VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

LOMOVÁ HOUŽEVNATOST KOMPOZITU S POLYMERNÍ MATRICÍ

FRACTURE TOUGHNESS OF COMPOSITE WITH POLYMERIC MATRIX

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE Bc. LINDA HOFÍRKOVÁ
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE Ing. EVA NOVOTNÁ, Ph.D.,Paed IGIP
SUPERVISOR

BRNO 2009

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství
Akademický rok: 2008/09

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Hofírková Linda, Bc.

který/která studuje v **magisterském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Lomová houževnatost kompozitu s polymerní matricí

v anglickém jazyce:

Fracture Toughness of Composite with Polymeric Matrix

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Při zpracování tématu se student seznámí s problematikou určování lomové houževnatosti a po zpracování výsledků experimentů se pokusí formulovat závěry o vztazích mezi složením a dosaženými lomovými vlastnostmi kompozitu.

Cíle diplomové práce:

Student se naučí obsluhovat experimentální zařízení pro určování dynamické lomové houževnatosti materiálů, vyhodnocovat výsledků experimentů, matematicky je zpracovat a po jejich důkladné analýze formulovat závěry o souvislostech mezi složením kompozitu a jeho dosaženými lomovými vlastnostmi.

Seznam odborné literatury:

[1] Seymour, R.B.: Polymers for Engineering Applications. ASM International, USA, 1987.
[2] Kučera, J.: Plněné polyolefíny. Polymerní kompozity.Edice MACRO, řada N, svazek N-17, ÚMCH ČSAV, Praha, 1990.
[3] Vu - Khanh, T.: The Impact Fracture of Polymers: Unanswered Questions. Trip, Vol. 5, No. 11, November 1997.
[4] Jancar, J., Dibenedetto, A. T.: On the Significance of the Standardized Notched Impact Strength for Materials Selection and Design. Polymer Engineering and Science, December 1994, Vol. 34, No. 24.
[5] Nezbedová, E., Kučera, J.: Současné přístupy k hodnocení houževnatosti plastů. Plasty a kaučuk 35, 1998/8.

Vedoucí diplomové práce:Ing. Eva Novotná, Ph.D.,Paed IGIP

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2008/09.

V Brně, dne 5.3.2009

L.S.

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ DĚKANÁT

prof. RNDr. Jaroslav Cihlář, CSc.
Ředitel ústavu

v.z. doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

V předkládané diplomové práci je zkoumán vztah mezi složením a mechanickými vlastnostmi kompozitního materiálu na bázi polypropylenu (PP) plněného odstupňovaným množstvím hydroxidu hořečnatého $Mg(OH)_2$. Je sledován vliv obsahu plniva (20, 40 a 60 hm.%) a teploty (interval -30 až +60 °C) na dynamickou lomovou houževnatost $\boldsymbol{K_{Id}}$, resp. $\boldsymbol{K_{Jd}}$.. Pro každý experimentální materiál je stanovena závislost dynamické lomové houževnatosti na teplotě a nalezena regresní funkce tuto závislost popisující. Experimentálně získaná data jsou porovnána s daty zjištěnými na stejných materiálech před 10-ti lety a je vysloven závěr o vlivu času na mechanické vlastnosti zkoumaných kompozitních materiálů.

ABSTRACT

This diploma work deals with relationship between composition and mechanical properties of polymeric composite with polypropylene matrix and magnesia hydroxide as a filler. The influence of content of filler (20,40,60 w.%) and temperature (-30°C +60°C) on dynamic fracture toughness is observed. The regresion function describing the dependence of studied mechanical properti on temperature for all experimental materials where found. Experimental data were confront with data gained on the same materials then 10 years ago and influence of time on mechanical properties of follow - up composites is evaluate.

KLÍČOVÁ SLOVA

Polypropylen, hydroxid hořečnatý, dynamická lomová houževnatost, vliv teploty, vliv času.

KEY WORDS

Polypropylen, magnesium hydroxide, dynamic fracture toughness, influence of temperature, influence of time.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

HOFÍRKOVÁ, L. *Lomová houževnatost kompozitu s polymerní matricí.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 44 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Eva Novotná, Ph.D.,Paed IGIP.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na zadané téma vypracovala samostatně na základě uvedené literatury v seznamu a dle rad vedoucí diplomové práce.

V Brně, dne 24. května 2009 Bc. Linda Hofírková

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych velice ráda poděkovala své vedoucí diplomové práce paní Ing. Evě Novotné Ph.D.,Paed IGIP za podnětné připomínky a rady.

Dovoluji si také poděkovat všem, kteří věřili v úspěšné dokončení mé práce.

V Brně, dne 24. května 2009

OBSAH

	str.
1. ÚVOD	**10**
2. SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY	**11**
2. 1. Polypropylen (PP)	11 - 12
2. 2. Plnivo	12
2. 2. 1. Morfologie částic plniva	12 - 13
2. 2. 2. Velikost částic plniva	13
2. 2. 3. Množství plniva	13
2. 2. 4. Hydroxid hořečnatý	13 - 14
2. 2. 5. Mezifázová vrstva	14 - 15
2. 3. Vlastnosti výsledného kompozitu	15
2. 4. Lomová houževnatost	15 - 17
2. 4. 1. Postup určení dynamické lomové houževnatosti	18 - 19
2. 5. Technologie výroby	20
3. CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE	**21**
4. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL	**22**
4. 1. Matrice	22
4. 2. Plnivo $Mg(OH)_2$	22 - 23
4. 3. Výsledný kompozit	24
5. VYHODNOCENÍ DYNAMICKÉ LOMOVÉ HOUŽEVNATOSTI	**25**
5. 1. Experimentální zařízení	25 - 27
5. 2. Aplikace regresní analýzy na vyhodnocování základních mechanických charakteristik	28
6. VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ, JEJICH VYHODNOCENÍ A DISKUSE	**29**
6. 1. Zkušební tělesa hladká	30
6. 1. 1. Dynamický modul pružnosti E_d	30 - 32
6. 1. 2. Dynamická mez kluzu σ_d	33 - 34
6. 2. Zkušební tělesa s trhlinou	35 - 37
7. ZÁVĚR	**38 - 39**
8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	**40**
9. SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ	**41 - 42**

10. SEZNAM PŘÍLOH **43**
11. PŘÍLOHY **44**

1. ÚVOD

Při studiu historie jsme si zvykli označovat velké epochy rozvoje lidstva podle nejcharakterističtějšího materiálu, který člověku sloužil. A tak po době kamenné, bronzové a železné, můžeme z tohoto hlediska označit nynější období za dobu polymerní.

V závislosti na chemické struktuře makromolekul a jejich vzájemném uspořádání mohou mít polymerní materiály rozmanité vlastnosti, které je předurčují pro širokou škálu použití.

Základním kritériem pro konstrukční materiály jsou mechanické vlastnosti. Proto je důležité porozumět mechanickému chování polymerů a chápat jejich fyzikální a chemickou podstatu. Je nutné si uvědomit, že mechanické chování výrobku z daného polymeru je ovlivněno mnoha faktory - chemickou stavbou molekul, střední molekulovou hmotností, distribucí molekulových hmotností, aj. Konstruování s plasty je ve srovnání s kovy komplikováno existencí časově závislé elastické deformace, výraznou teplotní závislostí mechanických vlastností a efekty vyplývajícími z orientace makromolekul a z částečné krystalizace.

Jedním z nejdůležitějších plastů komerčně používaných v technických aplikacích je, díky relativně nízké ceně a universálním vlastnostem, **polypropylen (PP).** PP je také velmi často používán jako termoplastická **matrice kompozitů**.

Kompozitní materiály jsou velmi složitými systémy, u kterých empirický rozvoj nemůže vést dostatečně rychle k žádoucím výsledkům. Vědecký výzkum problematiky vyžaduje specifikaci faktorů, které rozhodují o vlastnostech materiálů a které poskytují základ pro optimalizaci materiálového rozvoje i pro navrhování výrobků. Přitom jde o multidisciplinární problematiku, při jejímž řešení je nutná týmová spolupráce pracovníků řady vědních oborů, z nichž nejvýznamnější pro vývoj materiálů jsou makromolekulární chemie, fyzikální chemie povrchů, fyzika pevné fáze, lomová mechanika a reologie **[5]**.

2. SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

2. 1. Polypropylen (PP)

První polymer propylenu byl připraven již v roce 1869, ale vzniklá lepkavá sraženina tehdy nenašla žádné uplatnění. Krystalický PP byl vyroben v roce 1952 (Hogan a Banks) a v roce 1954 (Natta).

Syndiotaktický polypropylen, který se podařilo připravit v komerčně zajímavém množství teprve v poslední době, je **částečně krystalický** a lze u něho očekávat dobré užitné vlastnosti.

Produkt klasického postupu polymerizace (Ziegler – Natto) obsahuje vedle **izotaktického** vždy i **ataktický podíl**. V praxi je důležité, aby podíl izotaktické složky byl alespoň 95%, v případě vláken nejméně 97%.

Jako **konstrukční materiál** má praktický význam pouze **izotaktický PP**, proto se v další části textu zaměříme na tento typ materiálu. PP je **částečně krystalický** (semikrystalický) a chová se jako vícefázový kompozitní materiál. Díky krystalické fázi je to pevný, tuhý a poměrně tvrdý materiál s uspokojivou houževnatostí, pokud teplota neklesne pod teplotu skelného přechodu T_g amorfního podílu (asi -20 °C). Z tepelných vlastností je důležitý poměrně vysoký bod tání (T_m = +170 °C) a dosti vysoká maximální teplota použití (až +135 °C). Hodnoty krystalinity (podíl krystalické fáze) v běžných vzorcích PP leží v intervalu 60 až 80 %. Obsah krystalické fáze klesá s růstem molekulové hmotnosti a roste s rozšiřováním distribuce molekulových hmotností.

Izotaktický PP může krystalizovat ve třech krystalografických modifikacích:

- monoklinické α: tato modifikace je pokládána za nejstabilnější a nejčastější. Předpokládá se, že v její základní krystalické buňce jsou sousední řetězce uloženy vždy s opačným smyslem šroubovice. Pro sférolity (uspořádání makromolekul) je charakteristické rozsáhlé větvení lamel a jejich křížovité uspořádání. Teplota tání T_m je asi 170°C,
- hexagonální β: krystalické oblasti jsou složeny z krátkých úseků protažených řetězců, které postupně procházejí mnoha krystaly. Sférolity jsou lístečkové, s málo větvenými lamelami. T_m je asi 125°C,
- triklinické γ: je tvořena nízkomolekulárními podíly, které sice krystalizují, ale nevytvářejí vyšší krystalické útvary (sférolity).

Modifikace β a γ jsou nestabilní a při temperaci nad 130 °C přecházejí v modifikaci α.

PP obecně - je termoplastický polymer, který patří v dnešní době mezi nejběžněji používané plasty. Má přidělené mezinárodní identifikační číslo pro plasty

.

PP má velmi dobrou chemickou a mechanickou odolnost. Je rezistentní vůči olejům, alkoholům a organickým rozpouštědlům. Jeho použití je v mnoha odvětvích potravinářského a textilního průmyslu a také v laboratorních vybaveních. Využívá se jako alternativa k polyvinylchlodidu (PVC) pro izolaci elektrických kabelů v málo větraných prostředích,

např. v tunelech; PP totiž při hoření neprodukuje tolik kouře a žádné toxické halogenuhlovodíky, které by mohly za vysokých teplot přispět ke vzniku různých kyselin a ohrožovat tak lidské zdraví a životní prostředí.

2. 2. Plnivo

Komerčně významným rysem PP je jeho proměnlivost a možnost mnoha modifikací. Např. úspěch PP plněného částicovým plnivem spočívá v jeho extrémně výhodné relaci cena - objem - užitné vlastnosti. Takovéto kompozity úspěšně pronikají do oblastí tradičně obsazených jinými materiály, jako např. ABS.

Pro využití všech možností plněných materiálů je třeba rozumět vlastnostem plniva i jeho vlivu na strukturu a chování kompozitu.

Původně byla plniva přidávána do matrice za účelem jejího „nadstavení“ a snížení ceny směsi. V současnosti jsou plniva přidávána kvůli získání některých nových vlastností jako např.: snížení hořlavosti, zvýšení elektrické vodivosti apod. Čistá polymerní matrice takovéto vlastnosti neposkytuje. Velkou praktickou důležitost v tomto ohledu mají částicové kompozity s termoplastickou matricí a minerálním plnivem; nejrozšířenějšími plnivy pro termoplasty jsou uhličitan vápenatý $CaCO_3$ a mastek. Méně častý **hydroxid hořečnatý Mg $(OH)_2$** je plnivo omezující hoření.

Struktura, morfologie a výsledné vlastnosti kompozitu budou záviset na povaze polymerní matrice, na chemickém složení a fyzikálních charakteristikách plniva - tvar, velikost, množství, orientace a distribuce částic plniva, i na složení hraniční fáze polymeru, která je interakcí s plnivem více či méně modifikována. Chování kompozitu bude také ovlivněno vnějšími podmínkami, zvláště teplotou a rychlostí zatěžování **[5].**

2. 2. 1. Morfologie částic plniva

Morfologické rozdíly mezi různými plnivy se obvykle charakterizují pomocí **tvarového poměru TP**, který je definován jako podíl největšího a nejmenšího rozměru částice. Tvarový poměr může nabývat následujících hodnot:

- TP $\approx$ 1: izometrické částice nejčastěji ve tvaru koule nebo elipsoidu,
- TP v řádu jednotek: anizometrické částice ve tvaru destiček či jehlic,
- TP v řádu desítek až stovek: krátká vlákna,
- TP $\rightarrow \infty$: kontinuální vlákna.

Jako částicová se obvykle označují taková plniva, jejichž částice mají TP menší než 10.

Na **tvaru částic** závisí intenzita vyztužení kompozitu - destičkové plnivo (mastek) vyztužuje více než kulové částice, vliv skleněných vláken je ještě silnější. Zpevnění tedy roste se zvyšující se anizotropií částic **[5]**.

2. 2. 2. Velikost částic plniva

Pro vlastnosti kompozitů s částicovými plnivy je kromě tvaru důležitá i **velikost částic** plniva a její distribuce **[5].**

Horní hranice velikosti primárních částic nebo jejich aglomerátů je určena typem polymerní matrice (což je u polyolefínů asi 10μm). Velké částice mají silně nepříznivý vliv na deformaci a lomové vlastnosti kompozitu - přestávají plnit funkci center procesů disipujících energii a začínají hrát roli nadkritických koncentrátorů napětí. Omezení velikosti částic shora je také zčásti dáno konstrukcí zpracovatelských strojů.

Spodní hranice, množství malých částic: ukazuje se, že samotné částice plniva přestávají mít vliv, zmenší-li se jejich rozměry řádově na úroveň strukturních nehomogenit matrice (polyolefíny: 0,1 až 0,01 μm). Se zmenšující se velikostí částic však roste jejich sklon k aglomeraci, což způsobuje nedostatečnou homogennost materiálu a z toho vyplývající sníženou houževnatost a tuhost kompozitu.

Velkou roli také hraje **prostorová orientace** částic plniva – jedná se o komplikovaný děj, při němž se mění orientace částic plniva a tím i vlastnosti materiálu v jednotlivých průřezech.

2. 2. 3. Množství plniva

Důležité je i množství plniva v kompozitu; např. rázová houževnatost PP plněného $Mg(OH)_2$ dosahuje maxima, když je použito 30 hm.% plniva. Použití více než 57 hm.% $Mg(OH)_2$ značně snižuje jeho rázovou, ohybovou a tahovou pevnost, ale poskytuje kompozitu nehořlavost **[5].**

2. 2. 4. Hydroxid hořečnatý

Pro použití materiálů v elektrotechnice, automobilovém průmyslu a v mnoha dalších odvětvích, je velmi aktuální vývoj polymerních kompozitů se sníženou hořlavostí, resp. materiálů samozhášivých.

Hoření je soubor chemických reakcí, kdy palivo zahřáté na zápalnou teplotu může v přítomnosti plamene začít hořet, avšak jen v tom případě, že je mu v dostatečné míře přiváděn kyslík.

Podmínkou hoření musí být současný výskyt:

- hořlavé látky,
- kyslíku,
- dostatečně vysoké teploty.

Ovlivnění hořlavosti materiálu spočívá v omezení vlivu alespoň některé z uvedených podmínek hoření. To je možno provést přidáním látek označovaných jako **retardéry hoření**. Jsou to sloučeniny, které přívodu kyslíku buďto zabraňují, nebo při teplotě hoření produkují látky, které vstupují do vlastních reakcí tepelného rozkladu materiálů a zabraňují tak dalšímu hoření.

Mezi retardéry hoření patří, mimo jiné, i **hydroxid hořečnatý Mg $(OH)_2$.**

$Mg(OH)_2$ se začíná rozkládat při asi 340°C. Je netoxický. Předností $Mg(OH)_2$ je skutečnost, že kompozitní materiály na bázi polyolefín + 40-60 % $Mg(OH)_2$, mají kromě samozhášivosti či nehořlavosti a lepší mechanické soudržnosti materiálu během hoření i vynikající mechanické vlastnosti, především houževnatost.

Nevýhodou je špatná dispergovatelnost způsobená malou velikostí částic a vysokým sklonem těchto částic ke tvorbě aglomerátů. Čím lépe je však $Mg(OH)_2$ dispergován v PP, tím homogenněji je teplo hoření matrice absorbováno jeho endotermickým rozpadem, při němž vzniká voda a oxid hořečnatý MgO.

Použití $Mg(OH)_2$ jako retardéru hoření vyžaduje, aby jeho koncentrace v polymeru byla vyšší než 60 hm.%, což vede k výrazné změně mechanických a tepelných vlastností kompozitu.

2. 2. 5. Mezifázová vrstva

Mezifázová vrstva je kritickým místem každého kompozitu. Vlastnosti této vrstvy určují do značné míry mechanické chování materiálu.

Na povrchu plniva se mění struktura polymeru a vzniká tak vrstva matrice s jinými vlastnostmi, než které má ve svém objemu. **Má stejný efekt** jako vyšší obsah plniva - často je pozorováno zvýšení modulu pružnosti a pevnosti.

Interakci mezi matricí a plnivem většinou zprostředkovávají sekundární van der Waalsovy síly, které určují pevnost interakce i tloušťku mezifázové vrstvy.

Důležitá je struktura mezifázové vrstvy spolu s její adhezí k povrchu plniva a kohezí k polymerní matrici. Např. uvažujeme-li PP plněný minerálním plnivem, pak poněkud **výraznější vazba** mezi povrchově neupraveným plnivem a matricí **omezuje** snadnou plastickou deformaci PP matrice a podporuje tak křehké porušení kompozitu **[5].**

Mezifázová vrstva by měla být schopna absorbovat mechanickou energii a přispívat tak k houževnatosti materiálu. Také by měla přenášet napětí z matrice na plnivo i při vyšších teplotách.

Příznivější vlastnosti mezifázové vrstvy dosáhneme **úpravou povrchu částic plniva**, např. různými kyselinami a solemi.

2. 3. Vlastnosti výsledného kompozitu

Vlastnosti kompozitu určují možnosti a podmínky použití takového materiálu. Jeho vlastnosti závisí na mnoha faktorech, mezi které patří např.:

- povaha polymerní matrice,
- druh plniva,
- teplota a rychlost zatěžování daného materiálu.

Zavedení plniva do matrice má za následek vznik heterogenního systému. Pod vnějším zatížením způsobují částice plniva koncentraci napětí , jejíž velikost závisí na jejich geometrii a vlastnostech i na mezifázové adhezi. Rozdělení napětí kolem částic je dále ovlivňováno tepelným pnutím vzniklým rozdílnou tepelnou roztažností složek kompozitu. Přidání různého plniva do polymerní matrice může tedy způsobit zvýšení stejně jako snížení hodnot materiálových charakteristik kompozitu.

2. 4. Lomová houževnatost

Houževnatost je vlastností zatěžovaného tělesa, která souvisí zejména se schopností materiálu odolávat vzniku a šíření trhlin. Z fyzikálního hlediska houževnatost představuje měrnou energii, kterou je materiál schopen lokálně absorbovat dříve, než se poruší (než dosáhne určitého mezního stavu). Při **pomalém zatěžování** je většina materiálů schopna absorbovat více energie než při zatěžování rázy. S **rostoucí rychlostí zatěžování** tedy materiál křehne. Takový materiál má pouze malou schopnost se plasticky deformovat a akumulovaná energie pružnosti je přednostně spotřebována na vznik nových lomových povrchů. Při napětích, která jsou nižší než je Re daného materiálu dochází z náhlému rozvoji křehkého lomu, který se šíří vysokou rychlostí. Je proto nejnebezpečnějším mezním stavem.

Vývoj materiálů směřuje ke stále náročnějším výrobkům vystaveným složitým podmínkám namáhání i v agresivních prostředích. Téměř vždy je hlavním cílem získání materiálu s vysokou tuhostí kombinovanou s dostatečnou rázovou odolností. Byla tedy vyvolána potřeba nových metod a metodik umožňujících kvantifikovat proces porušování materiálů. Vhodným nástrojem se stala **lomová mechanika.** Metody vycházející z lomové mechaniky umožňují na základě lomových zkoušek stanovit lomovou houževnatost daného materiálu jako charakteristiku, která odráží strukturu a vlastnosti materiálu, je nezávislá na velikosti

zkušebního tělesa a tvoří tedy materiálovou charakteristiku použitelnou pro účely konstruování.

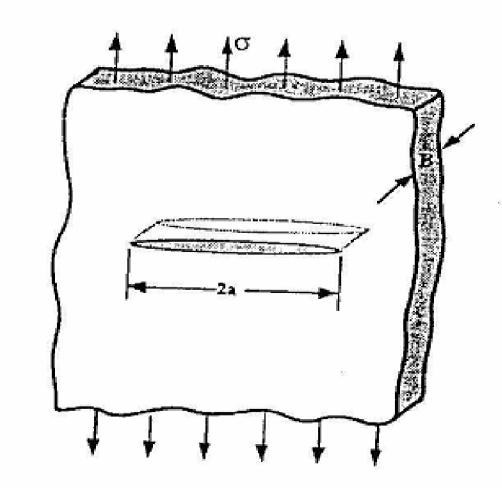
Koncepce **lineárně elastické lomové mechaniky (LELM)** umožňuje kvantitativní posouzení selhání materiálu v důsledku nestabilního lomu (stanovení odporu vůči křehkému porušení) za předpokladu, že se materiál chová až do lomu přibližně lineárně elasticky. Použitelnost LELM je dostatečně dokázána pro statické, dynamické i únavové způsoby zatěžování.

Houževnatost materiálu je podle teorie LELM úměrná množství energie disipované během lomu a může být popsána rychlostí uvolňování elastické energie G, resp. faktorem (součinitelem) intenzity napětí K:

$$G = \frac{\pi.\sigma^2.a}{E},$$

$$K = \sigma.\sqrt{\pi.a},$$

kde a je poloviční délka trhliny v nekonečné rovině zatížené tahovým napětím σ, **obr. 2. 4.-1** [13].



Obr. 2. 4.-1: Trhlina o délce 2*a* v nekonečné rovině zatížené napětím σ [13]

Kritické hodnoty veličin G, resp. K, jsou nazývány lomová houževnatost G_C, resp. K_C, a definují lomové kriterium pro daný materiál. V mezích platnosti LELM platí mezi K a G vztah:

$$K^2 = E'.G,$$

kde $E' = E$ pro případ rovinné napjatosti, resp. $E' = \frac{E}{1-\upsilon^2}$, pro případ rovinné deformace.

Měření K_C je relativně jednoduché u materiálů, které mají lineárně elastické chování. Skutečné materiály nejsou ve skutečnosti zcela elastické; jejich porušení je doprovázeno vznikem alespoň malé plastické deformace v oblasti kořene trhliny. S rostoucí velikostí zplastizované oblasti před kořenem trhliny jsou výsledky LELM stále nepřesnější. V případě malého rozsahu plastické deformace postačí jednoduchá korekce LELM; je – li plastická oblast velká, je nutno použít parametry uvažující nelineární chování materiálu (což je jistá idealizace elastoplastické deformace) – **elastoplastická lomová mechanika (EPLM)**.

EPLM využívá pro popis situace v okolí kořene trhliny v elastoplastickém materiálu parametr rozevření trhliny δ (Crack Tip Opening Dislpacement - CTOD) a tzv. křivkový *J* integrál:

$$\delta = \frac{4.K_I^2}{\pi.E.R_e}, \text{ resp. } \delta = \frac{4.G}{\pi.R_e},$$

$$J = G, \text{ resp. } J = \frac{K_I^2}{E}$$ (oba vztahy popisují lineárně elastický materiál, namáhaný tahem).

Křivkový *J* integrál popisuje rychlost uvolňování energie v nelineárně elastickém tělese s trhlinou; je nezávislý na použité dráze a dobře popisuje napětí i deformaci v kořenu trhliny v nelineárním materiálu. Proto je křivkový *J* integrál považován za parametr energetický stejně jako za parametr intensity napětí.

Kritické hodnoty J_c, mohou být dle vztahu $J = \frac{K_I^2}{E}$ přepočítány na kritickou hodnotu faktoru intenzity napětí K_c pro lineárně elastické materiály. Tak mohou být hodnoty J_c porovnány s hodnotami K_c získanými pomocí LELM.

Jelikož jsou materiály v praxi běžně zatěžovány dynamicky, je vhodné znát K_c, resp. J_c, i při tomto způsobu zatěžování; uvedené charakteristiky jsou pak označovány K_{Id}, resp. J_{Id}. Často je používána zkouška tříbodovým ohybem na instrumentovaném Charpyho kladivu. Rychlost dopadu beranu kladiva by neměla být kvůli dynamickým efektům vedoucím k chybám vyšší než 1 $m.s^{-1}$.

Obecně lze říci, že při **aplikaci lomové mechaniky na plasty** je možné využít celé řady poznatků, které byly shromážděny ve formě standardů, doporučení a jiných předpisů pro kovové materiály. Nicméně je třeba mít na paměti některé charakteristické odlišnosti plastů (např. výraznější rychlostní, teplotní a časovou závislost mechanických vlastností) ve srovnání s kovovými materiály **[5].**

Popsat **houževnatost kompozitu** je velmi složité, neboť je ovlivňována mnoha faktory, jejichž působení se navíc různým způsobem kombinuje a vede k odlišným výsledkům v chování materiálu. Např. přidání tuhého plniva do křehké matrice způsobí rychlý nárůst rázové houževnatosti. Naproti tomu přidání tuhého plniva do tvárné matrice způsobí pokles houževnatosti, protože plnivo zmenšuje objem houževnaté matrice a to vede ke snížení lomové energie. Také je důležitá úprava povrchu hydroxidu hořečnatého $Mg(OH)_2$; stearát sodný způsobuje vyšší rázovou houževnatost kompozitu ve srovnání s plnivem, které nemá upravený povrch.

2. 4. 1. Postup určení dynamické lomové houževnatosti [13]

Při **určení dynamické lomové houževnatosti K_{Id}, resp. hodnot J_{Id}**, experimentálních materiálů byla použita následující metodika:

- **hladké vzorky** o rozměrech 4×10×60 mm byly použity pro stanovení dynamické meze kluzu σ_d a dynamického modulu pružnosti E_d dle vztahů:

$$\sigma_d = \frac{3 \cdot F_{GY} \cdot s}{2 \cdot B \cdot W^2},$$

$$E_d = \frac{F_{GY} \cdot s^3}{4 \cdot B \cdot W^3 \cdot f_{GY}},$$

kde F_{Gy} [N] a f_{Gy} [mm] je síla a průhyb na mezi makroplastických deformací, B [mm] je tloušťka a W [mm] je šířka vzorku , s [mm] je vzdálenost podpor,

- pro určení K_{Id}, resp. J_{Id}, byla **do dalších vzorků** o rozměrech 4×10×60 mm pomalým vtlačováním žiletky **vytvořena trhlina** o délce 4 mm. Ze získaných závislostí síla $\boldsymbol{F_{Gy}}$ - průhyb $\boldsymbol{f_{Gy}}$ vzorku byly odečteny údaje o síle F_{Gy} [N] a průhybu f_{Gy} [mm] na mezi makroplastických deformací, maximální dosažené síle F_{max} [N] a množství práce A_{el} [mJ] , resp. A_{pl} [mJ] , nutné pro elastickou, resp. plastickou, deformaci vzorku před porušením. Tyto údaje spolu s tloušťkou vzorku B [mm] a jeho šířkou W [mm] , délkou počáteční trhliny a_0 [mm] , příp. efektivní délkou trhliny a_{eff} [mm], byly použity při určování dynamické lomové houževnatosti K_{Id}, resp. hodnot J_{Id}, následujícím postupem:
  - houževnatost **křehkých materiálů**, pro něž platí zákony lineárně-elastické lomové mechaniky (LELM), je popsána **lomovou houževnatostí K_{Id}**. Při jejím výpočtu je nejprve potřeba určit tzv. **prozatímní hodnotu lomové houževnatosti K_{Qd}** [MPa.m^{0,5}] podle vztahu:

$$K_{Qd} = \frac{F_{\max} \cdot s}{B \cdot W^{1,5}} \cdot f\left(\frac{a_0}{W}\right) \cdot 10^{-1,5},$$

s [mm] je vzdálenost podpor, $f\left(\frac{a_0}{W}\right)$ je funkcí tvaru vzorku a poměru $\left(\frac{a_0}{W}\right)$.

Prozatímní hodnota K_{Qd} je prohlášena za platnou hodnotu lomové houževnatosti K_{Id} v případě, že jsou splněny podmínky rovinné deformace:

$$B, a_0, (W - a_0) \geq \beta \cdot \left(\frac{K_{Qd}}{\sigma_d}\right)^2, \quad \text{kde } \beta = 3922{,}2 \cdot K_{Qd}^{-1,75},$$

- pro **materiály**, u nichž dojde k iniciaci nestabilní trhliny až po určité **plastické deformaci**, platí zákony elastoplastické lomové mechaniky (EPLM) a jejich houževnatost je pospána tzv. **kritickou hodnotou J - integrálu J_{Id}**. Na záznamu je určována hodnota síly F_{GY} [N] jako průsečík tzv. 5% sečny s čárou grafu; takto určená síla F_{GY} musí splňovat podmínku, F_{GY} / F_{max} < 1,1. Dále je určen odpovídající průhyb f_{GY} [mm]. Integrací plochy pod křivkou je dána celková práce A_c [mJ], nutná na deformaci vzorku a práce A_{pl} [mJ] potřebná na jeho plastickou deformaci. Rozdílem A_c - A_{pl} je pak dána práce A_{el} [mJ] nutná k elastické deformaci vzorku. Zjištěné hodnoty jsou dosazeny do vztahu pro výpočet tzv. **prozatímní hodnoty J - integrálu J_{Qd}** [N.mm^{-1}]:

$$J_{Qd} = \eta_{el} \cdot \frac{A_{el}}{B \cdot (W - a_0)} + \eta_{pl} \cdot \frac{A_{pl}}{B \cdot (W - a_0)} \cdot \frac{W - a_{eff}}{W - a_0} ,$$

kde $$\eta_{el} = \frac{2 \cdot F_{GY} \cdot s^2 \cdot (W - a_0)}{f_{GY} \cdot E_d \cdot B \cdot W^3} \cdot f^2_{\left(\frac{a0}{W}\right)} \cdot (1 - \nu^2),$$

$$\eta_{pl} = 2 - \frac{(1 - a_0/W) \cdot (0{,}892 - 4{,}476 \cdot a_0/W)}{1{,}125 + 0{,}892 \cdot a_0/W - 2{,}238 \cdot (a_0/W)^2} ,$$

ν je Poissonovo číslo, pro plasty se udává ν = 0,35.

Hodnota J_{Qd} bude prohlášena za platnou hodnotu lomové houževnatosti J_{Id} v případě, že splní podmínky rovinné deformace:

$$B, a_0, (W - a_0) \geq \varepsilon \cdot \frac{J_{Qd}}{\sigma_d} , \text{ kde } \varepsilon = 256{,}0 \cdot J_{Qd}^{-0{,}96} ,$$

- je-li lomová houževnatost materiálu zjišťována v dostatečně širokém intervalu teplot, může nabývat hodnot K_{Jd} i J_{Id}. Pro stanovení teplotní závislosti je nutno přepočítat hodnoty J_{Id} [N.mm^{-1}] na K_{Jd} [MPa.m^{0,5}] dle vztahu:

$$\mathrm{K_{Jd}} = \sqrt{10^{-3} \cdot \frac{\mathrm{E_d}}{1 - \nu^2} \cdot \mathrm{J_{Id}}} .$$

Do grafu jsou potom na y-osu pro nízké teploty vynášeny hodnoty K_{Id} a při vyšších teplotách hodnoty K_{Jd}.

2. 5. Technologie výroby

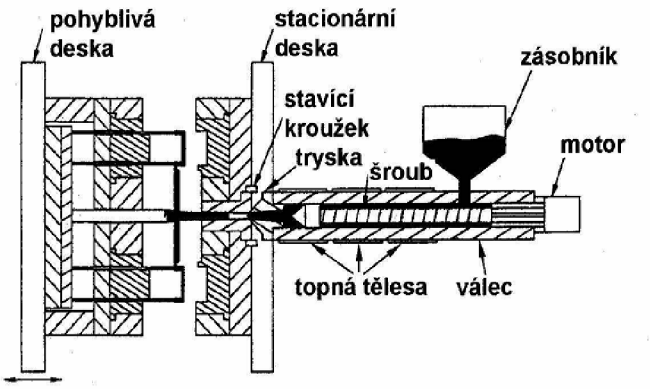
Technologie zpracování a výroby materiálu významným způsobem ovlivňují kvalitu konečného výrobku; zejména jeho rozměrovou stálost, nehomogennost a anizotropii vlastností včetně různé odolnosti vůči šíření trhliny.

PP se nejčastěji zpracovává **injekčním vstřikováním**, **obr. 2. 5.-1**; je to složitý proces, při kterém působí celá řada vzájemně se ovlivňujících technologických parametrů.

Proces injekčního vstřikování se skládá z těchto kroků:

- **plastikace materiálu** – účelem je roztavení a homogenizace granulí; to se provádí v tavící komoře stroje s otočně a posuvně uloženým plastikačním šnekem.
  Teplo potřebné k roztavení materiálu je asi z 1/3 přiváděno z vnějšku, 2/3 se získají třením při hnětení hmoty. Teplota taveniny ovlivňuje mnohé faktory, jako např. výsledné vlastnosti a rozměry výstřiku,
- **vstříknutí taveniny do formy** – cílem je dokonale vyplnit dutinu formy, pod určitým tlakem a danou rychlostí.
  Šnek se již neotáčí, je jako píst posouván dopředu a tlačí taveninu přes trysku do formy,
- **dotlak** – účelem je po dokončení vstřiku dotlačovat taveninu do formy a nahrazovat tak úbytek objemu způsobený smrštěním materiálu při chladnutí,
- **chladnutí ve formě** – začíná již během vstřikování a pokračuje i při dotlaku. Dochází ke značným časovým i místním změnám stavových veličin-tlaku p, objemu V, teploty T. Jejich průběh je v různých místech výstřiku různý a je ovlivněn tvarem výrobku, tloušťkou stěn apod. Změny p, V, T určují strukturu materiálu a ovlivňují hmotnost a rozměry výstřiku,
- **otevření formy, vyhození výstřiku a uzavření formy** – vše probíhá po dokončení dotlaku.

Proces vstřikování může být automatizován – současné inteligentní mikroprocesorové řídící systémy jsou schopny provádět rychlé úpravy výrobního procesu tak, aby výsledkem byly užší tolerance rozměrů a rovnoměrnější kvalita výstřiků.



Obr. 2. 5.-1: Injekční vstřikování

3. CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE

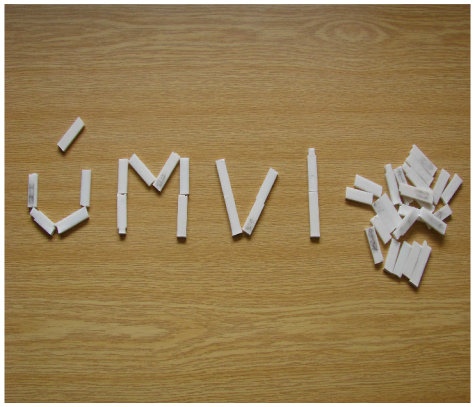
Cílem předkládané diplomové práce je:

- studium vztahu mezi složením a mechanickými vlastnostmi kompozitního materiálu na bázi polypropylenu (**PP**) plněného odstupňovaným množstvím plniva hydroxidu hořečnatého **$Mg(OH)_2$**; je přitom sledováno, jak je chování kompozitu ovlivněno:
  - obsahem plniva (20, 40 a 60%),
  - teplotou (interval -30 až +60 °C),

- sledovanou mechanickou vlastností je **dynamická lomová houževnatost K_{Id}, resp. K_{Jd},**

- pro každý experimentální materiál je stanovena závislost dynamické lomové houževnatosti na teplotě a nalezena regresní funkce tuto závislost popisující,

- experimentální hodnoty dynamické lomové houževnatosti jsou porovnány s daty zjištěnými na stejných materiálech před 10-ti lety a je vysloven **závěr o vlivu času** na mechanické vlastnosti zkoumaných kompozitních materiálů.



4. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

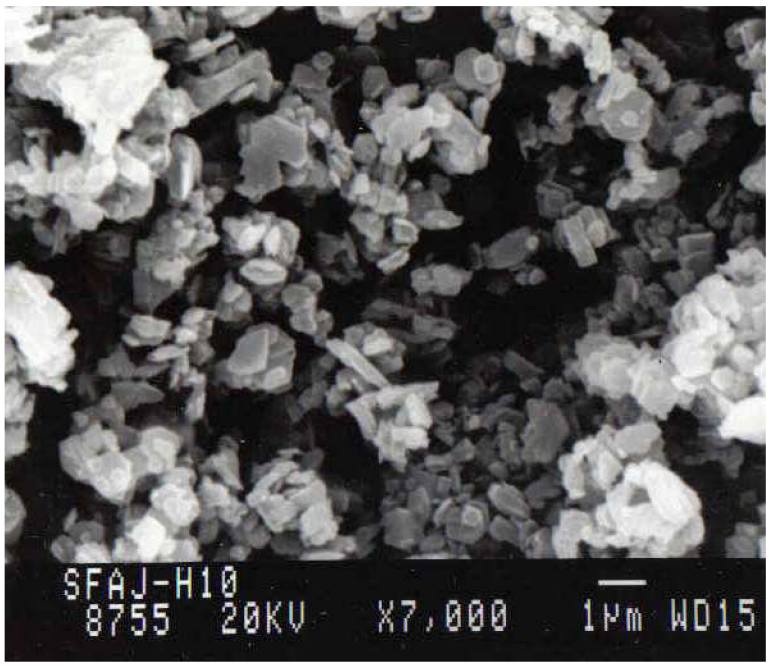
4. 1. Matrice

Matrici studovaného polymerního částicového kompozitu tvořil **polypropylen (PP) SHAC KMT 6100** (výrobce Shell International Chemical Co. Ltd.) o hustotě 0,903 $g.cm^{-3}$ a indexu toku taveniny 4,0 $dg.min^{-1}$ (ISO 1133; 2,16 kg /230°C), standardně stabilizovaný proti termooxidaci. Tento materiál je určen pro injekční vstřikování výrobků (nástrojů, součástek automobilů, zařízení používaných v domácnosti), u kterých je požadována střední houževnatost.

4. 2. Plnivo $Mg(OH)_2$

Jako **plnivo** byl použit **hydroxid hořečnatý $Mg(OH)_2$**, který je komerčně dostupný pod firemním označením MAGNIFIN H 10. Povrch částic plniva byl v Polymer Institute Brno, spol. s r. o., upraven stearinem ASTRA (2,5 hm.% na plnivo).

Plnivo v práškovém stavu bylo pozorováno v **[5]** na elektronovém rastrovacím mikroskopu JEOL JXA-840A. Částice plniva mají tvar plochých šestihranných destiček, se sklonem tvořit aglomeráty částic, **obr. 4. 2.-1** [5]. Průměrná velikost částic je 1,98 µm, **tab. 4. 2.-1** [5], průběh rozdělení částic plniva je patrný z **grafu 4. 2.-1** [5].

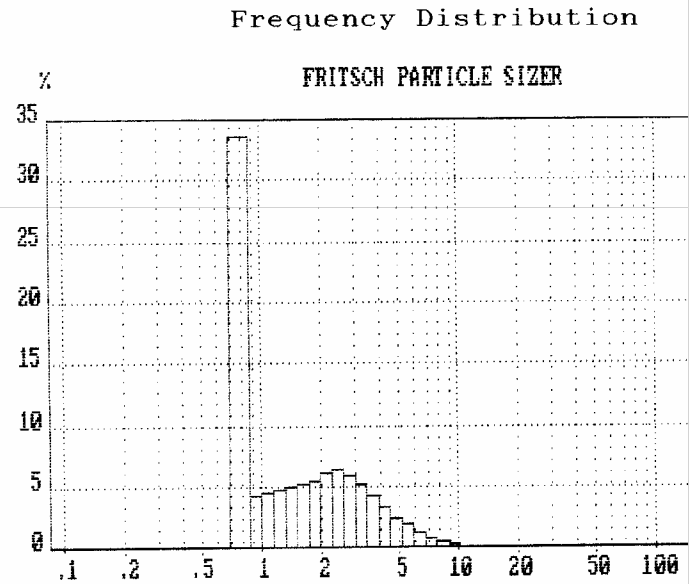


Obr. 4. 2.-1: Plnivo MAGNIFIN H 10 [5]

Tab. 4. 2.-1: Velikost částic plniva [5]

MAGNIFIN H 10	VELIKOST ČÁSTIC PLNIVA
1 % částic menší než	0,02 µm
25 % částic menší než	0,61 µm
60 % částic menší než	1,75 µm
75 % částic menší než	2,44 µm
97 % částic menší než	5,35 µm
Průměrná velikost částic	**1,98 µm**

```
Fixed percentage volumes (undersize) :
      1.00 %  <    0.02 microns
     25.00 %  <    0.61 microns
     60.00 %  <    1.75 microns
     75.00 %  <    2.44 microns
     97.00 %  <    5.35 microns
```



Graf 4. 2.-1: **Rozdělení velikosti částic plniva MAGNIFIN H 10** [5]

4. 3. Výsledný kompozit

Zkoumané kompozity typu **PP + MAGNIFIN H 10** jsou označeny **S 2**, **S 4** a **S 6**, kde **číslo** v označení materiálu **vyjadřuje stupeň plnění v desítkách %.**

Kompozity byly vyrobeny v Polymer Institute Brno, spol. s r.o., . Ke smíchání komponent bylo použito zařízení KO KNEATER BUSS MDK 46. Na vstřikovacím lisu Battenfeld BA 750-220 byly vyrobeny ze získaného granulátu zkušební trámečky pro zkoušku rázem v ohybu.

Všechny vzorky experimentálních materiálů byly **připraveny před deseti lety**. Část jich byla zkoumána hned po vyrobení (vzorky 1), zbylé materiály (vzorky 2) byly uloženy v temnu bez přístupu UV záření v krabicích ve skříni, při pokojové teplotě a normální vlhkosti vzduchu.

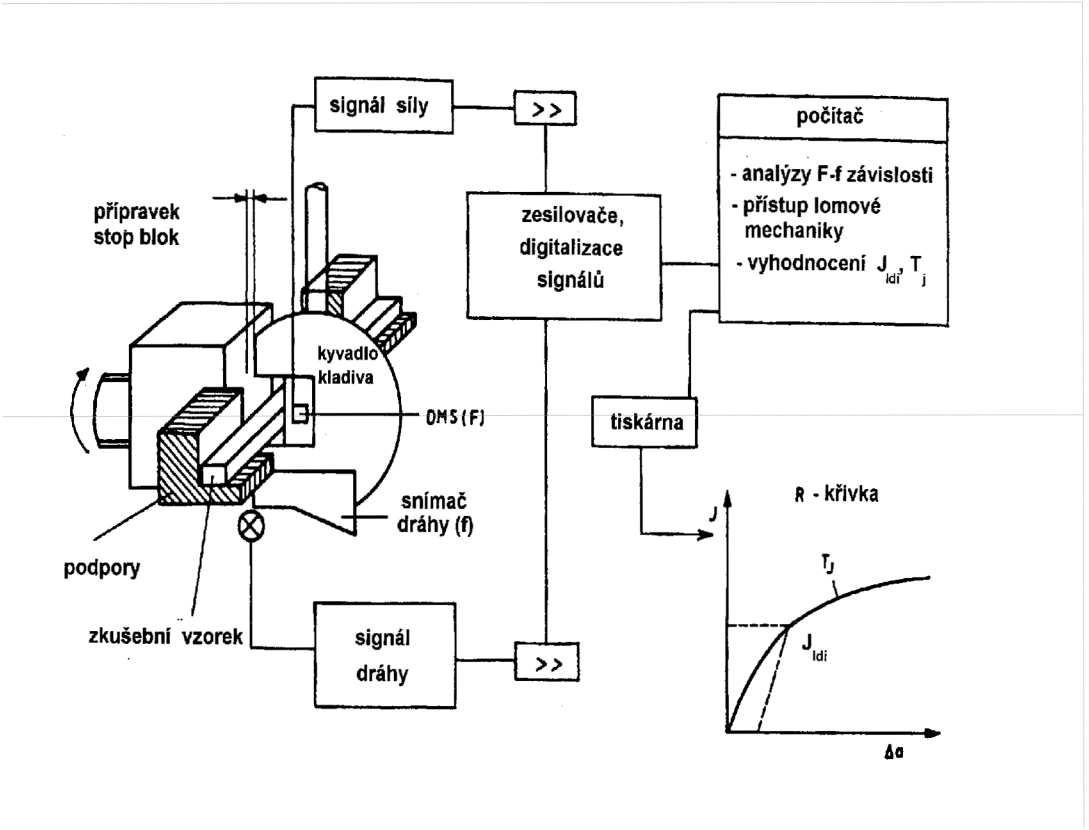
5. VYHODNOCENÍ DYNAMICKÉ LOMOVÉ HOUŽEVNATOSTI

Při popisu dynamické lomové houževnatosti sledovaných materiálů byla použita instrumentovaná zkouška rázem v ohybu.

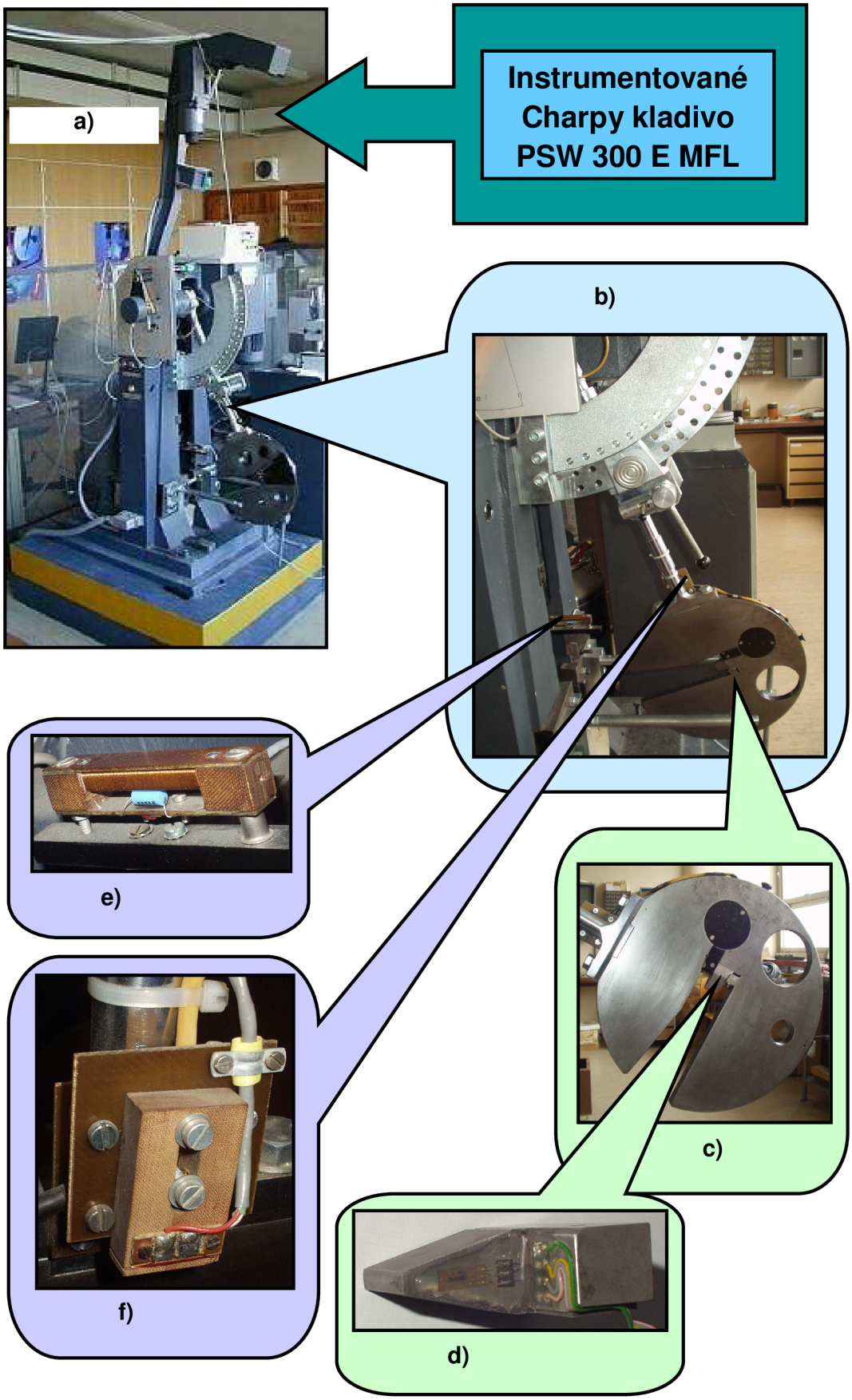
5. 1. Experimentální zařízení

K určení hodnot potřebných charakteristik bylo použito Charpyho **instrumentované rázové kladivo PSW 300 E/MFL** o celkové energii 150 J, **obr. 5. 1.-1, 5. 1.-2** [5], [12], které je zrekonstruováno tak, aby vyhovovalo požadavkům mezinárodních standardů.

Výška, z níž byl beran kladiva spouštěn na vzorek, byla volena tak, aby byla splněna podmínka 3 τ (τ je perioda vlastních kmitů vzorku). Dopad na vzorky byl z úhlu 20°; nárazová rychlost 0,95 $m.s^{-1}$. Signály **síla - čas** a **dráha - čas** snímané během zkoušky byly zaznamenány rychlou digitální pamětí s výstupem na kartu počítače. Vytvořený software **ScopeWin** poskytuje poměrně rozsáhlé možnosti dalšího zpracování získaných signálů, např. vyloučením časové základny lze získat průběh síly v závislosti na dráze, z něhož je možno určit množství práce nutné pro elastickou, příp. plastickou, deformaci vzorku, **obr. 5. 1.-3**.

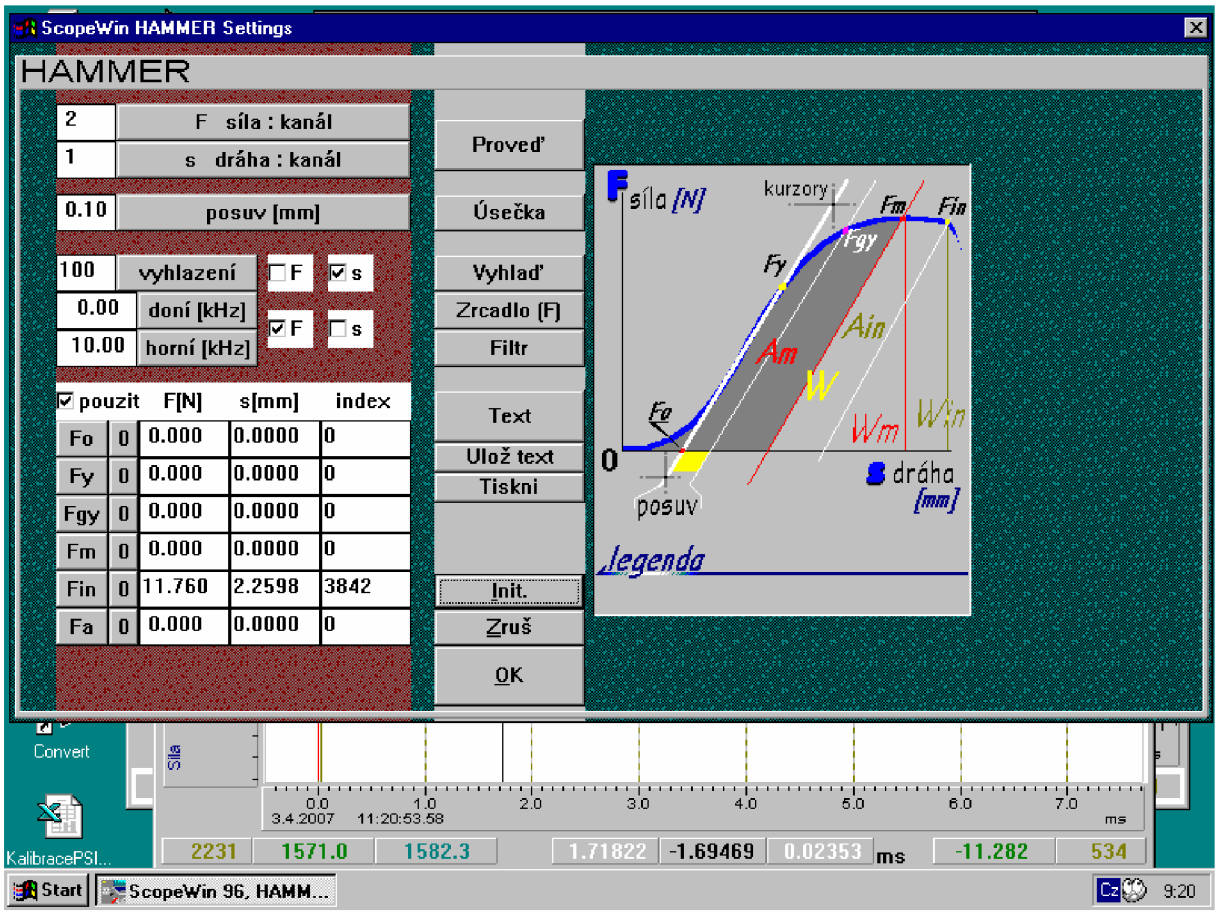


Obr. 5. 1.-1: Schéma instrumentovaného rázového kladiva [5]



Obr. 5. 1.-2: instrumentované rázové kladivo [12]

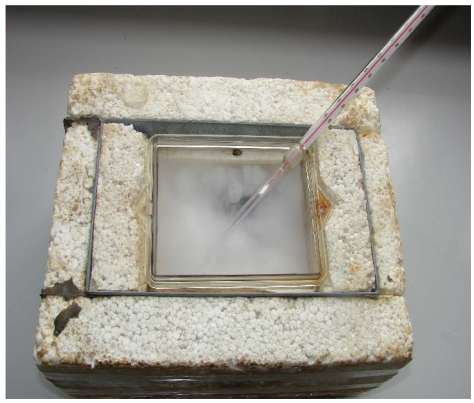
a) instrumentované kyvadlové rázové kladivo
b) instrumentovaný beran kladiva zavěšený na otočném rameni
c) beran kladiva
d) instrumentovaný břit s tenzometry, e), f) části indukčního snímače polohy beranu



Obr. 5. 1.-3: **Schéma vyhodnocení křivky síla - průhyb v programu ScopeWin**

Temperace vzorků pro zkoušky za jiných než standardních teplot byla prováděna v kryostatech za pomoci technického lihu a tekutého dusíku, **obr. 5. 1.-4 a), b),** resp. ve vodní lázni ohřáté na požadovanou teplotu.

a) **b)**



Obr. 5. 1.-4: a), b) vzorky ochlazované v lázni technického lihu a tekutého dusíku

5. 2. Aplikace regresní analýzy na vyhodnocování základních mechanických charakteristik

Při zjišťování závislosti mechanických vlastností na teplotě byly aplikovány **metody lineární, příp. nelineární, regresní analýzy**, přičemž lomová houževnatost představuje pozorovanou závisle proměnnou veličinu a teplota je nezávisle proměnná.

V **[5]** je uvedeno, že pro popis závislostí $\boldsymbol{E}_{\mathbf{d}}$, $\boldsymbol{\sigma}_{\mathbf{d}}$, a $\boldsymbol{K}_{\mathbf{IJ}}$ (vzorky 1) na $\boldsymbol{T}$ byly pomocí softwaru **TableCurve 2D** (TC2D) nalezeny regresní funkce ve tvaru uvedeném v **tab. 5. 2.-1**.

Pro popis závislosti nově získaných dat (vzorky 2) na teplotě byly použity funkce stejného typu; výpočty byly provedeny pomocí softwaru **Excel**.

Pro zjištění odchylek ve vyhodnocování stejných experimentálních údajů pomocí TC2D a Excel byla pomocí Excelu zpracována i stará data (vzorky 1).

Tab. 5. 2.-1: **Přehled typů regresních funkcí použitých pro popis závislostí mechanických vlastností na teplotě** [5]:

Závislost $y = f(x)$	**Typ regresní funkce**
$E_d = f(T)$	$y = a \,.\, \exp(-b \,.\, x)$
$\sigma_d = f(T)$	$y = a \,.\, \exp(-b \,.\, x)$
$K_{Jd} = f(T)$	$y = a + b\,x + c\,x^2$

6. VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ, JEJICH VYHODNOCENÍ A DISKUSE

Při zkoušce rázem v ohybu bylo značné množství zkušebních těles, **obr. 6.-1**, ve tvaru trámečků zatěžováno na instrumentovaném rázovém kladivu o celkové energii 150 J dopadovou rychlostí přibližně 1m.s^{-1} při teplotách od –30 ^{o}C do +60 ^{o}C.

Pro zkoušené materiály **S 2, S 4, S 6** byly připraveny vzorky hladké bez vrubu a trhliny a vzorky s trhlinou o délce 4 mm; interval teplot, při nichž byly experimenty prováděny, byl volen podle dřívějších zkušeností [5]. Počet vzorků zkoušených při jednotlivých teplotách je uveden v **tab. 6.-1.**

Obr. 6.-1: Značné množství experimentálních vzorků

Tab. 6.-1: Přehled experimentálních materiálů a teplot

→ *T* [°C]	-30		-20		-10		0		10		20		30		40		50		60	
↓ materiál	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T	H	T
S2	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4						
S4			2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2						
S6							4	4	4	4	4	3	4	3	4	3	4	3	4	3

H = hladký vzorek bez trhliny

T = vzorek s trhlinou

6. 1. Zkušební tělesa hladká

Přeražením hladkých vzorků byl v programu ScopeWin získán záznam síla F – dráha s, který bylo nutno vyhodnotit. **Nejprve bylo zapotřebí** načíst vlnu v daném souboru a upravit ji tak, aby měla vhodnou velikosti a byla tak lépe čitelná. Poté byl nastaven průsečík 5 % sečny s čárou grafu tak, aby mohly být určeny hodnoty síly F_{GY} a průhybu f_{Gy}. Následoval příkaz k vyhlazení úsečky, kdy software musel sečnu upravit a nastavit tak, aby nedošlo k ovlivnění výsledků lidskou nepřesností. Daný program ovšem ne vždy zcela dostatečně úsečku vyhladil a tak bylo často nutné předchozí kroky několikrát opakovat. Po zadání kontroly úsečky byly určeny hledané veličiny.

Vyhodnocením výsledků experimentů na hladkých tělesech byly tedy získány vstupní hodnoty (síla F_{Gy} a průhyb f_{Gy} na mezi makroplastických deformací) pro výpočet dynamického modulu pružnosti E_d a dynamické meze kluzu σ_d, jejichž výpočtům předcházelo rozsáhlé zpracování dostupných dat v programu Excel. Znalost hodnot těchto charakteristik je nutná pro určení dynamické lomové houževnatosti zkoumaných materiálů.

Statistickým vyhodnocením výsledků bylo zjištěno, že **závislost** E_d a σ_d na T je pro každý experimentální materiál dobře **popsána regresní funkcí typu** $y = a.\ \exp(-b \cdot x)$, kde y = E_d, resp. σ_d; a, b jsou koeficienty funkce; x = teplota.

V následujícím textu je uveden podrobnější komentář ke sledovaným mechanickým charakteristikám.

6. 1. 1. Dynamický modul pružnosti E_d

Výsledky experimentů a grafické zpracování závislosti $E_d = f(T)$ je zřejmé z **grafu 6. 1. 1.-1 a), b), c)**; nalezené hodnoty koeficientů regresních funkcí jsou uvedeny v **tab. 6. 1. 1.-1**.

Z **grafu 6. 1. 1.-1 a), b), c)** je zřejmé, že:

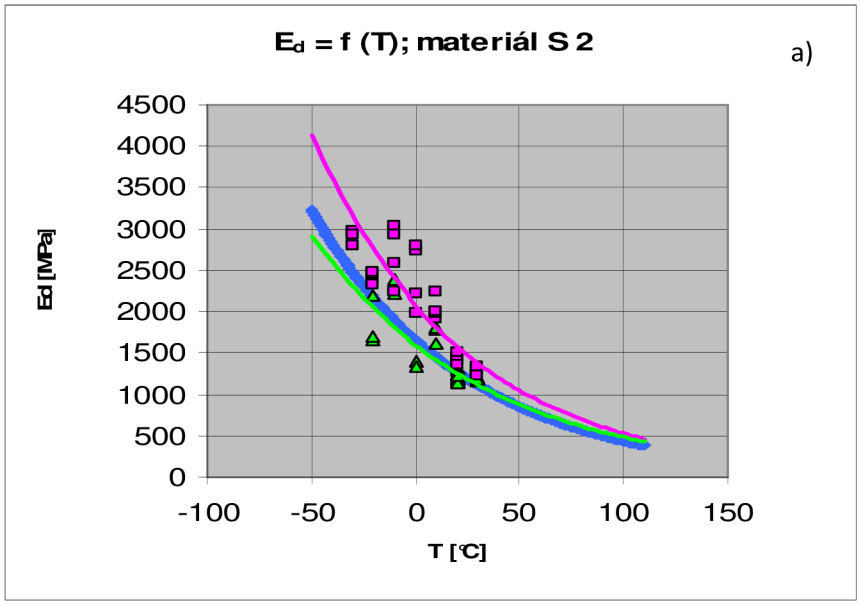
- nově získané hodnoty E_d (vzorky 2 Excel) dobře doplňují soubor dříve získaných dat (vzorky 1 Excel). Menší rozptyl obou vzorků je patrný u materiálu S 2 a zvláště S 4, kompozit S 6 je velmi vysoce plněný a hodnoty E_d vykazují velký rozptyl,
- závislost $E_d = f(T)$ pro vzorek dat 1 popsaná pomocí softwarů TC2D a Excel vykazuje velmi dobrou shodu; výpočtový program tedy nemá významný vliv na průběh nalezené regresní funkce ani na hodnoty koeficientů této funkce, **tab. 6. 1. 1.-1**,
- průběh regresní funkce určené pomocí excelu pro datový vzorek 2 Excel je téměř totožný s průběhem funkcí nalezených na vzorku 1 pomocí TC2D či Excelu; shoda funkcí a experimentálně určených bodů je patrná zvláště v oblasti experimentálních teplot, v oblasti predikce hodnot E_d pro nízké a vysoké teploty se závislosti od sebe poněkud liší.

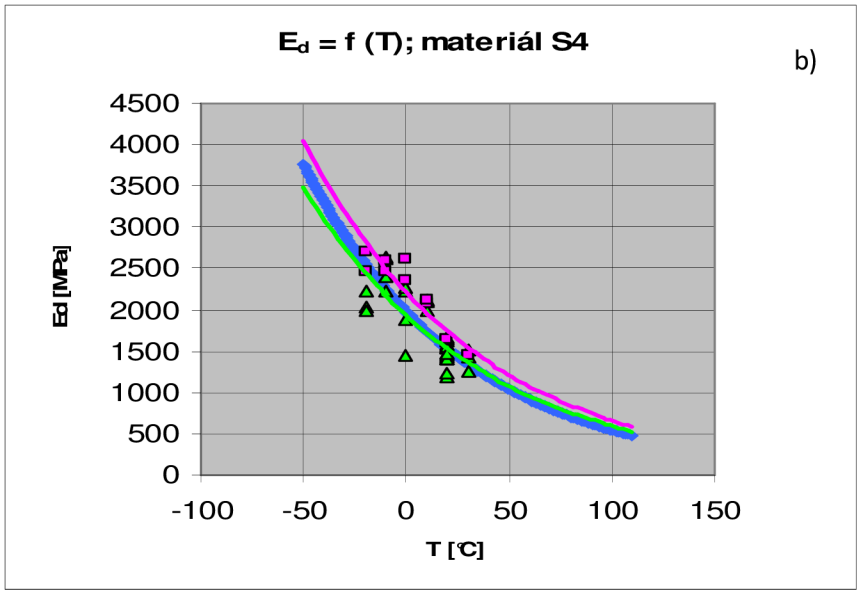
Je tedy možné konstatovat, že nebyl zjištěn výraznější vliv stárnutí na E_d sledovaných kompozitních materiálů a na jeho závislost na teplotě.

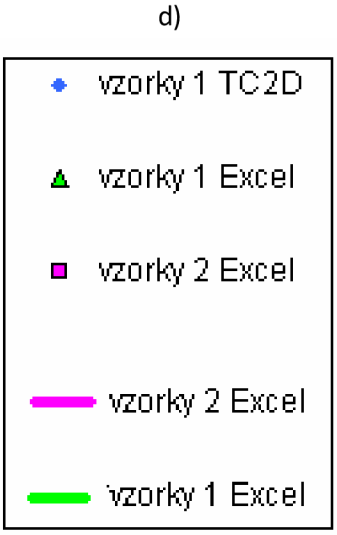
Nalezená regresní funkce $y = a \,.\, \exp(-b \,.\, x)$ popisující závislost E_d na teplotě byla shledána jako vyhovující a do následných výpočtů budou použity hodnoty E_d dané pro požadované teploty pomocí regresních koeficientů určených pro vzorek 2 Excel.

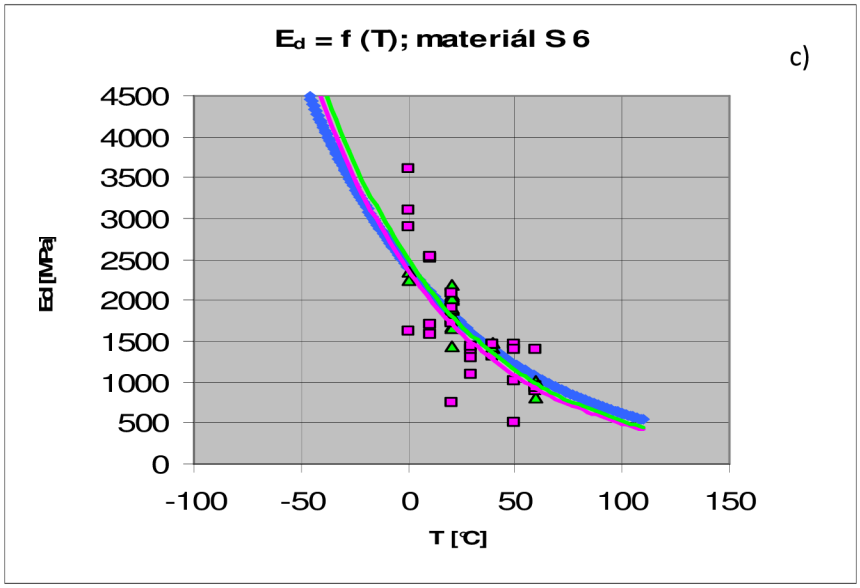
Tab. 6. 1. 1.-1: $E_d = f(T)$; hodnoty koeficientů regresní funkce $y = a \,.\, \exp(-b \,.\, x)$

	vzorky 1 TC2D			vzorky 1 Excel			vzorky 2 Excel		
	a	b	adj r^2	a	b	r^2	a	b	r^2
S2	1655,522	0,013	0,791	1600,600	0,012	0,676	2082,000	0,014	0,788
S4	1977,363	0,013	0,824	1933,400	0,012	0,647	2214,300	0,012	0,843
S6	2403,541	0,014	0,785	2494,300	0,016	0,016	2365,800	0,016	0,533









Graf 6. 1. 1.-1: $E_d = f(T)$ pro materiál S2 (a), S4 (b) a S6 (c); legenda ke grafům (d)

6. 1. 2. Dynamická mez kluzu σ_d

Výsledky experimentů a grafické zpracování závislosti $\sigma_d = f(T)$ je zřejmé z **grafu 6. 1. 2.-1 a), b), c)**; nalezené hodnoty koeficientů regresních funkcí jsou uvedeny v **tab. 6. 1. 2.-1**.

Z **grafu 6. 1. 2.-1 a), b), c)** je zřejmé, že:

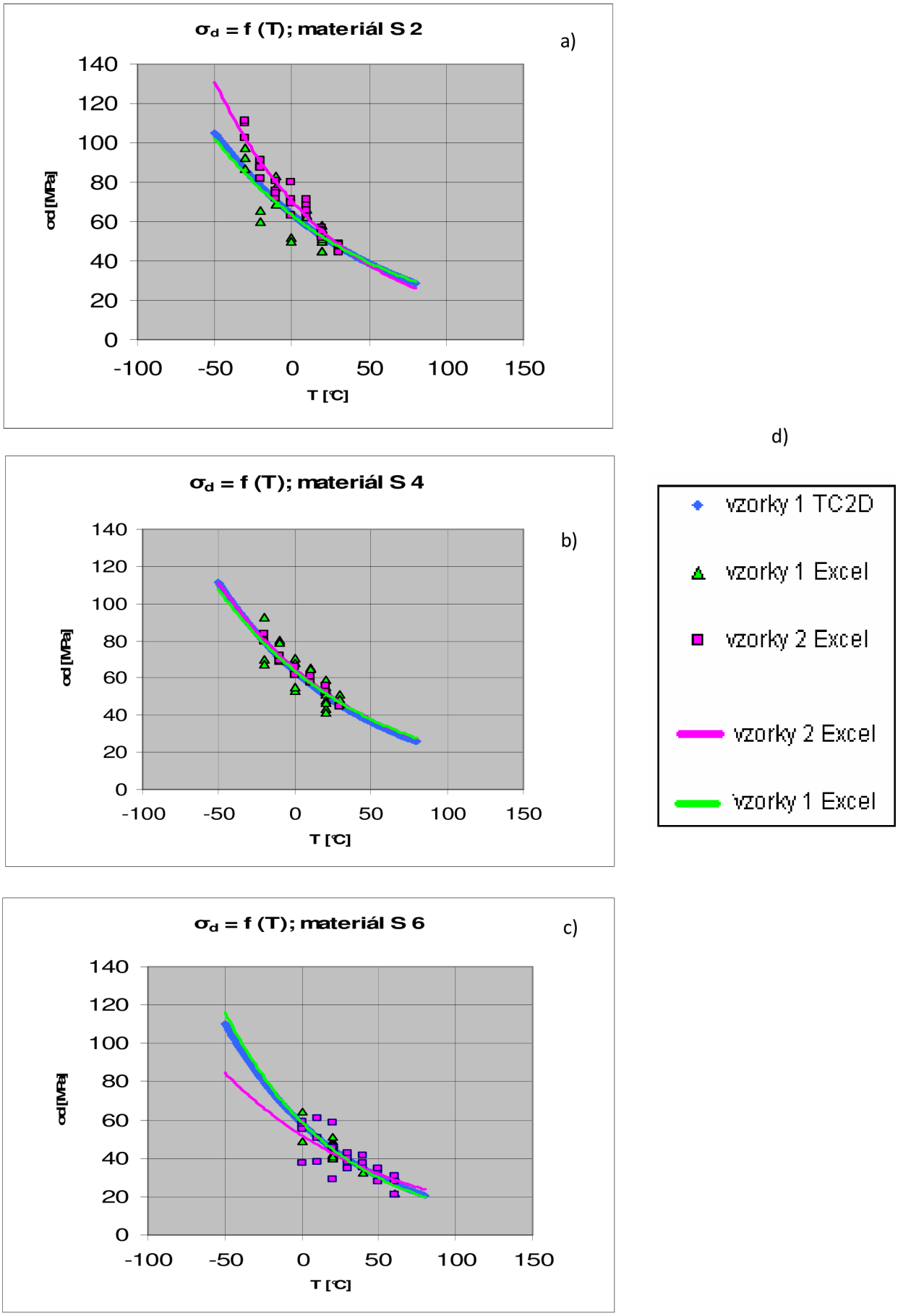
- nově získané hodnoty σ_d (vzorky 2 Excel) vhodně doplňují soubor dříve získaných dat (vzorky 1 Excel). Menší rozptyl obou vzorků je patrný u materiálu S 2 a S 6, křivky kompozitu S 4 nevykazují větší odlišnost,
- závislost $\sigma_d = f(T)$ pro vzorek dat 1 popsaná pomocí softwarů TC2D a Excel vykazuje velmi dobrou shodu; výpočtový program tedy nemá významný vliv na průběh nalezené regresní funkce ani na hodnoty koeficientů této funkce, **tab.6. 1. 2.- 1**,
- průběh regresní funkce pro datový vzorek 2 Excel je téměř totožný s průběhem funkcí nalezených na vzorku 1 pomocí TC2D či Excelu. Shoda funkcí a experimentálně určených bodů je patrná zvláště v oblasti experimentálních teplot; v oblasti hodnot pro vysoké teploty se závislosti od sebe poněkud liší u materiálu S 2, S 6,

Nic méně **lze říci**, že nebyl zjištěn výrazný vliv stárnutí na σ_d a její závislost na teplotě.

Protože bylo zjištěno, že nalezená nová regresní funkce $y = a \cdot \exp(-b \cdot x)$ popisující závislost σ_d na teplotě je vyhovující pro popis této mechanické vlastnosti, bylo možno pro další výpočty použít hodnoty σ_d vypočítané podle ní pro požadované teploty.

Tab. 6. 1. 2.-1: $\sigma_d = f(T)$; hodnoty koeficientů regresní funkce $y = a \cdot \exp(-b \cdot x)$

	vzorky 1 TC2D			vzorky 1 Excel			vzorky 2 Excel		
	a	b	adj r^2	a	b	r^2	a	b	r^2
S2	63,831	0,010	0.724	63,248	0,010	0,695	70,463	0,012	0,932
S4	63,465	0,011	0.830	63,737	0,010	0,710	64,852	0,011	0,957
S6	58,091	0,013	0.763	58,800	0,014	0,803	51,915	0,010	0,586



Graf 6. 1. 2.-1: $\sigma_d = f(T)$ pro materiál S2 (a), S4 (b) a S6 (c); legenda ke grafům (d)

6. 2. Zkušební tělesa s trhlinou

Při tomto typu zkoušek rázem v ohybu jsme v programu ScopeWin získali záznam síla F – dráha s, který jsme museli **rozsáhlým postupem** vyhodnotit. Nejdříve **bylo nutné** načíst vlnu v daném souboru a upravit ji tak, aby měla vhodnou velikosti a byla tak lépe čitelná.

Následovalo zvětšení křivky v oblasti maximální síly F_{max}, nastavení svislého kurzoru do oblasti nejvyššího bodu křivky a vyhodnocení dané veličiny. Poté následovali stejné kroky, jako při vyhodnocování hladkých těles – nastavení průsečíku 5 % sečny s čárou grafu tak, aby mohly být určeny hodnoty síly F_{GY} a průhybu f_{Gy}; upravování a přenastavování sečny softwarem; kontrola vhodné úsečky. Následovalo zpracování záznamů pomocí daného programu a byly získány vstupní silové, deformační a energiové charakteristiky nutné pro výpočet dynamické lomové houževnatosti K_{Id}, resp. K_{Jd} postupem uvedeným v **kap. 2. 4. 1**. Získané hodnoty K_{Id}, resp. K_{Jd}, jejímž výsledkům předcházelo zadávání mnoha veličin do programu Excel, jsou uvedeny v tabulkách experimentálních dat - **přílohy č. 1, 2, 3.**

Statistickým vyhodnocením výsledků bylo zjištěno, že **závislost** K_{Id}, resp. K_{Jd} na T, je pro každý experimentální materiál dobře **popsána regresní funkcí typu** $\ln y = a+bx+cx^2$ **[5]**, kde y = ln K_{Jd}; a, b, c jsou koeficienty funkce; x = teplota.

Pro každý materiál byly vypočteny hodnoty regresních koeficientů a stanoven koeficient vícenásobné korelace r^2, **tab. 6. 2.-1.** Hodnoty r^2 se pohybují v širokém rozmezí od 0,115 do 0,871; to svědčí o tom, že nalezené regresní funkce popisují závislost ln K_{Jd} zkoušených materiálů na teplotě s různou přesností.

Z rozložení experimentálně získaných bodů a průběhu regresních funkcí, **graf 6. 2.-1**, vyplývá, že posouzení vlivu množství plniva na dosaženou lomovou houževnatost kompozitu není tak jednoduché jako u předcházejících mechanických vlastností. Hlavním problémem je poměrně velký rozptyl experimentálních dat. Je způsoben zřejmě tím, že hodnoty K_{Jd} nejsou měřenými, ale vypočtenými charakteristikami. Jejich hodnoty mohou proto být do značné míry ovlivněny statistickou povahou jednotlivých vstupních údajů. Nicméně grafické vyjádření regresních funkcí odpovídá (i když v některých případech vzdáleně) rozložení experimentálních údajů.

Výsledky experimentů a grafické zpracování závislosti ln $K_{jd} = f(T)$ je zřejmé z **grafu 6. 2.-1 a), b), c)**; nalezené hodnoty koeficientů regresních funkcí jsou uvedeny v **tab. 6. 2.-1.**

Z **grafu 6. 2.-1 a), b), c)** plyne, že:

- nově získané hodnoty ln K_{Jd} (vzorky 2 Excel) vhodně doplňují dříve získaná data (vzorky 1 Excel),
- závislost ln $K_{Jd} = f(T)$ pro vzorek dat 1 popsaná pomocí softwarů TC2D a Excel vykazuje dobrou shodu u materiálu S 2 a S 4, u materiálu S 6 se lehce liší. Nic méně výpočtový program nemá významný vliv na hodnoty koeficientů dané funkce (tab 1),
- průběhy regresní funkce určené pomocí Excelu pro datové vzorky 2 Excel mají opačný průběh oproti průběhům funkce nalezené pro vzorek 1 pomocí TC2D či Excelu.

Tyto odchylky jsou dány zřejmě tím, že hodnoty ln K_{Jd} jsou vypočtenými charakteristikami a proto mohou být ovlivněny statistickou povahou jednotlivých vstupních údajů,

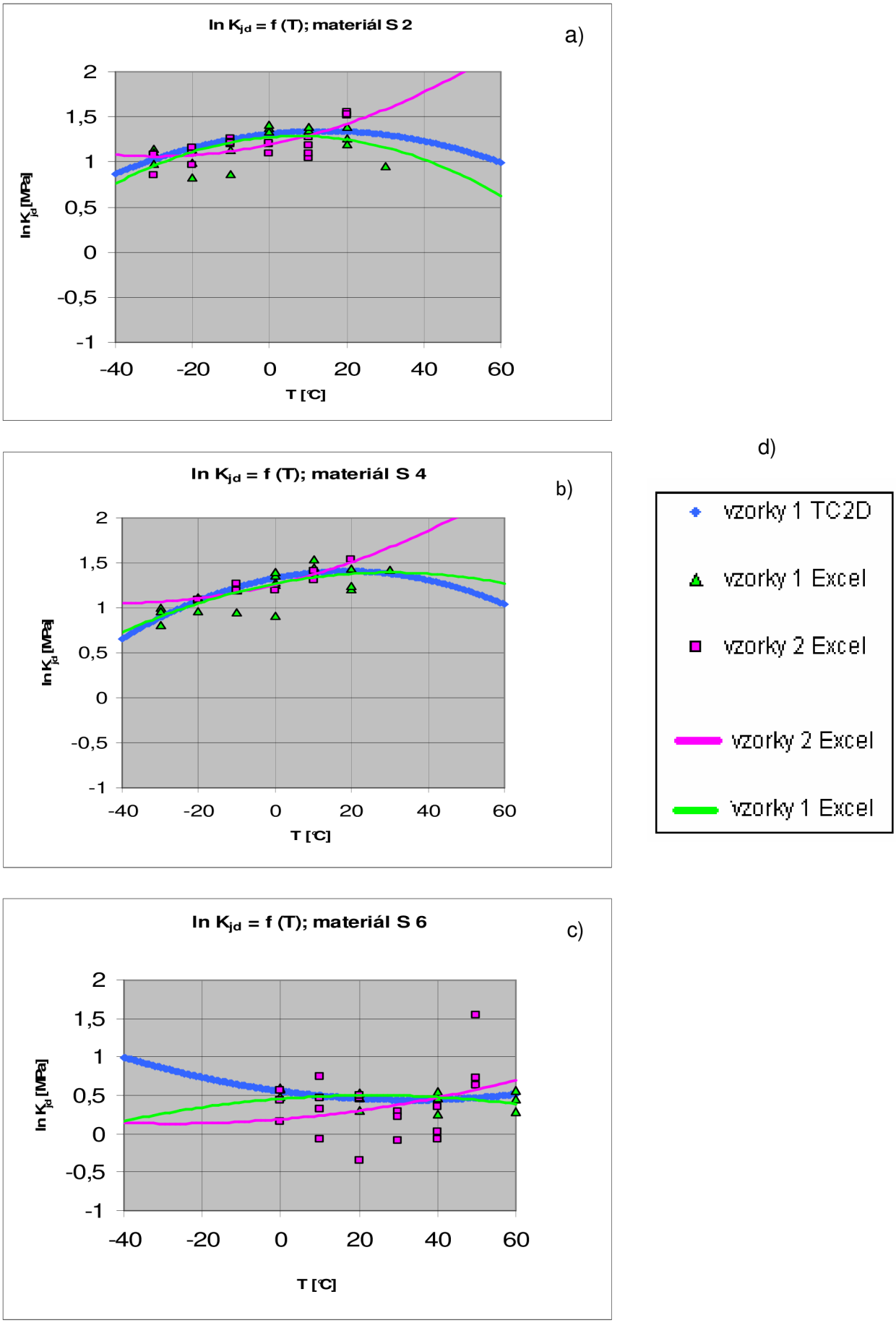
- rozptyly dat, pro datový vzorek 2 Excel u materiálu S 6, jsou dána značným obsahem plniva; PP matrice tedy téměř chybí a hodnoty jsou ovlivněny nehomogenytami kompozitu, jež jsou způsobeny malou velikostí částic plniva, které mají sklon aglomerovat a vytvářet tak dané nehomogenity a tudíž rozptyly data. U materiálů S 2 a S 4 je shoda experimentálně získaných bodů pro vzorek 2 Excel a vzorek 1 zjištěný pomocí TC2D či Excelu patrná zejména v oblasti experimentálních teplot,
- s rostoucím množstvím plniva klesá ln K_{Jd}; materiál se tak stává méně odolný proti porušení.

Přesto **je možné konstatovat**, že nebyl zjištěn výraznější vliv stárnutí na ln K_{Jd} sledovaných kompozitních materiálů a na jeho závislost na teplotě.

Nalezená regresní funkce $\boldsymbol{y = a + b\,x + c\,x^2}$ popisující závislost ln K_{Jd} na teplotě byla shledána jako vyhovující. Do následných výpočtů budou použity hodnoty ln K_{Jd} určené pro požadované teploty pomocí regresních koeficientů určených pro vzorek 2 Excel.

Tab. 6. 2.-1 ln $K_{Jd} = f\,(T)$; hodnoty koeficientů regresní funkce ln $y = a + bx + cx^2$

	vzorky 1 TC2D				vzorky 1 Excel				vzorky 2 Excel			
	a	b	c	adj r^2	a	b	c	r^2	a	b	c	r^2
S2	1,310	0,005	-1,632x 10^{-4}	0.483	1,274	0,003	2x 10^{-4}	0,365	1,189	0,009	1x10-^{4}	0,536
S4	1,332	0,008	-2,175x 10^{-4}	0.691	1,269	0,008	1x 10^{-4}	0,592	1,259	0,010	1x10-^{4}	0,871
S6	0,555	-0,007	1,035x 10^{-7}	0.253	0,456	0,004	8x 10^{-5}	0,486	0,190	0,004	7x10^{-5}	0,115



Graf 6. 2.-1: ln $K_{Jd} = f(T)$ pro materiál S 2 (a), S 4 (b) a S 6 (c); legenda ke grafům (d)

7. ZÁVĚR

Hlavním cílem předkládané diplomové práce bylo:

- přispět k poznání **vztahu mezi** strukturou a mechanickými vlastnostmi kompozitního materiálu na bázi PP plněného odstupňovaným množstvím $Mg(OH)_2$,
- zjistit, jak je sledovaný kompozitní materiál náchylný ke stárnutí, tj. jak se jeho mechanické vlastnosti **dynamický modul E_d, dynamická mez kluzu σ_d,** a **dynamická lomová houževnatost K_{Jd},** změní oproti hodnotám zjištěným před 10 lety.

Odolnost experimentálních materiálů vůči rázovému namáhání byla studována pomocí instrumentované **zkoušky rázem v ohybu.** Tato zkouška byla použita ve dvou variantách:

- **vzorky hladké**: tento typ experimentu na instrumentovaném rázovém kladivu PSW 300 E/MFL o celkové energii 150 J byl použit pro zjištění teplotní závislosti dynamického modulu pružnosti E_d a dynamické meze kluzu σ_d. ***Bylo zjištěno, že:***
  - ✓ rostoucí teplota způsobuje u všech materiálů pokles E_d,
  - ✓ rostoucí teplota způsobuje u všech materiálů pokles σ_d,
  - ✓ přidání rostoucího množství plniva zvyšuje E_d v celém sledovaném intervalu teplot,
  - ✓ přidání rostoucího množství plniva snižuje σ_d v celém sledovaném intervalu teplot,
  - ✓ na dané vlastnosti zkoušených materiálů nemá čas podstatný vliv – neprojevilo se stárnutí; v průbězích funkcí, popisující data vzorků zkoumaných před 10-ti lety a data získaná námi, není výraznější rozdíl,

- **vzorky s trhlinou**: tímto postupem byly pomocí instrumentovaného rázového kladiva PSW 300 E/MFL o celkové energii 150 J získány teplotní závislosti silových, deformačních a energiových charakteristik potřebných pro výpočet dynamické lomové houževnatosti K_{Jd}.

  Bylo zjištěno, že:
  - ✓ plnivo v množství 20% a 40% zlepšují v určitém teplotním intervalu (tzv. optimální teploty) hodnoty K_{Jd} ,
  - ✓ 60% plniva **S** způsobují pokles veličiny K_{Jd},
  - ✓ na danou vlastnost zkoušených materiálů nemá čas podstatný vliv – neprojevilo se stárnutí; v průbězích funkcí, popisující data vzorků zkoumaných před 10-ti lety a data získaná námi, není výraznější rozdíl.

Pro **zpracování velkého množství experimentálních souborů** a pro objektivní vyjádření závislosti mechanických vlastností na teplotě byly aplikovány metody lineární, příp. nelineární, regresní analýzy. Základem pro volbu typu regresní funkce, která by v potřebné míře vystihovala sledované závislosti, byly informace získané v **[5]**, v níž byla provedena rozsáhlá grafická analýza experimentálně získaných dat označovaných v této diplomové práci jako vzorky 1 TC2D a vzorky 1 Excel.

Stará data (vzorky 1) byla zpracována programem TC2D, který pro ně nalezl vhodné regresní funkce. Pro zjištění odchylek průběhů funkcí, byla stejná data vyhodnocena softwarem Excel, kterým jsme poté také zpracovali a vyhodnotili data nová (vzorky 2).

Z průběhů všech funkcí je vidět, že se nikterak významně neprojevil vliv stárnutí na vlastnosti zkoumaných kompozitních materiálů. Lze to zdůvodnit tím, že po celou dobu skladování byly tyto materiály uloženy v temnu, v krabicích ve skříni (při pokojové teplotě a normální vlhkosti vzduchu) a nebyly tak vystaveny degradujícím vlivům zvláště UV záření.

V práci **nebyl nalezen významný vliv času** na lomovou houževnatost kompozitu tvořeného polypropylénovou matricí s 20, 40, resp. 60% hydroxidu hořečnatého.

Bylo by zajímavé provést podobné sledování mechanický vlastností stejného materiálu po definované expozici degradačního prostředí (zvláště UV záření, teplotě a vlhkosti).

8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

[1] Ducháček, V.: *Polymery – výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. VŠCHT Praha, 1995, ISBN 80 – 7080 – 241 – 3

[2] Fogl, R.: *Vliv teploty a rychlosti zatěžování na mechanické vlastnosti kompozitu PP + Mg (OH)$_2$*. Brno 2004. Diplomová práce na Strojní fakultě Vysokého učení technického na Ústavu materiálových věd a inženýství. Vedoucí diplomové práce Ing. Eva Mollíková Ph.D.,Paed IGIP

[3] Hofírková, L.: *Termplasty a jejich vliv na životní prostředí*. Brno 2006, 57 s. Bakalářská práce na Strojní fakultě Vysokého učení technického na Ústavu materiálových věd a inženýství. Vedoucí diplomové práce Ing. Eva Mollíková Ph.D.,Paed IGIP

[4] Mleziva, J.: *Polymery – struktura, vlastnosti a použití*. Sobotáles, Praha 1993

[5] Novotná, E.: *Vztah mezi technologií výroby, strukturou a mechanickými vlastnostmi polypropyleneu plněného hydroxidem hořečnatým*. Brno 2003, 102s. Disertační práce na Strojní fakultě Vysokého učení technického na Ústavu materiálových věd a inženýství. Vedoucí diplomové práce Prof. RNDr. Bohumil Vlach, CSc.

[6] Sain, M., Khunova, V., Hurst, J. Balatinecz, J.: *The influence of fillers on composite rheological properties*. Plasty a kaučuk, 35, 1998/7

[7] Seymour, R. B.: *Polymers for engineering applications*. ASM International, USA, 1987

[8] Steidl, J.: *Konkurence kovů a plastů ve strojním inženýrství*. Plasty a kaučuk, 34, 1997/10

[9] Firemní literatura (katalog): *Malý průvodce vstřikováním*, ARBURG spol. s.r.o, Brno.

[10] *Polypropylen*.
Dostupné na: http://cs.wikipedia.org/wiki/polypropylen

[11] *Hoření*.
Dostupné na: http://cs.wikipedia.org/wiki/ho%c5%99en%c3%ad

[12] *Zkoušení materiálů*; studijní opora; autor: Ing. Eva Mollíková Ph.D.,Paed IGIP.
Dostupné na: http://ime.fme.vutbr.cz/studijní%20opory.html

[13] *Základy lomové mechaniky*; studijní opora.
Dostupné na: http://ime.fme.vutbr.cz/vyukals.html

[14] *Elasticko – plastická lomová mechanika a měření lomové houževnatosti*; studijní opora.
Dostupné na: http://ime.fme.vutbr.cz/vyukals.html

[15] *Konstrukční plasty*; studijní opora; autor: Ing. Eva Mollíková Ph.D.,Paed IGIP.
Dostupné na: http://ime.fme.vutbr.cz/vyukazs.html

9. SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ

T_g	[°C]	teplota skelného přechodu
E	[MPa]	modul pružnosti
a_o	[mm]	délka trhliny
a	[mm]	poloviční délka trhliny
ν	[-]	Poissonův poměr
G	[N.m^{-1}]	rychlost uvolňování elastické energie, hnací síla trhliny
K	[MPa.m^{0,5}]	součinitel intenzity napětí
K_C	[MPa.m^{0,5}]	kritická hodnota učinitele intenzity napětí, lomová houževnatost
R_e	[MPa]	mez kluzu
K_{eff}	[MPa.m^{0,5}]	efektivní součinitel intenzity napětí
a_{eff}	[mm]	efektivní délka trhliny
J	[N.m^{-1}]	hodnota J-integrálu
J_C	[N.m^{-1}]	kritická hodnota J-integrálu
E_d	[MPa]	dynamický modul pružnosti
σ_d	[MPa]	dynamická mez kluzu
s	[mm]	vzdálenost podpor na rázovém kladivu
A_c	[J]	celková práce potřebná na přeražení vzorku
A_i	[J]	práce potřebná k iniciaci trhliny
F_{Gy}	[N]	síla na mezi makroplastických deformací
f_{Gy}	[mm]	průhyb na mezi makroplastických deformací
A_{el}	[J]	práce potřebná na elastickou deformaci materiálu
A_{pl}	[J]	práce potřebná na plastickou deformaci materiálu
B	[mm]	tloušťka vzorku
W	[mm]	šířka vzorku
K_{Qd}	[MPa.m^{0,5}]	prozatímní hodnota lomové houževnatost

J_{Qd}	[N.m^{-1}]	prozatímní hodnota J-integrálu
K_{Jd}	[MPa.m^{0,5}]	lomová houževnatost určená přepočtem u J-integrálu

10. SEZNAM PŘÍLOH

Příloha č. 1: Tabulka experimentálních dat; $K_{QD} = f(T)$, materiál S 2.

Příloha č. 2: Tabulka experimentálních dat; $K_{QD} = f(T)$, materiál S 4.

Příloha č. 3: Tabulka experimentálních dat; $K_{QD} = f(T)$, materiál S 6.

11. PŘÍLOHY