

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**POROVNÁNÍ MECHANICKÝCH  
VLASTNOSTÍ LATEXU ZJIŠTĚNÝCH  
POMOCÍ NANOINDENTACE A  
TAHOVÉHO TESTU**

**COMPARISON BETWEEN MECHANICAL PROPERTIES OF LATEX  
DETERMINED BY MEANS OF NANOINDENTATION AND TENSILE TEST**

Adam Bečka

2017/2018

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně s použitím literárních pramenů a informací, které cituji a uvádím v seznamu použité literatury a zdrojů informací.

Datum: .....

.....  
podpis

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Bečka** Jméno: **Adam** Osobní číslo: **457629**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávající katedra/ústav: **Ústav mechaniky, biomechaniky a mechatroniky**  
Studijní program: **Teoretický základ strojního inženýrství**  
Studijní obor: **bez oboru**

## II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

**Porovnání mechanických vlastností latexu zjištěných pomocí nanoindentace a tahového testu**

Název bakalářské práce anglicky:

**Comparison between mechanical properties of latex determined by means of nanoindentation and tensile test**

Pokyny pro vypracování:

- popište vnitřní stavbu elastomerů a jejich základní fyzikální vlastnosti
- vysvětlíte principy makroskopické tahové zkoušky a nanoskopického indentačního testu
- proveďte měření na maloobchodně dostupném latexu
- porovnejte výsledky experimentů a vyjádřete se k hypotéze, že si výsledky experimentů navzájem odpovídají

Seznam doporučené literatury:

Meissner B, Zilvar V (1987) Fyzika polymerů: Struktura a vlastnosti polymerních materiálů. SNTL/Alfa, Praha.  
Oyen ML, Cook RF (2009) A practical guide for analysis of nanoindentation data. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 2:396-407.  
Eds.: Ogden RW, Saccomandi G. (2004) Mechanics and Thermomechanics of Rubberlike Solids, Springer, Wien.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

**doc. Ing. Lukáš Horný, Ph.D., odbor biomechaniky FS**

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

Datum zadání bakalářské práce: **19.04.2018**

Termín odevzdání bakalářské práce: **17.08.2018**

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

\_\_\_\_\_  
doc. Ing. Lukáš Horný, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

\_\_\_\_\_  
prof. Ing. Milan Růžička, CSc.  
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

\_\_\_\_\_  
prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.  
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.

*30.4.2018*

\_\_\_\_\_  
Datum převzetí zadání

\_\_\_\_\_  
Podpis studenta

## **Anotace**

Tato bakalářská práce se zabývá zjištěním mechanických vlastností elastomeru pomocí dvou rozdílných zkoušek. První je makroskopická tahová zkouška a druhá je nanoskopická nanoindentační zkouška. V práci je popsán postup měření a vyhodnocení těchto zkoušek. Cílem práce je porovnání zjištěných výsledků z obou těchto metod měření.

## **Abstract**

This bachelor thesis deals with the detection of mechanical properties of elastomer by using two different tests. The first is a macroscopic tensile test and the second is a nanoscopic nanoindentation test. The thesis describes procedure for measuring and evaluating these tests. The aim of the thesis is to compare the results obtained from both these measurement methods.



# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod</b>	4
<b>2</b>	<b>Polymery</b>	5
2.1	Historie polymerů	5
2.2	Rozdělení polymerů	6
<b>3</b>	<b>Mechanické a konstrukční vlastnosti polymerů</b>	8
3.1	Mechanické vlastnosti elastomerů	10
3.1.1	Skelný přechod	11
3.1.2	Vulkanizace elastomeru	11
<b>4</b>	<b>Tahová zkouška polymeru</b>	14
4.1	Základní princip tahové zkoušky	14
4.2	Cyklická tahová zkouška	15
<b>5</b>	<b>Nanoindentace</b>	16
5.1	Základní princip nanoindentace	16
5.2	Účinek adheze	16
<b>6</b>	<b>Cíl bakalářské práce</b>	18
<b>7</b>	<b>Popis experimentu</b>	19
7.1	Materiál měřeného vzorku	19
7.2	Tahová zkouška	19
7.2.1	Příprava vzorků pro tahovou zkoušku	19
7.2.2	Měřicí soustava pro tahovou zkoušku	19
7.2.3	Postup měření tahové zkoušky	22
7.2.4	Vyhodnocení zatěžování vzorku během tahové zkoušky	25
7.3	Nanoindentace	27
7.3.1	Příprava vzorků pro nanoindentaci	27
7.3.2	Měřicí soustava pro nanoindentaci	27
7.3.3	Postup měření nanoindentace	27
7.3.4	Sneddonova hypotéza a odvození vzorců pro vyhodnocení nanoindentační zkoušky	32
7.3.5	Vyhodnocení nanoindentační zkoušky	38
<b>8</b>	<b>Porovnání výsledků měření</b>	42
8.1	Kruskal-Wallisův test	42
8.2	Dunnové test	43
<b>9</b>	<b>Závěr</b>	44
	<b>Seznam použitých značek a symbolů</b>	45
	<b>Seznam použité literatury a zdrojů</b>	47
	<b>Seznam použitého SW</b>	50

# 1 Úvod

Mechanické vlastnosti polymerů, zejména pak elastomerů, se dají zjistit několika způsoby. Některé typy zkoušek na testovaný vzorek nahlíží jako na makroskopický, jiné jako na nanoskopický. Avšak je potřeba porovnat, zda výsledky dosažené pomocí nanoskopické zkoušky dojdou ke stejným výsledkům, tedy stejnému kvantitativnímu vyjádření mechanických vlastností, jako experiment, který provádíme jako makroskopický.

Hlavním představitelem makroskopické zkoušky je tahová zkouška, která je používána již dlouhou řadu let a výsledky z této zkoušky jsou ověřeny praxí. Představitelem mikroskopické zkoušky je zde nanoindentace, která se sice nepoužívá tak dlouho, jako zmíněná tahová zkouška, ale její výhodou je malá náročnost na tvar zkušební vzorku.

Tato bakalářská práce se zabývá určením mechanických vlastností elastomeru pomocí výše zmíněných zkoušek a jejich následným porovnáním.

## 2 Polymery

### 2.1 Historie polymerů

Polymery můžeme rozdělit na přírodní a syntetické. S přírodními se lidstvo setkávalo od svého počátku. Řadíme do nich kůži, rostlinná vlákna, dřevo, kaučuky a podobně. Syntetické se podařilo poprvé připravit v 19. století.

Americký vynálezce Charles Goodyear již v roce 1839 experimentoval s přírodním kaučukem a sírou. Proces, který probíhal, nazval vulkanizace a díky tomu, získala pryž lepší mechanické vlastnosti a stala se odolnější proti obroušování, snížila se citlivost na teplotu a zvýšila odolnost proti chemikáliím a průrazu elektrickým proudem. Prvním synteticky připraveným polymerem se stal celuloid. Vznikl v druhé polovině 19. století díky bratrům Hyattovým. Podnět k najítí tohoto materiálu dal herní průmysl, konkrétně kulečník. Z důvodu nedostatku slonoviny, která se používala k výrobě kulečnickových koulí, se výrobci těchto koulí rozhodli vypsát soutěž o materiál, který by slonovinu nahradil. Celuloid vznikl smícháním již známého nitrátu celulózy s kafrem a stal se oblíbeným pro výrobu hřebenu, knoflíku, rukojetí a dal základ filmovému průmyslu. Avšak celuloid nebyl zcela syntetickým materiálem, neboť byl založen na přírodní makromolekulární látce zvané celulóza.

Prvním zcela syntetickým materiálem se stala fenolformaldehydová pryskyřice, známá spíše jako bakelit. S tímto materiálem přišel v roce 1907 americký chemik Leo Baekeland. Postupně si bakelit našel velké uplatnění v elektrotechnice, ale jako první byl použit k výrobě knoflíku rychlostní páky pro automobil Rolls-Royce.

Největší rozmach v rozvoji a použití plastů byl zaznamenán během 2. světové války a krátce po ní. V dnešní době jsou polymery v některých výrobcích nenahraditelné a jejich rozvoj stále pokračuje. Nahrazují některé materiály, jako je kov, dřevo, sklo, papír, přírodní pryž a mnoho dalších. Jejich uplatnění je ve všech odvětvích průmyslu a můžeme se s nimi setkat téměř všude, a to díky svým vlastnostem, jako je například lepší odolnost proti korozi, tvárnost, snadnější zpracování, jsou lehčí, mají lepší izolační vlastnosti a často jsou i levnější. Jednou z nevýhod je však u velké části polymerů jejich závislost na teplotě, rychlosti a době zatížení a také na druhu zatížení.

S příchodem velkého množství polymerní výrobků je však potřeba zabývat se i problematikou polymerního odpadu. Jednou z možností jeho likvidace je uložení na skládku, avšak vzhledem k dlouhé degradaci velké části polymerního odpadu, není k životnímu prostředí zvláště šetrné. Další možností je spalování, které patří mezi nejšetrnější metody likvidace polymerního odpadu, avšak je velmi energeticky náročné dosáhnout dostatečně vysokých teplot, při kterých se dlouhé polymerní řetězce rozpadnou na základní prvky. Dále je možná recyklace tohoto polymerního odpadu, která je však velmi energeticky nákladná. Takto roztríděný a zpracovaný odpad je dále možno použít k výrobě nových výrobků, nebo

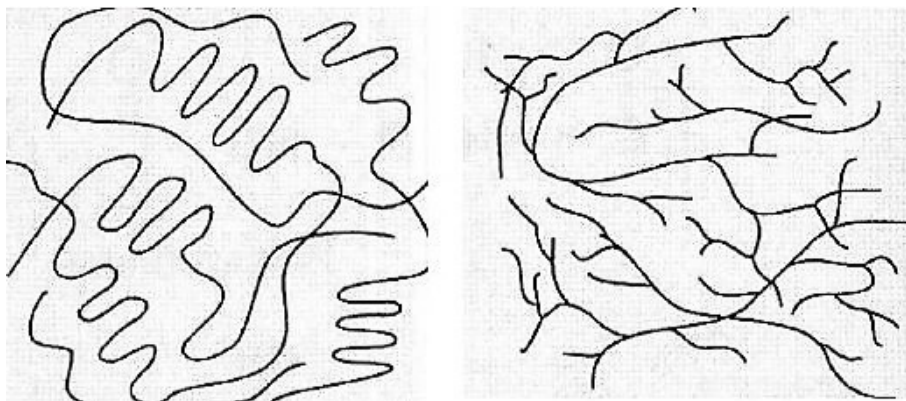
je ho možné přidávat jako plnivo do nových směsí.

Bohužel stále je velké množství tohoto odpadu nezpracované a dostává se do volné přírody a oceánů, kde se tvoří ostrovy jen z tohoto odpadu a dostává se i na místa, kde ničí místní faunu a floru.

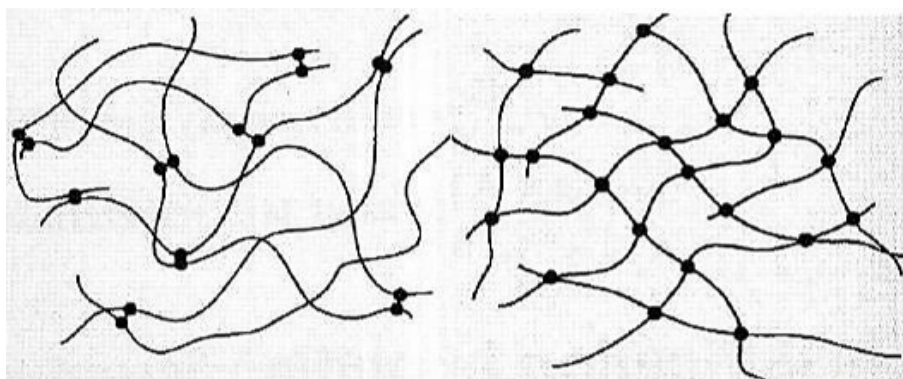
## 2.2 Rozdělení polymerů

Polymery rozděluje na tři základní skupiny. První nazýváme termoplasty, druhou termosety a třetí elastomery.

- Termoplasty jsou polymery, které jsou za běžných podmínek většinou tvrdé a někdy i křehké. Neobsahují cross-linky, tedy nejsou zesíťované, a proto je možné je opakovaně zahřívat a ochlazovat, při čemž se jejich fyzikální vlastnosti nebudou měnit. Jsou semikrystalické nebo amorfní a obsahují dlouhé řetězce. Jejich struktura je patrná na Obrázku 1.
- Termosety, neboli reaktoplasty, jsou zesíťované polymery, tedy obsahují cross-linky, které vytvářejí prostorovou síť. Zesíťování vzniká vytvořením příčných kovalentních vazeb mezi polymerními řetězci. Po dokončení zesíťování je jejich opětovné tváření velmi ztížené. Obsahují dlouhé lineární nebo rozvětvené řetězce. Jejich recyklace je velmi náročná. Struktura termosetů je znázorněná na Obrázku 2.
- Elastomery jsou velmi elastické polymery, které se dají za běžných podmínek deformovat velmi malou silou a jejich deformace je téměř vratná. Hlavní z této skupiny jsou kaučuky, které slouží k výrobě pryže. Jedná se o slabě zesíťované polymery.

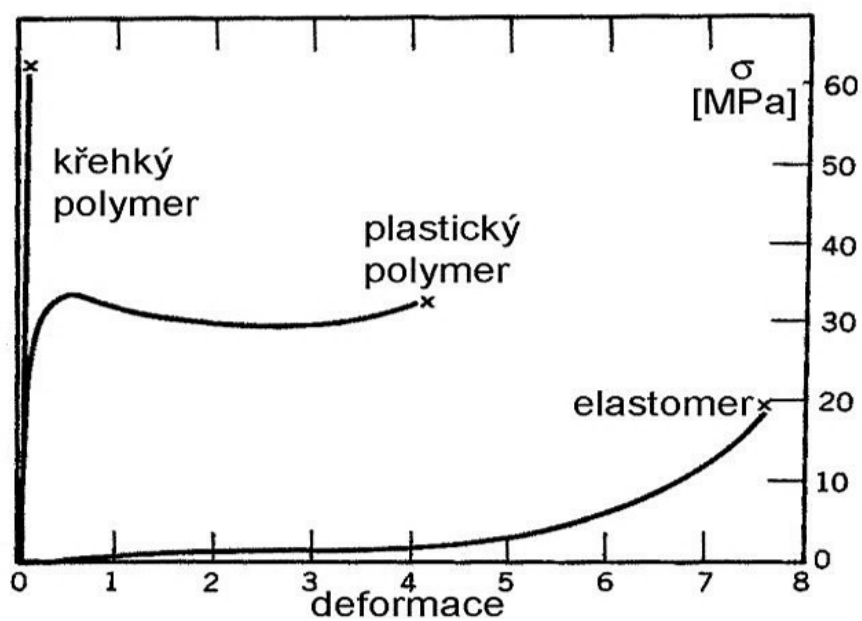


**Obr. 1:** Lineární a větvený termoplast (převzato z [7])



**Obr. 2:** Slabě a hustě zesíťovaný termoset (převzato z [7])

Pro porovnání vlastností těchto druhů polymerů je na Obrázku 3 vidět závislost napětí na deformaci.



**Obr. 3:** Závislost napětí na deformaci pro termoplasty, termosety a elastomery (převzato z [7])

### 3 Mechanické a konstrukční vlastnosti polymerů

Chceme-li zjistit, jak se chová materiál, pokud na něj působíme vnější silou, používáme mechanické zkoušky a získáme mechanické vlastnosti. Mezi tyto mechanické vlastnosti řadíme pevnost, pružnost, plasticitu a houževnatost. Avšak pro použití v praxi jsou důležité konstrukční charakteristiky, kterých je však výrazně více. Konstrukční charakteristiky jsou však veličiny, které jsou do jisté míry závislé na tvaru vzorku, přípravě, drsnosti povrchu, teplotě, rychlosti zkoušky a spoustě dalších podnětů. Zejména u polymerů je zkouška velmi závislá na průběhu měření a jejich podmínkách. Abychom byli schopni zjistit tyto vlastnosti pomocí experimentu, musíme použít zkušební tělesa, na kterých je pomocí vnější síly a správné konfigurace zkoušky měřena konkrétní konstrukční charakteristika. Tyto charakteristiky, které jsou měřeny na normalizovaných zkušebních tělesech za předem přesně definovaných podmínek, jsou uvedeny v mechanických listech materiálu. Zkušební tělesa pro polymery mohou být zhotovena dle normy vstřikováním, lisováním, odléváním (reaktoplasty), z práškového nebo granulovaného polymeru. Pokud je to však nutné, lze experiment provádět i na tělesech obroběných z hotových výrobků či polotovárů.

Zkoušky pro určení mechanických a konstrukčních vlastností můžeme podle některých kritérií rozdělit na několik základních skupin.

Z hlediska charakteru zatěžovací síly na:

- Statické zkoušky
- Dynamické zkoušky

Z hlediska doby zatěžování na:

- Krátkodobé
- Dlouhodobé

Z hlediska typu namáhání na:

- Tahové
- Tlakové
- Ohybové
- Smykové
- V krutu

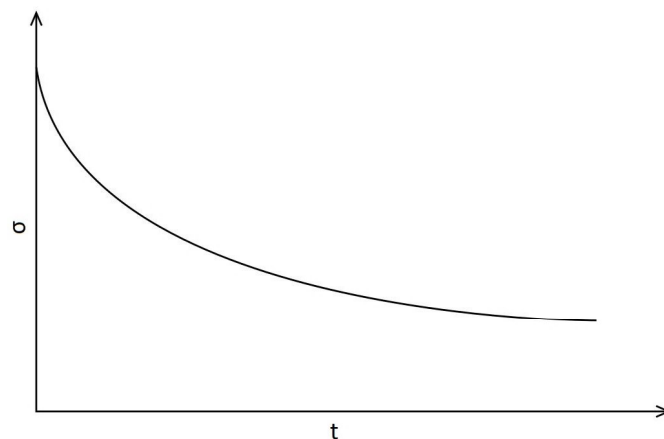
a také na jejich kombinace.

Základní vlastnosti polymerů se dají rozdělit takto

- Pružná deformace - pokud zkoušený materiál je zatěžován vnější silou, je způsobeno namáhání a dochází k deformaci. V důsledku tohoto zatížení mění těleso tvar a objem.

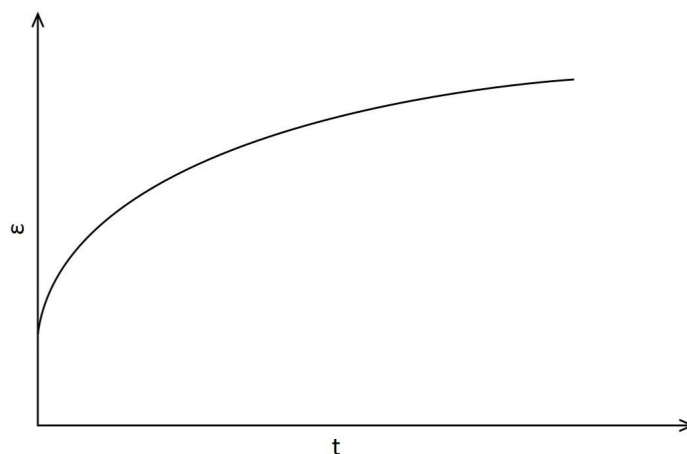
Pokud se těleso po odlehčení vrátí do stavu původního, mluvíme o deformaci elastické, neboli pružné. Nejjednodušší pro představení je běžná ocelová pružina, kterou pokud stlačíme a následně uvolníme, vrátí se do původního stavu.

- Plastická deformace - v případě, že se těleso po ukončení působení vnějších sil nevrátí do stavu původního, mluvíme zde o deformaci plastické, neboli trvalé. Ve většině případů existují oba druhy deformace zároveň, tedy pokud přestanou na těleso působit vnější síly, těleso se částečně vrátí do původního stavu, ale ne úplně a zůstane i částečně zplastizované.
- Viskoelastické chování - viskoelastická látka se chová současně jako hookovská látka a newtonovská kapalina. Tyto látky reagují na namáhání vždy s časovým zpožděním, tedy vlastnost vychází z toho, že deformace není jen funkcí napětí, ale i funkcí času a lze toto chování polymerů popsat pomocí teplotních a časových závislostí deformace a napětí, vycházejících z teorie lineární viskoelastivity. Časová prodleva vychází ze vzájemného uspořádání a architektury merů v polymerním systému. Pokud je teplota konstantní, můžeme toto chování studovat dvěma typy experimentů
  - Relaxace - změna napětí v polymeru v čase při konstantní deformaci, znázorněné na Obrázku 4
  - Tečení - neboli creep, je změna deformace polymeru v závislosti na čase při konstantním napětí, ukázané na Obrázku 5
  - Zotavení - někdy také nazýván jako zpětný creep, jedná se o děj, kdy na těleso po určité době přestane působit napětí, a toto zdeformované těleso se snaží vrátit do nezdeformovaného stavu



**Obr. 4:** Snížení napětí v závislosti na čase při relaxaci napětí

Z výše uvedených vlastností je zřejmé, že mechanické charakteristiky polymerů jsou velmi závislé na době zatěžování a že při dlouhodobém zatěžování jejich únosnost výrazně klesá. Tedy je zřejmé, že u dílů z polymeru creepové a relaxační procesy výrazně omezují životnost



**Obr. 5:** Nárůst deformace při konstantním napětí vlivem tečení materiálu

těchto dílů při dlouhodobém použití.

Také můžeme vidět, že krátkodobé mechanické zkoušky o polymerů mají jen informativní charakter a hodí se ve většině případů pouze pro porovnání materiálu mezi sebou a ke kontrole stálosti vlastností materiálu. V praxi jsou více informativní dlouhodobé zkoušky, které se více blíží běžnému užití polymerových dílů.

### 3.1 Mechanické vlastnosti elastomerů

Elastomery, neboli vulkanizující polymery podobné kaučuku, mají na rozdíl od běžných polymerů velmi vysokou úroveň elastické deformace při stlačení nebo napětí. Díky tomu jsou elastomery za pokojové teploty snadno elasticky deformovatelné a dokáží se tak protáhnout až několikanásobně a i přes to se vrátí do svého původního stavu. Dále jsou elastomery charakteristické i tím, že mají vysokou houževnatost jak při statickém, tak i dynamickém namáhání. Další z výhod je nepropustnost pro vzduch i vodu a také vysoká odolnost proti velké řadě rozpouštědel a dalším chemickým látkám. Jak už je výše zmíněno, vykazují také chování viskoelastické, díky čemuž se právě elastomery hodí na použití například pro pneumatiky, těsnění a tlumiče vibrací. Těchto vlastností dosahují ve velkém teplotním rozsahu a za různých klimatických podmínek, například i v atmosféře bohaté na ozon. (Sosnovcová, [12])

Další velmi velké uplatnění mají silikony. Dá se říct, že silikon určený pro lékařské použití, je nenahraditelný jiným materiálem. Jeho dobré mechanické vlastnosti, odolnost proti chemickým látkám, netoxičnost, tepelnou odolnost ( $-50^{\circ}C$  až  $+240^{\circ}C$ ) a hypoalergenní účinky z něj dělají materiál, který je vhodný pro použití například jako hadičky určené k transportu tekutin v lékařství, různé implantáty a pro mnoho dalších aplikací.

Další z velmi dobrých vlastností elastomerů je jejich dobrá přilnavost k velké řadě materiálů, což v praxi umožňuje tvorbu hybridních konstrukcí. Také se v praxi často kombinují s

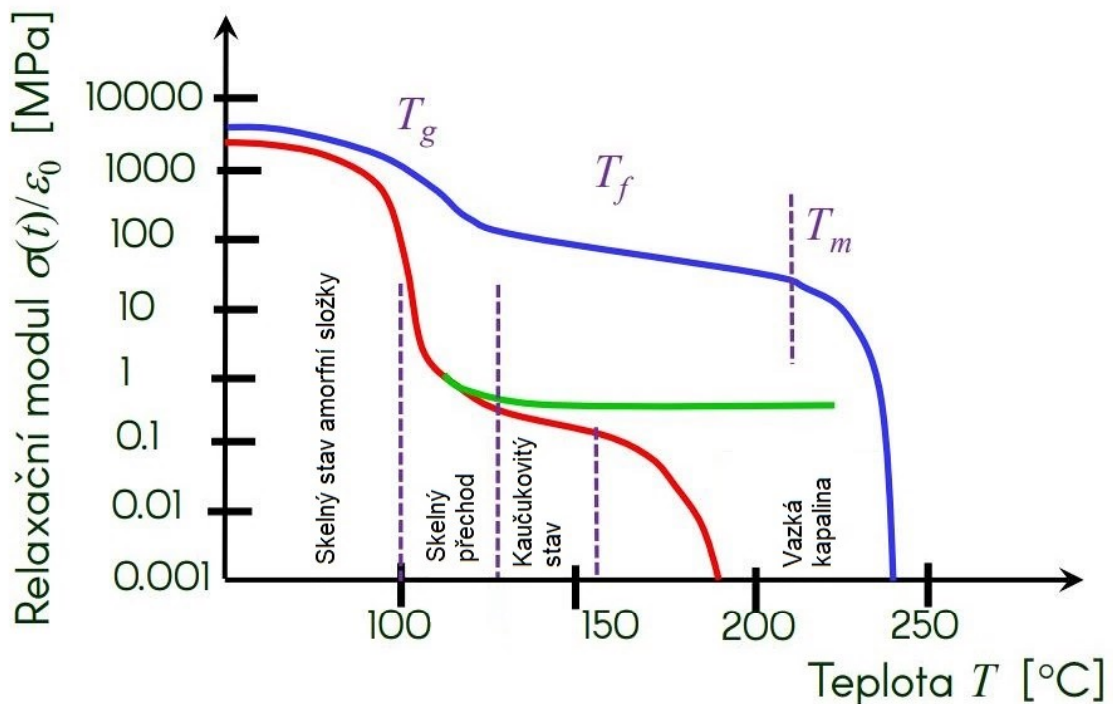


různými vlákny, jako je polyamid, polyester, skelná vlákna, ocelová vlákna a mnoha dalšími, díky kterým následně dochází ke zvýšení pevnosti v tahu a snížení roztažnosti.

Vlastnosti, kterých lze u elastomerů dosáhnout, závisí hlavně na volbě kaučuku, složení směsi, dále na výrobním procesu a v neposlední řadě také na tvaru koncového výrobku. S ohledem na množství a typ chemikálií a aditiv se následně přistupuje ke zmiňované vulkanizaci, kterou se výsledné vlastnosti elastomeru dají velmi ovlivnit.

### 3.1.1 Skelný přechod

Elastické chování elastomerů je omezeno teplotou, která se nazývá teplota skelného přechodu. Při teplotách nižších, než je tato teplota, se řetězce molekul pohybují jen velmi těžko a elasticita elastomeru je snížena. Dostávají se tedy do stavu, kdy jsou tuhé a křehké. Tento průběh pro polystyren je zobrazen na Obrázku 6. Teploty skelného přechodu pro některé polymerní materiály jsou zobrazeny v Tabulce 1.



Obr. 6: Pevná a kapalná fáze polystyrenu (převzato z [7])

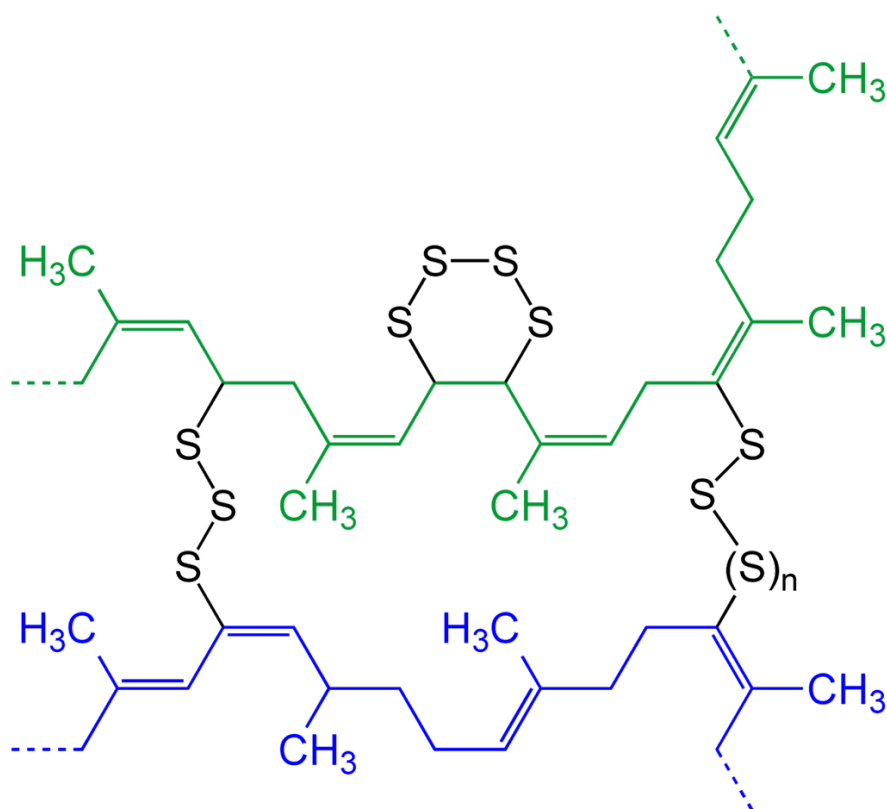
### 3.1.2 Vulkanizace elastomeru

Vulkanizace je chemická reakce, díky které v molekulách elastomeru dochází k zesíťování. V elastomeru jsou totiž dlouhé polymerní řetězce, které se nezávisle na sobě mohou pohybovat, a proto dochází v materiálu k trvalé, tedy plastické deformaci. Pokud chceme docílit požadovaných vlastností elastomeru, musíme vulkanizovat. K tomuto jevu dochází

**Tab. 1:** Teplota skelného přechodu u některých polymerů (převzato z [10])

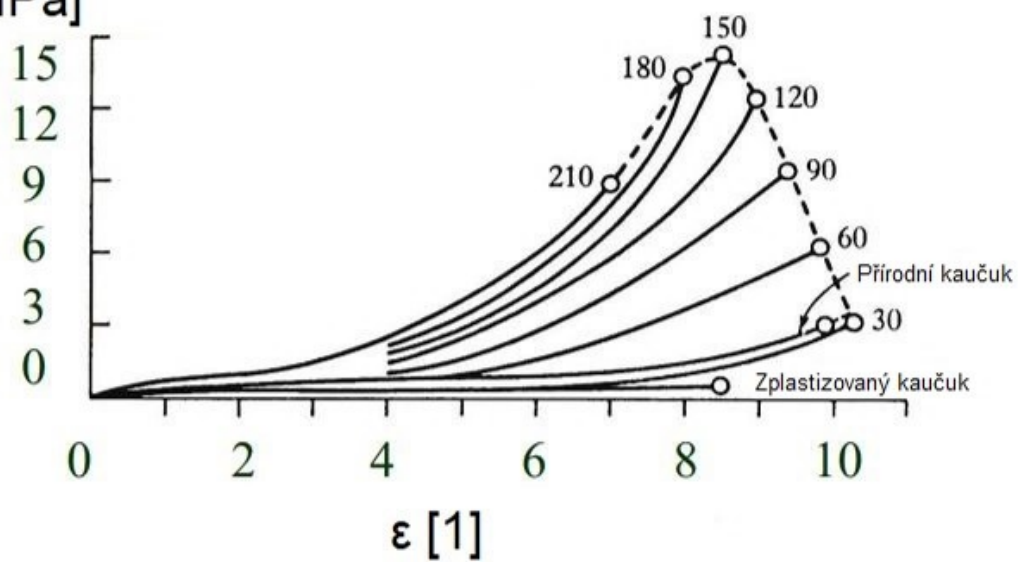
Název materiálu	Zkratka	Teplota skelného přechodu [°C]
Přírodní kaučuk	NR	-70
Butadien-styrenový kaučuk	SBR	-50
Isoprenový kaučuk	IIR	-55
Neměkčený polyvinylchlorid	PVC-U	85
Polypropylen	PP	-15
Standardní polystyren	PS-GP	95

za zvýšené teploty, nebo přidáním činidla, jako je například síra. Díky tomu vznikají v elastomeru disulfidické můstky, které se nachází mezi jednotlivými makromolekulami elastomeru. Z tohoto důvodu již polymerní řetězce mají omezenou možnost pohybu nezávisle na sobě. Vzniká tedy trojrozměrná polymerní síť. Pokud chceme dosáhnout tvrdší pryže, musí vulkanizace trvat po delší dobu. Pro názornou ukázkou je na Obrázku 7 vidět disulfidický můstek u přírodního kaučuku. Pomocí vulkanizace tedy můžeme ovlivňovat pružnost, pevnost a tvrdost elastomeru. Vliv doby vulkanizace na chování přírodního kaučuku je znázorněn na Obrázku 8.



**Obr. 7:** Disulfidický můstek u polyisoprenu (převzato z [5])

Smluvní napětí  
[MPa]



Obr. 8: Chování přírodního kaučuku pro různou dobu vulkanizace (převzato z [7])

## 4 Tahová zkouška polymeru

### 4.1 Základní princip tahové zkoušky

Tato zkouška patří k velmi ověřeným a řadu let používaným makroskopickým zkouškám, používaným k zjištění mechanických vlastností materiálů. Vystavíme-li těleso tahovému namáhání v jednom směru, mluvíme o tzv. jednoosé tahové zkoušce. Při této zkoušce dochází k jednoosému namáhání v tahu a my zjišťujeme deformaci, resp. poměrné prodloužení závislé na normálovém napětí. Z těchto dat sestrojíme tzn. deformační křivku, z které je možné odečíst některé velmi důležité vlastnosti materiálu, jako je mez kluzu, mez pevnosti apod. Při zkoušce nejdříve upevníme zkušební těleso do čelistí zkušebního stroje a připojíme k tělesu průtahoměr, nebo můžeme sledovat protažení pomocí kamery a detekčních bodů. Během zkoušky měříme sílu v závislosti na poměrném prodloužení tahaného vzorku.

K výpočtu smluvního napětí  $\sigma$  platí rovnice (1). Pro výpočet poměrného prodloužení rovnice (2) a pro výpočet jmenovitého poměrného prodloužení rovnice (3).

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad [MPa] \quad (1)$$

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{L} \cdot 100 \quad [\%] \quad (2)$$

$$\epsilon_t = \frac{L_t}{L_c} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3)$$

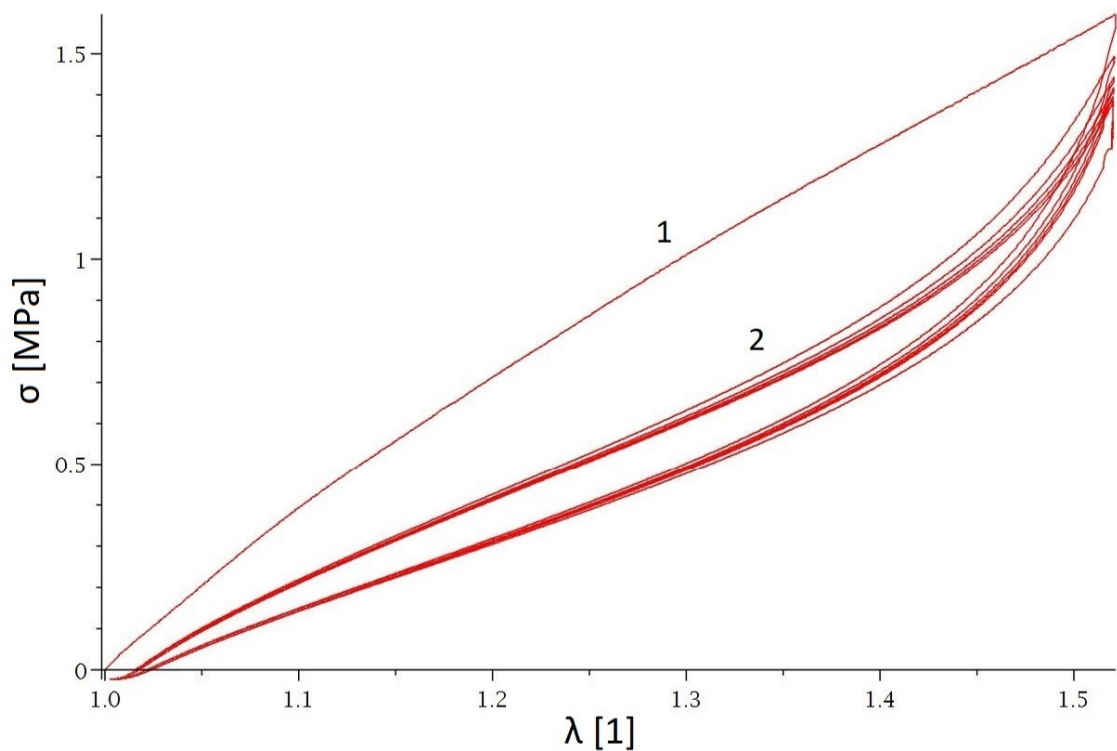
kde  $F$  je síla působící na vzorek [ $N$ ],  $S_0$  je počáteční průřez vzorku [ $mm^2$ ],  $L$  je počáteční délka vzorku [ $mm$ ],  $\Delta l$  je přírůstek délky vzorku [ $mm$ ],  $L_c$  je upínací vzdálenost mezi čelistmi zkušebního stroje a  $L_t$  je přírůstek vzdálenosti mezi čelistmi zkušebního stroje.

Rozměry a tvary zkušebních těles jsou pro konkrétní materiál dány normou. Velmi často se však u polymerů užívá oboustranných lopatek, někdy také nazývané osmička. Díky jejich tvaru je možné vzorek dobře upnout do čelistí zkušebního stroje a napětí se při zkoušce koncentruje do zúžené části zkušebního vzorku. U zjištění tahových vlastností kaučuku je také možné použít vzorek ve tvaru kroužku. Pásky se používají při měření folií nebo desek.

Z deformační křivky, získané při měření tahových vlastností polymeru, určujeme pevnostní charakteristiku zkoušeného materiálu. Značení jednotlivých mechanických charakteristik, které je použito v textu, je pro plasty dáno mezinárodními předpisy. Pro elastomery je značení jiné, avšak význam mechanických charakteristik je totožný.

## 4.2 Cyklická tahová zkouška

Cyklická tahová zkouška spočívá v opakovaném protahování a následném odlehčování zkoušeného vzorku v několika cyklech. Díky tomuto systému provedení zkoušky je možné eliminovat některá specifická působení materiálu, která mohou být pro měření některých vlastností nepotřebná. Největším ovlivněním tahové zkoušky, které díky cyklickému zatěžování minimalizujeme, je energie, která se v prvním cyklu disipuje. Tato vlastnost však může být někdy velmi užitečná. Díky tomu je při cyklické tahové zkoušce elastomeru první zatěžovací křivka výrazně odlišná od následujících, které se postupně ustalují. To je vidět na Obrázku 9. Kde můžeme pozorovat, že 1. zatěžovací cyklus se výrazně liší od 2. a dalších cyklů.

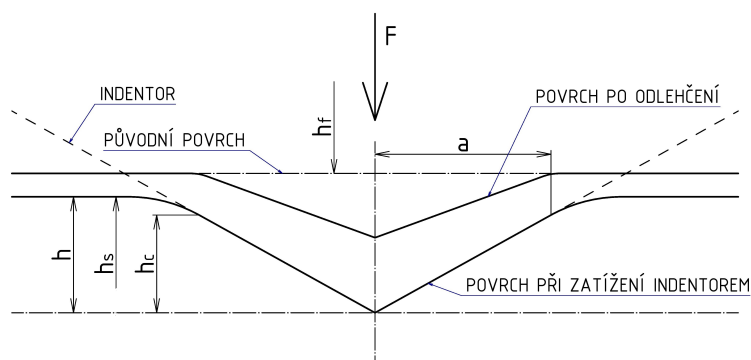


**Obr. 9:** Průběh při napětí  $\sigma$  v závislosti na streči  $\lambda$  při cyklické tahové zkoušce elastomeru, kde  $\lambda$  je dána vzorcem (4)

## 5 Nanoindentace

### 5.1 Základní princip nanoindentace

Hlavním principem nanoindentace je vlačování předem známého hrotu (indentoru) do zkoumaného materiálu. Indentor je zatěžován silou  $F$ , díky které pronikne do hloubky  $h$ . Tyto data jsou ukládána a mechanické vlastnosti jsou získány z jednoho cyklu zatěžování a odlehčování.

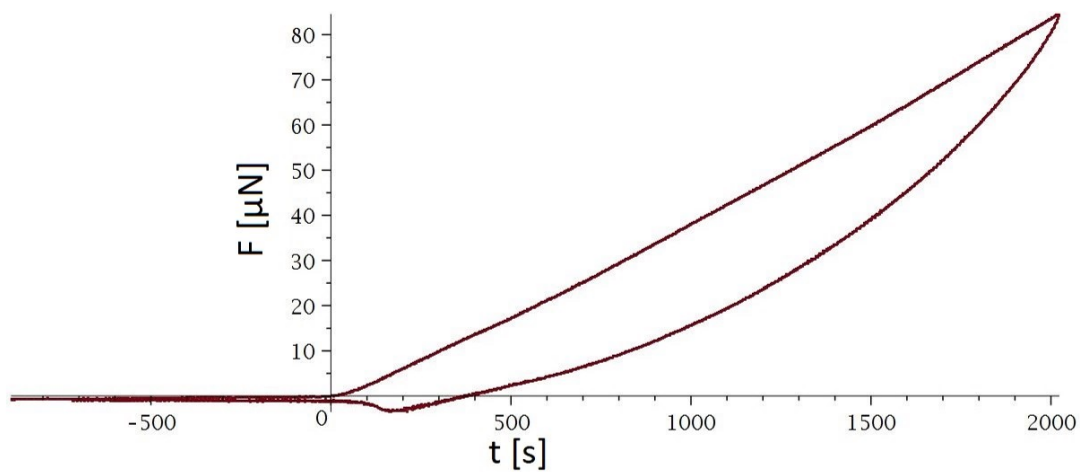


Obr. 10: Povrch při zatížení indentorem (překresleno z [8])

Na Obrázku 10 je vidět schématicky povrch vzorku před indentací, během ní a po odlehčení, kde je vidět otisk indentoru, který zůstane na povrchu. Kde  $h$  - indentační hloubka,  $h_c$  - kontaktní hloubka,  $h_s$  - posunutí obvodu kontaktu oproti původnímu povrchu,  $a$  - kontaktní poloměr,  $F$  - síla.

### 5.2 Účinek adheze

U měkkých materiálů, jako jsou polymery, může být nanoindentací zkouška ovlivněna působením adhezních sil. To znamená, že pokud se ke zkoumanému materiálu přiblížíme na velmi malou vzdálenost, materiál přilne k indentoru a my můžeme pozorovat zápornou velikost síly, která působí na indentor. Síla je záporná, neboť materiál se snaží přitáhnout indentor. Podobný jev můžeme vidět i při odlehčování. Zde je naopak materiál přilnutý k indentoru a my musíme vytvořit sílu, která odtrhne indentor od povrchu. Tento jev můžeme pozorovat na Obrázku 11, kde je vidět, že adheze má velký vliv na tvar odlehčovací křivky.



**Obr. 11:** Vliv adheze při nanoindentaci

## **6 Cíl bakalářské práce**

Cílem práce je změřeni mechanických vlastností elastomeru pomocí tahové zkoušky a pomocí nanoindentace. Z těchto naměřených dat stanovit Youngův modul pružnosti elastomeru z každého typu měření a následné srovnání těchto modulů.



## 7 Popis experimentu

### 7.1 Materiál měřeného vzorku

Vzorky pro tahovou i nanoindentační zkoušku byly připraveny z latexové hmoty, která zbyla v laboratoři 12 124 po předchozích experimentech zaměřených na využití latexu, jakožto konstrukčního prvku v automobilovém průmyslu. U tohoto latexu bohužel není znám jeho výrobce ani detaily chemického složení.

### 7.2 Tahová zkouška

#### 7.2.1 Příprava vzorků pro tahovou zkoušku

Pro provedení tahové zkoušky je potřeba nejprve připravit vzorky z latexu na potřebný rozměr. Pro měření bylo připraveno pět vzorků. Vzorky byly pomocí skalpelu nařezány na proužky z dodaného latexu, jejichž přesná šířka byla změřena po upnutí do testovacího stroje pomocí analýzy obrazu. Tloušťka vzorku byla změřena pomocí mikrometru na třech různých místech a následně byla dopočítána průměrná tloušťka každého ze vzorků.

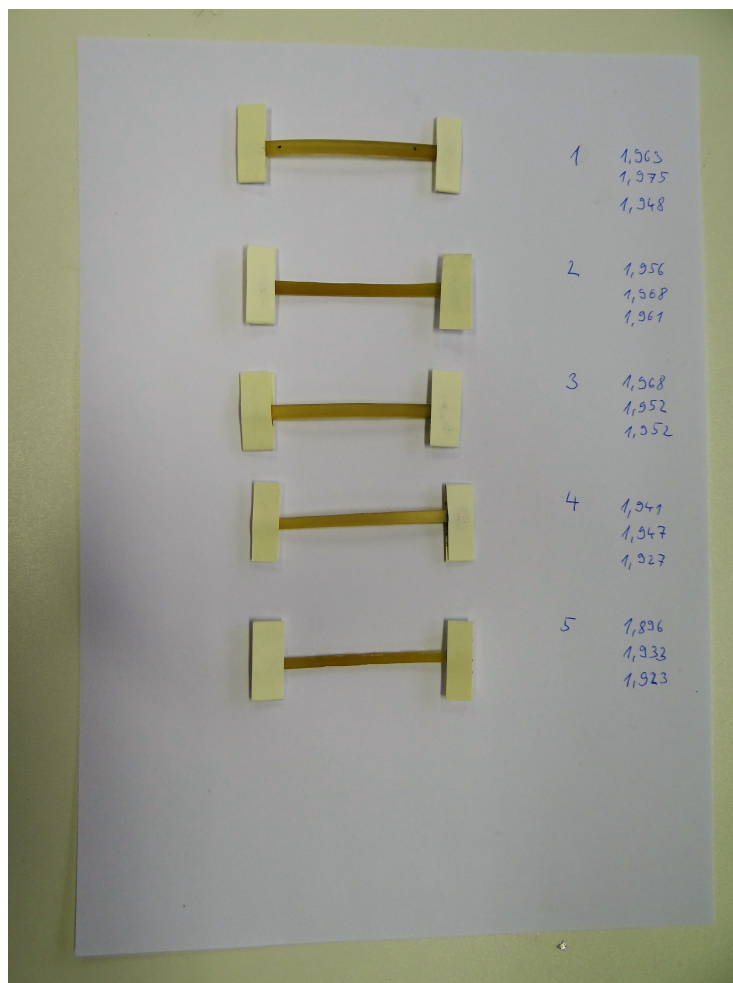
Každý z těchto vzorků byl před měřením upnut do čelistí přístroje na provedení tahové zkoušky. Pro snadnější upnutí byli na konce vzorků upevněny proužky papíru. Jelikož mají čelisti pro pevné upnutí vzorku zuby, které do vzorku mohou vnést nežádoucí napětí, byl úsek vzorku, na kterém se měřilo prodloužení, zkrácen. K vyhodnocení délky byly na vzorek nalepeny referenční proužky, díky kterým mohl přístroj pomocí kamery rozpoznat hranice úseku, na kterém bylo následně prováděno měření poměrného prodloužení. (Obrázek 13) Pro zjištění délky bylo do stejné vzdálenosti od objektivu kamery vedle vzorku přiloženo měřítko, díky kterému se mohla dopočítat přesná délka a šířka měřeného úseku. (Obrázek 14.)

Z naměřené šířky a tloušťky každého vzorku byla dopočítána plocha řezu vzorkem kolmého na osu tahové zkoušky, která byla následně potřebná k vyhodnocení celé zkoušky.

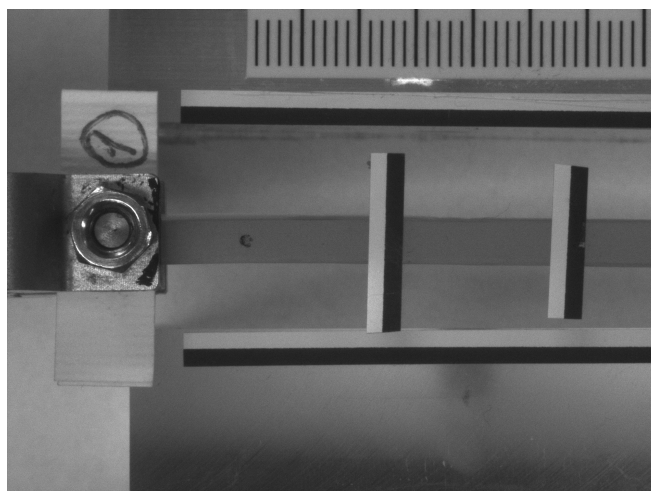
Na Obrázku 15 je vidět protažení vzorku oproti původní délce, zobrazené na Obrázku 13.

#### 7.2.2 Měřicí soustava pro tahovou zkoušku

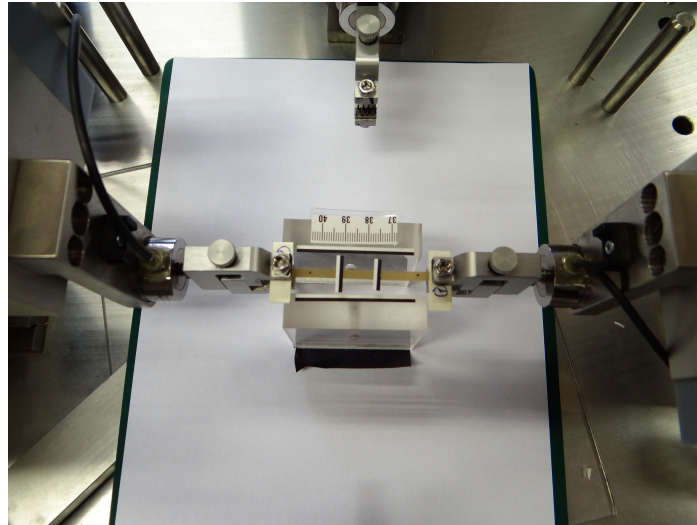
Pro experiment byl použit biaxiální zkušební stroj pro mechanické zkoušení měkkých tkání a elastomerů od firmy Zwick/Roell. Tento stroj může měřit vzorky na namáhání v tahu a tlaku při jednoosém nebo dvouosém namáhání. Byl použit snímač zatížení U9B HBM, jehož rozsah je od  $-50N$  do  $+50N$ . Stroj pak umí vytvořit maximální zatížení od  $-250N$  do



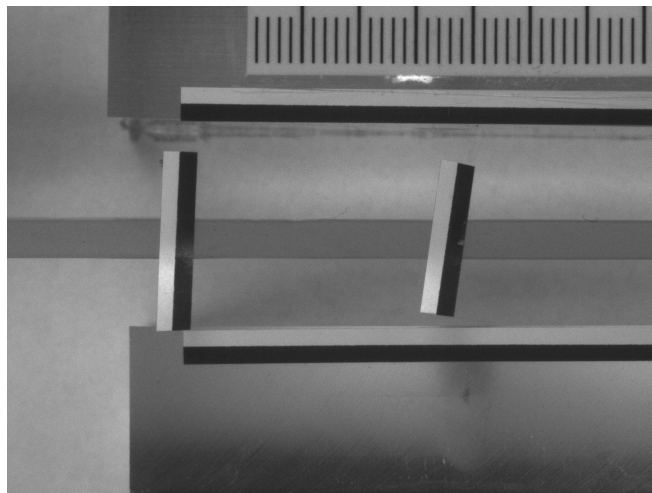
**Obr. 12:** Vzorky latexu připravené pro provedení měření



**Obr. 13:** Vzorek číslo 1 upnutý do přístroje na tahovou zkoušku s nalepenými detekčními proužky



**Obr. 14:** Vzorek upevněný v čelistích měřícího stroje



**Obr. 15:** Vzorek číslo 1 protažený během tahové zkoušky na maximální délku protažení

+250N. O posuv se starají 4 motory, kde každý z nich má rozsah 0 až 70mm rychlostí maximálně 30mm/s. Snímače polohy pak umí detekovat polohu po 1 $\mu$ m.

Během experimentu byl vzorek upevněn v čelistích tohoto přístroje. Pro vyhodnocení prodloužení vzorku byla použita analýza obrazu za pomoci kamery upevněné na tomto přístroji. Pro změření síly potřebné k protažení vzorku slouží snímače uložené v každé z čelistí.



**Obr. 16:** Testovací stroj s upevněným vzorkem

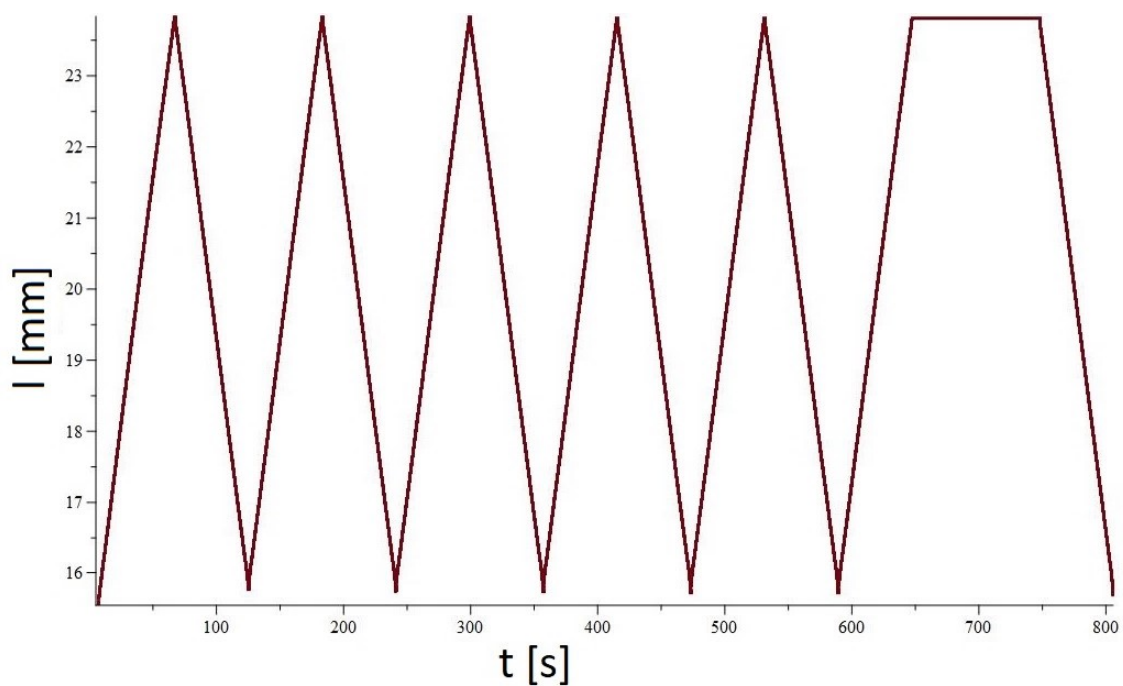
### 7.2.3 Postup měření tahové zkoušky

Vzorek latexu upevněný do čelistí přístroje pro tahovou zkoušku byl namáhán jednoosým zatížením v podélném směru. Průběh každé z pěti tahových zkoušek vypadal takto:

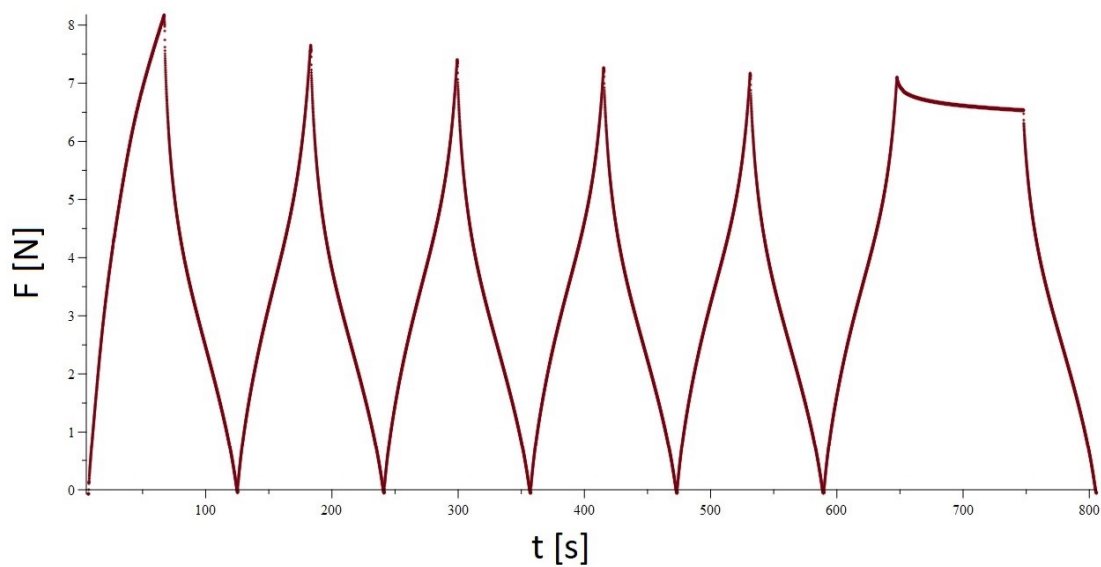
- Čtyři cykly, kde v každém z nich nejprve probíhalo 60 sekund protahování vzorku rychlostí 0,5 milimetrů za sekundu a následné zkracování na počáteční délku rychlostí 0,5 milimetrů za sekundu
- Protažení vzorku rychlostí 0,5 milimetrů za sekundu po dobu 60 sekund
- Setrvání na dosažené délce podobu 100 sekund
- Zkracování vzorku rychlostí 0,5 milimetrů za sekundu po dobu 60 sekund

Pro vyhodnocení síly, nutné k dopočítání potřebných veličin byla použita data o průběhu protažení a síly během experimentu. Průběh síly  $F$  v závislosti na čase je vidět na Obrázku 18. Síla  $F$ , potřebná k vyhodnocení, byla získána jako průměrná síla naměřená pomocí dvou snímačů. K výpočtu Youngova modulu bylo použito poslední zatěžování, kde se předpokládalo, že se již odezva materiálu ustálila do přibližně opakovatelné podoby.

Průběh všech zkoušek je vidět na Obrázku 20.

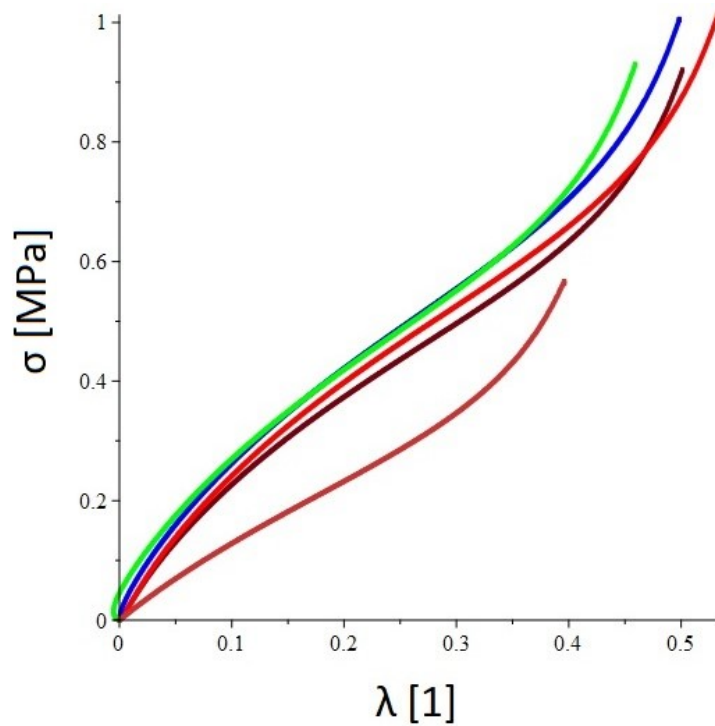


**Obr. 17:** Průběh celého zatěžování vzorku 1 v závislosti na čase

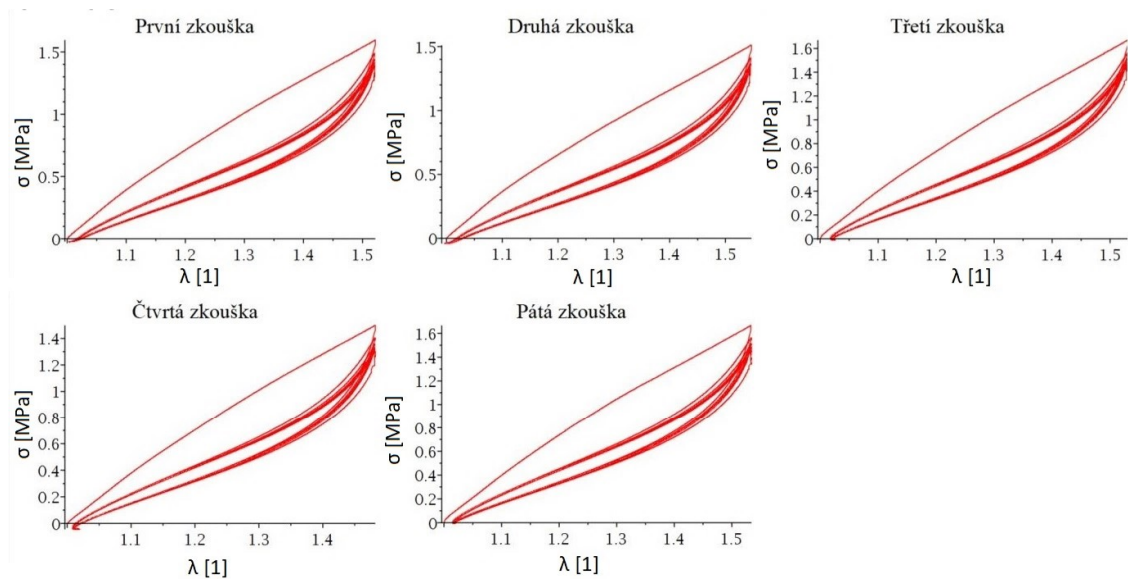


**Obr. 18:** Závislost síly  $F$  na čase  $t$  pro první zkoušku





**Obr. 19:** Závislost napětí  $\sigma$  na streči  $\lambda$  pro poslední zatěžovací cyklus všech měření



**Obr. 20:** Závislost napětí  $\sigma$  na streči  $\lambda$  pro všechny tahové zkoušky

## 7.2.4 Vyhodnocení zatěžování vzorku během tahové zkoušky

Nejprve bylo potřeba najít počátek a konec pátého zatěžovacího cyklu. Následně pak spočítat poměrné prodloužení vzorku a smluvní napětí. K tomu byly použity tyto vzorce:

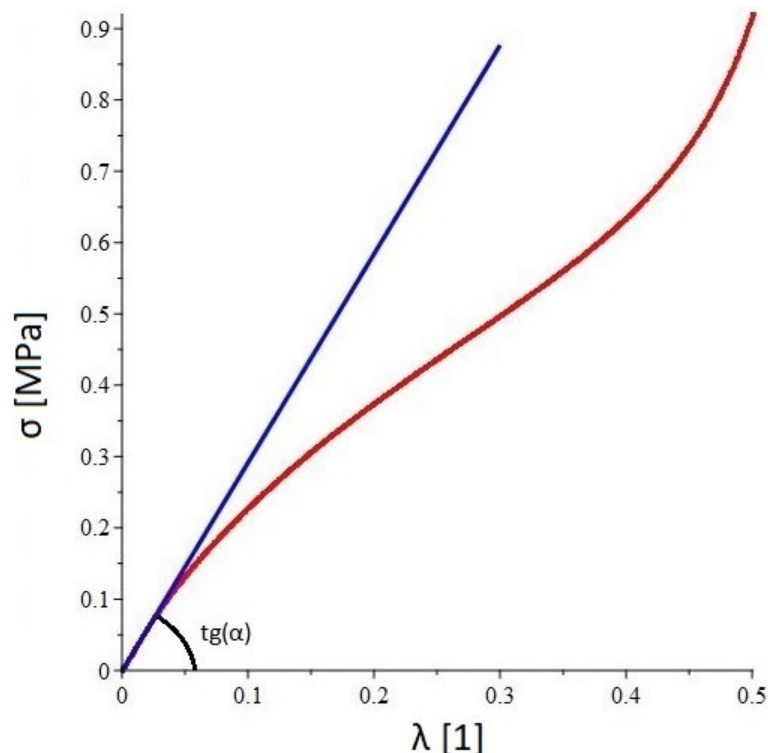
$$\lambda = \frac{l}{L} = \frac{\Delta l + L}{L} = \epsilon + 1 \quad (4)$$

Kde  $\lambda$  je streč (v české literatuře často označována jako protažení),  $\Delta l$  je přírůstek délky měřeného úseku vzorku a  $L$  je počáteční délka tohoto úseku.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \cdot \lambda \quad (5)$$

Kde  $\sigma$  je napětí ve směru osy zatěžování,  $F$  je síla potřebná k protažení vzorku,  $S$  je plocha řezu vzorku kolmé na osu zatěžování a  $\lambda$  je streč.

Následně byl sestaven graf průběhu  $\sigma$  na  $\lambda$ . V tomto grafu byla v počátku sestrojena tečna ke grafu a její směrnice odpovídá počátečnímu Youngovu modulu pružnosti  $E$  latexu.



**Obr. 21:** Závislost smluvního napětí  $\sigma$  na streči  $\lambda$  pro pátý zatěžovací cyklus s proloženou tečnou v počátku

Rovnice tečny byla proložena podle vzorce

$$y = ax + b \quad (6)$$

z které lze odvodit, že

$$a = \operatorname{tg}(\alpha) = E \quad (7)$$

Získáním této směrnice pro všechna měření dostáváme pět hodnot Youngova modulu pružnosti latexu.

**Tab. 2:** Youngův modul  $E$  pro každou tahovou zkoušku

Číslo měření	$E$ [MPa]
1	2,926
2	3,087
3	3,820
4	3,908
5	1,466

V Tabulce 2 můžeme vidět výsledné Youngovi moduly pro tahovou zkoušku. Průměrná hodnota a směrodatná odchylka Youngova modulu je tedy  $E = 3,041 \pm 0,705 \text{ MPa}$ .



## 7.3 Nanoindentace

### 7.3.1 Příprava vzorků pro nanoindentaci

Z proužku latexu uříznutého pomocí skalpelu byla odříznuta část o rozměrech asi  $5 \times 5 \text{ mm}$  a o tloušťce  $2 \text{ mm}$ . Tato část byla očištěna pomocí dvou kapalin, a to nejprve acetonem a po uschnutí ethanolem. Vzorek byl následně přilepen na desku pracovního stolu přístroje za pomoci lepidla LOCTITE SuperATAK Brush on.

### 7.3.2 Měřicí soustava pro nanoindentaci

Vyhodnocení nanoindentační zkoušky latexu proběhlo na přístroji TI 950 TriboIndenter<sup>TM</sup>, který vyrábí americká firma Hysitron, Inc. Indentovalo se pomocí hlavy přístroje, která svým posuvem indentuje hrotem do materiálu. Jako indenter pro provedení této zkoušky byl použit konosférický hrot, jehož vrcholový úhel je  $90^\circ$  a poloměr zaoblení sférické části je  $9 \mu\text{m}$ . Pro indentaci elastomerů je hrot dobrou volbou, a to díky tomu, že z důvodu sférického zakončení má větší kontaktní plochu se zkoumaným materiálem.

### 7.3.3 Postup měření nanoindentace

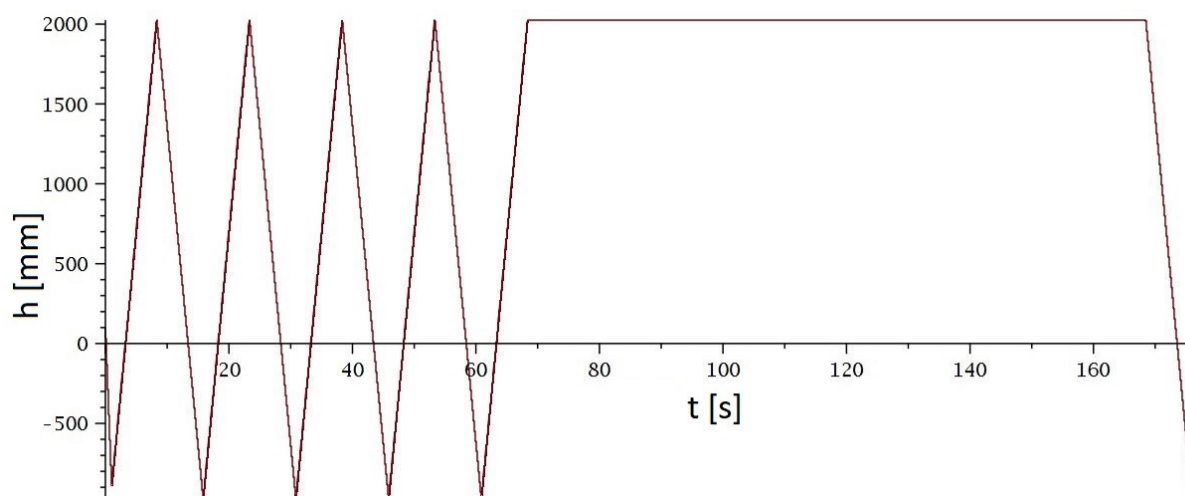
Neboť se řadí nanoindentace mezi nanoskopické zkoušky, nejprve jsme se rozhodli dát vzorek latexu pod mikroskop, který je součástí měřícího přístroje, abychom viděli strukturu povrchu. Následně jsme pomocí mikroskopu povrch vyfotografovali.

Pro napodobení tahové zkoušky latexu byl zvolen postup nanoindentační zkoušky takto:

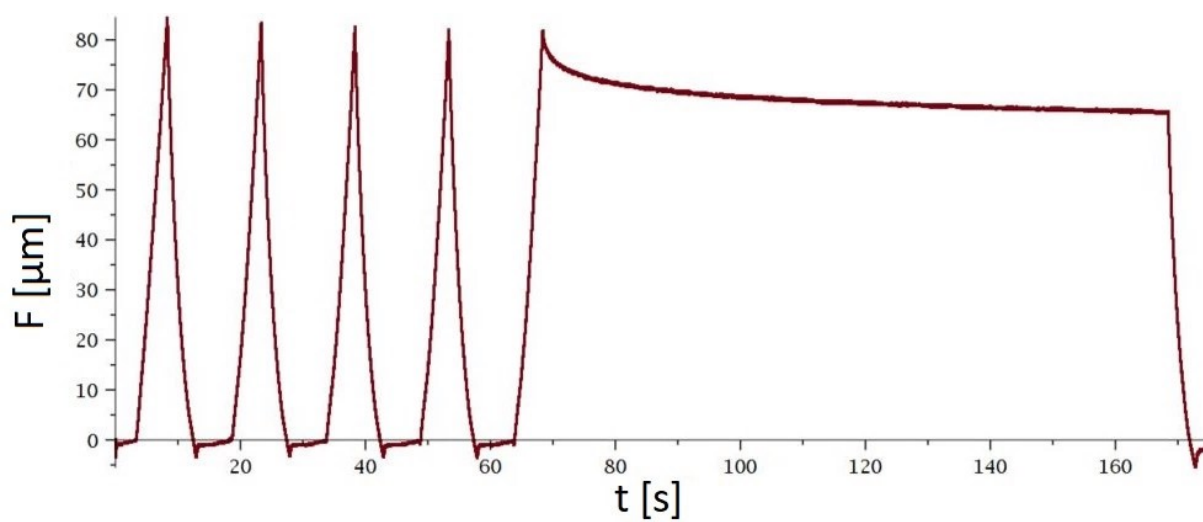
- Čtyři cykly, kde v každém z nich nejprve probíhalo zapíchnutí indentoru do vzorku po dobu 5 sekund rychlostí  $0,5 \text{ mikrometrů za sekundu}$  a následné odlehčování na počáteční polohu rychlostí  $0,5 \text{ mikrometrů za sekundu}$ .
- Zapíchnutí indentoru do vzorku rychlostí  $0,5 \text{ mikrometrů za sekundu}$  po dobu 5 sekund.
- Setrvání na této pozici po dobu 100 sekund.
- Odlehčení na počáteční stav rychlostí  $0,5 \text{ mikrometru za sekundu}$  po dobu 5 sekund.

Tento průběh je znázorněn na obrázku 22.

Jak je z obrázku 22 patrné, jde kontaktní hloubka i do záporných hodnot. To je způsobené adhezí mezi indentorem a zkoumaným materiálem, kdy díky adhezi materiál přilne k indentoru před jeho dotykem a vysune indenter z měřící hlavy. Pak při vytahování indentoru zůstává přilnut a následně se odtrhne. To můžeme pozorovat i na obrázku 23.

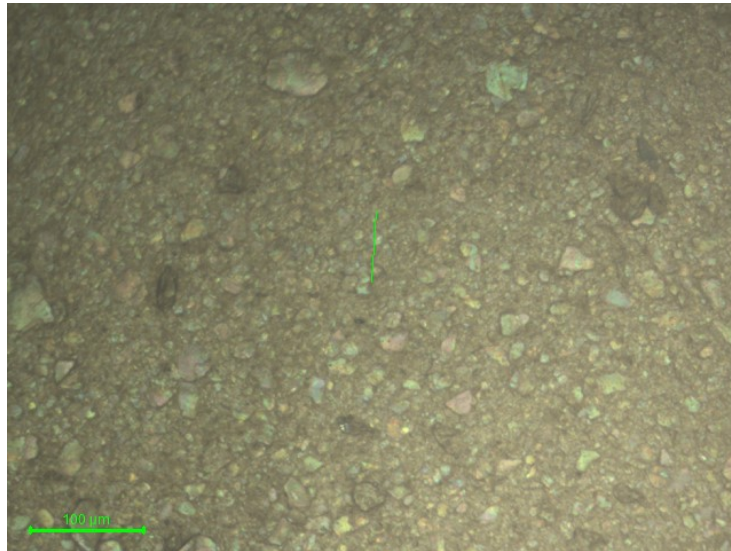


**Obr. 22:** Průběh nanoindentační hloubky  $h$  v závislosti na čase  $t$



**Obr. 23:** Průběh síly  $F$  naměřené při nanoindentaci v závislosti na čase  $t$

Nanoindentační zkouška se řadí mezi nanoskopické zkoušky, tím pádem může být ovlivněna nečistotami na povrchu, nebo jeho oxidací, případně jeho nehomogenitou. Z tohoto důvodu byl nejprve vzorek dán pod mikroskop, který je součástí nanoindentačního stroje, aby byla ověřena plocha indentace.



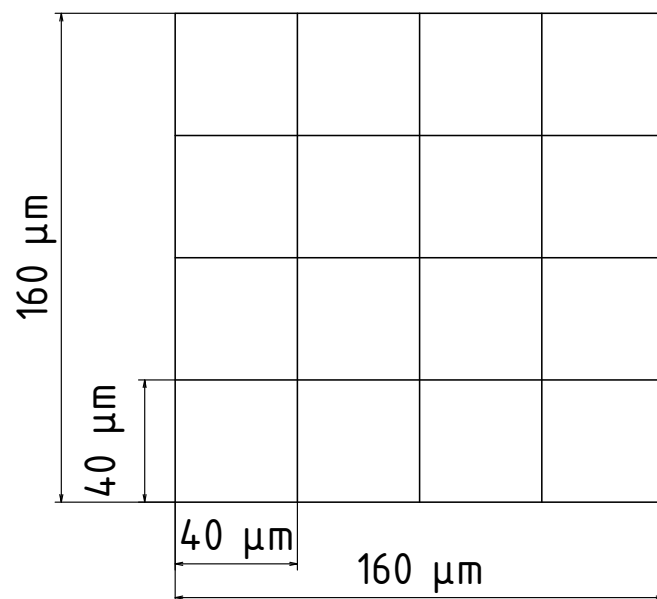
**Obr. 24:** Povrch vzorku latexu pod mikroskopem

Jak je patrné z obrázku 24, povrch vzorku není homogenní, a proto by při indentaci do zrna nečistoty nebo jiného vměstku, mohlo dojít k ovlivnění výsledků měření. Zvoleno tedy bylo místo, které bylo nejvíce homogenní. Zde byla provedena indentační zkouška v indentační matici  $4 \times 4$ , tedy celkově 16 indentů. Mezi indenty byla navolena vzdálenost  $40 \mu m$ . Tato matice je znázorněna na obrázku 25.

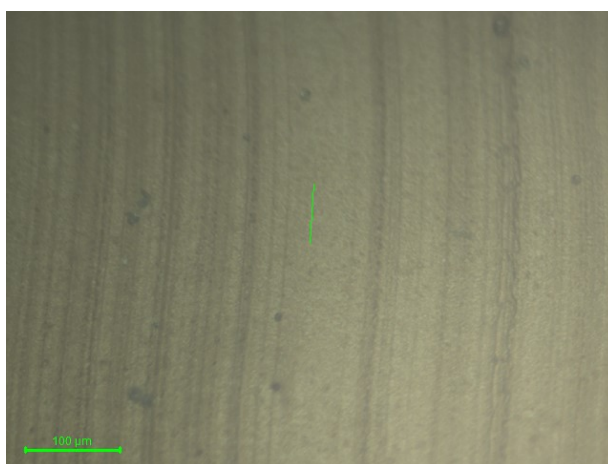
Z důvodu nehomogenity povrchu bylo rozhodnuto ještě pro indentaci vzorku v rovině řezu. Řez vzorku byl proveden pomocí skalpelu a vzorek opět přilepen pomocí lepidla k pracovnímu stolu.

Jak je z obrázku 26 patrné, vzorek v řezu je homogennější než povrch. Zde byla také provedena indentační zkouška v indentační matici  $4 \times 4$ , která je zobrazená na obrázku 25, a tedy bylo získáno opět 16 indentů.

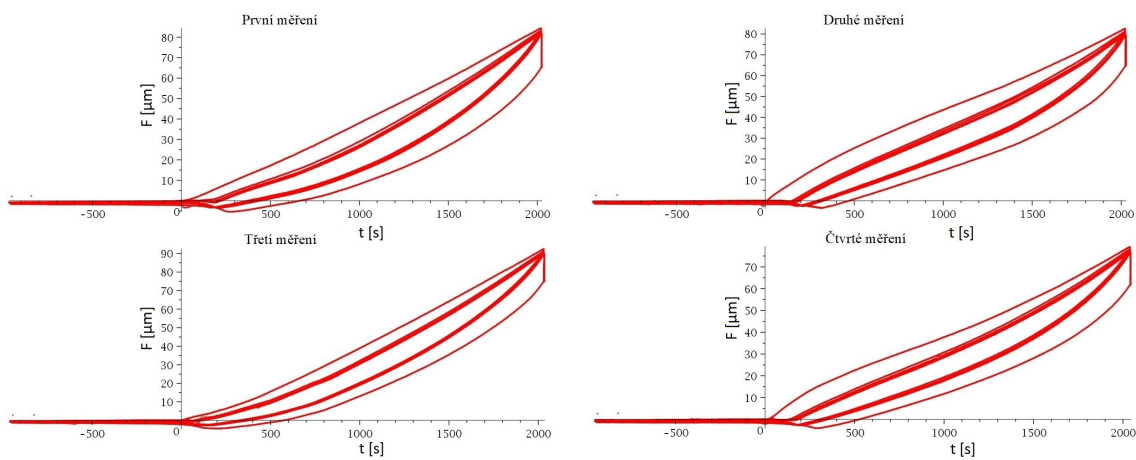
Z těchto indentů byla odstraněna všechna měření, která vykazovala artefakty nebo jinak selhala. Zbyla celkem čtyři měření, jejichž průběh odpovídal předpokládanému průběhu zkoušky. Měření jsou zobrazeny na obrázku 27. Pro indentaci v rovině řezu po odstranění všech špatných měření zbylo celkem sedm měření, odpovídajících předpokladu. Ty jsou zobrazeny na obrázku 28. Všechny tyto měření byli následně vyhodnoceny.



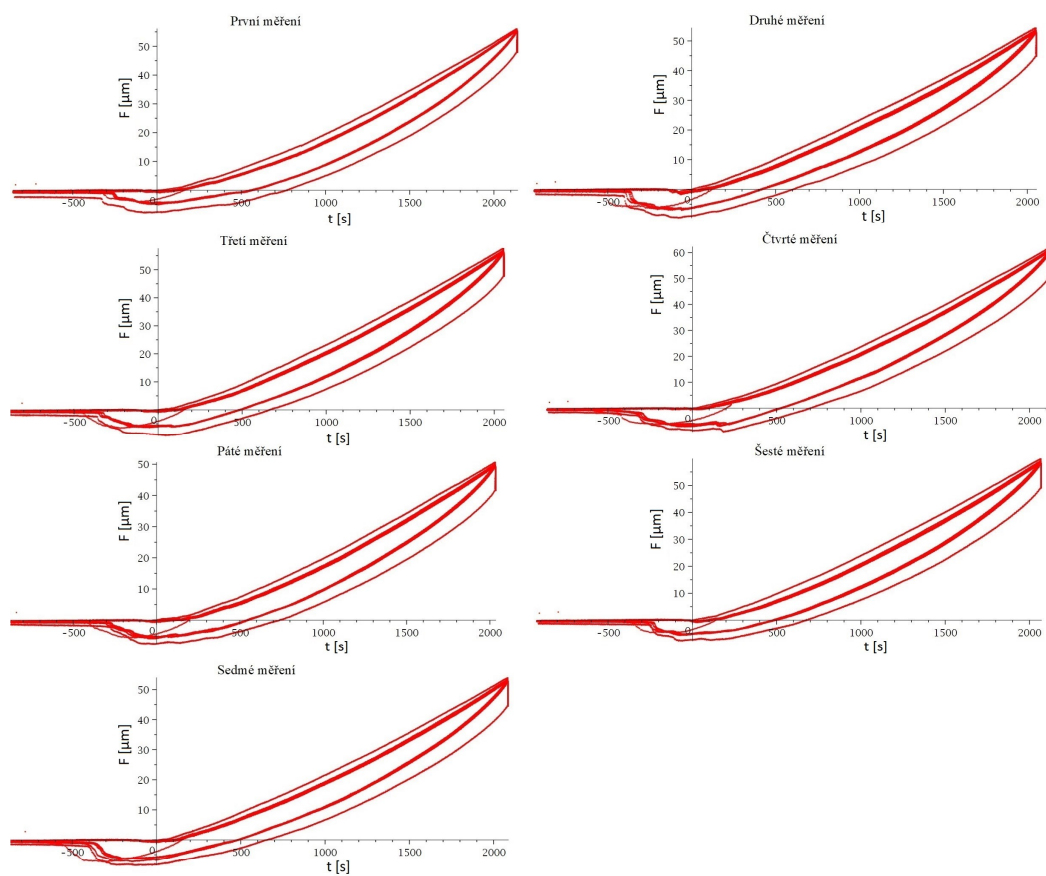
**Obr. 25:** Matice indentů



**Obr. 26:** Povrch vzorku latexu v řezu pod mikroskopem



**Obr. 27:** Závislost  $F$  na čase pro všechny měření na povrchu latexu



**Obr. 28:** Závislost  $F$  na čase pro všechny měření v řezu latexu

### 7.3.4 Sneddonova hypotéza a odvození vzorců pro vyhodnocení nanoindentační zkoušky

Vyhodnocení naměřených dat z nanoindentační zkoušky bylo provedeno pomocí Sneddonovy hypotézy. Tato hypotéza vychází z výsledků Hertzovy hypotézy kontaktního tlaku mezi dvěma koulemi.

Sneddonova hypotéza dává do vzájemného vztahu zatěžovací sílu, redukovaný Youngův modul pružnosti, poloměr zaoblení hrotu a kontaktní rádius. (Herbert, [4])

$$F = \frac{4E_r a^3}{3R} \quad (8)$$

Kde  $F$  je zatěžovací síla,  $E_r$  je redukovaný Youngův modul pružnosti,  $a$  je kontaktní poloměr a  $R$  je poloměr zaoblení sférické části indentoru.

Jelikož při indentaci nebyla překročena hloubka, při které je nutné uvažovat konickou část indentoru, uvažuje se jen sférická část pro vyhodnocení dat.

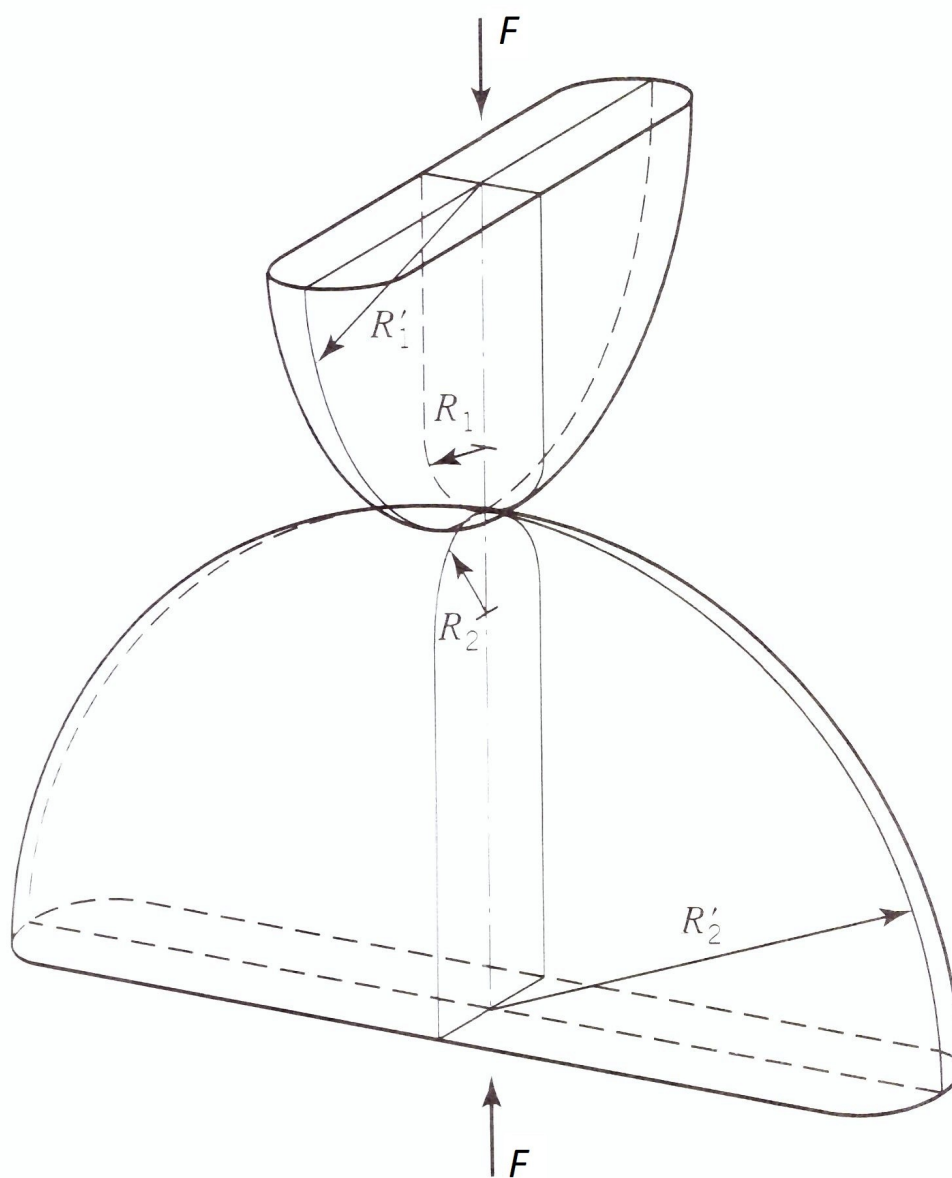
Zatěžovací síla  $F$  byla naměřena přímo pomocí přístroje, radius indentoru  $R$  je známý, bylo tedy nutné získat kontaktní poloměr  $a$ . K vyřešení tohoto problému je nutno se podívat na problém určujícímu kontaktní napětí. Modelová představa průběhu kontaktu, popsána vztahem mezi dvěma různě zaoblenými kotouči, je znázorněna na Obrázku 29.

Tento model lze použít, pokud je materiál obou těles homogenní, izotropní a elastický ve shodě s Hookovým zákonem. Avšak obě tělesa mohou být z rozdílného materiálu.

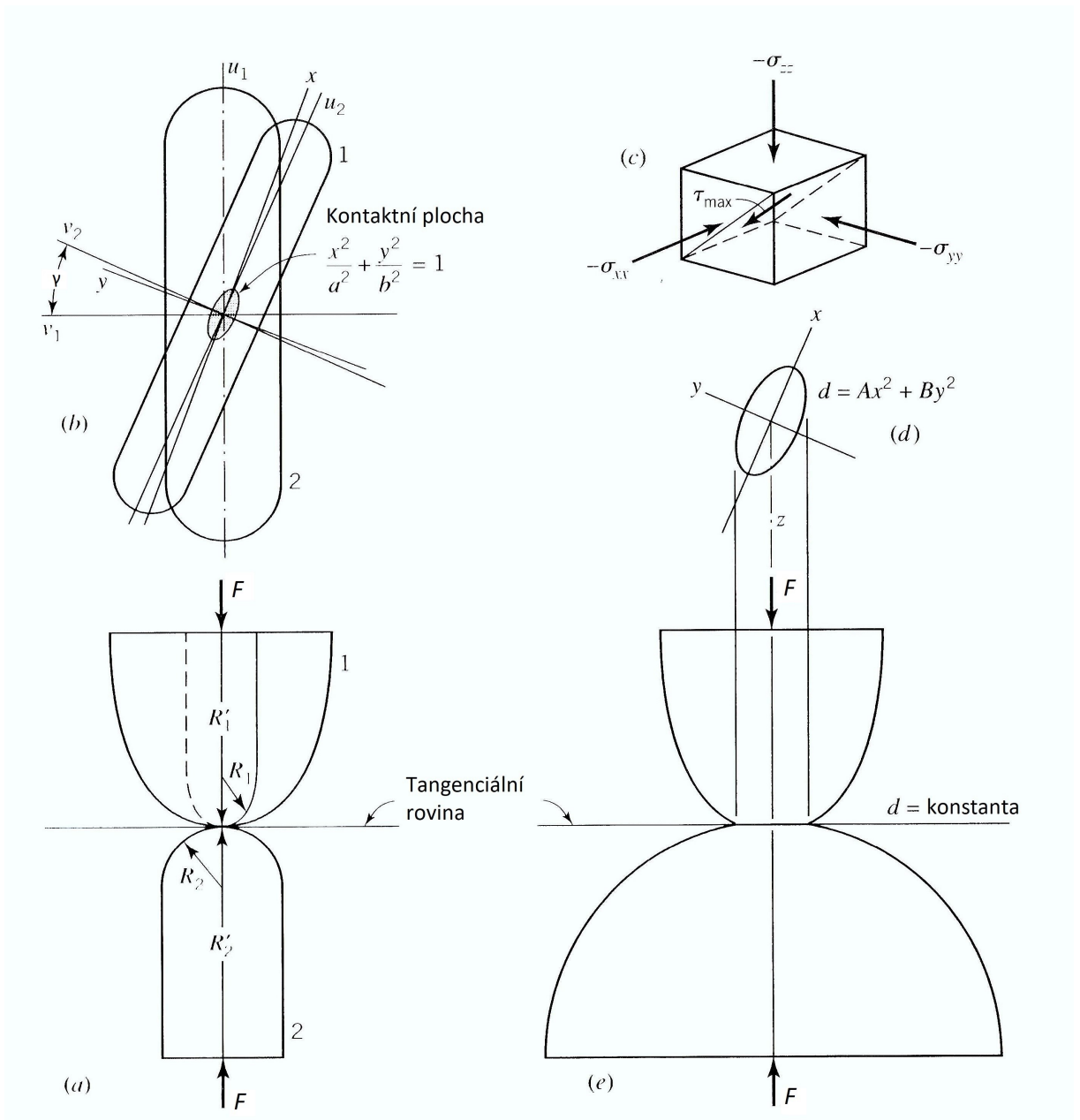
Pokud jsou obě tělesa v bodovém kontaktu, můžeme uvažovat tečnou rovinu shodnou pro obě tyto tělesa v bodě dotyku. V řešení kontaktního napětí, vyjádřeného pro vzdálenost mezi odpovídajícími si body na površích těles blízko bodu kontaktu, je požadováno, aby odpovídající si body ležely na povrchu těles a oba náležely přímce kolmé na tangenciální rovinu. Rovnice, které popisují vzdálenost  $z_1$  a  $z_2$  bodů od tangenciální roviny, jsou potřebné k určení deformace v blízkosti bodu dotyku. Rovnice, která se používá v analýze, aproximuje celkovou vzdálenost  $d = z_1 + z_2$  mezi odpovídajícími si body na každém z obou povrchů těles. Tato rovnice je

$$d = Ax^2 + By^2 \quad (9)$$

kde  $x$  a  $y$  jsou souřadnice vzhledem k osám  $x$  a  $y$  s počátkem v bodě kontaktu a ležící v tangenciální rovině.  $A$  a  $B$  jsou kladné konstanty, což popsal již Hertz v roce 1895, které závisí na hlavním poloměru zakřivení povrchů v místě dotyku. Rovnice (9) je odvozena později. Na Obrázku 30 je vidět, že křivka představující rovnice (9) pro danou hodnotu  $d$  je elipsou. Toto je důležité při uvažování tvaru oblasti styku mezi tělesy.



**Obr. 29:** Kontakt dvou různých kotoučů s různým poloměrem zaoblení (převzato z [3])



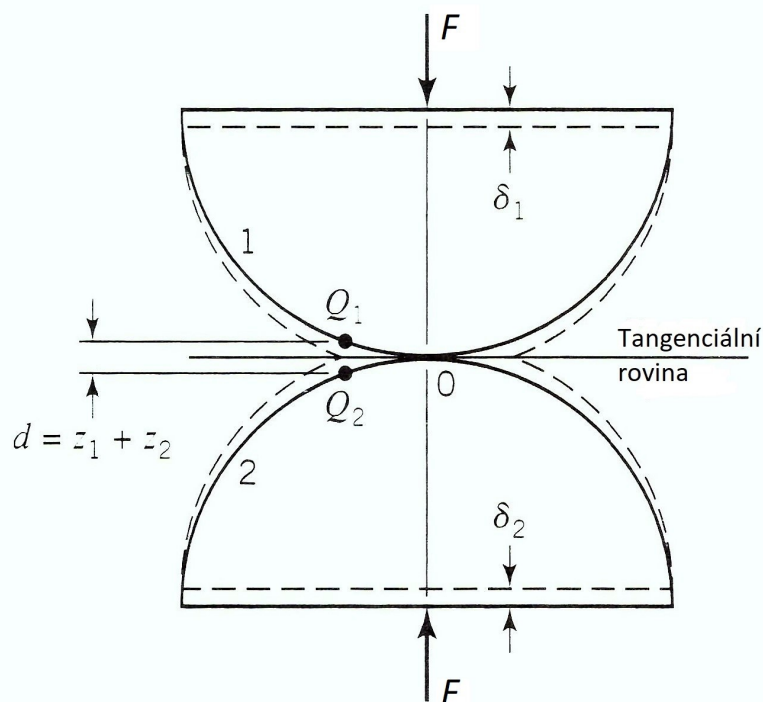
**Obr. 30:** Tvar kontaktní plochy v okolí bodu dotyku (převzato z [3])



Když jsou tělesa zatížena silou  $F$ , jejich povrch se v malém okolí bodu dotyku elasticky deformuje, takže vzniká malá oblast styku. Předpokládá-li se, že vzhledem k tomu, že tato malá styková plocha jsou body, které jsou v kontaktu, jsou body na obou površích, které původně byly stejně vzdálené od dotykové roviny. Dle rovnice (9), je hranicí této stykové plochy elipsa, jejíž rovnice je

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1 \quad (10)$$

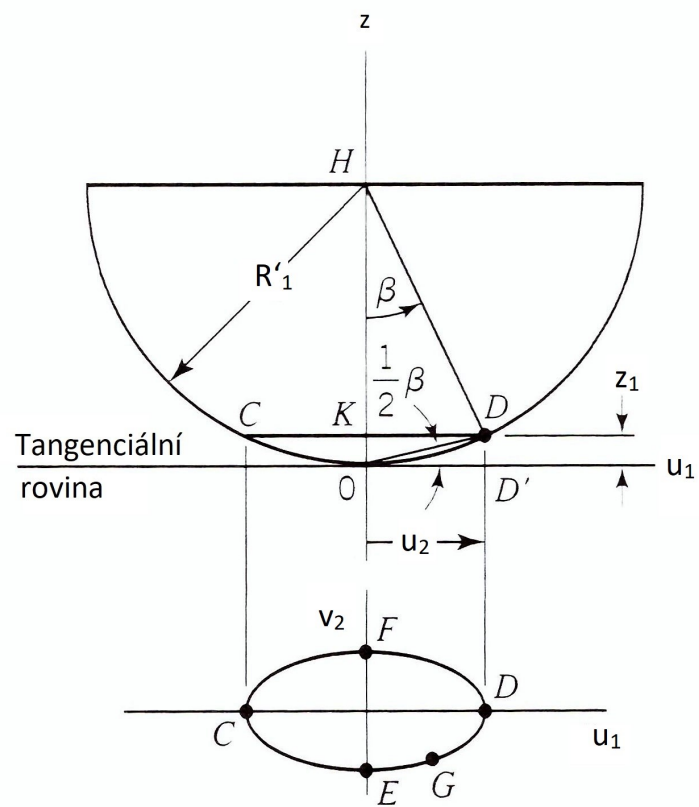
kde  $x$  a  $y$  jsou souřadnice vzhledem ke stejným osám, jako v rovnici (9). Styková oblast, popsána rovnicí (10), je ukázána v Obrázku 30.



**Obr. 31:** Tvar kontaktní plochy (převzato z [3])

K získání rovnice (9) je potřeba v první řadě odvodit výraz pro kolmou vzdálenost  $z_1$  od tečné roviny k jakémukoli bodu, ležícímu na povrchu tělesa 1 a v blízkosti bodu kontaktu, za předpokladu, že jsou tělesa bez zátěže a v bodovém kontaktu. Část tělesa 1, znázorňující vzdálenost  $z_1$ , je znázorněna na Obrázku 32. Uvažujeme body v rovinách hlavních poloměrů zakřivení. Necht'  $u$  a  $v$  jsou osy v dotykové rovině ležící v rovinách hlavních poloměrů zakřivení tělesa 1. Vzdálenost  $z_1$  od tangenciální roviny k bodu  $C$  nebo  $D$  je dána trojúhelníkem  $ODD'$ . Z tohoto trojúhelníku plyne vzorec

$$z_1 = u_1 \tan\left(\frac{1}{2}\beta\right) = \frac{1}{2}u_1\beta \quad (11)$$



**Obr. 32:** Kontakt kotouče s tangenciální rovinou (převzato z [3])

kde úhel  $\beta$  je malý. Z trojúhelníku  $HKD$

$$\tan\beta = \beta = \frac{KD}{HK} = \frac{u_1}{R'_1} \quad (12)$$

kde rádius  $R'_1$  přibližně odpovídá vzdálenosti  $HK$ . Nahrazením hodnoty  $\beta$  z rovnice (12) do rovnice (11) dostaneme

$$z_1 = \frac{u_1^2}{2R'_1} \quad (13)$$

Stejným způsobem můžeme odvodit vzorec pro vzdálenost  $z_1$  za pomoci bodů  $E$  a  $F$  a rádiusu  $R_1$ . Tento vzorec pak vypadá takto

$$z_1 = \frac{v_1^2}{2R_1} \quad (14)$$

Z těchto základů můžeme pro jakýkoliv bod  $G$ , který neleží v rovině hlavního zakřivení, aproximovat pomocí

$$z_1 = \frac{u_1^2}{2R'_1} + \frac{v_1^2}{2R_1} \quad (15)$$

Zde můžeme vidět, že pro  $u_1 = 0$  se z vzorce (15) stává vzorec (14) a stejným způsobem pro  $v_1 = 0$  vzniká vzorec (13). V případě, že je  $z_1$  pro všechny body  $G$  konstantní, jedná se o rovnici (9), což je rovnice elipsy. Stejným způsobem se získá vzorec pro vzdálenost  $z_2$  mezi tangenciální rovinou a jakýmkoliv bodem povrchu tělesa 2.

$$z_2 = \frac{u_2^2}{2R'_2} + \frac{v_2^2}{2R_2} \quad (16)$$

Kde  $u_2$  a  $v_2$  jsou souřadnice vzhledem k osám ležícím v tangenciální rovině a také v rovinách hlavních poloměrů zakřivení  $R_2$  a  $R'_2$ . Toto umístění os  $u_1, v_1$  a os  $u_2, v_2$  je znázorněno na Obrázku 30.

Vzdálenost  $d$  mezi dvěma body na površích těles blízko dotykovému bodu je numerický součet vzdáleností  $z_1$  a  $z_2$ .

$$d = z_1 + z_2 = \frac{u_1^2}{2R'_1} + \frac{v_1^2}{2R_1} + \frac{u_2^2}{2R'_2} + \frac{v_2^2}{2R_2} \quad (17)$$

V našem případě je těleso 2 rovina, z čehož plyne, že rádius  $R_2$  a  $R'_2$  jsou nekonečné. Po dosažení za tyto rádiusy získáme

$$d = \frac{u_1^2}{2R'_1} + \frac{v_1^2}{2R_1} \quad (18)$$

Dále víme, že tvar indentoru je konosférický, ale pohybujeme se jen v jeho sférické oblasti, tedy těleso 1 je koule. Z toho můžeme odvodit, že rádius  $R_1$  a rádius  $R'_1$  budou stejné. Také souřadnice  $u_1$  a  $v_1$  budou totožné. Z těchto předpokladů získáme tedy vzorec

$$d = \frac{u_1^2}{R_1} \quad (19)$$

Pokud pomocí substituce dosadíme za  $u_1$  proměnou  $a$  a za  $R_1$  proměnou  $R$  a za  $d$  proměnou  $h$ , dostaneme vzorec

$$h = \frac{a^2}{R} \quad (20)$$

Po vyjádření proměnné  $a$  z rovnice (20) získáme vzorec

$$a = \sqrt{hR} \quad (21)$$

Pro získání Youngova modulu pružnosti latexu musíme použít vzorec (22), který odvodil ve své práci již Oliver a Parth. (Qianhua, [9])

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (22)$$

Kde  $E_r$  je redukovaný Youngův modul pružnosti,  $E$  je hledaný Youngův modul pružnosti pro latex,  $E_i$  je Youngův modul pružnosti pro indentor,  $\nu$  je Poissonovo číslo pro latex a  $\nu_i$  je Poissonovo číslo pro indentor.

Z tohoto vzorce vyjádříme hledanou  $E$  jako

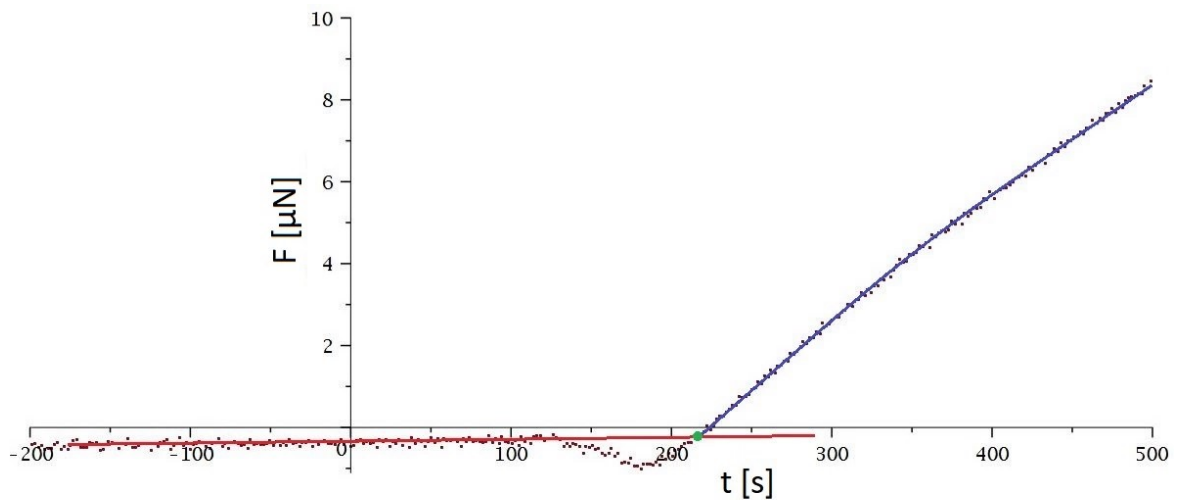
$$E = \frac{E_r E_i (1 - \nu^2)}{E_i - E_r (1 - \nu_i^2)} \quad (23)$$

### 7.3.5 Vyhodnocení nanoindentační zkoušky

Za pomoci vzorce (8), (21) a vzorce (23) můžeme vyhodnotit data získaná při měření.

Youngův modul pružnosti latexu byl určován z páté zatěžovací křivky. Nejprve je nutné určit počátek tohoto zatěžování a vyloučit vliv adhezních sil. To se provedlo pomocí proložení počátku tohoto cyklu přímkou a v místě, kde tato přímka protнула křivku, se určil počátek.

Na Obrázku 33 je vidět červenou barvou vyznačená přímka proložení a zelenou barvou bod



**Obr. 33:** Odstranění vlivu adheze

počátku. Modrou barvou je pak znázorněn počátek proložené křivky, z které se následně určoval potřebný redukovaný Youngův modul pružnosti.

K vyhodnocení nanoindentační zkoušky bylo třeba nejdříve spočítat kontaktní rádius  $a$  pomocí vzorce (21), kde za proměnou  $h$  byla dosazena nanoindentační hloubka získaná při měření a za  $R$  byl dosazen rádius indentoru viz Tabulka 3.

**Tab. 3:** Parametry nanoindentačního konosférického hrotu (převzato z [14])

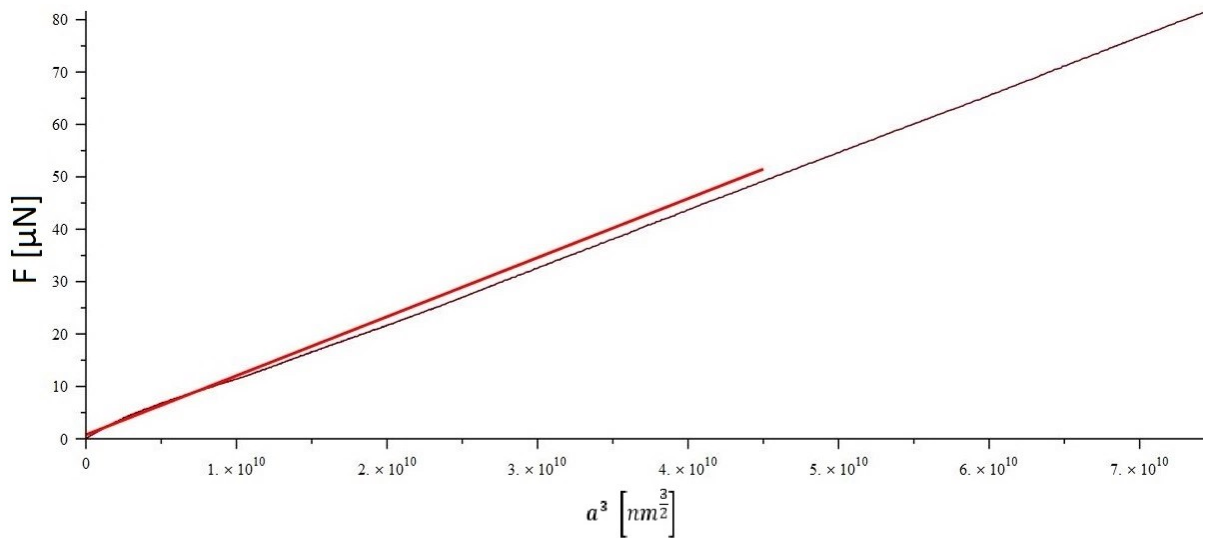
Rádius zaoblení	$9 \mu\text{mm}$
Youngův modul pružnosti	$1140 \text{ GPa}$
Poissonovo číslo	0,07

Následně byl sestaven graf závislosti posledního zatěžovacího cyklu, již bez vlivu adhezních sil. Na vertikální osu byla vynesena zatěžovací síla  $F$  a na horizontální osu kontaktní poloměr umocněn na třetí, tedy  $a^3$ , čímž se linearizoval průběh křivky. Touto křivkou se následně na prvních  $100 \text{ nm}$  zatěžování proložila pomocí lineární regrese přímka viz Obrázek 34.

Rovnice, která byla použita pro proložení, má tvar

$$y = ax + b \quad (24)$$

z které lze odvodit, že



**Obr. 34:** Proložení přímky pomocí lineární regrese linearizovanou křivkou posledního cyklu zatěžování

$$a = \operatorname{tg}(\alpha) = E \quad (25)$$

což znamená, že směrnice proložené přímky přímo odpovídá redukovanému Youngovu modulu pružnosti pro tuto zkoušku.

Pro výpočet Youngova modulu pružnosti pro latex se hodnota redukovaného Youngova modulu, Youngův modul indentoru, Poissonovo číslo indentoru a Poissonovo číslo pro elastomer dosadilo do vzorce (23). Kde Poissonovo číslo latexu se uvažovalo jako  $\nu = 0,5$ , neboť při malých deformacích nemění svůj objem.

Pro indentaci na povrchu latexu byly dopočteny tyto hodnoty pro Youngův modul pružnosti latexu, která jsou zobrazeny v Tabulce 4.

**Tab. 4:** Youngův modul  $E$  pro indentaci na povrchu

Číslo měření	$E$ [MPa]
1	5,705
2	8,705
3	5,658
4	7,490

Dále z Tabulky 4 můžeme určit průměrnou hodnotu a směrodatnou odchylku, která je  $E = 6,890 \pm 0,740 \text{ MPa}$ .

Pro indentaci v řezu pak hodnoty, které jsou viditelné v Tabulce 5.

**Tab. 5:** Youngův modul  $E$  pro indentaci v řezu

Číslo měření	$E$ [MPa]
1	3,259
2	4,211
3	3,858
4	3,294
5	3,293
6	3,854
7	3,983

Kde z tabulky můžeme určit Youngův modul pro indentaci v řezu materiálu jako  $E = 3,679 \pm 0,147 \text{ MPa}$ .

## 8 Porovnání výsledků měření

Porovnání výsledků bylo založeno na porovnání vypočteného Youngova modulu pružnosti latexu. Z tabulky 4, kde jsou zobrazeny výsledky indentace na povrchu vzorku, je patrné, že na rozdíl od výsledků indentace v řezu vzorku, které jsou zobrazeny v tabulce 5, vychází hodnotu  $E$  několikanásobně vyšší. Tedy je zde vidět, že povrch může být zpevněný, nebo je zde vnešena odchylka z důvodů vměstků či nehomogenity povrchu.

Při porovnání výsledků nanoindentace s výsledky z tahové zkoušky, které jsou v tabulce 2, můžeme vidět, že výsledkům tahové zkoušky se více blíží hodnoty zjištěné při indentaci v řezu vzorku viz. tabulka 5. Tento výsledek je vidět i na obrázku 35, kde je k porovnání použit krabicový diagram. Pro srovnání těchto hodnot byl použit program Real Statistics, který je dostupný na webové stránce <http://www.real-statistics.com/>.

Výsledky všech měření jsou zobrazeny v tabulce 6.

**Tab. 6:** Porovnání všech dopočítaných  $E$

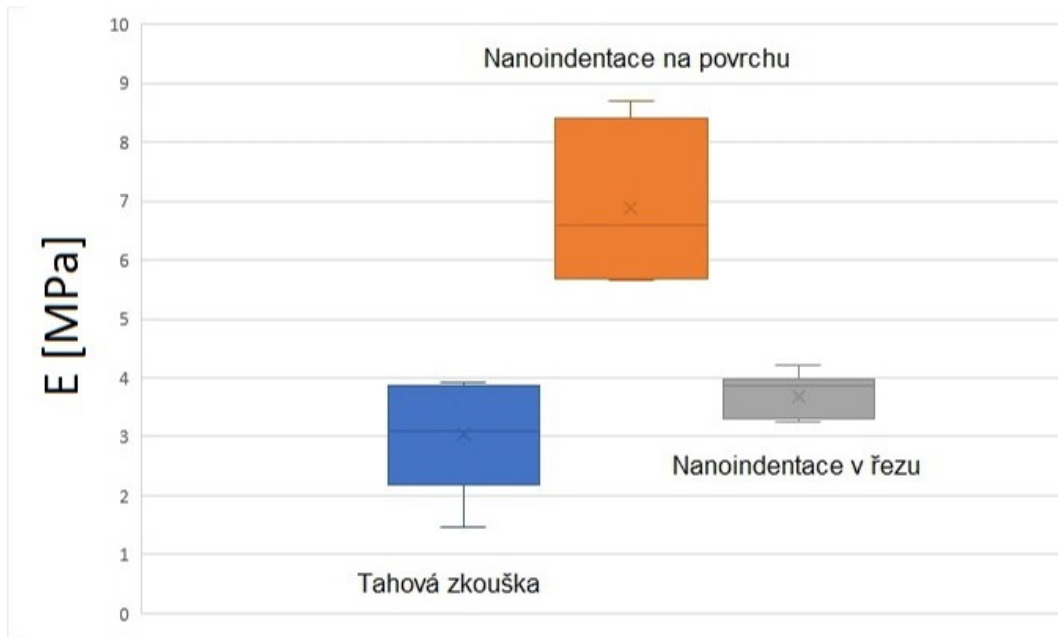
Číslo měření	Tahová zkouška	Indentace na povrchu	Indentace v řezu
	$E$ [MPa]	$E$ [MPa]	$E$ [MPa]
1.	2,926	5,705	3,259
2.	3,087	8,705	4,211
3.	3,820	5,658	3,858
4.	3,908	7,490	3,294
5.	1,466		3,293
6.			3,854
7.			3,983

Krabicový graf je jedna z možností zobrazení numerických dat pomocí jejich kvartilů. Krabice v grafu je omezena shora 3. kvartilem a zespodu 1. kvartilem. Oblast mezi těmito hranicemi vymezuje medián. Linie vycházející z krabice, tzv. vousy grafu, označují variabilitu dat nad třetím a pod prvním kvartilem. V grafu mohou být označeny i odlehle hodnoty, tzv. outliers, které se zobrazují jako jednotlivé body. (Převzato z [15])

### 8.1 Kruskal-Wallisův test

Pro porovnání, zda naměřená data vychází ze stejného základu byl použit Kruskal-Wallisův test. Detailní popis Kruskal-Wallisova testu lze nalézt např. v Úvodu do statistiky od Litschmannové [15]. Ten je vícevýběrovým testem shody mediánů. Hladina významnosti  $\alpha$  byla zvolena 0,05. Stupeň volnosti  $df$  v případě tří skupin je rovný dvěma. Pro výpočet testové statistiky  $H$  byl použit vzorec (26), kde  $n$  je počet všech měření (tj. součet počtu měření ve všech skupinách),  $R_i$  je součet pořadí v  $i$ -té skupině a  $n_i$  je počet měření v  $i$ -té skupině. Následně byla spočítána  $p$ hodnota, která vrátí pravostrannou pravděpodobnost





**Obr. 35:** Porovnání výsledků všech měření pomocí krabicového diagramu

rozdělené chí-kvadrátu. V tomto případě vyšla  $p_{hodnota} = 0,007315$ , což je menší než  $\alpha = 0,05$ , a tedy je vidět, že dle Kruskal-Wallisova testu data nepochází ze stejného základu.

$$H = \frac{12}{n(n+1)} \cdot \sum_i \frac{R_i^2}{n_i} - 3(n+1) \quad (26)$$

## 8.2 Dunnové test

Pro porovnání, která naměřená data jsou od sebe rozdílná, byl použit Dunnové test. Jeho podrobnější popis je např. na webové stránce Litschmannová, Úvod do statistiky [16]. Ten porovná, zda se od sebe liší jednotlivé mediány. Pomocí tohoto testu jsme určili podobnost naměřených dat mezi tahovou zkouškou a indentací v řezu, a také mezi indentací na povrchu a indentací v řezu. Rozdílnost naměřených dat byla potvrzena jen mezi tahovou zkouškou a indentací na povrchu. Kombinace Kruskal-Wallisova testu a testu podle Dunnové naznačuje, že moduly pružnosti získané v tahové zkoušce a nanoindentací v řezu jsou statisticky shodné. Při porovnání modulů pružnosti z tahové zkoušky a nanoindentace povrchu statistické testy naopak prokázaly, že se jedná o údaje pocházející z různých rozložení, tudíž obě metody vedou k signifikantně odlišným výsledkům.

## 9 Závěr

Cíl této práce bylo porovnání mechanických vlastností určených pomocí makroskopické tahové zkoušky elastomeru a nanoskopické nanoindentační zkoušky.

Rešeršní část této práce se zabývala popisem mechanických vlastností elastomeru a popisem obou typů zkoušek s možným vlivem adhezních sil u nanoindentační zkoušky.

V experimentální části bylo provedeno měření na vzorku elastomeru, v tomto případě latexu. Tahová zkouška se měřila pomocí proužků materiálu. Nanoindentační zkouška se prováděla na povrchu materiálu a v jeho řezu, z důvodu eliminace nehomogenity povrchu.

Rozdíl mezi chováním v tahové zkoušce a nanoindentačním testu je zjevný, i když fenomény jako nelinearita a viskoelasticita se vyskytují u obou typů zkoušek. Z porovnání výsledků v oblasti malých deformací (tj. za platnosti lineární teorie pružnosti) bylo zjištěno, že počáteční modul pružnosti získaný z tahové zkoušky není signifikantně odlišný od modulu pružnosti získaného při nanoindentaci provedené v řezu latexu.

## Seznam použitých značek a symbolů

$a$	Kontaktní poloměr
$\alpha$	Hladina významnosti
$F$	Síla
$\lambda$	Streč
$\sigma$	Napětí
$d$	Celková vzdálenost
$l$	Skutečná délka
$L$	Počáteční délka
$\delta l$	Přírůstek délky
$\epsilon$	Poměrné prodloužení
$S$	Plocha řezu vzorku
$E$	Youngův modul pružnosti latexu
$h$	Indentační hloubka
$H$	Proměnná H
$h_c$	Kontaktní hloubka
$h_c$	Posunutí obvodu oproti původnímu povrchu
$R$	Poloměr zaoblení sférické části indentoru
$E_r$	Redukovaný Youngův modul pružnosti
$n$	Počet všech měření
$n_i$	Součet měření v každé ze skupin
$R_i$	Součet pořadí měření v každé ze skupin
$E_i$	Youngův modul pružnosti indentoru
$\nu$	Poissonovo číslo latexu
$\nu_i$	Poissonovo číslo indentoru
$S_0$	Počáteční plocha řezu vzorku
$t$	Čas
$T$	Teplota
$T_g$	Teplota skelného přechodu

$T_f$	Teplota viskózního toku
$T_m$	Teplota tání
$L_c$	Upínací vzdálenost mezi čelistmi zkušebního stroje
$L_t$	Přírůstek vzdálenosti mezi čelistmi zkušebního stroje
$R_1$	První poloměr křivosti prvního kotouče
$R'_1$	Druhý poloměr křivosti prvního kotouče
$R_2$	První poloměr křivosti druhého kotouče
$R'_2$	Druhý poloměr křivosti druhého kotouče
$\sigma_{xx}$	Napětí v rovine $xx$
$\sigma_{yy}$	Napětí v rovine $yy$
$\sigma_{zz}$	Napětí v rovine $zz$
$\gamma$	Úhel mezi osami kotoučů
$z_1$	Vzdálenost bodu $Q_1$ od tangenciální roviny
$z_2$	Vzdálenost bodu $Q_2$ od tangenciální roviny
$\tau_{max}$	Maximální smykové napětí
$\nu_1$	Osa prvního kotouče
$\nu_2$	Osa druhého kotouče
$\delta_1$	Posun prvního kotouče po zatížení
$\delta_2$	Posun druhého kotouče po zatížení
$u$	osa v dotykové rovině ležící v rovině hlavního poloměru zakřivení tělesa 1
$v$	osa v dotykové rovině ležící v rovině vedlejšího poloměru zakřivení tělesa 1
$d$	Vzdálenost mezi dvěma body ležícími na povrchu kotoučů

## Seznam použité literatury a zdrojů

- [1] MEISSNER, B. a V. ZILVAR, *Fyzika polymerů - Struktura a vlastnosti polymerních materiálů*. SNTL/Alfa, Praha, 1987.
- [2] ŠVORČÍK, V., *Polymery „stručně“* [online], [cit. 20.4.2018]. Dostupné z: <http://docplayer.cz/4894705-V-svorcik-polymery-polymery-strucne.html>.
- [3] BORESI, Arthur P. a Richard J. SCHMIDT, *Advanced mechanics of materials*. 6th ed. New York: John Wiley, c2003. ISBN 0-471-43881-2.
- [4] HERBER, E. G., G. M. PHARR, W. C. OLIVER, B. N. LUCAS, J. L. HAY, *On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation*. Thin Solid Films, Obsah 389-399, 2001, strany 331-335, ISSN 0040-6090.
- [5] WIKIPEDIA, *the free encyclopedia [online]*, San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, [cit. 28.5.2018]. Dostupné z: [https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/bc/Vulcanization\\_of\\_POLYIsoprene\\_V.2.png](https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/bc/Vulcanization_of_POLYIsoprene_V.2.png)
- [6] HANHI, Kalle, Minna POIKELISPAÄ a Hanna-Mari TIRILÄ, *TAMPERE UNIVERSITY OF TECHNOLOGY THE LABORATORY OF PLASTICS AND ELASTOMER TECHNOLOGY*, VERT, [cit. 1.6.2018]. Dostupné z: [http://laroverket.com/wp-content/uploads/2015/03/Elastomeric\\_materials.pdf](http://laroverket.com/wp-content/uploads/2015/03/Elastomeric_materials.pdf)
- [7] HORNÝ, L., *Polymery: minimum, které bychom si měli pamatovat* [online], [cit. 26.6.2018]. Dostupné z: <http://users.fs.cvut.cz/~hornyluk/files/Polymery-pro-biomechaniku.pdf>.
- [8] NETTER, F. H., *Anatomický atlas člověk* Praha: Grada Publishing, 2003. ISBN 80-247-0517-6
- [9] QIANHUA, K., Y. WENYI, K. GUOZHENG, S. QINGPING, *Oliver - Pharr indentation method in determining elastic moduli of shape memory alloys — A phase transformable materia*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Strany 2015-2033, ISSN 0022-5096.
- [10] BĚHÁLEK, L., *POLYMER*, [online], [cit. 21.6.2018]. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/06.html>, © Code Creator, s.r.o., distribuce publi.cz, 2016, ISBN 978-80-88058-68-7.
- [11] Laboratoř biomechaniky člověka, *Biaxiální zkušební stroj pro mechanické testování měkkých tkání a elastomerů*, [cit. 13.7.2018]. Dostupné z: <http://www.biomechanika.cz/projects/72?locale=cz>.

- [12] SOSNOVCOVÁ, J., Základy bezpečnosti předmětů běžného užívání určených pro styk s potravinami a pokrmy, *Elastomery a pryž*, [cit. 1.7.2018], Praha, 2013. Dostupné z [http://www.khshk.cz/e-learning/kurs8/23\\_elastomery\\_a\\_pryz.html](http://www.khshk.cz/e-learning/kurs8/23_elastomery_a_pryz.html).
- [13] Polymer Properties Database, *STRESS-STRAIN BEHAVIOR OF POLYMERS*, [cit. 16.7.2018]. Dostupné z <http://polymerdatabase.com/polymer%20physics/Stress-Strain%20Behavior.html>.
- [14] HYSITRON, *TI 950 TriboIndenter User Manual*, [cit. 7.8.2018]. Dostupné z <https://engineering.unl.edu/downloads/files/UserManual-HystrionTriboIndenter-sm.pdf>, strana 168
- [15] WIKIPEDIA, *the free encyclopedia [online]*, San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, [cit. 7.8.2018]. Dostupné z: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Boxplot>
- [16] LITSCHMANNOVÁ, M., *Úvod do statistiky (interaktivní učební text)*, [cit. 31.7.2018]. Dostupné z [http://mi21.vsb.cz/sites/mi21.vsb.cz/files/unit/interaktivni\\_uvod\\_do\\_statistiky.pdf](http://mi21.vsb.cz/sites/mi21.vsb.cz/files/unit/interaktivni_uvod_do_statistiky.pdf), strany 318-321.
- [17] LITSCHMANNOVÁ, M., *Úvod do statistiky*, Ostrava 2011, VŠB – TU Ostrava, Fakulta elektrotechniky a informatiky, [cit. 28.7.2018]. Dostupné z [http://mi21.vsb.cz/sites/mi21.vsb.cz/files/unit/uvod\\_do\\_statistiky.pdf](http://mi21.vsb.cz/sites/mi21.vsb.cz/files/unit/uvod_do_statistiky.pdf), strana 225.

# Seznam obrázků a tabulek

## Seznam obrázků

Obrázek 1	Lineární a větvený termoplast (převzato z [7]) . . . . .	6
Obrázek 2	Slabě a hustě zesíťovaný termoset (převzato z [7]) . . . . .	7
Obrázek 3	Závislost napětí na deformaci pro termoplasty, termosety a elastomery (převzato z [7]) . . . . .	7
Obrázek 4	Snížení napětí v závislosti na čase při relaxaci napětí . . . . .	9
Obrázek 5	Nárůst deformace při konstantním napětí vlivem tečení materiálu . . .	10
Obrázek 6	Pevná a kapalná fáze polystyrenu (převzato z [7]) . . . . .	11
Obrázek 7	Disulfidický můstek u polyisoprenu (převzato z [5]) . . . . .	12
Obrázek 8	Chování přírodního kaučuku pro různou dobu vulkanizace (převzato z [7])	13
Obrázek 9	Průběh při napětí $\sigma$ v závislosti na streči $\lambda$ při cyklické tahové zkoušce elastomeru, kde $\lambda$ je dána vzorcem (4) . . . . .	15
Obrázek 10	Povrch při zatížení indentorem (překresleno z [8]) . . . . .	16
Obrázek 11	Vliv adheze při nanoindentaci . . . . .	17
Obrázek 12	Vzorky latexu připravené pro provedení měření . . . . .	20
Obrázek 13	Vzorek číslo 1 upnutý do přístroje na tahovou zkoušku s nalepenými detekčními proužky . . . . .	20
Obrázek 14	Vzorek upevněný v čelistích měřicího stroje . . . . .	21
Obrázek 15	Vzorek číslo 1 protažený během tahové zkoušky na maximální délku protažení . . . . .	21
Obrázek 16	Testovací stroj s upevněným vzorkem . . . . .	22
Obrázek 17	Průběh celého zatěžování vzorku 1 v závislosti na čase . . . . .	23
Obrázek 18	Závislost síly $F$ na čase $t$ pro první zkoušku . . . . .	23
Obrázek 19	Závislost napětí $\sigma$ na streči $\lambda$ pro poslední zatěžovací cyklus všech měření	24
Obrázek 20	Závislost napětí $\sigma$ na streči $\lambda$ pro všechny tahové zkoušky . . . . .	24
Obrázek 21	Závislost smluvního napětí $\sigma$ na streči $\lambda$ pro pátý zatěžovací cyklus s proloženou tečnou v počátku . . . . .	25
Obrázek 22	Průběh nanoindentační hloubky $h$ v závislosti na čase $t$ . . . . .	28
Obrázek 23	Průběh síly $F$ naměřené při nanoindentaci v závislosti na čase $t$ . . . .	28
Obrázek 24	Povrch vzorku latexu pod mikroskopem . . . . .	29
Obrázek 25	Matice indentů . . . . .	30
Obrázek 26	Povrch vzorku latexu v řezu pod mikroskopem . . . . .	30
Obrázek 27	Závislost $F$ na čase pro všechny měření na povrchu latexu . . . . .	31
Obrázek 28	Závislost $F$ na čase pro všechny měření v řezu latexu . . . . .	31
Obrázek 29	Kontakt dvou různých kotoučů s různým poloměrem zaoblení (převzato z [3]) . . . . .	33

Obrázek 30	Tvar kontaktní plochy v okolí bodu dotyku (převzato z [3]) . . . . .	34
Obrázek 31	Tvar kontaktní plochy (převzato z [3]) . . . . .	35
Obrázek 32	Kontakt kotouče s tangenciální rovinou (převzato z [3]) . . . . .	36
Obrázek 33	Odstranění vlivu adheze . . . . .	39
Obrázek 34	Proložení přímky pomocí lineární regrese linearizovanou křivkou posledního cyklu zatěžování . . . . .	40
Obrázek 35	Porovnání výsledků všech měření pomocí krabicového diagramu . . .	43

## Seznam tabulek

Tabulka 1	Skelný přechod . . . . .	12
Tabulka 2	Youngův modul $E$ pro každou tahovou zkoušku . . . . .	26
Tabulka 3	Parametry nanoindentačního konosférického hrotu (převzato z [14]) . .	39
Tabulka 4	Youngův modul $E$ pro indentaci na povrchu . . . . .	40
Tabulka 5	Youngův modul $E$ pro indentaci v řezu . . . . .	41
Tabulka 6	Porovnání všech dopočítaných $E$ . . . . .	42

## Seznam použitého SW

- Texmaker, MiKTeX ( $\text{\LaTeX}$ )
- Microsoft Windows 10 Home
- Maple 2017
- Microsoft Office Excel 2010
- Real Statistics (doplněk programu Excel)