

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Prověření možností hodnocení vybraných kompozitních a
polymerních materiálů pomocí nanoindentace

Autor: **David ZIKMUND**
Vedoucí práce: **RNDr. Ivo ŠTĚPÁNEK**

Akademický rok 2013/2014

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **David ZIKMUND**
Osobní číslo: **S11B0463P**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Název tématu: **Prověření možností hodnocení vybraných kompozitních a polymerních materiálů pomocí nanoindentace**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Principy metod indentačních měření pro hodnocení tvrdosti
2. Využitelnost indentačních měření pro hodnocení velice rozdílných druhů materiálů
3. Metody doplňující a zpřesňující výsledky indentačních měření
4. Ověření možností hodnocení vlastností a chování povrchů vybraných polymerních a kompozitních materiálů nanoindentací
5. Profilová hodnocení mechanických vlastností a chování vybraných polymerních a kompozitních materiálů
6. Diskuse výsledků
7. Závěr

Rozsah grafických prací: fotodokumentace, obrázky

Rozsah pracovní zprávy: 30-40 stran

Forma zpracování bakalářské práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

- Štěpánek, I. - Bláhová, O. - Kolega, M.: Tenké vrstvy - vytváření, vlastnosti, skripta ZČU Plzeň 1994
- Nanoindentation Reference Manual, CSM Instruments
- Lange's Handbook of Chemistry
- Odborné články v oblasti hodnocení mechanických vlastností polymerních materiálů, kompozitních materiálů a povrchů materiálových systémů

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Ivo Štěpánek

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce: RNDr. Ivo Štěpánek

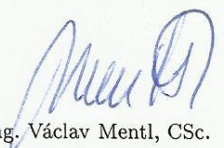
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání bakalářské práce: 23. září 2013

Termín odevzdání bakalářské práce: 27. června 2014


Doc. Ing. Jiří Staněk, CSc.
děkan




Prof. Ing. Václav Mentl, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 23. září 2013

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Zikmund	Jméno David	
STUDIJNÍ OBOR	„Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Štěpánek, RNDr.	Jméno Ivo	
PRACOVIŠTĚ	ZČU - FST – KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Prověření možností hodnocení vybraných kompozitních a polymerních materiálů pomocí nanoindentace		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2014
----------------	---------	----------------	-----	------------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	86	TEXTOVÁ ČÁST	86	GRAFICKÁ ČÁST	0
STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)	<p>Cílem práce je prověřeni možností hodnocení vlastností vybraných kompozitních a polymerních materiálů používaných v elektroizolačních aplikacích v jaderných elektrárnách pomocí nanoindentace se zaměřením na prověřeni dostatečné citlivosti k probíhajícím změnám od povrchu do hloubky při stárnocích procesech od počátečních stádií přes pokročilé, umělé stárnutí v různých stádiích. Současně je cílem i prověřeni citlivosti a použitelnosti rtg. fluorescenční analýzy pro zachycení změn v materiálech při stárnutí.</p>				
ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL, POZNATKY A PŘÍNOSY					
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	<p>Polymerní materiály, kompozitní materiály, nanoindentace, rentgeno-fluorescenční analýza, hodnocení vlastností, stárnutí materiálu, elasto-plastické vlastnosti,</p>				

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Zikmund	Name David		
FIELD OF STUDY	„Department of Material Science and Technology“			
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Štěpánek, RNDr.	Name Ivo		
INSTITUTION	ZČU - FST – KMM			
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable	
TITLE OF THE WORK	Verification of the possibilities of evaluations of selected composite and polymeric materials by nanoindentation			

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2014
----------------	---------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 a eq. A4)

TOTALLY	86	TEXT PART	86	GRAPHICAL PART	0
BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULT AND CONTRIBUTIONS	<p>Verification of the possibilities of evaluations of selected composite and polymeric materials, used in the nuclear electric isolation by nanoindentation. Have focussed on the verification of sufficient sensitivity to ongoing changes from the surface to the depth of the aging process from the aging stages through advanced artificial aging at different stages. At the same time the aim is to verify the sensitivity and applicability of X-ray fluorescent analysis to detect changes in materials during aging.</p>				
KEY WORDS	<p>Polymeric materials, composite materials, nanoindentation, x-ray fluorescing analysis, evaluation of properties, material senescence, elasto-plastic properties</p>				

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu této bakalářské práce, panu RNDr. Ivu Štěpánkovi, za odborné vedení, za pomoc, všechny čas a cenné rady. Dále bych chtěl poděkovat přítelkyni Anetě Szüllőové za trpělivost a v neposlední řadě bych chtěl poděkovat celé své rodině za podporu.

Obsah

Použité zkratky a jednotky	4
Zkratky	4
Jednotky.....	4
1 Úvod.....	5
2 Makromolekulární materiály	6
2.1 Rozdělení Polymerů dle svého původu.....	6
2.1.1 Přírodní polymery	6
2.1.2 Syntetické polymery.....	6
2.2 Dělení Syntetických polymerů	6
2.2.1 Dělení podle chemických reakcí, kterými vznikají.....	6
2.2.2 Dělení podle tvaru makromolekulárního řetězce.....	7
2.2.3 Dělení podle struktury a fyzikálních kritérií.....	8
2.2.4 Dělení podle chemické příslušnosti.	8
2.3 Struktura makromolekulárních materiálů	8
2.3.1 Molekulová struktura	8
2.4 Vlastnosti makromolekulárních materiálů	10
2.4.1 Fyzikální vlastnosti	10
2.4.2 Chemické vlastnosti	11
2.4.3 Speciální vlastnosti.....	11
2.5 Přísady (aditiva) polymerů	12
2.5.1 Dělení přísad	12
3 Kompozitní materiály	13
3.1 Disperze	14
3.2 Dělení dle typu disperze.....	14
3.2.1 Kompozity prvního typu.....	14
3.2.2 Kompozity druhého typu.....	15
3.2.3 Kompozity třetího typu	15
3.3 Výztuž.....	15
3.3.1 Dělení kompozitních materiálů dle rozměrů vyztužující fáze.....	15
3.3.2 Dělení kompozitních materiálů podle tvaru výztuže (obr. 6).....	16
3.4 Matrice	16
3.4.1 Kovové matrice	16

3.4.2	Polymerní matrice	16
3.4.3	Keramické matrice	17
3.4.4	Silikátové matrice	17
4	Zkoušky.....	17
4.1	Zkoušky obecně.....	17
4.2	Tvrдост	17
4.2.1	Statické zkoušky tvrdosti.....	18
4.2.2	Dynamické zkoušky tvrdosti	20
4.2.3	Vrypové zkoušky tvrdosti.....	21
4.3	Rentgenová fluorescence	21
5	Specifikace materiálů	22
5.1	Kompozitní materiály	22
5.2	Polymerní materiály.....	22
5.2.1	Lipalon FSSR 1mm ²	22
5.2.2	Ongrolit Lev 525.....	22
6	Specifikace použitých přístrojů při měření	23
6.1	Rentgenová fluorescence	23
6.2	Nanoindentor Shimadzu DUH-202	23
6.2.1	Mody zatěžování.....	23
7	Vybrané parametry zkoušek.....	25
7.1	Rentgenová fluorescence	25
7.1.1	Parametry měření	25
7.2	Nanoindentace	25
7.2.1	Parametry měření	25
8	Výsledky měření v grafech	26
8.1	Kompozitní materiály	26
8.1.1	Měření rentgenovou fluorescencí	26
8.1.2	Měření nanoindentorem	37
8.2	Polymerní materiál Ongrolit LEV 525	49
8.2.1	Měření rentgenovou fluorescencí	49
8.2.2	Měření nanoindentorem	49
8.3	Polymerní materiál Hypalon	64
8.3.1	Měření nanoindentací.....	64
9	Diskuze výsledků.....	68

9.1	Vybraný kompozitní materiál.....	68
9.2	Polymerní materiál Ongrolit LEV 525	70
9.3	Polymerní materiál Hypalon	71
10	Závěr	72
11	Literatura.....	74
12	Seznam obrázků	75
13	Seznam tabulek	78

Použité zkratky a jednotky

Zkratky

- Rtg. – rentgenové
- Obr. – obrázek
- Tab. – tabulka
- Kompozit – kompozitní materiál
- Polymer – polymerní materiál
- Max. – maximální, maximálně
- Lev – polymerní materiál „Ongrolit LEV 525“
- Depth – hloubka
- Load – zatížení
- Intensity - intenzita

Jednotky

- ° - stupeň
- °C – stupeň Celsia
- mm – milimetr
- μm – mikrometr
- nm – nanometr
- s – sekunda
- N – newton
- g – gram
- h – hodina
- KeV - kiloelektronvolt

1 Úvod

Tato práce se zabývá zjišťováním možností hodnocení vybraných kompozitních a polymerních materiálů pomocí nanoindentace. Cílem práce je zjistit možnosti měření a následného hodnocení těchto materiálů pomocí nanoindentace a dalších pomocných metod, které mají zpřesnit a doplnit tato měření. Práce je zaměřena na kompozitní materiál na bázi alifatických a cykloalifatických olefinoxidů, který je zpevněn skelnými vlákny a vyplněn slídovými plátky. Tento materiál se používá na elektroizolace. Dalšími vybranými materiály jsou polymerní materiály Ongrolit LEV 525 a polymerní materiál Hypalon, které se používají pro elektroizolace v oblasti jaderných elektráren. U nanoindentace je třeba prověřit, zda jsou měření těmito metodami dostatečně citlivá pro zachycení změn vlastností těchto vybraných materiálů závislých např. na stárnoucích procesech. Dále je třeba prověřit vliv různých nastavitelných parametrů u nanoindentace na výsledky měření a na citlivost měření pro zachycení změn v těchto kompozitních a polymerních materiálech vznikajících při stárnoucích procesech, zjistit možnosti pro hodnocení změn na povrchu, ale i změny do hloubky, kde se mohou vlastnosti těchto materiálů měnit vlivem stárnoucích procesů. Současně budou prověřeny možnosti rtg. fluorescenční analýzy pro možnosti hodnocení kompozitních materiálů a polymerních materiálů, případně změn v nich vlivem stárnoucích procesů. Vybrané materiály a testované metody hodnocení souvisí s požadavky spolupracujících organizací, jak výzkumných, tak průmyslových. Jedná se o prověření možností hodnocení kompozitních a polymerních materiálů využívaných elektroizolačních aplikacích se záměrem přípravy společných projektů a s cílem připravení metodických postupů hodnocení stárnutí s využitím těchto analytických metod.

2 Makromolekulární materiály

Makromolekulární materiály jsou tvořeny makromolekulami. Makromolekuly jsou molekulové systémy složené z velkého počtu atomů vázaných chemickými vazbami do dlouhých řetězců. Tyto řetězce jsou tvořeny pravidelně se opakujícími částmi, stavebními jednotkami, které se nazývají monomery. Podle počtu monomerů stanovujeme polymerační stupeň (n), který může mít hodnotu od 10 do 10^6 . Podle polymerizačního stupně můžeme dělit sloučeniny na oligomery ($n < 10$) a polymery ($n > 10$). [1, 2, 3]

2.1 Rozdělení Polymerů dle svého původu

2.1.1 Přírodní polymery

Přírodní polymery (obr. 2) vznikají v rostlinách či živočišných organismech složitými biochemickými procesy. Jedná se např. o bílkoviny, polysacharidy, nukleové kyseliny.[2]

2.1.2 Syntetické polymery

Syntetické polymery (obr. 1) se vyrábějí z jednoduchých organických sloučenin různými reakcemi, při nichž se velký počet monomerů řadí a spojuje v makromolekuly. [2]



Obr. 2 Přírodní polymer [16]



Obr. 1 Syntetický polymer [11]

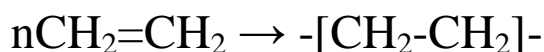
2.2 Dělení Syntetických polymerů

2.2.1 Dělení podle chemických reakcí, kterými vznikají.

2.2.1.1 Polymery připravené polymerací

Polymerace je chemická reakce, při níž se velký počet molekul monomerů spojuje a vzniká makromolekula syntetického polymeru. Zároveň nevzniká žádný vedlejší produkt. Pokud se polymerace zúčastňuje jeden typ monomeru, pak ji nazýváme homopolymerací. Pokud se polymerace zúčastňuje více typů monomerů, nazýváme ji kopolymerací. [1]

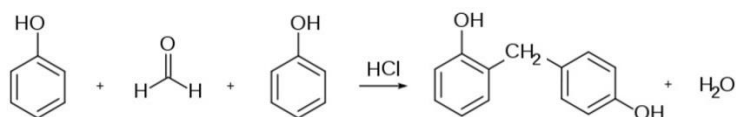
Příklad polymerace: polymerace etylenu na polyetylen.



2.2.1.2 Polymery připravené polykondenzací

Při polykondenzaci dochází k reakci molekul dvou různých monomerů, z nichž každý obsahuje nejméně dvě reaktivní funkční skupiny. Na rozdíl od polymerace má polykondenzace stupňovitý průběh, při kterém se monomery nejprve slučují v menší či větší celky, které se vzájemně spojují v obrovské makromolekuly. Jsou to obvykle endotermické děje, při kterých vzniká vždy vedlejší produkt, jako je např. voda, chlorovodík či amoniak. Při výrobě je polykondenzace výhodná, neboť se při ní mohou z reakční směsi kdykoliv izolovat makromolekuly s různou délkou řetězce a s různými fyzikálními vlastnostmi. [2]

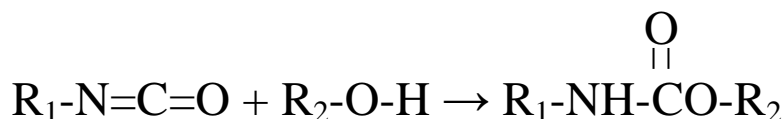
Příklad polykondenzace: polykondenzace fenolu a formaldehydu na bakelit, jako vedlejší produkt zde vzniká voda.



2.2.1.3 Polymery připravené polyadicí

Polyadice je reakce molekul dvou různých monomerů, které obsahují odlišnou reaktivní funkční skupinu. Jeden z monomerů musí obsahovat funkční skupinu, která obsahuje slabě kyselý vodík, který se může následně uvolnit. Tento vodík se přesune na druhý monomer, což umožní spojení obou monomerů v jeden celek. Polyadice mohou mít řetězový i stupňovitý průběh, při kterém nevzniká žádný vedlejší produkt. [2]

Příklad polyadice:



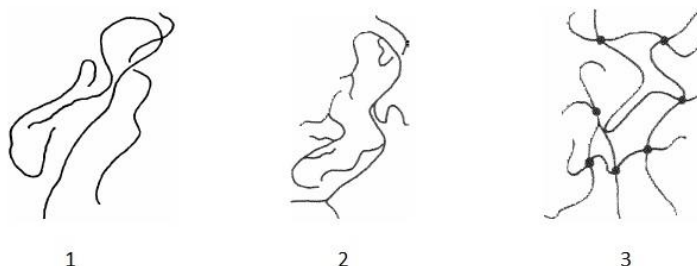
2.2.2 Dělení podle tvaru makromolekulárního řetězce.

2.2.2.1 Lineární,

2.2.2.2 rozvětvené,

2.2.2.3 plošně zesíťované,

2.2.2.4 prostorově zesíťované (obr. 3). [1]



Obr. 3 Lineární (1), rozvětvené (2) a zesíťované (3) makromolekulární řetězce [2]

2.2.3 Dělení podle struktury a fyzikálních kritérií.

2.2.3.1 Elastomery

Elastomery jsou vysoce elastické polymery, které můžeme za běžných podmínek malou silou značně deformovat bez porušení, přičemž deformace je převážně vratná. Nejpočetnější podskupinou elastomerů jsou kaučuky, z nichž se vyrábí pryž. [2]

2.2.3.2 Plasty

Plasty jsou polymery, které jsou za běžných podmínek většinou tvrdé, často i křehké. Při zvýšené teplotě se stávají plastickými a tvarovatelnými. Pokud je změna z plastického stavu do tuhého vratná (opakovatelná), nazýváme je termoplasty. Pokud je změna nevratná (trvalá) a je výsledkem chemické reakce, mluvíme o reaktoplastech. [2]

2.2.4 Dělení podle chemické příslušnosti.

2.2.4.1 Fenoplasty,

2.2.4.2 aminoplasty,

2.2.4.3 polyamidy,

2.2.4.4 akryláty,

2.2.4.5 silikony, atd. [3]

Další dělení může být podle struktury základního řetězce, podle způsobu zpracování, podle způsobu použití, podle vybraných vlastností apod. [3]

2.3 Struktura makromolekulárních materiálů

Užití vlastnosti polymerů ovlivňuje jejich molekulární a nadmolekulární struktura. Vlastnosti polymerů jsou určovány třemi důležitými faktory:

- Chemickou strukturou,
- molekulovou hmotností,
- fázovou strukturou. [3]

2.3.1 Molekulová struktura

Struktura polymeru je složitý pojem zahrnující řadu faktorů:

2.3.1.1 Povaha základní strukturní jednotky makromolekuly.

Nejdůležitějšími stavebními atomy polymerů jsou: C, O, H, N, F, P, Cl, S. U silikonů je nosným prvkem Si. Všechny atomy, které se nalézají v makromolekule, jsou navzájem vázány kovalentními vazbami. Mezi jednotlivými makromolekulami působí slabší sekundární Van der Waalovy síly. Velikost a chemická povaha kovalentních sil ovlivňují mechanickou pevnost, stabilitu za zvýšených teplot a stabilitu při působení korozního prostředí. [3]

2.3.1.2 Velikost makromolekul

Velikost makromolekul udává polymerační stupeň (n). Tento stupeň nemá pro určitý druh syntetického polymeru konstantní, ale jen průměrnou hodnotu. Syntetický polymer je tedy směsí makromolekul s různým polymeračním stupněm. Proto se hodnoty fyzikálních veličin polymerů udávají v určitém rozmezí. Polymery s nižším polymeračním stupněm mají kratší řetězce a menší molekulovou hmotnost. Při běžné teplotě jsou kapalné, lepkavé a rozpustné v organických rozpouštědlech. Čím je řetězec delší, tím je polymer pevnější, odolává více rozpouštědlům a má vyšší teplotu měknutí. [2]

2.3.1.3 Druh a rozsah rozvětvení hlavního řetězce

Hlavní řetězec se může lišit počtem míst rozvětvení v makromolekule. Existují krátké nebo dlouhé postranní řetězce. [3]

2.3.1.4 Velikost atomů vázaných na základní řetězec

Náhrada atomů vodíku za objemnější atomy způsobuje větší vyplnění prostoru kolem atomů uhlíku, a tím ztrátu ohebnosti řetězce. [2]

2.3.1.5 Energie chemické vazby

Má-li být polymer stabilní, musí mít co nejpevnější chemické vazby mezi atomy, které tvoří základní řetězec makromolekuly. Řetězce z atomů uhlíku jsou velmi pevné, ještě pevnější jsou silikony, kde se střídají atomy křemíku a kyslíku. [2]

2.3.1.6 Polární a nepolární vazby

Nepolárnost vazeb dodává polymeru dobré elektroizolační vlastnosti. Polarita chemických vazeb elektroizolační vlastnosti naopak snižuje, zvyšuje mezimolekulární síly, a tím zhoršuje ohebnost řetězce. [2]

2.3.1.7 Tvar makromolekul

Jsou-li lineární řetězce uspořádány těsně a pravidelně vedle sebe, vytvářejí krystalickou strukturu. V amorfních oblastech se řetězce nejrůzněji proplétají a vytvářejí shluky, klubka. Amorfní oblasti jsou méně husté a dodávají polymerům vláčnost a ohebnost. Krystalické oblasti dodávají zase pevnost. [2]

2.3.1.8 Existence zvláštních forem prostorového uspořádání

Izotaktické, syndiotaktické a taktické formy uspořádání, formy cis- a trans-). [3]

2.3.1.9 Další dělení

Dále můžeme dělit molekulovou strukturu dle následujících vlastností:

- chemická nehomogenost,
- hodnota střední molekulové hmotnosti,
- distribuce molekulových hmotností,
- fázová struktura.

2.4 Vlastnosti makromolekulárních materiálů

Polymerní látky se dělí podle svých vlastností na elastomery, termoplasty a reaktoplasty. Elastomery jsou polymerní látky, které lze deformovat velmi malou silou, která způsobuje velkou elastickou deformaci, aniž by se materiál porušil. Po odlehčení se vrátí do původního stavu. Termoplasty jsou většinou relativně tvrdé a křehké polymerní látky, které zahřátím získávají velkou elasticitu. Tento děj se dá vratně opakovat. Naopak reaktoplasty získávají po zchladnutí výsledné vlastnosti a změna se stává trvalou. Tato změna vzniká vlivem chemické reakce, která probíhá za vyšších teplot. [2]

Vlastnosti se dělí na fyzikální, chemické a speciální.

2.4.1 Fyzikální vlastnosti

Fyzikální vlastnosti jsou určovány velikostí a tvarem makromolekul a vzájemnou pohyblivostí řetězců. Vyskytuje se u nich jak Brownův pohyb, tak makro-pohyb. Vzájemný poměr jejich uplatnění rozhoduje o tom, jak se projeví základní charakteristické vlastnosti hmoty, tj. plasticita (makro-pohyb), elasticita (mikro-pohyb). [3]

2.4.1.1 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti jsou takové, jaké vykazuje materiál vlivem vnějších, mechanických sil. Základními vlastnostmi, jimiž se polymery navenek projevují, jsou elasticita, plasticita a relaxace. Tyto vlastnosti závisí především na fázovém stavu polymeru, na teplotě, čase a na velikosti a směru působení vnějších sil. Mechanické vlastnosti zjišťujeme pomocí deformačních zkoušek, při nichž vyhodnocujeme vzájemný vztah různých proměnných veličin, mezi které patří hlavně napětí, relativní deformace, teplota a čas.

Deformační zkoušky se dělí na statické a dynamické. Jsou víceméně podobné zkouškám kovových materiálů.

Mezi statické zkoušky patří zkouška tahem, zkouška ohybem, zkouška tvrdosti, zkouška rázové a vrubové houževnatosti a také např. zkouška tečení. Tečení je izotermní časová závislost relativní deformace v důsledku působení konstantního deformačního napětí.

Dynamické zkoušky umožňují komplexnější studium viskoelastických vlastností a mohou být harmonické i neharmonické. Patří mezi ně např. cyklické zkoušky tahem a tlakem, při kterých se vzorek periodicky zatěžuje tahovým a tlakovým zatížením. Při vysokých frekvencích se polymer jeví jako elastická látka. Naopak při nízkých frekvencích se uplatňují více viskoelastické vlastnosti. [3,6]

2.4.1.2 Tepelné vlastnosti

Účinek zvýšené teploty se může projevit dvojnásobem.

Buď polymer měkne, popř. se přijatým teplem zvýší kinetická energie makromolekulárního řetězce do takové míry, že překoná přitažlivé síly a polymer se začne projevovat jako kapalina, tj. „taje“.

Nebo dochází ke změně struktury polymeru. Některé polymery se štěpí na nízkomolekulární produkty, někdy až na monomery, aniž by se změnilo jejich chemické složení. Tomu říkáme, že depolymerují. Jiné mohou odštěpovat nízkomolekulární zplodiny a při tom dochází ke změně chemického složení. Tomu říkáme, že destrukují. [2]

Některé polymery při překročení teploty skelného přechodu mění své vlastnosti, a tak se látka velmi snadno deformuje. Takovému chování, které se vyznačuje velkými pružně vratnými deformacemi, říkáme kaučukovitě. Polymerům s takovým chováním říkáme elastomery. U elastomerů jsou požadovány velké deformace elastické povahy i při nízkých teplotách. Naopak polymery používané ve sklovitém stavu jsou výhodné tehdy, zůstává-li jejich tuhost dostatečně vysoká i při zvýšených teplotách. Teplotu skelného přechodu lze ovlivňovat stupněm zatížení, jež je závislé na počtu příčných vazeb, resp. na délce řetězce mezi vazebnými body. [3]

2.4.1.3 Smáčivost

Smáčivost je schopnost kapalné fáze dokonale pokrýt povrch pevné fáze. Adheze, schopnost materiálu přilnout, je důležitou funkční vlastností plastických hmot, které tvoří základ barev, laků a lepidel. [3]

2.4.2 Chemické vlastnosti

Chemické vlastnosti jsou závislé hlavně na chemickém složení polymerů. Mezi chemické vlastnosti patří např. chemická odolnost, která vyjadřuje stálost proti působení chemických činidel a vlivů prostředí. Polymery odolávají nejméně těm chemikáliím, jež mají stejné (podobné) chemické složení. Nepochární polymery odolávají dobře kyselinám, zásadám a polárním rozpouštědlům. Polární plasty odolávají nepolárním rozpouštědlům. [4]

2.4.3 Speciální vlastnosti

Ve srovnání s jinými látkami se polymery vyznačují značnou odolností proti korozi, proto se staly nejhledanějšími ochrannými prostředky proti korozi kovů, dřeva, stavebních hmot atd. Korozi polymerů můžeme definovat jako nežádoucí změny chemického složení a vlastností, které jsou zapříčiněny působením vnějších podmínek. Korozi mohou způsobovat různé vlivy jako např. povětrnost, mikroorganismy, zvýšená teplota, chemická činidla, atd. [2]

2.4.3.1 Odolnost proti povětrnosti

Povětrnost je komplexním označením souhrnu mnoha faktorů, např. slunečního světla, kyslíku, ozonu, střídání teplot, vlhkosti a vodních srážek, větru a atmosférických nečistot. Všechny tyto složky povětrnosti působí samostatně i v kombinacích a způsobují stárnutí materiálu. Stárnutí je souhrn všech dlouhodobých nevratných změn vlastností polymerů. Stárnutí zahrnuje dlouhodobé změny vyvolané všemi vlivy působícími na polymery při jejich používání nebo skladování. Stárnutí je tedy souhrn všech změn, které v polymeru probíhají, ať už jde o reakce spojené se změnami chemické struktury nebo o nevratné změny fyzikální a fyzikálně chemické. [3]

2.4.3.2 Hořlavost

Hořlavost je schopnost polymerů po zapálení hořet, což je u polymerů mnohdy omezující faktor při jejich aplikaci. Velká hořlavost se u nich projevuje tím, že teplem depolymerizují na hořlavý monomer nebo se rozkládají na hořlavé zplodiny. Přítomnost nehořlavých prvků, jako např. Cl, Ca, Mg atd. či retardérů hoření, jako např. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, H_3BO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, atd. v makromolekule zmenšuje jejich hořlavost. [3,5]

2.4.3.3 Odolnost vůči biologickým činitelům

Biologická koroze je napadení materiálu mikroorganismy, zejména plísněmi, a je velmi rozšířená. O možnosti napadení polymerů rozhoduje hlavně jeho chemické složení, kde záleží především na obsahu uhlíku, dusíku a jiných tzv. biogenních prvků. Dále o napadení rozhodují samozřejmě podmínky prostředí, ve kterých se polymer vyskytuje.

2.5 Přísady (aditiva) polymerů

Přísady polymerů se používají k odstranění nedostatků, ke zlepšení vlastností a zlepšení zpracovatelnosti polymerů. Mezi nedostatky patří např. malá odolnost proti degradaci, hořlavost, vznik elektrostatického náboje na povrchu, malá houževnatost a tvrdost, omezená odolnost proti chemikáliím atd.

Na přísady jsou kladeny následující požadavky:

- musí zajišťovat stabilitu polymeru při provozních podmínkách,
- musí být dostatečně účinné,
- nesmí mít nežádoucí účinky na vlastnosti polymerů,
- mohou přinést ekonomickou úsporu.

Podle účinku lze dělit přísady na přísady modifikující fyzikální vlastnosti a na přísady s ochranným účinkem vůči degradaci. Podle výsledného požadovaného efektu přísady dělíme na plniva, stabilizátory, změkčovadla, plastifikátory, mazadla a přísady zvyšující tekutost, retardéry hoření, barviva a pigmenty, nadouvadla, atd. Vždy se musí počítat s tím, že přísady krom svých kladných vlastností mohou ovlivňovat výslednou polymerní směs i negativně. [6]

2.5.1 Dělení přísad

2.5.1.1 Zpracovatelské přísady

Přísady, které usnadňují, nebo dokonce umožňují přípravu a zpracování polymerních směsí. [2]

2.5.1.2 Plastifikační činidla

Plastifikační činidla, neboli peptizační či peptizátory, jsou přísady usnadňující operaci zpracování kaučuku, tzn. plastifikaci, tj. úpravu kaučuku intenzivním hnětením. Zvětšují účinnost a rychlost plastifikace stabilizací přechodně vzniklých radikálů, protože usnadňují štěpení makromolekul kaučuku, způsobené hnětením. Proto se také používají při zpracování odpadní pryže na regenerát. [2]

2.5.1.3 Maziva

Maziva jsou přísady, které byly vyvinuty pro usnadnění zpracování obtížně zpracovatelných plastů. Kromě usnadnění zpracování ovlivňují i další vlastnosti, jako např. vzhled, tepelnou a světelnou stabilitu či odolnost proti povětrnosti. Podle toho, zda usnadňují oddělení výrobku od stěn zařízení nebo mezi makromolekulami navzájem je dělíme na :

- Maziva s vnějším účinkem

Málo rozpustná v polymeru, a proto vystupují na povrch a vytvářejí v něm vrstvu, která usnadní oddělení výrobku z polymeru od zařízení.

- Maziva s vnitřním účinkem

Jsou dobře rozpustná v polymeru, a proto snižují viskozitu jeho taveniny, navíc do určité míry zmenšují množství tepla vznikajícího třením při zpracování polymerní směsi.

2.5.1.4 Separáčn  činnidla

Aditiva, která se požívají k usnadnění vyjímání výrobku (vylisků, výstřiků, laminátů) z forem. Mnohdy tak přispívají ke zvýšení produktivity tvářecího zařízení (lisu, tvářecího stroje). Vynikají dobrou tepelnou stabilitou (do 300°C). Problémy však mohou nastat při následujícím potiskování nebo pokovování povrchu výrobku, jelikož kovové vrstvy a tiskové barvy pak někdy na polymeru špatně drží. Z toho důvodu se někdy volí použití separáčn ch fólií.

2.5.1.5 Změkčovadla

Změkčovadla jsou málo těkavé organické látky, které poskytují polymerům ohebnost, tvárnost a vláčnost. Díky nárůstu volného objemu snižují jejich teplotu skelného přechodu a viskozitu taveniny.

2.5.1.6 Tepelné stabilizátory

Tato aditiva jsou látky umožňující zpracování polymerů za tepla a tváření polymerů, jejichž teplota měknutí a rozkladu, tj. degradace, leží v úzkém rozmezí. Patří k nim homopolymery a kopolymery PVC.

Tepelná a světelná stabilizace PVC je důležitým problémem, již vzhledem k jeho širokému použití. Jelikož při tepelné destrukci nedochází k tak zásadním změnám mechanických vlastností jako vlivem UV záření a znehodnocení materiálu se projeví nejnápadněji ve změně jeho barvy, posuzují se tepelné stabilizátory PVC především podle jejich schopnosti zabraňovat tomuto zabarvování.

2.5.1.7 Síťovací prostředky

Síťovací prostředky se účastní síťovacích reakcí, tj. vytváření příčných vazeb mezi lineárními nebo rozvětvenými makromolekulami. Pokud se jedná o síťování, neboli vulkanizaci kaučuku, pak mluvíme o vulkanizačních činnidlech. Pokud je síťovaným polymerem reaktoplast, pak mluvíme o vytvrzování a činnidla se nazývají vytvrzovadla nebo tvrdidla.

2.5.1.8 Plniva

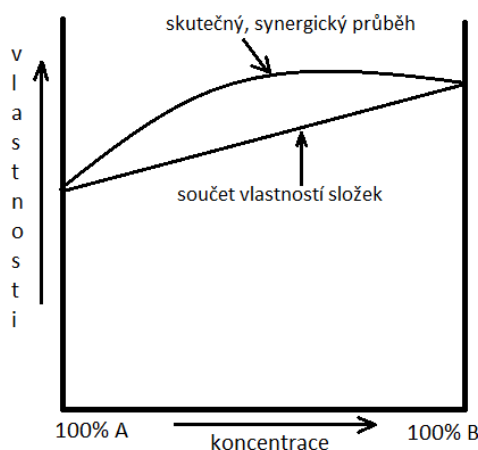
Plniva jsou aditiva, která ovlivňují vlastnosti polymerů. Plnivy lze zlepšit mechanické vlastnosti (např. pevnost, odolnost vůči oděru, houževnatost), odolnost vůči teplu, korozi, stárnutí, ale můžeme jimi také ovlivnit vzhled a snížit jeho cenu.

Další druhy přísad mohou být např. retardéry hoření, nadouvadla, antistatické prostředky, adhezivní prostředky, či pigmenty. [2,6]

3 Kompozitní materiály

Kompozitní materiál je heterogenní pevná látka, která vzniká kombinací dvou nebo více materiálů. Tvrdší, tužší a pevnější nespojitá složka se nazývá výztuž. Spojitá a obvykle poddajnější složka, která zastává funkci pojiva výztuže, se nazývá matrice.

Další složkou může být výplň, kde jsou délkové nehomogenity v rozměrech větší než atomární. Liší se v makroměřítku tvarem nebo složením. Složky se vzájemně úplně nerozpouštějí ani neslučují, takže složka může být fyzikálně identifikována a mezi ní a dalšími složkami je rozhraní. V celku je dosahováno vlastností, které jednotlivé složky nemají a nedá se jich dosáhnout ani jejich sumací. Tomu se říká synergický neboli spolupracující efekt (obr. 4).



Obr. 4 Synergický efekt

Vlastnosti výztuže a matrice se liší. Podíl výztuže musí být větší než 5% a kompozitní materiál musí být připraven smícháním jednotlivých složek. Podle těchto podmínek nelze za kompozit považovat plast, který obsahuje malá množství tuhých barviv, oxidů nebo částic elastomerů. V tomto případě nejde o výztuž, ale jen o přísady zlepšující vlastnosti materiálu. Také slitiny kovů, ve kterých během ochlazování nebo při tepelném zpracování došlo k vyloučení tvrdé fáze, a eutektické slitiny kovů, u kterých během tuhnutí taveniny došlo k usměrněnému vyloučení tvrdších a tužších fází v podobě tyčinek nebo lamel, nelze považovat za pravé kompozity. Ale např. disperzně zpevněný kov částicemi oxidů může být označován jako kompozitní materiál, protože se připravuje mechanickým mísením složek. [3,7,8]

3.1 Disperze

Disperze neboli disperzní systém je soustava obsahující alespoň dva druhy hmoty, přičemž jeden druh, disperzní podíl, je rozptýlen ve druhém, disperzním prostředí, ve formě více či méně jemných částic.

3.2 Dělení dle typu disperze

3.2.1 Kompozity prvního typu

Mezi kompozity s prvním typem disperze patří takové, které se skládají z pevných fází. V technice jsou tyto kompozity nejběžnější a nejdůležitější. Mohou se dělit dle matrice, např. na kompozity s plastovou matricí, s kovovou matricí, nebo kompozity s keramickou matricí.

3.2.2 Kompozity druhého typu

Kompozity druhého typu jsou složeny z pevné fáze prostředí a z kapalné fáze podílu disperze. Tyto kompozity jsou poměrně málo časté. Používají se např. pro samomazná ložiska a vyskytují se i v přírodě. Jsou to materiály jako dřevo, skořápky atd.

3.2.3 Kompozity třetího typu

Kompozity třetího typu jsou složeny z prostředí z pevné fáze a mají podíl fáze plynné. Patří mezi ně pěnoplasty, pěnokeramika, kovové pěny atd.

Dále se budeme bavit převážně o kompozitech prvního typu.

3.3 Výztuž

3.3.1 Dělení kompozitních materiálů dle rozměrů vyztužující fáze

3.3.1.1 Makrokompozity

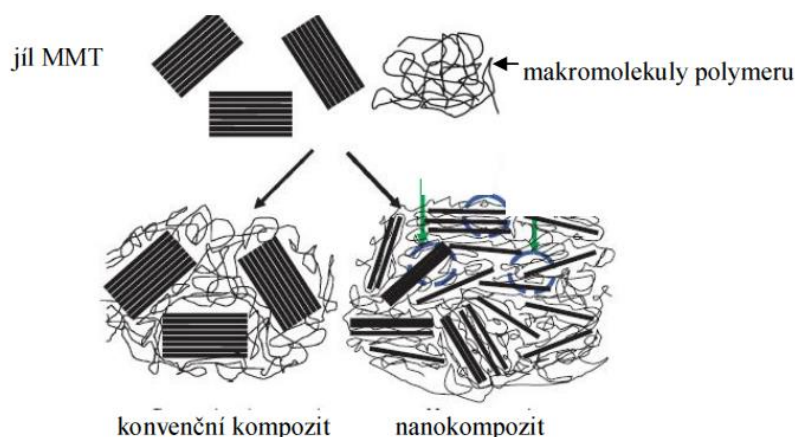
Makrokompozity obsahují výztuž o velikosti příčného rozměru 10 až 10² mm a jsou používány především ve stavebnictví. Jsou to materiály jako železobeton, beton zpevněný ocelovými lany atd.).

3.3.1.2 Mikrokompozity

Mikrokompozity mají v průmyslu největší význam. Jsou to látky, u kterých jsou příčné rozměry výztuž v rozmezí 10 až 10² μm. Oproti kovům a jejich slitinám mají mikrokompozity menší hustotu, a mají tedy i příznivý poměr pevnosti v tahu a modulu pružnosti k hustotě.

3.3.1.3 Nanokompozity

Nanokompozity mají rozměr výztuže v jednotkách nm. Rozdíl mezi mikrokompozitem a nanokompozitem s výztuží na bázi destičkovitých částic jílu neboli montmorillonitu (MMT) je uveden na obr. 5. [7]



Obr. 5 Rozdíl mezi mikrokompozitem a nanokompozitem (MMT) [7]

3.3.2 Dělení kompozitních materiálů podle tvaru výztuže (obr. 6)

3.3.2.1 Kompozity částicové

U částicových kompozitních materiálů výrazně nepřesahuje jeden rozměr útvarů výztuže rozměry ostatních útvarů. Vyztužující částice pak mohou mít tvar kulovitý, destičkovitý, tyčinkovitý i nepravidelný. Využívají se zejména pro zvýšení tvrdosti, otěruvzdornosti, pevnosti atd.

3.3.2.2 Kompozity vláknové

U vláknových kompozitních materiálů jsou útvary výztuže, tj. vlákna, v jednom směru výrazně rozměrnější než ve směrech ostatních. Vláknové kompozity dále dělíme podle délky vyztužujících vláken na kompozity s krátkými vlákny, u nichž je délka vláken výrazně menší v porovnání s velikostí daného výrobku, a na kompozity s dlouhými neboli kontinuálními vlákny, u nichž je délka srovnatelná s velikostí výrobku. Uspořádání kontinuálních vláken v kompozitech má řadu variant. Dvě z nich jsou ukázány na obrázku 3. U vláknových výztuží je charakteristické, že jejich pevnost v tahu ve směru osy je výrazně vyšší než pevnost stejného materiálu v kompaktní formě (deska, tyč atd.). Je pro ně také typická anizotropie vlastností. Pevnost i modul pružnosti ve směru osy bývají vyšší než ve směru kolmém k ose. Vyztužení vlákny se používá hlavně ke zvýšení pevnosti, modulu pružnosti, modulu tuhosti a také ke zvýšení houževnatosti. [6,8]



Obr. 6 Dělení kompozitních materiálů dle tvaru výztuže [15]

3.4 Matrice

Matrice je složka, která spojuje výztuž, chrání křehká vlákna a udává také vlastnosti kompozitu.

3.4.1 Kovové matrice

Kompozity s kovovou maticí mají někdy velmi vyhledávané vlastnosti. Jejich charakteristickými vlastnostmi jsou tvárnost, houževnatost, elektrická vodivost, tepelná vodivost, možnost povlakování, spojování, tvarování, atd. [7,9]

3.4.2 Polymerní matrice

Kompozity s polymerní maticí mají nejdelší tradici a jsou také nejvíce využívané. Vlastnosti těchto kompozitních materiálů závisí na tom, je-li polymer reaktoplast či termoplast. [7,9]

3.4.2.1 Reaktoplastové matrice

Kompozitní materiály s reaktoplastovou maticí jsou nejrozšířenější konstrukční kompozity a používají se ve všech průmyslových odvětvích. Pro matici se používají např. pryskyřice polyesterové, melaninové, epoxidové a mnohé další. Mohou dosahovat různých vlastností např. velká odolnost proti vlhkosti, velká pevnost, houževnatost, které výrazně ovlivňují složení, povrch vláken, atd. [7,9]

3.4.2.2 Termoplastové matrice

Tyto kompozity se začínají používat čím dál více, a to nejen díky menším nákladům na výrobu, ale i díky jejich recyklovatelnosti, která dnes hraje důležitou roli. Vlastnosti těchto kompozitních materiálů závisí na výrobním postupu, na vlastnostech vláken, na povrchové úpravě vláken a na dalších parametrech. Výhodnými vlastnostmi těchto materiálů bývá např. malý obrus, zvýšená pevnost, modul či houževnatost. [7,9]

3.4.3 Keramické matrice

Materiály s keramickou maticí mohou mít požadované vlastnosti jako např. pevnost při vysokých teplotách, odolnost proti oxidaci, žárupevnost, žáruodolnost. Mnohdy jsou ale také velmi křehké. Opět velmi záleží na složení, na typu vlákna, atd. Z důvodu vysokého modulu a malého tečení se mnoho vláken k jejich výrobě nehodí. Používají se např. molybden, ocel, kolumbium atd. Pro matrice se používají např. Al_2O_3 , ZrO_2 , sklo, grafit, atd. [7,9]

3.4.4 Silikátové matrice

Silikátové neboli křemičitanové matrice, jako jsou cementová malta, beton či sádra, jsou využívány hlavně ve stavebnictví. Obvykle jsou křehké, a proto se vyztužují různými vlákny, jako např. skleněnými, ocelovými atd. To přinese značně příznivou změnu vlastností. Může se zvýšit ohybová pevnost, houževnatost, odolnost proti vlhkosti atd. [7,9]

4 Zkoušky

4.1 Zkoušky obecně

Ke zkoušení polymerních materiálů se mohou používat tradiční metody používané i na kovové materiály. Používají se zkoušky statické i dynamické. Ze statických zkoušek se používají například zkouška tahem, zkouška ohybem, zkouška rázové a vrubové houževnatosti a také např. zkouška tečení. Ze zkoušek dynamických jsou to např. cyklické zkoušky tahem a tlakem. Těmito metodami ale bohužel nelze důvěryhodně měřit nevystárnuté polymery, jelikož výsledky jsou díky jejich elastickým vlastnostem neměřitelné. To si speciálně ukážeme na tvrdosti.

4.2 Tvrdost

Tvrdost se definuje jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa. Tvrdost se obecně měří buď statickými, dynamickými, nebo vrypovými zkouškami.

4.2.1 Statické zkoušky tvrdosti

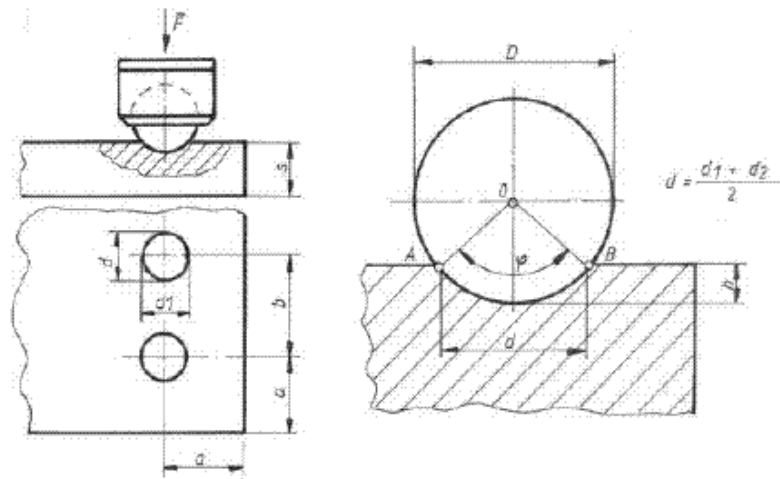
Statické zkoušky tvrdosti se dále dělí podle toho, jak velkou sílu a vtisk vytvoříme na makrotvrdot, mikrotvrdot a nanotvrdot.

4.2.1.1 Zkoušky makrotvrdoti

4.2.1.1.1 Zkouška makrotvrdoti dle Brinella

Mezi statické zkoušky makrotvrdoti patří zkoušky dle Brinella (obr. 7), kde do materiálu s hladkým povrchem vniká kalená ocelová kulička o průměru $D = 10; 5; 2,5; 1,25; 0,625$ mm po dobu 10 až 15 s do ocelí a litin a 10 až 180 s do neželezných kovů. Výsledná tvrdost se určuje vztahem $HB = F/A$, kde F je zatěžovací síla, která se určí vztahem $F = K \cdot d^2$, a A je plocha vtisku $A = \pi \cdot D \cdot h$, kde h je hloubka vtisku, D je průměr kuličky a K je koeficient závislý na materiálu. Např. pro ocel $K_o = 30$, pro neželezné kovy a slitiny $K = 10$.

Tato metoda se používá na materiály měkké a středně tvrdé.

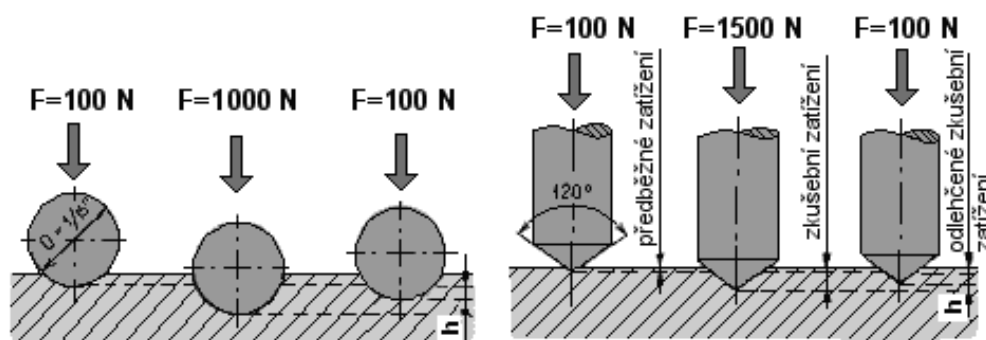


Obr. 7 Schéma zkoušky tvrdosti dle Brinella [14]

4.2.1.1.2 Zkouška makrotvrdoti dle Rockwella

Dále jsou to zkoušky podle Rockwella (obr. 8). Při této zkoušce se do materiálu vniká s předzatížením buď pomocí diamantového kuželu s vrcholovým úhlem 120° a se zaoblením $r = 0,2$ mm, nebo pomocí ocelové kuličky o průměru 1,588mm.

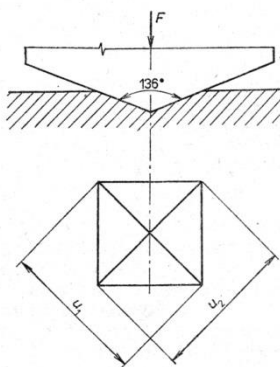
Tato zkouška se používá na tvrdé materiály.



Obr. 8 Schéma zkoušky tvrdosti dle Rockwella [12]

4.2.1.1.3 Zkouška makrotvrdomi dle Vickerse

Zkoušky dle Vickerse (obr. 9) jsou založeny na vnikání čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° . Po provedení vtisku se změří úhlopříčka. Výsledná hodnota tvrdosti pak vyjde ze vztahu $HV = 0,189 F/u^2$, kde F [N] je zátěžná síla a u [mm] je průměrná hodnota úhlopříčky.



Obr. 9 Schéma zkoušky tvrdosti dle Vickerse [13]

4.2.1.2 Zkoušky mikrotvrdomi

V zásadě jsou zkoušky mikrotvrdomi hodně podobné zkouškám makrotvrdomi. Liší se použitou silou a výslednou velikostí vtisku. Používají se mnohem menší síly, a proto jsou i vtisky mnohem menší. Z toho důvodu se k analýze vtisků používají mikroskopy. [10]

4.2.1.2.1 Zkouška mikrotvrdomi dle Vickerse

Mezi zkoušky mikrotvrdomi patří zkouška dle Vickerse, kde se jako indentor používá diamantový pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° , který se liší od indentoru makrotvrdomi dle Vickerse jen velikostí plochy na špičce jehlanu. Hodnota se vyjadřuje vztahem $HV = 1854,4 F/u^2$. Kde „ F “ je velikost zatížení a „ u “ je průměrná hodnota úhlopříčky. Číslo 1854,4 je výsledkem dvojnásobku kosinu úhlu „ β “, který se vypočítá pomocí vztahu: $\beta = 90^\circ - \alpha/2$. Přičemž „ α “ je vrcholový úhel indentoru 136° . [10]

4.2.1.2.2 Zkouška mikrotvrlosti dle Knoop

Další zkouškou je zkouška mikrotvrlosti dle Knoop. Zde se používá indentor ve tvaru nepravidelného čtyřbokého diamantového jehlanu, kde základnu tvoří kosočtverec. Vzniká vtisk, který má dvě různě dlouhé úhlopříčky, které změříme a výslednou hodnotu získáme pomocí vztahu:

$$HK = \frac{1288 \cdot 8F}{u_1^2}$$

kde „ u_1 “ je velikost delší úhlopříčky a „ F “ je velikost zátěžné síly. [10]

4.2.1.2.3 Zkouška mikrovrlosti dle Bierkoviče

Zde se používá diamantový indentor ve tvaru jehlanu, jehož podstavu tvoří rovnostranný trojúhelník. Vrcholový úhel jehlanu je 65°.

Takový indentor je výhodný v přesnosti výroby a tato metoda se nejvíce používá k měření velmi tvrdých materiálů, jako jsou např. slinuté karbidy. [10]

4.2.1.3 Zkoušky nanotvrlosti

Nanotvrlost se měří pomocí nanoindentace. Měří se při velmi malých zatíženích, a to při hodnotách zátěže až kolem 0,01 g. Vtisky vytvořené takovou zátěží jsou velmi malé a musíme na ně mít velmi přesné přístroje, abychom je dokázali změřit. Pokud máme přístroj, nanoindentor, kterým takové vtisky dokážeme změřit, můžeme dostat velmi přesné výsledky a to v přesném místě, např. v jednotlivé nehomogenitě, kde chceme měřit. Pomocí nanoindentoru jsme schopni zaznamenat indentační křivku zachycující průběh deformace po celou dobu zatěžování i odlehčování. Tím lze následně vyhodnotit maximální hodnotu nanotvrlosti, podíl elastické a plastické deformace atd. [10]

4.2.2 Dynamické zkoušky tvrdosti

Mezi metody dynamické se řadí například vnikací zkoušky rázem nebo odrazové zkoušky, kde se měří velikost odrazu indentoru spouštěného na zkoušený materiál.

Mezi rázové vnikací metody se řadí zkouška Poldi kladívkem, která je založena na srovnávání vtisků, které vzniknou zároveň po úderu do kladívka ve zkoušeném materiálu i v porovnávacím materiálu. Další zkouška je pomocí Baumanova kladívka, která je založena také na porovnávacím principu, kdy kulička předává energii pružina s definovanou tuhostí. Ta má tedy při vtisku vždy stejnou energii.

Mezi odrazové zkoušky patří např. metoda pružného odrazu. Na materiál z určité výšky dopadají definované kuličky a měří se výška a směr odrazu kuličky. Výsledná tvrdost se vypočte z porovnání dodané potenciální energie výškou a zbývající energie po útlumu pružnými deformacemi. K těmto metodám patří např. Shoreho skleroskop a duroskop.

Ke zkoušení polymerních materiálů se nejčastěji používají dynamické metody zkoušení tvrdosti. Používají se hlavně metody odrazové, vzhledem k jejich vhodnosti pro hodnocení elastických materiálů. Tyto metody nám však mohou říci jen omezené informace o změně vlastností při stárnutí, neboť nejsou příliš citlivé, tudíž nejsou vhodné pro případ, kdy dochází k postupné ztrátě elasticity. Statickými zkouškami lze také měřit jejich určité vlastnosti, ale jen za určitých předpokladů a v omezené podobě, např. nelze měřit jejich stav v elastické podobě, aby vtisky způsobené indentory byly měřitelné. Pokud ale chceme zaznamenávat vliv stárnutí a změny vlastností polymerů, musíme být schopni měřit materiál

od počátečního stavu, kde je mnohdy příliš elastický na to, aby se materiál nevrátil díky elastické deformaci téměř do stejného stavu. Proto se zdá být nejvhodnější metodou použití nanoindentace, díky které získáme indentační křivku v celém průběhu zatěžovacího i odlehčovacího cyklu a můžeme měřit polymerní materiály ve stavu daném po výrobě. Budeme moci porovnávat odlišnosti mezi jednotlivými indentačními křivkami v průběhu stárnutí materiálu nebo v průběhu působení různých vlivů, a tím i změny vlastností materiálu. K porovnání změn vlastností a chování materiálu a ke zpřesnění výsledků nám mohou sloužit další pomocné metody jako je např. rentgenová fluorescence.

4.2.3 Vrypové zkoušky tvrdosti

Vrypové zkoušky tvrdosti mohou být založeny na použití Mohsovy stupnice, na které je v řadě 10 nerostů. Výše postavený materiál je vždy schopen udělat do níže postaveného materiálu vryp neboli dokáže poškodit jeho povrch. Můžeme tedy říci, že je tvrdší.

Dalšími vrypovými zkouškami jsou vrypové zkoušky dle Martenze, které jsou založeny na použití diamantového hrotu o vrcholovém úhlu 90° , kterým vrypové zkoušky provádíme. Postupně zvyšujeme zatěžovací sílu, dokud nezískáme vryp o rozměru 0,01 mm. Síla, která vytvoří takovýto vryp, poté udává tvrdost materiálu.

4.3 Rentgenová fluorescence

Rentgenová fluorescenční analýza většinou slouží k analýze chemického složení materiálu. Přístroj využívaný v této práci je speciální konstrukce pro hodnocení chemického složení tenkých vrstev též s možností hodnocení tloušťky tenkých vrstev. Pro hodnocení chemického složení i pro hodnocení tloušťky vrstev je potřebná kalibrace na dané hodnocení. Možností přístroje je ovšem i záznam rtg. fluorescenčních spekter, která právě v sobě nesou informaci o chemickém složení a tloušťce vrstev. Je to metoda nedestruktivní, což je mnohdy výhodné právě pro hodnocení postupných změn probíhajících v materiálech. Jde o metodu, při které využíváme přístroj, který vyzařuje na vzorek rentgenové záření určité energie, a poté snímá zpětnou reakci materiálu na základě interakce v podobě charakteristického fluorescenčního záření.

Na základě charakteristických spektrálních čar jsou určovány prvky zastoupené v materiálu, případně změna jejich spektrálních čar v závislosti na různých vlivech. Spektrální čáry od prvků zastoupených v povrchových vrstvách i zastoupených v základním materiálu jsou závislé na tloušťce tenkých vrstev, hustotě materiálu apod. Na základě změn v intenzitě spektrálních čar lze tudíž vyhodnocovat tloušťku povrchové vrstvy. Primární rtg. záření proniká v případě kovových materiálů do hloubky cca $50\ \mu\text{m}$, a proto se v případě hodnocení tenkých vrstev, které dosahují tloušťky max. cca $25\ \mu\text{m}$, v celkovém spektru objevují spektrální čáry od vrstvy i základního materiálu. Vlivem rostoucí tloušťky pak roste podíl spektrálních čar vrstvy oproti podílu spektrálních čar základního materiálu. Podobně lze usuzovat, že se projeví stárnucí procesy při postupných změnách od povrchu materiálu.

5 Specifikace materiálů

5.1 Kompozitní materiály

Z kompozitních materiálů byl vybrán kompozitní materiál na bázi epoxidové pryskyřice typu alifatických a cykloalifatických olefinoxidů, zpevněný skelnými vlákny a slídovými plátky. Tento materiál patří do skupiny kompozitních materiálů prvního typu. Je to vláknový kompozitní materiál, který se skládá z polymerní epoxidové matrice na bázi alifatických a cykloalifatických olefinoxidů a z výztuže ze skelných vláken. Jako výplň jsou zde z důvodu zlepšení elektrikařských vlastností slídové šupinky.

Tyto materiály se vyznačují výbornou odolností proti povětrnosti, elektrickému oblouku a plazivým proudům a po vytvrzení anhydridy dikarboxylových kyselin si ještě při 180 °C zachovávají vynikající elektroizolační vlastnosti.

Tento materiál byl vybrán z důvodu požadavku ověření možností hodnocení tohoto typu materiálu s využitím nanoindentace a rtg. fluorescenční analýzy pro připravovaný návrh grantu ve spolupráci s Fakultou elektrotechnickou ZČU se zaměřením na sledování změn v izolačních materiálech v provozních podmínkách.

5.2 Polymerní materiály

5.2.1 Lipalon FSSR 1mm²

Lipalon FSSR 1mm² je výrobní název kabelu, který vyrábí švédská firma ASEA a který je izolovaný polymerním materiálem Hypalon. Hypalon je termoplast na bázi chlorsulfonátového polyethylenu. Tento materiál je odolný vůči kyselinám, extrémním teplotám a UV záření a proto by u tohoto materiálu nemělo docházet k výrazným změnám vlastností.

Vybraný materiál je proto vhodný pro elektrické izolace do míst se zvýšenými teplotami. K dispozici máme vzorky ze stejné výrobní série jak nevystávené umělému stárnocímu procesu, tj. nevystárnuté, tak vzorky vystárnuté, které jsou z prostředí jaderné elektrárny, kde byly po určitou dobu vystaveny teplotnímu a radiačnímu zatížení. Tudíž jsou pro ověření možností měřících metod k dispozici dva stavy – nevystárnutý a vystárnutý stav. Tyto materiály byly dány k dispozici opět pro ověření možností využití nanoindentace pro zachycení rozdílných stavů tohoto materiálu, což je základem pro navrhovaný projekt ve spolupráci s firmou Rizzo Associates, která se zabývá mimo jiné certifikacemi jaderných elektráren.

5.2.2 Ongrolit Lev 525

Ongrolit Lev 525 je výrobní název pro polymerní materiál polyvinylchlorid, který se používá na izolace kabelů. Vybraný materiál je tedy materiálem polymerním, který patří mezi termoplasty. Tento materiál je náchylnější na stárnutí než materiál Hypalon a prochází tedy výraznějšími změnami elasto-plastického chování při působení okolí. Máme k dispozici nevystárnutý a uměle vystárnutý materiál. Vystárnutý materiál byl vystaven působení 100 °C po dobu 800 h.

Materiál Ongrolit LEV 525 byl zvolen podobně jako v případě Hypalonu z důvodu požadavku ověření možností hodnocení pomocí nanoindentace a rtg. fluorescenční analýzou

původního stavu a vystárnutého stavu po aplikaci teplotního zatížení pro přípravu budoucí spolupráce s firmou Rizzo Associates.

6 Specifikace použitých přístrojů při měření

6.1 Rentgenová fluorescence

Rentgenová fluorescenční analýza byla použita pro hodnocení počátečního stavu hodnocených materiálů, a to z pohledu zjištění základních spekter se zachycením významných spektrálních čar charakterizujících vstupní materiály. Využití bylo směřováno na získání maximálního množství informací, a to jak záznamem spekter, tak hodnocením homogenity přes vybrané plochy materiálů s využitím různých druhů kolimátorů umožňujících hodnocení v malých lokalitách a viditelných nehomogenitách, zejména na kompozitním materiálu, kde je očekávána heterogenita přes plochu a průřez vzorku. Využití bylo směřováno i pro získání informací o umístění nehomogenit, pro využití v následujícím kroku, při hodnocení pomocí nanoindentoru.

6.2 Nanoindentor Shimadzu DUH-202

Nanoindentor je speciální přístroj na měření nanotvrdosti na základě záznamu indentačních křivek v průběhu zatěžovacího cyklu. Tento přístroj je velmi přesný a je schopný zaznamenávat průběh pronikání indentoru do materiálu při zatěžování, ale i při odlehčování. Přístroj pracuje s velmi malými zatíženími, (řádově v mN) a tedy i vtisky jsou velmi malé a měření je z velmi malých lokalit a s malým ovlivněním materiálu při měření. Proto je tato metoda někdy označována za nedestruktivní metodu zkoušení. Z přístroje lze získat data pro vytvoření indentační křivky, z které lze vyčíst nejen informace o tvrdosti, ale i podíl elastické a plastické deformace. Tento přístroj umožňuje měření vlastností a chování materiálů v několika modech (jednoduchých či cyklických) při různých zatíženích, různých rychlostech zatěžování a např. s různou časovou prodlevou mezi zatěžováním a odlehčováním. Nanoindentační zkoušku můžeme považovat za nedestruktivní a proto je vhodná jako metoda pro hodnocení průběžného proměnného stavu materiálů při procesech stárnutí.

6.2.1 Mody zatěžování

6.2.1.1 Mód 1

U modu 1 dochází k zatěžování zvolenou rychlostí do zvoleného maximálního zatížení. Následuje zvolená časová prodleva a následně probíhá odlehčování indentoru bez záznamu dat. Velikost mikrotvrdosti se poté určí dle vztahu

$$DHV_1 = \frac{L_{max}}{A_{max}} = \frac{k \cdot L_{max}}{h_{max}^2},$$

kde DHV_1 je hodnota nanotvrdosti při zatěžování modem 1, „ L_{max} “ je hodnota maximálního zatížení, „ A_{max} “ je velikost vtisku po prodlevě, „ h_{max} “ je největší hloubka proniknutí indentoru, „ k “ je konstanta, která se volí dle tvaru indentoru.

6.2.1.2 Mód 2

U módu 2 je průběh zatěžování podobný jako u modu 1 s rozšířením na záznam i v průběhu odlehčování. Výsledek této zkoušky je indentační křivka zaznamenaná

při zatěžování, časové prodlevě při maximálním zatížení i odlehčování. Z výsledku tohoto měření, tj. jednoduché indentační křivky, se kromě tvrdosti mohou určovat i další mechanické vlastnosti materiálů, jako např. podíl elastické a plastické deformace. U tohoto modu se hodnota tvrdosti vypočte dle vztahu

$$DHV_2 = \frac{L_{max}}{A_f} = \frac{k \cdot L_{max}}{h_f^2},$$

kde DHV_2 je hodnota nanotvrdosti při měření módem 2, „ L_{max} “ je velikost maximálního zatížení, „ A_f “ je plocha vtisku po odlehčení, „ h_f “ je hloubka proniknutí indentoru a „ k “ je konstanta tvaru indentoru.

6.2.1.3 Mód 3

Modem 3 se hodnotí změny deformace u velmi měkkých materiálů.

6.2.1.4 Mód 4

U modu 4 dochází k cyklickému zatěžování a odlehčování, které se dá opakovat až 250krát. Celý postup probíhá ve zvoleném rozmezí zatížení a za určité rychlosti zatěžování. Výstupem tohoto módu je cyklická indentační křivka. Hodnoty tvrdosti jsou určovány po každém cyklu. Zde se hodnoty tvrdosti počítají ze vztahu pro mód 2. Pro každý cyklus zvlášť jedna hodnota.

6.2.1.5 Mód 5

U modu 5 se zatěžuje až do dosažení určité hloubky proniknutí indentoru. Poté následuje prodleva a odlehčení. Výstupem je indentační křivka, ze které se hodnotí velikost tvrdosti v dané hloubce. Hodnota tvrdosti se počítá vztahem pro mód 1, kde se použije část s maximální hloubkou proniknutí indentoru.

6.2.1.6 Mód 6

U módu 6 probíhá postupné zatěžování v krocích, kterých může být až 20, s časovými prodlevami 1 až 10 s do zvoleného zatížení. Poté následuje odlehčení. Zde se hodnotí tvrdost dle vztahu pro mód 1 po každém kroku zvlášť, podobně jako u cyklického zatěžování.

6.2.1.7 Mód 7

U módu 7 probíhá postupné zatěžování v krocích s prodlevou 1 až 10s podobně jako u módu 6, s tím rozdílem, že po každém kroku zatěžování následuje úplné odlehčení. Velikost zatížení jednoho kroku se určí vydělením konečného zatížení počtem nastavených cyklů. Zde lze sledovat elasticko-plastické chování materiálu v jednotlivých krocích, a tím i chování materiálu do hloubky.

6.2.1.8 Mód 8

U módu 8 se neměří mikrotvrdost. Je určen pro nastavení dotykového bodu, tedy pro samotné seřízení stroje. Tento mód se používá pro snadné určení polohy vzorku vůči indentoru.

7 Vybrané parametry zkoušek

7.1 Rentgenová fluorescence

Rentgenová fluorescence slouží k určení chemického složení materiálu, nebo ke zjištění tloušťky vrstev. U námi vybraných materiálů byla zjištěna větší prostupnost rentgenového záření a to až do té míry, že můžeme materiál zcela prosvítit a získávat informace o materiálu pod ním. Tyto informace lze využít a např. změnou rentgenofluorescenčních spekter, sledovat změny tloušťky materiálu v různých lokalitách vzorku. Jelikož se jedná o lokální měření, lze zjistit různé nehomogenity materiálu pomocí změn chemického složení. Toho lze využít u kompozitních materiálů. Při porovnání měření různých stavů materiálů lze zjistit odchylky spekter, které jsou způsobeny změnou prostupnosti materiálu, která je závislá např. na změně hustoty materiálu při stárnutí.

7.1.1 Parametry měření

U kompozitního materiálu byly zvoleny pro zkoušení rentgenovou fluorescencí, z důvodu odhalení různých odlišností, různé průměry kolimátorů a to 0,1 mm a 0,3 mm. Doba jednoho měření byla prodloužena na 120s z důvodu vyhlazení rentgenofluorescenčních spekter. Z důvodu zjištění prostupnosti rentgenového záření, byly měřeny různé tloušťky materiálu a to od 1 mm do 10 mm.

U polymerních materiálů byla doba měření prodloužena také na 120 s a byly použity kolimátory 0,1 mm a 0,3 mm.

7.2 Nanoindentace

Pomocí měření nanoindentorem lze získat nejen hodnoty nanotvrdosti, ale i poměr elastické a plastické deformace. Je tedy možné provádět hodnocení i vstupních materiálů, které jsou velmi elastické. Při měření různých stavů materiálů lze pozorovat změnu poměru elastické a plastické deformace a dle toho lze vyhodnocovat probíhající změny při postupných změnách materiálu. Také lze pozorovat změny poměru elastické a plastické deformace různých nehomogenit napříč kompozitního materiálu apod.

7.2.1 Parametry měření

U zkoušek pomocí nanoindentace byly vybrány tyto módy:

- Mód 2 – jde o jednoduchý mód k určení poměru elastické a plastické deformace
- Mód 4 - jde o cyklicky opakovaný mód 2
- Mód 7 - jde o cyklický mód s postupným zvyšováním zatížení s úplným odlehčením mezi jednotlivými cykly

Vybrané módy slouží k určení poměru elastické a plastické deformace, jak v jednotlivých stavech materiálů, tak i v různých hloubkách materiálů (max. 25 μm). Různé módy byly vybrány z důvodu rozdílného přínosu informací a různé citlivosti k probíhajícím změnám v materiálu.

Dále byly vybrány různé hodnoty zátěže, různé rychlosti zatěžování a různé prodlevy mezi zatěžováním a odlehčováním. Tyto různé parametry byly vybrány pro zjištění jejich

vlivu na výsledky měření a následně pro optimalizaci parametrů pro hodnocení vybraných materiálů s cílem dosažení dostatečné citlivosti a možnosti porovnání různých stavů materiálů.

7.2.1.1 Kompozitní materiály

U zkoušení kompozitních materiálů bylo provedeno několik měření při zatížení 70g, 50g, 25g, 10g, 5g, 2g, 1g, 0,5g, 0,2g. U módu 2 též při třech různých rychlostech zatěžování a při prodlevách 10s-999s.

7.2.1.2 Polymerní materiály

U polymerních materiálů byly použity zatížení 1g, 0,5g, 0,2g, 0,1g, 0,05g a 0,02g. U módu 2 též při třech různých rychlostech zatěžování a s prodlevou 10s-999s.

8 Výsledky měření v grafech

8.1 Kompozitní materiály

8.1.1 Měření rentgenovou fluorescencí

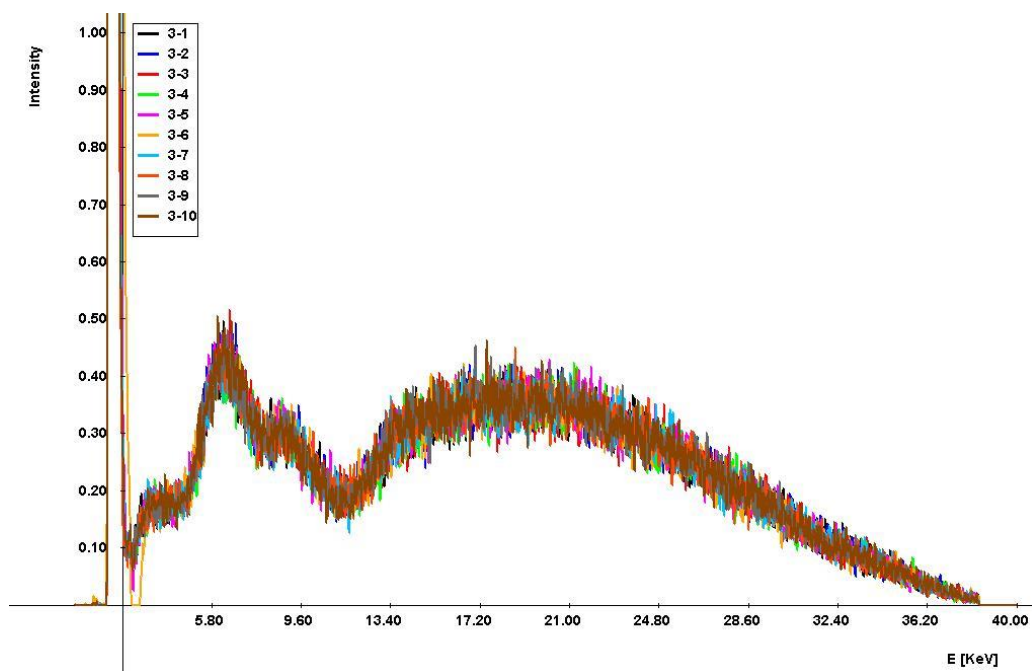
Při prvotních experimentech na kompozitním materiálu se ukázalo, že při položení kompozitního materiálu na stolek přístroje se ve spektru ukazuje také informace o chemickém složení tohoto stolku. Ukázalo se, že rtg. paprsek prozáří celý vzorek, přestože je tloušťky 1 mm. Na základě tohoto výsledku se rozdělil experiment na několik směrů.

Za prvé byl experiment zaměřen na zjištění změn podílu spektrálních čar ve výsledném spektru v závislosti na změně tloušťky kompozitního materiálu a změně podkladového materiálu stolku, na který byl při měření vzorek umístěn. Pro zachycení samotného spektra kompozitního materiálu byl nakonec zvolen podklad z hliníku, protože hliník je použitým přístrojem nedetekovatelný vzhledem k tomu, že se jedná o atom s malou hmotností. Tento podklad byl tudíž dále využíván pro sledování změn spekter samotného kompozitního materiálu.

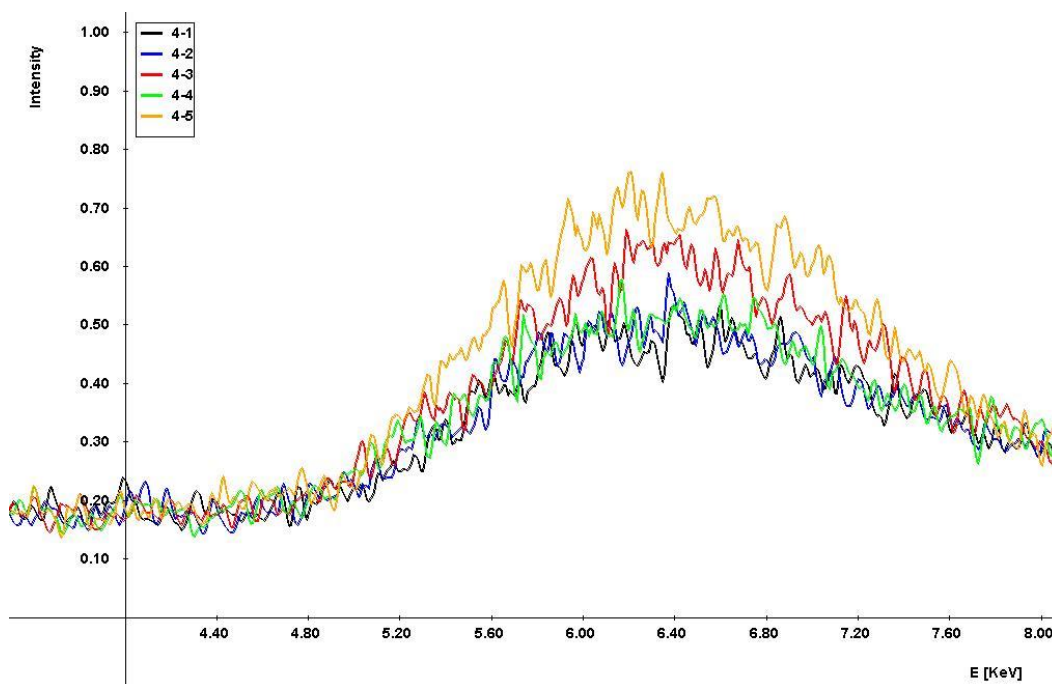
Za druhé byl experiment zaměřen na zjištění homogenity chemického složení kompozitu přes vybranou část vzorku.

Za třetí byl experiment zaměřen pro zachycení nehomogenit v kompozitu, které bylo možné přímo pozorovat pro zjištění rozdílů ve spektrech.

Nejdříve bylo provedeno měření jedné vrstvy na podkladu z hliníku. Bylo provedeno několik měření na různých místech. Drobné změny spekter ukazují na lokální změny v chemickém složení, případně na změny v hustotě kompozitu a v tloušťce kompozitu. Tím je zachycen rozptýl spekter na kompozitu bez vlivu přímo viditelných nehomogenit. Na obr. 10 jsou ukázána naměřená spektra a je patrný jejich rozptýl se změnou místa měření.

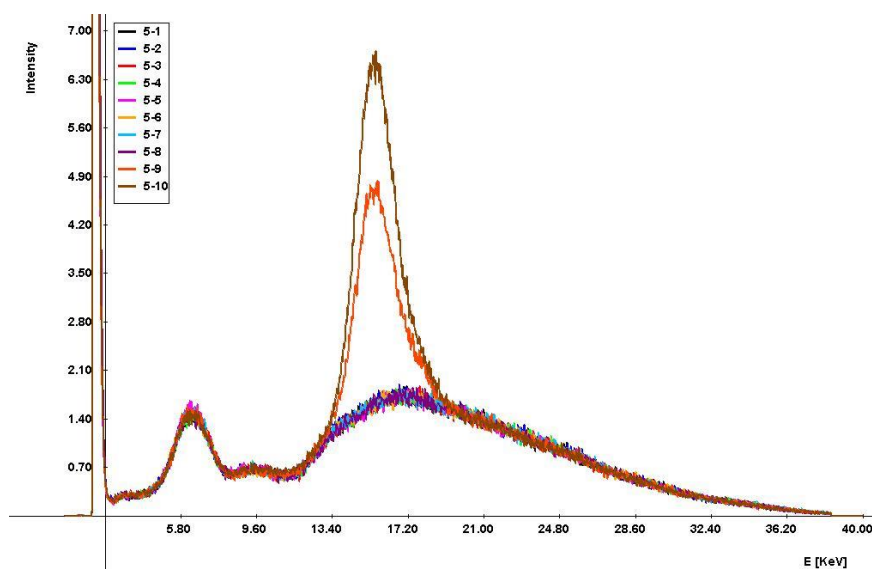


Obr. 10 Měření jedné vrstvy na podkladu z hliníku



Obr. 11 Měření nehomogenit na jedné vrstvě na podkladu z hliníku

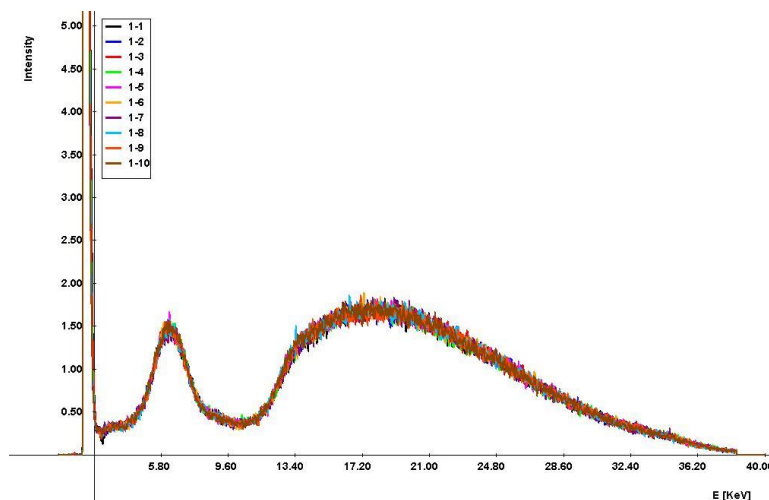
Dále byla provedena měření na podkladu z hliníku ve vybraných místech, kde jsou patrné nehomogenity kompozitu. Jak je vidět z obr.11, tak se dají tyto nehomogenity rozlišit na průběhu spekter naměřených na kompozitu, přestože nejsou patrné výrazné spektrální čáry odpovídající konkrétním prvkům.



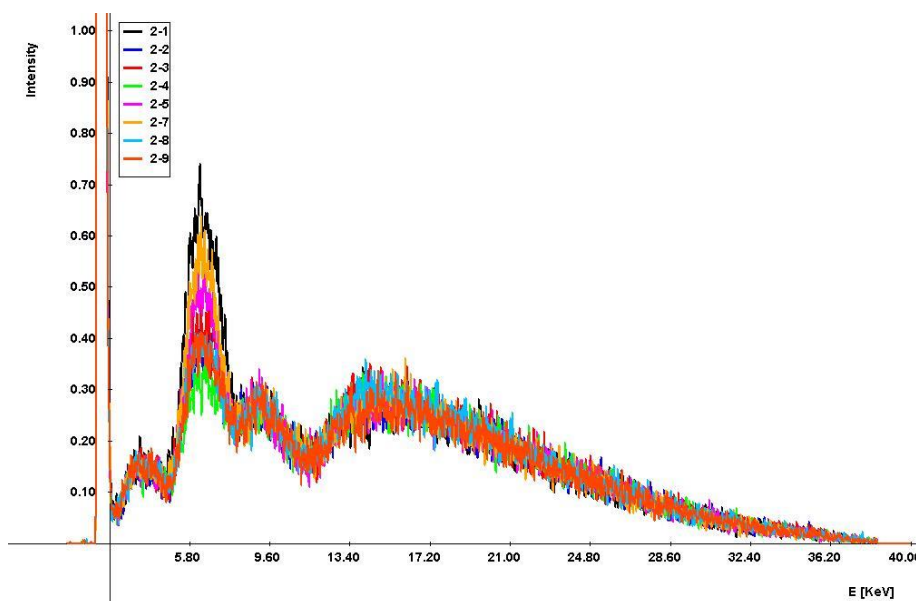
Obr. 12 Měření jedné vrstvy na podkladu ze zirkonia

Další měření bylo provedeno na podkladu ze zirkonia právě z důvodu zachycení rozdílného pronikání informací o podkladovém materiálu přes materiál kompozitu. Vzhledem k vyšším energiím charakteristických spektrálních čar zirkonia je informace o pronikání podkladu poměrně výrazná a lze této informaci využít pro hodnocení změn v tloušťce vzorku, případně v jeho hustotě. Na obr. 12 je měření provedené na různých místech a odráží ve spektru změny způsobené přítomností nehomogenit ve vzorku kompozitu právě změnou hustoty v lokálním místě přítomností nehomogenity.

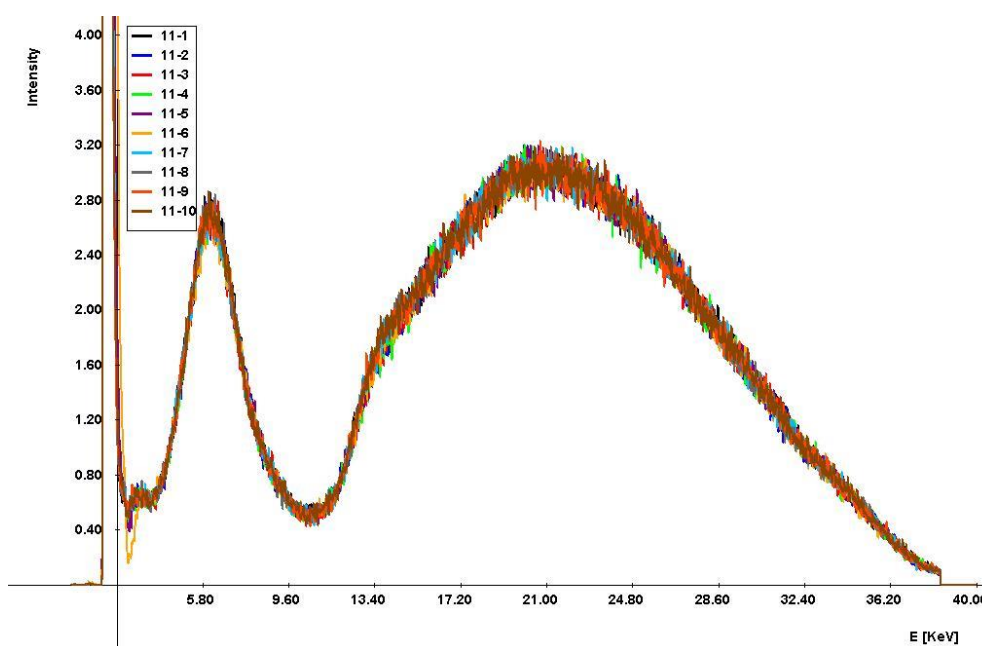
Měření na podkladu z titanu ukazuje na větší potlačení informací od podkladového materiálu vlivem menší energie charakteristické spektrální čáry titanu. Na obr. 13 je provedeno profilové měření odrážející rozptýlený spekter vlivem nehomogenit přítomných v kompozitu. Na obr. 14 jsou zachycena měření na podkladu z titanu v místech viditelných nehomogenit. Opět jako v případě podkladu ze zirkonia je patrný vliv nehomogenit na průchod rtg. záření.



Obr. 13 Měření jedné vrstvy na podkladu z titanu

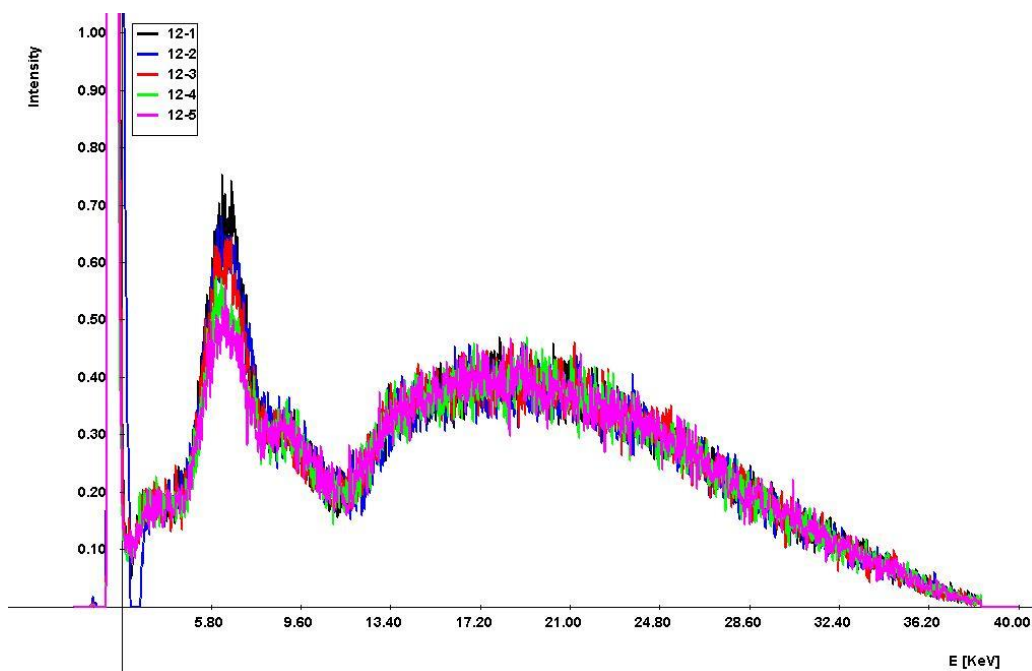


Obr. 14 Měření nehomogenit na jedné vrstvě na podkladu z titanu



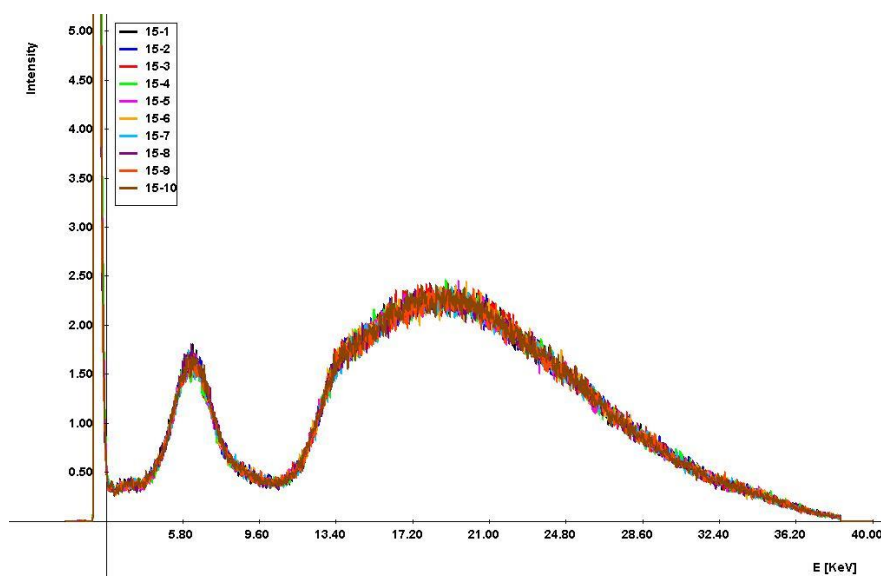
Obr. 15 Měření dvou vrstev na podkladu z hliníku

Výsledky měření na dvou vrstvách neboli na větší tloušťce kompozitního materiálu ukazují podobný výsledek jako v případě jedné vrstvy (obr. 15). V případě hliníku není potřeba řešit otázku potlačení signálu s informacemi o podkladu, ale je zde výraznější spektrum kompozitu. Spektrum je silnější díky většímu měřenému objemu měřeného materiálu.



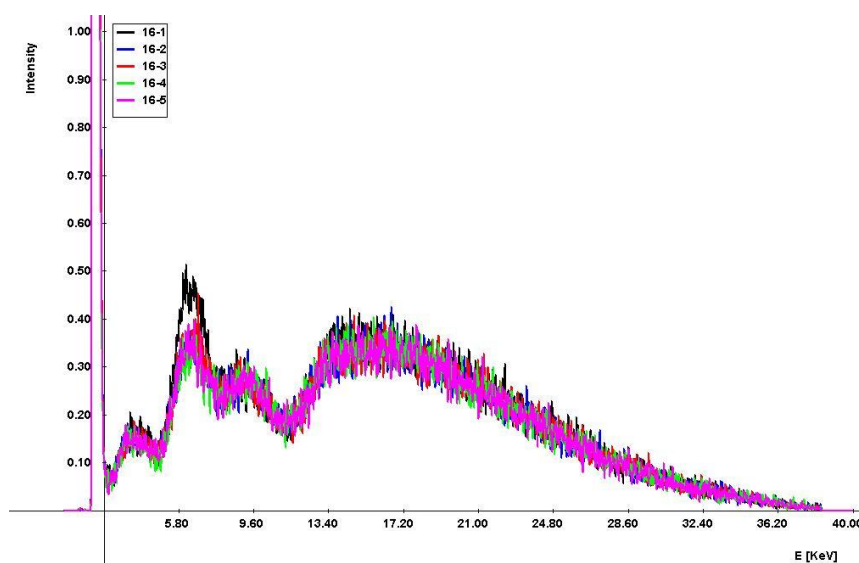
Obr. 16 Měření nehomogenit na dvou vrstvách na podkladu z hliníku

Na obr. 16 jsou zachycena spektra měřená v místech nehomogenit. Výsledky opět ukazují vliv nehomogenit přítomných v kompozitu na spektra, a tudíž možnosti jejich zachycení a zdokumentování touto metodou.



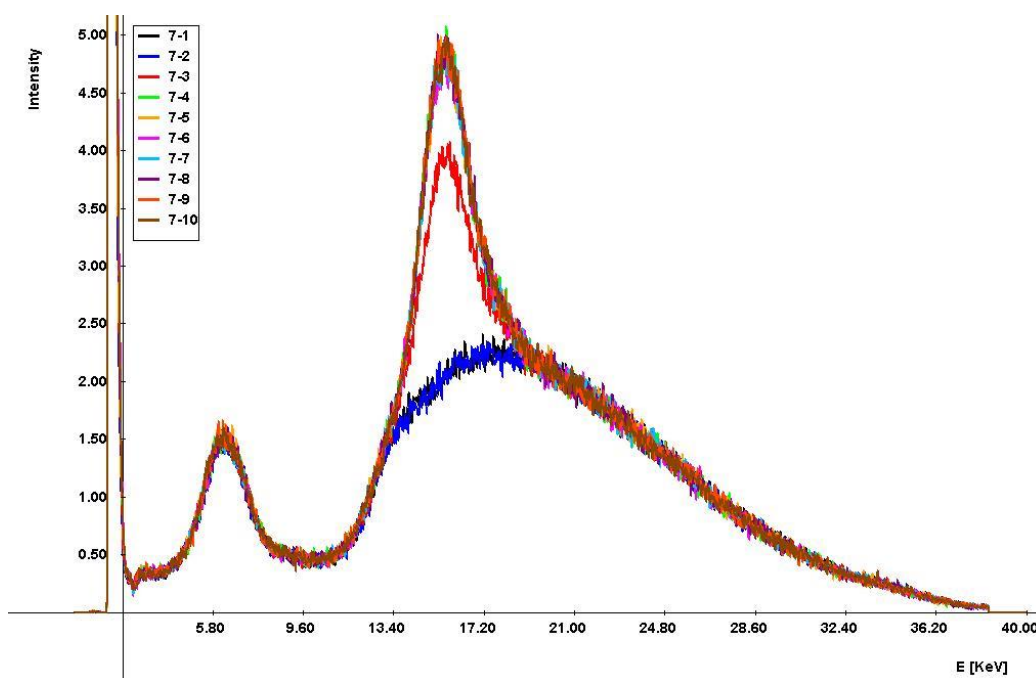
Obr. 17 Měření dvou vrstev na podkladu z titánu

Obr. 17 ukazuje výsledná spektra měřená na podkladu z titánu a na dvou vrstvách kompozitu. Výsledky jsou podobné jako v případě jedné vrstvy kompozitu, jen je více potlačena informace o chemickém složení podkladu.



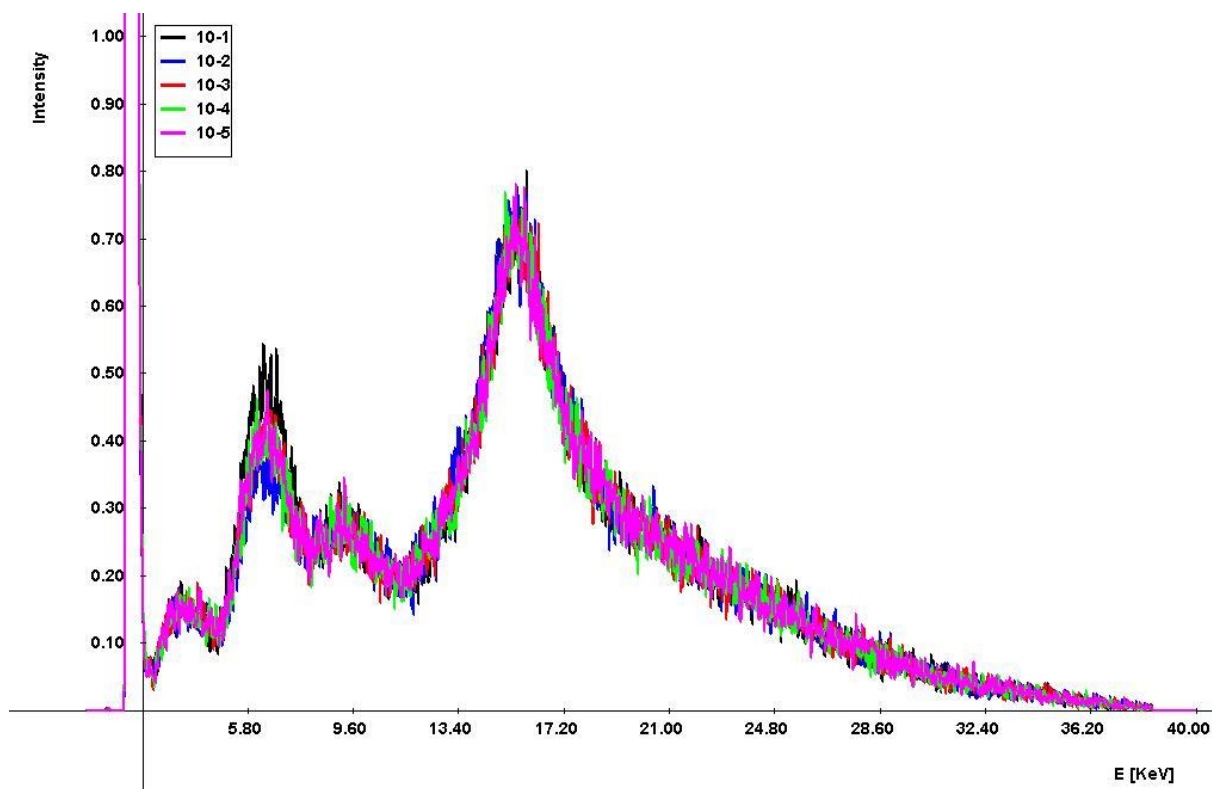
Obr. 18 Měření nehomogenit na dvou vrstvách na podkladu z titanu

Měření v oblasti nehomogenit na podkladu z titanu a na dvou vrstvách kompozitu ukazují podobné výsledky jako při měření na jedné vrstvě, jen je patrný větší rozdíl již ve spektru kompozitu než v překrytém spektru titanu (obr. 18).



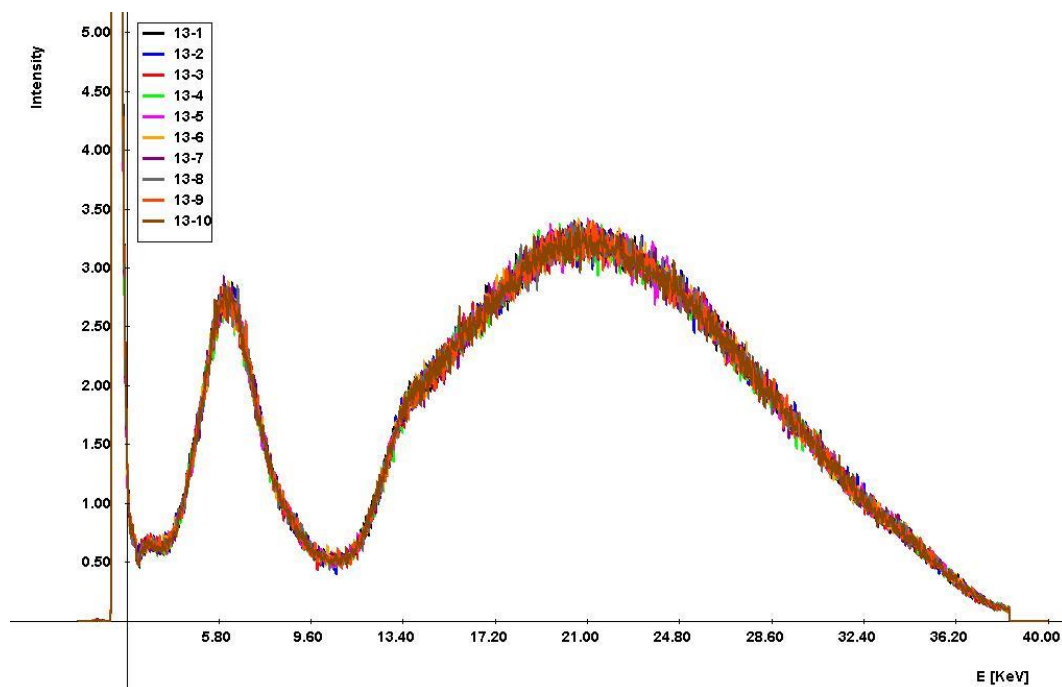
Obr. 19 Měření dvou vrstev na podkladu ze zirkonia

Měření na dvou vrstvách kompozitu s podkladem ze zirkonia viz obr. 19 ukazují na potlačení informací o podkladu, ale spektrální čáry zirkonia zůstávají stále dosti výrazné oproti případu podkladu z titanu.



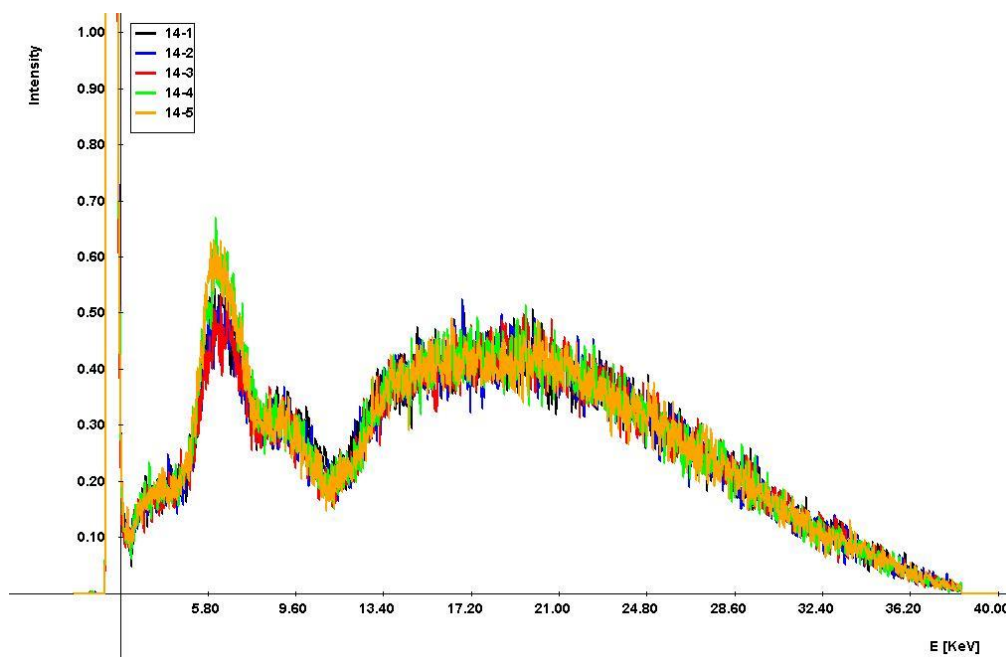
Obr. 20 Měření nehomogenit na dvou vrstvách na podkladu ze zirkonia

Vliv nehomogenit na obr. 20 je více patrný ze spektrálních čar odpovídajících kompozitu, což je dáno menší změnou hustoty v měřených místech.



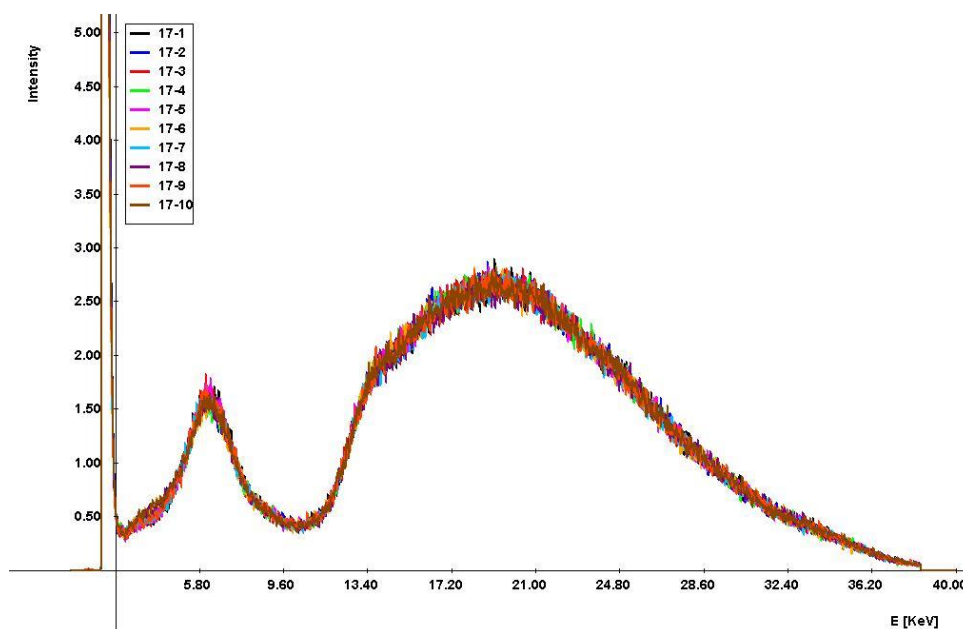
Obr. 21 Měření třech vrstev na podkladu z hliníku

S dalším růstem tloušťky kompozitu na hliníku je patrný opět nárůst intenzity spektrálních čar kompozitu. Rozptyl ukazuje opět na lokální změny v kompozitu viz obr. 21.



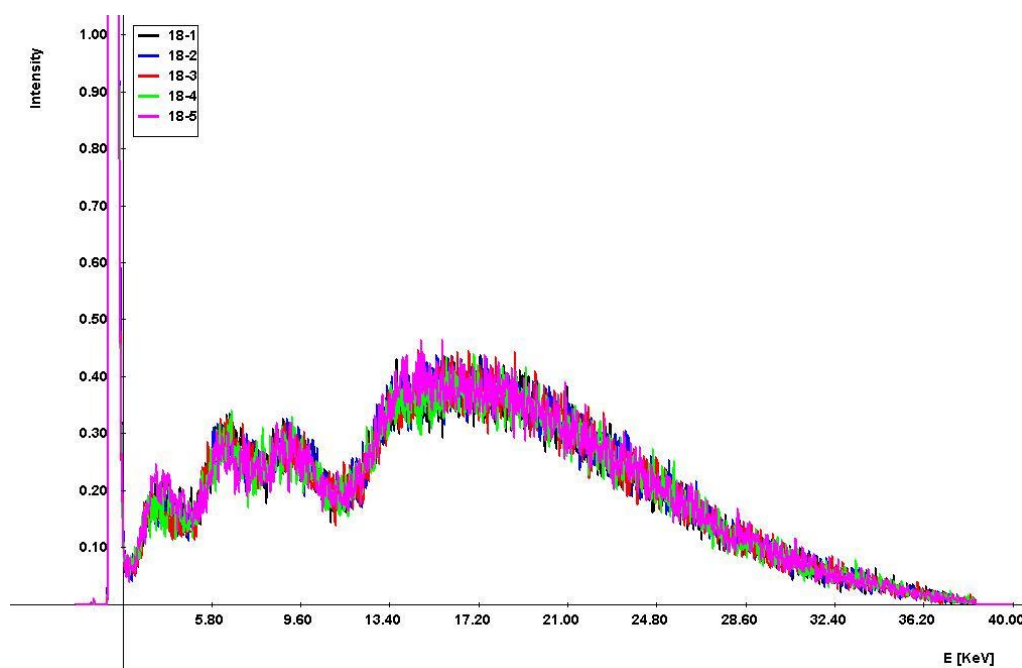
Obr. 22 Měření nehomogenit na třech vrstvách na podkladu z hliníku

Projev nehomogenit kompozitu na průběh spekter je podobný v případě tří vrstev kompozitu jako v případě dvou vrstev kompozitu (obr. 22). I přes větší tloušťku kompozitu a nárůst intenzity spektrálních čar kompozitu mimo nehomogenity je jejich projev patrný.



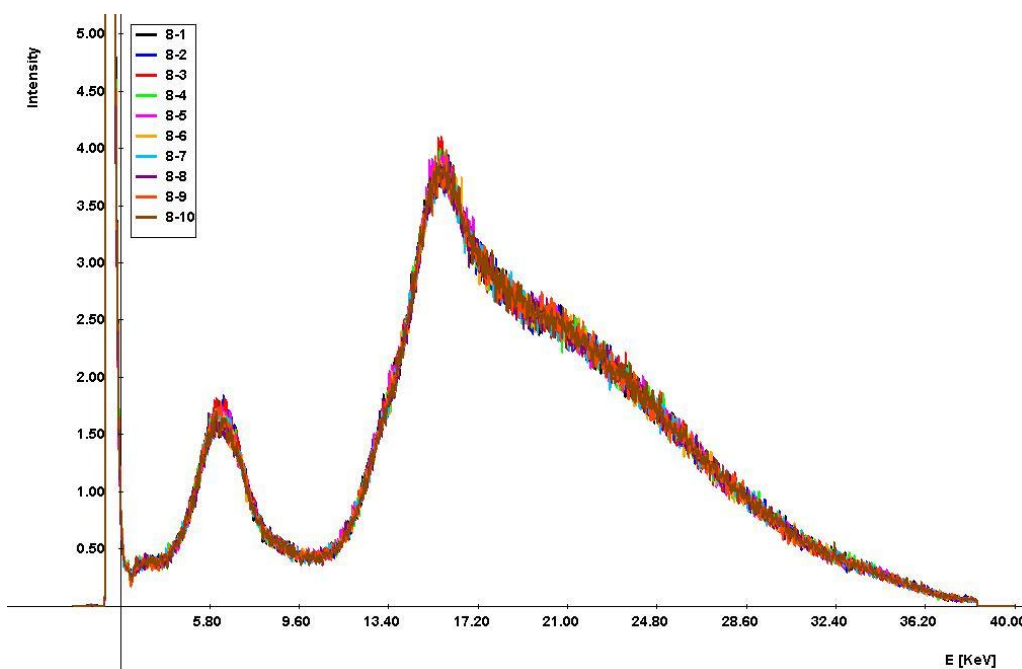
Obr. 23 Měření třech vrstev na podkladu z titanu

Měření na třech vrstvách kompozitu s podkladem z titanu ukazuje na růst intenzity spektrálních čar kompozitu proti spektrální čáře titanu vlivem většího potlačení těchto informací ve výsledném spektru rostoucí tloušťkou měřeného materiálu. (obr. 23)



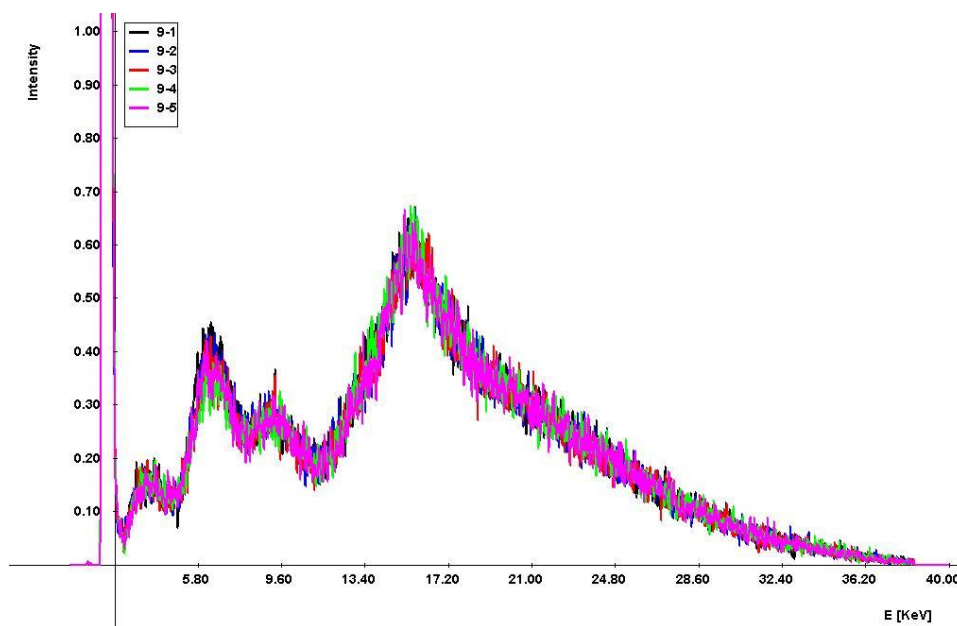
Obr. 24 Měření nehomogenit na třech vrstvách na podkladu z titanu

Na obr. 24 je patrné i větší potlačení vlivu nehomogenit na spektrální čáru titanu, ale je zde také vidět větší rozptyl v případě spektrálních čar odpovídajících kompozitu.



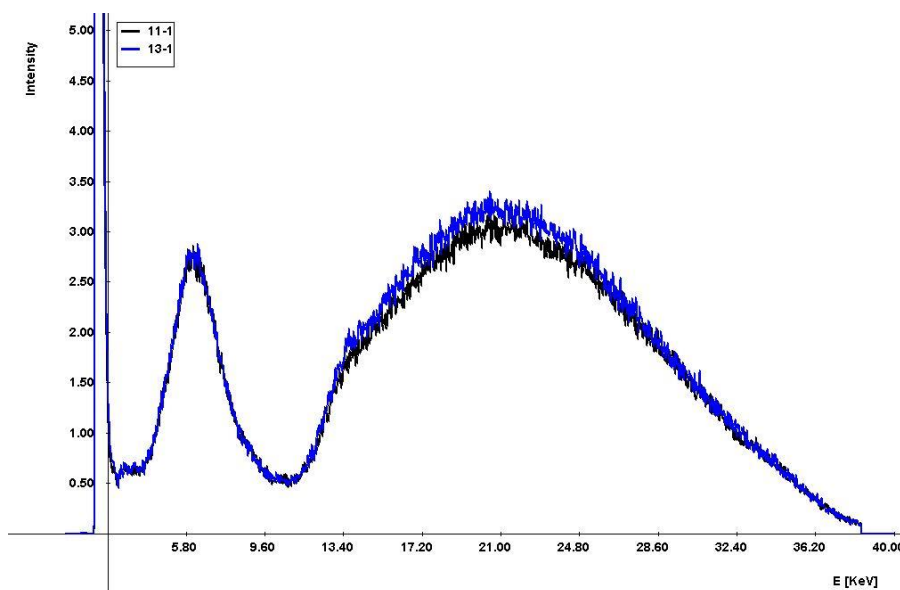
Obr. 25 Měření třech vrstev na podkladu ze zirkonia

Obr. 25 ukazuje, podobně jako v případě titanu, jak rostoucí tloušťka kompozitu potlačuje podíl spektrální čáry zirkonia v celkovém spektru. Zde je měřeno na podkladu ze zirkonia a na třech vrstvách kompozitu.



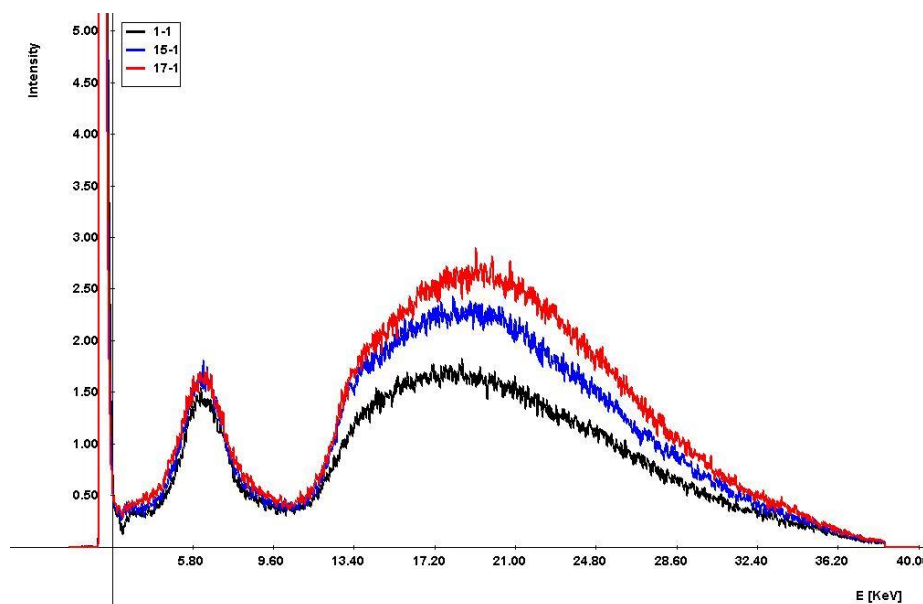
Obr. 26 Měření nehomogenit na třech vrstvách na podkladu ze zirkonia

Opět jako v případě podkladu z titanu ukazuje obr. 26, že při měření na třech vrstvách kompozitu na podkladu ze zirkonia se méně projevují nehomogenity na změny spektrálních čarách zirkonia, ale více na spektrálních čarách kompozitu.



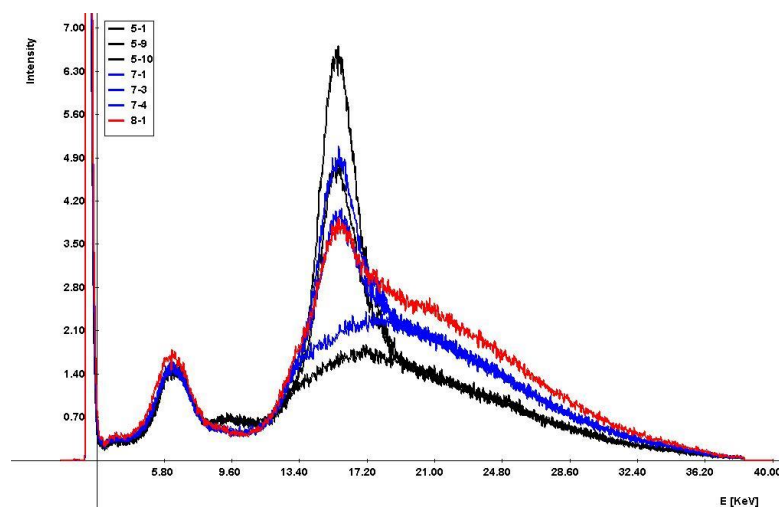
Obr. 27 Měření dvou a tří vrstev na podkladu z hliníku

Obr. 27 ukazuje porovnání výsledných spekter měřených na podkladu z hliníku s rozdílným počtem vrstev kompozitu. Z obrázku je patrný nárůst intenzity spektrálních čar kompozitu s rostoucí měřenou vrstvou.



Obr. 28 Měření jedné, dvou a tří vrstev na podkladu z titanu

Obr. 28 ukazuje změny spekter na podkladu z titanu se změnou tloušťky kompozitu. Opět je patrný růst intenzity spektrálních čar kompozitu vlivem narůstající tloušťky kompozitu.



Obr. 29 Měření na podkladu ze Zirkonia

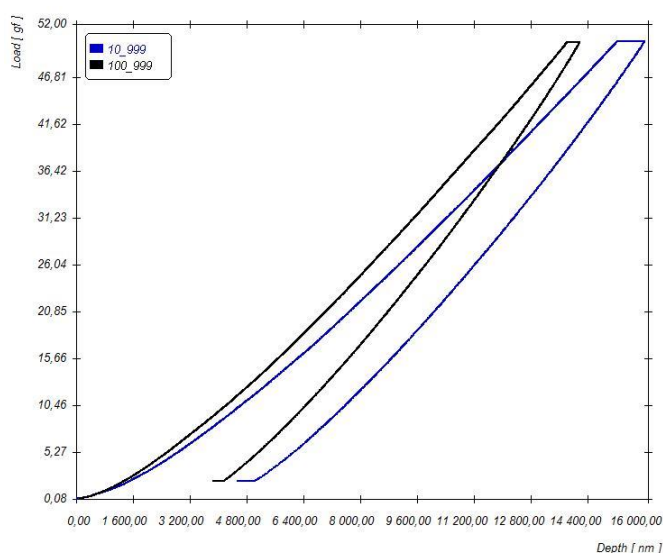
Na obr. 29 je patrný vliv rostoucí tloušťky kompozitu na celkové spektrum skládající se ze spektrálních čar kompozitu a podkladu ze zirkonia. Jednak je patrný pokles intenzity spektrální čáry zirkonia a růst intenzity spektrálních čar odpovídajících kompozitu a jednak vliv nehomogenních oblastí kompozitu.

8.1.2 Měření nanoindentorem

Nanoindentační měření byla prováděna při různých modech měření, při různých velikostech maximálního zatížení a pro optimalizaci parametrů též při různých rychlostech zatěžování a různé časové prodlevě při maximálním zatížení.

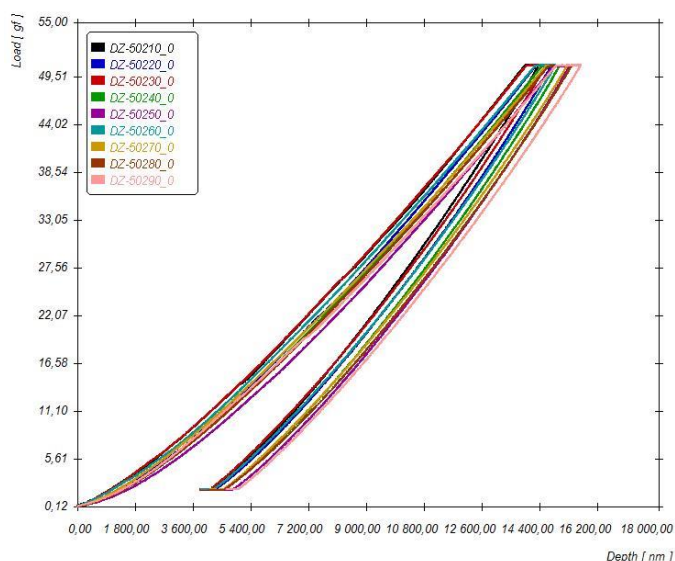
Nejdříve byla provedena měření módem 2, při kterém se zaznamenává indentační křivka, tj. záznam závislosti hloubky proniknutí indentoru v závislosti na normálové síle, a to v celém průběhu zatěžovacího cyklu, při zatěžování, v časové prodlevě při maximálním zatížení a při odlehčování. Měření byla prováděna při různé hodnotě maximálního zatížení, a to z důvodu získání informací o vlastnostech a chování, jak v povrchových vrstvách, tak v různých hloubkách pod povrchem materiálu. Největší zatížení použitelné pro měření bylo 50 g vzhledem k omezené hloubce měření dané přístrojem.

Měření na obr. 30 bylo provedeno s maximální časovou prodlevou v maximální hodnotě zatížení nastavenou na hodnotu 50 g. Měření byla provedena s různou rychlostí zatěžování.



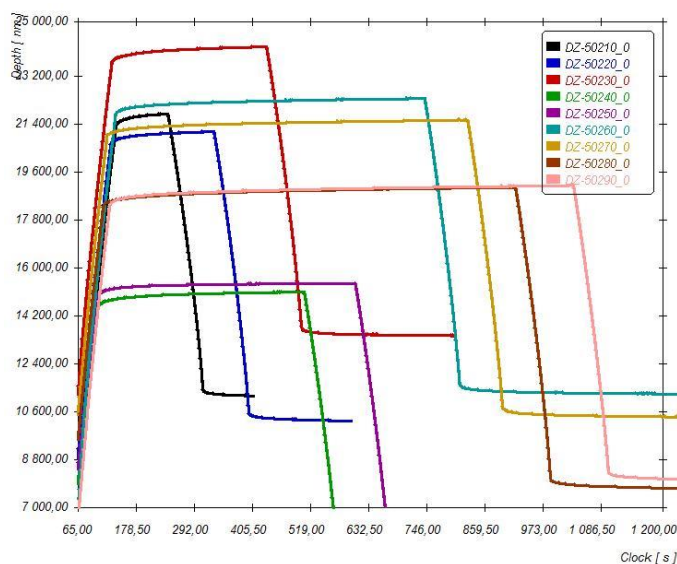
Obr. 30 Měření při různé rychlosti zatěžování a při maximální časové prodlevě (mód 2)

Z obrázku (obr. 30) je vidět, že při pomalejší rychlosti zatěžování (černá křivka) dochází v průběhu zatěžování k postupnému zpevnování, a tím dochází k menší hloubce proniknutí při tomto měření. Při časové prodlevě již nedochází k tak výraznému pokračování nárůstu hloubky proniknutí.



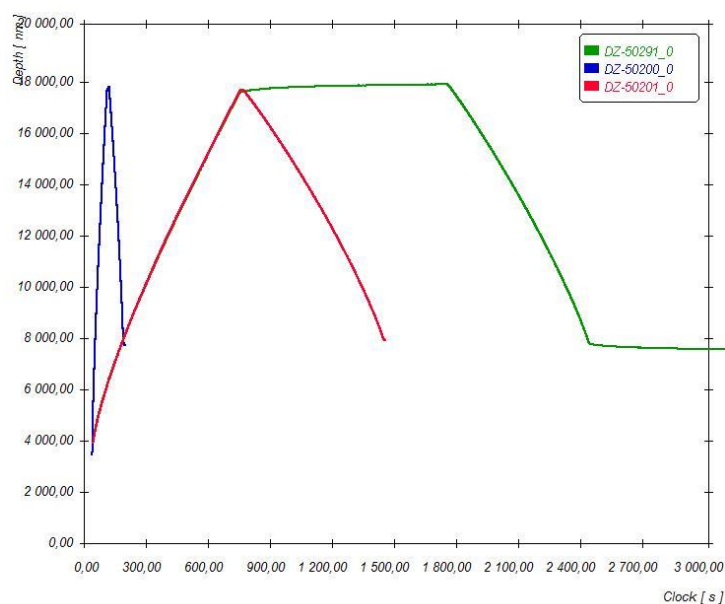
Obr. 31 Porovnání měření při různé časové prodlevě (mód 2)

Obr. 31 ukazuje změny v průběhu indentačních křivek měřených na kompozitním materiálu při různých velikostech časové prodlevy při maximálním zatížení. Je vidět, že ve všech měřeních dochází s růstem časové prodlevy k růstu hloubky proniknutí indentoru, což ukazuje, že ve všech případech kompozitní materiál ještě pracuje vlivem zatížení, i když již zatížení nenarůstá.



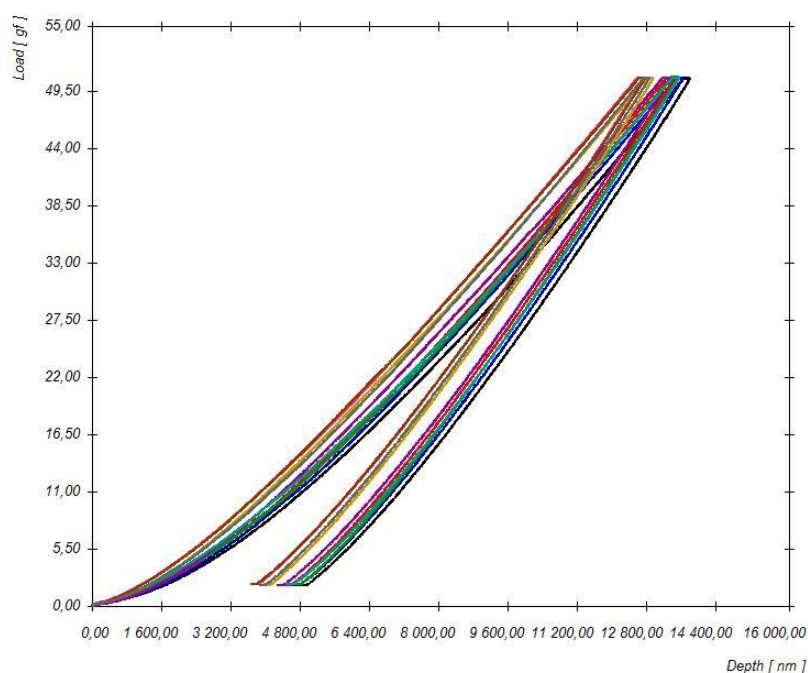
Obr. 32 Měření při různé časové prodlevě- závislost hloubky a času (mód 2)

Na tomto obrázku (obr. 32) jsou výrazněji vidět změny při různé velikosti časové prodlevy. Je patrné, že rychlost deformace při maximálním zatížení je v podstatě srovnatelná, a tudíž změna hloubky závisí zejména na době časové prodlevy.



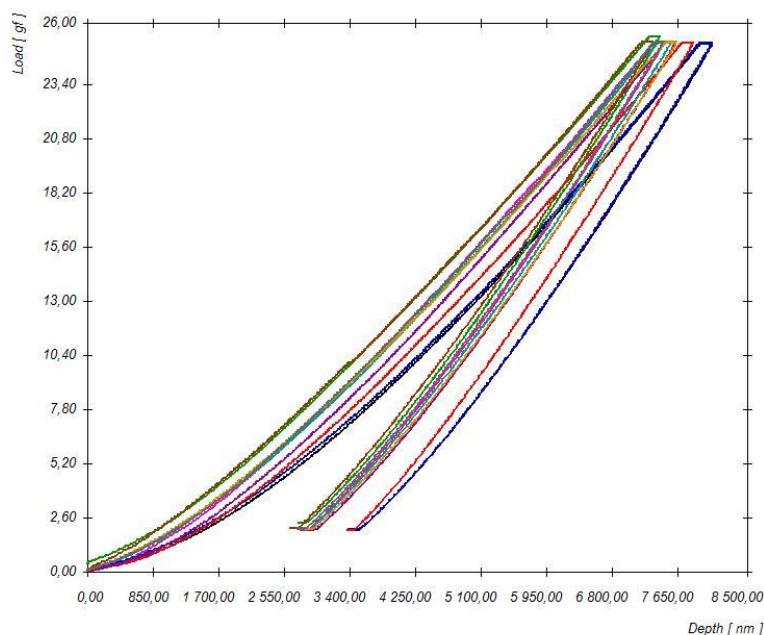
Obr. 33 Měření při různých časové prodlevě – závislost hloubky a času (mód 2)

Obr. 33 ukazuje vliv rychlosti zatěžování a vliv časové prodlevy při maximálním zatížení. V případě pomalého zatěžování dochází ke zpevnování během indentace a časová prodleva má vliv na maximální hloubku proniknutí. Není ovšem patrný vliv na průběh odlehčování. Jiný průběh zatěžování a odlehčování je patrný při rychlejší deformaci.



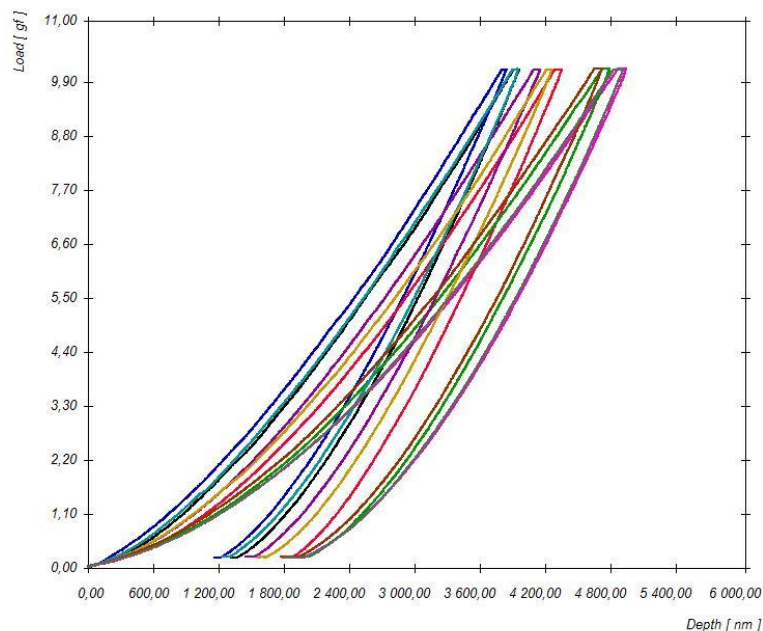
Obr. 34 Porovnání měření se zatížením 50g v různých lokalitách (mód 2)

Obr. 34 ukazuje rozptyl měření přes vybranou oblast odrážející nehomogenní rozložení vlastností kompozitu, tj. různý vliv výztuže v jednotlivých lokálních oblastech. Výsledky jsou z měření při maximálním zatížení 50 g.



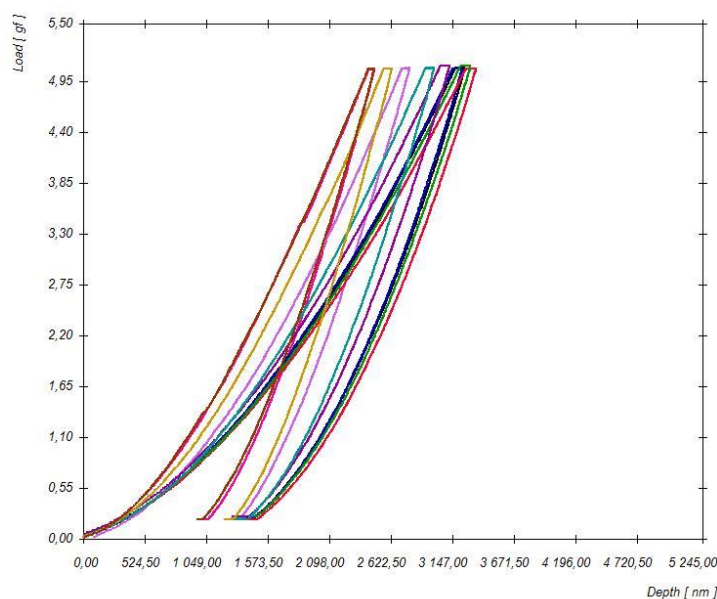
Obr. 35 Porovnání měření se zatížením 25g v různých lokalitách (mód 2)

Tento obrázek (obr. 35) ukazuje rozptyl vlastností, podobně jako u předchozího obrázku, dokumentovaný při měření s maximálním zatížením 25 g. Rozptyl se zvětšuje vlivem větší citlivosti měření.



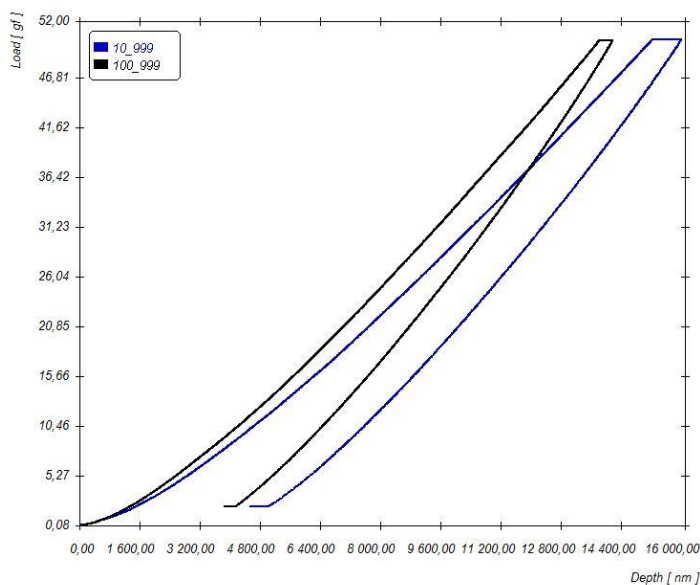
Obr. 36 Porovnání měření se zatížením 10g v různých lokalitách (mód 2)

Při dalším poklesu maximálního zatížení, jak je vidět z obr. 36, se ukazuje citlivost měření k lokálním vlastnostem. Z toho lze usuzovat, že tato měření mohou dokumentovat rozložení mechanických vlastností přes vybranou oblast kompozitu.



Obr. 37 Porovnání měření při zatížení 5g v různých lokalitách (mód 2)

Obr. 37 ukazuje, že s dalším poklesem rozptýl dále nenarůstá vzhledem k tomu, že měření zasahuje více povrchové oblasti kompozitu, kde je významnější podíl matrice oproti výztuži.

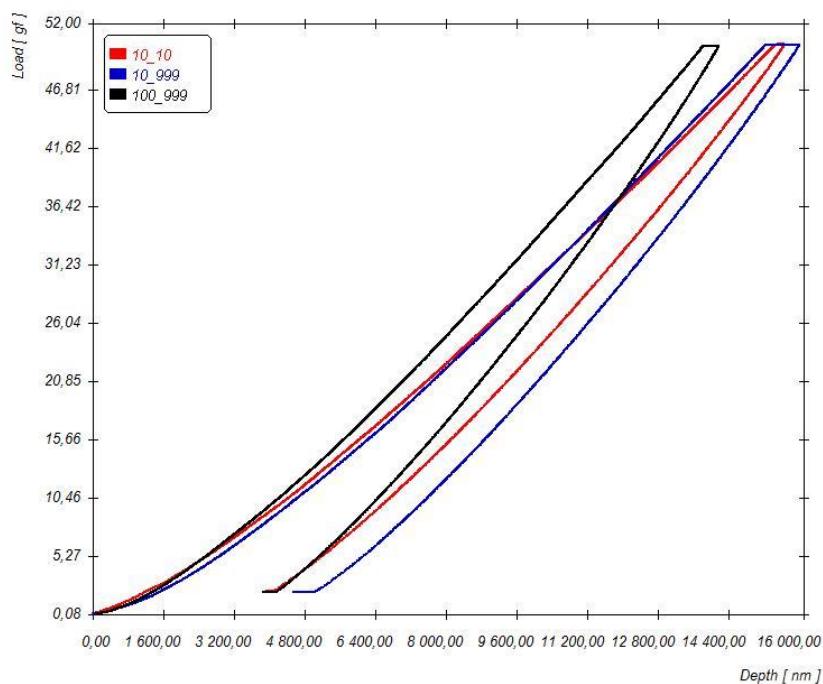


Obr. 38 Porovnání měření při zatížení 50g s různými časovými prodlevami (mód 2)

Při dalším měření (obr. 38) byl zjišťován vliv různých parametrů nanoindentace na průběh indentačních křivek. Zejména se jedná o vliv rychlosti zatěžování a vliv časové prodlevy při maximálním zatížení. Z obr.38 i z tab. 1 je patrné, že s klesající rychlostí zatěžování se materiál v průběhu indentace více zpevňuje a vzhledem k většímu zpevnění při maximální časové prodlevě pokračuje deformace do menší hloubky kompozitního materiálu.

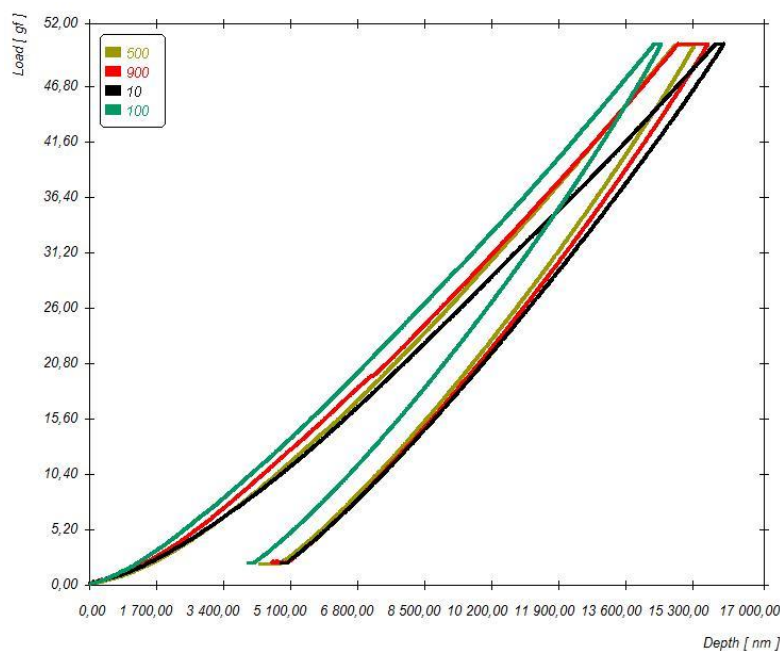
Kompozitní materiál zatížení 50g						
Rychlost	Prodleva [s]	Hloubka [nm]			Plastická deformace	Elastická deformace
		Při max. zatížení	Na konci časové prodlevy	Po odlehčení		
10	999	15168	15897	5018	30,9%	69,1%
100	999	13738	14102	4121	26,4%	73,6%

Tab.: 1 Porovnání měření kompozitního materiálu při zatížení 50g s různými parametry zatěžování



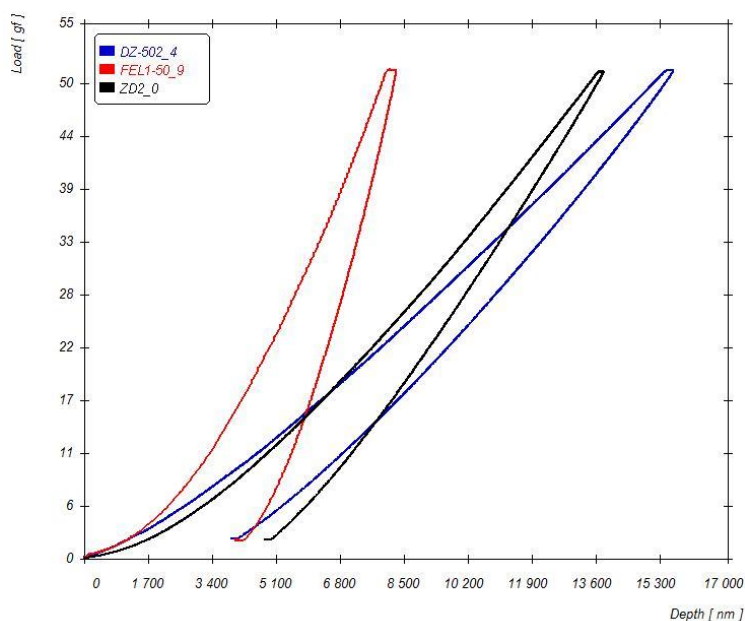
Obr. 39 Porovnání měření při zatížení 50g s různými parametry zatěžování (mód 2)

Další obrázek (obr. 39) ukazuje souhrn křivek s doplněním ještě o indentační křivku s větší rychlostí zatěžování a malou časovou prodlevou. Z tohoto obr. je patrné, že průběh křivky je podobný jako při stejné rychlosti zatěžování lišící se jen časovou prodlevou při maximálním zatížení. Je patrný také rozdíl v pokračování deformace při maximálním zatížení.



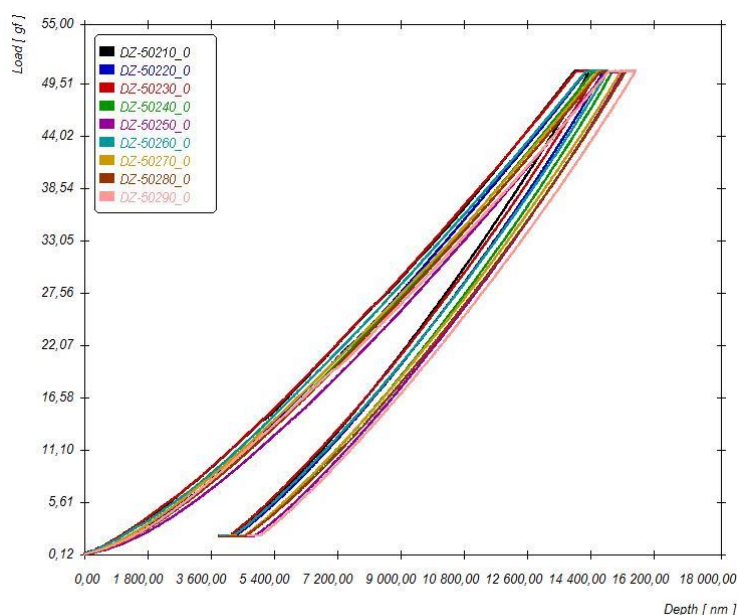
Obr. 40 Porovnání měření při zatížení 50g s různými časovými prodlevami (mód 2)

Tento obrázek (obr. 40) odráží vliv časové prodlevy. Je patrný nárůst deformace s prodlužováním časové prodlevy téměř v lineární podobě. Rozdíl u zelené křivky je dán lokální změnou vlastností.



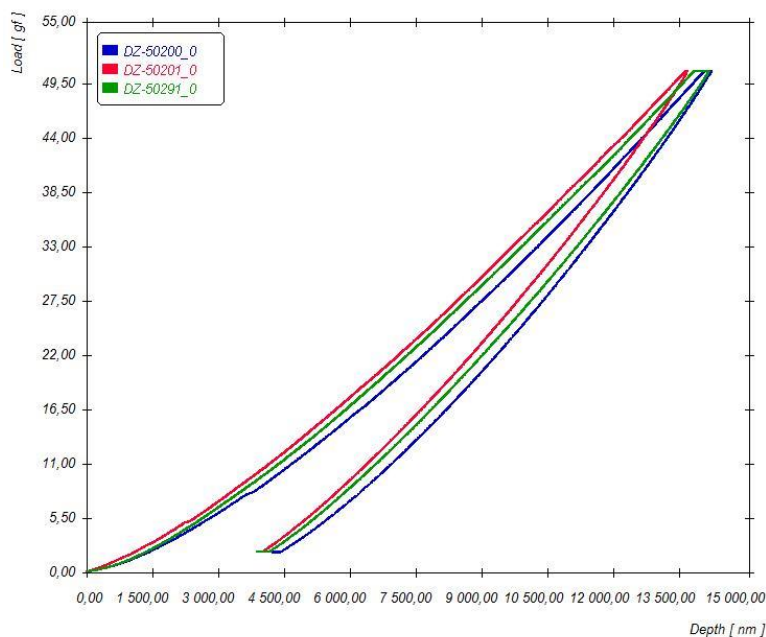
Obr. 41 Porovnání měření různých stavů materiálu a různého uchycení (mód 2)

Při experimentech byl zjišťován vliv stavu materiálu a vliv uchycení vzorku při měření (obr. 41). Rozdílný stav je zachycen červenou a černou křivkou a ukazuje na růst elasticity s časem stárnutí kompozitního materiálu. Rozdíl mezi černou a modrou křivkou je dán vlivem rozdílného uchycení, což ukazuje potřebu věnovat se důkladně nejen přípravě vzorku, samotnému měření, ale i přípravě uchycení vzorku.



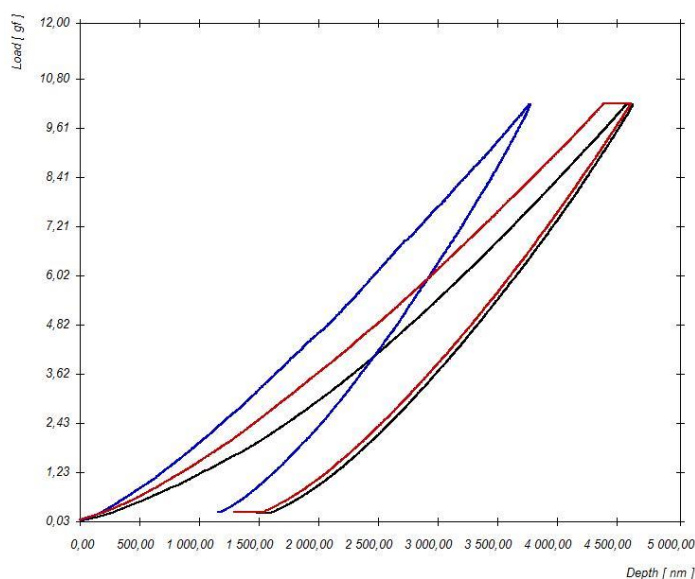
Obr. 42 Porovnání měření při zatížení 50g s různými rychlostmi zatěžování (mód 2)

Obr. 42 ukazuje vliv rychlosti zatěžování na průběh deformace povrchu kompozitního materiálu. Je patrné, že s klesající rychlostí zatěžování dochází ke zpevňování povrchu kompozitu vlivem indentace. Tento nárůst je pravděpodobně lineární s poklesem rychlosti zatěžování.



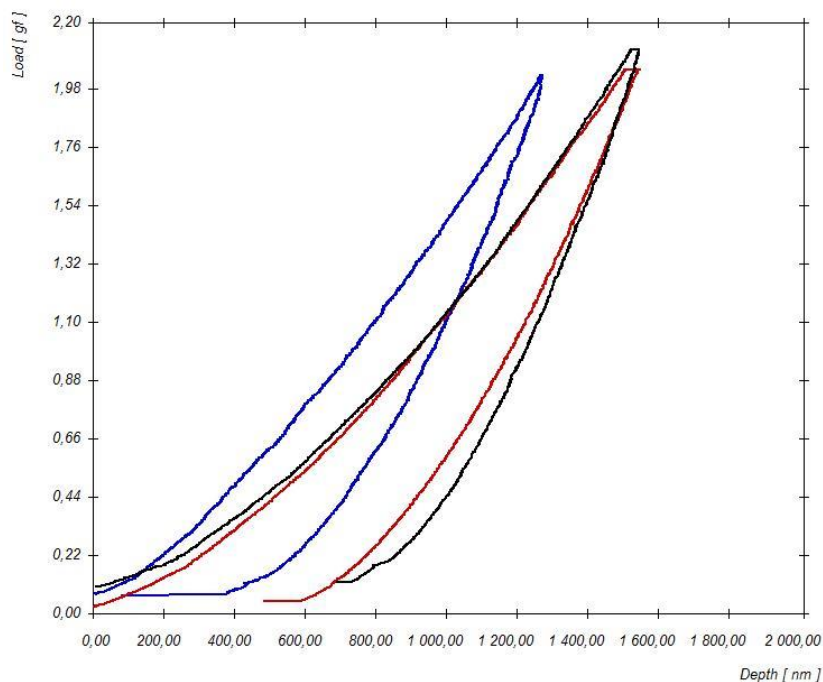
Obr. 43 Porovnání měření při zatížení 50g s různými rychlostmi zatěžování a s různou časovou prodlevou (mód 2)

Obr. 43 ukazuje vliv jak rychlosti zatěžování, tak vliv doby v časové prodlevě na průběh indentačních křivek. Zelená a červená křivka ukazují postupné zpevňování pomalejším vnikáním indentoru. Deformace v delší časové prodlevě na zelené křivce ukazuje na pokračující růst deformace.



Obr. 44 Porovnání měření při zatížení 10g s různými rychlostmi zatěžování a s různou časovou prodlevou (mód 2)

Výrazný vliv rychlosti zatěžování a délky časové prodlevy je patrný i při menší maximální zátěžné síle 10 g (obr. 44). Opět je patrné větší zpevnování při menší rychlosti zatěžování (modrá křivka). Posun křivek červené a černé je dán lokálními vlastnostmi. Přesto je patrný výrazný nárůst deformace při delší časové prodlevě při maximálním zatížení (červená křivka).

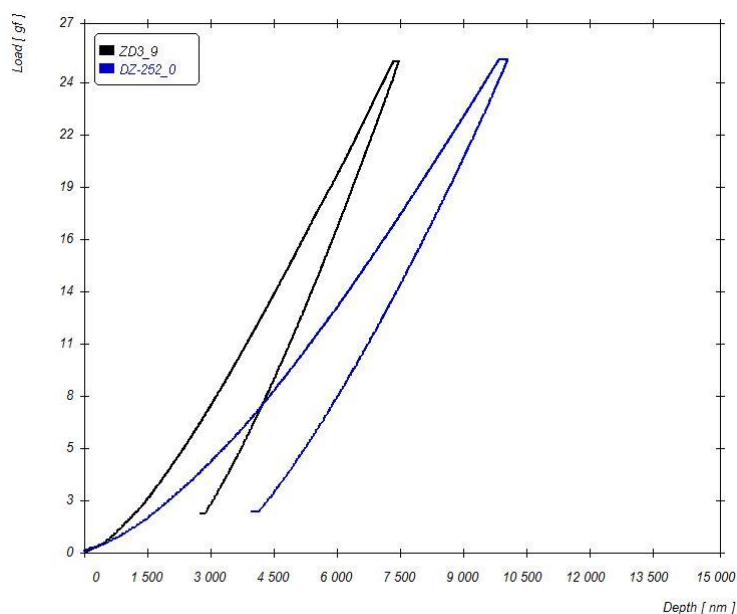


Obr. 45 Porovnání měření při zatížení 2g s různými rychlostmi zatěžování a s různými prodlevami (mód 2)

Na obr. 45 je dosahováno menších rozdílů v pokračující deformaci při maximálním zatížení v časové prodlevě s různou délkou. Přesto je zde patrný rozdíl, jak dokazuje i tab. 2, v rychlosti zatěžování, kde opět při menší rychlosti zatěžování dochází ke zpevnování povrchu kompozitního materiálu.

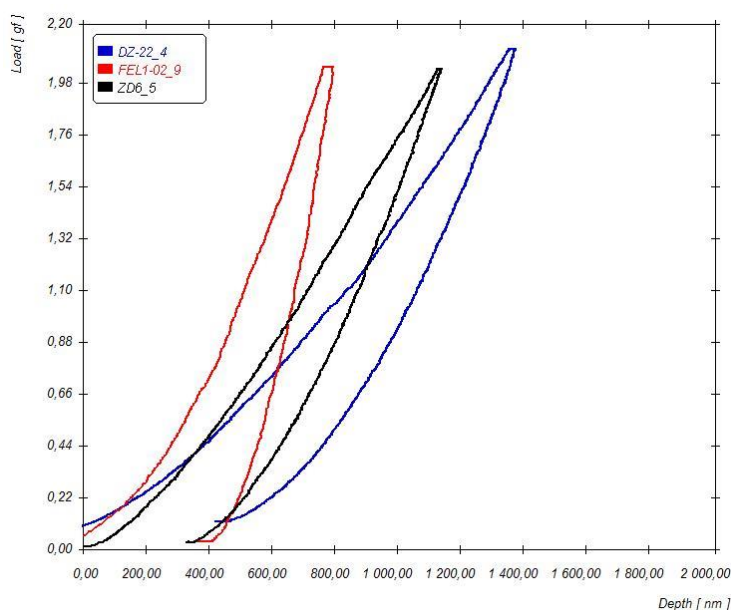
Kompozitní materiál zatížení 2g						
Rychlost	Prodleva [s]	Hloubka [nm]			Plastická deformace	Elastická deformace
		Při max. zatížení	Na konci časové prodlevy	Po odlehčení		
100	10	1262	1264	373	40,8%	59,2%
10	999	1501	1532	585	40,6%	59,4%
10	10	1514	1538	719	48,7%	51,3%

Tab.: 2 Porovnání měření různých parametrů zatěžování při zatížení 2g



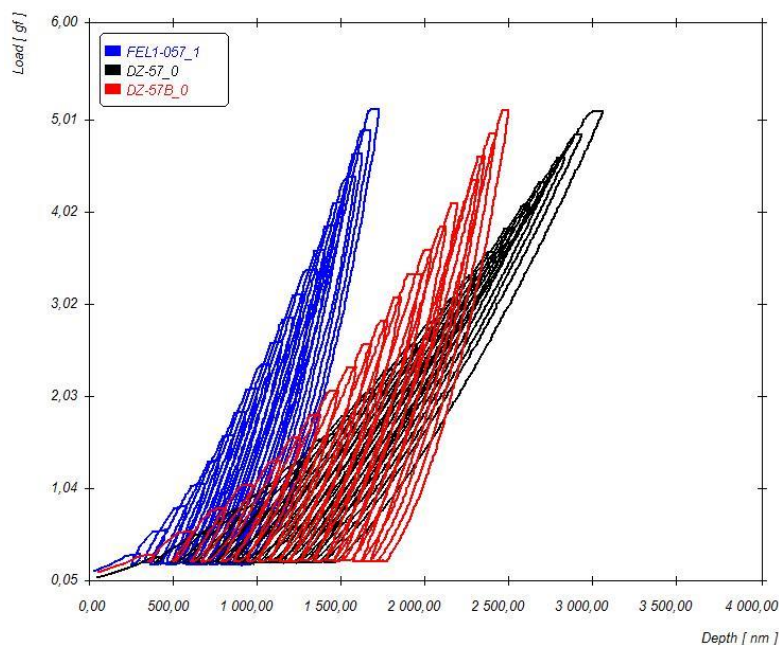
Obr. 46 Porovnání měření při různém uchycení vzorku při zatížení 25g (mód 2)

Na obr. 46 je patrný opět vliv rozdílného uchycení vzorku kompozitu. V případě nevhodného uchycení se materiál chová jako by měl větší elastickou deformaci (modrá křivka).



Obr. 47 Porovnání měření různých stavů materiálu a různého uchycení při zatížení 2g (mód 2)

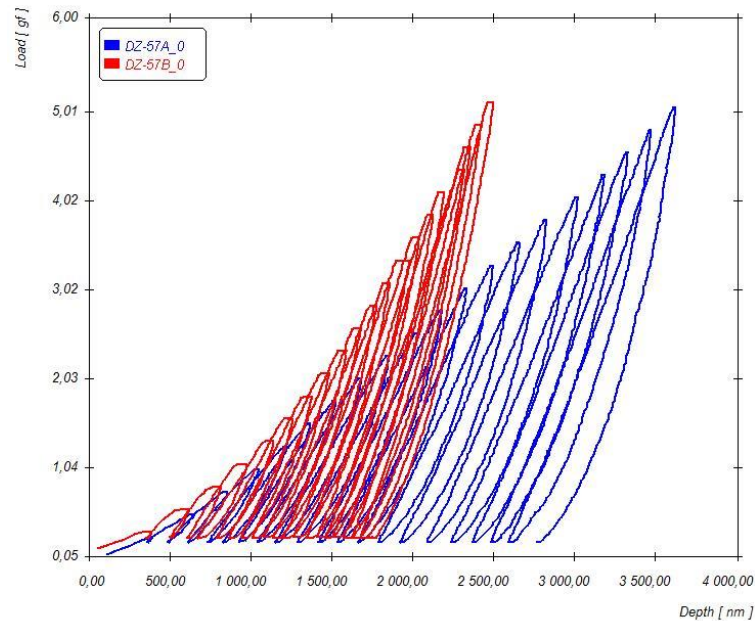
Výrazný vliv uchycení je patrný též na obr. 47, z čehož můžeme pozorovat, že i při malých normálových silách se projeví způsob uchycení. Jak ukazují výsledky, nejsou úvahy, že síly jsou velmi malé, a tudíž způsob uchycení nemá vliv, správné. Navíc je z obr. patrná změna stavu kompozitního materiálu s odstupem času vlivem stárnutí. Rozdíl je patrný mezi křivkami červená a černá, kdy dochází při stárnutí k růstu elasticity dané pravděpodobně postupnou ztrátou kompaktnosti kompozitu.



Obr. 48 Porovnání měření různých stavů kompozitního materiálu (modrá, červená) a s různým uchycením (červená, černá) při rychlosti 10 a s prodlevou 10s (mód 7)

Na obr. 48 je porovnání cyklických indentačních křivek s různým uchycením (černá a červená) a porovnání dvou rozdílných stavů. Je nutné dbát na způsob uchycení,

kteří může vyvolat výraznější elasticitu ve výsledku. Porovnání dvou stavů ukazuje na měřitelnost rozdílů pomocí cyklické indentace.

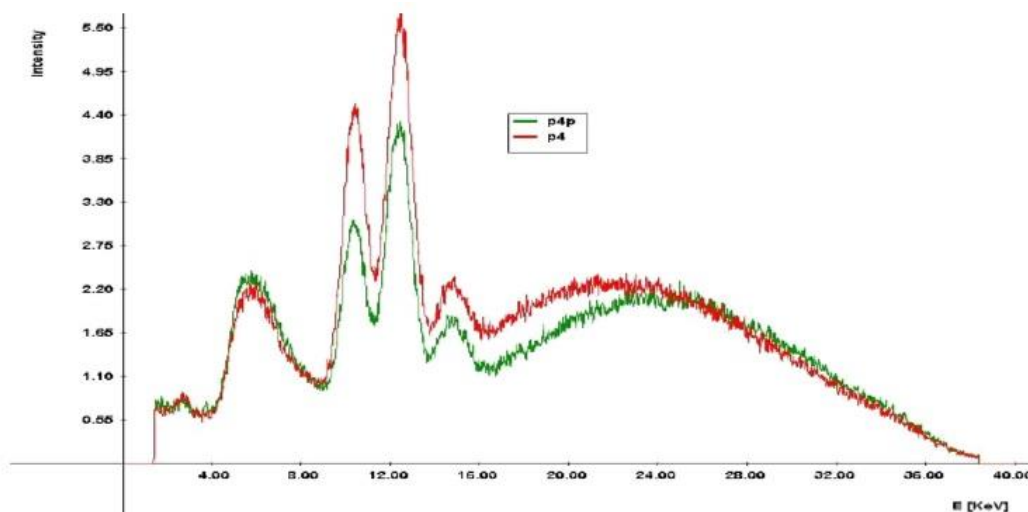


Obr. 49 Porovnání měření kompozitního materiálu při různých rychlostech zatěžování (modrá 100, červená 10) (mód 7)

Na obr. 49 je patrný vliv rozdílné rychlosti zatěžování na průběh cyklických indentačních křivek. Při pomalejším zatěžování (modrá křivka) dochází k hlubšímu pronikání indentoru. V časové prodlevě při maximálním zatížení ovšem deformace pokračuje do menší hloubky než v případě křivky s rychlejší rychlostí zatěžování.

8.2 Polymerní materiál Ongrolit LEV 525

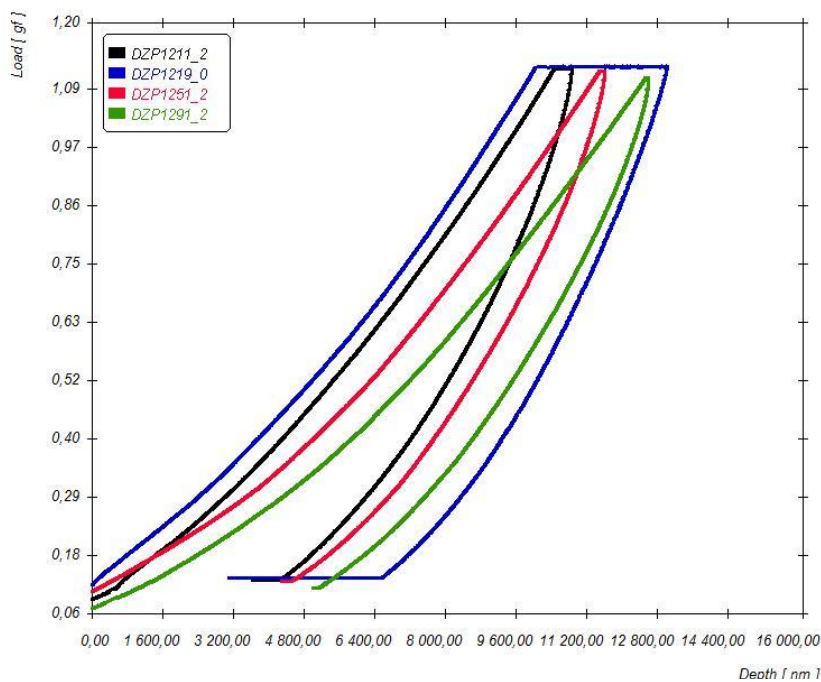
8.2.1 Měření rentgenovou fluorescencí



Obr. 50 Porovnání měření vystárnutého a nevystárnutého polymerního materiálu LEV

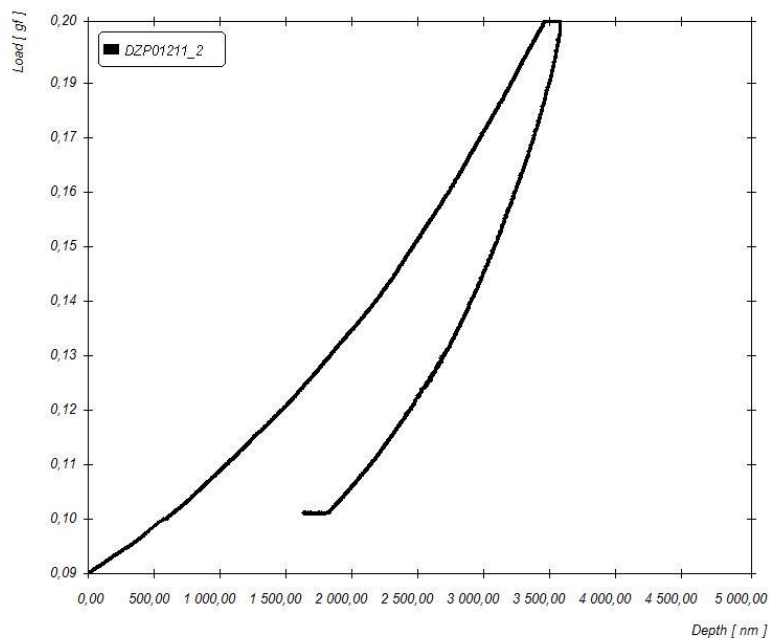
Na obr. 50 je patrný rozdíl mezi intenzitou spektra vystárnutého a mezi intenzitou nevystárnutého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525.

8.2.2 Měření nanoindentorem

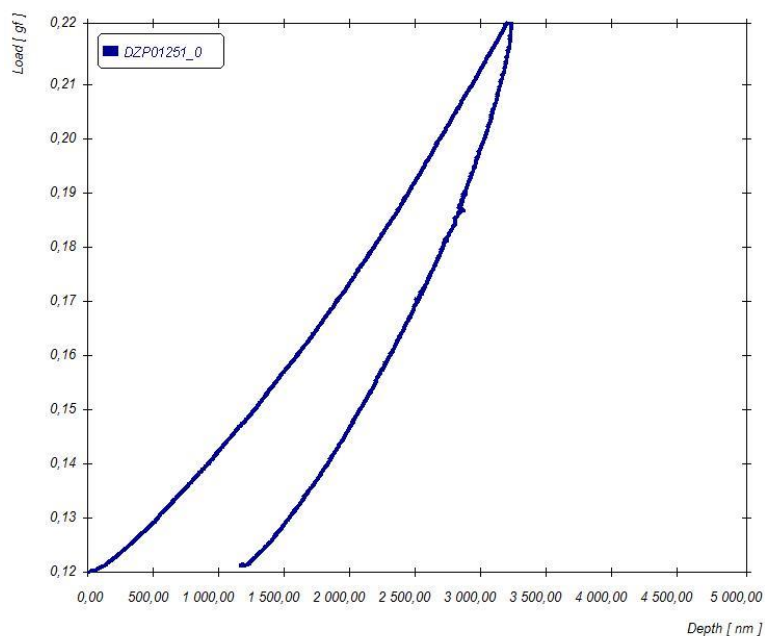


Obr. 51 Porovnání měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s různými parametry zatěžování při zatžení I_g

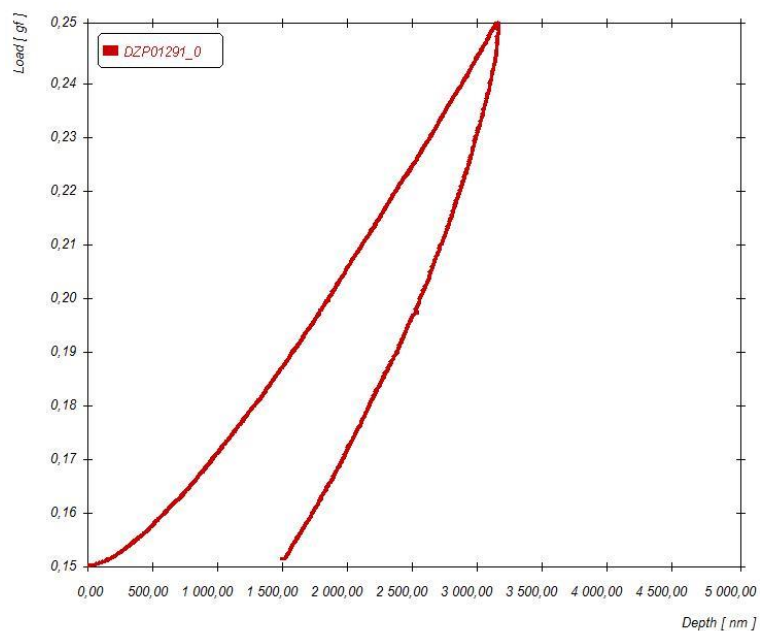
Vliv rychlosti zatěžování a vliv délky časové prodlevy při maximálním zatížení byl sledován též při měření na polymerním materiálu Lev (obr. 51). Je patrné, že s pomalejší rychlostí zatěžování dochází k nárůstu deformace a indenter proniká do větší hloubky polymerního materiálu. V případě změny délky časové prodlevy můžeme pozorovat, že s rostoucí délkou časové prodlevy v maximálním zatížení dochází k pokračování deformace a pronikání indentoru do větší hloubky.



Obr. 52 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,1 g při rychlosti zatěžování 10

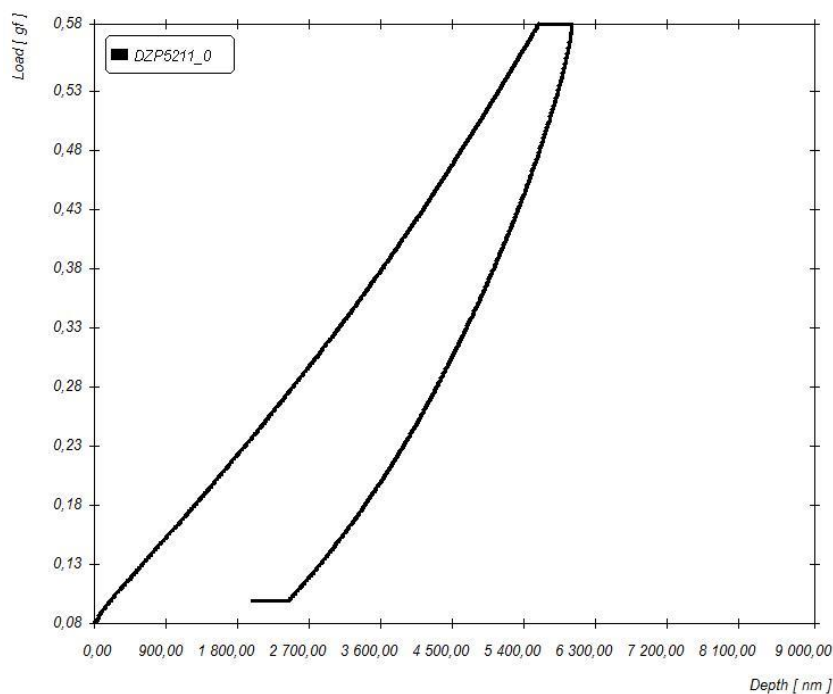


Obr. 53 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,1 g při rychlosti zatěžování 50

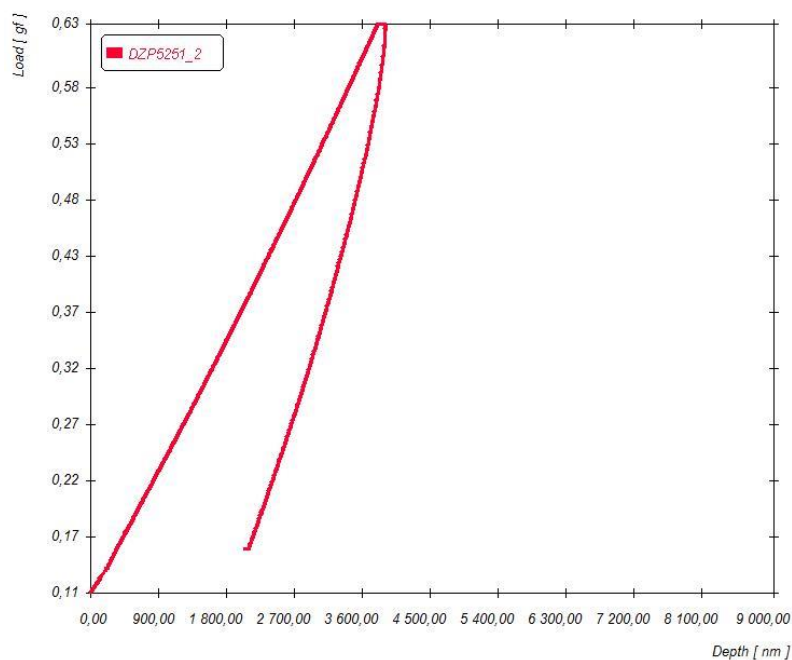


Obr. 54 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatžením 0,1 g při rychlosti zatěžování 100

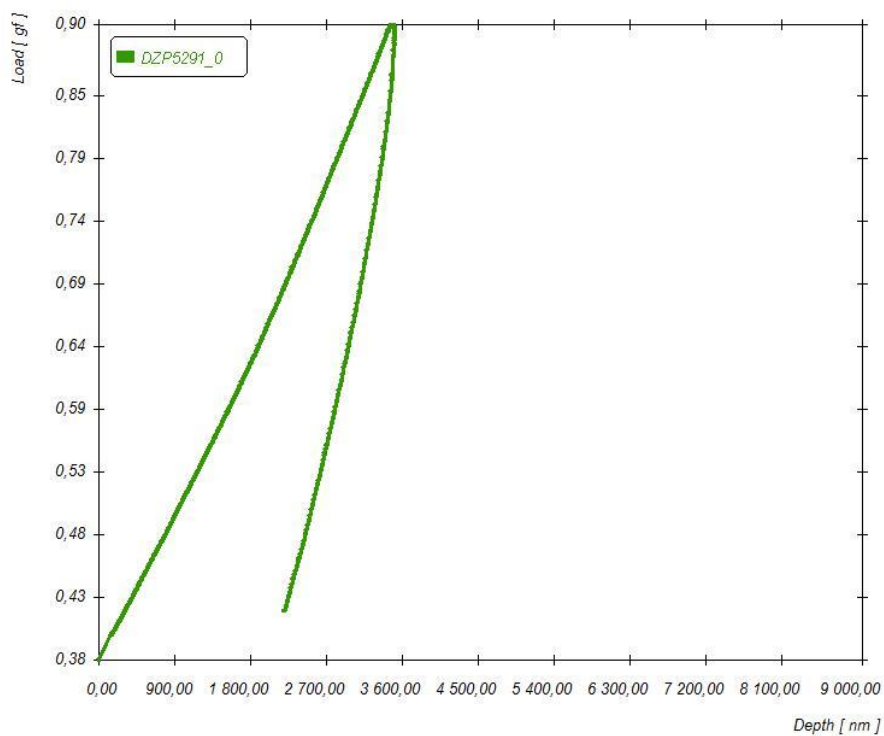
Na třech obr. 52,53, 54 jsou postupně vyobrazeny indentační křivky s rozdílnou rychlostí zatěžování. Je patrné, že při menších normálových zatženích dochází s klesající rychlostí zatěžování ke zpevňování povrchových vrstev polymerního materiálu.



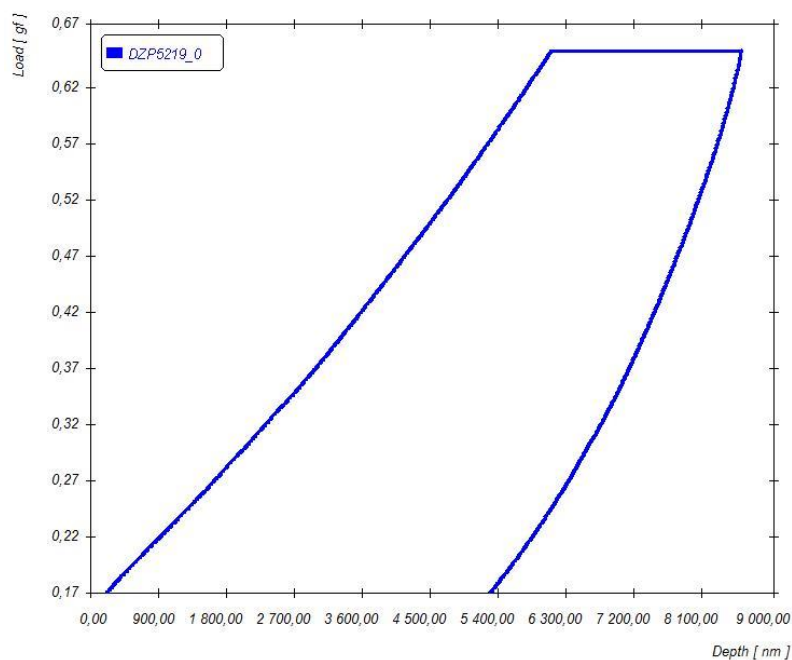
Obr. 55 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatžením 0,5 g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 10s



Obr. 56 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 0,5 g, rychlosti zatěžování 50 a s prodlevou 10s

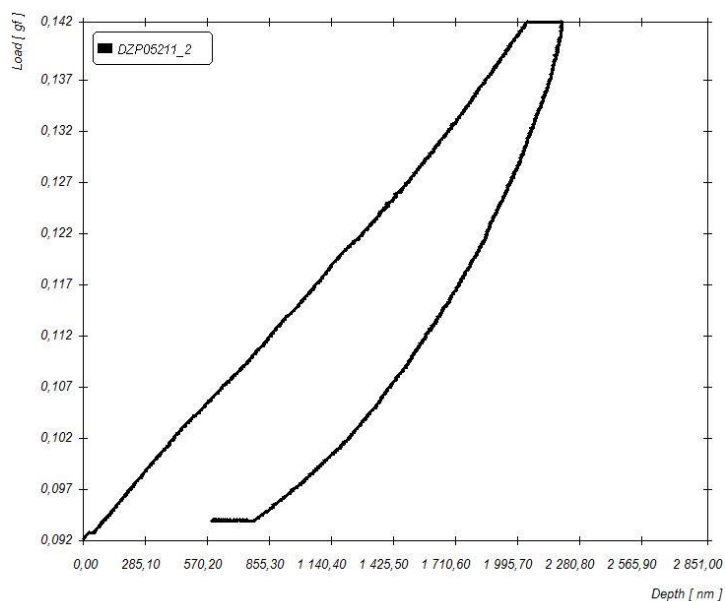


Obr. 57 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,5 g, rychlosti zatěžování 100 a s prodlevou 10s

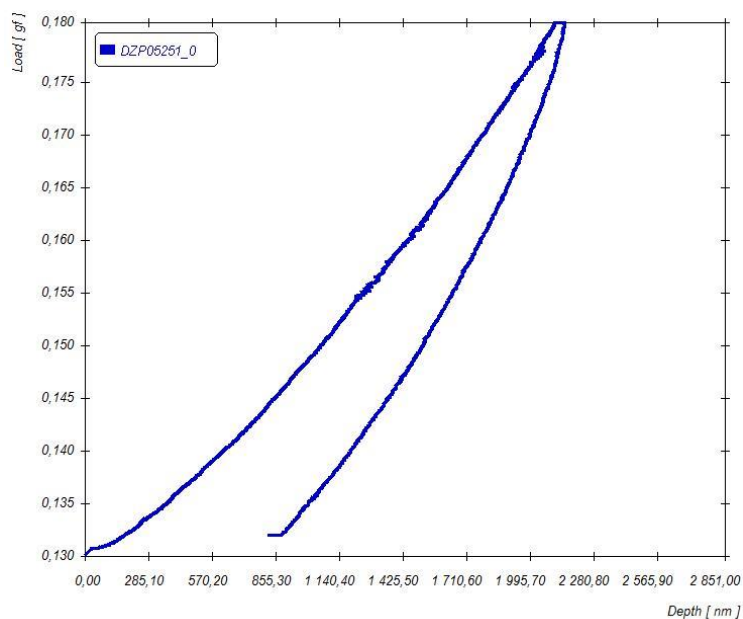


Obr. 58 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,5g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 999s

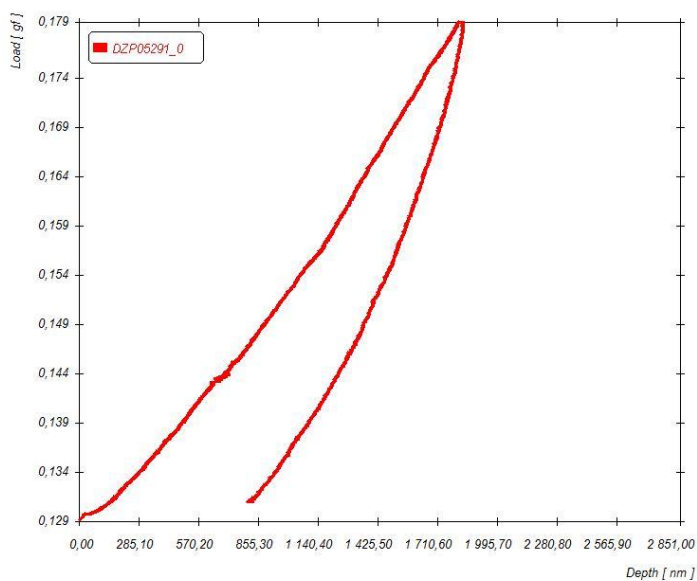
Z obr. 55, 56, 57, 58 je patrné, že při maximálním zatížení 0.5 g je polymerní materiál zpevnován v průběhu indentace více při klesající rychlosti zatěžování. Při delší časové prodlevě dochází k pokračování deformace, přestože se zatížení nezvyšuje.



Obr. 59 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,05g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 10s

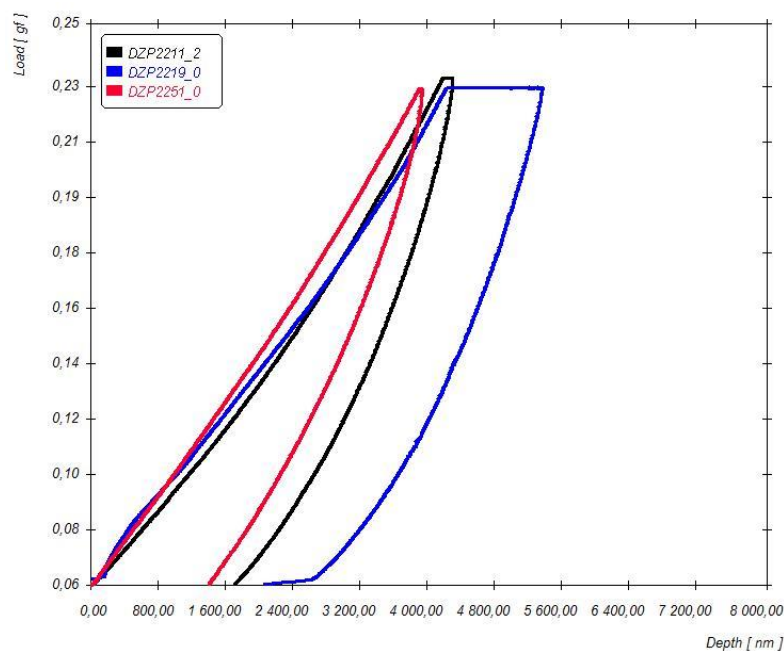


Obr. 60 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,05g, rychlostí zatěžování 50 a s prodlevou 10s



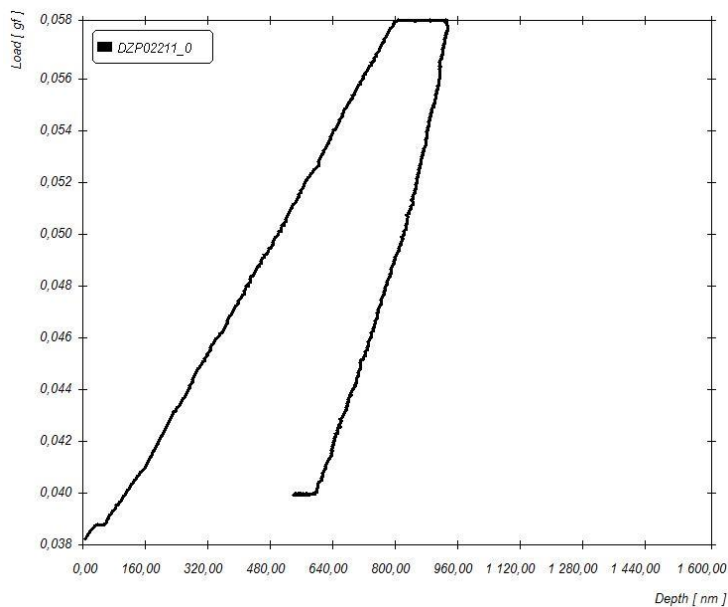
Obr. 61 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,05g, rychlostí zatěžování 100 a s prodlevou 10s

Z těchto obrázků (obr. 59, 60, 61) je patrný stejný průběh jako v případě zatížení 0.5 g, a to takový, že s klesající rychlostí zatěžování dochází k rychlejšímu zpevnování materiálu, a tudíž indenter proniká do menší hloubky polymerního materiálu.

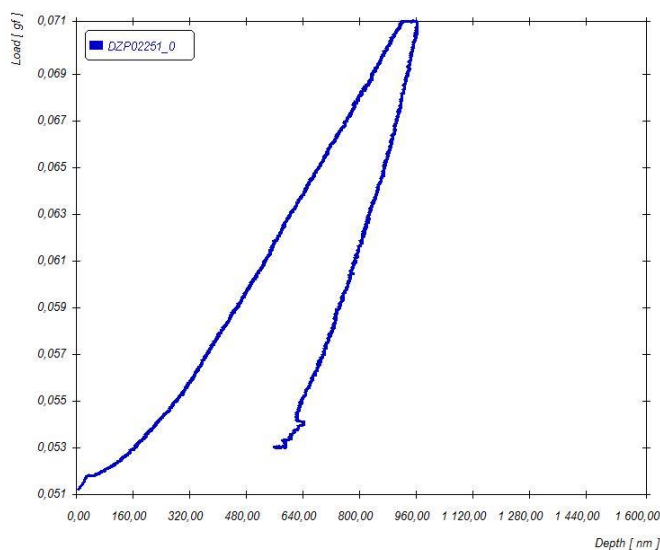


Obr. 62 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatžením 0,2g s různými rychlostmi zatěžování

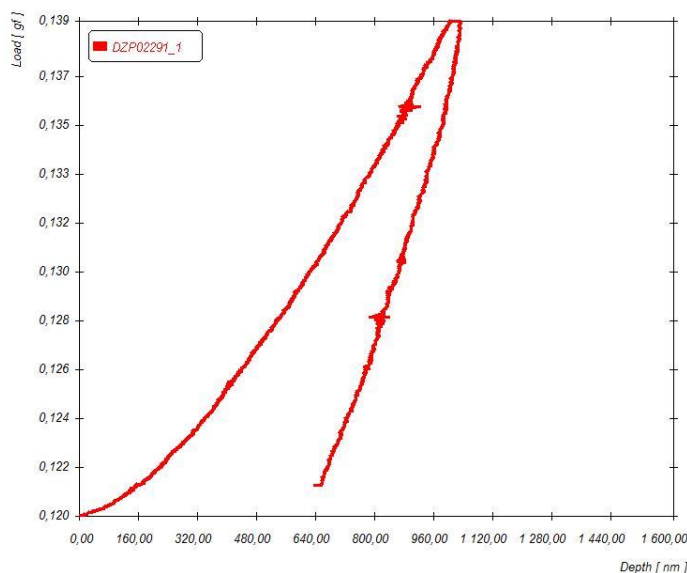
Obr. 62 vyjadřuje vliv rychlosti zatěžování a vliv větší časové prodlevy při maximálním normálovém zatžení. Opět dochází s klesající rychlostí zatěžování k vyššímu zpevnění povrchových vrstev polymerního materiálu vlivem indentačního namáhání. V delší časové prodlevě opět pokračuje deformace, aniž by se zvyšovalo zatžení.



Obr. 63 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatžením 0,02g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 10s

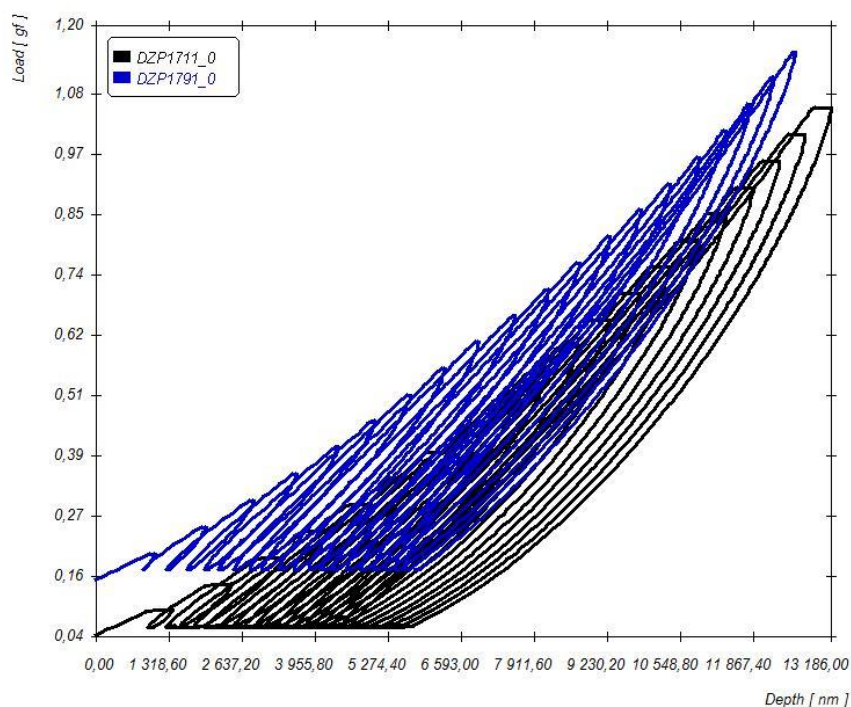


Obr. 64 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatžením 0,02g, rychlostí zatěžování 50 a s prodlevou 10s



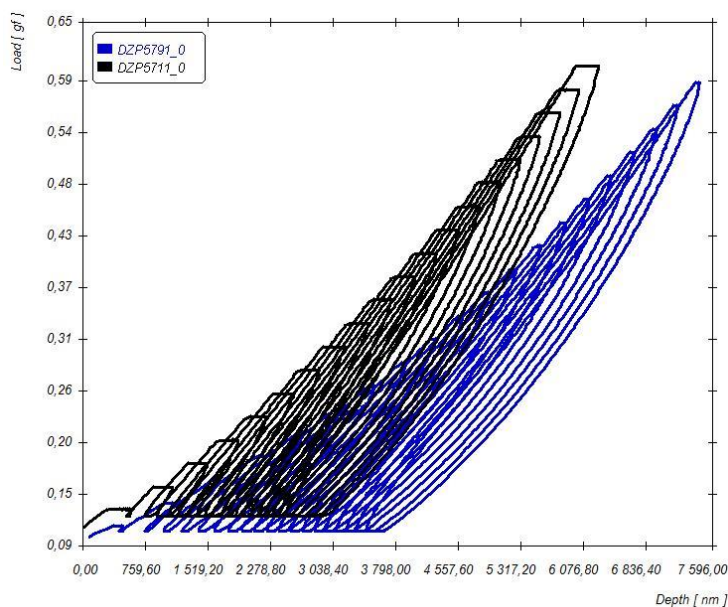
Obr. 65 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatžením 0,02 g, rychlostí zatěžování 100 a sprodlevou 10s

Při nižším zatžení, a tedy při měření přímo v povrchových vrstvách polymerního materiálu, je průběh opačný, a to, že s rostoucí rychlostí zatěžování roste zpevňování polymerního materiálu, což odráží změněné vlastnosti při povrchu polymerního materiálu pravděpodobně vlivem postupného přirozeného stárnutí. (obr. 63, 64, 65)



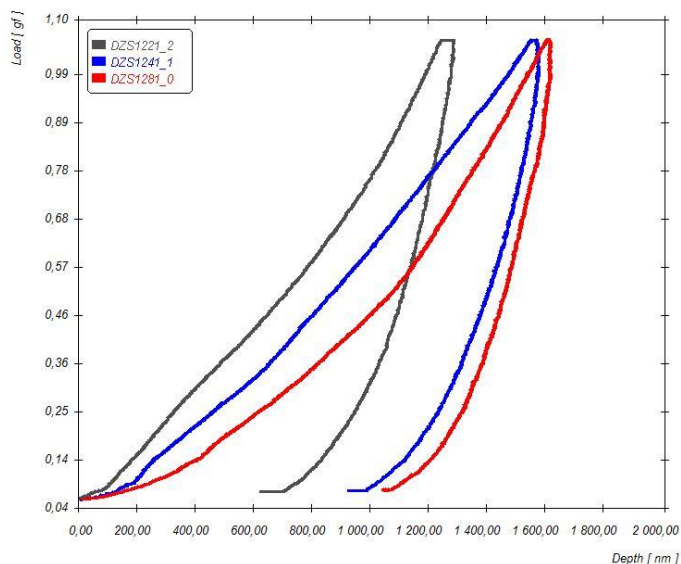
Obr. 66 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 1g s různými rychlostmi zatěžování (mód7)

Obr. 66 ukazuje cyklické indentační křivky při stejném maximálním zatížení a s rozdílnou rychlostí zatěžování. Z obr. je patrné, že při pomalejší rychlosti dochází k většímu zpevnění povrchu polymerního materiálu, což je v souladu s jednoduchými indentačními křivkami. Z tohoto obr. je vidět více informací a probíhající změny jsou patrné výrazněji. Při pomalejším zatěžování dochází ke zhuštění indentačních křivek, což naznačuje větší zpevnění povrchových vrstev. Na druhou stranu počátek indentace ukazuje na rozdíl v povrchových vrstvách, které mají rozdílnější vlastnosti, než jsou vlastnosti hlouběji v polymerním materiálu.



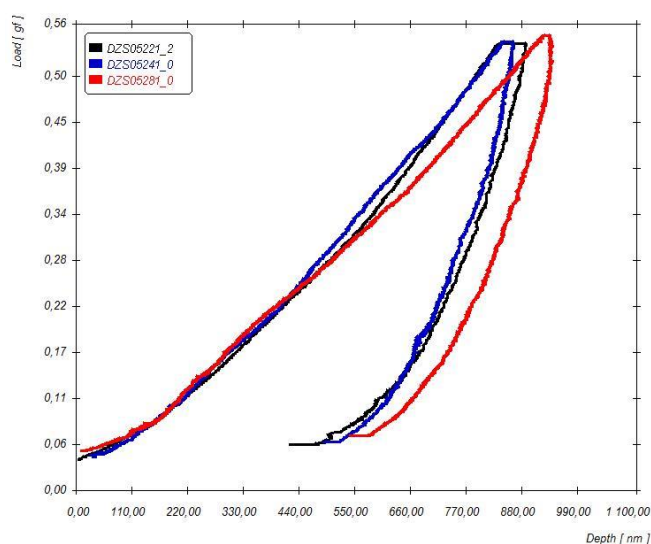
Obr. 67 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s max. zatížením 0,5g s různými rychlostmi zatěžování (mód 7)

Při menším maximálním normálovém zatížení je patrné (obr. 67), že větší zpevnění je v případě rychlejšího zatěžování, ale zhuštění indentačních křivek je v obou případech v různé hloubce polymerního materiálu. Při vyšší rychlosti je zhuštění více soustředěné do počátku indentace. Naopak v případě pomalejšího zatěžování je zhuštění až při pozdější indentaci a v časové prodlevě deformace postupně do hloubky více klesá.



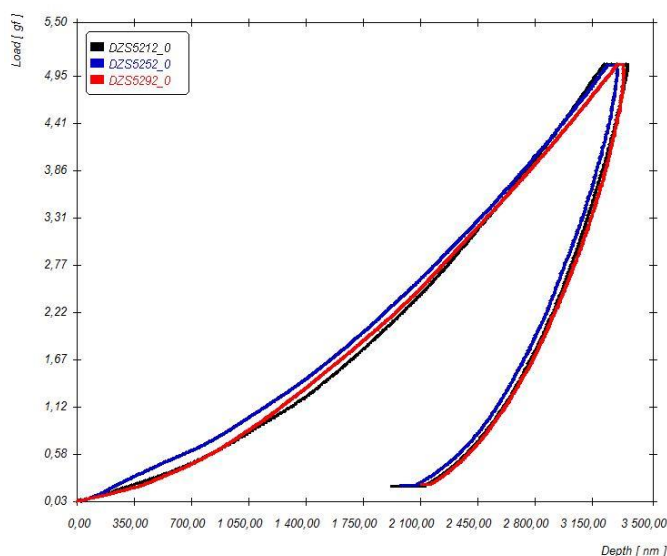
Obr. 68 Měření vystárleho polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 1g s různými rychlostmi zatěžování

Indentační křivky na polymerním materiálu po vystrnutí při maximálním zatížení 1g ukazují (obr. 68), že s klesající rychlostí deformace dochází k hlubšímu pronikání do polymerního materiálu, ale deformace při maximálním zatížení v časové prodlevě klesá v případě snížení rychlosti deformace.



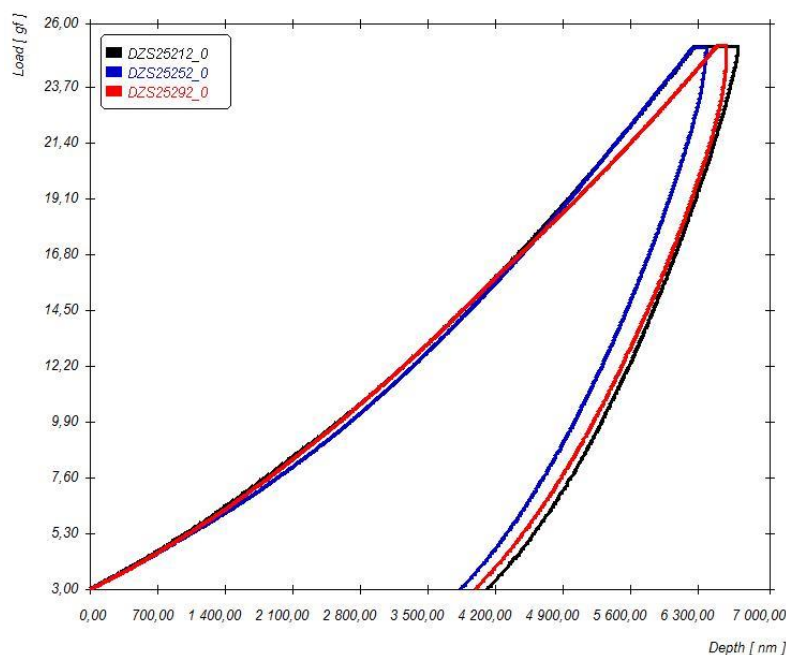
Obr. 69 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 0,5g s různými rychlostmi zatěžování

Při dalším poklesu maximálního normálového zatížení, a to na 0.5 g (obr. 69), se postupně vytrácí rozdíl v indentačních křivkách při zatěžování. Výsledky se ovšem liší velikostí deformace při maximálním zatížení, a to že velikost deformace v prodlevě klesá s klesající rychlostí zatěžování.



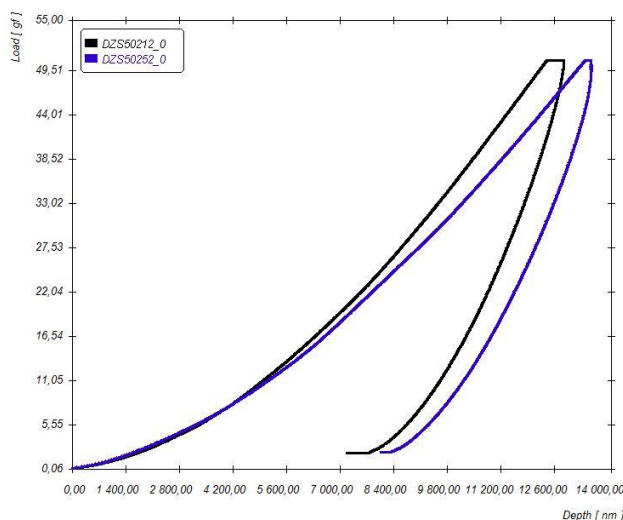
Obr. 70 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 5g s různými parametry zatěžování

Při vyšším maximálním normálovém zatížení je zachycený spíše určitý rozptyl křivek (obr. 70), než závislost na rychlosti zatěžování. Rozdíly jsou ovšem patrné opět v deformaci při maximálním zatížení v časové prodlevě, která je ve všech případech stejná. Nejvyšší deformace v prodlevě vzniká v případě indentační křivky rychlejším nárůstem zatížení.



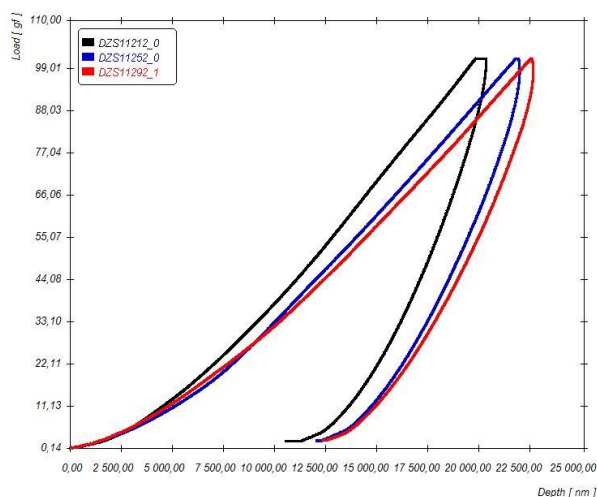
Obr. 71 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s různými parametry zatěžování

Obr. 71 ukazuje indentační křivky při maximálním zatížení 25 g s různou rychlostí zatěžování. Opět je zde patrné, že průběh indentačních křivek zatěžování se výrazně neliší, ale rozdíl je patrný v časové prodlevě. Deformace opět pokračují více v případě větší rychlosti zatěžování a klesá se snižováním rychlosti zatěžování.



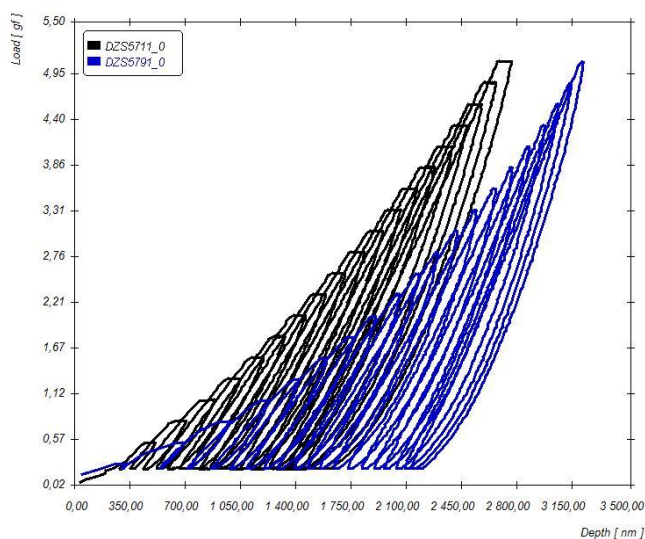
Obr. 72 Porovnání měření vystárnutého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při různých rychlostech zatěžování

Obr. 72 vyobrazuje indentační křivky s maximálním normálovým zatížením 50 g, které jsou rozdílné opět v rychlosti zatěžování. Při vyšší rychlosti zatěžování je patrné, že se nestihne deformace tolik rozvinout, a tudíž polymer působí jako více zpevněný, ale v časové prodlevě deformace pokračuje do vyšších hodnot. Oproti tomu při pomalejší rychlosti zatěžování proniká indentor do větší hloubky. V časové prodlevě se již deformace výrazněji neprojevuje.



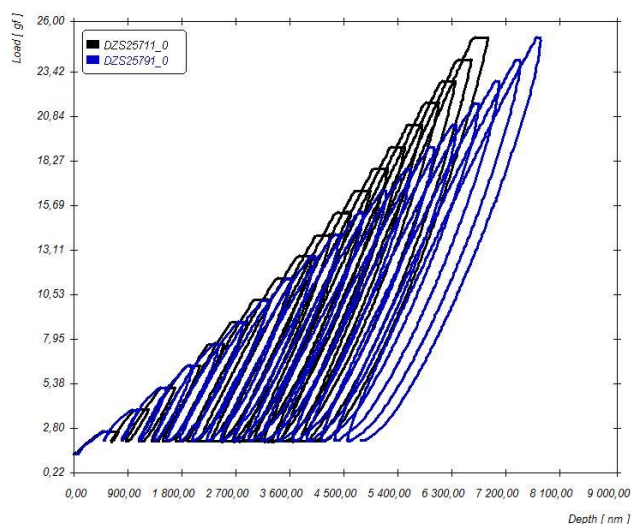
Obr. 73 Porovnání měření vystárnutého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 100g s různými parametry zatěžování

Podobný výsledek je patrný při měření s ještě větším maximálním normálovým zatížením, a to 100g (obr. 73). Je patrný růst deformace s klesající rychlostí zatěžování, ale v časové prodlevě klesá projev pokračující deformace.



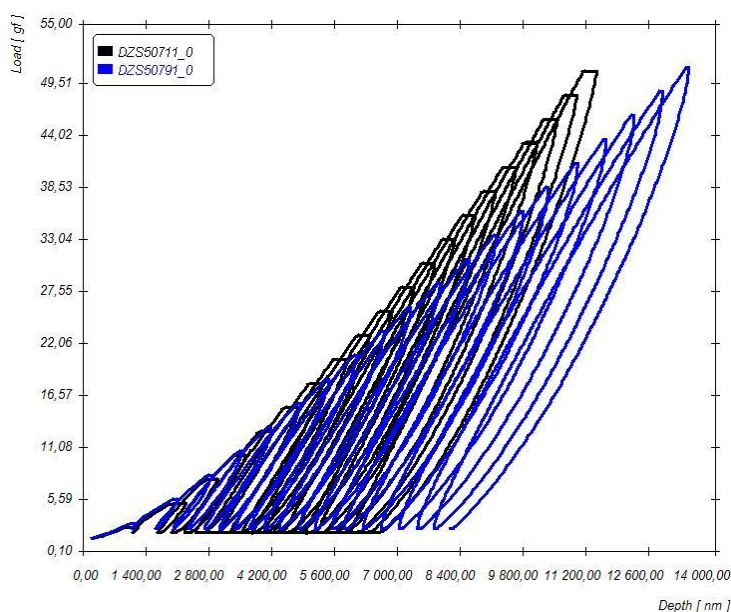
Obr. 74 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s rozdílnými rychlostmi zatěžování (mód 7)

Indentační křivky cyklické s rozdílnou rychlostí zvyšování zatížení ukazují podobný výsledek jako jednoduché indentační křivky (obr. 74), a to že při pomalejší rychlosti zatěžování dochází k hlubšímu pronikání indentoru. Zhuštění křivek je rozdílné, což ukazuje na rozdílné zpevňování deformací v průběhu cyklické indentace. Při pomalejším zatěžování je vidět postupné zpevňování, a to zejména z délky deformace v časové prodlevě a z postupné změny celkové cyklické indentační křivky.



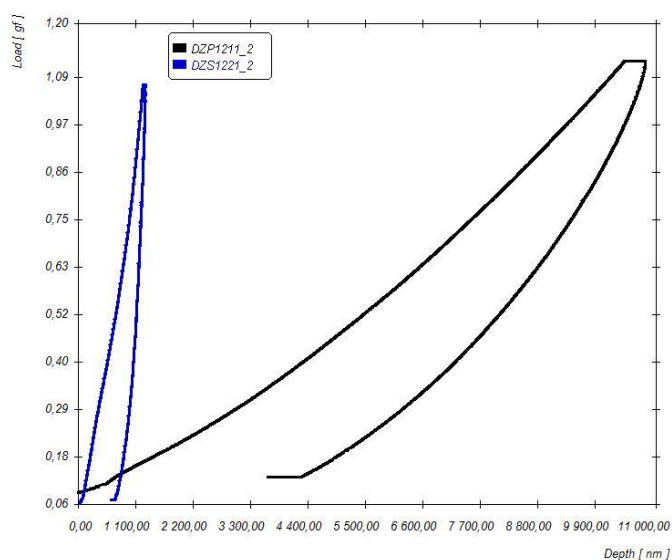
Obr. 75 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 25g a při různých rychlostech zatěžování (mód 7)

Z obr. 75 je patrné, že při růstu maximálního normálového zatížení s pronikáním indentoru do větší hloubky se v průběhu projevuje změna vlastností do hloubky polymeru. Opět je vidět hlubší pronikání při pomalejší rychlosti zatěžování a kratší deformace v prodlevě při maximálním zatížení s klesající rychlostí zatěžování.



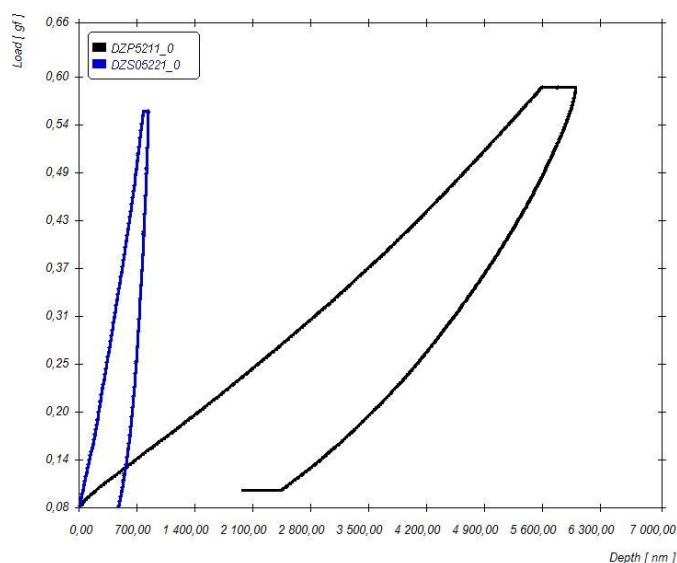
Obr. 76 Porovnání měření vystárleho polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s max. zatížením 50g a s různými rychlostmi zatěžování (mód 7)

Na obr. 76 je patrný pokračující trend z předchozího obrázku i při zatěžování s maximální normálovou silou 50 g. Charakter průběhu je podobný. Ukazuje se především to, že ve větší hloubce je materiál stárnutím méně zpevněný.



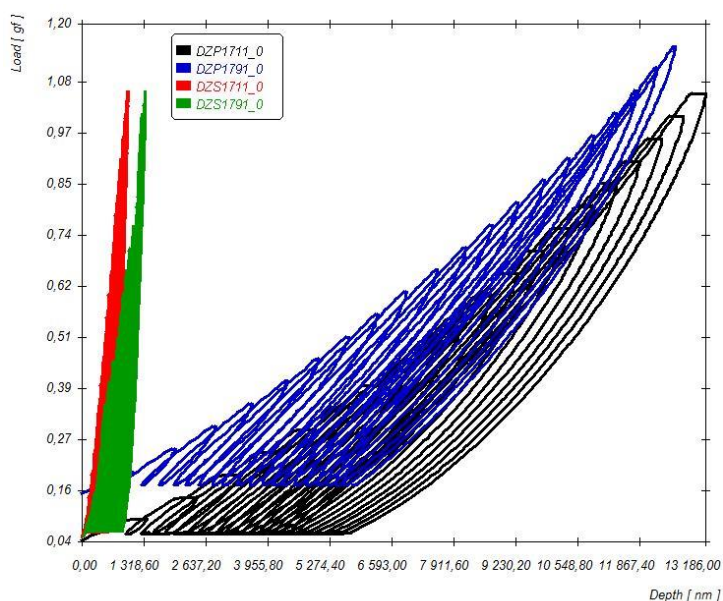
Obr. 77 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 1g (mód 2)

Na obr. 77 je porovnání indentačních křivek měřených na zestárnutém a nezestárnutém polymerním materiálu při měření s maximální normálovou silou 1g se stejnou rychlostí zatěžování a stejnou časovou prodlevou při maximálním zatížení. Rozdíl je na první pohled patrný v tom, že při stárnutí došlo k výraznému zpevnění povrchových vrstev polymeru a maximální hloubka proniknutí indentoru je více než šestkrát větší v případě nezestárnutého polymerního materiálu a hloubka konečné plastické deformace je více než třikrát větší. Polymerní materiál zestárnutý má větší podíl plastické deformace oproti elastické. Výraznější elasticita je na materiálu nezestárnutého.



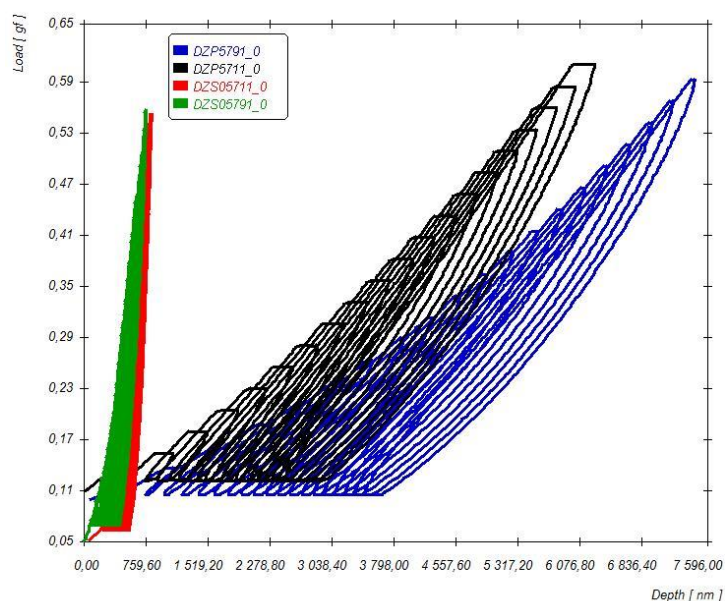
Obr. 78 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 0,5g (mód 2)

Podobných výsledků je dosaženo i při menší maximální normálové síle (obr. 78). Opět je patrné velké zpevnění povrchu stárnutím a pokles elasticity na úkor plastické deformace.



Obr. 79 Porovnání měření různých stavů materiálu Ongrolit LEV 525 s různými rychlostmi zatěžování (mód 7)

Na obr. 79 je souhrn cyklických indentačních křivek na polymerním materiálu Lev ve dvou stavech a to nevystárnutý a vystárnutý se zatěžováním rozdílnými rychlostmi. Vliv rychlosti byl již uveden výše. Z porovnání je vidět, že při stárnutí došlo k výraznému zpevnění povrchu polymerního materiálu, což je patrné z velkého poklesu maximální hloubky proniknutí indentoru, ze sklonu indentační křivky a ze zkrácení pokračující deformace v časové prodlevě při maximálním zatížení. Tato měření jsou jinak prováděna za porovnatelných podmínek zatěžování a se stejným maximálním zatížením 1 g. Při tomto zatížení bylo možné provést toto porovnání vzhledem k citlivosti měření a maximální hloubce dovoleného proniknutí indentoru přístrojem.

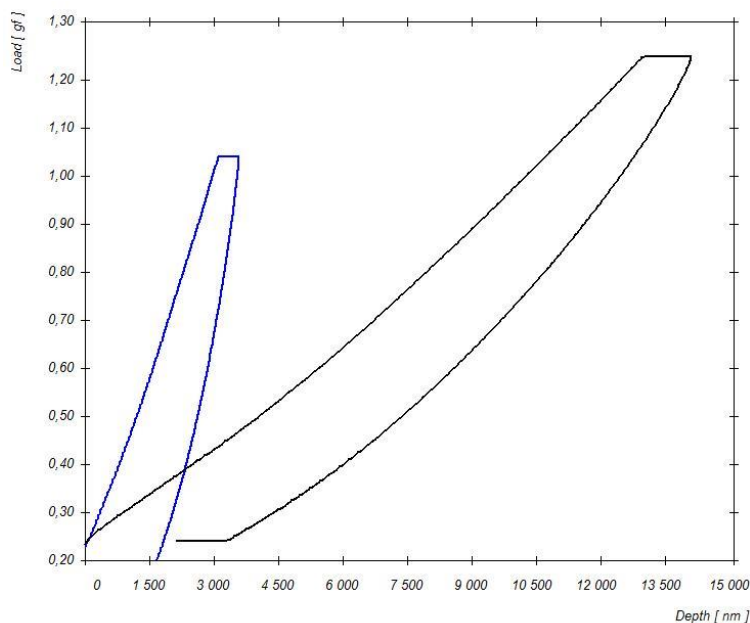


Obr. 80 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při různých rychlostech zatěžování (mód 7)

Obr. 80 ukazuje podobně jako předchozí porovnání dvou stavů polymerního materiálu Lev s rozdílnými podmínkami měření a to s různými rychlostmi zatěžování. Opět je patrné silné zpevnění povrchu polymerního materiálu po stárnocím procesu.

8.3 Polymerní materiál Hypalon

8.3.1 Měření nanoindentací



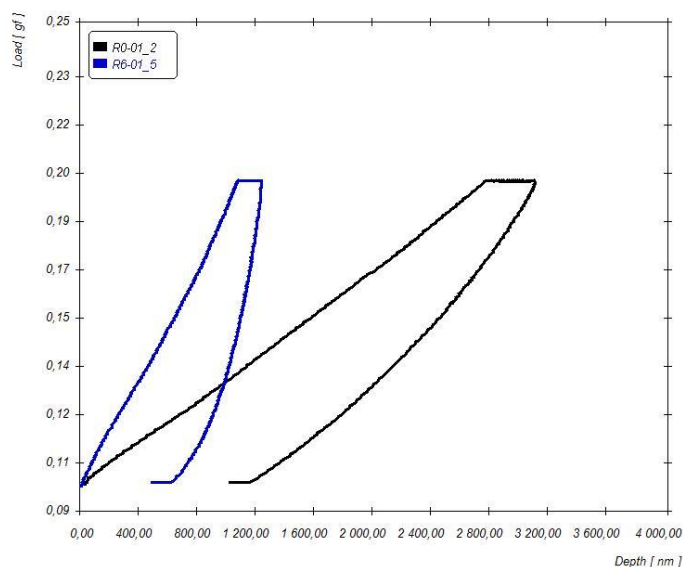
Obr. 81 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Hypalon při zatížení 1g (mód 2)

Obr. 81 ukazuje porovnání indentačních křivek měřených za stejných podmínek s maximálním normálovým zatížením 1g na polymerním materiálu Hypalon, který je ve dvou stavech a to nevystárnutý a vystárnutý, který byl vystavený reálným provozním podmínkám.

Podobně jako v případě materiálu Lev, je i zde patrné výrazné zpevnění povrchových vrstev polymerního materiálu. Z obrázku i z tab. 3 je vidět výrazné zmenšení maximální hloubky proniknutí, ztráta elasticity, po vystránutí je mnohem výraznější plastická deformace oproti elastické. V časové prodlevě při maximálním zatížení došlo ke zmenšení pokračující deformace.

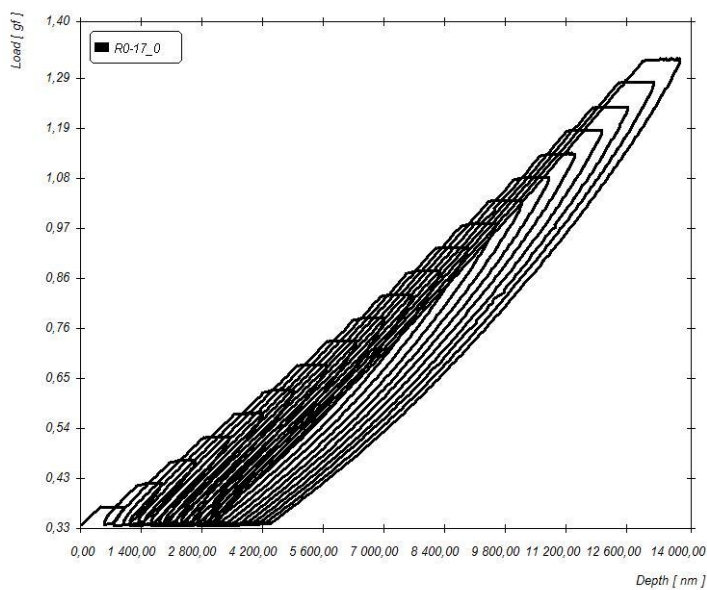
Polymer Hypalon zatížení 1g					
Stav polymeru	Hloubka [nm]			Plastická deformace	Elastická deformace
	Při max. zatížení	Na konci časové prodlevy	Po odlehčení		
Nevystárnutý	12937	14062	3250	38,2%	61,8%
Vystárnutý	3093	3337	1650	60,5%	39,5%

Tab.: 3 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Hypalon při zatížení 1g

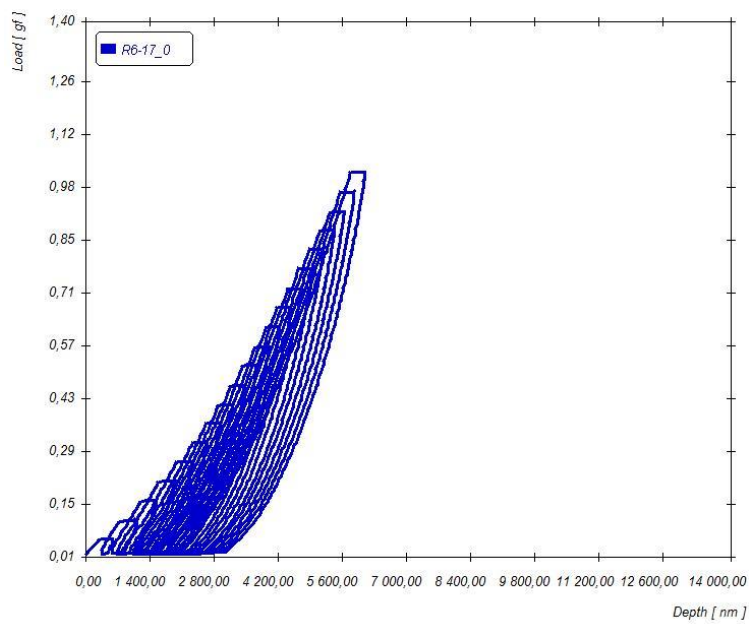


Obr. 82 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Hypalon při zatížení 0,1g (mód 2)

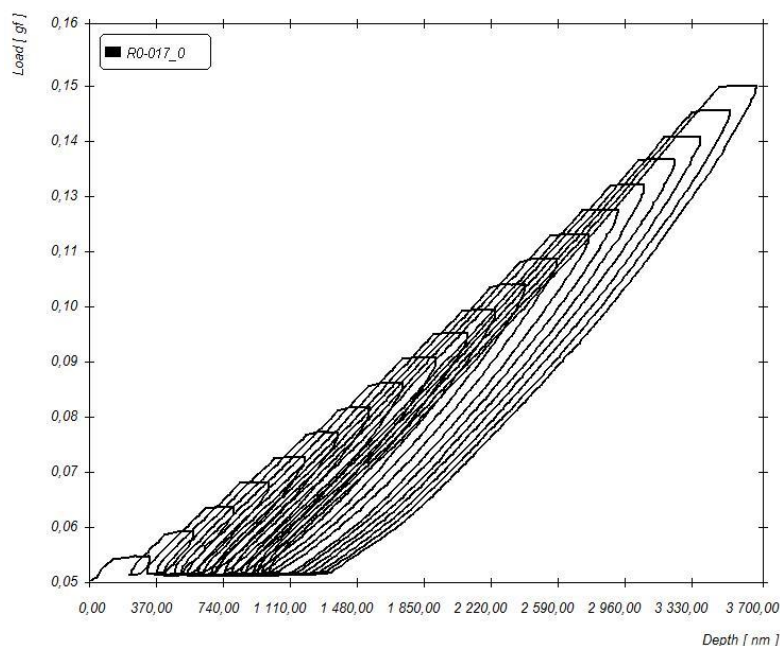
Při menším maximálním zatížení, a to 0.1g (obr. 82), je z porovnání patrné, že rozdíly mezi vystrnutým a nevystárnutým stavem polymerního materiálu jsou menší, než při větším zatížení. Přesto je patrný nárůst zpevnění na povrchu polymerního materiálu, pokles maximální hloubky proniknutí indentoru a ztráta elasticity. Menší rozdíly při menším zatížení budou pravděpodobně dány přirozeným stárnutím uměle nezestárnutého polymerního materiálu v povrchových vrstvách, které se více projevují při menším zatížení.



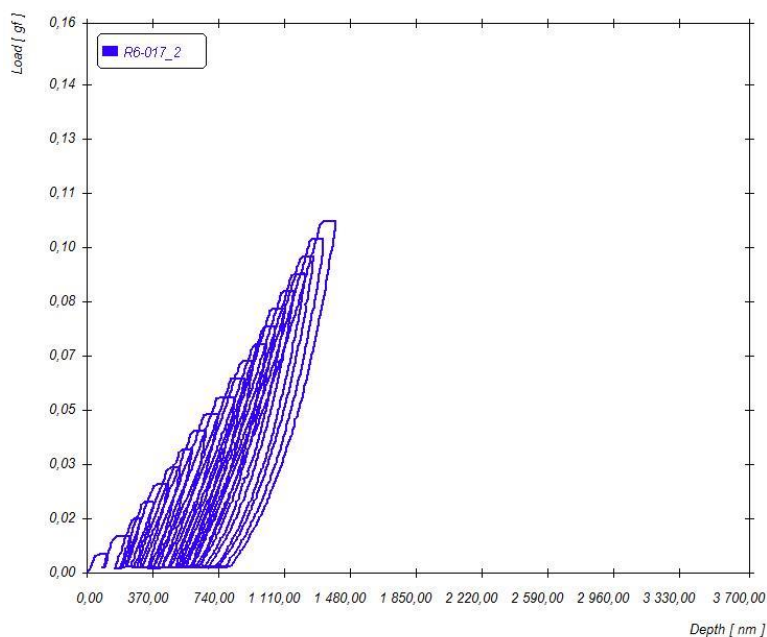
Obr. 83 Měření nezestárnutého polymerního materiálu Hypalon se zatížením 1g (mód 7)



Obr. 84 Měření zestárnutého polymerního materiálu Hypalon se zatížením 1g (mód 7)



Obr. 85 Měření nezestárnutého polymerního materiálu Hypalon při zatížení 0,1g (mód 7)



Obr. 86 Měření zestárnutého polymerního materiálu Hypalon se zatížením 0,1g (mód 7)

Z porovnání výsledků naměřených cyklických indentačních křivek na zestárnutém a nezestárnutém polymerním materiálu Hypalon je vidět (obr. 83,84,85,86), podobně jako z jednoduchých křivek, výraznější zpevnění vlivem stárnutí. Také jsou zde vidět rozdíly v maximální hloubce proniknutí. Tyto rozdíly jsou ovšem menší, než v případě jednoduchých indentačních křivek. Z cyklických indentačních křivek s větší velikostí maximálního normálového zatížení, tj. 1 g, jsou patrné změny zhuštění indentačních křivek a to ukazuje na změnu vlastností materiálu směrem do hloubky. Naproti tomu u menšího maximálního zatížení 0.1 g u zestárnutého stavu polymerního materiálu Hypalon jsou tyto změny méně

výrazné, což ukazuje na větší zestárnutí při povrchu polymerního materiálu a do hloubky polymerního materiálu se vlastnosti přibližují nezestárnutému stavu.

9 Diskuze výsledků

9.1 Vybraný kompozitní materiál

V rámci práce byla provedena celá řada měření na rozdílných materiálech, a to na jednom typu kompozitu na bázi alifatických a cykloalifatických olefinoxidů zpevněném skelnými vlákny a vyplněném slídovými šupinkami a na dvou druzích polymerního materiálu, a to na materiálu Ongrolit LEV 525 a na materiálu Hypalon. Všechny tyto typy materiálů mají uplatnění v oblasti elektrických izolací. Účelem práce bylo, na základě zájmu spolupracujících pracovišť, ověřit hlavně použití nanoindentace, ale i doplňujících metod. Jako doplňující metoda byla vybrána rtg. fluorescence, která má zpřesnit, ověřit a doplnit měřené vlastnosti. Dalším záměrem bylo zjistit, jaké další informace lze z těchto měření získat, jak jsou metody citlivé a jak výsledky případně provázat s výrobními procesy a provozními podmínkami v praxi.

Na kompozitním materiálu byly nejprve ověřovány možnosti rtg. fluorescence. Původní představa byla záznam rtg. spekter a případné ověření, zda spektra odráží informaci o postupných změnách v kompozitu s odstupem času a s případným stárnutím. Dále jsme se pokoušeli ověřit možnosti rtg. fluorescence pro zachycení změn přes určité oblasti polymerního materiálu a o dokumentaci nehomogenních oblastí pro další hodnocení.

Ukázalo se, že v rtg. spektrech se objevuje informace nejen o kompozitním materiálu, ale i o materiálu stolku, na který byl vzorek uchycen nebo na kterém byl položen. Zjistilo se, že dochází k prozáření rtg. paprskem celého kompozitního materiálu a ve spektrech se objevují spektrální čáry jak odpovídající kompozitu, tak podkladovému materiálu. Proto byly experimenty zaměřeny jednak na eliminaci spektrálních čar podložního materiálu a jednak na využití této informace.

Pro eliminaci se nakonec použil jako podkladový materiál hliník, který je vzhledem k atomové velikosti na použitém přístroji neměřitelný. Pro vyhlazení spekter od šumu podkladu bylo použito finálně maximálního času snímání spekter, který přístroj umožňuje. Vzhledem k získávaným informacím z podkladu kompozitu bylo přistoupeno k měření větší tloušťky kompozitu, čímž docházelo k růstu intenzity spektrálních čar kompozitu. Na základě výsledků lze říci, že rozdíl ve velikosti intenzity spektrálních čar lze využít pro zjišťování rozdílu tloušťky kompozitu přes plochu kompozitu. Dále toho lze využít např. při zjišťování změn hustoty kompozitního materiálu přes plochu materiálu, případně pro kontrolu různých stavů materiálu, např. nevystárnutého materiálu (po výrobě) a vystárnutého materiálu (uměle či po zatížení v praktických podmínkách).

Pro zjištění změn v kompozitu, a to jak tloušťky kompozitu, tak hustoty kompozitu, lze též použít i negativního faktoru, a to přítomnosti charakteristických spektrálních čar podkladu v celkovém spektru „kompozit a podklad“. Byla prováděna měření na různém podkladu, zejména na podkladu z titanu a ze zirkonia. Sledovány byly změny spektrálních čar těchto materiálů při měření v různých místech na povrchu kompozitu. Ukázalo se rozdílné potlačení spektrálních čar v různých místech vzorku a také různé potlačení s narůstající tloušťkou kompozitu. Na základě změn intenzity spektrálních čar těchto podkladových materiálů je proto také možné hodnotit změny v tloušťce a hustotě kompozitu.

Dále byla pomocí rtg. fluorescenční analýzy prováděna profilová měření, ze kterých lze hodnotit rozložení nehomogenit kompozitu. Přítomnost přímo viditelných nehomogenit byla ověřena také změnou rtg. fluorescenčních spekter.

Závěrem lze tedy říci, že pomocí rtg. fluorescence se dá zjišťovat mnoho druhotných vlastností. Nejen tedy změny v chemickém složení, ale i změny v tloušťce kompozitu, změny v hustotě kompozitu při rozdílných výrobních procesech a při rozdílných procesech stárnutí v praxi, rozložení nehomogenit v kompozitu a jejich zdokumentování i v hloubce kompozitu.

V dalším kroku experimentální práce byla prováděna nanoindentační měření na kompozitním materiálu s cílem ověření možností využití těchto měření pro dokumentování vlastností kompozitního materiálu jako kontroly stavu po různých výrobních procesech a po různých stárnocích procesech. Měření byla prováděna v různých časových horizontech pro zachycení změn v kompozitu a s využitím různých nastavitelných parametrů měření při nanoindentaci z důvodu hledání optimálních podmínek měření pro případné větší zvýraznění rozdílů. Jako velice důležité bylo i samotné uchycení vzorku z kompozitu, což silně ovlivňovalo výsledky měření tím, že vzorek vykazoval silnou elasticitu, která se ukázala jako neodpovídající. Proto byly hledány různé způsoby uchycení pro eliminaci tohoto faktoru.

Měření probíhala s využitím dvou rozdílných módů, a to zejména jednoduchého módu se záznamem indentační křivky v celém průběhu měření, tj. při zatěžování v časové prodlevě při maximálním zatížení a v průběhu odlehčování, a cyklického módu se záznamem cyklické indentační křivky s postupným nárůstem maximálního zatížení v postupných dvaceti krocích vždy s odlehčením na přednastavenou minimální hodnotu. Byla zvolena rozdílná hodnota maximálního normálového zatížení pro možnost zjišťování vlastností na povrchu a postupně ve větších hloubkách kompozitního materiálu. Zvolená zatížení byla od 0,2g do 70g. Jako další vlivy byly sledovány rychlost zatěžování a délka časové prodlevy při maximálním zatížení.

V první řadě byla prováděna opět profilová měření jako v případě rtg. fluorescence. Ze souhrnu indentačních křivek je patrný určitý rozptyl, který odráží změny vlastností přes vybranou oblast. Tyto změny byly sledovány při různé velikosti maximálního normálového zatížení. Změnou maximálního normálového zatížení se ukazuje, že při větší velikosti tohoto zatížení je rozptyl menší, neboť odráží více vlastnosti z hloubky kompozitu, a tím se tyto vlastnosti zprůměrnují. Při poklesu zatížení rozptyl roste vlivem toho, že je oblast měření malá a výrazněji odráží vliv nehomogenit. Při dalším poklesu zatížení rozptyl opět klesá, protože jsou již měřeny jen vlastnosti matrice na povrchu kompozitu.

Dále byla prováděna měření s různými parametry měření, a to s různou rychlostí zatěžování a s různou délkou časové prodlevy při maximálním zatížení. Ukazuje se, že při pomalejším zatěžování dochází k pronikání indentoru do menší hloubky kompozitního materiálu z důvodu průběžného zpevňování kompozitu vlivem indentace. Během časové prodlevy při maximálním zatížení deformace pokračuje a je v podstatě lineárně závislá na délce prodlevy. V případě pomalejší rychlosti zatěžování dochází během indentace ke zpevňování kompozitu, a proto způsobí následná časová prodleva při maximálním zatížení již menší pokračování deformace. U měření s rozdílnými rychlostmi zatěžování je patrná postupná změna sklonu indentačních křivek a změna maximální hloubky proniknutí. U měření s rozdílnými časovými prodlevami roste s růstem časové prodlevy i pokračující deformace při maximálním zatížení. Tento vliv byl zaznamenán i při použití rozdílných maximálních normálových zatížení. S poklesem maximálního normálového zatížení klesá

i vliv rychlosti zatěžování, ale změny deformace s délkou časové prodlevy při maximálním zatížení se projevují podobně i při menším maximálním normálovém zatížení.

Mnohem citlivější a přesnější je měření pomocí cyklické indentace, která přináší mnohem více informací o vlastnostech a chování kompozitního materiálu. Opět je patrný výrazný vliv uchycení vzorku kompozitního materiálu i změny vlastností při změně stavu kompozitního materiálu. Cyklická indentační křivka ukazuje na změny do hloubky jak svým zhuštěním, tak postupnou změnou délky deformace v časové prodlevě při maximálním zatížení v jednotlivých cyklech. S klesající rychlostí zatěžování se ukazuje, že roste deformace i hloubka proniknutí indentoru, ale klesá deformace v časové prodlevě vlivem postupného zpevňování kompozitního materiálu.

Lze tedy říci, že výsledky jednoduché i cyklické nanoindentace silně závisí na způsobu uchycení vzorku a na stavu materiálu závislého na změně vlivem stárnutí. Výsledky jsou ovlivněny změnou parametrů měření mnohem více než v případě kovových materiálů. Tyto parametry mohou pomoci zvýraznit menší změny v materiálu vzniklé při stárnocích procesech. Zejména se jedná o možnosti využití nastavitelných parametrů rychlosti zatěžování a délky časové prodlevy pro dokumentování stavu po různých výrobních procesech a po procesech stárnutí. K získání informací o změnách v různých hloubkách lze využít různé velikosti normálového zatížení a např. cyklického modu.

9.2 Polymerní materiál Ongrolit LEV 525

Jako druhý materiál byl měřen polymerní materiál Ongrolit LEV 525. Nejdříve byla prováděna měření na nezestárnutém stavu polymerního materiálu. Měření bylo opět zaměřeno na měření na rtg. fluorescenci a na nanoindentoru. Rtg. fluorescenci je možné opět využít pro průběžnou kontrolu probíhajících změn, neboť v rtg. spektrech se projeví vlivy stárnutí změnou intenzity vybraných spektrálních čar. Opět je patrné, že záření prochází skrz celý vzorek, a tudíž lze rtg. fluorescenci využít k měření změny tloušťky polymeru, případně jeho hustoty. Pro měření na nanoindentoru byly opět voleny rozdílné hodnoty maximálního normálového zatížení pro zachycení změn v různých hloubkách a bylo využito měření dvěma rozdílnými módy, a to jednoduchého a cyklického módu.

Měření byla prováděna opět se změnou parametrů zatěžování, a to jak s různými rychlostmi zatěžování, tak s různou délkou časové prodlevy při maximálním zatížení. Ukazuje se, že při pomalejší rychlosti zatěžování dochází k hlubšímu pronikání indentoru. Při pomalejší rychlosti zatěžování již následující prodleva nezpůsobí tak výrazné pokračování deformace než v případě, kdy rychlost vnikání indentoru je větší. Při menším maximálním normálovém zatížení, opět podobně jako u kompozitu, klesá vliv rychlosti zatěžování, ale zůstává vliv časové prodlevy na pokračování deformace při maximálním zatížení.

Mnohem více informací přináší výsledky z cyklických indentačních křivek, které zachycují postupné změny do hloubky materiálu. Ukazují také více postupné zpevňování materiálu vlivem měření zhuštěním indentačních křivek. Větší rychlost zatěžování opět způsobuje větší zpevňování polymeru, a tudíž v časových prodlevách pokračuje deformace do menších hloubek. V případě menší velikosti maximálního normálového zatížení se v cyklických indentačních křivkách projevuje povrchová změna.

Podobně, jako nevystárnutý stav, byl měřen polymerní materiál i ve vystárnutém stavu. Zde ovšem musí být zvoleny jiné velikosti maximálního normálového zatížení, neboť

materiál vykazuje vyšší pevnost. Pro zachycení změn vlastností při povrchu se použilo menší normálové zatížení a pro zachycení změn do hloubky bylo použito zatížení větší. Opět je patrný vliv rychlosti deformace a délky časové prodlevy. S klesajícím maximálním zatížením klesá i vliv rychlosti zatěžování, ale vliv délky časové prodlevy zůstává. Při cyklických indentačních křivkách opět dochází nejdříve k většímu růstu hloubky proniknutí indentoru a v časové prodlevě k poklesu narůstající deformace oproti křivce s větší rychlostí zatěžování. Při nárůstu maximálního normálového zatížení se ovšem začíná projevovat vliv hlubších vrstev polymeru, což ukazuje menší zpevnění v hlubších vrstvách polymerního materiálu po stárnocím procesu.

Z porovnání výsledků nevystárnutého a vystárnutého polymerního materiálu je patrné výrazné zpevnění stárnocím procesem v povrchových vrstvách polymeru, které je vidět jak z jednoduchých indentačních křivek, tak i z cyklických indentačních křivek. Při stárnutí dochází k menšímu pronikání indentoru a ke ztrátě elasticity. S poklesem normálového zatížení klesají rozdíly mezi vystárnutým a nevystárnutým stavem vlivem toho, že i nevystárnutý polymer začíná od povrchu měnit své vlastnosti vlivem přirozeného stárnutí.

Výsledky je opět možné shrnout tak, že se ukázaly obě metody, a to rtg. fluorescence i nanoindentace, jako vhodné metody pro zachycení probíhajících změn při stárnocích procesech. Ke zvýraznění rozdílů je vhodné použít změn vybraných parametrů měření, a to zejména rychlosti zatěžování a délky časové prodlevy při maximálním zatížení. Jako komplexnější se ukazuje hodnocení cyklickými indentačními křivkami, i přesto že jsou časově mnohem náročnější.

9.3 Polymerní materiál Hypalon

Jako třetí vzorek byl hodnocen polymerní materiál Hypalon v nevystárnutém i vystárnutém stavu z provozních podmínek z praxe. Měření byla prováděna přímo na kabelu s tímto polymerem, a tudíž na reálném vzorku. Z porovnání je opět patrné výrazné zpevnění polymeru po stárnocím procesu, přestože je v tomto případě rozdíl menší než v případě polymeru Lev. Opět je tedy zachyceno zpevnění, pokles maximální hloubky proniknutí indentoru a pokles elasticity. Měření byla prováděna jak jednoduchým, tak cyklickým modelem, a to při dvou rozdílných velikostech maximálního normálového zatížení, a to 1 g a 0,1 g. Jak je patrné z výsledků, opět zde pravděpodobně hraje vliv přirozené stárnutí, neboť rozdíl mezi oběma stavy je větší v případě většího normálového zatížení. Při poklesu zatížení v případě cyklické indentace na zestárnutém stavu je patrné, že zpevnění materiálu stárnutím je rozdílné v různých vrstvách od povrchu.

Shrnutí je podobné pro oba dva druhy polymerního materiálu, pro polymerní materiál Lev i pro polymerní materiál Hypalon. Jak bylo uvedeno výše, byla vyjádřena vhodnost použitých metod pro hodnocení polymerních materiálů před procesy stárnutí v určitých fázích a v postupném rozvoji.

10 Závěr

V rámci bakalářské práce byly zjišťovány možnosti hodnocení vybraných kompozitních a polymerních materiálů pomocí nanoindentace a rtg. fluorescence. Dále bylo zjišťováno, co vše lze u těchto typů materiálů pomocí těchto metod pozorovat. Zaměření práce bylo na kompozitní materiál na bázi alifatických a cykloalifatických olefinoxidů zpevněný skelnými vlákny a vyplněný slídovými šupinkami a na polymerní materiály, a to na Ongrolit LEV 525 a na Hypalon. Tyto materiály byly vybrány z důvodu jejich uplatnění v oblasti elektrických izolací a také z důvodu požadavku na hodnocení těchto materiálů a možnou návaznost při kontrole stavů materiálů po určitých procesech stárnutí v praxi nebo požadavku na hodnocení vlivu výrobních procesů. Vybraný kompozitní materiál se uplatňuje v elektrických izolacích. Vybrané polymerní materiály jsou též využívány v oblasti elektrických izolací směřovaných do oblastí jaderných aplikací. Polymerní materiál Ongrolit LEV 525 byl měřen v nevystárnutém a poté i ve vystrnutém stavu při dlouhodobém zatížení vyšší teplotou. Polymerní materiál Hypalon byl měřen přímo na kabelu Lipalon, který byl dodán v nevystrnutém stavu a dále ve vystrnutém stavu přímo z prostředí jaderné elektrárny po určité době expozice.

Výsledky ukázaly, že rtg. fluorescence je vhodná metoda pro hodnocení změn jak v kompozitním materiálu, tak v polymerních materiálech po aplikaci stárnocích procesů, neboť měření je dostatečně citlivé a změny jsou patrné ze změn intenzity vybraných spektrálních křivek. Dále se ukazuje druhotná informace o tom, že pomocí této metody lze zjišťovat změny v tloušťce, případně změny hustoty těchto materiálů, buď z výrobního procesu nebo po procesech stárnutí. Díky možnostem hodnocení v lokálních oblastech a díky prozáření celého kompozitního i polymerního materiálu lze profilovým měřením zjišťovat přítomnost a rozložení nehomogenit v těchto materiálech.

Při hodnocení nanoindentorem byly výše uvedené materiály hodnoceny za rozdílných podmínek měření, a to zejména s využitím dvou módů. Byl využit jednoduchý mód se záznamem indentační křivky v průběhu zatěžování, v časové prodlevě při maximálním zatížení a v průběhu odlehčování a cyklický mód se záznamem indentačních křivek v celém průběhu zatěžování s postupným zvyšováním maximálního zatížení v postupně narůstajících cyklech vždy s odlehčením do předepsaného minimálního zatížení. Pro oba módy bylo využito možnosti změny několika parametrů, a to maximálního normálového zatížení, rychlosti zatěžování a časové prodlevy při maximálním zatížení. Velikost zatížení byla volena pro zjišťování informací jak z povrchu materiálu, tak z určité hloubky materiálu z důvodu zachycení změn způsobených vlivem přirozeného či umělého stárnutí. Vlivy jednotlivých parametrů byly zjišťovány při měření zejména kompozitního materiálu a polymerního materiálu Ongrolit Lev 525.

Z výsledků se ukázalo, že rychlost zatěžování ovlivňuje průběh zpevňování materiálů během indentace. Toto ovlivnění se projevuje rozdílně při měření ve větší hloubce materiálu a na povrchu materiálu, což ukazuje citlivost k probíhajícím povrchovým změnám. Podobně jsou měření citlivá i ke změnám deformace, které probíhají v časové prodlevě při maximálním zatížení. Ukázalo se, že mnohem více informací o změnách vybraných kompozitních a polymerních materiálů přináší cyklická indentace, ze které jsou více vidět zpevňovací účinky deformací (vliv stárnocích procesů) jak ve sklonu křivek, tak ve zhuštění jednotlivých cyklických křivek. Pro zlepšení citlivosti měření k probíhajícím změnám je proto výhodné upravovat parametry měření.

Výsledky prověřily možnosti využití nanoindentace, ale i rtg. fluorescence pro hodnocení těchto typů materiálů.

U kompozitního materiálu se prověřily možnosti rtg. fluorescence pro hodnocení změn tloušťky, hustoty, rozložení nehomogenit v tomto materiálu a možnosti nanoindentace pro hodnocení změn vlastností přes profil vzorku a zachycení změn do hloubky materiálů, a tím i dostatečná citlivost pro změny vznikající při stárnutí.

U polymerních materiálů se prověřily možnosti rtg. fluorescence jako dostatečně citlivé metody pro hodnocení změn tloušťky, hustoty a změn materiálu probíhajících při stárnocích procesech. Prověřily se možnosti nanoindentace jako dostatečně citlivé metody pro hodnocení změn vlastností polymerního materiálu od povrchu do hloubky s dostatečnou citlivostí pro začínající stárnocí proces (přirozené stárnutí) a pro zjišťování změn probíhajících při umělých procesech stárnutí teplotním i radiačním zatížením.

U obou polymerních materiálů bylo zjištěno, že při stárnocích procesech došlo ke zpevnění povrchu materiálu vlivem stárnutí, kde do hloubky zpevnění klesá. Díky vysoké citlivosti nanoindentace se ukázalo, že i nevystárnuté polymery vykazují již projevy přirozeného stárnutí od povrchu. Změny byly zjištěny, kromě jiného z poklesu maximální hloubky proniknutí indentoru, ze změny sklonu křivek, z poklesu elasticity a u cyklických měření i ze změn ve zhuštění indentačních křivek a ze změn pokračující deformace v časové prodlevě při maximálním zatížení.

11 Literatura

- [1] HUSÁREK, JOSEF.
[HTTP://UCITELCHEMIE.UPOL.CZ.HTTP://UCITELCHEMIE.UPOL.CZ/MATERIALY/STUDIJNI_TEXTY/VYUKOVA_TEMATA/PLASTY_TEXT.PDF](http://ucitelchemie.upol.cz/http://ucitelchemie.upol.cz/materialy/studijni_texty/vyukova_temata/plasty_text.pdf) [ONLINE].
OLOMOUC, 2012, 30. 4. [CIT. 2013-12-03]. DOSTUPNÉ Z:
[HTTP://UCITELCHEMIE.UPOL.CZ/MATERIALY/STUDIJNI_TEXTY/VYUKOVA_TEMATA/PLASTY_TEXT.PDF](http://ucitelchemie.upol.cz/materialy/studijni_texty/vyukova_temata/plasty_text.pdf)
- [2] DUCHÁČEK, VRATISLAV. POLYMERY- VÝROBA, VLASTNOSTI, ZPRACOVÁNÍ, POUŽITÍ. 2. VYDÁNÍ. PRAHA: VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE, 2006. ISBN 80-7080-617-6.
- [3] SKÁLOVÁ, JANA, JAROSLAV KOUTSKÝ A VLADISLAV MOTYČKA. NAUKA O MATERIÁLECH. PLZEŇ: ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI, 2010. ISBN 978-80-7043-244-0.
- [4] CHEMICKÁ ODOLNOST PLASTŮ. [HTTP://WWW.KSP.TUL.CZ/](http://www.ksp.tul.cz/) [ONLINE]. 2009, 7. 12. 2009 [CIT. 2013-12-03]. DOSTUPNÉ Z:
[HTTP://WWW.KSP.TUL.CZ/CZ/KPT/OBSAH/VYUKA/STUD_MATERIALY/VIP/CHEMIE.PDF](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud_materialy/vip/chemie.pdf)
- [5] HOŘLAVOST PLASTŮ. [HTTP://WWW.KSP.TUL.CZ/](http://www.ksp.tul.cz/) [ONLINE]. 2009, 7. 12. 2009 [CIT. 2013-12-03]. DOSTUPNÉ Z:
[HTTP://WWW.KSP.TUL.CZ/CZ/KPT/OBSAH/VYUKA/STUD_MATERIALY/VIP/HORLAVOST.PDF](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud_materialy/vip/horlavost.pdf)
- [6] KRATOCHVÍL, BOHUMIL, VÁCLAV ŠVORČÍK A DALIBOR VOJTĚCH. ÚVOD DO STUDIA MATERIÁLŮ. PRAHA: VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE, 2005. ISBN 80-7080-568-4.
- [7] KOMPOZITY. KOŘÍNEK, ZDEŇEK. [WWW.VOLNY.CZ/ZKORINEK](http://www.volny.cz/zkorinek) [ONLINE]. [CIT. 2013-12-03]. DOSTUPNÉ Z: <http://www.volny.cz/zkorinek/>
- [8] FAKULTA VÝROBNÍCH TECHNOLOGIÍ A MANAGEMENTU. MICHNA, ŠTEFAN. [ONLINE]. ÚSTÍ NAD LABEM [CIT. 2013-12-03]. DOSTUPNÉ Z:
[HTTP://WWW.STEFANMICHNA.COM/DOWNLOAD/TECHNICKE-MATERIALY_II/KOMPOZITNI_MATERIALY.PDF](http://www.stefanmichna.com/download/technicke-materialy_ii/kompozitni_materialy.pdf)
- [9] BAREŠ, RICHARD A. KOMPOZITNÍ MATERIÁLY. PRAHA: SNTL-NAKLADATELSTVÍ TECHNICKÉ LITERATURY, N. P., 1988. TYPOVÉ ČÍSLO L17-B3-IV-31/72231.
- [10] ŠTĚPÁNEK, I. –BLÁHOVÁ, O. – KOLEGA, M.: TENKÉ VRSTVY – VYTVÁŘENÍ, VLASTNOSTI, SKRIPTA ZČU PLZEŇ 1994
- [11] KORÁLKY-DEKORACE [ONLINE].[CIT. 2013-12-05]. DOSTUPNÉ Z:
<http://www.koralky-dekorace.cz/umla-ke/2285-umla-ke---erna.html>
- [12] AUTOMATION -DRIVE: ROCKWELL [ONLINE]. 2009 [CIT. 2013-12-05]. DOSTUPNÉ Z: <http://www.automation-drive.com/rockwell-hardness>

- [13] CALL NET: SKÚŠKA TVRDOSTI PODĚLA VICKERSA [ONLINE]. 2010 [CIT. 2013-12-05]. DOSTUPNÉ Z: [HTTP://VESTAR.CHYTRAK.CZ/TVRDOST_V.HTML](http://vestar.chytrak.cz/tvrдост_v.html)
- [14] SCIELO [ONLINE]. 2006 [CIT. 2013-12-05]. DOSTUPNÉ Z: [HTTP://WWW.SCIELO.ORG.CO/SCIELO.PHP?PID=S0120-62302006000400011&SCRIPT=SCI_ARTTEXT](http://www.scielo.org.co/scielo.php?pid=S0120-62302006000400011&script=sci_arttext)
- [15] VOJTĚCH, DALIBOR. KOVOVÉ MATERIÁLY. PRAHA: VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE, 2006. ISBN 80-7080-600-1.
- [16] WIKIPEDIE [ONLINE]. 2013, 16. 5. 2013 [CIT. 2013-12-05]. DOSTUPNÉ Z: [HTTP://CS.WIKIPEDIA.ORG/WIKI/KAU%C4%8DUK](http://cs.wikipedia.org/wiki/KAU%C4%8DUK)

12 Seznam obrázků

<i>Obr. 1 Syntetický polymer [11]</i>	6
<i>Obr. 2 Přírodní polymer [16]</i>	6
<i>Obr. 3 Lineární (1), rozvětvené (2) a zesíťované (3) makromolekulární řetězce [2]</i>	7
<i>Obr. 4 Synergický efekt</i>	14
<i>Obr. 5 Rozdíl mezi mikrokompozitem a nanokompozitem (MMT) [7]</i>	15
<i>Obr. 6 Dělení kompozitních materiálů dle tvaru výztuže [15]</i>	16
<i>Obr. 7 Schéma zkoušky tvrdosti dle Brinella [14]</i>	18
<i>Obr. 8 Schéma zkoušky tvrdosti dle Rockwella [12]</i>	19
<i>Obr. 9 Schéma zkoušky tvrdosti dle Vickerse [13]</i>	19
<i>Obr. 10 Měření jedné vrstvy na podkladu z hliníku</i>	27
<i>Obr. 11 Měření nehomogenit na jedné vrstvě na podkladu z hliníku</i>	27
<i>Obr. 12 Měření jedné vrstvy na podkladu ze zirkonia</i>	28
<i>Obr. 13 Měření jedné vrstvy na podkladu z titanu</i>	28
<i>Obr. 14 Měření nehomogenit na jedné vrstvě na podkladu z titanu</i>	29
<i>Obr. 15 Měření dvou vrstev na podkladu z hliníku</i>	29
<i>Obr. 16 Měření nehomogenit na dvou vrstvách na podkladu z hliníku</i>	30
<i>Obr. 17 Měření dvou vrstev na podkladu z titanu</i>	30
<i>Obr. 18 Měření nehomogenit na dvou vrstvách na podkladu z titanu</i>	31
<i>Obr. 19 Měření dvou vrstev na podkladu ze zirkonia</i>	31
<i>Obr. 20 Měření nehomogenit na dvou vrstvách na podkladu ze zirkonia</i>	32
<i>Obr. 21 Měření třech vrstev na podkladu z hliníku</i>	32
<i>Obr. 22 Měření nehomogenit na třech vrstvách na podkladu z hliníku</i>	33
<i>Obr. 23 Měření třech vrstev na podkladu z titanu</i>	33
<i>Obr. 24 Měření nehomogenit na třech vrstvách na podkladu z titanu</i>	34

<i>Obr. 25 Měření třech vrstev na podkladu ze zirkonia</i>	34
<i>Obr. 26 Měření nehomogenit na třech vrstvách na podkladu ze zirkonia.....</i>	35
<i>Obr. 27 Měření dvou a tří vrstev na podkladu z hliníku.....</i>	35
<i>Obr. 28 Měření jedné, dvou a tří vrstev na podkladu z titanu</i>	36
<i>Obr. 29 Měření na podkladu ze Zirkonia</i>	36
<i>Obr. 30 Měření při různé rychlosti zatěžování a při maximální časové prodlevě (mód 2)</i>	37
<i>Obr. 31 Porovnání měření při různé časové prodlevě (mód 2)</i>	38
<i>Obr. 32 Měření při různé časové prodlevě- závislost hloubky a času (mód 2)</i>	38
<i>Obr. 33 Měření při různé časové prodlevě – závislost hloubky a času (mód 2).....</i>	39
<i>Obr. 34 Porovnání měření se zatížením 50g v různých lokalitách (mód 2).....</i>	39
<i>Obr. 35 Porovnání měření se zatížením 25g v různých lokalitách (mód 2).....</i>	40
<i>Obr. 36 Porovnání měření se zatížením 10g v různých lokalitách (mód 2).....</i>	40
<i>Obr. 37 Porovnání měření při zatížení 5g v různých lokalitách (mód 2).....</i>	41
<i>Obr. 38 Porovnání měření při zatížení 50g s různými časovými prodlevami (mód 2).....</i>	41
<i>Obr. 39 Porovnání měření při zatížení 50g s různými parametry zatěžování (mód 2)</i>	42
<i>Obr. 40 Porovnání měření při zatížení 50g s různými časovými prodlevami (mód 2).....</i>	43
<i>Obr. 41 Porovnání měření různých stavů materiálu a různého uchycení (mód 2)</i>	43
<i>Obr. 42 Porovnání měření při zatížení 50g s různými rychlostmi zatěžování (mód 2)</i>	44
<i>Obr. 43 Porovnání měření při zatížení 50g s různými rychlostmi zatěžování a s různou časovou prodlevou (mód 2).....</i>	44
<i>Obr. 44 Porovnání měření při zatížení 10g s různými rychlostmi zatěžování a s různou časovou prodlevou (mód 2).....</i>	45
<i>Obr. 45 Porovnání měření při zatížení 2g s různými rychlostmi zatěžování a s různými prodlevami (mód 2)</i>	45
<i>Obr. 46 Porovnání měření při různém uchycení vzorku při zatížení 25g (mód 2).....</i>	46
<i>Obr. 47 Porovnání měření různých stavů materiálu a různého uchycení při zatížení 2g (mód 2).....</i>	47
<i>Obr. 48 Porovnání měření různých stavů kompozitního materiálu (modrá, červená) a s různým uchycení (červená, černá) při rychlosti 10 a s prodlevou 10s (mód 7).....</i>	47
<i>Obr. 49 Porovnání měření kompozitního materiálu při různých rychlostech zatěžování (modrá 100, červená 10) (mód 7).....</i>	48
<i>Obr. 50 Porovnání měření vystárnutého a nevystárnutého polymerního materiálu LEV.....</i>	49
<i>Obr. 51 Porovnání měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s různými parametry zatěžování při zatížení 1g.....</i>	49
<i>Obr. 52 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,1 g při rychlosti zatěžování 10.....</i>	50

<i>Obr. 53 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,1 g při rychlosti zatěžování 50</i>	50
<i>Obr. 54 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,1 g při rychlosti zatěžování 100</i>	51
<i>Obr. 55 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,5 g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 10s</i>	51
<i>Obr. 56 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 0,5 g, rychlostí zatěžování 50 a s prodlevou 10s</i>	52
<i>Obr. 57 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,5 g, rychlostí zatěžování 100 a s prodlevou 10s</i>	52
<i>Obr. 58 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,5g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 999s</i>	53
<i>Obr. 59 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,05g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 10s</i>	53
<i>Obr. 60 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,05g, rychlostí zatěžování 50 a s prodlevou 10s</i>	54
<i>Obr. 61 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,05g, rychlostí zatěžování 100 a s prodlevou 10s</i>	54
<i>Obr. 62 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,2g s různými rychlostmi zatěžování</i>	55
<i>Obr. 63 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,02g, rychlostí zatěžování 10 a s prodlevou 10s</i>	55
<i>Obr. 64 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,02g, rychlostí zatěžování 50 a s prodlevou 10s</i>	56
<i>Obr. 65 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 se zatížením 0,02 g, rychlostí zatěžování 100 a s prodlevou 10s</i>	56
<i>Obr. 66 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 1g s různými rychlostmi zatěžování (mód7)</i>	57
<i>Obr. 67 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s max. zatížením 0,5g s různými rychlostmi zatěžování (mód 7)</i>	57
<i>Obr. 68 Měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 1g s různými rychlostmi zatěžování</i>	58
<i>Obr. 69 Měření polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 0,5g s různými rychlostmi zatěžování</i>	58
<i>Obr. 70 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 5g s různými parametry zatěžování</i>	59
<i>Obr. 71 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s různými parametry zatěžování</i>	59
<i>Obr. 72 Porovnání měření vystárnutého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při různých rychlostech zatěžování</i>	60

<i>Obr. 73 Porovnání měření vystárnutého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 100g s různými parametry zatěžování</i>	<i>60</i>
<i>Obr. 74 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s rozdílnými rychlostmi zatěžování (mód 7)</i>	<i>61</i>
<i>Obr. 75 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 25g a při různých rychlostech zatěžování (mód 7).....</i>	<i>61</i>
<i>Obr. 77 Porovnání měření vystárlého polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 s max. zatížením 50g a s různými rychlostmi zatěžování (mód 7)</i>	<i>62</i>
<i>Obr. 77 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 1g (mód 2)</i>	<i>62</i>
<i>Obr. 78 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při zatížení 0,5g (mód 2)</i>	<i>63</i>
<i>Obr. 79 Porovnání měření různých stavů materiálu Ongrolit LEV 525 s různými rychlostmi zatěžování (mód 7).....</i>	<i>63</i>
<i>Obr. 80 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Ongrolit LEV 525 při různých rychlostech zatěžování (mód 7).....</i>	<i>64</i>
<i>Obr. 81 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Hypalon při zatížení 1g (mód 2).....</i>	<i>64</i>
<i>Obr. 82 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Hypalon při zatížení 0,1g (mód 2).....</i>	<i>65</i>
<i>Obr. 83 Měření nezestárnutého polymerního materiálu Hypalon se zatížením 1g (mód 7).....</i>	<i>66</i>
<i>Obr. 84 Měření zestárnutého polymerního materiálu Hypalon se zatížením 1g (mód 7)</i>	<i>66</i>
<i>Obr. 85 Měření nezestárnutého polymerního materiálu Hypalon při zatížení 0,1g (mód 7)</i>	<i>67</i>
<i>Obr. 86 Měření zestárnutého polymerního materiálu Hypalon se zatížením 0,1g (mód 7)</i>	<i>67</i>

13 Seznam tabulek

<i>Tab.: 1 Porovnání měření kompozitního materiálu při zatížení 50g s různými parametry zatěžování.....</i>	<i>42</i>
<i>Tab.: 2 Porovnání měření různých parametrů zatěžování při zatížení 2g</i>	<i>46</i>
<i>Tab.: 3 Porovnání měření různých stavů polymerního materiálu Hypalon při zatížení 1g</i>	<i>65</i>