

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

2022/2023

**SIEGFRIED
DE BEUCKELAER**

České vysoké učení technické v Praze

Fakulta elektrotechnická

Katedra mikroelektroniky



Bakalářská práce

Studium vlastností optických polymerních materiálů a možnosti
sterilizace pomocí gama záření

Study of the properties of optical polymer materials
and the possibility of sterilization using gamma radiation

Autor: Siegfried De Beuckelaer

Vedoucí práce: Václav Prajzler

Studijní program: Elektronika a komunikace

Praha 2022

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **De Beuckelaer** Jméno: **Siegfried** Osobní číslo: **491888**
Fakulta/ústav: **Fakulta elektrotechnická**
Zadávající katedra/ústav: **Katedra mikroelektroniky**
Studijní program: **Elektronika a komunikace**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Studium vlastností optických polymerních materiálů a možnosti sterilizace pomocí gama záření

Název bakalářské práce anglicky:

Study of the properties of optical polymer materials and the possibility of sterilization using gamma radiation

Pokyny pro vypracování:

- 1) Seznamte se s polymerními materiály používanými pro optické aplikace.
- 2) Zaměřte se především na biokompatibilní polymerní materiály.
- 3) Změřte vlastnosti polymerních optických materiálů.
- 4) Ověřte možnosti provedení sterilizace pomocí gama záření a změřte vlastnosti dostupných vzorků ozářených gama zářením.
- 5) Dosažené výsledky zhodnoťte a shrňte do zprávy v rozsahu 15-20 stran.

Seznam doporučené literatury:

1. K. Novotný: Optická telekomunikační technika, ČVUT 1998, skripta.
2. Jakub Zavřel: Návrh a realizace polymerních struktur pro fotonické aplikace, Diplomová práce ČVUT v Praze 2022.
3. J.C. Dingeldein, K.A. Walczak, B. W. Swatowski, C.R. Friedrich, C.T. Middlebrook, M.C. Roggemann: Process characterization for direct dispense fabrication of polymer optical multi-mode waveguides. J. Micromech. Microeng. 23(17) Article Number: 075015 (2013).

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D. katedra mikroelektroniky FEL

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

Datum zadání bakalářské práce: **13.02.2023**

Termín odevzdání bakalářské práce: **26.05.2023**

Platnost zadání bakalářské práce: **22.09.2024**

doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

prof. Ing. Pavel Hazdra, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Mgr. Petr Páta, Ph.D.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.

V Praze dne26.5.2023.....



.....

Podpis autora práce

Poděkování

Především bych rád poděkoval panu doc. Ing. Václavu Prajzlerovi, Ph.D. za čas a pomoc při řešení bakalářské práce a konzultacích. Dále děkuji své rodině za finanční i psychickou podporu a obří trpělivost se mnou a neocenitelnou pomoc během mých studií na ČVUT v Praze. Chtěl bych také poděkovat vedoucímu oddělení Radiační chemie a kvalifikace na prostředí, ÚJV Řež, a.s. Ing. Vítu Plačkovi za umožnění provedení testů pomocí gama ozařování v ozařovnách ROZA a PANOZA. Dále bych chtěl poděkovat zaměstnancům z pracoviště ÚJV Řež, a.s., Ing. Martinu Cabalkovi Ph.D., Ing. Vladimíru Hnátovi a Pavle Sterbochové, CSc. za technickou pomoc při prováděných experimentech na pracovišti ÚJV Řež, a.s. Poděkování také patří Ing. Miroslavu Tejklovi, Ph.D. z firmy PRUSA POLYMERS a.s. za poskytnutí polymerních materiálů pro tisk na 3D tiskárně SLA.

Abstrakt

Tato práce se zabývá měřením vlastností optických polymerních materiálů pro aplikace integrované optiky a biofotoniky. Byly měřeny vlastnosti následujících polymerních materiálů: cyklický olefinový kopolymer TOPAS, epoxidové pryskyřice - Resin Tough Prusa Orange, 3DM TOUGH CLEAR resin, flexibilní biokompatibilní opticky čirý polymer MED625FLX, elastomery PDMS (polydimethyloxan) Sylgard 182 a 184. Vzorky byly vystaveny gama záření z důvodu ověřit možnost sterilizace polymerů pomocí tohoto záření. Poté se měřily změny vlastností materiálů způsobené ozářením. Prováděl jsem měření indexu lomu a transmisních spekter, dále jsem měřil Ramanova spektra. U epoxidových pryskyřic a elastomeru PDMS jsem vyhodnocoval data z měření tahových zkoušek pružnosti a pevnosti. Z měření plyne, že čím větší je dávka gama ozáření na vzorky aplikována, tím více dochází k posunu hrany transmisních spekter k vyšším vlnovým délkám. Posun je ale malý, v řádu jednotek až desítek nm. Index lomu s rostoucí dávkou ozáření mírně roste. U Ramanových spekter způsobilo ozáření změnu baseline. U epoxidových pryskyřic se ozářením při vysokých dávkách zhoršila mechanická odolnost.

Klíčová slova: Cyclic Olefin Copolymer, TOPAS, MOEMS - Micro Opto Electro Mechanical Systems, Epoxidové pryskyřice, Biokompatibilní polymerní materiály, Gama záření, Index lomu, Transmisní spektra, Absorpce, Kolorimetrie, Ramanova spektroskopie, Polymer, 3DM Tough Clear, MED625FLX, Sylgard 184 Silicone Elastome, Testy pružnosti a pevnosti.

Abstract

This work deals with the measurement of the properties of optical polymer materials for integrated optics and biophotonics applications. The properties of the following polymeric materials were measured: cyclic olefin copolymer TOPAS, epoxy resins - Resin Tough Prusa Orange, 3DM TOUGH CLEAR resin, flexible biocompatible optically clear polymer MED625FLX, elastomers PDMS (polydimethyloxane) Sylgard 182 and 184. The samples were exposed to gamma radiation to verify the possibility of sterilizing the polymers using this radiation. The changes in the properties of the materials caused by irradiation were then measured. Refractive index and transmission spectra were measured, and Raman spectra were also measured. For epoxy resins and PDMS elastomer, I evaluated tensile test data for elasticity and strength. The measurements show that the higher the dose of gamma irradiation applied to the samples, the more the edge of

the transmission spectra shifts to higher wavelengths. However, the shift is small, on the order of units to tens of nm. The refractive index increases slightly with increasing irradiation dose. For Raman spectra, irradiation has caused a change in the baseline. For epoxy resins, irradiation at high doses deteriorated the mechanical resistance.

Keywords: Cyclic Olefin Copolymer, TOPAS, MOEMS - Micro Opto Electro Mechanical Systems, Epoxy resins, Biocompatible polymeric materials, Gamma radiation, Refractive index, Transmission spectra, Absorption, Colorimetry, Raman spectroscopy, Polymer, 3DM Tough Clear, MED625FLX, Sylgard 184 Silicone Elastome, Elasticity and strength tests.

Seznam obrázků

Obrázek 1: Fotografie 3D tiskárny Prusa SL1 v laboratoři NANOLAB, Katedra mikroelektroniky, FEL, ČVUT v Praze.	7
Obrázek 2: Fotografie měřicího pracoviště s digitálním úchylkoměrem KINEX.	8
Obrázek 3: Fotografie pracoviště pro měření indexu lomu pomocí přístroje Metricon 2010/M Prism Coupler v laboratoři PLANIO na Katedře mikroelektroniky, FEL, ČVUT v Praze.	10
Obrázek 4: Fotografie extenzometru s vysokým zdvihem Instron XL 2603-084 v akreditované zkušební laboratoři na pracovišti Radiační chemie a kvalifikace na prostředí, ÚJV Řež, a.s., a) fotografie vzorku před přetrhnutím, b) fotografie vzorku po přetrhnutí.	13
Obrázek 5: Fotografie vzorků TOPAS SADA I po ozáření s dávkovým příkonem 52,2 Gy/h a) TOPAS 1A reference 0 kGy, b) TOPAS 1B – 5 kGy, c) TOPAS 2B – 10 kGy, d) TOPAS 3B – 32,4 kGy, e) TOPAS 4B – 50,3 kGy, f) TOPAS 5B – 101,4 kGy.	16
Obrázek 6: Fotografie vzorků TOPAS SADA II po ozáření s dávkovým příkonem 0,8 kGy/h a) TOPAS 1A reference - 0 kGy, b) TOPAS 5A - 115,6 kGy, c) TOPAS 6A - 218,3 kGy, d) TOPAS 7A - 503 kGy, e) TOPAS 7B - 751,5 kGy, f) TOPAS 6B - 1004 kGy.	16
Obrázek 7: Naměřené hodnoty indexu lomu a proložené pomocí Sellmeierovy aproximace s infračervenou korekcí. Výsledek pro vzorky TOPAS SADA I, a) index lomu pro řádný paprsek, b) index lomu pro řádný paprsek, c) index lomu pro mimořádný paprsek, d) index lomu pro mimořádný paprsek.	20
Obrázek 8: Naměřené hodnoty indexu lomu a proložené pomocí Sellmeierovy aproximace s infračervenou korekcí. Výsledek pro vzorky TOPAS SADA II a) index lomu pro řádný, b) index lomu pro řádný paprsek, c) index lomu pro mimořádný paprsek, d) index lomu pro mimořádný paprsek.	21
Obrázek 9: Hodnoty indexu lomu pro vzorky TOPAS 5A a TOPAS 5B.	22
Obrázek 10: Transmisní spektra pro vzorky TOPAS SADA I, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-575 nm.	23
Obrázek 11: Transmisní spektra pro vzorky TOPAS SADA II, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-575 nm.	23
Obrázek 12: Transmisní spektra pro vzorky TOPAS 5A a TOPAS 5B, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-575 nm.	24
Obrázek 13: Graf závislosti $(h \cdot \nu \cdot \alpha)^2$ na $h \cdot \nu$ pro vzorky SADA I. a) úplná proměřená závislost, b) graf vlnových délek obsahujících lineární část.	24
Obrázek 14: Graf závislosti $(h \cdot \nu \cdot \alpha)^2$ na $h \cdot \nu$ pro vzorky SADA I, měření 1A, 1B a 2B (pro přehlednost). a) úplná proměřená závislost, b) graf vlnových délek obsahujících lineární část.	25
Obrázek 15: Graf závislosti $(h \cdot \nu \cdot \alpha)^2$ na $h \cdot \nu$ vzorky SADA I, měření 3B, 4B a 5B (pro přehlednost). a) úplná proměřená závislost, b) týž graf v rozmezí vlnových délek obsahujících lineární část.	25

- Obrázek 16: Graf závislosti $(h \cdot \nu \cdot \alpha)^2$ na $h \cdot \nu$ pro vzorky SADA II (pro přehlednost grafu chybí referenční hodnota) a) úplná proměřená závislost, b) týž graf v rozmezí vlnových délek obsahujících lineární část. 26
- Obrázek 17: Kolorimetrické trojúhelníky pro vzorky TOPAS vypočtené z transmisních spekter, a) CIE XY graf pro všechny vzorky TOPAS, b) detailní graf XY souřadnic vzorků TOPAS, c) CIE XY graf pro vzorky TOPAS SADA I, d) detailní graf XY souřadnic pro vzorky TOPAS SADA I, e) CIE XY graf pro vzorky TOPAS SADA II, f) detailní graf XY souřadnic pro vzorky TOPAS SADA II. 27
- Obrázek 18: Ramanova spektroskopie pro vzorky TOPAS pro tři měřené vlnové délky, a) laser 532 nm, b) laser 633 nm, c) laser 830 nm. 28
- Obrázek 19: Ramanova spektroskopie pro vzorky TOPAS, a) vzorky TOPAS SADA I pro vlnovou délku 532 nm, b) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 532 nm, c) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 633 nm, d) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 633 nm, e) vzorky TOPAS SADA I pro vlnovou délku 830 nm, e) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 830 nm. 29
- Obrázek 20: Fotografie tělísek z materiálu 3DM TOUGH CLEAR, vytisknuté na 3D tiskárně PRUSA SLA-1. 31
- Obrázek 21: Zkušební tělísko ve tvaru lopatky dle normy ČSN EN ISO 527-2 [19] 31
- Obrázek 22: Fotografie vzorků pro měření indexu lomu a transmisních spekter z polymeru 3DM TOUGH CLEAR, a1) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref A, a2) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref A, b1) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref B, b2) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref B, c1) 3DM 27,8 kGy vzorek 3DM OZ1, c2) 3DM 27,8 kGy vzorek 3DM OZ1, d1) 3DM 260,4 kGy vzorek 3DM OZ2, d2) 3DM 260,4 kGy vzorek 3DM OZ2. 34
- Obrázek 23: Fotografie vzorků pro měření indexu lomu a transmisních spekter z polymeru MedFLEX, a1) Med reference 0 kGy vzorek MED ref A, a2) Med reference 0 kGy vzorek MED ref A, b1) Med reference 0 kGy vzorek MED ref B, b2) Med reference 0 kGy vzorek MED ref B, c1) Med 27,8 kGy vzorek MED OZ1, c2) Med 27,8 kGy vzorek MED OZ1, d1) Med 260,4 kGy vzorek MED OZ2, d2) Med 260,4 kGy vzorek MED OZ2. 35
- Obrázek 24: Index lomu pro referenční vzorky pro materiál 3DM TOUGH CLEAR (na obr. není uveden výsledek pro vzorek c1 a c2, protože se nepodařilo index lomu pro tento vzorek 3DM OZ1 změřit). 36
- Obrázek 25: Index lomu pro referenční vzorky MedFLEX 37
- Obrázek 26: Fotografie vzorků z natrhaných tělísek pro měření transmisního spektra z polymeru 3DM TOUGH CLEAR a1) 3DM reference 0 kGy zleva vzorek ref vz1A a ref vz5E, a2) 3DM reference 0 kGy zleva vzorek ref vz1A a ref vz5E, b1) 3DM 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC a OZ1 vzE, b2) 3DM 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC a OZ1 vzE, c1) 3DM 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz1A a OZ2 vzE, c2) 3DM 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz1A a OZ2 vzE. 39

Obrázek 27: Fotografie vzorků z natrhaných tělísek pro měření transmisního spekter z polymeru MedFLEX, a) MED reference 0 kGy zleva vzorek ref vz2B, ref vz4D a rer vz7G, b) MED 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC a OZ1 vzF, c) MED 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz6F a OZ2 vz7G.	39
Obrázek 28: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro referenční vzorky (tvaru čtverečku), ozářené i neozářené, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.	40
Obrázek 29: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro neozářené vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.	40
Obrázek 30: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro ozářené OZ1 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.	41
Obrázek 31: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro ozářené OZ2 referenční vzorky pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.	41
Obrázek 32: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro referenční vzorky (bez a1, a2), ozářené i neozářené, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.	41
Obrázek 33: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro neozářené vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.	42
Obrázek 34: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro ozářené OZ1 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.	42
Obrázek 35: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro ozářené OZ2 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.	42
Obrázek 36: Kolorimetrické trojúhelníky vzorků MedFLEX vypočtené z transmisních spekter, porovnání ozářených a neozářených vzorků a) CIE XY graf pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR, b) přiblížený graf XY souřadnic graf pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR, c) CIE XY graf pro vzorky MedFLEX, d) přiblížený graf XY souřadnic graf pro vzorky MedFLEX.	43
Obrázek 37: Fotografie vzorků zkušebních těles 3DM TOUGH CLEAR po zkoušce roztažnosti (trhání) a) 3DM ref 0 kGy, b) 3DM OZ1 27,8 kGy, c) 3DM OZ2 260,4 kGy.	44
Obrázek 38: Fotografie vzorků zkušebních těles MedFLEX po zkoušce roztažnosti (trhání) a) Med ref 0 kGy, b) Med OZ1 27,8 kGy, c) Med OZ2 260,4 kGy.	44
Obrázek 39: Výsledky měření roztažnosti vzorků 3DM TOUGH CLEAR a MedFLEX, a) 3DM TOUGH CLEAR pro referenci (0 kGy), b) 3DM TOUGH CLEAR pro OZ1 (27,8 kGy), c) 3DM TOUGH CLEAR pro OZ2 (260,4 kGy), d) MedFLEX pro referenci (0 kGy), e) MedFLEX pro OZ1 (27,8 kGy), f) MedFLEX pro OZ2 (260,4 kGy).	47
Obrázek 40: Fotografie vzorků pro měření indexu lomu a transmisních spekter pro polymer SYLGARD 184, a1) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref A, a2) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref A, b1) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref B, b2) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref B, c1) Sylgard 27,8 kGy vzorek OZ1, c2) Sylgard 27,8 kGy vzorek OZ1, d1) Sylgard 260,4 kGy vzorek OZ2, d2) Sylgard 260,4 kGy vzorek OZ2.	49
Obrázek 41: Index lomu pro referenční vzorky SYLGARD 184.	50

Obrázek 42: Fotografie vzorků natrhaných tělísek pro měření transmisních spekter z polymeru SYLGARD 184, a) Sylgard 184 reference 0 kGy zleva vzorek ref vz2B, ref vz3C a ref vz4D, b) Sylgard 184 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC, OZ1 vzE a OZ1 vzF, c) Sylgard 184 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz4D, OZ2 vz5E a OZ2 vz7G.	51
Obrázek 43: Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro referenční vzorky, ozářené i neozářené a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.	52
Obrázek 44: Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro neozářené vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.	52
Obrázek 45 Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro ozářené OZ1 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.	53
Obrázek 46: Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro ozářené OZ2 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.	53
Obrázek 47: Kolorimetrický trojúhelník vzorků Sylgard 184 vypočtené z transmisních spekter, porovnání ozářených a neozářených vzorků a) CIE XY graf pro vzorky Sylgard 184, b) přibližný graf XY souřadnic graf pro vzorky Sylgard 184.	54
Obrázek 48: Fotografie polymeru SYLGARD 184 natrhané vzorky tělísek, a) Sylgard ref 0 kGy, b) Sylgard OZ1 27,8 kGy, c) Sylgard OZ2 260,4 kGy.	54
Obrázek 49: Výsledky měření roztažnosti vzorků SYLGARD 184 a) pro referenci (0 kGy), b) pro OZ1 (27,8 kGy), c) pro OZ2 (260,4 kGy).	56

Seznam tabulek

Tabulka 1: Závislost doby vytvrzování na teplotě pro polymer Sylgard 182 [10].....	6
Tabulka 2: Závislost indexu lomu na vlnové délce pro polymer Sylgard 184 [10].....	6
Tabulka 3: Závislost doby vytvrzování na teplotě pro polymer Sylgard 184 [10].....	6
Tabulka 4: Přehled vzorků - Experiment 1, TOPAS SADA I. Ozařování vzorků v ozařovně PANOZA. Rychlost ozařování (dávkový příkon) 52,2 Gy/h.....	17
Tabulka 5: Přehled vzorků - Experiment 2, TOPAS SADA II. Ozařování vzorků v ozařovně ROZA. Rychlost ozařování (dávkový příkon) 0,8 kGy/h.....	17
Tabulka 6: Změřené hodnoty indexy lomu pro vzorky TOPAS, SADA I po ozáření s dávkovým příkonem 52,2 Gy/h.....	18
Tabulka 7: Změřené hodnoty indexy lomu pro vzorky TOPAS, SADA II po ozáření dávkovým příkonem 0,8 kGy/h.....	18
Tabulka 8: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro vzorky TOPAS SADA I a II.	19
Tabulka 9: Tabulka Eg koeficientů pro vzorky TOPAS SADA I (s dávkovým příkonem 52,2 Gy/h) a SADAII (s dávkovým příkonem 0,8 kGy/h).....	26
Tabulka 10: 3DM TOUGH CLEAR plán dávek ozáření.....	32

Tabulka 11: MedFLEX plán dávek ozáření.....	32
Tabulka 12: Hodnoty indexy lomu pro materiál 3DM TOUGH CLEAR po ozáření.....	35
Tabulka 13: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro materiál 3DM TOUGH CLEAR:.....	35
Tabulka 14: Hodnoty indexy lomu pro materiál MedFLEX po ozáření.....	36
Tabulka 15: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro materiál MedFLEX:	36
Tabulka 16: Přehled vzorků 3DM TOUGH CLEAR pro měření transmisních spekter.....	38
Tabulka 17: Přehled vzorků MedFLEX pro měření transmisních spekter.....	38
Tabulka 18: Naměřené hodnoty zátěžových zkoušek pro materiál 3DM TOUGH CLEAR.	45
Tabulka 19: Naměřené hodnoty zátěžových zkoušek pro MedFLEX.....	46
Tabulka 20: Plán dávek ozáření pro materiál SYLGARD 184.	48
Tabulka 21: Hodnoty indexy lomu pro polymer SYLGARD 184 po ozáření.	49
Tabulka 22: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro polymer SYLGARD 184.	50
Tabulka 23: Přehled vzorků pro měření transmisního spekter pro polymer SYLGARD 184.....	51
Tabulka 24: Pro materiál SYLGARD 184 naměřené hodnoty ze zátěžových zkoušek.....	55

Seznam příloh

Příloha 1: Materiál 3DM TOUGH CLEAR; dávka 0 kGy	62
Příloha 2: Materiál 3DM TOUGH CLEAR; dávka 27,8 kGy	63
Příloha 3: Materiál 3DM TOUGH CLEAR; dávka 260,4 kGy	64
Příloha 4: Materiál MedFLEX; dávka 0 kGy	65
Příloha 5: Materiál MedFLEX; dávka 27,8 kGy	66
Příloha 6: Materiál MedFLEX; dávka 260,4 kGy	67
Příloha 7: Materiál Sylgard 184; dávka 184 0 kGy	68
Příloha 8: Materiál Sylgard 184; dávka 27,8 kGy	69
Příloha 9: Materiál Sylgard 184; dávka 260,4 kGy	70

Obsah

1. Úvod	1
2. Teoretická část	2
2.1. Optické vlnovody	2
2.2. Sterilizace materiálů	2
3. Materiály a technologie	4
3.1. Cyklický olefinový kopolymer (COC) TOPAS	4
3.2. Epoxidové pryskyřice	4
3.3. Polydimethyloxan (PDMS)	5
3.4. Aditivní technologie	6
4. Použité metody pro měření	8
4.1. Měření tloušťky	8
4.2. Měření transmisních spekter	8
4.3. Měření indexu lomu	9
4.4. Testy pružnosti a pevnosti	11
4.5. Ramanova spektroskopie	13
4.6. Kolorimetrie	14
5. Experimenty	15
5.1. Vlastnosti polymeru TOPAS	15
5.2. Vlastnosti epoxidových pryskyřic 3DM TOUGH CLEAR a MedFLEX	30
5.3. Vlastnosti polymeru Polydimethylsiloxane SYLGARD 184	48
6. Závěr	57
Použitá literatura	59
Přílohy	61

1. Úvod

Cílem bakalářské práce je studium vlivu gama záření na polymerní materiály.

Nejdříve jsem měřil vlastnosti cyklického olefinového kopolymeru (COC) s obchodním označením TOPAS. Jedná se o speciální polymer, který je určen pro aplikace v mikrooptoelektromechanických systémech (MOEMS -Micro Opto Electro Mechanical Systems). Dále jsem studoval vlastnosti epoxidových pryskyřic, které se využívají při výrobě struktur pomocí aditivní technologie SLA (Stereolitografie) a biokompatibilního polymeru polydimethylsiloxan (PDMS). PDMS je silikonový polymer, který se mimo jiné používá v mnoha medicínských aplikacích mimo jiné např. pro výrobu kontaktních čoček. Má skvělé mechanické vlastnosti, vysokou teplotní stabilitu, vhodné optické vlastnosti a jedná se o čirý materiál. Dá se vyrábět v různých stupních elasticity, která vždy navíc závisí na teplotě, což je při aplikacích potřeba brát v úvahu.

Ať se pro medicínský účel použijí jakékoli materiály, je vždy nutné zajistit jejich sterilitu. Sterilizace polymerních materiálů je poměrně obtížná, protože používané metody (využití horkého vzduchu nebo páry, sterilizace výbojem v plynném peroxidu vodíku, chemická sterilizace formaldehydem nebo etylenoxidem) mohou významně ovlivnit vlastnosti polymerních materiálů. Alternativou k těmto postupům je sterilizace pomocí gama záření. Proto je důležité ověřit, jak gama ozáření ovlivňuje optické vlastnosti materiálů.

Při řešení bakalářské práce jsem měl k dispozici 14 vzorků cyklického olefinového kopolymeru s výrobním označením TOPAS dodaného firmou microfluidic ChipShop GmbH. Nejdříve jsem provedl měření vlastností vzorků (index lomu, transmisní spektra, tloušťku) a pak byly vzorky vystaveny gama záření na oddělení Radiační chemie a kvalifikace na prostředí na pracovišti ÚJV Řež, a.s. Při experimentech byly prováděny dva typy ozařování. První ozařování spočívalo ve vystavení vzorků s nízkým dávkovým příkonem pro delší dobu (dávka záření 52,2 Gy/h), druhé ozařování probíhalo při vysokém dávkovém příkonu pro krátkou dobu. V tomto případě byl použit dávkový příkon 0,8 kGy/h. Ozařovaná dávka byla volena podle postupů, které se používají při sterilizaci, podle normy ČSN EN ISO 11137-1, kde pro tyto účely se používá dávka gama záření 25 kGy [1]. Po ozáření byly u vzorků opět změřeny vlastnosti a byly porovnány s vlastnostmi před ozářením.

2. Teoretická část

2.1. Optické vlnovody

Optické vlnovody dělíme na dva základní typy [2], a to vláknové vlnovody a planární optické vlnovody. Vláknové optické vlnovody se používají pro přenos optického signálu na velké vzdálenosti (stovky až tisíce kilometrů), naproti tomu planární optické vlnovody se používají pro přenos optického signálu maximálně na vzdálenost několika centimetrů. Pro výrobu těchto planárních optických vlnovodů se běžně používají optická skla, krystaly, polovodiče a v poslední době je věnována také pozornost polymerním materiálům.

Předložená bakalářská práce se věnuje studium polymerních materiálu pro optické planární vlnovody.

2.2. Sterilizace materiálů

Důvodem použití gama záření pro sterilizaci je, že se jedná o nejúčinnější způsob, jak zbavit materiály biologické kontaminace. Biologická kontaminace materiálů je vždy u nesterilizovaných materiálů přítomná. Sterilizace je nejvyšší stupeň dezinfekce a pro aplikace v lékařství a v medicíně je nutné sterilizaci provést [3] a sterilizace pro zdravotnické účely definována jako souhrn opatření, kterými se v daném prostředí usmrtí všechny životaschopné mikroorganismy a dojde též k nezvratné inaktivaci virů.

K běžným metodám sterilizace patří využití horkého vzduchu nebo vodní páry. Tento postup pro polymerní materiály není vhodný, protože při použití této metody dochází k dlouhodobému vystavení vysoké teplotě (obvykle 160 až 190 °C) a takto vysoká teplota může způsobit zničení nebo výrazné ovlivnění vlastností většiny běžných polymerních materiálů.

Další metoda používána pro sterilizaci využívá výboj v plynném peroxidu vodíku, kde vznikne plazma. Sterilizační účinek pak mají volné radikály, kdy výhodou této metody je výrazně nižší teplota při, které ke sterilizaci dochází a tato teplota se pohybuje kolem 60 °C. Využit lze také chemické sterilizační metody, které používají například formaldehyd nebo etylenoxid [4].

V některých případech je využívána sterilizace ultrafialovým světlem o vlnové délce 253,7–264 nm. V tomto případě se jedná, ale nesprávné použití pojmu, v případě UV záření jde pouze o

nižší stupeň dezinfekce, který nesplňuje nároky kladené na skutečnou sterilizaci a tato metoda má omezené aplikační možnosti.

Pro sterilizaci polymerních materiálů není tedy vhodná žádná z výše zmíněných metod. Proto se začaly studovat možnosti použití radiační sterilizace, kde se k ničení mikroorganismů používá gama záření. Nevýhodou této metody je, že nelze provést opakovanou sterilizaci gama záření z důvodu, že tento typ sterilizace nemůže provádět zdravotnický personál, ale musí být provedeno na specializovaném pracovišti, které splňuje náročná pravidla pro používání se zdroji gama záření. Používaná sterilizační dávka gama záření dle platné zdravotnické normy (ČSN EN ISO 11137-1 Sterilizace výrobků pro zdravotní péči - Sterilizace zářením) činí 25 kGy [1].

3. Materiály a technologie

3.1. Cyklický olefinový kopolymer (COC) TOPAS

Pro řešení bakalářské práce jsem měl k dispozici cyklický olefinový kopolymer s obchodním označením TOPAS. Výrobce popisuje tento polymer následovně [5]: „TOPAS je výjimečně transparentní pro UV a viditelné světlo a je jasnou volbou pro diagnostické a analytické aplikace. Komerčně je dostupný polymer třídy TOPAS s propustností při vlnových délkách až 220 nm, kde takto nízká hodnota převyšuje všechny ostatní polymery. Pro propustnost v oblasti UVA a UVB, a dokonce i v horní části rozsahu vlnových délek UVC, je TOPAS COC vhodným řešením. Všimněte si, že dlouhodobá odolnost proti UV záření je nízká; tyto výrobky jsou určeny pro jednorázové laboratorní výrobky.“

TOPAS je chemicky příbuzný polyethylenu a dalším polyolefinovým plastům. Cyklické olefinové kopolymery TOPAS jsou ultra krystalicky čisté technické materiály s širokou škálou jedinečných vlastností. Mezi jejich nejdůležitější vlastnosti patří [6]:

- Čistota
- Skelná čírost
- Amorfní
- Olefin
- Odolnost vůči kyselinám, alkoholům, vlhkosti
- Vhodné pro ochranu výrobků v potravinářství, lékařství a elektronice

3.2. Epoxidové pryskyřice

Prusa RESIN Orange

Pryskyřice s obchodním názvem Prusament Resin Tough Prusa Orange [7] je produktem české firmy Prusa Polymers a.s. Primárně byla vyvinuta pro tisk pomocí Original Prusa SL1 3D tiskárny, kterou vyvinula a komerčně prodává firma Prusa Research. Jedná se o tvrdou fotopolymerní pryskyřici s krátkou dobou osvitů (2,6 s). Používá se jako standardní materiál pro amatérské i profesionální 3D práce v širokém spektru aplikací. V rámci mé práce nebyla tato pryskyřice použita pro měření optických vlastností, ale jako pomocný materiál pro vytváření odlévacích forem, což je podrobně popsáno v kapitole 5.2.

3DM TOUGH CLEAR

Jedná se tvrdou a průhlednou fotopolymerní pryskyřici, která je vhodná pro lékařské modely a přístroje, funkční prototypy, elektroniku, architekturu a umění, automobilový průmysl, obaly a lahve, mikrofluidní a průtokové analýzy, osvětlení a čočky. Je kompatibilní s tiskárnami SLA (stereolitografické), DLP (digital light processing – polymerizace probíhá v roztoku) a LCD (podobné jako DLP, ale světlo přichází z LCD displeje, ne z projektoru), se zdroji UV LED světla s vlnovou délkou 365 nm až 405 nm [8].

MedFLEX (MED625FLX)

MED625FLX je speciální flexibilní biokompatibilní opticky čirý polymerní materiál, který je používán v 3D tisku pro vytváření precizních modelů a implantátů. Tento materiál patří do skupiny fotopolymerních pryskyřic, které se používají v technologii stereolitografie (SLA).

MED625FLX je vyroben z fotopolymerní pryskyřice založené na methakrylátových monomerech. Obsahuje přídavné látky pro zlepšení mechanických vlastností a snížení vlivu UV záření. Díky těmto přísadám má tento materiál vynikající mechanické vlastnosti a odolnost vůči deformaci a prasknutí.

Hlavní výhodou MED625FLX je jeho schopnost flexe, což znamená, že se může ohýbat a přizpůsobovat se tvaru objektu. Tento materiál také nabízí vysokou přesnost tisku a velmi hladký povrch, což zajišťuje dokonalou kompatibilitu s lidským tělem.

MED625FLX se používá především pro vytváření implantátů a protéz, jako jsou například dentální náhrady, ortopedické implantáty a další medicínské aplikace. Tento materiál se také používá v lékařském výzkumu pro vytváření modelů anatomických struktur a pro testování lékařských zařízení [9].

3.3. Polydimethyloxan (PDMS)

Sylgard 182TM Silicone Elastomer

Při řešení bakalářské práce jsem se také zabýval přípravou a studiem vlastností optického elastomeru polydimethyloxanu (PDMS). K dispozici jsem měl komerčně dostupné elastomery Sylgard 182 a Sylgard 184. Většina experimentů, jak je uvedeno dále, jsem prováděl s polymerem

Sylgard 184. Při testech jsem navázal na bakalářskou práci M. Latečky, která uvádí [10]: „Sylgard 182 je bezbarvý silikon elastomer, balení se skládá ze dvou složek (báze a vytvrzovací činidlo). Viskozita základní složky je 5475 cP a smíchaného produktu 4575 cP. Životnost materiálu před vytvrzením je přibližně 8 hodin. Index lomu materiálu uvedený výrobcem je 1,410 na vlnové délce 589 nm. Pro přípravu vzorku je potřeba smíchat složky v poměru 10:1.“ Doba vytvrzování při určité teplotě je uvedena v tabulce **Tabulka 1**.

Tabulka 1: Závislost doby vytvrzování na teplotě pro polymer Sylgard 182 [10].

Teplota [°C]	25	100	125	150
Čas vytvrzování	336 h	75 min	30 min	20 min

Sylgard 184TM Silicone Elastomer

Práce [10] uvádí: „Sylgard 184 je bezbarvý elastomer, balení se skládá ze dvou složek, které se dle doporučení výrobce mají smíchat v poměru 10:1. Viskozita základní složky je 5100 cP a smíchaného produktu 3500 cP. Životnost nevytvrzeného materiálu je přibližně 1,5 hodiny.“ Hodnoty indexu lomu shrnuje **Tabulka 2**.

Tabulka 2: Závislost indexu lomu na vlnové délce pro polymer Sylgard 184 [10].

Vlnová délka [nm]	589	632	1321	1554
Index lomu [-]	1,4418	1,4225	1,4028	1,3997

Dobu vytvrzování při konkrétní teplotě shrnuje **Tabulka 3**.

Tabulka 3: Závislost doby vytvrzování na teplotě pro polymer Sylgard 184 [10].

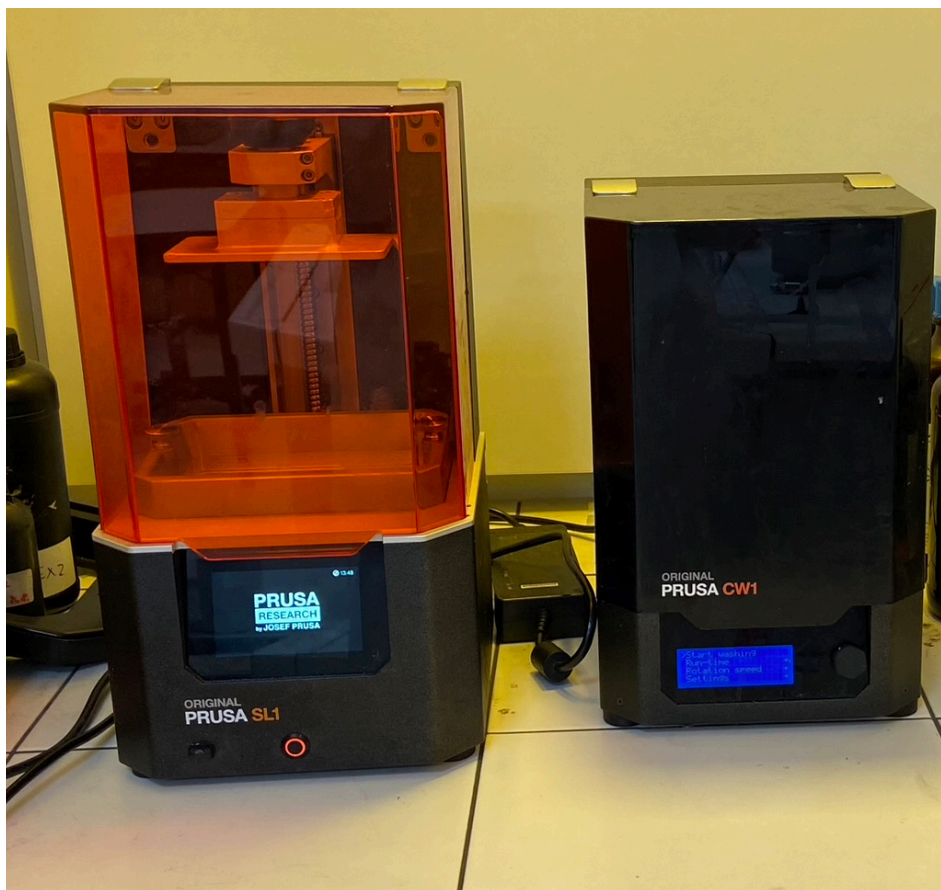
Teplota [°C]	25	100	125	150
Čas	48 h	35 min	20 min	10 min

3.4. Aditivní technologie

3D tiskárna Prusa SL1

Pomocí 3D tiskárny Prusa SL1 jsem připravoval z materiálu Prusa RESIN Orange tělíska pro výrobu odlévacích forem. Takové tělísko má tvar chystaného vzorku, podrobný popis výrobního postupu je v kapitole 5.2.

Prusa SL1 je starší model 3D tiskárny (viz **Obrázek 1**) využívající technologii SLA. Při ní se nanáší požadovaný tvar vrstvu po vrstvě, proto se v této souvislosti hovoří o aditivní technologii – postupným přidáváním vrstev vzniká výrobek. Prusa SL1 může nanášet vrstvy v tloušťce od 0,01 mm do 0,1 mm, tiskne rychlostí až 6 vrstev za sekundu.



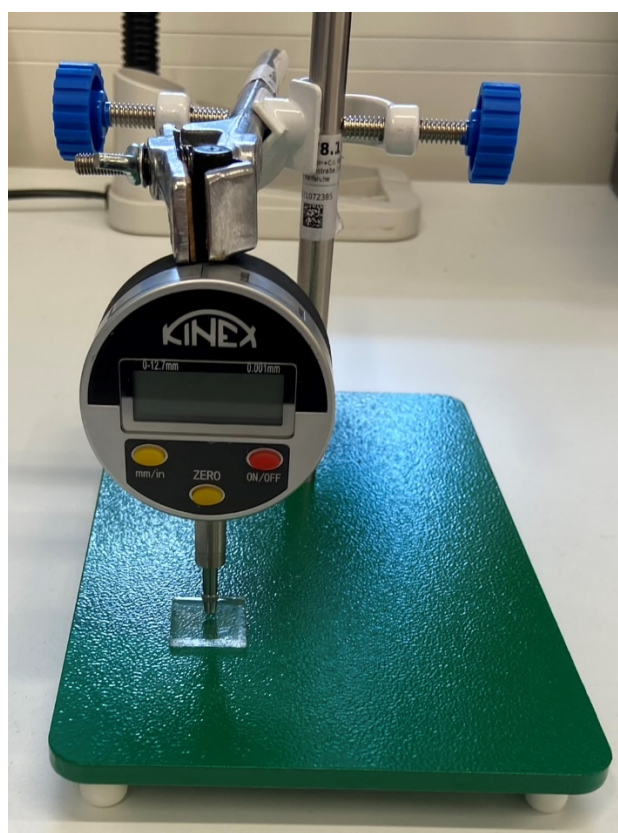
Obrázek 1: Fotografie 3D tiskárny Prusa SL1 v laboratoři NANOLAB, Katedra mikroelektroniky, FEL, ČVUT v Praze.

Podle popisu výrobce [11] má tiskárna SL1 „zabudovaný LCD displej s vysokým rozlišením, který zobrazuje masku ve tvaru jedné vrstvy. Poté UV LED panel prosvítí UV světlo skrz masku do vaničky s průhledným dnem naplněné fotosenzitivní pryskyřicí. UV světlo vytvrzuje jednu vrstvu tištěného objektu, která se přichytí k tiskové platformě. Po vytvrzení vrstvy se tisková platforma posune o malý kousek nahoru, čímž vytvoří prostor pro další vrstvu.“

4. Použité metody pro měření

4.1. Měření tloušťky

Abych mohl vypočítat absorpční koeficient z transmisních spekter, bylo potřeba změřit tloušťku vzorků. Pro tento účel jsem použil digitální úchylkoměr KINEX LIMIT 12.5/0.001 mm (viz **Obrázek 2**), který má přesnost 0,001 mm a s rozsahem 12,7 mm. Digitální úchylkoměr KINEX bylo nutné upevnit na rameno s držákem. Vzorky, pro které jsem potřeboval znát tloušťku, jsem vkládal pod měřicí píst s hrotem a z displeje následně odečítal naměřené hodnoty tlouštěk [10].



Obrázek 2: Fotografie měřicího pracoviště s digitálním úchylkoměrem KINEX.

4.2. Měření transmisních spekter

Transmisní spektra jsem měřil pomocí přístroje UV-VIS-NIR Spectrometer (UV 3600 Shimadzu). Měření jsem prováděl na Fakultě jaderné a fyzikálně inženýrské na ČVUT v Praze. Princip přístroje je následující: světlo ze širokopásmového zdroje v přístroji prochází monochromátorem a nastavitelnou štěrbinou, kde vzniká kolimovaný monochromatický svazek.

Prochází přes měřený vzorek a dopadá na fotodetektor. Vzhledem k širokému měřicímu rozsahu 185 - 3300 nm je spektrální analyzátor vybaven třemi detektory, které se automaticky přepínají v průběhu měření. Měření probíhá postupným přeladováním monochromátoru a zaznamenáváním intenzity dopadající na detektor na každé měřené vlnové délce. Před samotným měřením je potřeba provést referenční měření, kdy přístroj změří spektrum bez vloženého vzorku. Z referenčních a naměřených dat řídicí software určí průběh transmisního spektra měřeného vzorku“ [10]. Měření jsem prováděl ve spektrálním rozsahu 250-2200 nm.

Z naměřených transmisních spekter lze určit absorpční koeficienty α pro danou vlnovou délku λ a absorpční koeficient je definován vztahem [12]:

$$\alpha(\lambda) = -\ln\left(\frac{T(\lambda)}{100}\right) \cdot \frac{1}{t} \quad (1)$$

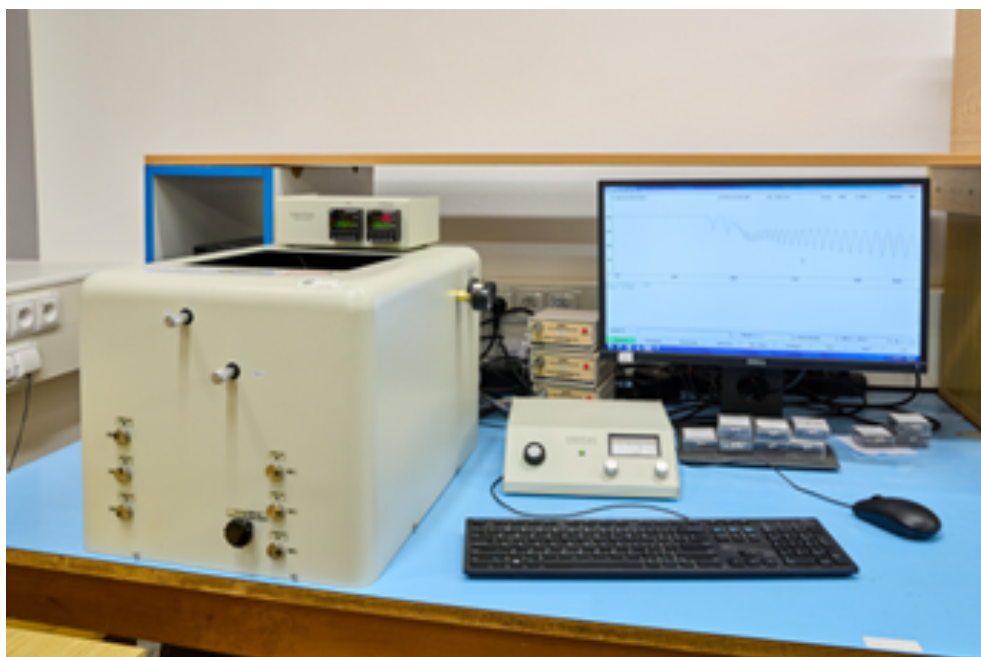
kde t je tloušťka vzorku, λ je vlnová délka a T je hodnota transmisního spektra v procentech.

Po vypočtení hodnot absorpčních koeficientů α můžeme sestavit grafy, kde na vodorovnou osu vynášíme hodnoty $h \cdot \nu$ (v elektronvoltech - eV) a na svislou hodnoty $(h \cdot \nu \cdot \alpha)^{1/k}$ (bezrozměrná veličina), kde h je Planckova konstanta a ν je frekvence záření. Hodnotu k v souladu s doporučením z [12] volíme podle převládajícího typu absorpce, přičemž pro polymerní materiály je voleno hodnota $k = 0,5$.

Z takto sestrojených grafů lze zjistit šířku pásma nezkresleného přenosu (band gap) označenou jako E_g . Postup určení E_g je, že najdeme průsečík přímky proložené přibližně lineární částí grafu s vodorovnou osou. Hodnota odečtená na vodorovné ose je hodnotou E_g .

4.3. Měření indexu lomu

Pro měření indexu lomu jsem použil metodu jednohranolové vidové spektroskopie. Metoda je také označována jako m-line spektroskopie či tmavá vidová spektroskopie [10]. Pro tuto metodu jsem použil přístroj Metricon 2010/M Prism Coupler, který pracuje na principu jednohranolové vidové spektroskopie. Měření jsem prováděl v laboratoři PLANIO (Laboratoř planárních optoelektronických a optických integrovaných struktur) na Katedře mikroelektroniky, FEL, ČVUT v Praze. Obrázek 3 obsahuje fotografii měřícího pracoviště.



Obrázek 3: Fotografie pracoviště pro měření indexu lomu pomocí přístroje Metricon 2010/M Prism Coupler v laboratoři PLANIO na Katedře mikroelektroniky, FEL, ČVUT v Praze.

Princip metody podle [10] je následující: „Optický kontakt mezi měřeným vzorkem a vazebním hranolem je proveden pomocí pneumaticky ovládaného přitlačného pístu, čímž se mezi vzorkem a hranolem vytvoří malá vzduchová mezera. Laserový paprsek dopadá na základnu hranolu a obvykle se zcela odráží od základny hranolu na fotodetektor. Při určitých diskrétních hodnotách úhlu dopadu, které se nazývají medové úhly, mohou fotony pronikat přes vzduchovou mezera do vzorku a vstoupit do režimu řízeného optického šíření, což způsobí prudký pokles intenzity světla dopadajícího na detektor.“

Jako vazební hranol jsem používal Metricon Prism #200-P-4a, který je určen pro měření indexu lomu v rozsahu od 1,20 do 2,02. Měření vzorků jsem prováděl na šesti vlnových délkách: 532,0 nm; 654,2 nm; 846,4 nm; 1308,2 nm; 1549,1 nm a 1652,1 nm.

U anizotropních látek je rychlost světla závislá na směru jeho šíření. Proto u nich může dojít k dvojlomu [13]. Světelný paprsek se na vstupu do takové látky rozdělí na dva. První je tzv. řádný paprsek, který splňuje zákon odrazu a lomu. Druhý paprsek se nazývá mimořádný a láme se pod jiným úhlem. Na výstupu z látky se oba paprsky zalomí opačným směrem o stejný úhel a dál postupují rovnoběžně. Tím pádem se obraz pozorovaný přes takovou látku zdvojí a posune.

Protože jsem měření indexu lomu prováděl jen na šesti vlnových délkách pro určení hodnot indexu lomu mimo tyto vlnové délky jsem použil Sellmeierovou aproximaci s infračervenou korekcí [12]:

$$n^2(\lambda) = A + \frac{B\lambda^2}{\lambda^2 - c} - D\lambda^2 \quad (2)$$

kde n je index lomu, λ je vlnová délka a A , B , C a D jsou experimentálně stanovené Sellmeierovy koeficienty. Tato aproximace byla zvolena, protože v předešlé práci [12] je popsána tato aproximační metoda jako nejvhodnější pro použitou sestavu měření.

Z naměřených hodnot indexu lomu jsem pro měřené vzorky také určoval Abbeovo číslo. Abbeovo číslo [14] je bezrozměrné číslo, které udává tzv. disperzní mohutnost optického prostředí. Dá se spočítat ze tří indexů lomu na přesně definovaných tzv. Fraunhoferových frekvencích podle vztahu (3). Je to další ukazatel vlivu záření na optické vlastnosti materiálu.

$$V = \frac{n_D - 1}{n_F - n_C} \quad (3)$$

kde n_D , n_F a n_C je index lomu příslušného materiálu na vlnových délkách odpovídajících Fraunhoferovým čárám D (589,2 nm), F (486,1 nm) a C (656,3 nm).

4.4. Testy pružnosti a pevnosti

Jako doplněk měření změny optických vlastností jsem také zjišťoval, jaký je vliv ozáření na mechanické vlastnosti zkoumaných materiálů stanovené při statické zkoušce jednoosým tahem. Standardním zařízením pro takové měření je trhačí stroj. Stanovují se jím hodnota síly potřebné k přetržení standardizovaného zkušební tělesa vzorku materiálu a zároveň hodnota prodloužení vzorku v okamžiku jeho přetržení, případně lze stanovovat i další tahové vlastnosti materiálu charakterizující jeho elasto-plastické vlastnosti.

Měření probíhalo na trhačím stroji výrobce Instron, typ 5543 [15] ve Zkušební laboratoři oddělení Radiační chemie a kvalifikace na prostředí na pracovišti ÚJV Řež, a. s. Zkoušky byly prováděny za teploty okolí (23 ± 2) °C. Výsledky měření jsou uvedeny v kapitole 5.

K měření tahových vlastností byla použita navzájem identická zkušební tělesa ve tvaru předepsaném normami ČSN EN ISO 527-2 [19], obr. 5A (používá se pro tuhé plasty, v našem případě se týká vzorků epoxidových pryskyřic 3DM TOUGH CLEAR a MedFLEX) a ISO 37, obr. 2 [20] (používá se pro vulkanizované nebo termoplastické elastomery, tj. pryže, v našem případě použita pro polydimethylsiloxanovou pryž SYLGARD 184). Tato zkušební tělesa mají tvar oboustranné lopatky o celkové délce 75 mm; pracovní délka v jejich rovnoběžné části činí 25 mm; šířka v upínacích koncích činí 12,5 mm a v pracovní části 4 mm. Doporučená tloušťka zkušebních těles je do 2 mm.

Měření probíhá tak, že se rozšířené části zkušební vzorku tvaru oboustranné lopatky upnou do čelistí trhačího stroje, které se vzájemně vzdalují konstantní rychlostí a vzorek se tak podélně deformuje. Měření síly se provádí prostřednictvím silové hlavy trhačího stroje vybavené tenzometrickým můstkem napájeným stejnosměrným napětím. Protážení vzorku ve směru namáhání se pak projeví změnou napětí na můstku, které snímá, zesiluje a vyhodnocuje elektronika trhačího stroje. Samotné protážení zúžené rovnoběžné části zkušební tělesa se stanovuje z posuvu horní, pohyblivé čelisti trhačího stroje (spodní čelist je nepohyblivá).

Rozšířené části zkušebních těles byly upnuty do samosvorných pneumatických ocelových čelistí (šířky 25 mm a výšky 38 mm) s vroubkovaným povrchem minimalizujícím prokluz upnutého tělesa v čelistech. Upínací délka zkušebních těles, tj. počáteční vzdálenost čelistí byla 50 mm a rychlost vzájemného posuvu čelistí řízená elektronikou trhačího stroje činila 50 mm/min. Frekvence záznamu dat síla versus posuv byla nastavena na 20 bodů za sekundu.

Z tahové zkoušky tělesa je výstupem křivka „síla“ versus „posuv“, která se pro účely vzájemného porovnání vlastností těles rozdílných příčných rozměrů nebo pracovních délek a také vzájemného porovnání materiálů prezentuje v souřadnicích „napětí“ versus „relativní deformace“. Napětí se konvenčně stanovuje jako síla vztažená na počáteční průřez zkušební tělesa. Relativní deformace se stanovuje jako okamžitá deformace pracovní části tělesa vztažená k jeho počáteční pracovní délce. (Pro tento účel se předpokládá, že rozšířená část zkušební lopatky je dokonale tuhá, takže celková absolutní deformace pracovní části tělesa je identická s hodnotou posuvu upínacích čelistí.)

Tažnost je pak definována jako relativní prodloužení zkušební tělesa při přetržení.

Pevnost je definována buď jako hodnota maximální síly anebo maximálního napětí (tj. síly vztažené na počáteční příčný průřez zkušební tělesa) dosažená během tahové zkoušky. V případě monotónní křivky „napětí–deformace“ je rovna tahovému napětí dosaženému v okamžiku přetržení tělesa.



Obrázek 4: Fotografie extenzometru s vysokým zdvihem Instron XL 2603-084 v akreditované zkušební laboratoři na pracovišti Radiační chemie a kvalifikace na prostředí, ÚJV Řež, a.s., a) fotografie vzorku před přetrhnutím, b) fotografie vzorku po přetrhnutí.

4.5. Ramanova spektroskopie

K měření jsem použil Ramanův mikroskop inVia od společnosti Renishaw, který se nachází v laboratořích NANOLAB na Katedře mikroelektroniky FEL ČVUT v Praze. Přístroj je vybaven třemi excitačními lasery s vlnovými délkami 532 nm, 633 nm a 830 nm a obsahuje optický mikroskop sdružený s Ramanovým spektrometrem.

Ramanova spektroskopie využívá měření rozdílu energií vibračních hladin molekuly. Molekuly mohou vibrovat, protože chemické vazby v nich jsou pružné. Ramanův jev spočívá v přechodu molekuly mezi dvěma jejími vibračními hladinami poté, co ji zasáhl foton, například z laserového paprsku [16].

Takový přechod může proběhnout třemi způsoby. První spočívá v tom, že foton dodá molekule energii, ta se přesune na vyšší energetickou hladinu, pak z ní přejde na nižší energetickou hladinu a přitom vyžáří foton o stejné energii (tj. vlnové délce) jako původní. Tomu se říká Rayleighův rozptyl. Nepřináší žádnou užitečnou informaci.

Může však také dojít k tomu, že vyzařený foton má jinou energii než původní. Takovému jevu se říká Ramanův rozptyl. Poměr či rozdíl mezi vlnovou délkou zdroje a vlnovou délkou vyzařeného fotonu je specifický pro konkrétní látku, lze jej tedy použít pro chemickou analýzu a zjistit druh i množství zkoumané látky.

Důvod měření Ramanových spekter v této práci spočívá v tom, že měřím, jestli jsou Ramanova spektra stejná před ozářením vzorku a po ovlivnění gama zářením. Pokud by se Ramanovo spektrum ozářeného vzorku lišilo od neozářeného, naznačovalo by to chemickou změnu v materiálu [16] s možnými důsledky pro optické i jiné vlastnosti.

4.6. Kolorimetrie

Z naměřených transmisních spekter lze sestavit grafy kolorimetrického trojúhelníku (neboli chromatického diagramu) RGB, jehož vrcholy tvoří body základních barev světla (R – červená, G – zelená, B – modrá). Jejich aditivním mísením, které lze převést na geometrickou konstrukci [17], se dá dopočítat barva každého jednotlivého bodu. Tento výpočet jsem provedl pomocí softwaru napsaného v jazyce MATLAB.

Kolorimetrický trojúhelník je alternativním způsobem vyjádření transmisního spektra. Obsahuje stejnou informaci. Používá se pro názornost, protože rozdíly v rozmístění barev jsou dobře pozorovatelné pouhým pohledem.

5. Experimenty

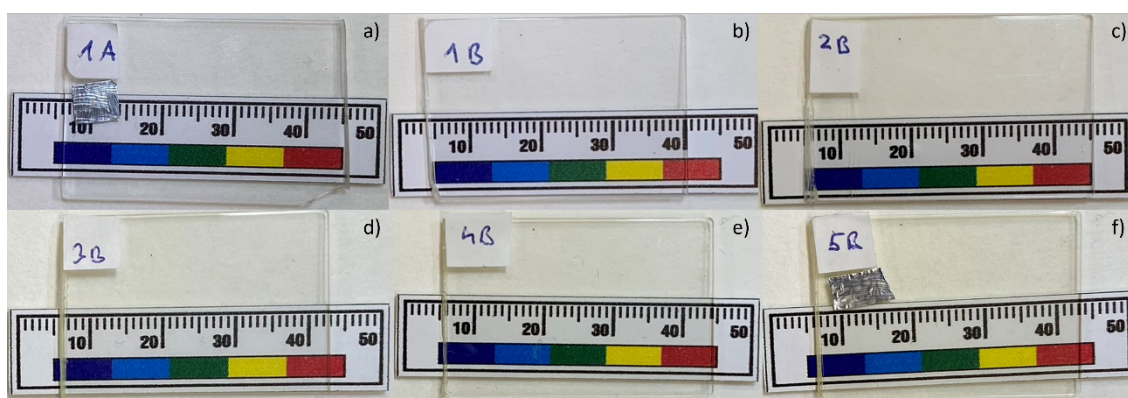
5.1. Vlastnosti polymeru TOPAS

Měření indexu lomu

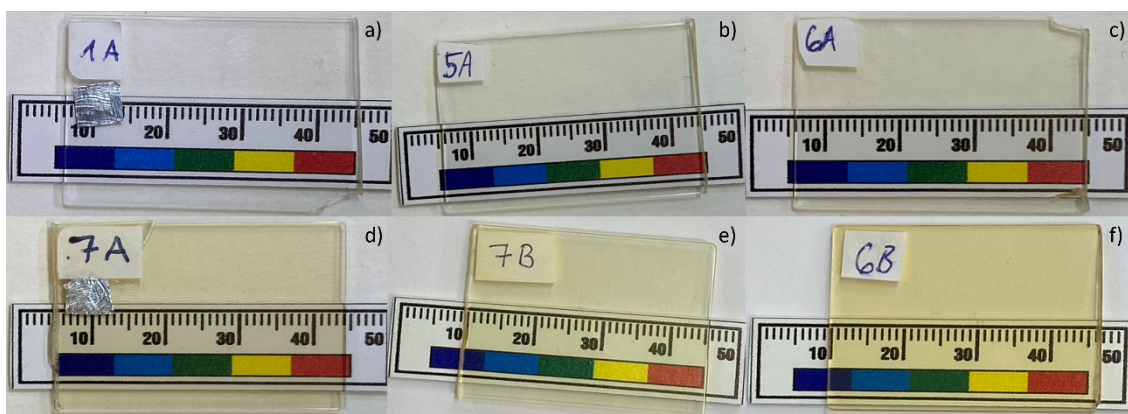
Vzorky TOPAS jsem si rozdělil do dvou skupin, kde v každé skupině bylo 7 vzorků (označení vzorků A1-A7 a B1-B7). U vzorků jsem před ozařování gama zářením změřil hodnoty indexu lomu, abych mohl tyto hodnoty porovnat se změřenými hodnotami indexu lomu po ozáření. Měření jsem prováděl na pro 6 vlnových délek (532,0 nm; 654,2 nm; 846,4 nm; 1308,2 nm; 1549,1 nm a 1652,1 nm). Protože jsem se domníval, že polymer TOPAS bude vykazovat dvojlomné vlastnosti (má řádný a mimořádný paprsek, řádný paprsek v horizontálním směru a mimořádný ve vertikálním směru), bylo nutné měřit hodnoty indexu lomu v horizontálním i ve vertikálním směru. Výsledky měření indexu lomu před ozářeními jsou uvedeny v Tabulkách 4 a 5. Následně jsem si vzorky rozdělil do dvou sad označených I a II, vzorky byly odeslány na pracoviště Ústavu jaderného výzkumu (ÚJV, s.r.o.) na ozáření gama zářením. Na pracovišti ÚJV jsou k dispozici tři ozařovací komory ROZA, PANOZA a PRAZDROJ. Všechny komory jsou vybaveny kobaltovými tyčemi, které slouží jako zdroj záření a komory se liší délkou kobaltových tyčí a rozměry komor. Každá z nich má jinou rychlost ozařování Gy/h a umístěním vzorků do ozařovací komory lze nastavit dávkový příkon (rychlost ozařování).

První vzorky ze sady I byly ozařovány v komoře PANOZA, kde ozařovací rychlost byla 52,2 Gy/h a vzorky ze sady 2 byly ozařovány v komoře ROZA, kde byla ozařovací rychlost 0,8 kGy/h. Vzorek Topas 1A nebyl vystaven gama záření, aby mi sloužil jako referenční. Jednotlivé plánované a skutečné dávky ozáření uvádí **Tabulka 4** a **Tabulka 5**. Při měření jsem zjistil, že ozářeními se index lomu nemění, nebo že změna indexu lomu je menší než chyba použité měřicí metody $\pm 0,0005$.

Obrázek 5 a **Obrázek 6** jsou fotografie vzorků TOPAS, sada I a II po ozáření, Z fotek vyplývá, že gama záření má značný vliv na vzhled vzorků a to takový, že s rostoucí dávkou vzorky více žloutnou.



Obrázek 5: Fotografie vzorků TOPAS SADA I po ozáření s dávkovým příkonem 52,2 Gy/h
 a) TOPAS 1A reference 0 kGy, b) TOPAS 1B – 5 kGy, c) TOPAS 2B – 10 kGy, d) TOPAS 3B – 32,4 kGy, e) TOPAS 4B – 50,3 kGy, f) TOPAS 5B – 101,4 kGy.



Obrázek 6: Fotografie vzorků TOPAS SADA II po ozáření s dávkovým příkonem 0,8 kGy/h
 a) TOPAS 1A reference - 0 kGy, b) TOPAS 5A - 115,6 kGy, c) TOPAS 6A - 218,3 kGy,
 d) TOPAS 7A - 503 kGy, e) TOPAS 7B - 751,5 kGy, f) TOPAS 6B - 1004 kGy.

Tabulka 4: Přehled vzorků - Experiment 1, TOPAS SADA I. Ozařování vzorků v ozařovně PANOZA. Rychlost ozařování (dávkový příkon) 52,2 Gy/h.

Označení	Plánovaná dávka ozáření (kGy)	Skutečná dávka ozáření (kGy)
TOPAS-1A	0 - reference	0 -reference
TOPAS-1B	5	5,0
TOPAS-2B	10	10,0
TOPAS-3B	30	32,4
TOPAS-4B	50	50,3
TOPAS-5B	100	101,4

Tabulka 5: Přehled vzorků - Experiment 2, TOPAS SADA II. Ozařování vzorků v ozařovně ROZA. Rychlost ozařování (dávkový příkon) 0,8 kGy/h.

Označení	Plánovaná dávka ozáření (kGy)	Skutečná dávka ozáření (kGy)
TOPAS-1A	0 - reference	0 - reference
TOPAS-5A	100	115,6
TOPAS-6A	200	218,3
TOPAS-7A	500	503,0
TOPAS-7B	750	751,5
TOPAS-6B	1000	1004,0

Po ozáření, bylo nutné u vzorků změřit jejich vlastnosti a porovnat výsledky před a po ozáření. Jako první jsem u vzorků změřil indexy lomu vzorků 1A, 3B, 4B, 5B, 6B, 7B, 5A, 6A a 7A, vzorky 1B a 2B jsem neměřil, protože z výsledků, které uvádí **Tabulka 6**, vyplývá, že mezi vzorky 1A, 3B a 4B se hodnoty indexu lomu nezměnily, z tohoto vyplývá, že hodnoty indexu lomu pro vzorky 1B a 2B se také nemění.

Z výsledků, které obsahuje **Tabulka 6** a **Tabulka 7**, vyplývá, že hodnoty indexy lomu se změnilo až od dávky gama záření přibližně 100 kGy. Při menších dávkách byla změna indexu lomu menší nebo rovna chybě měřicí metody ($\pm 0,0005$). Z naměřených výsledků, také vyplývá, že s rostoucí dávkou ozáření se hodnoty index lomu zvyšují a index lomu se pro řádný a mimořádný paprsek mění téměř shodně a rozdíl mezi nimi je cca 0,0010-0,0015.

Vliv velikosti dávkového příkonu se nedá z naměřených dat stanovit právě z toho důvodu, že hodnoty indexu lomu se pozorovatelně mění až od dávky 100 kGy.

Tabulka 6: Změřené hodnoty indexy lomu pro vzorky TOPAS, SADA I po ozáření s dávkovým příkonem 52,2 Gy/h.

	Označení vzorku	Dávka ozáření (kGy)	Typ paprsku	Index lomu n pro danou vlnovou délku λ (nm)					
				532,0	654,2	846,4	1308,2	1549,1	1652,1
Index lomu n (-)	TOPAS 1A	0	řádný	1,5361	1,5301	1,5252	1,5217	1,5198	1,5200
			mimořádný	1,5374	1,5310	1,5266	1,5228	1,5210	1,5209
	TOPAS 3B	32,4	řádný	1,5359	1,5299	1,5250	1,5215	1,5198	1,5200
			mimořádný	1,5374	1,5312	1,5264	1,5224	1,5208	1,5207
	TOPAS 4B	50,3	řádný	1,5361	1,5301	1,5250	1,5217	1,5198	1,5200
			mimořádný	1,5379	1,5317	1,5270	1,5228	1,5214	1,5209
	TOPAS 5B	101,4	řádný	1,5370	1,5315	1,5263	1,5226	1,5214	1,5204
			mimořádný	1,5383	1,5324	1,5273	1,5237	1,5219	1,5212

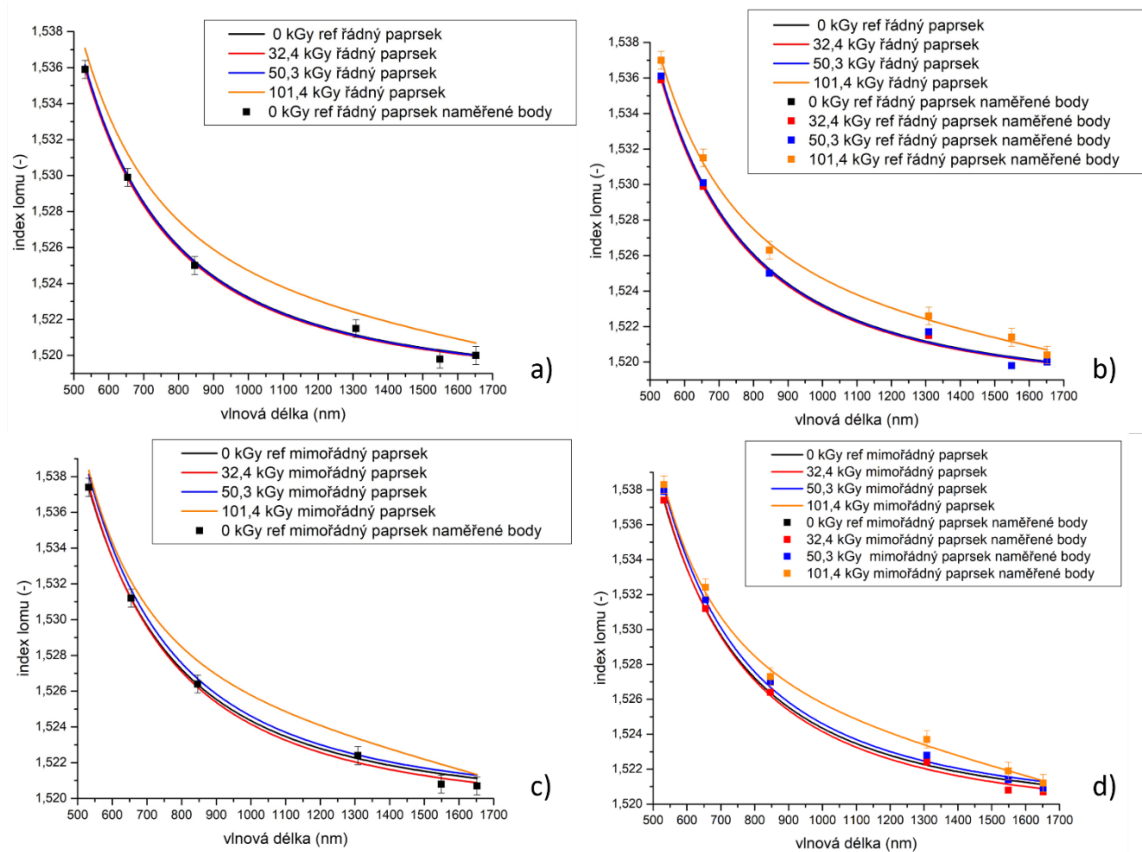
Tabulka 7: Změřené hodnoty indexy lomu pro vzorky TOPAS, SADY II po ozáření dávkovým příkonem 0,8 kGy/h.

	Označení vzorku	Dávka ozáření (kGy)	Typ paprsku	Index lomu n pro danou vlnovou délku λ (nm)					
				532,0	654,2	846,4	1308,2	1549,1	1652,1
Index lomu n (-)	TOPAS 1A	0	Řádný	1,5361	1,5301	1,5252	1,5217	1,5198	1,5200
			Mimořádný	1,5374	1,5310	1,5266	1,5228	1,5210	1,5209
	TOPAS 5A	115,6	Řádný	1,5368	1,5312	1,5264	1,5224	1,5210	1,5200
			Mimořádný	1,5379	1,5321	1,5272	1,5231	1,5215	1,5212
	TOPAS 6A	218,3	Řádný	1,5372	1,5313	1,5263	1,5226	1,5210	1,5207
			Mimořádný	1,5388	1,5330	1,5279	1,5240	1,5226	1,5216
	TOPAS 7A	503	Řádný	1,5383	1,5324	1,5272	1,5235	1,5221	1,5216
			Mimořádný	1,5395	1,5337	1,5286	1,5246	1,5232	1,5223
	TOPAS 7B	751,5	Řádný	1,5392	1,5333	1,5282	1,5244	1,5226	1,5218
			Mimořádný	1,5397	1,5337	1,5291	1,5248	1,5232	1,5221
	TOPAS 6B	1004	Řádný	1,5395	1,5335	1,5282	1,5246	1,5226	1,5218
			Mimořádný	1,5406	1,5344	1,5297	1,5251	1,5237	1,5225

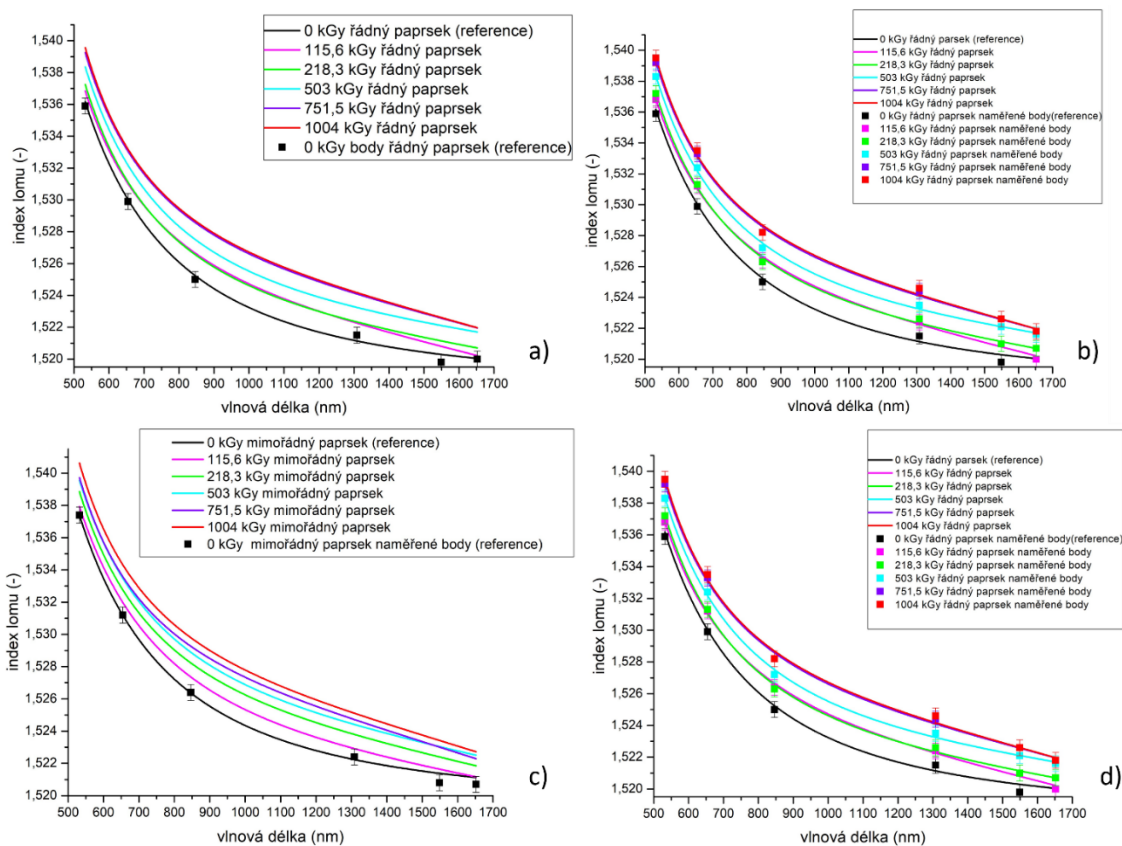
Dále z naměřených výsledků vyplývá, že s rostoucím ozářením roste index lomu a to pro obě sady vzorků. **Obrázek 9** ukazuje, že sice křivky pro TOPAS 5A a TOPAS 5B (dávka gama záření 115,6 kGy a 101,4 kGy) jsou rozdílné, rozdíl lze ale beze zbytku vysvětlit přesností použití měřicí metody, která činí $\pm 0,0005$. Změna indexu lomu je tedy stejná u řádného i mimořádného paprsku.

Tabulka 8: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro vzorky TOPAS SADA I a II.

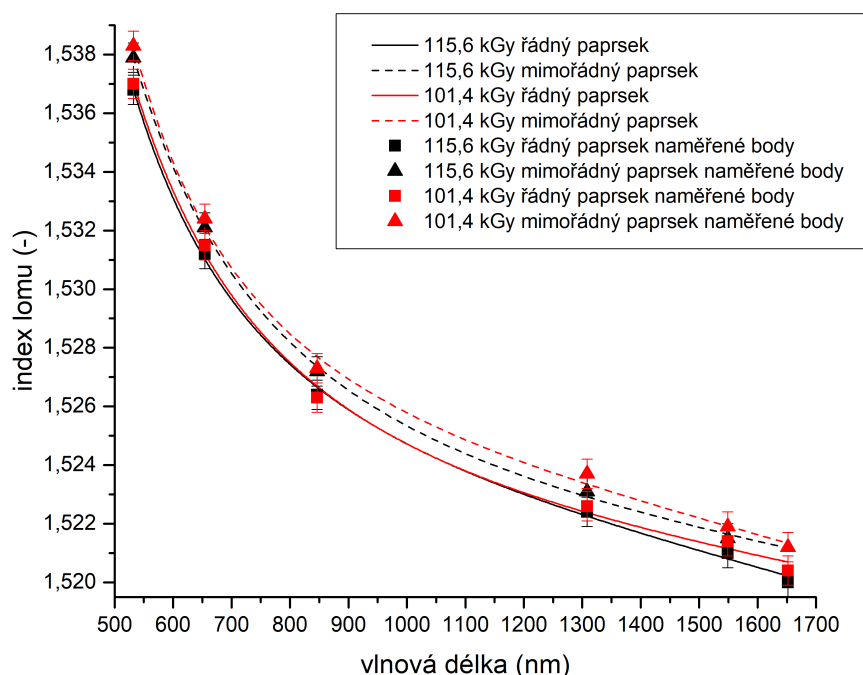
Vzorek	Dávka gama záření (kGy)	Typ paprsku	Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí				Abbeovo číslo
			A	B	C (μm^2)	D (μm^2)	
TOPAS 1A	0,0	řádný	1,9428	0,36590	0,034482	0,0012775	52,87
		mimořádný	2,0020	0,31147	0,039651	0,0021691	51,86
TOPAS 3B	32,4	řádný	1,9428	0,36590	0,034482	0,0012775	52,87
		mimořádný	2,0020	0,31147	0,039651	0,0021691	51,86
TOPAS 4B	50,3	řádný	2,0118	0,29780	0,041076	0,0015607	51,82
		mimořádný	2,0668	0,24968	0,046784	0,0028208	51,73
TOPAS 5B	101,4	řádný	1,7196	0,59421	0,021727	0,0022196	56,50
		mimořádný	2,1453	0,17518	0,059952	0,0036475	51,50
TOPAS 5A	115,6	řádný	2,0576	0,25930	0,042684	0,0036304	55,86
		mimořádný	1,6103	0,70506	0,018911	0,0023361	55,89
TOPAS 6A	218,3	řádný	1,9702	0,34361	0,035890	0,0021491	53,40
		mimořádný	2,0426	0,27787	0,042055	0,0032280	53,62
TOPAS 7A	503,0	řádný	1,8346	0,48078	0,027449	0,0017163	53,41
		mimořádný	1,9572	0,36439	0,033808	0,0029928	54,32
TOPAS 7B	751,5	řádný	2,1379	0,18536	0,057419	0,0039883	51,90
		mimořádný	2,2012	0,12665	0,073337	0,0051433	51,57
TOPAS 6B	1004,0	řádný	2,1699	0,15424	0,066407	0,0042595	49,99
		mimořádný	2,1655	0,16246	0,063387	0,0048228	50,96



Obrázek 7: Naměřené hodnoty indexu lomu a proložené pomocí Sellmeierovy aproximace s infračervenou korekcí. Výsledek pro vzorky TOPAS SADA I, a) index lomu pro řádný paprsek, b) index lomu pro řádný paprsek, c) index lomu pro mimořádný paprsek, d) index lomu pro mimořádný paprsek.



Obrázek 8: Naměřené hodnoty indexu lomu a proložené pomocí Sellmeierovy aproximace s infračervenou korekcí. Výsledek pro vzorky TOPAS SADA II a) index lomu pro řádný, b) index lomu pro řádný paprsek, c) index lomu pro mimořádný paprsek, d) index lomu pro mimořádný paprsek.



Obrázek 9: Hodnoty indexu lomu pro vzorky TOPAS 5A a TOPAS 5B.

Měření transmisních spekter

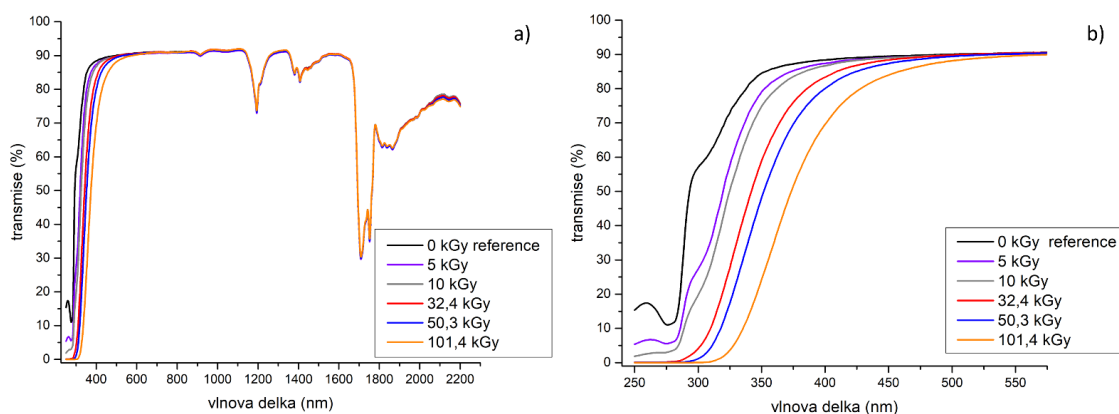
Dále jsem prováděl měření transmisních spekter, abych zjistil vliv gama záření na změnu transmise a absorpce. Z naměřených dat jsem následně vytvořil grafy pro obě sady vzorků a výsledky měření obsahuje **Obrázek 10** a **Obrázek 11**.

Z grafů lze pozorovat, že s rostoucí dávkou gama ozáření se absorpční hrana posouvá k vyšším vlnovým délkám a dochází k mírnému snížení transmise (viz **Obrázek 10** a **Obrázek 11**). Dále je vidět, že u SADY I (viz **Obrázek 10**) rostoucí dávka ozáření způsobuje změnu závislosti indexu lomu na vlnové délce v rostoucí oblasti vlnových délek mezi cca 275 nm až 450 nm. Závislost v tomto rozsahu u ozářeného lineárně roste s vlnovou délkou.

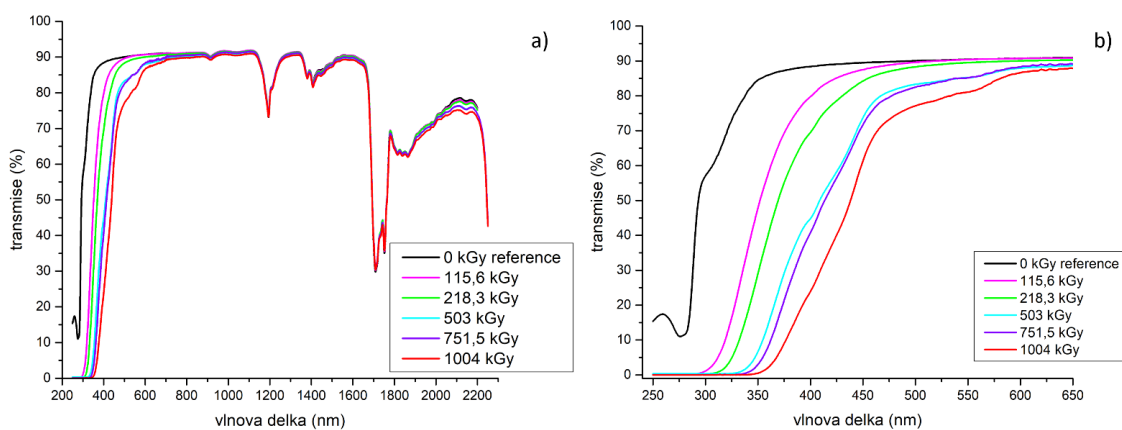
Z výsledků, které obsahuje **Obrázek 11**, vyplývá, že pokud dávka gama záření překročí hodnotu 500 kGy, závislost transmise na vlnové délce přestává být lineární. **Obrázek 12** zobrazuje porovnání vzorků TOPAS 5B ze SADY I a TOPAS 5A ze SADY II (porovnání vzorků s rozdílným dávkovým příkonem). Z tohoto grafu vyplývá, že hraje roli, jaká ozařovací komora byla použita a tedy je pozorován vliv rychlosti ozařování (dávkového příkonu) na transmisní spektra.

Lze pozorovat, že i když vzorek TOPAS 5A ze SADY II dostal dávku 115,6 kGy s rychlostí ozařování 0,8 kGy/h, lineární růst závislosti transmise na vlnové délce u něj začne značně dříve (při nižší vlnové délce), než u vzorku TOPAS 5B, který má nižší dávku 101,4 kGy a nižší rychlost ozařování 52,2 Gy/h.

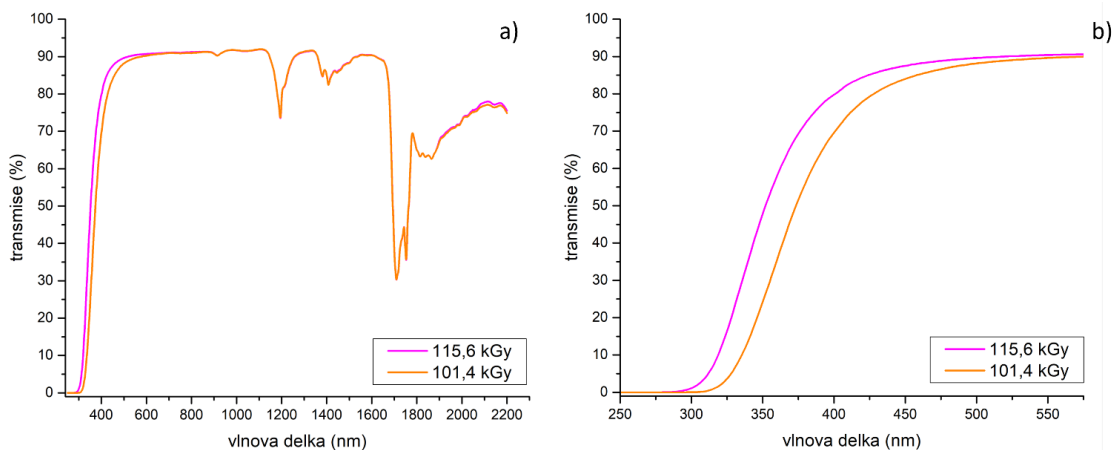
Z toho vyplývá, že větší vliv na transmisní spektrum má dávkový příkon (rychlost ozařování) než celková dávka ozáření.



Obrázek 10: Transmisní spektra pro vzorky TOPAS SADA I, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-575 nm.



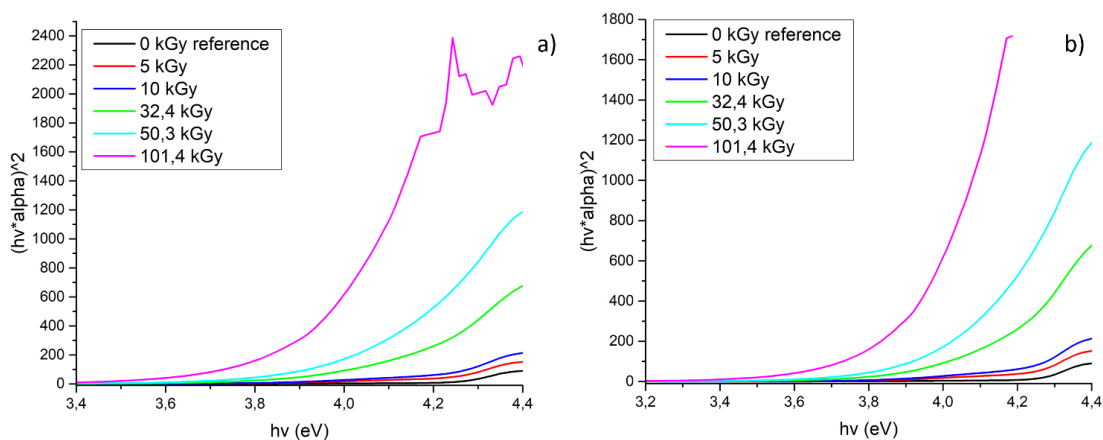
Obrázek 11: Transmisní spektra pro vzorky TOPAS SADA II, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-575 nm.



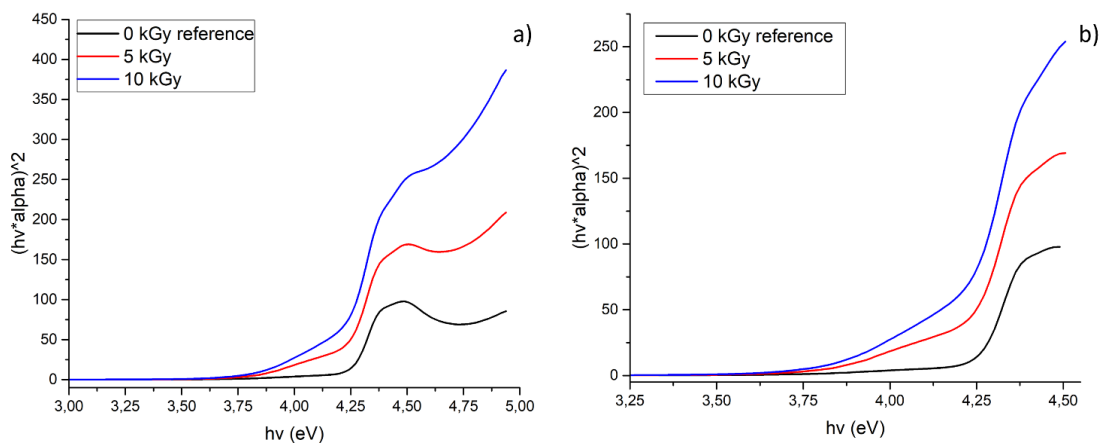
Obrázek 12: Transmisní spektra pro vzorky TOPAS 5A a TOPAS 5B, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-575 nm.

Určení absorpčního koeficientu

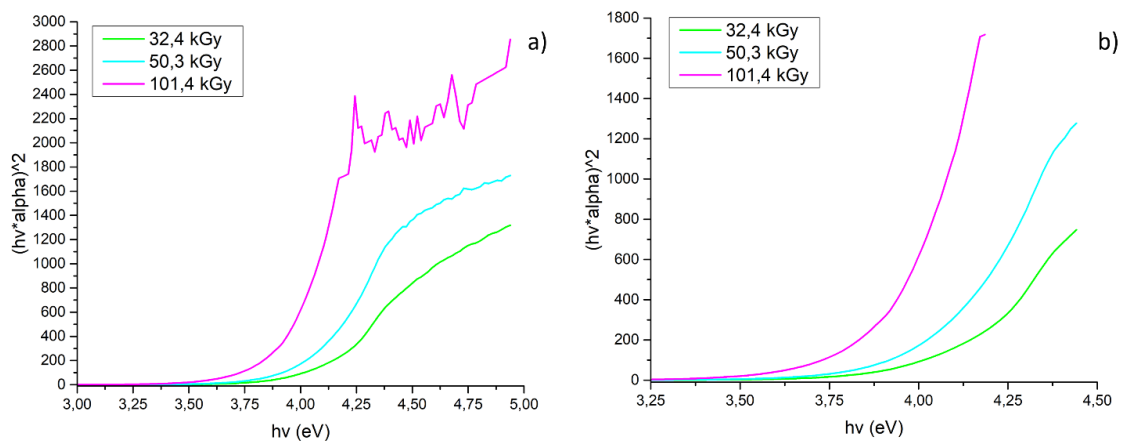
Ze sestavených grafů (viz **Obrázek 13**) lze určit pásma lineárního přenosu (band gap) označenou jako E_g . Postup určení E_g je, že najdeme průsečík přímky proložené přibližně lineární částí grafu s vodorovnou osou. Hodnota odečtená na vodorovné ose je hodnotou E_g .



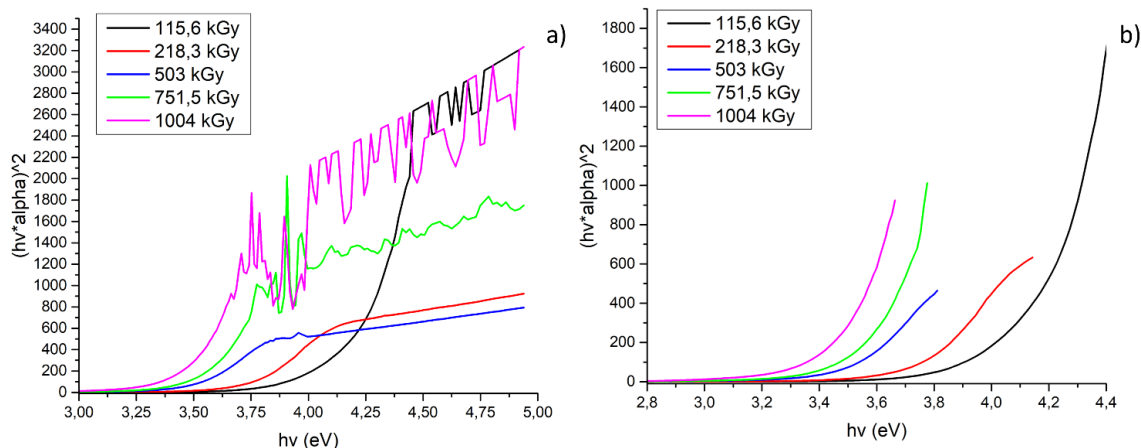
Obrázek 13: Graf závislosti $(h \cdot \nu \cdot \alpha)^2$ na $h \cdot \nu$ pro vzorky SADA I. a) úplná proměřená závislost, b) graf vlnových délek obsahujících lineární část.



Obrázek 14: Graf závislosti $(h\nu\cdot\alpha)^2$ na $h\nu$ pro vzorky SADA I, měření 1A, 1B a 2B (pro přehlednost). a) úplná proměřená závislost, b) graf vlnových délek obsahujících lineární část.



Obrázek 15: Graf závislosti $(h\nu\cdot\alpha)^2$ na $h\nu$ vzorky SADA I, měření 3B, 4B a 5B (pro přehlednost). a) úplná proměřená závislost, b) též graf v rozmezí vlnových délek obsahujících lineární část.



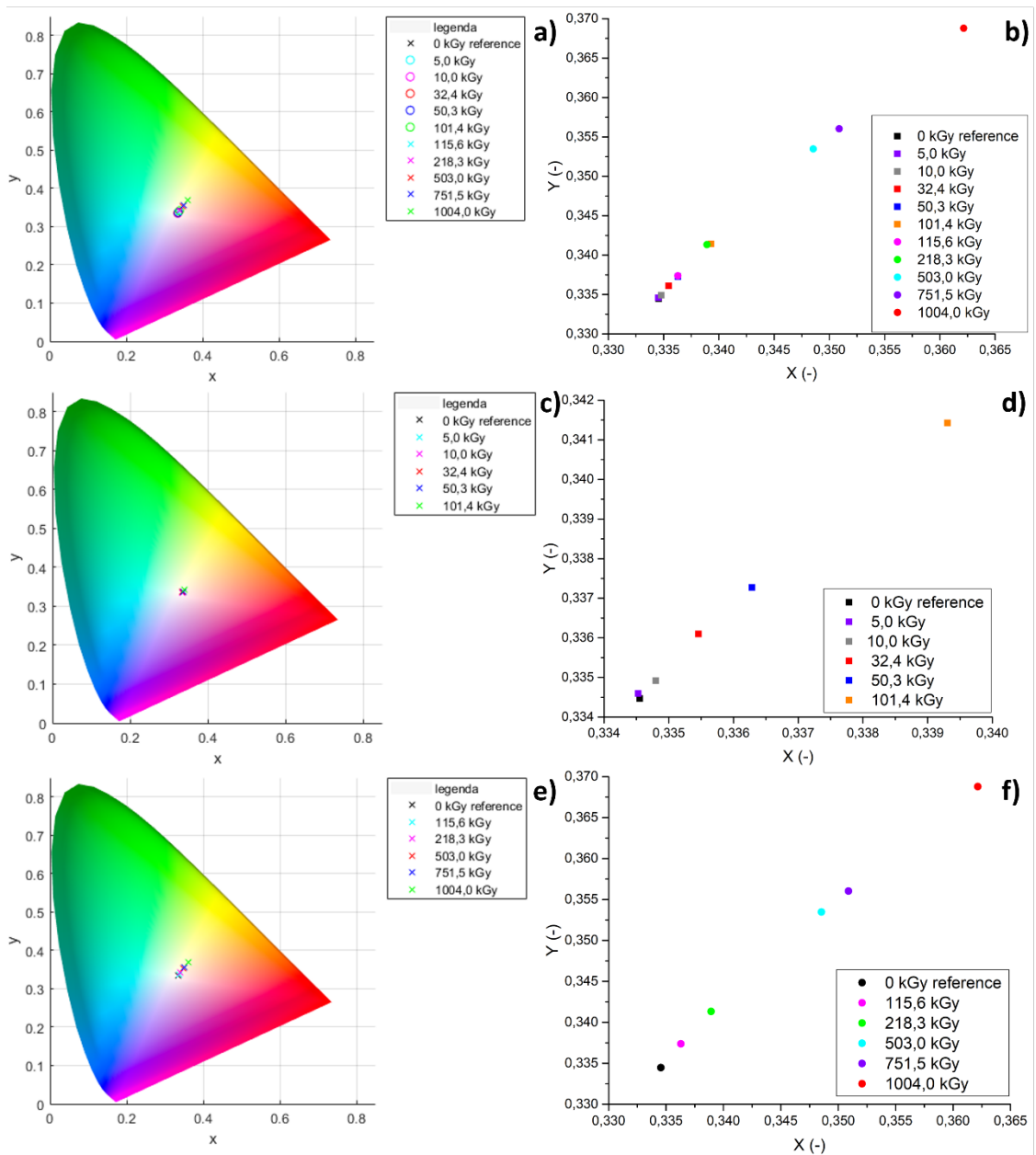
Obrázek 16: Graf závislosti $(h\nu - \alpha)^2$ na $h\nu$ pro vzorky SADA II (pro přehlednost grafu chybí referenční hodnota) a) úplná proměřená závislost, b) týž graf v rozmezí vlnových délek obsahujících lineární část.

Tabulka 9: Tabulka E_g koeficientů pro vzorky TOPAS SADA I (s dávkovým příkonem 52,2 Gy/h) a SADAII (s dávkovým příkonem 0,8 kGy/h).

VZOREK	Dávka [kGy]	E_g koeficient [eV]	souřadnice přímek	
			bod 1	bod 2
TOPAS 1A	0,0	4,2563	4,31	4,34
TOPAS 1B	5,0	4,2168	4,31	4,34
TOPAS 2B	10,0	4,1971	4,30	4,34
TOPAS 3B	32,4	4,1284	4,30	4,36
TOPAS 4B	50,3	4,0603	4,26	4,31
TOPAS 5B	101,4	4,2671	4,31	4,35
TOPAS 5A	115,6	3,9725	4,12	4,17
TOPAS 6A	218,3	3,7373	3,88	3,95
TOPAS 7A	503,0	3,5067	3,65	3,71
TOPAS 7B	751,5	3,5406	3,66	3,74
TOPAS 6B	1004,0	3,4863	3,60	3,65

Kolorimetrie

Výpočet kolorimetrického trojúhelníka z naměřených spekter jsem provedl pomocí softwaru napsaného v jazyce MATLAB. Výsledky přepočtu tvoří grafy (viz **Obrázek 17:**).



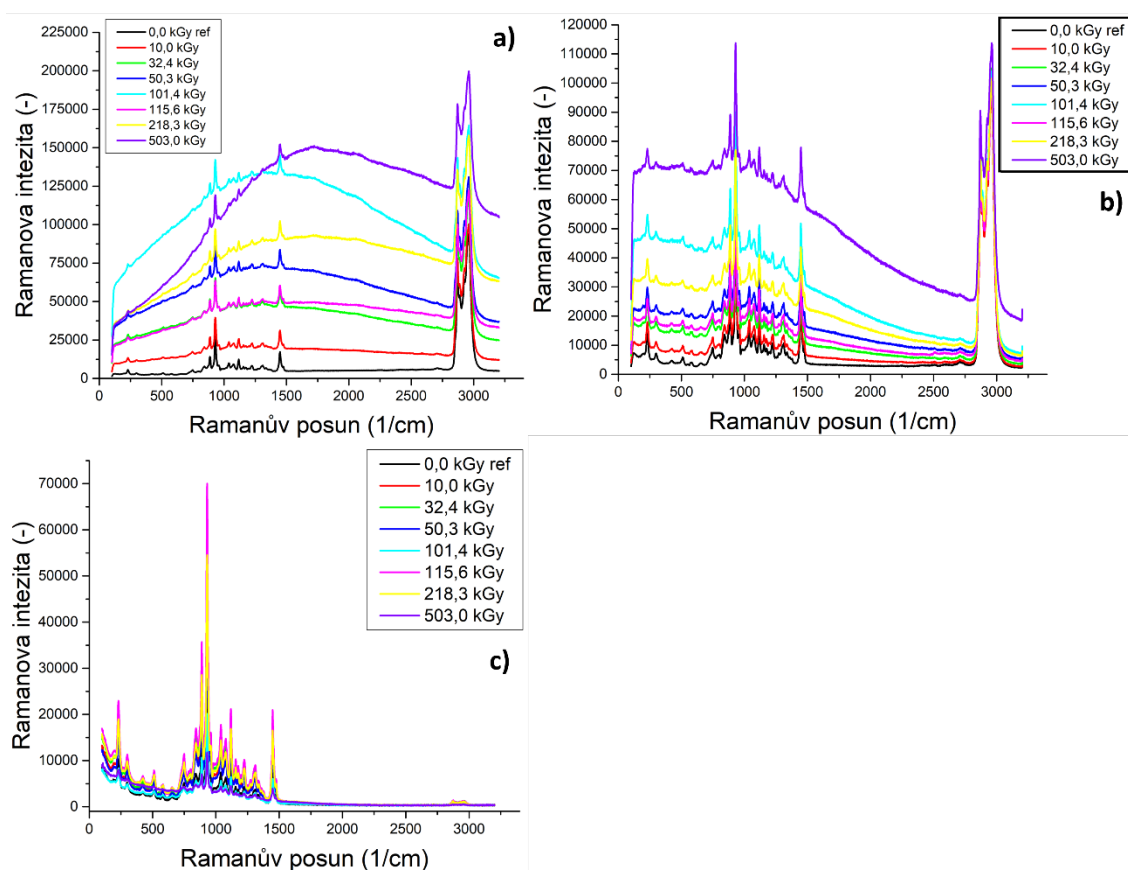
Obrázek 17: Kolorimetrické trojúhelníky pro vzorky TOPAS vypočtené z transmisních spekter, a) CIE XY graf pro všechny vzorky TOPAS, b) detailní graf XY souřadnic vzorků TOPAS, c) CIE XY graf pro vzorky TOPAS SADA I, d) detailní graf XY souřadnic pro vzorky TOPAS SADA I, e) CIE XY graf pro vzorky TOPAS SADA II, f) detailní graf XY souřadnic pro vzorky TOPAS SADA II.

Ramanova spektroskopie

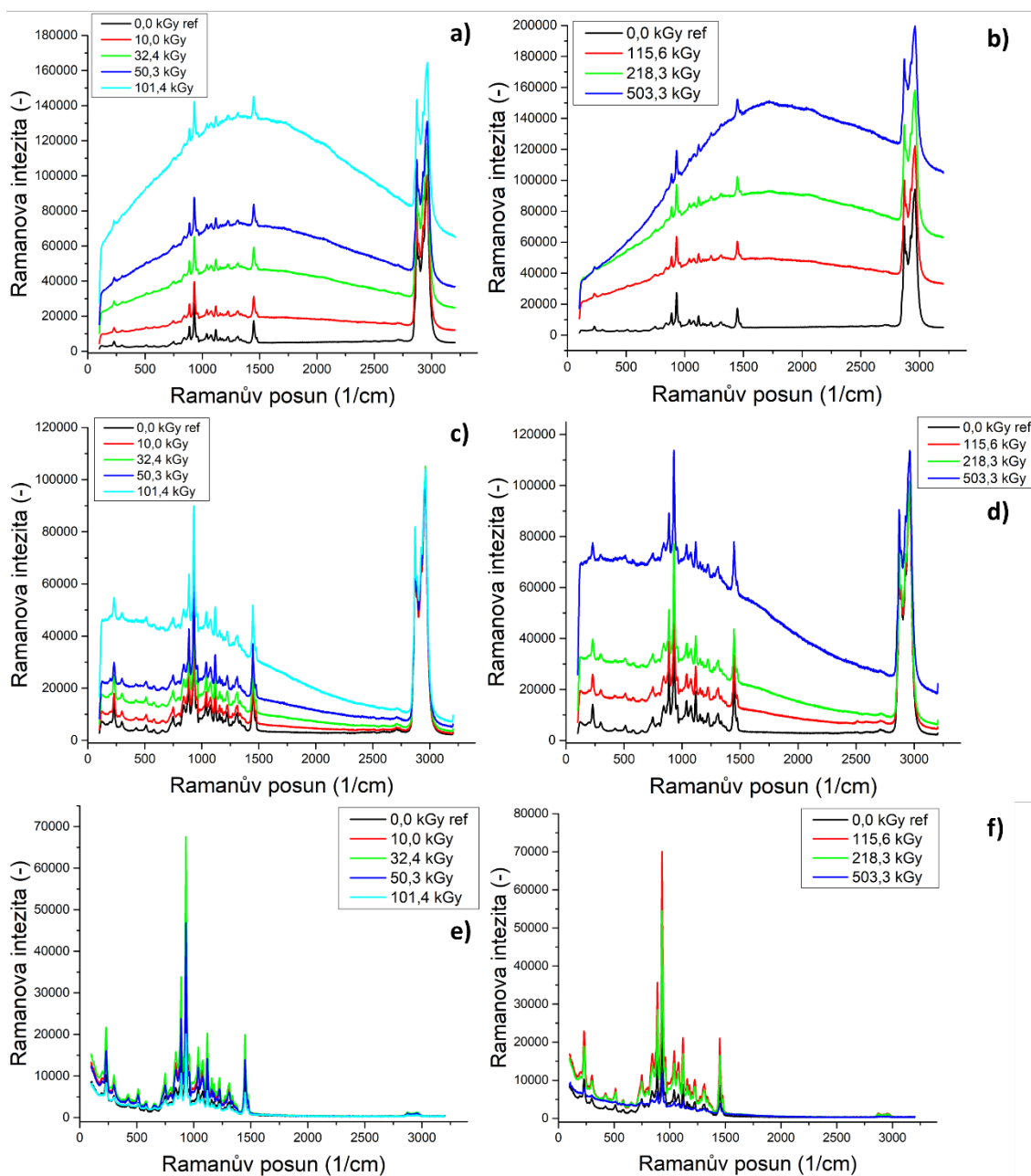
Pro vzorky TOPAS jsem na závěr provedl měření Ramanovy spektroskopie. Je vidět, že velikosti jednotlivých maxim se pro různé dávky ozáření neměnily nebo velice nepatrně, zato baseline (základní linie) se měnila výrazně, (viz **Obrázek 18** a **Obrázek 19**). Zároveň je vidět, že pro různé sady vzorků se baseline měnila rozdílně (viz **Obrázek 19** a, b).

Problém posunu baseline je v Ramanově spektroskopii častý. K posunu dochází nejčastěji v důsledku šumu způsobeného fluorescencí vzorku [18], ale v úvahu připadají i jiné důvody. Jejich analýza přesahuje možnosti této práce. V každém případě se podařilo zjistit, že po ozáření se Ramanova spektra materiálů mění (jak je vidět ze změny baseline) a že přitom nedochází ke změně chemického složení materiálů (protože poloha peaků v Ramanově spektru se nezměnila).

Z naměřených Ramanových spekter se zdá, že dávka ozáření ovlivňuje velikost změny baseline a ozařovací příkon její tvar. Detailnější vyhodnocení naměřených dat vyžaduje detailnější analýzu naměřených výsledků, kterou není možná komplexně v rámci bakalářské práce provést.



Obrázek 18 Ramanova spektroskopie pro vzorky TOPAS pro tři měřené vlnové délky, a) laser 532 nm, b) laser 633 nm, c) laser 830 nm.



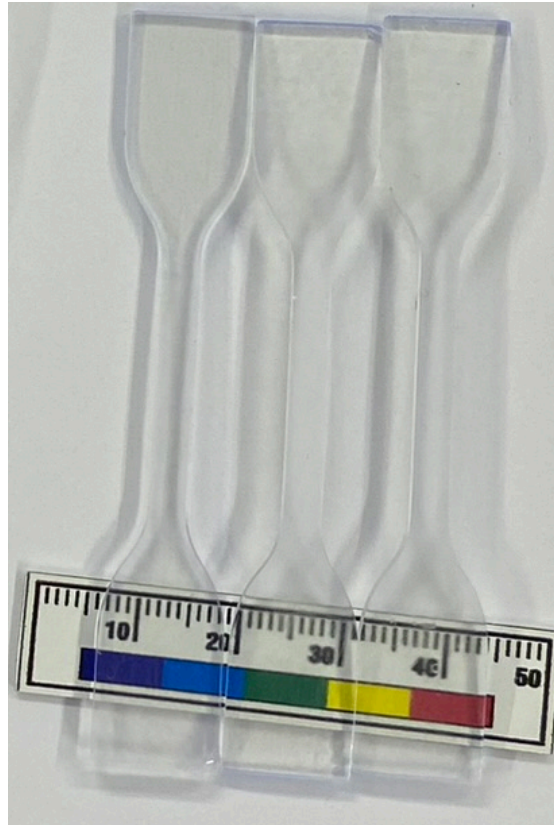
Obrázek 19: Ramanova spektroskopie pro vzorky TOPAS, a) vzorky TOPAS SADA I pro vlnovou délku 532 nm, b) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 532 nm, c) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 633 nm, d) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 633 nm, e) vzorky TOPAS SADA I pro vlnovou délku 830 nm, e) vzorky TOPAS SADA II pro vlnovou délku 830 nm.

5.2. Vlastnosti epoxidových pryskyřic 3DM TOUGH CLEAR a MedFLEX

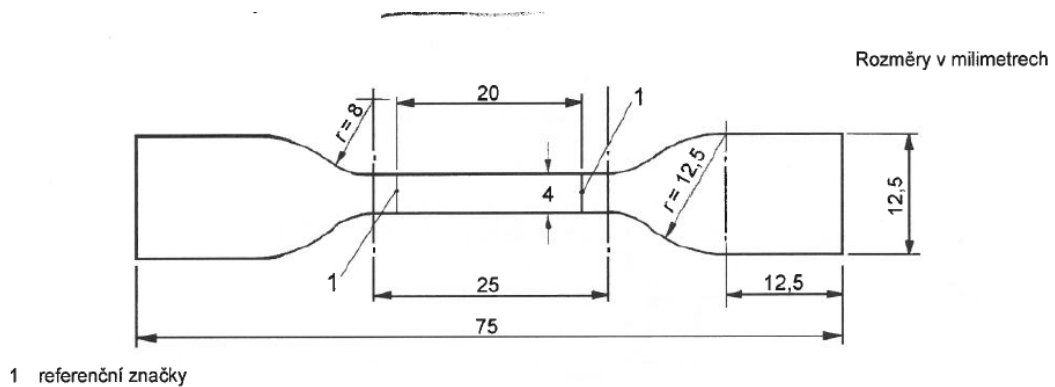
Proces výroby vzorků

Nejdříve jsem se v rámci řešení bakalářské práce pracoval s materiály 3DM TOUGH CLEAR a MedFLEX. První prováděné experimenty spočívaly ve výrobě několika zkušebních vzorků různých tvarů a s různým způsobem výroby, abych zjistil ideální metodu pro výrobu vzorků. Ideálními tvary se staly zkušební tělísko (viz **Obrázek 20**) a krychlička 20x20x2 mm. Tyto tvary bylo nutné navrhnout pro 3D tisk v programu FreeCad. Pro materiál 3DM TOUGH CLEAR bylo možné vzorky finálního tvaru tisknout pomocí 3D SLA tiskárny a odlévat do formy a vytvrzovat pomocí UV záření. Materiál MedFlex bylo možné jenom odlévat do formy a vytvrdit pomocí UV záření.

Tisknuté vzorky tvarově a rozměrově byly přesné, ale technologie 3D tisku neumožnila výrobu vzorků v optické kvalitě (vytištěné vzorky byly matné). Proto bylo nutné upravit technologii výroby. Popřípadě technologii výroby doplnit o další technologický krok – leštění vzorků a následně ověřit, zda se podařilo připravit vzorky s vyšší optickou kvalitou (viz **Obrázek 20**).



Obrázek 20: Fotografie tělísek z materiálu 3DM TOUGH CLEAR, vytisknuté na 3D tiskárně PRUSA SLA-1.



Obrázek 21: Zkušební tělísko ve tvaru lopatky dle normy ČSN EN ISO 527-2 [19]

Pro odlévání bylo nutné nejdříve vytisknout požadované tvary odlévacích forem odpovídající normám [19] a [20] na 3D tiskárně PRUSA SLA-1 (viz **Obrázek 21**) pomocí materiálu PRUSA Orange. Pomocí těchto těles jsem vytvořil inverzní formy z materiálu Sylgard 182 nebo 184, nechal je v laboratorní peci vytvrdit při teplotě 100 °C na 1 hod. Poté jsem formy vystříkal separátorem Formula 10, a po této úpravě jsem do forem nalil polymery 3DM TOUGH CLEAR

a MedFLEX. Separátor byl použit z důvodu, aby po vytvrzení polymerů bylo možné polymery od forem/podložek oddělit. Pak jsem nechal vzorky pod UV světlem vytvrdit do pevné podoby a následovně je omyl v isopropylalkoholu. Tyto vzorky oproti tištěným nebyly tak dokonalých tvarů (největší odchylky byly v tloušťce vzorků), ale tímto postupem byly připraveny vzorky čiré a šlo je použít bez dalších úprav pro měření. Dalším problémem, kvůli kterému bylo nutné vzorky umýt v isopropylalkoholu, byl ten, že při vytvrzování se nedařilo vytvrdit malou vrstvu na povrchu, po omytí jsem se této nevytvrzené povrchové vrstvy zbavil.

Pro hlavní experiment jsem vytvořil 21 kusů zkušebních těles a 3-4 kusy krychliček pro oba materiály. Rozdělil jsem vyrobené vzorky na tři sety vzorků, které jsem označil „3DM ref“ a „Med ref“ jednalo se o referenční vzorky, které nebyly určeny k ozařování, a zkušební tělesa určená pro provedení trhacích zkoušek pro určení pevnosti, odolnosti a pružnosti.

Druhý set vzorků jsem označil „3DM OZ1“ a „Med OZ1“ a nechal ozářit gama zářením s dávkou **27,8 kGy** a třetí set je označen „3DM OZ2“ a „Med OZ2“ byl ozářen dávkou gama záření **260,4 kGy**. Vzorky byly poté ozařovány v komoře **ROZA** s ozařovacím příkonem **0,65 kGy/h**.

Tabulka 10: 3DM TOUGH CLEAR plán dávek ozáření.

Označení	plánovaná dávka ozáření (kGy)	skutečná dávka ozáření (kGy)
3DM ref	Reference 0	Reference 0
3DM OZ1	25	27,8
3DM OZ2	250	260,4

Tabulka 11: MedFLEX plán dávek ozáření.

Označení	plánovaná dávka ozáření (kGy)	skutečná dávka ozáření (kGy)
MED ref	Reference 0	Reference 0
MED OZ1	25	27,8
MED OZ2	250	260,4

Měření indexu lomu

Po ozáření vzorků jsem prováděl měření indexu lomu. Naměřené hodnoty pro polymer 3DM TOUGH CLEAR uvádí **Tabulka 12** a pro vzorky MedFLEX **Tabulka 14**. Vzorky nebyly dokonale hladké ani pro referenční vzorky, takže vyšší drsnost povrchu způsobila, že se nepodařilo vytvořit ideální optický kontakt mezi měřeným vzorkem a vazebním hranolem. Vyšší

drsnost povrchu vzorků potom způsobila, že ne z každého místa na vzorku bylo možné změřit index lomu.

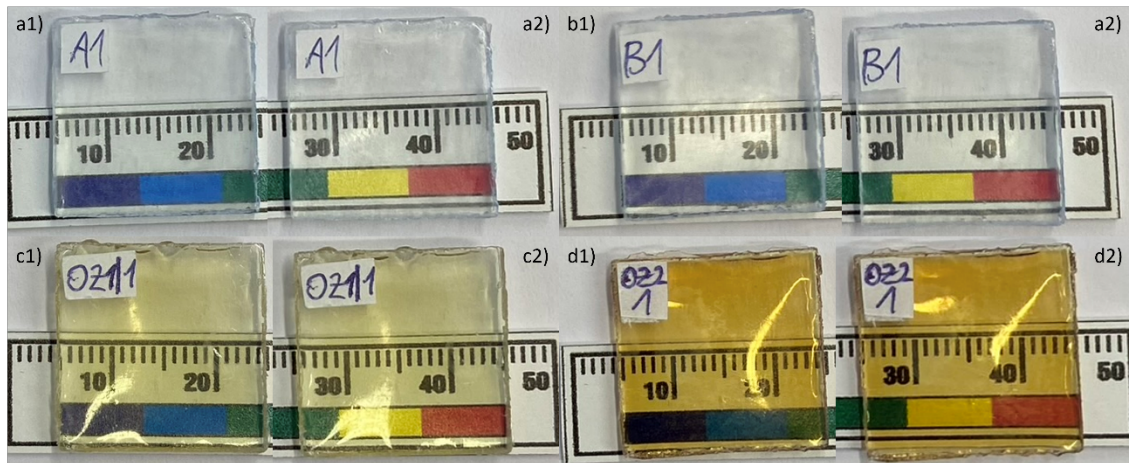
Příčinu bych viděl v nehomogenitě vzorku a kdy se nepodařilo optimalizovat proces přípravy vzorků. Pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR se nepodařilo změřit index lomu pro vzorek 3DM OZ1.

Pro určení indexu lomu pro rozsah vlnových délek 500-1700 nm jsem použil Sellmeierovu aproximaci s infračervenou korekcí podle rovnice (2) a vypočítané Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro polymer 3DM uvádí **Tabulka 13** a pro polymer Med **Tabulka 15**. **Obrázek 24** uvádí závislost indexu lomu na vlnové délce pro materiál 3DM TOUGH CLEAR a na obrázku. Lze pozorovat, že referenční vzorky A a B mají mírně rozdílné indexy lomu, Tento rozdíl je na úrovni přesnosti použité měřicí metody. U vzorku 3DM OZ1 se nepodařilo hodnoty indexu lomu změřit, protože při měření se nepodařilo vytvořit optický kontakt pro měření. Z výsledků vytvoření optické vazby pro vzorek 3DM ref A a 3DM OZ2 vyplývá, že hodnoty indexu se nezměnily.

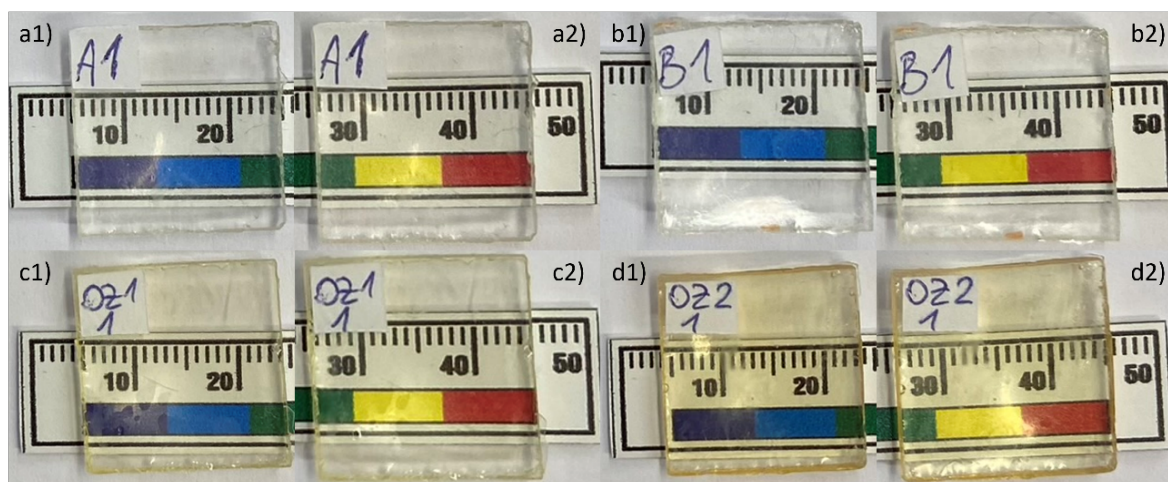
Obrázek 25 ukazuje hodnoty indexu lomu pro materiál MedFLEX. Z obrázku vyplývá, že index lomu s rostoucí dávkou gama záření klesal. Tento trend se liší od výsledků předešlých měření, kde polymerní materiály vystavené gama záření naopak vykazovaly zvýšení indexu lomu. Pro pochopení principu změn indexu lomu vlivem gama záření je nutné, ale provést další měření a analýzy. Dále z obrázku vyplývá, že referenční vzorky MED ref A a MED ref B se lehce od sebe liší, ale je též vidět, že odchylky naměřených hodnot se navzájem protínají, takže lze usoudit,

že se nejedná o chybu měřicí metody ($\pm 0,0005$), ale rozdílné naměřené hodnoty bych spíše přisuzoval postupu výroby, kdy se nepodařilo připravit identické vzorky.

Obrázek 23 prezentuje fotografie vzorků MedFLEX po ozáření a z obrázků vyplývá, že s rostoucí dávkou ozáření vzorky více žloutnou. Změna se projevuje o něco více u polymeru 3DM TOUGH CLEAR než u vzorků polymeru MedFLEX (viz také **Obrázek 22**).



Obrázek 22: Fotografie vzorků pro měření indexu lomu a transmisních spekter z polymeru 3DM TOUGH CLEAR, a1) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref A, a2) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref A, b1) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref B, b2) 3DM reference 0 kGy vzorek 3DM ref B, c1) 3DM 27,8 kGy vzorek 3DM OZ1, c2) 3DM 27,8 kGy vzorek 3DM OZ1, d1) 3DM 260,4 kGy vzorek 3DM OZ2, d2) 3DM 260,4 kGy vzorek 3DM OZ2.



Obrázek 23: Fotografie vzorků pro měření indexu lomu a transmisních spekter z polymeru MedFLEX, a1) Med reference 0 kGy vzorek MED ref A, a2) Med reference 0 kGy vzorek MED ref A, b1) Med reference 0 kGy vzorek MED ref B, b2) Med reference 0 kGy vzorek MED ref B, c1) Med 27,8 kGy vzorek MED OZ1, c2) Med 27,8 kGy vzorek MED OZ1, d1) Med 260,4 kGy vzorek MED OZ2, d2) Med 260,4 kGy vzorek MED OZ2.

Tabulka 12: Hodnoty indexy lomu pro materiál 3DM TOUGH CLEAR po ozáření.

Vlnová délka (nm)	Index lomu (-)			
	Reference A	Reference B	OZ1	OZ2
532,0	1,5301	1,5300	nepodařilo se změřit	1,5307
654,2	1,5240	1,5236		1,5243
846,4	1,5185	1,5180		1,5187
1308,2	1,5144	1,5135		1,5140
1549,1	1,5120	1,5117		1,5126
1652,1	1,5123	1,5110		1,5118

Tabulka 13: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro materiál 3DM TOUGH CLEAR:

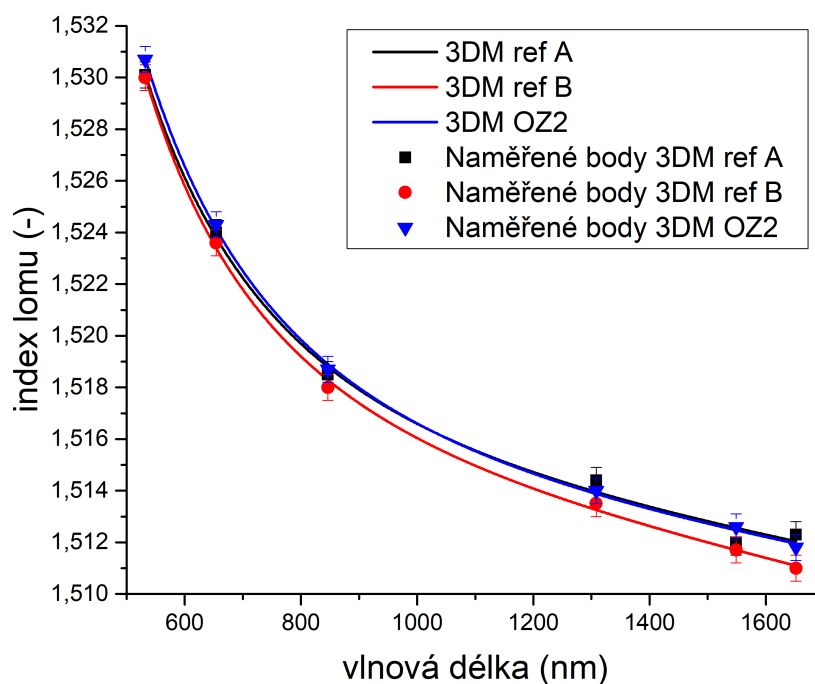
Vzorek	Dávka (kGy)	Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí				Abbeovo číslo
		A	B	C (μm^2)	D (μm^2)	
Reference A	0	1,2257	1,0620	0,013767	0,0025230	51,75
Reference B	0	1,8210	0,4665	0,029582	0,0033854	48,76
3DM OZ1	27,8	nepodařilo se změřit				
3DM OZ2	260,4	0,7237	1,5630	0,009979	0,0023587	49,92

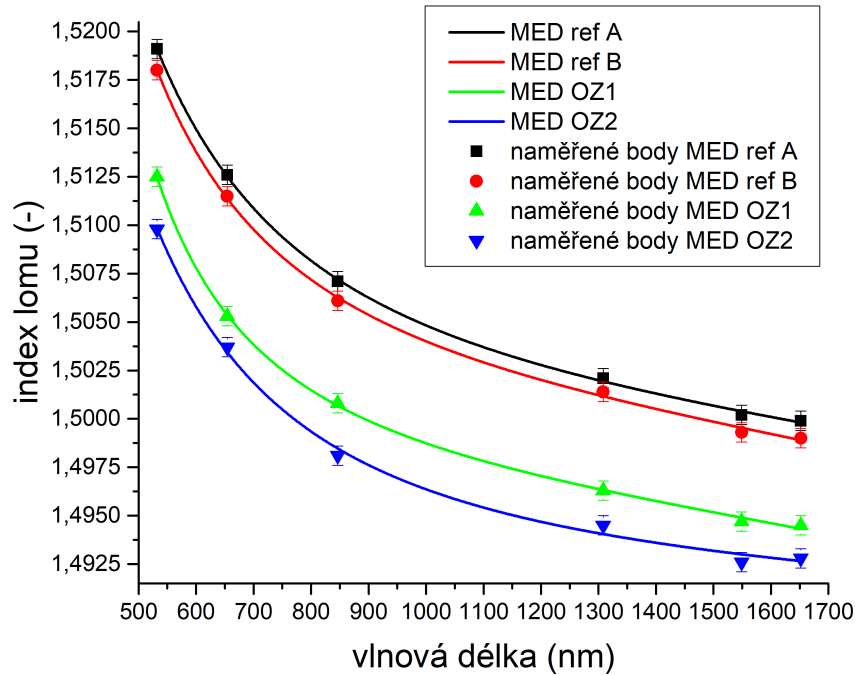
Tabulka 14: Hodnoty indexy lomu pro materiál MedFLEX po ozáření.

Vlnová délka (nm)	Index lomu (-)			
	Reference A	Reference B	OZ1	OZ2
532,0	1,5191	1,5180	1,5125	1,5098
654,2	1,5126	1,5115	1,5053	1,5037
846,4	1,5071	1,5061	1,5008	1,4981
1308,2	1,5021	1,5014	1,4963	1,4945
1549,1	1,5002	1,4993	1,4947	1,4926
1652,1	1,4999	1,4990	1,4945	1,4928

Tabulka 15: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro materiál MedFLEX:

vzorek	Dávka (kGy)	Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí				Abbeovo číslo
		A	B	C (μm^2)	D (μm^2)	
Reference A	0	0,9398	3,1912	0,004977	0,0028588	49,05
Reference B	0	1,8030	0,4487	0,030272	0,0036724	47,70
OZ1	27,8	2,1248	0,1143	0,085520	0,0036001	41,31
OZ2	260,4	1,0670	1,1580	0,012831	0,0008698	49,13

**Obrázek 24:** Index lomu pro referenční vzorky pro materiál 3DM TOUGH CLEAR (na obr. není uveden výsledek pro vzorek c1 a c2, protože se nepodařilo index lomu pro tento vzorek 3DM OZ1 změřit).



Obrázek 25: Index lomu pro referenční vzorky MedFLEX

Měření transmisních spekter

Dále jsem prováděl měření transmisních spekter a z naměřených dat jsem následně vytvořil grafy, pro materiál 3DM TOUGH CLEAR viz **Obrázek 28** a pro materiál MedFLEX viz **Obrázek 32**.

Ověření opakovatelnosti výroby vzorků/homogenity jsem provedl měření vybraných natrhaným vzorkům pro polymer 3DM TOUGH CLEAR viz **Obrázek 37** a pro polymer MedFLEX viz **Obrázek 38**. Pro porovnání jsem vybral následující vzorky a vzorky jsem označil (pro 3DM TOUGH CLEAR viz **Obrázek 26**, **Tabulka 16** a pro MedFLEX viz **Obrázek 27** a **Tabulka 17**).

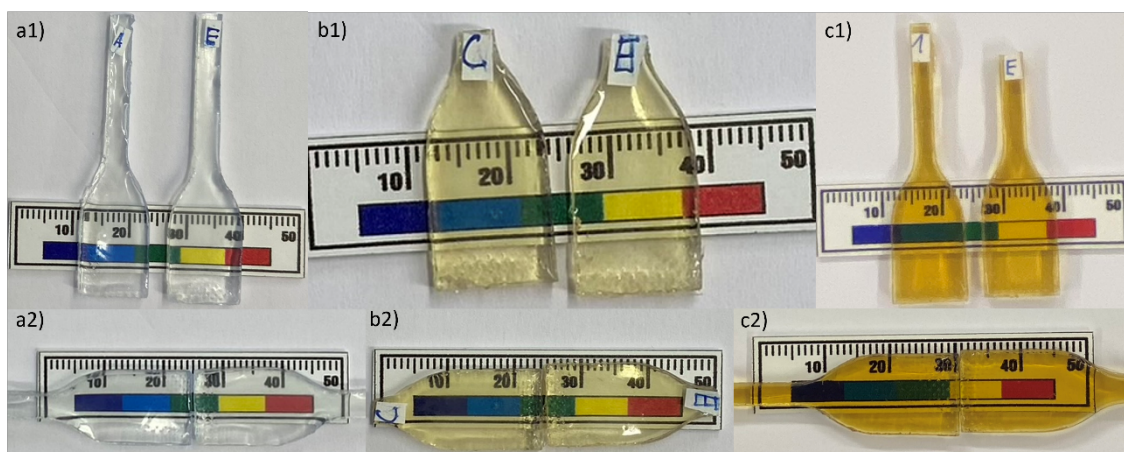
Z naměřených dat jsem následně vytvořil několik grafů (pro materiál 3DM TOUGH CLEAR viz **Obrázek 29**, **Obrázek 30** a **Obrázek 31**, a pro materiál MedFLEX viz **Obrázek 33**, **Obrázek 34** a **Obrázek 35**), ze kterých vyplývá, že vzorky se navzájem liší intenzitou transmise, každá ozařovací dávka – nulová, malá, velká – ale vede na charakteristický tvar průběhu spektra. Vznikly tři skupiny křivek, z nichž každá svým tvarem odpovídá jedné ze tří dávek ozáření.

Tabulka 16: Přehled vzorků 3DM TOUGH CLEAR pro měření transmisních spekter.

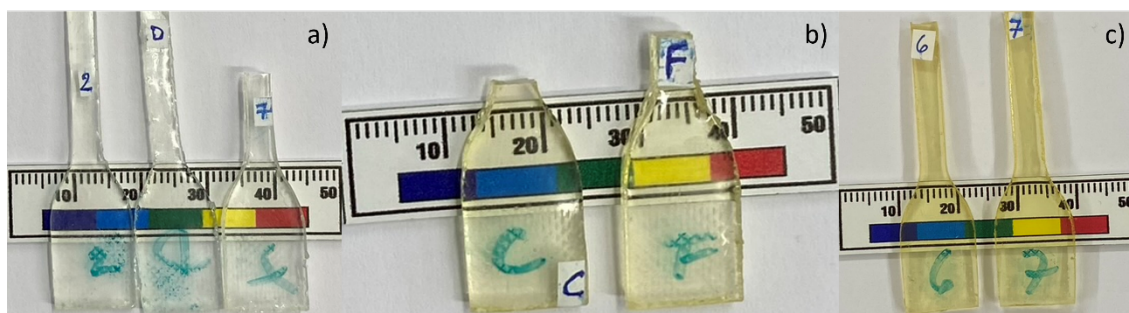
Označení vzorků	plánovaná dávka ozáření (kGy)	skutečná dávka ozáření (kGy)
ref A	Reference 0	Reference 0
ref B	Reference 0	Reference 0
ref vz1A	Reference 0	Reference 0
ref vz5E	Reference 0	Reference 0
OZ1/ OZ1 ref	25	27,8
OZ1 vzC	25	27,8
OZ1 vzE	25	27,8
OZ2/ OZ2 ref	250	260,4
OZ2 vz1A	250	260,4
OZ2 vzE	250	260,4

Tabulka 17: Přehled vzorků MedFLEX pro měření transmisních spekter.

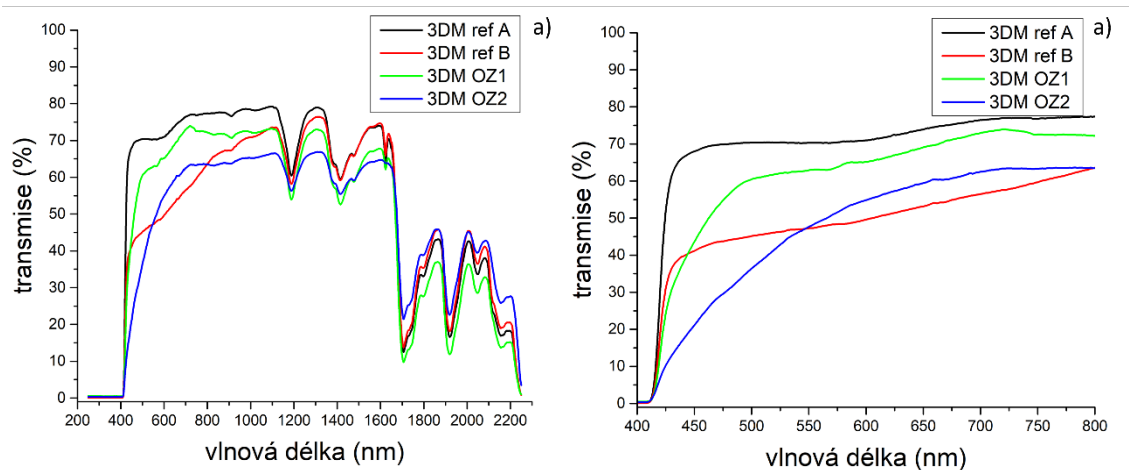
Označení vzorků	plánovaná dávka ozáření (kGy)	skutečná dávka ozáření (kGy)
ref A	Reference 0	Reference 0
ref B	Reference 0	Reference 0
ref vz2B	Reference 0	Reference 0
ref vz4D	Reference 0	Reference 0
ref vz7G	Reference 0	Reference 0
OZ1/ OZ1 ref	25	27,8
OZ1 vzC	25	27,8
OZ1 vzF	25	27,8
OZ2/ OZ2 ref	250	260,4
OZ2 vz6F	250	260,4
OZ2 vz7G	250	260,4



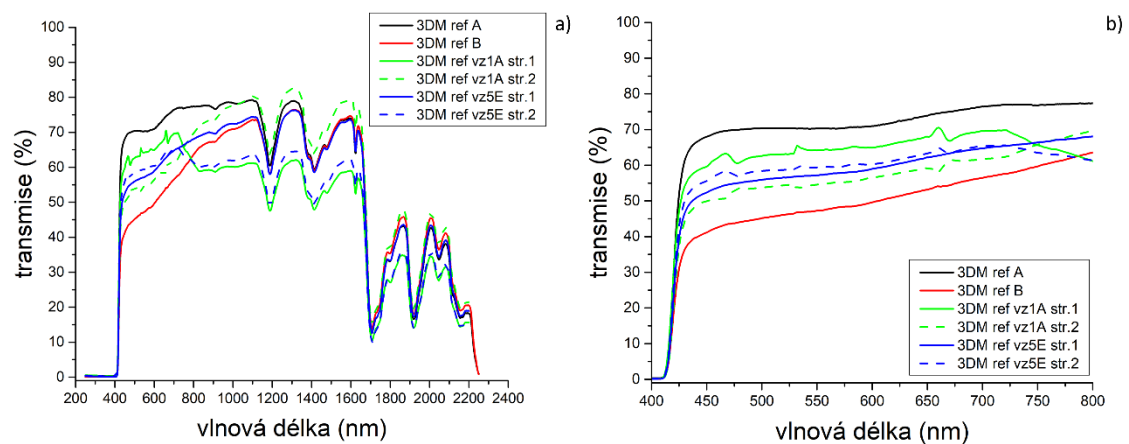
Obrázek 26: Fotografie vzorků z natrhaných tělísek pro měření transmisního spektra z polymeru 3DM TOUGH CLEAR a1) 3DM reference 0 kGy zleva vzorek ref vz1A a ref vz5E, a2) 3DM reference 0 kGy zleva vzorek ref vz1A a ref vz5E, b1) 3DM 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC a OZ1 vzE, b2) 3DM 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC a OZ1 vzE, c1) 3DM 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz1A a OZ2 vzE, c2) 3DM 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz1A a OZ2 vzE.



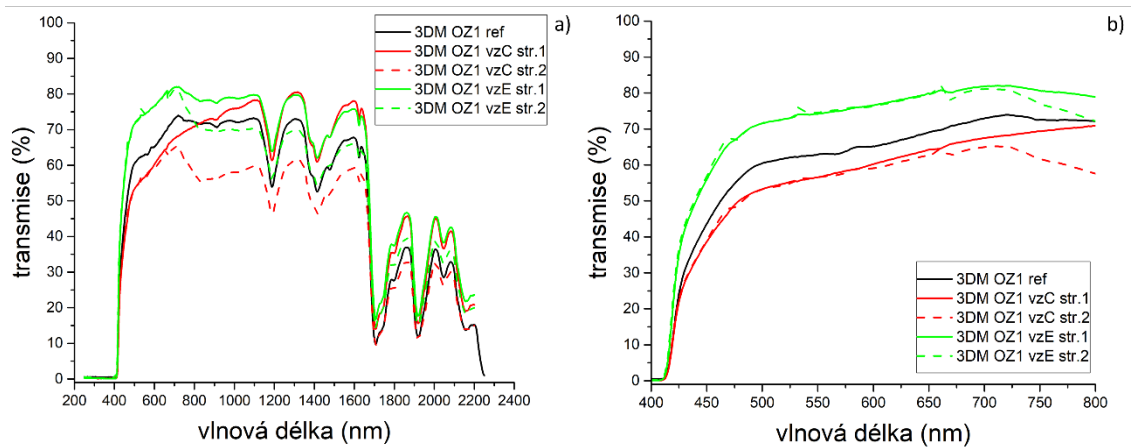
Obrázek 27: Fotografie vzorků z natrhaných tělísek pro měření transmisního spekter z polymeru MedFLEX, a) MED reference 0 kGy zleva vzorek ref vz2B, ref vz4D a rer vz7G, b) MED 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC a OZ1 vzF, c) MED 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz6F a OZ2 vz7G.



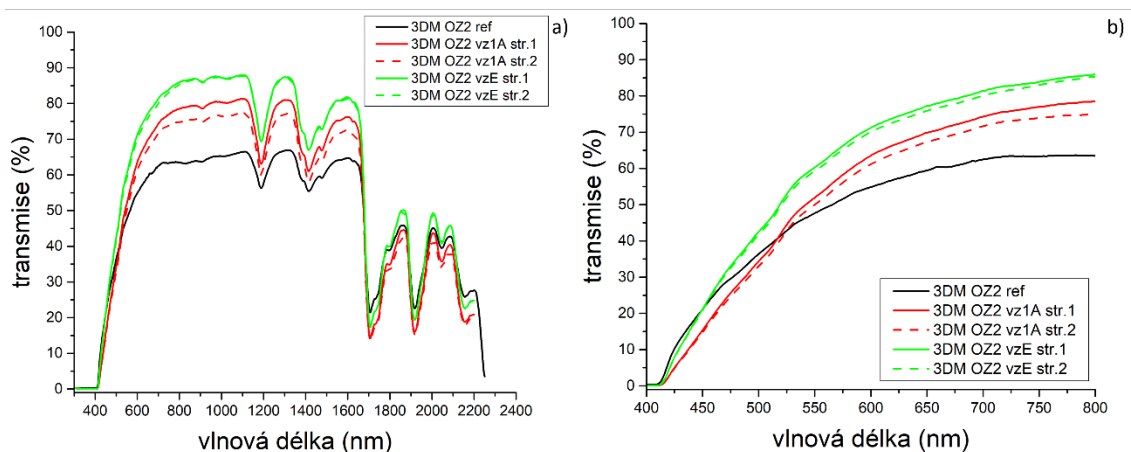
Obrázek 28: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro **referenční** vzorky (tvaru čtverečku), ozářené i neozářené, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.



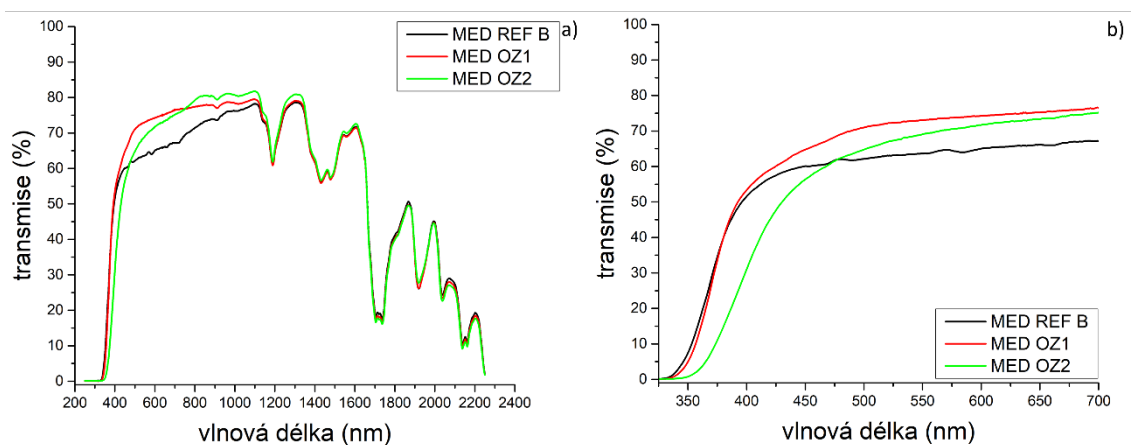
Obrázek 29: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro **neozářené** vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.



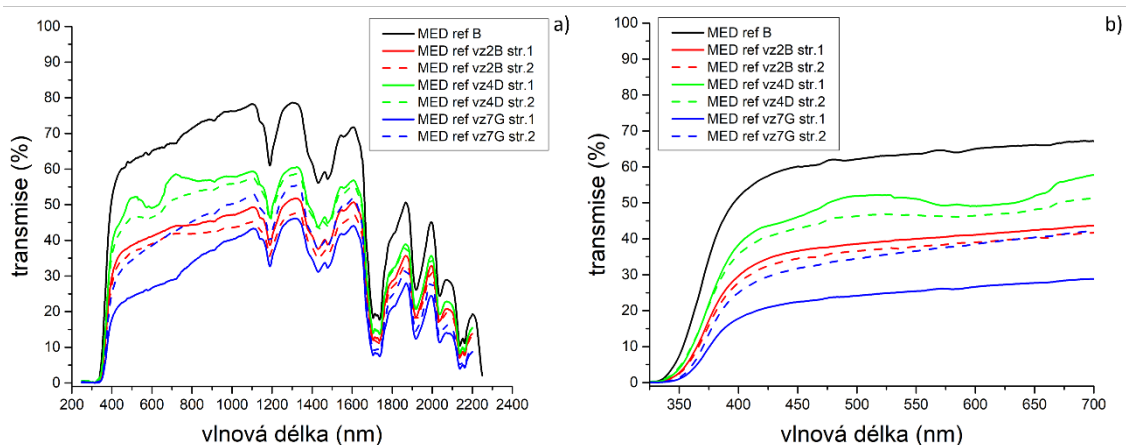
Obrázek 30: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro ozářené OZ1 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.



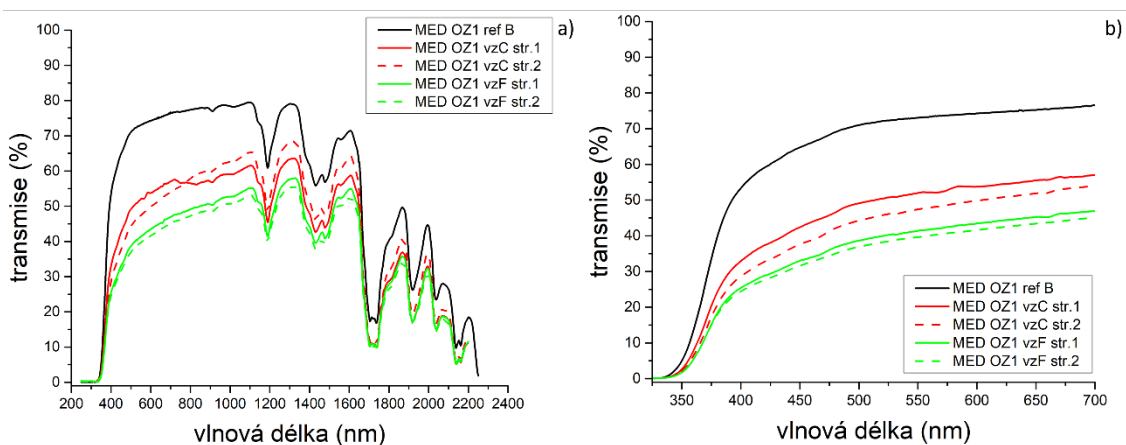
Obrázek 31: Transmisní spektra pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR pro ozářené OZ2 referenční vzorky pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 400-800 nm.



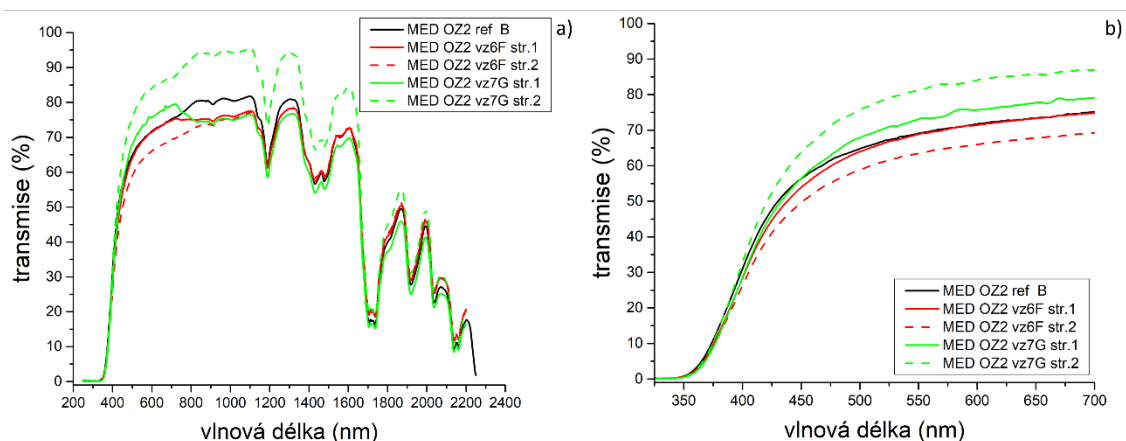
Obrázek 32: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro referenční vzorky (bez a1, a2), ozářené i neozářené, a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.



Obrázek 33: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro **neozářené** vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.



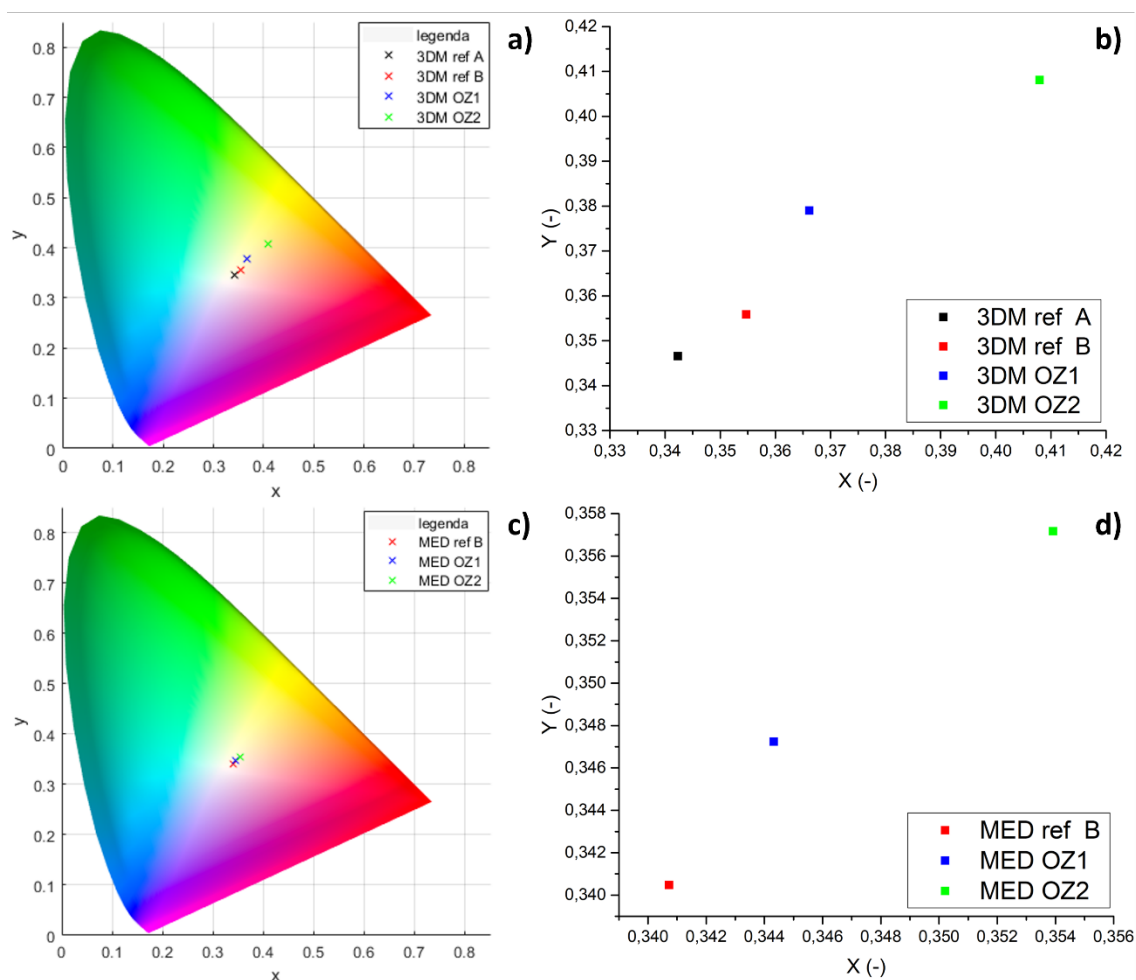
Obrázek 34: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro **ozářené OZ1** vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.



Obrázek 35: Transmisní spektra pro vzorky MedFLEX pro **ozářené OZ2** vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 325-700 nm.

Kolorimetrie

Výpočet kolorimetrického trojúhelníka z naměřených spekter jsem provedl pomocí softwaru napsaného v jazyce MATLAB. Výsledky přepočtu tvoří grafy (viz **Obrázek 36**).



Obrázek 36: Kolorimetrické trojúhelníky vzorků MedFLEX vypočtené z transmisních spekter, porovnání ozářených a neozářených vzorků a) CIE XY graf pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR, b) přiblížený graf XY souřadnic graf pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR, c) CIE XY graf pro vzorky MedFLEX, d) přiblížený graf XY souřadnic graf pro vzorky MedFLEX.

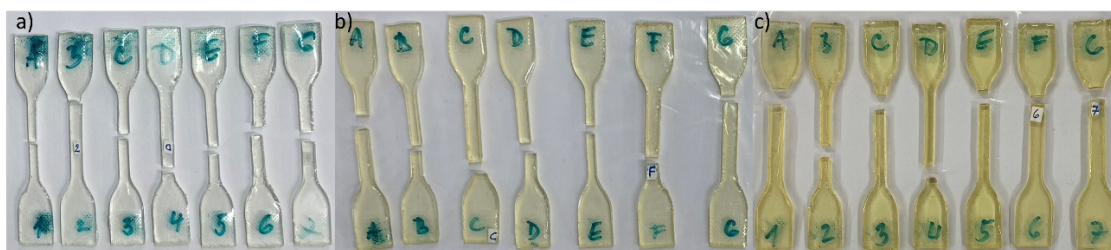
Měření pružnosti a pevnosti

Měření probíhalo podle postupu popsaného v kapitole 4.4. Protokoly z měřicího přístroje jsou obsaženy v přílohách této práce. Měřilo se maximální prodloužení vzorku, než se roztrhne. Kdyby nemělo ozáření na mechanické vlastnosti vzorků žádný vliv, dalo by se očekávat, že měření všech sad dopadnou přibližně stejně v rozsahu chyby měření.

Namísto toho lze ve výsledcích pozorovat vliv ozáření, i když není příliš výrazný. U materiálů 3DM TOUGH CLEAR i MedFLEX při menší dávce ozáření odolnost materiálu mírně klesla (přetrhl se při menším natažení) a při větší dávce pak překvapivě vzrostla oproti neozářenému stavu. Vysvětlení tohoto jevu přesahuje možnosti mé práce, především by však bylo potřeba dalšími měřeními ověřit, jestli jde o reálný efekt, nebo chybu měření.



Obrázek 37: Fotografie vzorků zkušebních těles 3DM TOUGH CLEAR po zkoušce roztažnosti (trhání) a) 3DM ref 0 kGy, b) 3DM OZ1 27,8 kGy, c) 3DM OZ2 260,4 kGy.



Obrázek 38: Fotografie vzorků zkušebních těles MedFLEX po zkoušce roztažnosti (trhání) a) Med ref 0 kGy, b) Med OZ1 27,8 kGy, c) Med OZ2 260,4 kGy.

Obrázek 36 a **Obrázek 37** ukazují fotografie zkušebních těles pro provedení trhacích zkoušek. **Obrázek 36** ukazuje fotografie pro vzorky 3DM TOUGH CLEAR a **Obrázek 37** ukazuje fotografie pro vzorky MedFLEX. Na obrázcích můžeme pozorovat, že k přetržení

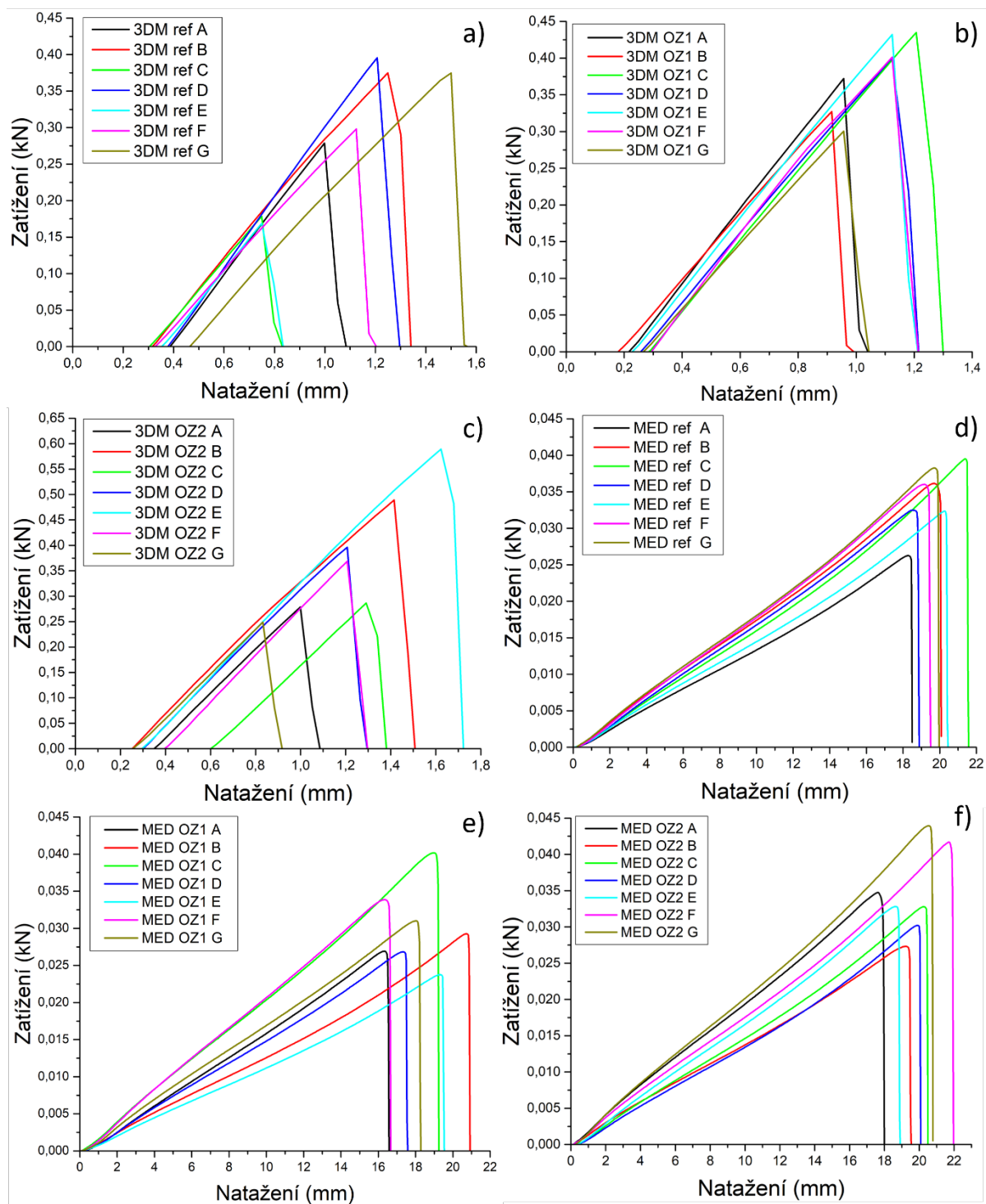
dochází pokaždé v jiném místě, z toho lze usoudit, že vzorky nejsou homogenní. Data z měření pružnosti a pevnosti shrnují **Tabulka 18** a **Tabulka 19**.

Tabulka 18: Naměřené hodnoty zátěžových zkoušek pro materiál 3DM TOUGH CLEAR.

Dávka (kGy)	Vzorek	Místo přetržení vzorku	Tloušťka vzorku (mm)	Šířka vzorku (mm)	Maximální prodloužení vzorku (mm)	Maximální zatížení vzorku (kN)
0	A	uvnitř	3,40	4,00	1,08937	0,27865
	B	uvnitř	2,75	4,00	1,34328	0,37498
	C	uvnitř	3,19	4,00	0,83672	0,17850
	D	u obou konců	3,40	4,00	1,30047	0,39568
	E	u konce	2,54	4,00	0,83734	0,16892
	F	uvnitř	2,60	4,00	1,21312	0,29821
	G	uvnitř	2,30	4,00	1,58875	0,37465
Průměr			2,88	4,00	1,17272	0,29566
Medián			2,75	4,00	1,21312	0,29821
směrodatná výběrová odchylka			0,44	0,00	0,27460	0,09365
25	A	uvnitř	3,24	4,00	1,04750	0,37223
	B	u obou konců	2,83	4,00	1,00516	0,32726
	C	uvnitř	3,02	4,00	1,30203	0,43488
	D	u obou konců	2,92	4,00	1,21828	0,40039
	E	uvnitř	2,94	4,00	1,21703	0,43204
	F	u konce	2,85	4,80	1,21734	0,40142
	G	uvnitř	2,58	4,00	1,04781	0,30047
Průměr			2,91	4,11	1,15074	0,38124
Medián			2,92	4,00	1,21703	0,40039
směrodatná výběrová odchylka			0,20	0,30	0,11455	0,05124
250	A	uvnitř	2,49	4,00	1,08984	0,27851
	B	uvnitř	2,80	4,00	1,51109	0,48931
	C	uvnitř	2,52	4,00	1,38312	0,28646
	D	u konce	2,70	4,00	1,29984	0,39599
	E	uvnitř	2,67	4,00	1,72422	0,58906
	F	uvnitř	3,11	4,00	1,30016	0,36843
	G	u konce	3,73	4,00	0,92219	0,24873
Průměr			2,86	4,00	1,31864	0,37950
Medián			2,70	4,00	1,30016	0,36843
směrodatná výběrová odchylka			0,44	0,00	0,26328	0,12405

Tabulka 19: Naměřené hodnoty zátěžových zkoušek pro MedFLEX.

dávka (kGy)	vzorek	místo přetržení vzorku	Tloušťka vzorku (mm)	Šířka vzorku (mm)	Maximální prodloužení vzorku (mm)	Maximální zatížení vzorku (kN)
0	A	uvnitř	2,80	4,00	18,50031	0,02626
	B	u konce	2,65	4,00	20,08484	0,03615
	C	uvnitř	2,94	4,00	21,58375	0,03951
	D	u konce	2,70	4,00	18,87578	0,03248
	E	uvnitř	2,75	4,00	20,45953	0,03235
	F	uvnitř	3,45	4,00	19,50109	0,03602
	G	uvnitř	3,02	4,00	19,95937	0,03827
Průměr			2,90	4,00	19,85210	0,03443
Medián			2,80	4,00	19,95937	0,03602
směrodatná výběrová odchylka			0,27	0,00	1,02770	0,00449
25	A	uvnitř	2,51	4,00	16,58406	0,02691
	B	uvnitř	2,38	4,00	20,91734	0,02927
	C	u konce	3,02	4,00	19,25125	0,04017
	D	uvnitř	2,55	4,00	17,58375	0,02683
	E	uvnitř	2,36	3,95	19,54234	0,02375
	F	uvnitř	3,15	4,40	16,66734	0,03386
	G	uvnitř	2,33	4,60	18,29234	0,03100
Průměr			2,61	4,14	18,40549	0,03026
Medián			2,51	4,00	18,29234	0,02927
směrodatná výběrová odchylka			0,33	0,26	1,59916	0,00545
250	A	u konce	3,06	4,00	18,00125	0,03474
	B	uvnitř	3,05	4,00	19,54234	0,02733
	C	uvnitř	2,54	4,00	20,50078	0,03279
	D	u konce	2,92	4,00	20,08453	0,03020
	E	u konce	3,05	4,00	18,91656	0,03281
	F	u konce	2,48	4,00	21,96031	0,04171
	G	u konce	2,81	4,00	20,79281	0,04393
Průměr			2,84	4,00	19,97123	0,03479
Medián			2,92	4,00	20,08453	0,03281
směrodatná výběrová odchylka			0,24	0,00	1,29754	0,00600



Obrázek 39: Výsledky měření roztažnosti vzorků 3DM TOUGH CLEAR a MedFLEX, a) 3DM TOUGH CLEAR pro referenci (0 kGy), b) 3DM TOUGH CLEAR pro OZ1 (27,8 kGy), c) 3DM TOUGH CLEAR pro OZ2 (260,4 kGy), d) MedFLEX pro referenci (0 kGy), e) MedFLEX pro OZ1 (27,8 kGy), f) MedFLEX pro OZ2 (260,4 kGy).

5.3. Vlastnosti polymeru Polydimethylsiloxane SYLGARD 184

Popis výroby vzorků

Další polymer, u kterého jsem zkoumal vlastnosti a vliv gama záření je polymer PDMS, kde jsem měl k dispozici optický elastomer Sylgard 184 a Sylgard 182. Postup přípravy vzorků byl podobný jako bylo popsáno v kapitole 5.2 (také jsem vyráběl tělíška na zátěžové zkoušky a krychličky na měření optických vlastností). Výroba finálních vzorků pro měření probíhala tak, že nejdříve bylo nutné si na 3D tiskárně PRUSA SLA1 vytisknout inverzní formy, kde tyto formy jsem tiskl pomocí experimentálního materiálu označeného FLX -1 a FLX -2, které jsem měl k dispozici od firmy PRUSA POLYMERS a.s. Do těchto forem jsem pak pomocí pipety nalil příslušný polymer a nechal vypéct v peci na 1 hodinu při teplotě 100°C.

První emisi vzorků jsem označil „Sylgard ref“ a tyto vzorky nebyly ozařovány. U těchto zkušebních těles byly provedeny trhací zkoušky (zkouška pevnosti, odolnosti a pružnosti). Na krychličkách se zjišťovaly optické vlastnosti.

Druhá emise vzorků byla označena „Sylgard OZ1“ a tyto vzorky byly ozářeny dávkou gama záření **27,8 kGy**. Třetí emise vzorků byla označena „Sylgard OZ2“ a vzorky byly vystaveny dávce gama záření **260,4 kGy**. Vzorky byly poté ozařovány v komoře **ROZA** s ozařovacím příkonem **0,65 kGy/h**.

Tabulka 20: Plán dávek ozáření pro materiál SYLGARD 184.

Označení	plánovaná dávka ozáření (kGy)	skutečná dávka ozáření (kGy)
ref	Reference 0	Reference 0
OZ1	25	27,8
OZ2	250	260,4

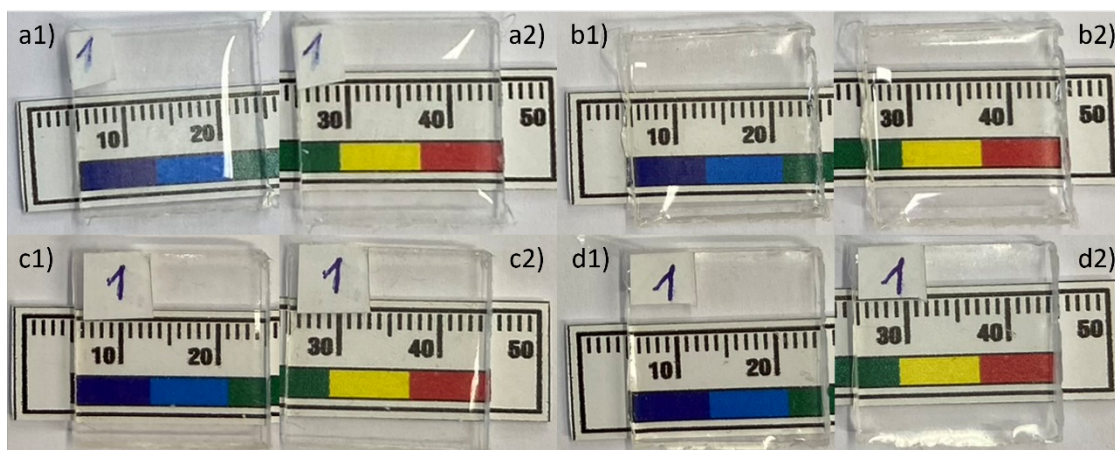
Měření indexu lomu

Výsledky měření indexu lomu pro elastomer SYLGARD 184 obsahuje **Tabulka 21**. Z naměřených výsledků vyplývá, že hodnoty indexu lomu pro referenční vzorky A a B jsou identické jak pro ozářené vzorky OZ1 a OZ2. Respektive hodnoty indexu lomu se neliší o více než je přesnost použité měřicí metody $\pm 0,0005$. Pro vyhodnocení výsledků jsem opět použil

Sellmeierovu aproximaci s infračervenou korekcí podle rovnice (2) a vypočítané Sellmeierovy koeficienty shrnuje **Tabulka 22**.

Dále můžeme vidět porovnání vzorků Sylgard 184. Můžeme vidět, že vizuálně se referenční A a B od ozářených vzorků OZ1 a OZ2 neliší (viz **Obrázek 40**).

Obrázek 41 zobrazuje graf indexu lomu pro polymer SYLGARD 184 a z obrázku vyplývá, že gama záření nemá vliv na změnu indexu lomu.



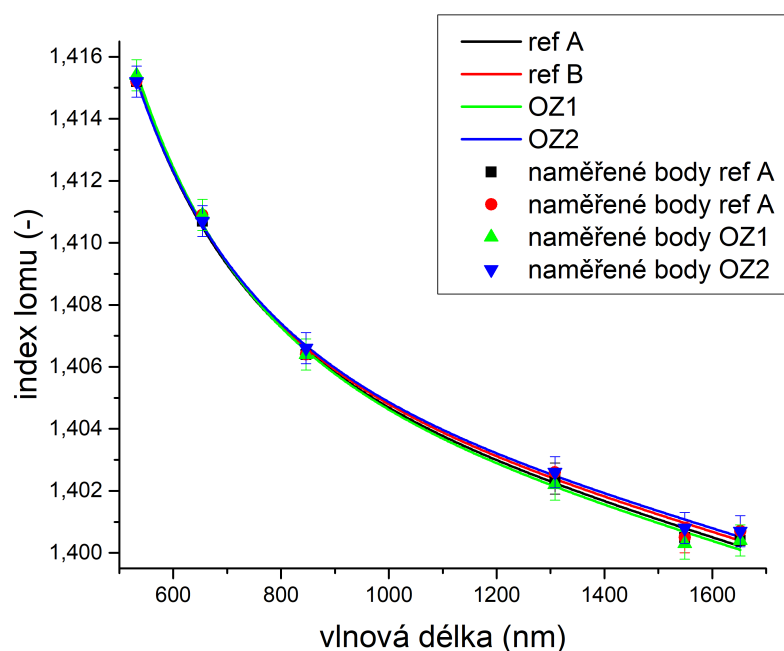
Obrázek 40: Fotografie vzorků pro měření indexu lomu a transmisních spekter pro polymer SYLGARD 184, a1) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref A, a2) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref A, b1) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref B, b2) Sylgard reference 0 kGy vzorek ref B, c1) Sylgard 27,8 kGy vzorek OZ1, c2) Sylgard 27,8 kGy vzorek OZ1, d1) Sylgard 260,4 kGy vzorek OZ2, d2) Sylgard 260,4 kGy vzorek OZ2.

Tabulka 21: Hodnoty indexu lomu pro polymer SYLGARD 184 po ozáření.

Vlnová délka (nm)	index lomu (-)			
	Reference A	Reference B	OZ1	OZ2
532,0	1,4152	1,4152	1,4154	1,4152
654,2	1,4107	1,4109	1,4109	1,4107
846,4	1,4064	1,4064	1,4064	1,4066
1308,2	1,4024	1,4026	1,4022	1,4026
1549,1	1,4005	1,4005	1,4003	1,4008
1652,1	1,4004	1,4007	1,4004	1,4007

Tabulka 22: Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí pro polymer SYLGARD 184.

vzorek	Dávka (kGy)	Sellmeierovy koeficienty s infračervenou korekcí				Abbeovo číslo
		A	B	C (μm^2)	D (μm^2)	
Reference A	0	-85,9489	87,9145	0,00012333	0,0032889	54,64
Reference B	0	-82,1207	84,0871	0,00012669	0,0035548	55,46
OZ1	27,8	103,5272	105,4922	0,00010645	0,0032235	52,88
OZ2	260,4	-77,8219	79,7880	0,00013360	0,0031560	55,62



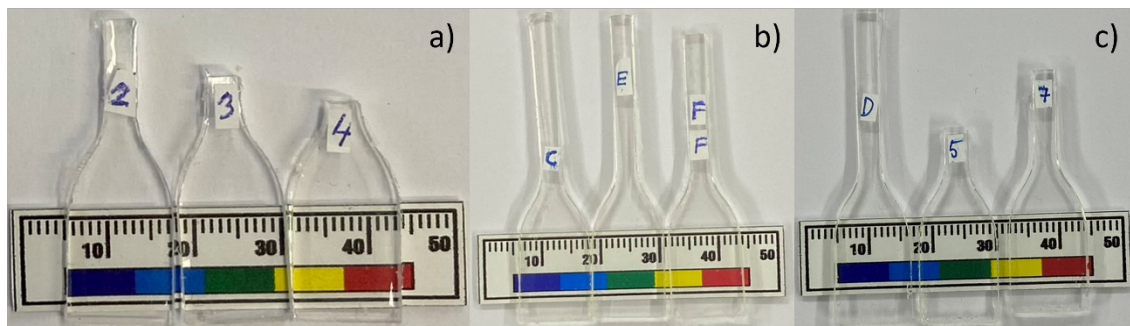
Obrázek 41: Index lomu pro referenční vzorky SYLGARD 184.

Měření transmisních spekter

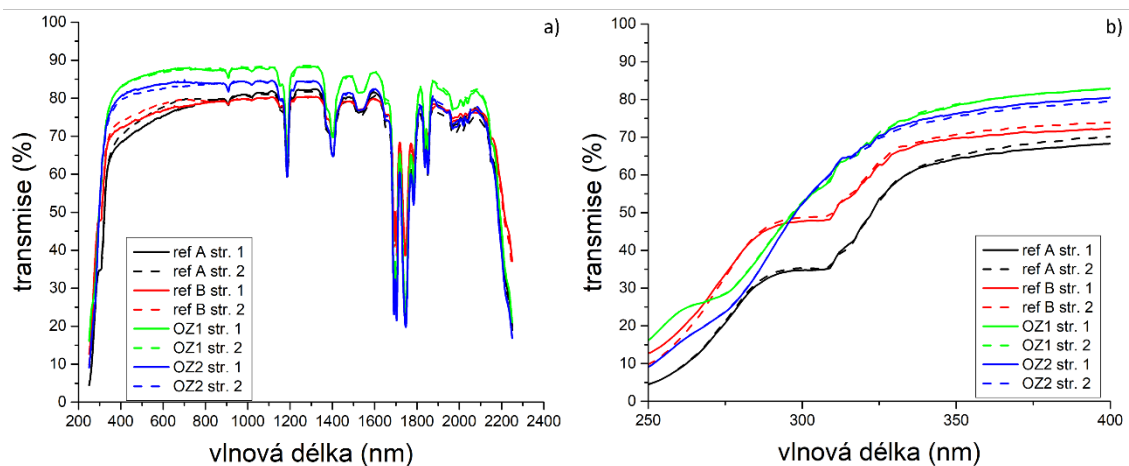
Dále jsem prováděl měření transmisních spekter, a naměřené výsledky jsou uvedeny na **Obrázek 43**. Pro ověření jsem zkusil změřit transmisní spektra též několika natrhaným vzorkům (viz **Obrázek 48**). Z natrhaných vzorků jsem vybral z každé sady 3 vzorky a označil je zkratkami (viz **Obrázek 42** a **Tabulka 23**). Z naměřených dat jsem následně vytvořil několik grafů (viz **Obrázek 44**, **Obrázek 45** a **Obrázek 46**). Z grafů vyplývá, že i když vzorky mají rozdílnou intenzitu transmise, tvar závislosti intenzity transmise na vlnové délce má stejně jako u materiálů 3DM TOUGH CLEAR i MedFLEX tvar charakteristický pro danou dávku ozáření.

Tabulka 23: Přehled vzorků pro měření transmisního spekter pro polymer SYLGARD 184.

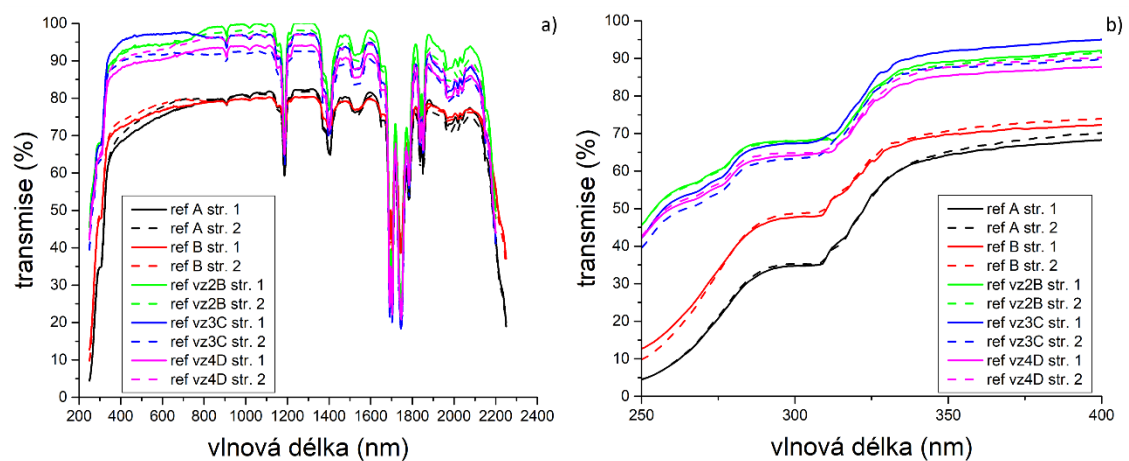
Označení	plánovaná dávka ozáření (kGy)	skutečná dávka ozáření (kGy)
ref A	Reference 0	Reference 0
ref B	Reference 0	Reference 0
ref vz2B	Reference 0	Reference 0
ref vz3C	Reference 0	Reference 0
ref vz4D	Reference 0	Reference 0
OZ1/ OZ1 ref	25	27,8
OZ1 vzC	25	27,8
OZ1 vzE	25	27,8
OZ1 vzF	25	27,8
OZ2/ OZ2 ref	250	260,4
OZ2 vz4D	250	260,4
OZ2 vz5E	250	260,4
OZ2 vz7G	250	260,4



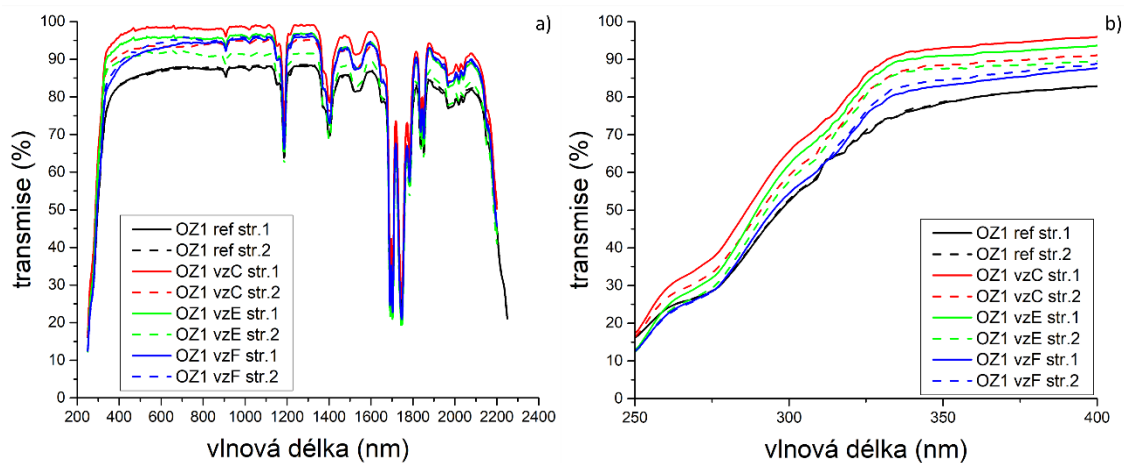
Obrázek 42: Fotografie vzorků natrhaných tělísek pro měření transmisních spekter z polymeru SYLGARD 184, a) Sylgard 184 reference 0 kGy zleva vzorek ref vz2B, ref vz3C a ref vz4D, b) Sylgard 184 27,8 kGy zleva vzorek OZ1 vzC, OZ1 vzE a OZ1 vzF, c) Sylgard 184 260,4 kGy zleva vzorek OZ2 vz4D, OZ2 vz5E a OZ2 vz7G.



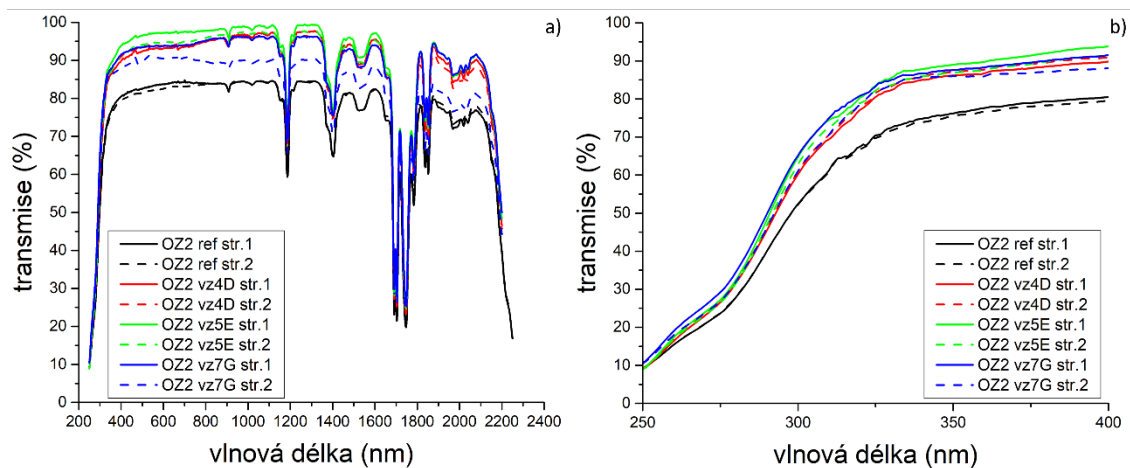
Obrázek 43: Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro **referenční** vzorky, ozářené i neozářené a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.



Obrázek 44: Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro **neozářené** vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.



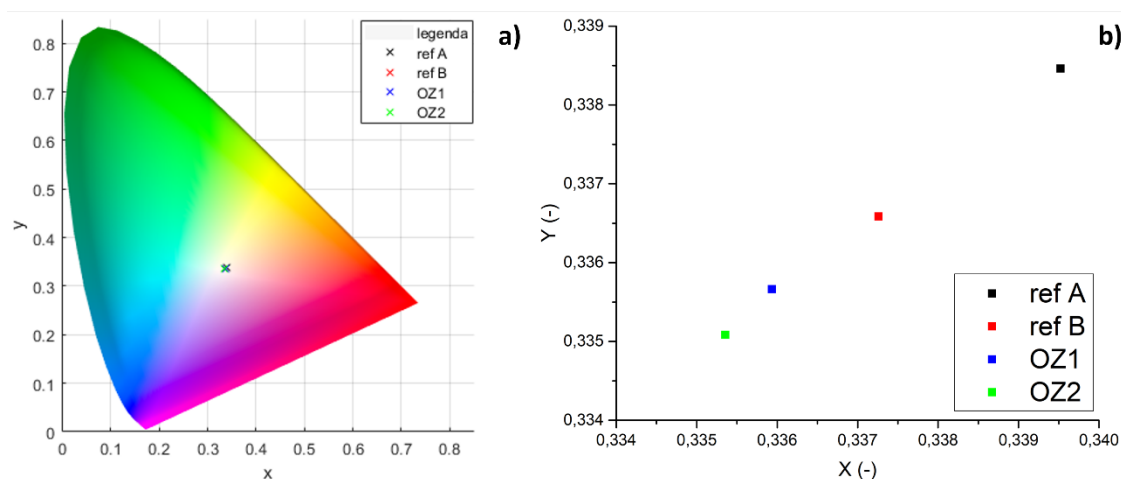
Obrázek 45 Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro ozářené OZ1 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.



Obrázek 46: Transmisní spektra polymeru SYLGARD 184 pro ozářené OZ2 vzorky a) pro celé měřené spektrum, b) detail pro spektrum 250-400 nm.

Kolorimetrie

Výpočet kolorimetrického trojúhelníka z naměřených spekter jsem provedl pomocí softwaru napsaného v jazyce MATLAB. Výsledky přepočtu tvoří grafy (viz **Obrázek 47**).



Obrázek 47: Kolorimetrický trojúhelník vzorků Sylgard 184 vypočtené z transmisních spekter, porovnání ozářených a neozářených vzorků a) CIE XY graf pro vzorky Sylgard 184, b) přiblížený graf XY souřadnic graf pro vzorky Sylgard 184.

Měření pružnosti a pevnosti

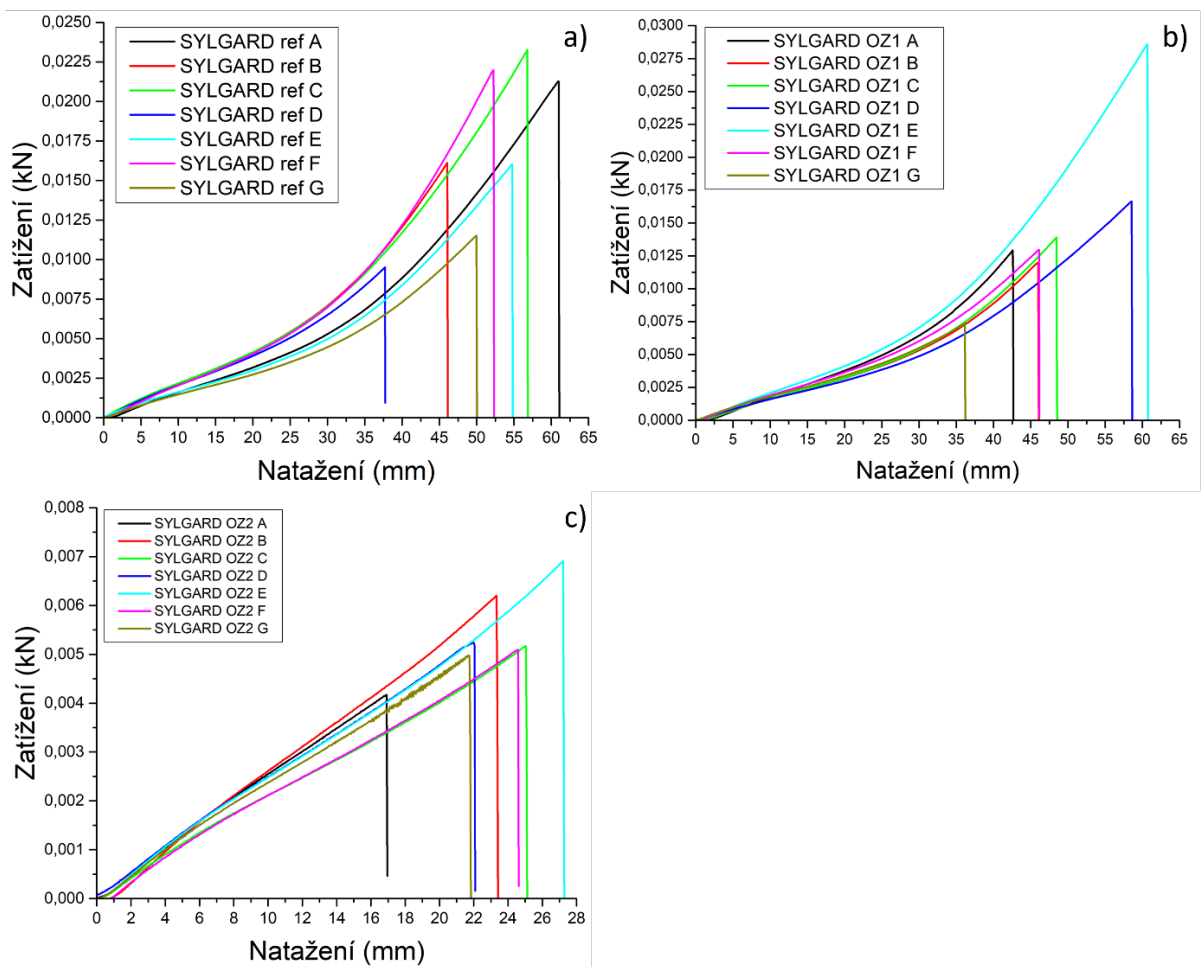
Měření probíhalo podle postupu popsaného v kapitole 4.4. Závislost mechanických vlastností na ozáření je u tohoto materiálu velmi výrazná a má jednoznačný průběh: čím větší dávka ozáření, tím menší mechanická odolnost (viz **Tabulka 24**).



Obrázek 48: Fotografie polymeru SYLGARD 184 natrhané vzorky tělísek, a) Sylgard ref 0 kGy, b) Sylgard OZ1 27,8 kGy, c) Sylgard OZ2 260,4 kGy.

Tabulka 24: Pro materiál SYLGARD 184 naměřené hodnoty ze zátěžových zkoušek.

Dávka (kGy)	Vzorek	Místo přetržení vzorku	Tloušťka vzorku (mm)	Šířka vzorku (mm)	Maximální prodloužení vzorku (mm)	Maximální zatížení vzorku (kN)
0	A	v čelisti	2,08	4,00	61,08405	0,02127
	B	uvnitř	2,29	4,00	46,12577	0,01611
	C	uvnitř	2,18	4,00	56,87515	0,02326
	D	uvnitř	2,19	4,00	37,75031	0,00951
	E	uvnitř	1,96	4,00	54,83390	0,01603
	F	v čelisti	2,20	4,00	52,33437	0,02198
	G	v čelisti	2,82	4,00	50,04171	0,01151
Průměr			2,25	4,00	51,29218	0,01710
Medián			2,19	4,00	52,33437	0,01611
směrodatná výběrová odchylka			0,27	0,00	7,66288	0,00532
25	A	u konce	2,53	4,00	42,66671	0,01291
	B	v čelisti	2,18	4,00	46,08406	0,01197
	C	u konce	2,20	4,00	48,54156	0,01389
	D	uvnitř	1,98	4,00	58,62578	0,01665
	E	u konce	2,28	4,00	60,75077	0,02858
	F	uvnitř	2,14	4,00	46,16609	0,01297
	G	uvnitř	2,02	4,00	36,20859	0,00736
Průměr			2,19	4,00	48,43479	0,01490
Medián			2,18	4,00	46,16609	0,01297
směrodatná výběrová odchylka			0,18	0,00	8,65038	0,00664
250	A	uvnitř	2,34	4,00	16,95844	0,00417
	B	uvnitř	2,50	4,00	23,41703	0,00620
	C	uvnitř	2,03	4,00	25,12609	0,00517
	D	uvnitř	2,34	4,00	22,08328	0,00524
	E	uvnitř	2,22	4,00	27,29140	0,00691
	F	u konce	2,06	4,00	24,62500	0,00509
	G	uvnitř	2,28	4,00	21,83359	0,00498
Průměr			2,25	4,00	23,04783	0,00539
Medián			2,28	4,00	23,41703	0,00517
směrodatná výběrová odchylka			0,17	0,00	3,27710	0,00089



Obrázek 49: Výsledky měření roztažnosti vzorků SYLGARD 184 a) pro referenci (0 kGy), b) pro OZ1 (27,8 kGy), c) pro OZ2 (260,4 kGy).

6. Závěr

Cílem bakalářské práce bylo měřit vlastností optických polymerních materiálů pro aplikace integrované optiky a biofotoniky. V práci jsem měřil polymery cyklický olefinový kopolymer TOPAS, epoxidové pryskyřice - Resin Tough Prusa Orange, 3DM TOUGH CLEAR resin a flexibilní biokompatibilní opticky čirý polymer MED625FLX. Dále jsem měřil vlastnosti elastomeru PDMS (polydimethyloxan) Sylgard 182 a 184.

U materiálů jsem zkoumal vliv gama záření na změnu optických vlastností. U vzorků jsem prováděl měření indexu lomu a transmisních spekter. Z naměřených transmisních spekter jsem pak určoval absorpční koeficient polymerů, vynášel xy chromatický diagram (kolorimetrický trojúhelník). Měřil jsem také Ramanova spektra a u epoxidových pryskyřic a elastomeru PDMS jsem vyhodnocoval dat z měření tahových zkoušek pružnosti a pevnosti.

Vzorky byly vystaveny gama záření, kde motivací je ověřit možnosti sterilizace polymerů pomocí tohoto záření. Ovlivňování vzorků pomocí gama záření bylo jednak provedeno pomocí platné zdravotnické normy ČSN EN ISO 11137-1 pro sterilizaci výrobků pro zdravotní péči, kde tato dávka je podle normy 25 kGy, ale vzorky byly vystaveny i vyšším dávkám až do 1004 kGy a byl také studován vliv dávkového příkonu.

Z měření vlastností cyklického olefinového kopolymeru TOPAS vyplynulo že čím větší gama ozáření, tím víc se posune hrana transmisních spekter směrem k větším vlnovým délkám. Posun je ale malý, v řádu jednotek až nízkých desítek nm. Tuto změnu jsem také znázornil pomocí absorpčního spektra a vynesení kolorimetrického trojúhelníků. V obou případech je rovněž patrné, že změna optických vlastností materiálu je malá, ale s dávkou ozáření roste. Index lomu s rostoucí dávkou ozáření mírně roste. Ozařovací dávka též ovlivnila vzhled vzorků, kdy vlivem gama ozáření se změnila barva polymerů. Při měření Ramanovou spektroskopií dochází k posunu baseline a změně jejího tvaru, ale ne k posunu jednotlivých maxim odpovídacích chemickému složení materiálu.

Z měření transmisních spekter je patrné, že čím větší je dávka gama ozáření na vzorky aplikována, tím více dochází k posunu hrany transmisních spekter k vyšším vlnovým délkám. Posun je ale malý, v řádu jednotek až desítek nm. V obou případech je rovněž patrné, že změna indexu lomu je malá, ale s dávkou ozáření roste. Gama záření také ovlivňuje vzhled vzorků, což lze pozorovat lidským okem a s vyšší dávkou záření dochází ke žloutnutí vzorků. Toto pozorování je v souladu s naměřenými transmisními spektry a je doloženo pomocí xy chromatického diagramu (kolorimetrického trojúhelníku). Měření Ramanovy spektroskopie ukázala, že dochází

k posunu baseline a změně jejího tvaru, ale ne k posunu jednotlivých maxim ve spektru odpovídajících změně struktury materiálu.

Z měření vlastností epoxidových pryskyřic vyplynuly tyto závěry: u pryskyřic 3DM TOUGH CLEAR a MED625FLX došlo v transmisním spektru a všech dalších parametrech, které jsou z těchto spekter odvozeny (absorpční spektrum, kolorimetrie) k podobným změnám jako u materiálu TOPAS. Použitá metoda výroby vzorku odléváním ale není dokonalá a zdá se, že ve vzorcích se vyskytují nehomogenity. V jednom případě (u pryskyřice 3DM TOUGH CLEAR) dokonce podle měření index lomu s ozářením klesal, zatímco u materiálu TOPAS a MED625FLX vždy rostl. Zátěžové zkoušky pružnosti ukázaly nevýrazný pokles pevnosti na ozáření.

Pro polydimethyloxan (PDMS) Sylgard 184TM Silicone Elastomer se index lomu se pro ozářené vzorky nezměnil. Transmisní spektrum je ovlivněno zářením podobně jako u předchozích materiálů, to znamená, že hrana transmisních spekter se posouvá směrem k vyšším vlnovým délkám. Zátěžové zkoušky ukázaly významné zhoršení mechanické odolnosti v tahu po ozáření. Stejně jako u epoxidových pryskyřic zde platí, že použitá metoda výroby vzorku odléváním vede k nehomogenitám, čímž bylo měření nepříznivě ovlivněno.

Cílem bakalářské práce bylo „Studium vlastností optických polymerních materiálů a možnosti sterilizace pomocí gama záření“ v předložené práci jsem se zabýval měřením vlastností čtyřech polymerů a prokázal jsem, že gama záření ovlivňuje optické vlastnosti pro materiály TOPAS, 3DM TOUGH CLEAR, MED625FLX a Sylgard 184TM Silicone Elastomer. Prováděné experimenty byl velice časově náročné, a proto by bylo vhodné provést optimalizaci přípravy vzorků, především pro materiály 3DM TOUGH CLEAR a MED625FLX. Optimalizace výroby vzorků by se měla zaměřit na snížení drsnosti povrchu, aby se podařilo připravit vzorky s vyšší optickou kvalitou.

Použitá literatura

- [1] ČSN EN ISO 11137-1 Sterilizace výrobků pro zdravotní péči - Sterilizace zářením. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 40 stran, 2016. Třídící znak 855253.
- [2] PRAJZLER, Václav. *Polymerní pasivní a aktivní fotonické struktury: Polymer passive and active photonic structures*. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2014. ISBN 978-80-01-05583-0.
- [3] JIRKOVSKÝ, Daniel, et al. Ošetrovatelské postupy a intervence: učebnice pro bakalářské a magisterské studium. 1. vydání. Praha: Fakultní nemocnice v Motole, 2012. 411 s. ISBN 978-80-87347-13-3.
- [4] Vyhláška č. 306/2012 Sb. Vyhláška o podmínkách předcházení vzniku a šíření infekčních onemocnění a o hygienických požadavcích na provoz zdravotnických zařízení a ústavů sociální péče. In: *Zákony pro lidi* [online]. AION CS, 2010-2023 [cit. 2023-05-06], Dostupné z: <https://www.zakonyprolidi.cz/cs/2012-306/zneni-20170830>
- [5] TOPAS Cycloolefin Polymer. [online]. [cit. 2022-12-02]. Dostupné z: <https://topas.com/cycloolefin-polymer>
- [6] *TOPAS Advanced Polymers: topas coc polymers* [online]. Dostupné z: <https://topas.com/products/topas-coc-polymers>
- [7] Prusament Resin Tough Prusa Orange. *Prusa3d* [online]. Dostupné z: <https://www.prusa3d.com/cs/produkt/prusament-resin-tough-2/#examples>
- [8] 3DM-TOUGH resin. *3dm-shop* [online]. Dostupné z: <https://www.3dm-shop.com/product-page/3DM-TOUGH>
- [9] Indirect Bonding Trays Using MED625FLX. Stratasys, dostupné z: <https://www.stratasys.com/siteassets/materials/materials-catalog/biocompatible/biocompatible-med625flx-material-data-sheet-c.pdf?v=48e364>
- [10] LATEČKA, Matej. *Polymerní mnohavidové optické kanálkové vlnovody a jejich výroba novými technologiemi* [online]. ČVUT V Praze, Technická 1902/2, 160 00, Praha 6, 2022 [cit. 2023-01-07]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10467/101595>. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Doc. Ing. Václav Prajzler, Ph.D.
- [11] Příručka 3D tiskaře. Prusa Research, dostupné z: <https://help.prusa3d.com/cs/downloads>
- [12] PRAJZLER, Václav, Václav CHLUPATÝ a Zuzana ŠARŠOUNOVÁ. The effect of gamma-ray irradiation on polycarbonate sheets. *Radiation Physics and Chemistry* [online]. 2022, (Volume 196), 10 [cit. 2022-12-02]. ISSN 0969-806X. Dostupné z: doi:110100
- [13] MALÝ, Petr, Optika. Praha : Karolinum, 2013, 372 s., ISBN 978-80-24622-4-60.

- [14] Abbeovo číslo [online], poslední aktualizace 25. 5. 2022 05:58 [cit. 15. 5. 2023], Wikipedie. Dostupné z WWW: https://cs.wikipedia.org/wiki/Abbeovo_číslo
- [15] Instron LONG TRAVEL XL EXTENSOMETER, Catalog Numbers 2603-080, 084, 085, 086, dostupné z: <https://www.instron.com/-/media/literature-library/products/2007/03/2603-080-long-travel-extensometer.pdf>
- [16] ATKINS, P.; DE PAULA, J. Fyzikální chemie. 1. vyd. Praha: VŠCHT, 2013. ISBN 978-80-7080-830-6.
- [17] REICHL, Jaroslav, VŠETIČKA, Martin: Barevný trojúhelník, In: Encyklopedie fyziky, dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/548-barevny-trojjuhelnik>
- [18] Xu Y, Du P, Senger R, Robertson J, Pirkle JL. ISREA: An Efficient Peak-Preserving Baseline Correction Algorithm for Raman Spectra. Appl Spectrosc. 2021 Jan;75(1):34-45. doi: 10.1177/0003702820955245. Epub 2020 Oct 8. PMID: 33030999.
- [19] ČSN EN ISO 527-2 Plasty - Stanovení tahových vlastností - Část 2: Zkušební podmínky pro tvářené plasty. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 16 stran, 2012. Třídící znak 640604.
- [20] ČSN ISO 37 Pryž, vulkanizovaný nebo termoplastický elastomer - Stanovení tahových vlastností. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 32 stran, 2019. Třídící znak 621436.

Přílohy

V přílohách jsou obsaženy originální protokoly měření pružnosti a pevnosti podle postupu popsaného v kapitole 4.4.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-165_A-G_00

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-165_A-G_00

Test Date: 13 March 2023
Humidity (%): 38
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 52

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/165 A-G
Materiál (výrobce): 3DM TOUGH Clear
Popis vzorku: lopatky
Historie vzorku: V dodaném stavu
Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

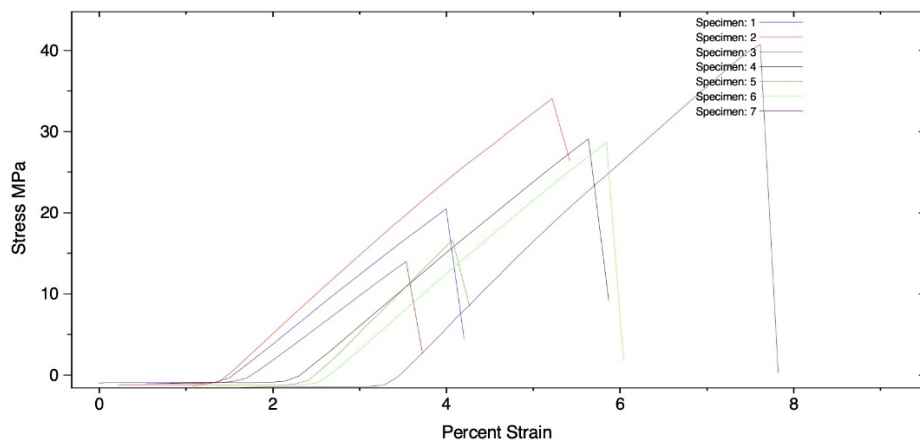
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 & 527/5A; Lo=25 mm; 50 mm/min; corr. "-111"
bez extenzometru; korekce -111; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (%) (Auto)	Pevnost (MPa) (Auto)	Úpětí při přetržení (MPa) (Auto)	Young Modulus (MPa) (Auto)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 uvnitř	3.400	4.000	2.393	20.489	20.489	881.005	-	-	-
2 uvnitř	2.750	4.000	3.696	34.089	34.089	979.779	-	-	-
3 uvnitř	3.190	4.000	1.727	13.989	13.989	819.035	-	-	-
4 u obou kon	3.400	4.000	3.247	29.094	29.094	924.298	-	-	-
5 u konce	2.540	4.000	1.534	16.626	16.626	1087.159	-	-	-
6 uvnitř	2.600	4.000	3.133	28.674	28.674	948.799	-	-	-
7 uvnitř	2.300	4.000	4.081	40.723	40.723	1089.790	-	-	-
Mean	2.883	4.000	2.830	26.240	26.240	961.409	-	-	-
S.D.	0.444	0.000	0.972	9.670	9.670	100.750	-	-	-
Median	2.750	4.000	3.133	28.674	28.674	948.799	-	-	-

Sample ID: 2022-165_A-G_00



Příloha 1: Materiál 3DM TOUGH CLEAR; dávka 0 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-165_A-G_25

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-165_A-G_25

Test Date: 23 February 2023
Humidity (%): 37
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 52

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/165 A-G
Materiál (výrobce): 3DM TOUGH Clear
Popis vzorku: lopatky
Historie vzorku: RS: 25 kGy/ cca 0,6 kGy/h
Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

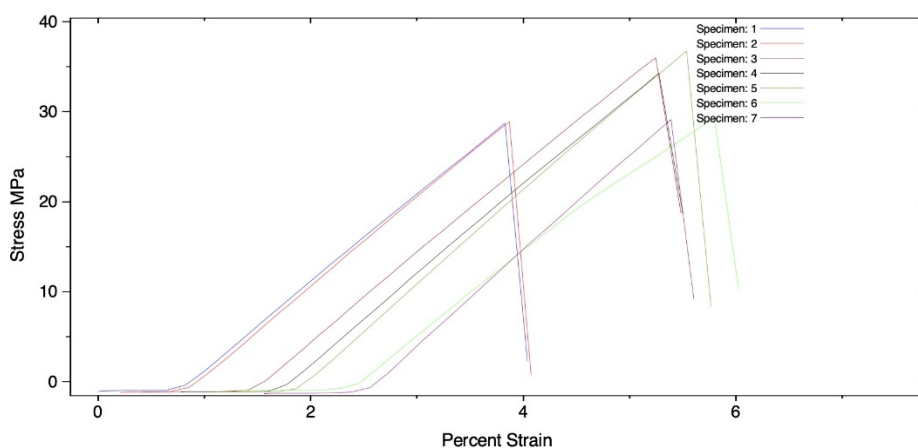
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 & 527/5A; Lo=25 mm; 50 mm/min; corr. "-111"
bez extenzometru; korekce -111; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	lápětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 uvnitř	3.240	4.000	2.925	28.721	28.721	1001.728	-	-	-
2 u obou kon	2.830	4.000	2.897	28.910	28.910	1024.397	-	-	-
3 uvnitř	3.020	4.000	3.639	36.000	36.000	1018.337	-	-	-
4 u obou kon	2.920	4.000	3.416	34.280	34.280	1035.999	-	-	-
5 uvnitř	2.940	4.000	3.525	36.738	36.738	1072.511	-	-	-
6 u konce	2.850	4.800	3.283	29.344	29.344	979.890	-	-	-
7 uvnitř	2.580	4.000	2.726	29.115	29.115	1088.853	-	-	-
Mean	2.911	4.114	3.201	31.873	31.873	1031.674	-	-	-
S.D.	0.200	0.302	0.352	3.633	3.633	38.221	-	-	-
Median	2.920	4.000	3.283	29.344	29.344	1024.397	-	-	-

Sample ID: 2022-165_A-G_25



Příloha 2: Materiál 3DM TOUGH CLEAR; dávka 27,8 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-165_A-G_250

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-165_A-G_250

Test Date: 13 March 2023
Humidity (%): 37
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 52

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/165 A-G
Materiál (výrobce): 3DM TOUGH Clear
Popis vzorku: lopatky
Historie vzorku: RS: cca 250 kGy
Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

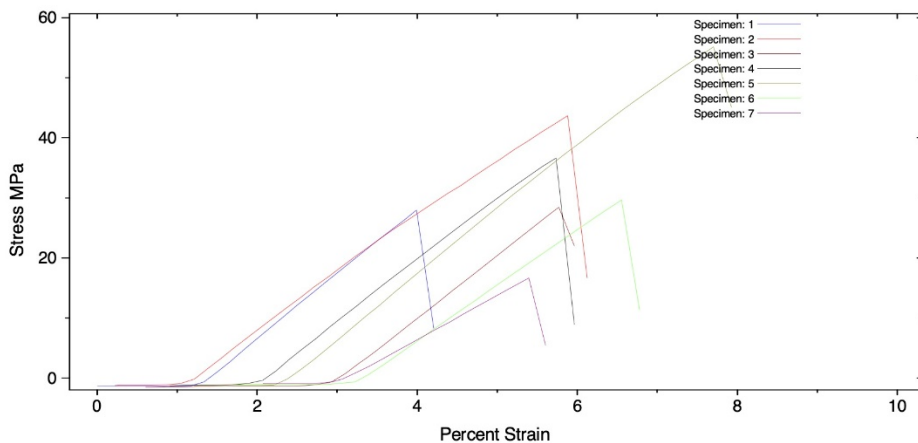
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 & 527/5A; Lo=25 mm; 50 mm/min; corr. "-111"
bez extenzometru; korekce -111; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	Tapětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 uvnitř	2.490	4.000	2.543	27.963	27.963	1139.021	-	-	-
2 uvnitř	2.800	4.000	4.629	43.689	43.689	1015.172	-	-	-
3 uvnitř	2.520	4.000	2.616	28.419	28.419	1092.815	-	-	-
4 u konce	2.700	4.000	3.586	36.665	36.665	1073.995	-	-	-
5 uvnitř	2.670	4.000	5.200	55.156	55.156	1129.132	-	-	-
6 uvnitř	3.110	4.000	3.158	29.617	29.617	956.101	-	-	-
7 u konce	3.730	4.000	2.226	16.671	16.671	754.214	-	-	-
Mean	2.860	4.000	3.423	34.026	34.026	1022.921	-	-	-
S.D.	0.435	0.000	1.123	12.488	12.488	134.773	-	-	-
Median	2.700	4.000	3.158	29.617	29.617	1073.995	-	-	-

Sample ID: 2022-165_A-G_250



Příloha 3: Materiál 3DM TOUGH CLEAR; dávka 260,4 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-164_A-G_00

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-164_A-G_00

Test Date: 13 March 2023
Humidity (%): 38
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 53

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/164 A-G

Materiál (výrobce): MedFLEX

Popis vzorku: lopatky

Historie vzorku: v dodaném stavu

Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

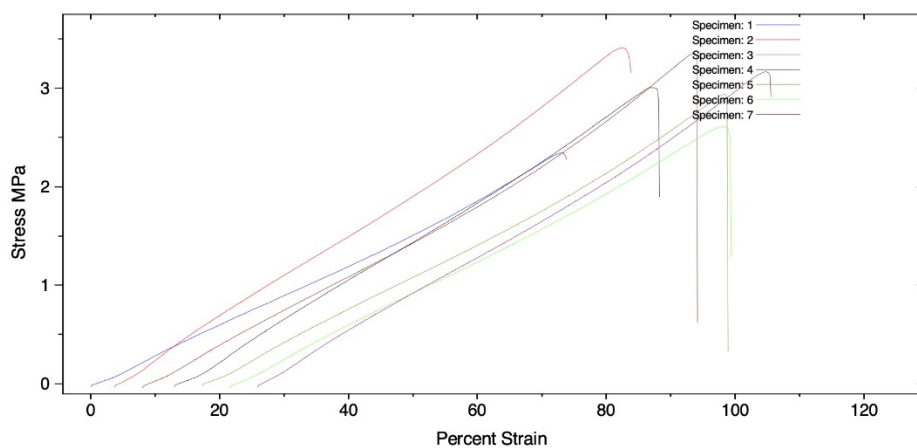
Sample comments: lopatky č. 1-7

Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 + ISO 527/5A; Lo = 25 mm; 50 mm/min
bez extenzometru; bez korekcí; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	Ípětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 uvnitř	2.800	4.000	73.166	2.345	2.345	3.927	2.980	3.012	-
2 u konce	2.650	4.000	78.667	3.411	3.411	5.138	4.220	4.112	-
3 uvnitř	2.940	4.000	85.501	3.359	3.359	5.289	3.390	3.442	-
4 u konce	2.700	4.000	74.336	3.008	3.008	4.610	3.867	3.904	-
5 uvnitř	2.750	4.000	80.999	2.941	2.941	4.598	3.331	3.308	-
6 uvnitř	3.450	4.000	76.665	2.610	2.610	3.946	3.230	3.246	-
7 uvnitř	3.020	4.000	78.834	3.168	3.168	4.894	3.837	3.757	-
Mean	2.901	4.000	78.310	2.977	2.977	4.629	3.551	3.540	-
S.D.	0.275	0.000	4.169	0.389	0.389	0.536	0.434	0.395	-
Median	2.800	4.000	78.667	3.008	3.008	4.610	3.390	3.442	-

Sample ID: 2022-164_A-G_00



Příloha 4: Materiál MedFLEX; dávka 0 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-164_A-G_25

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-164_A-G_25

Test Date: 23 February 2023
Humidity (%): 36
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 53

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 + ISO 527/5A; Lo = 25 mm; 50 mm/min
bez extenzometru; bez korekci; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/164 A-G

Materiál (výrobce): MedFLEX

Popis vzorku: lopatky

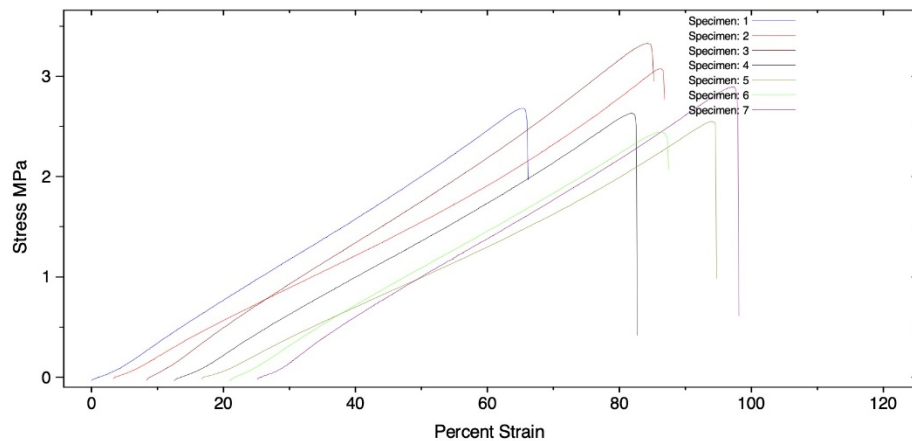
Historie vzorku: RS: 25kGy / cca 0,6 kGy/h

Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	lápětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 uvnitř	2.510	4.000	65.332	2.680	2.680	4.660	3.843	4.006	-
2 uvnitř	2.380	4.000	82.834	3.074	3.074	4.902	3.378	3.326	-
3 u konce	3.020	4.000	75.831	3.326	3.326	4.999	4.299	4.226	-
4 uvnitř	2.550	4.000	69.335	2.631	2.631	4.299	3.619	3.667	-
5 uvnitř	2.360	3.950	77.164	2.548	2.548	4.101	3.012	3.035	-
6 uvnitř	3.150	4.400	65.332	2.443	2.443	3.950	3.768	3.741	-
7 uvnitř	2.330	4.600	72.002	2.892	2.892	4.424	4.050	3.942	-
Mean	2.614	4.136	72.547	2.799	2.799	4.476	3.710	3.706	-
S.D.	0.333	0.256	6.489	0.315	0.315	0.396	0.426	0.411	-
Median	2.510	4.000	72.002	2.680	2.680	4.424	3.768	3.741	-

Sample ID: 2022-164_A-G_25



Příloha 5: Materiál MedFLEX; dávka 27,8 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-164_A-G_250

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-164_A-G_250

Test Date: 13 March 2023
Humidity (%): 38
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 53

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/164 A-G
Materiál (výrobce): MedFLEX
Popis vzorku: lopatky
Historie vzorku: RS: cca 250 kGy
Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

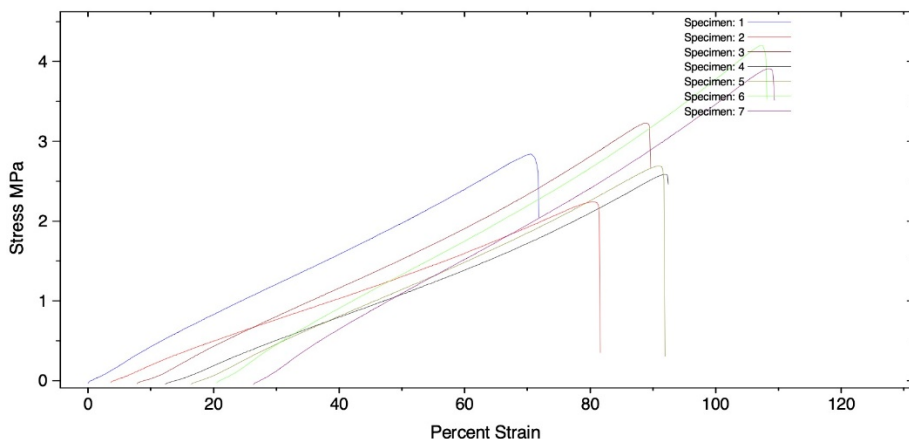
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 + ISO 527/5A; Lo = 25 mm; 50 mm/min
bez extenzometru; bez korekcí; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	lapětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 u konce	3.060	4.000	70.504	2.838	2.838	4.600	4.146	3.949	-
2 uvnitř	3.050	4.000	77.834	2.241	2.094	3.221	2.964	2.810	-
3 uvnitř	2.540	4.000	81.168	3.227	3.227	5.016	3.617	3.636	-
4 u konce	2.920	4.000	79.662	2.585	2.585	4.211	2.855	2.916	-
5 u konce	3.050	4.000	74.500	2.689	2.689	4.230	3.415	3.429	-
6 u konce	2.480	4.000	86.834	4.204	4.204	6.134	4.634	4.425	-
7 u konce	2.810	4.000	82.335	3.908	3.908	5.557	4.659	4.478	-
Mean	2.844	4.000	78.977	3.099	3.078	4.710	3.756	3.663	-
S.D.	0.246	0.000	5.345	0.722	0.753	0.962	0.743	0.667	-
Median	2.920	4.000	79.662	2.838	2.838	4.600	3.617	3.636	-

Sample ID: 2022-164_A-G_250



Příloha 6: Materiál MedFLEX; dávka 260,4 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-163_A-G_00

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-163_A-G_00

Test Date: 13 March 2023
Humidity (%): 35
Temperature: 22 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 53

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/163 A-G

Materiál (výrobce): SYLGARD 184

Popis vzorku: lopatky

Historie vzorku: V dod. stavu

Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

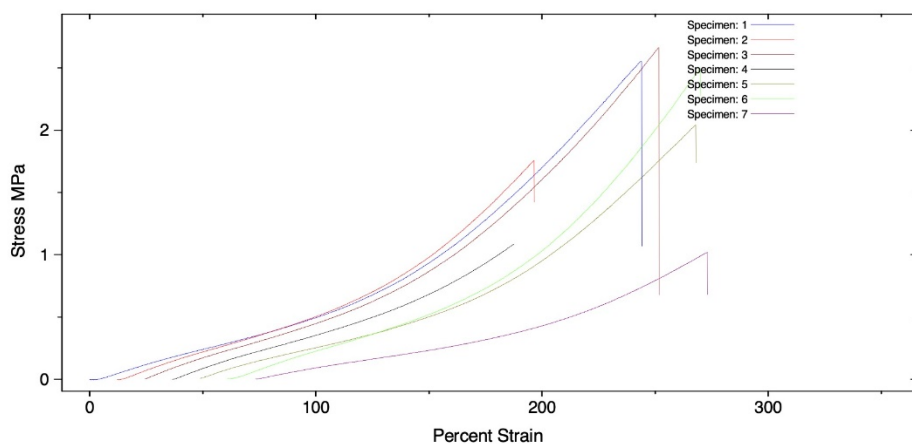
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 + ISO 527/5A; Lo = 25 mm; 50 mm/min
bez extenzometru; bez korekcí; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	Ľpětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 v čelisti	2.080	4.000	243.833	2.556	2.556	2.027	0.450	0.478	0.494
2 uvnitř	2.290	4.000	184.166	1.759	1.759	1.871	0.590	0.566	0.592
3 uvnitř	2.180	4.000	227.161	2.667	2.667	2.232	0.692	0.603	0.620
4 uvnitř	2.190	4.000	150.834	1.085	1.085	1.209	0.634	0.568	0.576
5 uvnitř	1.960	4.000	219.000	2.044	2.044	1.776	0.600	0.495	0.495
6 v čelisti	2.200	4.000	208.998	2.498	2.498	2.508	0.577	0.569	0.605
7 v čelisti	2.820	4.000	199.834	1.020	1.020	1.003	0.347	0.315	0.311
Mean	2.246	4.000	204.832	1.947	1.947	1.804	0.556	0.513	0.528
S.D.	0.274	0.000	30.566	0.688	0.688	0.537	0.118	0.098	0.108
Median	2.190	4.000	208.998	2.044	2.044	1.871	0.590	0.566	0.576

Sample ID: 2022-163_A-G_00



Příloha 7: Materiál Sylgard 184; dávka 184 0 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-163_A-G_25

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-163_A-G_25

Test Date: 23 February 2023
Humidity (%): 34
Temperature: 22 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 53

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/163 A-G
Materiál (výrobce): SYLGARD 184
Popis vzorku: lopatky
Historie vzorku: RS: 25kGy / cca 0,6 kGy/h
Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

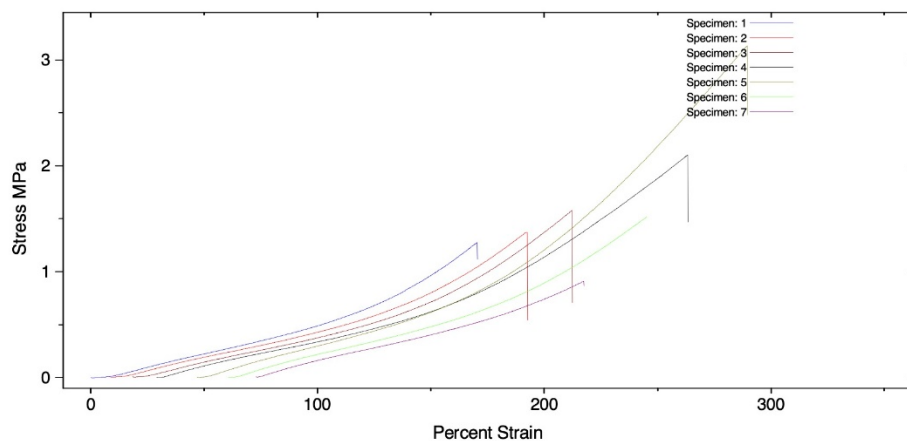
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 + ISO 527/5A; Lo = 25 mm; 50 mm/min
bez extenzometru; bez korekcí; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Tloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 u konce	2.530	4.000	170.334	1.276	1.276	1.596	0.339	0.488
2 v čelisti	2.180	4.000	183.834	1.373	1.373	1.563	0.420	0.476
3 u konce	2.200	4.000	193.833	1.579	1.579	1.678	0.423	0.476
4 uvnitř	1.980	4.000	234.167	2.102	2.102	1.640	0.524	0.486
5 u konce	2.280	4.000	242.667	3.134	3.134	2.456	0.558	0.592
6 uvnitř	2.140	4.000	184.334	1.515	1.515	1.520	0.562	0.540
7 uvnitř	2.020	4.000	144.501	0.911	0.911	0.983	0.607	0.537
Mean	2.190	4.000	193.382	1.698	1.698	1.634	0.490	0.515
S.D.	0.182	0.000	34.608	0.728	0.728	0.432	0.097	0.046
Median	2.180	4.000	184.334	1.515	1.515	1.596	0.524	0.488

Sample ID: 2022-163_A-G_25



Příloha 8: Materiál Sylgard 184; dávka 27,8 kGy.



Záznam o tahové zkoušce č.: 2022-163_A-G_250

Test type: Tensile
Operator name: Šarbochová
Data ze zkoušky uložena v souboru: 2022-163_A-G_250

Test Date: 13 March 2023
Humidity (%): 36
Temperature: 23 C

Sample Rate (pts/secs): 20.00
Crosshead Speed: 50.00 mm/min
Full Scale Load Range: 1.0 kN
Test Method Number: 53

Machine type: INSTRON 5543; Ser. No.: 5543J5441
Series IX Automated Materials Testing System No. 8.27.00

Ev.č.vzorku ZL-2305:2022/163 A-G
Materiál (výrobce): SYLGARD 184
Popis vzorku: lopatky
Historie vzorku: RS: cca 250kGy
Poznámka: Zakázka ČVUT-FEL

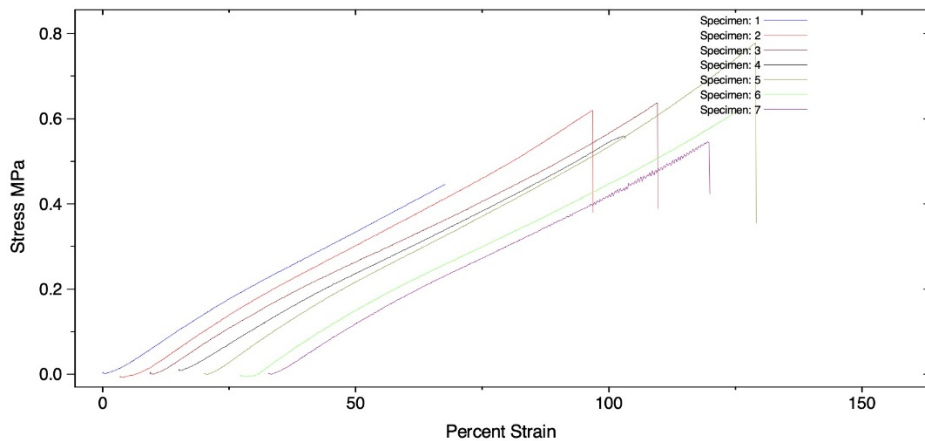
Základní charakteristiky zkušební metody:

Lopatky ISO 37/2 + ISO 527/5A; Lo = 25 mm; 50 mm/min
bez extenzometru; bez korekcí; upínací délka 50 mm
serrated čelisti 25 x 38 mm (na výšku)

Sample comments: lopatky č. 1-7

	Thloušťka (mm)	Šířka (mm)	Tažnost (Auto) (%)	Pevnost (Auto) (MPa)	lapětí při přetržení (Auto) (MPa)	Young Modulus (Auto) (MPa)	Secant Modulus E20 (MPa)	Secant Modulus E50 (MPa)	Secant Modulus E100 (MPa)
1 uvnitř	2.340	4.000	67.667	0.445	0.445	0.768	0.702	0.668	-
2 uvnitř	2.500	4.000	93.332	0.620	0.620	0.770	0.633	0.645	-
3 uvnitř	2.030	4.000	100.169	0.637	0.637	0.728	0.691	0.631	0.636
4 uvnitř	2.340	4.000	88.004	0.560	0.560	0.690	0.718	0.647	-
5 uvnitř	2.220	4.000	108.831	0.778	0.778	0.894	0.741	0.680	0.696
6 u konce	2.060	4.000	98.334	0.618	0.618	0.736	0.655	0.626	-
7 uvnitř	2.280	4.000	87.164	0.546	0.422	0.712	0.690	0.633	-
Mean	2.253	4.000	91.929	0.600	0.583	0.757	0.690	0.647	0.000
S.D.	0.166	0.000	13.060	0.102	0.122	0.067	0.037	0.020	0.000
Median	2.280	4.000	93.332	0.618	0.618	0.736	0.691	0.645	0.000

Sample ID: 2022-163_A-G_250



Příloha 9: Materiál Sylgard 184; dávka 260,4 kGy.