

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

VLIV ANORGANICKÝCH PLNIV NA ELEKTRICKÉ VLASTNOSTI EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC

INORGANIC FILLERS EFFECT ON ELECTRICAL PROPERTIES OF THE EPOXY RESINS

DIPLOMOVÁ PRÁCE MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Bc. Tomáš Doležel

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

Ing. Martin Frk, Ph.D.

BRNO 2016



Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství

Ústav elektrotechnologie

Student: Bc. Tomáš Doležel *Ročník:* 2

ID: 146809 *Akademický rok:* 2015/16

NÁZEV TÉMATU:

Vliv anorganických plniv na elektrické vlastnosti epoxidových pryskyřic

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Zpracujte rešerši pojednávající o současném stavu v oblasti elektroizolačních zalévacích hmot na bázi kompozitních epoxidových materiálů používaných v elektrotechnickém průmyslu, včetně technologického zpracování a diagnostiky jejich vlastností. Prostudujte podstatu fyzikálních dějů odehrávajících se ve struktuře dielektrických materiálů a zaměřte se na oblast kompozitních materiálů a příslušných směsných vztahů. Seznamte se s diagnostickými metodami používanými pro stanovení elektrických vlastností dielektrických materiálů ve stejnosměrném a střídavém elektrickém poli podle příslušných ČSN norem.

Ve spolupráci s firmou SYNPO, a. s. Pardubice si připravte několik sad vzorků epoxidových pryskyřic s různým druhem anorganického plniva a proměřte jejich elektrické vlastnosti ve střídavém a stejnosměrném elektrickém poli. Teplotní rozsah volte podle příslušné tepelné třídy materiálu. Dosažené výsledky graficky zpracujte, matematicky vyhodnoťte a podejte jejich možnou fyzikální interpretaci. Porovnejte a diskutujte vliv různého plniva na výsledné materiálové vlastnosti složené soustavy.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucho práce.

Termín zadání: 8.2.2016

Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D. Konzultant diplomové práce:

Termín odevzdání: 26.5.2016

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D., předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Vysoké učení technické v Brně / Technická 3058/10 / 616 00 / Brno

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá problematikou elektroizolačních hmot na bázi epoxidových kompozitních materiálů používaných v elektrotechnickém průmyslu. Práce je rozdělena na teoretickou část zaměřenou na kompozitní materiály jejich technologické zpracování a diagnostiku. Dále popisuje dielektrické materiály, jejich vlastnosti a děje odehrávající se v jejich struktuře. Experimentální část popisuje měření elektrických vlastností vzorků elektroizolační hmoty s různými druhy plniva.

Klíčová slova

Epoxidová pryskyřice, kompozitní materiály, elektroizolační hmoty, dielektrika, plnivo rezistivita, permitivita, ztrátový činitel

Abstract

This thesis deals with problems of electrical insulation materials based on epoxy composites used in the electronics industry. This thesis is divided into theoretical part focused on composite materials, their technological processing and diagnostics. It also describes dielectric materials, their properties and events taking place in their structure. The experimental section describes the measurement of electrical properties of samples of electrical insulating materials with different types of fillers.

Key words

Epoxy resins, composite materials, electrical insulation materials, dielectric, filler, resistivity, dielectric constant, dissipation factor

Bibliografická citace:

DOLEŽEL, T. Vliv anorganických plniv na elektrické vlastnosti epoxidových pryskyřic. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 58s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D..

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma *Vliv anorganických plniv na elektrické vlastnosti epoxidových pryskyřic* jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 26. května 2016

.....

podpis autora

Poděkování

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Martinu Frkovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé diplomové práce.

V Brně dne 26. května 2016

.....

podpis autora

Obsah

Ú١	/od			.7
1	Tec	retick	κά část	. 8
	1.1	Poly	mery	. 8
	1.2	Epoz	xidové pryskyřice	11
	1.2	1	Vytvrzování epoxidových pryskyřic	12
	1.2	2	Teplota skelného přechodu	13
	1.3	Kon	pozitní materiály	13
	1.3	1	Rozdělení kompozitů	14
	1.3	.2	Složené soustavy	16
	1.4	Elek	troizolační zalévací hmoty	19
	1.4	.1	Složení epoxidových zalévacích hmot	20
	1.4	.2	Tepelné vlastnosti elektroizolačních hmot	21
	1.5	Diel	ektrické materiály	22
	1.5	.1	Veličiny dielektrických materiálů	23
	1.5	.2	Dielektrická polarizace	27
	1.5	.3	Polarizační mechanismy	29
	1.5	.4	Dielektrické ztráty	33
	1.5	.5	Dielektrická absorpce	34
	1.5	.6	Diagnostika dielektrik	36
2	Exp	perim	entální část	40
	2.1	Měř	ficí systémy	40
	2.2	Vzo	rky pro měření elektrických vlastností	42
	2.2	.1	Složení vzorků	42
	2.2	.2	Postup výroby vzorku	43
	2.3	Měř	éní elektrických vlastností	44
	2.3	.1	Výběr vzorků v závislosti na rovinnosti	45
	2.3	.2	Měření relativní permitivity a ztrátového činitele	46
	2.3	.3	Měření vnitřní rezistivity	49
	2.3	.4	Výpočet polarizačního indexu	53
Za	ávěr			54
Se	eznam	použi	té literatury	55
Se	eznam	zkra	tek a symbolů	57

Seznam obrázků

Obr. 1 Zjednodušené schéma polymerace styrénu [6]1	10
Obr. 2 Polykondenzace melaminformaldehydové pryskyřice [6]	10
Obr. 3 Vnik polyuretanu procesem polyadice [6]	11
Obr. 4 Synergické chování složek kompozitu [10]	14
Obr. 5 Rozdíl mezi matriční a statickou složenou soustavou [15]	14
Obr. 6 Rozdělení kompozitů podle geometrického tvaru plniva [10]	15
Obr. 7 Grafické znázornění komplexní permitivity [14]	23
Obr. 8 Průběh složek ε´ a ε´´ komplexní permitivity v závislosti na kmitočtu [14]	32
Obr. 9 Voltampérmetrová metoda pro měření odporu izolantů [14]	36
Obr. 10 Metoda Wheatstonova můstku pro měření vnitřního odporu [14]	37
Obr. 11 Schéma tříelektrodového systému	38
Obr. 12 Měřicí systém Tettex	40
Obr. 13 High-Resistance Meter Agilent 4339B	41
Obr. 14 Agilent 16008B Resistivity Cell	41
Obr. 15 Sterilizační komora Stericell	41
Obr. 16 Hmotnostní poměry jednotlivých složek vzorků	43
Obr. 17 Závislost relativní permitivity na teplotě pro vzorky sady 1851	47
Obr. 18 Závislost ztrátového činitele na teplotě pro vzorky sady 1851	47
Obr. 19 Závislost relativní permitivity na teplotě pro různá plniva	48
Obr. 20 Závislost ztrátového činitele na teplotě pro různá plniva	48
Obr. 21 Závislost vnitřní rezistivity na teplotě pro různá plniva	51
Obr. 22 Závislost vnitřní rezistivity na čase pro různá plniva při teplotě okolí	52

Seznam tabulek

Tab. 1 Složky epoxidové zalévací hmoty
Tab. 2 Základní látka plniva
Tab. 3: Naměřené tloušťky vzorků pro sadu 185145
Tab. 4 Průměrné hodnoty permitivity pro sadu 1851 Vzorek 1 49
Tab. 5 Průměrné hodnoty permitivity a ztrátového činitele pro sadu 185149
Tab. 6 Aproximační koeficienty pro ztrátový činitel sady 1851 49
Tab. 7 Aproximační koeficienty hodnot ztrátového činitele pro různé druhy plniv 49
Tab. 8 Hodnoty vnitřní rezistivity v čase 60 s při teplotě okolí
Tab. 9 Průměrná závislost vnitřní rezistivity na teplotě pro různá plniva 50
Tab. 10 Koeficienty aproximace závislosti vnitřní rezistivity na teplotě
Tab. 11 Koeficienty aproximace závislosti rezistivity na čase
Tab. 12 Hodnoty polarizačních indexů53

Úvod

Již dlouho se kompozitní materiály využívají k řešení mnoha technických problémů a čím dál vice nahrazují standardně používané materiály. Hlavně díky své univerzálnosti si kompozity našly pevné místo nejen v řadě průmyslových odvětví jako je letectvím stavebnictví, elektronika ale uplatňují se i ve zdravotnictví a mnoha dalších oborech. Nejen pro skvělé možnosti náhrady materiálů ale také pro jejich lepší vlastnosti.

V elektrotechnickém průmyslu dominují kompozitní materiály na bázi epoxidových pryskyřic. Využívají se k výrobě desek plošných spojů nebo jako vysokonapěťové izolační materiály a zalévací hmoty při výrobě transformátorů. Vlastnosti kompozitních materiálů lze modifikovat na míru téměř pro jakoukoliv aplikaci a neustále se nachází nové kombinace materiálů a tím i nové vlastnosti. Budoucí studie se častěji budou zabývat kompozity plněné nanočásticemi. Chování kompozitů s nanočásticemi není stále zcela objasněno a může přinést velmi zajímavé možnosti.

S rostoucím vývojem a zvyšujícími se nároky na kvalitu materiálů, se tak zvyšuje potřeba jejich poznání, diagnostiky a pochopení jejich chování.

Cílem mé práce je seznámit se s vlastnostmi elektroizolačních zalévacích hmot na bázi kompozitních materiálů a metodami jejich diagnostiky. V rámci experimentální části je mým cíle prozkoumání vlivu různých druhů plniv na elektrické vlastnosti epoxidových kompozitů.

1 Teoretická část

1.1 Polymery

Polymery jsou přírodní nebo syntetické makromolekulární látky, které jsou složené z velkých molekul (makromolekul). Makromolekuly tvoří mnohonásobně se opakující, jednoduché chemické jednotky tvořeny jedním nebo více druhy atomů nebo skupinou atomů (monomery), které bývají také označovány jako stavební nebo konstituční jednotka. Konstituční jednotky jsou většinou tvořeny atomy uhlíku a vodíku, ale také dalšími prvky. Přidání nebo odebrání jedné nebo několika konstitučních jednotek z řetězce, výrazně neovlivní řadu vlastností polymeru.

Široké spektrum vlastností polymeru závisí na mnoha faktorech, především na druhu monomeru případně monomerů, jejich vzájemném uspořádání, také na teplotě okolí při reakci a délce vytvořených řetězců. Polymery můžeme rozdělit na elastomery a plasty, které dále dělíme na termoplasty a reaktoplasty.[1]

Termoplasty

Skupina plastů s dlouhými řetězci, jejichž délka s rostoucí teplotou klesá, polymery tak ztrácí své původní vlastnosti a měknou, přecházejí do plastického stavu vysoce viskózních nenewtonovských kapalin, kde mohou být zpracovány různými technologiemi. Opětovným ochlazením pod teplotu tání plasty přejdou znovu do tuhého stavu. Jelikož se jedná pouze o fyzikální proces a při zahřívání nedochází ke změnám chemické struktury, lze proces měknutí a tuhnutí opakovat. Mezi termoplasty patří například polyethylen (PE), polypropylen (PP), polystyren (PS), polyvinylchlorid (PVC), polyamid (PA) a další. [1] [3]

Reaktoplasty

Reaktoplasty, dříve nazývané termosety, také v první fázi zahřívání měknou a lze je zpracovávat a tvářet, na rozdíl od termoplastů jen po omezenou dobu. Další zahřívání vede k chemické reakci a dochází k prostorovému zesítění struktury neboli k vytvrzení. Jedná se o nevratný děj a po vytvrzení jsou plasty dále netavitelné a odolávají rozpouštědlům. Tvarování výrobku je nutno provést ještě před proběhnutím polymerační reakce.

Do skupiny reaktoplastů řadíme fenolformaldehydové pryskyřice, polyesterové hmoty a zejména epoxidové pryskyřice, které mají velmi široké uplatnění v elektrotechnickém průmyslu. Epoxidové pryskyřice jsou po vytvrzení velmi odolné vůči vyšším teplotám, chemikáliím nebo klimatickým vlivům. Používají se čisté nebo jako kompozity po smíchání s různými materiály pro izolační účely nebo mechanickou ochranu elektrických součástek a zařízení. [1] [3]

Elastomery

Jedná se o elastické polymery, které lze bez porušení deformovat, po uvolnění deformační síly dojde k navrácení materiálu do původního stavu. Elastomery mají ve srovnání s plasty řádově nižší hodnoty modulu pružnosti, pro dosažení stejné míry deformace stačí použít menší deformační sílu. Významným zástupcem elastomerů jsou kaučuky, které lze pomocí procesu vulkanizace převést v zesíťovaný materiál gumu (pryž). [4]

Plasty lze vyrábět chemickým zušlechtěním přírodních makromolekulárních látek nebo zcela syntetickou cestou z nízkomolekulárních sloučenin (tzv. monomerů) třemi základními reakcemi, kterými jsou:

- Polymerace
- Polykondenzace
- Polyadice

Polymerace

Jedná se o chemickou řetězovou reakci, při níž dochází ke spojení velkého počtu molekul monomeru a vznikají tak dlouhé makromolekuly nové polymerní sloučeniny, která má stejné chemické složení jako výchozí nízkomolekulární látky. Při této nevznikají vedlejší produkty a vznikající vysokomolekulární řetězec velmi rychle narůstá do své konečné délky. Výsledná velikost vznikajících makromolekul a rychlost polymerace je ovlivněna rychlostí průběhu jednotlivých dílčích dějů procesu polymerace – začátek reakce (iniciace), růst řetězce (propagace) a zakončení řetězce (terminace). Pro vznik polymerační reakce je nutno přivést do systému určité množství aktivační energie. Molekuly mohou být aktivovány působením tepla, záření nebo snadno se aktivujícím činidlem, tzv. iniciátorem. Pro polymeraci jsou potřebné monomery obsahující v molekule dvojné vazby, jako např. C=C, C=O, C=H. Dvojná vazba je při chemické reakci rozštěpena a s postupně se navazujícími monomery vzniká polymerní řetězec. Zjednodušené schéma této reakce je například polymerace styrénu, která je zobrazena na Obr. 1. [1] [5] [6]



Obr. 1 Zjednodušené schéma polymerace styrénu [6]

Polykondenzace

Touto reakcí se z různých typů monomerů postupnou kondenzací získá makromolekulární látka za současného vzniku nízkomolekulární reakční zplodiny (převážně vody, alkoholu, amoniaku, halogen-vodíku, atd.). Na rozdíl od polymerace se látky vytvořené polykondenzaci chemicky neshodují s výchozími monomery. Přidáním látek reagujících s reakčními skupinami je možné ovlivnit molekulovou hmotnost polykondenzátu, pro tento účel se často využívají alkoholy, aminy nebo monokarboxylové kyseliny.

Polykondenzáty mohou dle počtu funkčních skupin výchozí sloučeniny vznikat lineární (pro dvě funkční skupiny) nebo prostorové – trojrozměrné (v případě výchozích látek s třemi funkčními skupinami). Reakce melaminu s formaldehydem při výrobě melaminformaldehydové pryskyřice viz *Obr.* 2, je typickým příkladem polykondenzace.



Obr. 2 Polykondenzace melaminformaldehydové pryskyřice [6]

Polyadice

Polyadice, někdy označována adiční polymerací, na rozdíl od polykondenzace se molekuly monomeru spojují bez uvolnění nízkomolekulárních sloučenin. Během reakce funkčních skupin monomerů dochází k typickému přesunu atomu vodíku z funkční skupiny jednoho typu do funkční skupiny druhého typu. Při polyadici se nemění složení finální látky oproti výchozím monomerům, ale vznikají zde nové chemické vazby. Jako příklad lze uvést vznik polyuretanu z diizo-kyanátu a glykolu na *Obr.* 3.



Obr. 3 Vnik polyuretanu procesem polyadice [6]

Často se při výrobě polymerů vyskytují případy, kdy nelze jednoznačně zařadit metodu výroby do některé z popsaných základních reakcí, nebo se využívá více polyreakcí následujících za sebou. Hovoříme tedy o smíšené polyreakci nebo modifikaci plastů, kde se výhodnými chemickými reakcemi ze základních makromolekulárních látek vytvoří plasty s podobnou stavební strukturou ale s odlišnými vlastnostmi. Příkladem realizace smíšené polyreakce ve výrobě je vulkanizace kaučuku nebo vytvrzování lineárních nenasycených polyesterů vedoucí ke vzniku prostorově síťované vysokomolekulární látky. [1] [5] [6]

1.2 Epoxidové pryskyřice

Epoxidové pryskyřice patří mezi reaktoplasty, jsou to organické makromolekulární látky, jejichž řetězce obsahující zpravidla více než jednu epoxidovou (oxiranovou, ethylenoxidovou) skupinu. Epoxidové pryskyřice jsou bezbarvé až nažloutlé hmoty konzistence kapalin až tvrdých, křehkých látek. Jsou prakticky neomezeně skladovatelné za běžných podmínek. Nízkomolekulární typy jsou rozpustné v aromatických uhlovodících, vysokomolekulární hlavně v ketonech a esterech. Vyznačují se výbornou tepelnou a chemickou odolností, odolávají velmi dobře zásadám i roztokům anorganických i organických kyselin. Díky dobré adhezi k většině ostatních materiálů, velmi dobrým mechanickým a elektroizolačním vlastnostem jsou epoxidové pryskyřice v elektrotechnologii hojně rozšířeny. Přibližně 45 % množství epoxidových pryskyřic je využíváno k výrobě ochranných povlaků, zbývající část se využívá v konstrukčních aplikacích jako vrstvené materiály. [7] [8]

Nejčastěji se k výrobě epoxidové pryskyřice využívá alkalické kondenzace epichlorhydrinu a bisfenolu A, označovaný také jako "dian". Podle molárního poměru těchto látek se získávají pryskyřice s různou molekulovou hmotností. Molární hmotnost běžně vyráběných pryskyřic se pohybuje v rozmezí od 0,3 do 4 kg mol⁻¹. Pryskyřice s větší molární hmotností lze získat buď přímou kondenzací dianu s epichlorhydridem nebo reakcí nízkomolekulárního produktu s dalším dianem. Běžně používaným katalyzátorem bývá roztok hydroxidu sodného. [1][2]

1.2.1 Vytvrzování epoxidových pryskyřic

Procesem vytvrzování epoxidových pryskyřic rozumíme chemické reakce, které mění polymer z lineárního na síťovaný. Změna epoxidové pryskyřice na pevnou hmotu se nazývá "želatinace". Po překročení bodu gelace, který odpovídá nejnižší koncentraci příčných vazeb potřebných k vytvoření gelu, již pryskyřici nelze rozpustit v rozpouštědlech a dále ji není možné zpracovávat jako tekutou.

Epoxidové pryskyřice lze vytvrzovat různými způsoby, mezi které patří vytvrzování polyadicí sloučenin s aktivním vodíkovým atomem, polykondenzací přítomných hydroxylových skupin a polymerací epoxidových skupin. V praxi se nejčastěji využívá vytvrzování polyadicí sloučenin s aktivním vodíkovým atomem. Jako tvrdidla se používají polyaminy, polythioly a anhydridy polykarboxylových kyselin, které jsou nejdůležitější skupinou tvrdidel. Po vytvrzení anhydridy polykarboxylových kyselin pryskyřice obsahují menší koncentraci hydroxylových skupin a proto jsou méně navlhavé a jsou vhodné pro použití jako zalévací, impregnační a laminační hmoty v elektrotechnice. Vytvrzování probíhá v rozmezí teplot 100 °C až 200 °C po dobu několika hodina. [7]

1.2.2 Teplota skelného přechodu

Teplota skelného přechodu (Tg) je pro polymerní materiály velmi důležitý teplotní bod, při kterém dochází k zásadním strukturální změnám na makromolekulární úrovni polymeru. Dochází také ke změnám fyzikálních vlastností materiálu. Každý polymer má svou vlastní charakteristickou teplotu skelného přechodu. Při zahřátí materiálu na tuto teplotu dochází k zesíťování polymerního řetězce.

Při nízkých teplotách pod hranicí skelného přechodu je materiál neohebný, tvrdý a křehký. Zvyšováním teploty dochází k měknutí a materiál se stává pružný a ohebný. Hodnota Tg závisí na mobilitě polymerního řetězce, čím méně je řetězec pohyblivý, tím má teplota skelného přechodu vyšší hodnotu. Teplota skleného přechodu ovlivňuje několik faktorů, mezi které zejména patří tuhost řetězce, mezimolekulární síly a stupeň zesítění polymeru. Tužší polymerní řetězec snižuje pružnost řetězce, tím dochází ke snížení pohyblivosti řetězce a zvýšení Tg. Silnější mezimolekulární síly vedou k omezení pohybu řetězce a ke zvýšení Tg. Přítomnost zesítěných vazeb mezi jednotlivými řetězci způsobuje omezení jejich pohyblivosti a zvýšení Tg.

Pro snížení Tg se během výroby do elektroizolační zalévací hmoty přidávají změkčovadla, což má za následek snížení mezimolekulárních sil. Dále se hodnota Tg dá snížit přidáním skupin látek, jako jsou benzenová jádra a alifatické řetězce. [9]

1.3 Kompozitní materiály

Kompozity jsou heterogenní systémy tvořené alespoň dvěma nebo více různými fázemi s obvykle odlišným chemickým složením, rozdílnými fyzikálními a mechanickými vlastnostmi. Jedna z fází kompozitu plní funkci pojivové matrice, druhá obvykle nespojitá fáze ve formě pevných částic různého tvaru nazýváme plnivo nebo výztuž. Z mikro strukturního hlediska lze za kompozity pokládat heterogenní systémy s nejmenším rozměrem nespojité fáze větším než 10⁻⁸ m. Minimální velikost částic plniva však nebyla dosud jednoznačně stanovena. Výztuž má obvykle v porovnání s matricí lepší mechanické vlastnosti (modul pružnosti, pevnost, tvrdost) a hlavním cílem vyztužení je tyto vlastnosti u kompozitního materiálu zlepšit. Kompozitní materiály se vyrábějí postupy mechanického mísení nebo spojování jednotlivých složek. Kompozitní materiály jsou charakteristické tzv. synergickým chováním. Výsledné vlastnosti kompozitu jsou lepší než pouhý poměrový součet vlastností jednotlivých složek znázorněný na Obr. 4. Tento jev umožňuje získat materiály zcela nových vlastností. [10] [11]



Obr. 4 Synergické chování složek kompozitu [10]

1.3.1 Rozdělení kompozitů

Neustálý technologický vývoj umožňuje stále větší množství vzájemného kombinování složek, ze kterých je kompozit vyroben a dělení kompozitu se stává stále komplikovanější. Podle způsobu vzájemného uspořádání nebo rozložení částic jednotlivých složek v soustavě rozlišujeme matriční složené soustavy a statické složené soustavy viz Obr. 5.



Obr. 5 Rozdíl mezi matriční a statickou složenou soustavou [15]

Podle materiálů tvořících matrici můžeme kompozity také rozdělit na kompozity s kovovou, polymerní a anorganickou (nejčastěji keramickou) matricí.

Kovové matrice

Kovové matrice jsou nejčastěji zastoupeny lehkými slitinami hliníku, hořčíku a titanu, které jsou charakteristické svou mechanickou odolností, tvárností, tepelnou vodivostí. Teplotní rozsah těchto kompozitů je 300 až 600 °C. Pro velmi vysoké teploty jsou využívány matrice z niklových slitin s teplotním rozsahem 1000 až 1150 °C. Pro elektrotechnické aplikace jsou vyráběny kompozity s měděnou případně stříbrnou matricí.

Polymerní matrice

Vyznačují nízkou hustotou proto je jednou z hlavních oblastí jejich využití letecký průmysl. Velmi významné kompozity mají reaktoplastové matrice na bázi epoxidové pryskyřice, které zaujaly nezastupitelnou roli v elektrotechnickém průmyslu pro své dobré dielektrické vlastnosti.

Keramické matrice

Velmi lehké a tvrdé ovšem poměrně křehké materiály, tvořeny sklokeramickými a keramickými materiály. Keramické matrice patří mezi vysokoteplotní materiály s dobrou chemickou odolností. [10]

Podle geometrického tvaru sekundární fáze rozlišujeme kompozity s částicovými a vláknitými plnivy dle Obr. 6.



Obr. 6 Rozdělení kompozitů podle geometrického tvaru plniva [10]

Částicové kompozity

Obsahují vyztužující materiál, jehož jeden rozměr nepřesahuje rozměry ostatní. Částice mohou mít různé tvary např. kulovitý, destičkový, tyčinkový nebo nepravidelný. Kromě samotného tvaru částic jsou důležité i jeho vlastnosti termomechanické vlastnosti teplotní roztažnost, tuhost a deformační vlastnosti. Materiály v práškové formě jako oxidy křemíku, mletá slída, mikroskopické částice kovů jsou obvykle tužší a pevnější než polymerní matrice a podle typu plniva vytvářejí kompozity se specifickými vlastnostmi (různé elektrické vlastnosti, tepelná vodivost, menší teplotní roztažnost). Na druhou stranu snadno deformovatelné elastomerní částice zmenšují tuhost matrice, současně zvyšují její houževnatost případně i odolnost proti cyklickému namáhání. [10] [11]

Vláknové kompozity

Jsou vyztuženy částicemi (vlákny), které jsou v jednom směru výrazně rozměrnější oproti směrům ostatním. Podle délky použitých vláken je dále můžeme rozdělit na kompozity s krátkými vlákny, které jsou výrazně menší v porovnání s velikostí výrobku a na kompozity s dlouhými vlákny, u nichž je dálka vláken srovnatelná s délkou výrobku. Dlouhá vlákna mohou být v kompozitu orientována v jednom směru nebo jsou vzájemně spletena do rohoží, viz Obr. 6. a tvořících vrstvenou strukturu kompozitu. Při vhodné orientaci vláken směrem k silovému působení, umožňují vláknová plniva dosáhnout výrazného zvýšení tuhosti oproti plnivům částicovým. Jako vláknová plniva se používají vlákna kovová, polymerní, skleněná, keramická nebo uhlíková. Tato vlákna mají převážně kruhový průřez a využívají se k dosažení vysoké pevnosti a tuhosti kompozitu. [10] [11]

1.3.2 Složené soustavy

Teorie složené soustavy

Během návrhu a použití kompozitů je často žádoucí znát nejen materiálové vlastnosti soustavy, ale i vztahy těchto vlastností k jednotlivým vlastnostem složek kompozitu. Tímto problémem se zabývá teorie složených (směsných) soustav, jejímž úkolem je najít vhodné směsné vztahy.

U mnoho složkové soustavy složené z materiálů s vlastnostmi X_1 , X_2 ,..., X_n a poměrných objemových dílech složek v soustavě v_1 , v_2 ,..., v_n lze výslednou vlastnost X_s obecně určit funkcí

$$X_{s} = F(X_{1}, X_{2}, \dots X_{n}, \nu_{1}, \nu_{2}, \dots, \nu_{n}),$$
(1)

přičemž platí

$$\sum_{i=1}^{n} v_i = 1.$$
 (2)

Pokud se nejedná o případy jednoduchých složených soustav, tvořených např. paralelně nebo sérově řazenými vrstvami několika různých materiálů, je funkční závislost (1) velmi složitá, protože zahrnuje i vliv geometrie složené soustavy. Geometrie soustavy závisí na rozložení částic v soustavě, jejich tvaru, velikosti i orientaci vzhledem k působícímu elektrickému poli.

Z hlediska teoretického řešení složených soustav není rozhodující, zda se sledují vlastnosti elektrické, magnetické nebo tepelné. Chování materiálů v elektrických, magnetických nebo tepelných polích je popsáno formálně stejnými diferenciálními rovnicemi a je charakterizováno stejnými okrajovými podmínkami. Směsné vztahy odvozené pro permitivitu lze tedy použít i pro zkoumání permeability, vnitřní konduktivity, tepelné vodivosti nebo součinitele difúze.

Výchozím bodem řešení je zjištění potenciálu ve zvoleném bodě uvnitř i vně makroskopické částice zatížené vnějším silovým polem. Řešení úlohy lze získat pouze v případě částic ve tvaru, který lze řešit v silovém poli, tedy koule, sféroidu nebo elipsoidu, zároveň při nízké koncentraci dispergovaných částic v matričních soustavách. Vysoká koncentrace dispergovaných částic v soustavě, i v případě, že jde o částice s jednoduchou geometrií, vede k vážným matematickým obtížím. Každá z částic je totiž vystavena nejen působení vnějšího pole, ale i působení polí vytvořených ostatními dispergovanými částicemi. Stejně tak sledovaná částice ovlivňuje svým polem okolní částice. V důsledku vzájemného ovlivňování polí nelze potenciály v jednotlivých bodech soustavy vyčíslit. Výjimkou jsou soustavy, které mají velmi malou koncentraci dispergovaných částice nebo mají částice v soustavě pravidelně rozloženy.

Obvykle se pro řešení předpokládá, že všechny složky soustavy představují homogenní a izotropní prostředí. V případě elektrických vlastností se předpokládá, že se složená soustava sleduje při nízkých intenzitách elektrického pole a kmitočtech nacházejících se mimo relaxační oblast kmitočtové disperze. [15]

Permitivita složené soustavy

Nejčastěji řešeným případem složených soustav jsou soustavy dvousložkové. Již v minulosti pro tyto soustavy byla odvozena řada směsných vztahů. Pohled na tyto vztahy ukazuje, že jsou si nejen podobné, ale jsou ve vzájemném vztahu a liší se od jistého obecného tvaru směsného vztahu pouze mírou odpovídající použité aproximaci.

Většina směsných vztahů popisuje matriční soustavy s matričním prostředím o permitivitě ε_2 a kulovými dispergovanými částicemi s permitivitou ε_1 . Odvození všeobecného vztahu uvažuje, že každá dispergovaná částice je obklopena prostředím s efektivní permitivitou ε_{ef} (ε_2 '; ε_1 ').

Namísto sledování hodnot elektrických potenciálů a intenzit elektrického pole v jednotlivých bodech soustavy, je vhodnější pracovat se středními prostorovými hodnotami elektrické indukce a intenzity elektrického pole. Vyjdeme-li z těchto hodnot, lze pro soustavu s částicemi kulatého tvaru vyjádřit hodnotu permitivity ε_s vztahem

$$\varepsilon_{s}' = \varepsilon_{2}' \left[1 + \nu_{1} \cdot \left(\frac{\varepsilon_{1}'}{\varepsilon_{2}'} - 1 \right) \cdot \frac{3\varepsilon_{ef}'}{\varepsilon_{1}' + 2\varepsilon_{ef}'} \right], \tag{3}$$

který lze považovat za všeobecný směsný vztah, který je možné převést do tvaru

$$\frac{\varepsilon_{s'}-\varepsilon_{2'}}{\varepsilon_{2'}} = 3\nu_1 \cdot \frac{\varepsilon_{ef''}}{\varepsilon_{2'}} \cdot \frac{\varepsilon_{1'}-\varepsilon_{2'}}{\varepsilon_{1'}+2\varepsilon_{ef'}}.$$
(4)

Dosazením $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_2'$ nebo $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_s'$ do rovnice (4) neodpovídá v obecném případě skutečnosti, jedná se o aproximativní přístup k výpočtu permitivity ε_s' .

Maxwell použil přístup, kdy zkoumal vnitřní konduktivitu a využil aproximace $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_2'$, která pro matriční soustavu snízkou koncentrací kulových dispergovaných částic určuje dodnes používaný směsný vztah

$$\frac{\varepsilon_{s}'-\varepsilon_{2}'}{\varepsilon_{2}'} = 3\nu_{1} \cdot \frac{\varepsilon_{1}'-\varepsilon_{2}'}{\varepsilon_{1}'+2\varepsilon_{2}'}.$$
(5)

Böttcher naopak pro směsný vztah soustavy s kulovými částicemi vycházel z aproximace $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_s'$, tento směsný vztah má tvar

$$\frac{\varepsilon_{s'}-\varepsilon_{2'}}{\varepsilon_{s'}} = 3\nu_1 \cdot \frac{\varepsilon_{1'}-\varepsilon_{2'}}{\varepsilon_{1'}+2\varepsilon_{s'}}.$$
(6)

Lichteneckerovy empirické směsné vtahy jsou v technické praxi často používané. Lichteneckerův mocninný vztah má tvar

$$\varepsilon_{s}^{\prime k} = \sum_{i=1}^{n} v_{i} \cdot \varepsilon_{i}^{\prime k} .$$
⁽⁷⁾

Jen pro případ dvousložkové soustavy má podobu

$$\varepsilon_s^{,k} = v_1 \cdot \varepsilon_1^{,k} + v_2 \cdot \varepsilon_2^{,k}. \tag{8}$$

V tomto vztahu se vyskytuje empirický parametr k, závislý převážně na tvaru a orientaci částic složené soustavy a může nabývat různých hodnot v rozmezí $\langle -1; 1 \rangle$. po dosazení krajních hodnoty parametru k do rovnice (8) získáme vztahy

$$\varepsilon_s' = v_1 \cdot \varepsilon_1' + v_2 \cdot \varepsilon_2' \tag{9}$$

$$\frac{1}{\varepsilon'_s} = v_1 \cdot \frac{1}{\varepsilon'_1} + v_2 \cdot \frac{1}{\varepsilon'_2} , \qquad (10)$$

tyto vztahy popisují permitivitu soustavy složené ze dvou paralelně nebo sériově řazených vrstev. Pro hodnotu $k \rightarrow 0$ přechází rovnice do tzv. Lichteneckerova logaritmického vztahu

$$\log \varepsilon_s' = v_1 \cdot \log \varepsilon_1' + v_2 \cdot \log \varepsilon_2' . \tag{11}$$

Lichteneckerův logaritmický vztah dobře popisuje složené soustavy statického i matričního typu s libovolnou hodnotou poměrného objemového dílu všech složek soustavy s částice libovolného či neurčitého tvaru při chaotickém uspořádání složek. Popis dvousložkové soustavy logaritmickým vztahem bude tím přesnější, čím bude poměr permitivit obou složek menší. [15]

1.4 Elektroizolační zalévací hmoty

V elektrotechnice jsou kompozitní zalévací hmoty hojně využívány k ochraně jednotlivých součástek, celých desek plošných spojů i pro zalévání transformátorů a dalších vysokonapěťových aplikací. Nejvíce rozšířené jsou zalévací hmoty na bázi epoxidových pryskyřic.

Některé druhy zalévacích hmot na bázi epoxidové pryskyřice mohou být vytvrzovány také při pokojové teplotě. Ovšem pro průmyslové využití jsou hmoty vytvrzované při zvýšené teplotě univerzálnější z pohledu lepší zpracovatelnosti a širší kontroly viskozity během aplikačního procesu. Mezi hlavní přednosti epoxidový zalévacích hmot patří výborná ochrana proti vlivům prostředí a mechanickému namáhání,

dobrá přilnavost k různým materiálům, výborné izolační vlastnosti a chemická odolnost. [12]

1.4.1 Složení epoxidových zalévacích hmot

Pro výrobu elektroizolační zalévací hmoty jsou nutné čtyři složky epoxidová pryskyřice, tvrdidlo, urychlovače a plnivo. Zpravidla se přidává ještě barvivo a změkčovadlo. Tyto vstupní složky je nutné míchat v přesně stanoveném poměru, aby bylo dosaženo požadovaných vlastností.

Plnivo

Plniva už dávno neslouží jen ke snížení výrobních nákladů, ale jsou hlavní složkou ovlivňující vlastnosti izolační hmoty. Přidáním vhodného plniva lze ovlivnit mechanické, povrchové, teplotní a elektrické vlastnosti. Některá plniva se používají k ovlivnění chemické reaktivity, materiálové životnosti nebo za účelem zvýšit účinnost aditiv. Plniva se přidávají ve formě velmi jemně mletých prášků, aby bylo možné dosáhnout rovnoměrného rozložení částic při míchání. Velmi často se jak plniva izolačních hmot používají křemičité písky. [13]

Tvrdidlo

Je látka účastnící se polymerní reakce, je nezbytná pro polymeraci. Díky tvrdidlům dochází k zesítění struktury pryskyřice.

Urychlovač

Urychluje polymerní reakci. Pro urychlení vytvrzení epoxidových pryskyřic se nejvíce využívají aminy, díky své účinnosti.

Barvivo

Jedná se většinou o organické či anorganické nerozpustné látky ve formě prášku, dodávající čirým epoxidovým pryskyřicím výslednou barvu. Snahou je, aby barviva co nejméně ovlivňovala vlastnosti hmoty a pouze upravovaly barvu. Z anorganických barviv se např. používá křída, grafit, chrómová žluť a oranž nebo kadmiová červeň. Z organických barviv se nejvíce aplikují nemigrující a tepelně stálé pigmenty (ftalcyaminové, versalové nebo versatinové).

Změkčovadlo

Změkčovadla jsou ve své podstatě málo těkavé organické látky, dodávající polymerům tvárnost, ohebnost a zvyšují houževnatost výsledné hmoty. Také zmenšují viskozitu taveniny a snižují teplotu skelného přechodu, která je ovlivněna zvýšením vnitřní pohyblivosti makromolekul. Nejpoužívanější změkčovadla jsou estery kyseliny fosfátové, ftalátové a estery mastných kyselin. [6]

1.4.2 Tepelné vlastnosti elektroizolačních hmot

Působením vyšších teplot dochází v epoxidových pryskyřicích k degradačním procesům, proto je důležité sledovat tepelné vlastnosti směsi zvláště v případech, kdy jsou odlitky vystaveny dlouhodobě zvýšené teplotě v kombinaci s mechanickým namáháním během provozu.

Tepelná vodivost

Tepelná vodivost je schopnost materiálu vést teplo z teplejší části do chladnější. Tento jev je popisován Fourierovým zákonem, který má pro jednorozměrný případ tvar:

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} , \qquad (12)$$

kde q je tepelný tok (množství tepla, které projde za jednotkový čas jednotkovou plochou), dT/dx teplotní gradient a λ je měrná tepelná vodivost. Znaménko mínus udává, že se teplo šíří ve směru klesající teploty.

Měrná tepelná vodivost

V elektrotechnice je tato veličina velmi důležitá. U zařízení, jako jsou cívky a transformátory, které jsou zality v izolačních hmotách, vzniká teplo, které je nutno odvést, aby nedošlo k přehřátí. Pokud je celá součást hermeticky uzavřená z mechanických nebo elektroizolačních důvodů, plní funkci odvodu tepla zalévací směs. Epoxidy mají oproti kovům tepelnou vodivost o dva až tři řády nižší, tím se řadí do skupiny tepelně izolačních materiálů.

Tepelná roztažnost

Tepelná roztažnost popisuje nárůst rozměrů materiálu s rostoucí teplotou. Konstanta úměrnosti α se nazývá koeficient teplotní délkové roztažnosti. V případě, že by se koeficient teplotní roztažnosti izolační hmoty a zalévané součásti výrazně lišil, mělo by to za následek vznik mechanického napětí a možného poškození výrobku. [7][13]

1.5 Dielektrické materiály

Dielektrikum je materiál, který je po vložení do elektrického pole schopen vytvářet vlastní vnitřní elektrické pole, které vzniká narušením symetrie elektrických nábojů a tím vzniká elektrický dipól, nebo orientací již přítomných permanentních dipólových momentů, které doposud byly uspořádány nesymetricky. Dielektrikum má tedy schopnost polarizovat se v přiloženém elektrickém poli. Tato schopnost (tvorby zmíněného vnitřního elektrického pole) dala těmto látkám název – předpona "di-" značí směr dovnitř a dielektrikum potom chápeme jako "zelektrizované" prostředí. Po vložení do elektrického pole se tak dielektrika stávají aktivními prvky se specifickými vlastnostmi.

Pojem dielektrikum bývá často zaměňován s pojmem izolant, ale tyto názvy nelze pokládat za ekvivalentní, protože se jedná o skupiny materiálů, jejichž vlastnosti se mohou výrazně lišit. Vysoká elektrická pevnost a měrný elektrický odpor neboli rezistivita jsou důležitý parametr u obou materiálů, u dielektrik má však velký význam i požadovaná vysoká hodnota permitivity a co nejmenší dielektrické ztráty. Dielektrikum je obecnější pojem, izolanty jsou podmnožinou dielektrik, každý izolant je dielektrikum, nikoli však opačně.

Izolant je oproti dielektriku materiál (pro daný účel průmyslové aplikace upravená látka), po kterém je požadována vlastnost zabránit průchodu proudu mezi dvěma místy s rozdílem potenciálů. Jedná se tedy o vzájemné odizolování těchto míst a izolanty jsou tak pasivní prvky bránící pouze průchodu proudu. [14]

Dielektrika lze dělit podle existence elementárního dipólového náboje na polární a nepolární. Podle skupenství na pevná kapalná a plynná, pevná se dále dělí podle vnitřní struktury na krystalické a amorfní. Krystalická dielektrika se mohou ještě dělit na polykrystalické a monokrystalické.

1.5.1 Veličiny dielektrických materiálů

Komplexní permitivita a ztrátový činitel

Permitivita popisuje, jak přiložené elektrickým pole ovlivní dielektrický materiál a jeho schopnost polarizace. Relativní permitivita ε_r udává, kolikrát se zvýší kapacita dekového kondenzátoru s daným dielektrikem oproti vakuovému kondenzátoru.

V důsledku působení střídavého elektrického pole se permitivita chová jinak, kvůli fázovému zpoždění vektoru elektrické indukce \vec{D} za vektorem intenzity elektrického pole \vec{E} o úhel δ . Pro střídavé elektrické pole je zavedena komplexní permitivita $\varepsilon^*(j\omega)$, jedná se o frekvenčně závislou veličinu, pro kterou platí vztah

$$\varepsilon^*(j\omega) = \varepsilon'(\omega) - j \cdot \varepsilon''(\omega), \qquad (13)$$

kde $\varepsilon'(\omega)$ a $\varepsilon''(\omega)$ jsou frekvenčně závislá reálná a imaginární část komplexní permitivity, grafické znázornění komplexní permitivity je zobrazeno na Obr. 7. Reálná složka komplexní permitivity má stejný význam jako ε_r v poli stejnosměrném. Je mírou kapacitního charakteru dielektrika. Imaginární složka, také nazývaná ztrátové číslo je mírou ztrát v dielektriku namáhaném střídavým elektrickým polem.



Obr. 7 Grafické znázornění komplexní permitivity [14]

Pro frekvenční závislost komplexní permitivity za předpokladu pouze jednoho polarizačního mechanismu s jednou konkrétní relaxační doby τ odvodil Debye vztah

$$\varepsilon^*(j\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{1 + j \cdot \omega \cdot \tau} , \qquad (14)$$

kde ε_s je statická relativní permitivita a ε_{∞} je teoretická hodnota permitivity pro "nekonečnou" frekvenci, označována také jako optická relativní permitivita. Relaxační doba τ je časově nezávislá, ale je závislá na teplotě.

Debyeovu rovnici (14) můžeme rozdělit na reálnou a imaginární část komplexní permitivity

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2}$$
 (15)

$$\varepsilon^{\prime\prime}(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}) \cdot \omega \cdot \tau}{1 + \omega^2 \cdot \tau^2}.$$
⁽¹⁶⁾

Imaginární složka komplexní permitivity udává ztráty vzniklé v dielektriku při namáhání střídavým elektrickým polem. Dielektrické ztráty je možno popsat i poměrem imaginární a reálné části, tento poměr nazýváme ztrátový činitel $tg\delta$. Dosazením rovnic (15) a (16) do poměru získáme vztah

$$tg\delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \omega \cdot \tau}{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty \cdot \omega^2 \cdot \tau^2}.$$
 (17)

Za předpokladu lineárních pochodů v dielektriku lze ztrátový činitel matematicky se určit vyhodnocením prvků C a R sériového nebo paralelního náhradního zapojení dielektrik.

Výpočet z paralelního náhradního zapojení

$$tg\delta = \frac{1}{\omega \cdot C_p \cdot R_p} , \qquad (18)$$

kde C_p je kapacita v paralelním náhradním zapojení a R_p je odpor v paralelním náhradním zapojení.

Výpočet ze sériového náhradního zapojení

$$tg\delta = \omega \cdot C_s \cdot R_s , \qquad (19)$$

kde C_s je kapacita v sériovém náhradním zapojení a R_s je odpor v sériovém náhradním zapojení.

Elektrická vodivost dielektrik

Každý technický izolant má určitou (nežádoucí) nenulovou elektrickou vodivost (konduktivitu), zapříčiněnou nečistotami nebo volnými nosiči elektrického náboje. Tato vodivost je ve slabých elektrických polích a za běžných teplot velmi malá. V pevných izolantech se může vyskytovat jak elektronová, tak i iontová elektrická vodivost, jeden z těchto mechanismů vždy převládá. Za normálních podmínek je častější iontový charakter elektrické vodivosti. Až při hodnotách intenzity elektrického pole 10^1 až 10^2 k·V·mm⁻¹ se uplatňuje elektronová vodivost.

Za účelem hodnocení izolačních materiálů z hlediska vodivosti používáme hodnoty měrného elektrického odporu (rezistivity) ρ a měrné elektrické vodivosti (konduktivity) γ . Rezistivita a konduktivita jsou hodnoty odporu a vodivosti přepočtené na jednotku objemu, což umožňuje vzájemně porovnávat různé izolační materiály. Vztah mezi těmto veličinami udává rovnice

$$\gamma = \frac{1}{\rho} . \tag{20}$$

Konduktivita je teplotně závislá veličina, jedná se o závislost typu $A' \cdot e^{-\frac{u}{T}}$. V praxi se tepelná závislost rezistivity charakterizuje vztahem

$$ln\rho = \mathbf{A} + \frac{B}{T} , \qquad (21)$$

kde *A* a *B* jsou materiálová konstanty a *T* [K] je termodynamická teplota. Grafickým znázorněním rovnice (21) je v souřadnicích $ln\rho - 1/T$ jednou lomená přímka, s lomem ležící v oblasti teploty skelného přechodu, při které se mění hodnoty koeficientů *A* a *B*.

Vnitřní rezistivita

Vnitřní rezistivita je rovna poměru elektrického pole a proudové hustoty uvnitř vzorku. Číselně se rovná vnitřnímu odporu krychle ze zkoušeného materiálu o hraně 1 m, měřenému mezi dvěma elektrodami, přiloženými na protilehlých stranách. Vnitřní rezistivita je dána vztahem

$$\rho_{\nu} = R_{\nu} \frac{S_{ef}}{h} , \qquad (22)$$

ve kterém ρ_v je vnitřní rezistivita, R_v je vnitřní odpor, S_{ef} je efektivní plocha měrné elektrody a *h* je průměrná tloušťka zkušebního vzorku.

Povrchová rezistivita

Povrchová rezistivita materiálu se rovná poměru intenzity elektrického pole a proudové hustoty na povrchu izolantu. Číselně se rovná odporu čtverce povrchu zkoušeného materiálu o straně 1 m, měřenému mezi dvěma elektrodami přiloženými na protilehlých stranách. Povrchová rezistivita ρ_p se vypočítá podle vztahu

$$\rho_p = R_p \frac{O}{c} , \qquad (23)$$

v němž R_p je povrchový odpor, O je efektivní obvod ochranné elektrody pro elektrodové uspořádání a c je vzdálenost mezi elektrodami. [14]

Elektrická pevnost

Požadavkem na izolační materiál je schopnost bránit průchodu proudu mezi místy s různým elektrickým potenciálem. Při plnění tohoto požadavku hrají značnou roli okolní podmínky, hlavně také velikost působícího elektrického pole. Pokud lokální intenzita přiloženého elektrického pole překročí pro daný materiál charakteristickou mez, označovanou jako průrazné napětí U_p , dojde k prudkému nárůstu koncentrace volných nosičů elektrického náboje. Následkem je pokles a rychlý pokles rezistivity a s ní související izolační schopnosti daného materiálu. Proces končí výbojem, kdy jsou dvě původně izolovaná místa spojena dokonale vodivou cestou. Proud procházející touto cestou dosahuje značných hodnot. Důsledkem vzniklého výboje jsou vždy degradační procesy materiálu, které souvisí se vznikem, eventuálně hořením elektrického oblouku v místě výboje. Tento jev je provázen vysokými teplotami, ionizačními procesy a intenzivním zářením, velmi degraduje vlastní izolant i materiály přicházející s elektrickým obloukem do styku. Souhrn jevů provázející vznik výboje v pevných izolantech označujeme jako průraz, který je vždy spojen s nárůstem proudu a trvalým zhoršením izolačních vlastností. [14]

Elektrická pevnost E_p je veličina vyjadřující míru schopnosti látky zachovat svůj elektroizolační stav do doby, než dojde k čistě elektrickému nebo tepelnému průrazu.

Přepočítáme-li průrazné napětí U_p na tloušťku izolantu h v místě průrazu či přeskoku, získáme hodnotu elektrické pevnosti, která je definována vztahem

$$E_p = \frac{U_p}{h} \ . \tag{24}$$

Podle průběhu a charakteru dějů a mechanismů vedoucích k při elektrickém namáhání k průrazu, rozlišujeme tři způsoby průrazu pevných izolantů.

Čistě elektrický průraz nastává v případě, že energie elektrického pole je okamžitě tak velké, že působí destrukci v nejslabším místě materiálu. K čistě elektrickému průrazu dojde, pokud nemůže dojít k postupnému ohřevu izolantu a tím degradaci materiálu. Rychlost růstu průrazného kanálu je v rozmezí 10^5 až 10^6 m·s⁻¹.

Tepelný průraz vzniká během ohřevu izolantu vlivem Jouleových a dielektrických ztrát. Ohřívání materiálu neprobíhá rovnoměrně v celém objemu, pouze lokálně. V místě se zvýšenou teplotou dochází ke zvyšování elektrické vodivosti a dielektrických ztrát, to má za následek další ohřev těchto míst. Při dostatečně nízkém napětí se ustaví dynamická rovnováha mezi vzniklým teplem a teplem odvedeným do okolí. Nejčastější příčina tepelného průrazu bývá velikost přiloženého napětí, které nedovolí, aby došlo k ustavení rovnováhy.

Elektrochemický průraz (stárnutí izolantů) je způsoben dlouhodobým působením elektrického pole a ostatních provozních činitelů. Jejich působením dochází v materiálu k chemickým případně jiným změnám, které vedou ke zhoršení izolačních vlastností a elektrické pevnosti. Proces stárnutí vede v konečném důsledku k průrazu.

Elektrickou pevnost tuhých izolantů ovlivňuje především druh a stavba materiálu, dále také teplota, homogenita elektrického pole, kmitočet, rychlost zvyšování napětí při zkoušce, doba působení elektrického pole a tloušťka izolantu.

Určení elektrické pevnosti probíhá na vzduchu, případně v transformátorovém oleji pro zabránění přeskoků. Průběh zkoušky definuje norma, která udává rychlost nárůstu napětí, případně tvar vlny při impulsní zkoušce. [14]

1.5.2 Dielektrická polarizace

Dielektrická polarizace je fyzikální děj, při kterém za působení vnějšího elektrického pole dochází v dielektriku k pružným přesunům silně či slabě vázaných

nosičů elektrického náboje, tyto pružné pohyby nazýváme polarizační procesy. O průběhu polarizace, vzdálenosti přesunu nosičů elektrického pole, rychlosti přesunu rozhoduje stavba a struktura daného dielektrika. Existují různé druhy mechanismů polarizace dielektrika. Rovněž si musíme uvědomit, že většinou probíhá v materiálu, vlivem jeho vnitřního uspořádání, polarizačních mechanizmů více. Během polarizačního procesu dochází ke vzniku nových nebo k orientaci permanentních dipólových momentů. Polarizační jevy lze pozorovat dvěma způsoby z makroskopického hlediska, kdy zkoumáme vnější projevy polarizačních dějů a z hlediska mikroskopického, u kterého nás zajímají elementární částice a hledáme tak příčinu odezev pozorovaných z makroskopického pohledu. [14]

Polarizovatelnost α je veličina, která charakterizuje, schopnost polarizace látky při působení vnějšího elektrického pole z mikroskopického hlediska. Pro velikost indukovaného dipólového momentu $\vec{\mu}$ můžeme použít vztah

$$\vec{\mu} = \alpha \cdot \vec{E_L} , \qquad (25)$$

kde $\overrightarrow{E_L}$ je je intenzita elektrického pole v místě dipólu (intenzita lokálního pole).

Polarizovatelnou lze využít k vyjádření vektoru polarizace \vec{P} podle vztahu

$$\vec{P} = n \cdot \vec{\mu} = n \cdot \alpha \cdot \vec{E_L} , \qquad (26)$$

kde *n* je koncentrace indukovaných dipólových momentů $[m^{-3}]$.

Pro vektor polarizace z hlediska makroskopického také platí vztah

$$\vec{P} = \kappa \cdot \varepsilon_0 \cdot \vec{E} , \qquad (27)$$

kde \vec{E} je intenzita vnějšího elektrického pole. Vyjádříme-li dielektrickou susceptibilitu κ vztahem $\kappa = \varepsilon_r - 1$, a porovnáme rovnici se vztahem (26) dostaneme vztah pro relativní permitivitu

$$\varepsilon_0 \cdot \vec{E} \cdot (\varepsilon_r - 1) = n \cdot \alpha \cdot \vec{E_L}$$
(28)

$$\varepsilon_r = 1 + n \cdot \alpha \cdot \overrightarrow{E_L} \cdot \frac{1}{\varepsilon_0 \cdot \overrightarrow{E}} .$$
⁽²⁹⁾

Rovnice (28) popisuje vztah mezi mikro- a makroskopickými veličinami a vyplývá z ní, že pro vyjádření relativní permitivity ε_r je nutné sledovat souvislosti mezi lokálním polem $\vec{E_L}$ uvnitř a vnějším polem \vec{E} . [14]

1.5.3 Polarizační mechanismy

První rozdělení polarizačních mechanismů je podle toho, zda je k zpolarizování dielektrika nutná přítomnost vnějšího elektrického pole. V některých zvláštních případech, může být dielektrikum zpolarizováno i bez působení vnějšího elektrického pole. Polarizační mechanismy vyvolané vnějším elektrickým polem rozlišujeme podle druhu nosičů elektrického náboje, které se na mechanismu polarizace podílejí. Jedná se o polarizace vyvolané posunutím silně nebo slabě vázaných případně volných nosičů elektrického náboje. [14]

Deformační polarizace

Při deformační (pružné) polarizaci, je obvykle nosičem elektrického náboje elektron, iont nebo stálý dipól (zakotvený přímo ve struktuře látky). Jedná se o silně vázané nosiče náboje v atomu, molekule nebo krystalu a vnější elektrické pole je může posunout pouze na zcela minimální vzdálenost z jejich rovnovážné polohy. I přes velmi malé posunutí nosičů náboje, u elektronové polarizace je tato vzdálenost menší než rozměr atomu, může dojít ke značnému ovlivnění relativní permitivity dielektrika vlivem posunu velkého množství nosičů. Pevná vazba má za následek velice krátké doby ustavení i navrácení do základních poloh v řádu 10⁻¹⁶ až 10⁻¹³ s, proto jsou v běžném frekvenčním rozsahu frekvenčně nezávislé. Díky pevné vazbě není pohyb nosičů vyvolaný elektrickým polem ovlivněn jejich tepelným pohybem. Deformační polarizace jsou bezztrátové, a patří sem polarizace elektronová, iontová a polarizace pružně vázaných dipólových momentů.

Elektronová polarizace

Vystavíme-li atom působení elektrického pole, budou na kladný náboj jádra a na záporný náboj elektronového obalu působit elektrostatické síly opačného směru. Vzhledem k určité volnosti elektronů dojde k deformaci tvaru elektronového obalu a posunutí těžiště záporného náboje od těžiště kladného náboje. Tímto posunutím získá atom indukovaný dipólový moment, který závisí na velikosti elektrického pole a schopnosti atomu se polarizovat. S velmi malou vzdáleností pohybu souvisí rychlost ustavení řádově 10⁻¹⁶ až 10⁻¹⁴ s. Tato polarizace se vyskytuje u všech látek, probíhá uvnitř atomu a není ovlivněna jeho tepelným pohybem, proto je teplotně nezávislá.

lontová polarizace

Vyskytuje se v látkách, ve kterých jsou stavební prvky iontové krystaly, které jsou vázány pevnou iontovou vazbou. Zásadním rozdílem od polarizace elektronové je existence trvalých dipólových momentů. Působením elektrického pole dochází k pružnému posunu kladných iontů ve směru působení pole a záporných iontů ve směru opačném, to má za následek změnu velikosti jednotlivých dipólů i změnu jejich směru. Doby ustálení jsou zde kratší v řádu 10⁻¹³ až 10⁻¹² s. Iontová polarizace je mírně teplotně závislá ke snížení přitažlivých sil mezi ionty při zvyšování teploty. [14] [15]

Relaxační polarizace

Na mechanismu relaxačních polarizací se podílejí slabě vázané částice, v pevných dielektrikách se slabě vázané ionty a elektrony vyskytují zejména v blízkosti defektů krystalické struktury. Rozhodující roli pro relaxační polarizace má teplota, díky tepelnému pohybu mohou slabě vázané částice překonávat snadno potenciálové bariéry mezi jednotlivými polohami. Bez působení elektrického pole je tepelný pohyb nosičů chaotický, všechny jejich polohy jsou stejně pravděpodobné a nedochází k jejich nerovnoměrnému rozložení. Po přiložení elektrického pole se stanou některé polohy energeticky výhodnější, tím se nosiče náboje rozloží nerovnoměrně a vzniká dipólový moment. Relaxační doba je časovou konstantou přechodu nosičů do nových poloh a je charakteristickou hodnotou pro polarizaci. Doba ustálení je oproti deformačním polarizacím mnohem delší vlivem větších vzdáleností pro posuv nosičů. Relaxační polarizace jsou na rozdíl od deformačních ztrátové. Mezi relaxační polarizace patří iontová relaxační a dipólová relaxační polarizace.

lontová relaxační polarizace

Vyskytuje se u látek se slabě vázanými nebo netěsně uloženými ionty příměsí a nečistot. Po přiložení elektrického pole se chaotický tepelný pohyb rovnoměrně rozložených částic usměrní, vzniká tak nerovnoměrné rozložení částic, to má za následek

vznik dipólového momentu. Doba ustavení se pohybuje v řádu 10⁻¹² až 10⁻⁸ s. Iontová relaxační polarizace je velmi teplotně závislá.

Dipólová relaxační polarizace

Tento mechanismus se uplatňuje u polárních látek se slabě vázanými nebo volnými dipólovými molekulami. Bez působení elektrického pole je orientace dipólů chaotická a výsledný dipólový moment je nulový. Po připojení elektrického pole je orientace dipólů energeticky výhodnější ve směru jeho působení. Natočením dipólů ve směru pole vzniká dipólový moment. Doba ustavení se pohybuje v řádu 10⁻¹² až 10⁻⁸ s. Dipólová relaxační polarizace je silně teplotně závislá. [14] [15]

Zvláštní polarizační mechanismy

Samostatnou skupinou polarizací jsou takové, ke kterým dochází bez působení vnějšího elektrického pole. Piezoelektrická polarizace je prvním zástupcem této skupiny a vzniká u piezoelektrických látek, které jsou schopné se zpolarizovat vlivem mechanického namáhání. To znamená, že při deformaci piezoelektrického krystalu dojde k jeho zpolarizování a na povrchu krystalu se objeví vázaný náboj. Tyto látky vykazují i opačný piezoelektrický jev, kdy při elektrickém namáhání dochází k mechanické deformaci.

Dalším typem je polarizace spontánní, ta se vyskytuje u látek, které jsou schopné udržet ve svém okolí stále elektrické pole. Typickým příkladem jsou elektrety, které jsou vhodně tepelně zpracovávány za současného působení elektrického pole nebo světla. Důležité je, že si stav zpolarizování dokáží udržet relativně dlouho po skončení působení popsaných činitelů.

Spontánní polarizace se vyskytuje i v pyroelektrikách, u kterých je způsobena zvláštní strukturou. Tato spontánní polarizace je kompenzována povrchovým nábojem, jehož hustota závisí na teplotě. U lineárních pyroelektrik je možné velikost polarizace ovlivnit působením teploty. Důležitější jsou nelineární pyroelektrika (feroelektritka), které vykazují doménovou strukturu, z nichž je každá spontánně polarizována a vzájemně se kompenzují. Přiložením elektrického pole dojde k zorientování všech domén a dojde tak výraznému zesílení elektrického pole. [14]

U látek s makroskopickými nehomogenitami (nečistoty, póry) a u vrstvených izolantů (lamináty, plasty s plnivy), které mají rozdílnou vodivost a permitivitu jednotlivých složek, se vyskytuje polarizace mezivrstvová. Migrace volných nosičů kumulovaných na rozhraní vrstev vede ke vzniku oblastí prostorového náboje a ke vzniku dipólového momentu. Mezivrstvová polarizace je silně teplotně závislá a podstatně se projevuje v oblasti velmi nízkých kmitočtů, má dlouhou dobu ustavení a je provázená ztrátami energie v dielektriku.

Příspěvky jednotlivých druhů polarizací k permitivitě dielektrik

Jednotlivé druhy polarizací nepřispívají při změně frekvence elektrického pole ke změnám permitivity stejnou měrou. V technickém dielektriku, v němž se uplatňují základní druhy polarizací, je závislost permitivity na kmitočtu při konstantní teplotě dána složením křivek odpovídajících jednotlivým polarizačním mechanizmům viz Obr. 8.



Obr. 8 Průběh složek ɛ´ a ɛ´´ komplexní permitivity v závislosti na kmitočtu [14]

Z průběhu závislosti reálné složky je vidět, že při malých kmitočtech přispívají k permitivitě všechny uvažované druhy polarizací a permitivita má největší hodnotu ε_s . S rostoucí frekvencí postupně ustávají jednotlivé druhy polarizací tak, jak klesá schopnost částic sledovat změny elektrického pole, dochází tedy k poklesu reálné složky permitivity. V oblasti optických frekvencí probíhají už jen polarizace optické, kterým odpovídá ε_{∞} . Závislost imaginární složky na frekvenci prochází různě velkými maximy podle toho, jak který relaxační mechanizmus přispívá ke ztrátám v dielektriku. Se zvyšující se teplotou se oblasti poklesu průběhu reálné části komplexní relativní permitivity posouvají k vyšším frekvencím, protože dipólové molekuly se stávají pohyblivějšími. Struktura a chemické složení látky ovlivňuje polohu, počet a průběhy disperzních oblastí. [14]

1.5.4 Dielektrické ztráty

V dielektrických materiálech se obecně mohou vyskytovat ztráty vodivostní, polarizační a ionizační. Jednotlivé složky ztrát se uplatňují v závislosti na struktuře daného materiálu, jeho chemickém složení, přítomnosti a druhu nečistot. Množství elektrické energie, které se díky dějům odehrávajících se v struktuře materiálu, po jeho zatížení elektrickým polem, změní v jeho objemu v tepelnou energii, nazýváme dielektrickými ztrátami. Během provozu elektrického zařízení musíme zabezpečit, aby přebytečné teplo bylo odvedeno do okolí a nedocházelo k přehřívání dielektrika. Zvyšování teploty vede k růstu ztrát a opětovnému růstu teploty, což může končit až tepelným průrazem a destrukcí dielektrika.

Vodivostní ztráty vznikají vlivem proudu procházejícího dielektrikem i vlivem proudu tekoucího po povrchu dielektrika. Vodivostní ztráty se vyskytují u všech dielektrik a míra jejich uplatnění závisí na velikosti konduktivity dielektrika.

Polarizační ztráty se vyskytují u dielektrik, u kterých se uplatňují relaxační polarizační mechanismy, tedy u materiálů se slabě vázanými částicemi. Část energie elektrického nutná pro překonávání tepelného pohybu částic se při těchto dějích mění na teplo. U materiálů s polarizační složkou dielektrických ztrát se také uplatňují ztráty vodivostní s různým poměrem velikostí těchto složek. Od určitých teplot však ztráty rostou pouze vlivem zvyšujících se vodivostních ztrát.

Ionizační ztráty mohou vznikat vlivem částečných výbojů, které vznikají při překročení hodnoty tzv. počátečního napětí výbojové činnosti. Částečné výboje vznikají ve vzduchových dutinách, případně jiných nehomogenitách ve struktuře dielektrika. Energie potřebná ke vzniku těchto výbojů se mění v teplo, kromě toho působením částečných výbojů dochází k lokální degradaci dielektrika. Hodnotu dielektrických ztát lze vyjádřit pomocí několika veličin. V praxi se pro rychlé posouzení kvality daného izolantu používá ztrátový činitel $tg \delta$, Materiál s hodnotou $tg \delta$ menší než 10⁻³ se považuje za dobrý. Dále je pro vyjádření dielektrických ztrát použít ztrátový úhel δ , ztrátové číslo ε (imaginární složka komplexní permitivity), ztrátový výkon P_z nebo měrné dielektrické ztráty (jedná se o ztrátový výkon vztažený na jednotku objemu). [14]

Měrné dielektrické ztráty pro deskový kondenzátor s plochou elektrod *S* a tloušťkou *d* ve stejnosměrném elektrickém poli jsou dány vztahem

$$P_{Zss} = \frac{P_{Zss}}{V} = \frac{U^2}{R_v \cdot d \cdot S} = \frac{E^2 \cdot d^2}{\rho_v \cdot \frac{d}{S} \cdot d \cdot S} = \gamma_v \cdot E^2 .$$
(30)

V případě střídavého elektrického pole pro měrné dielektrické ztráty deskového kondenzátoru platí vztah

$$P_{Zst} = \frac{P_{Zst}}{V} = \frac{\omega \cdot C \cdot U^2 \cdot tg\delta}{d \cdot S} .$$
(31)

Po dosazení za kapacitu a napětí do rovnice (31) dle vztahů

$$C = \varepsilon' \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{d} \tag{32}$$

$$U = E \cdot d , \qquad (33)$$

získáme výsledný výraz

$$P_{Zst} = \omega \cdot \varepsilon' \cdot \varepsilon_0 \cdot tg\delta \cdot E^2 . \tag{34}$$

Z tohoto vztahu plyne, že ztráty v dielektriku jsou závislé také na frekvenci a intenzitě elektrického pole a nejen na ztrátovém činiteli. Je tedy evidentní, že nároky na kvalitu použitého materiálu porostou s hodnotami frekvence a intenzity elektrického pole. [14]

1.5.5 Dielektrická absorpce

Po připojení kondenzátoru s reálným (technickým) dielektrikem na zdroj stejnosměrného napětí se projeví nestacionární proces, který nazýváme dielektrická

absorpce, projevující se postupným nabíjením kondenzátoru. Příčinou absorpce je dielektrická relaxace vzniklá v důsledku pomalých polarizací. Obdobný proces probíhá při odpojení. Nabíjení kondenzátoru můžeme rozdělit do třech fází. V první fázi okamžitě přiteče náboj, který odpovídá geometrické kapacitě. Ve druhé fázi v době 10^{-16} až 10^{-12} s přiteče další náboj jako důsledek rychlých polarizací. Ve třetí fázi pomalu přitéká absorpční náboj Q v důsledku pomalých (relaxačních) polarizací.

Při nabíjení kondenzátoru protéká izolantem proud

$$i(t) = i_a(t) + i_v$$
, (35)

kde $i_a(t)$ je absorpční proud a i_v je vodivostní proud, který odpovídá stejnosměrné vnitřní elektrické vodivosti.

Využívaným parametrem pro svoji dobrou vypověditelnost jsou polarizační indexy, které představují další parametry získávané z absorpčních charakteristik. Polarizační indexy využívají pro popis stavu materiálu časovou proměnnost absorpčního proudu. Jsou to bezrozměrné čísla. Indexy dělíme na jednominutový polarizační index p_{i1} a na desetiminutový polarizační index p_{i10} .

Jednominutový polarizační index p_{i1} je definován jako poměr absorpčních proudů v patnácté a šedesáté sekundě po přiložení napětí na vzorek. Vypočítá se pomocí této rovnice:

$$p_{i1} = \frac{i_{(15)}}{i_{(60)}} = \frac{R_{(60)}}{R_{(15)}},$$
(36)

kde $R_{(15)}$, $R_{(60)}$ jsou odpory v 60 a 15 sekundě od přiložení napětí a $i_{(15)}$, $i_{(60)}$ jsou odpovídající absorpční proudy. Nabíjecí proud i(t) je nepřímo úměrný izolačnímu odporu R(t), proto lze použít v rovnici pro výpočet indexů hodnot izolačních odporů změřených stejnosměrným napětím.

Desetiminutový polarizační index p_{i10} je určen z proudů v první a desáté minutě měření. Tento polarizační index se používá především v diagnostice izolačních systémů elektrických strojů a vypočítá se pomocí rovnice

$$p_{i10} = \frac{i_{(60)}}{i_{(600)}} = \frac{R_{(600)}}{R_{(60)}}$$
, (37)

kde $i_{(60)} a R_{(60)}$ jsou hodnoty absorpčního proud a naměřeného odporu po 60 sekundách, $i_{(600)}$ a $R_{(600)}$ jsou hodnoty absorpčního proud a naměřeného odporu po deseti minutách měření. [16]

1.5.6 Diagnostika dielektrik

Měření elektrického odporu Voltampérmetrovou metodou

Přímá metoda měření, která je doporučena pro měření vnitřního a povrchového odporu. Jedná se o nejjednodušší metodu přímého čtení procházejícího proudu. Napětí se měří stejnosměrným voltmetrem, proud měříme odpovídajícím přístrojem na měření proudu. Kvalitní materiály jsou nutné měřit přístrojem s citlivostí minimálně 10^{-16} . Principiální schéma je zobrazeno na Obr. 9. Neznámý podpor R_x se vypočítá podlevztahu

$$R_x = \frac{U}{\mathbf{I}_x} \quad , \qquad [\Omega] \tag{38}$$

kde U je připojené napětí a I_x proud protékající vzorkem.



Obr. 9 Voltampérmetrová metoda pro měření odporu izolantů [14]

Měření elektrického odporu Wheatstonovou metodou

Princip metody spočívá v porovnání neznámého odporu R_x se známým referenčním odporem. Schéma Wheatstonova můstku je na Obr. 10.



Obr. 10 Metoda Wheatstonova můstku pro měření vnitřního odporu [14]

Měřený vzorek je zapojen do jedné z větví můstku, ve zbylých třech jsou zapojeny známé odpory. Odpor R_B se mění v dekádových stupnicích a odpor R_A slouží k jemnému vyrovnání. Odpor R_N se během měření nemění. Nulový indikátor tvoří stejnosměrný zesilovač s odpory v kterékoliv větvi.

Pro neznámý odpor R_x při vyváženém můstku platí

$$R_x = R_N \cdot \frac{R_B}{R_A} \tag{39}$$

Měření Permitivity

Relativní permitivitu ε_r nebo ε' lze v praxi určit podle vztahu

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0} , \qquad (40)$$

kde C_x je kapacita kondenzátoru, v němž je prostor mezi elektrodami vyplněn izolantem a C_0 je kapacita stejně uspořádaných elektrod, umístěných ve vakuu a je vyjádřena vztahem

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{S_{ef}}{h} , \qquad (41)$$

kde S_{ef} je efektivní plochy měrné elektrody tříelektrodového systému a h je tloušťka měřeného vzorku. Hodnotu S_{ef} lze určit podle vztahu

$$S_{ef} = \frac{\pi (d+c)^2}{4}$$
(42)

kde *d* je průměr měřicí elektrody, *c* šířka mezery mezi měřicí a ochrannou elektrodou viz schéma na *Obr.* 11.



Obr. 11 Schéma tříelektrodového systému[15]

Měření elektrické pevnosti

Elektrická pevnost záleží u většiny izolantů na intenzitě a délce přiloženého napětí a také na délce trvání výbojů před průrazem. Lze říci, že elektrická pevnost klesá s tloušťkou izolantu mezi elektrodami a s dobou působení napětí. I materiály s vysokou elektrickou pevností, časem podlehnou degradačním procesům.

Pokud se jedná o hodnoty nízké elektrické pevnosti, zkoušky provádíme na vzduchu. Většinou se zkoušky provádí v transformátorovém oleji pro zabránění přeskoků. Existuje celá řada zkoušek elektrické pevnosti. Provádí se zkoušky stejnosměrným napětím, zkoušky rázovým napětím, zkoušky střídavým napětím a krátkodobé zkoušky s rychlým nárůstem napětí. [17]

Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)

Vzorek se při této metodě podrobuje lineárnímu ohřevu a měří se rychlost tepelného toku ve vzorku, která je úměrná okamžitému měrnému teplu. Uvnitř měrného pláště, který je normálně udržován na pokojové teplotě, jsou vmontovány dvě symetrické nádobky. Jako primární teplotní kontakt slouží odporový teploměr a topný člen, který je zabudovaný v nosiči vzorku. Sekundární teplotní kontrolní systém měří teplotní diferenci mezi oběma nosiči a tento rozdíl upravuje na nulový. Toto množství, potřebné k udržení izotermních podmínek, je zapisováno v závislosti na čase nebo teplotě. Neměří se tedy diferenční teplota, ale elektrický příkon potřebný k udržení izotermních podmínek. Tepelný spád lze snížit na minimum použitím malých vzorků (miligramová množství)

umístěných na kovových foliích. Malá tepelná kapacita celého systému dovoluje použít velké rychlosti ohřevu (desítky Kmin⁻¹) a zajišťuje velkou rozlišovací schopnost. Množství uvolněného (zabaveného) tepla je tedy úměrné množství elektrické energie spotřebovaného na zahřátí vzorku (standardu). Jde tedy o kalorimetrickou metodu.

Teplotní charakteristiky polymerů mají zásadní význam nejen z hlediska studia jejich struktury, ale zejména z hlediska hodnocení jejich užitných a jiných vlastností. Proto je věnována měření tepelných vlastností velká pozornost.

Metoda DSC umožňuje stanovení významných termodynamických parametrů testovaných materiálů, v teplotním intervalu -150°C až +700°C. Mezi tyto parametry patří teploty tání a krystalizace, teplota skelného přechodu, entalpie jednotlivých fyzikálních přechodů, hodnoty krystalinity a měrné tepelné kapacity [18]

Dielektrická spektroskopie

Dielektrická relaxační spektroskopie patří mezi moderní nedestruktivní metody, slouží ke sledování molekulární dynamiky studovaných dielektrických materiálů s cílem interpretovat výsledky experimentu na molekulární úrovni. Měření je založeno na nepřímém měření polarizace jako odezvy vzniklé po změně elektrického pole. Dielektrická spektroskopie má široký frekvenční rozsah, od 10⁻⁵ Hz do 10¹¹ Hz, přes který polymery reagují na přiložené elektrické pole. Hlavním cílem dielektrické relaxační spektroskopie jsou závislosti komplexní permitivity dané látky na frekvenci (tzv. Dielektrické spektrum) a na dalších veličinách. Mezi tyto veličiny se řadí především teplota okolí s možnou kombinací teplotního stárnutí vzorku a relativní vlhkost okolního prostředí. [19][20]

2 Experimentální část

Experimentální část byla zaměřena na proměření elektrických vlastností připravených vzorků elektroizolačních hmot na bázi epoxidové pryskyřice a srovnání těchto vlastností v závislosti na druhu použitého plniva. Vzorky pro měření byly dodány společností SYNPO a.s. Pardubice. Níže jsou uvedeny všechny graficky a matematicky vyhodnocené výsledky měření.

2.1 Měřicí systémy

Pro měření ztrátového činitele a kapacity vzorku pro výpočet reálné a imaginární složky komplexní permitivity byl využit analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831. Tento přístroj umožňuje připojit buňku pro analýzu olejů nebo pevných materiálů a provádět stejnosměrné i střídavé měření do teploty 250 °C. Horní mez rozsahu napěťového zdroje je 2,5kV. Ovládání systému probíhá přes dotykovou obrazovku zabudovanou na čelní straně přístroje.

K tomuto analyzátoru byla připojena testovací buňka pro analýzu pevných dielektrik Tettex 2914. Jedná se o tříelektrodový systém s hydraulicky nastavitelnou hodnotou přítlaku elektrod a přímým ohřevem vzorku. Rozměry elektrodového systému Tettex 2914 podle schématu na Obr. 11 jsou d = 49,5 mm, c = 1 mm. Měřicí systém Tettex je zobrazen na Obr. 12.

Naměřené hodnoty pomocí toho systému je možné vyexportovat do souboru formátu XML pro další zpracování.



Obr. 12 Měřicí systém Tettex

Vnitřní rezistivita byla měřena také systémem Tettex. Proud protékající vzorkem v teplotních bodech 23, 40 a 55 °C byl však mimo rozsah přístroje, proto měření v těchto teplotních bodech bylo provedeno opakovaně s využitím přístroje Agilent 4339B High-Resistance Meter viz Obr. 13. Agilent 4339B byl použit společně v zapojení s tříelektrodovým systémem Agilent 16008B Resistivity Cell viz Obr. 14. Elektrodový systém Agilent 16008B má rozměry dle Obr. 11: d = 50 mm, c = 10 mm.



Obr. 13 High-Resistance Meter Agilent 4339B



Obr. 14 Agilent 16008B Resistivity Cell

Elektrodový systém této soustavy byl umístěn a zahříván společně s měřenými vzorky ve sterilizační komoře Stericell od společnosti BMT Medical Technology s. r. o., komora je zobrazena na Obr. 15. K ovládání měření slouží připojený počítač s aplikacemi vytvořenými pomocí programu VEE Pro. Hodnoty zaznamenané během měření jsou automaticky zapisovány do souboru xls.



Obr. 15 Sterilizační komora Stericell

2.2 Vzorky pro měření elektrických vlastností

Vzorky pro stanovení elektrických veličin byly vyrobeny v testovací laboratoři společnosti SYNPO. Jedná se o elektroizolační zalévací hmotu pro vysokonapěťové transformátory na bázi epoxidové pryskyřice, sloužící jako ochrana proti namáhání vnějšími vlivy. Zalévací hmota je vyrobena ze šesti složek, základní složky jsou modifikovaná epoxidová pryskyřice, tvrdidlo, flexibilizátor a urychlovač. Další přísadou je pigmentová pasta ovlivňující pouze vzhled výsledného produktu dle přání zákazníka, obvykle červená až hnědá barva. Bez přidání pigmentové pasty by výsledný produkt měl čirou, lehce nažloutlou barvu. Poslední složkou jsou různé druhy plniv ve formě mikromletých písků. Sada vzorků s označením 1851 plněná křemičitým pískem ST6 – Sklopísek Střeleč je standardně používané plnivo společnosti SYNPO a tyto vzorky byly brány jako výchozí pro porovnání jednotlivých vlastností s ostatními plnivy.

2.2.1 Složení vzorků

Hmotnostní poměry jednotlivých složek měřených vzorků jsou zobrazeny na Obr. 16. Látky odpovídající jednotlivým složkám zalévací hmoty jsou vypsány v Tab. 1., v Tab. 2 jsou uvedeny látky, na jejichž bázi jsou jednotlivá plniva založena.

Složka	Použitá látka
Pojivo	Modifikovaná epoxidová pryskyřice
Tvrdidlo	Tertahydromethylphtalát anhydrát
Urychlovač	Benzyldimetylamin
Flexibilizátor	Polyethylen glycol
Barvivo	Pigmenotvá pasta BF 135M

Tab. 1 Složky epoxidové zalévací hmoty.

Tab. 2 Základní látka plniva.

Plnivo	Písek na bázi
Silbond	SiO ₂
Wollastonitmehl	SiO2 / CaO
Apytal	Al (OH) ₃
Hydrafil	Al (OH) ₃
ST6	SiO ₂



SYNPO, akciová společnost S. K. Neumanna 1316, 532 07 Pardubice



Společnost s certifikovaným systémem řízení kvality dle ISO 9001

CHS-EPODUR 494-1667 + různá plniva

CHS-EPODUR 494-1667 (Spolchemie Ústí nad Labem)– jedná se o čtyř komponentní epoxidový zalévací systém, který se skládá z následujících složek:

CHS-EPODUR 494-1667 složka A CHS-EPODUR 494-1667 složka B CHS-EPODUR 494-1667 složka C epoxidová pryskyřice anhydridické tvrdidlo urychlovač

CHS-EPODUR 494-1667 složka D flexibilizátor/ plastifikátor

Dále se do systému ještě přidává různé druhy mikromletých křemenných písků jako plnivo (písek ST6 - Sklopísek Střeleč; Silbond 126EST, Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST, Hydrafil Trefil 744-300EST – Quartzwerke GmbH; Apytal 2E - Nabaltec) a pigmentová pasta (BF 135M, SYNPO, a.s.).

Připravené vzorky na měření vybraných elektrických vlastností (složení je uvedeno v hmotnostních dílech na 100 dílů pryskyřice/ složky A)

	C	CHS-EPODU	JR 494-166	7	Pigmentová pasta	Plnivo písek*					
Vzorek	Složka A	Složka B	Složka C	Složka D	BF135M	Silbond	Woll.	ST6/ Ap 60/ 240	Silbond / Hyd 60/ 240	ST6	(%)
1847	100	85	0,6	17	3	435		<u>.</u>		100	67,9
1848	100	85	0,6	17	3		320		1.0	375	60,9
1849	100	85	0,6	17	3	-		380	- 14 - 1		64,9
1850	100	85	0,6	17	3	-	40	-	368	323	64,2
1851	100	85	0,6	17	3	1	12	2		382	65,0

*Silbond 126EST, Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST, ST6, Apytal 2E, Hydrafil Trefil 744-300EST

Nejdříve bylo nastaveno plnění systému jednotlivými plnivy, tak aby výsledná viskozita systému byla vždy stejná (velmi důležité z pohledu aplikace). Připravené desky o rozměrech cca 400 x 200 x 2 mm byly vytvrzovány v režimu 10hod 140°C. Následně byly z těchto desek vyřezány tělíska o rozměrech 80 x 80 mm a Ø 35 mm (řezáno vodním paprskem OMAX, USA).

Obr. 16 Hmotnostní poměry jednotlivých složek vzorků

2.2.2 Postup výroby vzorku

Proces výroby vzorků je založen na zkušenostech pracovníků laboratoře a jeho dodržování napomáhá k dosažení opakovaně srovnatelných vzorků. Výroba začíná přípravou kovové formy, která je složená ze dvou dílů, jejichž vnitřní strany jsou naleštěny k dosažení rovinnosti povrchu vzorku. Forma je nejdříve očištěna a na vnitřní část je nanesen tenký film separátoru na bázi silikonu, aby došlo k snadnému oddělení vzorku. Tloušťku případně i tvar vzorku určuje silikonová podložka vložená mezi kovové díly formy. Forma s distanční podložkou se upne do kovového rámu a vloží se prohřát na hodinu do vytvrzovací pece při teplotě 90 °C.

Následuje příprava samotné zalévací hmoty "kompozice" s přesně definovaným poměrem jednotlivých složek. Poměr složek je určen hmotnostními procenty (hm %)

vztaženými k pojivu, tedy epoxidové pryskyřici, jejíž množství v gramech je bráno jako 100 hm. %. Směs získanou smícháním všech složek, prozatím bez urychlovače se zahřeje na teplotu do 50 °C pro snížení viskozity a důkladně se promíchá. Po dosažení konzistentní hmoty s lesklým povrchem se směs nechá 30 min odstát, poté se přidá urychlovač a při teplotě 60 °C se hmota znovu důkladně promíchá. Poté následuje proces vakuového odvzdušnění, který by měl být co nejrychlejší, aby nedošlo k velkému ochlazení hmoty.

Odvzdušněná hmota se následně leje do předehřáté formy. Jelikož testovací laboratoř společnosti SYNPO není vybavena pro odvzdušnění hmoty již vylité ve formě, vzhledem k rozměrům formy, jsou vibrační metodou odstraněny vzduchové bubliny vzniklé při lití. Poté se forma ještě nechá po dobu 10 min ve vytvrzovací peci při teplotě 80 °C, aby mohly uniknout případně zbylé vzduchové bubliny. Poté se zvýší teplota v peci na 140 °C a po dobu 10 h se nechá hmota vytvrzovat. Po uplynutí této doby se forma umístí do sušárny, aby došlo k pozvolnému ochlazení vzorku pro odstranění vnitřního pnutí v materiálu.

Hotový odlitek byl následně nařezán vodním paprskem na jednotlivé vzorky o rozměrech 8 cm x 8 cm. Tloušťka vzorků byla zvolena 2 mm. Rovinnost některých dodaných vzorků ovšem nebyla optimální. Z tohoto důvodu bylo z dodaných deseti kusů pro každou sadu plniv vybráno pro měření vždy pět vzorků vykazujících největší rovinnost, pro omezení možných nepřesností vzniklých nerovnostmi povrchu.

2.3 Měření elektrických vlastností

Předložené vzorky elektroizolačních hmot jsou určeny pro zalévání vysoko napěť ových transformátorů pracujících na síť ovém kmitočtu 50 Hz. Proto byla pozornost soustředěna na měření pouze teplotní závislosti relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity jednotlivých vzorků, protože jsou to důležité vlastnosti charakterizující elektroizolační materiály. Všechna měření probíhala v souladu s normou ČSN EN 62631, popisující diagnostiku dielektrických a izolačních vlastností pevných izolačních materiálů. Pro stanovení teplotních závislostí bylo zvoleno šest teplotních bodů: 23 (teplota okolí), 40, 55, 70, 85 a 100 °C. Měření proběhlo na pěti sadách vzorků (označených dle Obr. 16) lišících se druhem použitého plniva, po pěti vzorcích pro

každou sadu. Označení vzorku tedy vždy obsahuje označení sady a číslo příslušného vzorku např. 1851 Vzorek 1 nebo zkráceně 1851_vz1.

Pro všechna měření byl zvolen přítlak elektrod 5 Ncm⁻², který byl udržován konstantní během celého měření, aby nedocházelo k ovlivnění naměřených hodnot vlivem teplotní roztažnosti vzorků.

Zahřívání vzorků bylo prováděno tak, aby došlo k rovnoměrnému prohřátí celého vzorku. Při měření na analyzátoru Tettex byla minimální doba temperování vzorku 20 min od okamžiku dosažení nastavené teploty. Při měření se systémem Agilent a sterilizační komorou byly všechny vzorky spolu s měřicími elektrodami přes noc zahřáty na požadovanou teplotu. Mezi výměnami vzorků v komoře byla dodržována doba 10 min, aby došlo k dorovnání teploty v komoře, která mírně poklesla s každým otevřením dveří pro výměnu vzorku.

2.3.1 Výběr vzorků v závislosti na rovinnosti

Jak bylo výše zmíněno, z desíti dodaných vzorků bylo vybráno 5, které vykazovaly největší rovinnost. V Tab. 3 jsou uvedeny průměrné hodnoty tloušťky jednotlivých vzorků stanovených z 10 náhodných měření pro jednu sadu vzorků. Vzorky vybrané pro měření jsou pro přehlednost vždy označeny jako vzorek 1 až 5. Vzorky nebyly vybírány přímo podle směrodatné odchylky, roli při výběru hrálo i případné poškození povrchu vzorku, proto bylo vybráno i pár vzorků s větší odchylkou.

- X	1847		1848		1849		1850		1851	
zore	h	σ _h								
>	[mm]	[mm]	[mm]	[mm	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]
1	1,904	0,028	1,775	0,021	1,956	0,024	1,753	0,028	1,825	0,019
2	1,828	0,026	1,704	0,019	1,967	0,021	1,748	0,014	1,841	0,015
3	1,950	0,022	1,755	0,012	1,833	0,018	1,788	0,014	2,345	0,014
4	1,969	0,015	1,785	0,014	1,907	0,023	2,613	0,074	2,305	0,013
5	1,924	0,019	2,380	0,090	1,884	0,018	2,471	0,115	2,263	0,018
6	1,913	0,038	2,388	0,081	1,901	0,018	1,717	0,022	1,727	0,051
7	1,851	0,046	2,447	0,085	1,928	0,013	2,696	0,101	2,457	0,071
8	2,222	0,138	2,248	0,157	1,752	0,031	2,485	0,120	2,345	0,084
9	2,316	0,128	2,534	0,183	1,937	0,020	2,570	0,168	2,353	0,116
10	2,248	0,083	2,433	0,134	1,959	0,030	2,300	0,152	2,302	0,099

Tab. 3: Naměřené tlouštky vzorků pro sadu 1851.

2.3.2 Měření relativní permitivity a ztrátového činitele

Měření relativní permitivity a ztrátového činitele proběhlo při napětí 500 V a frekvenci 50 Hz. Odečet hodnot pro každou teplotu byl proveden vždy 5x u všech pěti vzorků. Výsledné body závislostí pro vzorky jednotlivých sad byly určeny jako průměrný hodnota z pěti měření. A hodnoty pro celé sady s různými plnivy byly určeny jako průměrná hodnota z 25 měření.

Z přímo měřených hodnot ztrátového činitele $tg\delta$ a kapacity C_x lze určit relativní permitivitu dle vztahu

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0} , \qquad (43)$$

kde C_0 je geometrická kapacita vypočtená z rozměrů měřicích elektrod dle vztahu

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{S_{ef}}{h} , \qquad (44)$$

kde ε_0 je permitivita vakua S_{ef} efektivní plocha měřicích elektrod a h je tloušťka vzorku. Efektivní plocha elektrod je dána vztahem (42). Dále pak hodnotu ztrátového čísla ε'' lze vypočítat vyjádřením ze vztahu (17).

Příklad výpočtu relativní permitivity a hodnoty ztrátového čísla pro Vzorek 1 ze sady 1851 při teplotě 22,8 °C.

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{\varepsilon_0 \cdot \frac{\pi (d+c)^2}{4}} = \frac{40,17 \cdot 10^{-12}}{8,854 \cdot 10^{-12} \frac{\pi (0,0495 + 0,001)^2}{4}} = 4,13$$

$$\varepsilon'' = \varepsilon' \cdot tg\delta = 4,13 \cdot 0,0295 = 0,1220$$
(45)
(45)

Naměřené a vypočtené hodnoty pro další teplotní body pro sadu 1851 Vzorek 1 jsou uvedeny v Tab. 4. Teplotní závislosti relativní permitivity a ztrátového činitele celé sady 1851 do grafu na Obr. 17 a Obr. 18. Závislosti dalších vzorků sady 1851 jsou téměř identické, proto jsou tabulky s hodnotami pro další vzorky uvedeny v příloze.



Obr. 17 Závislost relativní permitivity na teplotě pro vzorky sady 1851



Obr. 18 Závislost ztrátového činitele na teplotě pro vzorky sady 1851

Stejně jako byly hodnoty pro jednotlivé vzorky ze sady 1851 průměrnou hodnotou z 5 opakovaných měření, v Tab. 5 jsou uvedeny průměrné hodnoty ze všech vzorků měřených pro celou sadu 1851. Závislost relativní permitivity a ztrátového činitele je

zobrazena na Obr. 19 a Obr. 20, společně se závislostmi pro ostatní sady vzorků a tvoří tak graf, ze kterého lze pozorovat rozdíly mezi hodnotami permitivity a ztrátového činitele v závislosti na teplotě jednotlivých sad s různými typy plniva. Ostatní tabulky s průměrnými hodnotami jednotlivých sad jsou uvedeny v příloze.



Obr. 19 Závislost relativní permitivity na teplotě pro různá plniva



Obr. 20 Závislost ztrátového činitele na teplotě pro různá plniva

ູ ອ [°C]]	tgδ [-]	C _x [pF]	ε´[-]	ε´´[-]
23,2		0,0295	40,17	4,13	0,1220
39,6		0,0352	41,52	4,27	0,1504
55,0		0,0439	43,60	4,49	0,1969
69,8		0,0611	47,06	4,84	0,2958
85,2		0,0831	52,67	5,42	0,4506
100,0)	0,0880	56,67	5,83	0,5134

Tab. 4 Průměrné hodnoty permitivity pro sadu 1851 Vzorek 1.

Tab. 5 Průměrné hodnoty permitivity a ztrátového činitele pro sadu 1851.

მ [°C]	tgδ [-]	C _x [pF]	ε´[-]	ε΄΄[-]	σ _ε ΄ [-]
22,8	0,0282	35,15	4,15	0,1171	0,0027
39,9	0,0340	36,35	4,28	0,1455	0,0060
55,0	0,0429	38,20	4,50	0,1932	0,0054
69,8	0,0608	41,28	4,86	0,2958	0,0041
85,0	0,0832	46,29	5,45	0,4539	0,0058
100,3	0,0924	50,01	5,89	0,5443	0,0103

Závislosti ztrátového činitele na teplotě byly aproximovány exponenciální funkcí, ve tvaru

$$tg\delta = A \cdot e^{b \cdot T},\tag{47}$$

Koeficienty pro aproximační funkce jsou uvedeny v Tab. 6

Tab. 6 Aproximační koeficienty hodnot ztrátového činitele pro různé druhy plniv

	1847	1848	1849	1850	1851
А	7,1E-06	5,4E-06	2,4E-05	2,4E-06	1,9E-04
b	0,0258	0 <i>,</i> 0260	0,0226	0,0296	0,0167

2.3.3 Měření vnitřní rezistivity

Pro určení vnitřní rezistivity je nutné nejprve vypočítat vnitřní odpor vzorku z hodnoty přiloženého stejno směrného napětí U = 1kV a naměřeného nabíjecího proudu procházejícího vzorkem v čase t = 60 s od přivedení napětí na elektrodový systém.

Příklad výpočtu pro sadu 1851 Vzorek 1, při teplotě okolí. Hodnota vnitřního odporu R_v byla vypočtena dle Ohmova zákona:

$$R_v = \frac{U}{I_n} = \frac{1000}{3.7 \cdot 10^{-11}} = 2.7 \cdot 10^{13} \Omega$$
(48)

Následně dle vztahu (42) a (22) byla stanovena vnitřní rezistivita vzorku ρ_{v} .

$$S_{ef} = \frac{\pi \cdot (d+c)^2}{4} = \frac{\pi (0.05+0.01)}{4} = 2.826 \cdot 10^{-3} \,\mathrm{m}^2 \tag{49}$$

$$\rho_{\nu} = R_{\nu} \cdot \frac{S_{ef}}{h} = 2.7 \cdot 10^{13} \frac{2.826 \cdot 10^{-3}}{1.825 \cdot 10^{-3}} = 4.19 \cdot 10^{13} \,\Omega \mathrm{m} \tag{50}$$

Hodnoty vnitřní rezistivity pro ostatní sady jsou uvedeny v Tab. 7.

	I _{nab} [A]	R _ν [Ω]	$ ho_v$ [Ω m]
1847	5,65E-11	1,77E+13	2,60E+13
1848	4,34E-11	2,30E+13	3,67E+13
1849	4,67E-11	2,14E+13	3,21E+13
1850	8,19E-11	1,22E+13	1,97E+13
1851	3,70E-11	2,70E+13	4,19E+13

Tab. 7 Hodnoty vnitřní rezistivity v čase 60 s při teplotě okolí.

Dalším měřením bylo stanovení teplotní závislosti vnitřní rezistivity. V Tab. 8 jsou průměrné hodnoty vnitřní rezistivity určené z jednotlivých pěti vzorků každé ze sad s různým plnivem.

ર ી (°C]	1847	1848	1849	1850	1851
23	2,3E+13	3,7E+13	3,4E+13	2,0E+13	3,1E+13
40	1,3E+13	1,8E+13	1,5E+13	8,0E+12	2,0E+13
55	8,0E+12	1,1E+13	8,4E+12	4,1E+12	1,2E+13
70	4,6E+11	6,6E+11	6,0E+11	1,3E+11	8,6E+11
85	2,8E+10	3,9E+10	4,0E+10	9,8E+09	4,4E+10
100	3,2E+09	4,0E+09	4,1E+09	1,2E+09	4,0E+09

Tab. 8 Průměrná závislost vnitřní rezistivity na teplotě pro různá plniva.

Závislost vnitřní rezistivity na teplotě je vynesena v grafu na Obr. 21, jedná se o semilogaritmické zobrazení. Aby mohla být výsledná lomená přímka aproximována, byla závislost rozdělena na dvě poloviny a každá z nich má vlastní aproximační koeficienty, pro obecný vztah

$$\ln \rho_{\nu} = A + B \cdot \frac{1}{T} \,. \tag{51}$$

Koeficienty pro ostatní průběhy jsou uvedeny v Tab. 9 společně s koeficientem determinace R^2 , který udává, s jakou spolehlivostí se bude naměřený bod nacházet na spojnici trendu. Průběhy čtyř sad vzorků se téměř kryjí, byly proto proloženy jednou spojnicí přibližně uprostřed. U této spojnice jsou uvedeny obecné aproximační vztahy. Závislost sady 1850 je položená mimo ostatních vzorků a pro názornost jsou u ni uvedeny aproximační vztahy s doplněnými koeficienty.

	1851	1850	1849	1848	1847
A ₁	22,2	15,9	18,0	19,9	20,9
B ₁	2618	4317	3868	3341	2893
R_{1}^{2}	0,9618	0,9987	0,9997	0,9986	0,9954
A ₂	-36,6	-38,4	-33,9	-36,1	-35,7
B ₂	21932	22075	20890	21701	21457
R_{2}^{2}	0,9982	0,9947	0,9996	0,9994	0,9991

Tab. 9 Koeficienty aproximace závislosti vnitřní rezistivity na teplotě.



Obr. 21 Závislost vnitřní rezistivity na teplotě pro různá plniva

Grafická závislost na Obr. 22 zobrazuje průběh vnitřní rezistivity v čase pro jednotlivé sady vzorků s různými plnivy. Interval měření byl zvolen 10 min.



Obr. 22 Závislost vnitřní rezistivity na čase pro různá plniva při teplotě okolí

Časovou závislost nabíjecího proudu lze popsat vztahem

$$i(t) = A \cdot t^{-n} + I_{vod} \tag{52}$$

Dosazením této funkce do vztahu (50) společně s hodnotou přiloženého napětí za hodnotu vnitřního odporu, byl získán aproximační vztah pro závislosti vnitřní rezistivity na čase ve tvaru

$$\rho_{v} = R_{v} \cdot \frac{S_{ef}}{h} = \frac{U}{i(t)} \cdot \frac{S_{ef}}{h} = \frac{U \cdot S_{ef}}{A \cdot h} \cdot t^{n} \,. \tag{53}$$

Nahradíme-li podíl

$$\frac{U \cdot S_{ef}}{A \cdot h} = A' \tag{54}$$

získáme mocninnou aproximační funkci pro závislost vnitřní rezistivity vzorků s různými plnivy na čase ve tvaru

$$\rho_{\nu}(t) = A' \cdot t^n \,. \tag{55}$$

Hodnoty aproximačních koeficientů závislosti rezistivity na čase pro jednotlivé sady vzorků jsou uvedeny v Tab. 10.

Sada	1847	1848	1849	1850	1851
A´	1,24E+12	2,08E+12	1,13E+12	9,62E+11	1,50E+12
n	0,729	0,687	0,811	0,736	0,794

Tab. 10 Koeficienty aproximace závislosti rezistivity na čase.

2.3.4 Výpočet polarizačního indexu

Pro výpočet jednominutového a desetiminutového polarizačního indexu byly využity hodnoty proudů získané při měření časové závislosti vnitřní rezistivity na čase při teplotě okolí. Konkrétně se jedná o hodnoty proudu v čase t = 15, 60, a 600 s. Polarizační indexy byly vypočteny dosazením do vztahů (36) a (37).

Příklad výpočtu jednominutového polarizačního indexu pro vzorek ze sady 1851:

$$p_{i1} = \frac{i_{(15)}}{i_{(60)}} = \frac{1,30 \cdot 10^{-10}}{3,70 \cdot 10^{-11}} = 3,51$$
(56)

Příklad výpočtu desetiminutového polarizačního indexu pro vzorek ze sady 1851:

$$p_{i1} = \frac{i_{(60)}}{i_{(600)}} = \frac{3,70 \cdot 10^{-11}}{6,55 \cdot 10^{-12}} = 3,51$$
(57)

Hodnoty proudu v časech t = 15, 60, a 600 s a vypočtené hodnoty polarizačních indexů pro všechny sady vzorků jsou uvedeny v Tab. 11.

	i ₍₁₅₎ [A]	i ₍₆₀₎ [A]	i ₍₆₀₀₎ [A]	p _{i1} [-]	p _{i10} [-]
1847	1,77E-10	5,65E-11	1,14E-11	3,13	4,94
1848	1,28E-10	4,34E-11	9,51E-12	2,94	4,57
1849	1,53E-10	4,67E-11	7,52E-12	3,28	6,21
1850	2,34E-10	8,19E-11	1,54E-11	2,85	5,32
1851	1,30E-10	3,70E-11	6,55E-12	3,51	5 <i>,</i> 65

Tab. 11 Hodnoty polarizačních indexů.

Závěr

V rámci teoretické části byla zpracována problematika pojednávající o současném stavu elektroizolačních zalévacích hmot na bázi kompozitních epoxidových materiálů včetně technologického zpracování a diagnostiky jejich vlastností. Také byly popsány dielektrické materiály, jejich vlastnosti a fyzikální děje odehrávající se v jejich struktuře se zaměřením na kompozitní materiály.

Součástí diplomové práce byla příprava několika sad vzorků elektroizolačních zalévacích hmot s různými druhy plniva ve spolupráci se společností SYNPO a.s. Pardubice. Byly připraveny vzorky elektroizolační zalévací hmoty na bázi epoxidové pryskyřice s pěti druhy anorganických plniv pro měření elektrických vlastností a jejich teplotních závislostí.

V experimentální části práce byla provedena měření relativní permitivity a ztrátového činitele v závislosti na teplotě. Z naměřených hodnot pro vzorky jednotlivých sad je vidět, že charakteristiky jsou téměř identické, to vypovídá o dobré homogenitě vzorků. Při porovnání teplotních závislostí zprůměrovaných hodnot pro jednotlivá plniva nabývá sada 1847 jako jediná nižších hodnot permitivity oproti výchozí sadě 1851. Z průběhu ztrátového činitele pro jednotlivá plniva je vidět, že při nízkých teplotách má výchozí sada 1851 vyšší hodnotu ztrátového činitele, ovšem s rostoucí teplotou se projevuje nejmírněji rostoucí charakteristikou. Naopak sada vzorků 1850 se z hlediska závislosti ztrátového činitele na teplotě se strmým průběhem jeví jako nejhorší.

Jako další byla měřena vnitřní rezistivita, při teplotě okolí všechny sady dosahují hodnot vnitřní rezistivity v řádu $10^{13} \Omega m$. Pouze sada 1850 má oproti ostatním vzorků mírně nižší rezistivitu. Z hodnoty sloužících pro sestavení časového průběhu rezistivity byla také vypočteny polarizační indexy. Jednominutový, kterého hodnota se u všech sad vzorků pohybovala okolo hodnoty 3, desetiminutový polarizační index se pohyboval v rozmezí hodnot 4-6. Z grafu teplotní závislosti vnitřní rezistivity na teplotě v semilogaritmických souřadnicích je jasně patrný zlom u všech vzorků v oblasti 50-60 °C, když začíná výrazně klesat rezistivita všech vzorků. To znamená, že se v tomto intervalu teplot nachází teplota skelného přechodu. To koresponduje s parametry výrobce, který pro výchozí sadu 1851 udává teplotu skelného přechodu v intervalu 60 - 75°C. Není patrný žádný vliv druhu plniva na teplotu skelného přechodu.

Seznam použité literatury

- ŠVORČÍK, V. Struktura a vlastnosti speciálních polymerů. VŠCHT Praha. Praha 1992. ISBN 80-7080-139-5.
- [2] DUCHÁČEK, V. Polymery, výroba, vlastnosti, zpracování, použití. VŠCHT v Praze. Praha, 2006. ISBN 80-7080-617-6.
- [3] HUSAREK, J. Makromolekulární látky, syntetické polymery. Katedra anorganické chemie, PřF UP
- [4] MERNA, J. Polymers Instantly. Fakulta chemické technologie, VSCHT v Praze.
- [5] Prokopová I.: Makromolekulární chemie. 2nd ed. VŠCHT v Praze, Praha 2007.
 ISBN 978-80-7080-662-3
- [6] ŠKEŘÍK, J. Plasty v elektrotechnice a elektronice. Praha: SNTL-Nakladatelství technické literatury, 1991. ISBN 80-03-00657-0.
- [7] LIDAŘÍK, M. *Epoxidové pryskyřice*. Třetí, přepracované a rozšířené vydání. Praha: Nakladatelství technické literatury, n. p., 1983.
- [8] VARMA, I., K., GUPTA, V. B. Thermosetting Resin Properties IIT, Delhi
- [9] RASCHKA, D. Technologie izolačních systémů pro aplikaci v oblasti vysokonapěťových měřících zařízeních. Brno, 2012.
- [10] KRATOCHVÍL, B., ŠVORČÍK, V. Úvod do studia materiálů. 1. vyd. 2005.,
 Vydavatelství VŠCHT Praha, ISBN 80-7080-568-4
- [11] MEISSNER, B., ZILVAR, V. Fyzika polymerů Struktura a vlastnosti polymerních látek. První vydání Praha: Nakladatelství technické literatury, n. p., 1987.
- [12] 3M ELEKTRO, *Řešení pro výrobu transformátorů, elektromotorů a elektroniky*.
 [online] [cit. 2016-5-26]. Dostupné z: http://www.g3.cz/img/Katalog/Elektro//3M_Pryskyrice_a_zalev.hmoty.pdf
- [13] CIULLO, P. A. Industrial Minerals and Thein Uses A handbook and Formulary.
 William Andrew Publishing/notes, 1996, ISBN 978-0-8155-1808-2
- [14] MENTLÍK, V. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN technická literatura, 2006. ISBN 80-7300-189-6.
- [15] KAZELLE, J., LIEDERMANN, K., JIRÁK, J., HAVLÍČEK S., VANĚK J., ROZSÍVALOVÁ, J. a SEDLAŘÍKOVÁ, M. *Elektrotechnické materiály a výrobní procesy*. Brno. FEKT VUT v Brně.

- [16] DODD, S., CHALASHKANOV, N., FOTHERGILL, J. a DISSADO, L. Influence of the Temperature on the Dielectric Properties of Epoxy Resins. Internationl Conference on Solid Dielectrics, Department of Engineering, Postdam, Germany 2010 University of Leicester [online] [cit. 2016-5-26]. Dostupné z: http://www.ieee.org/index.html.
- [17] MENTLÍK, V., PIHERA, J., POLANSKÝ, R., PROSR, P. a TRNKA, P. *Diagnostika elektrických zařízení*. BEN – technická literatura. Praha, 2008. ISBN: 978-80-7300-232-9.
- [18] MIKOVCOVÁ, P. Stupeň konverze reaktoplastických pryskyřic. Plzeň, FEL ZČU.
 [online] [cit. 2016-5-26]. Dostupné z: http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference//Sbornik/Sekce4/61.pdf
- [19] MIJOVIC, J. a Benjamin D. FITZ. *Dielectric Spectroscopy of Reactive Polymers*. NY, 1998. Department of Chemical Engineering, Chemistry and Materials Science, Polytechnic University [online] [cit. 2016-5-26]. Dostupné z: http://www.ieee.org/index.html.
- [20] PALAY-DANI. T. Dielektrická spektroskopie karboxymetylceluloźy v časové oblasti. Brno. FEKT VUT v Brně.

Seznam zkratek a symbolů