

**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**  
**FAKULTA STROJNÍ**  
**ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ**



**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

**Vliv úpravy povrchu polymerního prášku na pevnost spoje  
mezi kovem a plastem**

**The influence of surface treatment of PE powder on joint strength  
between metal and polymers**

AUTOR: Jan Sezemský

STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Zdeňka Jeníková, Ph.D.

**PRAHA 2017**

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Sezemský** Jméno: **Jan** Osobní číslo: **439007**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávací katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**  
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**  
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

## II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

**Vliv úpravy povrchu polymerního prášku na pevnost spoje mezi kovem a plastem**

Název bakalářské práce anglicky:

**The influence of surface treatment of PE powder on joint strenght between metal and polymers**

Pokyny pro vypracování:

Cíl:

Provést dostatečný počet měření pro ověření vlivu plasmové úpravy PE prášku na lepší adhezi mezi kovem a polyethylenem.

Postup:

1. Literární rešerše
2. Příprava vzorků
3. Provedení zkoušek
4. Vyhodnocení experimentů
5. Závěr

Seznam doporučené literatury:

- [1] MEISNER, Bohumil a Václav ZILVAR. Fyzika polymerů: Struktura a vlastnosti polymerních materiálů. Praha: SNTL, 1988.
- [2] GUNTER, E. Design wiht Plastics. Munich: Carl Hansen Verlag, 2006
- [3] LÁZARO, A. Investigation of adhesion of plasma-treated thermoplast to metal. Praha, 2016. Diplomová práce ČVUT.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:


**Ing. Zdeňka Jeníková Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS**


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


Datum zadání bakalářské práce: **24.04.2017**

Termín odevzdání bakalářské práce: **31.07.2017**

Platnost zadání bakalářské práce: \_\_\_\_\_

  
Podpis vedoucí(ho) práce

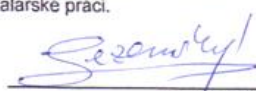
  
Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

  
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.

24.4.2017  
Datum převzetí zadání

  
Podpis studenta

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně a to výhradně s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne: .....

.....

Podpis

## **Poděkování**

Tímto bych chtěl poděkovat Ing. Zdeňce Jeníkové, PhD. za vytrvalou a trpělivou pomoc s tvorbou této bakalářské práce.

Dále pak poděkování patří Jiřímu Malkovskému za jeho neocenitelnou výpomoc s přípravou vzorků.

## **Anotace**

Tato práce se zabývá vlivem plazmové úpravy polyethylenového prášku na změnu pevnosti spoje kov – plast a změnu jeho vlastností. V praktické části jsou porovnávány vzorky tvořené neupraveným a plazmově upraveným slinutým polyethylenovým práškem, které byly podrobeny zkoušce tahem a smykem. Pomocí optického mikroskopu byla pozorována sférolitická struktura vzorků z neupraveného a upraveného polyethylenu a spoj kov – plast.

## **Klíčová slova**

plazmová povrchová úprava, polymerní prášek, polyethylen, pevnost spoje, spoj kov – plast

## **Annotation**

The work deals with the influence of plasma treatment of polyethylene powder on the change of strength of joint between metal and plastic and it also deals with the changes of qualities of plastic used in joint. Practical part contains comparison of samples of untreated and plasma treated sintered polyethylene powder. Samples have been tested by tensile and shear stress. There is also observed the spherulitic structure of untreated and treated polyethylene sample and the metal – plastic joint by optical microscopy.

## **Keywords**

plasma surface treatment, polymer powder, polyethylene, joint strength, metal – plastic joint

## Seznam zkratek

<b>Al</b>	hliníkový plech	
<b>Cu</b>	měděný plech	
<b>PBR</b>	plazmový vsádkový reaktor	
<b>PCFBR</b>	plazmový reaktor s cirkulujícím fluidním ložem	
<b>PE</b>	polyethylen	
<b>PFBR</b>	plazmový reaktor s fluidním ložem	
<b>Plazma PE</b>	plazmově upravený polyethylenový prášek	
<b>PRDR</b>	Plazmový vsádkový reaktor	
<b>PVC</b>	polyvinylchlorid	
<b>Zn</b>	pozinkovaný plech	
<b>ZS</b>	neupravený polyethylenový prášek	
<b><math>F_m</math></b>	síla potřebná k porušení spoje	(kN)
<b>S</b>	plocha	(mm <sup>2</sup> )
<b><math>\sigma_m</math></b>	pevnost spoje namáhaného tahem	(MPa)
<b><math>\tau_m</math></b>	pevnost spoje namáhaného smykem	(MPa)

# Obsah

1 Úvod .....	9
2 Teoretická část.....	10
2.1 Polymerní materiály .....	10
2.1.1 Vznik polymerů.....	10
2.1.1.1 Polymerace.....	10
2.1.1.2 Polyadice .....	10
2.1.1.3 Polykondenzace .....	11
2.2 Struktura polymerů .....	11
2.2.1 Molekulární struktura .....	11
2.2.1.1 Polarita .....	11
2.2.1.2 Tvar makromolekul.....	12
2.2.2 Nadmolekulární struktura .....	12
2.3 Adheze .....	14
2.3.1 Mechanická teorie .....	14
2.3.2 Elektrostatická teorie .....	14
2.3.3 Difuzní teorie.....	14
2.3.4 Teorie smáčení .....	14
2.4 Metody úpravy povrchu polymerů .....	15
2.4.1 Plamen.....	16
2.4.2 Korona.....	17
2.4.3 Plazma .....	18
2.4.3.1 Nízkotlaké plazma .....	19
2.4.3.2 Atmosférické plazma.....	20
2.4.3.3 Způsoby povrchové úpravy polymerních prášků .....	20
3 Praktická část .....	22
3.1 Pevnost spoje zkouškou tahem .....	22
3.1.1 Příprava vzorků .....	23
3.1.2 Měřicí stroj, podmínky měření .....	25
3.1.3 Vlastní měření.....	26
3.1.4 Výsledky měření.....	27
3.1.5 Vyhodnocení výsledků .....	29

3.2 Pevnost spoje ve smyku.....	30
3.2.1 Příprava vzorků .....	31
3.2.2 Vlastní měření.....	31
3.2.3 Výsledky měření.....	32
3.2.4 Vyhodnocení .....	34
3.3 Pozorování spoje pomocí mikroskopu .....	34
3.3.1 Příprava vzorků .....	35
3.3.2 Výsledky .....	36
3.4 Struktura polyethylenu .....	37
3.4.1 Příprava vzorků .....	37
3.4.2 Výsledky .....	38
4 Diskuze a závěr.....	40
5 Použité zdroje .....	43
6 Seznam obrázků .....	44
7 Seznam tabulek .....	45
8 Seznam příloh.....	45
9 Přílohy .....	46



# 1 Úvod

Mnohá odvětví průmyslu se neobejdou bez spojů jednotlivých dílů. Zejména pak v oblasti výroby automobilů, letadel, vlaků a další transportní techniky se hledají způsoby, jak snížit hmotnost, což vede ke snížení spotřebě paliv a emisí. K tomu se vybízí použití plastů, ale problém nastává, když je potřeba spojit kov s plastem, což je obtížné, protože oba materiály mají odlišnou strukturu.

Užívané jsou šroubové spoje. Nevýhodou je, že nutné zhotovení otvorů představuje zásah do materiálu, který vede ke tvorbě a koncentraci napětí v okolí spoje. Dalším často užívaným typem spoje jsou lepené spoje. Zde však dost záleží na druhu použitého plastu, protože velké množství plastů má malou povrchovou energii, která zapříčiňuje špatnou adhezi, tedy i jejich obtížné lepení. Zvýšení povrchové energie, tedy i adheze, lze docílit použitím chemických činidel. Protože se klade důraz na ekologickou výrobu, od chemických úprav se upouští a hojně se využívají fyzikální způsoby úpravy povrchu, především úprava plazmatem.

Vyvíjejí se však stále nové metody spojování kovů a plastů. Jednou z metod je tepelná úprava spočívající v roztavení plastu, který po ztuhnutí vytvoří s povrchem kovu nerozebíratelný spoj. Předpoklad je takový, že stejně jako u lepených spojů, by mělo dojít ke zlepšení adheze, následně i ke větší pevnosti spoje kov – plast, při použití plazmově upraveného plastu oproti neupravenému. V praktické části bylo úkolem toto zjistit.

Poněvadž pro takto zhotovené spoje neexistují normy pro jejich zkoušení, byl v případě zkoušení pevnosti spoje na tah pracovníky společnosti SurfaceTreat vymyšlen způsob tvorby a testování vzorků, zkoušení pevnosti spoje na smyk bylo potom inspirováno normou ČSN EN 1465.

## 2 Teoretická část

### 2.1 Polymerní materiály

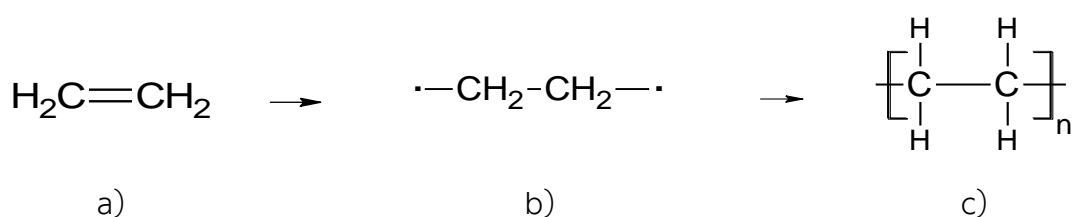
Polymery jsou makromolekulární látky, které ve struktuře obsahují velký počet opakujících se strukturních jednotek (merů). Pokud makromolekula vznikne z jednoho druhu monomeru, jedná se o homopolymer, když z různých monomerních jednotek, jedná se o kopolymer. [1]

#### 2.1.1 Vznik polymerů

Polymery jsou připravovány synteticky, nebo modifikací látek přírodních. Syntetické polymery vznikají z jednoduchých nízkomolekulárních sloučenin polyreakcemi, které se dělí na polymeraci, polyadici a polykondenzaci. [1]

##### 2.1.1.1 Polymerace

Při polymeraci dochází ke spojení velkého množství monomerních jednotek, přičemž musí obsahovat aspoň jednu vícenásobnou vazbu. K zahájení polymerace je nutné rozštěpit násobnou vazbu. Toho se dosáhne např. působením záření nebo tepla. Vysoce reaktivní konce rozštěpených vazeb se vzájemně navážou a vznikne polymer, který obsahuje určitý počet strukturních jednotek vyjádřen tzv. polymeračním stupněm. Na obr. 1 je znázorněna polymerace polyethylenu. [1] [2]



Obr. 1: Vznik polyethylenu a) monomer ethylen; b) přechodná forma mer; c) polymer – polyethylen [1]

##### 2.1.1.2 Polyadice

Polyadice je reakce, které se účastní dva monomery se dvěma různými funkčními skupinami, přičemž nevzniká žádný štěpný produkt, ale vodíkový atom se přesouvá z jedné skupiny na jinou, čímž probíhá slučování. Polyadici

se vyrábí např. polyuretany, které se dále používají k výrobě molitanu, umělých kůží, nebo textilních vláken. [1] [2]

### 2.1.1.3 Polykondenzace

Polykondenzace je reakce podobná polyadici s tím rozdílem, že kromě samotného polymeru vzniká nízkomolekulární produkt, obvykle voda nebo amoniak. Polykondenzací se vyrábí např. polyestery nebo polyamidy. [1] [2]

## 2.2 Struktura polymerů

### 2.2.1 Molekulární struktura

Základní řetězec molekul polymeru je obvykle tvořen atomy uhlíku, na které se dále vážou převážně atomy vodíku, kyslíku, dusíku, nebo některých funkčních skupin.

Atomy v makromolekulách jsou vázány primární vazbou, která má kovalentní charakter. Podstatou kovalentní vazby je sdílení elektronových párů mezi atomy prvků. Mezi jednotlivými řetězci se uplatňují sekundární vazby, vyvolané Van der Waalsovými silami. [2] [3]

#### 2.2.1.1 Polarita

Polarita je dána rozdílnou elektronegativitou prvků, kdy prvek s větší elektronegativitou má větší schopnost k sobě přitáhnout vazebné elektrony. Na obr. 2 a) je znázorněno rozložení náboje polyethylenu. Pokud je náboj rozložen symetricky, polymer je nepolární, naopak pokud není rovnoměrně rozložen, polymer je polární, jako například polyvinylchlorid znázorněný na obr. 2 b). [3]

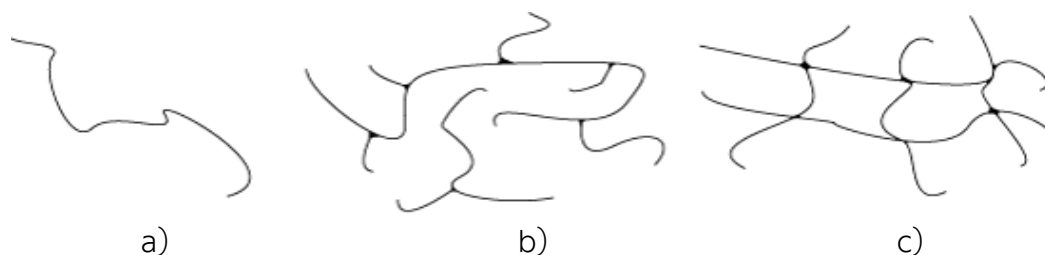


Obr. 2: Rozložení náboje a) PE; b) PVC [3]

Polarita má vliv na některé vlastnosti polymerů, je totiž příčinou vzniku povrchové energie povrchové vrstvy, která se vyjadřuje pomocí povrchového napětí. Nepochopitelně polymery mají hodnotu povrchového napětí mezi 10 až 30 mN m<sup>-1</sup> (např. polyethylen má povrchové napětí 24–29 mN m<sup>-1</sup>), polární polymery mají povrchové napětí nad 40 mN m<sup>-1</sup> (např. PVC má povrchové napětí 40–45 mN m<sup>-1</sup>). [4]

### 2.2.1.2 Tvar makromolekul

Polymery se podle tvaru makromolekul rozdělují na lineární, rozvětvené a síťované, jak je znázorněno na obr. 3.



Obr. 3: Tvar makromolekuly a) lineární; b) rozvětvený; c) síťovaný [5]

Lineární makromolekuly mají jednotlivé skupiny merů řazené za sebou a tvoří tak přímý, nerozvětvený řetězec. Snadno krystalizují. [3]

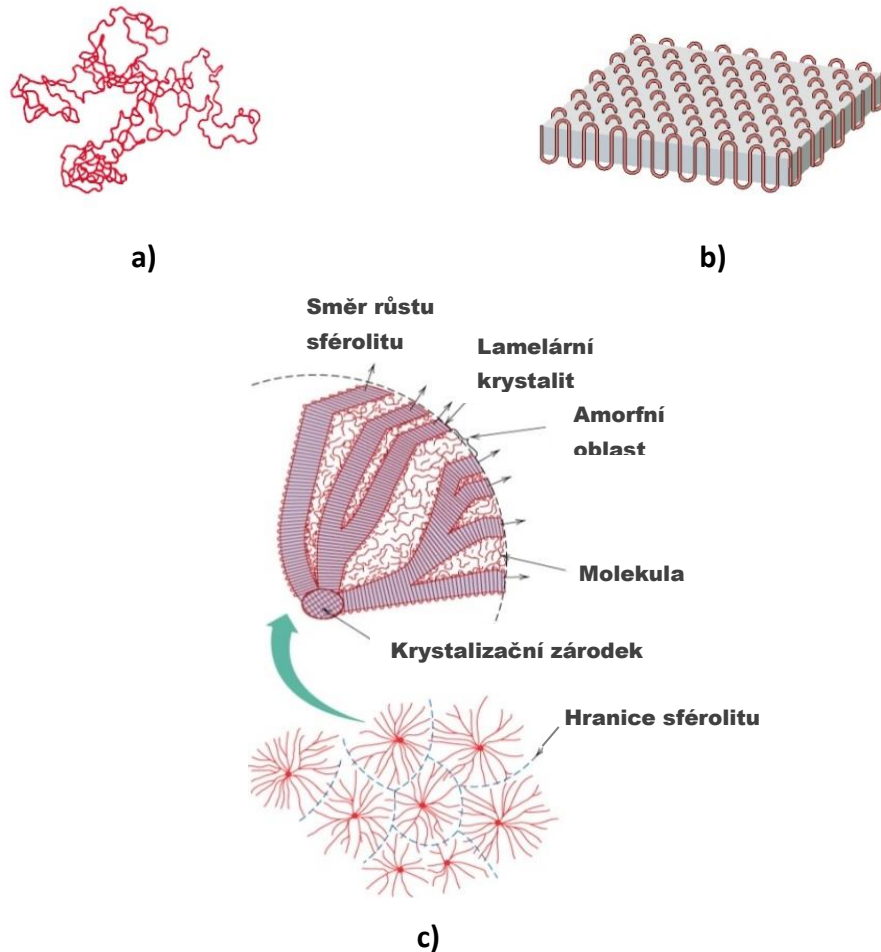
Rozvětvené makromolekuly vzniknou, pokud se na základní řetězec vážou další řetězce tzv. větve, přičemž vlastnosti takovýchto polymerů závisí na počtu a velikosti postranních řetězců. [3]

Síťované makromolekuly vznikají spojováním lineárních nebo rozvětvených makromolekul do prostorové sítě. Vyznačují se vysokou pevností, tvrdostí nebo teplotní odolností. [3]

### 2.2.2 Nadmolekulární struktura

Nadmolekulární struktura je výsledkem uspořádání makromolekul, která je ovlivněna molekulární strukturou. Ve formě taveniny jsou makromolekuly nepravidelně seřazené. Pokud po ochlazení tento stav setrvává, jedná se o polymer amorfní, jehož základním morfologickým útvarem je globule (Obr. 4 a)). Oproti tomu makromolekuly, které jsou pravidelně uspořádané,

mají krystalickou strukturu ve tvaru lamel (Obr. 4 b)). Získat zcela krystalickou strukturu je ve výrobě prakticky nemožné, vznikají tak semikrystalické polymery, které mají jak krystalickou, tak i amorfni strukturu, a obsahují útvary zvané sférolity (Obr. 4 c)). [3]



Obr. 4: Nadmolekulární struktura a) globule; b) lamela; c) sférolit [6]

Poměr mezi amorfni a krystalickou oblastí ve struktuře semikrystalického polymeru je dán krystalinitou. Ta se dá vztáhnout buď na jejich objem, nebo hmotnost a stanovit podle vzorce

$$X_{cv} = \left( \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \right) \cdot 100 \% ; X_{cm} = \frac{\rho_c}{\rho} \left( \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \right) \cdot 100 \%,$$

kde  $X_{cv}$  je objemový podíl krystalické fáze,  $X_{cm}$  hmotnostní podíl krystalické fáze,  $\rho$  hustota vzorku,  $\rho_a$  hustota amorfni fáze,  $\rho_c$  hustota krystalické fáze, přičemž hodnoty  $\rho_a$  a  $\rho_c$  jsou tabulkové. [2]

## **2.3 Adheze**

Adheze z obecného hlediska znamená přilnavost. Byly předloženy následující čtyři hlavní teorie, které mají popsat mechanismus adheze.

### **2.3.1 Mechanická teorie**

Podle této teorie vykazuje drsný povrch lepší adhezi než povrch hladký. To by mělo být způsobeno tím, že adhezivo vniká do povrchu s póry, trhlinami a dalšími nerovnostmi, kde vytlačí vzduch a po ztuhnutí vytvoří mechanický spoj. Některá měření však naznačila, že drsný povrch pevnost spoje snižuje, a že i hladký povrch může vykazovat dobrou adhezi, proto se tato teorie nedá považovat za univerzální. [7]

### **2.3.2 Elektrostatická teorie**

Tato teorie předpokládá, že mezi povrchem adheziva a adherentu dochází k vytvoření elektrické dvojvrstvy vlivem elektrostatického silového působení. Tyto síly způsobují odpor proti oddělení. Tuto teorii podporuje fakt, že při přetržení spojů byla pozorována emise elektronů. [7]

### **2.3.3 Difuzní teorie**

K dobré difuzi dochází, pokud se dva polymery s dlouhými řetězci zahřejí na dostatečně vysokou teplotu a bude na ně působit tlak, části řetězců se budou mezi sebou prolínat a spojovat, poté rozhraní mezi polymery vymizí. [7]

### **2.3.4 Teorie smáčení**

Předpokladem této teorie je, že adheze je výsledek kontaktu dvou materiálů (adheziva a povrchu) na molekulární úrovni a povrchových sil, které se mezi nimi ustanoví. Míru, v jaké adhezivo přilne na povrch, udává smáčivost. Aby došlo k dobrému smáčení, adhezivo by mělo mít menší povrchové napětí, než má smáčený povrch. [7] [8]

Smáčivost lze měřit pomocí kontaktního úhlu. Pokud je kontaktní úhel  $\theta$  roven  $0^\circ$ , jedná se o dokonalé smáčení povrchu. Ještě dostatečně smáčivý povrch je při úhlu kolem  $55^\circ$  (Obr. 5 a)), nad  $90^\circ$  je smáčení minimální (Obr. 5 b)), při  $180^\circ$  ke smáčení vůbec nedochází. [8]



Obr. 5: Typ povrchu a) s dobrou smáčivostí b) se špatnou smáčivostí [8]

Kvůli malé povrchové energii polymerů je i jejich povrch špatně smáčivý (např. kontaktní úhel na rozhraní polyethylen – voda je zhruba  $88^\circ$ ), tedy i adheze je špatná. I proto byla vymyšlena řada metod úpravy povrchu polymerů vedoucí ke zlepšení adheze. [8]

## 2.4 Metody úpravy povrchu polymerů

Metody úpravy povrchu se dají dělit na mechanické, chemické a fyzikální. Mechanické spočívají v odstranění nečistot z povrchu polymeru a zdrsnění povrchu například broušením nebo tryskáním. Chemické představují mytí speciálními ředidly nebo leptání povrchu kyselinami. Jedná se o poměrně efektivní metody úpravy, ale kvůli rizikům spjatých s jejich manipulací, užívání nebo kvůli ekologickým hlediskům se od nich upouští. [7] [9]

Fyzikální úpravy prakticky spočívají ve využití plazmatu, jen jsou rozdílné způsoby jeho získání. Těmito úpravami povrchu polymerů jsou působení plamene, výboj plazmatu a korony. Obecně zlepšení adheze spočívá v tom, že se z povrchu vypalují či odpařují nečistoty, např. oleje, maziva, vosky, ale především se na povrch vážou hydroxylové, karboxylové, karbonylové, nebo esterové skupiny, což jsou skupiny polární a jejich přítomnost v povrchové vrstvě zvyšuje její povrchovou energii. [7] [9]

### 2.4.1 Plamen

Při úpravě plamenem dochází k vypalování nečistot z povrchu a zároveň k jeho oxidaci. Nejdůležitějšími parametry ovlivňující kvalitu a efektivitu úpravy jsou: stechiometrický poměr paliva a vzduchu, vzdálenost plamene od povrchu, doba působení. [8]

Plamen vzniká hořením směsi palivového plynu, obvykle se jedná o propan, butan nebo zemní plyn nízkého tlaku, a vzduchu tlaku 138–145 kPa. Nejlepších výsledků je dosaženo, když je plamen oxidační (vyznačuje se modrým zbarvením), konkrétně při stechiometrickém poměru, kde je 10–15 jednotek vzduchu na 1 jednotku paliva. [8]

Jak bylo zmíněno, je podstatné věnovat pozornost nastavení polohy hořáku a době působení. Při dlouhém vystavení povrchu plamenem dojde k poškození povrchu, při působení po krátkou dobu bude adheze nedostačující, optimálně se ale doba pohybuje v řádu desetin sekundy. [8]

Plamenem se upravují především trojrozměrné předměty komplikovanějších tvarů, ale dají se takto upravovat i fólie. Linka na úpravu 3D předmětů je znázorněna na obr. 6 a).

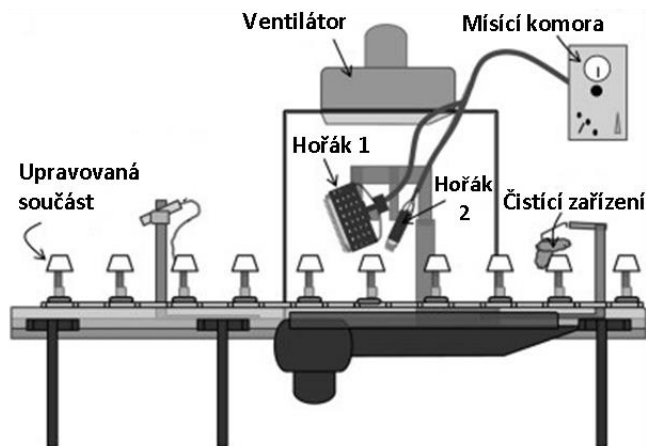
Skládá se z:

- dopravníku, který umožňuje kontinuální pohyb předmětů, které jsou umístěny na nehořlavých držácích
- hořáků, což je základní součást, ze které vychází oxidační plamen
- čistícího zařízení, které je určeno k odstranění nečistot, jakým může být například prach. [10]

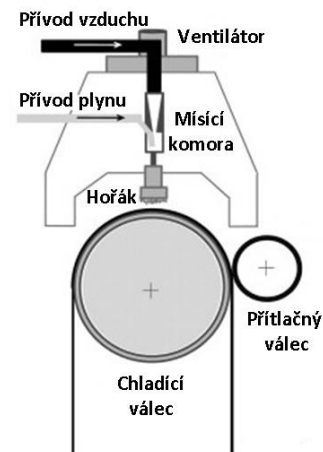
Zařízení pro úpravu fólií (obr. 6 b)) se skládá z:

- hořáku, který by měl produkovat vhodný plamen určený k úpravě fólií
- chladícího válce, přes který se převíjí fólie
- válce, který má plášť pokrytý gumou a má přitlačovat fólii k chladícímu válci, aby nedocházelo k vytvářením různým defektům, jakou jsou např. bubliny [10]





Obr. 6: Linka na úpravu plamenem a) 3D součásti

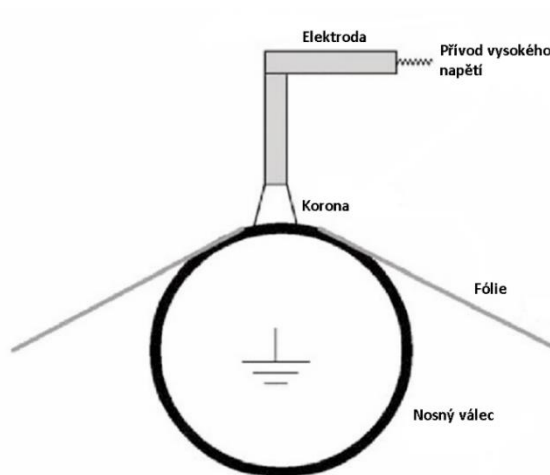


b) fólie [10]

## 2.4.2 Korona

Korona je proud nabitých částic, jako jsou elektrony a ionty, které jsou urychlovány elektrickým polem. Koronový výboj vzniká obvykle při atmosférickém tlaku mezi dvěma elektrodami, na které je přiváděno vysoké napětí. Když napětí dosáhne určité velikosti, vzduch se ionizuje a stává se vodivým. Vzniklé urychlené ionty dopadají na povrch polymeru, molekulární kyslík ve vzduchu se rozkládá na ozón a atomární kyslík, který reaguje s vodíkem a uhlíkem polymeru za vzniku polárních skupin. [7] [8]

Zařízení (obr. 7) se skládá z vysokonapěťového transformátoru, vysokofrekvenčního generátoru (10–20kHz), elektrody napojené na generátor a nosného válce, který je pokryt dielektrikem a slouží jako zemní elektroda. Materiál se převíjí přes nosný válec a je upravován korunou. [8]



Obr. 7: Schéma zařízení na úpravu koronovým výbojem [8]

Faktory ovlivňující efektivitu této úpravy zahrnují příkon, vlhkost okolního vzduchu, velikost vzduchové mezery mezi elektrodou a upravovaným materiálem (měla by být v rozmezí od 1 do 2 mm), chemickém složení a struktuře polymeru. Např. krystalinita polymeru ovlivňuje dobu úpravy tak, že s vyšším podílem krystalické fáze je nutné materiál vystavit výboji po delší časový úsek. [7] [8]

Koronou se dají upravovat pouze rovinné plochy tlouštěk několika milimetrů. Tvarované trojrozměrné díly se upravují metodou založenou na stejném fyzikálním principu, jako je korona. Touto metodou je úprava povrchu plazmatem. [7]

### 2.4.3 Plazma

Jako pracovní plyny, ve kterém vzniká výboj plazmatu, se používají vzduch, kyslík, inertní plyny (argon, helium, neon), dusík a fluor. [7]

Při úpravě povrchu polymeru plazmatem, dochází při jejich vzájemné interakci k následujícím jevům [7]:

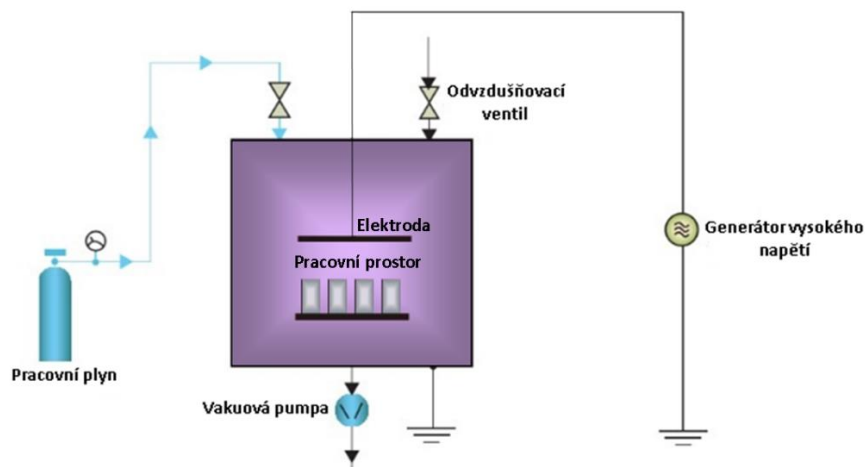
- čištění povrchu: oxidující plazma odstraňuje nečistoty z povrchu a zvyšuje tak smáčivost
- ablace: objevuje se především, pokud je povrch vystaven působením plazmatu po delší dobu, potom je z povrchu odstraněno více materiálu a dochází ke změně profilu povrchu

- zesíťení nebo větvení polymeru v povrchové vrstvě
- povrchová úprava: na povrch se navazují polární skupiny

K plazmové úpravě polymerů se využívá nízkotlaké a atmosférické plazma.

### 2.4.3.1 Nízkotlaké plazma

Schéma zařízení využívající nízkotlaké plazma je na obrázku 8. Plazma je vytvořeno v komoře, ze které se odsaje vakuovou pumpou vzduch a dále se do ní přivede pracovní plyn. Následně je plazma generováno buď pomocí mikrovlnného zdroje, nebo vysokonapěťovým generátorem. [7]



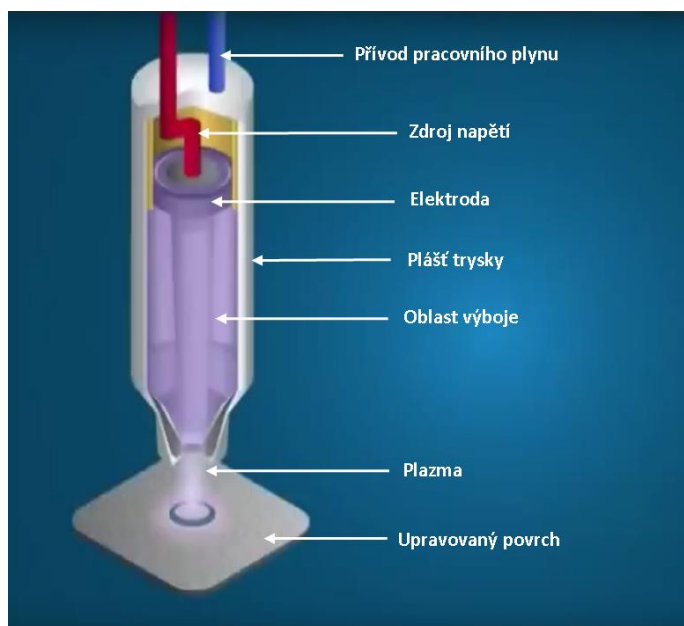
Obr. 8: Zařízení pro úpravu nízkotlakým plazmatem [7]

Výhoda úpravy nízkotlakým plazmatem spočívá v tom, že díky široké škále objemu vakuové komory (může se pohybovat od 2 až do 12 000 litrů) se můžou upravovat rozličné velikosti a tvary součástí. Navíc plazma je v komoře rovnoměrně rozprostřené, takže součásti jsou v celé své ploše stejně upraveny. [7]

Nevýhodou je samotný fakt, že je potřeba pokaždé v komoře ustanovit tlak v rozmezí  $1,3 \cdot 10^{-2}$  až  $1,3 \cdot 10^{-5}$  Pa a vakuum, což snižuje efektivitu procesu, přičemž náklady na pořízení takového zařízení jsou vysoké. Tyto nevýhody odstraňuje použití výboje plazmatu při atmosférickém tlaku. [7]

### 2.4.3.2 Atmosférické plazma

Plazmový výboj vzniká v trysce zařízení (viz obr. 9) při atmosférickém tlaku a vysokém napětí mezi vnitřní elektrodou a zemnicí elektrodou, která tvoří plášť trysky. Proud plazmatu je vytvořen proudem stlačeného pracovního plynu (nejčastěji vzduch nebo dusík), který je směřován na povrch součásti. [7] [12]



Obr. 9: Zařízení pro úpravu atmosférickým plazmatem [12]

Výhodou této metody oproti úpravě nízkotlakým plazmatem je, že se dá proces dobře automatizovat, poněvadž výrobky se mohou upravovat tzv. in-line, což spočívá v jejich nepřerušitěm toku ve výrobním procesu. Možnou nevýhodou je, že se na jeden tah upraví malá plocha, tudíž při úpravě rozměrnějších výrobků je nutné zvážit použití více trysek, nebo jiné metody. [11]

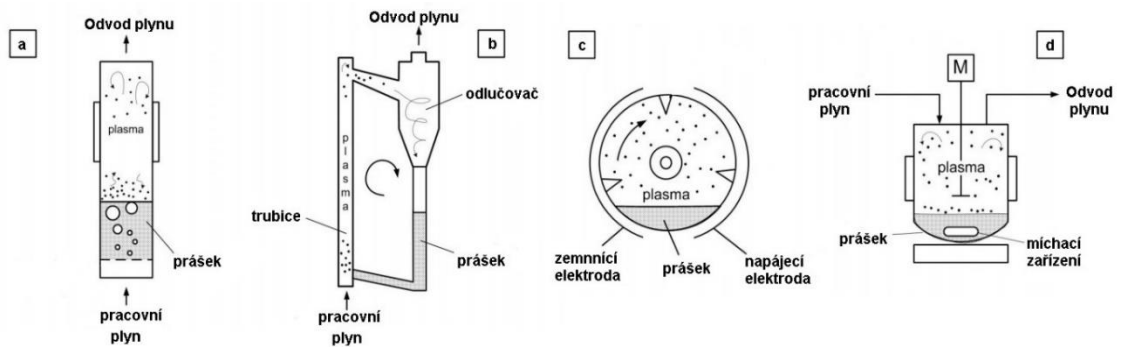
### 2.4.3.3 Způsoby povrchové úpravy polymerních prášků

Hojně používaným zařízením pro úpravu povrchu polymerních prášků je plazmový reaktor s fluidním ložem (PFBR) (obr. 10 a)). Reaktor má perforované dno, kterým se do něj přivádí pracovní plyn. Plyn musí reaktorem proudit takovou rychlostí, aby způsobil vzednutí prášku, který se pak

v nádobě vznáší. Tento stav se potom označuje jako fluidizovaný. Po vytvoření plazmatu v reaktoru dochází k úpravě prášku. [13]

Na podobném principu pracuje plazmový reaktor s cirkulujícím fluidním ložem (PCFBR) (obr. 10 b)). Plazma je generováno ve vertikální trubici, kterou proudí pracovní plyn s práškem. Prášek je transportován vzhůru, kde se dostává do vírového odlučovače a je dopraven opět do trubice. Touto cirkulací se zkvalitňuje povrchová úprava. [13]

Pro zpracování velkých objemů se používá rotační bubnový reaktor (PRDR) (obr. 10 c)) a plazmový vsádkový reaktor (PBR) (obr. 10 d)), kde dochází k promíchávání prášku buď rotací bubnu reaktoru, nebo míchadlem. [13]



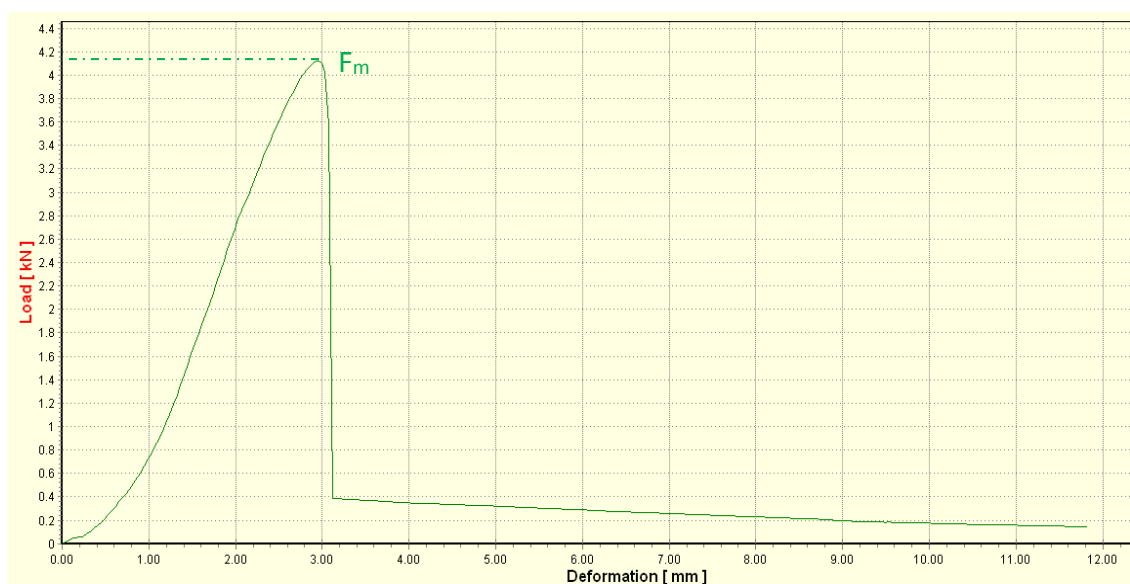
Obr. 10: Metody úpravy prášků a) PFBR; b) PCFBR; c) PRDR; d) PBR [13]

## 3 Praktická část

V teoretické části bylo uvedeno, že úpravou povrchu polymeru lze dosáhnout lepší adheze. Cílem praktické části je toto tvrzení ověřit. Pokud by mělo dojít ke zlepšení adheze, pevnost spoje mezi kovem a plastem by měla být větší právě při použití upraveného polymeru. K experimentům byl použit polyethylenový prášek DOWLEX plazmově upravený (v práci označován jako „Plazma PE“), kde pracovním plynem byl vzduch, a tentýž prášek v základním stavu („ZS“). Byly testovány dva druhy spojů. Jeden namáhaný tahem, druhý smykem. Dva experimenty pak byly věnovány mikroskopii.

### 3.1 Pevnost spoje zkouškou tahem

Při zkoušce tahem se vzorky upevňují do čelistí trhacího stroje, jejichž následným posuvem dochází k deformaci vzorku. Zaznamenává se pracovní diagram, tj. závislost zatěžující síly  $F$  na prodloužení  $\Delta L$ . Příklad pracovního diagramu zkoušených vzorků je na obr. 11.



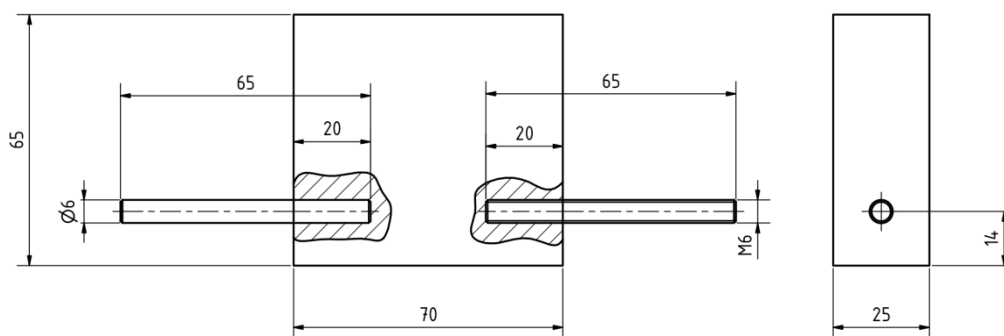
Obr. 11: Pracovní tahový diagram

Od počátku zatěžování do hodnoty meze pevnosti dochází k nárůstu zatěžující síly. Mezi pevnosti odpovídá v diagramu maximální síla  $F_m$ . Po dosažení této hodnoty dochází k porušení spoje, což je následně doprovázeno prudkým poklesem zatěžující síly. Pro výpočet pevnosti spoje se pak použila odečtená síla na mezi pevnosti  $F_m$ .

### 3.1.1 Příprava vzorků

Části forem, které přicházely do přímého kontaktu s polyethylenovým práškem, se nejprve ošetřily separačním povlakem, který měl zamezit připečení prášku ke stěnám formy. Toho se docílilo tak, že na části formy se nejprve namočeným hadříkem nanese separátor Frekote 700 NC, ten se nechal zhruba 10 minut působit a poté se setřel.

Sestavené formy měly z boků dva otvory, z jedné strany se zavedla hladká ocelová tyč průměru 6 mm do hloubky 20 mm, z druhé strany závitová tyč téhož průměru (schematicky znázorněno na obr. 12). Kvůli odlišné geometrii dochází při spékání k zatékání polyethylenu mezi závity, čímž by mělo dojít ke zvětšení pevnosti spoje oproti hladké tyči. Tím se mělo zajistit, že při upnutí vzorků do čelistí zkušebního stroje a následném porušování spoje bude vytahována hladká tyč.<sup>1</sup>



Obr. 12: Schématické znázornění vzorku

Do sestavených forem se nasypal polyethylenový prášek neupravený v základním stavu (obr. 13 a)). Aby se dal porovnávat efekt neupraveného prášku s plazmaticky upraveným polyethylenovým práškem, tak se některé hladké tyče obalovaly předem právě v upraveném prášku. Postupovalo se tak, že se od čela hladké tyče odměřilo 20 mm, tyče se pak ohřívaly asi při 190°C dvě hodiny. Žhavé tyče se braly do kleští a ihned obalovaly polyethylenovým práškem po vyznačenou značku určující 20 mm (obr. 13 b)).

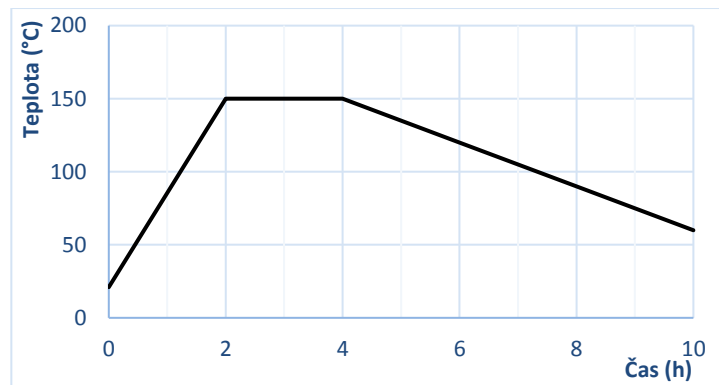
<sup>1</sup> Ve třech případech se však i toto zajištění ukázalo neúčinným, poněvadž síla byla tak velká, že se místo hladké tyče vytáhla závitová tyč.



Obr. 13: a) Forma před spékáním

b) Obalené tyče

Formy se poté dávaly do polohy I, určující horní patro pece a do polohy II, určující prostřední patro. Popsaná situace je znázorněna na obrázku 14 a). Vzorky se v peci připravovaly tak, že dvě hodiny se ohřívaly na teplotu 150 °C, dvě hodiny setrvaly na této teplotě, a pak nechaly v peci volně vychladnout (obr. 14 b)). Velmi důležitým poznatkem se ukázalo, že ačkoliv byla nastavena teplota v peci na 150 °C, tak pomocí čidel byla v poloze I změřena teplota okolo 190 °C, v poloze II potom 160 °C.



Obr. 14 a) Rozmístění v peci

b) Časový průběh přípravy vzorků v peci

Po vychladnutí a rozebrání formy se poté získal požadovaný vzorek (obr. 15). Po následném separování a sestavení formy se pracovní cyklus znova opakoval.



Obr. 15: Vzorek pro zkoušku tahem



Tímto postupem se obdržely vzorky, ze kterých se zjišťoval vliv plazmové úpravy a teploty sliňování polyethylenového prášku na pevnost spoje. Byly však provedeny různé variace tohoto experimentu spočívající:

- v použití pozinkovaných tyčích, místo ocelových, čímž se mělo zjistit, jestli dojde ke změně pevnosti spoje, pokud se použije jiný kov

(proces přípravy byl totožný s výše uvedeným postupem, pozinkované tyče se obalovaly plazmově upraveným PE do vzdálenosti 20 mm od konce tyče, vzorky se připravovaly v poloze I)

- ve vyplňování formy plazmově upraveným práškem, místo neupraveného prášku. Tím se mělo zjistit a porovnat, dojde-li ke zlepšení pevnosti spoje, pokud se tyče budou obalovat, nebo rovnou zasypávat plazmově upraveným práškem

(do formy se zasunula do vzdálenosti 20 mm hladká ocelová tyč, pak se nasypal plazmově upravený PE, tři vzorky se připravovaly v poloze I, dva vzorky v poloze II)

- v použití různě obalených tyčí, čímž se mělo ukázat, že velikost síly potřebné k porušení spoje závisí na ploše styku kov – prášek, ale pevnost spoje je stejná.

(ocelové tyče se obalovaly do vzdálenosti 15, 20 a 30 mm od konce tyče, vzorky se opět připravovaly v poloze I)

### **3.1.2 Měřicí stroj, podmínky měření**

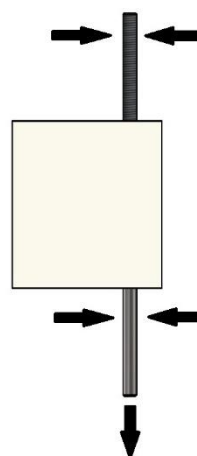
Měřicí stroj: ZD 10/90

Rychlost posuvu: 50 mm·min<sup>-1</sup>

Měření probíhalo při pokojové teplotě

### 3.1.3 Vlastní měření

Vzorek se upne do čelistí trhacího stroje (obr. 16). Po spuštění stroje, který je připojen k počítači se v programu DION-Pro vykreslí tahový diagram. Zkouška končí, když je dosaženo porušení spoje.



Obr. 16: Způsob upnutí

Jak již bylo zmíněno, z grafů se odečítala maximální síla  $F_m$  odpovídající mezi pevnosti. Z ní se potom pevnost spoje ze zkoušky tahem stanovila jako:

$$\sigma_m = \frac{F_m}{S} = \frac{F_m}{S_{\text{plášť}} + S_{\text{podstava}}} = \frac{F_m}{\pi \cdot d \cdot h + \pi \cdot \frac{d^2}{4}};$$

kde  $S$  představuje plochu pokrytou polymerním práškem,  $d$  je průměr tyče (tedy 6 mm),  $h$  je obalená část (15, 20 nebo 30 mm).

### 3.1.4 Výsledky měření

Tabulka 1: Porovnání hodnot vzorků připravovaných v poloze I, při 190 °C a v poloze II, při 160 °C a vzájemné porovnání vzorků obalených plazmaticky upraveným práškem (pokrytí 20 mm) a pouze zasypaných neupraveným práškem (ZS).

I .					
Plazma			ZS		
Síla $F_m$ (kN)	4,1		2,3		
	4,5*				
	4				
	3,98				
	4,3*				
	4,6				
	4,18*				
	3,9				
	4,4				
	4,35				
<b>Průměr</b>	<b>Odchylka</b>	<b>Pevnost spoje</b>	<b>Průměr</b>	<b>Odchylka</b>	<b>Pevnost spoje</b>
4,19 kN	0,24 kN	10,3 MPa	2,61 kN	0,41 kN	6,4 MPa
II .					
Plazma			ZS		
Síla $F_m$ (kN)	3,18		0,84		
	3,61		0,7		
	3,4		0,9		
	3,38		0,76		
	3,78		0,75		
	3,88				
<b>3,54 kN</b>	<b>0,26 kN</b>	<b>8,7 MPa</b>	<b>0,79 kN</b>	<b>0,08 kN</b>	<b>1,9 MPa</b>

\*U těchto vzorků nedošlo k porušení spoje, vytáhla se závitová tyč. Tyto hodnoty nebyly započítány do průměru. Pro zajímavost je tahový diagram takto porušeného vzorku uveden v příloze.

Tabulka 2: Výsledky pevnosti spoje s použitím obalené zinkové tyče

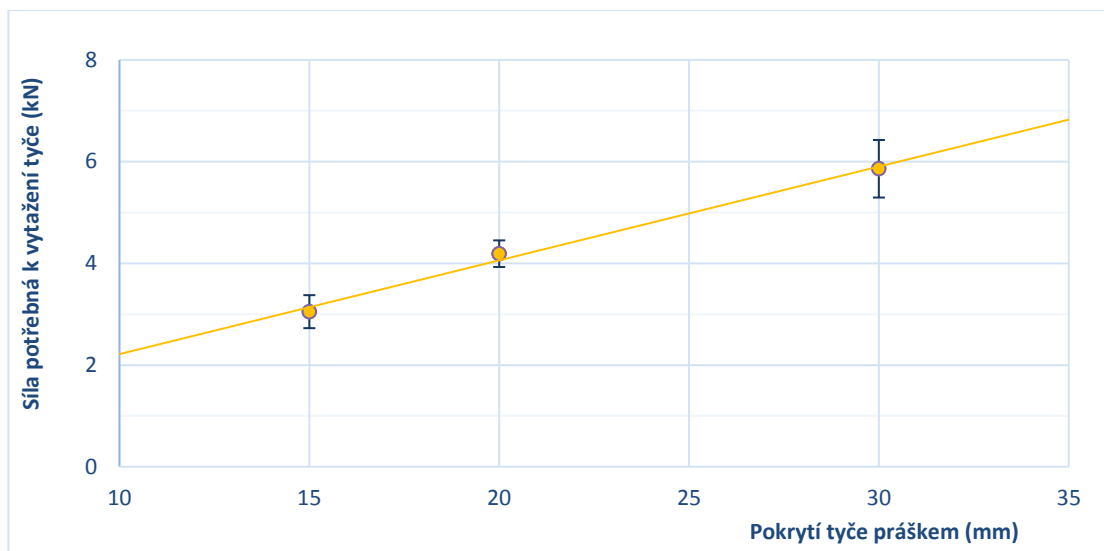
Číslo vzorku	1	2	3	4	5
Síla $F_m$ (kN)	3,93	3,49	3,36	3,56	3,58
Pevnost $\sigma_m$ (MPa)	9,70	8,61	8,29	8,78	8,83
<b>Průměrná síla <math>F_m</math> 3,58 kN</b>	<b>Průměrná pevnost <math>\sigma_m</math> 8,8 MPa</b>				
<b>Odchylka 0,21 kN</b>	<b>0,5 MPa</b>				

Tabulka 3: Výsledky vzorků tvořených neobalenými tyčemi a plazmově upraveným PE

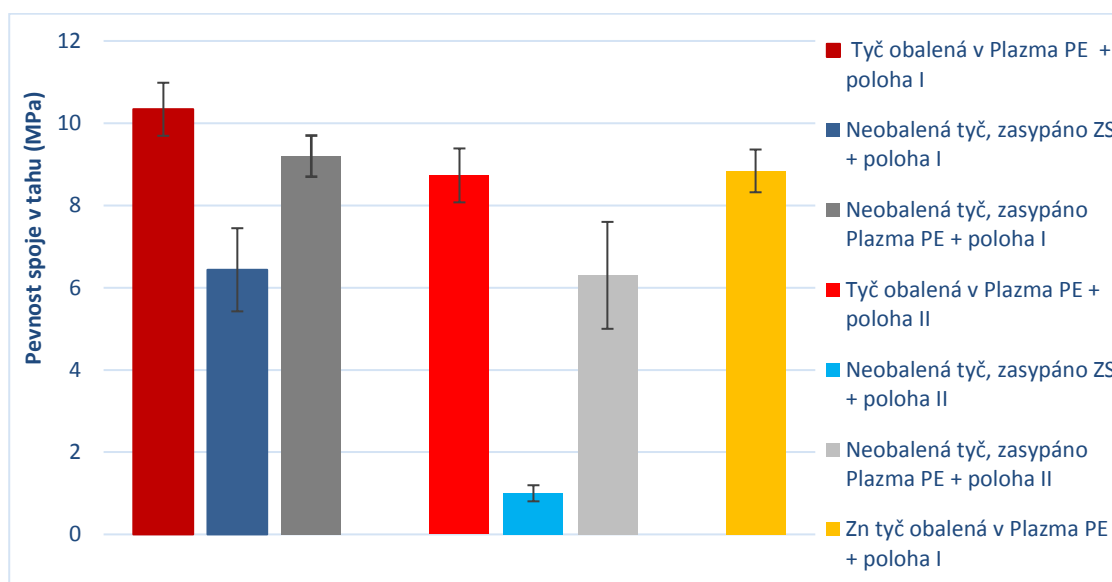
Číslo vzorku	1	2	3	4	5
Poloha	II	II	I	I	I
Síla $F_m$ (kN)	2,18	2,9	3,76	3,92	3,49
Pevnost $\sigma_m$ (MPa)	5,38	7,16	9,28	9,67	8,61
<b>Průměrná síla v poloze II 2,54 kN</b>			<b>Odchylka</b>	<b>0,51 kN</b>	
<b>Průměrná pevnost <math>\sigma_m</math> II 6,3 MPa</b>			<b>—  —</b>	<b>1,3 MPa</b>	
<b>Průměrná síla v poloze I 3,72 kN</b>			<b>—  —</b>	<b>0,22 kN</b>	
<b>Průměrná pevnost <math>\sigma_m</math> I 9,2 MPa</b>			<b>—  —</b>	<b>0,5 MPa</b>	

Tabulka 4: Porovnání hodnot vzorků obalených do různé vzdálenosti

Pokrytí práškem	15 mm	20 mm	30 mm
Síla $F_m$ (kN)	3,24	4,1	5
	2,61	4	6,35
	3,47	3,98	6,2
	2,98	4,6	6,18
	2,95	3,9	5,57
			4,4
		4,35	
<b>Průměrná síla <math>F_m</math></b>	<b>3,05 kN</b>	<b>4,19 kN</b>	<b>5,86 kN</b>
<b>Odchylka</b>	<b>0,32 kN</b>	<b>0,26 kN</b>	<b>0,57 kN</b>
<b>Pevnost <math>\sigma_m</math></b>	<b>9,8 MPa</b>	<b>10,3 MPa</b>	<b>9,9 MPa</b>



Obr. 17: Graf závislosti síly potřebné pro porušení spoje na množství obalení



Obr. 18: Porovnání pevnosti různě provedených spojů

### 3.1.5 Vyhodnocení výsledků

Z hodnot zaznamenaných v tabulce 1 a obrázku 18 je patrné, že plazmově upravený prášek vykazuje větší pevnost oproti neupravenému prášku ať už při přípravě v poloze I, tak i v poloze II. Dále se dá všimnout, že pevnost spoje záleží na teplotě spékání. Při vyšší teplotě je pevnost spoje větší. To může být zapříčiněné tím, že se roztavený prášek při vyšší teplotě lépe spekl s kovem, neboť se pravděpodobně zvýšila tekutost a tavenina lépe obalila povrch tyče.

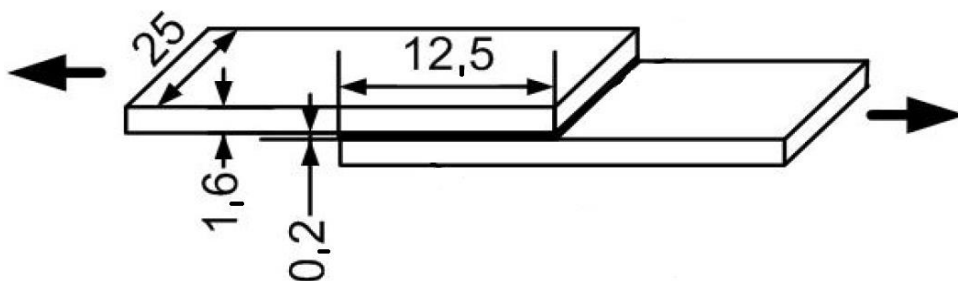
Ze stejného obrázku a z porovnání výsledků měření pevnosti spojů zinek – PE (tabulka 2) a ocel – PE (tabulka 1), připravovaných v té samé poloze, se může usoudit, že adheze polyethylenu k zinku je horší.

Dále byl zjištěn nárůst pevnosti spoje vzorků, u kterých se předem tyč nahřála a obalovala plazmově upraveným práškem a poté zasypávala neupraveným práškem, oproti vzorkům, které byly tvořeny neobalenými tyčemi, zasypanými upraveným práškem. Výsledky jsou zaznamenány v tabulce 3 a porovnání je opět na obr. 18.

Prokázalo se, že čím víc je tyč obalená, tím je potřeba větší síly k porušení spoje, přičemž pevnost spoje je stejná (viz tabulka 4 a obr. 17).

### 3.2 Pevnost spoje ve smyku

Měření bylo inspirováno normou ČSN EN 1465. Podstatou zkoušky je namáhání zkušebního spoje ve smyku tahem ve směru podélné osy až do porušení spoje. Zkušebními tělesy jsou dva plechy, mezi něž se nanáší vrstva lepidla. Tvar a rozměry vzorků jsou na obrázku 19. [14]



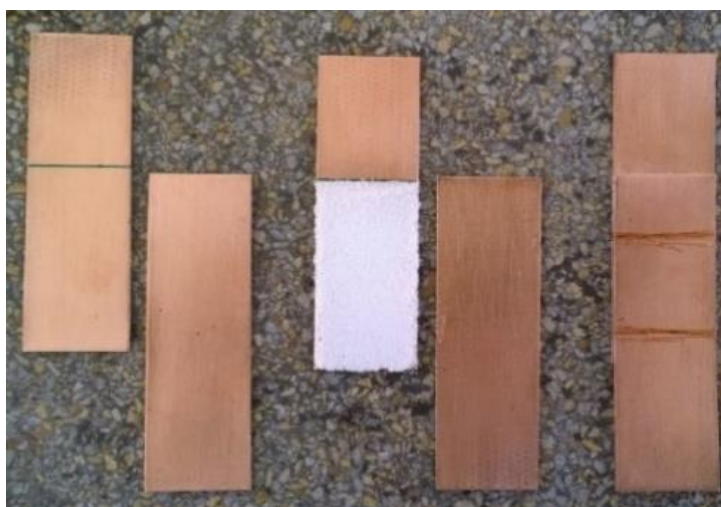
Obr. 19: Tvar a rozměry vzorků podle ČSN EN 1465 [13]

Délka přeplátování 12,5 mm byla kvůli nekomfortnosti při přípravě vzorků zvětšena na 50 mm. Stejně tak nebyl jistě dodržen přesný rozměr 0,2 mm, protože byl prášek nanášen ručně.

K měření byly použity pozinkované, měděné a hliníkové plechy z toho důvodu, aby bylo možné porovnat adhezi k různým kovům. Pozinkované a měděné plechy byly značně znečištěné, takže část jich byla obroušena a očištěna, zbytek se nechal v původním stavu, aby se mohlo vyzkoumat a porovnat, zdali nečistoty ovlivní pevnost spoje.

### 3.2.1 Příprava vzorků

Postup přípravy je znázorněn na obrázku 20. Od jednoho konce plechu se odměřilo 50 mm. Čára vyznačovala maximální pokrytí práškem. Tato plocha se pokrývala plazmově upraveným práškem a neupraveným práškem. Dále se plechy k sobě stáhly pomocí měděného drátu proto, aby se při manipulaci a spékání zamezilo jejich posunutí. Vzorky se připravovaly v poloze I, při stejném teplotním režimu jako v prvním experimentu.



Obr. 20: Příprava vzorků

### 3.2.2 Vlastní měření

Měření probíhalo na stejném stroji, při stejných podmínkách jako v prvním experimentu.

Pevnost spoje, namáhaného smykem, byla vypočtena jako:

$$\tau_m = \frac{F_m}{S} = \frac{F_m}{a \cdot b};$$

kde  $a$  je šířka plechu,  $b$  je délka přeplátování (50 mm).

### 3.2.3 Výsledky měření

Tabulka 5: Výsledky pozinkovaných plechů

<b>Plech nebroušený pozinkovaný +Plazma PE</b>							
Číslo vzorku	1	2	3	4		Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	27	27	28	28	—	—	—
Síla $F_m$ (kN)	6,78	4,95	8,16	7,62	—	<b>6,88</b>	<b>1,40</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	5,02	3,67	5,83	5,44	—	<b>5</b>	<b>0,9</b>
<b>Plech pozinkovaný + Plazma PE</b>							
Číslo vzorku	5	6	7	8	9	Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	27	26	27	26	28	—	—
Síla $F_m$ (kN)	8,33	10,11	9,74	6,03	7,94	<b>8,43</b>	<b>1,62</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	6,17	7,78	7,21	4,64	5,67	<b>6,3</b>	<b>1,2</b>
<b>Plech pozinkovaný + ZS</b>							
Číslo vzorku	10	11	12			Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	27	27	27	—	—	—	—
Síla $F_m$ (kN)	1,09	3,13	2,54	—	—	<b>2,25</b>	<b>1,05</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	0,81	2,32	1,88	—	—	<b>1,7</b>	<b>0,8</b>

Tabulka 6: Výsledky měděných plechů

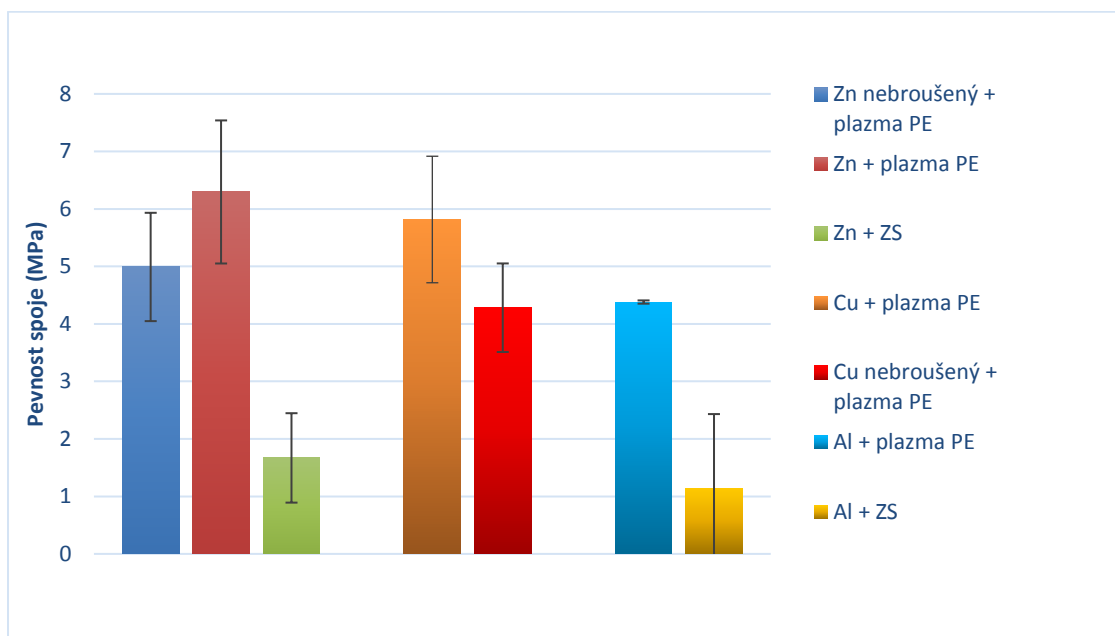
<b>Plech měděný + Plazma PE</b>							
Číslo vzorku	13	14	15	16*	17	Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	27	27	28	28	28	—	—
Síla $F_m$ (kN)	9,64	7,02	8,76	4,35	6,53	<b>7,99</b>	<b>1,46</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	7,14	5,20	6,26	—	4,66	<b>5,8</b>	<b>1,1</b>
<b>Plech nebroušený měděný + Plazma PE</b>							
Číslo vzorku	18	19	20			Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	27	27	27	—	—	—	—
Síla $F_m$ (kN)	4,8	6,87	5,67	—	—	<b>5,78</b>	<b>1,04</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	3,56	5,09	4,20	—	—	<b>4,3</b>	<b>0,8</b>

\* K oddělení „spečeného“ prášku došlo z obou plechů (viz Přílohy), to by mohlo vysvětlovat razantní pokles síly potřebné k porušení spoje. Výsledek tohoto vzorku nebyl započítán do průměru a vyhodnocení celkové pevnosti spoje.



Tabulka 7: Výsledky hliníkových plechů

Plech hliníkový + Plazma PE							
Číslo vzorku	21*	22*	23*	24	25	Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	25	25	25	25	25	—	—
Rozměr b (mm)	50	50	50	30	30	—	—
Síla $F_m$ (kN)	4,66	4,82	4,76	3,3	3,27	<b>3,29</b>	<b>0,02</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	3,73	3,86	3,81	4,40	4,36	<b>4,4</b>	<b>0,03</b>
Plech hliníkový + ZS							
Číslo vzorku	26	27	28**			Průměr	Odchylka
Rozměr a (mm)	25	25	25	—	—	—	—
Rozměr b (mm)	30	30	50	—	—	—	—
Síla $F_m$ (kN)	1,54	0,17	—	—	—	<b>0,86</b>	<b>0,97</b>
Pevnost $\tau_m$ (MPa)	2,05	0,23	—	—	—	<b>1,14</b>	<b>1,29</b>



Obr. 21: Porovnání pevnosti spoje plechů

\* Došlo k přetržení plechu, místo spoje. Z těchto výsledků se nevyhodnocovala průměrná pevnost spoje.

\*\* Nejsou zaznamenány hodnoty, poněvadž se spoj porušil ještě před samotným měřením

### **3.2.4 Vyhodnocení**

V tomto experimentu se opět prokázala lepší adheze ve spoji s upraveným polyethylenovým práškem, což je patrné z příložených tabulek a obrázku 21.

U hliníkových plechů (konkrétně vzorků 21, 22 a 23) byla síla tak velká, že docházelo k porušení vzorků, místo spoje, proto se délka přeplátování musela snížit na 30 mm, pak už docházelo k porušení spoje. Naopak u vzorku 28, kde byl použit neupravený prášek, došlo k porušení spoje už při upínání do čelistí trhačím přístroje, což dokazuje špatnou adhezi.

Dále výsledky naznačují, že záleží na čistotě vzorku, přestože autor očekával razantnější pokles pevnosti. Bylo zjištěno, že tím, jak se nečistoty rozpouštěly, tak došlo ke zhoršení kvality spoje i vizuálně. Toho si lze povšimnout na snímcích uvedených v příloze, kde povrch porušeného spoje u očištěných pozinkovaných plechů je hladký a poměrně celistvý, u znečištěných je značně deformovaný.

### **3.3 Pozorování spoje pomocí mikroskopu**

V prvním experimentu bylo zmíněno, že pokud se tyč obalila plazmaticky upraveným práškem a zasykala práškem v základním stavu, tak došlo ke zlepšení adheze oproti neobalené tyči zasypané plazmaticky upraveným práškem. To je celkem zajímavý poznatek, protože by mohlo evokovat, že zasypaním upravené vrstvy neupraveným práškem a následným spékáním by mohl upravený prášek s převládajícím neupraveným splynout, a tedy požadovaný efekt zlepšení adheze by částečně nebo úplně vymizel. Tím, že ale adheze je lepší i při použití tenké vrstvy, je motivací tuto vrstvu najít pomocí mikroskopu. Pak by jiný odborník mohl pokračovat ve výzkumu a například pozorovat a vyhodnocovat kvalitu nebo velikost vrstev připravovaných za jiných podmínek.

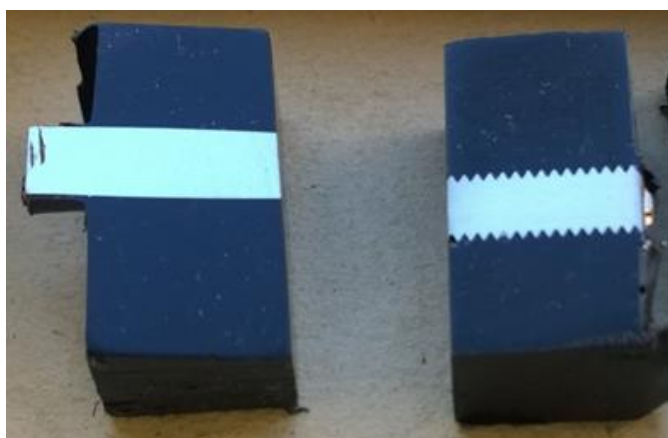
### 3.3.1 Příprava vzorků

Do stejné formy jako v prvním experimentu se z jedné strany vložila hladká tyč obalená upraveným polyethylenovým práškem, z druhé strany pak závitová tyč, také obalená. Do druhé formy se dala hladká a závitová tyč s neupraveným práškem. Do obou forem se nasypal černý polyethylenový prášek v základním stavu, to proto, aby se dal dobře pozorovat možný přechod mezi ním a bílým práškem.

Vzorky se opět připravoval při stejných podmínkách jako v experimentu 1. Hotový vzorek byl poté nařezán na pile. Byl zkoumán řez, a tedy i spoj podél tyčí. Kvůli špatné adhezi se tyče s neupraveným práškem oddělily od černého „spečeného“ PE již při rozřezávání.

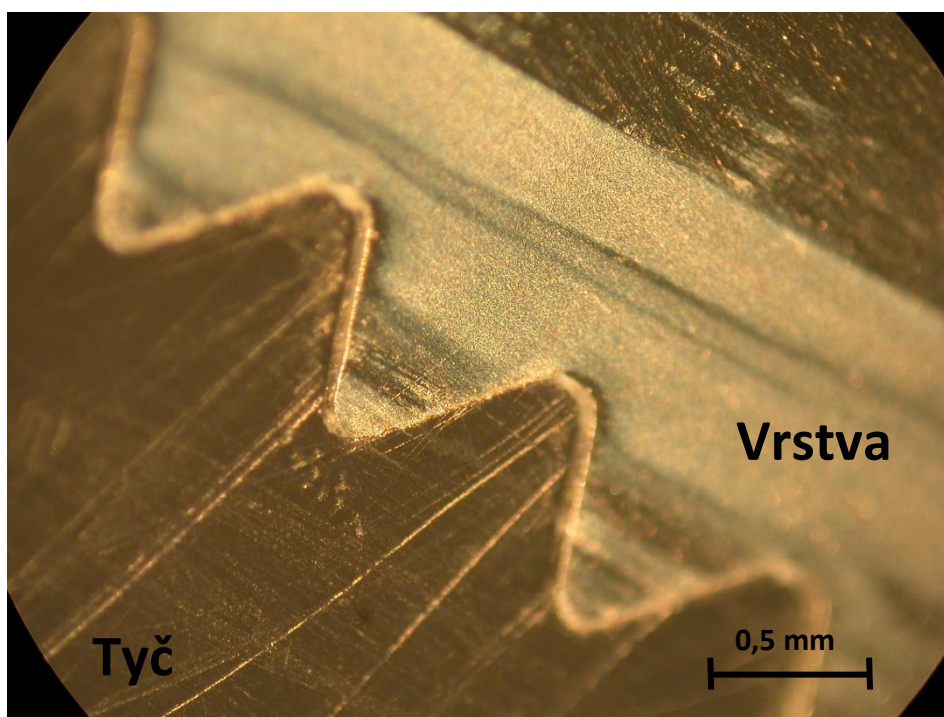
Poté přišlo na řadu broušení, které má minimalizovat povrchové nerovnosti vzorku. K tomuto účelu byla použita metalografická bruska. Vzorek byl k rotujícímu kotouči s brusným papírem přitlačován ručně. Brousilo se postupně na papíře s nižší zrnitostí po papír s vyšší zrnitostí. Při tomto přechodu se vzorek vždy opláchl a otočil o 90 °, protože jakmile vymizely stopy po předchozím broušení, mohl se použít právě jemnější papír.

Dále se vzorek leštil přítlakem na rotující leštící kotouč s leštícím médiem. Hotový vzorek (viz obr. 22) se opláchl vodou, vysušil, a poté byl pozorován pomocí optického mikroskopu.

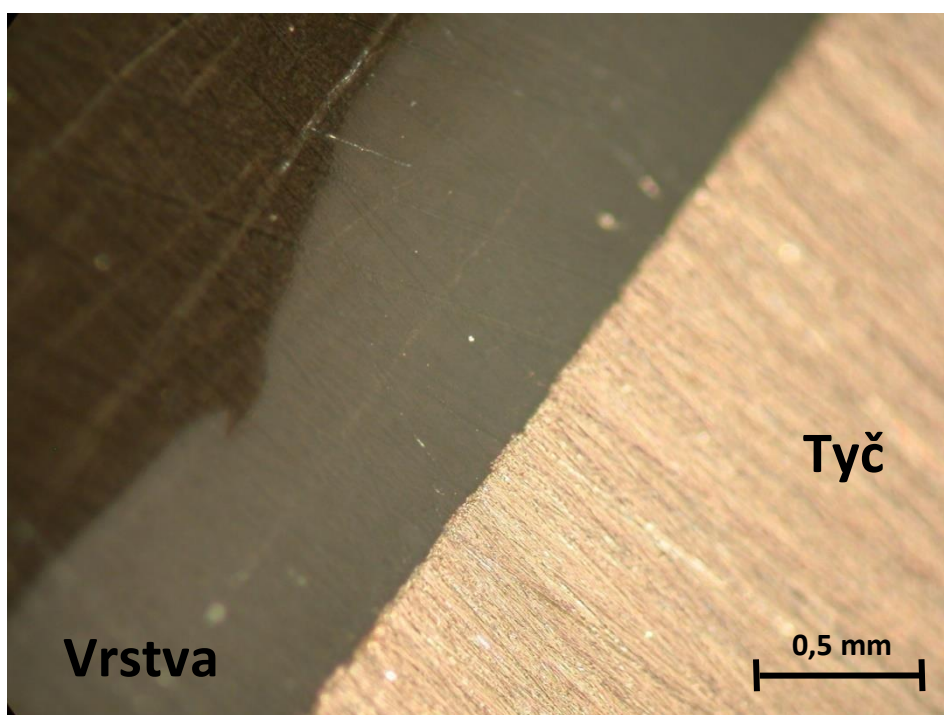


Obr. 22: Plastografické výbrusy

### 3.3.2 Výsledky



Obr. 23: Spoj závitová tyč – PE prášek



Obr. 24: Spoj hladká tyč – PE prášek

Na obr. 23 a 24 je na připravených plastografických výbrusech dobře rozpoznatelná vrstva z bílého plazmově upraveného PE a černého prášku. Z těchto snímků nejsou patrné významné nehomogenity spoje.

### 3.4 Struktura polyethylenu

Cílem bylo prozkoumat a porovnat, zdali se plazmová úprava polyethylenu nějakým způsobem projeví na jeho struktuře.

#### 3.4.1 Příprava vzorků

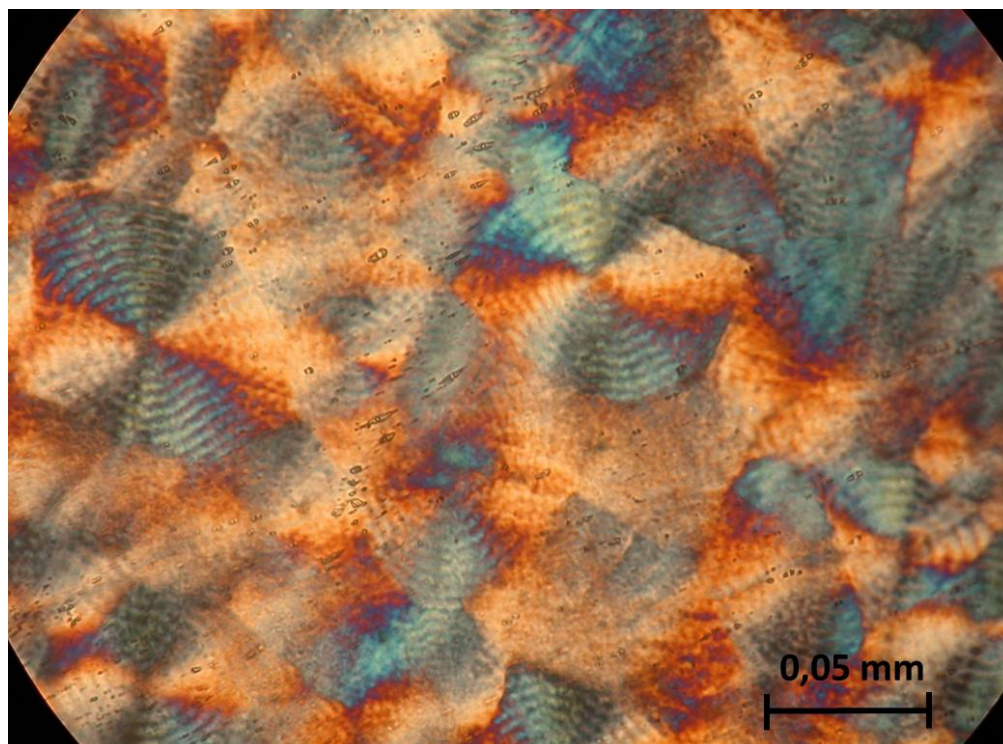
Byly odebrány čtyři vzorky z prvního experimentu. Dva, které byly připravované v poloze I a dva z polohy II. Z toho vždy jeden ze dvou vzorků byl z plazmově upraveného PE, druhý z neupraveného PE. Z každého vzorku byla ze stejného rohu odříznutá malá část „spečeného“ PE.

Z odpreparované části se speciálním nožem (obr. 25) uřízla tenká fólie. Ta se dala na podložní sklo, zakápla olejem a překryla krycím sklem. Takto připravené fólie se opět zkoumaly pod mikroskopem.

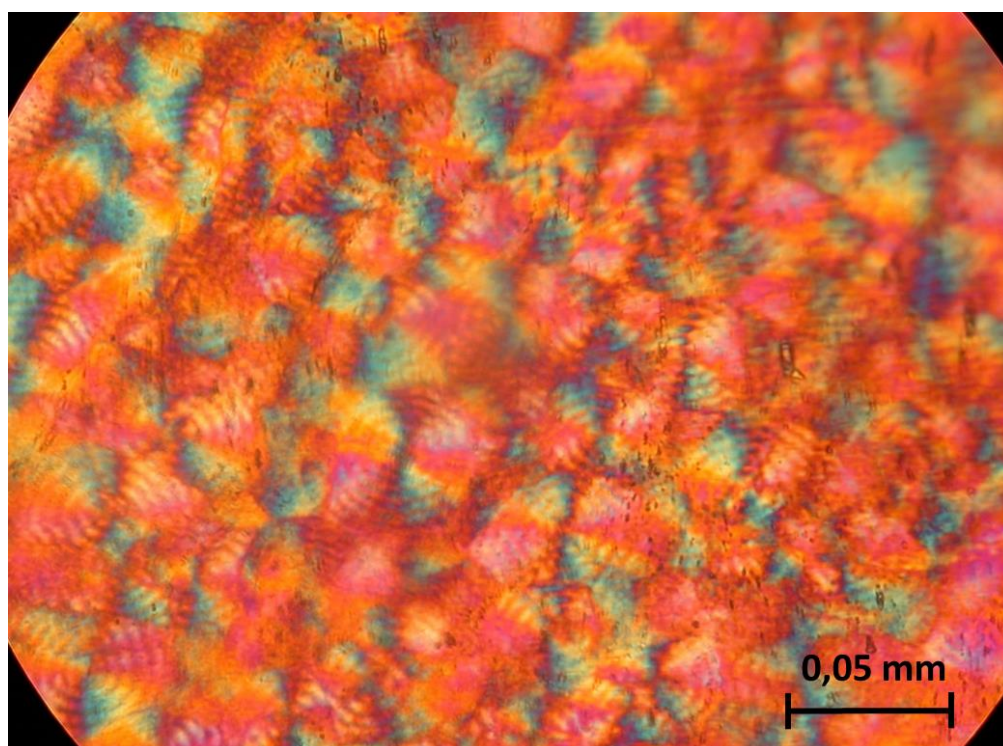


Obr. 25: Nůž na řezání tenkých fólií

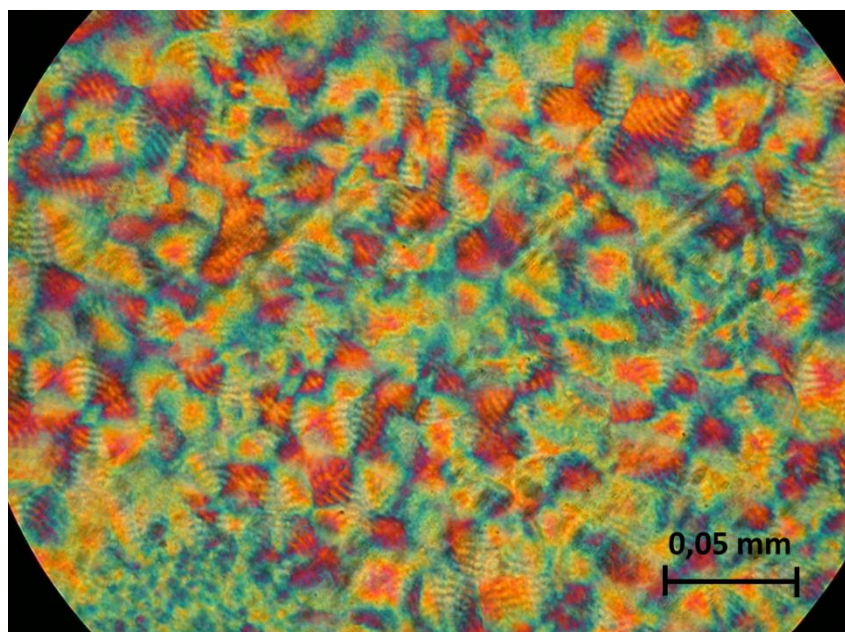
### 3.4.2 Výsledky



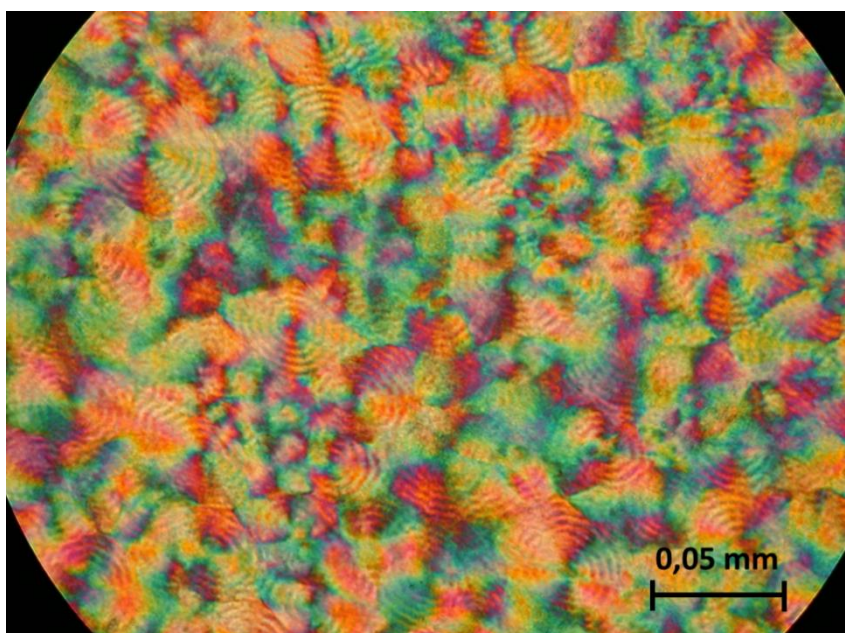
Obr. 26: Struktura plazmově upraveného PE připravovaného v poloze II



Obr. 27: Struktura neupraveného PE připravovaného v poloze II



Obr. 28: Struktura plazmově upraveného PE připravovaného v poloze I



Obr. 29: Struktura neupraveného PE připravovaného v poloze I

Na obr. 26 je vidět struktura plazmově upraveného PE připravovaného při 160°C. Oproti struktuře neupraveného PE (obr. 27), která vznikala za stejných podmínek, vykazuje rozdílnou velikost sférolitů. To by mohl být zajímavý poznatek, avšak při porovnání snímků struktury upravovaného a neupravovaného PE, připravovaného při 190 °C (viz obr. 28 a obr. 29) nelze potvrdit, že by plazmová úprava měla vliv na makromolekulární strukturu.

## 4 Diskuze a závěr

Cílem práce bylo ověřit, že plazmová úprava polyethylenového prášku zlepší adhezi ke kovu, a tím se zvýší pevnost spoje. Prvním a druhým experimentem, kdy byl spoj namáhán tahem a smykem, byl tento předpoklad potvrzen.

Z výsledků namáhání spoje zkouškou tahem se dosáhlo těchto poznatků:

Vzorky, připravené při 190 °C, měly pevnost spoje 10,3 MPa, pokud byl použit upravený polyethylenový prášek, oproti pevnosti 6,4 MPa u spojů tvořených pouze neupraveným práškem. Tímto bylo původní tvrzení ověřeno.

Vzorky, připravené při 160 °C, měly pevnost spoje 8,7 MPa, pokud byl použit upravený polyethylenový prášek, oproti pevnosti 1,9 MPa u spojů tvořených pouze neupraveným práškem. (K tomuto značnému nárůstu došlo, neboť se u těchto vzorků používaly obalené tyče připravované v poloze I, tedy při 190 °C, neobalené tyče se pak spékaly pouze práškem v základním stavu při 160 °C.)

Vzorky tvořené obalenými pozinkovanými tyčemi, které byly připravované při 190°C, měly průměrnou pevnost spoje 8,8 MPa, přičemž vzorky s ocelovými tyčemi, které byly připravované stejným způsobem a za stejných podmínek, měly pevnost spoje 10,3 MPa. Z toho se dá vyvodit, že záleží na použitém kovu.

Ukázalo se, že ohřívání a následné obalování tyčí upraveným práškem má smysl. Když se totiž hladké tyče pouze zasypávaly upraveným práškem, pevnost spoje těchto vzorků, připravovaných při 190°C, byla 9,2 MPa, vzorky s obalenými tyčemi měly pevnost spoje 10,3 MPa. Vzorky, připravované při 160°C, měly pevnost spoje 6,3 MPa pokud se tyč zasypala, pevnost 8,7 MPa pokud se tyč obalila (opět byl v tomto případě nárůst způsoben tím, že obalení tyče, proběhlo při vyšší teplotě).

Prokázalo se, že pokud bude společná styková plocha mezi polyetylenem a kovem větší, bude potřeba větší síly k porušení spoje.



Z výsledků namáhání spoje smykem se vyvodily tyto závěry:

Z důvodů poměrně velkých odchylek, kterými byly výsledky měření zatíženy, je konečné vyhodnocení složité. Avšak i kdyby se vzal nejnepříznivější výsledek vzorku s upraveným práškem a porovnal s nejlepším výsledkem vzorku s neupraveným práškem, pořád by bylo ověřeno, že spoj s upraveným práškem bude vykazovat větší pevnost (v průměru pak došlo zhruba k čtyřnásobnému zvětšení pevnosti).

Ze stejného důvodu se ale nepodařilo zjistit, jaký kov bude vykazovat větší pevnost spoje. Při provedení více měření, použití kvalitnějších plechů a zdokonalení procesu nanášení prášku (možno zvážit, zdali by fungovalo například nanášení pomocí práškové pistole) by se mohlo dosáhnout přesnějších výsledků.

Z mikroskopování se došlo k těmto závěrům:

Při porovnání snímků nadmolekulární struktury plazmově upraveného a neupraveného polyethylenu, připravovaných za stejných podmínek, tedy při 160 °C a 190 °C, bylo dosaženo patové situace, jelikož v jednom případě byly sférolity větší, pokud polyethylen podstoupil povrchovou úpravu, ve druhém případě se tato souvislost neprokázala. Tudíž by mohla být provedena další pozorování, aby jeden výsledek byl potvrzen a druhý vyvrácen.

Dále při pozorování spoje byla objevena určitá vrstva, která může být předmětem dalšího zkoumání.

Další náměty a připomínky:

Vybízí se vzorky připravené v prvním experimentu namáhat krutem. Tím by se mohly zjistit další mechanické vlastnosti a například porovnat a vyvodit pro jaký typ namáhání je nebo není vhodný tento druh spoje pro možné aplikace použít.

V prvním experimentu, zabývajícím se namáháním spoje tahem, bylo zjištěno, že větší pevnost spoje mají vzorky s tyčemi obalenými v upraveném prášku,

oproti tyčím zasypaným upraveným práškem. Pokud by se našlo v praxi uplatnění spojů vytvořených na stejné bázi jako v experimentu, bylo by také vhodné zhodnotit, jaká z dvou zmíněných metod se vyplatí jak z časového, tak technologického a ekonomického hlediska

Pokud by se kovové součásti zasypávaly upraveným práškem, odpadly by náklady na tepelnou úpravu kovové součásti. Manipulace se žhavým dílem a následné obalování součásti by mohlo být složité, tedy i drahé.

Při použití druhého způsobu, kde by se kovová součást obalovala upraveným práškem a zasypávala neupraveným, by se formy, díky prokázané malé pevnosti spoje kov – neupravený prášek, nemusely tak často, možná i vůbec, ošetřovat separačním povlakem zabraňujícím připečení prášku k formě, tím by se znatelně snížily náklady na separátor, který dle srovnání cen [15] stojí v přepočtu 850 Kč za litr, navíc automatizovat samotnou separaci by mohlo být složitější oproti nanášení prášku. Pokud by se ukázala metoda nanášení prášku na kovovou součást, např. pomocí již zmíněné práškové pistole, jako účinná, ve všech ohledech by se vyplatil tento způsob provedení.

## 5 Použité zdroje

- [1] MAREČEK, A. a HONZA, J. Chemie 3. Brno : Nakladatelství Olomouc, 2005. 80-7182-057-1.
- [2] DUCHÁČEK, V. Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití. 2. vyd. Praha : Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2006. 80-7080-617-6.
- [3] BĚHÁLEK, L. Polymery. Liberec : Code Creator, 2014. 978-80-88058-68-7.
- [4] LEAR: Základy teorie lepení [online]. [cit. 2017-07-15]. Dostupné z: [http://users.fs.cvut.cz/libor.benes/vyuka/lepeni/Teorie\\_lepeni%20\\_%20LEAR.pdf](http://users.fs.cvut.cz/libor.benes/vyuka/lepeni/Teorie_lepeni%20_%20LEAR.pdf)
- [5] University of Cambridge. Polymer basics. [Online] [cit. 2016-12-20.] <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/polymerbasics/images/branching-arrangements.gif>.
- [6] ENRIQUEZ, D. J., REYES, S., a další. Polymer structures. [Prezentace] [cit. 2016-12-20.] <https://www.slideshare.net/deschui/polymer-structures-27240126>
- [7] EBNESAJJAD, Sina a CYRUS F. EBNESAJJAD. Surface Treatment of Materials for Adhesive Bonding. 2nd ed. Burlington: Elsevier Science, 2013. ISBN 9780323265041.
- [8] D.M. BREWIS AND I. MATHIESON. Adhesion and bonding to polyolefins. Shawbury, Shrewsbury, Shropshire, U.K: Rapra Technology, 2002. ISBN 9781859574195.
- [9] SERVIS CENTRUM: Ožeh, koróna, plazma [online]. 2015 [cit. 2017-06-25]. Dostupné z: <http://sbrnoblog.projekty4g.cz/ozeh-korona-plazma/>
- [10] FARRIS, Stefano. The fundamentals of flame treatment for the surface activation of polyolefin polymers. Polymer [online]. 2010, 16(51), 14 [cit. 2017-06-25]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386110004647>
- [11] Safibra: Atmosferické plazmové systémy [online]. 2016 [cit. 2017-06-25]. Dostupné z: <http://www.safibra.cz/atmosfericke-systemy>
- [12] PLASMATREAT. Plasma Surface Treatment for better and lower cost cleaning and bonding solutions [online]. [cit. 2017-07-15]. Dostupný na WWW: <https://www.youtube.com/watch?v=DN5rCKOS52k&t=126s>
- [13] ARPAGAUS, Cordin. Plasma Surface Modification of Polymer Powders in a Downer Reactor. Zurich, 2005. Disertační práce.
- [14] ČSN EN 1465: Lepidla - Stanovení pevnosti ve smyku při tahovém namáhání přeplátovaných lepených sestav. ÚNMZ, 2009.
- [15] SROVNÁNÍ CEN, Loctite Frekote 700 NC [online]. 2017 [cit. 2017-07-15] <https://www.srovnanicen.cz/q/Loctite%20Frekote%20700%20NC/>

## 6 Seznam obrázků

1: Vznik polyethylenu .....	10
2: Rozložení náboje .....	11
3: Tvar makromolekuly .....	12
4: Nadmolekulární struktura .....	13
5: Typ povrchu .....	15
6: Linka na úpravu plamenem .....	17
7: Schéma zařízení na úpravu koronovým výbojem .....	18
8: Zařízení pro úpravu nízkotlakým plazmatem.....	19
9: Zařízení pro úpravu atmosférickým plazmatem.....	20
10: Metody úpravy prášků.....	21
11: Pracovní tahový diagram .....	22
12: Schématické znázornění vzorku .....	23
13: Forma před spékáním a Obalené tyče .....	24
14 Rozmístění v peci a Časový průběh přípravy vzorků v peci.....	24
15: Vzorek pro zkoušku tahem.....	24
16: Způsob upnutí.....	26
17: Graf závislosti síly potřebné pro porušení spoje na množství obalení ...	29
18: Porovnání pevnosti různě provedených spojů.....	29
19: Tvar a rozměry vzorků podle ČSN EN 1465.....	30
20: Příprava vzorků .....	31
21: Porovnání pevnosti spoje plechů .....	33
22: Plastografické výbrusy .....	35
23: Spoj závitová tyč – PE prášek.....	36
24: Spoj hladká tyč – PE prášek.....	36
25: Nůž na řezání tenkých fólií .....	37
26: Struktura plazmově upraveného PE připravovaného v poloze II.....	38
27: Struktura neupraveného PE připravovaného v poloze II.....	38
28: Struktura plazmově upraveného PE připravovaného v poloze I.....	39
29: Struktura neupraveného PE připravovaného v poloze I.....	39

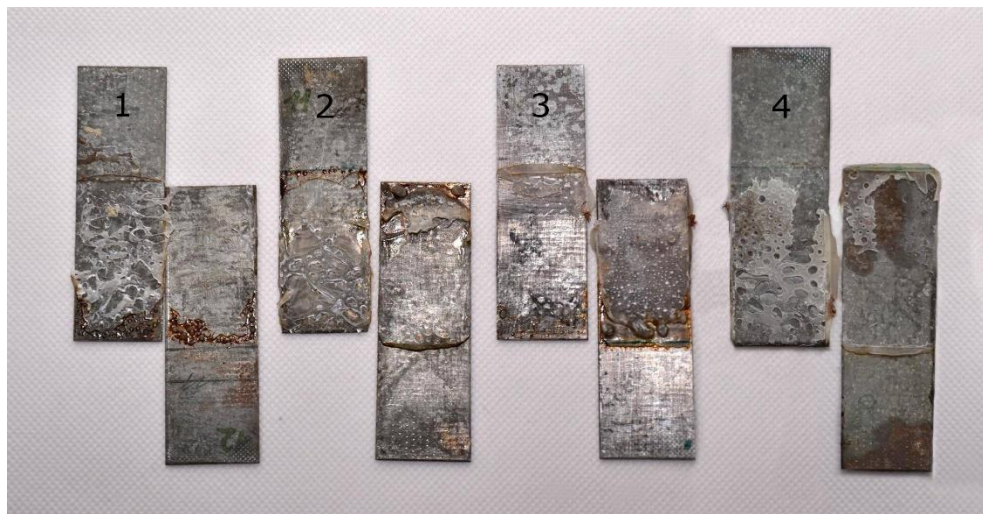
## 7 Seznam tabulek

1: Porovnání hodnot vzorků připravovaných v poloze I, při 190°C a v poloze II, při 160°C a vzájemné porovnání vzorků obalených plazmaticky upraveným práškem (pokrytí 20 mm) a pouze zasypaných neupraveným práškem (ZS).....	27
2: Výsledky pevnosti spoje s použitím obalené zinkové tyče.....	28
3: Výsledky vzorků tvořených neobalenými tyčemi a plazmově upraveným PE.....	28
4: Porovnání hodnot vzorků obalených do různé vzdálenosti .....	28
5: Výsledky pozinkovaných plechů .....	32
6: Výsledky měděných plechů .....	32
7: Výsledky hliníkových plechů .....	33

## 8 Seznam příloh

1: Nebroušené pozinkované plechy + plazma PE.....	46
2: Broušené pozinkované plechy + plazma PE .....	46
3: Pozinkované plechy + ZS.....	46
4: Broušené měděné plechy + plazma PE .....	47
5: Nebroušené měděné plechy + plazma PE .....	47
6: Hliníkové plechy .....	48
7: Tahový diagram – vytahování závitové tyče .....	48

## 9 Přílohy



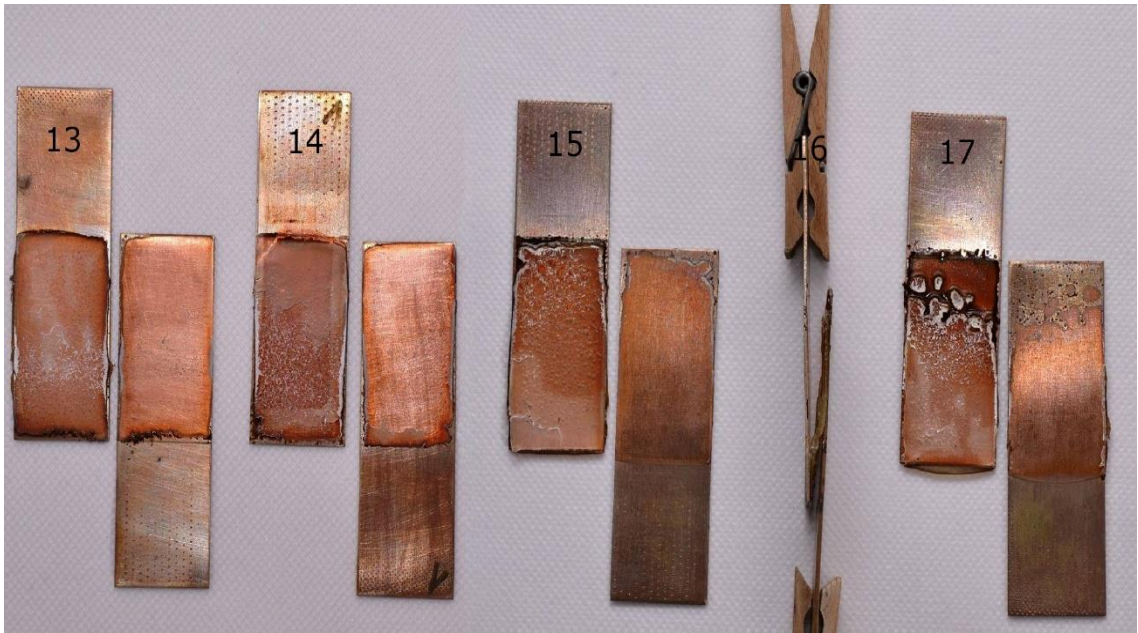
Obr. 30: Nebroušené pozinkované plechy + plazma PE



Obr. 31: Broušené pozinkované plechy + plazma PE



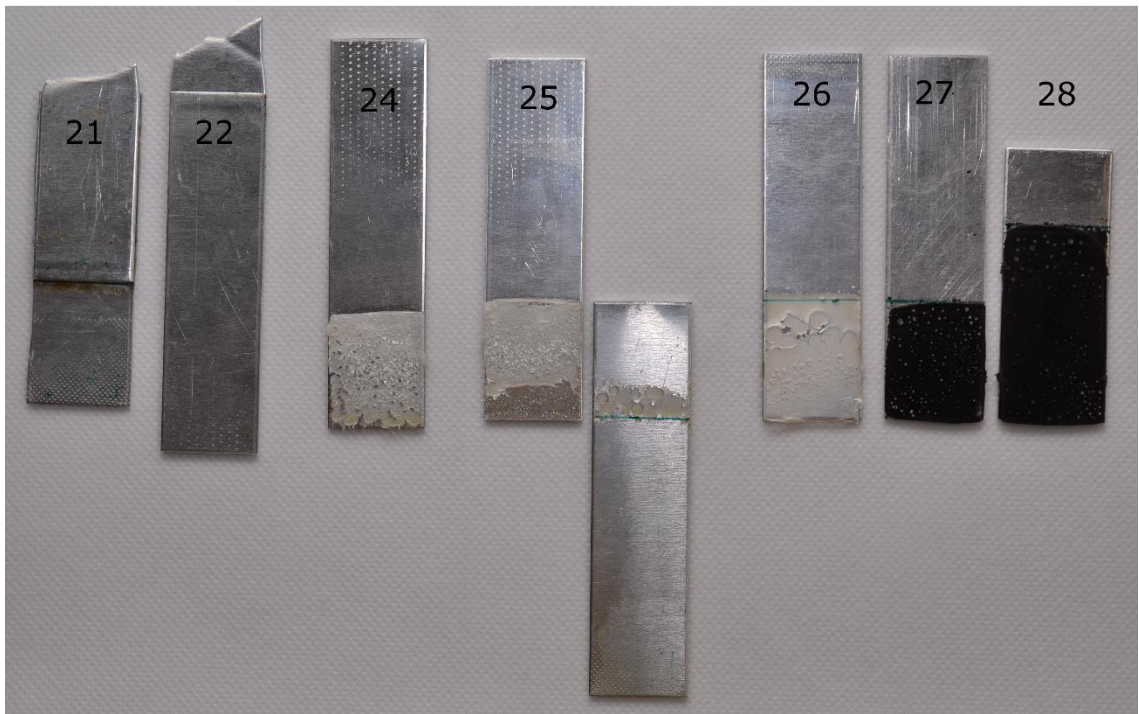
Obr. 32: Pozinkované plechy + ZS



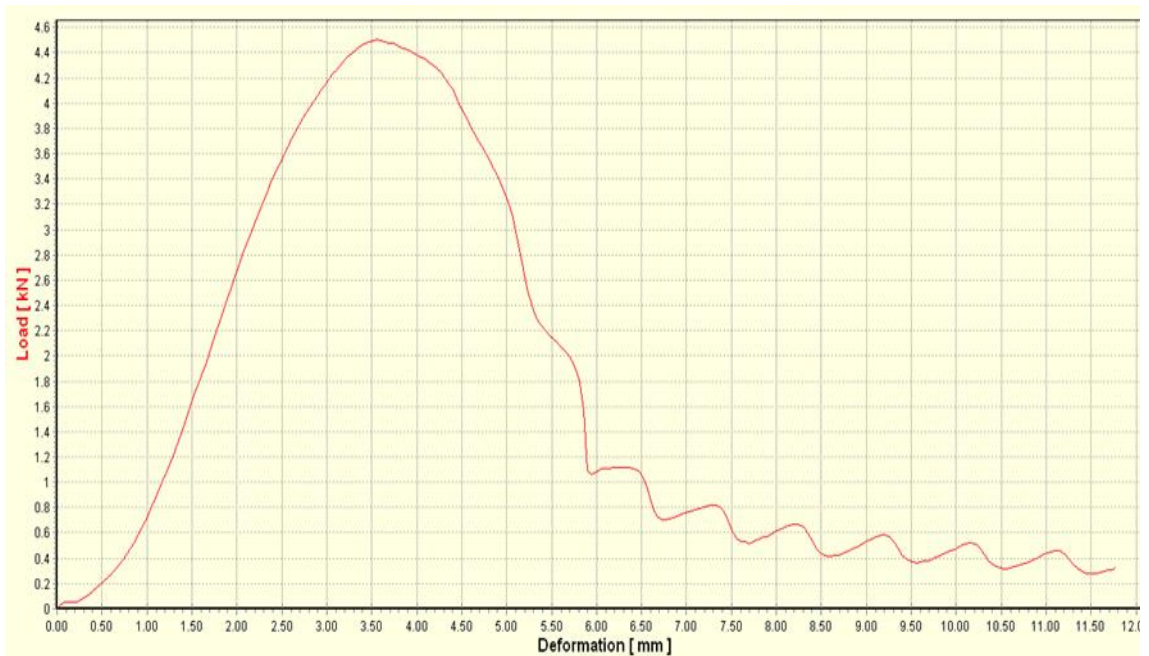
Obr. 33: Broušené měděné plechy + plazma PE



Obr. 34: Nebroušené měděné plechy + plazma PE



Obr. 35: Hliníkové plechy



Obr. 36: Tahový diagram – vytahování závitové tyče