Laboratoř přípravy nano a mikromateriálů

Měření mechanických vlastností materiálů [MM]

(Veronika Lesáková, Jan Tomas)

1. Úvod

Skupenství látek je založeno na uspořádání částic v látce. Toto uspořádání je dáno molekulárními vazbami a jejich délkou mezi jednotlivými částicemi. Podle síly a délky těchto vazeb je možné rozdělit materiály do jednotlivých skupenství.

Jako mechanické vlastnosti materiálu je možné chápat veškeré vlastnosti vztahující se k pevnosti, pružností a vnitřních vazeb pevných, poloměkkých, měkkých a někdy také polotuhých materiálů. V průmyslu je sledování těchto vlastností podstatné z hlediska posouzení odolnosti materiálu během namáhání a díky tomu odhadu životnosti a vhodnosti materiálu samotného.

Jednou z častých metod na stanovení mechanických vlastností je metoda strukturní analýzy. Tato analýza je založena na mechanickém namáhaní materiálu (stlačováním či natahováním) pomocí přiloženého příslušenství. Během namáhání materiálu dochází ke určité změně výšky vzorku, tj. deformaci. Je tedy možné měřit tzv kompresní křivku (tj. závislost síly na vzdálenosti



Obr 1: Vyobrazení přístroje pro měření materiálových charakteristik

uražené senzorem). Pokud během měření dochází k prudkým poklesům, je možné je vyhodnotit jako deformaci materiálu (ztráta původního tvaru a destrukce materiálu). Pokud je materiál elastický/plastický (materiál se buď plně nebo částečně vrací do původní podoby) potom je možné sledovat při zpětném pohybu pístu zbytkovou odporovou sílu a z jejího zápisu je možné potom určit elasticitu či adhezní vlastnosti materiálu.

2. Teorie

2.1. Vztahy mezi zátěží, silou a tlakem

V mechanice je zátěž (ang. Load) definována jako hmotnost (v kg), kterou musí namáhaný vzorek nést. Síla komprese je pak celková síla v Newtonech (kg.m.s⁻²), jakou píst zařízení působí na vzorek. Tlak je obecně definován jako síla působící na celkovou plochu. Pro potřeby experimentu může být plocha definována jako plocha stlačovacího pístu (pokud je vzorek větší než píst) nebo jako kontaktní plocha mezi vzorkem a pístem (pokud je vzorek menší).

2.2. Tvrdost

Tvrdost (ang. Hardness) je z materiálového hlediska definována jako maximální síla (resp. zátěž), kterou je možno na materiál vyvinout, aniž by došlo k rozrušení struktury materiálu. Během experimentu se pak jedná o maximálně dosaženou hodnotu síly popř. zátěže (**Obr. 2**).



Obr. 2: Určení tvrdosti materiálu v programu TexturePro CT

Relativní deformace 2.3.

Relativní deformace vyjadřuje míru stlačení vzorku během experimentu. Pro naše účely ji budeme definovat jako poměr změny výšky vzorku a výšce na počátku stlačovacího experimentu:

$$s = \frac{\Delta h}{h_0} = \frac{h - h_0}{h_0} \tag{1}$$

(2)

2.4. Vykonaná práce

Práce potřebná ke stlačení vzorku, a s tím spojená vnitřní pevnost vazeb, je definována jako plocha pod křivkou funkce (Obr. 3). Je nutné upozornit, že práci lze spočítat pouze pro nedestruktivní testy, tj. testy, během kterých nedochází k prasknutí vzorku.



Obr. 3: Znázornění vykonané práce pro první (vlevo) a druhý (vpravo) stlačovací cyklus

2.5. Modul pružnosti v tlaku

Modul pružnosti v tlaku popisuje tuhost stlačovaného materiálu. Je definován jako směrnice křivky napětí a relativní deformace během prvního kompresního cyklu (Obr. 4). V podstatě se jedná o analogii Youngova modulu pružnosti, který je však definován v tahu (tj. materiál je natahován a nikoli stlačován). Matematicky je pak modul pružnosti definován následovně:

$$E = \frac{\sigma}{s}$$
(3)

Laboratoř přípravy nano a mikromateriálů



Obr. 4: Odečtení modulu pružnosti z experimentální závislosti napětí na relativní deformaci

2.6. Adhezivní síla

Adhezní síla vypovídající o energii potřebné k odtrhnutí vzorku od jiného povrchu bude určena pro krémový či gelový vzorek pomocí texturní profilové analýzy, během které bude vzorek stlačován v několika cyklech (**Obr. 5**). Adhezivita charakterizuje soudržnost, pružnost a přilnavost látek, což jsou parametry, na které je kladen důraz především v kosmetickém průmyslu.



Obr. 5: Znázornění adhezivní síly v rámci jednoho stlačovacího cyklu

3. Cíl práce

Cílem této práce je změření základních strukturních vlastností předložených vzorků a jejich následná analýza. Vzorky porovnejte a diskutujte jejich strukturní vlastnosti. (modul pružnosti, relativní deformace, vykonané práce během stlačování, elastické/plastické chování). Studenti jsou povinni si nakoupit před úlohou jedno balení želatinových bombónů JOJO medvídci (80g) na vlastní náklady (většinu bude použito pro konzumaci, zbytek otestován) !!!

4. Popis zařízení

Analyzátor Brookfield TexturePro CT3 byl vyvinut pro rychlou a jednoduchou kontrolu kvality převážné potravinářských, kosmetických a farmaceutických produktů. Zařízení je schopno pracovat ve dvou módech: stlačovacím (Compression) a rozpínacím (Tension).

Během kompresního módu dochází k pohybu pístu předepsanou rychlostí (Pretest speed) dokud nedojde překročení limitní hodnoty zátěže (Trigger load), která značí, že došlo ke kontaktu pístu se vzorkem. Poté píst pokračuje předepsanou experimentální rychlostí (Test speed) a je zaznamenávána jeho poloha i síla, která je vynaložena na stlačení vzorku.

V rozpínacím módu je vzorek nejprve pístem stlačen a během zpětného chodu pístu je měřena síla, jakou materiál působí na zpětně se pohybující píst. Spojením stlačovacího a následného rozpínacího cyklu dohromady dává základ metodě TPA (ang. Texture profile analysis). Vyhodnocením křivky skládající se z kompresních a dekompresních cyklů lze určit pevnost krémů či gelů a ze záporné výchylky zátěže mezi těmito cykly (dekompresní část) lze určit parametry přilnavosti.

Brookfield TexturePro CT3 je v laboratoři k dispozici i několika různými typy výměnných nástavců, jejichž smyslem je simulovat klasické situace. Destičky s různými velikostmi otvorů napodobují vytlačování materiálu z tub, pomocí kulových sond se zjištuje síla, jakou musí pacient vyvinout, aby dostal medikament z balení atd.

5. Postup práce

Zapneme analyzátor a na displeji zvolíme volbu Remote control. Poté na PC spustíme program TextureProCT, jehož odkaz je na ploše. Po naběhnutí programu (**Obr. 6**) zkontrolujeme připojení PC s přístrojem. Na záložce Setup v kolonce Communication. Pokud přístroj není synchronizován s PC, stiskneme tlačítko Search.

Po úspěšném připojení přejdeme na záložku Tests, kde v kolonce Sample Identification pojmenujeme námi měřený vzorek. V kolonce Sample dimensions pak vyplníme rozměry našeho vzorku, které před vlastním experimentem určíme pomocí posuvného měřítka. Před vložením vzorku do měřící cely je též nutné z bezpečnostních důvodů určit vzdálenost podstavy měřící cely. Postupuje se tak, že v kolonce Adjust Beam klikneme na tlačítko Locate Base a pomocí šipek (>> +/- 10 cm, > +/- 1 cm) spustíme sondu až na dno cely. Po přiblížení ke dnu stiskneme tlačítko Ready, čímž se pozice dna uloží do paměti. Poté můžeme stisknout tlačítko Return to Home a píst se vrátí do své původní polohy. Nyní nám zbývá už jen nastavení měřících parametrů.



Obr.6: Uživatelské prostředí programu TexturePro CT

V kolonce Test type zvolíme možnost Compression, Tension nebo TPA (ang. Texture profile analysis) podle typu měřeného vzorku. Ve všech ostatních kolonkách zvolíme údaje podle pokynů asistenta. Jakmile je vše nastaveno, je možné začít s měřením stisknutím tlačítka Run test.

V záložce Graph se zaznamenávají průběžné výsledky měření. Je možné si zde zvolit podle možností i typ zobrazovaného grafu (Zátěž vs. Čas, Napětí vs. Relativní deformace atd.). Lze provádět i jednoduchou analýzu pomocí tlačítka Data point (**Obr. 7**), kdy po vyznačení dvou různých datových bodů dojde ke spočítání rozdílu jejich hodnot, jejich průměru, plochu pod křivkou jimi vymezenou a směrnici funkce. Tyto výpočty jsou důležité např. pro určení modulu elasticity a konané práce. Nastavení dalších výpočtů je možno na záložce Results, zejména parametr Adhesiveness bude určována pro doplnění měření adhezivní síly (**Obr. 8**).



Obr. 7: Na záložce Graph je zaznamenáván průběh experimentu. Zvýrazněno je tlačítko Data point. Ve spodím dílu je detail výsledku analýzy mezi dvěma zvolenými body.



Laboratoř přípravy nano a mikromateriálů

Obr. 8: Záložka Results, kde je možné nastavit další charakterizační parametry

5.1. K vlastnímu měření

Před vložením vzorku do cely nezapomeňte prvně určit dno (Locate base). Materiály, jejichž vlastnosti chceme porovnávat, musejí být měřeny stejnou metodou a se stejnými parametry, zejména rychlost pohybu sondy musí být zachována pro stejný typ vzorku. Po každém měření je důležité celu i píst důkladně omýt vodou a saponátem, aby nedošlo ke kontaminace následujícího vzorku.

6. Zpracování výsledků

V první části protokolu uveďte, jaké vzorky jste zkoumali a jaké bylo nastavení analyzátoru. Hodnoty zkoumaných parametrů odečtěte z dat uložených na záložce Graph a zapište je do protokolu s jejich jednotkami v SI. Výsledky uveďte v tabulce, kde řádky budou jednotlivé materiály a ve sloupečcích budou vyneseny jednotlivé měřené parametry. V do druhé části protokolu vložte grafy kompresní křivek Vámi měřených vzorků. U vzorků s elasticko-plastickým

Laboratoř přípravy nano a mikromateriálů

chováním porovnejte jejich zjištěnou hodnotu Youngova modulu pružnosti. Také diskutujte, jak se změní elasticko-plastické vlastnosti materiálu při opakovaném namáhání materiálu. U destrukčního měření látek diskutujte jejich vlastnosti a velikost destrukční sílu na vzorek. Pro krémové a gelové vzorky určete adhezivní sílu a adhezivitu.

7. Bezpečnostní pokyny

Během práce dodržujeme pravidla bezpečnosti práce v laboratoři, máme laboratorní plášť a ochranné pomůcky. Nedotýkáme se měřící cely během průběhu měření a měříme pouze materiály k tomu určené. V případě nouzového vypnutí přístroje VŽDY udeříme pěstí do velkého červené tlačítka na přední straně přístroje.

8. Kontrolní otázky

- 1. Jaký je rozdíl mezi stlačovacím a rozpínacím měřením?
- 2. Jak je definována práce vykonávaná pístem během stlačování?
- 3. Jak je definován modul pružnosti?
- 4. Co je to relativní deformace?
- 5. Jaký je vztah mezí zátěží, sílou a tlakem?
- 6. Jak je definována tvrdost materiálu?
- 7. Jak se liší plastické, elastické a neelastické chování materiálu?