	62,4	63,9	63,2	88,5	90,5	89,5
5.	28,0	27,1	27,5	62,8	63,3	63,0	88,5	89,6	89,1

Tab. 5: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku I (doba zatížení 30 s).

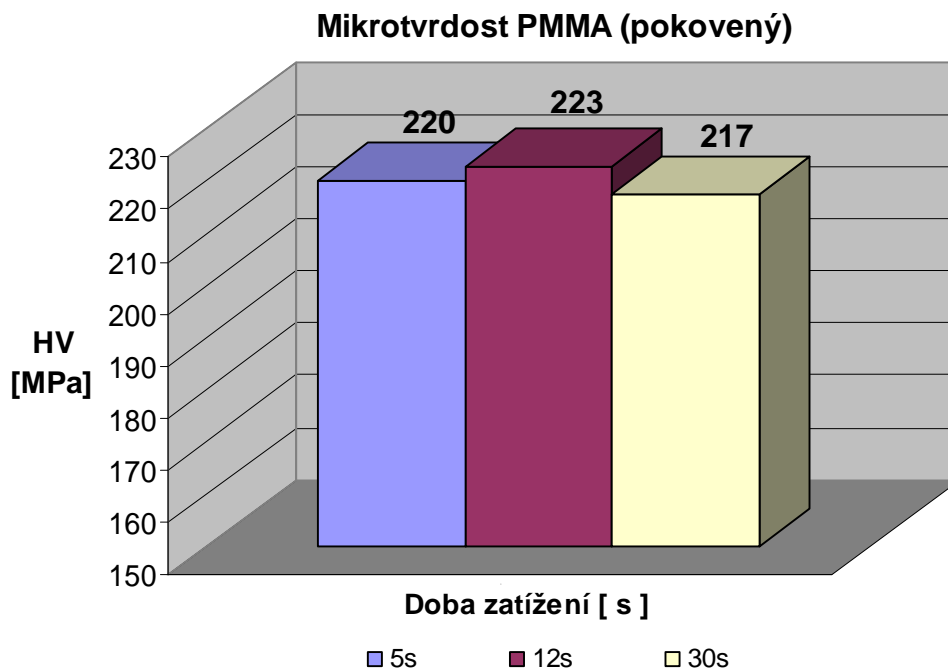
vzorek I. (PMMA pokovený) doba 30 s									
	zatížení 10 g			zatížení 50 g			zatížení 100 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	26,7	28,4	27,6	62,1	66,2	64,1	91,3	88,6	89,9
2.	27,1	28,8	27,9	65,2	63,5	64,3	92,0	92,2	92,1
3.	28,3	28,5	28,4	64,0	64,7	64,4	92,4	93,2	92,8
4.	27,9	29,0	28,5	65,2	65,7	65,5	91,2	87,8	89,5
5.	28,6	28,6	28,6	63,7	65,5	64,6	92,0	91,8	91,9



Obr. 21: Graf závislostí velikostí vtisků na zatěžující síle pro vzorky I a II.



Obr. 22: Graf závislostí velikostí vtisků na zatěžující síle pro vzorek I (různá doba zatížení).



Obr. 23: Graf zvislosti mikrotvrdości na době zatžení pro vzorek I.



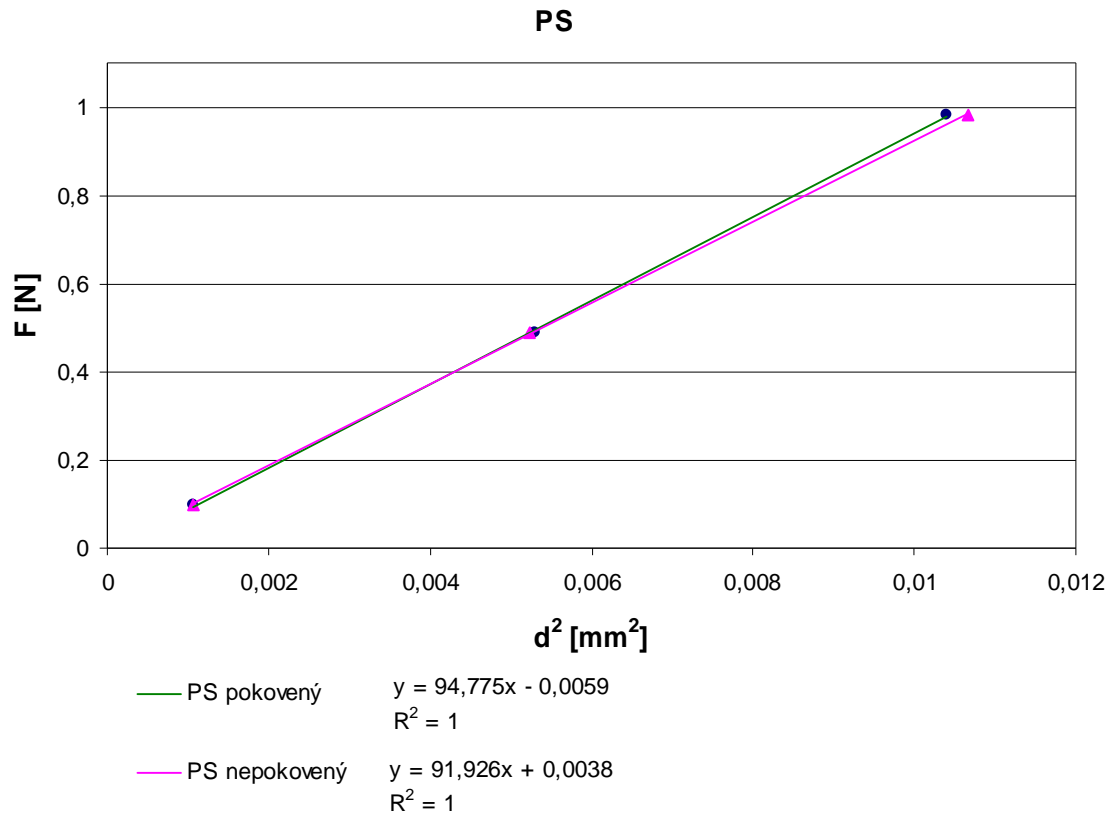
Vzorky III a IV (PS)

Tab. 6: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku III.

vzorek III. (PS pokovený)									
	zatížení 10 g			zatížení 50 g			zatížení 100 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	31,9	33,6	32,8	71,5	74,0	72,7	100,3	103,2	101,8
2.	32,6	32,6	32,6	71,7	74,3	73,0	101,6	102,7	102,2
3.	32,1	33,2	32,6	75,1	71,3	73,2	98,0	105,3	101,7
4.	32,6	33,8	33,2	72,5	72,9	72,7	101,4	102,9	102,2
5.	31,4	32,8	32,1	71,3	73,1	72,2	101,1	102,4	101,7

Tab. 7: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku IV.

vzorek IV. (PS nepokovený)									
	zatížení 10 g			zatížení 50 g			zatížení 100 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	34,2	32,4	33,3	70,2	73,8	72,0	104,7	103,1	103,9
2.	30,5	32,3	31,4	72,8	72,9	72,8	105,1	101,2	103,2
3.	33,7	33,1	33,4	71,4	72,7	72,0	102,3	101,3	101,8
4.	32,3	32,0	32,1	73,9	71,9	72,9	103,3	103,9	103,6
5.	32,6	33,8	33,2	71,3	72,0	71,6	101,2	106,4	103,8



Obr. 24: Graf závislosti velikostí vtisků na zatěžující síle pro vzorky III a IV.



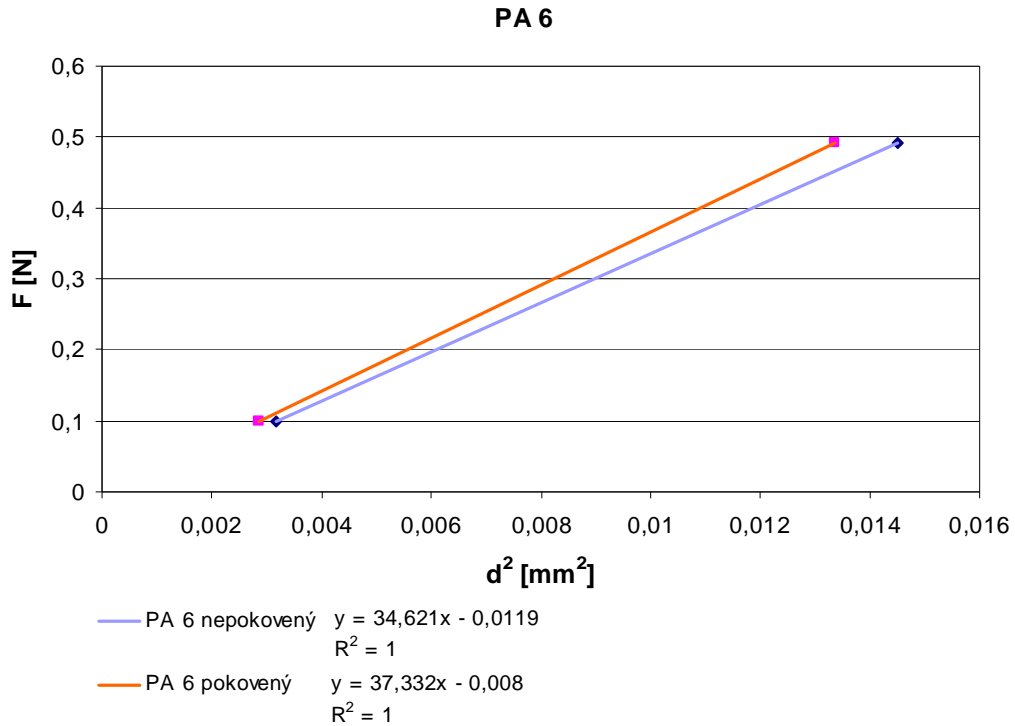
Vzorky V i VI (PA 6)

Tab. 8: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku V.

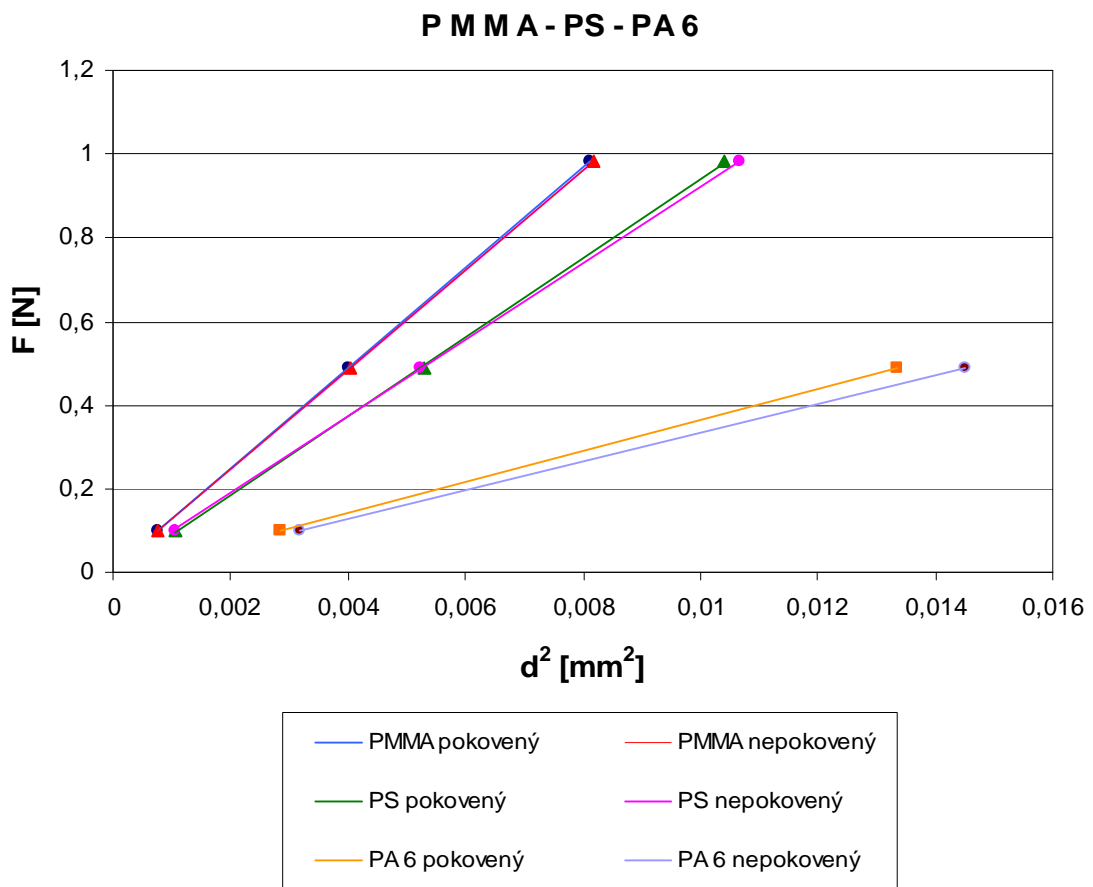
vzorek V. (PA 6 pokovený)						
	zatížení 10 g			zatížení 50 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	51,8	54,2	53,0	115,8	121,2	118,5
2.	54,6	53,1	53,9	115,9	125,6	120,8
3.	53,1	52,5	52,8	116,5	109,1	112,8
4.	52,7	51,0	51,9	105,6	112,9	109,3
5.	55,0	54,9	55,0	116,8	115,9	116,4

Tab. 9: Naměřené délky úhlopříček d_1 a d_2 s jejich aritmetickým průměrem d vzorku VI.

vzorek VI. (PA 6 nepokovený)						
	zatížení 10 g			zatížení 50 g		
č.	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]	d_1 [μm]	d_2 [μm]	d [μm]
1.	57,4	55,9	56,7	117,3	130,3	123,8
2.	56,2	57,8	57,0	117,1	132,8	124,9
3.	53,9	55,1	54,5	115,9	114,0	114,9
4.	56,1	57,4	56,8	117,3	119,5	118,4
5.	60,1	53,5	56,8	123,5	117,1	120,3



Obr. 25: Graf závislosti velikostí vtisků na zatěžující síle pro vzorky V a VI.



Obr. 26: Graf závislosti velikostí vtisků na zatěžující síle pro vzorky I – VI.



4.3. Výpočet mikrotvrdosti

Za účelem zjištění tvrdosti zkoumaných vzorků vycházíme ze vzorce pro určení tvrdosti metodou podle Vickerse:

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (10)$$

kde:

F – zátěžná síla [N]

$\frac{1,854}{d^2}$ - plocha povrchu vtisku [mm^2]

Pomocí tohoto vzorce můžeme stanovit mikrotvrdost materiálu při zatížení silou F a průměrné velikosti úhlopříček vtisku d .

Za účelem znázornění tohoto algoritmu uvedeme postup výpočtu pro vzorek I (PMMA s kovovým povlakem).

Ø Vypočteme aritmetický průměr veličiny d_{10} podle vzorce:

$$d_{10} = \frac{\sum_{n=1}^5 d_n}{n} \quad (11)$$

kde:

d_{10} – průměrná hodnota z dvou naměřených úhlopříček [mm]

n – počet měření při jednom zatížení - v tomto případě $n = 5$

Ø Jednotlivé mocniny úhlopříček vtisků ($d_{10}^2, d_{50}^2, d_{100}^2$) vypočteme takto:

$$d_{10}^2 = d_{10} \cdot d_{10} \quad (12)$$

kde:

d_{10}^2 -průměrná plocha vtisku při zatížení 10g [mm^2]

d_{10} - průměrná hodnota délek úhlopříček [mm]

Stejným způsobem vypočteme veličiny d_{50}^2 a d_{100}^2 pro zatížení 50 g a 100 g.



- Ø Převedeme hodnotu síly zatížení z gramů [g] na newtony [N] podle vzorce:

$$F = m \cdot g \quad (13)$$

kde:

F – zatěžující síla [N]

m – hmotnost zvoleného závaží (0,01; 0,05; 0,1) [kg]

g – gravitační zrychlení $g = 9,81 \text{ m/s}^2$

Tab. 10: Hodnoty zatěžujících síl.

Zatížení [g]	Zatěžující síla [N]
10	0,0981
50	0,4905
100	0,9810

- Ø Díky výše uvedeným výpočtům obdržíme pro každý zkoušený vzorek tři body, které vyneseme do soustavy souřadnic, a vytvoříme tak graf $F = f(d^2)$ (Obr. 21, 24 a 25). Získaný graf je grafem lineární funkce rovnice přímky:

$$y = k \cdot x + q \quad (14)$$

kde:

k – směrnice přímky

q – úsek vyřatý přímkou na ose y

Směrnice přímky k znázorňuje hodnotu veličinu $\frac{F}{d^2}$ z rovnice (10).

Z grafu (Obr. 21) pro vzorek I (PMMA s kovovým povlakem) získáme hodnotu, což je směrnice přímky $\frac{F}{d^2}$:

$$y = 120,1 \cdot x + 0,0068 \quad (15)$$

odkud odečteme:

$$\frac{F}{d^2} = 120,1 \quad (16)$$



- ∅ Tuto hodnotu dosadíme do vzorce (9) a obdržíme tak mikrotvrđost podle Vickerse vyjádřenou v MPa:

$$HV = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2} = 1,854 \cdot 120,1 = 222,66 \text{ MPa} \quad (17)$$

Tímto jsme vypočítali mikrotvrđost vzorku I, která činí 223 MPa.

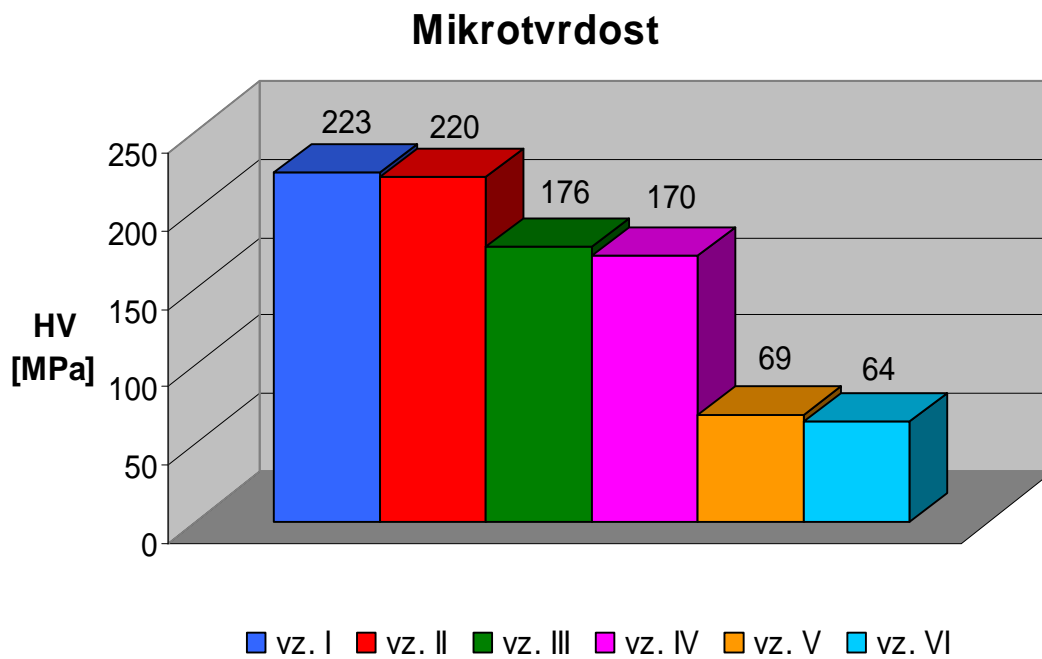
- ∅ Stejným způsobem budeme postupovat u výpočtů mikrotvrđosti zbývajících vzorků.

Tab. 10: Průměrné hodnoty úhlopříček a ploch získaných při různém zatížení.

Vzorek	$d_{10} [\mu\text{m}]$	$d_{10}^2 [\text{mm}^2]$	$d_{50} [\mu\text{m}]$	$d_{50}^2 [\text{mm}^2]$	$d_{100} [\mu\text{m}]$	$d_{100}^2 [\text{mm}^2]$
vzorek I	27,8	0,0007728	63,28	0,004004	90,12	0,008122
vzorek II	27,76	0,0007706	63,58	0,004042	90,52	0,008194
vzorek III	32,66	0,0010667	72,76	0,005294	101,92	0,010388
vzorek IV	32,68	0,001068	72,26	0,005222	103,26	0,010663
vzorek V	53,32	0,002843	56,36	0,003176	-	-
vzorek VI	115,56	0,0133541	120,46	0,014511	-	-

Tabulka 11: Hodnoty mikrotvrđosti měřených vzorků.

Vzorek	$\frac{F}{d^2}$	Mikrotvrđost [MPa]
vzorek I	120,1	223
vzorek II	118,9	220
vzorek III	97,78	176
vzorek IV	91,93	170
vzorek V	37,33	69
vzorek VI	34,62	64



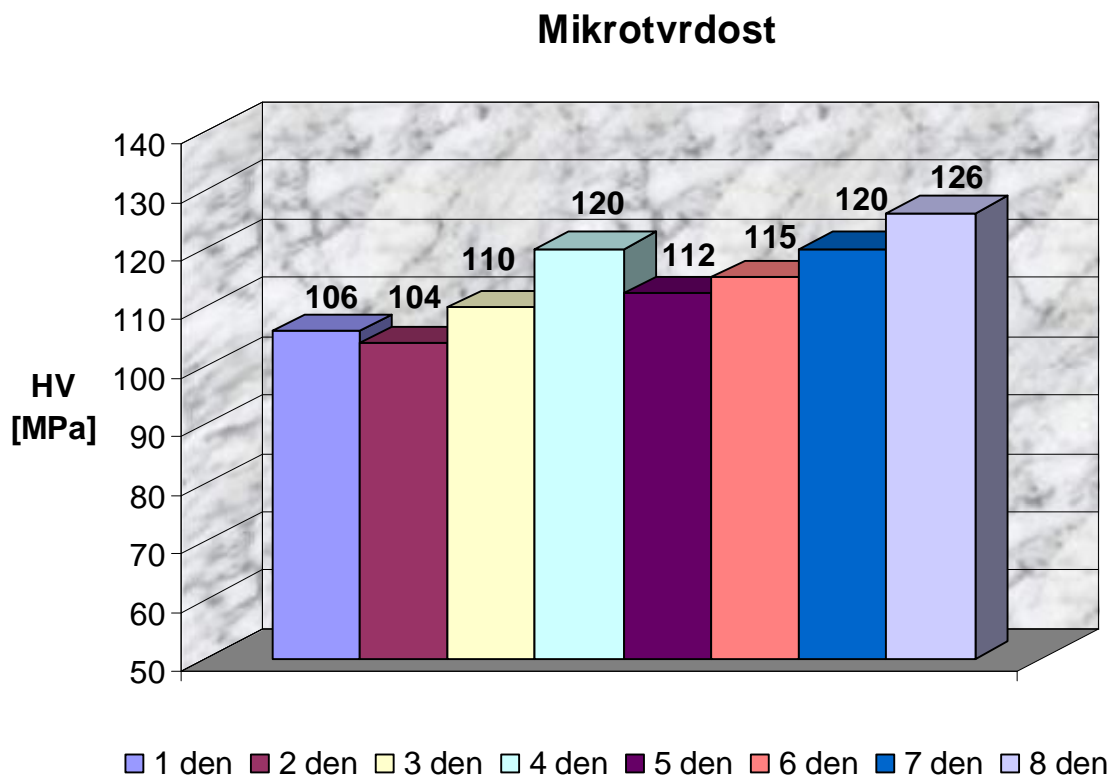
Obr. 27: Srovnání mikrotvrdości měřených vzorků.



Vzorek VII a VIII (Epoxidov pryskyřice)

Tab. 12: Hodnoty mikrotvrdości vzorků VII a VIII.

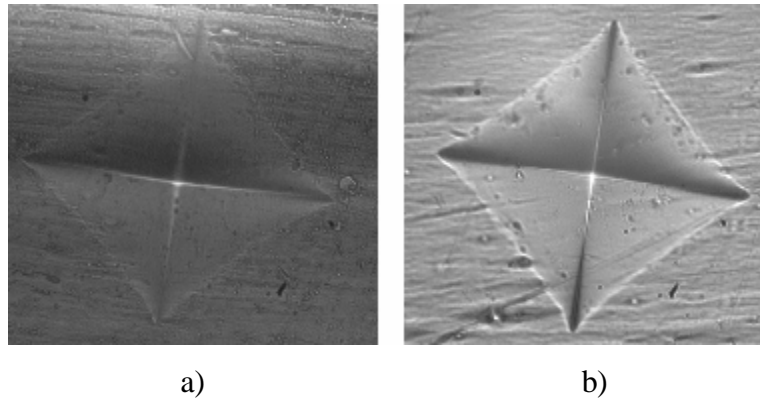
Vzorek VII (EP pokoven)		
doba [den]	$\frac{F}{d^2}$	Mikrotvrdość [MPa]
1	57,1	106
2	55,96	104
3	59,25	110
4	64,92	120
5	60,58	112
6	62,05	115
7	64,56	120
8	68,04	126



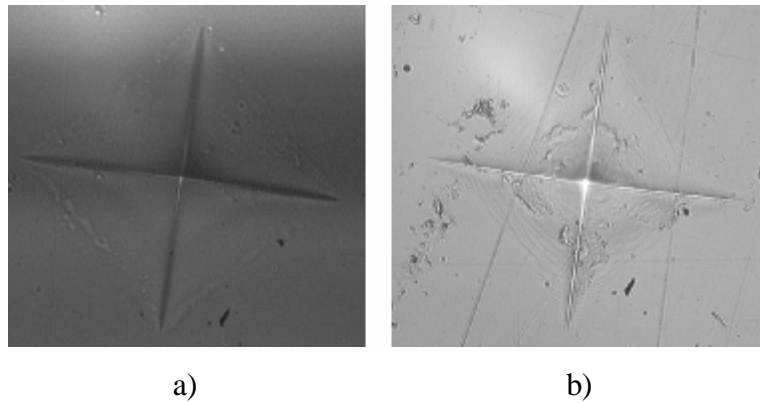
Obr. 28: Graf změny mikrotvrdości v čase.



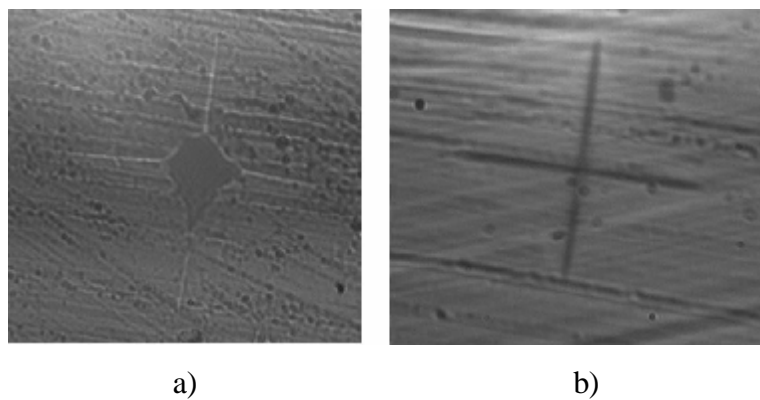
4.4. Srovnání vtisků



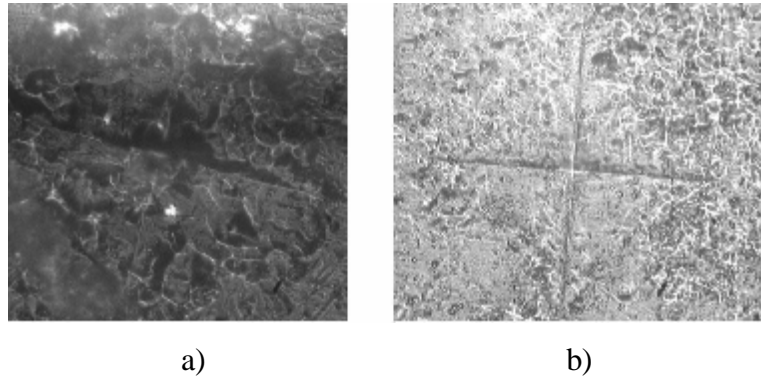
Obr. 29: Srovnání vtisků PS: a) nepokovený, b) pokovený.



Obr. 30: Srovnání vtisků PMMA: a) nepokovený, b) pokovený.



Obr. 31: Srovnání vtisků PA 6: a) nepokovený, b) pokovený.



Obr. 32: Srovnání vtisků epoxidové pryskyřice: a) nepokovený b) pokovený.



4.5. Shrnutí

Na základě vykonaných zkoušek, kde jsem zkoumal mikrotvrdomost materiálů, jsem dospěl k následujícím závěrům. Vyšší naměřená hodnota mikrotvrdomosti naznačuje vyšší tvrdost materiálů. Interpretace získaných výsledků (Obr. 27) naznačuje, že ze všech materiálů je nejtvrdomší PMMA (max. 223 MPa), měkčí jsou PS (max. 176 MPa) a PA (max. 69 MPa). PMMA a PS jsou materiály, které jsou při pokojové teplotě tvrdé. PA při pokojové teplotě je z měřených vzorků nejvíce plastický. Nebylo proto možné provést měření při zatížení 100 g protože už nebylo možno spolehlivě odečítat velikosti úhlopříček vtisku jak v nepokovených tak i v pokovených materiálech. Hodnota mikrotvrdomosti byla v tomto případě stanovena pouze při dvou různých zatíženích 10 g a 50 g.

V případě epoxidových pryskyřic nebylo možné měřit nepokovený vzorek. Vtisky v materiálu byly špatně rozlišitelné (Obr. 32). Jejich měření vykazovalo velký rozptyl, a proto bylo odstoupeno od měření tohoto vzorku. Při pozorování výsledků měření pokovených epoxidových vzorků (Obr. 28) vidíme, že mikrotvrdomost epoxidových pryskyřic roste s časem od doby jejich přípravy. Vliv na to mají slučovací a vytvrzovací chemické reakce, které v materiálech nadále probíhají. První měření mikrotvrdomosti bylo provedeno za dobu cca. 30 hodin od začátku vytvrzovací reakce. Další měření probíhalo každý následující den (24 hodiny) po osm dní.

Kovová vrstva, která se nachází na vzorku materiálu má neznatelný vliv na naměřenou tvrdost (Obr. 27). Největší rozdíl tvrdosti mezi vzorkem pokoveným a nepokoveným je možné vidět u PS, který je cca. 3,5 %.

Kovová vrstva platiny má velmi dobrý vliv na možnost přesnějšího odečítání velikosti úhlopříček při měření. Vtisky v pokovených vzorcích jsou lépe vidět, mají lepší kontrast. To má vliv na komfort práce, a také na čas měření. Snímky srovnatelných vtisků jsou ukázány na Obr. 29, 30, 31 a 32.

Doba zatížení má neznatelný vliv na výsledky měření mikrotvrdomosti (Obr. 23). Při měření tvrdosti PMMA vidíme, že při větší době zatížení byla naměřená mikrotvrdomost o hodně menší. Vliv na rozdíl hodnoty mikrotvrdomosti při různé době zatížení má pravděpodobně viskoelastické chování plastů.



5. ZÁVĚR

Rostoucí poptávka po plastech a jejich využití jako konstrukčních materiálů vyžaduje stále lepší poznání jejich mechanických vlastností, mezi které patří mj. mikrotvrdomost, která je předmětem této práce.

Cílem mé diplomové práce bylo stanovení mikrotvrdomosti vybraných polymerních materiálů a zlepšení používané metody měření zlepšením zřetelnosti obrazu vtisku. Úkolem bylo také porovnání možnosti použití této metody u polymerů, které si při pokojové teplotě zachovávají tvrdost, a polymerů, které vykazují jisté plastické vlastnosti, a zhodnotit vliv doby zatížení vnikacího tělíska na naměřené hodnoty mikrotvrdomosti. Tato práce má dvě části: teoretickou a experimentální.

Část teoretická obsahuje definice a vlastnosti plastických hmot, dále popis metod měření tvrdosti a mikrotvrdomosti, a také charakteristiku zkoušených materiálů.

Část experimentální obsahuje popis metody měření, výsledky měření, postup výpočtu, porovnání zkoušených materiálů ve formě grafů a závěry.

V rámci práce byly zkoušeny různé materiály: polymethylmethakrylát (PMMA), polystyren (PS), polyamid (PA 6) a epoxidová pryskyřice. Pro každý materiál byly připraveny dva vzorky: s kovovým povlakem a bez kovového povlaku.

Diplomová práce ukázala, že vypracovaná metoda měření je dobrou metodou pro stanovení mikrotvrdomosti vybraných materiálů.



6. LITERATURA

1. SKUBAŁA W., RAKOWSKA T.: *Materiały niemetalowe*. Wydawnictwo Uczelniane Wyższej Szkoły Inżynierskiej w Koszalinie 1995.
2. BRONIEWSKI T., KAPKO J., PŁACZEK W., THOMALLA J.: *Metody badań i ocena właściwości tworzyw sztucznych*. WNT Warszawa 2000.
3. PRZYBYŁOWICZ K.: *Metaloznawstwo*. WNT Warszawa 2003.
4. DOBRZAŃSKI L.: *Metaloznawstwo z podstawami nauki o materiałach*. WNT Warszawa 1999.
5. KREBS J.: *Teorie zpracování nekovových materiálů*. Skripta VŠST Liberec 1991.
6. BALTÁ CALLEJA F.J., FLORES A. AND F. ANIA,: Micro-Indentation Studies of Polymers Relating to Nanostructure and Morphology, v knize *Mechanical Properties of Polymers based on Nanostructure and Morphology*, kap. 8 Michler G. H., Baltá-Calleja F. J., Eds., Taylor & Francis, 2005, ISBN 1574447718.
7. BALTÁ CALLEJA F. J., FAKIROV S., *Microhardness of Polymers*, Cambridge University Press: Cambridge, 2000.
8. MINA M. F., ANIA F., HUY T. A., MICHLER G. H., BALTÁ CALLEJA F. J.,: *Micromechanical Behavior and Glass Transition Temperature of Poly(Methyl Methacrylate) – Rubber Blends*, Journal of Macromolecular Science, Part B—Physics, Vol. B43, No. 5, pp. 947–961, 2004.
9. Technické normy:
 - EN ISO 2039-1: 9/2003
 - EN ISO 2039-2: 5/2000
 - EN ISO 868: 11/2003
 - ČSN EN ISO 4516 : 2/2003
 - ČSN EN ISO 6506-1: 9/2006
 - ČSN EN ISO 6507-1: 9/2006
 - ČSN EN ISO 6508-1: 9/2006
10. URL <<http://www.tworzywa.com.pl>> citováno 09.03.2007
11. URL <<http://www.converter.cz>> citováno 10.03.2007
12. URL <<http://www.ped.muni.cz>> citováno 09.03.2007
13. URL <<http://www.tekstolit.com>> citováno 19.03.2007



14. URL <<http://www.mps-mechanik.pl>> citováno 19.03.2007
15. URL <<http://www.laboratoria.net>> citováno 20.03.2007
16. URL <<http://www.lazienki.pl>> citováno 20.03.2007
17. URL <<http://www.preoptic.pl>> citováno 23.03.2007
18. URL <<http://www.lim.cz>> citováno 23.03.2007
19. URL <<http://www.ksk.vslib.cz>> citováno 23.03.2007
20. URL <<http://www.gordonengland.co.uk>> citováno 10.03.2007
21. URL <<http://www.amod.com.pl>> citováno 23.04.2007
22. URL <<http://www.galeon.pl>> citováno 23.04.2007

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

A	[mm ²]	plocha vtisku
d	[mm]	průměrná hodnota z dvou naměřených úhlopříček
d ₁	[mm]	délka úhlopříčky
d ₂	[mm]	délka úhlopříčky
D	[mm]	průměr kuličky
E	[MPa]	modul pružnosti v tahu
F	[N]	zatěžující síla
G	[MPa]	modul pružnosti ve smyku
γ	[-]	celková deformace
HB	[-]	tvrdost podle Brinella
HRA	[-]	tvrdost podle Rockwella
HRB	[-]	tvrdost podle Rockwella
HRC	[-]	tvrdost podle Rockwella
HV	[-]	tvrdost podle Vickerse
IRHD	[-]	metoda měření tvrdosti polymerních materiálů
k	[-]	směrnice přímkou
m	[kg]	hmotnost závaží
η	[kg.m ⁻¹ .s ⁻¹]	dynamická viskozita
n	[-]	počet měření při jednom zatížení
PA 6	[-]	Polyamid 6
q	[-]	úsek vyťatý přímkou na ose y
R _m	[MPa]	mez pevnosti v tahu
σ	[MPa]	normálové napětí
t	[s]	čas
T _g	[°C]	teplota skelného přechodu (teplota zesklenní)
T _k	[°C]	teplota měknutí
T _p	[°C]	teplota tečení
T _r	[°C]	teplota rozkladu
τ	[MPa]	smykové napětí

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultanty.

Datum

Podpis