VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ
FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV FYZIKÁLNÍ A SPOTŘEBNÍ CHEMIE
INSTITUTE OF PHYSICAL AND APPLIED CHEMISTRY

KOMPOZITNÍ MEDICÍNSKÉ TEXTILIE - PŘÍPRAVA, CHARAKTERIZACE, APLIKACE

COMPOSITE MEDICAL TEXTILE - PREPARATION, CHARACTERIZATION, APPLICATION

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE Zuzana Bušinová
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE Ing. Jitka Krouská, Ph.D.
SUPERVISOR

BRNO 2021

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA CHEMICKÁ

Zadání bakalářské práce

Číslo práce: FCH-BAK1626/2020 Akademický rok: 2020/21

Ústav: Ústav fyzikální a spotřební chemie

Studentka: **Zuzana Bušinová**

Studijní program: Chemie a chemické technologie

Studijní obor: Chemie pro medicínské aplikace

Vedoucí práce: **Ing. Jitka Krouská, Ph.D.**

Název bakalářské práce:

Kompozitní medicínské textilie – příprava, charakterizace, aplikace

Zadání bakalářské práce:

1. Provést literární rešerši na zadané téma.
2. Dle rešerše navrhnout vhodné metody přípravy a charakterizace medicínských textilií se zaměřením na sádrová obinadla.
3. Provést charakterizaci vlastností medicínké textilie.
4. Diskutovat dosažené výsledky.

Termín odevzdání bakalářské práce: 30.7.2021:

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí bakalářské práce.

Zuzana Bušinová student(ka)	Ing. Jitka Krouská, Ph.D. vedoucí práce	prof. Ing. Miloslav Pekař, CSc. vedoucí ústavu

V Brně dne 1.2.2021

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
děkan

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá měřením doby tuhnutí sádrového obvazu Safix plus od firmy Hartmann - Rico a.s. Cílem práce je zlepšení procesu kontroly kvality tohoto výrobku a vyvinutí jednoduché robustní metody pro stanovení kontroly kvality sádrového obvazu Safix plus. Pro měření byly zvoleny dvě metody, Vicatův přístroj a reometr. Vicatův přístroj funguje na principu měření hloubky průniku penetračního tělesa do vzorku z konstatní výšky. Reometrem se měří reologické vlastnosti vzorku jako například viskozita. Pro obě tyto metody bylo nezbytné vypreparovat sádrový prášek z gázy. Měřením na reometru byla doba tuhnutí určena na 2,4 ± 0,1 minuty, Vicatovým přístrojem byla stanovena počáteční doba tuhnutí na 3,1 ± 0,2 minuty a konečná doba tuhnutí na 6,0 ± 0,4 min. Vzhledem k pořizovací ceně reometru a v kombinaci se zamýšleným účelem (tj. kontrola kvality výrobku v komerčním sektoru) se jako vhodnější varianta jeví využití Vicatova přístroje, nejenom kvůli řádově nižší pořizovací ceně, ale také kvůli jednoduchosti měření.

ABSTRACT

This bachelor thesis deals with the setting time of the Safix plus gypsum bandage from the Hartmann - Rico a.s. company. The aim of the work is to improve the quality control process of this product and developing a simple robust method for determining the quality control of the Safix plus plaster cast. Two methods and instruments were chosen for the measurement, the Vicat instrument and a rheometer. Vicat's device works on the principle of measuring the depth of penetration of the penetrating body into the sample from a constant height. A rheometer is used to measure rheological properties of the sample, such as viscosity. For both of these methods, it was necessary to prepare the gypsum powder from the gauze. By measuring on the rheometer, the setting time was determined to be 2.4 ± 0.1 minutes and by measuring on the Vicat instrument the observable setting time was determined to be 3.1 ± 0.2 minutes and the complete solidification time to be 6.0 ± 0.4 minutes. Due to the purchase price of the rheometer and in combination with the intended purpose (i.e., product quality control in the commercial sector), the use of a Vicat device appears to be a more suitable option, not only due to the considerably lower purchase price, but also due to simplicity of measurement.

KLÍČOVÁ SLOVA

sádrový obvaz, sádra, reometr, Vicatův přístroj, doba tuhnutí

KEY WORDS

gypsum bandage, gypsum, rheometer, Vicat instrument, setting time

BUŠINOVÁ, Zuzana. *Kompozitní medicínské textilie - příprava, charakterizace, aplikace.* Brno, 2021. Dostupné také z: https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/130553. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav fyzikální a spotřební chemie. Vedoucí práce Jitka Krouská.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komečním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FCH VUT.

……..…….

podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucí práce Ing. Jitce Krouské, Ph.D. za veškeré rady a připomínky během vypracovávání bakalářské práce. Také děkuji konzultantovi Ing. Jiřímu Smilkovi, Ph.D. za pomoc. Nakonec děkuji firmě Hartmann - Rico a.s., díky které jsem měla možnost tuto práci zpracovat.

OBSAH

ÚVOD **7**

1 TEORETICKÉ ZÁKLADY **8**

1.1 Zkoušky vrypové 8

1.1.1 Zkouška tvrdosti pomocí Mohsovy stupnice 8

1.2 Zkoušky statické vnikací 9

1.2.1 Zkouška tvrdosti podle Martense 9

1.2.2 Zkouška tvrdosti podle Rockwella 9

1.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse 11

1.2.4 Zkouška tvrdosti podle Brinella 13

1.2.5 Zkouška tvrdosti podle Knoopa 14

1.3 Zkoušky dynamické 15

1.3.1 Zkouška tvrdosti Shoreho skleroskopem 16

1.3.2 Zkouška tvrdosti Schmidtovovým kladívkem 17

1.3.3 Zkouška tvrdosti podle Leeba 18

1.3.4 Zkouška tvrdosti Baumannovým kladívkem 19

1.3.5 Zkouška tvrdosti Poldiho kladívkem 19

1.3.6 Zkouška tvrdosti Vicatovou jehlou 20

1.4 Zkoušky nedestruktivní 21

1.1.1 Zkouška tvrdosti Shoreho durometrem 21

1.4.1 Zkouška tvrdosti ultrazvukem 22

1.5 Měření viskozity 23

2 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY **25**

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST **26**

3.1 Koncentrace a příprava vzorku 26

3.2 Metody použité pro měření připraveného vzorku 29

3.2.1 Vicatův přístroj 29

3.2.2 Reometr 30

4 VÝSLEDKY A DISKUZE **32**

4.1 Vicatův přístroj 32

4.2 Reometr 34

4.3 Diskuze 36

5 ZÁVĚR **38**
6 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ **39**

ÚVOD

Tato bakalářská práce byla zpracována ve spolupráci s firmou Hartmann - Rico a.s. (závod Chvalkovice). Je to firma, která se zabývá výrobou produktů nejvíce využívaných v oblasti zdravotnictví. Těmito výrobky jsou například kompozitní medicínské textili jako klasické obvazy, obinadla nebo sádrové obvazy.

Tato práce se zabývá právě sádrovými obvazy, konkrétně sádrovým obvazem Safix plus. V současné době totiž firma není spokojena s jimi používanou metodou měření doby tuhnutí sádrových obvazů, a tak hledají spolehlivější metody v rámci zlepšení procesu kontroly kvality. Je to možnost, jak zjistit závady produktu, jako například špatné složení sypké směsi pro výrobu sádrového obvazu, protože přítomnost závad může přímo ovlivňovat dobu tuhnutí sádrového obvazu. Cílem práce je tedy najít nejvhodnější způsob, jakým lze změřit doba tuhnutí směsi používané na sádrové obvazy a pomocí něj tuto dobu zjistit.

Předpokládá se navržení jednoduchého zařízení, které v budoucnu může nahradit dosavadní prováděnou zkoušku tuhnutí sádrového obvazu. Díky využití vhodného mechanického testování vzorků tak dojde k lepší reprodukovatelnosti výsledků.

1 TEORETICKÉ ZÁKLADY

Sádrový prášek v sádrovém obvazu Safix plus je tvořen hemihydrátem síranu vápenatého. K tuhnutí sádry dochází po jeho smísení s vodou, které probíhá podle rovnice [1,2]:

$$\mathrm{CaSO_4 \cdot 0{,}5\ H_2O + 1{,}5\ H_2O \rightarrow CaSO_4 \cdot 2\ H_2O} \qquad (1)$$

V prvním kroku, po přidání hemihydrátu síranu vápenatého do vody, začne exotermická reakce, protože se při jejich sloučení uvolňuje teplo. V druhém kroku probíhá endotermická přeměna hemihydrátu síranu vápenatého na dihydrát síranu vápenatého, tedy tuhnutí. Tato reakce je reverzibilní, protože při vysoké teplotě, je možno dihydrát síranu vápenatého převést zpět na hemihydrát síranu vápenatého uvolněním navázané vody vysokou teplotou, 120 až 130 °C. Rychlost tuhnutí sádry může být ovlivněna různými přísadami, buď může být tuhnutí zpomaleno (například přítomností některých bílkovin) nebo urychleno (například přidáním NaCl, KCl nebo Na_2SO_4) [2].

Tuhnutí materiálu je změna jeho viskozity a tvrdosti v čase, což znamená, že tento proces lze sledovat průběžným měřením jedné z těchto veličin. Pro měření viskozity jsou využívány například reometry. Touto metodou se více zabývá kapitola 1.5. Tvrdost se stanovuje pomocí zkoušek tvrdosti [3,4,5,6].

Zkoušky tvrdosti se rozdělují na vrypové, statické vnikací, dynamické a nedestruktivní. Měření tvrdosti se obvykle provádí pomocí indentoru, což je těleso, které se používá pro vtlačování do testovaného materiálu. Geometrie indentoru je klíčová pro získání spolehlivých výsledků při opakovaném měření. Vzhledem k tomu, že v rámci testování tvrdosti materiálu je jeho povrch deformován, není možné provést test dvakrát na stejném místě [3].

Tvrdost materiálu je tedy vlastně odvozena od jeho schopnosti odolávat deformaci při působení indentoru vůči jeho povrchu silou. Čím tvrdší je zkoušený materiál, tím obtížněji lze jeho povrch deformovat vtlačovaným tělesem. Tvrdost různých materiálů se odvíjí od jejich různých vlastností. Například test vtiskem v případě kovů zkoumá jejich plasticitu, ale u gumy zase její elasticitu. U minerálů tvrdost odpovídá jejich krystalické struktuře a chemickým vlastnostem [3,7].

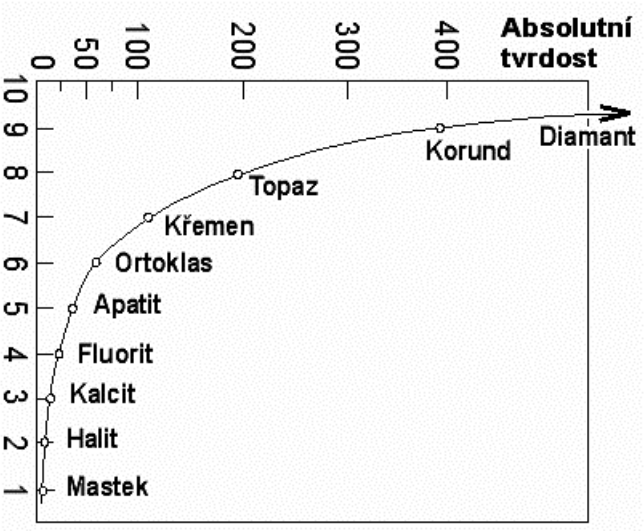
1.1 Zkoušky vrypové

První metodou měření tvrdosti byla zkouška pomocí takzvané Mohsovy stupnice. Řadí se mezi vrypové zkoušky tvrdosti, byla vymyšlena a sestavena Friedrichem Mohsem. Vrypové zkoušky jsou založeny na základě toho, že jeden materiál může poškrábat jiný v závislosti na jejich tvrdosti. Tyto zkoušky nejsou sice složité, ale také nejsou příliš vhodné pro kovy. Používají se pro křehké materiály jako je keramika a minerály. Časem byly po vrypových zkouškách vytvořeny zkoušky vnikací. Výsledky zkoušek vrypových a vnikacích se podobají [3,8,9].

1.1.1 Zkouška tvrdosti pomocí Mohsovy stupnice

Mohsova stupnice se skládá z 10 minerálů seřazených dle tvrdosti sestupně: diamant, korund, topaz, křemen, ortoklas, apatit, fluorit, kalcit, halit a mastek. Čím vyšší číslo minerál ve

stupnici má, tím větší má tvrdost a poškrábe pouze povrch minerálu s nižším číslem. Tato metoda probíhá tak, že se ostrým bodem nebo hranou jednoho minerálu škrabe plochý povrch druhého minerálu. Poté se sleduje, zda první minerál zanechal na povrchu druhého rýhu. Při tvorbě rýhy dochází ke změně povrchu materiálu, při tom může také docházet nepatrnému odlamování materiálu [10].



Obrázek 1: Mohsova stupnice [11]

1.2 Zkoušky statické vnikací

Mezi statické vnikací zkoušky patří například zkouška podle *Martense, Rockwella, Vickerse, Brinella, Knoopa*. Tyto zkoušky tvrdosti jsou specifické tím, že měření probíhá bez otřesů a nárazů. Při měření jsou navíc předem určeny a kontrolovány parametry jako doba trvání testu, použitá vtlaková síla, dále také tvar a materiál indentoru. Typické tvary indentorů jsou kulička, kužel nebo jehlan. Hodnoty tvrdosti jsou u těchto metod získávány z otisku indentoru vytvořeného v průběhu testu pomocí změření jeho celkové plochy nebo dosažené hloubky. Podle tvrdosti materiálu lze totiž indentor vtlačit hlouběji nebo naopak vůbec. Tedy měkčí materiály kladou menší odpor vůči deformaci a výsledná hloubka vtisku je proto větší [3,8,12].

1.2.1 Zkouška tvrdosti podle Martense

Měření tvrdosti podle Martense se provádí při řízeném zatížení. Měření probíhá tak, že se na povrch zkoumaného materiálu položí indentor, kterým je diamantový hrot. Diamantový hrot je poté pomocí působícího zatížení přitlačován na testovaný povrch. Z hloubky takto vytvořeného vtisku se poté získá hodnota tvrdosti. Touto metodou lze měřit tvrdost především pevných materiálů. Tvrdost podle Martense se poté označuje HM, což v angličtině znamená *„Martens hardness“* a udává se v jednotkách N/mm^2 [13].

1.2.2 Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Metoda měření tvrdosti podle Rockwella je test tvrdosti vtiskem. Jedná se o celosvětově rozšířenou metodu, jejíž výhoda spočívá v její rychlosti, cenové dostupnosti a taky malém

poškození testovaného materiálu. Je vhodná pro měření tvrdosti kovových materiálů a její výsledky lze kombinovat s jinými vlastnostmi materiálu pro odhalení dalších, jako je pevnost v tahu nebo odolnost proti opotřebení. Dříve byly přístroje ovládány ručně, ale dnes jsou plně automatizovány. Ve výrobě existuje veliká variabilita kovů a slitin a jejich vlastností, jako tloušťka a tvrdost. Proto bylo vhodné standardizovat měření tvrdosti produktů vytvořením několika typů indentorů a předepsaných testovacích sil. Pro každou kombinaci indentoru a testovací síly je zvlášť určena stupnice tvrdosti. Tyto stupnice jsou pak děleny mezi takzvané běžné a povrchové. Běžné stupnice používají větší síly pro testování, např. 980 N a ty povrchové používají menší síly, například pouhých 30 N [14].

Mezi známé Rockwellovy stupnice tvrdosti patří například stupnice označované jako A, B, C, D, E, F. Písmeno, kterým je stupnice označena vyjadřuje typ indentoru a hodnotu malého a velkého zatížení. Například stupnice A, C, D mají jako indentor sférokonický diamant, který se liší ve velkém zatížení a tím pádem v možnostech aplikace. Stupnice B, E, F a většina dalších obecných stupnic mají jako indentor kuličku, která se také liší ve velkém zatížení a v možnostech aplikace. Tvrdost podle Rockwella se poté označuje zkratkou HR (označující přímo Rockwellovu tvrdost) a písmenem odpovídajícím zvolené stupnici [14].

Každá z těchto stupnic pokrývá nějaký rozsah na stupnici od 0 do 100, čímž zahrnuje materiály odpovídající tomuto rozsahu tvrdosti. Pro testování sice může být vybrán celý rozsah stupnice, ale každý z indentorů a škál mají jisté limitující charakteristiky. Například pokud je zvolena stupnice pro tvrdší materiály, než je ten testovaný, pronikne indentor příliš hluboko dříve, než bude dosaženo velkého zatížení. Když je testovaný materiál při dané síle pro indentor příliš tvrdý, indentor se může poškodit. Například kulička se může začít deformovat a diamantový hrot se při překročení určité síly začne tříštit [14].

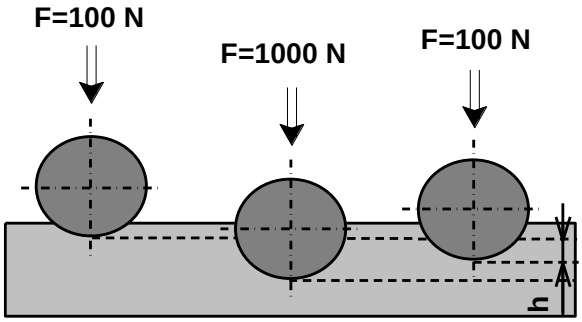
Přestože existuje více stupnic tvrdosti podle Rockwella a lze používat různé indentory, vždy platí stejný postup měření tvrdosti. Indentor je přiložen k testovacímu materiálu a na indentor je poté působeno určitou silou nazývanou malé zatížení pro běžné stupnice o velikosti 98,07 N. Po určité době působení této síly je změřena hloubka vtisku. Následně je síla postupně zvyšována až na bod nazývaný velké zatížení pro běžné stupnice v rozsahu 588 až 1471 N. Znovu po uplynutí určitého času je síla snížena na hodnotu malého zatížení a po daném čase je změřena hloubka druhého vtisku. Tvrdost materiálu je odvozena ze dvou hodnot hloubek získaných pomocí Rockwellovy metody. Vypočítaná tvrdost je uváděna jako Rockwellovo číslo tvrdosti a toto číslo je bezrozměrné [14].

Jak již bylo zmíněno, pro měření tvrdosti podle Rockwella se používají dva druhy indentorů. Jsou to sférokonický diamantový indentor a kuličkový indentor [14].

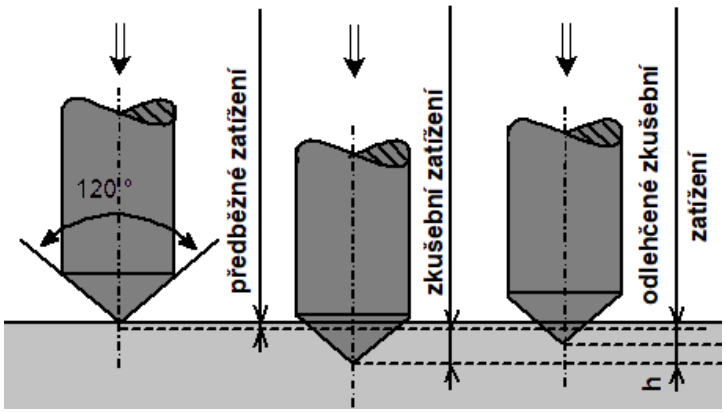
Tvrdší materiály je nutno testovat přiměřeně tvrdým nástrojem, proto bývá použit diamantový hrot. Aby byly naměřené výsledky spolehlivé a co nejpřesnější, jsou jisté nároky na to, jaké vlastnosti má diamantový indentor mít. Jak vyplývá z názvu, má sférokonický tvar, což je blíže specifikováno tak, že má tvar kužele, jehož vrchol má poloměr 0,2 mm a kužel svírá úhel 120 °. Pro dokonalé měření je nezbytné, aby každý sférokonický indentor měl perfektně totožné parametry. Chyby, ke kterým může v měření dojít, mohou být způsobeny

např. mírným rozdílem šířek hrotu dvou sférokonických indentorů nebo rozdílem hrubosti jejich povrchu, či třeba špatným usazením do kovové části indentoru. Tyto nedostatky bývalo ve výrobě těžké odhalit, protože v minulosti neměli tehdejší výrobci k dispozici dostatečně přesné měřicí přístroje. Postupně se situace zlepšila a umožnila výrobcům detekovat výrobky vybočující z tolerance. Diamantové sférokonické indentory bývají občas určeny pro konkrétní Rockwellovy stupnice a pokud je to možné, je pro testování vhodné při zvolení testovací stupnice použít právě pro ni určený indentor [14].

Kuličkové indentory jsou využívány všude tam, kde nejsou používány ty diamantové. To znamená např. pro testování tvrdosti měkké oceli, slitin mědi nebo slitin hliníku. Pro měření se používají čtyři standardní velikosti kuliček. Podle tvrdosti a tloušťky materiálu se vybírá, jaká velikost kuličky se použije a tím pádem také jaká se použije stupnice tvrdosti. Čím měkčí materiál se měří, tím se používá větší indentor. Kuličky se vyrábějí z oceli nebo karbidu wolframu. S každým indentorem se může tvrdost materiálu lišit, a tak je důležité za hodnotu tvrdosti dodat, jaký indentor byl použit [14].



Obrázek 2: Schéma zkoušky tvrdosti podle Rockwella HRB (B = „ball“) – upraveno dle [15]



Obrázek 3: Schéma zkoušky tvrdosti podle Rockwella HRC (C = „cone“) – upraveno dle [15]

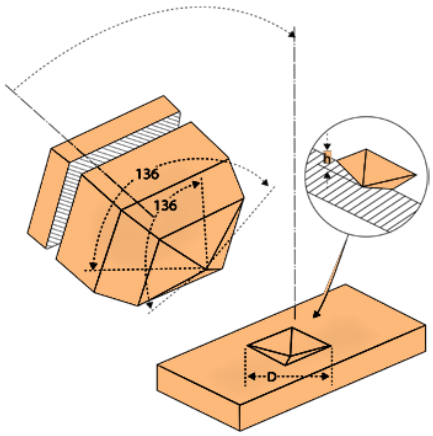
1.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

Vickersova zkouška měření tvrdosti využívá diamantový indentor, který je vtlačován do povrchu zkoumaného materiálu určitou silou po určitou dobu za účelem vytvoření jeho otisku. Indentor má tvar čtyřbokého jehlanu, jehož strany svírají úhel 136 °. Byl pečlivě navržen tak, aby hodnoty získané měřením pomocí tohoto indentoru úzce korelovaly

s hodnotami získanými z Brinellovy metody. Jelikož je diamant jedním z nejtvrdších materiálů na světě a při testu podléhá deformaci jen minimálně, je vhodný pro testování prakticky jakéhokoliv povrchu. Při testování podle Vickerse dochází k menší deformaci než u testování Brinellovou metodou. Pro tento tvar indentoru navíc platí zákon úměrného odporu, což znamená, že existuje přímá úměra mezi testovací silou a vytvořeným povrchem otisku indentoru. Jelikož je poměr mezi působící silou vtlaku a celkovým povrchem získaného otisku stejný, Vickers usoudil, že je hodnota tvrdosti nezávislá na použité síle vtlaku. Toto ale ve skutečnosti platí jen při mělkém otisku indentoru například kvůli povrchovému napětí. Hodnota tvrdosti podle Vickerse je poměr použité síly a získaného povrchu otisku. Povrch je spočítán pomocí střední hodnoty získané ze změření obou úhlopříček otisku. Počítá se s tím, že vtisk má přesný tvar indentoru [3,16].

Standardizované hodnoty v případě Vickersovy metody předepisují rozsah sil, které lze použít, dobu trvání testu a také vhodnou minimální tloušťku zkoumaného materiálu. Pokud není dodržena předepsaná doba měření, kterou je 10 až 15 sekund, je nutné společně s výsledky uvést i jak dlouho měření probíhalo. Použitá testovací síla by měla dosáhnout maxima před osmou vteřinou. Testovaný povrch musí být čistý, rovný, hladký a bez koroze. Zápis výsledků měření je například 510 HV 10/30, což znamená tvrdost 510 podle Vickerse za použití síly 10 kgf (kilogram síly) po dobu 30 sekund. V tomto případě musel být uveden čas testování, právě protože nespadal do předepsaných 10 až 15 sekund [3,16].

Výhodami Vickersovy metody jsou malá omezení v rámci tloušťky zkoumaného materiálu, jeho tvrdosti anebo velikosti jeho povrchu. Navíc dochází jen k minimálnímu poškození jeho povrchu. Mezi nevýhody naopak spadají poměrně vysoké časové nároky na přípravu testu a na následné zpracování získaných hodnot, dále také vysoká citlivost vůči nárazům a vibracím v průběhu měření. Proto je důležité, aby byla spodní plocha zkoumaného materiálu také rovná [3,16].



Obrázek 4: Schéma zkoušky tvrdosti podle Vickerse – upraveno dle [17]

1.2.4 Zkouška tvrdosti podle Brinella

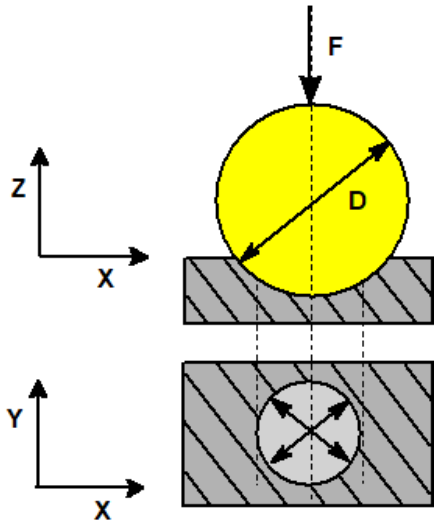
Testování tvrdosti podle Brinella je jednou z nejstarších metod využívaných ve velkovýrobě. Je to testování pomocí tvrdého kovového indentoru ve tvaru kuličky. Použitými materiály jsou buď ocel nebo wolfram, od čehož se odvíjí i označení hodnot získaných testováním, tedy HBS z anglického *„Brinell hardness with steel ball“* (tvrdost podle Brinella s ocelovou kuličkou) nebo HBW z anglického *„Brinell hardness with wolfram ball“* (tvrdost podle Brinella s wolframovou kuličkou). Volba materiálu indentoru se odvíjí od rozsahu tvrdosti, kterou chceme měřit. Pro velmi tvrdé materiály se používají indentory z wolframu a pro měkčí materiály postačí indentory z oceli. Standardní průměry kuličkových indentorů jsou 10; 5; 2,5 nebo 1 mm [3,16].

Při měření je indentor kolmo přiložen k testovacímu povrchu a poté je do něj za pomoci předem určené síly vtlačen. Povrch musí být čistý, hladký a bez rzi. Testovací síla je aplikována po předem zvolenou dobu, obvykle 10 až 30 sekund. Po uvolnění působící síly jsou zjištěny dva průměry právě vzniklého vtisku a je vzata jejich střední hodnota. Z této hodnoty je potom spočítána plocha vtisku indentoru, přičemž právě závislost použité síly a plochy vzniklého vtisku je hodnota představující tvrdost podle Brinella. Tato tvrdost se uvádí bez jednotek a označuje se HBW, HB znamená *„Brinell hardness“* (tvrdost podle Brinella) a W znamená wolfram, ze kterého je vyroben indentor. Pro zjednodušení kalkulací je předpokládáno, že indentor nemění tvar a měřený vtisk dokonale kopíruje tvar indentoru [3,16].

Velikost testovací síly se vybírá podle průměru indentoru. Musí být větší jak čtvrtina a menší než tři pětiny jeho průměru. Je potřeba dbát na to, jak daleko od sebe a od kraje materiálu jsou vtisky provedeny. Zkoumaný vzorek by měl být celkem desetkrát tlustší, než je předpokládaná hloubka vtisku. Proto je nutné zvážit i průměr vhodného indentoru, který je závislý jak na přijatelném poškození materiálu, tak i na jeho struktuře a celkové testovací ploše. Zvolený průměr indentoru by ideálně měl být použitelný pro co nejširší rozsah tvrdostí a čím je tento průměr větší, tím měkčí materiál může být měřen. Toto má i další pozitivum, jelikož s rostoucím průměrem kuličky roste i celková plocha vtisku a tím je test vhodný i pro velmi heterogenní materiály. Ve skutečnosti není nezbytné počítat tvrdost materiálu po každém testu. Existují tabulky, v nichž lze tvrdost materiálu nalézt podle naměřených středních hodnot průměrů vtisku všech standardních průměrů indentorů a použitých sil [3].

Výsledek měření tvrdosti podle Brinella se označuje naměřenou tvrdostí, použitým průměrem indentoru, použitou testovací silou a dobou trvání testu. Jak bylo již zmíněno, výhodou je možnost testování nehomogenních materiálů a také nízké náklady na kuličkové indentory. Nevýhodou je větší deformace testovaného materiálu než u metody podle Rockwella. Tato metoda také využívá jen kuličkové indentory, a tak měří menší rozsah tvrdosti než Rockwell nebo Vickers. Proto pokud je nutno měřit tvrdší materiály používají se metody Rockwellova nebo Vickersova, které používají diamantové indentory [3,18].

Dnes již existuje několik moderních alternativ pro původní Brinellovu testovací metodu, jako Brinellovo testování tvrdosti ultrazvukem nebo elektromagnetické Brinellovo měření. Přesto všechno zůstává v popředí díky její přesnosti původní Brinellova metoda [19].



Obrázek 5: Schéma zkoušky tvrdosti podle Brinella – upraveno dle [20]

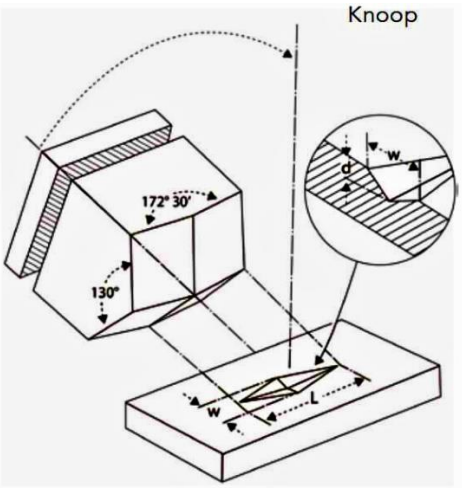
1.2.5 Zkouška tvrdosti podle Knoopa

Proces měření tvrdosti podle Knoopa je velmi podobný měření tvrdosti podle Vickerse. Dokonce lze pro Knoopovu metodu využít stroje určené pro testování Vickersovou metodou, ale pouze za předpokladu, že bude aplikován jiný indentor. Testovací síly předepsané pro Knoopa jsou totiž stejné jako ty nejmenší síly použité u Vickerse [3].

Knoop používá diamantový indentor, jehož tvar vychází z kvádru. Vrchní hrany kvádru jsou uprostřed rozděleny a navrchu tak vznikají z obdélníku čtyři pravidelné části vytvářející špičku. Tyto části k sobě navzájem svírají specifické úhly. Podél delší hrany kvádru k sobě části svírají úhel 172,5 ° a podél kratší hrany kvádru 130 °. Díky tomuto tvaru indentoru, vzniká při vtlačování otisk kosodélníku, jehož délky stran jsou v poměru 7:1. Indentor je znázorněn na obrázku č. 6. Pro výpočet tvrdosti podle Knoopa se používá velikost působící síly a její poměr k ploše vtisku. Plocha vtisku se vypočítá pomocí delší úhlopříčky. Výsledky testování touto metodou se označují HK (*„Knoop Hardness“*) [3,21].

Protože Knoopova metoda využívá malé testovací síly a základna použitého indentoru je vlastně úzký obdélník, je častokrát využívána pro testování materiálu, kde už se Vickersův indentor nehodí. Příkladem mohou být materiály příliš tenké nebo příliš křehké, protože Knoop neproniká zvlášť hluboko (méně, než Vickers) a celková plocha vtisku je menší. Dále umožňuje podlouhlý tvar Knoopova indentoru zvolit směr testování tvrdosti a tím odhalit, jestli se tvrdost materiálu mění v závislosti na směru měření. Tato výhoda se ale může změnit v nedostatek, pokud se neodhalí, že se tvrdost materiálu se směrem mění. Poté je měření podle Knoopa tímto jevem ovlivněno, zatímco měření podle Vickerse by ovlivněno nebylo, protože jeho indentor je pravidelný jehlan [3,21].

Navzdory vzájemné podobnosti těchto dvou metod, není testování tvrdosti podle Knoopa příliš využíváno [3].



Obrázek 6: Zkouška tvrdosti podle Knoopa [22]

1.3 Zkoušky dynamické

Dynamické zkoušky tvrdosti probíhají buď spuštěním indentoru na testovací povrch z určité výšky nebo naopak udeřením, třeba kladívkem, na indentor přiložený k testovacímu povrchu. Nářadí využívané pro dynamické testování je typicky skladné, přenosné, a proto s ním lze testovat v podstatě cokoliv a kdekoliv. Právě skladnost testovacího nářadí je obzvláště výhodná, je-li potřeba testovat např. součástky stroje, který nelze rozložit, je příliš velký nebo jinak těžko dostupný pro statické zkoušky tvrdosti. A tak, přestože jsou statické metody pro testování tvrdosti využívanější, mají dynamické metody testování tvrdosti také své využití [3].

Pro úspěšné měření tvrdosti je třeba zajistit u testovaného materiálu, aby se nehýbal a měl dostatečnou hmotnost, aby nedošlo k přenesení síly a tím znehodnocení výsledků. Dynamická tvrdost materiálu se u dynamických metod určuje například ze síly nárazu, hloubky průniku nebo zbytkové kinetické energie [3].

Podle měřených veličin se dynamické zkoušky dělí do dvou skupin [3]:

Zkoušky vnikací, u kterých je měřena hloubka průniku indentoru. U těchto zkoušek je třeba zajistit vytvoření otisku indentoru zvolením dostatečně velké síly nárazu. Spadají sem například Poldiho kladívko, Baumannovo kladívko a Vicatova jehla. Tyto nástroje bývají používány jako náhrada za statické metody a existují proto způsoby, jakými lze výsledky získané testováním těmito nástroji přibližně porovnat s hodnotami statických zkoušek tvrdosti. Nejčastěji bývají výsledky měření těmito nástroji porovnávány s výsledky Brinellovy metody. Srovnání výsledků je ale celkově orientační, slouží spíše pro přibližné určení tvrdosti, když nelze testovat staticky [3,23].

Zkoušky odrazové, u kterých je měřena zbytková energie odrazu, tj. kolik síly je v indentoru při jeho odrazu nazpět. Do této skupiny patří například zkouška podle Leeba, Shoreho skleroskop nebo Schmidtovo kladívko. Průběh odrazových zkoušek je složen ze tří fází. Začíná nárazem indentoru na testovaný předmět, kde pokračuje vznikem otisku

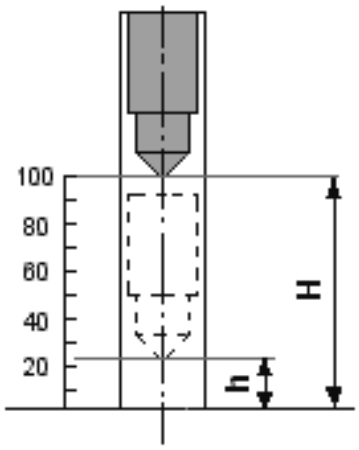
indentoru a končí jeho odrazem, když je uvolněno elastické napětí vzniklé při nárazu indentoru [3,12,24,25].

1.3.1 Zkouška tvrdosti Shoreho skleroskopem

Albert F. Shore nejenže vymyslel nový způsob, jak zkoumat tvrdost materiálů, ale především k tomu vytvořil i vlastní nástroj, nazývaný Shoreho skleroskop, který poté začal i vyrábět. Shoreho nástroj ke zkoumání tvrdosti je ocelové tělísko s diamantovým hrotem, sloužícím jako indentor, umístěné ve skleněné trubici, na jejímž vrchním konci je úchyt, který tělísko drží. V případě testování je tělísko z úchytu uvolněno, a to pak volným pádem padá ke zkoumanému povrchu. Podmínkou k testování je, že trubice musí být přiložena ke zkoumanému povrchu kolmo. Tímto Shore zajistil, že hmotnost testovacího tělíska s indentorem stejně jako jeho výška umístění a z ní vyplývající rychlost nárazu jsou konstantní a nastaveny tak, aby vždy došlo k permanentní deformaci u jakéhokoliv materiálu [3,26].

K dosažení spolehlivých výsledků je nezbytné zvolit k testování vodorovný povrch a k němu kolmo přiložit Shoreho skleroskop. Po uvolnění tělíska s indentorem z úchytu na vzdáleném konci skleněné trubice padá toto tělísko volným pádem, zrychlováno pouze gravitací a zpomalováno jen minimálním třením. Při nárazu tělíska do povrchu zkoušeného materiálu dochází k deformaci povrchu a poté je tělísko při uvolnění zbývající energie odmrštěno zpět směrem, ze kterého spadlo. Výška, které tělísko dosáhne po jeho odrazu, je následně změřena a od ní je odvozena Shoreho tvrdost, značená HS („*Shore hardness*“). Získaná hodnota tvrdosti náleží Shoreho stupnici, jejíž vrchní hodnota je 100 a náleží tvrzené oceli. Ačkoliv tvrdá ocel vždycky představuje hodnotu 100, existuje Shoreho stupnic tvrdosti hned několik v závislosti na použitém indentoru a typu referenčního materiálu (tj. typu oceli). Zaprvé, existují dva typy indentoru, C a D, které se liší svým tvarem, váhou a výškou, ze které jsou spuštěny a za druhé, bývají použity dva typy oceli, tvrzená nebo kovaná válcovaná (forged roll, značeno FR). Existují tedy čtyři kombinace a k nim náležející stupnice tvrdosti: (tvrzená ocel) HSC a HSD, (kovaná válcovaná ocel) HFRSC a HFRSD [3,26,27].

Shore vymýšlel svoje stupnice i nástroje s cílem testování tvrdosti kovů a výrobků z nich, jako je válcovaná ocel nebo kovové části motorů aut ve výrobě. Přestože se Shoreho zkouška tvrdosti používá dodnes, je již na ústupu a její místo zaujímá Leebova zkouška tvrdosti díky své replikovatelnosti a vyšší přesnosti [3].

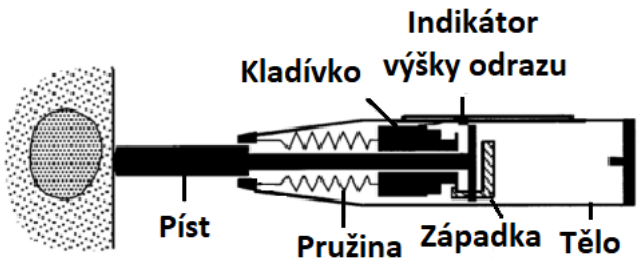


Obrázek 7: Shoreho skleroskop [28]

1.3.2 Zkouška tvrdosti Schmidtovovým kladívkem

Schmidtovo kladívko je velmi užitečné pro rychlé a levné měření tvrdosti v terénu, a proto je hojně využíváno ve stavebnictví pro zkoušení tvrdosti betonu a také v těžařském průmyslu pro zkoušení tvrdosti hornin. Základní mechanismus se skládá z pístu, kladívka a pružiny. Po přimáčknutí pístu ke zkoumanému povrchu uvolní pružina automaticky kladívko, které do pístu narazí a odrazí se od něj, přičemž zvedne posuvník, který měří výšku odrazu. Změřená výška je přímo hodnotou tvrdosti podle Schmidta. Píst je nutné přiložit k povrchu kolmo a pro přesné měření hraje i roli, jak hrubý je zkoumaný povrch. Při přebroušení povrchu se zvyšuje celková přesnost a spolehlivost (podobnost výsledku při opakovaných pokusech) měření. V zájmu přesnějších výsledků by měl být test proveden alespoň na deseti různých místech a výsledky jsou pak zprůměrovány. Test ale nelze provádět vícekrát na stejném místě a každý test by měl být od předchozího vzdálen nejméně na šířku plochy pístu. Kladívko by v každém případě mělo svírat se zkoumaným povrchem 90 °. Pokud mají být porovnávány hodnoty vícero hornin, je také nezbytné brát v potaz orientaci kladívka při testování všech povrchů [29,30,31,32].

Existuje několik standardních typů kladívek: L, N a P. Jsou odlišená podle síly nárazu a také tím v jakých oblastech je jejich použití ideální. Nejvyužívanějším typem kladívka je N. Má nejširší rozsah použití, ale protože je síla nárazu N kladívka nejvyšší ze zmíněných tří typů, není vhodné pro testování velmi křehkých materiálů. Využívané je především v terénu a dnes už existuje i v digitální formě. Jeho výhodou kromě širokého rozsahu využití je i nižší ovlivnitelnost nerovnostmi a hrubostí povrchu (díky jeho větší síle). Další v pořadí je kladívko typu L, které je díky nižší nárazové síle používáno pro měkčí a zvětrávající horniny. Má nárazovou sílu třikrát nižší než typ N. Nakonec kladívko typu P má nejnižší nárazovou sílu a díky tomu se používá pro nejměkčí horniny. Pro všechna kladívka platí, že by měla mít stejnou teplotu jako zkoumaný materiál, protože jejich výška odrazu je závislá na teplotě jejich i zkoumaného povrchu [30,33].



Obrázek 8: Schmidtovo kladívko – upraveno dle [34]

1.3.3 Zkouška tvrdosti podle Leeba

Dietmar Leeb, po němž je tato zkouška pojmenována, toužil vymyslet způsob testování, který je rychlejší, praktičtější, objektivnější a přesnější, než zkouška Baumannova nebo Shoreho. Časem svého cíle dosáhl, když se mu podařilo vytvořit metodu i nástroj EQUOTIP, ačkoliv dnes se tomu říká Leebova zkouška tvrdosti. Nástroj EQUOTIP získal své jméno podle toho, na čem je měření založeno. Tedy E představuje energii, QUO znamená kvocient a TIP je špička indentoru (malá kulička). Zařízení je složeno z pružiny, jejíž účel je odmrštit indentor na zkoumaný povrch, dále z indentoru, což je kulička upevněná k nárazovému tělesu, na jehož druhém konci je permanentní magnet a z cívky, ve které zmíněný magnet indukuje napětí, když těleso s indentorem putuje ke zkoumanému povrchu a vrací se po nárazu zpět [3].

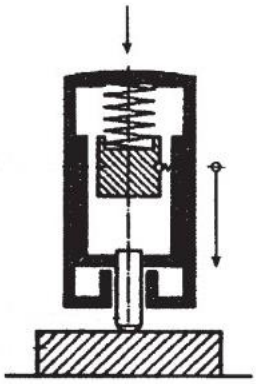
Test tedy probíhá ve třech fázích: akcelerace indentoru ke zkoumanému materiálu pomocí pružiny, náraz, při kterém dochází k deformaci povrchu a indentoru a odražení tělesa zbytkovou energií, která nebyla při deformaci přeměněna. Klíčové měření tedy nastává v první a třetí fázi, kde se měří maximální hodnoty napětí indukovaného v cívce po cestě indentoru k tělesu a při jeho odražení nazpět. Výsledná tvrdost je poměr mezi oběma hodnotami vynásobeno tisícem a značí se HL (*„Leeb Hardness“*) a písmenem definujícím typ použitého indentoru, například D, S nebo G [3].

Přesnost Leebova přístroje spočívá v tom, že Leeb minimalizoval vnější vlivy na indentor jak nejlépe dokázal, aby snížil počet neznámých veličin. Pružina v zařízení má zaručit kontrolované zrychlení a je nastavena tak, aby výchozí bod indentoru byl co nejblíže zkoumanému povrchu. Dále musí být pro maximální přesnost cívka co nejblíže bodu nárazu indentoru pro maximální přesnost měření a také váha tělesa a indentor upevněný na jeho konci jsou pečlivě určeny [3].

Obrázek 9: EQUOTIP [35]

1.3.4 Zkouška tvrdosti Baumannovým kladívkem

Podobně jako Schmidtovo kladívko, Baumannovo kladívko je také založeno na mechanismu, ve kterém je uvolněna pružina po přimáčknutí úderníku, na jehož konci je ocelová kulička. Při přimáčknutí úderníku ke zkoumanému povrchu se stlačuje pružina až do určité míry, při které je uvolněna a při uvolnění nastřádané energie vymrští kladívko na úderník. Jakmile kladívko zasáhne úderník, vznikne ve zkoumaném povrchu vtisk, který je následně změřen pomocí lupy a získané výsledky jsou nakonec převedeny na tvrdost podle Brinella. Celý přístroj se dál různě kalibrovat. Například kuličkové indentory mohou mít průměr 5 a 10 mm a lze nastavit celkem dvě úrovně síly, poloviční a plná. Celková síla nárazu je ale poměrně vysoká a aby testované vzorky při nárazu nepružily nebo se neroztáhly, měly by mít nejméně 30 kg při poloviční úrovni síly [3].

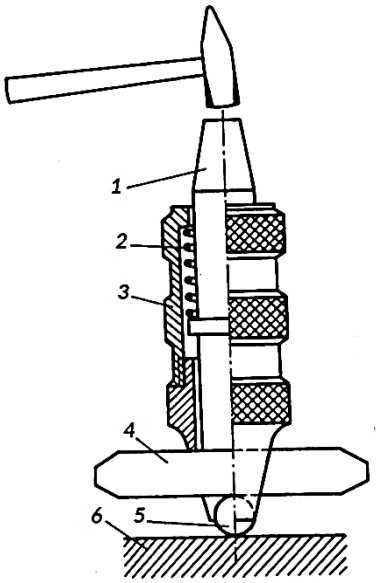


Obrázek 10: Baumannovo kladívko – upraveno dle [3]

1.3.5 Zkouška tvrdosti Poldiho kladívkem

U metody Poldiho kladívko je znovu přítomen píst stejně jako u Baumanna, do nějž je udeřeno kladívkem. Tento nástroj se ale liší v tom, že využívá referenčního materiálu společně s tím, který je testován, přičemž otisk je do obou materiálů vytvořen ve stejné chvíli. Síla úderu je při testování Poldiho kladívkem relativně nepodstatná, pokud stačí k tomu, aby indentor zanechal otisk na povrchu obou testovacích vzorků. Na druhou stranu je podstatné

zajistit, aby testovaný povrch byl hladký, jinak by mohly být získané výsledky nepřesné. Poldiho kladívko je užitečné díky nízké ceně a váze [3,36,37].



Obrázek 11: Poldi kladívko (1 – píst, 2 – pružina, 3 – válec, 4 – referenční materiál, 5 – kuličkový indentor, 6 – zkoumaný materiál) – upraveno dle [37,38]

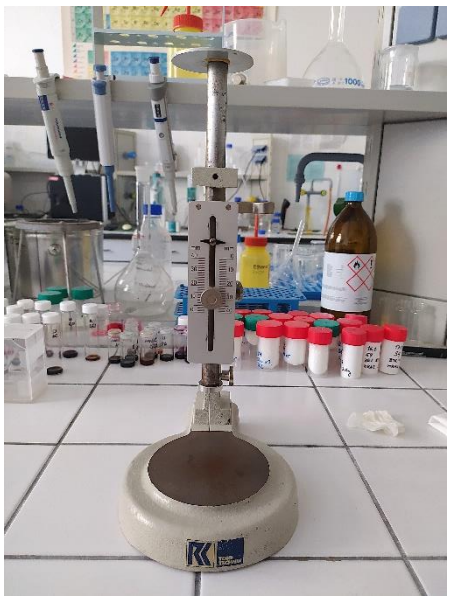
Konkrétně se tedy jedná o válec, ve kterém se nachází píst. Na konci válce je čtvercový otvor, kterým je protažen referenční materiál, dále je ze spodní strany tohoto otvoru upevněn kuličkový indentor, vyrobený z oceli o průměru 10 mm. Jakmile je do pístu udeřeno, narazí do referenčního materiálu čímž ho přitiskne na indentor, který je zároveň přitisknut ke zkoumanému povrchu. Poté je sledován poměr mezi průměry obou vzniklých otisků. Porovnáním s tabulkami se z dynamické tvrdosti zjistí tvrdost podle Brinella, což je umožněno tím, že je Brinellova tvrdost referenčního materiálu již známá. Výsledkem této metody je tedy hodnota tvrdosti podle Brinella, ale tvrdost zjištěná pomocí Poldiho kladívka není tak přesná [3,36,37].

1.3.6 Zkouška tvrdosti Vicatovou jehlou

Je to nejpoužívanější metoda pro testování tvrdosti cementu, malty nebo betonu. Tato metoda je společně s jinými někdy označována také jako testy tvrdnutí. Primárně je totiž využívána právě pro sledování času, za jaký zkoumaný materiál vytvrdne. Tento čas je měřen tak, že je sledována tvrdost materiálu mezi dvěma body v čase, které jsou určeny očekávanou relativní tvrdostí daného vzorku [39,40].

Vicatova jehla je složená z úzkého válce o různých standardních průměrech (například 1 mm), zatížení s přesně danou hmotností a vodítka, podél kterého jehla putuje směrem k testovanému materiálu. Pro určení času tvrdnutí je u vzorku umístěného ve formě prvně zjištěn moment, kdy jehla pronikne jen do předem určené hloubky (například 25 mm v případě cementu) a poté se sleduje okamžik, kdy jehla není ani schopna narušit povrch zkoumaného materiálu (to znamená proniká do hloubky 0 mm).

Pro testování zmíněných materiálů je však vhodnější například reologická metoda, kterou lze použít i pro získání dalších vlastností zkoumaného materiálu [39,40].



Obrázek 12: Vicatův přístroj (Foto autor)

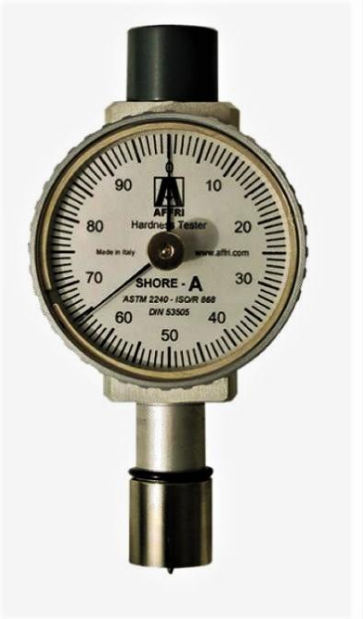
1.4 Zkoušky nedestruktivní

Testování tvrdosti materiálů typicky zanechává stopy. Ty mohou být nežádoucí, pokud způsobí, že je produkt dále nepoužitelný. Pokud však metody při testování nezanechávají žádné stopy, jsou považovány za nedestruktivní. Mezi tyto metody patří například zkouška Shoreho durometrem nebo ultrazvukem [3,41].

1.1.1 Zkouška tvrdosti Shoreho durometrem

Shoreho durometr byl vytvořen pro zkoumání elastických vlastností materiálů (jako je guma, plast nebo ebonit) a je také jedním z nejpoužívanějších nástrojů pro jejich testování. Díky tomuto zaměření není durometr destruktivní povahy, a tak je někdy využíván i pro měření pružnosti měkkých tkání (např. kůže nebo nádory). Elastické vlastnosti jsou měřeny jako tvrdost, tedy specifický indentor je vtlačován po určitý čas určitou silou a maximální hloubka vtisku je poté uvedena jako Shoreho tvrdost. Tato tvrdost se poté označuje podle odpovídajícího typu durometru. Využívají se typy durometru A nebo D, přičemž oba mají vlastní stupnici. A je celkově měkčí stupnice a D naopak tvrdší [8,41,42].

Durometr funguje na základě pružiny, kalibrované na konkrétní sílu, která působí na indentor (například tvaru kužele nebo koule). Když je durometr přitisknut ke zkoumanému povrchu, působí tedy předem známou silou a k povrchu by měl být přitlačený jen po určitý čas, obvykle jednu sekundu, ve kterém je ze stupnice na durometru odečtena nejvyšší dosažená hloubka indentoru [8].



Obrázek 13: Durometr se Shoreho stupnicí [43]

1.4.1 Zkouška tvrdosti ultrazvukem

Jak vyplývá z názvu, tato metoda zkoumá tvrdost materiálů pomocí ultrazvukových vibrací. Používá indentor připevněný na tyč, která je piezoelektrickým vysílačem rozkmitána na ultrazvukovou frekvenci a přiložena ke zkoumanému materiálu. Indentor je poté do povrchu materiálu vtlačen předem určenou silou, čímž dojde k posunu ultrazvukové frekvence. Frekvence je zpětně přijímána piezoelektrickým přijímačem a tím je změřen vzniklý posun. Ze zjištěného vlnového posunu je poté odvozena tvrdost materiálu, která je označena jako tvrdost podle Vickerse (HV) [3,44].

Indentor na konci tyče je Vickersův diamantový indentor, ale na rozdíl od Vickersovy metody, kde se při testování měří úhlopříčka vzniklého otisku, je pro test ultrazvukem rozhodující celková plocha kontaktu indentoru se zkoumaným povrchem. Mírou tohoto kontaktu je určena velikost dříve zmíněného vlnového posunu. Nástroj je nezbytné před každým měřením kalibrovat na zvolený materiál pomocí referenčního bloku, u něhož je tvrdost známa předem. Referenční bloky jsou pro kalibraci vybrány na základě předpokládané tvrdosti materiálu, který má být testován. Test může být automatický nebo manuální, od čehož se odvíjí použitý indentor [3,44].

Tato metoda produkuje mikroskopické otisky ve zkoumaném povrchu, je ale poměrně citlivá na jeho hrubost a naprosto nepoužitelná pro povrch složený z hrubých zrn. Doporučuje se tedy zkoumaný materiál před testováním obrousit do hladka [3,44].

Obrázek 14: Ultrazvukový měřič tvrdosti [45]

1.5 Měření viskozity

Reologie je věda, která zkoumá reologické vlastnosti hmoty, jako je její tekutost nebo deformace při působení mechanických sil. Zjišťuje vztahy mezi různými vlastnostmi daného materiálu a jejich specifické chování. Například schopnost kapalin téct nebo deformační kapacitu pevných látek [4,46].

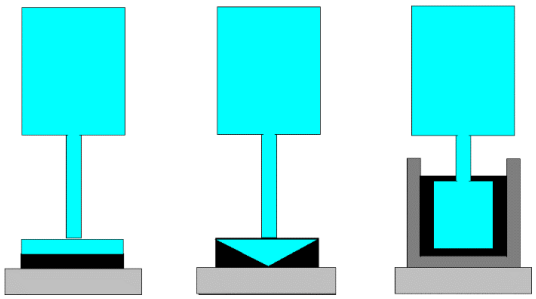
Viskozita je fyzikální a chemická vlastnost hmoty, která vyjadřuje odpor kapaliny vůči proudění a je měřítkem pro studium reologických vlastností. Pojem dynamická viskozita vyjadřuje poměr mezi smykovým napětím a smykovou rychlostí tekoucí kapaliny. Je to vztah vnitřní síly tření při toku kapaliny vůči určitému smykovému napětí [4,46].

Pro měření již zmíněných reologických vlastností a chování existují specializované nástroje. Například viskozita se dá měřit pomocí viskozimetru, ale také ji lze měřit pomocí reometru. Ten se používá, pokud jsou viskozity kapalin proměnlivé v souvislosti s různými podmínkami proudění, to znamená pro Nenewtonské kapaliny. Viskozimetry měří viskozitu pouze za kontinuálního smyku [4,46].

Reometr má široké využití ve výzkumu a měří široké množství reologických vlastností. Ty se mohou měřit přechodně, tedy měřením napětí při působení konstantní síly v průběhu času nebo dynamicky, tedy v závislosti na různých vlivech (například proměnlivý tlak a s ním související měnící se napětí). Komerčně existují různé typy reometrů, které se liší dle jejich zaměření nebo použitých technologií. Nejběžnějšími jsou reometry kapilární a rotační, z nichž je ale nejčastěji používaný právě rotační reometr, který vznikl na principu rotačního viskozimetru [4,46,47].

Rotační reometr v podstatě řídí, anebo měří specifické fyzikální vlivy a výsledky převádí na reologické vlastnosti testovaného materiálu. Mezi zmíněné vlivy patří točivý moment, úhlová rychlost a úhlový výtlak, ze kterých je vypočítána viskozita, napětí a modulus [4].

Systém je složen ze dvou částí, vrchní pohyblivé tzv. geometrie a spodní statické desky nebo válce, na kterou se nanáší tekutina. Tekutina se musí rozprostřít po celé oblasti geometrie. Pohyblivá geometrie může být válec, kužel nebo deska. Uspořádání je poté válec-válec (soustředný válec), kužel-deska, deska-deska (paralelní deska). Každá geometrie je vhodná pro jinak viskózní látky. Například pro měření látek s nízkou viskozitou jsou vhodné soustředné válce. Pokud se měří vlastnosti kapalin, které mohou obsahovat i částice menší než 5 μm, je vhodnější systém kužel-deska. Tužší materiály nebo měkké pevné látky se měří pomocí paralelní desky. Materiál geometrie bývá nerezová ocel, hliník nebo akrylát. Nejužitečnější z nich je právě ocel díky jejímu nízkému koeficientu tepelné roztažnosti, a to i navzdory její vyšší hmotnosti. Hliník má tento koeficient vysoký a akrylát zase může se vzorkem chemicky zreagovat. Principem rotačních systémů je rotace geometrie ponořené do kapaliny, proto je výběr geometrie důležitý pro správné měření. Při rychlosti otáčení kapalina způsobuje geometrii odpor. Rotační systém si vystačí s menším množstvím vzorku než kapilární [46,47].



Obrázek 15: Uspořádání typu deska-deska, kužel-deska, válec-válec – upraveno dle [4]

Obrázek 16: Dynamický smykový reometr AR-G2 od TA Instruments (Foto autor)

2 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

V posledních letech je doba tuhnutí materiálů jako je například cement, beton nebo malta často měřena pomocí Vicatova přístroje, ultrazvuku nebo jiné indentační metody [48,49,50].

Na univerzitách Université Clermont Auvergne a Université de Bretagne-Sud ve Francii v roce 2010 bylo vědci prováděno měření doby tuhnutí cementu právě Vicatovým přístrojem. Pro testování doby tuhnutí byly určeny dva stavy, podle nichž byly označeny časy T_1 (počáteční doba tuhnutí) a T_2 (konečná doba tuhnutí). Tyto stavy byly určeny na základě hloubky průniku Vicatovy jehly. Čas T_1 byl tedy určen, když bylo jehlou proniknuto do vzorku vysokého 40 mm jen do hloubky 39 mm a čas T_2 byl stanoven, když jehlou nebylo proniknuto hlouběji, než 0,5 mm do vzorku. Test byl opakován v pravidelných intervalech a vzorek byl připravován podle předem daného postupu [48].

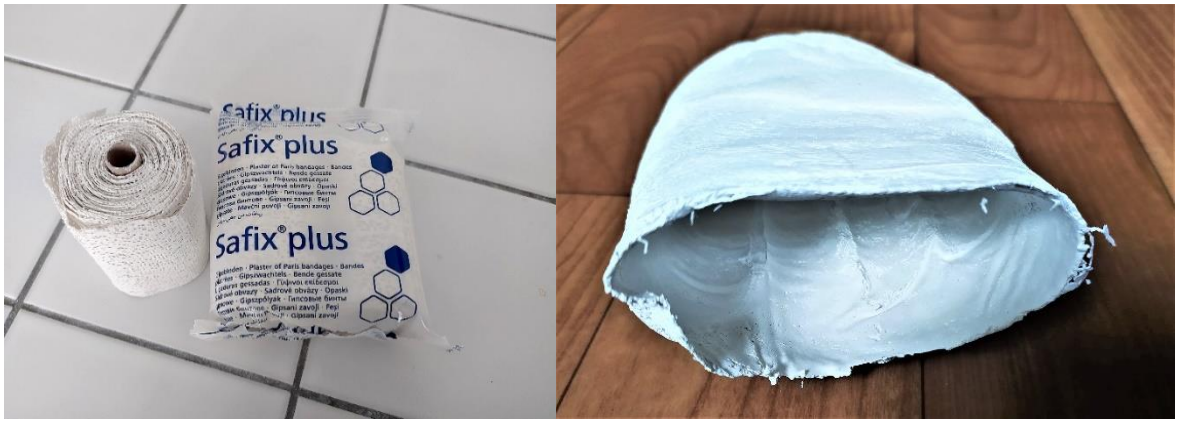
Na univerzitě King Fahd University of Petroleum & Minerals v Saudské arábii v roce 2020 bylo provedeno podobné měření, ale s tím rozdílem, že pro čas T_2 byl k Vicatově jehle upevněn kovový dutý kroužek a bylo sledováno, kdy je jehlou ještě zanechán otisk na povrchu vzorku, ale kroužkem již ne [49].

Na univerzitách Ghent University v Belgii a Stuttgart University v Německu v roce 2008 bylo vědci prováděno měření tuhnutí malty a betonu pomocí ultrazvuku. Nejdříve byl připraven vzorek betonu nebo malty a na jednu stranu vzorku byl umístěn vysílač zvukových vln, zatímco na opačné straně byl umístěn přijímač. Byly generovány zvukové vlny o specifické vlnové délce, které byly následně zesíleny a vyslány do vzorku. Tyto vlny byly poté snímány přijímačem. Konkrétně byla pro měření doby tuhnutí vzorku použita snímaná rychlost přicházejících vln. Přestože byla metoda zaměřena na měření doby tuhnutí pomocí ultrazvuku, byla použita i indentační metoda jako doprovodná. V rámci těchto měření bylo zjištěno, že doba tuhnutí může být měřena ultrazvukem, ale budou získány jiné výsledky než při měření indentační metodou. Měřením těmito metodami jsou získány podobné křivky, ale křivka získaná měřením ultrazvukem je urychlena oproti výsledkům indentační metody. V rámci těchto měření bylo zjištěno, že měřením oběma metodami jsou získány podobné výsledky, ale jedna křivka je předcházena druhou. Při tuhnutí betonu jsou totiž vytvářeny dutiny, které jsou vyplňovány vznikajícími ranými produkty, které ale ještě netuhnou. Měření ultrazvukem je přímo ovlivněno těmito dutinami a jejich výplněmi, zatímco měření indentační metodou je ovlivněno až skutečným tuhnutím betonu, které teprve nastane [50].

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Koncentrace a příprava vzorku

Jelikož nebyla nalezena metoda, kterou by se dala měřit doba tuhnutí celkově sádrového obvazu (to znamená sádra i s nosnou tkaninou z bavlny neboli gázou), tak byla prášková sádra pro veškerá měření nejdříve vypreparována ze sádrového obvazu. Preparace byla provedena vydřením sádry z gázy. Z jedné roličky sádrového obvazu bylo možno vypreparovat přibližně 60 g sádry.



Obrázek 17: Sádrový obvaz Safix plus (Foto autor)

Před začátkem měření bylo důležité zjistit, jaká koncentrace sádry je pro toto měření potřeba, kolik vody je pro zkoušky tuhnutí potřeba přidat, aby testu probíhaly stejně jako ve frimě. To bylo provedeno dvěma kroky. V prvním kroku byla zvážena celá rolička sádry, poté byla z této roličky vydřena sádra a zváženo množství vypreparované sádry. V druhém kroku byla opět zvážena celá rolička, tentokrát však nebyla sádra poté preparována, ale celá rolička byla namočena do vody, jemně vymačkána a nakonec zvážena. Druhý krok byl proveden přesně podle postupu zpřístupněného od firmy. Tento experiment musel být proveden takto ve dvou krocích, protože nebylo možné ho provést v jednom. Suchá rolička mohla být zvážena, namočena, vymačkána, zvážena a poté z ní vydřen prášek. Stejně tak nemohla být suchá rolička zvážena, vydřen z ní prášek a poté být namočena, vymačkána a zvážena, protože už byla rolička sádry zbavena.

Tabulka 1: První krok

Měření	Hmotnost roličky (g)	Hmotnost prášku (g)	Množství prášku v roličce (% hm.)
1	75,807	58,119	76,7
2	93,937	72,151	76,8
3	93,732	71,160	75,9
	Průměr		76,5 ± 0,5

Z naměřených hodnot prvního kroku bylo určeno průměrné množství prášku v roličce na 76,5 ± 0,5 % hm.

Tabulka 2: Druhý krok

Měření	Hmotnost roličky (g)	Hmotnost vymačkané roličky (g)
1	76,646	110,635
2	77,438	116,545
3	79,506	111,651

V druhém kroku bylo za pomoci hodnot z prvního kroku vypočteno množství sádrového prášku vydřeného z roličky. Z naměřených hodnot hmotnosti roličky a hmotnosti vymačkané roličky v druhém kroku bylo vypočteno množství vody obsažené ve vymačkané roličce. Nakonec byla vypočítána koncentrace práškové sádry ve směsi podělením hmotnosti prášku celkovou hmotností prášku a vody.

Tabulka 3: Vypočtené hodnoty spojením prvního a druhého kroku

	Hmotnost prášku (g)	Hmotnost vody v roličce (g)	Koncentrace práškové sádry ve směsi (% hm.)
1	58,634	33,989	63,3
2	59,240	39,107	60,2
3	60,822	32,145	65,4
	Průměr		63,0 ± 2,6

Příklady výpočtů:

Hmotnost prášku:

$$m_{prášku} = \frac{76{,}646 \cdot 76{,}5}{100} = 58{,}634 \text{ g} \tag{2}$$

Hmotnost vody v roličce:

$$m_{vody} = 110{,}635 - 76{,}646 = 33{,}989 \text{ g} \tag{3}$$

Koncentrace koncentrace práškové sádry ve směsi:

$$x = \frac{58{,}634}{58{,}634 + 33{,}989} \cdot 100 = 63{,}3\ \% \tag{4}$$

Celé měření bylo závislé na tom, jak moc byla rolička vymačkána a bylo to tak vlastně i při průběhu testování ve firmě. Proto i když byla při měření zjištěna jiná koncentrace, než byla zadána od firmy, nebyly výsledky příliš odlišné.

Nakonec bylo totiž od firmy zjištěno, že počítají s 1,6násobkem celkového množství sádrového obvazu. To znamená, že pokud bylo množství navážené sádry vynásobeno hodnotou 1,6, bylo zjištěno celkové množství vytvořené směsi. Stejně tak pokud byl

k naváženému množství sádry přidán 0,6násobek hmotnosti vody, byla zjištěna stejná koncentrace.

Například bylo použito 20 gramů sádry:

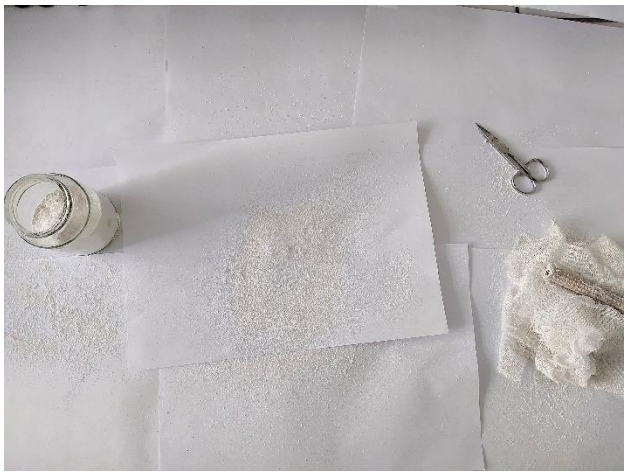
$$c = \frac{20}{20 \cdot 1{,}6} \cdot 100 = 62{,}5\ \% \tag{5}$$

$$c = \frac{20}{20 + 20 \cdot 0{,}6} \cdot 100 = 62{,}5\ \% \tag{6}$$

Výsledkem je tedy 62,5% směs práškové sádry s vodou. Tato koncentrace koncentrace práškové sádry ve směsi byla připravena obtížněji a také s ní bylo obtížněji pracováno. Vzorek musel být připraven rychle, protože velmi rychle nabyl tuhého stavu. Příprava vzorku se zdála být znemožněna jeho rychlým tuhnutím a malým obsahem vody, protože než byla směs řádně zamíchána, mohla být již z části ztuhnuta a směs nemohla být připravena. Nakonec ale bylo zjištěno, že použitím velkého povrchu byl tento problém vyřešen.

Vzorek byl tedy připravován tak, že na Petriho misku bylo naváženo dané množství sádry a do kádinky byl navážen 0,6násobek hmotnosti vody. Nakonec byla voda vlita na Petriho misku a směs důkladně promíchána. V momentě, kdy byla voda na Petriho misku vylita, byly spuštěny stopky měřicí dobu tuhnutí sádry.

Obrázek 18: Vzorek vydřené sádry (Foto autor)



Obrázek 19: Příprava práškové sádry ze sádrového obvazu (Foto autor)

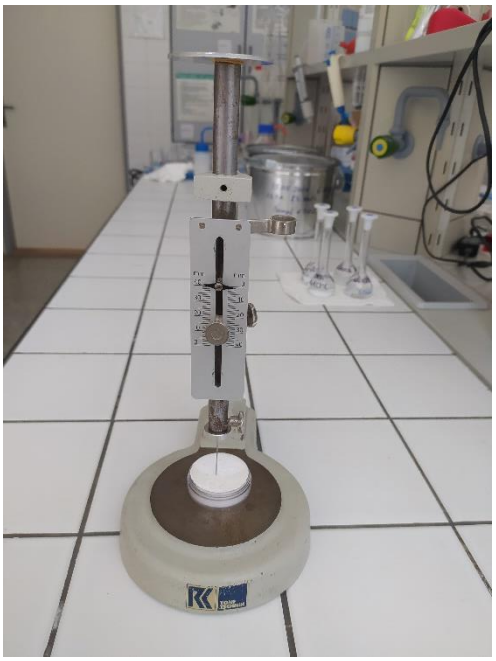
3.2 Metody použité pro měření připraveného vzorku

Pro měření doby tuhnutí sádry byly vybrány dvě metody. První metodou je Vicatův přístroj a druhou reometr. Tyto metody byly vybrány na základě toho, že při tuhnutí sádry jsou změněny její reologické vlastnosti, jako je její viskozita a tím pádem i tvrdost.

3.2.1 Vicatův přístroj

Pro měření na Vicatově přístroji bylo potřeba sehnat vhodné kelímky, protože původní prstenec pro Vicatův přístroj nebyl dostupný. Pro naplnění kelímku o výšce 1,7 cm a průměru 4,8 cm, který byl pro tuto práci vybrán, bylo potřeba minimálně 40 g vzorku. Proto bylo vybráno množství sádry 28 g a vody 16,8 g. Dohromady tedy bylo připraveno 44,8 g vzorku.

Sestava pro měření na Vicatově přístroji byla tvořena Vicatovým přístrojem, kelímkem a různými nástavci pro měření.



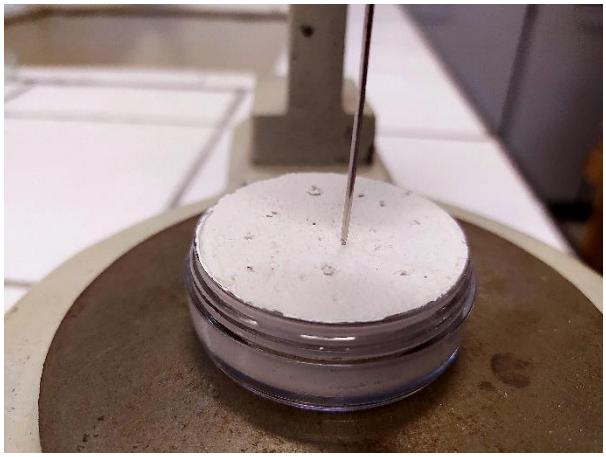
Obrázek 20: Vicatův přístroj s umístěným vzorkem (Foto autor)

Obrázek 21: Nástavce pro měření Vicatovým přístrojem (jehla a různé druhy válečků) (Foto autor)

V tomto případě byla využita jehla o průměru 1,1 mm. Jehla byla umístěna do Vicatova přístroje a byl připraven vzorek směsi práškové sádry s vodou. Ten byl po smíchání vložen do kelímku a pořádně utlačen. Nakonec byl ještě uhlazen jeho povrch, aby nepřesahoval přes okraj kelímku a zároveň v něm nebyly díry.

Poté byl vzorek vložen pod jehlu Vicatova přístroje, která byla přiložena k jeho povrchu. Stupnice byla nastavena na nulový bod (čárka na nule) a poté bylo vyčkáno minimálně 10 sekund a provedeno měření. Jehla byla spuštěna na vzorek a odečtením ze stupnice byla změřena hloubka průniku jehly do vzorku. Další měření bylo provedeno stejně, jenom už nebyl nastavován nulový bod. Pokud byl vzorek správně uhlazen, měl by být nulový bod při každém dalším měření stejný. Měření bylo prováděno každou půl minutu a pokaždé bylo jehlou bodáno v jiném místě na povrchu vzorku. Měření bylo prováděno při laboratorní teplotě.

Výsledkem byl čas, při kterém jehla již nepronikla vzorkem až na dno kelímku a také čas při kterém jehla už nepronikla do povrchu vzorku.



Obrázek 22: Měření tvrdosti vzorku sádry (Foto autor)

3.2.2 Reometr

Pro další způsob měření byl vybrán Reometr AR-G2 od TA Instruments, který je vidět na obrázku 16. Původně byla zvolena geometrie válec-válec, ale při přípravě prvních několika vzorků, bylo zjištěno, že po ztvrdnutí sádry by už nebylo možné ji z válce vyndat. Bylo vyzkoušeno hodně způsobů, jak sádru rozpustit, například pomocí acetonu, ethanolu, kyseliny borité, kyseliny octové, kyseliny citronové, ale žádný nebyl užitečný. Alternativou bylo sádru odstranit fyzicky, to znamená vydlabat, problémem, ale bylo, že na tyto geometrie nesměl být použit kov ani žádný jiný tvrdý materiál, který by geometrii mohl poškodit. Proto musel být použit pro dlabání plastový nástroj. Takto bylo možné sádru vydlabat, ale jen do doby, dokud sádra neztuhla příliš.

Z tohoto důvodu byla nakonec použita geometrie typu deska-deska znázorněná na obrázku 15. Tato geometrie by byla špatně použitelná pro menší koncentrace, protože málo koncentrovaný vzorek sádry je příliš tekutý na to, aby mohl být nanesen na desku

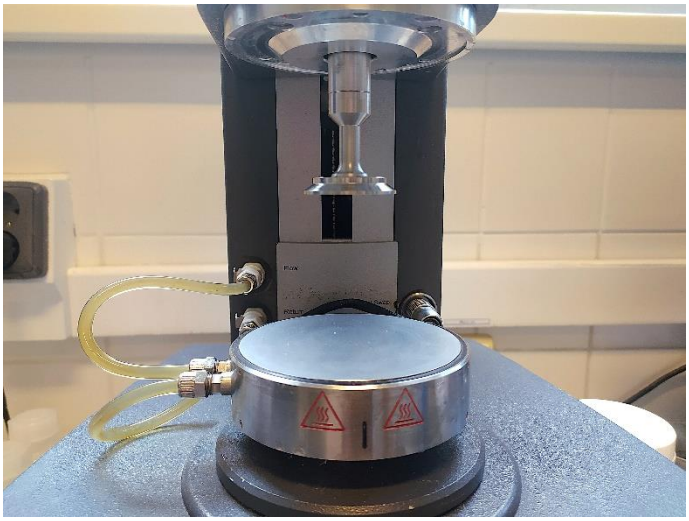
a neroztekl se. Pro tuto koncentraci ale byla deska vyhovující, protože po přípravě to byla spíše pasta, která se tolik po spodním senzoru nerozlévala.

Teplota, při které měření probíhalo, byla nastavena na 20 °C. Pro měření byla použita ocelová deska o velikosti 40 mm a nastavena měřicí mezera mezi horní a spodní deskou na 1000 µm. Nejdříve byl vzorek ponechán relaxovat a temperovat po dobu 10 sekund. Po uplynutí tohoto času již bylo spuštěno měření viskozity v čase při neustálé rotaci horní geometrie o smykové rychlosti 1 s^{-1}. Interval měření viskozity v čase byl nastaven na 5 sekund.

Pro toto měření bylo potřeba kolem 10 g vzorku. Proto byl připraven vzorek smícháním 6 g sádry a 3,6 g vody.

Tato směs byla co nejrychleji nanesena na desku reometru, v co nejmenším množství, a především malé vrstvě, ale zároveň tak, aby byl pokryt celý povrch spodní desky v místě, kde bude umístěna horní geometrie. Poté byla geometrie spuštěna do měřicí polohy a bylo očištěno její okolí. Následně bylo měření spuštěno a v momentě, kdy už byly hodnoty viskozity příliš vysoké a reometr je již nebyl schopen změřit bylo ukončeno.

Po ukončení měření byla geometrie vyšroubována z reometru a společně i se spodní deskou reometru omyta a otřena buničinou.



Obrázek 23: Geometrie použitá pro měření (Foto autor)

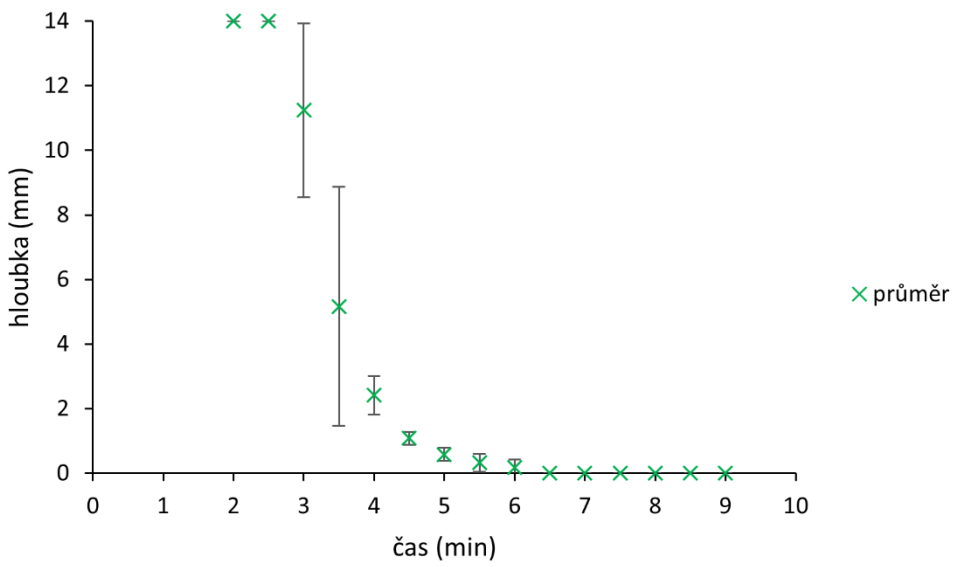
4 VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1 Vicatův přístroj

Tabulka 4: Naměřené hodnoty Vicatovým přístrojem

	1	2	3	4	5	6	Průměr
Čas (min)	Hloubka (mm)						
2,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0 ± 0,0
2,5	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0 ± 0,0
3,0	8,5	7,5	12,5	11,5	13,5	14,0	11,3 ± 2,7
3,5	3,0	5,0	2,5	3,5	4,5	12,5	5,2 ± 3,7
4,0	2,0	2,5	2,0	2,5	2,0	3,5	2,4 ± 0,6
4,5	1,0	1,0	1,0	1,5	1,0	1,0	1,1 ± 0,2
5,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	0,6 ± 0,2
5,5	0,5	0,5	0,5	0,0	0,5	0,0	0,3 ± 0,3
6,0	0,0	0,5	0,5	0,0	0,0	0,0	0,2 ± 0,3
6,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0 ± 0,0
7,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0 ± 0,0
7,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0 ± 0,0
8,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0 ± 0,0
8,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0 ± 0,0
9,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0 ± 0,0

Hodnoty naměřené Vicatovým přístrojem byly přepsány do Excelu, kde byla zpracována grafická závislost hloubky průniku jehly na čase. Z naměřených hodnot a grafické závislosti poté vždy byla vyhodnocena doba, kdy bylo již tuhnutí možno pozorovat, to byl moment, při kterém nebylo jehlou dosaženo až dna kelímku. Dále byla určena konečná doba tuhnutí, to znamená minuta, při které už nebylo možno jehlou proniknout povrchem vzorku.



Obrázek 24: Graf závislosti hloubky průniku Vicatovy jehly na čase

Tabulka 5: Vyhodnocené počáteční doby tuhnutí

Měření	Počáteční doba tuhnutí (min)
1	3,0
2	3,0
3	3,0
4	3,0
5	3,0
6	3,5
Průměr	3,1 ± 0,2

Počáteční doba tuhnutí sádry byla určena na 3,1 ± 0,2 minuty.

Tabulka 6: Vyhodnocené konečné doby tuhnutí

Měření	Konečná doba tuhnutí (min)
1	6,0
2	6,5
3	6,5
4	5,5
5	6,0
6	5,5
Průměr	6,0 ± 0,4

Konečná doba tuhnutí sádry byla vyhodnocena na 6,0 ± 0,4 minuty.

4.2 Reometr

Naměřené výsledky na reometru byly poté zobrazeny v programu Data Analysis a převedeny do excelu, ve kterém byla graficky zpracována závislost logaritmu viskozity vzorku sádry na čase. Logaritmus viskozity byl použit kvůli lepší přehlednosti. Z této závislosti poté byla vyhodnocena doba tuhnutí sádry.

Tabulka 7: Naměřené hodnoty viskozity při 1. měření

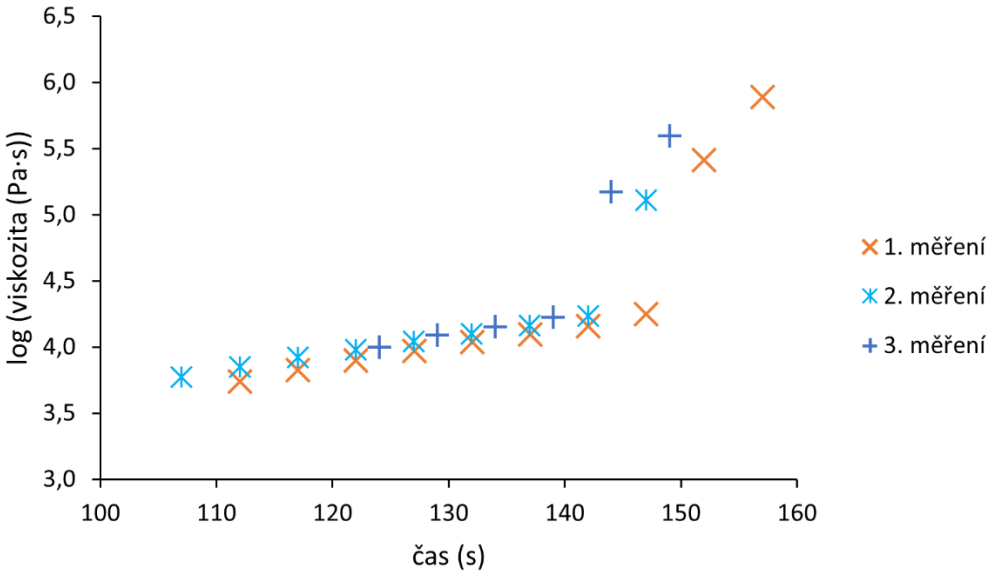
Čas (s)	Viskozita (Pa·s)
112	5491
117	6708
122	7927
127	9364
132	10860
137	12480
142	14350
147	17800
152	257500
157	772900

Tabulka 8: Naměřené hodnoty viskozity při 2. měření

Čas (s)	Viskozita (Pa·s)
107	5911
112	7048
117	8306
122	9542
127	11010
132	12630
137	14480
142	17190
147	128100

Tabulka 9: Naměřené hodnoty viskozity při 3. měření

Čas (s)	Viskozita (Pa·s)
124	9915
129	12270
134	14240
139	16750
144	148800
149	396200



Obrázek 25: Graf závislosti viskozity vzorku sádry na čase

Z naměřených hodnot byla provedena dvě vyhodnocení, první v čase 125 sekund pro kontrolu, zda měření bylo provedeno podobně a druhé v bodě tuhnutí, to znamená v čase, kdy byl pozorován výrazný nárůst viskozity. Druhý bod byl vybrán, protože při tuhnutí sádry dochází nejdříve k houstnutí směsi, a přitom ke zvýšování její viskozity. V momentě, kdy roztok začne tuhnout dochází k prudkému nárůstu viskozity, tento bod poté můžeme označit jako u měření na Vicatově přístroji počáteční doba tuhnutí.

Protože bylo každé měření spuštěno v jinou dobu podle toho, jak rychle byl připraven roztok, nebylo možné určit viskozitu přesně v čase 125 sekund, ale okolo tohoto času.

Tabulka 10: Naměřené hodnoty viskozity v čase 125 sekund

Měření	Čas (s)	Viskozita (Pa·s)
1	127	9364
2	124	9915
3	127	9542
Průměr	126 ± 2	9607 ± 281

Tabulka 11: Naměřené hodnoty viskozity v bodě tuhnutí

Měření	Čas (s)	Viskozita (Pa·s)
1	147	17800
2	139	16750
3	142	17190
Průměr	143 ± 4	17247 ± 527

$$t = \frac{143}{60} \pm \frac{4}{60} = 2{,}4 \pm 0{,}1 \text{ min} \tag{7}$$

Čas tuhnutí byl stanoven na 2,4 ± 0,1 minuty.

4.3 Diskuze

Doba tuhnutí mohla být ovlivněna absencí gázy. Pokud ale byly výsledky použity pouze pro kontrolu a bude proces firmou opakován stále stejným způsbem, neměl by nastat problém. Spolehlivost měření by mohla být zkomplikována tím, že by nebyl prášek na gáze rozložen rovnoměrně, ale firmou je dohlíženo na to, aby byla každá vrstva nanesena správně. Zadané množství vody bylo vlastně určeno pro množství sádry i s gázou, ale jelikož nebylo měření realizováno s gázou, tak byl poměr hmotnosti sádrového obazu k množství vody použit přímo pro sádru.

Hlavní metodou měl být původně reometr a vedlejší metodou Vicatův přístroj. Nakonec byl vhodnější metodou pro měření doby tuhnutí sádrového obvazu zvolen Vicatův přístroj, například protože je jím umožněna snadnější práce. Měření na reometru bylo navíc ztíženo velmi rychlým tuhnutím sádry. Geometrii často nebylo možno spustit do měřicí polohy. Navíc pokud nebyl vzorek dostatečně dobře nanesen na spodní desku, byly výsledky měření znehodnoceny.

Počáteční doba tuhnutí byla firmou stanovena na asi 2,5 minuty, konečná doba tuhnutí na 5 až 8 minut. Vicatovým přístrojem byla určena počáteční doba tuhnutí na 3,1 ± 0,2 minuty a konečná doba tuhnutí na 6,0 ± 0,4 minuty. Na reometru byla zjištěna jen jedna doba tuhnutí a to 2,4 ± 0,1 minuty, protože poté sádra dosáhla takové tvrdosti, kterou již reometr nebyl schopen měřit.

Největší chybou u obou metod mohl být lidský faktor, například při přípravě samotných vzorků pro měření. Samozřejmě obě metody byly odlišné v tom, že v jedné metodě bylo bodáno úzkou jehlou a v druhé jen otáčeno deskou, čímž bylo dosaženo odlišných výsledků. Obě metody byly značně jiné také od původního pozorování stopy zanechávané otíráním sádry a zvuku vydávaného při poklepu na její povrch. Dále je srovnávání výsledků komplikováno kvůli vrstvě vzorku, se kterou se při metodách pracovalo a také odlišnými teplotami, při kterých bylo měřeno. Například měření ve firmě bylo prováděno na ruce, čímž byla teplota přiblížena teplotě těla, zatímco měření na Vicatově přístroji bylo prováděno při laboratorní teplotě, která ale byla ovlivňována počasím venku. Pokud tedu bylo měření prováděno například ve více dnech, kdy se venkovní teplota výrazně měnila, byla změněna i v místnosti. Jediné měření na reometru bylo prováděno při stálé teplotě 20 °C.

5 ZÁVĚR

Při rešerši metod pro měření tuhnutí a tvrdosti sádry nebyl nalezen dostatek relevantních informací týkajících se tohoto tématu, a proto byl obsah teoretické části této práce zaměřen na metody zabývající se pozorováním tuhnutí nebo tvrdosti jiných technických materiálů, jako je beton, cement, keramika, aj. Tyto metody byly poté inspirací pro výběr techniky použité pro měření doby tuhnutí sádrového obvazu.

Ve firmě byla naměřena počáteční doba tuhnutí asi 2,5 minuty a konečná doba tuhnutí 5 až 8 minut. Měřením na Vicatově přístroji byla zjištěna počáteční doba tuhnutí sádry na 3,1 ± 0,2 minuty a konečná doba tuhnutí sádry 6,0 ± 0,4 minuty. Měřením na reometru byla stanovena doba tuhnutí sádry 2,4 ± 0,1 minuty. Rozdíl v naměřených výsledcích mohl být způsoben vrstvou sádry, protože na reometru bylo měřeno s vrstvou 1 mm. Zatímco Vicatovým přístrojem byla měřena vrstva sádry téměř 1,7 cm.

Výsledky času tuhnutí sádrového obvazu, získané pomocí vybraných metod, se shodují se vstupními informacemi od zadavatele. Doporučené přístrojové testování však nebude závislé na dosavadním subjektivním hodnocení tvrdosti sádrového obvazu dle poklepu a sledovaného zvuku.

Pro potřeby využití testovací metody ve firmě je doporučen Vicatův přístroj jako vhodnější. Jednak má řádově nižší pořizovací cenu než reometr, hlavně je však práce s ním snadnější a získané výsledky nevyžadují náročné hodnocení a zpracování. Jako výhodu použití reometru lze považovat možnost měření v kratších intervalech (provádí přístroj, není to tedy závislé na přesnosti obsluhy), který byl pět vteřin. U Vicatova přístroje byly výsledky zaznamenávány každou půlminutu. Daší výhodou při tomto navrženém řešení je skutečnost, že se používá vždy stejné množství (tloušťka) vzorku pro každé stanovení, což je vhodné pro uniformitu podmínek testování.

6 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

[1] Safix plus. In: *Hartmann* [online]. [cit. 2020-07-11]. Dostupné z: https://www.hartmann.info/de-at/produkte/kompressions--und-st%C3%BCtztherapie/gipsbinden-und-zubeh%C3%B6r/safix%C2%AE-plus#products

[2] ISHIKAWA, K. Bioactive Ceramics: Cements. In: DUCHEYNE, Paul. *Comprehensive Biomaterials* [online]. Elsevier, 2011, 267-283 [cit. 2021-07-11]. ISBN 978-0-08-055294-1. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/B978-0-08-055294-1.00029-5

[3] HERMANN, Konrad. *Hardness Testing: Principles and Applications* [online]. ASM International, 2011 [cit. 2021-02-04]. ISBN 978-1-61503-832-9. Dostupné z: https://www.scribd.com/document/424592596/Konrad-Herrmann-Konrad-Herrman-Hardness-Testing-z-lib-org-pdf

[4] WANG, Qiang, Aimin SHI, Faisal SHAH. Rheology instruments for food quality evaluation. In: ZHONG, Jian, Xichang WANG. *Evaluation Technologies for Food Quality* [online]. Woodhead Publishing, 2019, 465-490 [cit. 2021-02-16]. ISBN 978-0-12-814217-2. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814217-2.00018-4

[5] KIM, Jin-Soo, Dai Gil LEE. On-line cure monitoring and viscosity measurement of carbon fiber epoxy composite materials. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. Elsevier, 1993, **37**(1-4), 405-416 [cit. 2021-03-04]. ISSN 0924-0136. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/0924-0136(93)90105-F

[6] REINHARDT, H.W., C.U. GROSSE. Continous monitoring of setting and hardening of mortar and concrete. *Construction and Building Materials* [online]. Elsevier, 2004, **18**(3), 145-154 [cit. 2021-03-04]. ISSN 0950-0618. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2003.10.002

[7] BOUTRID, Abdelaziz, Salim BENSEHAMDI, Chaib RACHID. Investigation into Brinell hardness test applied to rocks. *World Journal of Engineering* [online]. Multi-Science Publishing, 2013, **10**(4), 367-380 [cit. 2021-03-05]. ISSN 1708-5284. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/266910836_Investigation_into_Brinell_hardness_test_applied_to_rocks

[8] BROITMAN, Esteban. Indentation Hardness Measurements at Macro-, Micro-, and Nanoscale: A Critical Overview. *Tribology Letters* [online]. Springer, 2017, **65**(23), [cit. 2021-06-30]. ISSN 1573-2711. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11249-016-0805-5

[9] WILLIAMS, J.A. Analytical models of scratch hardness. *Tribology International* [online]. Elsevier, 1996, **29**(8), 675-694 [cit. 2021-03-05]. ISSN 0301-679X. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/0301-679X(96)00014-X

[10] TABOR, D. Mohs's Hardness Scale – A Physical Interpretation. *Proceedings of the Physical Society* [online]. IOP Publishing Ltd, 1954, **67**(3), 249-257 [cit. 2021-01-11]. Dostupné z: https://doi:10.1088/0370-1301/67/3/310

[11] CHLADIMOVÁ, Vlasta, Marek CHVÁTAL, Jiří KÜHN, Dobroslav MATĚJKA. Fyzikální vlastnosti: Mohsova stupnice tvrdosti. In: *Mineralogie pro školy* [online]. Přírodovědecká fakulta Univerzity Karlovy v Praze [cit. 2021-06-30]. Dostupné z: https://web.natur.cuni.cz/ugmnz/mineral/vlastnosti.html

[12] CHANDLER, Harry. Introduction to Hardness Testing. In: *Hardness Testing, 2nd Edition* [online]. ASM International, 1999 [cit. 2021-03-08]. ISBN 978-0-87170-640-9. Dostupné z: https://www.asminternational.org/documents/10192/1849770/06671g-ch.pdf

[13] SHAHDAD, Shakeel A., aj. Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods. *Dental materials* [online]. Elsevier, 2007, **23**(9), 1079-1085 [cit. 2021-01-19]. ISSN 0109-5641. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.10.001

[14] LAW, Samuel R. *Rockwell Hardness Measurement of Metallic Materials* [online]. National Institute of Standards and Technology, 2001 [cit. 2021-02-18]. ISBN 978-0331409697. Dostupné z: https://tsapps.nist.gov/publication/get_pdf.cfm?pub_id=853006

[15] KRYŠTŮFEK, Pavel. Zkouška tvrdosti podle Rockwella: In: *conVERTER* [online]. [cit. 2020-04-03]. Dostupné z: http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-rockwell.htm

[16] FILHO, P., T. CAVALCANTE, V. DE ALBUQUERQUE, J. TAVARES. Brinell and Vickers Hardness Measurement Using Image Processing and Analysis Techniques. *Journal of Testing and Evaluation* [online]. ASM International, 2010, **38**(1), 88-94 [cit. 2021-03-01]. ISSN 0090-3973. Dostupné z: https://doi.org/10.1520/JTE102220

[17] Vickers Hardness Testing. In: *BUEHLER* [online]. [cit. 2020-04-03]. Dostupné z: https://www.buehler.com/vickers-hardness-testing.php

[18] SUNDARARAJAN, G., M. ROY. Hardness Testing. In: BUSCHOV, K.H.J., aj. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* [online]. 2. vydání. Elsevier, 2001, 3728-3736 [cit. 2021-03-01]. ISBN 978-0-08-043152-9. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/00665-3

[19] LEYI, G., Z. WEI, H. SONGLING, Z. JING. Mechanics analysis and simulation of material Brinell hardness measurement. *Measurement* [online]. Elsevier, 2011, **44**(10), 2129-2137 [cit. 2021-03-01]. ISSN 0263-2241.Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.measurement.2011.07.024

[20] BRINELLSKIZZE.JPG. Zkouška tvrdosti podle Brinella. In: *WIKIMEDIA COMMONS* [online]. [cit. 2020-04-03]. Dostupné z: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:BrinellHardness.svg

[21] TABOR, D. The hardness of solids. *Review of Physics in Technology* [online]. IOP Publishing, 1970, **1**(3), 145-179 [cit. 2021-03-11]. ISSN 2057-2417. Dostupné z: https://iopscience.iop.org/article/10.1088/0034-6683/1/3/I01

[22] Zkouška tvrdosti podle Knoopa. In: *conVERTER* [online]. [cit. 2020-06-12]. Dostupné z: http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-knoop.htm

[23] SLEIMAN, Hassan, Arnaud PERROT, Sofiane AMZIANE. A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test. *Cement and Concrete Research* [online]. Elsevier, 2010, **40**(5), 681-686 [cit. 2021-04-16]. ISSN 0008-8846. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.12.001

[24] TÖRÖK, Ákos. Surface strenght and mineralogy of weathering crusts on limestone buildings in Budapest. *Building and Environment* [online]. Elsevier, 2003, **38**(9-10), 1185-1192 [cit. 2021-03-16]. ISSN 0360-1323. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/S0360-1323(03)00072-6

[25] TABOR, D. A simple theory of static and dynamic hardness. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* [online]. Royal Society, 1948, **192**(1029), 247-274 [cit. 2021-03-14]. ISSN 1471-2946. Dostupné z: https://royalsocietypublishing.org/doi/pdf/10.1098/rspa.1948.0008

[26] GREAVES, Richard Henry. The Physical Interpretation of Hardness as measured by the Scleroscope. *Minutes of the Proceedings of the Institution of Civil Engineers* [online]. ICE Publishing, 1910, **181**(1910), 478-489 [cit. 2021-04-16]. ISSN 1753-7843. Dostupné z: https://doi.org/10.1680/imotp.1910.17808

[27] LEEB, D. Dynamic hardness testing of metallic materials. *NDT International* [online]. Elsevier, 1979, **12**(6), 274-278 [cit. 2021-04-16]. ISSN 0308-9126. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/0308-9126(79)90087-7

[28] KRYŠTŮFEK, Pavel. Zkouška tvrdosti pomocí Shoreho skleroskopu: In: *conVERTER* [online]. [cit. 2020-06-27]. Dostupné z: https://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-shore.htm

[29] BASU, A., A. AYDIN. A method for normalization of Schmidt hammer rebound values. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* [online]. Elsevier, 2004, **41**(7), 1211-1214 [cit. 2021-04-16]. ISSN 1365-1609. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2004.05.001

[30] BILGIN, Nuh, Hanifi COPUR, Cemal BALCI. Use of Schmidt Hammer with special reference to strength reduction factor related to cleat presence in a coal mine. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* [online]. Elsevier, 2016, **84**, 25-33 [cit. 2021-04-16]. ISSN 1365-1609. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2016.01.016

[31] TÖRÖK, Ákos. Surface strenght and mineralogy of weathering crusts on limestone buildings in Budapest. *Building and Environment* [online]. Elsevier, 2003, **38**(9-10), 1185-1192 [cit. 2021-03-16]. ISSN 0360-1323. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/S0360-1323(03)00072-6

[32] AYDIN, A., A. BASU. The Schmidt hammer in rock material characterization. *Engineering Geology* [online]. Elsevier, 2005, **81**(1), 1-14 [cit. 2021-04-16]. ISSN 0013-7952. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2005.06.006

[33] GOUDIE, Andrew S. The Schmidt Hammer in geomorphological research. *Progress in Physical Geography: Earth and Environment* [online]. SAGE Publications, 2006, **30**(6), 703-718 [cit. 2021-04-16]. ISSN 1477-0296. Dostupné z: https://doi.org/10.1177/0309133306071954

[34] PESSIKI, Stephen P., aj. In-Place Methods to Estimate Concrete Strenght. In: *Concrete Repair Manual – 2 Volume* [online]. 4. vydání. Místo: ACI, ICRI, 2013 [cit. 2021-06-27]. ISBN 9780870318054. Dostupné z: http://dl.mycivil.ir/dozanani/ACI/ACI%20228.1R-03%20In-Place%20Methods%20to%20Estimate%20Concrete%20Strength_MyCivil.ir.pdf

[35] Hardness testing innovation from Swiss-based Proseq. In: *NDT.net* [online]. e-Journal of Nondestructive Testing (NDT), 2016 [cit. 2021-06-30]. Dostupné z: https://www.ndt.net/search/docs.php3?content=1&id=20286

[36] MEYER, L., C. BRISCHKE, C.R. WELZBACHER. Dynamic and static hardness of wood: method development and comparative studies. *International Wood Products Journal* [online]. Maney Publishing, 2011, **2**(1), 5-11 [cit. 2021-04-16]. ISSN 2042-6453. Dostupné z: https://doi.org/10.1179/2042645311Y.0000000005

[37] BHADURI, Amit. Hardness. In: *Mechanical Properties and Working of Metals and Alloys* [online]. Springer Singapore, 2018, 119-171 [cit. 2021-04-16]. ISBN 978-981-10-7209-3. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/325096115_Hardness

[38] Poldi kladívko. In: *Strojírenství – Engineering* [online]. [cit. 2020-06-12]. Dostupné z: http://www.strojirenstvi.wz.cz/image.php?subject=1&class=1&topic=8&image=0

[39] SLEIMAN, Hassan, Arnaud PERROT, Sofiane AMZIANE. A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test. *Cement and Concrete Research* [online]. Elsevier, 2010, **40**(5), 681-686 [cit. 2021-04-16]. ISSN 0008-8846. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.12.001

[40] LOOTENS, D., P. JOUSSET, L. MARTINIE, N. ROUSSEL, R.J. FLATT. Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests. *Cement and Concrete Research* [online]. Elsevier, 2009, **39**(5), 401-408 [cit. 2021-04-16]. ISSN 0008-8846. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.01.012

[41] QI, H.J., K. JOYCE, M.C. BOYCE. Durometer Hardness and the Stress-Strain Behavior of Elastomeric Materials. *Rubber Chemistry and Technology* [online]. American Chemical Society, 2003, **76**(2), 419-435 [cit. 2021-04-16]. ISSN 1943-4804. Dostupné z: https://doi.org/10.5254/1.3547752

[42] MOHAMED, M.I., G.A. AGGAG. Uncertainty evaluation of shore hardness testers. *Measurement* [online]. Elsevier, 2003, **33**(3), 251-257 [cit. 2021-04-16]. ISSN 0263-2241. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/S0263-2241(02)00087-8

[43] Tvrdoměry pro plasty. In: *Hanyko Praha* [online]. [cit. 2021-06-30]. Dostupné z: https://www.hanyko-praha.cz/wp-content/uploads/2019/07/P%C5%99ehledov%C3%BD-katalog-m%C4%9B%C5%99en%C3%AD-tvrdosti-plast%C5%AF.pdf

[44] PAKOS, R. Ultrasonic hardness measurements. *Welding International* [online]. Taylor & Francis, 2002, **16**(2), 116-119 [cit. 2021-04-26]. ISSN 1754-2138. Dostupné z: https://doi.org/10.1080/09507110209549502

[45] Hardness Testing: UCI Hardness Tester NOVOTEST T-U2. In: *NOVOTEST* [online]. [cit. 2021-06-28]. Dostupné z: http://novotest.biz/portable-hardness-novotest-t-u2/

[46] DA SILVA, Vanessa Bonfim, Marion Pereira DA COSTA. Influence of Processing on Rheological and Textural Characteristics of Goat and Sheep Milk Beverages and Methods of Analysis. In: GRUMEZESCU, Alexandru Mihai, Alina Maria HOLBAN. *Processing and Sustainability of Beverages* [online]. Woodhead Publishing, 2019, 2, 373-412 [cit. 2021-02-16]. ISBN 978-0-12-815259-1. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815259-1.00011-2

[47] FERNANDA, Peyronel. Methods Used in the Study of the Physical Properties of Fats. In: MARANGONI, Alejandro G. *Structure-Function Analysis of Edible Fats* [online]. Academic Press and AOCS Press, 2018, 2, 313-385 [cit. 2021-02-16]. ISBN 978-0-12-814041-3. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814041-3.00011-3

[48] SLEIMAN, Hassan, Arnaud PERROT, Sofiane AMZIANE. A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test. *Cement and Concrete Research* [online]. Elsevier, 2010, **40**(5), 681-686 [cit. 2021-07-25]. ISSN 0008-8846. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.12.001

[49] AHMAD, Shamsad, Adamu LAWAN, Mohammed AL-OSTA. Effect of sugar dosage on setting time, microstructure and strength of Type I and Type V Portland cements. *Case Studies in Construction Materials* [online]. Elsevier, 2020, **13** [cit. 2021-07-25]. ISSN 2214-5095. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00364

[50] ROBEYST, Nicolas, Elke GRUYAERT, Christian U. GROSSE, Nele DE BELIE. Monitoring the setting of concrete containing blast-furnace slag by measuring the ultrasonic p-wave velocity. *Cement and Concrete Research* [online]. Elsevier, 2008, **38**(10), 1169-1176 [2021-07-26]. ISSN 0008-8846. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.04.006