



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

DISERTAČNÍ PRÁCE

**Konstrukce měřicího zařízení a metody
hodnocení kríkových zkoušek**

„Způsob měření a intervalového hodnocení kríkových zkoušek“

**Construction of Measuring Equipment and Methods
of Evaluation Creep Tests**

„ The method of interval measurement and evaluation tests creep “

Ing. Martin Řezníček

Program: P3909 Procesní inženýrství
Obor: 3909V013 Nástroje a procesy
Školitel: doc. Dr. Ing. Vladimír Pata

Zlín 2014

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych na tomto místě poděkoval mému školiteli doc. Dr. Ing. Vladimíru Patovi za jeho cenné rady, odborné vedení a čas, který mě během studia věnoval. Dále bych chtěl poděkovat všem zaměstnancům a doktorandům UVI, kteří mě pomáhali během studia. V neposlední řadě děkuji svým rodičům, sestře, kamarádům a známým za jejich trpělivost a obětavost během celého studia.

ABSTRAKT

Tato disertační práce je zaměřena na studium kríповého chování radiačně modifikovaných polymerních materiálů a vlivu dávky na tyto vlastnosti.

V práci jsou navržena a realizována vlastní zkušební zařízení pro měření krípu za pokojové a zvýšené teploty, které umožňují snadný transport do zkušebního prostředí (laboratoře). Obě tyto zařízení jsou navržena pro malá i velká zkušební tělíska s automatickým záznamem dat. Zatížení vzorků je řešeno umístěním páky pod zkušební tělísko se závažím. Realizace této koncepce zachovává podmínky opakovatelnosti a reprodukovatelnosti měření a přispívá ke komplexnějšímu uspořádání jednotlivých funkčních částí zařízení.

Vyhodnocení je prováděno statisticko-matematickými metodami s přihlédnutím k počtu měření a použitím naměřených výsledků pro další zpracování. Data jsou vyhodnocována se zaměřením na intervalové hodnocení získaných dat. Hodnocení jejich rozptylů je prováděno metodami neparametrickými i parametrickými a aplikací teorií hypotéz, pro možnosti porovnání vlivu dávky záření na kríповé vlastnosti zkoušených materiálů.

Výsledky prokázaly vliv dávky ozáření radiačním sítováním na kríповé vlastnosti a výhody hodnocení dat statistickými intervalovými metodami.

Klíčová slova: kríp, konstrukce, teorie hypotéz, intervalové metody, radiační sítování

ABSTRACT

This dissertation is focused on the study of creep behavior of radiation-modified polymer materials and on impact on its properties.

Custom test equipment for measuring creep at room and elevated temperatures that allow for easy transport to the test environment (laboratory) are designed and implemented in this paper. Both these devices are designed for small and large test samples with automatic data recording. Load of the samples is implemented by placing a lever below the test specimen and using weight. Implementation of this concept maintains the conditions of repeatability and reproducibility of measurement and contributes to a more complex arrangement of functional components.

Evaluation is carried out by statistical-mathematical methods while taking into account the number of measurements and by using the measured results for further processing. The data are evaluated with focus on the evaluation of the data in intervals. Evaluation of their variances is performed using the non-parametric and parametric hypotheses and theories and applications in order to compare the influence of radiation dose on the creep properties of the tested materials.

The results showed the influence of radiation dose of crosslinking on the creep characteristics and the advantages of the statistical evaluation of the data interval methods.

Key words: creep, construction, hypotheses theory, interval methods, radiation crosslinking

OBSAH

SEZNAM OBRÁZKŮ	6
SEZNAM TABULEK	8
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	9
1 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY	12
1.1 INTERVALOVÉ ODHADY	16
1.2 MÍRA POLOHY	17
1.3 ANALÝZA VELMI MALÝCH VÝBĚRŮ	17
1.4 STATISTICKÉ TESTOVÁNÍ	18
1.5 JEDNOFAKTOROVÁ ANALÝZA ROZPTYLU	23
1.6 BODOVÉ A INTERVALOVÉ ODHADY	23
1.6.1 Bodový odhad	23
1.6.2 Intervalový odhad	24
1.6.3 Odhad aritmetického průměru základního souboru	25
1.7 STANOVENÍ MINIMÁLNÍHO ROZSAHU VÝBĚRU	27
1.8 ODHAD ROZPTYLU ZÁKLADNÍHO SOUBORU	27
1.9 STATISTICKÝ TOLERANČNÍ INTERVAL	28
1.9.1 Normálně rozdělený soubor se známým rozptylem	28
1.9.2 Normálně rozdělený soubor s neznámým rozptylem	29
1.9.3 Jakékoliv spojitě rozdělení neznámého typu	29
1.10 NEPARAMETRICKÉ TESTY	30
1.10.1 Test dobré shody	30
1.10.2 Kolmogorovův-Smirnovův test	30
1.11 REGRESNÍ A KORELAČNÍ ANALÝZA	31
1.12 REGRESNÍ ANALÝZA DVOU PROMĚNNÝCH	32
1.13 PŘÍMKOVÁ REGRESE	35
1.14 SÍLA REGRESNÍ FUNKCE A INTENZITA ZÁVISLOSTI	35
1.15 INTERVALY SPOLEHLIVOSTI A TESTY HYPOTÉZ V REGRESI A KORELACI	38
1.16 ČASOVÉ ŘADY	39
1.16.1 Charakteristiky časové řady	40
1.16.2 Časový rozdíl řady	40
1.16.3 Ukazatelé časové řady	41
1.16.4 Shodnost časových řad	41
1.17 KRÍPOVÉ ZKOUŠKY	41
1.18 REOLOGICKÉ MODEL Y KRÍPOVÉHO CHOVÁNÍ POLYMERŮ	43
1.18.1 Ideální viskózní model	43
1.18.2 Ideálně elastický model	44

1.18.3	Kelvinův model	44
1.18.4	Maxwellův model	46
1.18.5	Tuckettův model	48
1.19	RADIAČNĚ SÍŤOVANÉ POLYMERY	49
1.19.1	Vznik sítě	51
1.19.2	Modifikace polymerů ionizačním zářením.....	51
1.19.3	Radiační síťování polymerů	52
1.19.4	Proces radiačního síťování	52
1.19.5	Radiační síťování pomocí záření beta	53
1.19.6	Síťování pomocí gama záření	53
1.19.7	Vlastnosti modifikovaných polymerů	54
2	CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE.....	56
3	ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ.....	57
3.1	NÁVRH ZAŘÍZENÍ PRO MĚŘENÍ KRÍPU ZA POKOJOVÉ TEPLoty	57
3.1.1	Požadavky na zařízení	57
3.1.2	Koncepční řešení konstrukce	59
3.1.3	Upínací čelisti	60
3.1.4	Pákový mechanismus	60
3.1.5	Snímání protažení	61
3.1.6	Záchytný mechanismus	62
3.1.7	Odstínění vibrací.....	62
3.1.8	Záznam dat.....	62
3.2	NÁVRH ZAŘÍZENÍ PRO MĚŘENÍ KRÍPU ZA ZVÝŠENÉ TEPLoty	63
3.2.1	Požadavky na zařízení	63
3.2.2	Konstrukční prvky zařízení pro měření krípu	64
3.2.3	Upínací čelisti	64
3.2.4	Zatěžující mechanismus	65
3.2.5	Snímání protažení	65
3.2.6	Záchytný mechanismus	66
3.2.7	Teplotní komora.....	66
3.2.8	Záznam dat.....	67
3.3	REALIZACE ZAŘÍZENÍ	68
3.4	KALIBRAČNÍ POSTUP ZAŘÍZENÍ NA MĚŘENÍ KRÍPU	68
3.4.1	Kalibrace měřidel.....	69
3.4.2	Kalibrace jednotlivých pozic měření.....	70
3.4.3	Stanovení největší dovolené chyby zařízení.....	75
3.5	METROLOGICKÝ POSTUP PRO MĚŘENÍ KRÍPU	75
3.5.1	Metrologický postup pro měření krípu za pokojové teploty	75
3.5.2	Metrologický postup pro měření krípu za zvýšené teploty	76

3.6	MĚŘENÍ KRÍPU POLYMERNÍCH MATERIÁLŮ	77
3.6.1	Podmínky měření.....	80
3.6.2	Zpracování výsledků (zpracování dat)	81
3.7	STATISTICKÉ VYHODNOCENÍ MĚŘENÍ KRÍPU.....	83
3.7.1	Vyhodnocení dat pro PA6	84
3.7.2	Vyhodnocení dat pro HDPE při pokojové teplotě.....	88
3.7.3	Vyhodnocení dat pro HDPE při zvýšené teplotě.....	91
3.7.4	Vyhodnocení dat pro LDPE při zvýšené teplotě	94
3.8	SHRnutí VÝSLEDKŮ.....	98
4	HLAVNÍ VÝSLEDKY PRÁCE	99
4.1	DIAGRAM MEDIÁN/VARIAČNÍ ROZPĚTÍ	100
4.2	DIAGRAM MEDIÁN/SUPREMUM-INFIMUM	102
4.3	DIAGRAM ARITMETICKÝ PRŮMĚR/SUPREMUM-INFIMUM	104
4.4	MĚŘICÍ ZAŘÍZENÍ ZA POKOJOVÉ TEPLoty	109
4.5	MĚŘICÍ ZAŘÍZENÍ ZA ZVÝŠENÉ TEPLoty	109
5	PŘÍNOS PRO VĚDU A PRAXI.....	110
6	ZÁVĚR.....	111
7	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	112
	SEZNAM PUBLIKACÍ AUTORA	115
	CV AUTORA.....	118
	SEZNAM PŘÍLOH.....	119

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1.1: Měřicí zařízení - série vzorků[1]	13
Obr. 1.2: Měřicí zařízení - horní páka[2].....	13
Obr. 1.3: Měřicí zařízení s vodorovným vzorkem[3]	14
Obr. 1.4: Komerční měřicí zařízení[4].....	14
Obr. 1.5: Bodové hodnocení výsledků[5]	15
Obr. 1.6: Intervalové hodnocení výsledků[7]	16
Obr. 1.7: Chyba prvního a druhého druhu[9]	22
Obr. 1.8: Mraky bodů regresní analýzy	32
Obr. 1.9: Lineární regresní funkce.....	33
Obr. 1.10: Systematická chyba regresní funkce	34
Obr. 1.11: Síla regresní funkce	36
Obr. 1.12: Meze intervalu spolehlivosti.....	39
Obr. 1.13: Princip zkoušky krípem[16]	42
Obr. 1.14: Popis krípkové křivky[16]	43
Obr. 1.15: Ideálně viskózní model.....	44
Obr. 1.16: Ideálně elastický model	44
Obr. 1.17: Kelvinův model [20].....	45
Obr. 1.18: Vliv retardační doby[20]	46
Obr. 1.19: Schéma Maxwellova modelu[20].....	47
Obr. 1.20: Zobecněný Maxwellův model	48
Obr. 1.21: Tuckettův model	49
Obr. 1.22: Dělení polymerních materiálů[27]	50
Obr. 1.23: Princip radiačního síťování [30].....	53
Obr. 1.24: Princip síťování beta zářením[30]	53
Obr. 1.25: Síťování pomocí gama záření[30]	54
Obr. 1.26: Vliv dávky na mechanické vlastnosti[30]	55
Obr. 3.1: Tvar zkušebního tělíska[36]	57
Obr. 3.2: Měřicí zařízení - pokojová teplota.....	59
Obr. 3.3: Upnutí zkušebních těles.....	60
Obr. 3.4: Pákový mechanismus	61
Obr. 3.5: Digitální úchylkoměr Mitotoyo 0,001mm[37].....	61
Obr. 3.6: Horní rám měřicího zařízení za pokojové teploty	62
Obr. 3.7: Nastavení snímání za pokojové teploty	63
Obr. 3.8: Měřicí zařízení za zvýšené teploty	64
Obr. 3.9: Upnutí táhla ve spodní čelisti	65
Obr. 3.10: Digitální úchylkoměr Mitutoyo 0,01mm[37].....	66
Obr. 3.11: Záchytný mechanismus	66
Obr. 3.12: PID teplotní regulátor	67
Obr. 3.13: Prostor teplotní komory	67
Obr. 3.14: Nastavení snímání za zvýšené teploty	68
Obr. 3.15: Digitální váhy	70
Obr. 3.16: Modul tenzometru.....	71

Obr. 3.17: Ukázka uživatelského prostředí ControlWebu V5	72
Obr. 3.18: Regresní přímka kalibrace tenzometru	72
Obr. 3.19: Závislosti závaží a proudu pro COM1	73
Obr. 3.20: Ozařování vzorků[30]	80
Obr. 3.21: Záznam v *.txt souboru	81
Obr. 3.22: Uživatelské prostředí Excel	82
Obr. 3.23: Konečné zpracování dat	83
Obr. 3.24: Ukázka zpracování dat v programu Minitab	83
Obr. 3.25: Křivky poměrného prodloužení pro PA6 0kGy	84
Obr. 3.26: Boxplotové grafy pro PA6 0kGy	85
Obr. 3.27: Boxplotové grafy pro PA6 165kGy	86
Obr. 3.28: Variační koeficienty pro PA6	87
Obr. 3.29: Směrodatná odchylka pro PA6	88
Obr. 3.30: Boxplotové grafy pro HDPE 33kGy	88
Obr. 3.31: Boxplotové grafy pro HDPE 165kGy	89
Obr. 3.32: Boxplotové grafy variačních koeficientů HDPE	90
Obr. 3.33: Směrodatné odchylky pro HDPE	91
Obr. 3.34: Boxplotové grafy pro HDPE 66kGy při zvýšené teplotě	92
Obr. 3.35: Boxplotové grafy pro HDPE 198kGy při zvýšené teplotě	93
Obr. 3.36: Variační koeficient pro HDPE při teplotě 80°C	94
Obr. 3.37: Směrodatná odchylka pro HDPE při teplotě 80°C	94
Obr. 3.38: Boxplotové grafy pro LDPE 132kGy při 80°C	95
Obr. 3.39: Boxplotové grafy pro LDPE 198kGy při 80°C	96
Obr. 3.40: Variační koeficient pro LDPE při 80°C	97
Obr. 3.41: Směrodatná odchylka pro LDPE při 80°C	97
Obr. 4.1: Vliv dávky záření na odh. mediánu HDPE při pokoj. tep.	100
Obr. 4.2: Pásky spolehlivosti pro HDPE při pokoj. tep.	101
Obr. 4.3: Vliv dávky na odh. mediánu pro PA6	102
Obr. 4.4: Pásky spolehlivosti pro PA6	103
Obr. 4.5: Vliv dávky záření na odh. ar. průměru pro HDPE při 80°C	104
Obr. 4.6: Pásky spolehlivosti pro HDPE při zvýšené teplotě	105
Obr. 4.7: Vliv dávky záření na odh. ar. Průměrů pro LDPE	106
Obr. 4.8: Pásky spolehlivosti pro LDPE	107
Obr. 4.9: Zařízení pro měření krípu za pokojové teploty	109
Obr. 4.10: Zařízení pro měření krípu za zvýšené teploty	109

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1-1 Radiačně síťovatelné materiály	54
Tabulka 3-1 Hodnoty kalibrace mechanismu COM1	73
Tabulka 3-2 Materiálové vlastnosti PA6[38].....	78
Tabulka 3-3 Materiálové vlastnosti HDPE	78
Tabulka 3-4 Materiálové vlastnosti LDPE	79
Tabulka 3-5 Procesní podmínky	79
Tabulka 3-6 Statistické parametry pro PA6 0kGy.....	85
Tabulka 3-7 Statistické parametry pro PA6 165kGy.....	86
Tabulka 3-8 Statistické parametry pro HDPE 33kGy	89
Tabulka 3-9 Statistické parametry pro HDPE 165kGy	90
Tabulka 3-10 Statistické parametry pro HDPE 66kGy při teplotě 80°C....	92
Tabulka 3-11 Statistické parametry pro HDPE 198kGy při teplotě 80°C..	93
Tabulka 3-12 Statistické parametry pro LDPE 132kGy při 80°C	95
Tabulka 3-13 Statistické parametry pro LDPE 198kGy při 80°C	96
Tabulka 4-1 Rozsah výběru n pro podíl p[39].....	99
Tabulka 4-2 Hodnoty Mann-Whitneyova testu	101
Tabulka 4-3 Hodnoty Mann-Whitneyova testu	103
Tabulka 4-4 Vliv dávky na kríповé vlastnosti HDPE při 80°C	104
Tabulka 4-5 Vliv dávky záření na kríповé vlastnosti LDPE	106
Tabulka 4-6 Vyhodnocení shody rozptylů.....	108
Tabulka 4-7 Hodnocení vlivu významnosti záření	108

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

μ	Aritmetický průměr základního souboru
L_D	Dolní mez intervalu odhadu aritmetického průměru základního souboru
L_H	Horní mez intervalu odhadu aritmetického průměru základního souboru
α	Chyba prvního druhu
β	Chyba druhého druhu
P	[-]nebo[%] Pravděpodobnost
\bar{x}	Odhad aritmetického průměru výběrového souboru
s	Odhad směrodatné odchylky výběrového souboru
n	Počet měření
t	Kvantil Studentova rozdělení
\tilde{x}	Odhad mediánu výběrového souboru
η	Medián základního souboru
u	Kvantil normálního rozdělení
x_i	i-tá hodnota souboru x
T_α	Koeficient rozšíření malého souboru s normálním rozdělením
T'_α	Koeficient rozšíření pro malý soubor s rovnoměrným rozdělením
H	Hodnota hloubky pivotu
x_D	Dolní pivot
x_H	Horní pivot
R_L	Rozptyl pivotů
P_L	Pivotova polosuma
T_L	Symetrická hodnota náhodné veličiny
t_L	Koeficient rozšíření z Hornovy tabulky
H_0	Nulová hypotéza
H_A	Alternativní hypotéza
t_t	Testovaná veličina
D_i	Diference hodnot
y_i	i-tá hodnota souboru y
N	Normální rozdělení
σ^2	Rozptyl základního souboru
μ_x	Aritmetický průměr základního souboru x
μ_y	Aritmetický průměr základního souboru y
F	Testovací kritérium F-testu
s_x^2	Odhad rozptylu základního souboru x
s_y^2	Odhad rozptylu základního souboru y
v_1, v_2	Stupně volnosti F-testu
F_j	Testovací kritérium Jackknifůva testu
\bar{z}, \bar{z}_j	Parametr Jackknifůva testovacího kritéria

T_1		Testovací kritérium pro nezamítnutí rovnosti rozptylů
T_2		Testovací kritérium pro zamítnutí rovnosti rozptylů
g		Bodový odhad průměrné hodnoty základní statistiky
G		Bodový průměr základního souboru
E		Střední hodnota výběrové charakteristiky
G_h		Horní mez odhadované charakteristiky základního souboru
G_d		Dolní mez odhadované charakteristiky základního souboru
N		Velikost základního souboru
X_i		Náhodný prvek
Δ		Nejvyšší chyba způsobená rozsahem
χ		Chý kvadrát
x_L		Dolní mez statistického tolerančního intervalu
x_U		Horní mez statistického tolerančního intervalu
k_i		Koeficienty rozšíření
x_{\min}		Minimální hodnota souboru
x_{\max}		Maximální hodnota souboru
π		Konstanta
D^*		Hodnota Kolmogorova-Smirnovova testu
ε_i		Hodnota odchylky i -té hodnoty od hodnoty proměnné
β_i		Regresní koeficient
b_i		Odhad regresního koeficientu
Y_i		Bod odhadu regresní funkce
e_i		Odchylka regresní funkce (reziduum)
Q		Suma reziduí
I_{vx}^2		Index determinace
r_{yx}		Index korelace
P_{yx}		Korelační poměr
s_{b_0}		Chyba odhadů parametru regresní funkce
s_{b_1}		Chyba odhadů parametru regresní funkce
σ_{vx}		Koeficient korelace
PBT		Polybutylen-tereftalát
l_0	[mm]	Počáteční délka zkušebního vzorku
Δl	[mm]	Protažení
τ	[MPa]	Smykové napětí
η	[Pa s]	Smyková viskozita
$\dot{\gamma}$		Rychlost smykové deformace
G		Smykový modul pružnosti
γ		Smyková deformace
PMMA		Polymethylmethakrylát
PA		Polyamid
PI		Polyimide
PPS		Poly(phenylene sulfide)

PE		Polyethylen
EVA		Ethylene-vinyl-acetate
TPE		Termoplastické elastomery
TPU		Termoplastické polyuretany
PUR		Polyethan
PVC		Polyvinyl chlorid
HDPE		Vysoko hustotní polyetylen
LDPE		Nízko hustotní polyetylen
I	[mA]	Proud
m	[g]	Hmotnost
m_{zi}	[g]	Hmotnost závaží
m_{ti}	[g]	Zatěžující závaží
e_m	[mm]	Největší dovolená chyba měřidla
e_k	[mm]	Chyba kontaktu
e_u	[mm]	Chyba upnutí
e_{max}	[mm]	Největší dovolená chyba zařízení
u_a		Nejistota měření typu A
v_x	[%]	Koeficient variačního rozpětí
R	[%]	Rozsah
p		Procento podílu základního souboru v pásu spolehlivosti
x_s		Horní mez pásma spolehlivosti
x_i		Dolní mez pásma spolehlivosti
Med		Odhad mediánu výběrového souboru

1 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

Polymerní materiály patří v dnešní době mezi běžně používané a stávají se rovnocennou náhradou kovových materiálů ve stále více náročnějších aplikacích. V některých oblastech průmyslu jsou již nepostradatelným materiálem, který svými vlastnostmi významně ovlivňuje cenu výrobku. Tento, na první pohled „dokonalý“ materiál, ale disponuje řadou nových vlastností, které dříve používané kovové materiály neměly, nebo jejich praktický vliv byl velmi malý. Proto se s rozvojem použití polymerů objevila celá řada nových nebo modifikovaných zkoušek, které umožňují měření a hodnocení jejich vlastností, jež je velmi typickou oblastí výzkumu a vývoje.

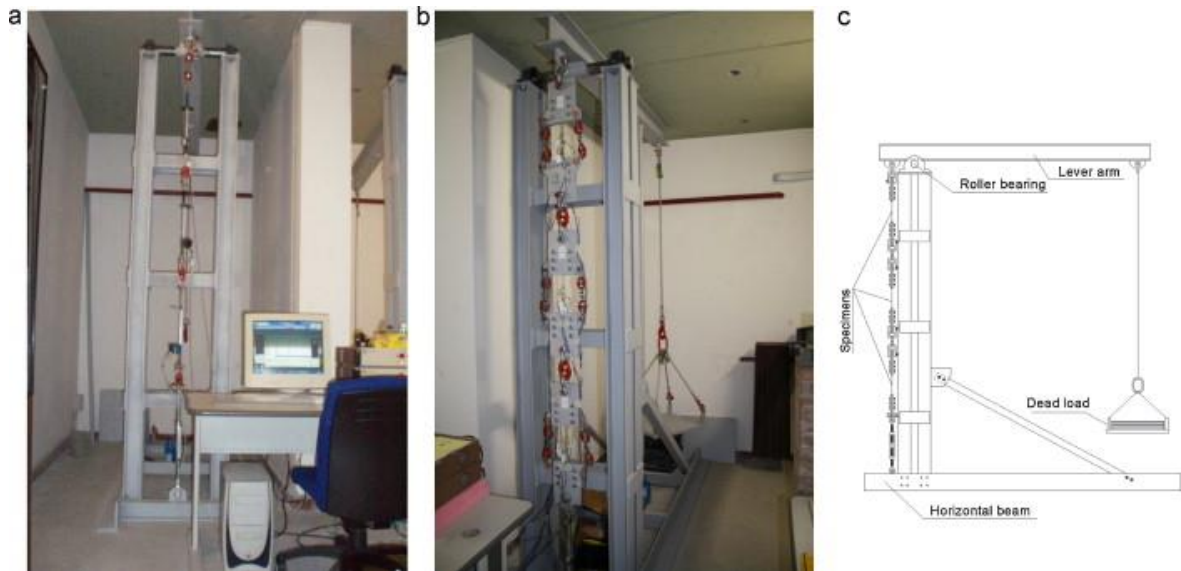
Vstupní suroviny svou makromolekulární strukturou a způsobem zpracování umožňují celou řadu modifikací, které ovlivňují jejich použití. Při zpracování vstupního materiálu např. ve formě granulátu nebo prášku, lze velmi snadno a efektivně měnit jejich vlastnosti přidáním příměsí do surového materiálu opět ve formě prášku nebo granulátu při zpracování. Například pouhým přimícháním plniva v podobě skelných vláken vzroste několikanásobně pevnost materiálu. Tyto změny jsou spojeny s cílem zlepšit nebo potlačit nějakou vlastnost, kterou má hlavní polymer. Přidáním přísad se mění procesní podmínky, rostou nároky na vstřikovací stroje a na nástroje, čímž se prodražuje celá výroba. Vhodné řešení tak představuje modifikace již hotových výrobků, která je možná radičním síťováním pomocí záření. Toto záření způsobuje změny – zesíťování, které významně mění některé vlastnosti původního materiálu a tím získá konstrukční materiál vlastnosti High-tech materiálů, které jsou drahé a málo dostupné.

Mezi vlastnosti, které se radičním síťováním mění, patří i mimo jiné odolnost materiálu vůči tečení v čase bez překročení pevnosti materiálu. Tečení je u polymerních materiálů daleko výraznější než u kovových materiálů a to především při pokojové teplotě. K tomuto testování je v současné době používáno mnoho zařízení s různým konstrukčním řešením.

Tato konstrukční řešení můžeme rozdělit do dvou základních kategorií a ta jsou:

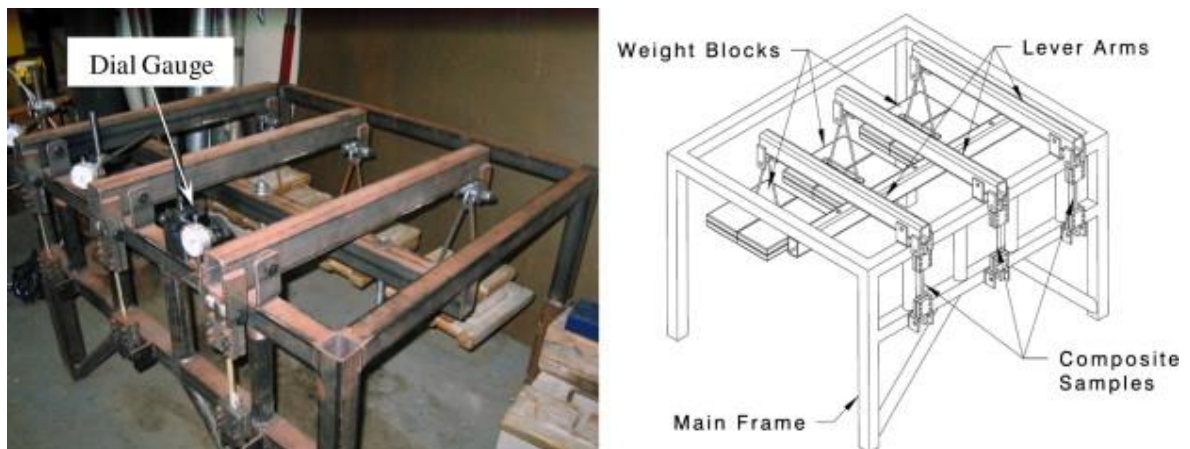
- **Komerční zařízení** – zařízení navržena a zhotovena firmami specializující se na jejich výrobu. Použití je univerzální, ale představují značnou finanční investici při pořízení.
- **Vlastní konstrukce** – zařízení navržena většinou pro konkrétní měření, vyznačují se výrazně nižšími pořizovacími náklady, které bývají častým důvodem k jejich realizaci.

Další kritériem pro dělení zařízení je samotná konstrukce, kdy jednou z možností je umístění vzorků do série, čímž se zaručí konstantní síla u všech vzorků s náročnějším způsobem měření protažení, který ukazuje Obr. 1.1.



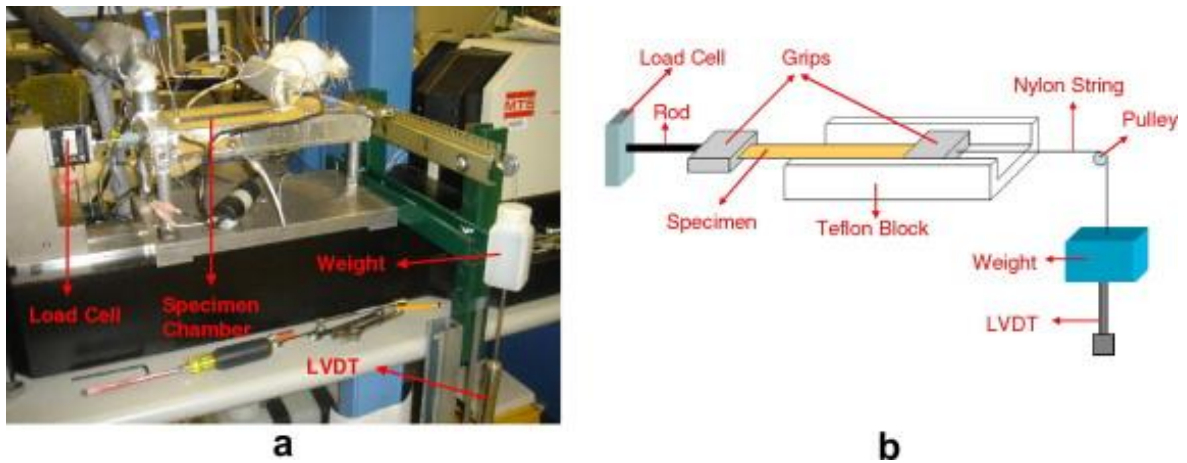
Obr. 1.1: Měřicí zařízení - série vzorků[1]

Využití páky umístěné nad jednotlivými zkušebními tělisky je rovněž jednou z možností (Obr. 1.2), ale tento typ konstrukce je náročnější na obsluhu na začátku měření, aby nebylo na zkušební tělísko působeno nevratným napětím.



Obr. 1.2: Měřicí zařízení - horní páka[2]

Vodorovné umístění zkušebního tělíska (Obr. 1.3) představuje minimalizaci ovlivnění nevhodným zatížením, ale vystupuje zde řada faktorů mající vliv na zatížení (tření, převody, rozklad sil)[2].



Obr. 1.3: Měřicí zařízení s vodorovným vzorkem[3]

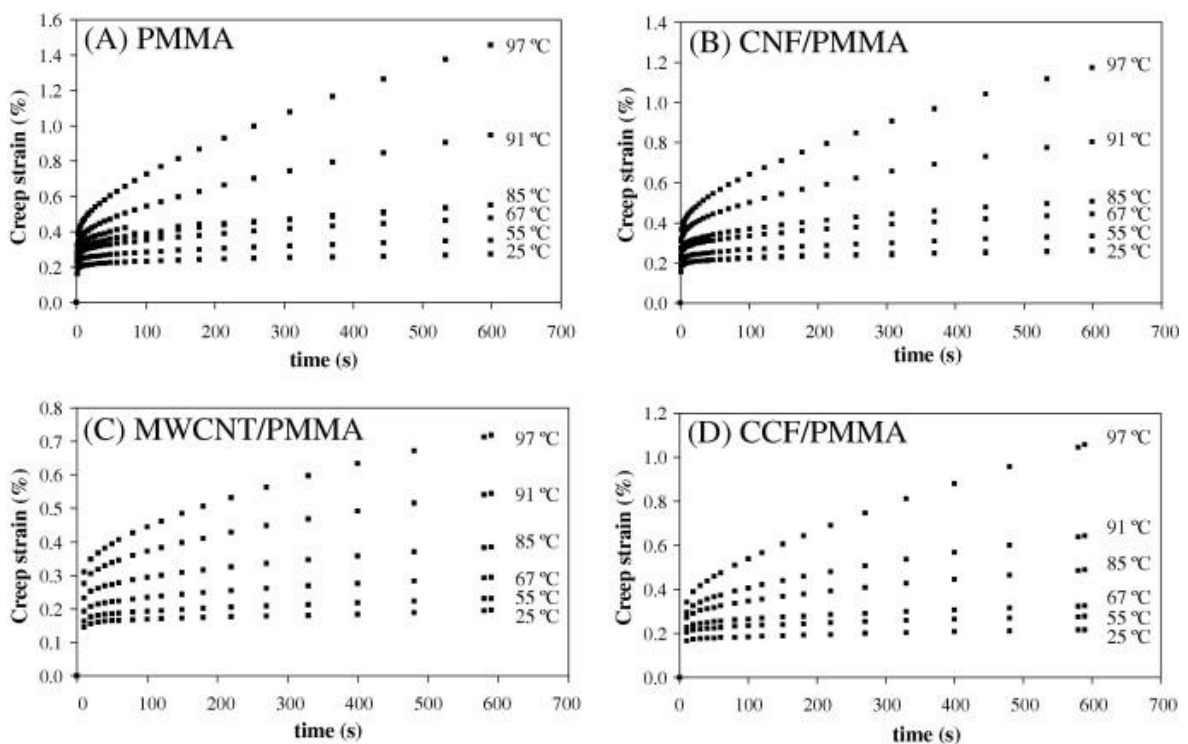
Komerční řešení měřicího zařízení s vrchní pákou vybavené teplotní komorou představuje velmi komplexní řešení. Nevýhodou těchto zařízení je vysoká pořizovací cena a značná prostorová náročnost pro umístění.



Obr. 1.4: Komerční měřicí zařízení[4]

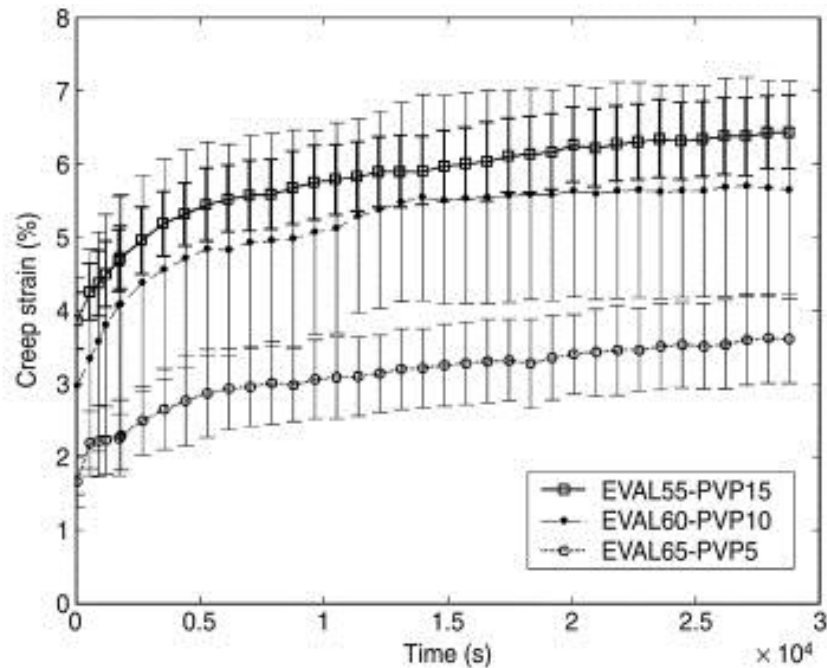
Tato konstrukční řešení, ať vyrobené vlastními kapacitami, nebo komerčně dostupné zařízení, představují jen část možných koncepcí, které lze dále modifikovat pro konkrétní účely měření.

Vedle samotného konstrukčního řešení stojí současně i problematika vyhodnocení získaných dat. Komerční zařízení disponují propracovanými profesionálními softwary pro obsluhu a zpracování dat, které rovněž představují nemalou finanční zátěž při pořízení. Tyto softwary umožňují získání výsledků z prováděných měření, jež jsou často limitovány vlastním množstvím zkoušených vzorků. Jedním z příkladů může být publikace práce na lomovou houževnatost PMMA, jejíž vyhodnocení se skládají z časových řad bodových hodnot, které nám však nedávají dobrý přehled o možných rozptylech měření, jejich chybách, nejistotách apod.. Tyto výsledky též nezahrnují pravděpodobnostní model naměřených dat, což může být ve vědeckém oboru překážkou (Obr. 1.5).



Obr. 1.5: Bodové hodnocení výsledků[5]

Vhodnější zpracování výsledků lze vidět v práci Liu při hodnocení hydrogelů na Obr. 1.6, který využívá opakovatelnosti měření (šest hodnot) a dále určuje odhady směrodatných odchylek naměřených dat. Tento způsob hodnocení má však nedostatek ve stanovení pravděpodobnostního modelu. Dále zde není počítáno s jednotlivými kvartily a rovněž se šikmostmi naměřených dat, které mohou být rozhodující při hodnocení kvality získaných dat. Intervalové hodnocení s využitím směrodatných odchylek není doporučováno při opakovatelnosti menší jako deset měření.[6]



Obr. 1.6: Intervalové hodnocení výsledků[7]

Tyto metody vyhodnocení neposkytují dostatečný přehled o naměřených datech a jejich výsledky nechávají jistou část závěru bez kvantitativního vyhodnocení, které by dané problematice přispělo.[8]

Z uvedených důvodů je v části této disertační práce zkoumána i problematika intervalových odhadů, regresních a korelačních analýz a radiačního síťování polymerních materiálů.

1.1 Intervalové odhady

Z výběrového souboru dat lze získat výsledky v podobě intervalového nebo bodového odhadu, který je pouhým bodem. Vzájemnou polohou tohoto bodového odhadu a střední hodnoty základního souboru není vyjádřena žádná pravděpodobnost či míra překrytí. V případě vyhodnocení střední hodnoty základního souboru μ pomocí intervalu, který bude ležet mezi hodnotami L_D a L_H , lze již vyčíslit pravděpodobnost, či statistickou nejistotu $(1 - \alpha)$, se kterou se bude v tomto intervalu nacházet. Tato pravděpodobnost nabývá nejčastěji hodnot $P=0,95$ nebo $P=0,99$, z toho lze pak odvodit hladinu významnosti α , která tedy nabývá nejčastěji hodnot 0,05 nebo 0,01.

Skutečná hodnota základního souboru se bude nacházet s jistou pravděpodobností v kterémkoliv místě toho intervalu. Zmenšením tohoto intervalu získáme menší množství hodnot, kterých může nabývat. Snahou je tedy získat interval, na jehož šíři má vliv především:

- Rozsah výběru, s rostoucí velikostí výběrového souboru se zmenšuje šířka intervalu,

- Hodnota rozptylu, se snižující se hodnou rozptylu se zmenšuje šířka intervalu,
- Statistická nejistota, se zvyšující statistickou nejistotou roste i šířka intervalu.

1.2 Míra polohy

V případech, kdy data pocházejí z normálního rozdělení tj. $N(\mu, \sigma)$, lze provést další rozdělení na základě velikosti výběrového souboru, kdy je za mezní hodnotu v praxi považována hodnota $n = 30$.

Pro výběrový soubor větší jako 30 prvků lze interval spolehlivosti pro μ vypočítat podle vzorce

$$\bar{x} - 1,96 \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + 1,96 \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (1.1)$$

tento oboustranný interval je sestaven z Gaussova normálního rozdělení, hodnota 1,96 je vyjádřena pomocí hodnoty $u_{0,975}$ pro parametr $100(1-0,05/2)=97,5\%$.

Střední výběr, kde $n \leq 30$ se řídí podle Studentova rozdělení s $n-1$ stupni volnosti a vyjadřuje nám polohu střední hodnoty následovně

$$\bar{x} - t_{1-\alpha/2}(n-1) \frac{s}{\sqrt{n}} \leq \mu \leq \bar{x} + t_{1-\alpha/2}(n-1) \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (1.2)$$

Ze vzorce vyplývá závislost mezi hranicemi intervalu směrodatné odchylky s a rozsahu výběrového souboru.

Střední hodnota malého uspořádaného výběrového souboru je nazývána medián (\tilde{x}) a interval spolehlivosti je dán nerovnicí

$$\tilde{x}_{0,5} - u_{1-\alpha/2}(n-1) \frac{0,707 s}{\sqrt{n}} \leq \tilde{x} \leq \tilde{x}_{0,5} + u_{1-\alpha/2}(n-1) \frac{0,707 s}{\sqrt{n}} \quad (1.3)$$

1.3 Analýza velmi malých výběrů

Pod pojmem velmi malý výběr si můžeme přestavit velikost výběrového souboru pohybující se v jednotkách. Jak již bylo zmíněno v úvodu této kapitoly, malý výběrový soubor má negativní vliv na velikost a především na míře spolehlivosti takto vytvořeného intervalu.

U zvláště malých výběrů, které jsou $n = 2$ se požadovaný interval vyjádří rovnicí

$$\frac{x_1 + x_2}{2} - T_\alpha \frac{|x_1 - x_2|}{2} \leq \mu \leq \frac{x_1 + x_2}{2} + T_\alpha \frac{|x_1 - x_2|}{2} \quad (1.4)$$

kde $T_\alpha = T_{0,05} = 12,71$ pro normální rozdělení a v případě rovnoměrného rozdělení $T'_{0,05} = 19$.

Pro $n = 3$ lze interval spolehlivosti střední hodnoty vyjádřit pomocí vztahu,

$$\bar{x} - T'_\alpha \frac{s}{\sqrt{3}} \leq \mu \leq \bar{x} + T'_\alpha \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (1.5)$$

kde platí, že pro normální rozdělení je $T'_\alpha \approx 1/\sqrt{\alpha} - 3\sqrt{\alpha}/4 \dots$, $T'_\alpha = 4,3$ a hodnota $T_{0,05} = 5,74$ je platná pro rovnoměrné rozdělení.

Pro $4 \leq n \leq 20$ lze uplatnit Hornův postup, který je založený pořadových statistikách. Prvním bodem postupu je určení hloubky pívotu H , která je rovna celému číslu z rovnice

$$H = \frac{\text{int}(n + 1/2)}{2} \quad (1.6)$$

nebo

$$H = \frac{\text{int}(n + 1/2) + 1}{2}. \quad (1.7)$$

Z takto vypočtené hloubky lze pak určit dolní pívot $x_D = x_{(H)}$ a horní pívot daný vztahem $x_H = x_{(n+1-H)}$.

Pívotova polosuma je dána vztahem

$$P_L = \frac{x_D + x_H}{2} \quad (1.8)$$

a hodnota odhadu parametru pívotova rozptylu R_L

$$R_L = x_H - x_D \quad (1.9)$$

Podílem těchto dvou hodnot lze získat přibližně symetrickou hodnotu náhodné veličiny T_L , kterou lze zapsat rovnicí

$$T_L = \frac{P_L}{R_L} = \frac{x_D + x_H}{2(x_H - x_D)} \quad (1.10)$$

Interval polohy střední hodnoty základního souboru je poté možné vyjádřit pomocí Hornovy tabulky (Příloha A) pro kvantily následovně

$$P_L - R_L t_{L,0,975}(n) \leq \mu \leq P_L + R_L t_{L,0,975}(n) \quad (1.11)$$

1.4 Statistické testování

Pro vyhodnocení je často nutné provést testování, zda jsou nebo nejsou kontrolovaná data v nějakém vzájemném vztahu, nebo zda např. pocházejí ze stejného základního souboru. Pro tyto výpočty se využívá statistických hypotéz, u kterých je vždy nutné vhodně formulovat nulovou H_0 a alternativní H_A hypotézu. Dalším kritériem pro testování je volba hladiny významnosti α , ur-

čení kritického oboru testované veličiny, vyčíslení testační statistiky a jejich kvantilů. Posledním obecným bodem testování je rozhodnutí, zda

- zamítnout hypotézu H_0 a přijmout H_A , jestliže vypočtená hodnota padne do kritického oboru,
- nebo nezamítnout hypotézu H_0 , jestliže vypočtená hodnota nepadne do kritického oboru.

Výsledkem takto nastavených kritérií je závěr, zda je H_0 zamítnuta nebo nezamítnuta. Výsledná definice může mít tedy význam

- zamítnutí H_0 neznamená její neplatnost, ale výsledek testu poskytl objektivní důvod jí nevěřit,
- nebo nezamítnutím H_0 nepřipouštíme její platnost, protože výsledky testu neposkytly dostatečnou neshodu k jejímu zamítnutí.

V případech, kdy je provedeno chybné rozhodnutí při testování, mohou opět nastat dva případy

- kontrolní hodnota padne mimo obor přijetí H_0 , tím je zamítnuta, ale ve skutečnosti platí. Pravděpodobnost tohoto případu je určena hladinou významnosti α a určuje velikost *chyby I. druhu*, nesprávné zamítnutí platné hypotézy H_0 ,
- nebo kontrolní hodnota padne do oboru přijetí H_0 a současně platí H_A . Pravděpodobnost tohoto omylu je určena velikostí *chyby II. druhu* (β).

100(1- α)% interval spolehlivosti lze stanovit pomocí výpočtu intervalového odhadu parametru μ . Padne-li kontrolovaná hodnota μ_0 do tohoto intervalu, nezamítneme $H_0: \mu = \mu_0$, padne-li mimo tento rozsah zamítneme hypotézu nulovou ve prospěch alternativní.

Dalším testem střední hodnoty je Studentův t-test, který se provádí na náhodném výběru n prvků ze základního souboru s normálním rozdělením $N(\mu, \sigma^2)$. Z takto provedeného výběru vypočteme odhad aritmetického průměru \bar{x} a směrodatnou odchylku s . V tomto případě se bude testovaná veličina t_t rovnat

$$t_t = \frac{\bar{x} - \mu_0}{s} \sqrt{n} \quad (1.12)$$

Parametry testování jsou v tomto případě voleny následovně:

- $H_0: \mu = \mu_0$
- $H_A: \mu \neq \mu_0$
- hladina významnosti $\alpha = 0,95$.

Kritický obor pro stanovenou alternativní hypotézu lze vypočítat

$$|t_t| \geq t_{t, 1-\frac{\alpha}{2}}(n-1) \quad (1.13)$$

Porovnání dvou výběrových souborů stejné velikosti vzorků ($n_1=n_2$), mezi nimiž existuje logické spojení lze jednoduše převést pomocí vzorce

$$D_i = x_i - y_i \quad (1.14)$$

na jednorozměrnou hodnotu. Její střední hodnotu μ_D můžeme testovat, zda se statisticky významně liší od nuly nebo nikoliv (tzv. párový test).

Tento jednoduchý postup ale nelze aplikovat u obecných výběrových souborů bez logické návaznosti. V těchto případech je vhodnější volit složitější postupy s celkovou analýzou všech dat.

Prvním krokem tohoto postupu je ověření vstupních dat, zda jednotlivé soubory o různé délce pocházejí z normálního nebo jiného rozdělení, tzn. zda platí předpoklad

$$x_i \sim N(\mu_x, \sigma_x^2) \quad a \quad x_j \sim N(\mu_y, \sigma_y^2). \quad (1.15)$$

Pro tyto případy existuje celá řada testů normality. Jejich vhodnost použití se liší dle charakteru dat a velikosti výběrových souborů.

Za předpokladu nezamítnutí nulové hypotézy o normálním rozdělení a důvěryhodnosti testu pro oba výběrové soubory lze použít klasický F-test. Tento test vychází z testovacího kritéria

$$F = \max\left(\frac{s_x^2}{s_y^2}, \frac{s_y^2}{s_x^2}\right). \quad (1.16)$$

V případech, kdy se prokáže různá špičatost výběrových souborů, je nutné použít modifikovaný F-test. Kvantil $F_{1-\alpha}(v_1, v_2)$ se stupni volnosti v_1 a v_2 vyčíslíme pomocí následujících vztahů

$$v_1 = \frac{n_1 - 1}{1 + \frac{\hat{g}_{2c}}{2}}, \quad v_2 = \frac{n_2 - 1}{1 + \frac{\hat{g}_{2c}}{2}}, \quad (1.17)$$

kde

$$\hat{g}_{2c} = \frac{2(n_1 + n_2) [\sum_{i=1}^{n_1} (x_i - \bar{x})^4 + \sum_{i=1}^{n_2} (y_i - \bar{y})^4]}{[\sum_{i=1}^{n_1} (x_i - \bar{x})^2 + \sum_{i=1}^{n_2} (y_i - \bar{y})^2]} - 3. \quad (1.18)$$

Pro ještě méně vhodné data k testování (to jsou taková, která obsahují i odlehlé hodnoty) je vhodné použít Robustní Jackknifův test jehož testovací kritérium je ve tvaru

$$F_J = \frac{n_1(\bar{z}_1 - \bar{z})^2 + n_2(\bar{z}_2 - \bar{z})^2}{\frac{\sum_{i=1}^{n_1} (z_{1i} - \bar{z}_1)^2 + \sum_{i=1}^{n_2} (z_{2i} - \bar{z}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2}}, \quad (1.19)$$

kde

$$\bar{z} = \frac{n_1 \bar{z}_1 + n_2 \bar{z}_2}{n_1 + n_2}, \quad \bar{z}_j = \frac{\sum_{i=1}^{n_j} z_{ji}}{n_j}, \quad j = 1, 2.$$

Pro výpočet hodnoty z_{1i} platí $z_{1i} = n_1 \ln s_x^2 - (n_1 - 1) \ln s_{1(i)}^2$, kde

$$s_{1(i)}^2 = \frac{1}{n_1 - 2} \sum_{j \neq i}^{n_1} (x_j - \bar{x}_{(i)})^2. \quad (1.20)$$

Pro výpočet průměru s vynechanou i -tou hodnou lze použít vzorec

$$\bar{x}_{(i)} = \frac{1}{n_1 - 1} \sum_{j \neq i}^{n_1} x_j. \quad (1.21)$$

V případě nezamítnuté H_0 se stupně volnosti F-rozdělení rovnají $v_1=2$, $v_2=n_1+n_2-1$.

Prokázáním nebo zamítnutím shodnosti rozptylů jednou z výše uvedených metod, má významný vliv na správnou volbu testu k prokázání shody středních hodnot. Studentův t-test umožňuje testování hypotéz

- $H_0: \mu_x = \mu_y$
- $H_A: \mu_x \neq \mu_y$

pro shodné i rozdílné rozptyly s různou hodnotou testovacího kritéria. V případech prokázání shody $\sigma_x^2 = \sigma_y^2$ bude platit tvar

$$T_1 = \frac{|\bar{x} - \bar{y}|}{\sqrt{(n_1 - 1)s_x^2 + (n_2 - 1)s_y^2}} \sqrt{\frac{n_1 n_2 (n_1 + n_2 - 2)}{n_1 + n_2}}. \quad (1.22)$$

Platnost rovnice $T_1 > t_{1-\alpha/2}(n_1 + n_2 - 2)$ platí H_A tj. statisticky významný rozdíl středních hodnot s hladinou významnosti α .

U nerovnosti rozptylů a nezamítnutí Gausova rozdělení bude mít testovací kritérium tvar

$$T_2 = \frac{|\bar{x} - \bar{y}|}{\sqrt{\frac{s_x^2}{n_1} + \frac{s_y^2}{n_2}}}. \quad (1.23)$$

Během zkoumání a analýzy dat je často vysloven určitý předpoklad - hypotéza o parametru nebo tvaru zkoumané veličiny. Jako příklad takto vyslovené hypotézy můžeme uvést rovnost průměru základního souboru μ o určité zvolené hodnotě μ_0 . V případě znalosti celého základního souboru by bylo tedy možné provést důkladná šetření, zda je toto tvrzení pravdivé či nikoliv. Tuto analýzu ale často z objektivních důvodů nelze provést na základním souboru, proto se tato analýza provede pouze na výběrovém souboru. Z poznatků výbě-

rového souboru pak usuzujeme pravdivost vyslovené hypotézy vůči základnímu souboru.

Vyslovením předpokladu je stanovena tzv. nulová (testovaná) hypotéza, která je značena H_0 . Vyslovenou nulovou hypotézu o rovnosti průměrné hodnoty základního souboru a zvolené veličiny můžeme potom zapsat

$$H_0: \mu = \mu_0.$$

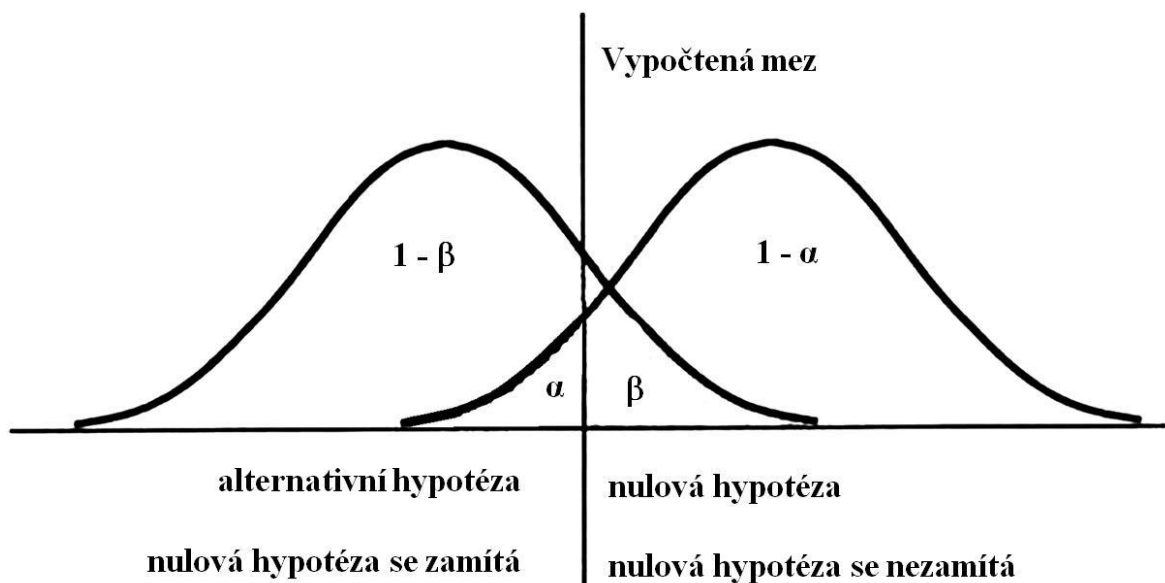
Proti hypotéze H_0 stojí hypotéza alternativní H_A , která popírá tvrzení nulové hypotézy. V případě H_0 by mohla tedy být alternativní hypotéza zapsána

$$a) H_A: \mu \neq \mu_0,$$

$$b) H_A: \mu > \mu_0,$$

$$c) H_A: \mu < \mu_0.$$

Případ a) lze nazvat jako obecné vyjádření neplatnosti nulové hypotézy bez dalšího upřesnění hodnot parametru μ . Vyslovené alternativní hypotézy b) a c) rovněž popírají platnost hypotézy nulové, ale navíc stanovují jednostranný obor hodnot průměru základního souboru. Hypotéza b) tedy tvrdí, že hodnota parametru je menší nebo větší c) než hodnota průměru základního souboru.



Obr. 1.7: Chyba prvního a druhého druhu[9]

Zamítnutí nebo nezamítnutí nulové hypotézy je prováděno na základě výběrového souboru, získaným náhodným výběrem může nastat chybné rozhodnutí. Zamítnutím H_0 i přes skutečnou platnost nastane tzv. chyba prvního druhu označována jako α . Druhý případ chybného rozhodnutí může nastat přijmutím (nezamítnutím) nulové hypotézy i přes její skutečnou neplatnost. Tato chyba je známá jako tzv. chyba druhého druhu a je označována β . [10],[11]

V praxi se můžeme velmi často setkat s termínem hladina významnosti. Ta je vyjádřením pevné pravděpodobnosti chyby I.druhu. Hladina významnosti

se v technické praxi nejčastěji volí 5% z velké síly testu a minimální pravděpodobnosti výskytu chyby II.druhu.

1.5 Jednofaktorová analýza rozptylu

Základním předpokladem použití jednofaktorové analýzy rozptylu jsou:

- data mají normální rozdělení, to znamená součet všech chyb je roven nule,
- rozptyly všech výběrů jsou stejné,
- jednotlivé výběrové soubory byly vybrány náhodou, všechny prvky v základním souboru měli stejnou pravděpodobnost být vybrány.

Po splnění těchto požadavků je možné testování, zda má změněný fakt vliv na sledovanou veličinu.

1.6 Bodové a intervalové odhady

Mezi základní popisné charakteristiky základního souboru patří aritmetický průměr, relativní četnost a rozptyl. Tyto parametry mají své zástupce i ve výběrových souborech, které jsou nazývány výběrové charakteristiky resp. statistiky. Tyto statistiky nejsou pevně stanoveny a oproti parametrům základního souboru, jsou závislé na náhodném výběru zpracovávaných hodnot a proto se i samy stávají hodnotami náhodnými.

Ze statistiky výběrového souboru a z jeho hustoty pravděpodobnosti lze pak určit meze, v nichž se bude nacházet popisná charakteristika základního souboru.

1.6.1 Bodový odhad

Z vypočtených statistik výběrového souboru lze tedy usuzovat parametry základního souboru, které mohou být vyjádřeny pomocí intervalů nebo bodového odhadu. Nejjednodušší bodový odhad popisné charakteristiky základního souboru můžeme provést výběrem prvků z celku a prohlášením, že vypočtená statistika z hodnot toho výběrového souboru je odhad průměrné hodnoty základního souboru, který lze zapsat

$$g \sim G \quad (1.24)$$

nebo

$$\text{est } G = g \quad (1.25)$$

kde ze statistiky g je odhadnut charakter základního souboru G . [12]

Zvolená statistika musí být dostatečně vypovídající schopnost a nesmí vést k systematickým chybám (nahodnocování resp. podhodnocování). Cílem te-

dy je, aby střední hodnota výběrové statistiky byla rovna střední hodnotě základní charakteristiky a tedy platilo

$$E(g) = G. \quad (1.26)$$

Jestliže toto pravidlo neplatí, nelze nazvat výběrovou statistiku nevychýlenou, nezkreslenou a lze vypočítat zkreslení $E(g) - G$. V případě rostoucího počtu prvků a hodnoty v limitě zkreslení jdoucí k nule nazýváme je asymptoticky nezkreslený odhad.

Dalším hodnotícím kritériem pro použití statistiky je tzv. konzistence. Konzistencí rozumíme pravděpodobnost, že hodnota zkreslení se bude s rostoucím rozsahem výběru zmenšovat. Obecně tedy můžeme uvést vztah, kde pro libovolné $\varepsilon > 0$ platilo

$$\lim_{n \rightarrow \infty} P\{|g - G| < \varepsilon\} = 1. \quad (1.27)$$

Podmínkám zkreslení a konzistence ale může při analýze dat vyhovovat několik statistik. V těchto případech se pak provádí volba statistiky pocházející ze souboru dat s menším rozptylem.

Při tomto způsobu určení odhadu charakteristiky základního souboru vždy vzniká zkreslení. Toto zkreslení je nazýváno jako *výběrová chyba* a lze jej vypočítat jako rozdíl mezi nezkresleným odhadem charakteristiky a výběrovou statistikou. Pak je přesnost bodového odhadu zatížena chybou rovnající se směrodatné odchylce výběrového souboru vyjádřené pomocí střední chyby

$$\sqrt{D(g)} = \sqrt{E(g - G)^2}. \quad (1.28)$$

Střední chyba nám tedy charakterizuje průměrnou výběrovou chybu odhadů, která by vznikla ze základního souboru při všech možných výběrech.

1.6.2 Intervalový odhad

Více praktičtější se jeví použití intervalového odhadu, mezi jehož horní (G_h) a dolní (G_d) meze bude náležet skutečná hodnota odhadované charakteristiky základního souboru. Pravděpodobnost tohoto výskytu se značí $1 - \alpha$ a je nazývána spolehlivost odhadu. Takto sestrojený interval nazýváme *intervalem spolehlivosti* (konfidenční interval) a platí pro něj

$$P(G_d < G < G_h) = 1 - \alpha. \quad (1.29)$$

Tento interval bude obsahovat zvolenou charakteristiku se zvolenou pravděpodobností. S rostoucí pravděpodobností výskytu odhadované charakteristiky se bude interval rozšiřovat a zároveň poroste spolehlivost $1 - \alpha$. Proti tomu, čím nižší bude požadavek na spolehlivost, interval spolehlivosti se bude zmenšovat.[11],[12]

Jako vhodná hodnota spolehlivosti intervalu se ukázala $1-\alpha=0,95$ nebo $0,99$, interval spolehlivosti tedy s pravděpodobností 95% (99%) bude obsahovat hodnotu odhadované charakteristiky základního souboru. Tento dvoustranný interval potom konstruujeme za podmínek

$$P(G \leq G_d) = P(G \geq G_h) = \frac{\alpha}{2}, \quad (1.30)$$

$$P(G_d < G < G_h) = 1 - \alpha.$$

V případě požadavku na jednostranný interval, lze takto sestrojené rovnice upravit pro jednostranný konfidenční interval

$$P(G \leq G_d) = \alpha, \quad (1.31)$$

$$P(G > G_d) = 1 - \alpha$$

nebo jednostranný konfidenční interval

$$P(G \geq G_h) = \alpha, \quad (1.32)$$

$$P(G < G_h) = 1 - \alpha.$$

1.6.3 Odhad aritmetického průměru základního souboru

Pro základní soubor o rozsahu N se aritmetický průměr vypočte podle vztahu

$$\mu = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i \quad (1.33)$$

Hodnota aritmetického průměru pro výběrový soubor o n prvcích se bude rovnat

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (1.34)$$

Můžeme tedy na základě rovnice $g \sim G$ psát

$$\bar{x} \sim \mu.$$

Je-li uvedený aritmetický průměr výběrového souboru nezkresleným odhadem aritmetického průměru základního souboru, pak bude platit

$$E(\bar{x}) = \mu.$$

Stanovením náhodné veličiny Z z náhodné hodnoty, která je vybrána náhodným výběrem ze základního souboru s vracením, v němž má každá obsažená hodnota stejnou pravděpodobnost výběru a tedy stejnou pravděpodobnost stát se náhodným prvkem X_i . Střední hodnotu takto vybraného náhodného prvku můžeme zapsat

$$E(X_i) = \sum_{i=0}^N x_i P(x_i) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i = \mu. \quad (1.35)$$

Z takto definovaného náhodného znaku lze i vyjádřit rozptyl

$$D(X_i) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2 = \sigma^2. \quad (1.36)$$

Střední hodnota výběrového souboru se bude tedy rovnat

$$\begin{aligned} E(\bar{x}) &= E\left\{\frac{1}{n}(x_1 + x_2 + \dots + x_n)\right\} = \frac{1}{n}E(x_1 + x_2 + \dots + x_n) \quad (1.37) \\ &= \frac{1}{n}\{E(x_1) + E(x_2) + \dots + E(x_n)\} = \frac{1}{n}(\mu + \mu + \dots + \mu) = \frac{n\mu}{n} = \mu. \end{aligned}$$

Výše uvedená rovnice jasně dokazuje nezkreslený odhad průměru základního souboru, který je odvozen z průměru výběrového souboru. Analogicky pak můžeme dokázat rovnost směrodatné odchylky výběrového souboru a střední chyby odhadu z rovnic

$$\begin{aligned} D(\bar{x}) &= D\left\{\frac{1}{n}(x_1 + x_2 + \dots + x_n)\right\} = \frac{1}{n^2}D(x_1 + x_2 + \dots + x_n) \quad (1.38) \\ &= \frac{1}{n^2}\{D(x_1) + D(x_2) + \dots + D(x_n)\} = \frac{1}{n^2}(\sigma^2 + \sigma^2 + \dots + \sigma^2) = \frac{n\sigma^2}{n^2} = \frac{\sigma^2}{n} \end{aligned}$$

po úpravě pak

$$\sqrt{D(\bar{x})} = \sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}. \quad (1.39)$$

Z Linbergovy-Lévyho věty pak vyplývá vztah,

$$\frac{X - n\mu}{\sigma\sqrt{n}} \text{ a } \frac{\bar{X} - \mu}{\sigma} \sqrt{n}, \quad (1.40)$$

který nám říká, že při dostatečně velkém výběru budou mít data přibližně normované normální rozdělení s rozptylem σ^2/n a střední hodnotou μ

$$U = \frac{\bar{x} - \mu}{\sigma} \sqrt{n}. \quad (1.41)$$

Využitím vztahu

$$u_\alpha = -u_{1-\alpha}$$

lze pak zapsat nerovnici pro dvoustranný interval spolehlivosti. Pro odhad průměru základního souboru (1.30) lze zapsat ve tvaru

$$P\left(-u_{1-\frac{\alpha}{2}} < U < u_{1-\frac{\alpha}{2}}\right) = 1 - \alpha. \quad (1.42)$$

Ke stanovení finálního tvaru intervalu spolehlivosti je vyžadována znalost rozptylu základního souboru σ , ten ale v řadě případů není znám, a proto je nutné, nahradit jej směrodatnou odchylkou výběrového souboru s a tedy převést tento konfidenční interval na tvar

$$P\left(\bar{x} - u_{1-\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n-1}} < \mu < \bar{x} + u_{1-\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n-1}}\right) = 1 - \alpha. \quad (1.43)$$

1.7 Stanovení minimálního rozsahu výběru

Velikost výběrového souboru n , se kterou je počítáno, má významný vliv na spolehlivost získaných výsledků o základním souboru. Proto je nutné před vlastním měřením a statistickým zpracováním dat, provést stanovení minimálního rozsahu tak, aby byly splněny požadavky kladené na výsledky. Pro výpočet lze použít obecný tvar

$$n \geq \frac{u_{1-\alpha/2}^2 \sigma^2}{\Delta^2}. \quad (1.44)$$

Kde Δ znamená nejvyšší chybu, kterou jsme ochotni připustit.

Tento tvar, jak si můžeme všimnout obsahuje hodnotu rozptylu základního souboru σ , kterou ale většinou neznáme. Při stanovování minimálního počtu vzorků ji můžeme získat z:

- dřívějších měření (které jsme již prováděli),
- provedeme předvýběr o rozsahu n_1 prvků.

Po provedení předvýběru a výpočtu výběrového rozptylu podle vzorce

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}, \quad (1.45)$$

bude upravený vzorec vypadat následovně

$$n \geq \frac{u_{1-\alpha/2}^2 s^2}{\Delta^2}. \quad (1.46)$$

1.8 Odhad rozptylu základního souboru

Rozptyl základního souboru σ^2 je často neznámou hodnotou, z důvodu neznalosti základního souboru, proto je nahrazován bodovým odhadem rozptylu základního souboru, jež je roven výběrovému rozptylu, který představuje jeho konzistentní a nezkreslený odhad

$$\sigma^2 \sim s^2.$$

U normálně rozděleného základního souboru bez znalosti průměru μ , která je v těchto případech pouze ojedinelá, můžeme vypočítat intervalový odhad rozptylu σ^2

$$\frac{(n-1)s^2}{\chi_{1-\alpha/2}^2} < \sigma^2 < \frac{(n-1)s^2}{\chi_{\alpha/2}^2} \quad (1.47)$$

Stejným způsobem jako u intervalového odhadu průměru základního souboru i zde můžeme vyčíslit jednostranné intervaly pro odhad rozptylu základního souboru, které ale nejsou symetrické

$$\sigma^2 < \frac{(n-1)s^2}{\chi_{\alpha/2}^2} \quad (1.48)$$

a

$$\frac{(n-1)s^2}{\chi_{1-\alpha/2}^2} < \sigma^2. \quad (1.49)$$

1.9 Statistický toleranční interval

Statistickým tolerančním intervalem rozumíme takový interval, ve kterém se nacází určité procento základního souboru (překrytí) s jistou mírou pravděpodobnosti. Tento interval je sestaven na základě výběrového souboru a je omezen statistickými tolerančními mezemi.[13]

1.9.1 Normálně rozdělený soubor se známým rozptylem

Při analýze dat může být vyjádřen buď jednostranný statistický toleranční interval nebo dvoustranný statistický interval. Volba vhodného typu se odvíjí od charakteru zkoumaných dat. V případech, kde je dostačující stanovit pouze horní, resp. dolní mez se uplatní výpočet jednostranného statistického tolerančního intervalu, který je pro známý rozptyl dán vzorcem

$$x_L = \bar{x} - k_1(n; p; 1 - \alpha) \times \sigma. \quad (1.50)$$

Jak lze vidět ze vzorce (1.50), hodnota dolní meze je dána odhadem aritmetického průměru výběrového souboru, hodnotou známého rozptylu základního souboru a koeficientem k_1 , který je funkcí velikostí výběru n , velikostí překrytí p a konfidencí úrovní $1-\alpha$. Při požadavcích většího překrytí nastane pokles dolní meze intervalu. Podobným způsobem lze vyjádřit hodnotu horní meze pro jednostranný interval

$$x_U = \bar{x} + k_1(n; p; 1 - \alpha) \times \sigma. \quad (1.51)$$

Dvoustranný statistický toleranční interval je možné potom odvodit analogicky, se záměnou koeficientu k_1 za k_2 , který bude mít jiný charakter

$$x_L = \bar{x} - k_2(n; p; 1 - \alpha) \times \sigma, \quad (1.52)$$

$$x_U = \bar{x} + k_2(n; p; 1 - \alpha) \times \sigma. \quad (1.53)$$

1.9.2 Normálně rozdělený soubor s neznámým rozptylem

Při neznámé hodnotě rozptylu základního souboru je nutné provést jeho odhad z výběrového souboru pomocí směrodatné odchylky.

Potom lze provést úpravu vzorce pro výpočet se známým rozptylem do tvaru jednostranného intervalu

$$x_L = \bar{x} - k_3(n; p; 1 - \alpha) \times s, \quad (1.54)$$

resp.

$$x_U = \bar{x} + k_3(n; p; 1 - \alpha) \times s. \quad (1.55)$$

Pro dvoustranný statistický toleranční interval lze pak odvodit vzorce

$$x_L = \bar{x} - k_4(n; p; 1 - \alpha) \times s, \quad (1.56)$$

$$x_U = \bar{x} + k_4(n; p; 1 - \alpha) \times s. \quad (1.57)$$

1.9.3 Jakékoliv spojitě rozdělení neznámého typu

Pro stanovení statistického tolerančního intervalu z dat jež nepochází z normálního rozdělení je nutné, provést vyhodnocení pomocí extrémních hodnot výběrového souboru.

$$x_L = x_{min},$$

$$x_U = x_{max}.$$

V těchto případech pak nenastává otázka jakou budou mít meze hodnotu, ale jaká je vypovídající schopnost daného intervalu, která je dána parametry n , p , $1-\alpha$. Podrobnější analýzou lze pak získat odpovědi na možné otázky:

- Jaký maximální podíl základního souboru padne pod hodnotu x_L při zvolené velikosti výběrového souboru n a zvolené konfidenční úrovni $1-\alpha$.
- Jak velký je třeba výběrový soubor, aby se s konfidenční úrovní $1-\alpha$ dalo říci, že v intervalu x_L a x_U bude ležet minimálně p - procent základního souboru.
- Jak velký je třeba výběrový soubor, aby se s konfidenční úrovní $1-\alpha$ dalo říci, že nad hodnotou x_L bude ležet minimálně p - procent základního souboru.
- Jaké nejmenší procento p základního souboru obsahuje interval x_L a x_U při konfidenční úrovni $1-\alpha$ a velikosti výběru n .

1.10 Neparametrické testy

Základní soubor může mít určitý typ rozdělení, který je nutné testovat a prokázat jeho přítomnost. Mezi nejznámější a nejběžnější rozdělení patří normální rozdělení, studentovo rozdělení, rovnoměrné rozdělení. Při prokázání určitého rozdělení lze dále použít parametrického vyhodnocení dat. V opačném případě je nutné, aplikovat neparametrické testování mezi které patří: *testy dobré shody* a *testy nezávislosti v kombinační tabulce*.

1.10.1 Test dobré shody

Provedený náhodný výběr nabývá hodnot teoretického rozdělení, které se ovšem může lišit od empirického rozdělení. V takových případech je nutné provést test dobré shody kde

- H_0 předpokládá konečné rozdělení kvantitativního či kvalitativního znaku do k skupin, jejichž podíly variant v základním souboru se rovnají

$$\pi_{0,1}\pi_{0,2}, \dots, \pi_{0,k}.$$

- H_0 předpokládá určitý typ rozdělení. Tento typ může mít plně definované parametry rozdělení. V takovém případě mluvíme o úplně specifikovaném modelu, nebo rozdělení je dáno pouze typem v tomto případě mluvíme o neúplně specifikovaném modelu.
- je dostatečný rozsah výběrového souboru, to znamená, že tento rozsah zajistí dostatečné obsazení všech skupin, do nichž je soubor tříděn o počtu prvků větším jako 5

$$n\pi_{0,i} > 5 \text{ pro } i = 1, 2, \dots, k.$$

1.10.2 Kolmogorovův-Smirnovův test

Druhou z možností ověření shody mezi teoretickým a empirickým rozdělením je použití Kolmogorovův-Smirnovův test, který je vhodný pro menší výběry a je jedinou možností ověření nulové hypotézy pro malé výběry při zachování síly testu.

Náhodný uspořádaný výběr lze tedy porovnat se spojitou distribuční funkcí $F_n(x)$ pro niž platí

$$\begin{aligned} F_n(x) &= 0, x < x_{(1)}, \\ F_n(x) &= \frac{i}{n}, x_{(i)} < x < x_{(i+1)}, i = 1, 2, \dots, n-1, \\ F_n(x) &= 1, x \geq x_{(n)}. \end{aligned} \quad (1.58)$$

Funkce je nazývána empirickou (výběrovou) distribuční funkcí.

Pro kontrolu náhodného výběru můžeme po úpravách vyjádřit vzorec

$$D_i^* = \max \left\{ \left| F_0(x_i) - \frac{i-1}{n} \right|, \left| \frac{i}{n} - F_0(x_i) \right| \right\} \quad \text{pro } i = 1, 2, \dots, n. \quad (1.59)$$

Takto vypočtené hodnoty kritérií pro každý prvek i podrobíme zjištění nejvíce podezřelé hodnoty D_n^*

$$D_n = \max(D_1^*, D_2^*, D_3^*, D_4^*, \dots, D_n^*),$$

Ze zjištěného vyplývá hodnota testovacího kritéria. Z tabulek lze poté odečíst kritickou hodnotu a z jejich vzájemné pozice nezamítnout H_0 a tím nezamítnout možnost, že testovaná data pochází ze zvoleného rozdělení.

1.11 Regresní a korelační analýza

Vzájemnou souvislost dvou vyskytujících se jevů můžeme rozdělit do dvou základních skupin. A to s pevnou a volnou závislostí. Do skupiny pevných závislostí můžeme zařadit takové děje, mezi nimiž existuje jistota výskytu v případě, kdy se vyskytne jeden jev se s jistotou, pravděpodobností 1 vyskytne i druhý jev a naopak.

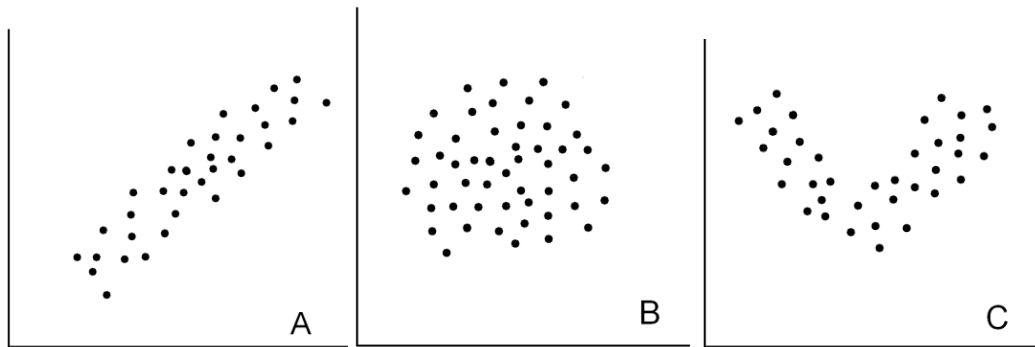
Závislostmi volnými pak nazýváme takové děje, kdy při výskytu jednoho jevu se zvýšila pravděpodobnost výskytu jevu druhého. K poznání těchto závislostí, které jsou častější v empirických situacích, slouží metody regresní a korelační analýzy.

Data regresní a korelační analýzy lze rozdělit do tří základních skupin

- data získaná při pozorování n statistických jednotek, které byly časově, prostorově a věcně vymezeny,
- data, která byla zaznamenávána v určitých časových intervalech po určité dobu pozorování,
- data, která byla získána určitým opakujícím se dějem za stejných podmínek.

Úkolem regresní a korelační analýzy je tedy nalezení souvislostí mezi jevy a případně nalézt idealizující matematickou funkci nazývanou jako regresní funkcí, která by tento jev popisovala.

Při sestavení regresní funkce pro daný jev je otázkou, jak moc tato funkce popisuje sledovaný jev, resp. jaká je síla (intenzita, těsnost) závislosti funkce a proměnných.[14]



Obr. 1.8: Mraky bodů regresní analýzy

Uvedené grafy v Obr. 1.8 lze vyhodnotit lineární závislostí (A a B), které budou mít různou sílu těsnosti shody mezi regresní funkcí a daty. Sílu testu tedy můžeme definovat jako rozptyl od regresní funkce. V případě C si lze povšimnout také významně silné závislosti, avšak s různou (nelineární) regresní funkcí.

Základními prvky kritérií při regresní a korelační analýze jsou regresní funkce (průběh závislosti) a jejich intenzity (síla).

1.12 Regresní analýza dvou proměnných

Závislost empirických hodnot x_i a y_i vhodně zvolená regresní funkce nám umožní, odhad závisle proměnné y na nezávisle proměnné x . Vhodná volba typu regresní funkce je nejdůležitějším bodem regresní analýzy, protože je nutné její volbou co nejlépe popsat zkoumanou závislost.[15]

Typ regresní funkce se volí na základě existující teorie pro danou problematiku, která by měla stanovit možné regresní funkce popisující danou závislost. Z teoretického zkoumání lze usuzovat i na základní vlastností zkoumané funkce (rostoucí, klesající, smysl zakřivení, definiční obor...). Není-li možno provést teoretický rozbor dat tak, aby bylo možné usuzovat na typ regresní funkce, je nutné provést empirické zkoumání, nejčastěji za použití grafické metody. Jako vhodný typ grafu pro tento způsob zkoumání se jeví bodový graf, který reprezentuje svým bodem dvojici pozorování x a y . Z takto získaného bodového grafu se pak snažíme nalézt vhodný typ funkce, který by popisoval průběh bodů.

Regresní funkci můžeme mít jako existující model popisující idealizovaný průběh nezávisle proměnné x a závisle proměnné y . Regresní funkci získanou z empiricky získaných dat potom lze považovat za její odhad, které bylo dosaženo na základě výběrových pozorování. V praxi lze tedy uvést vztah

$$y_i = \eta_i + \varepsilon_i. \quad (1.60)$$

Kde y_i je i -tá hodnota proměnné y , η_i je hodnota modelu i -té proměnné a ε_i je odchylka i -té hodnoty modelu a hodnoty proměnné. Odchylka měření je

způsobena vlivem dalších proměnných vlivů a teoretická modelová funkce není přesným obrazem regresní funkce empiricky získaných dat, které jsou zatíženy náhodnou chybou. V případě odchylky rovné 0 je zkoumaná závislost pevná a model je nazýván jako deterministický. Množství náhodných vlivů je teoreticky neomezeno a proto je tento deterministický model velmi ojedinelý.

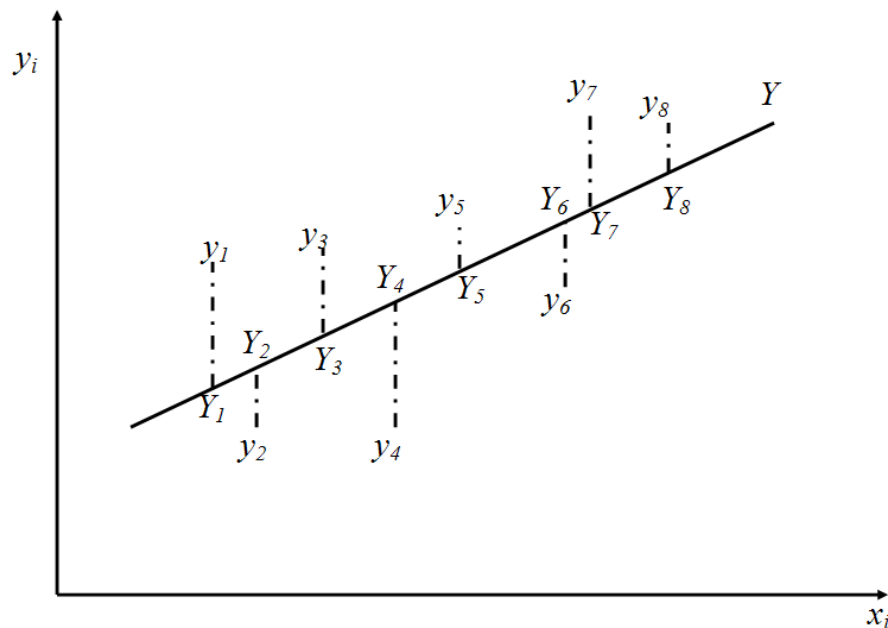
Model regresní funkce může být popsán řadou parametrů. Jejich chování označíme $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \beta_3, \dots, \beta_P$. Výsledný tvar tedy může mít podobu

$$\eta_i = f(x_i; \beta_0, \beta_1, \dots, \beta_P). \quad (1.61)$$

Empiricky odhadnutá regresní funkce bude potom mít parametry b_0, b_1, \dots, b_P respektive

$$Y_i = f(x_i; b_0, b_1, \dots, b_P). \quad (1.62)$$

Při výpočtu hodnot z regresní funkce nastane „posunutí“ empirické hodnoty y_i na regresní funkci Y_i .

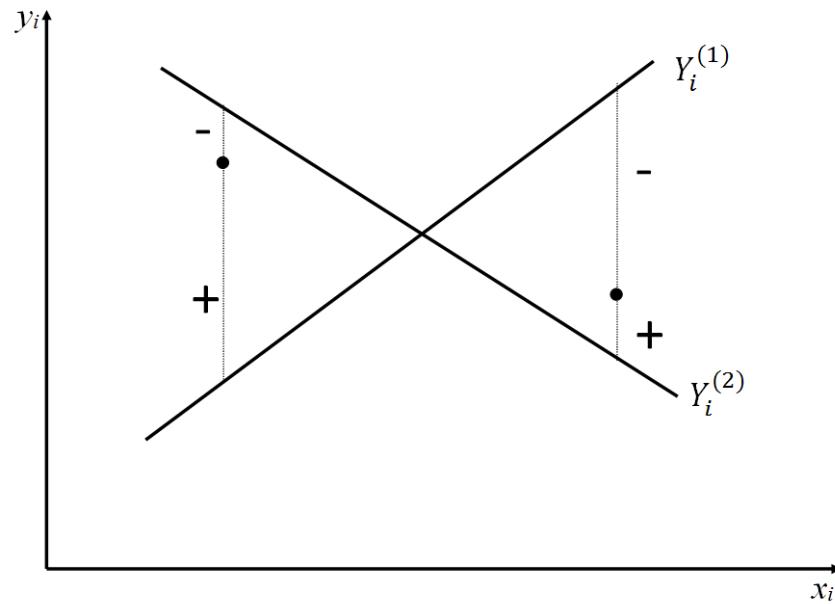


Obr. 1.9: Lineární regresní funkce

Jednou ze základních podmínek je, aby regresní funkce nenabyla systematické chyby (posunutí). Tuto chybu lze ověřit podmínkou o odchylce ε_n , jejichž součet kladných a záporných hodnot je roven 0

$$\sum_{i=1}^n (y_i - Y_i) = \sum_{i=1}^n e_i = 0. \quad (1.63)$$

Kde je e_i reziduum. Tato podmínka eliminuje chybu systematickou, ale výsledné řešení není jednoznačné, jak ukazuje Obr. 1.10.



Obr. 1.10: Systematická chyba regresní funkce

Druhou podmínkou, která vede k jednoznačnému určení regresní funkce je aplikování metody nejmenších čtverců vyjádřena vztahem

$$Q = \sum_{i=1}^n e_i^2 = \sum_{i=1}^n (y_i - \eta_i)^2 \dots \min. \quad (1.64)$$

Požadavkem je tedy získat minimální hodnotu sumy všech reziduí.

Při řešení typu regresní funkce přicházejí v lineární regresi

- přímková

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x, \quad (1.65)$$

- parabolická

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x + \beta_2 x^2, \quad (1.66)$$

- polynomická p-tého stupně

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x + \beta_2 x^2 + \dots + \beta_p x^p, \quad (1.67)$$

- hyperbolická

$$\eta = \beta_0 + \frac{\beta_1}{x}, \quad (1.68)$$

- hyperbolická p-tého stupně

$$\eta = \beta_0 + \frac{\beta_1}{x} + \frac{\beta_2}{x^2} + \dots + \frac{\beta_p}{x^p}, \quad (1.69)$$

- logaritmická

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 \log x. \quad (1.70)$$

Vedle lineárních funkcí se lze setkat i s exponenciálními funkcemi, jejichž obecný tvar lze zapsat

$$\eta = \beta_0 \beta_1^{f_1(x)} \beta_2^{f_2(x)} \dots \beta_p^{f_p(x)}. \quad (1.71)$$

1.13 Přímková regrese

Přímková regrese patří mezi jedny z nejpoužívanějších regresních funkcí. Její obecný tvar je

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x. \quad (1.72)$$

U tohoto obecného tvaru je nutné provést odhad parametrů β_0 a β_1 , které získáme pomocí metody nejmenších čtverců. Kombinací těchto dvou podmínek lze pak sestavit rovnici

$$Q = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \sum_{i=1}^n (y_i - \beta_0 - \beta_1 x_i)^2. \quad (1.73)$$

Určení minimální hodnoty součtu čtverců Q je provedeno pomocí parciální derivace rovnice podle parametrů β_0 a β_1 a ty položeny rovno nule.

$$2 \sum_{i=1}^n (y_i - b_0 - b_1 x_i)(-1) = 0, \quad (1.74)$$

$$2 \sum_{i=1}^n (y_i - b_0 - b_1 x_i)(-x_i) = 0. \quad (1.75)$$

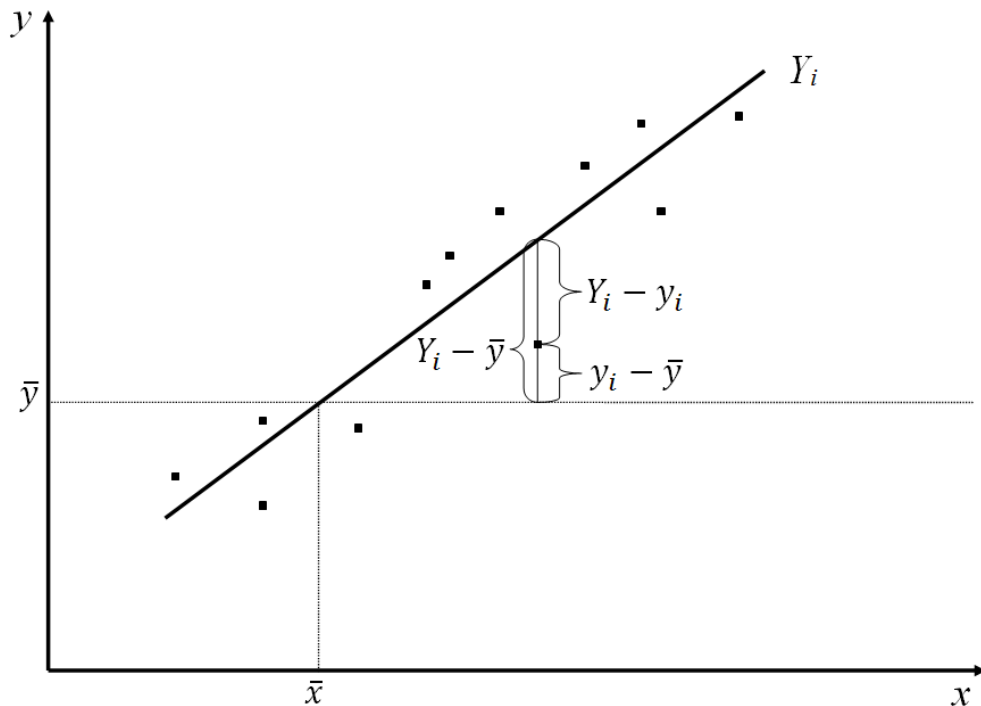
Pro praktický výpočet parametrů rovnice přímky se tyto rovnice přímky nepoužívají a jsou nahrazeny jednodušším tvarem

$$b_0 = \bar{y} - b_1 \bar{x}. \quad (1.76)$$

1.14 Síla regresní funkce a intenzita závislosti

Jednou z hodnotících podmínek těsnosti shody je míra soustředěnosti empiricky získaných hodnot kolem odhadnuté regresní funkce. Jedním z těchto ukazatelů může být Index korelace.

Polohu empiricky získaných dat vzhledem k vypočtené regresní funkci můžeme vidět na Obr. 1.11, kde je zakreslena chyba výpočtu, která je dána svislým posunutím bodu od regresní funkce.



Obr. 1.11: Síla regresní funkce

Zde může být vyjádřena těsnost shody třemi různými rozptyly s různou vypovídající schopností znázorněnou v Obr. 1.11.

- Rozptyl empirických hodnot y

$$s_y^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2, \quad (1.77)$$

- rozptyl vyrovnaných hodnot Y_i

$$s_Y^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{y})^2, \quad (1.78)$$

- rozptyl skutečných hodnot od regresní funkce – reziduální rozptyl

$$s_{(y-Y)}^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - Y_i)^2. \quad (1.79)$$

V případě existence funkční závislosti mezi závisle proměnou y a nezávisle proměnou x by empiricky získané hodnoty leželi na regresní čáře a rozptyl empirických hodnot by se rovnal rozptylu teoretických hodnot s reziduálním rozptylem nulovým.

Při neexistující funkční závislosti by všechny vyrovnané hodnoty byly stejné s nulovým rozptylem. Rozptyl empiricky získaných hodnot by byl roven rozptylu reziduálnímu.

Ze stanovené definice lze odvodit podíl rozptylu vyrovnaných hodnot a rozptylu skutečně zjištěných hodnot

$$I_{yx}^2 = \frac{S_Y^2}{S_y^2}. \quad (1.80)$$

Tento vztah je nazýván jako index determinace a může nabývat hodnot od nuly do jedné. V případech silné funkční závislosti se hodnota I_{yx}^2 blíží hodnotě jedna, pokud se index determinace blíží hodnotě 0, je míra závislosti regresní funkce méně výstižná. Převedením tohoto indexu na procenta (vynásobením 100) pak získáme hodnotu překrytí zvolené regresní funkce a empiricky získaných hodnot.

Nízká hodnota překrytí vyjadřuje pouze nízkou hodnotu shody navržené regresní funkce a empirických dat, nikoliv nízký stupeň závislosti mezi proměnnými, na které mohl být použit nevhodný typ regresní funkce. Matematickou úpravou indexu determinace lze vyjádřit praktičtější tvar, označován jako Index korelace

$$I_{yx} = \sqrt{\frac{S_Y^2}{S_y^2}}. \quad (1.81)$$

U přímkové regresní funkce je možné provést zjednodušení indexu korelace v podobě koeficientu korelace, který lze vyjádřit pomocí rovnice

$$r_{yx} = r_{xy} = \frac{S_{xy}}{\sqrt{S_x^2 S_y^2}}. \quad (1.82)$$

Koeficient korelace r_{yx} resp. R_{xy} může nabývat hodnot od -1 do +1, kde hodnoty blíží se k nule vyjadřují nízkou úroveň korelace, hodnoty blíží se k +1 přímou funkční závislost a hodnoty blíží se k -1 nepřímou funkční závislost.

Na případy, u kterých se obtížně určuje tvar regresní křivky je možné uplatnit *korelační poměr* P_{yx} a je dán vzorcem

$$P_{yx} = \sqrt{\frac{S_{\bar{x}}^2}{S_y^2}}. \quad (1.83)$$

1.15 Intervaly spolehlivosti a testy hypotéz v regresi a korelaci

V předešlých kapitolách bylo uvažováno o hodnotách β_0 a β_1 jako o parametrech přímky základního souboru, které byly nahrazeny parametry b_0 , b_1 a ty byly považovány za jejich nezkreslené odhady tj., že výběrová regresní přímka je nezkresleným odhadem regresní přímky základního souboru. Pro výběr $n > 30$ můžeme vyjádřit směrodatné chyby odhadů regresních parametrů

$$s_{b_0} = s \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{\bar{x}^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}} \quad (1.84)$$

$$s_{b_1} = s \sqrt{\frac{1}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}} \quad (1.85)$$

Kde s je reziduální směrodatná odchylka.

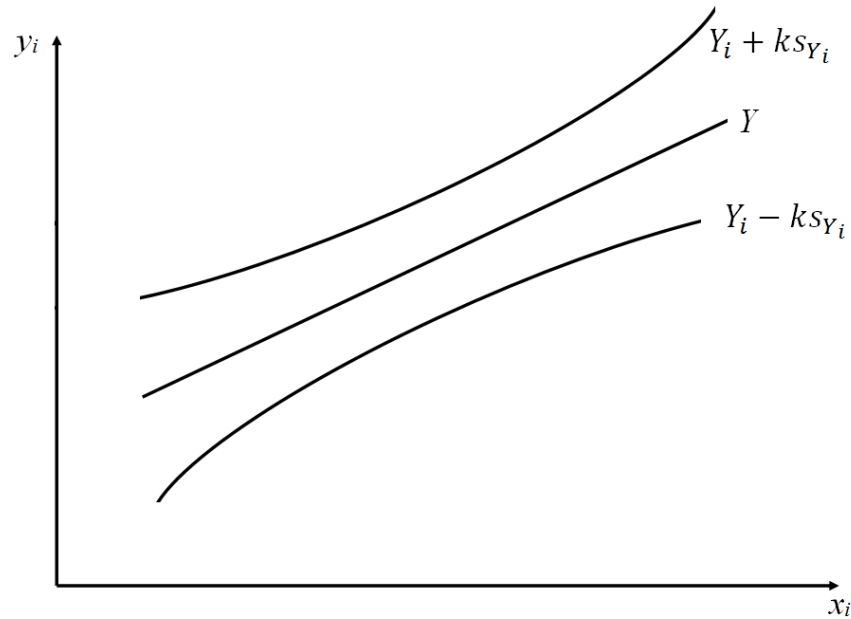
Stanovením kvantilu Studentova rozdělení $100(1-\alpha/2)\%$ v parametru $t_{1-\alpha/2}$ pro rozsah výběru $n > 30$ lze zkonstruovat intervaly spolehlivosti

$$b_0 - t_{1-\alpha/2} s_{b_0} < \beta_0 < b_0 + t_{1-\alpha/2} s_{b_0}, \quad (1.86)$$

$$b_1 - t_{1-\alpha/2} s_{b_1} < \beta_1 < b_1 + t_{1-\alpha/2} s_{b_1}, \quad (1.87)$$

$$Y_i - t_{1-\alpha/2} s_{Y_i} < \eta_i < Y_i + t_{1-\alpha/2} s_{Y_i}. \quad (1.88)$$

Parametr t je možné nahradit kvantily normovaného normálního rozdělení. Při analýze posledního z uvedených vzorců je možné dosáhnout závěru, že interval spolehlivosti nebude pro všechny x_i stejný a bude ovlivněn vzdáleností od aritmetického průměru výběrového souboru. Pro $x_i = \bar{x}$ bude interval spolehlivosti nejužší a s rostoucí vzdáleností na obě strany se bude symetricky rozšiřovat. Výpočtem dolní a horní meze intervalu spolehlivosti získáme pás spolehlivosti, který je tvořen dvěma větvemi hyperboly.



Obr. 1.12: Meze intervalu spolehlivosti

Určování intervalu koeficientu korelace ρ_{yx} základního souboru pomocí výběrového koeficientu r_{yx} . Pokud se koeficient korelace základního souboru příliš neliší od nuly a rozsah výběru je velký $n > 100$ je rozdělení výběrových korelačních koeficientů přibližně normální a lze jej tedy vyjádřit

$$r_{yx} - u_{1-\alpha/2} \frac{1-r_{yx}^2}{\sqrt{n}} < \rho_{yx} < r_{yx} + u_{1-\alpha/2} \frac{1-r_{yx}^2}{\sqrt{n}}. \quad (1.89)$$

Kde $u_{1-\alpha/2}$ je kvantil normovaného normálního rozdělení. Pro případy kde roste korelační koeficient základního souboru nad hodnotu 0,5, nelze použít výběrový korelační koeficient z důvodu rostoucího zešikmení ρ_{yx} . Pokud je zešikmení již neúnosné použijeme Fisherovy transformace a transformujeme koeficient korelace r_{yx} na parametr

$$z_r = \frac{1}{2} \ln \frac{(1+r_{yx})}{(1-r_{yx})}. \quad (1.90)$$

Interval spolehlivosti bude pro transformovaný parametr r_{yx} vypadat následovně

$$z_r - u_{1-\alpha/2} \frac{1}{\sqrt{n-3}} < Z_r < z_r + u_{1-\alpha/2} \frac{1}{\sqrt{n-3}} \quad (1.91)$$

Interval spolehlivosti pro koeficient korelace základního souboru ρ_{yx} pro malý výběr dostaneme zpětnou transformací z_r na r_{yx} .

1.16 Časové řady

Časovou řadou rozumíme data, která jsou uspořádána v čase od minulosti do přítomnosti. Analýza dat se provádí souborem metod sloužící k popisu

těchto časových řad popřípadě jejich prognózou chování v budoucnu. Časovou řadou se tedy mohou stát všechna uspořádaná data zaznamenávaná v čase.

1.16.1 Charakteristiky časové řady

Intervalový ukazatel se získá matematickým zpracováním dat z určitého, konstantního, sledovaného intervalu, jehož data jsou poté hodnocena. Podmínka konstantního intervalu je základním požadavkem pro sběr nezkreslených dat. Interval pozorování je proto nutné volit tak, aby vždy obsahoval stejné charakteristiky, které by mohli ovlivnit výslednou statistiku. Tato poslední vyslovená podmínka o stejném intervalu je v praxi obtížně zajistitelná. Zde je možné aplikovat tzv. očištění, které je vyjádřeno jako podíl průměrné délky sledovaného intervalu, ku počtu časových okamžiků ve sledovaném intervalu vynásobeným neočištěnou hodnotou parametru.

$$y_t^{(0)} = y_t \frac{\bar{k}_t}{k_t}. \quad (1.92)$$

Okamžité časové ukazatele se vztahují k jistému okamžiku, který je pro analýzu dané časové řady klíčový. Používá se především tam, kde použití intervalových časových řad pozbývá smysl. Jedná se především o součty za sebou jdoucích časových okamžiků např. při analýze skladových zásob výrobního podniku. K těmto výpočtům se používá speciálního průměru. Ten je nazýván jako chronologický průměr a je vypočten jako průměrná hodnota všech aritmetických průměrů dvou sousedních časových okamžiků během pozorování

$$\bar{y} = \frac{\frac{y_1 + y_2}{2} + \frac{y_2 + y_3}{2} + \dots + \frac{y_{k-1} + y_k}{2}}{k - 1}. \quad (1.93)$$

Tento prostý chronologický průměr určený pro stejné časové řady je upraven pro výpočet váženého chronologického průměru, který je doplněn o parametr d reprezentující délku jednotlivých intervalů.

$$\bar{y} = \frac{\frac{y_1 + y_2}{2} d_1 + \frac{y_2 + y_3}{2} d_2 + \dots + \frac{y_{k-1} + y_k}{2} d_{k-1}}{d_1 + d_2 + \dots + d_{k-1}}. \quad (1.94)$$

1.16.2 Časový rozdíl řady

Jako časový interval sloužící k posouzení zda časová řada patří mezi krátkodobé nebo dlouhodobé je časový rozdíl mezi rozhodnými okamžiky. U okamžikové časové řady a délka intervalu u intervalové časové řady. Tato doba slouží k určení tzv. periody. Periody kratší než jeden rok jsou označovány za krátkodobé a delší za dlouhodobé.

1.16.3 Ukazatelé časové řady

Jako primární ukazatelé jsou označovány údaje v reálných jednotkách, které nejsou nijak přepočítávány (počet zaměstnanců, pracovní doba). Z těchto ukazatelů lze pak matematicky (zpravidla funkcí rozdílu nebo podílu) vyjádřit sekundárního ukazatele. Sekundární ukazatel má často charakter relativního ukazatele vyjádřeného bezrozměrně.

1.16.4 Shodnost časových řad

Srovnatelnost časových řad je nutné posuzovat před porovnáním dat, jelikož data získaná za stejných podmínek mohou být vlivem času ovlivněna a jejich charakter je tedy časově závislý.

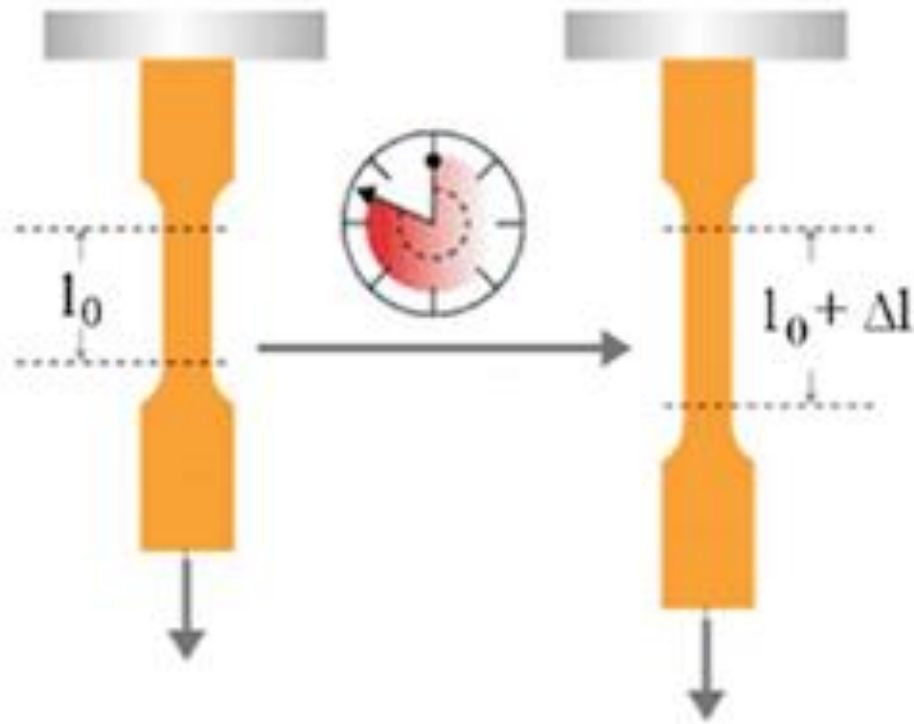
- Věcnou srovnatelností rozumíme požadavek na stejné vymezení ukazatele v čase a jeho rezistenci k působení okolí na něj (např. vlivem technického vývoje, ceny, dostupnosti).
- Prostou srovnatelností je kladen požadavek na geografické odlišnosti nebo změnu prostoru získávání dat.
- Časová srovnatelnost údajů je pojem, který úzce souvisí s pohledem na zvolené okrajové podmínky, kterým se bude přisuzovat vyhodnocovaná jednotka během celé časové řady nebo se vyhodnocovaná veličina nebude přepočítávat a její trend pak může být ovlivněn jejím časovým vývojem.

1.17 Kríповé zkoušky

Kríповé zkoušky patří do kategorie zkoušek dlouhodobých. Z počátku byly takto zkoušeny kovové materiály. V poslední době se tímto způsobem zkouší i polymerní materiály, které jsou náchylnější k tečení pod napětím, i při pokojových teplotách. Kríповé zkoušky jsou definovány v normě ČSN EN ISO 899-1:2003, kde je uvedena definice krípu jako: „*Vzrůst poměrného prodloužení v tahu s časem působící síly.*“ Můžeme je rozdělit do dvou základních skupin:

- za konstantního zatížení,
- za konstantního napětí.

Zkoušky za konstantního napětí jsou méně časté především z důvodu jejich náročnosti na zajištění konstantního napětí v průběhu měření.

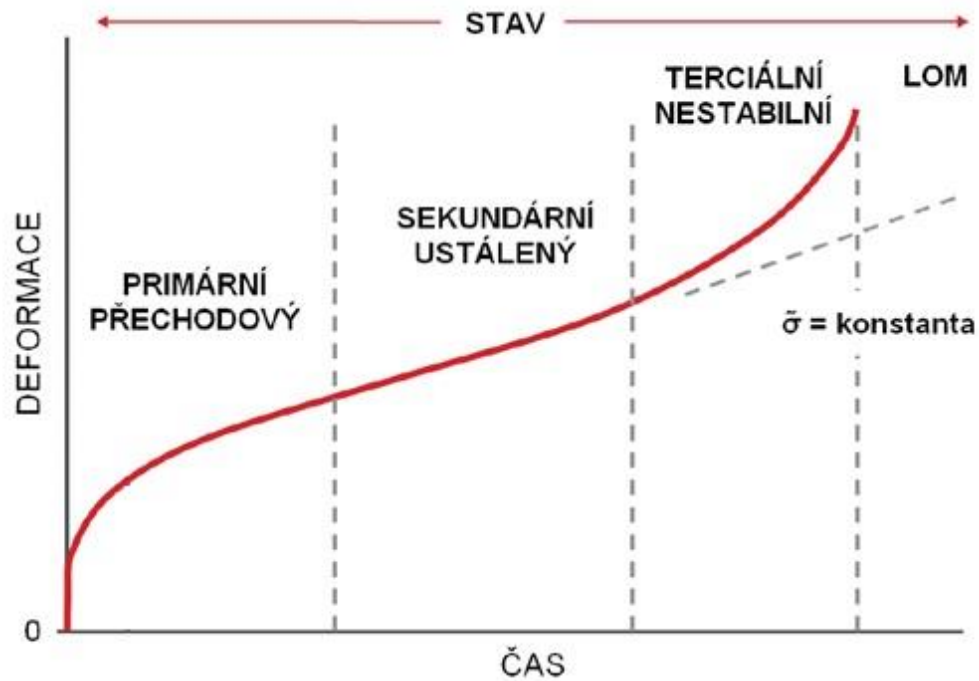


Obr. 1.13: Princip zkoušky křípem[16]

Častější metodou je zkouška za konstantního zatížení, kdy se v čase t_0 zatíží zkušební tělísko jistou silou F , která se během zkoušky nemění.

Zkušební tělísko se musí před vlastní zkouškou kondicionovat v prostředí, ve kterém bude prováděna zkouška křípem. Před zatížením je nutné proměřit průřez zkušebního tělíska v místě zúžení a po předběžném zatížení, které nepůsobí žádnou deformaci měření počáteční délky l_0 .

Zatížení se volí do meze úměrnosti nebo v oblasti předpokládaného použití. Frekvence snímání je volena s ohledem na charakter materiálu a délku zkoušky. Vhodné je využít proměnné četnosti snímání se zvýšenou frekvencí v oblasti primární oblasti.



Obr. 1.14: Popis kríповé křivky[16]

Výsledek kríповé zkoušky můžeme vidět na Obr. 1.14. Takto sestrojená křivka závislosti velikosti protažení na čase lze rozdělit do tří základních úseků:

- Primární (přechodová) část je typická rychlým a náhlým nárůstem protažení, tvoření elastickou a plastickou deformací. Velikost protažení této části bývá významné.
- Sekundární (ustálený) tok můžeme vidět ve střední části kríповé křivky. Je typickým konstantním přírůstkem protažení v čase. Velikost toho přírůstku je závislá na zatížení, prostředí a teplotě vzorku.
- Terciální (nestabilní) nastává v místě opětovného navýšení rychlosti deformace. V této oblasti je již chování s následnou destrukcí zkušebního vzorku. [17]

Tvar a poloha kríповé křivky je dána napětím, teplotou, materiálovými vlastnostmi polymeru, stupněm plnění a přísadami. [18],[19]

1.18 Reologické modely kríповého chování polymerů

Polymerní materiály představují kombinaci dvou mezních případů tečení, jež je nazýváno viskoelastickým tečením a skládá se z čistého elastického a viskózního projevu.[20]

1.18.1 Ideální viskózní model

Působením konstantní síly na čistě viskózní látce bude vznikat lineárně rostoucí deformace. Smykové napětí je přímo úměrné rychlosti smykové deformace:[21]

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (1.95)$$

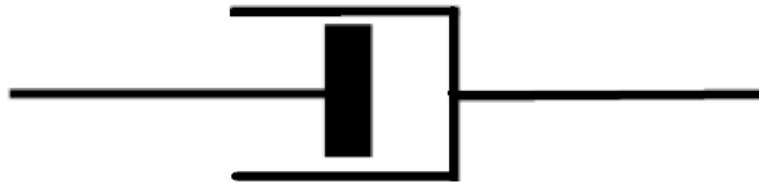
kde:

τ - smykové napětí

η - smyková viskozita

$\dot{\gamma}$ - rychlost smykové deformace.

Viskózní model si můžeme představit jako tlumič (píst ve válci), který je naplněn kapalinou o jisté viskozitě η a působením síly dochází k nevratné deformaci tlumiče s časovým zpožděním. Na píst působí síla, která jej pohybuje a ten svým pohybem přetlačí kapalinu vřemí v uložení. Odpor kapaliny je závislý na rychlosti pohybu pístu. S rostoucí rychlostí pístu roste i odpor kapaliny k tečení a nastává její zahřátí.[22]



Obr. 1.15: Ideálně viskózní model

1.18.2 Ideálně elastický model

Podle Hookova zákona jsou malé deformace lineární a přímo úměrné napětí, které působí na daný materiál. Lineární vratná deformace bývá popisována jako zatěžování pružiny o jisté tuhosti.[16]



Obr. 1.16: Ideálně elastický model

Smykové napětí v takto zatížené pružině lze vypočítat podle vztahu

$$\tau = G \gamma \quad (1.96)$$

kde:

τ – smykové napětí

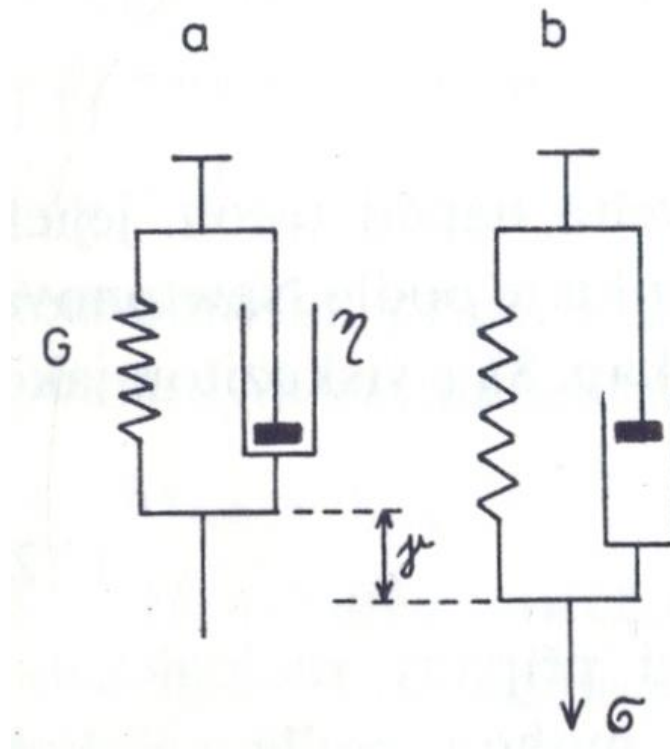
G – smykový modul pružnosti

γ – smyková deformace.

1.18.3 Kelvinův model

Kelvinův model je paralelní kombinací ideálního elastického a ideálního viskózního modelu. Deformace elastického modelu je brzděna pístem, který

způsobuje tuto deformaci časově závislou. Elastická část modelu způsobuje vratnou deformaci, které opět brání píst. [7]



Obr. 1.17: Kelvinův model [20]

Ze schématického znázornění je patrná rovnost deformací obou částí při zachování působícího napětí.[23]

$$\gamma_{pruž} = \gamma_{píst} = \gamma \quad (1.97)$$

$$\sigma_{pruž} + \sigma_{píst} = \sigma \quad (1.98)$$

kde:

$\gamma_{pruž}$ – deformace elastická

$\gamma_{píst}$ – deformace plastická

γ – celková deformace

$\sigma_{pruž}$ – napětí v pružině

$\sigma_{píst}$ – napětí v pístu

σ – celkové napětí.

Jestliže zatížíme skokově materiál v čase $t = 0$, nastane jeho deformace, která je závislá na čase. Za této situace můžeme tyto stavy vyjádřit pomocí těchto podmínek:

$$t < 0 \quad \sigma = 0 \quad (1.99)$$

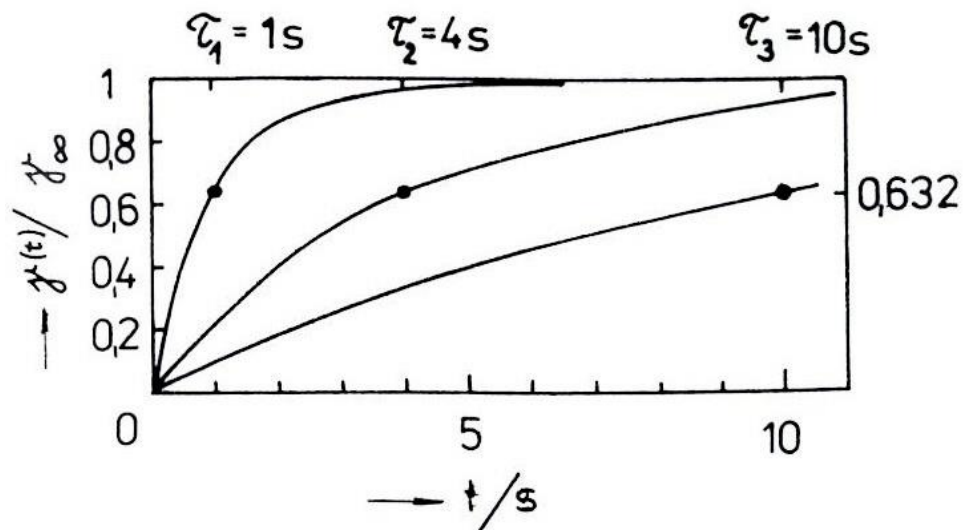
$$t \geq 0 \quad \sigma = \sigma_0 = \text{konst.} \quad (1.100)$$

Zavedením proměnné $\tau = \eta/G$, dosazením počátečních podmínek a úpravami dostaneme výslednou rovnici ve tvaru:

$$\gamma(t) = \gamma_\infty(1 - e^{-t/\tau}) \quad (1.101)$$

$$\gamma_\infty = \sigma_0/G \quad (1.102)$$

Závislost velikosti retardační doby na protažení lze vidět na Obr. 1.18. Jestliže bude napětí působit časem t daleko větším než je retardační čas τ pro daný materiál nastane protažení $\gamma(t) = \gamma_\infty$, které je dáno pružinou. Jejím smykovým modulem pružnosti G s počátečním napětím σ_0 a tím je potlačena viskózní část modelu.

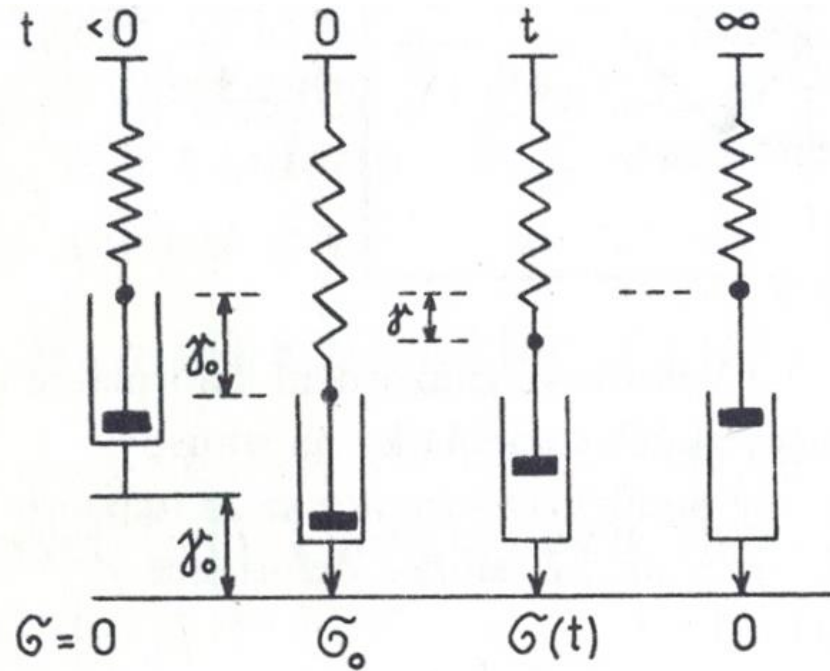


Obr. 1.18: Vliv retardační doby[20]

Podíl viskozity ke smykovému modulu pružnosti je retardační doba, ze které lze odečíst dobu potřebnou pro získání 63,2% deformace z rovnovážného stavu $\gamma(\tau) = 0,632\gamma_\infty$. Při dosažení čtyřnásobku retardační doby je deformace téměř ustálená a představuje 98,2% rovnovážné deformace.

1.18.4 Maxwellův model

Maxwellův model je sériovou kombinací ideálního elastického a ideálního viskózního modelu. Napětí elastického a plastického modelu je ovlivněno pohybem pístu, jenž způsobuje toto napětí časově závislé. Ze schématického znázornění je patrná rovnost napětí obou částí při zachování počáteční celkové deformace.[24]



Obr. 1.19: Schéma Maxwellova modelu[20]

Pro Maxwellův model platí:

$$\sigma_{\text{pruž}} = \sigma_{\text{píst}} = \sigma \quad (1.103)$$

$$\gamma_{\text{pruž}} + \gamma_{\text{píst}} = \gamma \quad (1.104)$$

Při dosazení do rovnic ideálního elastického a viskózního modelu dostaneme rovnici Maxwellova modelu

$$\frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\tau} = \frac{d\gamma}{dt} G \quad (1.105)$$

V čase $t = 0$ je na model aplikováno počáteční protažení γ_0 . To způsobí počáteční napětí σ_0 stejné pro píst i pružinu a je dáno hookeovskou odezvou pružiny $\sigma_0 = G\gamma_0$. Relaxace napětí u tohoto modelu je závislá na čase $t > 0$, během kterého dochází vlivem počátečního napětí k pohybu pístu, zmenšení deformace pružiny, a tím i poklesu napětí – relaxaci – v soustavě.

$$\frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\tau} = \frac{d\gamma}{dt} G \quad (1.106)$$

$$\frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\tau} = \frac{d\gamma}{dt} G \quad (1.107)$$

$$t < 0 \quad \gamma = 0$$

$$t = 0 \quad \gamma = \gamma_0 \quad \sigma(0) = \sigma_0 = G\gamma_0 \quad (1.108)$$

$$t = 0 \quad \gamma = \gamma_0 \quad \sigma(0) = \sigma_0 = G\gamma_0$$

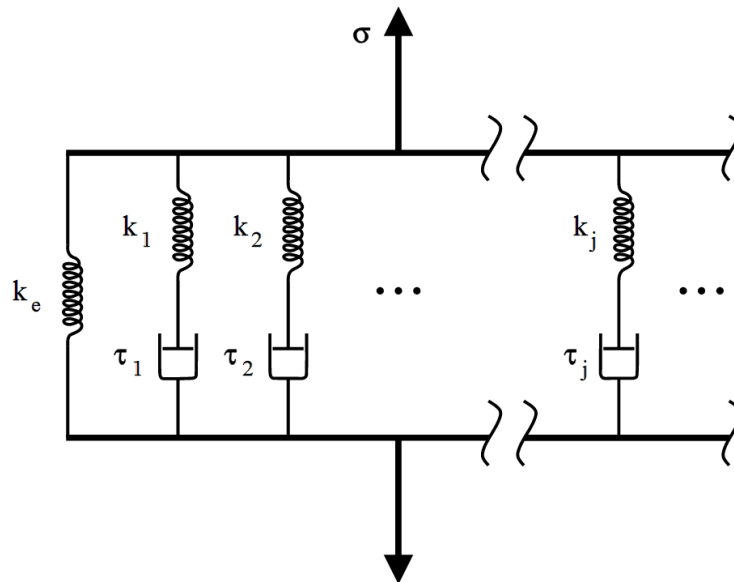
Po vyjádření z rovnice

$$\frac{d\sigma}{dt} + \frac{\sigma}{\tau} = \frac{d\gamma}{dt} G \quad (1.109)$$

a integrací dostaneme

$$\sigma(t) = \sigma_0 e^{-t/\tau} \quad (1.110)$$

Vzájemným propojením jednoduchého Maxwellova modelu dosáhneme zobecnění. Po dosazení patřičných parametrů dokážeme lépe popsat chování reálného materiálu.



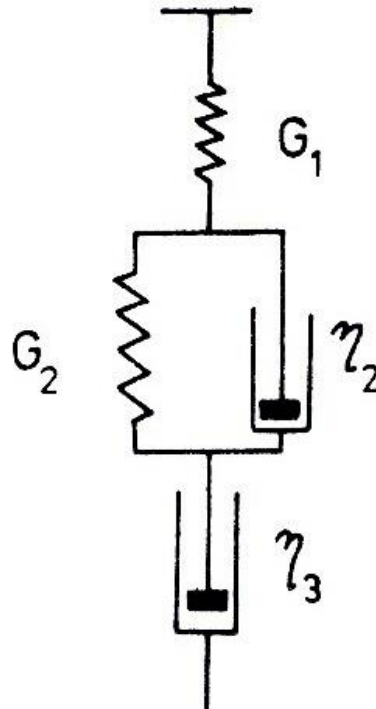
Obr. 1.20: Zobecněný Maxwellův model

1.18.5 Tuckettův model

Maxwellův model a Kelvinův model jsou pouze základní kombinací ideálního viskózního a ideálního elastického modelu. Popisují chování reálného materiálu s nedostatečnou přesností. Tuckettův model kombinuje tyto modely, a tím zavádí další proměnné mající vliv na celkové chování. Pružina s modulem G_1 a píst s viskozitou η_3 je sériově spojen s Kelvinovým modelem, jež má modul pružiny G_2 a viskozitu pístu η_2 . Při vhodném dosazení za tyto čtyři proměnné získáme kvalitní předpověď pro amorfní polymer a jeho viskoelastické chování.

Průběh deformace tohoto modelu je dán okamžitou reakcí pružného deformačního členu G_1 . Opožděnou reakci představuje člen G_2 , který je bržděn vis-

kozitou členem η_2 . Člen η_3 představuje lineárně závislou složku deformace na čase.



Obr. 1.21: Tuckettův model

Moduly obou pružin jsou závislé na teplotě. Při rostoucí teplotě bude G_1 mírně klesat, ale řádově by měl odpovídat hodnotám sklovitým látkám $G_1 = 10^3$ MPa. Modul $G_2 = 10^0$ MPa by měl s absolutní teplotou úměrně stoupat.

$$\gamma(t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{G_1} + \frac{1}{G_2} (1 - e^{-t/\tau}) + \frac{1}{\eta_3} t \right] \quad (1.111)$$

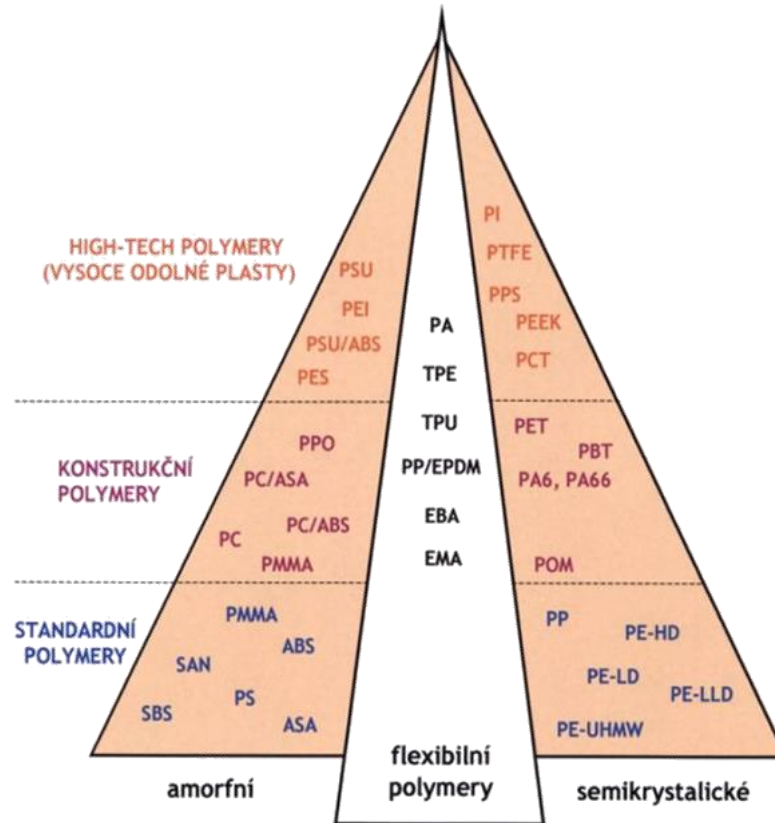
Viskozita η_3 je pro tento model makroskopická a s počtem segmentů v řetězci roste oproti viskozitě η_2 , která brzdí pohyb segmentů. Poměr η_3 / η_2 roste s molární hmotností polymerů, kdy u zesíťovaného polymeru bude $\eta_3 \rightarrow \infty$. Závislost η_2 a η_3 bude s rostoucím množstvím změkčovadel klesat.

1.19 Radiačně síťované polymery

Polymerní materiály dosáhli za několik posledních let velkého rozkvětu a uplatnění v různých oblastech použití. S rostoucím množstvím aplikací se začaly vyvíjet různé druhy materiálů s různými vlastnostmi, které si našly své uplatnění v jednotlivých oborech. Tyto materiály můžeme rozdělit na skupiny skupiny:

- Základní, které jsou snadno dostupné, levné, ale nevynikají žádnými zvláštními vlastnostmi. Do této kategorie můžeme zařadit např. PP, PE, PVC.[25], [26]

- Další oblastí rozdělení jsou tzv. konstrukční materiály. Pro které jsou typické lepší fyzikální a mechanické vlastnosti, ale jejich cena je vyšší. Zde můžeme uvést např. PBT, PA6, PA6.6.[22]
- Poslední kategorií polymerních materiálů jsou tzv. high-tech materiály, které vynikají výtečnými vlastnostmi. Jejich pořizovací cena je však značně vysoká a proto je aplikace těchto materiálů velmi omezena. Mezi high-tech materiály tak můžeme zařadit např. PI, PPS.



Obr. 1.22: Dělení polymerních materiálů[27]

Vlastnosti, podle nichž se materiály dělí do jednotlivých skupin jsou dány chemickým složením a vnitřním uspořádáním. Toto vnitřní uspořádání je možné modifikovat chemicky, fyzikálně nebo mechanicko-chemicky kam patří i radiační síťování.[28]

Radiačním síťováním rozumíme vznik trojrozměrné sítě, mezi jednotlivými makromolekulami při vzniku chemických vazeb. Vazba vzniklá mezi dvěma sousedními řetězci je vazbou dvojfunkční. Dvojfunkční příčná chemická vazba patří mezi nejčastější vazby. U reakcí, které obsahují síťovací činidla vzniká několik příčných vazeb tzv. polyfunkčních vazeb. Tyto vazby pak ovlivňují především mechanické, chemické a termomechanické vlastnosti.

1.19.1 Vznik sítě

Vznikem a přeměnou jednotlivých řetězců na prostorovou síť může dojít těmito způsoby:[25], [29]

- Chemicky - pomocí peroxidů,
- Chemicky - pomocí silanů,
- radiačním síťováním,
- fyzikálním procesem.

Těmito způsoby postupně vzniká vazba mezi dvěma funkčními jednotkami, která může dále pokračovat a tím vzniknout prostorová síť v podobě gelu.

Radiační síťování je tedy jednou z metod, jak inicializovat tvorbu prostorové sítě. Síťovací reakci můžeme ovlivnit přidáním různých síťovacích prostředků, které se pak podílejí na tvorbě příčných vazeb. Mezi síťovací prostředky patří:

- **Síťovací činidla** – jsou to základní síťovací prostředky. Jejich přidáním do polymerního materiálu (řádově hmotností procenta) je usnadněna tvorba příčných vazeb. Jako síťovací činidlo je používán organický peroxid, záření γ nebo urychlený elektronový svazek.
- **Aktivátory síťování** – tyto přísady snižují aktivační energii polymerů a tím urychlují nástup tvorby sítě i při nižších energiích. Tímto postupem dojde k tvorbě hustší sítě.

1.19.2 Modifikace polymerů ionizačním zářením

Ionizační záření (radiace) ovlivňuje elektricky neutrální atom a způsobuje jeho rozklad na záporné a kladné ionty. Podle způsobu ionizace lze tento děj rozdělit na:[26], [30]

- **Ionizaci přímou** – kdy nabitě částice (např. elektronů, protonů, α a β ...) vyvolávají ionizaci. Podmínkou ionizace je dostatečná kinetická energie částic k porušení elektricky neutrálních atomů.
- **Ionizaci nepřímou** – způsobují elektricky nenabitě částice např. fotonů, neutronů, které způsobují ionizaci sekundárně nabitých částic vzájemnou iterací.

Jako iniciátor ionizace je zdroj, který svou činností může vytvářet elektromagnetické vlny. Tyto vlny prostupují prostorem s klesající energií udělenou zdrojem. [31]

Alfa a beta záření je emitováno ve zdroji zářiče, kde je pohybujícím se částicím udělena kinetická energie, díky které se šíří prostorem. Tyto částice mohou nést elektrický náboj, kterým způsobují ionizaci.[32]

Kinetická energie elektronu uvolněného ze zdroje je vyjádřena energií jednoho elektronu uvolněného ve vakuu při napětí jednoho voltu. Tuto energii lze přepočítat na jednotku práce.

$$1eV = 1,602 \cdot 10^{-19}J \quad (1.112)$$

Absorbováním ionizujícího záření o velikosti jednoho joulu který působí na jeden kilogram látky je pohlcena dávka o velikosti jeden Gray (Gy).

$$1Gy = 1J \cdot kg^{-1} \quad (1.113)$$

Přírůstkem dávky za jednotku času je dávková intenzita s jednotkou $Gy \cdot s^{-1}$.

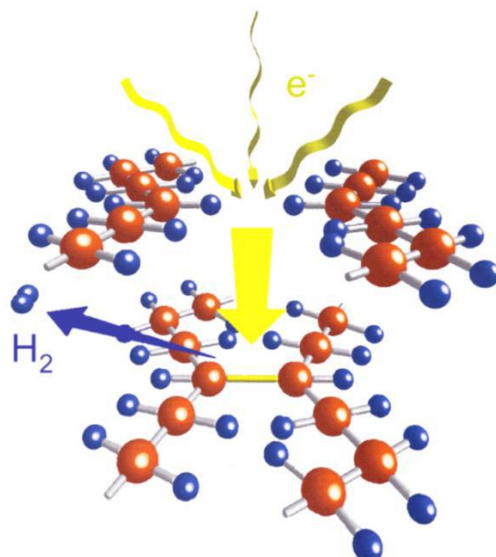
1.19.3 Radiační síťování polymerů

Radiační síťování je významné především z důvodu tvorby prostorové sítě a vznikem vazeb mezi řetězci polymeru a vhodnost použití je dána polymerem a jeho strukturou. Tuto vhodnost použití polymeru k radiačnímu síťování lze ovlivnit přidáním síťovacího činidla, které umožňuje snadnější tvorbu sítě. Tato síť propůjčuje materiálu vlastnosti High-tech polymerů a její použití je výhodné především z důvodů:[26]

- Zlepšení mechanických, tepelných a chemických vlastností u standardních a konstrukčních materiálů, jejich náhradou za High-tech materiály, a tím snížení ceny výrobku.
- Aplikací na výrobky, které splňují rozměrové a vizuální požadavky, čímž jsou eliminovány náklady na zpracování neshodných kusů.
- Tvorba sítě probíhající za pokojové teploty a normálního tlaku bez možnosti vzniku tepelných pnutí ve výrobku.
- Možnost ovlivnění parametrů síťování, které mají vliv na jednotlivé finální vlastnosti podle použití výrobku.

1.19.4 Proces radiačního síťování

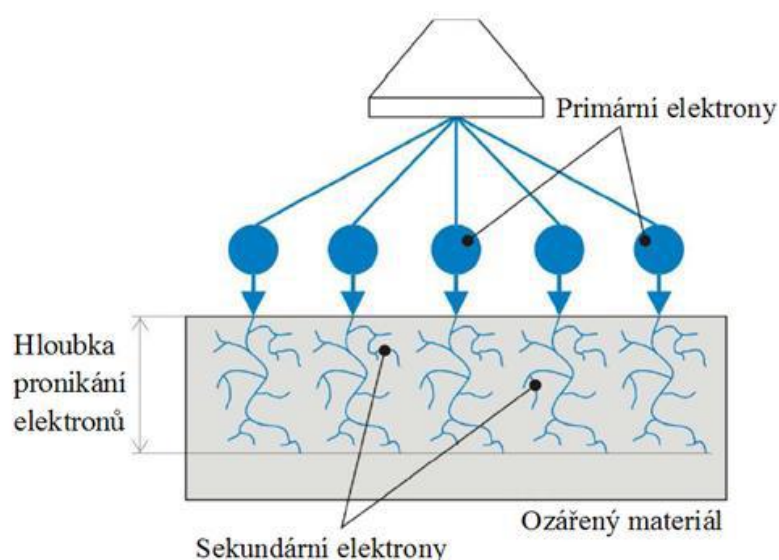
Radiační síťování je proces, při kterém dochází ke vzniku vazeb mezi molekulami, popřípadě částmi molekul mezi sebou. Působením ionizačního záření nevznikají pouze volné radikály a vazby, ale dochází i k degradaci polymeru. Degradace probíhá souběžně s tvorbou vazeb a převažující proces je dán chemickou strukturou polymerů. Převážně síťovací proces probíhá u polymeru se strukturou $-CH_2-CHR-$, tedy polymery vodíko-uhlíkové. Převážně degradační proces probíhá u polymerů se strukturou $-CH_2-CR_1R_2-$. Vyjimku tvoří polyvinyl alkohol, který se svou strukturou degraduje.



Obr. 1.23: Princip radiačního sítování [30]

1.19.5 Radiační sítování pomocí záření beta

Zdrojem urychlených elektronů je žhavicí katoda elektronového urychlovače, který emituje elektrony, jež vstupují do elektronového urychlovače a působením elektromagnetického pole jsou zde urychlovány. Velikost zrychlení je dána střídavým napětím mezi žhavicí anodou a katodou. Zvýšení rychlosti atomů probíhá v izolujícím plynu uvnitř tlakové nádoby, který brání vzniku zkratu mezi elektrodami.[26]

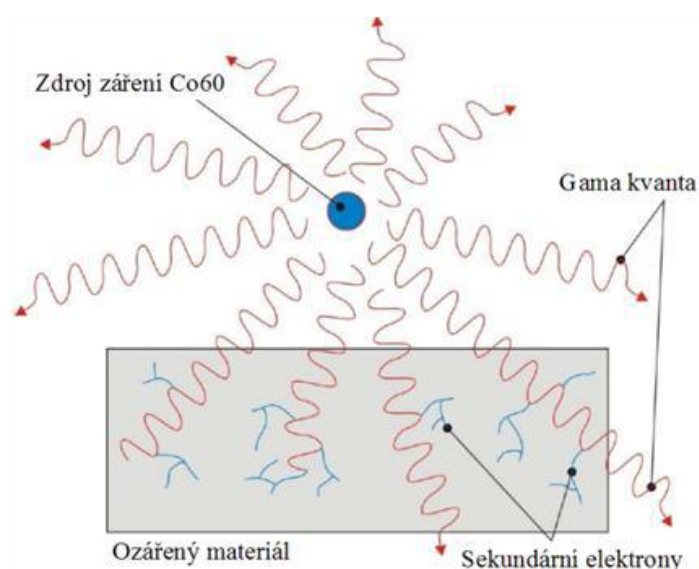


Obr. 1.24: Princip sítování beta zářením[30]

1.19.6 Sítování pomocí gama záření

Záření gama má v porovnání se zářením beta větší prostupnost materiálu, proto je vhodnější pro ozařování výrobků větších tloušťek. Intenzita záření je

zde menší a z těchto důvodů se v praxi ozařuje větší objem výrobků současně.[26]



Obr. 1.25: Sítování pomocí gama záření[30]

Jako zdroje gama záření je využito radionuklidu kobaltu Co^{60} , který právě poskytuje vysokou prostupnost materiálem při kinetické energii 1,3MeV. Nevýhodou procesu ozařování gama zářením je nutnost odclonění zdroje od okolí dostatečně velkým vodním sloupcem.[30]

1.19.7 Vlastnosti modifikovaných polymerů

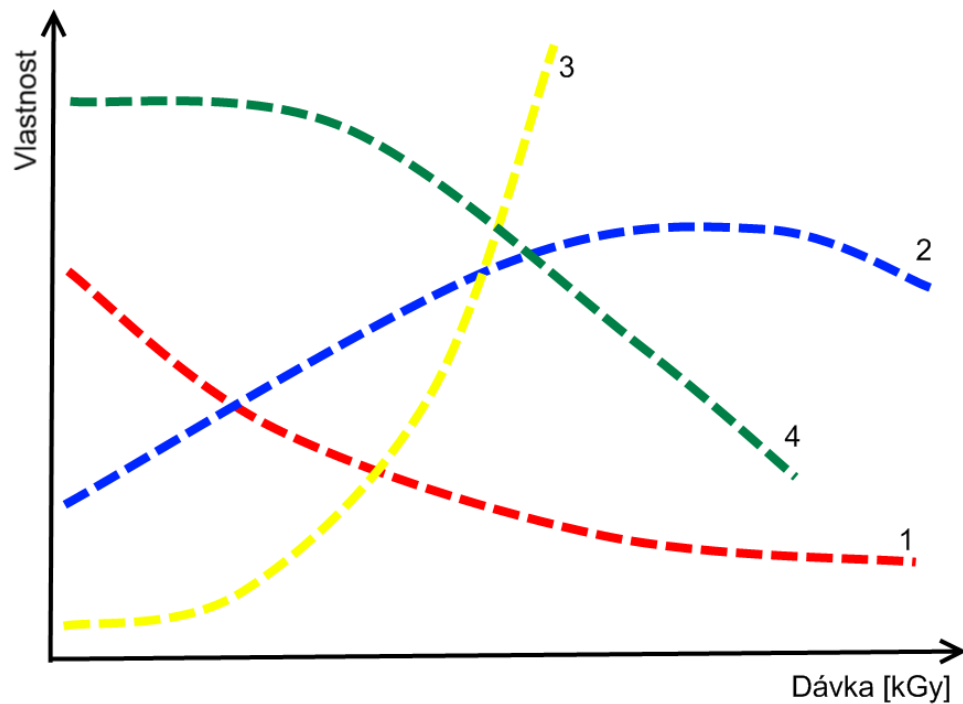
Modifikací polymerů radiačním sítováním se, jak již bylo řečeno, mění především mechanické, chemické a tepelné vlastnosti. Míra změny a tedy i vlivu sítování je dána typem polymerního materiálu a dávkou záření, které je vystaven. Vzniklá prostorová síť má lepší vlastnosti především za vyšších teplot. Přehled nejdůležitějších změn vlastností ukazuje Tabulka 1-1.[26], [30], [33]

Tabulka 1-1 Radiačně sítovatelné materiály

Aplikace	Materiál	Zlepšené vlastnosti
Palivové potrubí pro automobilový průmysl	Polyamidy 6, 66, 11 a 12	Tepelná odolnost Odolnost proti hydrolyze Pevnost v tlaku Pevnost
Vlnité trubky Tlakové a sací potrubí Ochranné trubky	PE, EVA, TPE	Tepelná odolnost Pevnost v tlaku Odolnost proti okujím ze svařování
Smršťovací trubky Smršťovací hadice	PE	Zotavení materiálu "memory effect"

Těsnění Profily	PE, TPE	Odolnost proti chemikáliím Tvarová stálost za tepla Snížené tečení (creep) Nárůst tvrdosti Shore
Kabely a izolace vodičů	PE, TPU, PUR, PVC	Tepelná odolnost Odolnost proti chemikáliím Odolnost proti otěru

Vliv dávky na jednotlivé vlastnosti není zanedbatelný. Vhodnou dávkou záření lze získat takovou kombinaci vlastností, která je pro daný typ aplikace optimální.



Obr. 1.26: Vliv dávky na mechanické vlastnosti[30]

1 – tažnost, 2 – pevnost v tahu, 3 – tvarová stálost za tepla,
4 – botnání

2 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

- Navrhnout a realizovat zařízení pro měření krípu za pokojové a zvýšené teploty umožňující transport, seřízení a kalibraci ve vlastním laboratorním prostředí.
- Provést kalibraci navržených měřících zařízení za podmínek opakovatelnosti a reprodukovatelnosti, včetně výpočtů příslušný chyb a nejistot.
- Realizovat měření kríповých vlastností, vybraných druhů radiačně síťovaných polymerních materiálů.
- Nalézt vhodné statistické metody založené na parametrickém a neparametrickém hodnocení naměřených dat.

3 ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ

Tato disertační práce je zaměřena na návrh ekonomické konstrukce zařízení, které slouží k měření krípu a vyhodnocení dat získaných z těchto měření. Konstrukce celého zařízení je navržena v programu Catia V5R18 od společnosti Dassault System, který umožňuje modelování a tvorbu výkresové dokumentace.

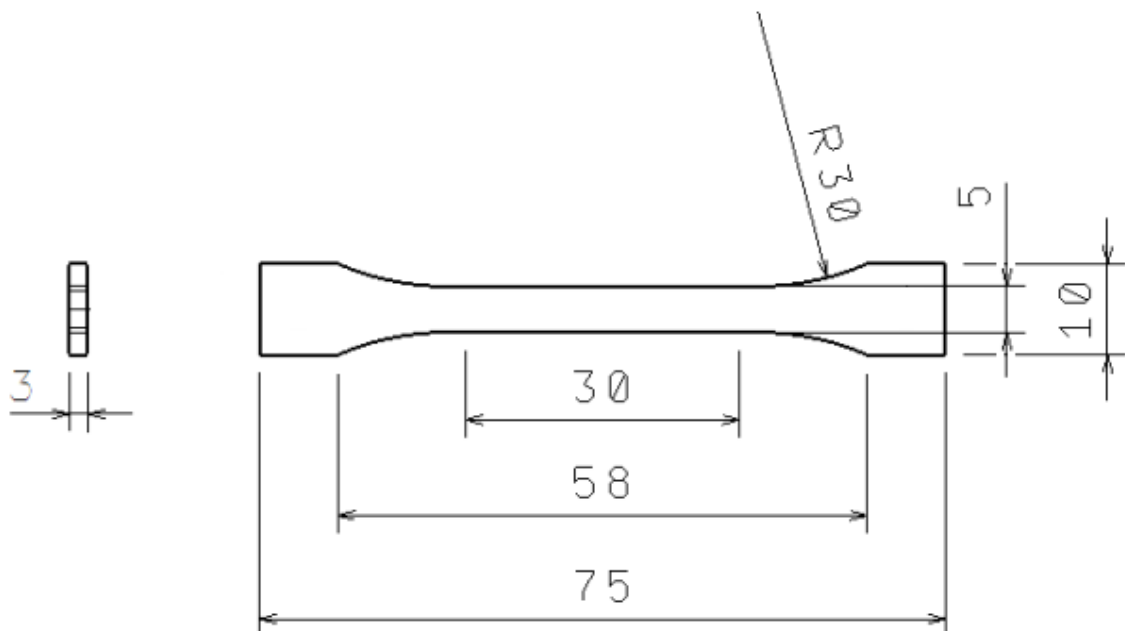
K zpracování a vyhodnocení naměřených dat je využit Microsoft Excel a především statistický program Minitab verze 15.

3.1 Návrh zařízení pro měření krípu za pokojové teploty

Zařízení pro měření krípu jsou specifická prací ve velmi dlouhých časech měření. Délka těchto měření se může pohybovat v 10 000 hodin provozu (ČSN EN ISO 899)[34], [35]. Proto vyžadují vysokou stabilitu během celého měření. Rozměrová a tvarová stabilita je důležitá především k minimalizování chyb způsobené deformacemi. Deformace tvaru se mohou promítnout do měření, které se pohybuje v relativně malých jednotkách.

3.1.1 Požadavky na zařízení

Navrhované zařízení je určeno k měření krípu polymerních materiálů za pokojové teploty. Tyto materiály mají výrazně vyšší sklony k tečení oproti materiálům kovovým, již při relativně malých zatížení. Z těchto důvodů byla jako zkušební tělesa zvolena malá oboustranná lopatka typu 1BA dle normy ČSN EN ISO 527-2, jejichž základní rozměry jsou patrné z Obr. 3.1.



Obr. 3.1: Tvar zkušebního tělíska[36]

Dalším požadavkem na zařízení byl rozsah zatížení, kterým lze takto upnuté zkušební tělísko namáhat. Zkoušku krípem lze provádět dvěma metodami:

- **Za konstantního napětí** – kdy je nutné během měření snímat průřez zkušebního tělíska a na základě těchto informací měnit zatěžující sílu tak, aby byla zachována stanovená konstantní hodnota napětí po celou dobu měření.
- **Za konstantního zatížení** – kdy je zkušební tělísko na začátku měření zatíženo jistou silou F_0 , která vyvolá v průřezu tělíska napětí σ , které se s vzrůstajícím protažením zvětšuje.

Vzhledem k náročnosti snímání průřezu tělíska během zkoušky a regulace zatížení, vyžadující regulační systémy, byla zvolena metoda za konstantního zatížení.

Rozsah zatížení na jedno zkušební tělísko by mělo mít možnost nastavení od 10 N, pro materiály náchylné k tečení, až do hodnoty 1 500 N pro konstrukční materiály, nastavení by mělo být možné s dostatečnou citlivostí v závislosti na použitém pákovém mechanismu.

Zařízení je určeno k měření krípu za pokojové teploty, respektive teploty okolního prostředí, ve kterém je během zkoušky umístěno. V tomto případě je zajištěno vhodným umístěním do laboratoře metrologie za podmínek opakovatelnosti. Zde je zajištěna teplota prostředí s požadovanou přesností $\pm 2^\circ\text{C}$. Vlhkost v místnosti je monitorována pomocí meteorologické stanice umístěné vedle zařízení.

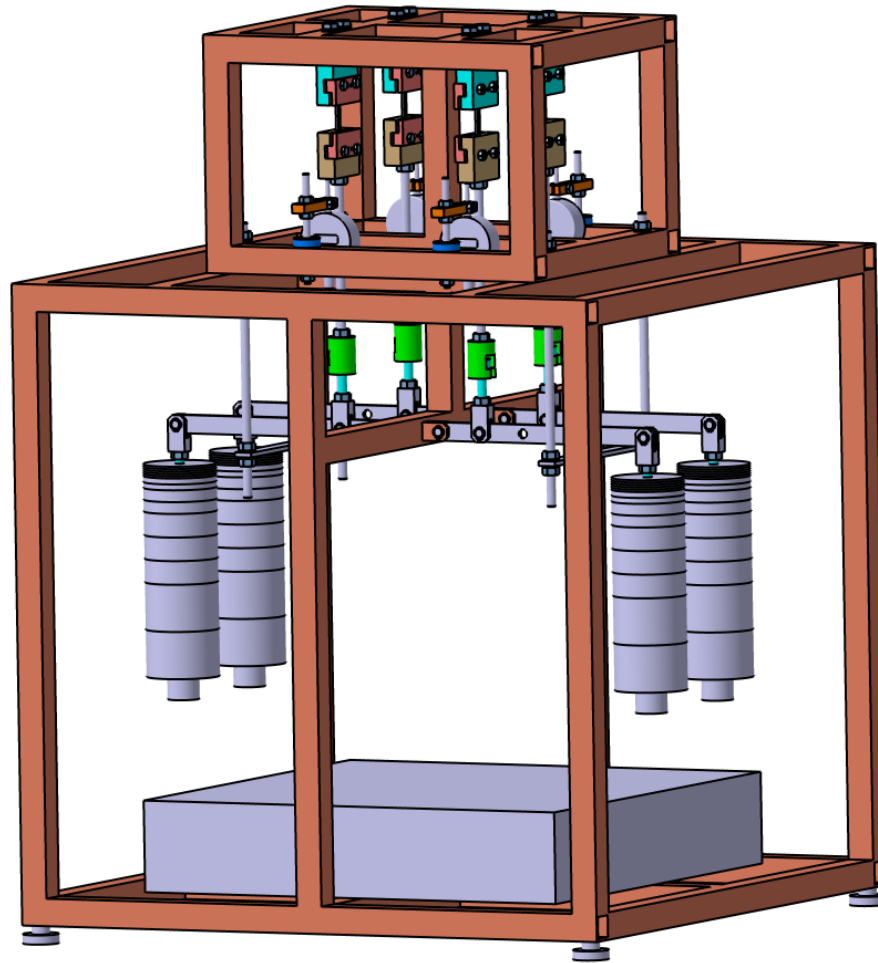
Parametry snímání zde byly vzhledem k předpokládaným malým rozsahům (protahání), stanoveny na rozlišitelnost 0,001 mm s rozsahem měření 12 mm a využitím komerčně dostupných číselníkových úchylkoměrů od firmy Mitutoyo s cílem snížit náklady na pořízení účelových měřicích systémů. Tyto úchylkoměry rovněž poskytují možnost načtení počátečního protažení i v případě výpadku elektrické sítě.

Kromě konstrukce jsou na zařízení kladeny i požadavky na vhodné prostorové řešení, které přispívá k bezpečnému provozu celého zařízení a minimalizování možnosti znehodnocení měření neodborným nebo nechtěným zásahem do zařízení během zkoušky. Provádí se zde vlastní záznam dat v blízkosti měřicího zařízení z důvodu snadné kontroly a rychlé zpětné vazby především při spouštění měření.

Celé zařízení by pak mělo disponovat jednoduchou obsluhou a údržbou, která by zajišťovala bezporuchový chod ve všech konstrukčních uzlech, jež budou poskytovat dostatečnou citlivost pro měření.

3.1.2 Koncepční řešení konstrukce

Z uvedených požadavků vyplývá, že je zde velký rozsah zatěžující síly. Z těchto důvodů bylo zvoleno dvourámové zařízení s vyvozením zatížení pákovým mechanismem. Jak můžeme vidět na Obr. 3.2.



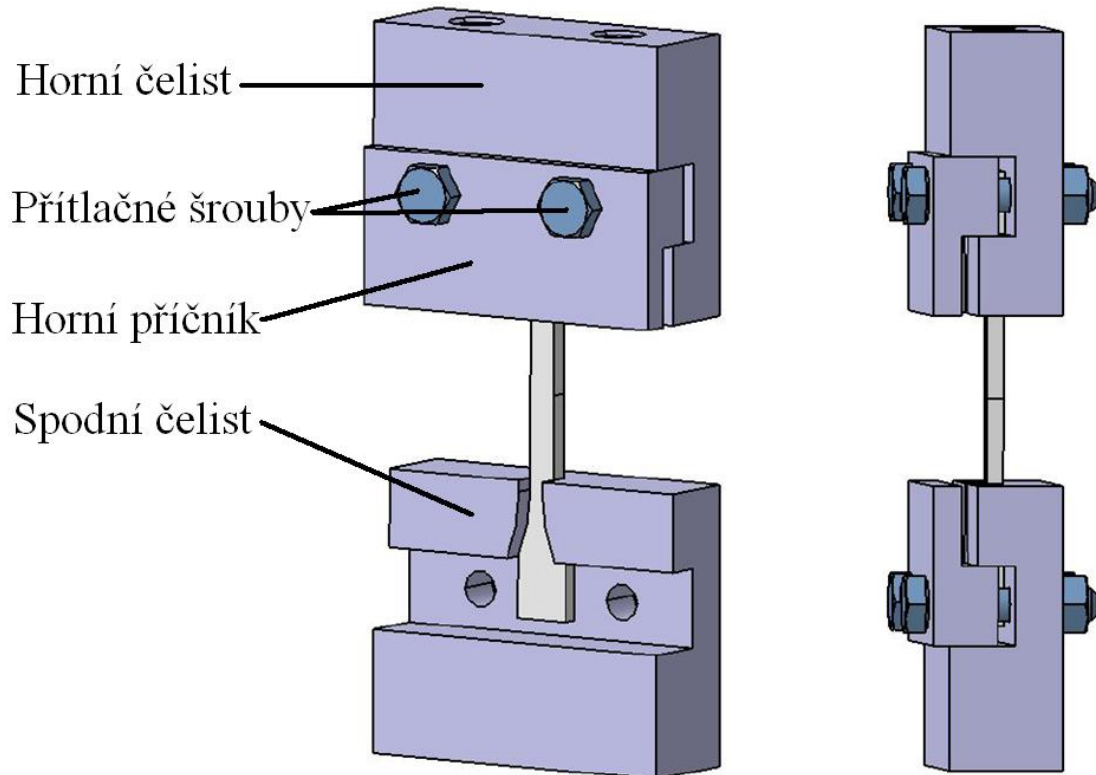
Obr. 3.2: Měřící zařízení - pokojová teplota

Spodní rám je posazen na čtyřech stavitelných pryžových elementech s možností ustavení do vodorovné polohy a současně sloužící jako odstínění proti okolním vibracím. Na tento spodní rám je umístěn menší výměnný rám sloužící k uchycení horních upínacích čelistí.

Horní i spodní rám je navržen ze čtvercového profilu 30 x 30 x 3 mm, který poskytuje dostatečnou tuhost celého zařízení. Celý postup měření je navržen s přihlédnutím k vymezení deformací a vůlí před samotným měřením, respektive před získáním nulové (počáteční) hodnoty. Toto ustavení rovněž poskytuje vymezení vůlí mezi spodní upínací čelistí a číselníkovým úchylkoměrem, který je s ní v kontaktu.

3.1.3 Upínací čelisti

Upnutí vzorku je realizováno pomocí dvojice upínacích čelistí, které jsou osazeny tvarovým vybráním. Toto vybrání má tvar zkušebního tělíska a je zde fixováno pomocí příčnicku a dvou šroubů M6. Celá horní čelist je pak upevněna na horní rám dvěma šrouby M10.



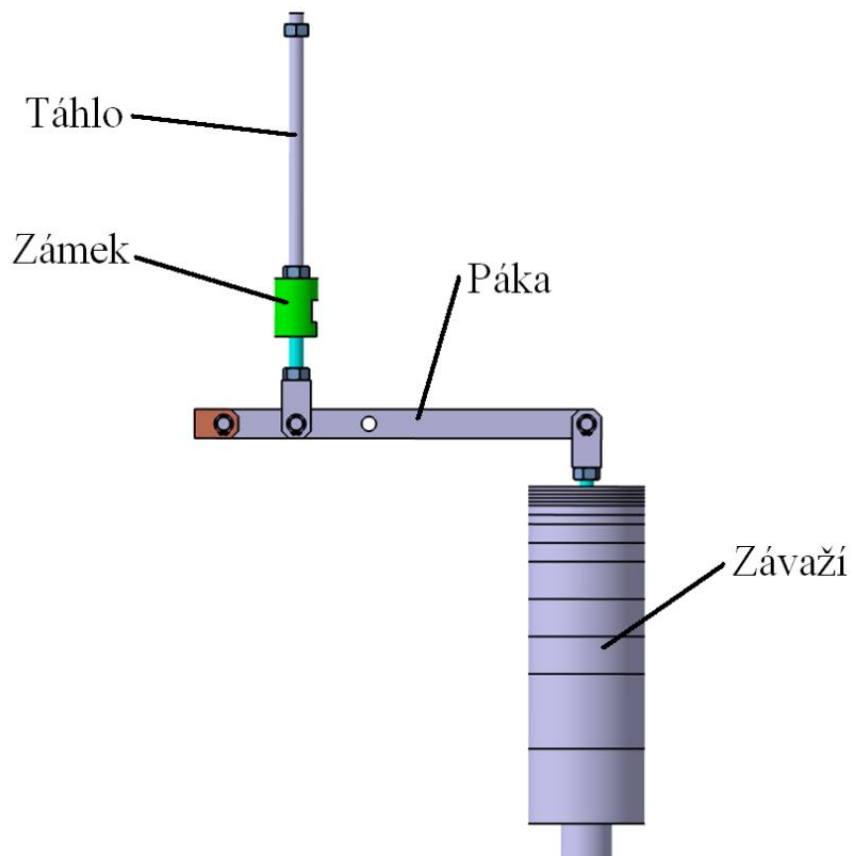
Obr. 3.3: Upnutí zkušebních těles

Funkční část spodní čelisti je shodná s horní čelistí a liší se v upnutí čelisti na táhlo pákového mechanismu, jež je našroubováno do závitu M10.

3.1.4 Pákový mechanismus

Pákový mechanismus ve spojení se závažím poskytuje dostatečnou stabilitu zatížení během celé zkoušky. Navržený mechanismus lze upravit pro poměr 1:2, 1:5, 1:10. Celý mechanismus se skládá celkem ze čtyř základních částí:

- **Táhlo** – slouží k přenesení zatěžující síly na spodní upínací čelist.
- **Zámek** – jednoduchý mechanismus umístěný na táhlu umožňující upnutí zkušební tělíska bez zatěžující síly a poté zatížení v čase T_0 .
- **Páka** – funkční výmění nosník sloužící k vytvoření potřebného poměru pro zatížení.
- **Závaží** – hmota zavěšená na konci páky vyvolávající moment páky.



Obr. 3.4: Pákový mechanismus

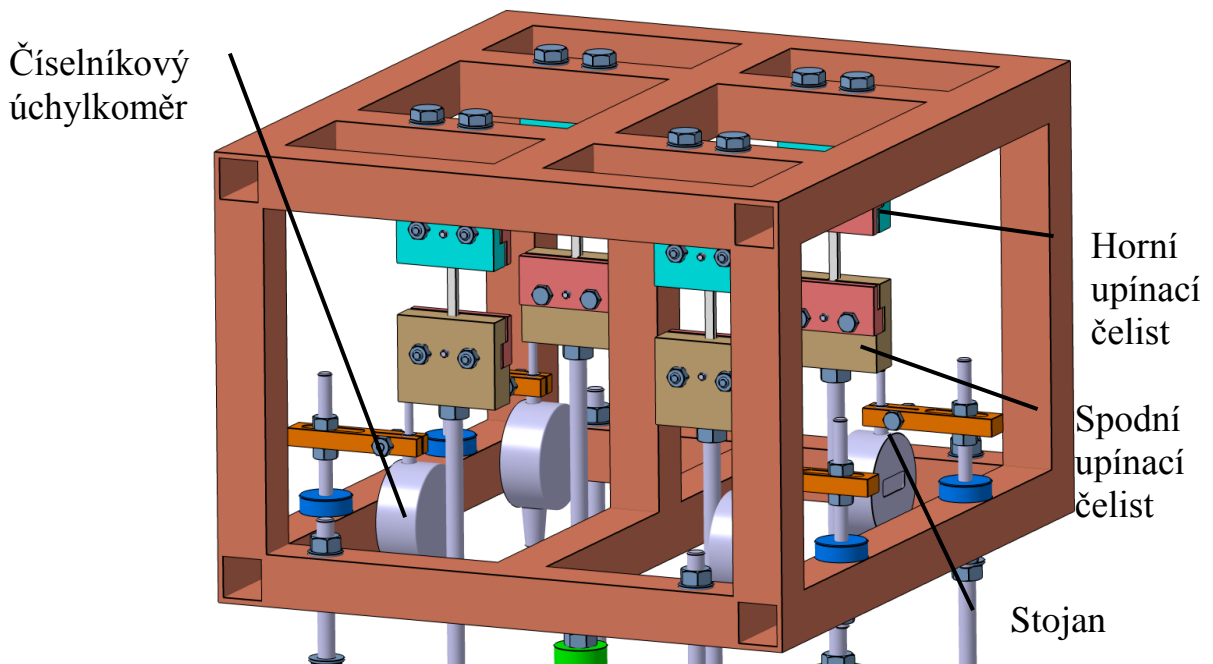
3.1.5 Snímání protažení

K měření protažení byly zvoleny digitální číselníkové úchylkoměry ID-C od firmy Mitutoyo série 543-250 na Obr. 3.5. Tento typ číselníkového úchylkoměru umožňuje měření s rozlišitelností 0,001 mm, rozsahem měření 12 mm, mezní chybou 0,003 mm s možností výstupu dat pomocí rozhraní Digimatic.



Obr. 3.5: Digitální úchylkoměr Mitutoyo 0,001mm[37]

Digitální číselníkový úchylkoměr je uchycen ve stojanu a jeho kulový dotek je v kontaktu s dolní čelistí, jejichž pohyb je zaznamenáván.



Obr. 3.6: Horní rám měřícího zařízení za pokojové teploty

3.1.6 Záchytný mechanismus

Celá konstrukce je vybavena záchytnými prvky, které slouží k zachycení padající páky v případě přetržení zkušebního tělíska a snadnějšímu zatěžování. Záchytné prvky jsou umístěny na závitových tyčích umožňující jejich seřízení a současně slouží k pevnému spojení horního a spodního rámu.

3.1.7 Odstínění vibrací

Celé zařízení je umístěno na podlaze, jejíž podklad je půda což do značné míry eliminuje možnost přenosu okolních vibrací. Celé zařízení je, jak již bylo zmíněno dříve, umístěno na antivibračních podložkách a jeho hmotnost je zvýšena přidáním hmotou (cca 35kg) ve spodní části rámu.

3.1.8 Záznam dat

Digitální číselníkové úchylkoměry jsou propojeny pomocí komunikačního rozhraní Digimatic se sériovým Interface řady DMX převádějící tento signál na rozhraní RS232, které je zpracováváno v počítači.

Pro tento záznam dat byl vytvořen jednoduchý software v programovacím jazyku Python 2.7. Software umožňuje nastavení parametrů snímání, zapsání názvu výstupního textového souboru a vložení poznámky ke snímaným datům. Formát textového souboru je přizpůsoben k jednoduchému vkládání dat do dalších softwarů umožňující jejich zpracování.

Časování je zajištěno interními hodinami počítače a zaznamenávaná data jsou:

- datum,
- čas,
- počítadlo,
- protažení,
- teploty.

```

C:\Program Files\Programy\Python\python.exe
COM7 : PCI-ISA Communication Port (COM7) (MCS9000MF\PCI_COM) -> Pripraven
COM8 : PCI-ISA Communication Port (COM8) (MCS9000MF\PCI_COM) -> Pripraven
COM9 : PCI_COM (COM9) (MF\PCI3253_COM_1) -> Pripraven
COM10 : PCI_COM (COM10) (MF\PCI3253_COM_0) -> Pripraven
Zvolte cislo portu pro mereni teploty (prednastaveno: 9):
Probiha inicializace teplotnich cidel cca 60 sekund ...
Wrote .digitemprc
Nactene cidla: 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8
Zadej cisla portu, která budou pouzita (prednastaveno: 1,2,3,4,5,6,7,8):
Nazev souboru (mereni.txt): HDPE_132kGy_23_0-5_I.txt
Popis mereni: HDPE DOW 25055E 132kGy, pri teplote 23C, paka 1:10, zavazi+tyc 453
g, zatizeni na vzorek 8080g
Interval mezi jednotlivym merenim v sekundach (prednastaveno: 60):
Port COM1 otevren.
Port COM2 otevren.
Port COM3 otevren.
Port COM4 otevren.
Port COM5 otevren.
Port COM6 otevren.
Port COM7 otevren.
Port COM8 otevren.
Stiskem klavesy Ctrl-C ukoncite program.
Stiskem klavesy Enter zacne nacistani hodnot:
Probiha nacistani dat.
2014,1,15,8,5,36 0 +0,983 +0,967 +0,969 +1,361 +1,285 +0,871 +1,985 +0,
636 21,19 21,00 20,81 21,19 21,19 20,88 20,69 21,12
2014,1,15,8,6,36 60 +1,085 +1,052 +1,046 +1,499 +1,395 +0,951 +2,072 +0,
,743 21,12 21,00 20,88 21,19 21,19 20,88 20,75 21,12

```

Obr. 3.7: Nastavení snímání za pokojové teploty

3.2 Návrh zařízení pro měření krípu za zvýšené teploty

Měření krípu za zvýšených teplot spadá opět do středně dlouhodobých a dlouhodobých zkoušek. Na konstrukci jsou kladeny stejné požadavky jako na zařízení pro měření krípu za pokojové teploty, které je navíc doplněno o teplotní komoru umožňující provedení zkoušky za zvýšených teplot.

3.2.1 Požadavky na zařízení

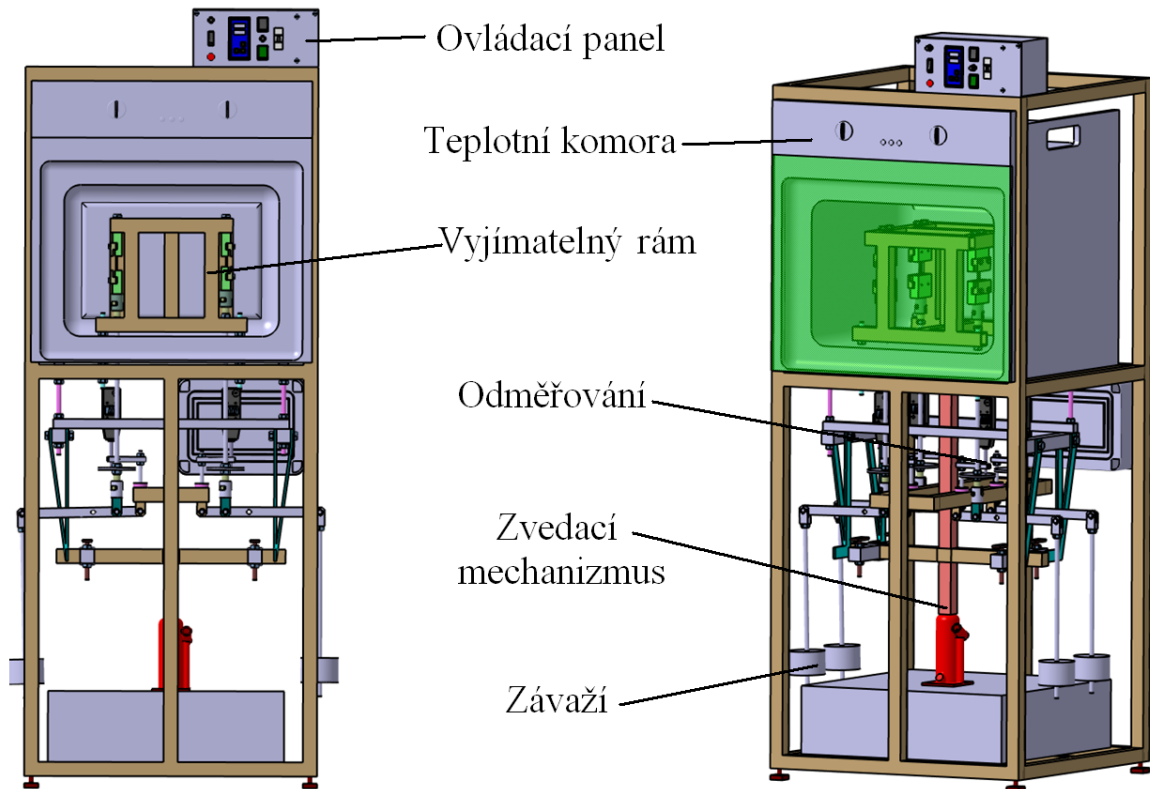
Jako u zařízení pro měření krípu za pokojové teploty i zde jsou stanoveny požadavky, které má zařízení splňovat. Základním požadavkem je opět použití malých zkušebních tělísek s možností rozšíření o velká zkušební tělíska. Primární použití je pro zkoušení polymerních materiálů, které se vyznačují nižší odolností proti tečení při vyšších teplotách. Z těchto důvodů je zde kladen požadavek na zvýšený rozsah měření.

Zatěžující síla je zde vyžadována menší, v rozsahu 5 N – 1 000 N s možností nastavení zatížení pro každý vzorek samostatně.

Teplotní komora by měla umožnit nastavení teplot zkoušky v rozsahu 30 až 250 °C a její regulaci v rozmezí ± 2 °C od nastavené hodnoty.

3.2.2 Konstrukční prvky zařízení pro měření krípu

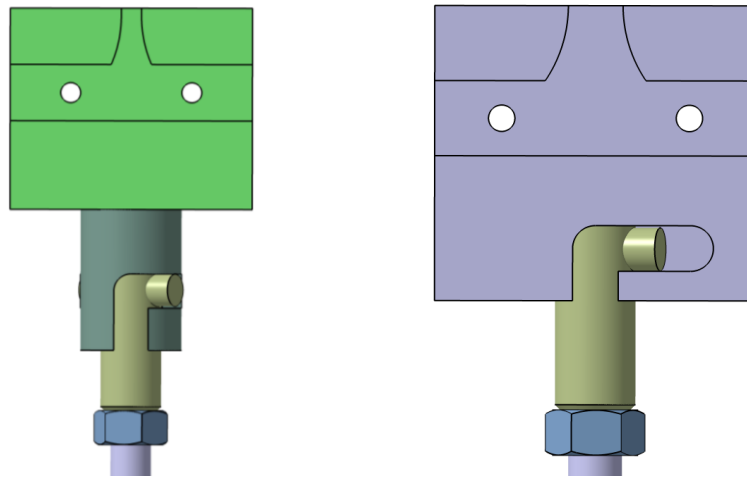
Celé zařízení se skládá z několika konstrukčních prvků. Základním prvkem je hlavní rám svařený ze čtvercového jácklového profilu, do kterého je vsazena teplotní komora. V horní části je umístěn ovládací panel teploty komory a ve spodní části jsou umístěny pákové mechanismy. V teplotní komoře je vložen výjimatelný rám, na který lze umístit až čtyři tělíska současně.



Obr. 3.8: Měřicí zařízení za zvýšené teploty

3.2.3 Upínací čelisti

Upínací čelisti pro malá zkušební tělíska jsou volena stejná jako pro měření krípu za pokojové teploty za účelem zachování větší univerzality. Vzhledem k omezené kinematice táhla pro zatížení, byla část zámkového mechanismu umístěna pod spodní upínací čelist. Pro velká zkušební tělesa byly navrženy nové modifikované čelisti pro zvýšení rozsahu měření.



Obr. 3.9: Upnutí táhla ve spodní čelisti

Jak můžeme vidět na Obr. 3.9 je zachován princip upínání do tvarového vybrání a horní zámek je zakomponován do spodní čelisti.

3.2.4 Zatěžující mechanismus

Pro malé zatěžující síly zde není využito pákového mechanismu a k zatížení zkušebních vzorků dochází přímým působením závaží na táhlo. V tomto případě je využito pouze horního zámku, který umožňuje vyjmutí rámu z teplotní komory a upnutí tělísek.

Pro větší zatěžující síly je zde opět použito pákového mechanismu v poměru 1:2 a 1:5. Vzhledem k umístění tělísek do teplotní komory je řešen výstup táhel pomocí otvoru umožňující pouze posuvný a rotační pohyb. Zámek použitý u předchozí verze zde z těchto důvodů nebylo možno použít a byl navržen a realizován dvoudílný otočný zámek umožňující zajištění otočením táhla kolem osy. U této konstrukce plní zámek dvě funkce:

- dočasné rozpojení spodní čelisti od táhla, které umožňuje upnutí zkušebních těles mimo teplotní komoru,
- zatížení tělísek v jeden časový okamžik.

3.2.5 Snímání protažení

Stejně jako u zařízení pro měření krípu za pokojové teploty byly využity digitální číselníkové úchylkoměry umožňující komunikaci přes rozhraní sériového portu a převodníku. Vzhledem k požadavkům na zvýšený rozsah měření byl vybrán od společnosti Mytutoyo digitální číselníkový úchylkoměr ID-U série 575 na Obr. 3.10. Tento digitální úchylkoměr má rozsah měření 25 mm s rozlišitelností 0,01 mm a mezní chybou měření 0,02 mm.

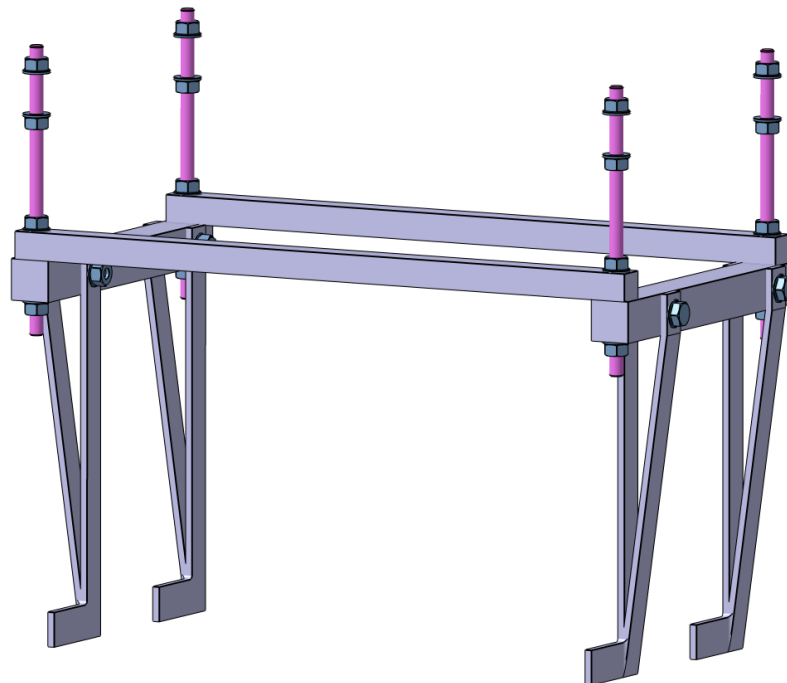


Obr. 3.10: Digitální úchylkoměr Mitutoyo 0,01mm[37]

Protože pracovní rozsah úchylkoměru je teplotně omezen, museli být úchylkoměry umístěny mimo teplotní komoru. Upnutí je realizováno pomocí upínacího průměru osm milimetrů a stojanu. Měřící dotek je v kontaktu s kotoučem umístěným na táhlu umožňující rotační a posuvný pohyb.

3.2.6 Záchytný mechanismus

Jako záchytného mechanismu zde bylo využito čtyř samostatných podpěr umístěných pod každou pákou samostatně, umožňující jejich odklonění ze záchytné polohy. Tyto podpěry slouží jako zabezpečení zařízení proti poškození při přetržení a jako podpěry závaží při výměně zkušebních tělísek.



Obr. 3.11: Záchytný mechanismus

3.2.7 Teplotní komora

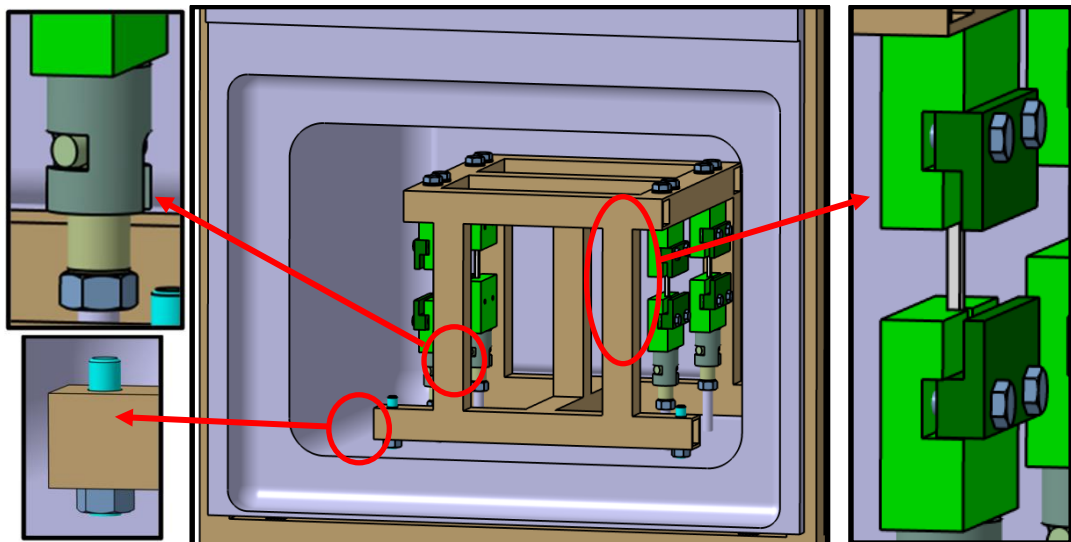
Základem teplotní komory je komerčně vyráběná teplotní komora, z které byla využita topná tělesa, ventilátor zajišťující cirkulaci vzduchu uvnitř komory a tím i homogenitu teplotního pole. Teplotní regulace zde byla nahrazena PID regulátorem Ht60B od firmy HTH8 s. r. o.. Regulátor byl doplněn teplotním

čidlem PT100. Elektronika teplotní komory byla upravena tak, aby umožňovala ovládání ventilátoru a ohřevu.



Obr. 3.12: PID teplotní regulátor

Do teplotní komory byl zhotoven výjmatelný rám, umožňující pohodlné upnutí zkušebních těles mimo teplotní komoru a tím plně využít prostor teplotní komory pro měření. Po vložení je výjmatelný rám umístěn na čtyři pevné body, které zajišťují opakovatelnost při vkládání rámu do komory.



Obr. 3.13: Prostor teplotní komory

3.2.8 Záznam dat

Data jsou opět zaznamenávána vlastním programem, který byl modifikován pro měření, nastavení a záznam teploty. Ukázkou nastavení podmínek zkoušek je na Obr. 3.14.

```

C:\Meeser IU>meeser_IV.py
COM1 : Komunikační port (COM1) (ACPI\PNP0501) -> Připraven
COM2 : Komunikační port (COM2) (ACPI\PNP0501) -> Připraven
COM3 : High-Speed PCI Serial Port (COM3) (PCI\VEN_9710&DEV_9865&SUBSYS_100
0A000&REV_00) -> Připraven
COM4 : High-Speed PCI Serial Port (COM4) (PCI\VEN_9710&DEV_9865&SUBSYS_100
0A000&REV_00) -> Připraven
COM5 : PCI-ISA Communication Port (COM5) (MCS9000MF\PCI_COM) -> Připraven
COM6 : PCI-ISA Communication Port (COM6) (MCS9000MF\PCI_COM) -> Připraven
COM7 : PCI-ISA Communication Port (COM7) (MCS9000MF\PCI_COM) -> Připraven
COM8 : PCI-ISA Communication Port (COM8) (MCS9000MF\PCI_COM) -> Připraven
Sňimat teplotní cidla 'ano/ne', (prednastaveno: ano):
Zvolte číslo portu pro měření teploty (prednastaveno: 5):
Probiha inicializace teplotních cidel cca 60 sekund ...
Wrote .digitemprc
Nactene cidla: 1
Sňimat regulator 'ano/ne' (prednastaveno: ano):
Na jakou teplotu chcete regulovat (prednastaveno: 90.0):
Na jaký port je připojen regulator teploty (prednastaveno: 8):
MinimalModbus debug mode. Writing to instrument: '\x01\x06\x00d\x03\x84\xc8\x86'
MinimalModbus debug mode. Response from instrument: '\x01\x06\x00d\x03\x84\xc8\x
86'
Zadej čísla portu, která budou použita (prednastaveno: 1,2,3,4):
Název souboru (mereni.txt): Název souboru.txt
Popis měření: Poznámka
Interval mezi jednotlivým měřením v sekundách (prednastaveno: 5):
Port COM1 otevřen.
Port COM2 otevřen.
Port COM3 otevřen.
Port COM4 otevřen.
Stiskem klávesy Ctrl-C ukončíte program.
Stiskem klávesy Enter začne načítání hodnot:

```

Obr. 3.14: Nastavení snímání za zvýšené teploty

Výstup dat je opět realizován do souboru *.txt, který kromě záznamu protažení obsahuje i průběh teplot během zkoušky, datem měření a časovou osou měření.

3.3 Realizace zařízení

Na obě navržená zařízení byla vypracována výkresová dokumentace jednotlivých dílů. Po zvážení výrobních možností byly dílce rozděleny do tří kategorií a realizována jejich výroba.

Svařované rámy jsou opatřeny základním a vrchním nátěrem barvy proti korozi. Vyjímatelný rám, který má odolávat zvýšeným teplotám je opatřen nátěrem teplotně odolné barvy do teploty 250°C. Normalizované dílce jsou v povrchové úpravě zinkové a dílce vyráběné jsou opatřeny olejovým filmem.

3.4 Kalibrační postup zařízení na měření krípu

Kalibrační postup celého zařízení je rozdělen na tři samostatné úkoly. Skládají se z kalibrace hotových komerčně prodávaných číselníkových úchylkoměrů, jejichž kalibrační postup je dán Kalibračním postupem KP 1.1.2/04/10/N: elektrický úchylkoměr (komparátor), z něhož jsou aplikovány některé postupy pro tento typ měřidel. Druhým bodem kalibrace je stanovení chyby zatížení pákovým mechanismem, která mohla vzniknout vlivem výrobních nepřesností pro jednotlivé pozice pomocí tenzometrického snímače. Snímač je umístěn

v přípravku na místě upnutí zkušebního tělíska. Posledním bodem je stanovení nejvyšší chyby měření, které může zařízení mít.

3.4.1 Kalibrace měřidel

Kalibrace číselníkových úchylkoměrů a digitálních vah je prováděno pravidelně v nejbližším možném termínu po roce užívání s ohledem na délku prováděných zkoušek. Při kalibraci digitálních úchylkoměrů typu ID-C a ID-U je shodný postup s přihlédnutím na parametry stanovené výrobcem.

Kalibrace je prováděna při referenční teplotě prostředí $(20\pm 1)^\circ\text{C}$ a relativní vlhkosti vzduchu (40-60)%. V tomto prostředí jsou měřidla temperována po dobu minimálně jedné hodiny před začátkem kalibrace. Předběžná kontrola se skládá z:

- očištění a kontroly upínací části měřidla,
- kontroly neporušenosti konektoru pro komunikaci s PC,
- kontroly stavu baterií.

Funkční kontrola se skládá z kontroly:

- ovládacích prvků přístroje,
- lehkosti chodu snímače v celém rozsahu měřidla,
- závitu pro upnutí měřících doteků,
- čitelnosti zobrazovací jednotky a funkčnosti všech jejích segmentů.

Zjištění metrologických parametrů je prováděno v celém rozsahu měřidla v minimálně sedmi polohách rovnoměrně rozdělených v celém rozsahu měřidla. Jako jmenovité hodnoty jsou brány rozměry sestavené z rovnoběžných koncových měrek druhé třídy přesnosti s přihlédnutím na zásady jejich použití.

Úchylka je určena v zasouvajícím i vysouvajícím směru jako rozdíl mezi naměřenou hodnotou a hodnotou jmenovitou.

Vyhodnocení kalibrace je prováděno stanovením úchylky měření zvětšené o rozšířenou nejistotu měření U . Tyto hodnoty jsou porovnány s hodnotou maximální dovolené chyby $\pm 3\%$ měřícího rozsahu nebo s parametrem stanoveným výrobcem.

V případě nevyhovujícího stanoviska je potřeba zajisti opravu měřidla nebo jeho výměnu.

Záznam o kalibraci a jeho vyhodnocení je archivován společně s naměřenými hodnotami.

Kalibrace vah určených pro zjišťování hmotnosti závaží s minimální rozlišitelností jednoho gramu je prováděna ve stejném prostředí jako u digitálních úchylkoměrů.

Předběžně se provádí kontrola:

- čistota a stav vážící plochy vah,
- stavu napájecího kabelu a adaptéru sloužícího k napájení,
- stavu vodoznaku.

Funkční kontrola se skládá z ověření funkčnosti:

- ovládacích prvků vah,
- možnosti ustavení vah do vodorovné polohy,
- čitelnosti zobrazovací jednotky a funkčnosti všech jejich segmentů.

Největší chyba měření je dána jako největší rozdíl pěti měřeními mezi jmenovitou hodnotu kalibračního závaží a hodnotou odečtenou na vahách zvětšená o rozšířenou nejistotu měření. Jmenovité hodnoty závaží jsou voleny rovnoměrně v celém rozsahu vah.



Obr. 3.15: Digitální váhy

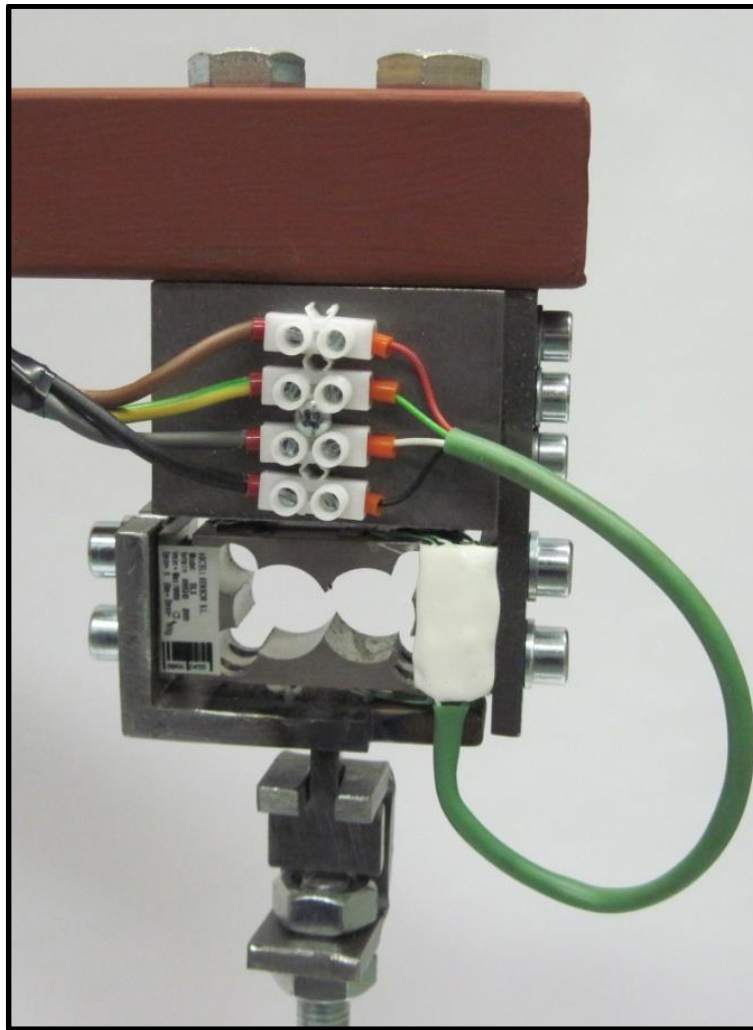
Kladné stanovisko kalibrace je v případě, kdy zjištěná rozšířená chyba je menší než chyba stanovená výrobcem. Nevyhovující váhy jsou seřizeny a celý postup kalibrace je opakován.

3.4.2 Kalibrace jednotlivých pozic měření

Kalibrace pozic měření se skládá ze dvou samostatných kalibrací a ty jsou:

- kalibrace tenzometru,
- kalibrace jednotlivých pozic.

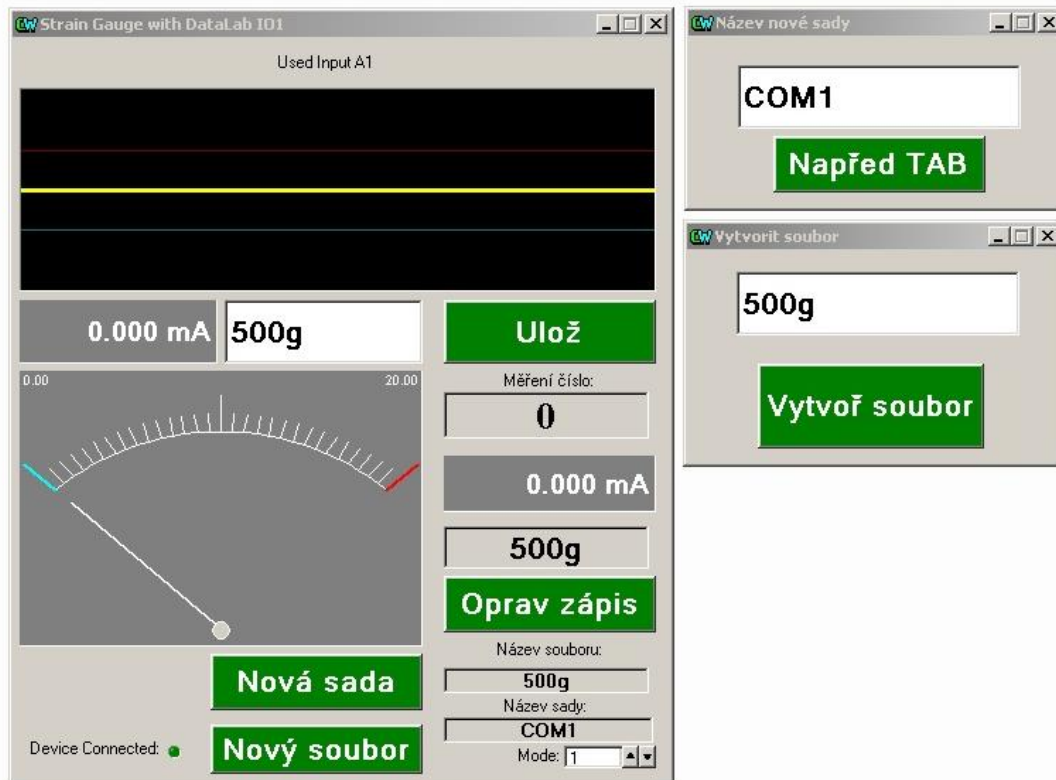
Ke kalibraci tenzometru byl navržen a realizován měřící přípravek pro upnutí modulu tenzometru, který se skládá z upravené horní upínací čelisti a upraveného zkušební tělesa, které umožní náhradu za zkušební těleso s možností odečtu působící síly.



Obr. 3.16: Modul tenzometru

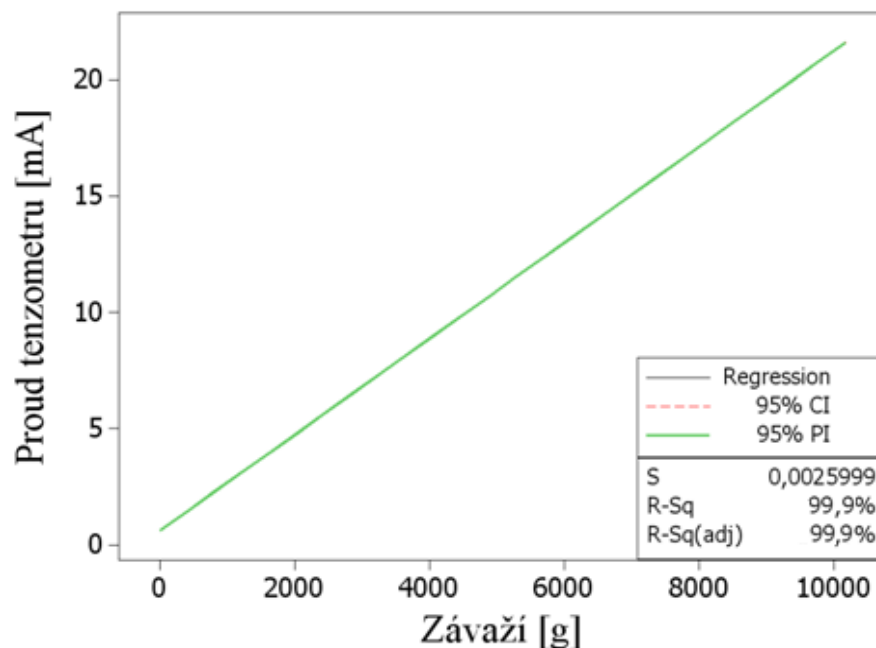
Cílem kalibrace je zjištění závislosti zatížení a výstupním napětím z tenzometru pomocí programu ControlWeb V5. Ukázku uživatelského prostředí můžete vidět v Obr. 3.17, které se skládá ze tří uživatelských oken. Hlavní okno prostředí se skládá z grafu zatížení, který umožňuje kontrolu zatížení správným směrem. Při správném směru zatížení zde ručička ukazuje velikosti zatížení a informuje uživatele o aktuální poloze v rozsahu použitého tenzometru. Čtyři ovládací tlačítka slouží k vytvoření nového souboru, do kterého jsou poté ukládány naměřené hodnoty, oddělení jednotlivých sad měření, s názvem sady a opravu posledního chybně zaznamenaných dat. Program rovněž umožňuje zobrazit jak aktuální hodnotu snímaného proudu, tak orientační hodnotu zatížení, která je počítána ze vzorce zjištěného při kalibraci tenzometru.

Výstupem dat je opět soubor *.txt jenž je poté vyhodnocen pomocí programu Minitab v15 nebo programu Microsoft Excel z balíčku Office.



Obr. 3.17: Ukázka uživatelského prostředí ControlWebu V5

Kalibrace je prováděna pro tenzometr s rozsahem 0-10 kg. K ověření správné funkčnosti tenzometrického snímače a k zjištění závislosti zátěže a výstupního proudu bylo zařízení kalibrováno s přírůstkem 100g v celém pracovním rozsahu. Funkční závislost je zakreslena na Obr. 3.18. V grafu jsou zakresleny i pás spolehlivosti pro regresní přímku.



Obr. 3.18: Regresní přímka kalibrace tenzometru

Z regresní přímky byla stanovena kalibrační rovnice přímky ve tvaru

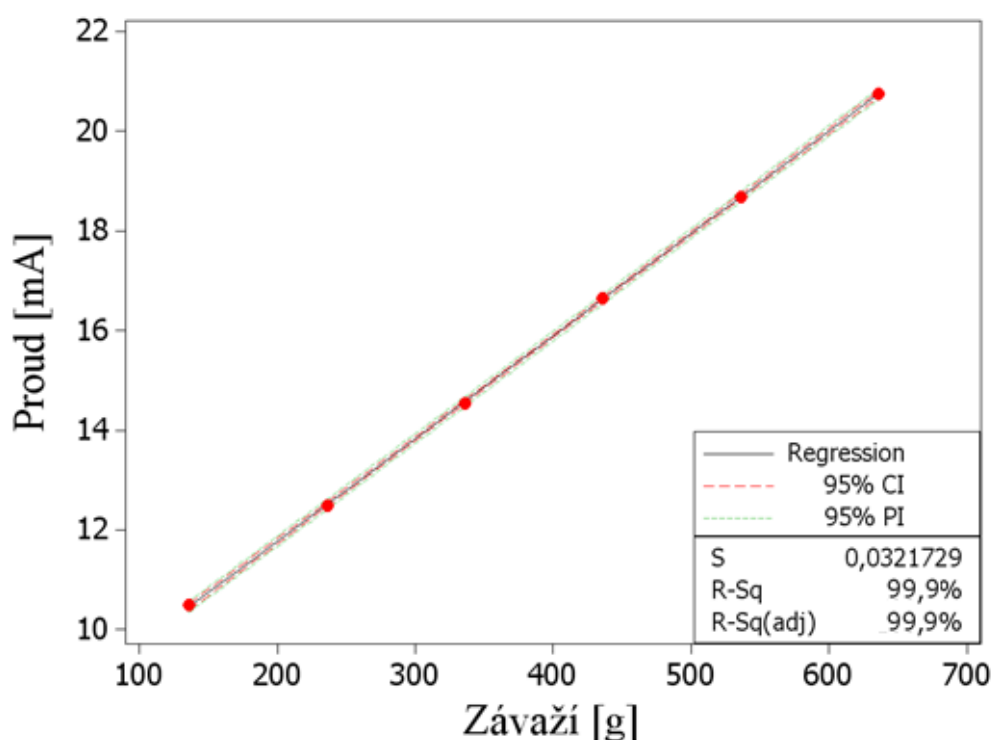
$$I[\text{mA}] = 0,6095 + 0,002065m[\text{g}]. \quad (3.1)$$

Po kalibraci tenzometru byl celý přípravek upnut na měřicí zařízení místo horní upínací čelisti a bylo prováděno postupné zvyšování závaží s odečítáním proudu. Jako příklad vyhodnocovaných dat je zde uvedena Tabulka 3-1 s hodnotami pro COM1.

Tabulka 3-1 Hodnoty kalibrace mechanismu COM1

Závaží \ Měření	136g	236,3g	336,4g	436,2g	536,4g	636,4g
č.1 [mA]	10,47668	12,50610	14,56299	16,62598	18,67065	20,70618
č.2 [mA]	10,49805	12,51526	14,51416	16,62292	18,62488	20,72754
č.3 [mA]	10,51025	12,47864	14,52637	16,62598	18,69202	20,78552
č.4 [mA]	10,49500	12,48474	14,51416	16,58936	18,67065	20,75806
č.5 [mA]	10,51025	12,48779	14,54773	16,64124	18,64624	20,83130
č.6 [mA]	10,51941	12,50000	14,53857	16,69922	18,63708	20,69702
č.7 [mA]	10,47974	12,46948	14,59045	16,69922	18,73474	20,83435
č.8 [mA]	10,48889	12,47559	14,51721	16,69312	18,7439	20,77332
č.9 [mA]	10,47363	12,52441	14,54773	16,63513	18,69812	20,68176
č.10 [mA]	10,49805	12,47559	14,54163	16,69312	18,67065	20,66956

Z tabulky jsou vypočteny odhady aritmetických průměrů, kterými je opět proložena regresní přímka a její rovnice (3.2) je odečtena z programu Minitab.



Obr. 3.19: Závislosti závaží a proudu pro COM1

Výsledkem této analýzy je opět funkce

$$I[mA] = 7,667 + 0,02054m[g]. \quad (3.2)$$

Matematickou úpravou obou rovnic pak dostaneme tvar rovnice pro výpočet závaží

$$m_{z1} = \frac{-7,0575 + 0,002065m_{t1}}{0,02054}. \quad (3.3)$$

Analogicky k tomu postupu jsou sestrojeny rovnice pro další pozice měření

$$m_{z2} = \frac{-7,0965 + 0,002065m_{t2}}{0,02079}, \quad (3.4)$$

$$m_{z3} = \frac{-7,1435 + 0,002065m_{t3}}{0,02101}, \quad (3.5)$$

$$m_{z4} = \frac{-7,0835 + 0,002065m_{t4}}{0,02104}, \quad (3.6)$$

$$m_{z5} = \frac{-7,0405 + 0,002065m_{t5}}{0,02093}, \quad (3.7)$$

$$m_{z6} = \frac{-7,0795 + 0,002065m_{t6}}{0,02076}, \quad (3.8)$$

$$m_{z7} = \frac{-7,0495 + 0,002065m_{t7}}{0,02074}, \quad (3.9)$$

$$m_{z8} = \frac{-7,0375 + 0,002065m_{t8}}{0,021}. \quad (3.10)$$

Výpočtové rovnice závaží pro zkoušku krípem za zvýšené teploty

$$m_{zT1} = \frac{-3,8545 + 0,002065m_{tT1}}{0,009602}, \quad (3.11)$$

$$m_{zT2} = \frac{-4,5095 + 0,002065m_{tT2}}{0,009737}, \quad (3.12)$$

$$m_{zT3} = \frac{-4,3945 + 0,002065m_{tT3}}{0,009977}, \quad (3.13)$$

$$m_{zT4} = \frac{-4,3095 + 0,002065m_{tT4}}{0,009837}. \quad (3.14)$$

3.4.3 Stanovení největší dovolené chyby zařízení

Největší dovolená chyba (e_{\max}) je největší chyba, které se můžeme dopustit při měření. Tato hodnota je dána jako suma jednotlivých chyb, které při měření vznikají. Chyby, které se do největší dovolené chyby započítávají jsou:

- **Největší dovolená chyba měřidla (e_m)** – je dána výrobcem použitého číselníkového úchylkoměru.
- **Chyba kontaktu (e_k)** – je empiricky získaná v laboratoři a vzniká mezi dotykem číselníkového úchylkoměru a spodní čelistí nebo plochou kouče, který přenáší pohyb spodní čelisti mimo teplotní komoru.
- **Chybou upnutí (e_u)** – vzniká při upínání zkušebních tělísek do čelistí a vymezením vůle mezi tvarovými čelistmi a tvarem tělíska.

Matematicky pak tedy můžeme největší dovolenou chybu obecně vyjádřit vektorovým součtem

$$\overrightarrow{e_{max}} = \overrightarrow{e_m} + \overrightarrow{e_k} + \overrightarrow{e_u}. \quad (3.15)$$

Z uvedeného vektorového vzorce pak lze vypočítat největší dovolenou chybu jednoho zařízení pro měření krípu za pokojové teploty jako

$$e_{max} = 0,006mm$$

A pro jedno zařízení pro měření krípu za zvýšené teploty jako

$$e_{max} = 0,035mm$$

3.5 Metrologický postup pro měření krípu

Před měřením krípu polymerních materiálů na vyrobených zařízení je nutné dodržovat metrologický postup. Vzhledem k rozdílným charakteristikám obou zařízení byly stanoveny postupy pro každý zvlášť.

3.5.1 Metrologický postup pro měření krípu za pokojové teploty

Před upnutím vzorků je provedena kontrola celého zařízení, se zaměřením na kontrolu spojů a funkčnost záchytného mechanismu. Dále je zde prováděna kontrola číselníkových úchylkoměrů, stavu jejich baterií, upnutí a připojení k počítači.

Podle vzorců pro výpočet závaží provedeme jejich výpočet na základě požadovaného zatížení, které poté vážíme na vahách s rozlišitelností aspoň 1g.

Vážení provádíme společně s nosnou tyčí a maticí zajišťující jejich polohu. Závaží je upnuto na páku, která je podepírána záchytným mechanismem.

Po přípravě závaží a minimální době temperace vzorku 24 hodin před upnutím na teplotu zkoušky provedeme upnutím těles do spodní čelisti mimo zařízení. Poté následuje upnutí do horní upínací čelisti upevněné na zařízení. Při upínání do obou čelistí postupujeme důkladně s důrazem na dosednutí obou tvarových ploch do sebe. Provedeme kontrolu kontaktu číselníkového úchylkoměru a spodní upínací čelisti a případně jeho seřízení.

Dalším bodem postupu je spuštění a nastavení parametrů zkoušky v uživatelském prostředí kde je provedena:

- volba portu teplotních čidel,
- volba použitých portů pro měření,
- název souboru s příponou *.txt,
- možnost zápisu poznámky do prvního řádku textového souboru,
- nastavení intervalu vzorkování protažení v sekundách.

Potvrzením intervalu snímání nastane otevření nastavených komunikačních portů a vyčkání na stisknutí klávesnice „Enter“.

Nyní lze provést zatížení zkušebních tělísek pomocí zámku a po zatížení všech zkušebních tělísek spustit snímání naměřených hodnot. Na začátku zkoušky provedeme zabezpečení proti nechtěnému doteku cizí osobou o závaží a průběžně kontrolujeme průběh zkoušky až do jejího konce.

Ukončení měření je provedeno stiskem kláves „CTRL+C“ a tím dojde k ukončení záznamu dat.

3.5.2 Metrologický postup pro měření krípu za zvýšené teploty

Tento postup vychází z postupu pro měření krípu za pokojové teploty s drobnými úpravami nutnými pro obsluhu teplotní komory.

Před upnutím vzorků je opět provedena kontrola celého zařízení, se zaměřením na kontrolu spojů, funkčnost záchytného mechanismu a zvedacího mechanismu. Dále je zde prováděna kontrola číselníkových úchylkoměrů, stavu jejich baterií, upnutí a připojení k počítači.

Podle vzorců pro výpočet závaží je proveden jejich výpočet na základě požadovaného zatížení, které je naváženo na vahách s rozlišitelností aspoň 1g. Vážení provádíme společně s nosnou tyčí a maticí zajišťující jeho polohu. Závaží je upnuto na páku, která je podepírána zvedacím mechanismem.

Po připravení závaží následuje kondicionování teplotní komory na požadovanou teplotu po dobu minimálně 20 minut s vnitřním rámem a spodními upínacími čelistmi. Následuje upnutí zkušebních tělísek do spodní a následně do horní upínací čelisti mimo teplotní komoru a její vracení zpět. Dobu upínání

mimo teplotní komoru se snažíme zkrátit na minimum z důvodu eliminace nehomogenního teplotního pole v komoře. Při upínání do obou čelistí postupujeme důkladně s důrazem na dosednutí obou tvarových ploch k sobě.

Dále provedíme zvednutí závaží pomocí zvedacího mechanismu se zajištěním otočných zámků vně i uvnitř teplotní komory současně. Zajištěním je provedeno nastavení kotouče měření a číselníkového úchylkoměru v horní mezní poloze.

Dalším bodem postupu je spuštění a nastavení parametrů zkoušky v uživatelském prostředí za současné teploty vzorků, po dobu minimálně 10 minut:

- volba použití externího teplotního čidla (pouze do 100°C),
- volba portu teplotních čidel,
- volba použití regulační jednotky,
- ověření nastavené teploty komory,
- volba portu regulační jednotky,
- volba použitých portů pro měření,
- název souboru s příponou *.txt,
- možnost zápisu poznámky do prvního řádku textového souboru,
- nastavení intervalu vzorkování protažení v sekundách.

Potvrzením intervalu snímání nastane otevření nastavených komunikačních portů vyčkáním na stisknutí klávesnice „Enter“.

Nyní lze po uplynutí doby kondicionování zkušebních vzorků provést zatížení zkušebních tělísek pomocí odlehčení zvedacího mechanismu při zajištěných zámcích táhel a spuštění snímání měřených hodnot. Na začátku zkoušky provedeme zabezpečení proti nechtěnému doteku cizí osobou o závaží a průběžně kontrolujeme průběh až do jejího konce.

Ukončení měření je provedeno stiskem kláves „CTRL+C“ a tím dojde k ukončení záznamu dat.

3.6 Měření krípu polymerních materiálů

Pro měření krípu byly vybrány tři polymerní materiály PA6 dodáván firmou Friseta pod obchodním názvem FRIANYL B63 V0 natur 1102V s materiálovými vlastnostmi ukazující Tabulka 3-2.

Tabulka 3-2 Materiálové vlastnosti PA6[38]

Vlastnost	Hodnota	Dle normy
Hustota [kg m^{-3}]	1200	ISO 1183
Index toku taveniny [$\text{g}/10\text{min}$](275°C 5kg)	130	ISO 1133
Pevnost v tahu [MPa]	80	ISO 527
Pevnost v tahu [MPa] (při porušení)	90	ISO 527
Ohybový modul [MPa]	90	ISO 178
Tažnost [%]	15	ISO 527
Rázová tahová houževnatost [kJ/m^2]	5	ISO 179/1eA
Tvrдость	135	ISO 2039-1

Druhým zkoumaným materiálem byl materiál HDPE od firmy DOW, která je prodává pod obchodním označením DOW HDPE 25055E s materiálovými vlastnostmi ukazující Tabulka 3-3.

Tabulka 3-3 Materiálové vlastnosti HDPE

Vlastnost	Hodnota	Dle normy
Hustota [kg m^{-3}]	953	ASTM D792
Index toku taveniny [$\text{g}/10\text{min}$] (190°C .2,16kg)	25	ISO 1133
Pevnost v tahu [MPa]	25	ASTM D638
Pevnost v tahu [MPa] (při porušení)	27	ASTM D638
Ohybový modul [MPa]	870	ASTM D790
Tažnost [%]	200	ASTM D638
Rázová tahová houževnatost [kJ m]	55	ASTM D1822
Tvrдость Shore [Shore D]	65	ISO 868
Teplota měknutí dle Vicata [$^\circ\text{C}$]	124	ISO 306

Posledním zkoumaným materiálem bylo LDPE dodávané rovněž od společnosti DOW pod označením DOW LDPE 780E. S materiálovými vlastnostmi odečtené z materiálového listu uvádí Tabulka 3-4.

Tabulka 3-4 Materiálové vlastnosti LDPE

Vlastnost	Hodnota	Dle normy
Hustota [kg m^{-3}]	914-928	ASTM D792
Index toku taveniny [$\text{g}/10 \text{ min}$] (190°C 2,16kg)	0,1 – 70	ISO 1133
Pevnost v tahu [MPa]	8	ISO 527-1,2
Pevnost v tahu [MPa] (při porušení)	11	ISO 527-1,2
Tažnost [%]	700	ASTM D882
Rázová tahová houževnatost [kJ m]	286	ISO 8256
Tvrдость Shore [Shore D]	49	ISO 868
Teplota měknutí dle Vicata [$^\circ\text{C}$]	93	ASTM D1525

Tvar zkušebních tělísek je zvolen dle normy ČSN EN ISO 527-2 typ 1BA a byly zhotoveny na vstřikovacím stroji ARBURG ALLROUDER 170U při procesních parametrech uvádí Tabulka 3-5.

Tabulka 3-5 Procesní podmínky

Parametry	HDPE	LDPE	PA6
Dráha dávkování [mm]	48	48	48
Teplota formy [$^\circ\text{C}$]	40	40	90
Teplota vstupního pásma [$^\circ\text{C}$]	180	170	260
Teplota přechodového pásma [$^\circ\text{C}$]	190	180	270
Teplota výstupního pásma [$^\circ\text{C}$]	195	185	285
Teplota trysky [$^\circ\text{C}$]	200	190	290
Vstřikovací rychlost [mm/s]	40	40	40
Vstřikovací tlak [MPa]	60	60	80
Dotlak [MPa]	40	40	60
Doba dotlaku [s]	35	35	20

Zkušební tělíska byla radiačně sítovaná ve společnosti Beta-Gamma-Service GmbH & Co (BGS www.bgs.eu), KG v Německu, kde byly exponovány beta zářením. Zdrojem záření zde byl elektronový urychlovač s maximální energií 10MeV. Dávky záření zde byly zvoleny 33kGy, 66kGy, 99kGy, 132kGy, 165kGy a 198kGy, kdy se jeden průjezd zařízením rovnal dávce 33kGy.



Obr. 3.20: Ozařování vzorků[30]

Všechny vzorky byly od zhotovení na vstřikovacím stroji, až do doby provedení vlastní zkoušky uchovávány v neprodyšných obalech a uloženy v teplotně stálém prostředí bez přístupu slunečního záření.

3.6.1 Podmínky měření

U vybraných polymerních materiálů byly jako referenční vzorky použity čisté materiály bez přídavku síťovacího činidla a radiačně nemodifikované. Na těchto zkušebních tělesech byly provedeny tahové křivky pro zjištění hodnoty meze lineární deformace. Na základě této hodnoty bylo experimentálně stanoveno zatížení, aplikované při křípové zkoušce testovaného materiálu.

Pro materiál PA6 byla stanovena hodnota napětí na začátku zkoušky 22,89 MPa. Z této hodnoty a velikosti průřezu jednotlivých zkušebních těles byly vypočteny zatěžující síly, které byly dosaženy do rovnic zatížení pro jednotlivé mechanismy. Touto hodnotou pak byly zkušební tělíska zatížena při teplotě prostředí zkoušky $23\pm 2^\circ\text{C}$.

Materiál HDPE byl zatížen při všech prováděných zkouškách počátečním napětím 5,29 MPa, ze kterého byly dopočítány hodnoty závaží pro jednotlivé mechanismy. Podmínky prostředí při pokojové teplotě byly opět $23\pm 2^\circ\text{C}$ a při zvýšené teplotě byla teplota prostředí $80\pm 2^\circ\text{C}$.

Pro poslední zkoušený materiál LDPE bylo zvoleno počáteční napětí 1,33 MPa pouze při teplotě zkoušky v teplotní komoře $80\pm 2^\circ\text{C}$, měření za pokojové teploty pro tento materiál nebylo realizováno.

Délka prováděných zkoušek byla vzhledem k časové náročnosti stanovena u zkoušek při pokojové teplotě 1000 hodin (pro PA6) a 200 hodin (pro HDPE). U zkoušek při teplotě 80°C byly všechny zkoušky prováděny po dobu 24 hodin.

Jako vzorkovací čas byly použity hodnoty 60 sekund pro zkoušky prováděné za pokojové teploty a 5 sekund u zkoušek prováděných za zvýšené teploty.

Zkušební tělíska použitá pro zkoušku krípem za pokojové teploty byla vždy umístěna minimálně po dobu 24 hodin v prostorách prováděné zkoušky za účelem kondicionování. Tělíska určená pro zkoušku krípem za zvýšené teploty byla kondicionována po dobu 10 minut v teplotní komoře před zahájením zkoušky.

3.6.2 Zpracování výsledků (zpracování dat)

Zpracování výsledků dat je zaměřeno především na jejich správné formátování, které je vhodné pro zpracování ve statistickém programu Minitab v14. Výsledkem zkoušky krípem je textový soubor obsahující poznámku k měření na prvním řádku, na druhém řádku hlavičku zapisovaných údajů, za kterou následují měřená data. Ukázka výstupu ze zkoušky při pokojové teplotě je možné vidět na Obr. 3.21.

Rok,mes,den,hod,min,s	cas (s)	COM1	COM2	COM3	COM4	COM5	COM6	COM7	COM8
2012,3,23,10,58,52	0	+1,555	+1,178	+1,233	+1,169	+1,221	+1,558	+1,335	+1,030
2012,3,23,10,59,52	60	+1,719	+1,391	+1,421	+1,453	+1,428	+1,716	+1,481	+1,195
2012,3,23,11,0,52	120	+1,797	+1,467	+1,500	+1,545	+1,517	+1,787	+1,552	+1,278
2012,3,23,11,1,52	180	+1,851	+1,517	+1,554	+1,608	+1,578	+1,837	+1,603	+1,336
2012,3,23,11,2,52	240	+1,896	+1,557	+1,596	+1,659	+1,626	+1,875	+1,643	+1,383
2012,3,23,11,3,52	300	+1,933	+1,590	+1,632	+1,700	+1,666	+1,909	+1,679	+1,423
2012,3,23,11,4,52	360	+1,965	+1,619	+1,662	+1,736	+1,700	+1,937	+1,708	+1,457
2012,3,23,11,5,52	420	+1,994	+1,644	+1,689	+1,768	+1,731	+1,963	+1,734	+1,488
2012,3,23,11,6,52	480	+2,020	+1,668	+1,713	+1,797	+1,760	+1,985	+1,758	+1,516
2012,3,23,11,7,52	540	+2,043	+1,688	+1,735	+1,824	+1,785	+2,005	+1,779	+1,541
2012,3,23,11,8,52	600	+2,065	+1,707	+1,757	+1,848	+1,808	+2,024	+1,799	+1,564
2012,3,23,11,9,52	660	+2,085	+1,725	+1,776	+1,870	+1,830	+2,041	+1,818	+1,585
2012,3,23,11,10,52	720	+2,104	+1,743	+1,793	+1,892	+1,850	+2,057	+1,835	+1,606
2012,3,23,11,11,52	780	+2,122	+1,759	+1,810	+1,912	+1,869	+2,072	+1,851	+1,625
2012,3,23,11,12,52	840	+2,139	+1,774	+1,825	+1,930	+1,887	+2,087	+1,867	+1,643
2012,3,23,11,13,52	900	+2,155	+1,788	+1,840	+1,949	+1,904	+2,100	+1,881	+1,661
2012,3,23,11,14,52	960	+2,170	+1,801	+1,853	+1,965	+1,920	+2,113	+1,895	+1,677
2012,3,23,11,15,52	1020	+2,185	+1,815	+1,866	+1,982	+1,936	+2,125	+1,908	+1,692
2012,3,23,11,16,52	1080	+2,199	+1,827	+1,879	+1,997	+1,950	+2,137	+1,920	+1,707
2012,3,23,11,17,52	1140	+2,212	+1,838	+1,890	+2,012	+1,964	+2,148	+1,933	+1,721

Obr. 3.21: Záznam v *.txt souboru

Jak si můžeme všimnout tak v čase $t = 0$ sekund není protažení jednotlivých vzorků vynulováno, což je způsobeno předzatížením a individuálním nastavením jednotlivých držáků úchylkoměrů. Tyto hodnoty slouží zároveň pro kontrolu polohy měřeného rozměru v rozsahu použitého číselníkového úchylkoměru.

Vzhledem k množství nasnímaných dat a opakujícím se operacím při zpracování těchto textových souborů bylo využito možností Sady Microsoft Office a prostředí Microsoft Visual Basic. V tomto prostředí byla napsána makra pro zpracování textových dokumentů umožňující přímý výstup do programu Minitab. Takto prováděné zpracování dat je tedy zcela automatické s minimální možností chyby operátora při zpracování dat.

Program pro zpracování dat zkoušky krípem za zvýšené teploty navíc umožňuje tvorbu výsledných sad pro lepší archivaci a pozdější využití.

Ukázka uživatelského prostředí je zobrazena v Obr. 3.22 kde jsou zeleně označeny buňky, pomocí kterých provede uživatel nastavení výpočtu a čtení zdrojových textových souborů. Název pro uložení, ke kterému je automaticky připojeno datum zahájení výpočtu. Po zahájení výpočtu provede program kontrolu nastavení cesty, názvů souborů a o výsledku informuje uživatele. Poté program spustí sekvenci výpočtu, v jejichž průběhu pravidelně ukládá data. Po skončení výpočtu je uživatel seznámen s počtem nalezených chyb při komunikaci s regulační jednotkou, které jsou ale pouze informativní a nemají žádný vliv na regulaci teploty.

	A	B	C	D	E
1					
2		Cesta bez lomítka:		Název pro uložení + datum:	
3		C:\Vypocty\HDPE		HDPE_99-165	
4	Udelej	Celá cesta včetně názvu s příponou	Počet nul	Název	
5		1 HDPE_99kGy_80_1-2_A.txt	13	HDPE_99kGy_80_1-2_A	
6		2 HDPE_99kGy_80_1-2_B.txt	37	HDPE_99kGy_80_1-2_B	
7		3 HDPE_99kGy_80_1-2_C.txt	30	HDPE_99kGy_80_1-2_C	
8		4 HDPE_132kGy_80_1-2_A.txt	20	HDPE_132kGy_80_1-2_A	
9		5 HDPE_132kGy_80_1-2_B.txt	18	HDPE_132kGy_80_1-2_B	
10		6 HDPE_132kGy_80_1-2_C.txt	20	HDPE_132kGy_80_1-2_C	
11		7 HDPE_165kGy_80_1-2_A.txt	23	HDPE_165kGy_80_1-2_A	
12		8 HDPE_165kGy_80_1-2_B.txt	9	HDPE_165kGy_80_1-2_B	
13		9 HDPE_165kGy_80_1-2_C.txt	13	HDPE_165kGy_80_1-2_C	
14					
15					

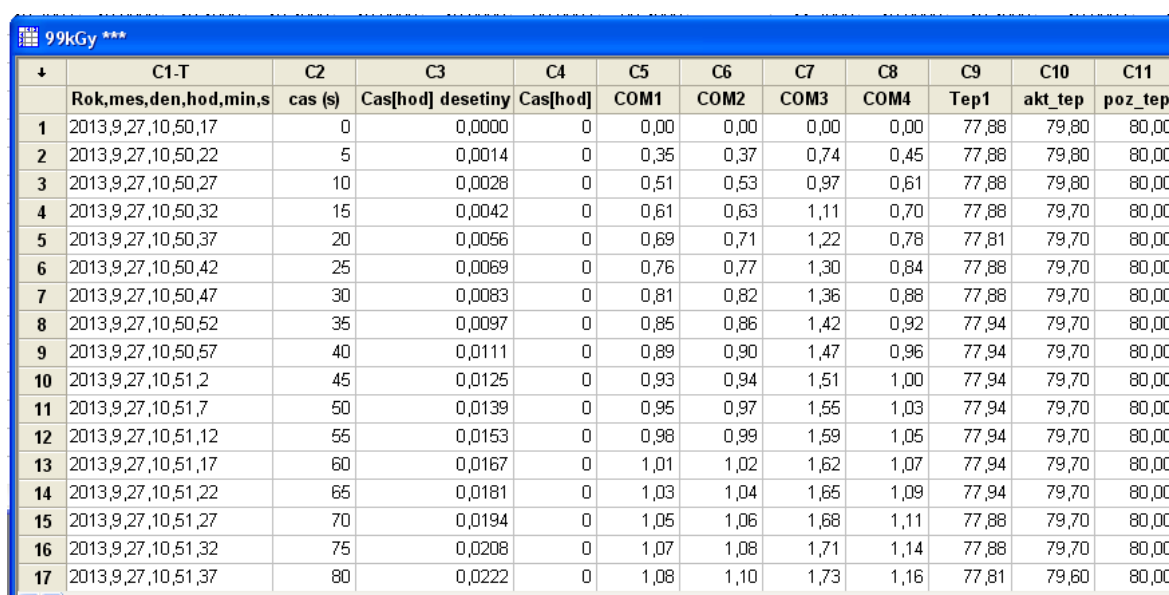
Obr. 3.22: Uživatelské prostředí Excel

Výstup takto zpracovaných dat můžeme vidět na Obr. 3.23, kde je již vynu-
lována hodnota protažení v čase $t = 0$ sekund. V návaznosti na ni jsou pak pře-
počtena všechna data v daném sloupci. Sloupce jsou rovněž doplněny o přepo-
čet času na hodiny.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	HDPE DOW, 99kGy A, 25055E, teplota 80C, paka	Původn			4,06	3,23	3,74	3,88			
2	Rok,mes,den,hod,min,s	cas (s)	Cas[hoc	Cas[hoc	COM1	COM2	COM3	COM4	Tep1	akt_tep	poz_tep
3	2013,9,27,10,50,17	0	0,000	0	0,00	0,00	0,00	0,00	77,88	79,80	80,00
4	2013,9,27,10,50,22	5	0,001	0	0,35	0,37	0,74	0,45	77,88	79,80	80,00
5	2013,9,27,10,50,27	10	0,003	0	0,51	0,53	0,97	0,61	77,88	79,80	80,00
6	2013,9,27,10,50,32	15	0,004	0	0,61	0,63	1,11	0,70	77,88	79,70	80,00
7	2013,9,27,10,50,37	20	0,006	0	0,69	0,71	1,22	0,78	77,81	79,70	80,00
8	2013,9,27,10,50,42	25	0,007	0	0,76	0,77	1,30	0,84	77,88	79,70	80,00
9	2013,9,27,10,50,47	30	0,008	0	0,81	0,82	1,36	0,88	77,88	79,70	80,00
10	2013,9,27,10,50,52	35	0,010	0	0,85	0,86	1,42	0,92	77,94	79,70	80,00
11	2013,9,27,10,50,57	40	0,011	0	0,89	0,90	1,47	0,96	77,94	79,70	80,00
12	2013,9,27,10,51,2	45	0,013	0	0,93	0,94	1,51	1,00	77,94	79,70	80,00
13	2013,9,27,10,51,7	50	0,014	0	0,95	0,97	1,55	1,03	77,94	79,70	80,00
14	2013,9,27,10,51,12	55	0,015	0	0,98	0,99	1,59	1,05	77,94	79,70	80,00
15	2013,9,27,10,51,17	60	0,017	0	1,01	1,02	1,62	1,07	77,94	79,70	80,00
16	2013,9,27,10,51,22	65	0,018	0	1,03	1,04	1,65	1,09	77,94	79,70	80,00
17	2013,9,27,10,51,27	70	0,019	0	1,05	1,06	1,68	1,11	77,88	79,70	80,00

Obr. 3.23: Konečné zpracování dat

Takto zpracovaná data jsou připravena pro statistické zpracování v programu Minitab v14.

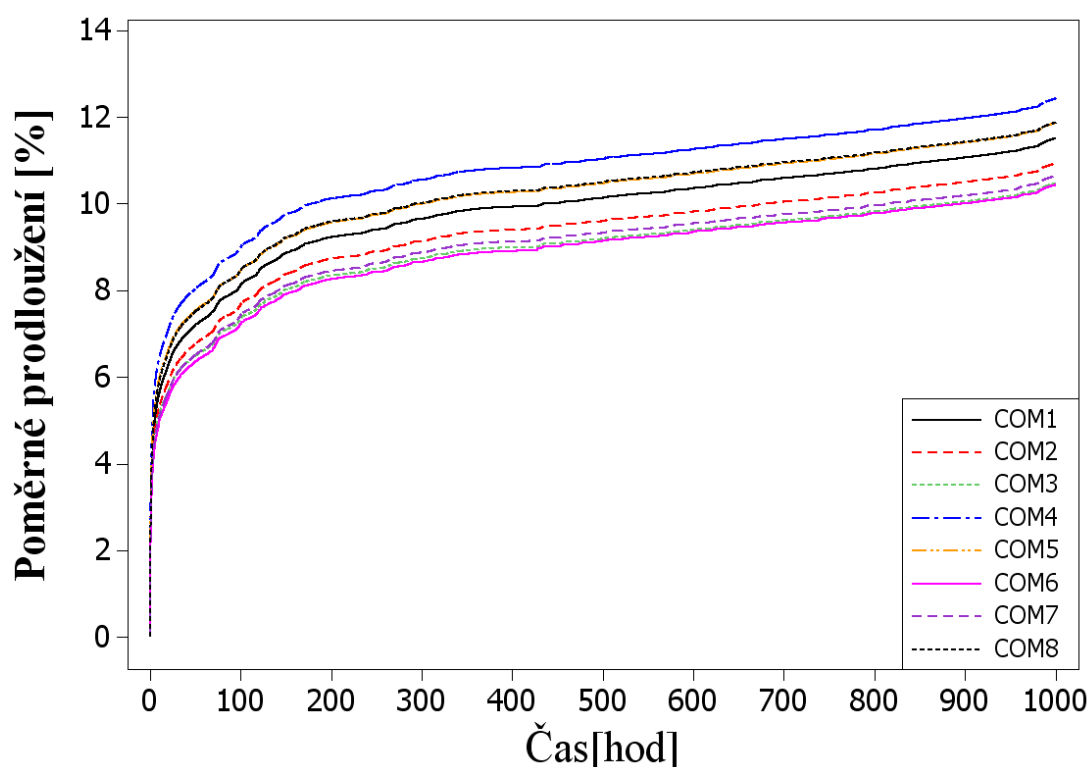


	C1-T	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11
	Rok,mes,den,hod,min,s	cas (s)	Cas[hod] desetiny	Cas[hod]	COM1	COM2	COM3	COM4	Tep1	akt_tep	poz_tep
1	2013,9,27,10,50,17	0	0,0000	0	0,00	0,00	0,00	0,00	77,88	79,80	80,00
2	2013,9,27,10,50,22	5	0,0014	0	0,35	0,37	0,74	0,45	77,88	79,80	80,00
3	2013,9,27,10,50,27	10	0,0028	0	0,51	0,53	0,97	0,61	77,88	79,80	80,00
4	2013,9,27,10,50,32	15	0,0042	0	0,61	0,63	1,11	0,70	77,88	79,70	80,00
5	2013,9,27,10,50,37	20	0,0056	0	0,69	0,71	1,22	0,78	77,81	79,70	80,00
6	2013,9,27,10,50,42	25	0,0069	0	0,76	0,77	1,30	0,84	77,88	79,70	80,00
7	2013,9,27,10,50,47	30	0,0083	0	0,81	0,82	1,36	0,88	77,88	79,70	80,00
8	2013,9,27,10,50,52	35	0,0097	0	0,85	0,86	1,42	0,92	77,94	79,70	80,00
9	2013,9,27,10,50,57	40	0,0111	0	0,89	0,90	1,47	0,96	77,94	79,70	80,00
10	2013,9,27,10,51,2	45	0,0125	0	0,93	0,94	1,51	1,00	77,94	79,70	80,00
11	2013,9,27,10,51,7	50	0,0139	0	0,95	0,97	1,55	1,03	77,94	79,70	80,00
12	2013,9,27,10,51,12	55	0,0153	0	0,98	0,99	1,59	1,05	77,94	79,70	80,00
13	2013,9,27,10,51,17	60	0,0167	0	1,01	1,02	1,62	1,07	77,94	79,70	80,00
14	2013,9,27,10,51,22	65	0,0181	0	1,03	1,04	1,65	1,09	77,94	79,70	80,00
15	2013,9,27,10,51,27	70	0,0194	0	1,05	1,06	1,68	1,11	77,88	79,70	80,00
16	2013,9,27,10,51,32	75	0,0208	0	1,07	1,08	1,71	1,14	77,88	79,70	80,00
17	2013,9,27,10,51,37	80	0,0222	0	1,08	1,10	1,73	1,16	77,81	79,60	80,00

Obr. 3.24: Ukázka zpracování dat v programu Minitab

3.7 Statistické vyhodnocení měření krípu

Statistické vyhodnocení naměřených dat kríповých zkoušek je zaměřeno na kontrolu naměřených dat s důrazem na popis výsledků a jejich analýzu během prováděných měření. Ukázku výsledku jedné kríповé zkoušky neozářeného PA6 pro osm zkušebních těles můžeme vidět v Obr. 3.25.



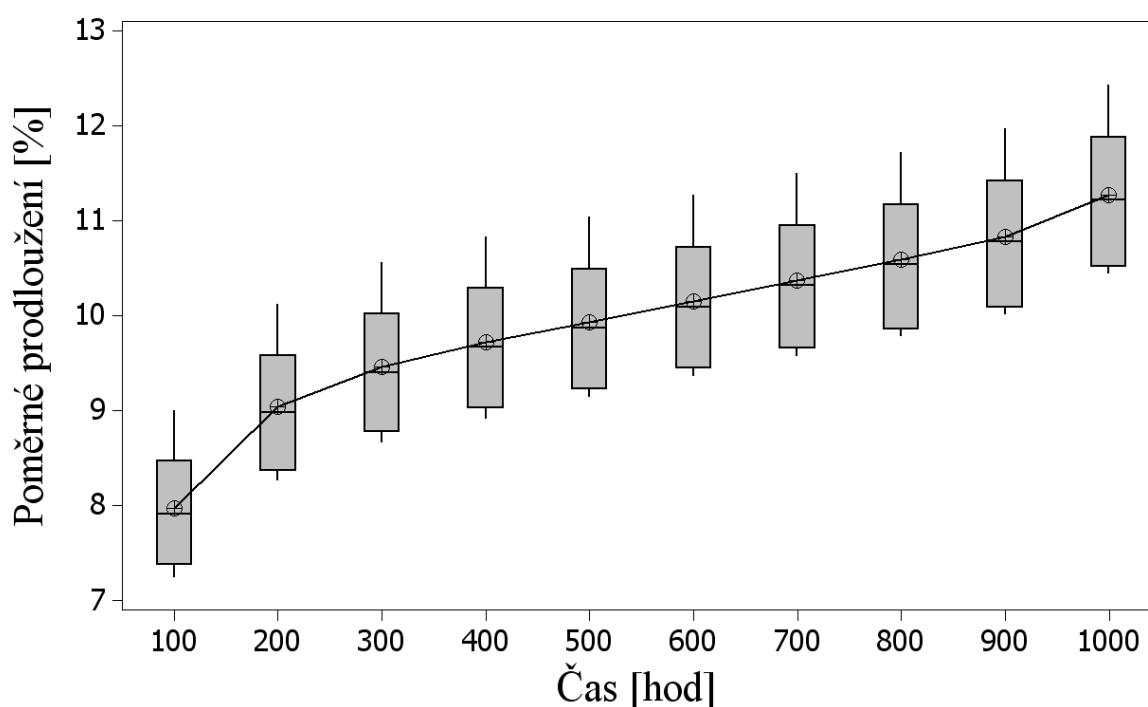
Obr. 3.25: Křivky poměrného prodloužení pro PA6 0kGy

V Obr. 3.26 jsou dobře viditelné krípkové křivky pro jednotlivé zkušební pozice. Přibližně stejný průběh křivek v celém rozsahu měření od 0 do 1000 hodin ukazuje na stejný nebo velmi podobný průběh tečení polymeru. V primární části krípu (do času 200 hodin) jsou viditelné různé hodnoty směrnic tečení. Po přechodu na sekundární část tečení (od 200 hodin) lze u všech těles pozorovat přibližně stejný nárůst protažení o 2,1% v časovém intervalu 800 hodin.

Pro lepší charakteristický popis dat jsou křivky relativního prodloužení zobrazeny v Boxplotových grafech v intervalech 100 hodin (resp. 20 hodin a 3 hodiny). Příмка spojující symboly odhadu aritmetického průměru ukazuje jejich trend v čase.

3.7.1 Vyhodnocení dat pro PA6

Naměřená data neozářeného a radiačně síťovaného PA6 jsou součástí příloh B až H. Z těchto dat byl vybrán neozářený radiačně síťovaný materiál, který je podrobněji zkoumán. Tvar a poloha jeho Boxplotových grafů jsou na Obr. 3.26 doplněny o tabulku hodnot Tabulka 3-6.



Obr. 3.26: Boxplotové grafy pro PA6 0kGy

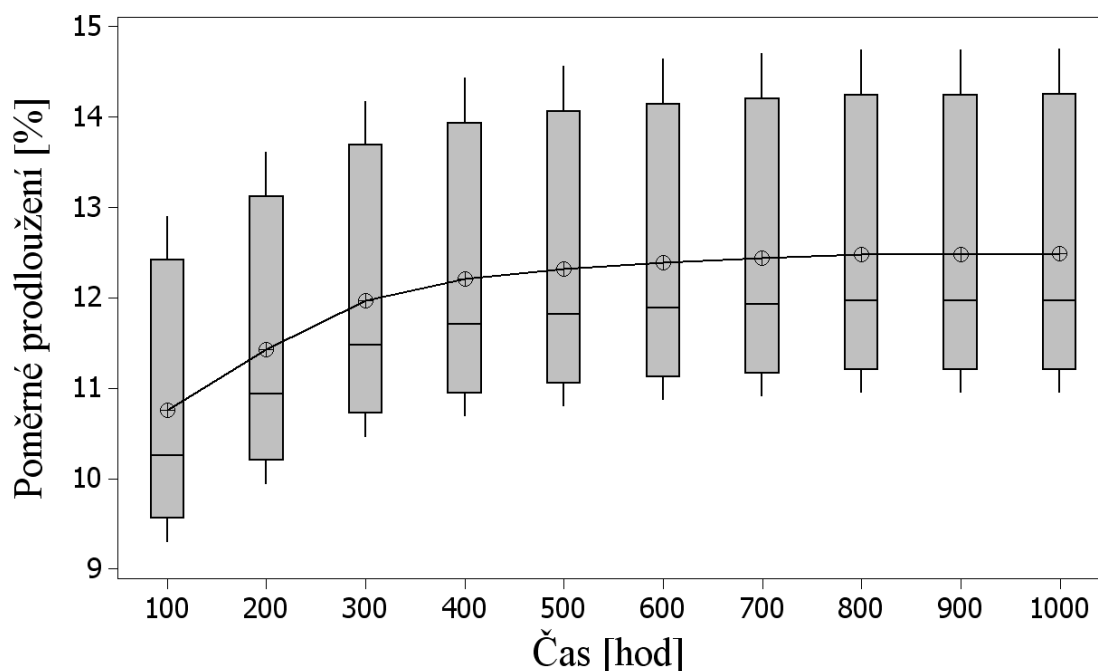
Nízké hodnoty šikmosti naměřených dat v celém rozsahu měření 100 až 1000 hodin jsou dokázány stejnými polohami odhadů aritmetických průměrů a mediánů poměrných prodloužení (pojmem poloha je v tomto případě myšleno, že maximální rozdíl mezi polohou odhadu aritmetického průměru a mediánu je řádově v setinách procenta). Rostoucí přímka středních hodnot má od času 300 hodin přibližně stejnou směrnici a odhad aritmetického průměru celkové relativní prodloužení při této zkoušce činí 11,28% vztažené k původní délce těles.

Tabulka 3-6 Statistické parametry pro PA6 0kGy

Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	7,97	0,23	0,64	8,04	7,91	1,76
200	8	9,04	0,24	0,69	7,63	8,98	1,86
300	8	9,46	0,25	0,70	7,43	9,40	1,90
400	8	9,72	0,25	0,71	7,31	9,67	1,92
500	8	9,93	0,25	0,71	7,13	9,87	1,89
600	8	10,15	0,25	0,72	7,04	10,09	1,91
700	8	10,38	0,26	0,73	6,99	10,33	1,93
800	8	10,59	0,26	0,73	6,90	10,54	1,94
900	8	10,83	0,26	0,74	6,85	10,79	1,96
1000	8	11,28	0,27	0,75	6,68	11,23	1,99

Rozptyly poměrného prodloužení vyskytujících se v prvním a druhém kvartilu vykazují nižší hodnoty než hodnoty rozptylů poměrného prodloužení ve třetím a čtvrtém kvartilu. Variační koeficienty, které uvádí

Tabulka 3-6 vyjadřují relativně dobrou stabilitu během celé zkoušky, kde se pohybovaly v rozmezí 6,68% - pro čas 1000 hodin až po 8,04% pro čas 100 hodin.



Obr. 3.27: Boxplotové grafy pro PA6 165kGy

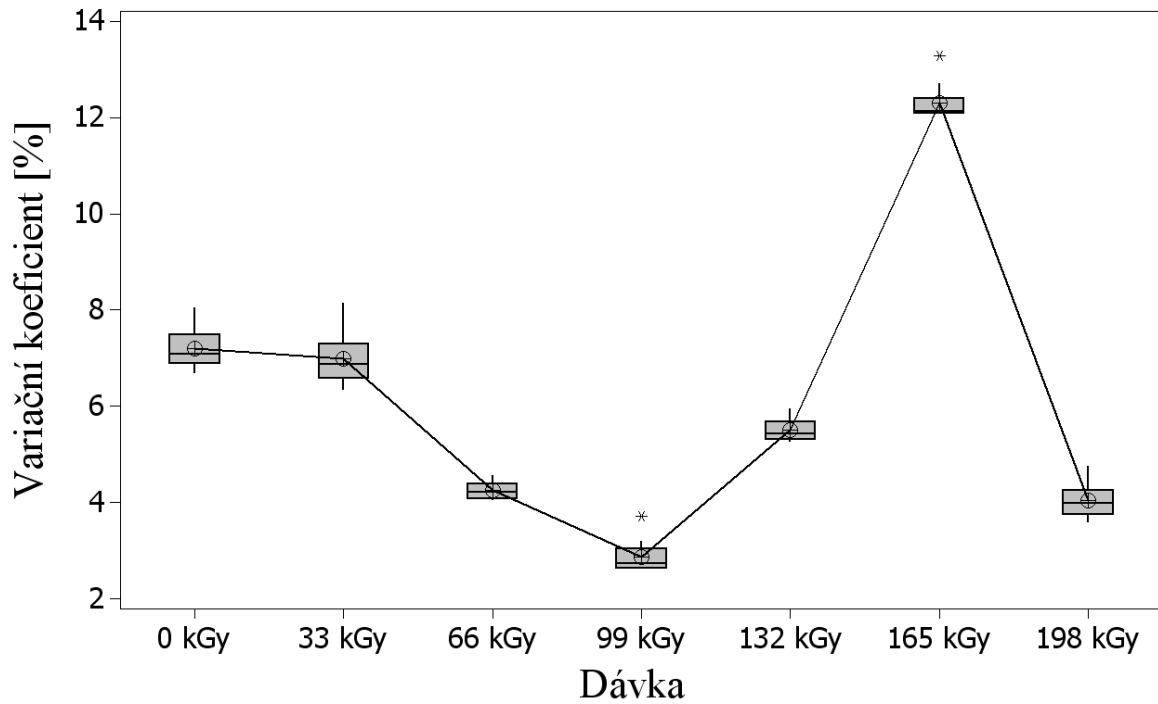
V Obr. 3.27 šikmost naměřených dat vzrostla v celém průběhu a ukazuje na odklon polohy odhadů aritmetických průměrů a odhadů mediánů poměrných prodloužení o 0,5%. Na spojnici trendu odhadů aritmetických průměrů lze opět pozorovat primární část křivky, v které do času 400 hodin proběhlo 97% celkového poměrného prodloužení.

Tabulka 3-7 Statistické parametry pro PA6 165kGy

Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	10,76	0,51	1,43	13,28	10,26	3,62
200	8	11,43	0,51	1,45	12,71	10,94	3,68
300	8	11,97	0,52	1,47	12,30	11,48	3,72
400	8	12,21	0,52	1,48	12,14	11,71	3,74
500	8	12,32	0,53	1,49	12,12	11,82	3,77
600	8	12,39	0,53	1,50	12,09	11,89	3,78
700	8	12,44	0,53	1,51	12,13	11,93	3,80
800	8	12,48	0,53	1,51	12,10	11,97	3,80
900	8	12,48	0,53	1,51	12,10	11,97	3,80
1000	8	12,49	0,54	1,52	12,13	11,97	3,81

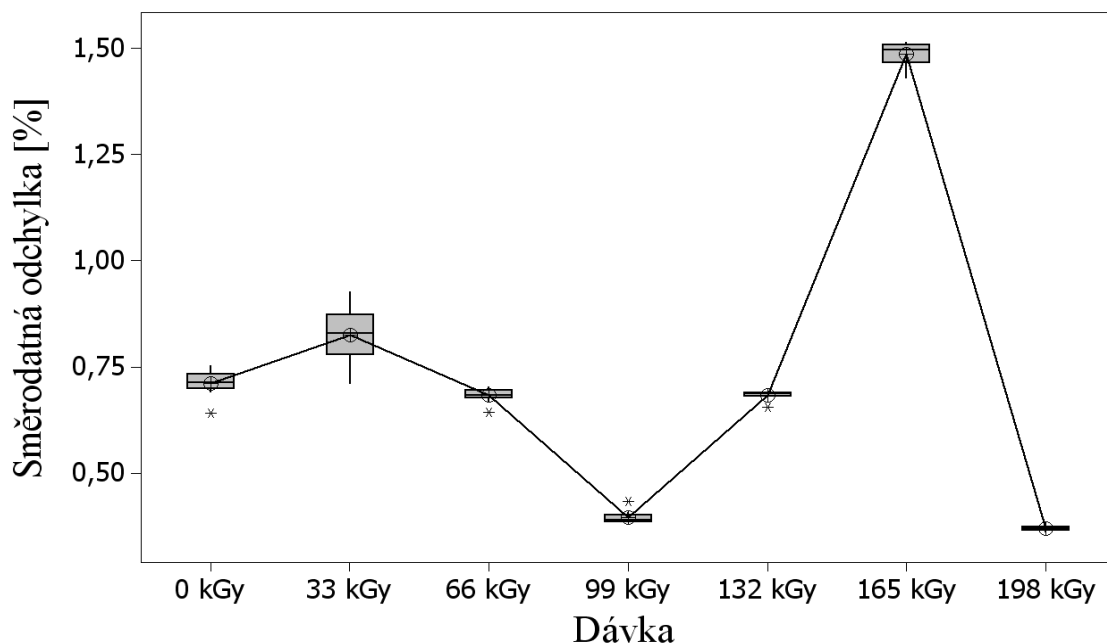
Rozptyly poměrného prodloužení zobrazené v Obr. 3.27 vyskytující se během celé zkoušky v prvním a druhém kvartilu vykazují nižší hodnoty roz-

ptylu poměrného prodloužení než ve třetím a čtvrtém kvartilu. Variační koeficienty nad hranicí 10% ukazují zvýšený rozdíl odhadů středních hodnot, který činí 0,5% z celkového poměrného protažení.



Obr. 3.28: Variační koeficienty pro PA6

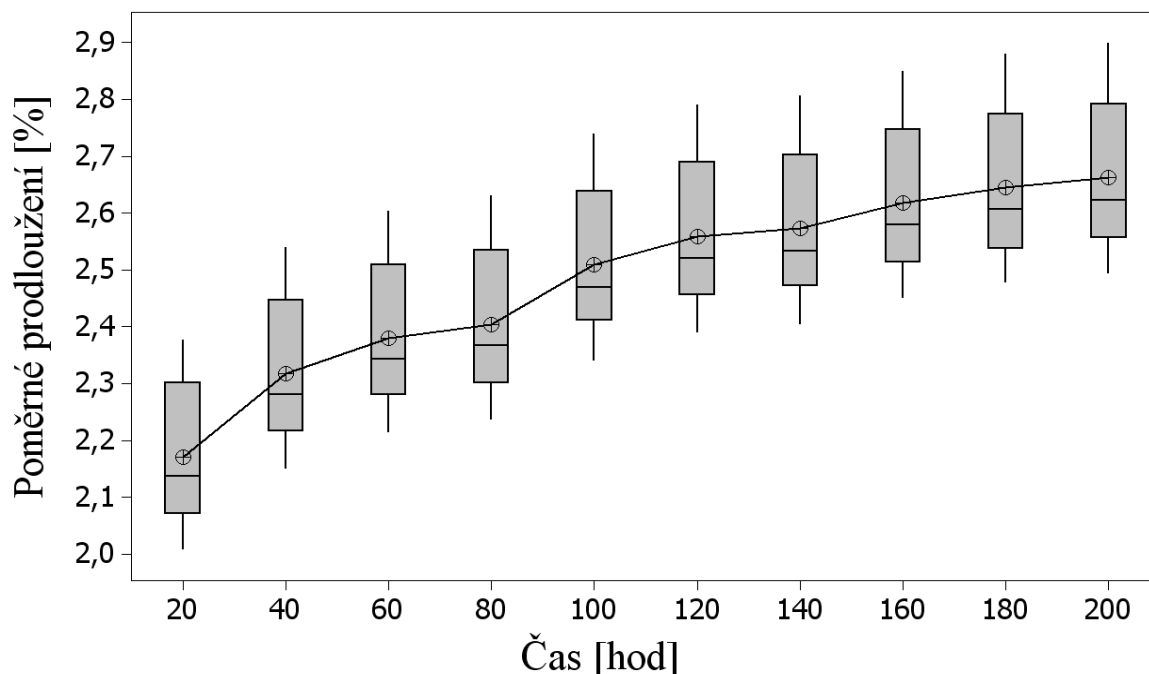
V boxplotových grafech odhadů variačních koeficientů PA6 (Obr. 3.28) a odhadů směrodatných odchylek (Obr. 3.29) není zřejmý žádný statistický trend. V obou grafech se u jednotlivých dávek záření vyskytují hodnoty vyšší než 1,5 IQR což značí, značnou variabilitu zkušebního tělíska, a tím i nezbytnost využití intervalového hodnocení zkoušek krípu. V obou grafech je možné pozorovat posunutí boxplotového grafu pro dávku 165 kGy a to na hodnotu 12 % odhadu variačního koeficientu, který je ve srovnání s průměrnou hodnotou ostatních dávek více jak dvojnásobný. Stejné chování lze pozorovat u grafu odhadu směrodatné odchylky, kde je nárůst z průměrné hodnoty 0,6% na hodnotu 1,5% rovněž více jak dvojnásobný.



Obr. 3.29: Směrodatná odchylka pro PA6

3.7.2 Vyhodnocení dat pro HDPE při pokojové teplotě

Pro podrobnou analýzu dat u materiálu HDPE testovaného při pokojové teplotě byly z jednotlivých měření uvedených v přílohách I - O vybrány dávky 33 kGy a 165 kGy, které prokazovaly nejvyšší a nejnižší hodnoty odhadů variačních koeficientů v porovnání s ostatními dávkami záření.



Obr. 3.30: Boxplotové grafy pro HDPE 33kGy

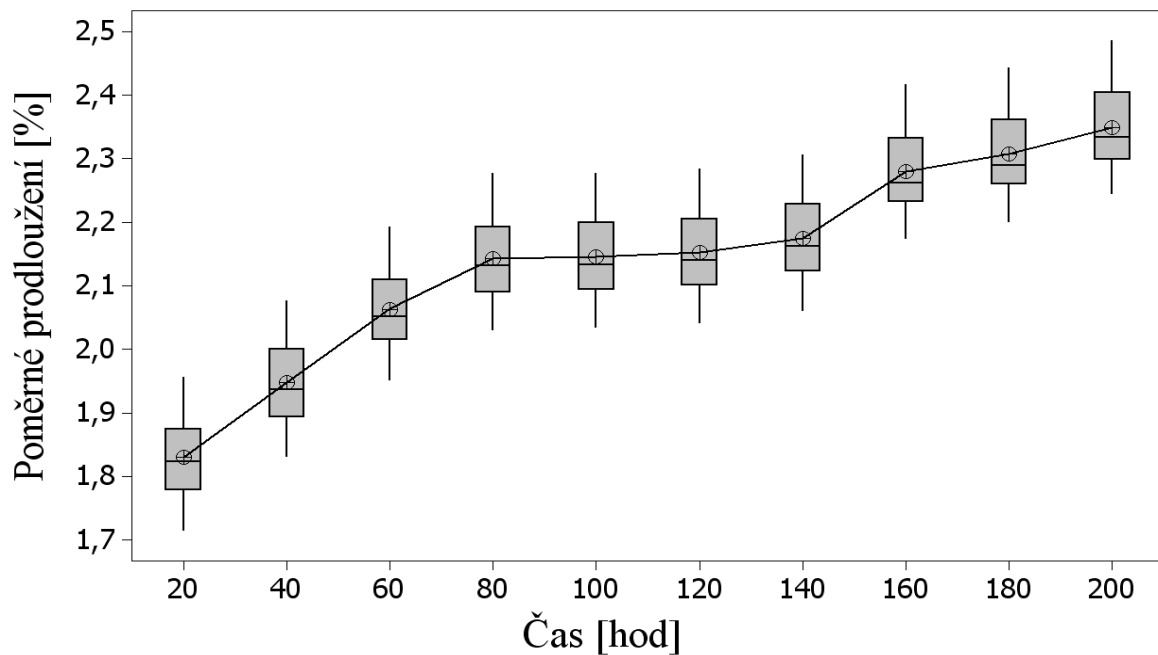
Vzájemná poloha odhadů mediánů a odhadů aritmetických průměrů neprokazuje v celém časovém úseku výrazných změn při zachování posunutí 0,04%

poměrného prodloužení. Trend přírůstku odhadu středních hodnot poměrného prodloužení je poměrně stálý 0,04% za 20 hodin. Rozpětí hodnot v prvním a druhém kvartilu je opět ve všech kontrolovaných časech o polovinu nižší, (Obr. 3.30) v porovnání s rozpětím hodnot ve čtvrtém a třetím kvartilu, ve kterém se rovněž nachází vychýlená hodnota odhadu aritmetického průměru. Celkové poměrné protažení v tomto případě tedy činí 2,6%.

Tabulka 3-8 Statistické parametry pro HDPE 33kGy

Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	2,17	0,05	0,13	5,96	2,14	0,37
40	8	2,32	0,05	0,13	5,78	2,28	0,39
60	8	2,38	0,05	0,13	5,63	2,34	0,39
80	8	2,40	0,05	0,14	5,63	2,37	0,39
100	8	2,51	0,05	0,14	5,41	2,47	0,40
120	8	2,56	0,05	0,14	5,35	2,52	0,40
140	8	2,57	0,05	0,14	5,33	2,53	0,40
160	8	2,62	0,05	0,14	5,23	2,58	0,40
180	8	2,65	0,05	0,14	5,22	2,61	0,40
200	8	2,66	0,05	0,14	5,21	2,62	0,41

Odhad variačního koeficientu uvedeného v Tabulka 3-8 pohybující se v rozmezí 5,21% až 5,96% v čase prokazují nepřímo úměrnou závislost s hodnotami odhadu aritmetického průměru a odhadu mediánu čímž byly potvrzeny závěry grafického řešení.



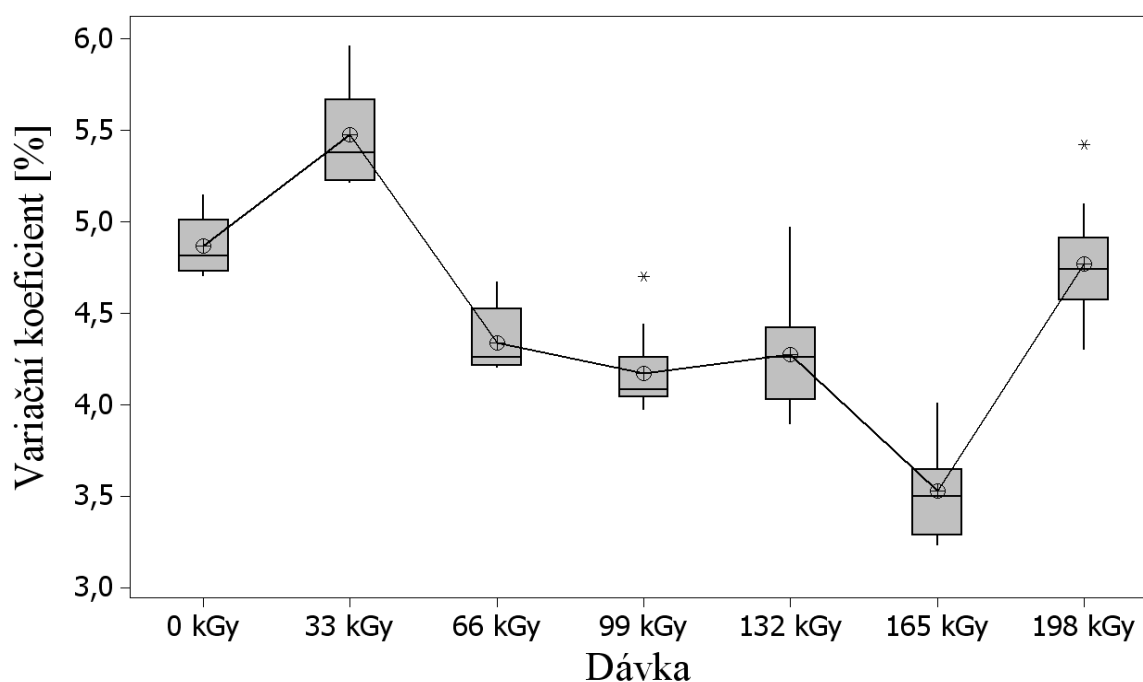
Obr. 3.31: Boxplotové grafy pro HDPE 165kGy

Boxplotové grafy pro HDPE ozářené dávkou 165 kGy (Obr. 3.31) ukazují na rovnoměrné rozložení všech osmy křivek kolem středních hodnot především v primární fázi zkoušky. V sekundární části (přibližně od 100 hodin) lze pozorovat mírně se zvětšující rozsah ve třetím a čtvrtém kvartilu, který ovlivnil posun křivky odhadu aritmetického průměru k vyšším hodnotám, jak je potvrzeno i v následující tabulce (Tabulka 3-9).

Tabulka 3-9 Statistické parametry pro HDPE 165kGy

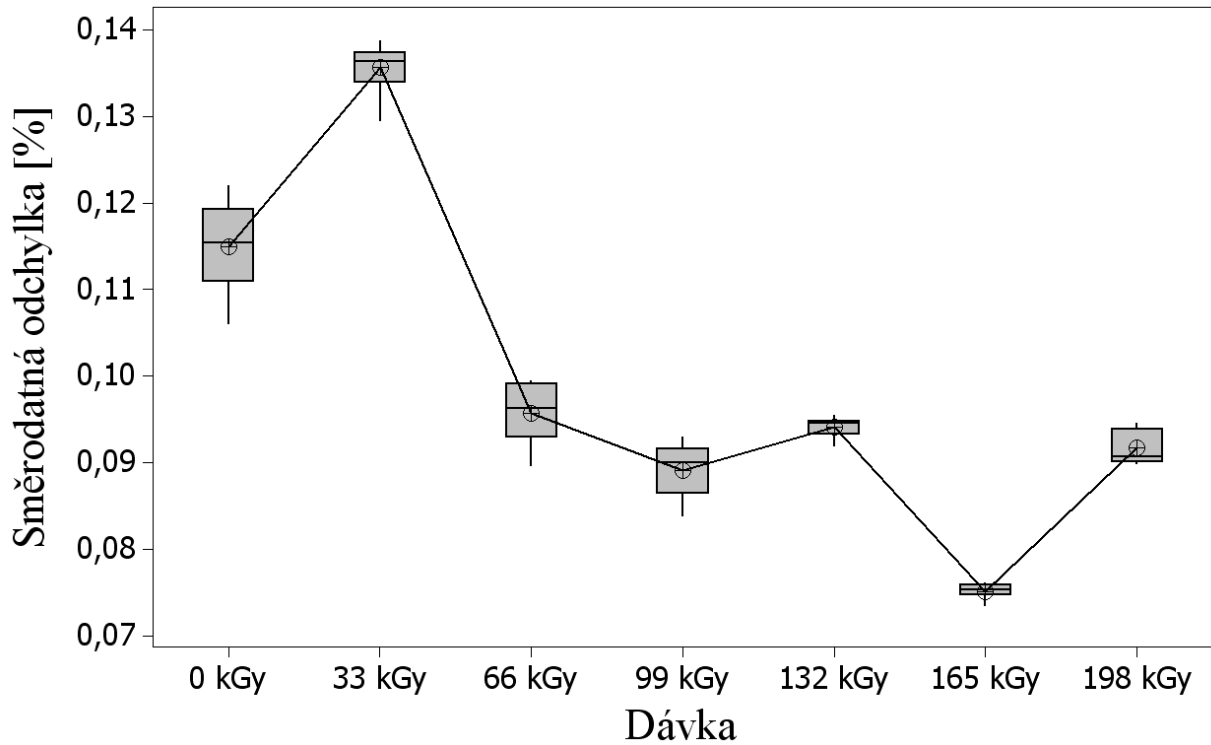
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	1,83	0,03	0,07	4,01	1,82	0,24
40	8	1,95	0,03	0,08	3,90	1,94	0,25
60	8	2,06	0,03	0,07	3,56	2,05	0,24
80	8	2,14	0,03	0,08	3,52	2,13	0,25
100	8	2,15	0,03	0,08	3,50	2,13	0,24
120	8	2,15	0,03	0,08	3,49	2,14	0,24
140	8	2,18	0,03	0,08	3,50	2,16	0,25
160	8	2,28	0,03	0,08	3,30	2,26	0,24
180	8	2,31	0,03	0,08	3,26	2,29	0,24
200	8	2,35	0,03	0,08	3,23	2,33	0,24

Tabulka 3-9 ukazuje možnost odečíst konstantní nejistotu chyby typu A, která má hodnotu 0,03%. Tato hodnota společně s hodnotou odhadu směrodatné odchylky ukazuje na dobrou opakovatelnost během celého měření vzorků při důvěryhodnosti odhadu aritmetického průměru pohybující se v intervalu 3,23 % do 4,01%.



Obr. 3.32: Boxplotové grafy variačních koeficientů HDPE

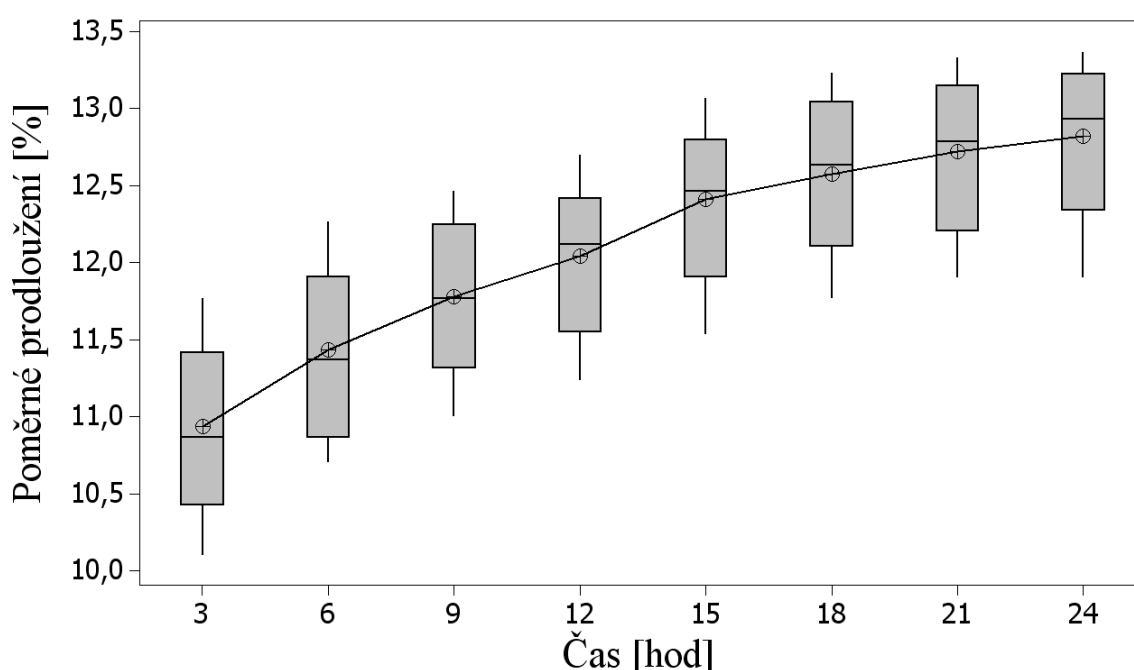
Poloha boxplotových diagramů pro odhad variačních koeficientů (Obr. 3.32) a odhad směrodatné odchylek (Obr. 3.33) mají opět společný charakter, ale neprokazují jako v případě PA6 žádný trend s rostoucí dávkou záření. Rozdíl hodnot odhadů variačních koeficientů je v rozmezí od 2,23% do 5,96%. U grafu odhadu směrodatných odchylek se nevyskytují žádné hodnoty přesahující 1,5IQR jako je tomu u odhadu variačního koeficientu o dávkách 99 a 198 kGy.



Obr. 3.33: Směrodatné odchylky pro HDPE

3.7.3 Vyhodnocení dat pro HDPE při zvýšené teplotě

Pro podrobnou analýzu dat zkušného materiálu HDPE za zvýšené teploty byly opět vybrány dávky s nejnižší a nejvyšší hodnotou odhadu variačního koeficientu.



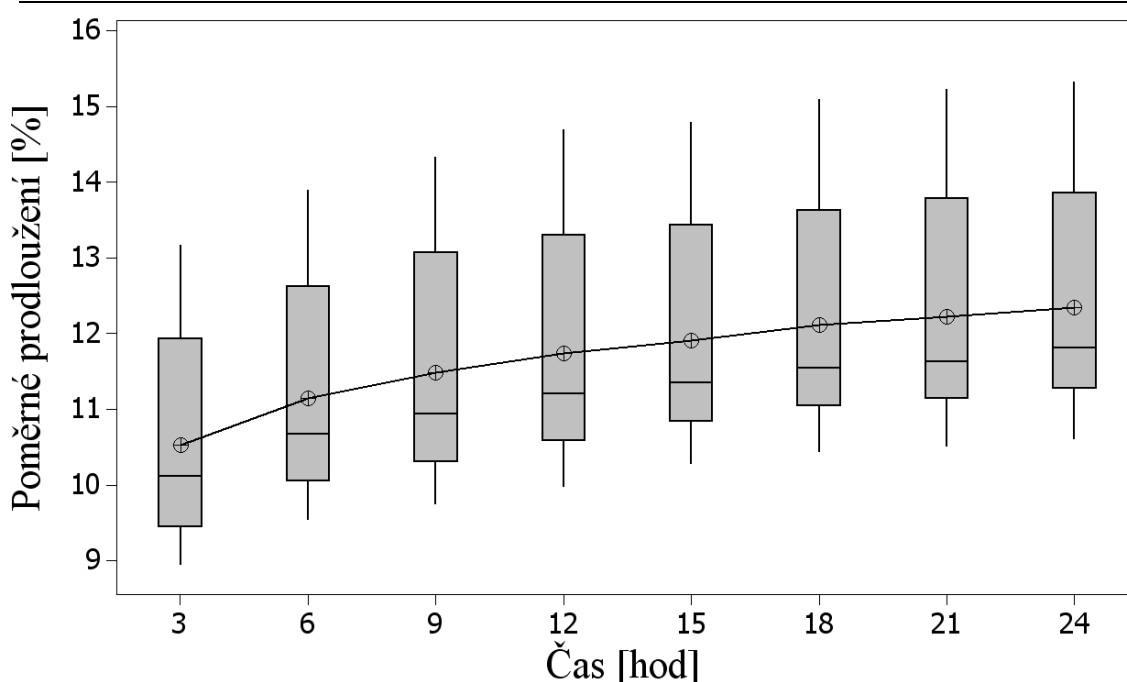
Obr. 3.34: Boxplotové grafy pro HDPE 66kGy při zvýšené teplotě

Boxplotové grafy v Obr. 3.34 opět neukazují nijak významně měnící se odhad rozpětí během zkoušky. Proměnné polohy odhadů aritmetických průměrů a mediánů ukazují měnící se šikmost během měření. Tato změna je způsobena různým trendem krípvých křivek, u kterých nastává průnik v čase 9 hodin (Obr. 3.34). V celém grafu můžeme rovněž pozorovat nárůst 11%-ti poměrného prodloužení během prvních tří hodin zkoušky, pak pouze 2 % nárůst poměrného protažení během zbývajících 21 hodin.

Tabulka 3-10 Statistické parametry pro HDPE 66kGy při teplotě 80°C

Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	10,94	0,16	0,55	5,01	10,87	1,67
6	12	11,43	0,16	0,54	4,70	11,37	1,57
9	12	11,78	0,15	0,52	4,44	11,77	1,47
12	12	12,04	0,14	0,49	4,03	12,12	1,47
15	12	12,41	0,14	0,50	4,00	12,47	1,53
18	12	12,58	0,15	0,50	3,99	12,63	1,47
21	12	12,72	0,14	0,49	3,86	12,78	1,43
24	12	12,82	0,14	0,48	3,73	12,93	1,47

Rozsah hodnot uvádějící Tabulka 3-10 pro HDPE 66 kGy 80°C je možné zjistit mírně klesající hodnotu odhadu směrodatné odchylky vykazující větší kumulaci hodnot kolem odhadu aritmetického průměru a tím vzrůstající opakovatelnost celého měření.



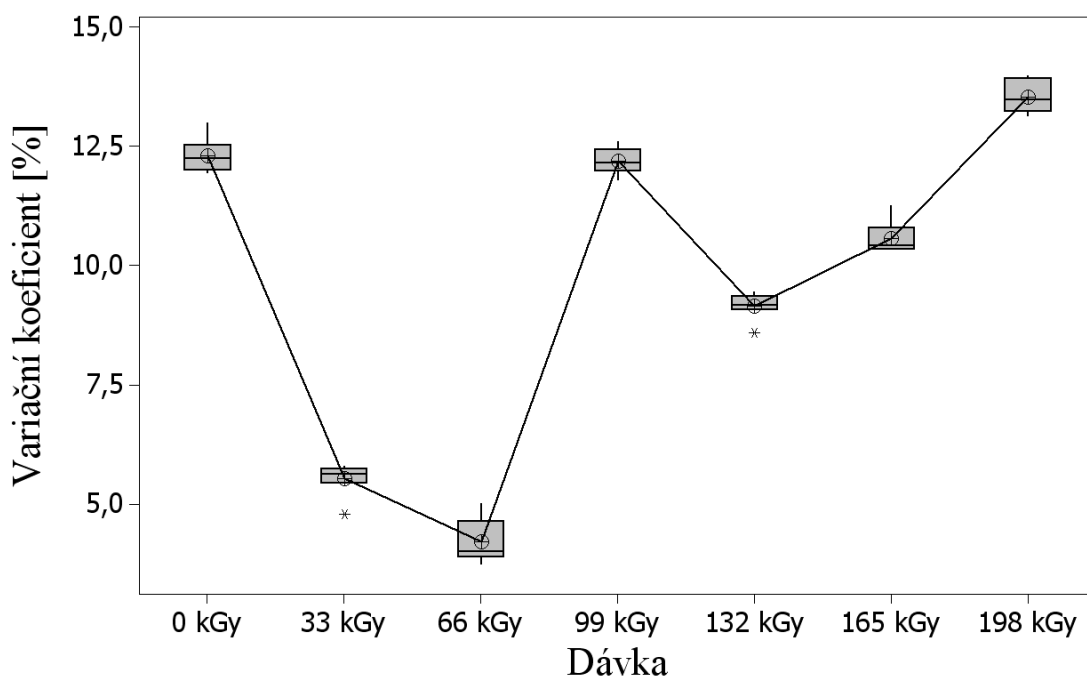
Obr. 3.35: Boxplotové grafy pro HDPE 198kGy při zvýšené teplotě

Neměnicí se poloha odhadů středních hodnot pro dávku 198 kGy na Obr. 3.35 opět ukazuje na stejnou šikmost během celé zkoušky s dvojnásobně větším rozptylem hodnot ve třetím a čtvrtém kvartilu v porovnání s prvním a druhým kvartilem. Celkové protažení se zde snížilo oproti dávce 66 kGy z hodnoty 12,82% na hodnotu 12,35%. Významnější pokles však můžeme pozorovat u odhadu mediánu, který byl 1,11%.

Tabulka 3-11 Statistické parametry pro HDPE 198kGy při teplotě 80°C

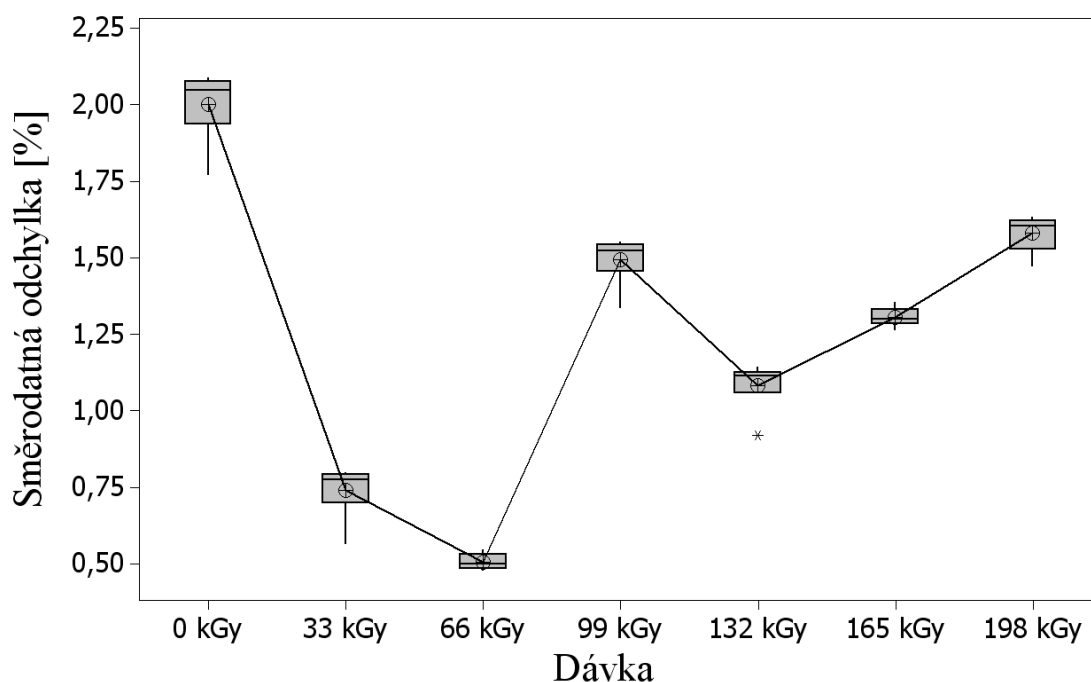
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	10,53	0,43	1,47	13,98	10,12	4,23
6	12	11,15	0,44	1,52	13,59	10,67	4,37
9	12	11,48	0,46	1,60	13,95	10,93	4,60
12	12	11,74	0,47	1,62	13,81	11,20	4,73
15	12	11,91	0,45	1,57	13,22	11,35	4,53
18	12	12,12	0,46	1,61	13,27	11,55	4,67
21	12	12,23	0,47	1,63	13,35	11,63	4,73
24	12	12,35	0,47	1,62	13,12	11,82	4,73

Zvýšena hodnota odhadů variačního rozpětí v čase 24 hodin 4,73% je v porovnání s dávkou 66 kGy více jak dvojnásobně větší (1,47%) při zachování nízkého rozptylu odhadů variačních koeficientů 13,12% (Tabulka 3-11).



Obr. 3.36: Variační koeficient pro HDPE při teplotě 80°C

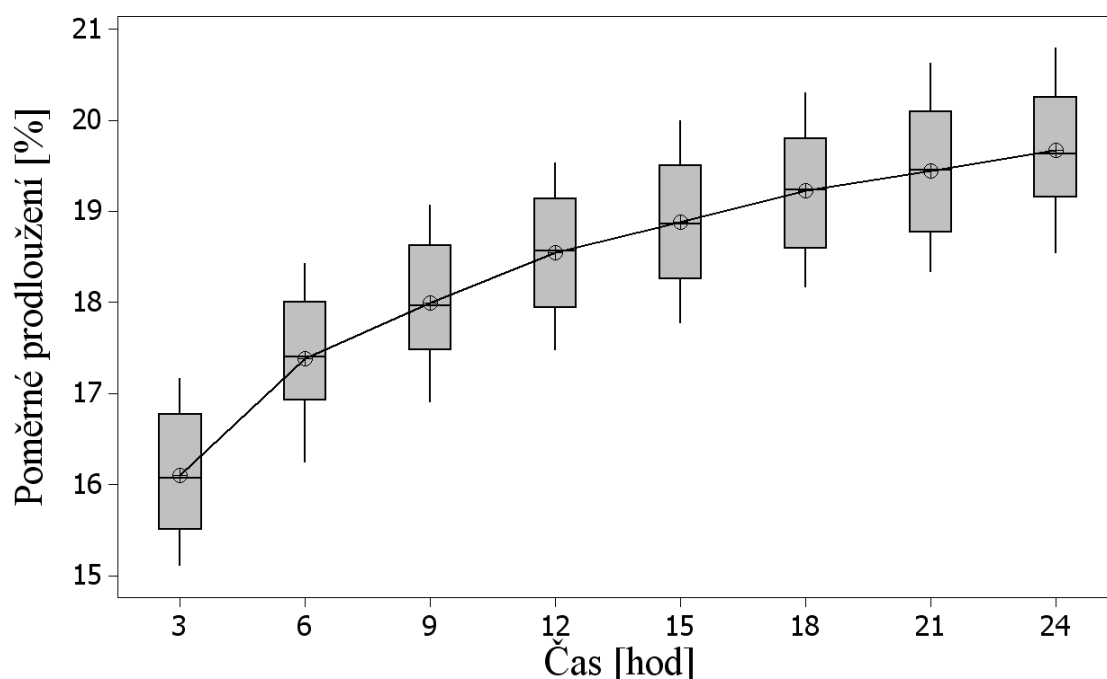
Boxplotové diagramy odhadů variačních koeficientů a odhadů směrodatných odchylek neukazují na žádný trend v závislosti na dávce záření. U obou grafů je viditelná vychýlená hodnota při dávce 132 kGy (Obr. 3.36 a Obr. 3.37), která je vychýlena o více než 1,5 IQR ostatních hodnot.



Obr. 3.37: Směrodatná odchylka pro HDPE při teplotě 80°C

3.7.4 Vyhodnocení dat pro LDPE při zvýšené teplotě

U radiačně sítovaného materiálu LDPE byly za zvýšených teplot podrobně analyzovány dávky záření 132 kGy a 198 kGy.



Obr. 3.38: Bxplotové grafy pro LDPE 132kGy při 80°C

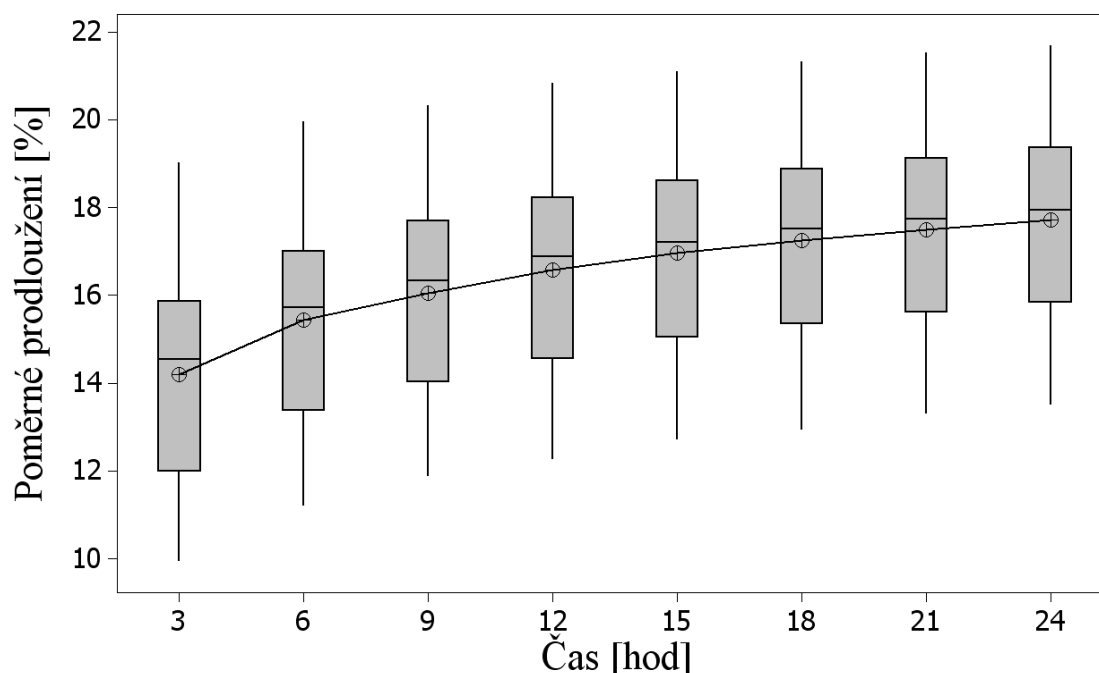
Z boxplotových grafů uvedených v Obr. 3.38 můžeme opět odečíst podobné údaje středních hodnot lišících se v setinách jednotek. Dále lze z tvaru a vzájemné polohy odhadu aritmetického průměru a odhadu mediánu usuzovat na velmi malou šikmost. Průběh křivky během zkoušky se výrazně změnil a to především rychlostí protahování, kdy v porovnání s materiálem HDPE nastává v prvních třech hodinách zkoušky 11% a ve zbylém čase 2 %, tak u materiálu LDPE nastane v prvních třech hodinách zkoušky protažení 16% a ve zbývajících částech zkoušky 3,5%.

Tabulka 3-12 Statistické parametry pro LDPE 132kGy při 80°C

Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	16,10	0,20	0,69	4,28	16,07	2,07
6	12	17,39	0,20	0,69	3,98	17,40	2,20
9	12	17,99	0,20	0,68	3,78	17,97	2,17
12	12	18,55	0,19	0,67	3,62	18,57	2,07
15	12	18,89	0,20	0,68	3,60	18,87	2,23
18	12	19,23	0,19	0,67	3,49	19,23	2,13
21	12	19,44	0,21	0,71	3,65	19,45	2,30
24	12	19,67	0,20	0,69	3,50	19,63	2,27

Hodnoty odhadu variačních rozpětí v rozmezí od 3,5% do 4,28% jak uvádí Tabulka 3-12 ukazují na dobrou vypovídající schopnost aritmetického průměru a jeho vhodnost použití při dalším zpracování dat. Hodnoty rozsahu pohy-

bující se od hodnoty 2,07% v čase 3 hodin po 2,3% v čase 21% tvrzení o správnosti získaných dat rovněž potvrzují dobrou vypovídající schopnost aritmetického průměru.

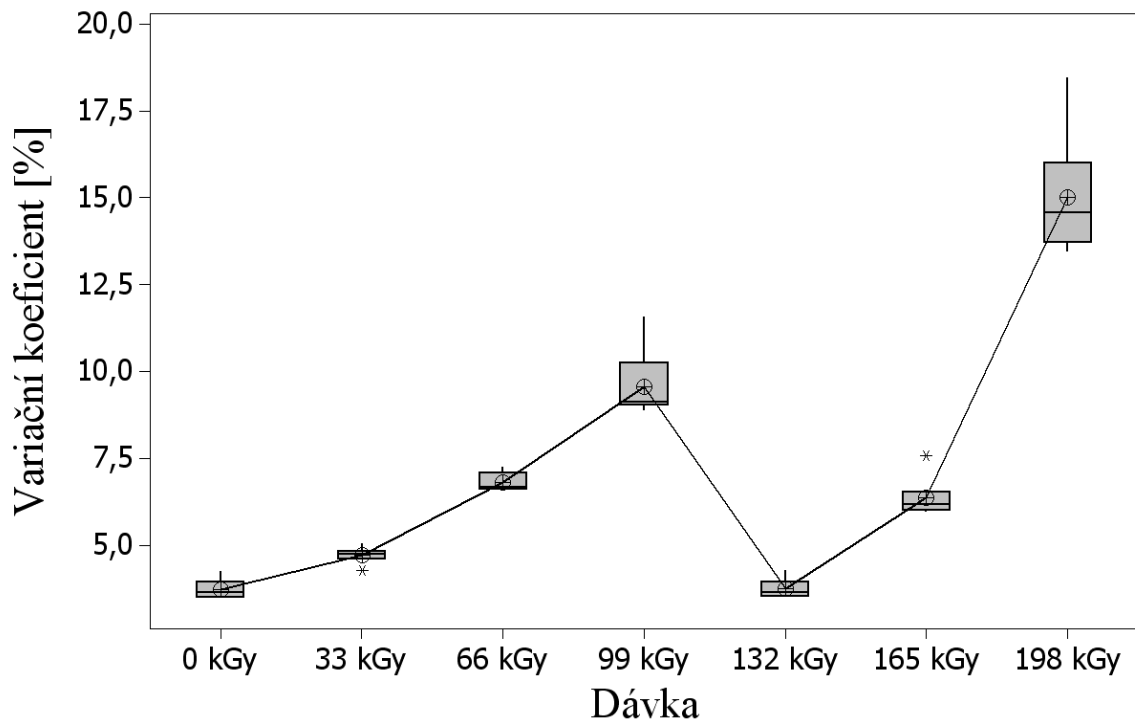


Obr. 3.39: Boxplotové grafy pro LDPE 198kGy při 80°C

Při porovnání grafu LDPE 132 kGy (Obr. 3.38) a grafu LDPE 198 kGy (Obr. 3.39) lze pozorovat mírné negativní zešikmení u všech kontrolovaných časů, které je způsobené vysokými hodnotami odhadu variačních rozpětí s čímž úzce souvisí i zvýšené hodnoty odhadu směrodatné odchylky a rozsahu měření od hodnoty 8,2%. Rovněž klesla hodnota poměrného prodloužení v čase tří hodin z 16,1% na hodnotu a 14,21% a celkové protažení z 19,67 % na 17,72 %, který byl způsoben radiačním síťováním.

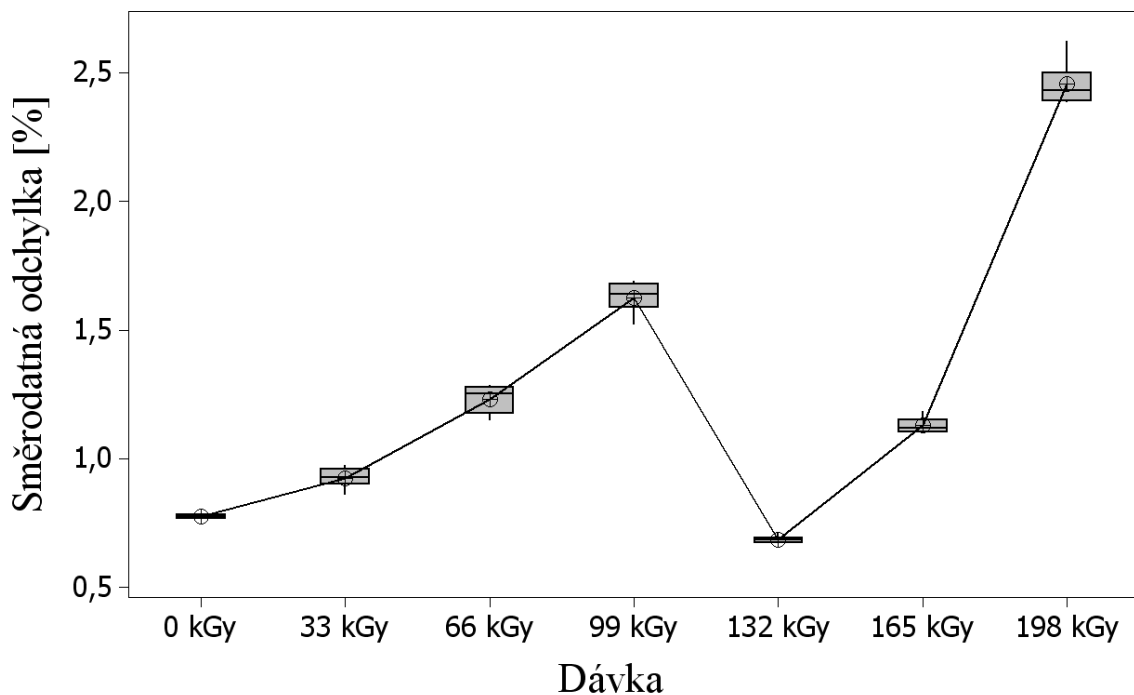
Tabulka 3-13 Statistické parametry pro LDPE 198kGy při 80°C

Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	14,21	0,76	2,62	18,46	14,53	9,10
6	12	15,44	0,73	2,51	16,26	15,73	8,77
9	12	16,06	0,71	2,45	15,24	16,33	8,47
12	12	16,58	0,71	2,47	14,92	16,88	8,57
15	12	16,97	0,70	2,41	14,23	17,22	8,40
18	12	17,25	0,70	2,41	13,96	17,52	8,40
21	12	17,51	0,69	2,39	13,64	17,73	8,23
24	12	17,72	0,69	2,38	13,44	17,95	8,20



Obr. 3.40: Variační koeficient pro LDPE při 80°C

Boxplotové grafy odhadů variačních koeficientů a odhadů směrodatné odchylky mají stejný trendový charakter, jako v předešlých případech. Výskyt hodnot přesahující 1,5IQR u dávek záření 33 kGy a 165 kGy lze pozorovat pouze u odhadů variačních koeficientů v Obr. 3.40. Boxplotové grafy odhadů vykazují šikmost a to především u dávek 99 a 198 kGy (Obr. 3.41).



Obr. 3.41: Směrodatná odchylka pro LDPE při 80°C

3.8 Shrnutí výsledků

Pro zpracování a provedení rozboru naměřených dat jednotlivých materiálů byly vybrány výsledky dvou zkoušek. Během těchto analýz byly zjištěny proměnné statistické hodnoty v jednotlivých souborech, které nám dostatečně popsaly získané údaje a tím nám umožní vhodnější návrh statistických metod pro jejich vyhodnocení.

Rovněž zde byla prověřena funkčnost jednotlivých navržených měřících zařízení, které s dostatečnou přesností a citlivostí dokázaly zachytit strukturální změny ve zkoušených materiálech. Z provedených měření lze také vyloučit výrobní systematickou chybu měření pro jednotlivé pozice zkušebních těles, jejichž měnící se poloha v grafech byla náhodná.

Navržené metody zkoušky popsány v kapitolách 3.5.1, 3.5.2 a zpracování dat popsané v kapitole 3.6.2 byly navrženy správně, což je dostatečně prokázáno na všech grafech, které zachycují primární i sekundární část krípu zkoušených polymerních materiálů.

Navržená a použitá měřidla rovněž dokázala vhodnou volbu a to především v oblasti citlivosti snímání, kde nebyly zaznamenány žádné skokové změny při záznamu, v žádném z provedených měření nedošlo k překročení navržených rozsahů měřidel.

Program pro záznam dat během zkoušky rovněž prokázal svůj bezchybný chod a především snadné nastavení parametrů jednotlivých zkoušek. Makra vytvořená pro zpracování dat v softwaru Excel 2010 od společnosti Microsoft umožňují automatické formátování dat a zkrácení potřebné doby k vyhodnocení na zlomek původního času.

4 HLAVNÍ VÝSLEDKY PRÁCE

Po kontrole naměřených dat a jejich analýze je prováděno celkové hodnocení krípvých zkoušek a vliv radiačního sítování na krípvé vlastnosti zkoušených materiálů. Zde jsou aplikovány celkem tři možné způsoby vyhodnocení, které se liší svou náročností na získaná data a různými požadavky výstupních informací:

- **Diagram medián/variační rozpětí** – je v práci použit jako jeden ze základních způsobů zpracování malého počtu měření. Výstupní informací této metody je pás tvořený variačním rozpětím kolem hodnoty odhadu mediánu. Jeho nevýhodou je nespojitost se základním souborem a absence chování celého tohoto souboru.
- **Diagram medián/supremum-infimum** – tento způsob zpracování výsledků je zaměřen na větší soubor dat, u kterého můžeme jen velmi obtížně provést analýzu, zda data pocházejí z normálního nebo jiného rozdělení. Výstupním grafem je křivka mediánu, suprema a infima kde v tomto pásmu bude ležet jisté procento základního souboru, které je dáno především počtem provedených měření. Jeho nevýhodou je poměrně malý podíl základního souboru ležící v pásmu supremum – infimum při zachování konfidenční úrovně $1-\alpha = 0,95$

Tabulka 4-1 Rozsah výběru n pro podíl p [39]

$1-\alpha$	$p=0,500$	$p=0,750$	$p=0,900$	$p=0,950$	$p=0,990$	$p=0,999$
0,500	3	7	17	34	168	1679
0,750	5	10	27	53	269	2692
0,900	7	15	38	77	388	3889
0,950	8	18	46	93	473	4742
0,990	11	24	64	130	662	6636
0,999	14	33	89	181	920	9230

- **Aritmetický průměr/supremum-infimum** – představuje pás tvořený křivkami suprema a infima vypočtené z odhadu směrodatné odchylky a dalších parametrů. Takto vytvořený pás nám již představuje 95% základního souboru při zachování konfidenční úrovně $1-\alpha = 0,95$. Jeho nevýhodou je požadavek na větší počet měření, které má vliv na časovou náročnost a finanční prostředky pro zkoušení. Pro výpočet lze pak použít vztah

$$x_s = \bar{x} + k_4(n, p, 1 - \alpha) \cdot s \quad (4.1)$$

$$x_i = \bar{x} - k_4(n, p, 1 - \alpha) \cdot s. \quad (4.2)$$

kde je x_s – horní mez

x_i – spodní mez

\bar{x} – odhad aritmetického průměru

k_4 – koeficient rozšíření

n – opakovatelnost

p – procento podílu základního souboru

$1-\alpha$ – konfidenční úroveň

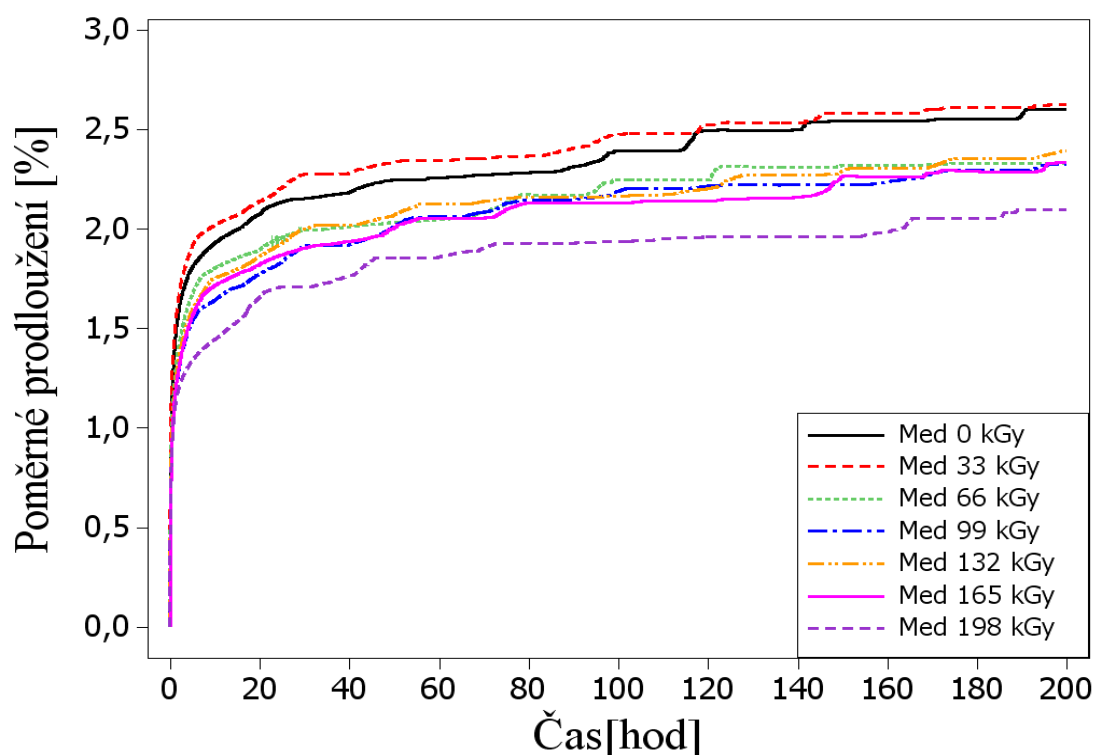
s – odhad směrodatné odchylky

Z tabulky E.4 přílohy E normy ČSN ISO 16269-6 byl na základě dříve stanovených požadavků odečten koeficient rozšíření

$$k_4(n = 12, p = 95\%, 1 - \alpha = 0,95) = 3,175. \quad (4.3)$$

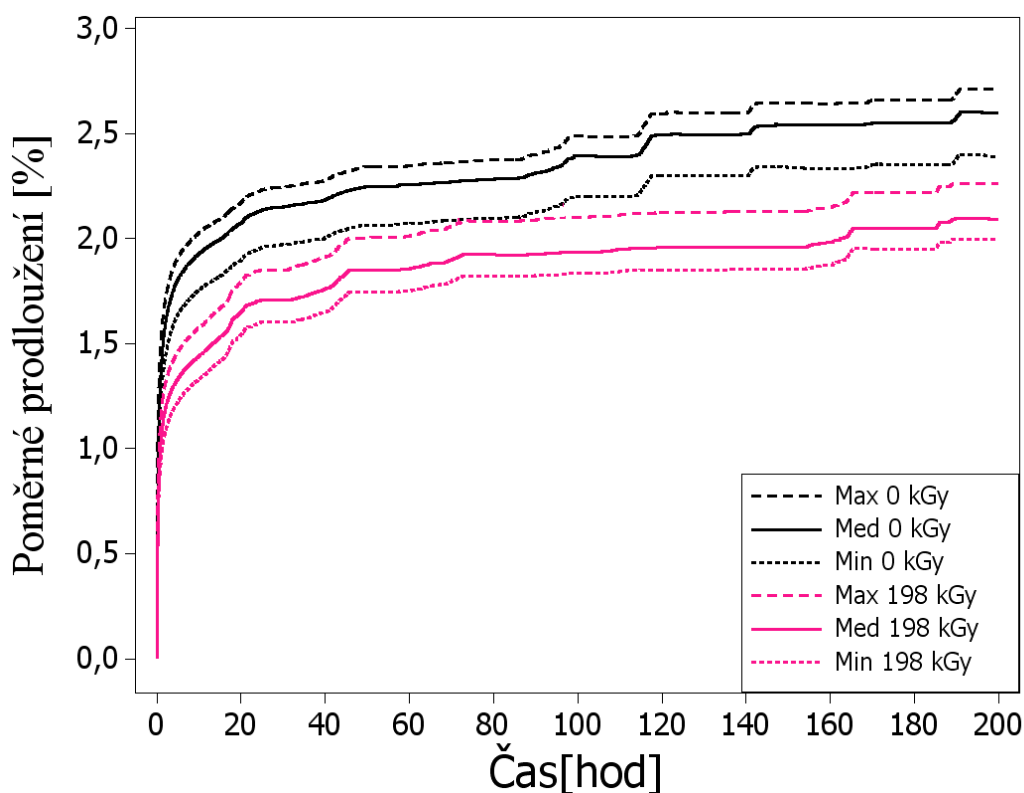
4.1 Diagram medián/variační rozpětí

Jako příklad vyhodnocení pomocí diagramu medián/variační rozpětí bylo vybráno měření HDPE při pokojové teplotě. Počet vyhodnocovaných měření je osm, což představuje ještě malý počet opakování pro vyhodnocení parametrickou statistikou, ale již dostatečný počet (větší jako jedno) pro zhotovení diagramu. Pro lepší přehlednost byl na základě odhadů mediánů vybrána dávka 0 kGy jako referenční hodnota a dávka 198 kGy, u které je viditelné největší vliv záření Obr. 4.1.



Obr. 4.1: Vliv dávky záření na odh. mediánu HDPE při pokoj. tep.

Z následujícího grafu (Obr. 4.2) je opět viditelné mírné zešikmení obou naměření, vykazující zlepšení, kdy z původní hodnoty celkového poměrného protažení 2,6% v čase 200 hodin, kleslo zešikmení na hodnotu 1,99% což představuje zlepšení o 23%.



Obr. 4.2: Pásky spolehlivosti pro HDPE při pokoj. tep.

Pro ověření statistické významnosti rozdílů je použit Mann-Whitney test kde jsou stanoveny hypotézy

$$H_0: \eta_{0kGy} = \eta_{198kGy}$$

$$H_A: \eta_{0kGy} \neq \eta_{198kGy}$$

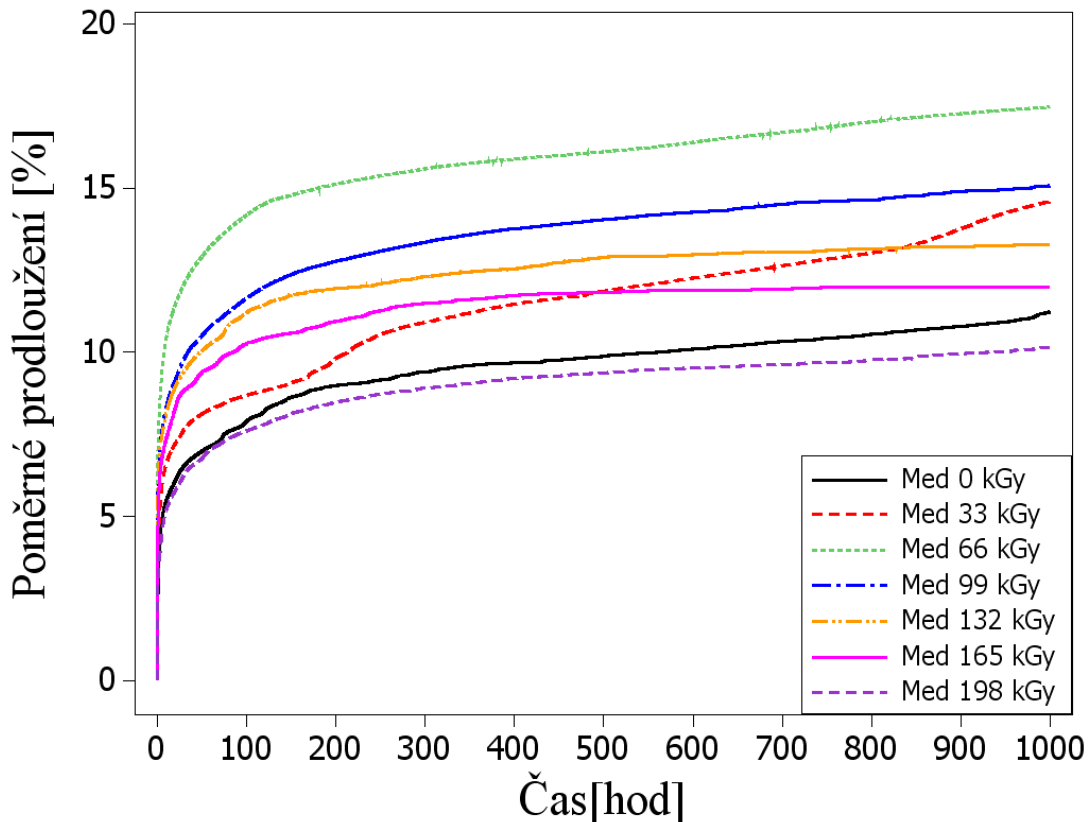
Tabulka 4-2 Hodnoty Mann-Whitneyova testu

Čas [hod]	P - hodnota	Závěr
20	0,0009	zamítam H_0
40	0,0009	zamítam H_0
60	0,0009	zamítam H_0
80	0,0009	zamítam H_0
100	0,0009	zamítam H_0
120	0,0009	zamítam H_0
140	0,0009	zamítam H_0
160	0,0009	zamítam H_0
180	0,0009	zamítam H_0
200	0,0009	zamítam H_0

Z výsledků Mann-Whitneyova testu (P -hodnota $< 0,05$) lze tedy s konfidenční úrovní $1 - \alpha = 0,95$ konstatovat, že naměřená data nepocházejí z jednoho základního souboru na základě osmi měření.

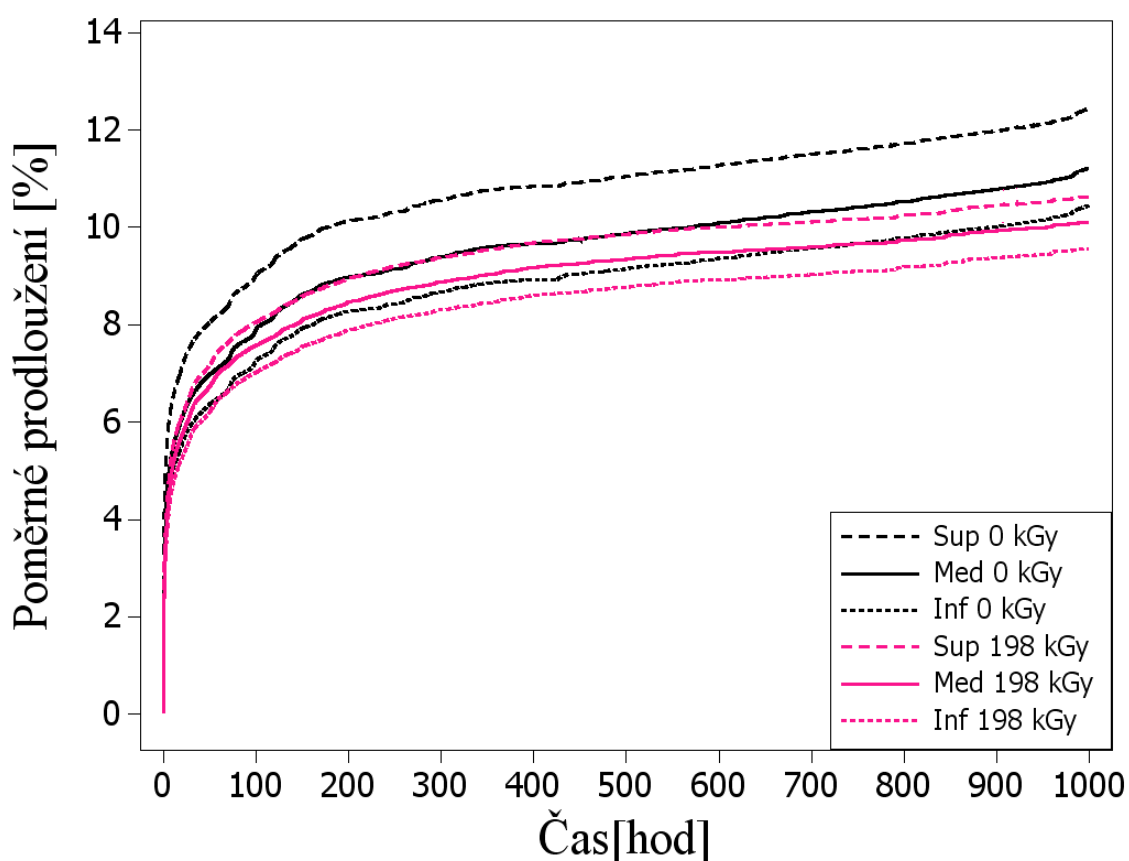
4.2 Diagram medián/supremum-infimum

Druhou možností vyhodnocení dat jak již bylo řečeno, je vyhodnocení pomocí diagramu medián/supremum-infimum. Tento způsob vyhodnocení je použit pro křepovou zkoušku PA6. Grafy křivek odhadů mediánů můžeme opět vidět v Obr. 4.3. Vzhledem k průběhu jednotlivých křivek i zde byly vybrány dávky záření 0 a 198 kGy.



Obr. 4.3: Vliv dávky na odh. mediánu pro PA6

Z grafu nevyplývá žádné výrazné zlepšení pro dávky 198 kGy a 0 kGy do času 400 hodin, kdy se začnou křivky radiačně nesíťovaného materiálu odklánět, což způsobí celkové poměrné prodloužení 11,23% oproti radiačně síťovanému materiálu s dávkou 198 kGy 10,11%. Tento narůstající rozdíl v pozdější fázi zkoušky je způsoben vysokou odolností původního materiálu proti tečení a malou hybností jeho řetězců. Vliv prostorové sítě je tedy viditelný při deformacích přesahující posun jednotlivých makromolekul.



Obr. 4.4: Pásky spolehlivosti pro PA6

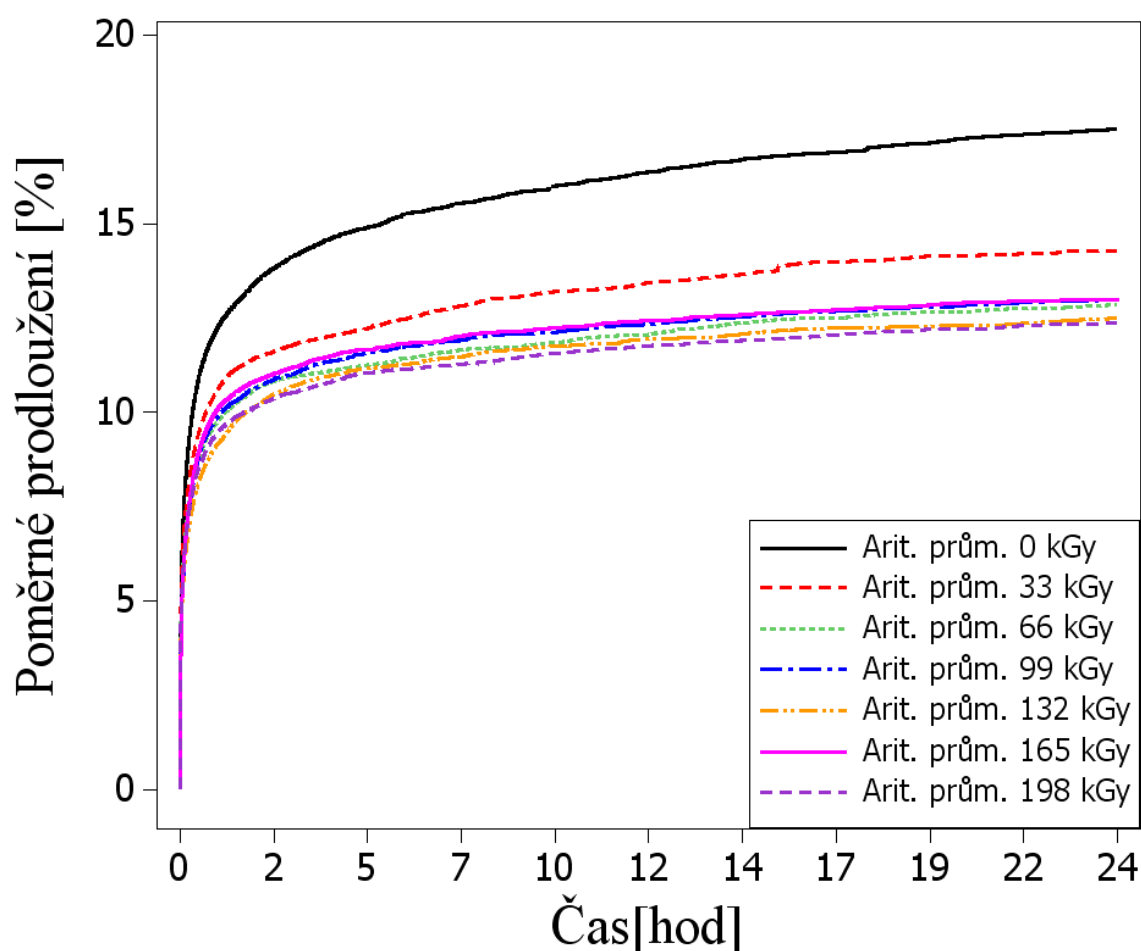
Pro ověření významnosti rozdílu mezi dávkami ozáření byl proveden Mann-Whitney test se stejnými hypotézami jako při hodnocení Diagram medián/variační rozpětí. Tabulka P-hodnot nezamítá nulovou hypotézu do času 600 hodin, od kterého je již zamítnut pouze vliv náhody s konfidenční úrovní $1-\alpha=0,95$ na základě osmi měření což nám potvrdilo vliv prostorové sítě u větších deformací, které přesahují pohyb makromolekul.

Tabulka 4-3 Hodnoty Mann-Whitneyova testu

Čas [hod]	P - hodnota	Závěr
100	0,4250	nezamítam H_0
200	0,1563	nezamítam H_0
300	0,1563	nezamítam H_0
400	0,1563	nezamítam H_0
500	0,1278	nezamítam H_0
600	0,0831	nezamítam H_0
700	0,0406	zamítam H_0
800	0,0239	zamítam H_0
900	0,0136	zamítam H_0
1000	0,0019	zamítam H_0

4.3 Diagram aritmetický průměr/supremum-infimum

Grafy křivek odhadů aritmetických průměrů poměrného prodloužení pro vysokohustotní polyetylen lze vidět na Obr. 4.5. V grafu je vidět posun u dávky 33 kGy o 18% vůči neozařenému materiálu. Ještě větší posun (26 – 29 %) pak lze pozorovat u dalších dávek jejich zlepšení v porovnání s neozařeným materiálem ukazuje Tabulka 4-4. Vliv dávek 66 – 198 kGy je poměrně vyrovnaný ale z ekonomického hlediska je nejzajímavější dávka 66 kGy.



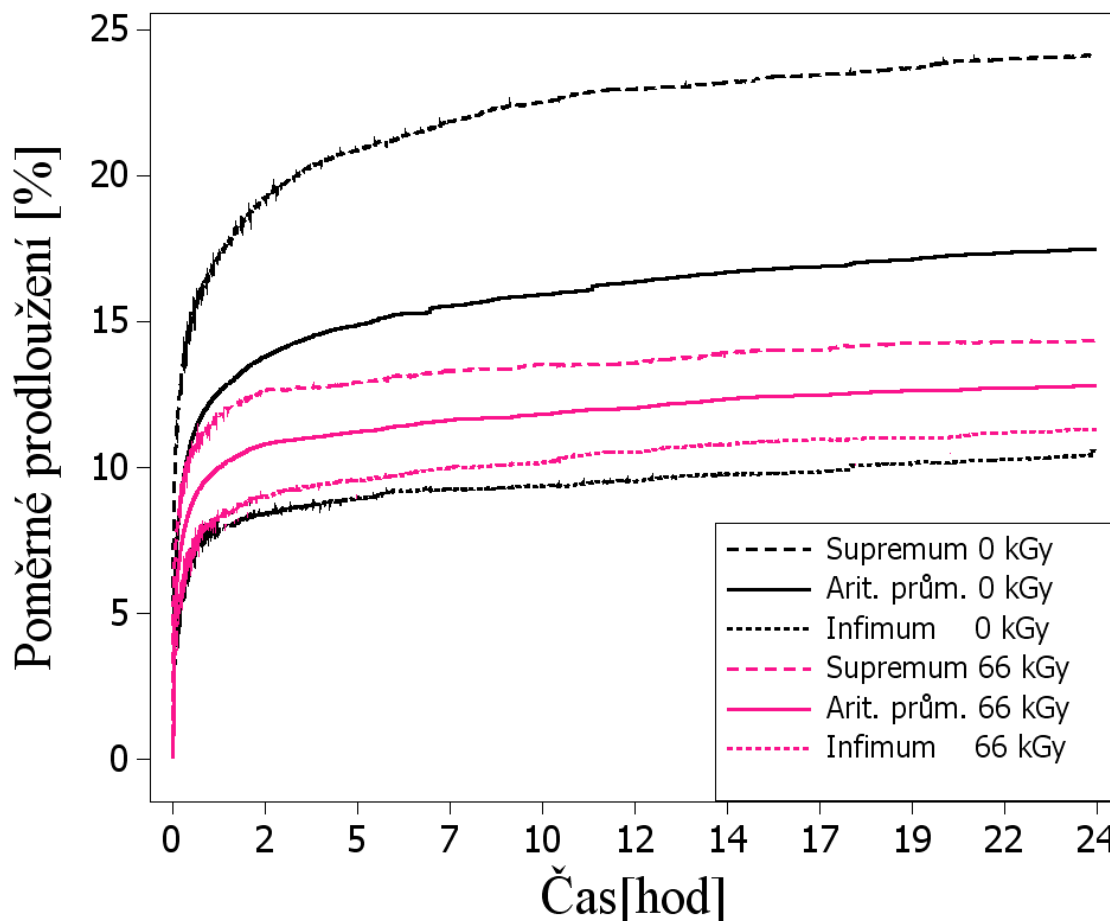
Obr. 4.5: Vliv dávky záření na odh. ar. průměru pro HDPE při 80°C

Tabulka 4-4 Vliv dávky na křipové vlastnosti HDPE při 80°C

Dávka	0 kGy	33 kGy	66 kGy	99 kGy	132 kGy	165 kGy	198 kGy
Zlepšení o	-	18%	26%	26%	28%	25%	29%

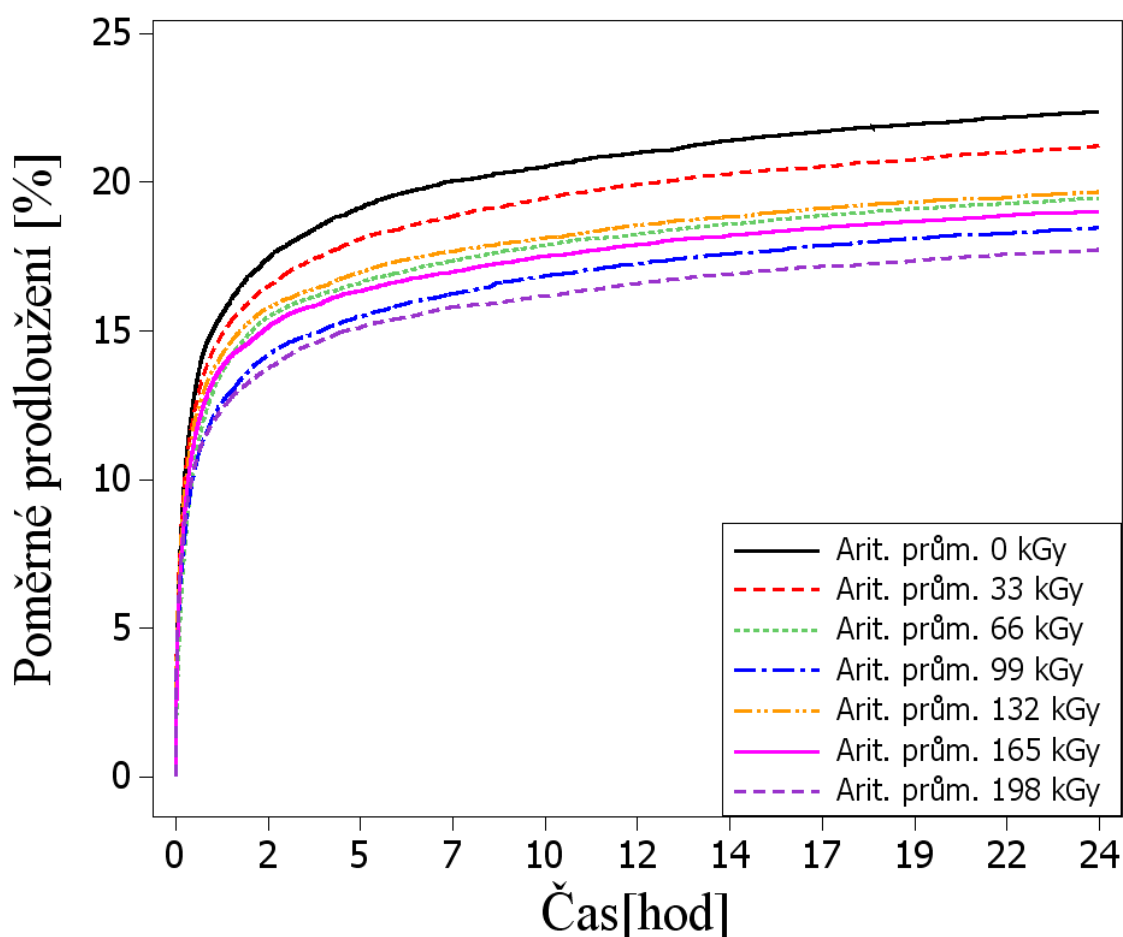
Pásma křivek suprema a infima v Obr. 4.6 pro dávky 0 a 66 kGy nám zobrazují interval, v kterém se bude leže 95% základního souboru s možností

omylu 5%. Výpočet těchto hranic je proveden podle vzorců (4.1) a (4.2) se stanovenými parametry. Vzájemný průnik intervalů ukazuje opět na velký rozptyl naměřených dat o velikosti 0,32% z přílohy P, u dávky 0 kGy z tohoto důvodu je zde nutné provést kontrolu na statistickou významnost polohy odhadů aritmetických průměrů.



Obr. 4.6: Pásky spolehlivosti pro HDPE při zvýšené teplotě

Vzhledem ke značnému množství zkoušek je u vyhodnocení vlivu radiačního síťování opět využito grafu odhadů aritmetických průměrů poměrného prodloužení. V tomto případě již není vliv síťování tak zřejmý, proto byl pro kontrolu pásem spolehlivosti použit nesíťovaný materiál a síťovaný materiál dávkou 198 kGy, u kterého se projevil pokles největší pokles o 21%.



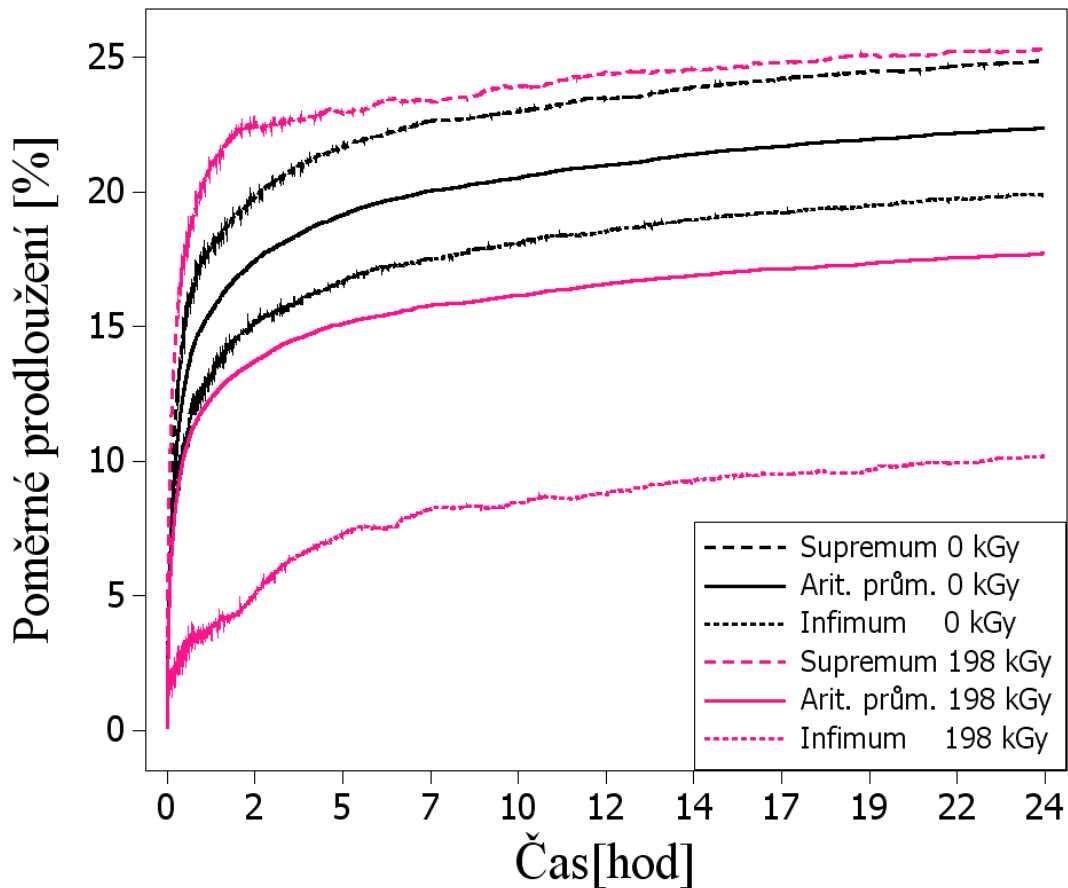
Obr. 4.7: Vliv dávky záření na odh. ar. Průměrů pro LDPE

Vliv radiačního síťování na velikost poměrného protažení ukazuje Tabulka 4-5 kde jsou relativní hodnoty vztaženy k výchozímu neozářenému materiálu. Významný vliv můžeme zaznamenat již u dávky 66 kGy jež činí 13% a nejvýznamnější vliv dávky 198 kGy o velikosti 21%.

Tabulka 4-5 Vliv dávky záření na kríповé vlastnosti LDPE

Dávka	0 kGy	33 kGy	66 kGy	99 kGy	132 kGy	165 kGy	198 kGy
Zlepšení o	-	5%	13%	17%	12%	15%	21%

Při porovnání obou pásů spolehlivosti je opět patrný jejich průnik jak můžeme vidět na Obr. 4.8, který je v tomto případě způsoben variačním rozpětím radiačně síťovaného materiálu s dávkou 198 kGy, jehož největší hodnota činí 13,4 %. V tomto případě bude nutné provést kontrolu dat na statistickou významnost polohy zjišťovaných hodnot.



Obr. 4.8: Pásky spolehlivosti pro LDPE

K ověření statistické významnosti odhadů aritmetických průměru byl proveden t-test. Podmínkou použití tohoto testu je nezamítnutí, dat pocházejí z normálního rozdělení. Výsledky testu normality prokázaly, že nelze zamítnout původ dat ze souboru s normálním rozdělením na konfidenční úrovni $1-\alpha=0,95$.

Dalším bodem pro správné nastavení t-testu bylo nutné provést kontrolu, zda jsou shodné nebo statisticky významně rozdílné hodnoty rozptylů. Tato kontrola proběhla pomocí F-testu s těmito hypotézami pro HDPE:

$$H_0: \sigma_{0kGy}^2 = \sigma_{66kGy}^2$$

$$H_A: \sigma_{0kGy}^2 \neq \sigma_{66kGy}^2$$

a konfidenční úrovni $1-\alpha=0,95$

a LDPE:

$$H_0: \sigma_{0kGy}^2 = \sigma_{198kGy}^2$$

$$H_A: \sigma_{0kGy}^2 \neq \sigma_{198kGy}^2$$

a konfidenční úrovni $1-\alpha=0,95$

Tabulka 4-6 Vyhodnocení shody rozptylů

Čas [hod]	P - hodnota HDPE	Závěr HDPE	P-hodnota LDPE	Závěr LDPE
3	0,004	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
6	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0
9	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0
12	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0
15	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0
18	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0
21	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0
24	0,000	Zamítám H_0	0,001	Zamítám H_0

Ze zjištěných P-hodnot můžeme tedy zamítnout, že kontrolované rozptyly pocházejí ze stejného souboru.

Hypotézy pro T-test byly pro HDPE stanoveny:

$$H_0: \mu_{0kGy}^2 = \mu_{66kGy}^2$$

$$H_A: \mu_{0kGy}^2 \neq \mu_{66kGy}^2$$

a konfidenční úrovní $1-\alpha=0,95$

a LDPE

$$H_0: \mu_{0kGy}^2 = \mu_{198kGy}^2$$

$$H_A: \mu_{0kGy}^2 \neq \mu_{198kGy}^2$$

a konfidenční úrovní $1-\alpha=0,95$

Tabulka 4-7 Hodnocení vlivu významnosti záření

Čas [hod]	P - hodnota HDPE	Závěr HDPE	P-hodnota LDPE	Závěr LDPE
3	0,004	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
6	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
9	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
12	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
15	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
18	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
21	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0
24	0,000	Zamítám H_0	0,000	Zamítám H_0

4.4 Měřicí zařízení za pokojové teploty

Navržené a realizované zařízení na Obr. 4.9 ukázalo nové možnosti konstrukce uložení pákového mechanismu, které byly ověřeny řadou provedených měření. Řešení jednotlivých dílčích problémů konstrukce se ukázalo jako přijatelné a zcela funkční pro měření krípu polymerních materiálů.



Obr. 4.9: Zařízení pro měření krípu za pokojové teploty

4.5 Měřicí zařízení za zvýšené teploty

Zařízení pro měření krípu za zvýšených teplot zobrazené na Obr. 4.10 rovněž prokázalo bezporuchový chod ověřený řadou měření. Navržená teplotní komora s vnitřním výjmatelným rámem se ukázala jako vhodné řešení pro tyto měření krípu z důvodu snadného a rychlého upínání zkušebních tělísek a malých rozptylů naměřených dat.



Obr. 4.10: Zařízení pro měření krípu za zvýšené teploty

5 PŘÍNOS PRO VĚDU A PRAXI

- Nové konstrukční řešení mobilního zařízení pro měření krípu za pokojových a zvýšených teplot. Zařízení představuje principiálně nové řešení zatížení vzorků, které je chráněno užitným vzorem číslo 24 898.
- Návrh a aplikace nových přístupů k hodnocení kríповých dat metodami parametrické a neparametrické statistiky.
- Hodnocení vlivu radiačního síťování na kríповé vlastnosti polymerních materiálů PA6, HDPE a LDPE.

6 ZÁVĚR

Na základě provedené rešerše v úvodní kapitole disertační práce byla provedena analýza současného stavu v oblasti metod měření a hodnocení krípvých zkoušek, během nichž byly zjištěny možnosti zpřesnění především v oblastech numerického hodnocení zkoušek, prováděných při malé četnosti naměřených dat. Dále byla rovněž posouzena možnost konstrukční změny na měřících zařízeních.

Z těchto zjištění bylo pak navrženo a realizováno měřící zařízení pro hodnocení krípvých vlastností za pokojových teplot, které umožňuje, při zachování podmínek opakovatelnosti měření až čtyřech vzorků současně. Zařízení disponuje novou možností konstrukčního řešení v oblasti zatěžování vzorků spodní pákou, na který byl uplatněn užitný vzor číslo 24898. Pro možnosti konfrontace zkoušek krípu za pokojové a zvýšené teploty bylo rovněž navrženo a realizováno zařízení pro měření krípu za zvýšené teploty. Konstrukce zařízení opět dodržuje podmínky opakovatelnosti a reprodukovatelnosti a to až do teploty 250°C, při současném zkoumání čtyřech vzorků. Obě zařízení disponují vlastním záznamovým zařízením, které umožňuje kontinuální automatický záznam dat.

Naměřená data byla kontrolována na přítomnost hrubých chyb s využitím teorie interkvartilového rozpětí a s přihlédnutím na velikost výběrového souboru. Toto hodnocení představuje rozdílný pohled na současné hodnocení krípvých zkoušek. V souvislosti s velikostí výběrového souboru byly navrženy a aplikovány tři možnosti intervalového hodnocení dat. Tyto možnosti představují různé úrovně vyhodnocení s různou mírou vypovídající schopností.

Aplikací uvedených možností hodnocení krípvých zkoušek byl zjištěn vliv radiačního síťování na tyto vlastnosti, které byly poté testovány parametrickými i neparametrickými testy hypotéz. Tyto testy nezamítly se zvolenou konfidenční úrovní vliv radiačního síťování na zvolené materiály. Vyhodnocením naměřených dat byla rovněž zjištěna vysoká citlivost měřících zařízení, která umožňovala indikovat i změny na strukturální úrovni materiálu.

Vliv radiačního síťování má tedy nezanedbatelný vliv na poměrné prodloužení při zkouškách tečení. Z naměřených dat lze rovněž u materiálu PA6 usoudit, že vliv modifikace se začne významně projevit až při delších časových intervalech zkoušky (nad 700hodin). Pro materiál HDPE při pokojové teplotě bylo zjištěno u dávky 198 kGy zlepšení o 20 %, u zkoušky při zvýšené teplotě až o 29 % jak ukazuje Tabulka 4-4. Nejvýraznější zlepšení u LDPE rovněž dosáhla dávka 198 kGy a to 21 % z celkového protažení těles.

Uvedené výsledky získané na navržených zařízeních představují novější pohled na statistické hodnocení krípvých zkoušek, které poskytne detailnější zpracování dat.

7 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

[1] Ascione, L., V. P. Berardi, and A. D'Aponte. 2012. "Creep Phenomena in FRP Materials." *Mechanics Research Communications* 43: 15-21.

[2] Yahyaei-Moayyed, M. and F. Taheri. 2011. "Creep Response of Glued-Laminated Beam Reinforced with Pre-Stressed Sub-Laminated Composite." *Construction and Building Materials* 25 (5): 2495-2506.

[3] Solasi, R., X. Huang, and K. Reifsnider. 2010. "Creep and Stress-Rupture of Nafion® Membranes Under Controlled Environment." *Mechanics of Materials* 42 (7): 678-685.

[4] <http://global.zwick.com/en/products/statische-material-pruefmaschinen/creep-testing-machines/lever-arm-creep-testing-machines/kappa-la-with-deadweight.html> [cit.2014-1-2].

[5] Varela-Rizo, H., M. Weisenberger, D. R. Bortz, and I. Martin-Gullon. 2010. "Fracture Toughness and Creep Performance of PMMA Composites Containing Micro and Nanosized Carbon Filaments." *Composites Science and Technology* 70 (7): 1189-1195.

[6] Steven E. Boyd, Scott W. Case, John J. Lesko, Compression creep rupture behavior of a glass/vinyl ester composite subject to isothermal and one-sided heat flux conditions, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Volume 38.

[7] Liu, K. and T. C. Ovaert. 2011. "Poro-Viscoelastic Constitutive Modeling of Unconfined Creep of Hydrogels using Finite Element Analysis with Integrated Optimization Method." *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 4 (3): 440-450.

[8] H. Varela-Rizo, M. Weisenberger, D.R. Bortz, I. Martin-Gullon, Fracture toughness and creep performance of PMMA composites containing micro and nanosized carbon filaments, *Composites Science and Technology*, Volume 70, Issue 7, July 2010.

[9] <http://cit.vfu.cz/statpotr/POTR/Teorie/Predn3/hypotezy.htm> [cit.3.2.2014].

[10] WALKER, Ian, Stanislava HRONOVÁ a Jan SEGER. *Výzkumné metody a statistika. Vyd. 1. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2013, 218 s. Z pohledu psychologie. ISBN 978-80-247-3920-5.*

[11] MELOUN, Milan a Jiří MILITKÝ. *Kompendium statistického zpracování dat. Vyd. 3., V nakl. Karolinum 1. Praha: Karolinum, 2012, 982 s. ISBN 978-802-4621-968. str. 984.*

[12] HOŠKOVÁ, Pavla; JINDROVÁ, Andrea; PRÁŠILOVÁ, Marie; ZEIPPELT, Rudolf. Statistika I. 1. edition. Praha: Provozně ekonomická fakulta CZU, 2013. 180 p. ISBN 978-80-213-2341-4.

[13] HINDLS, Richard. Statistika pro ekonomy. 7. vyd. Praha: Professional Publishing, 2002, 415 s. ISBN 80-864-1926-6.

[14] BUDÍKOVÁ, Marie; KRÁLOVÁ, Maria; MAROŠ, Bohumil. Průvodce základními statistickými metodami. Praha: Grada, 2010. 272 p. ISBN 978-80-247-3243-5.

[15] <http://www.scribd.com/doc/38742502/Vaclav-Friedrich-Statistika-pro-ekonomy> [cit. 2014-2-2].

[16] *Křípové chování plastů*, [online]. [cit. 2014-03-03]. Dostupný z WWW: <http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/projekty/frvs2660/poster2.pdf>.

[17] *Creep a lom při creepu*, [online]. [cit. 2012-12-12]. Dostupný z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/vyukals.html>.

[18] SCHÄTZ, M.; VONDRÁČEK, P. *Zkoušení polymerů*, 2 vyd.; VSCHT: Praha, 1988. 264 s. ISBN není.

[19] Betten, Josef, *Creep Mechanics*, Springer, 2008, ISBN 3540850511. str. 384.

[20] RUSINKO, Andrew a Konstantin TSOKOS. *Plasticity and creep of metals*. Berlin: Springer-Verlag, c2011, xxiii, 824 p. ISBN 978-364-2212-130.

[21] SLAVÍK, M. a kol. *Chemie pro fakultu strojní TUL* [online]. 2010 [cit. 2013-05-20]. Dostupný z WWW: <http://www.kch.tul.cz/>.

[22] MEISSNER, B.; ZILVAR, V.: *Fyzika polymerů. Struktura a vlastnosti polymerních materiálů. 1. Vyd. Praha: SNTL, 1987. 308s.*

[23] Huang, C. -, Wei, M. -, & Lee, S. (2011). *Transient and steady-state nanoindentation creep of polymeric materials. International Journal of Plasticity*, 27(7), 1093-1102.

[24] PETROVAJ, Pavel. *Studium creepového chování za zvýšených teplot. Diplomová práce, UTB ve Zlíně 2013.*

[25] DUCHÁČEK, V.: *Polymery - výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 2. vyd. VŠCHT v Praze, 2006. 280 s, ISBN 80-7080-617-6.

[26] DROBNÝ, J.G.: *Radiation Technology for Polymers*, Boca Raton: CRC Press, 2003, 206s, ISBN 1-58716-108-7.

[27] <http://www.libeos.cz/zaklady-plastikarske-vyroby-2-denni-skoleni.a1.html> [cit. 2014-1-2].

[28] Woods, R. J.: *Applied radiation chemistry: radiation processing*, 1994, ISBN 0-471-54452-3.

[29] Basell Polyolefins Company N.V.: Technical manual – Materials used in pipe extrusion , 2005.

[30] Radiační síťování plastů. BGS Beta-Gamma-Service GmbH & Co. KG, 40 s.

[31] DAVIDSON, S. Exploring the Science, Technology and Applications of U.V. and E.B. Curing: London UK, 1999, 290 s. ISBN 0947798412.

[32] MAKUUCHI, K., CHENG, S.: Radiation Processing of PolymerMaterials and its Industrial Applications , John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey,USA, 2012, ISBN 978-0-470-58769-0.

[33] HOLÍK, Z. Vliv záření na vlastnosti polymerů, Změna vybraných mechanických vlastností v závislosti na absorbované dávce intenzity záření. Zlín, 2011. 32s. Pojednání ke státní doktorské zkoušce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.

[34] Mohamed Hadid, Belhi Guerira, Mebarak Bahri, Abdelkrim Zouani, Assessment of the stepped isostress method in the prediction of long term creep of thermoplastics, Polymer Testing, Volume 34, April 2014, Pages 113-119, ISSN 0142-9418.

[35] Sabeur, H., Colina, H.Effect of heating-cooling cycles on transient creep strain of high performance, high strength and ordinary concrete under service and accidental conditions (2014) Materials and Structures/Materiaux et Constructions, pp. 1-19.

[36] HRBÁČ, Jaroslav. Vliv radiačního síťování na creepové chování polymerů [online]. 2011 [cit. 2014-01-24]. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická. Vedoucí práce Miroslav Maňas. Dostupné z: <<http://theses.cz/id/ckkc1h/>>.

[37] Mitutoyo, Katalog měřících přístrojů 2012/2013 firmy CZ-16001.

[38] <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=4c50851001c54f42aa5a456f10873036&ckck=1> [cit. 2014-2-1].

[39] Norma ČSN ISO 16269-6.

SEZNAM PUBLIKACÍ AUTORA

1. **ŘEZNÍČEK**, M., M. Ovsik, D. Manas, A. Skrobak, M. Stanek, and V. Senkerik. 2014. *Corelation of Results of Creep and Micro-Indentation Creep for PP-Copo*. Key Engineering Materials. Vol. 606.
2. **ŘEZNÍČEK**, Martin, PATA, Vladimír, ČERNÝ, Jakub. Creep Behaviour of Thermoplastics Crosslinked by Irradiation. In Annals of DAAAM for 2011 & Proceedings of the 22nd International DAAAM Symposium "Intelligent Manufacturing & Automation: Power of Knowledge and Creativity". Vienna : DAAAM International Vienna, 2011, s. 1535-1536. ISSN 1726-9679. ISBN 978-3-901509-83-4.
3. **ŘEZNÍČEK**, Martin, ŠENKEŘÍK, Vojtěch, ŠKROBÁK, Adam, KYAS, Kamil, PATA, Vladimír, MAŇAS, David, STANĚK, Michal. Device for Measuring Creep at Higher Temperatures. In Recent, Advances in Automatic Control, Information and Communications 14th International Conference on Automation and Information (ICAI'13) 13th International Conference on Applied Informatics and Communications (AIC'13). Atény : WSEAS World Science and Engineering Academy and Science, 2013, s. 159-162. ISSN 1790-5117. ISBN 978-960-474-316-2.
4. **ŘEZNÍČEK**, Martin, PATA, Vladimír, HRBÁČ, Jaroslav. Kríповé chování termoplastů zesíťovaných ozařováním. In VIII. Mezinárodní nástrojářská konference ITC 2011. Zlín : Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2011, s. 1-4. ISBN 978-80-7454-026-4.
5. **ŘEZNÍČEK**, Martin, PATA, Vladimír, MAŇAS, David, MAŇAS, Miroslav. Užitiný vzor číslo 24898 - Zařízení k měření creepu polymerních materiálů, 2013.
6. Skrobak, A., M. Stanek, D. Manas, M. Ovsik, V. Senkerik, and M. **ŘEZNÍČEK**. 2014. *Mechanical Properties of Rubber Samples*. Key Engineering Materials. Vol. 606.
7. Kratky, P., Manas, D., Manas, M., Stanek, M., Ovsik, M., Kyas, K., & **ŘEZNÍČEK**, M. (2014). Nanohardness of electron beam irradiated polyamide 11. *International Journal of Mechanics*, 8(1), 37-44.
8. PATA, Vladimír, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Využití vysokorychlostní kamery při studiu crash testů dílů z polymerů. In VIII. Mezinárodní nástrojářská konference ITC 2011. Zlín : Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2011, s. 1-5. ISBN 978-80-7454-026-4.
9. PATA, Vladimír, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Relokační jednotka pro hodnocení jakosti povrchů polymerních výrobků, funkční vzorek 2012.
10. PATA, Vladimír, **ŘEZNÍČEK**, Martin, MAŇAS, David, STANĚK, Michal. Relokační přípravek pro zpřesnění a zrychlení hodnocení jakosti povrchu vzorku, Užitiný vzor číslo 25025, 2013.
11. PATA, Vladimír, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Polohovací držák vysokorychlostní kamery s laserovým zaměřovačem, Funkční vzorek. 2012.

12. MIZERA, Aleš, MAŇAS, Miroslav, HOLÍK, Zdeněk, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, NAVRÁTIL, Jan, OVSÍK, Martin, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Properties of irradiated PA12 by accelerated electrons. *International Journal of Mechanics*, 2013, roč. 7, č. 4, s. 435-442. ISSN 1998-4448.
13. OVSÍK, Martin, MAŇAS, David, MAŇAS, Miroslav, STANĚK, Michal, ŠANDA, Štěpán, KYAS, Kamil, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Microhardness of PA6 Influenced by Beta Low Irradiation Doses. *International Journal of Mathematics and Computers in Simulations*, 2012, roč. 6, č. 6, s. 575-583. ISSN 1998-0159.
14. OVSÍK, Martin, MAŇAS, David, MAŇAS, Miroslav, STANĚK, Michal, ŠANDA, Štěpán, KYAS, Kamil, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Effect of Beta Low Irradiation Doses on the Microhardness of PA6. In *Recent Researches in Circuits and Systems*. Kos : WSEAS Press (GR), 2012, s. 289-293. ISSN 1790-5117. ISBN 978-1-61804-108-1.
15. MIZERA, Aleš, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, NAVRÁTIL, Jan, OVSÍK, Martin, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Properties of PA12 after Radiation Cross-Linking. In *Recent Advances in Systems Science Proceedings of the 17th International Conference on Systems (part of CSCC'13)*. Rhodes : WSEAS Press (GR), 2013, s. 209-212. ISSN 1790-5117. ISBN 978-960-474-314-8.
16. KRÁTKÝ, Petr, MAŇAS, David, MAŇAS, Miroslav, STANĚK, Michal, OVSÍK, Martin, KYAS, Kamil, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Nanoharness of Polymers (Polyamide 11). In *Recent, Advances in Automatic Control, Information and Communications 14th International Conference on Automation and Information (ICAI'13) 13th International Conference on Applied Informatics and Communications (AIC'13)*. Atény : WSEAS World Science and Engineering Academy and Science, 2013, s. 135-139. ISSN 1790-5117. ISBN 978-960-474-316-2.
17. PATA, Vladimír, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Měření jakosti povrchů dílů z polymerů. In *VIII. Mezinárodní nástrojářská konference ITC 2011*. Zlín : Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2011, s. 1-4. ISBN 978-80-7454-026-4.
18. PATA, Vladimír, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Digitalizační jednotka pro měřicí mikroskopy, Funkční vzorek. 2012.
19. ŠENKERÍK, Vojtěch, STANĚK, Michal, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, ŠKROBÁK, Adam, NAVRÁTIL, Jan, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Influence of Temperature and Amount of Recycled Material to PC Properties. In *Recent Advances in Systems Science Proceedings of the 17th International Conference on Systems (part of CSCC'13)*. Rhodes : WSEAS Press (GR), 2013, s. 235-238. ISSN 1790-5117. ISBN 978-960-474-314-8.

20. PATA, Vladimír, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Stand pro měření házivosti vzorků pro Chip - Chung test. 2012, Funkční vzorek.
21. ŠKROBÁK, Adam, STANĚK, Michal, KYAS, Kamil, MAŇAS, David, MAŇAS, Miroslav, **ŘEZNÍČEK**, Martin, ŠENKERÍK, Vojtěch. Comparison of mechanical properties of injection molded and compression molded rubber samples. *International Journal of Mechanics*, 2013, roč. 7, č. 4, s. 409-416. ISSN 1998-4448.
22. PATA, Vladimír, MAŇAS, David, MAŇAS, Miroslav, STANĚK, Michal, MALOCH, Jaroslav, **ŘEZNÍČEK**, Martin. REPLIKACE POVRCHOVÝCH STRUKTUR. *Strojírenská technologie*, 2011, roč. 16, č. 6, s. 38-42. ISSN 1211-4162.
23. KYAS, Kamil, STANĚK, Michal, ŠKROBÁK, Adam, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, **ŘEZNÍČEK**, Martin, ŠENKERÍK, Vojtěch. Influence of runner section on curing rate during injection molding of NBR compound. *International Journal of Mechanics*, 2013, roč. 7, č. 3, s. 242-250. ISSN 1998-4448.
24. MIZERA, Aleš, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, NAVRÁTIL, Jan, BEDNAŘÍK, Martin, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Comparison of PA11 and PA12 Properties after Radiation Cross-Linking. In Recent, Advances in Automatic Control, Information and Communications 14th International Conference on Automation and Information (ICAI'13) 13th International Conference on Applied Informatics and Communications (AIC'13). Atény : WSEAS World Science and Engineering Academy and Science, 2013, s. 119-122. ISSN 1790-5117. ISBN 978-960-474-316-2.
25. MIZERA, Aleš, NAVRÁTIL, Jan, MAŇAS, Miroslav, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, BEDNAŘÍK, Martin, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Properties of LDPE with the Filler of Recycled Irradiated HDPE. In Recent, Advances in Automatic Control, Information and Communications 14th International Conference on Automation and Information (ICAI'13) 13th International Conference on Applied Informatics and Communications (AIC'13). Atény : WSEAS World Science and Engineering Academy and Science, 2013, s. 123-126. ISSN 1790-5117. ISBN 978-960-474-316-2.
26. MIZERA, Aleš, MAŇAS, Miroslav, HOLÍK, Zdeněk, MAŇAS, David, STANĚK, Michal, NAVRÁTIL, Jan, OVSÍK, Martin, **ŘEZNÍČEK**, Martin. Properties of irradiated PA11 by accelerated electrons. *International Journal of Mechanics*, 2013, roč. 7, č. 3, s. 164-171. ISSN 1998-4448.

CV AUTORA

Jméno a příjmení, tituly: **Martin Řezníček, Ing.**
Datum a místo narození: 13. dubna 1985, Uherské Hradiště
Bydliště: Staré Město, Úprkova 1805, 686 03
E-mail: mreznicek@ft.utb.cz
Státní příslušnost: ČR
Rodinný stav: svobodný

Školní vzdělání

9/2010 – dosud

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická,
studijní program: Procesní inženýrství,
obor: Nástroje a procesy – doktorské studium,

9/2008 – 6/2011

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická,
studijní program: Procesní inženýrství,
obor: Výrobní inženýrství – navazující magisterské studium,

9/2005 – 6/2008

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická,
studijní program: Procesní inženýrství,
obor: Technologická zařízení – bakalářské studium,

9/2001 – 6/2005

Centrum Odborné Přípravy technické Uherský Brod,
obor: Mechanik Seřizovač,

Pedagogická činnost:

Jakost a metrologie, Technická měření, Technické kreslení, Úvod do CAD, vedení a oponování bakalářských a diplomových prací

Znalosti a dovednosti:

Anglický jazyk, Software (Catia V5 a Catia V6, Minitab v15, NX 8, Inventor, Autocad)

SEZNAM PŘÍLOH

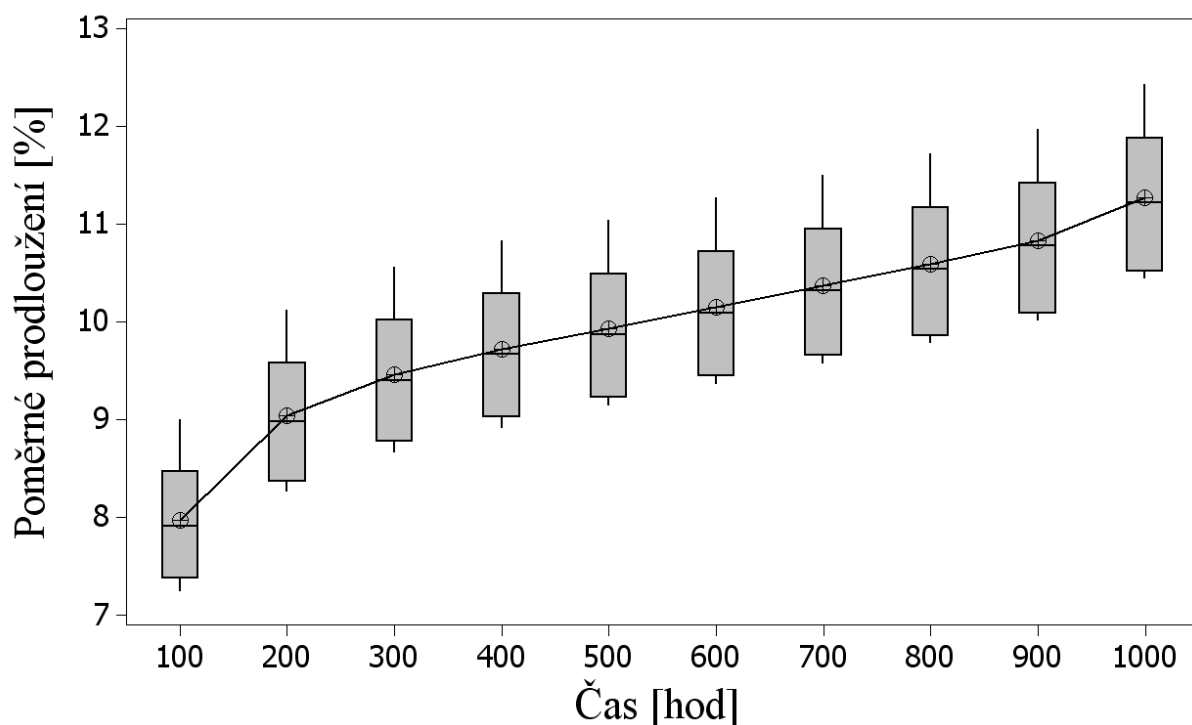
- Příloha A. Hornova tabulka
- Příloha B. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 neozářeného
- Příloha C. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 33kGy
- Příloha D. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 66kGy
- Příloha E. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 99kGy
- Příloha F. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 132kGy
- Příloha G. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 165kGy
- Příloha H. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 198 kGy
- Příloha I. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE nesíťovaný
- Příloha J. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 33 kGy
- Příloha K. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 66 kGy
- Příloha L. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 99 kGy
- Příloha M. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 132 kGy
- Příloha N. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 165 kGy
- Příloha O. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 198 kGy
- Příloha P. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE neozářený při 80 °C
- Příloha Q. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 33 kGy při 80 °C
- Příloha R. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 66 kGy při 80 °C
- Příloha S. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 99 kGy při 80 °C
- Příloha T. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 132 kGy při 80 °C
- Příloha U. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 165 kGy při 80 °C
- Příloha V. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 198 kGy při 80 °C
- Příloha W. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE neozářený při 80 °C
- Příloha X. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 33 kGy při 80 °C
- Příloha Y. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 66 kGy při 80 °C
- Příloha Z. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 99 kGy při 80 °C
- Příloha AA. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 132 kGy při 80 °C
- Příloha BB. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 165 kGy při 80 °C

Příloha CC. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 198 kGy při 80 °C

Příloha A. Hornova tabulka

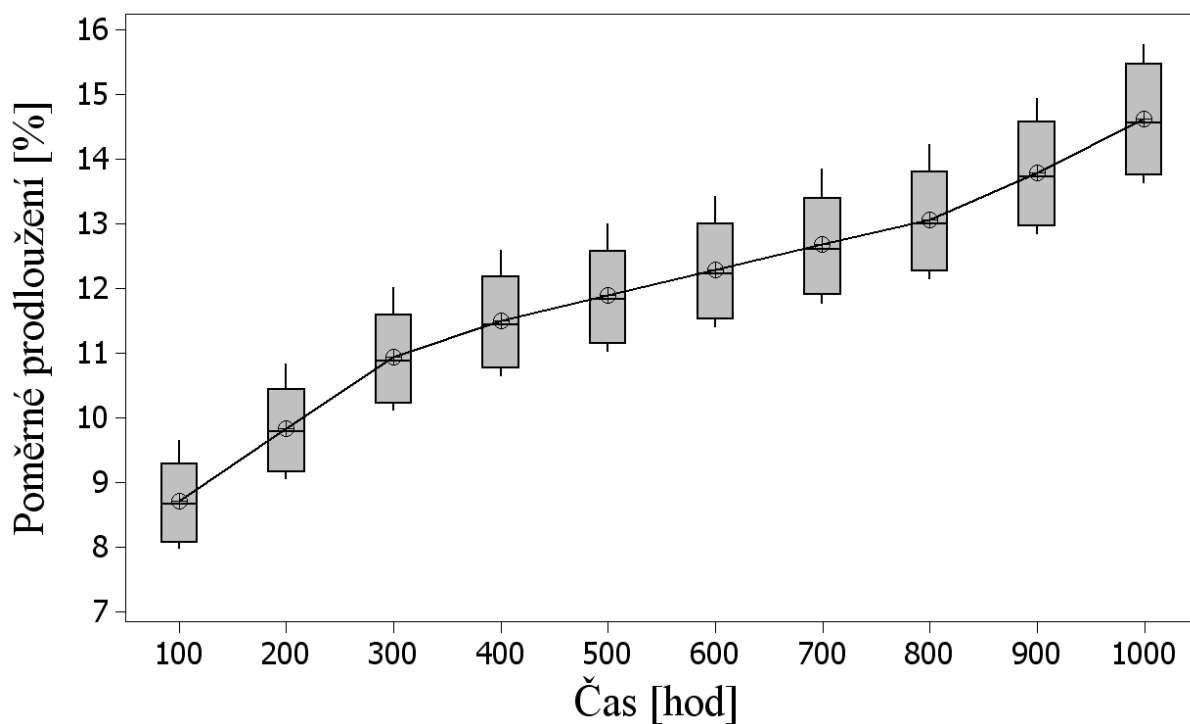
n	$1 - \alpha =$	0.9	0.95	0.975	0.99	0.995
4		0.477	0.555	0.738	1.040	1.331
5		0.869	1.370	2.094	3.715	5.805
6		0.531	0.759	1.035	1.505	1.968
7		0.451	0.550	0.720	0.978	1.211
8		0.393	0.469	0.564	0.741	0.890
9		0.484	0.688	0.915	1.265	1.575
10		0.400	0.523	0.668	0.878	1.051
11		0.363	0.452	0.545	0.714	0.859
12		0.344	0.423	0.483	0.593	0.697
13		0.389	0.497	0.608	0.792	0.945
14		0.348	0.437	0.525	0.661	0.776
15		0.318	0.399	0.466	0.586	0.685
16		0.299	0.374	0.435	0.507	0.591
17		0.331	0.421	0.502	0.637	0.774
18		0.300	0.380	0.451	0.555	0.650
19		0.288	0.361	0.423	0.502	0.575
20		0.266	0.337	0.397	0.464	0.519

Příloha B. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 neozářeného



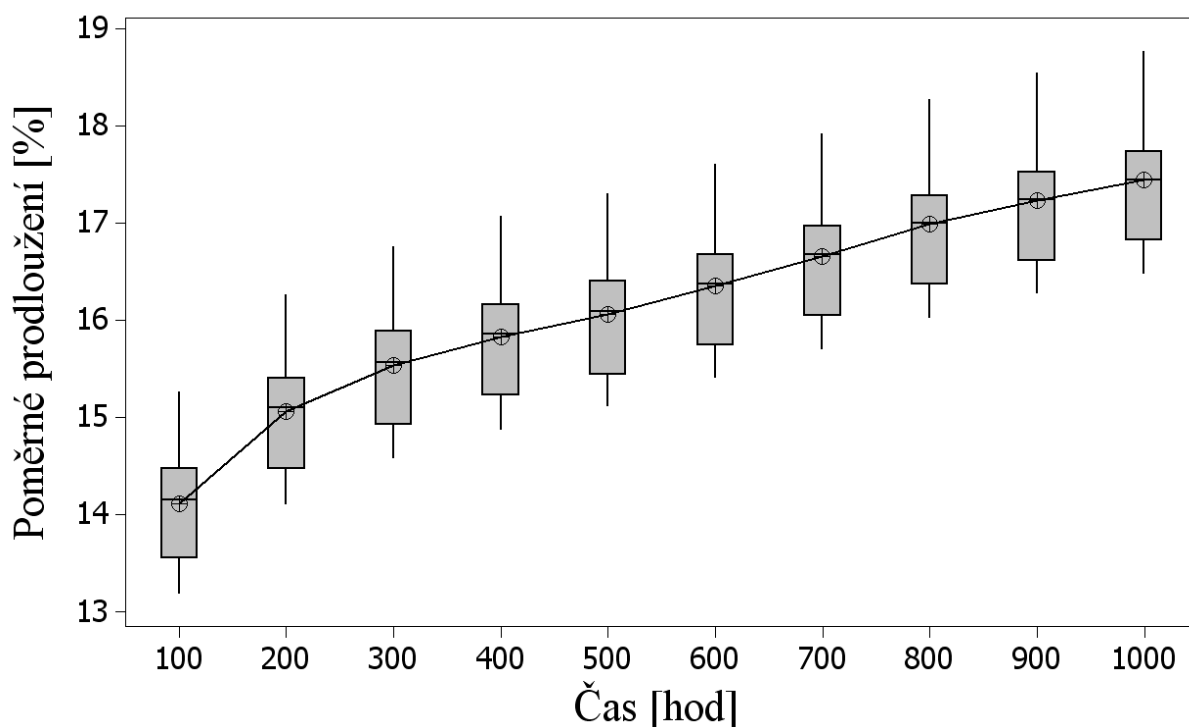
PA6 0 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	7,97	0,23	0,64	8,04	7,91	1,76
200	8	9,04	0,24	0,69	7,63	8,98	1,86
300	8	9,46	0,25	0,70	7,43	9,40	1,90
400	8	9,72	0,25	0,71	7,31	9,67	1,92
500	8	9,93	0,25	0,71	7,13	9,87	1,89
600	8	10,15	0,25	0,72	7,04	10,09	1,91
700	8	10,38	0,26	0,73	6,99	10,33	1,93
800	8	10,59	0,26	0,73	6,90	10,54	1,94
900	8	10,83	0,26	0,74	6,85	10,79	1,96
1000	8	11,28	0,27	0,75	6,68	11,23	1,99

Příloha C. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 33kGy



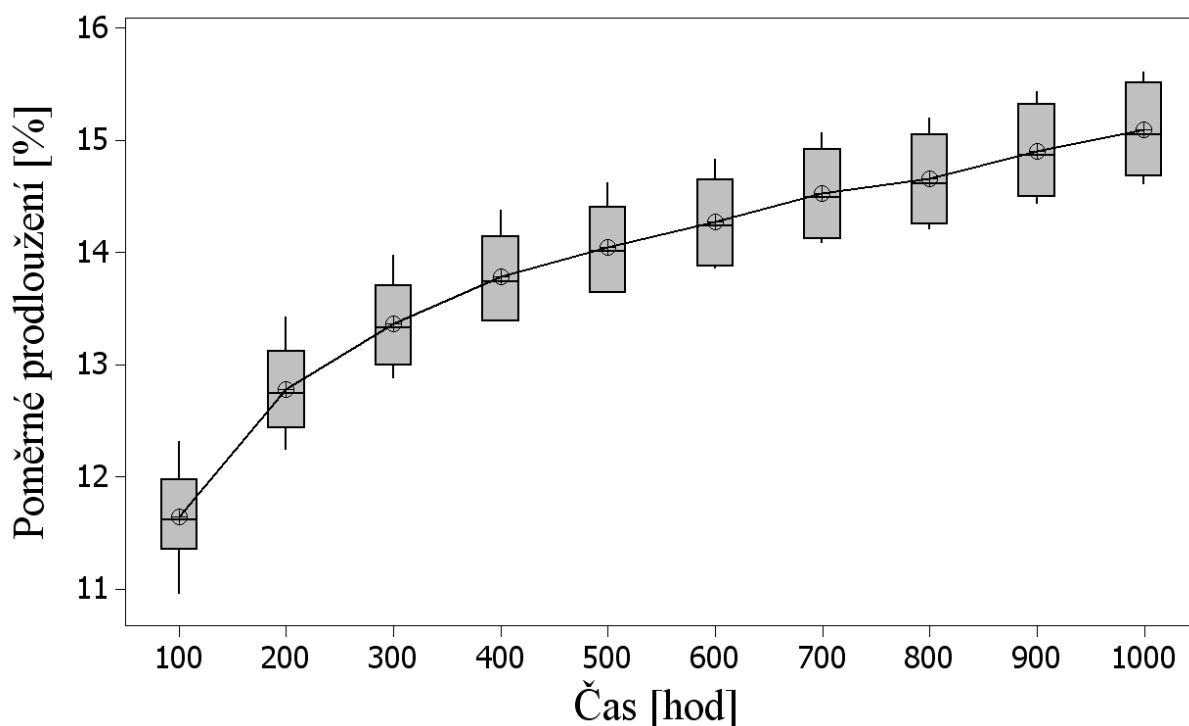
PA6 33 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	8,71	0,25	0,71	8,15	8,67	1,69
200	8	9,84	0,26	0,74	7,56	9,79	1,79
300	8	10,94	0,28	0,79	7,22	10,89	1,91
400	8	11,51	0,29	0,81	7,03	11,44	1,96
500	8	11,90	0,29	0,82	6,91	11,84	2,00
600	8	12,30	0,30	0,84	6,82	12,24	2,04
700	8	12,68	0,30	0,85	6,73	12,62	2,08
800	8	13,07	0,31	0,87	6,63	13,00	2,10
900	8	13,80	0,31	0,89	6,43	13,74	2,11
1000	8	14,63	0,33	0,93	6,34	14,57	2,16

Příloha D. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 66kGy



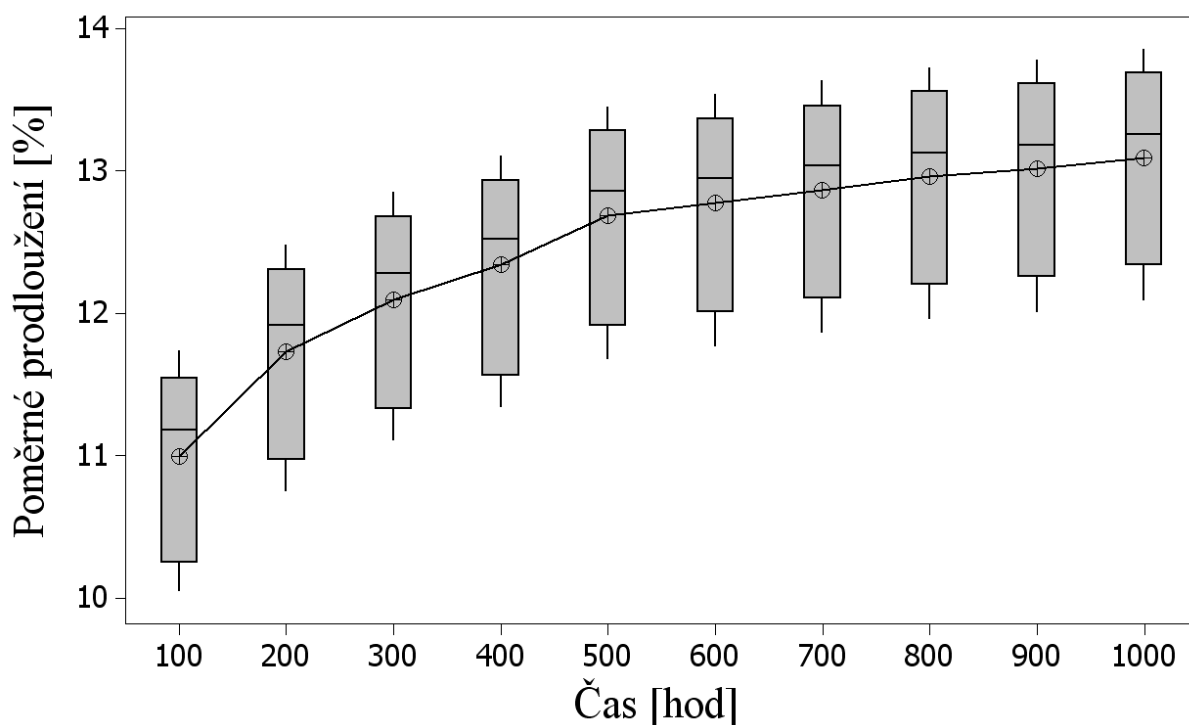
PA6 66 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	14,11	0,23	0,64	4,57	14,15	2,08
200	8	15,06	0,24	0,67	4,43	15,10	2,16
300	8	15,53	0,24	0,68	4,37	15,57	2,18
400	8	15,83	0,24	0,68	4,31	15,86	2,20
500	8	16,06	0,24	0,68	4,26	16,09	2,19
600	8	16,35	0,24	0,68	4,18	16,37	2,20
700	8	16,66	0,24	0,69	4,13	16,67	2,23
800	8	16,98	0,25	0,69	4,09	17,00	2,25
900	8	17,24	0,25	0,70	4,08	17,25	2,28
1000	8	17,45	0,25	0,70	4,04	17,45	2,29

Příloha E. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 99kGy



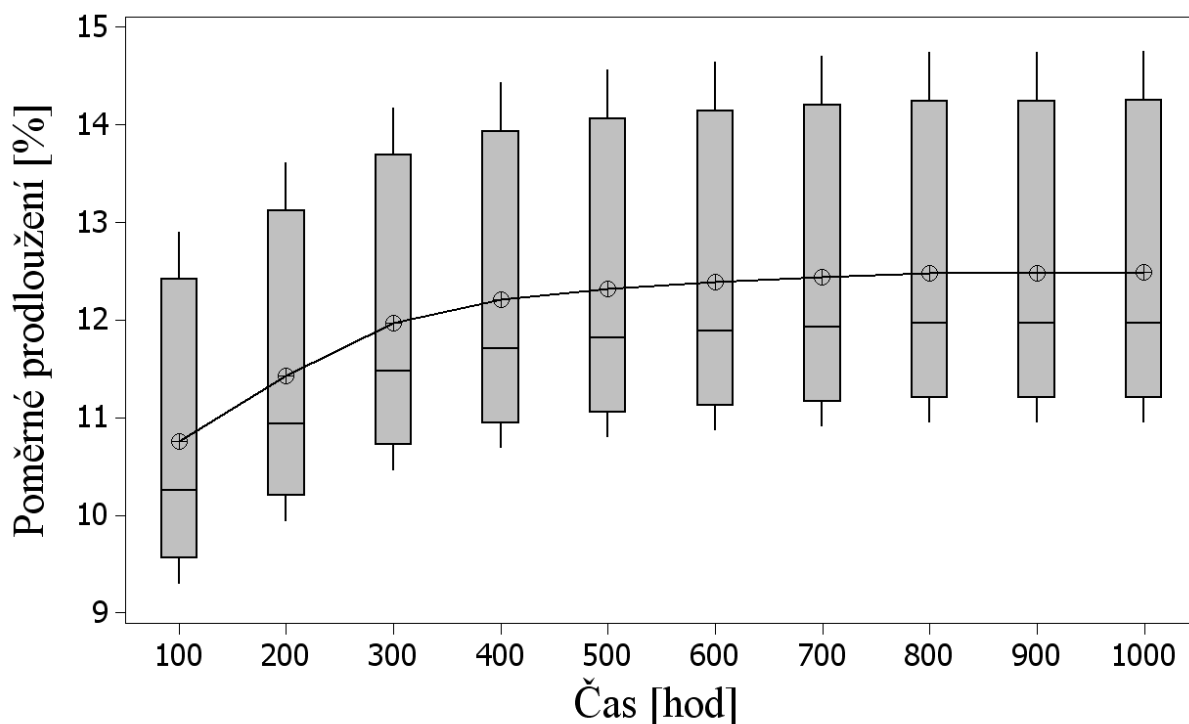
PA6 99 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	11,64	0,15	0,43	3,72	11,62	1,36
200	8	12,78	0,14	0,41	3,19	12,75	1,19
300	8	13,37	0,14	0,40	2,99	13,33	1,10
400	8	13,79	0,14	0,39	2,82	13,74	0,99
500	8	14,05	0,14	0,39	2,76	14,02	0,99
600	8	14,28	0,14	0,39	2,70	14,24	0,98
700	8	14,53	0,14	0,39	2,65	14,49	0,99
800	8	14,66	0,14	0,39	2,64	14,62	1,00
900	8	14,91	0,14	0,39	2,63	14,87	1,01
1000	8	15,09	0,14	0,40	2,61	15,06	1,01

Příloha F. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 132kGy



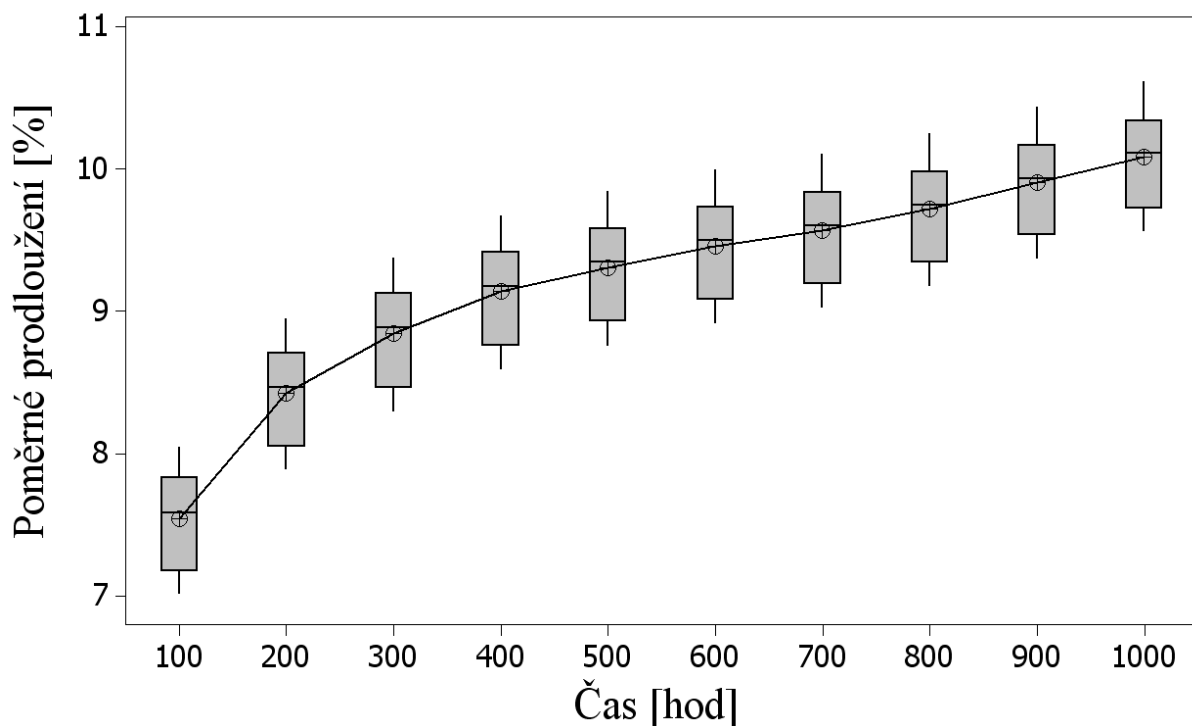
PA6 132 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	11,00	0,23	0,66	5,95	11,18	1,69
200	8	11,73	0,24	0,68	5,77	11,92	1,74
300	8	12,10	0,24	0,68	5,64	12,28	1,75
400	8	12,34	0,24	0,69	5,59	12,52	1,77
500	8	12,69	0,24	0,69	5,44	12,86	1,78
600	8	12,78	0,24	0,69	5,40	12,95	1,78
700	8	12,87	0,24	0,69	5,34	13,04	1,78
800	8	12,97	0,24	0,69	5,31	13,13	1,77
900	8	13,02	0,24	0,69	5,30	13,18	1,77
1000	8	13,10	0,24	0,69	5,25	13,26	1,77

Příloha G. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 165kGy



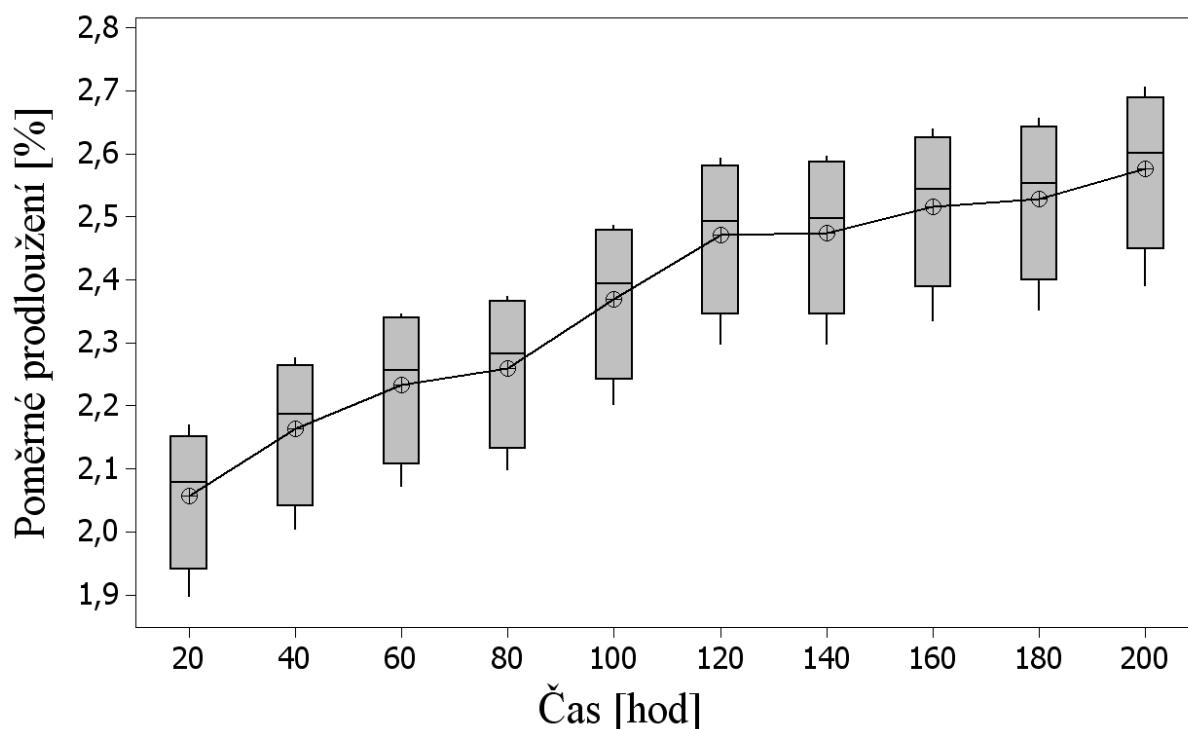
PA6 165 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	10,76	0,51	1,43	13,28	10,26	3,62
200	8	11,43	0,51	1,45	12,71	10,94	3,68
300	8	11,97	0,52	1,47	12,30	11,48	3,72
400	8	12,21	0,52	1,48	12,14	11,71	3,74
500	8	12,32	0,53	1,49	12,12	11,82	3,77
600	8	12,39	0,53	1,50	12,09	11,89	3,78
700	8	12,44	0,53	1,51	12,13	11,93	3,80
800	8	12,48	0,53	1,51	12,10	11,97	3,80
900	8	12,48	0,53	1,51	12,10	11,97	3,80
1000	8	12,49	0,54	1,52	12,13	11,97	3,81

Příloha H. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro PA6 198 kGy



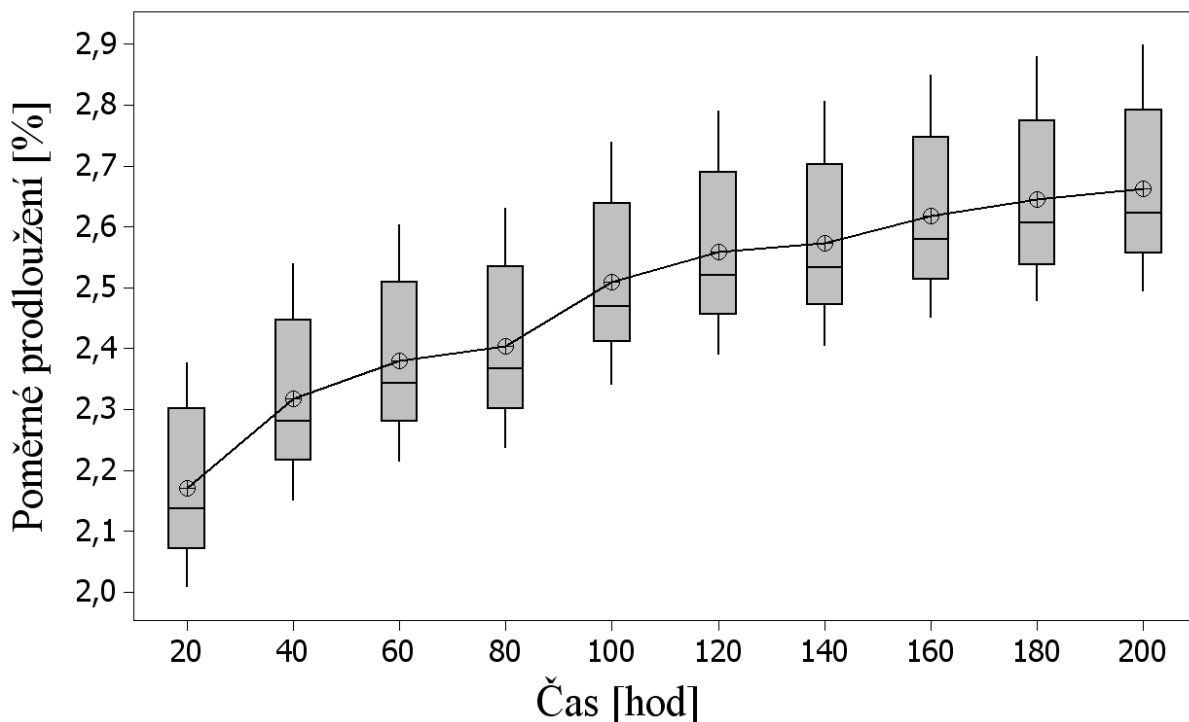
PA6 198 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
100	8	7,54	0,13	0,36	4,76	7,58	1,03
200	8	8,43	0,13	0,37	4,37	8,47	1,06
300	8	8,85	0,13	0,37	4,22	8,88	1,08
400	8	9,14	0,13	0,38	4,10	9,18	1,08
500	8	9,31	0,13	0,38	4,02	9,35	1,09
600	8	9,46	0,13	0,37	3,93	9,50	1,08
700	8	9,57	0,13	0,37	3,87	9,61	1,08
800	8	9,72	0,13	0,37	3,78	9,75	1,07
900	8	9,91	0,13	0,37	3,69	9,94	1,07
1000	8	10,09	0,13	0,36	3,58	10,11	1,06

Příloha I. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE nesíťovaný



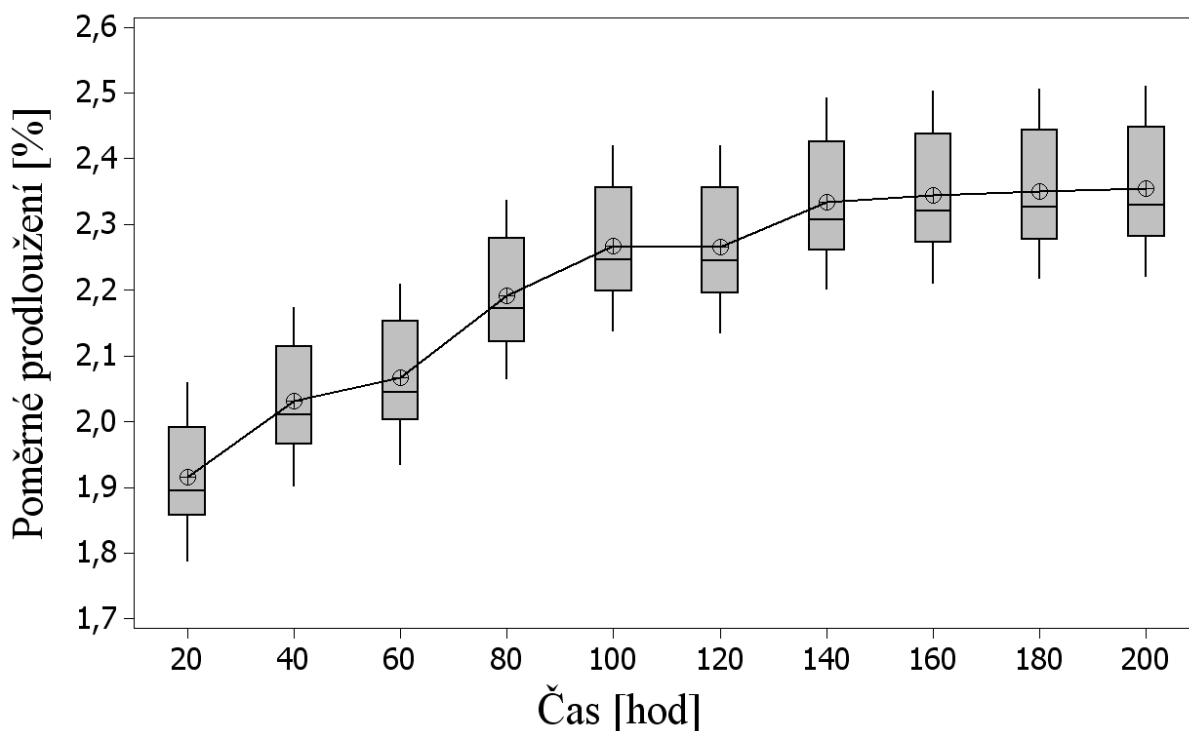
HDPE 0 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	2,06	0,04	0,11	5,15	2,08	0,27
40	8	2,16	0,04	0,11	5,04	2,19	0,27
60	8	2,23	0,04	0,11	5,00	2,26	0,28
80	8	2,26	0,04	0,11	4,97	2,28	0,28
100	8	2,37	0,04	0,11	4,85	2,39	0,29
120	8	2,47	0,04	0,12	4,70	2,49	0,30
140	8	2,47	0,04	0,12	4,78	2,50	0,30
160	8	2,52	0,04	0,12	4,73	2,54	0,31
180	8	2,53	0,04	0,12	4,74	2,55	0,31
200	8	2,58	0,04	0,12	4,73	2,60	0,32

Příloha J. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 33 kGy



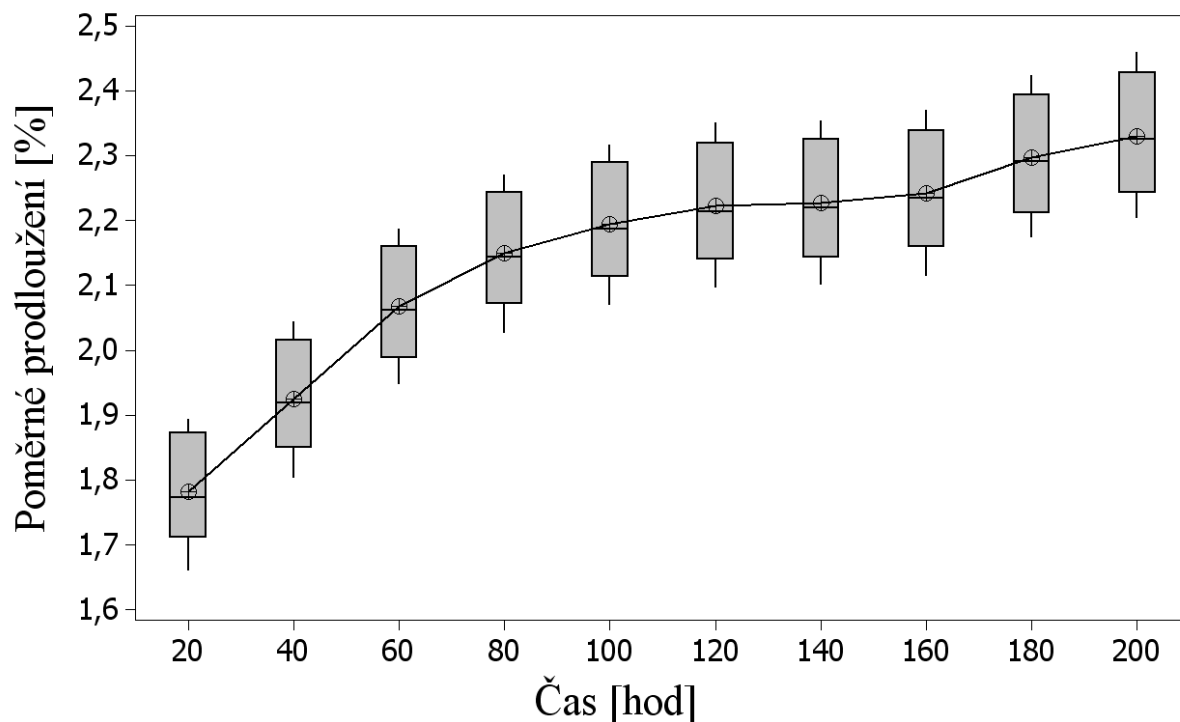
HDPE 33 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	2,17	0,05	0,13	5,96	2,14	0,37
40	8	2,32	0,05	0,13	5,78	2,28	0,39
60	8	2,38	0,05	0,13	5,63	2,34	0,39
80	8	2,40	0,05	0,14	5,63	2,37	0,39
100	8	2,51	0,05	0,14	5,41	2,47	0,40
120	8	2,56	0,05	0,14	5,35	2,52	0,40
140	8	2,57	0,05	0,14	5,33	2,53	0,40
160	8	2,62	0,05	0,14	5,23	2,58	0,40
180	8	2,65	0,05	0,14	5,22	2,61	0,40
200	8	2,66	0,05	0,14	5,21	2,62	0,41

Příloha K. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 66 kGy



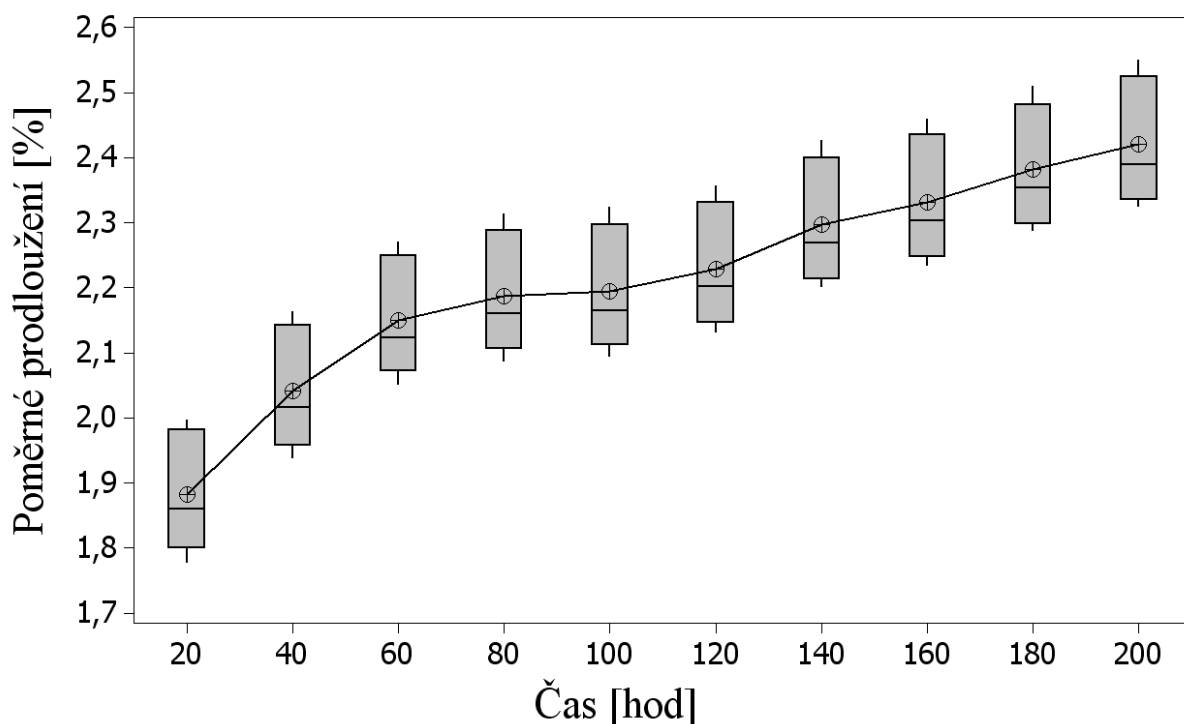
HDPE 66 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R[%]
20	8	1,92	0,03	0,09	4,67	1,90	0,27
40	8	2,03	0,03	0,09	4,53	2,01	0,27
60	8	2,07	0,03	0,09	4,52	2,05	0,28
80	8	2,19	0,03	0,09	4,26	2,17	0,27
100	8	2,27	0,03	0,10	4,22	2,25	0,28
120	8	2,27	0,03	0,10	4,28	2,25	0,29
140	8	2,33	0,04	0,10	4,26	2,31	0,29
160	8	2,34	0,04	0,10	4,23	2,32	0,29
180	8	2,35	0,04	0,10	4,21	2,33	0,29
200	8	2,35	0,04	0,10	4,20	2,33	0,29

Příloha L. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 99 kGy



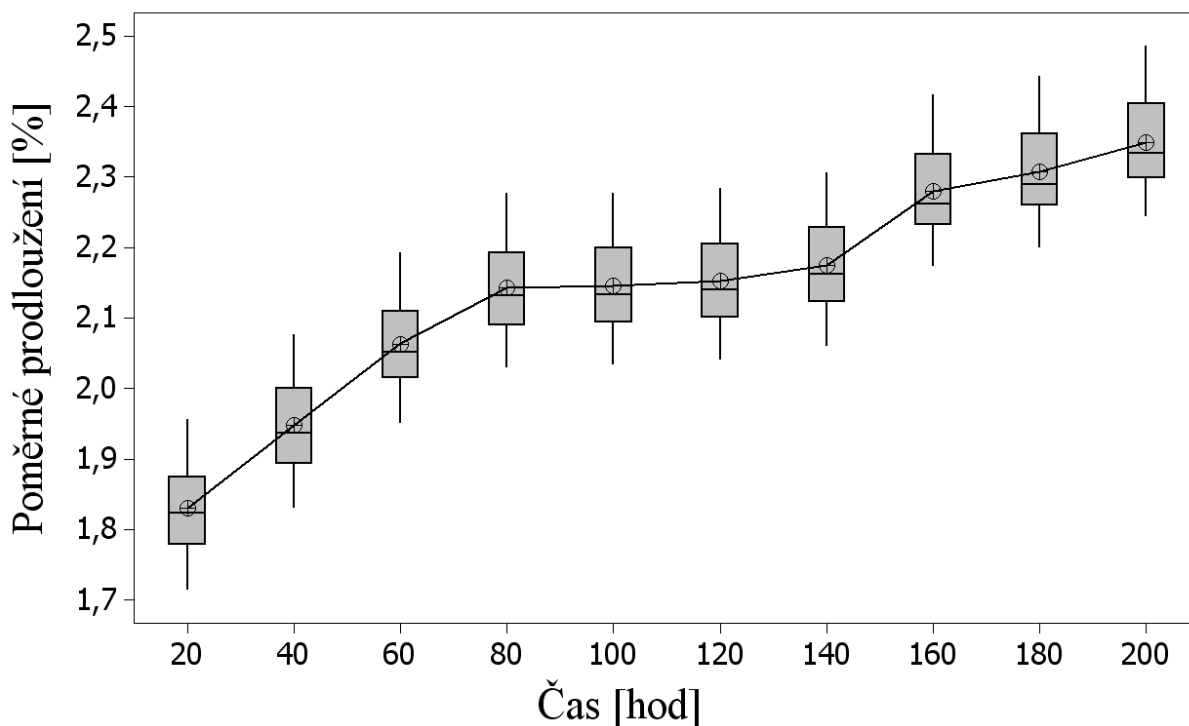
HDPE 99 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	1,78	0,03	0,08	4,70	1,77	0,23
40	8	1,93	0,03	0,09	4,44	1,92	0,24
60	8	2,07	0,03	0,09	4,20	2,06	0,24
80	8	2,15	0,03	0,09	4,06	2,14	0,24
100	8	2,19	0,03	0,09	4,06	2,19	0,25
120	8	2,22	0,03	0,09	4,09	2,21	0,25
140	8	2,23	0,03	0,09	4,12	2,22	0,25
160	8	2,24	0,03	0,09	4,08	2,24	0,26
180	8	2,30	0,03	0,09	3,97	2,29	0,25
200	8	2,33	0,03	0,09	3,99	2,33	0,26

Příloha M. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 132 kGy



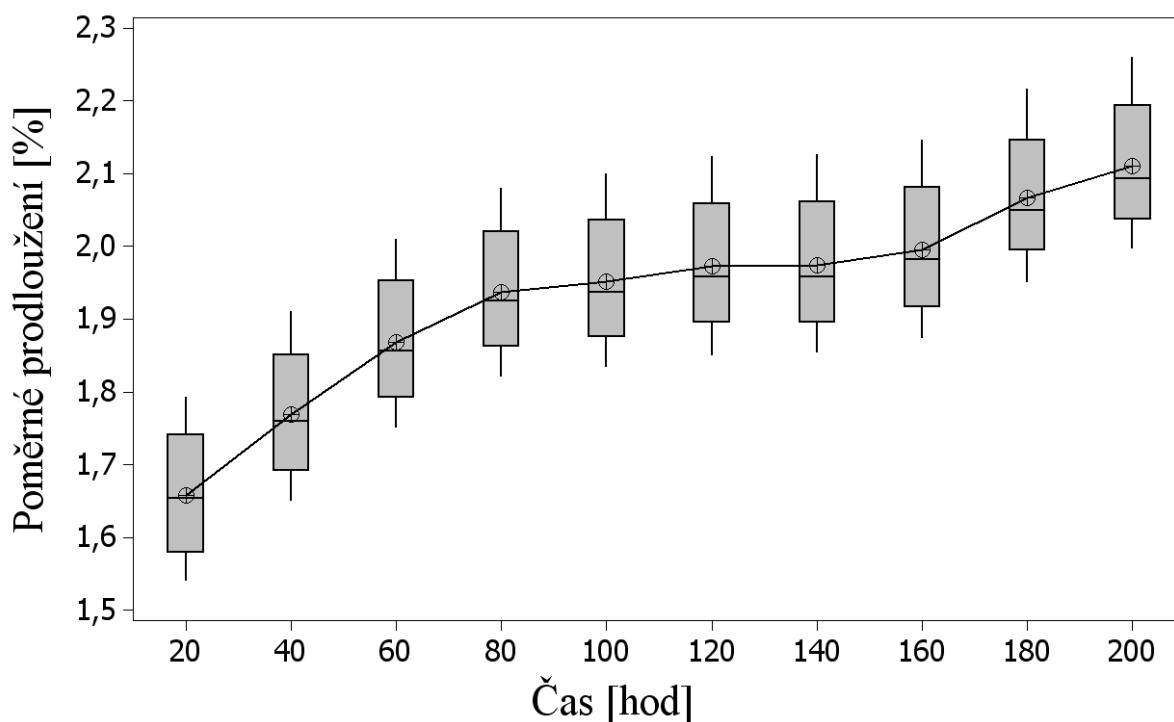
HDPE 132 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	1,88	0,03	0,09	4,97	1,86	0,22
40	8	2,04	0,03	0,09	4,63	2,02	0,23
60	8	2,15	0,03	0,09	4,27	2,12	0,22
80	8	2,19	0,03	0,09	4,31	2,16	0,23
100	8	2,19	0,03	0,10	4,35	2,17	0,23
120	8	2,23	0,03	0,09	4,25	2,20	0,23
140	8	2,30	0,03	0,09	4,12	2,27	0,23
160	8	2,33	0,03	0,09	4,07	2,30	0,23
180	8	2,38	0,03	0,09	3,89	2,35	0,22
200	8	2,42	0,03	0,09	3,90	2,39	0,23

Příloha N. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 165 kGy



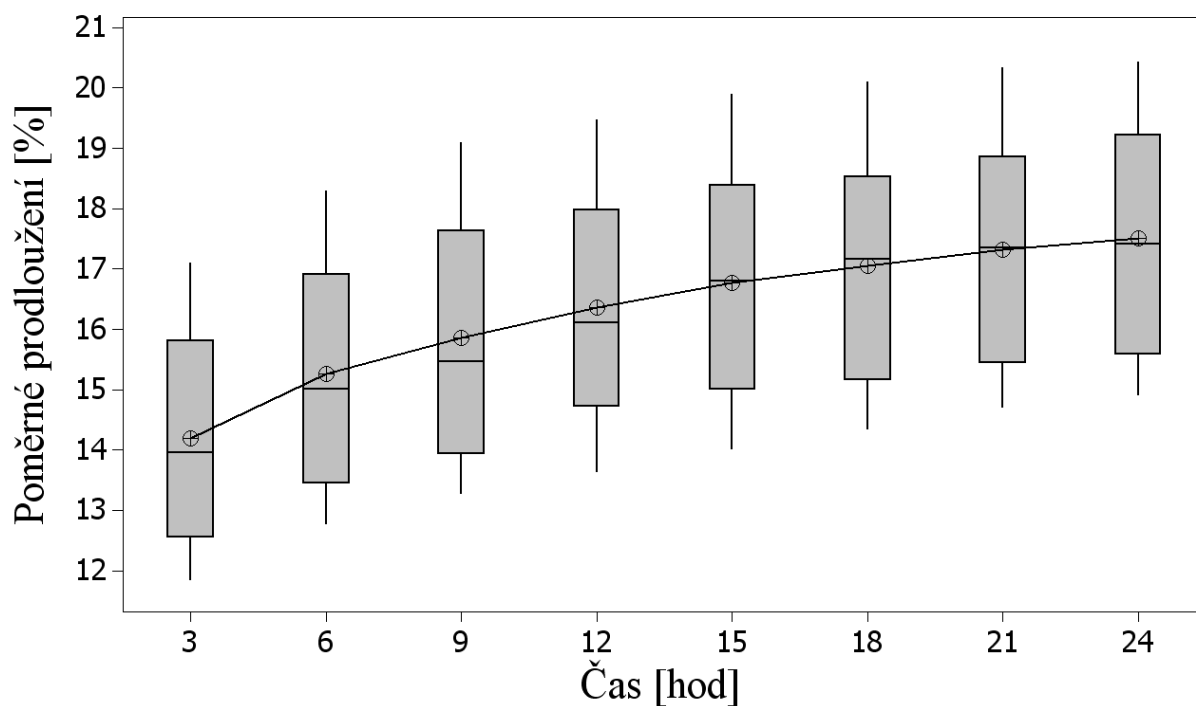
HDPE 165 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	1,83	0,03	0,07	4,01	1,82	0,24
40	8	1,95	0,03	0,08	3,90	1,94	0,25
60	8	2,06	0,03	0,07	3,56	2,05	0,24
80	8	2,14	0,03	0,08	3,52	2,13	0,25
100	8	2,15	0,03	0,08	3,50	2,13	0,24
120	8	2,15	0,03	0,08	3,49	2,14	0,24
140	8	2,18	0,03	0,08	3,50	2,16	0,25
160	8	2,28	0,03	0,08	3,30	2,26	0,24
180	8	2,31	0,03	0,08	3,26	2,29	0,24
200	8	2,35	0,03	0,08	3,23	2,33	0,24

Příloha O. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 198 kGy



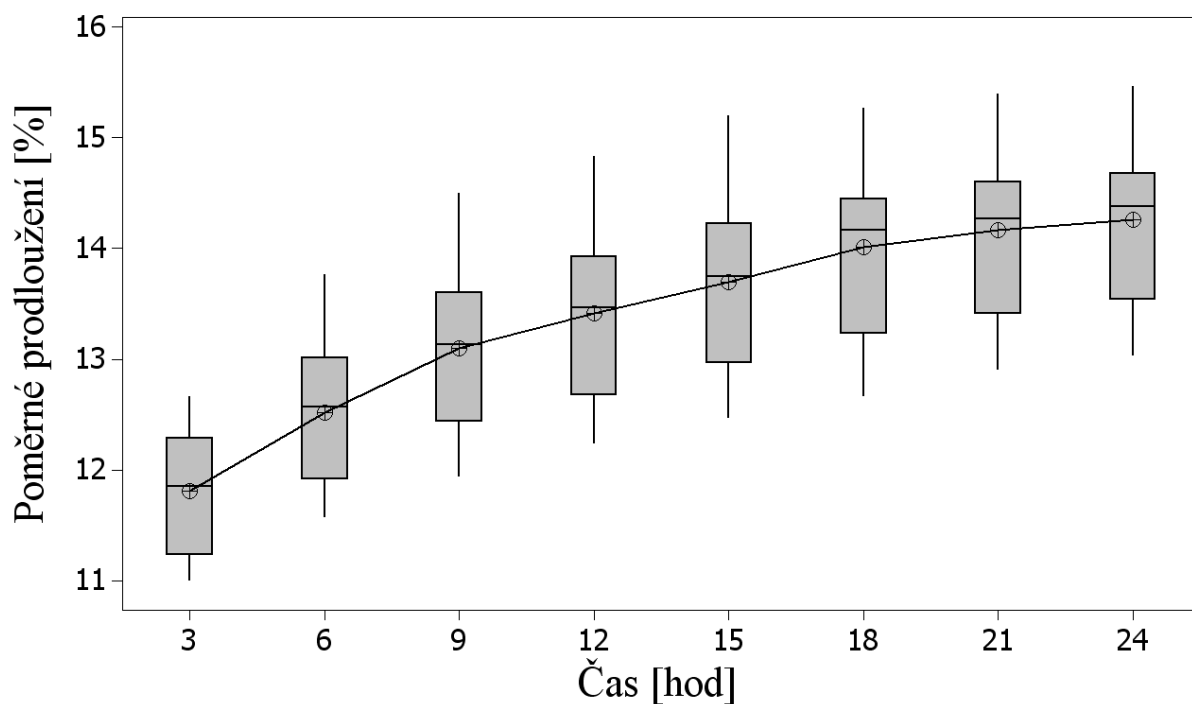
HDPE 198 kGy							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
20	8	1,66	0,03	0,09	5,42	1,65	0,25
40	8	1,77	0,03	0,09	5,10	1,76	0,26
60	8	1,87	0,03	0,09	4,85	1,86	0,26
80	8	1,94	0,03	0,09	4,64	1,93	0,26
100	8	1,95	0,03	0,09	4,73	1,94	0,27
120	8	1,97	0,03	0,09	4,75	1,96	0,27
140	8	1,97	0,03	0,09	4,79	1,96	0,27
160	8	2,00	0,03	0,09	4,73	1,98	0,27
180	8	2,07	0,03	0,09	4,38	2,05	0,27
200	8	2,11	0,03	0,09	4,30	2,09	0,26

Příloha P. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE neozářený při 80 °C



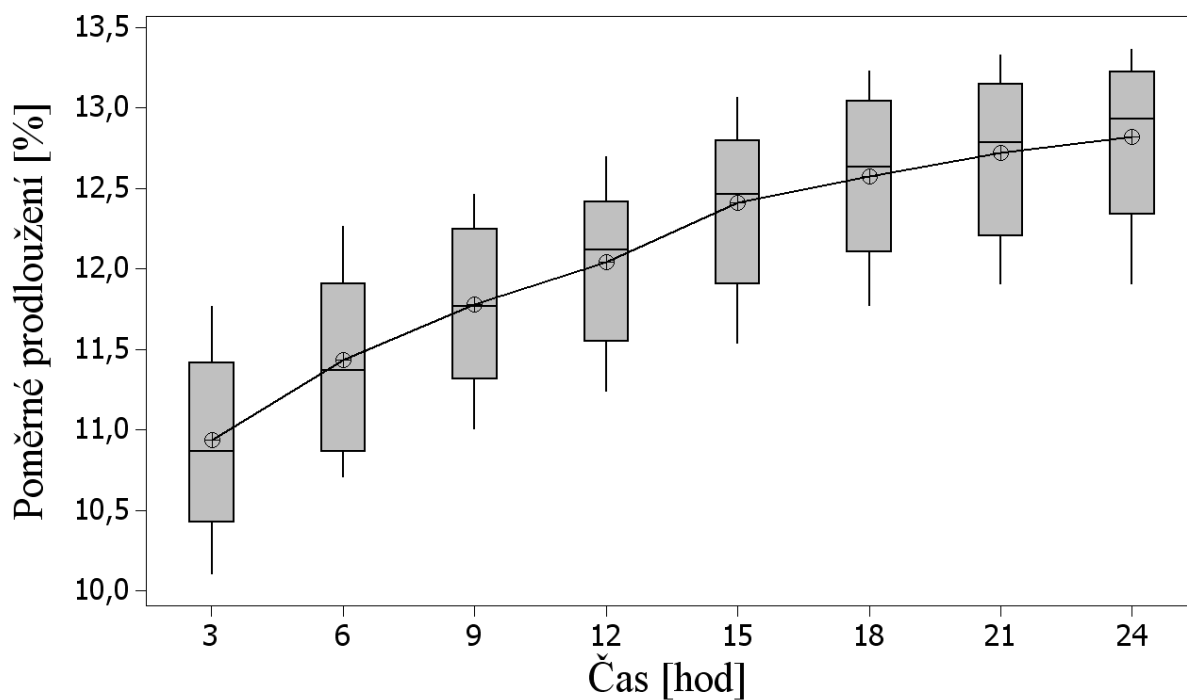
HDPE 0 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	14,19	0,51	1,77	12,47	13,95	5,27
6	12	15,27	0,55	1,91	12,54	15,02	5,53
9	12	15,87	0,59	2,06	12,98	15,47	5,83
12	12	16,36	0,58	2,00	12,25	16,12	5,83
15	12	16,77	0,59	2,05	12,24	16,80	5,90
18	12	17,05	0,59	2,04	11,99	17,17	5,77
21	12	17,32	0,60	2,08	12,02	17,35	5,63
24	12	17,51	0,60	2,09	11,92	17,42	5,53

Příloha Q. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 33 kGy při 80 °C



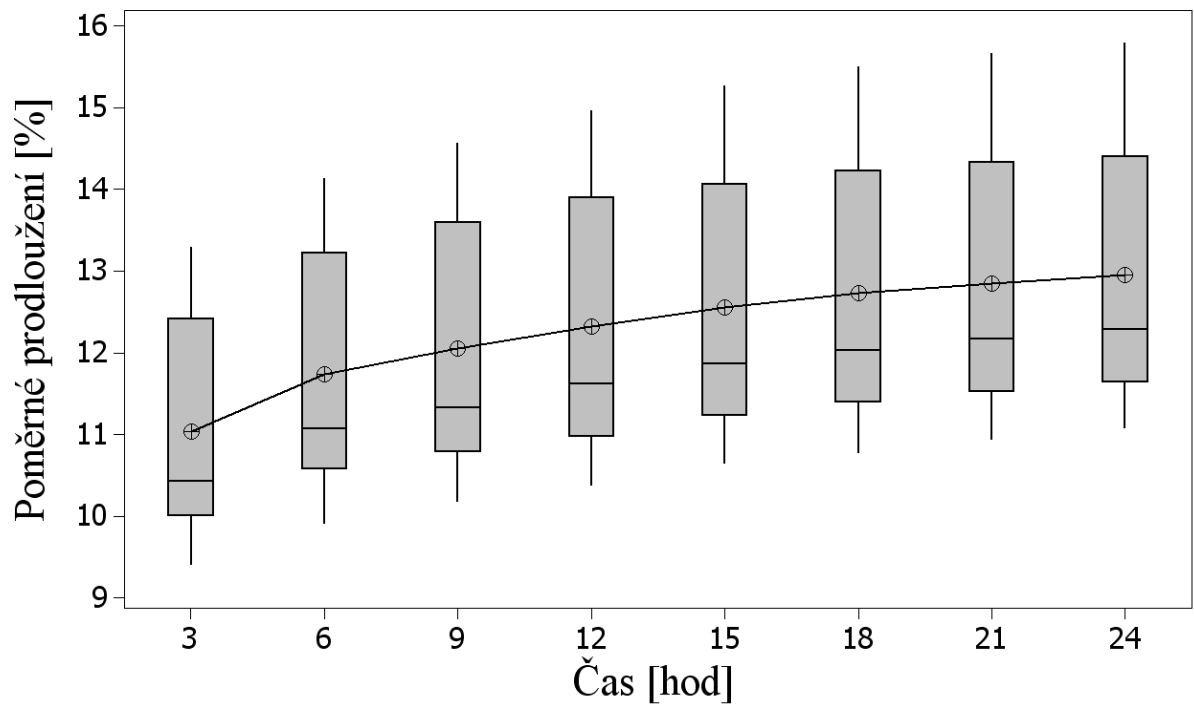
HDPE 33 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	11,81	0,16	0,57	4,79	11,85	1,67
6	12	12,52	0,20	0,68	5,44	12,57	2,20
9	12	13,10	0,22	0,75	5,75	13,13	2,57
12	12	13,41	0,22	0,77	5,72	13,47	2,60
15	12	13,70	0,23	0,80	5,80	13,75	2,73
18	12	14,01	0,23	0,80	5,70	14,17	2,60
21	12	14,16	0,23	0,79	5,57	14,27	2,50
24	12	14,26	0,23	0,78	5,49	14,38	2,43

Příloha R. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 66 kGy při 80 °C



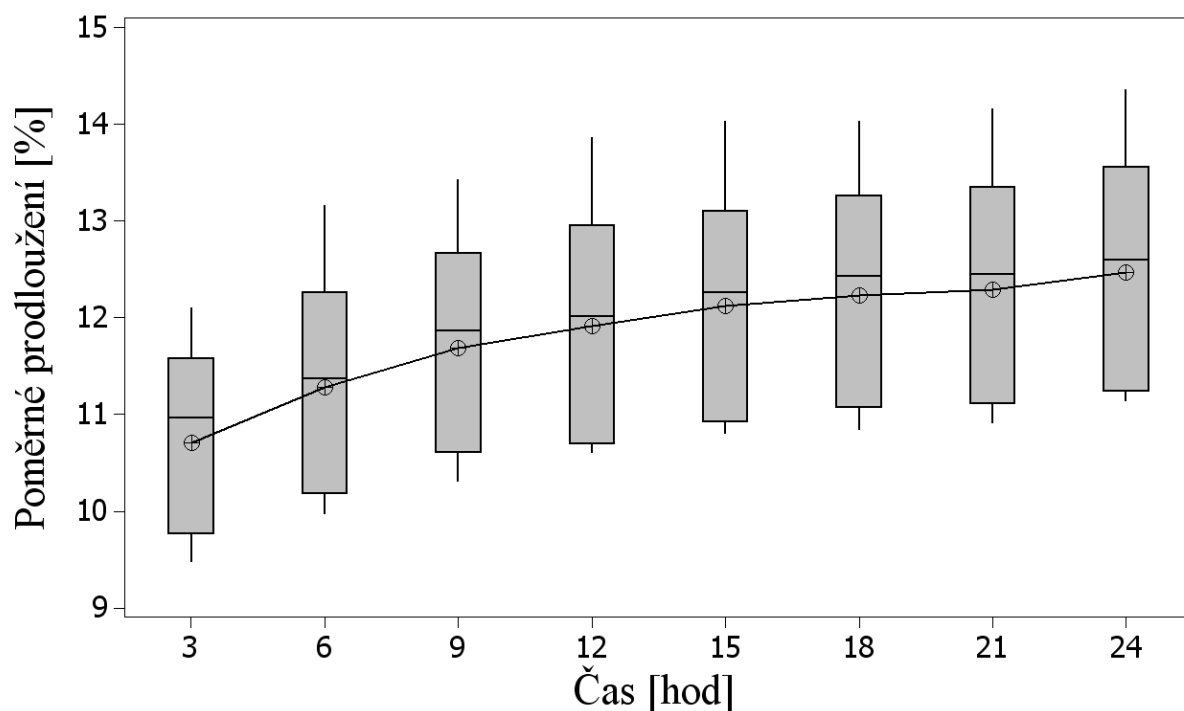
HDPE 66 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	10,94	0,16	0,55	5,01	10,87	1,67
6	12	11,43	0,16	0,54	4,70	11,37	1,57
9	12	11,78	0,15	0,52	4,44	11,77	1,47
12	12	12,04	0,14	0,49	4,03	12,12	1,47
15	12	12,41	0,14	0,50	4,00	12,47	1,53
18	12	12,58	0,15	0,50	3,99	12,63	1,47
21	12	12,72	0,14	0,49	3,86	12,78	1,43
24	12	12,82	0,14	0,48	3,73	12,93	1,47

Příloha S. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 99 kGy při 80 °C



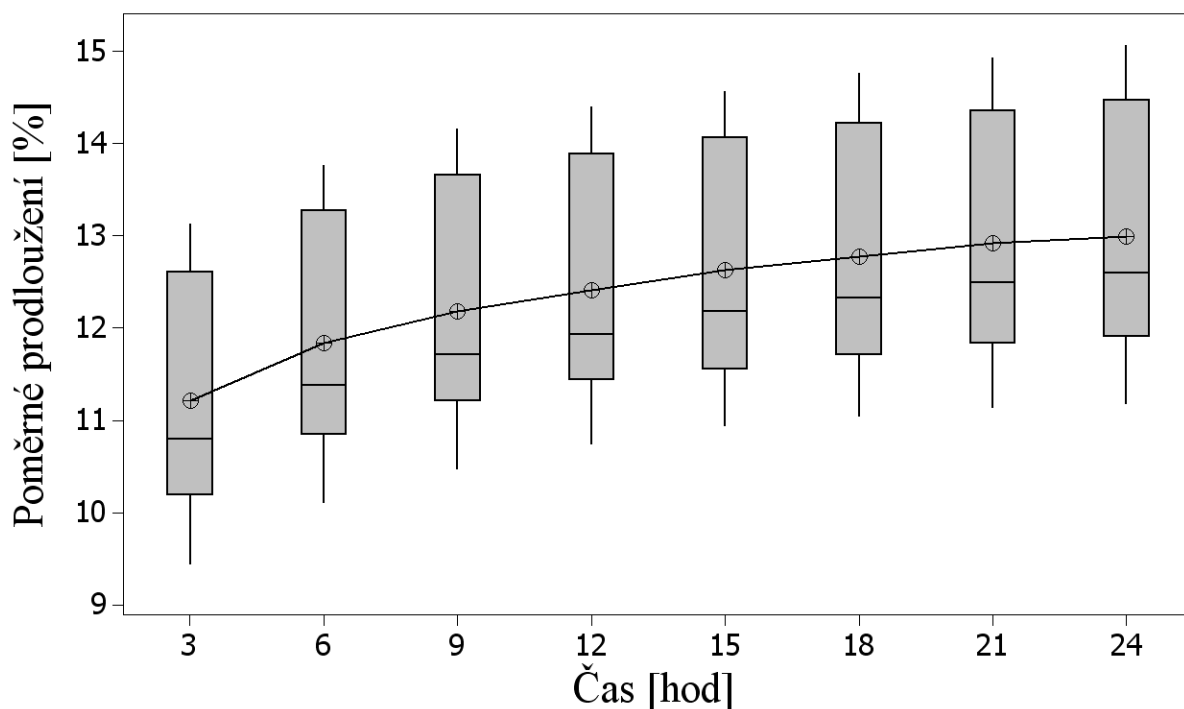
HDPE 99 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	11,04	0,39	1,33	12,08	10,43	3,90
6	12	11,74	0,42	1,44	12,25	11,07	4,23
9	12	12,05	0,44	1,51	12,50	11,33	4,40
12	12	12,32	0,45	1,55	12,60	11,62	4,60
15	12	12,56	0,44	1,52	12,14	11,87	4,63
18	12	12,73	0,45	1,55	12,15	12,03	4,73
21	12	12,85	0,44	1,54	11,94	12,17	4,73
24	12	12,95	0,44	1,52	11,77	12,28	4,73

Příloha T. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 132 kGy při 80 °C



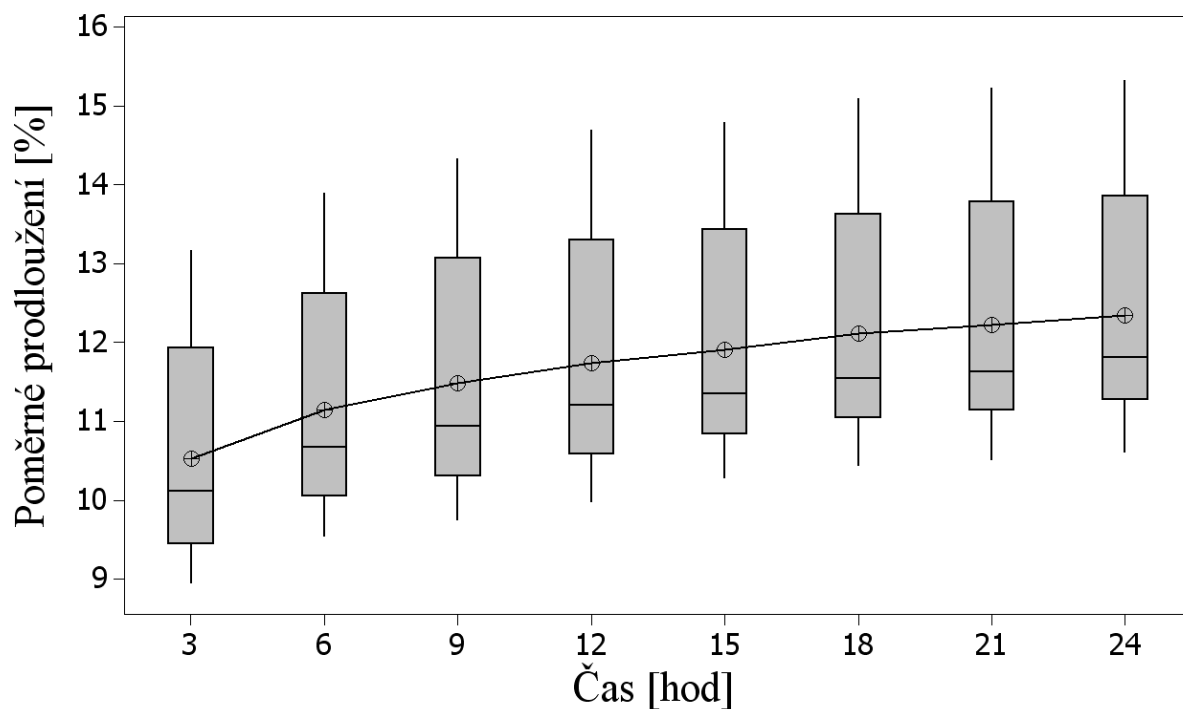
HDPE 132 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R[%]
3	12	10,71	0,27	0,92	8,60	10,97	2,63
6	12	11,29	0,31	1,06	9,40	11,37	3,20
9	12	11,69	0,31	1,06	9,09	11,87	3,13
12	12	11,92	0,33	1,13	9,45	12,02	3,27
15	12	12,12	0,32	1,12	9,22	12,27	3,23
18	12	12,23	0,32	1,11	9,07	12,43	3,20
21	12	12,29	0,33	1,12	9,15	12,45	3,27
24	12	12,47	0,33	1,14	9,17	12,60	3,23

Příloha U. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 165 kGy při 80 °C



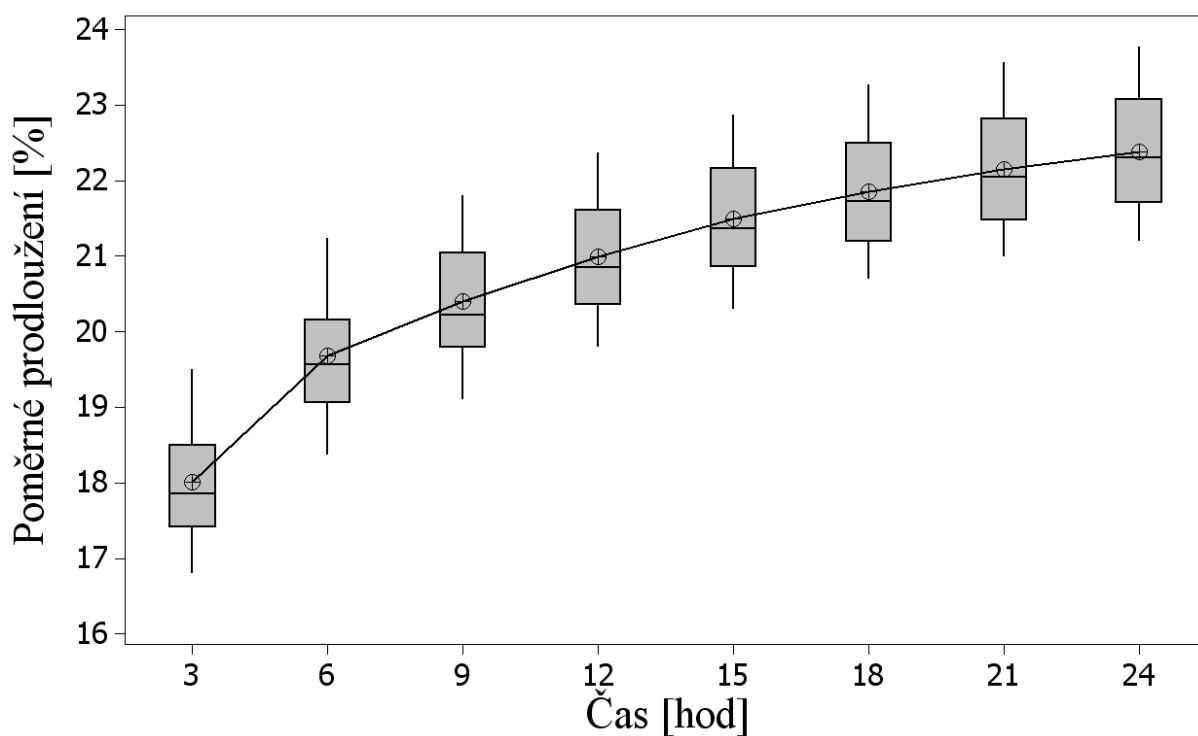
HDPE 165 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R[%]
3	12	11,21	0,37	1,26	11,26	10,80	3,70
6	12	11,84	0,37	1,28	10,84	11,38	3,67
9	12	12,18	0,37	1,29	10,62	11,72	3,70
12	12	12,42	0,37	1,29	10,40	11,93	3,67
15	12	12,63	0,38	1,31	10,34	12,18	3,63
18	12	12,78	0,38	1,32	10,33	12,33	3,73
21	12	12,93	0,39	1,34	10,34	12,50	3,80
24	12	13,00	0,39	1,35	10,42	12,60	3,90

Příloha V. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro HDPE 198 kGy při 80 °C



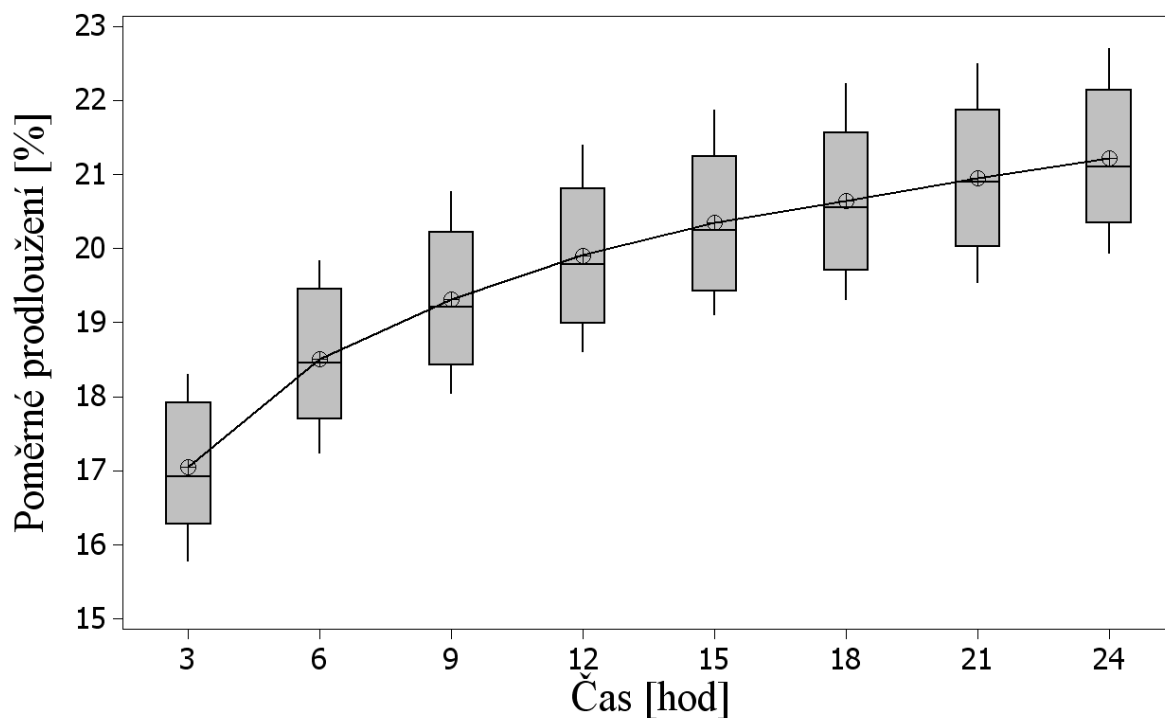
HDPE 198 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R[%]
3	12	10,53	0,43	1,47	13,98	10,12	4,23
6	12	11,15	0,44	1,52	13,59	10,67	4,37
9	12	11,48	0,46	1,60	13,95	10,93	4,60
12	12	11,74	0,47	1,62	13,81	11,20	4,73
15	12	11,91	0,45	1,57	13,22	11,35	4,53
18	12	12,12	0,46	1,61	13,27	11,55	4,67
21	12	12,23	0,47	1,63	13,35	11,63	4,73
24	12	12,35	0,47	1,62	13,12	11,82	4,73

Příloha W. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE neozářený při 80 °C



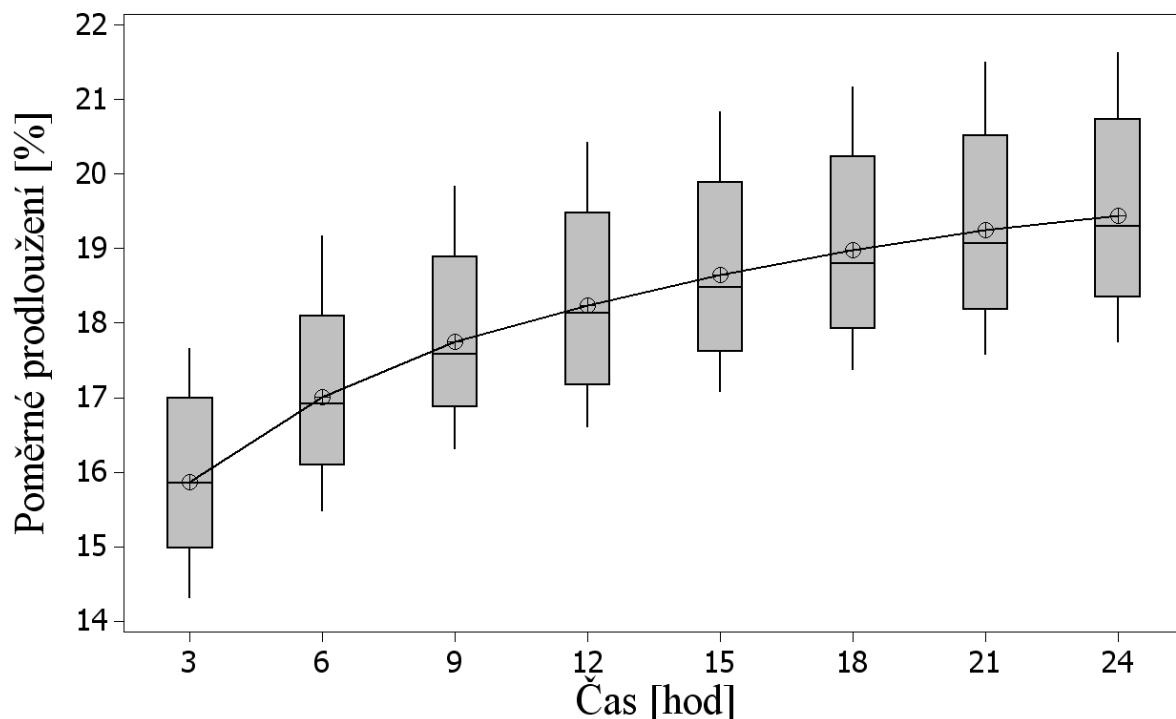
LDPE 0 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	18,01	0,22	0,77	4,25	17,85	2,70
6	12	19,68	0,23	0,78	3,99	19,57	2,87
9	12	20,41	0,23	0,78	3,83	20,22	2,70
12	12	21,00	0,22	0,77	3,68	20,85	2,57
15	12	21,50	0,22	0,77	3,57	21,37	2,57
18	12	21,86	0,22	0,78	3,55	21,73	2,57
21	12	22,16	0,22	0,77	3,49	22,05	2,57
24	12	22,39	0,23	0,78	3,50	22,30	2,57

Příloha X. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 33 kGy při 80 °C



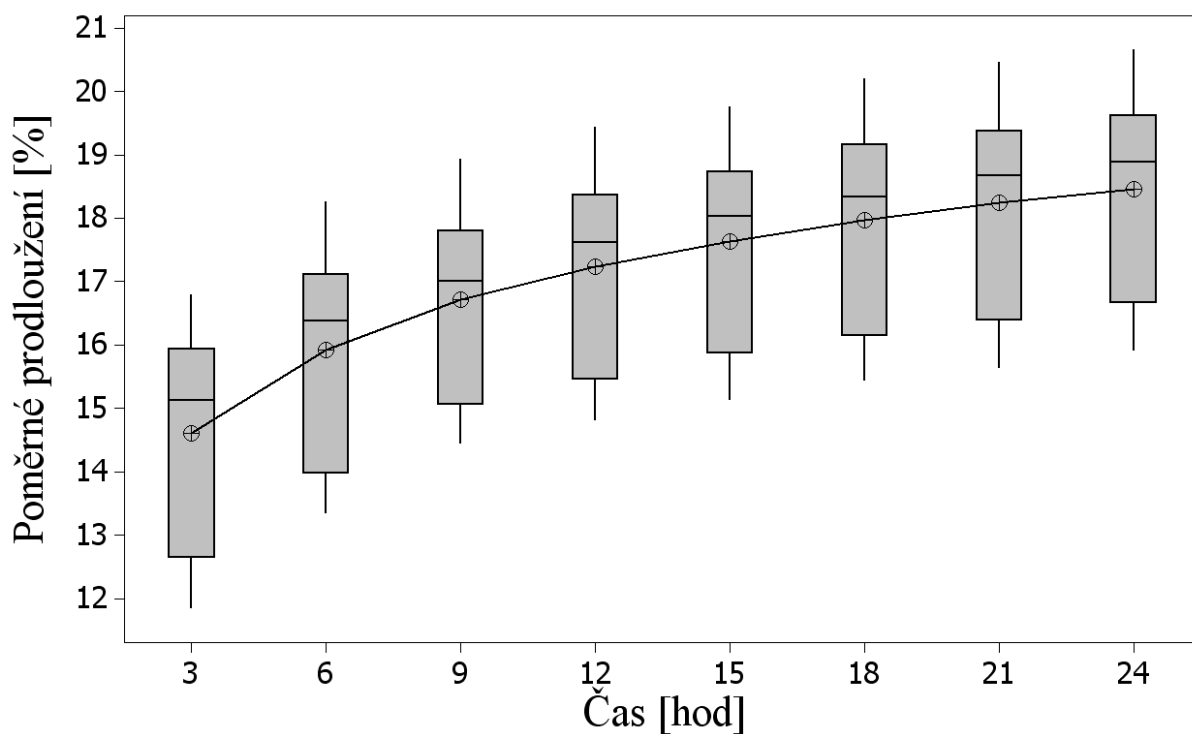
LDPE 33 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	17,04	0,25	0,86	5,04	16,92	2,53
6	12	18,51	0,26	0,90	4,86	18,45	2,60
9	12	19,31	0,27	0,92	4,76	19,22	2,73
12	12	19,91	0,27	0,94	4,73	19,78	2,80
15	12	20,35	0,27	0,94	4,61	20,25	2,77
18	12	20,65	0,28	0,98	4,73	20,55	2,93
21	12	20,95	0,28	0,97	4,61	20,90	2,97
24	12	21,23	0,26	0,90	4,26	21,10	2,77

Příloha Y. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 66 kGy při 80 °C



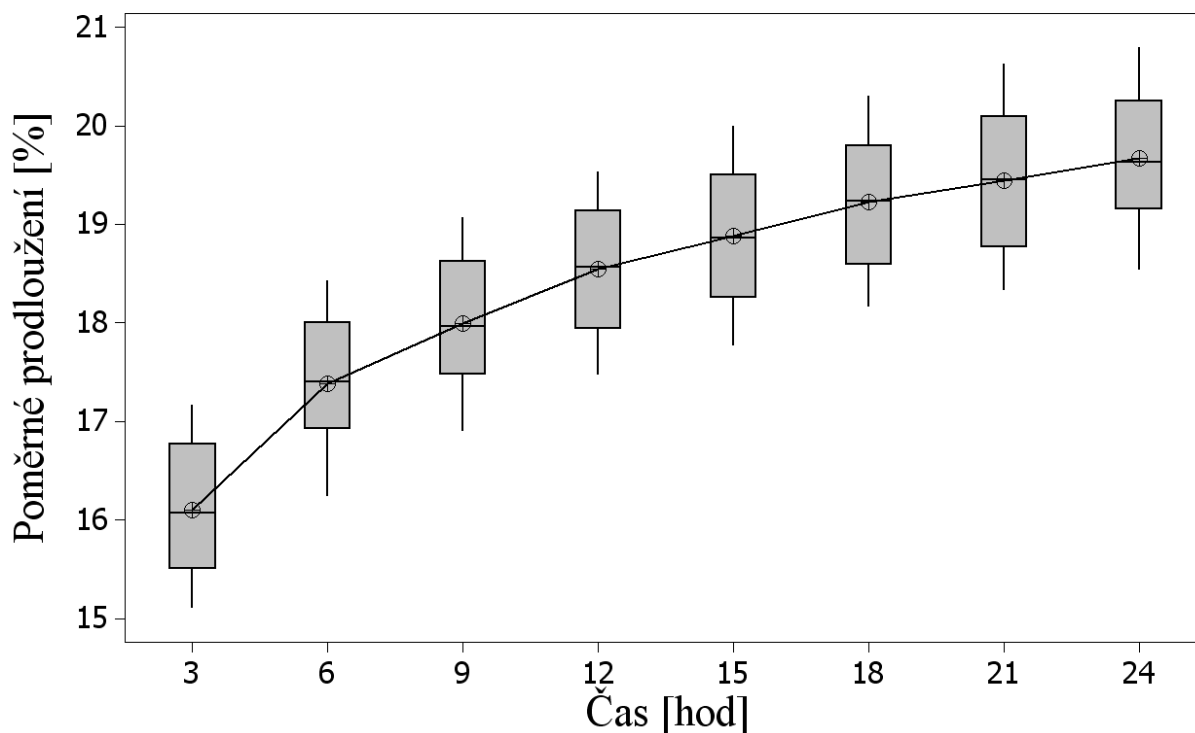
LDPE 66 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	15,87	0,33	1,15	7,24	15,85	3,37
6	12	17,01	0,35	1,21	7,11	16,92	3,70
9	12	17,75	0,34	1,17	6,57	17,58	3,53
12	12	18,24	0,37	1,27	6,94	18,13	3,83
15	12	18,64	0,36	1,25	6,68	18,48	3,77
18	12	18,98	0,36	1,26	6,63	18,80	3,80
21	12	19,25	0,37	1,28	6,67	19,07	3,93
24	12	19,44	0,37	1,28	6,61	19,30	3,90

Příloha Z. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 99 kGy při 80 °C



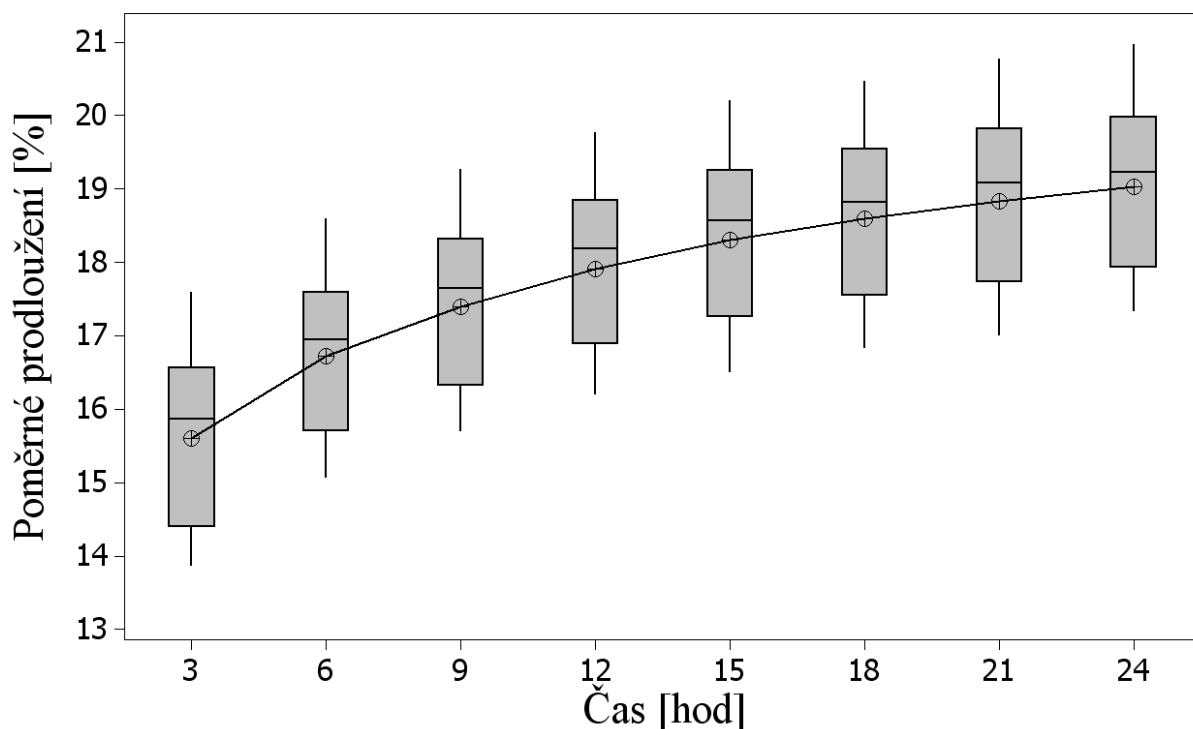
LDPE 99 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R[%]
3	12	14,61	0,49	1,69	11,56	15,13	4,97
6	12	15,92	0,49	1,68	10,57	16,38	4,93
9	12	16,72	0,44	1,52	9,10	17,00	4,50
12	12	17,24	0,46	1,59	9,23	17,62	4,63
15	12	17,63	0,46	1,59	9,00	18,03	4,63
18	12	17,97	0,47	1,64	9,12	18,33	4,77
21	12	18,24	0,48	1,66	9,12	18,67	4,83
24	12	18,47	0,47	1,64	8,87	18,88	4,77

Příloha AA. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 132 kGy při 80 °C



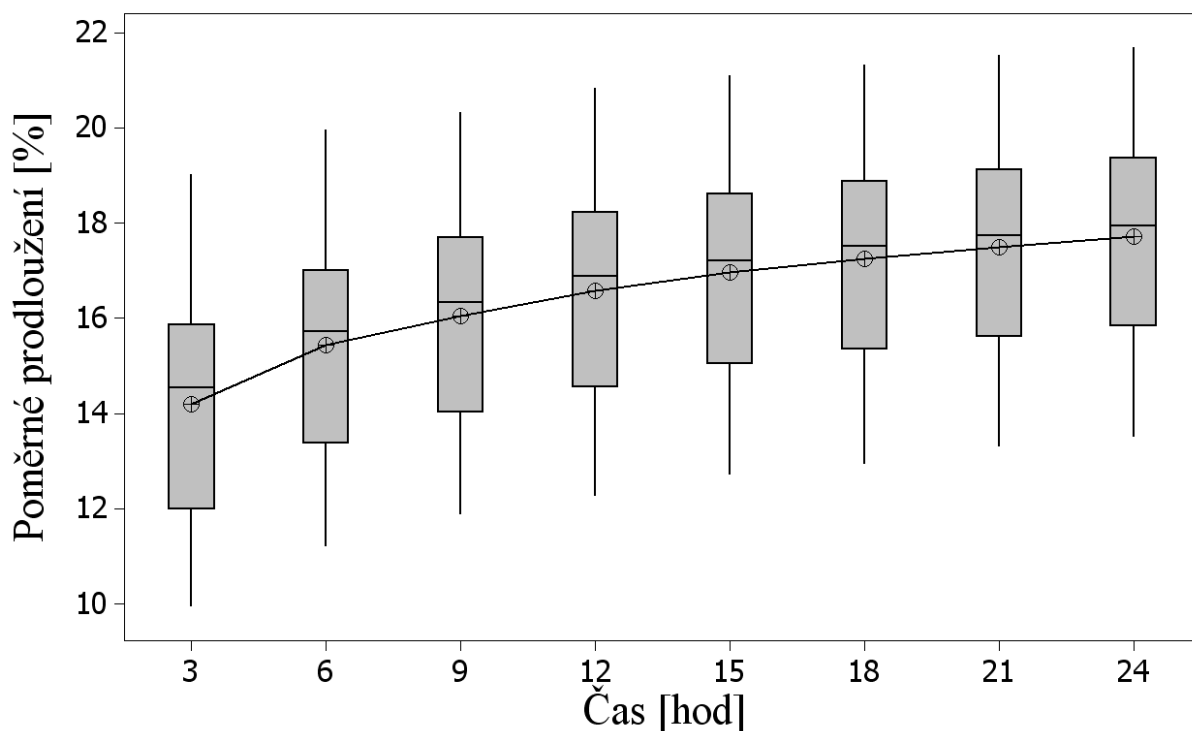
LDPE 132 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	16,10	0,20	0,69	4,28	16,07	2,07
6	12	17,39	0,20	0,69	3,98	17,40	2,20
9	12	17,99	0,20	0,68	3,78	17,97	2,17
12	12	18,55	0,19	0,67	3,62	18,57	2,07
15	12	18,89	0,20	0,68	3,60	18,87	2,23
18	12	19,23	0,19	0,67	3,49	19,23	2,13
21	12	19,44	0,21	0,71	3,65	19,45	2,30
24	12	19,67	0,20	0,69	3,50	19,63	2,27

Příloha BB. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 165 kGy při 80 °C



LDPE 165 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	15,61	0,34	1,18	7,59	15,87	3,73
6	12	16,73	0,32	1,10	6,59	16,95	3,53
9	12	17,40	0,32	1,11	6,38	17,65	3,57
12	12	17,91	0,32	1,11	6,17	18,18	3,57
15	12	18,30	0,33	1,13	6,16	18,57	3,70
18	12	18,59	0,32	1,11	5,97	18,82	3,63
21	12	18,83	0,33	1,16	6,15	19,08	3,77
24	12	19,03	0,33	1,13	5,94	19,23	3,63

Příloha CC. Graf a tabulka poměrného prodloužení pro LDPE 198 kGy při 80 °C



LDPE 198 kGy 80°C							
Čas [hod]	Počet	\bar{x} [%]	u_a [%]	s [%]	v_x [%]	\tilde{x} [%]	R [%]
3	12	14,21	0,76	2,62	18,46	14,53	9,10
6	12	15,44	0,73	2,51	16,26	15,73	8,77
9	12	16,06	0,71	2,45	15,24	16,33	8,47
12	12	16,58	0,71	2,47	14,92	16,88	8,57
15	12	16,97	0,70	2,41	14,23	17,22	8,40
18	12	17,25	0,70	2,41	13,96	17,52	8,40
21	12	17,51	0,69	2,39	13,64	17,73	8,23
24	12	17,72	0,69	2,38	13,44	17,95	8,20