



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

ANALÝZA ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ EPOXIDOVÝCH PRYSKYŘIC S RŮZNÝMI PLNIVY V TEPLOTNÍ A KMITOČTOVÉ ZÁVISLOSTI

ELECTRICAL PROPERTIES ANALYSIS OF EPOXY RESINS WITH DIFFERENT FILLERS IN
TEMPERATURE AND FREQUENCY DEPENDENCE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Luděk Horák

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

BRNO 2018

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství**

Ústav elektrotechnologie

Student: Bc. Luděk Horák

ID: 160892

Ročník: 2

Akademický rok: 2017/18

NÁZEV TÉMATU:

Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různými plnivými v teplotní a kmitočtové závislosti

POKyny PRO VYPRACOVÁNÍ:

Prostudujte základy chemických a fyzikálních vlastností dielektrických materiálů se zaměřením na epoxidové pryskyřice. Seznamte se s vybranými diagnostickými metodami a navrhnete vhodnou metodiku měření vlastností epoxidových pryskyřic s různými plnivými v teplotní a kmitočtové závislosti.

Proměřte dané vzorky materiálů a porovnejte dosažené výsledky s teoretickými předpoklady, zhodnoťte vlastnosti vybraných látek a celkově dané téma.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle doporučení vedoucího práce.

Termín zadání: 5.2.2018

Termín odevzdání: 22.5.2018

Vedoucí práce: prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

Konzultant:

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

UPOZORNĚNÍ:

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

Předkládaná diplomová práce se zabývá studiem elektroizolačních zalévacích hmot na bázi epoxidových pryskyřic. Popisuje chemické složení, výrobu, vlastnosti a metody měření základních elektrických veličin těchto materiálů. Cílem práce je porovnat několik sad vzorků kompozitních epoxidových pryskyřic s různým druhem mikromletých křemenných písků jako plnivem. U daných vzorků je měřena teplotní a kmitočtová závislost relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity.

KLÍČOVÁ SLOVA

Epoxidové pryskyřice, reaktoplasty, elektroizolační hmoty, dielektrika, plniva, polyreakce, elektrické vlastnosti, diagnostické metody a měření, permitivita, ztrátový činitel, rezistivita

ABSTRACT

Presented master's thesis is focused on studying electroinsulating epoxy resin-based sealings. It describes the chemical composition, production, properties and measuring methods of basic electric quantities of these materials. The aim of the thesis is to compare several sets of samples of composite epoxy resins with different kinds of micro-ground siliceous sand as a filling. The temperature and frequency dependence of relative permittivity, dissipation factor and inner resistivity are measured for given samples.

KEYWORDS

Epoxy resins, thermosets, electrical insulation materials, dielectric, fillers, polyreaction, electrical properties, diagnostic techniques and measurement, permittivity, dissipation factor, resistivity

HORÁK, L. *Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různými plnivými v teplotní a kmitočtové závislosti*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav elektrotechnologie, 2018. 87 s. Diplomová práce. Vedoucí práce prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma: Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různými plnivý v teplotní a kmitočtové závislosti 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/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujícího zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne 20. května 2018

.....

podpis autora

PODĚKOVÁNÍ:

Děkuji vedoucímu diplomové práce prof. Ing. Jiřímu Kazellemu, CSc. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé diplomové práce. Dále děkuji spolupracující firmě SYNPO a.s. Pardubice za poskytnutí odlitých vzorků epoxidových pryskyřic, firmě AWAC, spol. s r.o. za nařezání vzorků vodním paprskem a firmě ABB s.r.o. za ověření teploty skelného přechodu epoxidových materiálů.

OBSAH

ÚVOD	7
1 TEORETICKÁ ČÁST	8
1.1 Epoxidové pryskyřice	8
1.1.1 Základní vlastnosti	8
1.1.2 Polyreakce	9
1.1.3 Výroba epoxidových pryskyřic	10
1.1.4 Vytvrzování epoxidových pryskyřic	12
1.1.5 Současný stav poznání	15
1.2 Chování polymerů v elektrickém poli	17
1.2.1 Komplexní permitivita	17
1.2.2 Ztrátový činitel	21
1.2.3 Rezistivita	23
1.2.4 Stárnutí elektroizolačních materiálů	24
1.3 Diagnostika izolačních materiálů a její metody	28
1.3.1 Měření relativní permitivity a ztrátového činitele	28
1.3.2 Měření rezistivity	31
2 PRAKTICKÁ ČÁST	33
2.1 Vzorky CHS-EPODUR 494-1667 s různým typem plniva	33
2.2 Popis pracoviště a použitých přístrojů	35
2.2.1 Impedanční analyzátor Tettex 2830/2831	35
2.2.2 Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914	37
2.2.3 Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter	37
2.2.4 Tříelektrodový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell	38
2.2.5 Širokopásmový impedanční analyzátor Novocontrol Technologies	39
2.2.6 Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111	40
2.3 Měření elektrických vlastností	41
2.3.1 Příprava vzorků	41
2.3.2 Popis měření	42
2.3.3 Vyhodnocení měření	43
2.4 Matematické výpočty	52
2.4.1 Výpočet relativní permitivity	52
2.4.2 Výpočet vnitřní rezistivity	53
2.4.3 Výpočet materiálových konstant a aktivační energie	54
2.4.4 Výpočet polarizačních indexů	55
3 ZÁVĚR	56
LITERATURA	58
SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK	62
SEZNAM OBRÁZKŮ	63
SEZNAM TABULEK	65
PŘÍLOHY	66

ÚVOD

Civilizace ve svém vývoji prošla několika obdobími. Každé z nich je možné pojmenovat podle materiálu, který v daném období převládal - doba kamenná, bronzová, železná. Dnes je možné hovořit o době „polymerní“ nebo také „kompozitní“.

Epoxidové pryskyřice jsou syntetické polymery a patří do skupiny reaktoplastů. Jejich výroba se rozvinula až po druhé světové válce. Epoxidy mají rozsáhlé využití při přípravě lepidel, laminátů, zalévacích, nátěrových, lisovacích a impregnačních hmot. Uplatňují se téměř ve všech průmyslových odvětvích, od strojírenství, stavebnictví, elektrotechniky, leteckého průmyslu, potravinářství, až po zdravotnictví.

Cílem diplomové práce bude prozkoumání oblasti elektroizolačních zalévacích hmot na bázi epoxidových pryskyřic. V teoretické části budou popsány chemické a fyzikální vlastnosti těchto materiálů. Dále budou v práci rozebrány diagnostické metody ke stanovení hodnot elektrických materiálových veličin. Praktická část se bude zabývat měřením základních elektrických veličin připravených vzorků epoxidových pryskyřic s různým typem plniva - mikromletých křemenných písků. Vzorky byly odlity ve spolupráci s firmou SYNPO a.s. Pardubice a následně nařezány vodním paprskem ve firmě AWAC, spol. s r.o. Mezi měřené vlastnosti patří reálná a imaginární část komplexní permitivity, ztrátový činitel a vnitřní rezistivita. V závěru práce budou porovnány a vyhodnoceny změny naměřených hodnot těchto veličin po opakovaném měření v intervalu dvou let. Výsledky budou předány firmě SYNPO a.s. Pardubice, která dodává epoxidové hmoty výhradně firmě ABB s.r.o.

Diplomová práce navazuje na bakalářskou práci s názvem Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různorodými plnivy.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Epoxidové pryskyřice

První zmínky o epoxidových pryskyřicích jsou zaznamenány v období druhé poloviny 19. století, kdy se německému chemikovi A. Wurtzovi podařilo připravit ethylenoxid. Na základě Wurtzových prací vyřešili chemici (Lindeman, Schlack a Staudinger) začátkem 20. století způsob přípravy pryskyřičných epoxidových materiálů. Jejich výroba se rozvinula za druhé světové války a zejména pak v poválečném období. Prvním velkým průmyslovým výrobcem byla švýcarská společnost Ciba, která uvedla na trh v roce 1946 nový druh tvrditelného materiálu na bázi epoxidových pryskyřic s obchodním názvem Araldit. O něco později představila americká firma Shell epoxidové materiály označené jako Epon a Epikote. Na rozvoji se podstatnou mírou podílelo i Československo. Po Švýcarsku bylo druhým státem v Evropě, který se zabýval výzkumem, vývojem a od roku 1949 i vlastní výrobou epoxidových pryskyřic. [1][2][3]

Obchodních názvů existuje celá řada. Již zmíněné Araldit, Epon, Epikote a mnoho dalších např. Aralchit, Dervan, Diphenit, Duroxyn, Epoxy, Eprosin, Epostan, Epilox, Epolex, Epodur, Lepox, Lekutherm aj. [2][4]

Epoxidové pryskyřice jsou syntetické polymery a patří do skupiny reaktoplastů. Reaktoplasty (termosety) zahřátím mění svou strukturu z lineární na síťovanou, tím ztrácejí svou tvárnost a dochází tak k trvalému vytvrzení polymeru. Jde o nevratnou chemickou reakci. Opakováním ohřevem tedy nelze vrátit výsledný polymer zpět do původního stavu. Podrobnější informace o polymerech a jejich rozdělení jsou popsány v [5] a [6].

Každá makromolekula nevytvrzené epoxidové pryskyřice je zakončena reaktivní epoxidovou (oxiranovou) skupinou, která je schopna reagovat s přimíšenými katalyzátory (tvrdidly). Na vysoké reaktivitě této skupiny, vedoucí k zesíťovaným makromolekulárním produktům, je založena celá řada aplikací - lepidla, nátěry, lisovací hmoty, zalévací hmoty, lakařské pryskyřice a pojiva pro lamináty. V elektrotechnickém průmyslu se epoxidové pryskyřice využívají při výrobě izolačních materiálů, transformátorů, kabelů, deskách plošných spojů a v integrovaných a hybridních obvodech. [6][7]

1.1.1 Základní vlastnosti

Významných vlastností nabývají epoxidové pryskyřice až po vytvrzení, které nastává nejčastěji chemickou polyadiční reakcí - nedochází ke vzniku vedlejších produktů. Vytvrzené produkty mají velmi dobré elektroizolační a dielektrické vlastnosti. Výborná je i mechanická pevnost, zejména pevnost ve smyku. Spoje provedené epoxidovými lepidly jsou často

pevnější než klasické spoje (např. nýtované). Dále se epoxidy vyznačují velkou houževnatostí, malým smrštěním a některé druhy dobrou elasticitou. Jsou chemicky odolné vůči vodě, kyselinám i některým organickým rozpouštědlům. Vynikají výjimečnou adhezí ke kovovým, skleněným, keramickým, dřevěným a jiným materiálům. [2][3]

Epoxidové pryskyřice jsou bezbarvé až nažloutlé hmoty a za běžných podmínek jsou téměř neomezeně skladovatelné. Nízkomolekulární typy jsou rozpustné v aromatických uhlovodících, vysokomolekulární hlavně v ketonech a esterech. [6][7]

1.1.2 Polyreakce

Polymerace

Polymerace je řetězová reakce, během které dochází ke spojení velkého počtu molekul monomeru a vzniká tak výsledná makromolekula syntetického polymeru.

Ke spojení molekul monomeru je zapotřebí, aby v sobě výchozí látka měla přítomnou alespoň jednu dvojnou vazbu (např. $C=C$), která se při chemické reakci rozštěpí a naváže tak další molekuly monomeru. Aby začala polymerace probíhat, musí se dodat do systému tzv. aktivační energie. Molekuly monomeru se mohou aktivovat pomocí záření, tepla nebo snadno se aktivující látky (iniciátoru). Schéma polymerace je na Obr. 1.

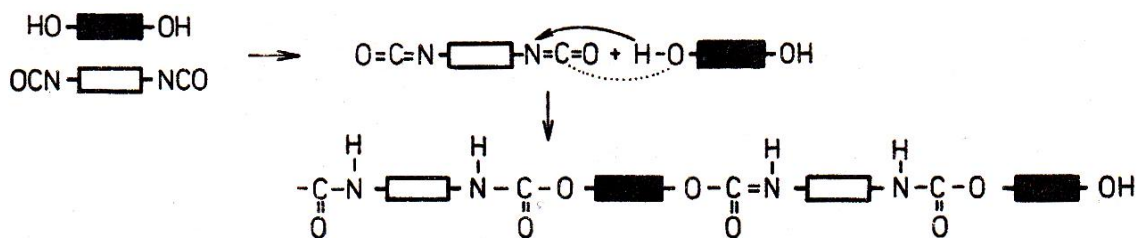
Pokud do polymerace vstupují dva nebo více různých monomerů současně, jedná se o kopolymeraci a výsledným produktem je kopolymer. Existuje více typů polymerací - radikálová, iontová a koordinační. [5][6]



Obr. 1: Znárodnění průběhu polymerace, převzato z [8]

Polyadice

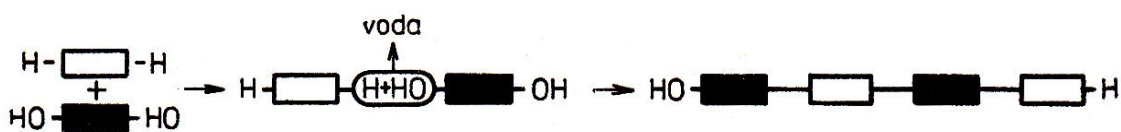
Polyadice je reakce, při které dochází k adici dvou molekul monomerů obsahujících odlišnou reaktivní skupinu, aniž by došlo k odštěpení vedlejšího produktu. Na rozdíl od polymerace má u polyadice výsledný polymer odlišnou strukturu od struktury výchozí látky. Průběh polyadice je zobrazen na Obr. 2. [5][6]



Obr. 2: Znázornění průběhu polyadice, převzato z [8]

Polykondenzace

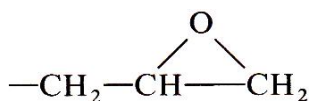
Polykondenzace je reakce, při níž dochází ke sloučení dvou výchozích látek (monomerů), které obsahují alespoň dvě funkční skupiny. Z monomerů se dvěma funkčními skupinami vznikají polymery s lineární strukturou (termoplasty), z více funkčních monomerů vznikají polymery s prostorovou strukturou (reaktoplasty). Při polykondenzaci vždy vzniká kromě výsledné makromolekulární sloučeniny i nízkomolekulární vedlejší produkt, nejčastěji voda, amoniak nebo chlorovodík. Polymerace se od polykondenzace liší tím, že produkt polymerace je stejného složení jako výchozí látka, zatímco produkt polykondenzace má složení jiné než výchozí látka. Reakce je zobrazena na Obr. 3. [5][6]



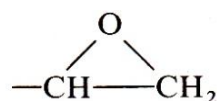
Obr. 3: Znázornění průběhu polykondenzace, převzato z [8]

1.1.3 Výroba epoxidových pryskyřic

Epoxidové pryskyřice je možné rozdělit na dvě základní skupiny. První skupinou jsou typy obsahující glycidylové (2,3-epoxypropylové) skupiny - Obr. 4, které jsou připravené reakcí epichlorhydrinu s vhodnými surovinami (bisfenoly, dikarboxylovými kyselinami, aromatickými aminy atd.). Tento typ pryskyřic je používanější, představuje 85 % světové výroby. Druhou skupinou jsou typy, které obsahují epoxidové skupiny - Obr. 5 a jsou připravené epoxidací nenasycených sloučenin. [6][9][10]



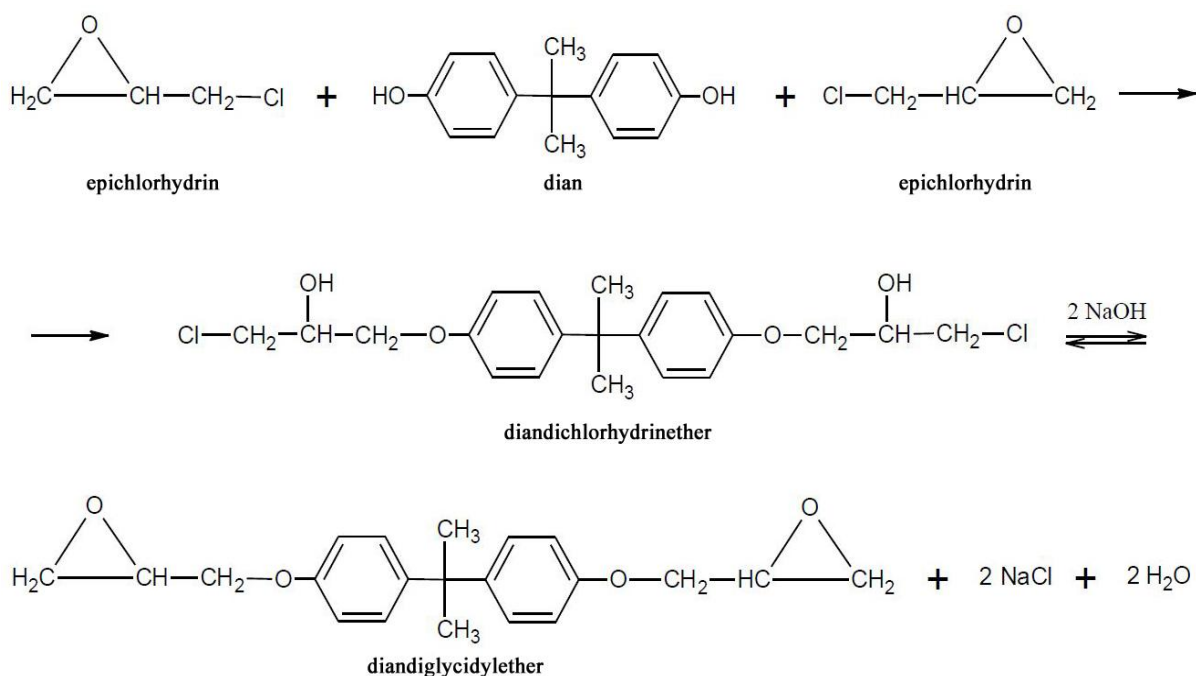
Obr. 4: Glycidyllová skupina



Obr. 5: Epoxidová skupina

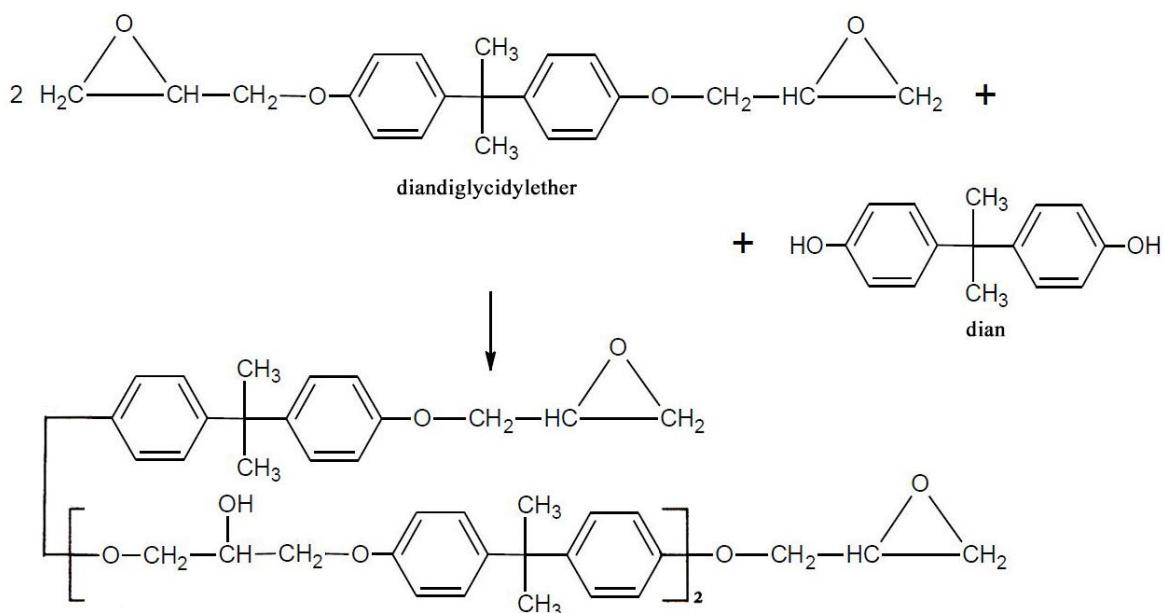
Základní suroviny pro přípravu epoxidových pryskyřic tvoří dian a epichlorhydrin nebo dichlorhydrin. Dian (bisfenol A) vzniká kondenzací fenolu a acetonu v přítomnosti kyselého katalyzátoru, nejčastěji chlorovodíku nebo kyseliny sírové. Epichlorhydrin se získá odstraněním chlorovodíku z dichlorhydrinu za pomoci hydroxidu vápenatého. [1]

Nejrozšířenější typy epoxidových pryskyřic se připravují alkalickou kondenzací epichlorhydrinu s 2,2-bis(4-hydroxyfenyl)propanem, zvaným též jako bisfenol A nebo dian. Tato kondenzace je založena na dvou hlavních reakcích - adici a kondenzaci. Nejdříve dochází k adici epoxidové skupiny epichlorhydrinu na hydroxyl fenolu, tato reakce je katalyzovaná přítomností alkálií, vzniká diandichlorhydrinether. Ve druhém kroku se odštěpuje chlorovodík z diandichlorhydrinetheru za vzniku epoxidových skupin, viz Obr. 6. [6][7][9]



Obr. 6: Alkalická kondenzace epichlorhydrinu s dianem (bisfenolem A), upraveno podle [9]

Vzniklá epoxidová skupina v polymeru buď zůstává zachována, nebo reaguje s hydroxylem další molekuly dianu za vzniku výšemolekulárních epoxidových látek, viz Obr. 7. [6][7][9]



Obr. 7: Reakce epoxidové skupiny diandiglycidyletheru s hydroxylem dianu (bisfenolem A), upraveno podle [9]

Následně je produkt zbaven hlavního podílu solí a azeotropní destilací i vody. Poslední fází je filtrace, kdy se z vyrobené pryskyřice odstraní poslední zbytky solí a rozpouštědel. [2]

Kromě již zmíněných hlavních reakcí probíhají v menším měřítku i reakce vedlejší, např. částečná hydrolyza epoxidových skupin vodou za zvýšené teploty na dioly a další. [7]

Relativní molekulová hmotnost připravované epoxidové pryskyřice lze v širokých mezích řídit molárním poměrem bisfenolu A a epichlorhydrinu. Teoreticky lze připravit pryskyřice v molárním poměru bisfenol A:epichlorhydrin 1:2. V praxi je nutné použít větší množství epichlorhydrinu, alespoň 5 až 12 molů epichlorhydrinu na 1 mol bisfenolu A. Čím méně molů epichlorhydrinu připadá na 1 mol bisfenolu A, tím vyšší má výsledná pryskyřice molekulovou hmotnost. [1][7]

Existují další metody jak připravit epoxidovou pryskyřici např. reakcí epichlorhydrinu s *o*-krezolformaldehydovým novolakem (až o 40 °C vyšší teplotní odolnost) nebo epoxidací polyolefinů peroxokyselinami atd. [1][2]

1.1.4 Vytvrzování epoxidových pryskyřic

Pojmem vytvrzování epoxidových pryskyřic se rozumí proces, kdy se převádějí chemickými reakcemi nízkomolekulární, rozpustné a tavitelné epoxidové monomery a oligomery na nerozpustné a netavitelné polymerní látky, které mají převážně prostorově zesíťovanou (trojrozměrnou) strukturu. [1][6]

Vytvrzení epoxidových pryskyřic lze provést několika způsoby:

- polyadici probíhající na epoxidových skupinách
- polykondenzací na přítomných hydroxylových skupinách
- polymerací epoxidových skupin [7]

Nejvýznamnější v technické praxi je první způsob vytvrzení. K adici na epoxidovou skupinu je možné použít skoro všechny sloučeniny s pohyblivými atomy vodíku. K vytvrzení dochází přidáním tzv. tvrdidla, kterým jsou nejčastěji polyaminy, polythioly a anhydridy polykarboxylových kyselin. [1][7]

Tvrdidla pro epoxidy je možné rozdělit na polyadiční a polymerační dle toho, zdali se při procesu vytvrzování stávají nebo nestávají součástí polymerní sítě. Polyadiční tvrdidla (polyaminy, polykarboxylové kyseliny a anhydridy, polysulfidy apod.) jsou schopná reagovat s epoxidovými, popřípadě s hydroxylovými skupinami obsaženými v pryskyřici a stávají se součástí vytvořené sítě. Polymerační tvrdidla (Lewisovy báze a kyseliny, komplexní katalyzátory aj.) pouze iniciují polymeraci epoxidových skupin a vzniklá síť je tvořena pouze segmenty epoxidové pryskyřice. Existují však i tvrdidla, u kterých probíhají obě polyreakce současně a vzniklá síť obsahuje oba typy struktury vedle sebe. [1]

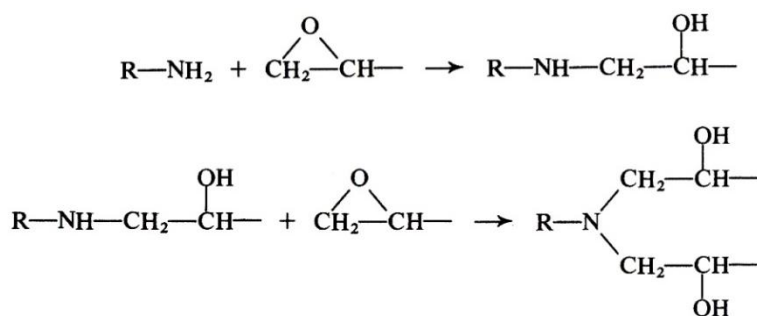
Druh tvrdidla má velký vliv na výsledný produkt. Například pryskyřice vytvrzená anhydridy dikarboxylových kyselin je méně navlhavá, protože obsahuje menší koncentraci hydroxylových skupin. Tvrdidla s aromatickým jádrem zase zajišťují větší teplotní odolnost pryskyřic než tvrdidla alifatická. [5][6]

Charakteristickým bodem při vytvrzování je bod gelace (želatinace), kdy se v systému objeví první nekonečná struktura (trojrozměrná síť). Před bodem gelace mluvíme o viskózní kapalině, rozpustném podílu, zvaném též sol. Po bodu gelace systém obsahuje jak rozpustné části (sol), tak i nerozpustné části (gel), které tvoří nekonečnou trojrozměrnou síť. S růstem podílu gelu klesá podíl solu. Při úplném vytvrzení pryskyřice se nachází v systému pouze gel.

Hranice mezi stavem sklovitým (tuhým) a kaučukovitým je dána tzv. teplotou skelného přechodu (T_g). Pod teplotou skelného přechodu je polymer tvrdý, křehký a má vysoký modul pružnosti. V přechodové oblasti se vlastnosti epoxidů mění skokem a polymer nabývá kaučukovité pružnosti. [1][6]

Reakce s polyaminy

Průběh reakce je podrobněji popsán na straně 36 v [1] nebo na straně 296 v [7]. Reakce probíhá za vzniku hydroxylové a sekundární aminoskupiny. Vzniklá sekundární aminoskupina reaguje stejným způsobem za vzniku terciární aminoskupiny, viz Obr. 8.



Obr. 8: Vytvrzení pomocí reakce s polyaminy, převzato z [7]

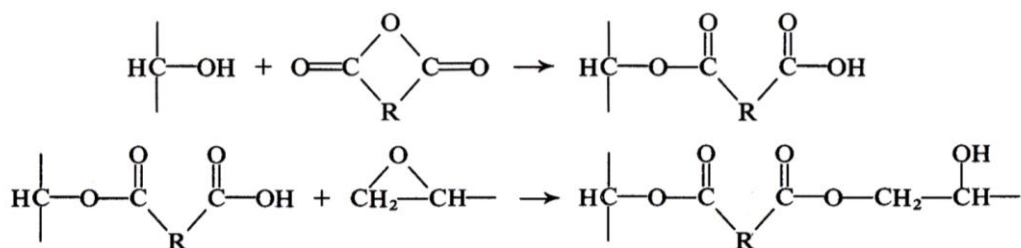
Pro vznik trojrozměrné struktury je důležité, aby měl použitý polyamin v molekule alespoň tři aktivní atomy vodíku. Vytvrzení epoxidové pryskyřice alifatickými a cykloalifatickými polyaminy probíhá za normální teploty během relativně krátké doby. Urychlení je možné zvýšením teploty. Jako tvrdidla se používají např. diethylentriamin, dipropylentriamin, triethylentetramin, isofofondiamin a další. Tyto polyaminy se využívají zejména pro lepidla, tmely, licí a nátěrové hmoty a plastobetony. [6][7]

Reakce s anhydridy polykarboxylových kyselin

Nejdůležitějšími tvrdidly pro epoxidové pryskyřice jsou anhydridy polykarboxylových kyselin. Ve spojení s nízkomolekulárními typy pryskyřic se v elektrotechnickém průmyslu používají pro zalévací, impregnační a laminační hmoty, v kombinaci s vysokomolekulárními typy pryskyřic pro nátěrové hmoty. [6][7]

Epoxidové skupiny reagují s anhydridy (např. ftalanhydrid, hexahydroftalanhydrid, tetrahydroftalanhydrid aj.) za vzniku diesterů. V první fázi se otevírá anhydridový kruh reakcí s hydroxylovou skupinou a vzniká monoester. V druhé fázi reaguje vzniklá karboxylová skupina s epoxidovou skupinou za vzniku diesteru a nové skupiny -OH. Reakce jsou znázorněny na Obr. 9. [1][7][9]

Reakce epoxidů s anhydridy jsou dosti složité, podrobněji jsou vysvětleny na straně 41 v [1] nebo na straně 300 v [7]. Vytvrzování probíhá několik hodin při teplotě 100 až 200 °C.



Obr. 9: Vytvrzení pomocí anhydridů polykarboxylových kyselin, převzato z [7]

1.1.5 Současný stav poznání

Elektrické izolační vlastnosti kompozitních epoxidových pryskyřic s nano- a mikro-částicovým plnivem (dále jen NMMC, z angl. nano- and micro-filler mixture composite) jsou popsány v článku [11]. NMMC se skládá z epoxidové pryskyřice (100 hmotnostních dílů), tvrdidla (86 hmotnostních dílů), křemičitého plniva (340 hmotnostních dílů) a nanočástic organicky modifikovaných vrstev křemičitanů (9,8 hmotnostních dílů). Běžně plněné epoxidy (dále jen CFE, z angl. conventional filled epoxy) se skládají z epoxidové pryskyřice (100 hmotnostních dílů), tvrdidla (86 hmotnostních dílů) a křemičitého plniva (340 hmotnostních dílů). Ve studii dané problematiky se prokázalo, že kompozity plněné nanočásticemi křemičitanů silně ovlivňují hodnotu elektrické pevnosti. Měření probíhalo na vzorcích o průměru 100 mm a tloušťce 2 mm. Vnitřní rezistivita se měřila při stejnosměrném napětí 500 V, pro teploty 20, 50, 80, 110, 140 a 170 °C. Reálná složka komplexní permitivity byla měřena při střídavém napětí 500 V, kmitočtu 60 Hz a pro stejné hodnoty teplot. Elektrická pevnost vzorků se měřila pomocí dvou testů - se zvyšujícím se napětím působícím na vzorek a v závislosti na čase (test životnosti) při napětí 10 kV a kmitočtu 1 kHz. Závěry získané porovnáním NMMC s CFE jsou shrnuty v následujících bodech:

- NMMC má téměř stejný, nízký koeficient teplotní roztažnosti jako CFE.
- Vnitřní rezistivita i relativní permitivita NMMC je při pokojové teplotě srovnatelná s CFE. S rostoucí teplotou vnitřní rezistivita NMMC mírně klesá v porovnání s CFE a relativní permitivita NMMC se naopak nepatrně zvyšuje oproti CFE.
- NMMC má o 7 % vyšší elektrickou pevnost než CFE. Za stálého střídavého napětí (10 kV, 1 kHz) došlo u CFE k průrazu za 830 min, zatím co u NMMC po více než 20 000 min.

Použití NMMC vede ke zlepšení elektrických izolačních vlastností. Avšak přidavkem nanočástic vrstvených křemičitanů se zvyšuje viskozita a cena systému, proto je nutné optimalizovat jejich obsah v materiálu. [6][11]

Dalším předmětem zkoumání je vlhkost. Z článku [12] je zřejmé, že epoxidové kompozity jsou velmi citlivé na vlhko. Absorpce vody může způsobit vážné a někdy i nevratné změny v materiálu. Pryskyřice mohou absorbovat vodu až do několika procent své vlastní váhy, což vede ke zhoršení dielektrických vlastností. Jedním ze způsobů, jak zlepšit elektrické a mechanické vlastnosti, je přidání plniva ve formě nanočástic do epoxidové pryskyřice. Problémy však nastávají s homogenitou systému, která značně ovlivňuje kvalitu materiálu. Nehomogenní struktura způsobuje defekty během provozu a zkracuje životnost zařízení. Článek [12] se zabývá studiem elektroizolačních vlastností nanokompozitů na bázi

epoxidových pryskyřic plněných dvěma typy nanočástic - neupraveným hydrofilním a povrchově upraveným hydrofobním křemenným pískem.

V experimentální části práce jsou měřeny a vyhodnoceny: jednodominutový a desetiminutový polarizační index, vnitřní rezistivita, ztrátový činitel, elektrická pevnost, tepelná vodivost. Polarizační indexy a vnitřní rezistivita byly měřeny při stejnosměrném napětí 500 V. Závislost ztrátového činitele na teplotě od 30 do 140 °C byla měřena při střídavém napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz. Všechny měření byly provedeny v souladu s normami ČSN IEC 93 a ČSN IEC 250. Výsledky měření ukazují, že hydrofobní nanoplňiva jsou ve všech měřených parametrech lepší než plniva hydrofilní. [12]

Na problematiku modifikovaných epoxidových pryskyřic s nano-částicovým a mikro-částicovým plněním je zaměřena také práce [13]. Za účelem zlepšení elektrických a mechanických vlastností se přidávají do systému nanočástice organicky modifikovaných vrstev křemičitanů. Je prokázáno, že extrémně malé množství (1 hmot.%) nanoplňiva může výrazně zlepšit již zmíněné vlastnosti polymeru.

Vzorky plněné mikro-částicovými plnivami mají lepší tepelnou vodivost než nano-částicová plniva. Důvodem je, že mikroplňiva mají vyšší koeficient tepelné vodivosti v porovnání s nanoplivami a rovněž s čistou epoxidovou pryskyřicí. Naopak vzorky plněné nanočásticemi dosahují lepších hodnot vnitřní rezistivity (měřeno při stejnosměrném napětí 500 V) a ztrátového činitele (měřeno při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz) v závislosti na teplotě. [13]

1.2 Chování polymerů v elektrickém poli

Polymery používané v elektrotechnice mají své typické elektrické, tepelné a mechanické vlastnosti. Tyto vlastnosti jsou vyjádřeny veličinami, z nichž k základním patří: relativní permitivita, ztrátový činitel, elektrická pevnost, měrný vnitřní a měrný povrchový odpor, měrné teplo, měrná tepelná vodivost, teplotní součinitel délkové roztažnosti, pevnost v tahu a tlaku, tvrdost, viskozita, navlhavost, nasákavost a další. Dále se bude práce zabývat pouze analýzou elektrických vlastností. [6][8]

1.2.1 Komplexní permitivita

Pokud se vloží dielektrikum do vnějšího elektrického pole o konstantní intenzitě \vec{E} , zvětší se vlivem polarizačních jevů v daném prostoru elektrická indukce \vec{D} o hodnotu vektoru polarizace \vec{P} oproti indukci ve vakuu \vec{D}_0 .

$$\vec{D} = \vec{D}_0 + \vec{P} \quad (1)$$

Vztah mezi elektrickou indukcí \vec{D} a intenzitou elektrického pole \vec{E} lze vyjádřit rovnicí:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{E}, \quad (2)$$

kde ε_0 je permitivita vakua ($\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$) a ε_r je relativní permitivita.

Při polarizaci střídavým elektrickým polem se elektrická indukce zpožďuje za intenzitou elektrického pole (viz Obr. 10). Rovnice (2) se může přepsat do tvaru:

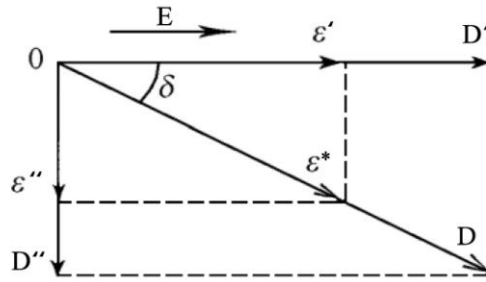
$$\hat{D}(\omega) = \varepsilon_0 \varepsilon^*(\omega) \hat{E}(\omega), \quad (3)$$

kde $\varepsilon^*(\omega)$ je komplexní permitivita a ω je úhlový kmitočet.

Komplexní permitivita ε^* je kmitočtově závislá veličina, která se skládá ze dvou složek - reálné a imaginární. Lze popsat vztahem:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega), \quad (4)$$

kde ε' je reálná část komplexní permitivity (relativní permitivita) a ε'' je imaginární část komplexní permitivity (ztrátové číslo). Reálná část ε' je mírou kapacitního charakteru dielektrika. Imaginární část ε'' je úměrná celkovým ztrátám (vodivostním i polarizačním) v dielektriku.



Obr. 10: Vektorový diagram elektrické indukce a komplexní permitivity, převzato z [17]

Reálná část komplexní permitivity ε' je fyzikální veličina, která nám udává, kolikrát se zvětší kapacita deskového kondenzátoru vyplněného dielektrikem místo vakua. Pro vakuum je hodnota ε' rovna 1, pro ostatní materiály je hodnota ε' větší než 1. Vypočítá se podle vzorce:

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0}, \quad (5)$$

kde C_x je změřená kapacita kondenzátoru, v němž je prostor mezi elektrodami vyplněn zkoumaným materiálem a C_0 je kapacita stejně uspořádaných elektrod umístěných ve vakuu. Kapacita C_0 je tzv. geometrická kapacita, počítá se z rozměrů kondenzátoru. [14][15][16][17]

Paul Debye odvodil pro komplexní permitivitu teoretický vztah:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau}, \quad (6)$$

kde ε_s je statická relativní permitivita při kmitočtu blížícím se k nule, ε_∞ je optická relativní permitivita při kmitočtu blížícím se k nekonečnu a τ je relaxační doba závislá na teplotě.

Debyeova rovnice respektuje jenom jednu relaxační dobu, což znamená, že platí pouze pro jeden mechanismus polarizace s jednou zcela konkrétní relaxační dobou. Rozdělíme-li rovnici na reálnou a imaginární část dostaneme:

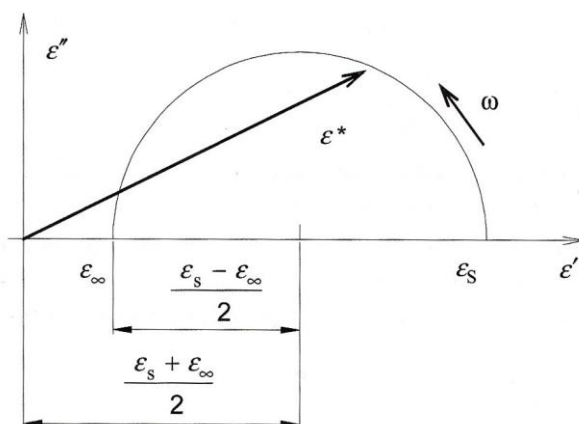
$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} - j \cdot \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (7)$$

Jednotlivé složky komplexní permitivity jsou:

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} = \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty\omega^2\tau^2}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (8)$$

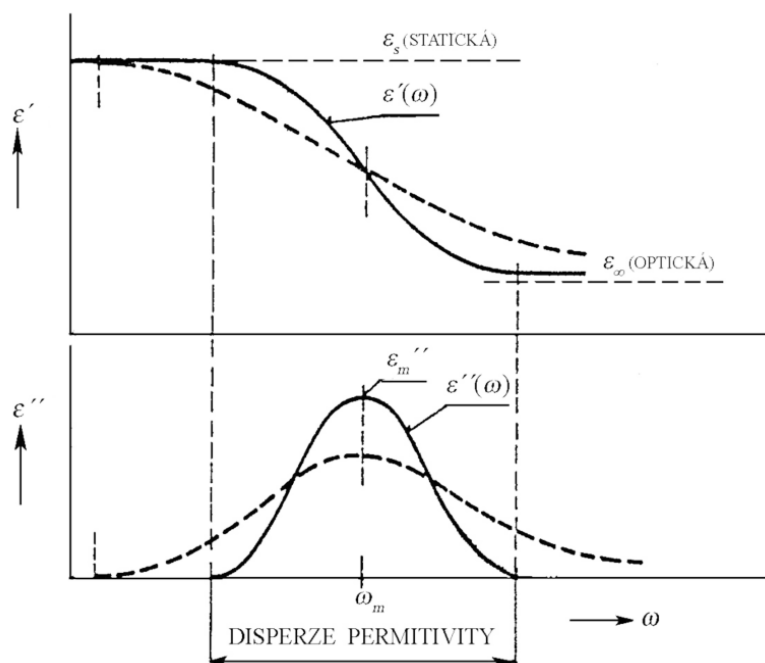
$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (9)$$

Graficky lze závislost komplexní permitivity znázornit půlkružnicí v souřadném systému ϵ' a ϵ'' , které se podle jejich autorů říká Coleho-Coleho kruhový diagram se středem na ose ϵ' . Jeho ideální tvar je zobrazen na Obr. 11.



Obr. 11: Coleho-Coleho kruhový diagram, převzato z [14]

Coleho - Coleho kruhový diagram klasického Debyeova mechanismu platí jen pro malý počet dielektrik. Experimentální vyšetření mnoha kapalných a pevných dielektrik ukazuje, že jejich chování ovlivňuje zploštění disperzní křivky znázorněné čárkovaně na Obr. 12. Reálná část komplexní permitivity klesá s rostoucím kmitočtem pomaleji než v klasickém Debyeho průběhu. Rovněž maximum křivky $\epsilon'' = f(\omega)$ je u reálného dielektrika nižší než v ideálním případě podle Debyeho. [14][15][17][18]

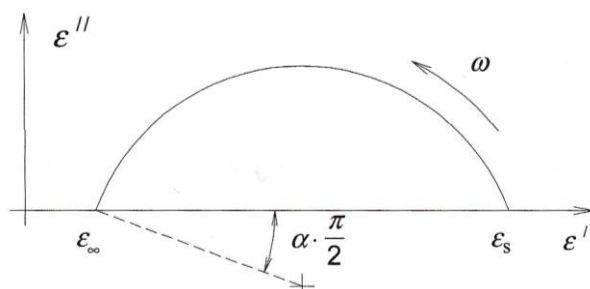


Obr. 12: Vliv distribučního koeficientu na průběhy Debyeho funkcí, převzato z [18]

Bratři Cole a Cole rozšířili Debyeho teorii a vytvořili empirický vztah:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau_1)^{1-\alpha}}, \quad (10)$$

kde τ_1 je nejpravděpodobnější relaxační doba, okolo níž jsou relaxační doby rozloženy podle distribuční funkce $\gamma(\tau)$ a α je kmitočtově nezávislý distribuční parametr určující šířku distribuce relaxačních dob. Parametr α nabývá hodnot od 0 do 1, čím je větší, tím širší je distribuce a tím více se střed půlkružnice Coleho-Coleho diagramu posunuje pod osu ε' (viz Obr. 13). [14][18]

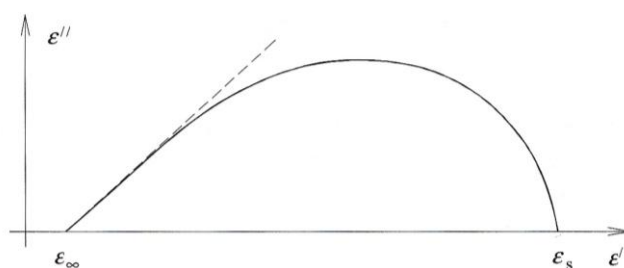


Obr. 13: Coleho-Coleho kruhový diagram s jedním distribučním parametrem, převzato z [14]

Cole spolu s Davidsonem matematicky formulovali komplexní permitivitu:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau_1)^\beta}, \quad (11)$$

kde pro parametr β platí, že nabývá hodnot od 0 do 1. Po provedení eliminace $\omega\tau_1$ dostaneme charakteristiku uvedenou na Obr. 14.



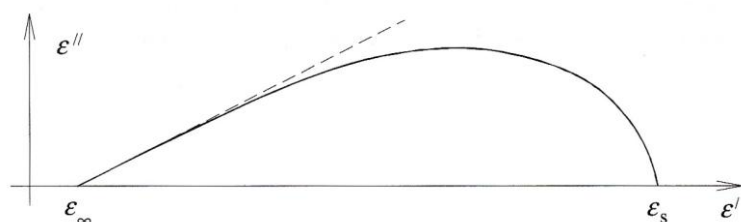
Obr. 14: Coleho-Davidsonův asymetrický diagram s jedním distribučním parametrem, převzato z [14]

U mnoha dielektrik není výše zmíněná závislost popsána částí kruhového oblouku. Křivka vykazuje jistou nesymetrii. Havriliak a Negami navrhli vztah vyhovující i pro látky se složitou vnitřní strukturou (např. polymery):

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{[1 + (j\omega\tau_1)^{1-\alpha}]^\beta}, \quad (12)$$

kde α je parametr charakterizující šířku relaxačního spektra (nabývá hodnot od 0 do 1) a β je parametr charakterizující asymetrii disperzní křivky (nabývá též hodnot od 0 do 1).

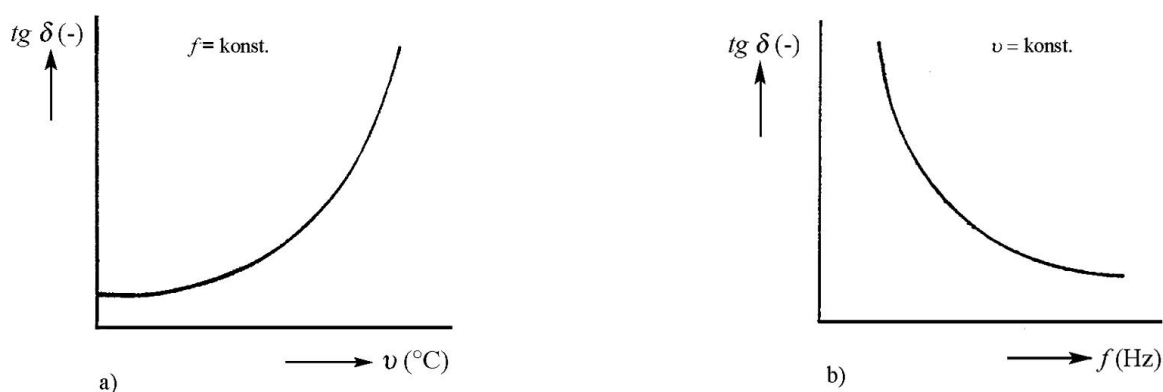
Průběh závislosti $\varepsilon'' = f(\omega)$ získané ze vztahu (12) eliminací členu $\omega\tau_1$ ukazuje Obr. 15. Chování dielektrika je v celém kmitočtovém rozsahu popsáno parametry ε_s , ε_∞ , α , β a τ_1 . Určení těchto parametrů z experimentálně získaných průběhů je však poměrně náročné. [14]



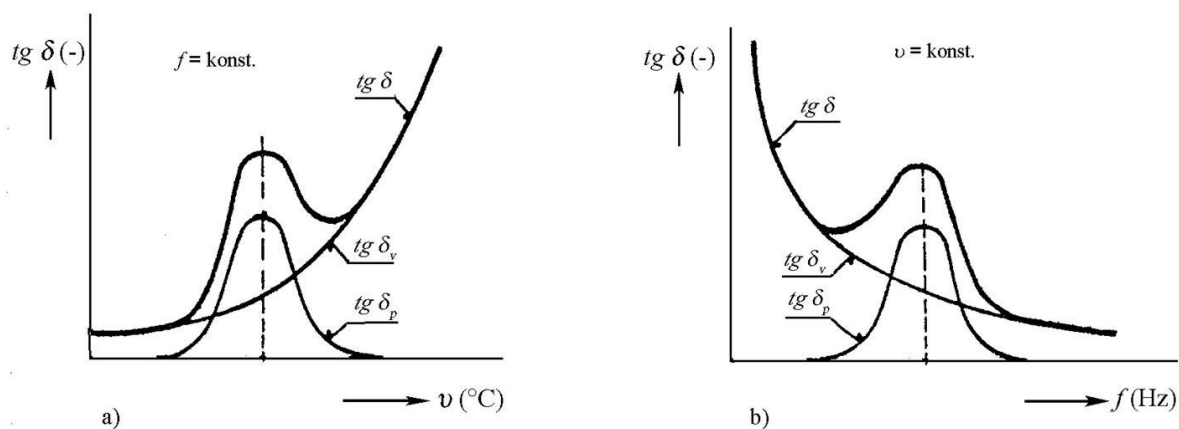
Obr. 15: Havriliakův-Negamiho asymetrický diagram se dvěma distribučními parametry, převzato z [14]

1.2.2 Ztrátový činitel

Ztrátový činitel je bezrozměrná veličina, která vyjadřuje míru dielektrických ztrát. Jeho hodnota se mění v závislosti na teplotě a kmitočtu (viz Obr. 16 a Obr. 17).



Obr. 16: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($v = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele nepolárního dielektrika, převzato z [18]



Obr. 17: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($v = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele polárního dielektrika, převzato z [18]

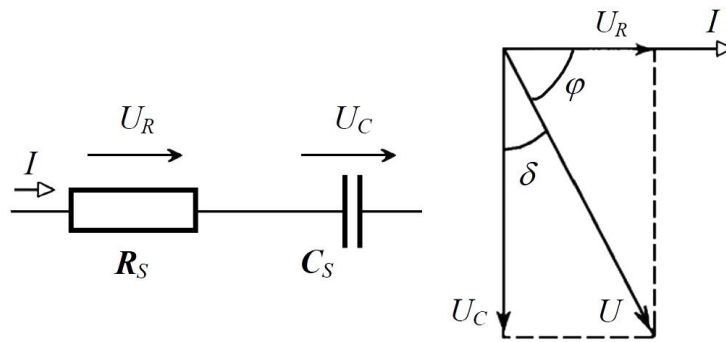
Mezi intenzitou elektrického pole \hat{E} a elektrickou indukcí \hat{D} vzniká fázový posun δ (ztrátový úhel). Tangentou tohoto úhlu je ztrátový činitel. Z Obr. 10 vyplývá vztah:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (13)$$

Matematický výpočet ztrátového činitele vychází ze zjednodušeného náhradního modelu kondenzátoru s technickým dielektrikem. Podle náhradního sériového zapojení (Obr. 18) se ztrátový činitel vypočítá pomocí vzorce:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{U_R}{U_C} = \omega C_s R_s, \quad (14)$$

kde C_s je kapacita sériově zapojeného kondenzátoru, R_s je odpor sériově zapojeného rezistoru a ω je úhlový kmitočet ($\omega = 2\pi f$).

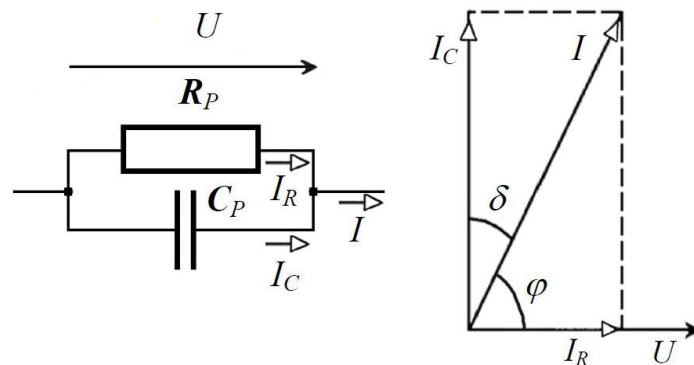


Obr. 18: Sériové náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [17]

Podle náhradního paralelního zapojení (Obr. 19) je ztrátový činitel dán vztahem:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{I_R}{I_C} = \frac{1}{\omega C_p R_p}, \quad (15)$$

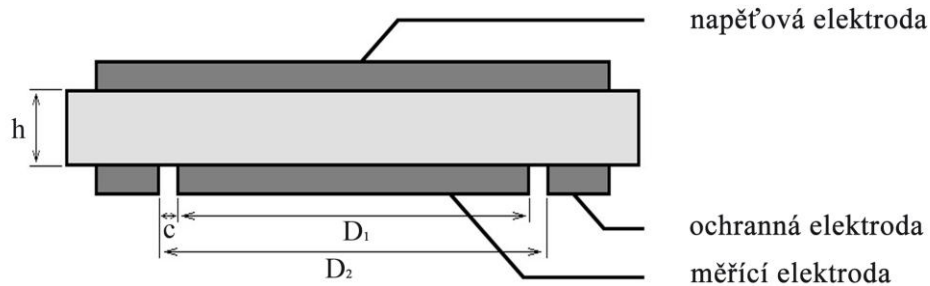
kde C_p je kapacita paralelně zapojeného kondenzátoru, R_p je odpor paralelně zapojeného rezistoru a ω je úhlový kmitočet ($\omega = 2\pi f$). [6][17][18]



Obr. 19: Paralelní náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [17]

1.2.3 Rezistivita

Rezistivita (někdy označovaná jako měrný elektrický odpor) je fyzikální veličina, charakterizující elektrický odpor či vodivost materiálu vedoucí elektrický proud. Rezistivita látek je závislá na teplotě, s rostoucí teplotou klesá u polovodičů a roste u kovů. Systém pro měření rezistivity je znázorněn na Obr. 20.



Obr. 20: Tříelektrokový systém pro měření rezistivity

Vnitřní rezistivita (měrný vnitřní odpor) ρ_v dané látky se rovná poměru intenzity stejnosměrného elektrického pole a proudové hustoty uvnitř vzorku. Jednotkou vnitřní rezistivity je Ωm . Vypočítá se dle vzorce:

$$\rho_v = R_v \frac{S_{ef}}{h} = R_v \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h}, \quad (16)$$

kde R_v je vnitřní odpor, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody, D_1 je průměr měřicí elektrody, c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou, h je tloušťka vzorku a B je součinitel elektrodového systému.

Povrchová rezistivita (měrný povrchový odpor) ρ_p dané látky se rovná poměru intenzity stejnosměrného elektrického pole a proudové hustoty na povrchu vzorku. Jednotkou povrchové rezistivity je Ω . Vypočítá se dle vzorce:

$$\rho_p = R_p \frac{O_{ef}}{c} = R_p \frac{\pi(D_1 + Bc)}{c}, \quad (17)$$

kde R_p je povrchový odpor, O_{ef} je efektivní obvod měřicí elektrody, D_1 je průměr měřicí elektrody, c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou a B je součinitel elektrodového systému. [6][17]

1.2.4 Stárnutí elektroizolačních materiálů

Stárnutím se nazývá souhrn fyzikálních a chemických změn, k nimž dochází v závislosti na čase komplexním působením vlivů a podmínek, jimž je izolace vystavena. Projevuje se postupným znehodnocováním izolantů, provázeným trvalým zhoršením jejich funkčních vlastností. Namáhání způsobující stárnutí je možné rozdělit na tepelné, mechanické, elektrické a vlivy prostředí.

Činitele, které způsobují změny vlastnosti organických izolantů, jsou zejména teplota (zvláště nepravidelné teplotní cykly), vzdušný kyslík, mechanická namáhání (hlavně otřesy a vibrace), elektrické pole (především v případě vysokého napětí), klimatické vlivy (vlhkost), chemické vlivy (agresivní látky), ultrafialové záření aj. Obvykle působí několik činitelů současně. Na rozdíl od výrazného stárnutí organických izolantů se podobný jev prakticky neprojevuje, až na výjimky, u izolantů anorganických.

Se stárnutím je spojena doba života izolačního systému a tím i doba života elektrického zařízení s ohledem na jeho spolehlivost, bezpečnost v provozu a ekonomické využití materiálu a práce. Doba života izolačního systému je doba, po kterou je výrobek schopen konat normální funkci. Po uplynutí této doby materiál zestárne a je dále nepoužitelný. Mluvíme-li o celém souboru výrobků určitého typu, jedná se o životnost.

Změny vlastností izolantů, podmíněné stárnutím, mohou být vratné nebo nevratné. Vratné (přechodné) změny jsou charakteru fyzikálního, pokud přestanou působit vlivy (např. vlhkost), které změnu vyvolaly, izolant opět nabude původních vlastností. Nevratné (trvalé) změny jsou následkem fyzikálně-chemických pochodů, při nichž vznikají strukturální změny provázené trvalým zhoršením mechanických, elektrických a jiných vlastností, které jsou vlastním projevem stárnutí. [15][19]

Tepelné stárnutí

Hlavním činitelem při stárnutí nízkonapěťových izolantů a výrobků bývá teplota, zatímco ostatní vlivy se obvykle jen přidružují. U izolantů vysokonapěťových výrazně spolupůsobí také vlivy elektrického pole.

Nevratné fyzikálně-chemické pochody, které při stárnutí probíhají, jsou projevem řady chemických reakcí, jako je oxidace, polymerace a polykondenzace (trojrozměrné zesítnění makromolekul), depolymerace (rozklad řetězců makromolekul), difuze a degradace některých složek materiálů. Tyto reakce probíhají při všech teplotách, s rostoucí teplotou ale jejich rychlost vzrůstá. Dále termo-mechanické vlivy způsobené silami, které jsou důsledkem tepelné dilatace nebo tepelného smršťování. Rychlost stárnutí neovlivňuje množství přivedeného tepla, ale výše teploty.

K experimentálnímu vyšetřování životnosti organických izolantů se obvykle užívá zkoušek urychleného stárnutí, kdy se z poměrně krátkodobých namáhání odvozují závěry o očekávané době života při dlouhodobém namáhání v provozních podmínkách.

Teplotní odolnosti izolantů se označují teplotními třídami. Při třídění se vychází především z chemické podstaty jednotlivých materiálů a zkušeností z jejich provozního použití. Teplotní třídy materiálů jsou rozděleny v Tab. 1. [19][20]

Tab. 1: Teplotní třídy materiálů, převzato z [19]

Provozní teploty / °C	55	75	90	105	120	130	155	180	200	220	250
Teplotní třída			Y	A	E	B	F	H			
Teploty stárnutí / °C	135	155	170	185	200	210	235	260	280	300	330
	125	145	160	175	190	200	225	250	270	290	320
	115	135	150	165	180	190	215	240	260	280	310
	105	125	140	155	170	180	205	230	250	270	300
	95	115	130	145	160	170	195	220	240	260	290
	85	105	120	135	150	160	185	210	230	250	280
	75	95	110	125	140	150	175	200	220	240	270

Elektrické stárnutí

Elektrické namáhání izolantů se posuzuje podle velikosti intenzity elektrického pole. Dosáhne-li při zvyšování napětí intenzita pole určité velikosti, dochází u izolantů pevného skupenství k průrazu, u izolantů kapalného nebo plynného skupenství k přeskoku. Napětí, při němž nastává průraz nebo přeskok, se nazývá průrazné napětí. Intenzita elektrického pole, příslušejícího tomuto napětí, se označuje jako elektrická pevnost. Je dána poměrem průrazného napětí k tloušťce izolantu v místě průrazu.

Elektrická pevnost izolantů závisí na řadě činitelů (tloušťka, homogenita materiálu, obsah nečistot, vlhkost, tvar a kmitočet elektrického pole, teplota okolí atd.), také na druhu a době působení expozičního napětí. Mluvíme tedy o elektrickém stárnutí střídavém, stejnosměrném a impulsním (přikládáme tzv. rázové napětí).

V běžném provozu dochází k průrazům po různě dlouhých časech (měsíce, roky) bez zjevné příčiny. Rozhodující vliv mají v tomto případě částečné výboje vznikající v dutinkách vyplněných plynem (nejčastěji vzduchem) přítomných v objemu pevného izolantu. I při největší pečlivosti a profesionální technologické výrobě izolantu se přítomnosti parazitních vzduchových mezer nelze vyhnout. K průrazu v místě dutinky dojde při daleko menším napětí, než je průrazné napětí okolního izolantu, protože elektrická pevnost prostředí dutinky je mnohem menší než elektrická pevnost okolního izolantu. Plyn v dutince je ϵ_r -krát více namáhán než okolní izolant.

Na degradaci izolantu se podílí několik procesů. Jedním z nich je bombardování organického izolantu ionty a elektrony, které na povrchu pevného izolantu způsobují erozi a dochází tak k zeslabení tloušťky izolační vrstvy. Eroze může být buď rovnoměrná, nebo se soustředí do určitých míst, v nichž se tvoří jamky. V místě eroze dochází k vlastnímu úbytku materiálu, který je způsoben chemickou přeměnou původního izolantu na nízkomolekulární plynné nebo kapalné těkavé produkty. Při výbojích vzniká kromě viditelného světelného záření i záření ultrafialové, které má na vyvolání chemických reakcí větší energii. Dále jsou výboje v plynech spojené s chemickými změnami přítomných plynů, ve vzduchu se jedná o kyslík a dusík. V případě výboje tak vzniká aktivní dusík, atomární kyslík a ozón - produkty mnohem reaktivnější a s výrazným oxidačním působením.

Dalším degradačním procesem jsou tepelné účinky, kdy dochází k zahřátí výbojového kanálu na vysokou teplotu a může nastat zuhelnatění izolantu. Intenzita elektrického pole dosahuje v blízkosti konce výbojového kanálu velmi vysokých hodnot. V místě kde dojde k překročení elektrické pevnosti, nastává průraz mikroskopických rozměrů. Díky němu se potenciál výbojového kanálu spolu s místem maximálního gradientu přeneso o nepatrnou vzdálenost dále a dojde opět k „mikroprůrazu“, děj se opakuje. Kanály se postupně rozvětvují, prodlužují a pronikají hlouběji do vrstvy izolantu. Vznikají stromečkové útvary vycházející z oblasti, kde výboj začal působit.

Všechny uvedené děje způsobují v izolaci změny, které se projevují snižováním elektrické pevnosti v závislosti na době působení elektrického pole. [14][15][20]

Mechanické stárnutí

Mechanické stárnutí zahrnuje únavu izolačního materiálu způsobenou velkým počtem cyklů namáhání, termomechanické vlivy způsobené tepelnou dilatací nebo tepelným smrštěním, abrazivní opotřebení způsobené relativním pohybem mezi součástkami zařízení, tečení izolace v důsledku elektrického, tepelného nebo mechanického namáhání. Dále zlomení izolace v důsledku působení vnějších sil, kdy dojde nejdříve k vytvoření trhliny a následkem přístupu vzduchu a jiných vnějších vlivů dochází ke zlomení izolace. [20]

Stárnutí vlivy prostředí

Elektrická a elektronická zařízení jsou při výrobě, transportu i použití vystavena vlivu různých okolních činitelů, které v těchto zařízeních vyvolávají změny fyzikálního nebo chemického charakteru a ovlivňují tak vlastnosti materiálů a tím i spolehlivost a životnost celého zařízení. Hlavní činitelé klimatu jsou podnební fyzikální jevy (teplota, vlhkost, záření, biologické vlivy), vlivy prostředí (přímořské oblasti, horské oblasti, průmyslové znečištění atmosféry), provozní vlivy vyvolané vlastním provozem zařízení (působení elektrického

či magnetického pole) nebo provozem sousedních zařízení (např. radiační působení v blízkosti jaderného reaktoru) atd.

Vysoká teplota ohrožuje elektrická zařízení v tropických a subtropických oblastech. Urychluje stárnutí organických izolantů a způsobuje měknutí polymerů, zalévacích hmot a dalších materiálů s nízkým bodem tání. Při návrhu zařízení je třeba volit materiály s vyšší teplotní odolností a věnovat pozornost chlazení. Naopak při nízké teplotě, v oblastech polárního pásu a studeného podnebí, dochází k poklesu pružnosti látek, praskání povrchu a uvolňování spojů. V případě náhlé změny teplot se skokově mění objem a v materiálu se tvoří praskliny.

Nadměrná vlhkost vzduchu způsobuje navlhání materiálu, které je často provázeno bobtnáním, trhlinami nebo puchýři na povrchu izolantu. Dochází ke snížení vnitřní i povrchové rezistivity, vzrůstá ztrátový činitel a klesá elektrická pevnost. Chemické změny se projevují urychlenou korozí. Pro prodloužení životnosti zařízení aplikujeme na vybraný materiál povrchovou ochranu - impregnací, lakováním nebo galvanizováním. [19][20]

1.3 Diagnostika izolantů a její metody

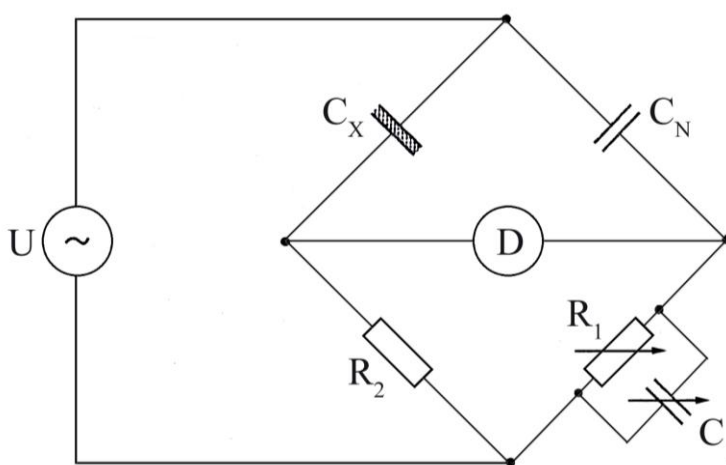
Existuje mnoho diagnostických metod ke stanovení hodnot elektrických materiálových veličin, nejznámější z nich jsou popsány v této kapitole.

1.3.1 Měření relativní permitivity a ztrátového činitele

Metody, které se zabývají měřením permitivity a ztrátového činitele se dělí do dvou skupin. První skupinou jsou metody nulové, používají se při kmitočtech do 50 MHz. Typická zapojení jsou: Scheringův můstek, transformátorový můstek a paralelní T-můstek. Do druhé skupiny patří metody rezonanční, používají se při kmitočtech od 10 kHz do stovek MHz. [21]

Scheringův můstek

Scheringův můstek se používá pro stanovení reálné části komplexní permitivity a ztrátového činitele izolantů při kmitočtu 50 Hz. Nejčastěji využívá tříelektrodevého systému (Obr. 20). Úkolem třetí, ochranné elektrody je omezit vliv parazitní kapacity měřicí elektrody vzhledem k zemi. Zapojení Scheringova můstku je uvedeno na Obr. 21.



Obr. 21: Schéma zapojení Scheringova můstku, upraveno podle [21]

Obvod se skládá ze čtyř větví - dvě jsou označovány jako kapacitní (kapacity C_X a C_N) a dvě jako měřicí (odpory R_1 a R_2). Zkoumaný vzorek technického dielektrika (kondenzátor C_X) je v obvodu nahrazen sériovým zapojením rezistoru R_S a kondenzátoru C_S . Rezistory R_1 , R_2 a kondenzátor C_1 jsou pomocné prvky, kterými se můstek vyvažuje. Normálový kondenzátor C_N je bez dielektrických ztrát. Za těchto předpokladů platí:

$$C_S = C_N \frac{R_1}{R_2} \quad (18)$$

$$R_S = R_2 \frac{C_1}{C_N} \quad (19)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \omega C_S R_S = \omega C_1 R_1, \quad (20)$$

kde ω je úhlový kmitočet ($\omega = 2\pi f$).

Pro výpočet reálné části komplexní permitivity platí vztah:

$$\varepsilon' = \frac{C_S}{C_0}, \quad (21)$$

kde C_0 je geometrická kapacita tříelektrodivého systému (Obr. 20). Vypočítá se podle vzorce:

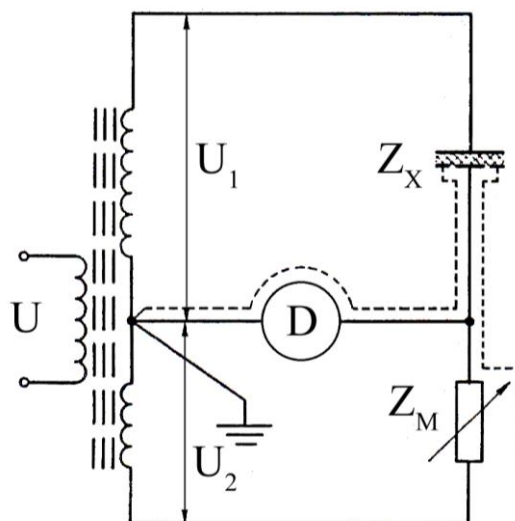
$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} = \varepsilon_0 \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h}, \quad (22)$$

kde ε_0 je permitivita vakua, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody, D_1 je průměr měřicí elektrody, c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou, h je tloušťka vzorku a B je součinitel elektrodivého systému. [6][17][21]

Transformátorový můstek

Princip transformátorového můstku je jednodušší než princip Scheringova můstku. Schéma je znázorněno na Obr. 22. Poměr napětí U_1 a U_2 je roven poměru impedancí Z_X a Z_M . Pokud známe impedanci Z_M a poměr napětí U_1 a U_2 , Z_X se dopočítá snadno.

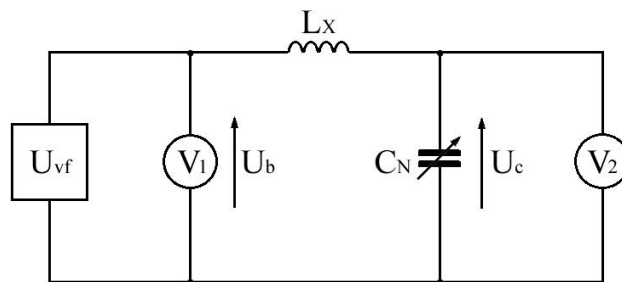
Výhodou tohoto můstku je, že umožňuje uzemnit stínění a ochrannou elektrodu přímo, není třeba další obvodové větve. [6][21]



Obr. 22: Schéma zapojení transformátorového můstku, převzato z [21]

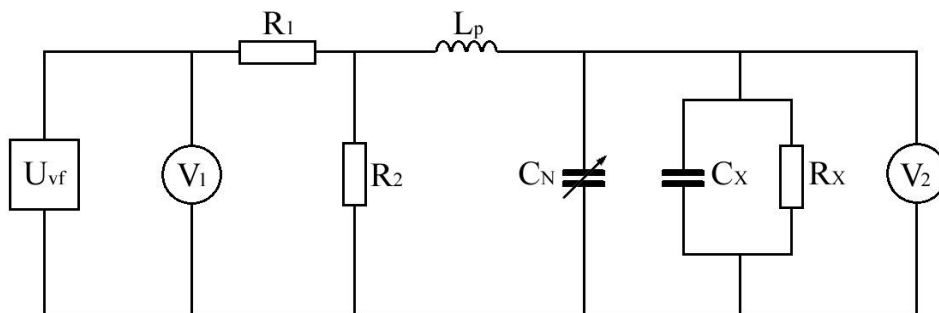
Q-metr

Měření na Q-metru patří k substitučním rezonančním metodám. Používá se při kmitočtech od 10 kHz až do 260 MHz. Je založeno na přímém měření napětí vznikajícího na svorkách rezonančního obvodu. Existuje několik metod zapojení, na Obr. 23 je ukázáno typické zapojení Q-metru, ve kterém je rezonanční obvod připojen k oscilátoru přes společný rezistor.



Obr. 23: Schéma zapojení Q-metru, převzato z [17]

Při měření permitivity a ztrátového činitele je vzorek umístěn v měřicím přípravku, tím je dvouelektrový mikrometrický kondenzátor. Ve schématu na Obr. 24 je zkoumaný vzorek nahrazen paralelním zapojením kondenzátoru C_X a ztrátového rezistoru R_X .



Obr. 24: Schéma zapojení Q-metru s měřicím přípravkem, převzato z [17]

Reálná část komplexní permitivity a ztrátový činitel vzorku se stanoví z hodnot C_X a R_X získaných z dvojího měření činitele jakosti Q obvodu. V prvním měření je zkoumaný vzorek o tloušťce h_1 vložen mezi elektrody měřicího přípravku, potom se vyladí obvod do rezonance a odečte se velikost činitele jakosti Q_1 obvodu a kapacita ladícího kondenzátoru C_N . Druhé měření probíhá po vyjmutí vzorku z měřicího přípravku - mezi elektrodami kondenzátoru je vzduch. Elektrody se postupně přibližují k sobě, až znovu nastane rezonance. V tomto okamžiku je kapacita vzduchového kondenzátoru C_0 se vzdáleností elektrod h_0 rovna kapacitě kondenzátoru C_X se vzorkem o tloušťce h_1 . Opět odečteme hodnotu činitele jakosti Q_0 obvodu.

Reálná část komplexní permitivity ε' se vypočítá z rovnosti kapacity kondenzátoru C_X se vzorkem o tloušťce h_1 a kapacity vzduchového kondenzátoru C_0 se vzdáleností elektrod h_0 .

$$C_X = \varepsilon_0 \varepsilon' \frac{S}{h_1} \quad (23)$$

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S}{h_0} \quad (24)$$

$$\varepsilon' = \frac{h_1}{h_0} \quad (25)$$

Pro ztrátový činitel $\operatorname{tg}\delta$ zkoumaného vzorku platí:

$$\operatorname{tg}\delta = \frac{1}{\omega R_X C_X}, \quad (26)$$

kde ω je úhlový kmitočet. [6][17][21]

1.3.2 Měření rezistivity

Metody, které se zabývají měřením odporu, je možné rozdělit na přímé a porovnávací. Přímé metody jsou založeny na měření proudu, který protéká zkoumaným vzorkem při známém stejnosměrném napětí. Odpor vzorku se pak vypočítá pomocí Ohmova zákona. Patří sem např. voltampérová metoda. Mezi porovnávací metody se řadí např. ampérmetrová metoda nebo metoda Wheatstonova můstku.

Voltampérová metoda

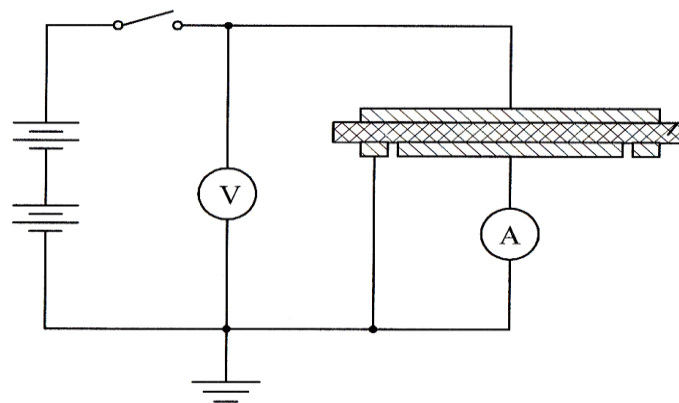
Metoda se používá nejčastěji pro zjištění vnitřní a povrchové rezistivity. Schéma zapojení je na Obr. 25. Proud procházející vzorkem umístěným v tříelektrodevém systému se změří pomocí elektronického pikoampérmetru. Vnitřní odpor vzorku R_v se pak vypočítá ze známého napětí U a proudu I pomocí Ohmova zákona:

$$R_v = \frac{U}{I} \quad (27)$$

Vnitřní rezistivita se vypočítá podle vzorce:

$$\rho_v = R_v \frac{S_{ef}}{h}, \quad (28)$$

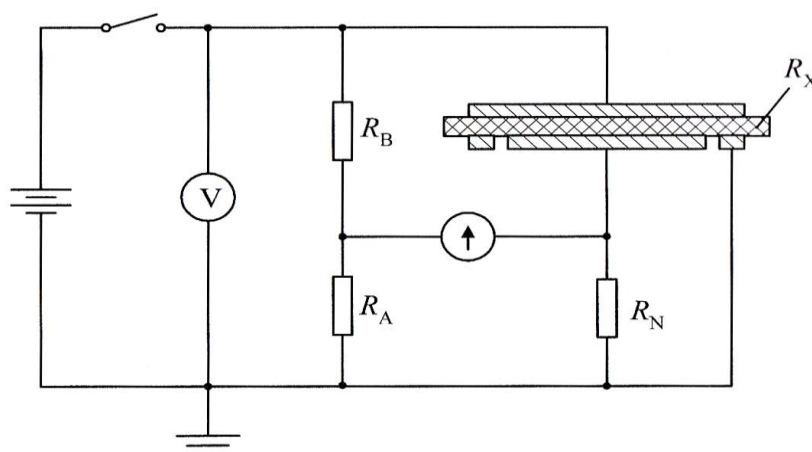
kde R_v je vnitřní odpor, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody a h je tloušťka vzorku. [14][22]



Obr. 25: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu voltampérovou metodou, převzato z [14]

Metoda Wheatstonova můstku

Metoda se řadí mezi metody porovnávací. Vychází z principu Wheatstonova můstku - ze srovnání neznámého odporu se známým referenčním odporem velké hodnoty. Schéma zapojení je na Obr. 26.



Obr. 26: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu metodou Wheatstonova můstku, převzato z [14]

Měřený vzorek je zapojený do jedné z větví Wheatstonova můstku, ve zbývajících třech větvích jsou zapojeny odpory o známé velikosti. Odpor R_B se mění v dekádoových stupních, odpor R_A se používá na jemné vyrovnání a odpor R_N se při měření nemění. Nulový indikátor tvoří stejnosměrný zesilovač s odpory v jakékoli větvi můstku. Pro neznámý odpor R_X při vyváženém můstku platí:

$$R_X = R_N \frac{R_B}{R_A}, \quad (29)$$

kde R_A , R_B , a R_N jsou odpory Wheatstonova můstku podle Obr. 26. [14][22]

2 PRAKTICKÁ ČÁST

2.1 Vzorky CHS-EPODUR 494-1667 s různým typem plniva

Vzorky pro měření elektrických materiálových veličin byly zhotoveny v laboratořích firmy SYNPO a.s. Pardubice. Jedná se o modifikovanou nízkomolekulární epoxidovou pryskyřici CHS-EPODUR 494-1667 (CHS = neplněná zalévací hmota, EPODUR = obchodní název, 494 = typ pryskyřice, 1667 = typ tvrdidla), která se skládá z několika složek:

- složky A - modifikovaná epoxidová pryskyřice + polypropylenglykol,
- složky B - tvrdidlo (tetrahydromethylftalanhydrid),
- složky C - urychlovač (benzyl dimethylamin),
- složky D - flexibilizátor (polyethylenglykol).

Tvrdidlo napomáhá k zesílení struktury systému. Urychlovač určuje, jak dlouho se bude systém vytvrzovat. Musí se dávkovat v přesném poměru. Flexibilizátor, někdy nazýván změkčovadlo, snižuje teplotu skelného přechodu a ovlivňuje houževnatost systému. Množství flexibilizátoru, které se přidá do systému, vychází z aplikace vytvrzeného kompozitu.

Složení vzorků (1847 až 1851) je uvedeno v hmotnostních dílech na 100 dílů epoxidové pryskyřice. Jednotlivé složky jsou přidány v poměru:

- epoxidová pryskyřice (složka A) - 100 hmotnostních dílů (60 g),
- tvrdidlo (složka B) - 85 hmotnostních dílů (51 g),
- flexibilizátor (složka D) - 17 hmotnostních dílů (10,2 g),
- pigmentová pasta (E-Pasta BF 135 M - BA) - 3 hmotnostní díly (1,8 g).

Pigmentová pasta E-Pasta BF 135 M - BA neovlivňuje vlastnosti vytvrzeného kompozitu, pouze určuje výsledné zbarvení. Skládá se z pigmentu a epoxidové pryskyřice.

Další důležitou složkou je plnivo, přidává se ve formě mikromletých křemenných písků a výrazně snižuje náklady zalévací hmoty. Použitá plniva:

- **vzorky 1847:** Silbond 126EST - 435 hmotnostních dílů (261 g)
- **vzorky 1848:** Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST - 320 hmotnostních dílů (192 g)
- **vzorky 1849:** písek ST6 - Sklopísek Střeleč - 76 hmotnostních dílů (45,6 g)
Apyral 2E - Nabaltec - 304 hmotnostních dílů (182,4 g)
- **vzorky 1850:** Silbond 126EST - 73,6 hmotnostních dílů (44,16 g)
Hydrafil Trefil 744-300EST - 294,4 hmotnostních dílů (176,64 g)
- **vzorky 1851:** písek ST6 - Sklopísek Střeleč - 382 hmotnostních dílů (229,2 g)

Z pohledu aplikace je důležité, aby plnění systému jednotlivými plnivy bylo nastaveno tak, že výsledná viskozita systému bude vždy stejná. Pro přehlednost je celkové složení směsi jednotlivých vzorků uvedeno v Tab. 2, případně v Tab. 3.

Tab. 2: Složení jednotlivých vzorků v hmotnostních dílech na 100 dílů epoxidové pryskyřice

Vzorek	CHS-EPODUR 494-1667				Pigment. pasta	Plnivo				
	Složka A	Složka B	Složka C	Složka D	BF135M	Silbond	Wollasto- nitmehl	ST6 / Apyral (1:4)	Silbond / Hydrafil (1:4)	ST6
1847	100	85	0,6	17	3	435	-	-	-	-
1848	100	85	0,6	17	3	-	320	-	-	-
1849	100	85	0,6	17	3	-	-	380	-	-
1850	100	85	0,6	17	3	-	-	-	368	-
1851	100	85	0,6	17	3	-	-	-	-	382

Tab. 3: Složení jednotlivých vzorků epoxidových pryskyřic v objemových procentech

Vzorek	CHS-EPODUR 494-1667				Pigment. pasta	Plnivo				
	Složka A	Složka B	Složka C	Složka D	BF135M	Silbond	Wollasto- nitmehl	ST6 / Apyral (1:4)	Silbond / Hydrafil (1:4)	ST6
1847	15,6 %	13,2 %	0,1 %	2,7 %	0,5 %	67,9 %	-	-	-	-
1848	19,0 %	16,2 %	0,1 %	3,2 %	0,6 %	-	60,9 %	-	-	-
1849	17,1 %	14,5 %	0,1 %	2,9 %	0,5 %	-	-	64,9 %	-	-
1850	17,4 %	14,8 %	0,1 %	3,0 %	0,5 %	-	-	-	64,2 %	-
1851	17,0 %	14,5 %	0,1 %	2,9 %	0,5 %	-	-	-	-	65,0 %

Zpracování a vytvrzování systému CHS-EPODUR 494-1667 umožňuje celou řadu postupů, závisí na potřebách zákazníka a možnostech zpracovatelů. Podrobný postup zhotovení epoxidových vzorků je popsán v [6].

Vzniklé epoxidové desky tloušťky 2 mm byly rozřezány na čtvercové vzorky velikosti 80 x 80 mm a kruhové vzorky o průměru 35 mm. Řez probíhal pomocí vodního paprsku ve spolupráci s firmou AWAC, spol. s r.o.

2.2 Popis pracoviště a použitých přístrojů

Měření bylo realizováno ve školních laboratořích diagnostických metod. Popis jednotlivých měřicích přístrojů je uveden níže.

2.2.1 Impedanční analyzátor Tettex 2830/2831

Analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831 (viz Obr. 27) je sestaven pro měření tekutých i pevných izolantů s velmi malým ztrátovým činitelem.

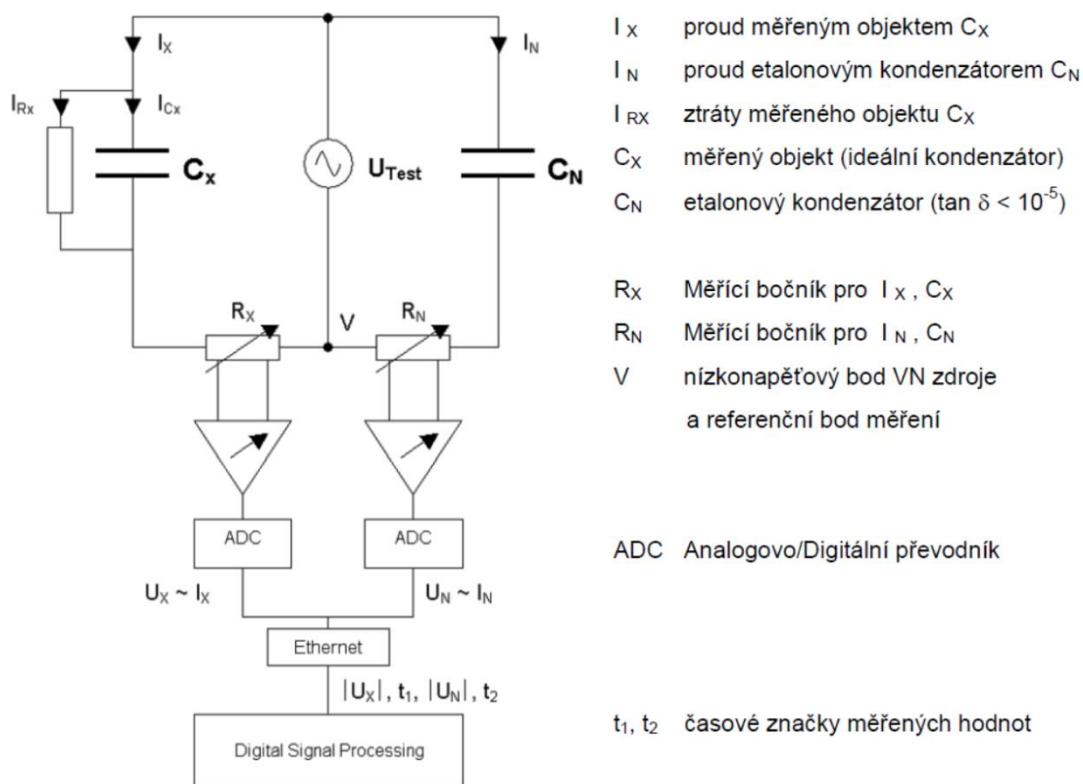
Přístroj pracuje na principu kombinovaného vektorového můstku a je schopen analyzovat kapacitu, ztrátový činitel i vnitřní odpor s vysokou přesností a stabilitou certifikovanou metrologickým institutem. Pomocí vestavěného PC dopočítá z naměřených hodnot až 13 různých parametrů (relativní permitivitu, ztrátový činitel, geometrickou kapacitu, vnitřní rezistivitu atd.). Zařízení se skládá z vektorového můstku, teplotního regulátoru, stejnosměrného (DC) a střídavého (AC) napětového zdroje a měřiče DC odporu. Maximální hodnota pracovního napětí AC zdroje je 2,5 kV, kmitočtový rozsah 40 - 65 Hz. Další technické parametry přístroje jsou uvedeny na straně 11 v [24]. Jednotlivé kroky měření jsou podrobně popsány v návodu k analyzátoru Tettex 2830/2831 v příloze 1.



Obr. 27: Analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831, převzato z [24]

Princip měření kapacity (C) a ztrátového činitele (tgδ):

Měřicí systém 2830 je založen na metodě dvojitého vektrometru, kde je měřen proud I_N referenčním kondenzátorem C_N a proud I_X měřeným objektem C_X (viz schéma na Obr. 28). Obě větve jsou napájeny vestavěným AC zdrojem (U_{Test}). Proudů jsou měřeny nastavitelnými bočníky R_X a R_N a následně digitalizovány. Pomocí datové sběrnice IEEE 1394 „fire wire“ jsou všechna digitalizovaná data časově označena. Díky této technologii lze velmi rychle a přesně měřit nejen samotné hodnoty měřené veličiny, ale také získat časové údaje (fázový posun) mezi I_N a I_X . Digitalizovaná data jsou dále zpracována vestavěným PC. [24]



Obr. 28: Schéma vnitřního zapojení měřicího systému Tettex 2830/2831, upraveno podle [24]

Princip měření vnitřní rezistivity (ρ_v):

Měření rezistivity je založeno na vestavěném pikoampérmetru, který měří proud protékající testovací buňkou. Vysokonapěťový zdroj DC zabudovaný v jednotce 2831 napájí testovací buňku tak, aby proud mohl protékat vzorkem pevného nebo tekutého izolantu a pikoampérmetrem. Hodnoty aplikovaného napětí a měřeného proudu jsou digitalizovány a dále zpracovány pomocí PC. Pro výpočet rezistivity je nutno znát 4 parametry - proud tekoucí přes zkoušený vzorek, hodnotu aplikovaného napětí, obsah povrchu měřicí elektrody a tloušťku měřeného vzorku. [24]

2.2.2 Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914

Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914 (viz. Obr. 29) je připojen k analyzátoru Tettex 2830/2831. Tettex 2914 je tříelektrodový systém, který se skládá z vyhřívaného deskového kondenzátoru. Spodní deska (vysokonapěťová elektroda) je na pevném podkladu, horní deska (měřicí a ochranná elektroda) je výškově nastavitelná díky hydraulickému systému, který současně stlačuje elektrody proti sobě.

Průměr měřicí elektrody je 49,5 mm, šířka ochranné elektrody je 10 mm, vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou je 1 mm. Elektrody jsou zhotoveny z nerezové oceli. Maximální dosažitelná teplota elektrod je 200 °C. Maximální hodnota pracovního napětí je 2000 V. Další technická data lze dohledat na straně 10 v [25].

Naměřené hodnoty systému Tettex se ukládají do souboru formátu XML, dále jsou možné zpracovávat v programu Microsoft Office Excel.



Obr. 29: Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914, převzato z [25]

2.2.3 Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter

Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter (viz Obr. 30) se používá ke zjištění nabíjecího a vybíjecího proudu. Z naměřené hodnoty proudu a nastaveného napětí se stanoví vnitřní (povrchový) odpor, ze kterého se následně dopočítá vnitřní (povrchová) rezistivita. Měřicí systém je propojen s PC, odkud je ovládán pomocí aplikace vytvořené v programu VEE Pro od společnosti Agilent Technologies. Naměřené hodnoty se automaticky ukládají do souboru formátu XLS, dále jsou možné zpracovávat v programu Microsoft Office Excel. Technické parametry a ovládání přístroje jsou popsány v [26].

Rezistivita vzorků při teplotě nižší než 55 °C byla stanovena na daném přístroji, protože naměřené hodnoty proudu protékajícího vzorkem se na měřicí sestavě Tettex 2830/2831 při nižších teplotách nacházely mimo rozsah přístroje.

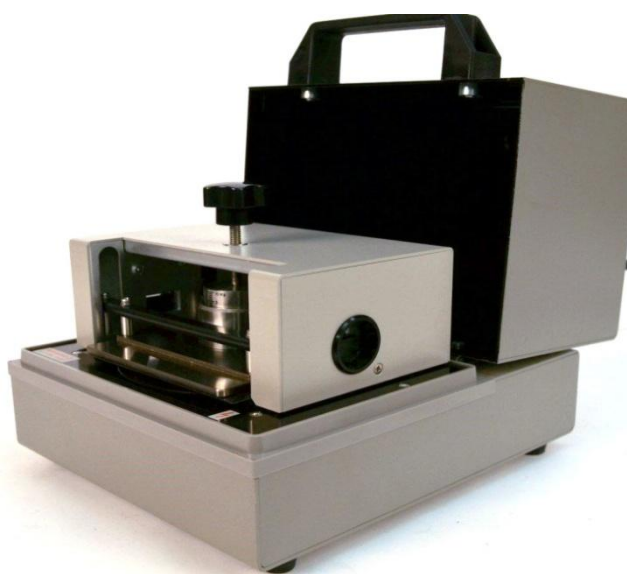


Obr. 30: Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter, převzato z [26]

2.2.4 Tříelektrokový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell

Tříelektrokový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell (viz Obr. 31) je navržen tak, aby pracoval s přístrojem Agilent 4339B High Resistance Meter. Používá se k měření vnitřní a povrchové rezistivity izolačních materiálů.

Zařízení obsahuje tři elektrody - napěťovou, měřicí a ochranou. Průměr měřicí elektrody je 50 mm, průměr ochranné elektrody je 70 mm, šířka ochranné elektrody je 10 mm, vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou je 10 mm. Přítlak elektrod se nastavuje mechanicky do maximální hodnoty zatížení 10 kg. Zařízení může být použito při okolní teplotě -30 až 100 °C. Maximální hodnota pracovního napětí je 1000 V. Další technické parametry jsou uvedeny v [27].



Obr. 31: Tříelektrokový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell, převzato z [27]

2.2.5 Širokopásmový impedanční analyzátor Novocontrol Technologies

Širokopásmový dielektrický spektrometr společnosti Novocontrol Technologies umožňuje zkoumání materiálů v závislosti na teplotě i kmitočtu. Měřicí systém pracuje při střídavém napětí 100 μV - 3 V, na rozsahu kmitočtů od 3 μHz do 40 MHz. Rozlišení ztrátového činitele je 10^{-5} . Nejvyšší přesnost je založena na vysoké rozlišovací schopnosti frekvenčního analyzátoru Alpha-A. Vzorek je možné díky kryostatu Quatro Cryosystem analyzovat při teplotě -160 °C až +400 °C. Elektrodotový systém Active Sample Cell ZGS obsahuje dvě elektrody - napěťovou a měřicí. Napěťová elektroda má průměr 40 mm, měřicí 20 mm. Maximální možný průměr vzorku je tedy 40 mm. Konstrukce měřicího přípravku je zhotovena z nerezové oceli a elektrody jsou pozlacené. [28][29][30][31]

Zařízení je propojené s PC, odkud se ovládá pomocí softwaru WinDETA naprogramovaného výrobcem. Sběr dat probíhá přes rozhraní IEEE 488. Naměřené hodnoty systému Novocontrol se ukládají do souboru formátu TXT, dále jsou možné zpracovávat v programu Microsoft Office Excel. Nastavení měření a ovládání programu WinDETA je podrobně popsáno v příloze 2. [32]

Systém je zobrazen na Obr. 32, skládá se z několika modulů - Alpha-A analyzér (vysokofrekvenční analyzátor materiálů), Electrometer/High resistance meter Keithley, Quatro Cryosystem (kryostat), Quatro Power Supply (napájecí zdroj), Active Sample Cell ZGS (elektrodotový systém).

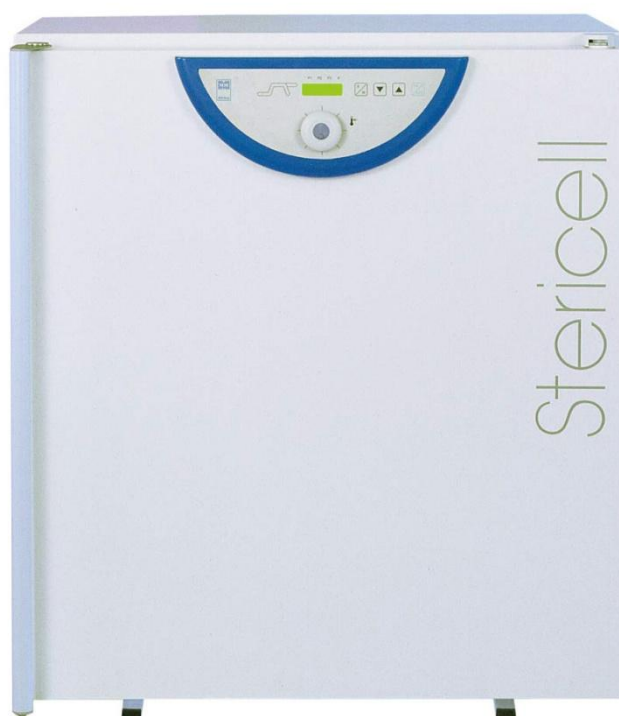


Obr. 32: Impedanční analyzátor Novocontrol Technologies - Concept system 80, převzato z [28]

2.2.6 Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111

Sterilizační komora STERICELL 111 od firmy BMT Medical Technology s.r.o. byla využita k vysušení epoxidových vzorků (90 °C, 3 dny) a k zahřátí vzorků na požadovanou teplotu pro měření na přístroji Agilent 4339B High Resistance Meter.

Vnitřní rozměry komory jsou: šířka 54 cm, výška 53 cm a hloubka 39 cm. Objem komory je cca 111 l. Maximální pracovní teplota je 250 °C. Přístroj má přednastavené tři sterilizační programy, které je možné upravit dle vlastních potřeb. Nastavit lze čas zapnutí přístroje, dobu zahřívání a pracovní teplotu. Průběh teploty je řízen mikroprocesorem s digitálním displejem a teplotním čidlem PT 100. Horkovzdušný sterilizátor je zobrazen na Obr. 33. [33]



Obr. 33: Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111, převzato z [33]

2.3 Měření elektrických vlastností

Kapitola se zabývá stanovením hodnot elektrických materiálových veličin připravených elektroizolačních zalévacích hmot na bázi epoxidových pryskyřic. Konkrétně se jedná o teplotní a kmitočtové závislosti relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity. Naměřené hodnoty jsou graficky zpracovány a ověřeny matematickými výpočty.

2.3.1 Příprava vzorků

Tloušťka čtvercových vzorků o jmenovitých rozměrech 80 x 80 mm byla měřena digitálním mikrometrem Mitutoyo Series 293 na 14 stanovených místech. První 4 polohy jsou rohové a jejich tloušťka není započítána do průměrné tloušťky vzorku, protože měřicí systémy Tettex 2914 i Agilent 16008B mají kruhové elektrody. Tloušťky čtvercových epoxidových vzorků sady 1847 a velikosti 80 x 80 mm jsou uvedeny v Tab. 4.

Tab. 4: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1847

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,871	1,778	1,942	1,993	1,927	1,976	1,924	2,446	2,437	1,521
2	1,891	1,781	1,897	1,943	1,967	1,903	1,843	2,127	2,148	1,729
3	1,875	1,856	1,985	1,944	1,860	1,879	1,853	2,148	2,449	1,722
4	1,923	1,846	1,935	1,927	1,881	1,818	1,741	1,901	2,081	1,815
5	1,870	1,775	1,914	1,973	1,935	1,955	1,909	2,393	2,332	1,664
6	1,888	1,834	1,990	1,986	1,921	1,960	1,910	2,426	2,447	1,624
7	1,883	1,807	1,963	1,962	1,952	1,922	1,791	2,266	2,238	1,728
8	1,900	1,812	1,937	1,990	1,911	1,948	1,898	2,331	2,501	1,639
9	1,921	1,836	1,934	1,976	1,931	1,923	1,873	2,247	2,323	1,726
10	1,902	1,841	1,966	1,977	1,936	1,920	1,848	2,225	2,345	1,750
11	1,906	1,813	1,951	1,966	1,942	1,881	1,799	2,050	2,083	1,773
12	1,890	1,854	1,968	1,965	1,909	1,906	1,851	2,170	2,423	1,721
13	1,971	1,841	1,937	1,960	1,915	1,875	1,802	2,048	2,164	1,783
14	1,905	1,865	1,944	1,936	1,888	1,843	1,824	2,068	2,302	1,779
Průměr	1,904	1,828	1,950	1,969	1,924	1,913	1,851	2,222	2,316	1,719
Směrodatná odchylka	0,026	0,025	0,021	0,015	0,018	0,036	0,044	0,131	0,122	0,055

Tloušťka kruhových vzorků o průměru 35 mm byla měřena pomocí digitálního mikrometru Schut IP54 na 10 stanovených místech. Kruhové vzorky jsou použity pro měření kmitočtových závislostí na dielektrickém analyzátoru značky Novocontrol Technologies. Tloušťky kruhových epoxidových vzorků sady 1847 o průměru 35 mm jsou uvedeny v Tab. 5.

Tab. 5: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1847

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,953	1,913	1,861	1,914	1,832	1,874	1,870	1,838	1,885	1,701
2	1,951	1,899	1,843	1,942	1,857	1,906	1,843	1,817	1,903	1,718
3	1,959	1,902	1,843	1,944	1,886	1,925	1,836	1,785	1,962	1,661
4	1,971	1,914	1,849	1,922	1,886	1,906	1,869	1,764	1,921	1,621
5	1,971	1,923	1,876	1,903	1,862	1,870	1,898	1,787	1,900	1,613
6	1,959	1,922	1,881	1,903	1,843	1,890	1,900	1,826	1,904	1,679
7	1,966	1,914	1,862	1,921	1,835	1,903	1,872	1,824	1,890	1,668
8	1,959	1,918	1,855	1,919	1,866	1,913	1,890	1,807	1,913	1,636
9	1,960	1,910	1,872	1,940	1,878	1,897	1,864	1,793	1,920	1,659
10	1,964	1,916	1,863	1,930	1,864	1,881	1,874	1,806	1,904	1,703
Průměr	1,961	1,913	1,861	1,924	1,861	1,897	1,872	1,805	1,910	1,666
Směrodatná odchylka	0,006	0,007	0,013	0,014	0,019	0,017	0,020	0,021	0,020	0,034

Pro měření je důležité, aby byly vzorky planparalelní, proto z 10 čtvercových i kruhových vzorků každé sady (1847, 1848, 1849, 1850 a 1851) bylo vybráno 5 vzorků s nejmenší směrodatnou odchylkou. Ostatní vzorky byly z výše uvedeného důvodu nebo z důvodu mechanického poškození vyřazeny, v tabulkách označeny symbolem X. Shodné tabulky pro ostatní epoxidové sady (1848, 1849, 1850 a 1851) jsou uvedeny v příloze 3 a příloze 4.

2.3.2 Popis měření

Diplomová práce navazuje na bakalářskou práci s názvem Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různorodými plnivy, kde byly měřeny a vyhodnoceny teplotní závislosti relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity u výše uvedených kompozitních epoxidových pryskyřic.

Praktická část práce se zabývá opakovaným měřením teplotních závislostí na impedančním analyzátoru Tettex 2830/2831. Výsledky měření jsou graficky porovnány s výsledky naměřenými před dvěma lety. Vzorky byly uschovány za běžných podmínek, při pokojové teplotě 20 - 25 °C a relativní vlhkosti 30 - 50 %. Cílem experimentu bylo zjistit, jak ovlivňuje vlhkost elektroizolační vlastnosti epoxidových pryskyřic. Dále je proměřena závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro vybrané hodnoty teplot pomocí dielektrického impedančního analyzátoru Novocontrol Technologies. Závěrem praktické části je porovnání naměřených hodnot na výše zmíněných přístrojích při síťovém kmitočtu 50 Hz.

Měření relativní permitivity a ztrátového činitele v závislosti na teplotě probíhalo při pracovním napětí 500 V, kmitočtu 50 Hz a přítlaku elektrod 5 N/cm² na impedančním analyzátoru Tettex 2830/2831 ve spojení s měřicím přípravkem Tettex 2914 dle normy ČSN IEC 250. Vzorky byly měřeny za teplot 23 ±1, 40, 55, 70, 85 a 100 °C, vždy 5x po sobě. Po dosažení požadované teploty se vzorek po dobu 30 minut teplotně stabilizoval. Měření jednoho vzorku na zařízení Tettex 2830/2831 trvalo přibližně 5 hodin.

Vnitřní rezistivita byla měřena na přístroji Agilent 4339B High Resistance Meter ve spojení s tříelektrodovým měřicím systémem Agilent 16008B Resistivity Cell (pro teploty do 55 °C) a na impedančním analyzátoru Tettex 2830/2831 ve spojení s měřicím přípravkem Tettex 2914 (pro teploty vyšší než 55 °C). Hodnoty naměřené na přístroji Agilent 4339B High Resistance Meter jsou převzaty z [6]. Rezistivitu vzorků při teplotě nižší než 55 °C nebylo možné zjistit pomocí analyzátoru Tettex 2830/2831, protože vzorkem protékal příliš malý proud (řádově v pA) a naměřené hodnoty se nacházely mimo rozsah přístroje. Měření probíhalo dle normy ČSN IEC 93. Závislost vnitřní rezistivity na teplotě byla stanovena při stejnosměrném napětí 1000 V. Po dostatečné teplotní stabilizaci na požadované teplotě (23 ±1, 40, 55, 70, 85 a 100 °C) se vzorek zkratoval po dobu 1 minuty za účelem dosažení nábojové neutrality. Následovalo měření protékajícího proudu, které trvalo dle normy 60 sekund od přiložení zkušebního napětí. Z naměřeného proudu a přiloženého napětí se určil vnitřní odpor, ze kterého se dále spočítala vnitřní rezistivita vzorku.

Kmitočtové závislosti relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele byly zkoumány na dielektrickém impedančním analyzátoru firmy Novocontrol Technologies. Vzorky byly měřeny při napětí 1 V, na kmitočtovém rozsahu od 10 Hz do 1 MHz a pro teploty 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 a 100 °C. Pro měření vyšších kmitočtů by byl vhodnější jiný elektrodový systém (např. RF Sample Cell - BDS 2100 nebo BDS 2200).

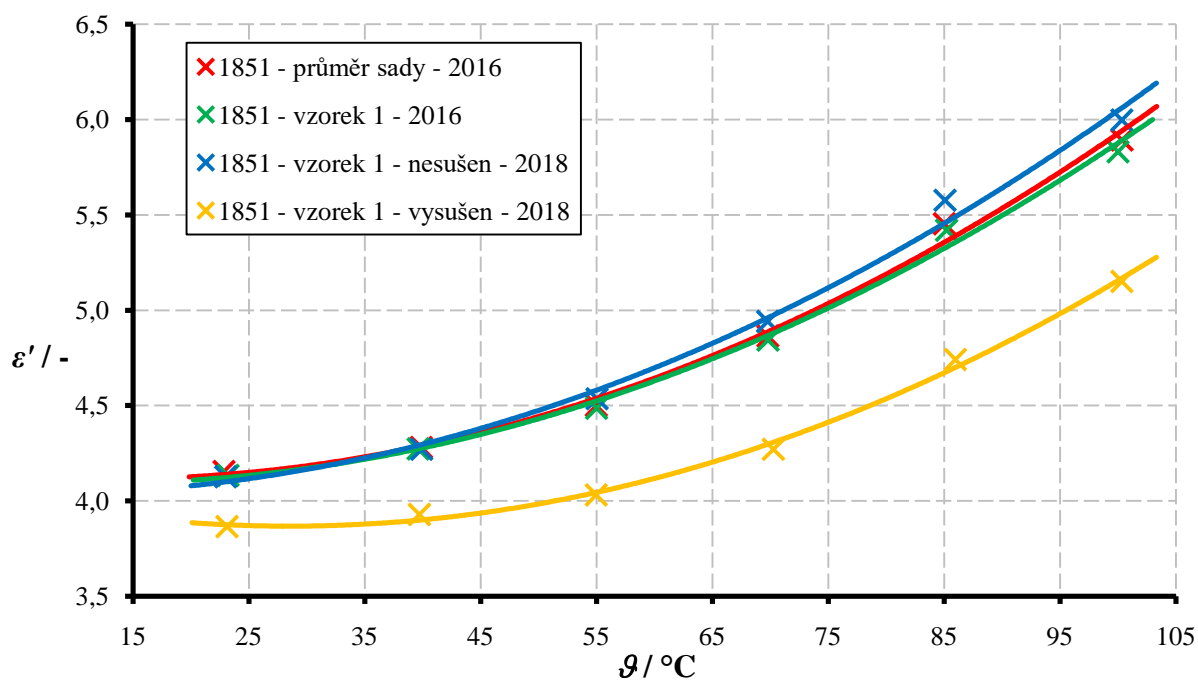
2.3.3 Vyhodnocení měření

Bylo připraveno 5 sad vzorků na bázi epoxidových pryskyřic (1847, 1848, 1849, 1850 a 1851), které se vzájemně lišily přidáním druhem plniva (viz. Tab. 2 nebo Tab. 3). Každá z těchto sad obsahovala 5 vybraných vzorků, na kterých bylo provedeno měření, přičemž všechny uvedené vzorky byly měřeny 5x po sobě. Výsledné grafické závislosti vznikly zprůměrováním naměřených hodnot.

Z experimentální činnosti provedené v mé bakalářské práci [6] vyplývá, že relativní permitivita ani ztrátový činitel nejsou za daných podmínek (při teplotě 23 ±1 °C a kmitočtu 50 Hz) závislé na přiloženém napětí (měřeno do 2000 V). Tento poznatek je pro nás velmi důležitý, protože analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831 s měřicím přípravkem Tettex 2914 má pracovní napětí v rozsahu 0 - 2000 V, ale impedanční analyzátor Novocontrol Technologies má rozsah pracovního napětí pouze 0 - 3 V.

Dále je prokázána jistá závislost na přítlaku elektrod působících na měřený vzorek. S rostoucím přítlakem dochází k eliminaci parazitních vzduchových mezer a relativní permitivita vykazuje mírný nárůst. Při velkém přítlaku (nad 10 N/cm²) a vyšší teplotě (nad 120 °C) by mohlo dojít k mechanickým změnám materiálu (změna tloušťky, změna planparalelnosti atp.). Z tohoto důvodu byla zvolena konstantní hodnota přítlaku 5 N/cm² vycházející z normy ČSN IEC 250 a návodu k obsluze měřicího systému Tettex 2914.

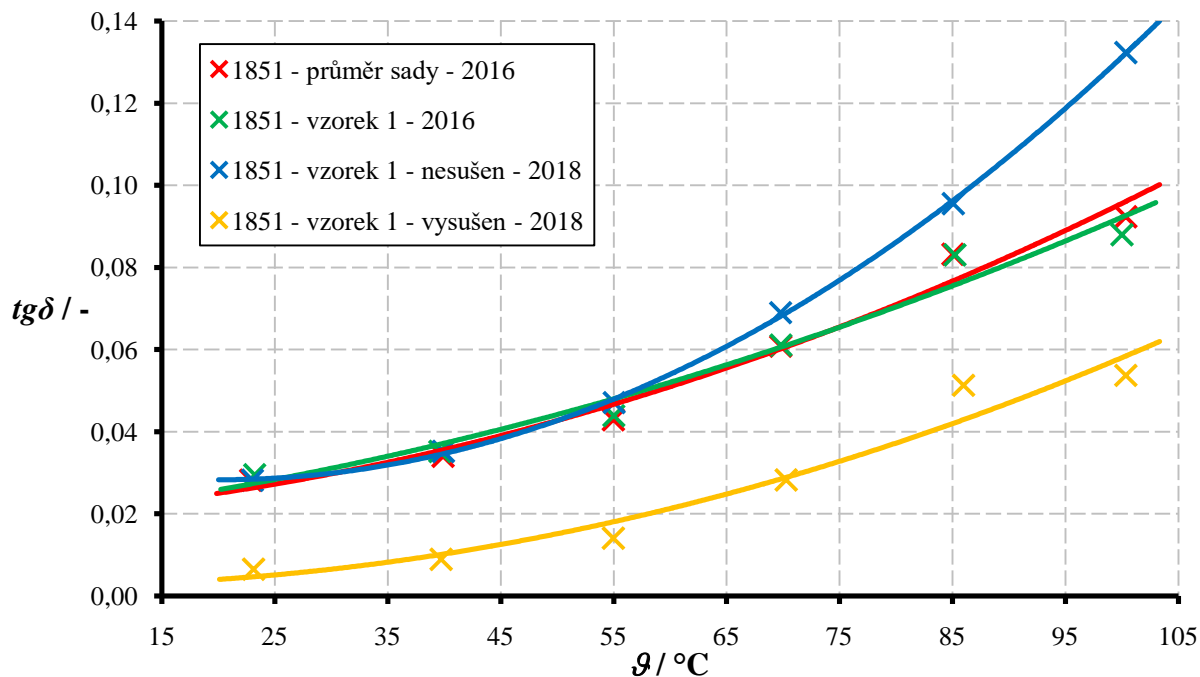
Na Obr. 34 je graficky porovnána závislost relativní permitivity epoxidové sady 1851 na teplotě změřená při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz před dvěma lety (roku 2016) a nyní (v roce 2018). Červenou barvou jsou označeny průměrné hodnoty naměřené na všech pěti vzorcích dané epoxidové sady začátkem roku 2016. Zelenou barvou jsou označeny hodnoty naměřené na konkrétním vzorku 1 počátkem roku 2016. Modrá barva znázorňuje hodnoty získané opakovaným měřením na vzorku 1 po uplynutí dvou let (bez vysušení). Žlutá barva je charakteristická pro měření na již zmíněném konkrétním vzorku 1 v roce 2018, ale po vysušení (90 °C, 3 dny). Shodné značení je použito i pro Obr. 35, Obr. 36 a Obr. 37.



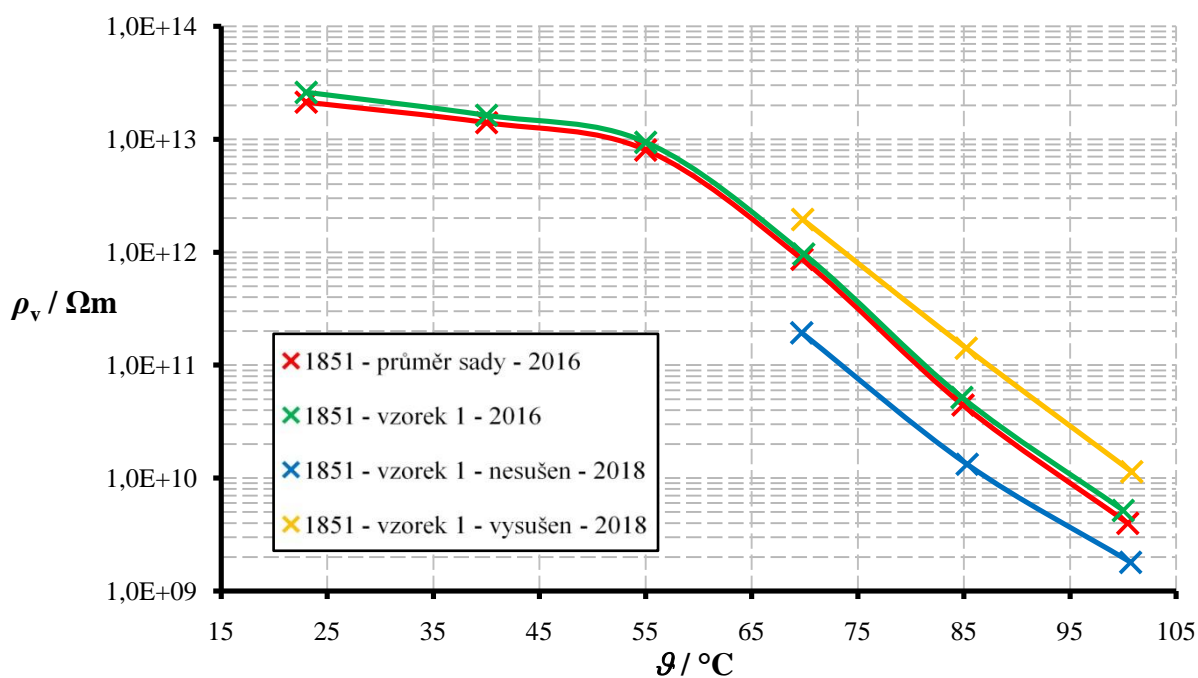
Obr. 34: Závislost relativní permitivity na teplotě epoxidové sady 1851 při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz

Z grafu na Obr. 34 lze vidět, že relativní permitivita epoxidových hmot exponenciálně roste v závislosti na teplotě. V uvedeném teplotním rozsahu dosahuje nejnižších hodnot relativní permitivity (3,9 - 5,2) vzorek 1 epoxidové sady 1851 po vysušení (označen žlutě). Významnou roli zde hraje vlhkost. Pryskyřice mohou absorbovat vodu až do několika procent své vlastní váhy, jsou velmi citlivé na vlhko. Absorpce vody způsobuje změny v materiálu a vede ke zhoršení dielektrických vlastností, jev je podrobněji popsán v článku [12]. Zhoršení elektroizolačních vlastností (vyšší ztrátový činitel, nižší vnitřní rezistivita) je možné

pozorovat také na Obr. 35 a Obr. 36. Epoxidy uskladněné za běžných podmínek (při teplotě 20 - 25 °C a relativní vlhkosti 30 - 50 %) navlhají, následkem toho se zvyšující se teplotou strmě stoupá ztrátový činitel (při 100 °C je roven 0,13) a výrazně klesá hodnota vnitřní rezistivity (v grafu modrá barva). Odlišných výsledků bylo dosaženo po vysušení daného vzorku (žlutá barva), ztrátový činitel se v celém teplotním rozsahu (23 ±1 - 100 °C) snížil z původních 0,03 - 0,13 na 0,01 - 0,05 a vnitřní rezistivita se zvýšila téměř o řád.



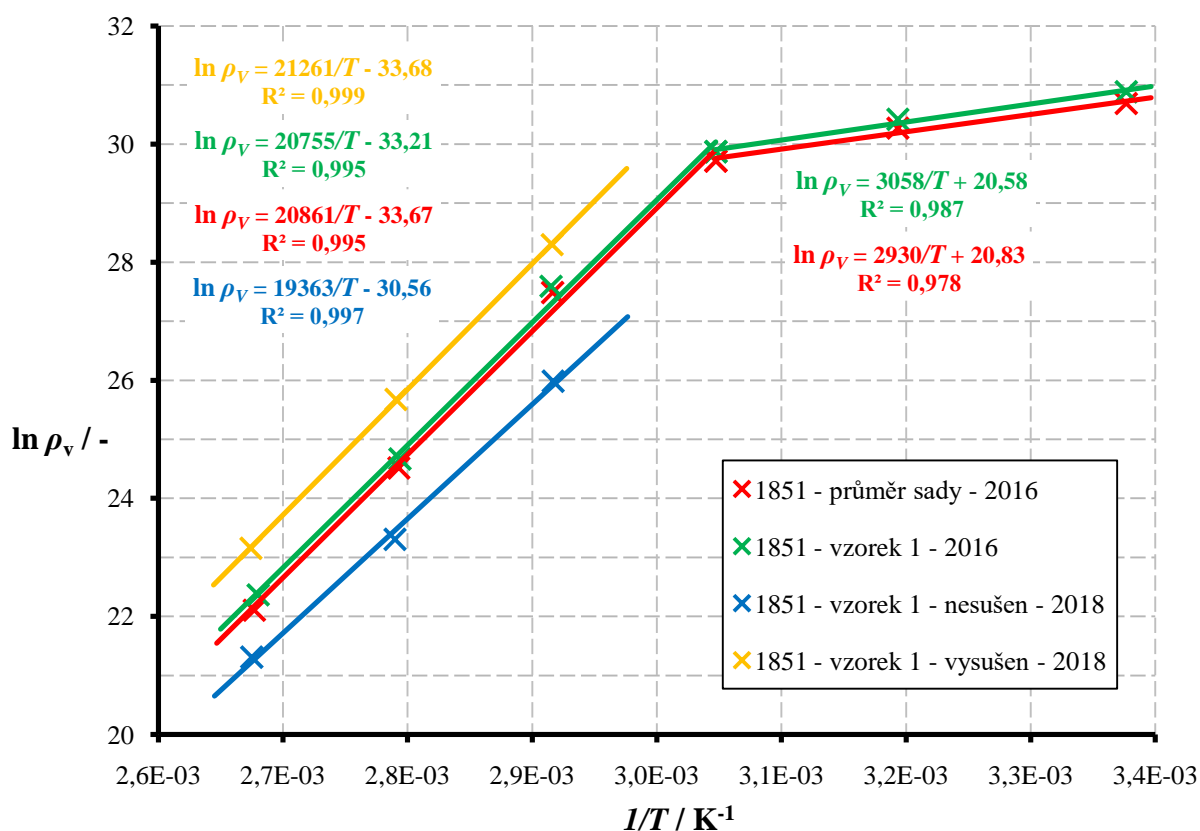
Obr. 35: Závislost ztrátového činitele na teplotě epoxidové sady 1851 při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz



Obr. 36: Závislost vnitřní rezistivity na teplotě epoxidové sady 1851 při stejnosměrném napětí 1000 V

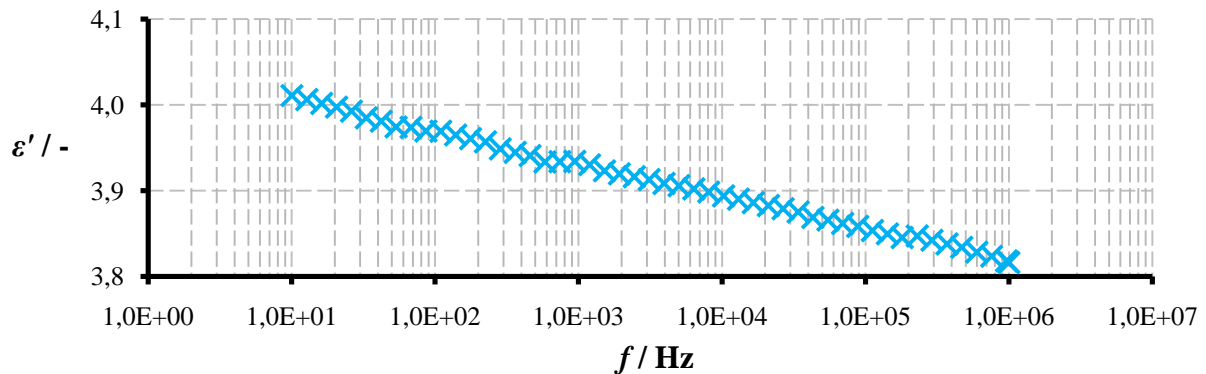
Závislost vnitřní rezistivity na teplotě měřená v čase 60 sekund při stejnosměrném napětí 1000 V je zobrazena na Obr. 36. Vnitřní rezistivita vykazuje klesající trend se zvyšující se teplotou, při pokojové teplotě 23 ± 1 °C nabývá hodnot řádově 10^{13} Ωm a při 100 °C je rovna řádově 10^9 Ωm. V okolí teplot 55 - 60 °C dochází ke strmějšímu poklesu vnitřní rezistivity. Uvedená změna souvisí s teplotou skelného přechodu (T_g). Struktura polymeru je narušena a epoxidové pryskyřice přechází do kaučukovité fáze. Teplota skelného přechodu byla naměřena v teplotním intervalu 55 - 70 °C pomocí strukturní diagnostické metody (diferenční skenovací kalorimetrie) v laboratořích společnosti ABB v Brně. Shodné výsledky byly potvrzeny rovněž firmou SYNPO a. s. Pardubice.

V technické praxi se používá zobrazení v souřadnicovém systému $\ln \rho_V$ vs. $1/T$ (viz Obr. 37). Zjištěné závislosti jsou ve sledovaném teplotním rozsahu aproximovány pomocí dvou lineárních funkcí s průsečíkem v oblasti teploty skelného přechodu. Z rovnic těchto funkcí jsou vypočítány v kapitole 2.4.3 materiálové konstanty A , B a aktivační energie W . Dále jsou v grafu na Obr. 37 zobrazeny hodnoty koeficientů determinace, které udávají spolehlivost, s jakou se naměřený bod nachází na spojnici trendu. Koeficient může nabývat hodnot od 0 do 1, čím je blíže 1, tím je matematická aproximace naměřených údajů přesnější. Z hodnot koeficientů determinace (0,97 - 1,00) je zřejmé, že naměřená data se shodují s aproximovanými funkcemi.

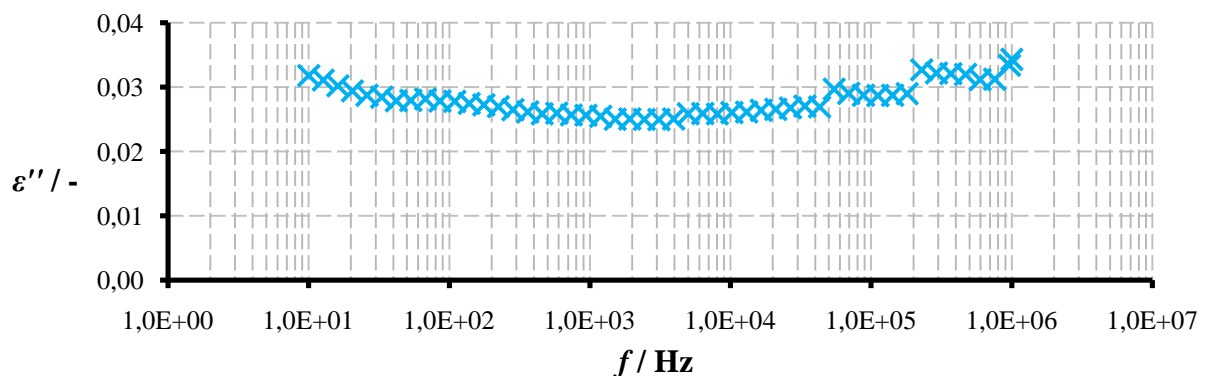


Obr. 37: Závislost přirozeného logaritmu vnitřní rezistivity na reciproké hodnotě termodynamické teploty epoxidové sady 1851 při stejnosměrném napětí 1000 V

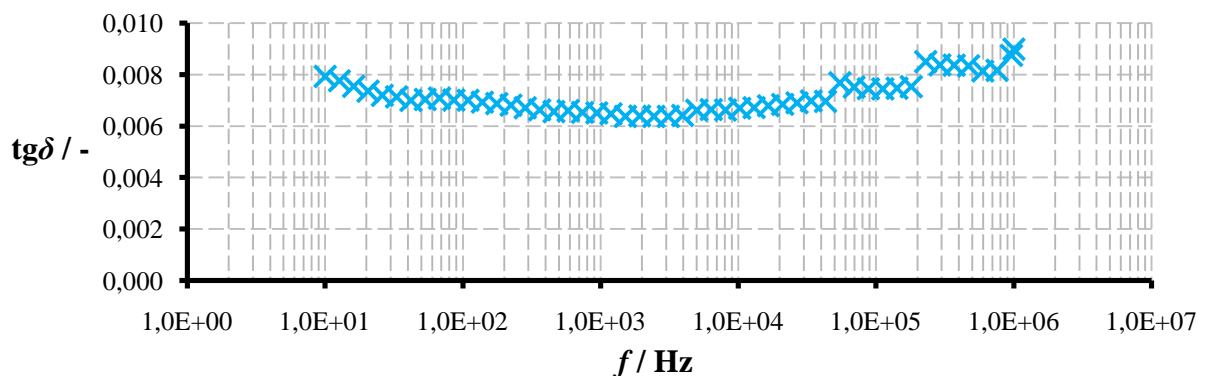
Kmitočtové závislosti reálné a imaginární složky komplexní permitivity a ztrátového činitele měřené při napětí 1 V a teplotě 25 °C jsou uvedeny na Obr. 38, Obr. 39 a Obr. 40. Zobrazené křivky reprezentují střední hodnotu dané veličiny získanou z měření na pěti vybraných vzorcích epoxidové sady 1847. Výsledky měření naznačují polární charakter epoxidových vzorků. Závislost ztrátového čísla a ztrátového činitele je v oblasti vyšších kmitočtů (od 10 kHz) nepravidelná, důvodem je změna měřicího rozsahu přístroje Novocontrol Technologies. V uvedeném kmitočtovém rozsahu (10 Hz - 1 MHz) je relativní permitivita rovna 3,8 - 4,0 a ztrátový činitel nabývá hodnot 0,006 - 0,010.



Obr. 38: Závislost relativní permitivity na kmitočtu epoxidové sady 1847 při napětí 1 V a teplotě 25 °C

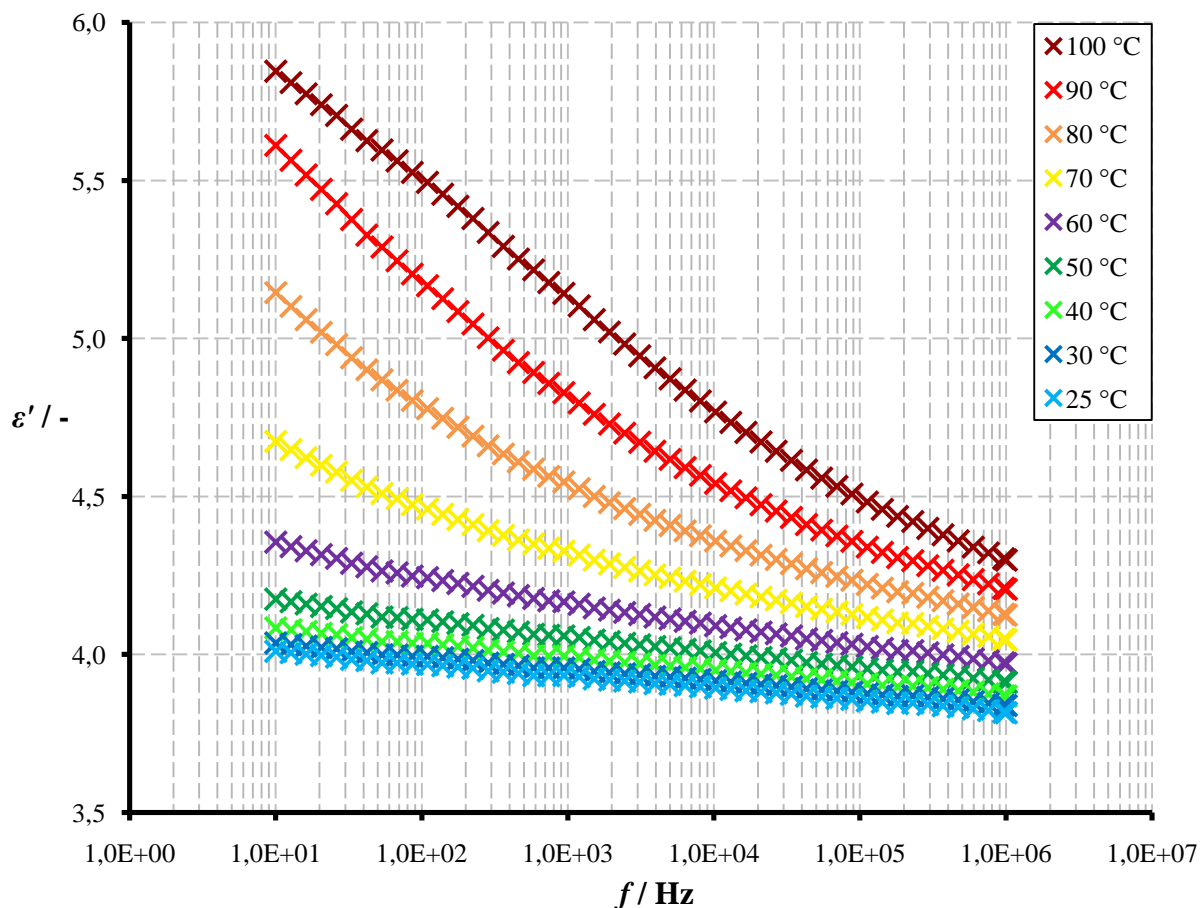


Obr. 39: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu epoxidové sady 1847 při napětí 1 V a teplotě 25 °C



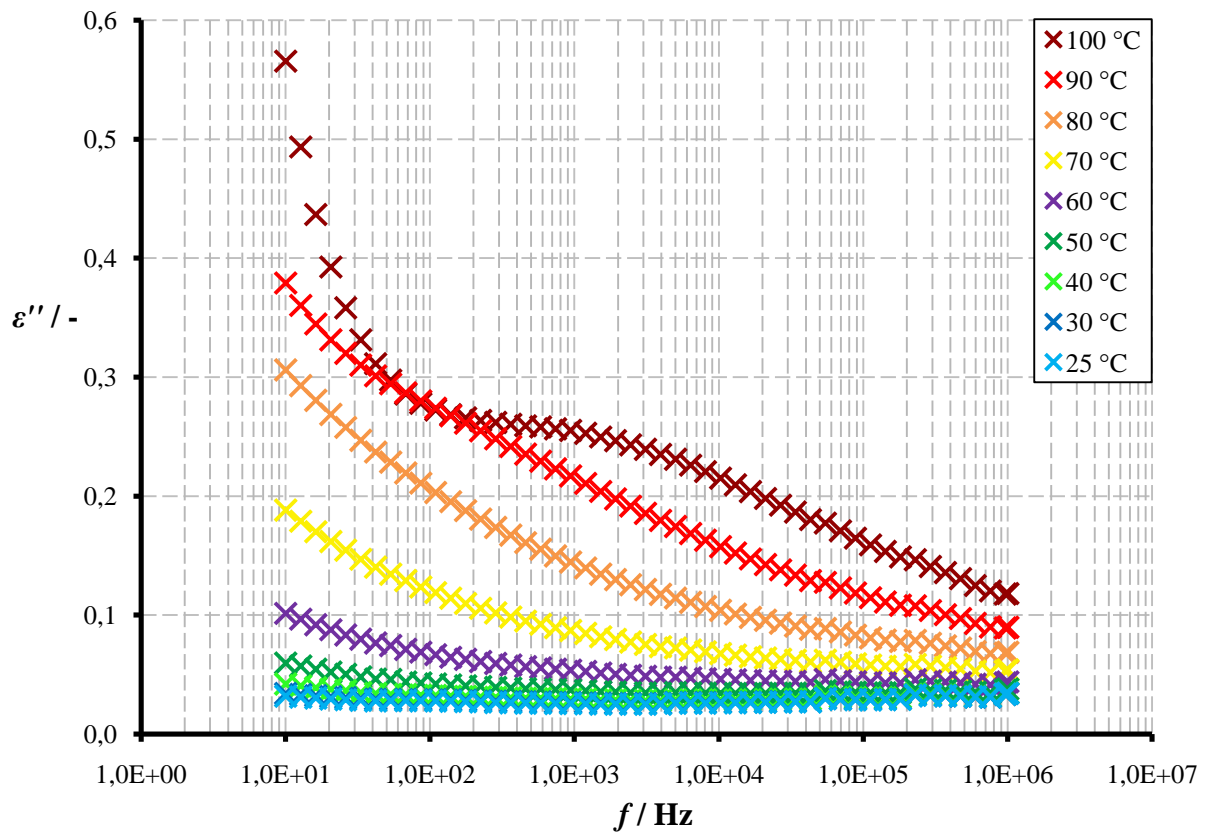
Obr. 40: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu epoxidové sady 1847 při napětí 1 V a teplotě 25 °C

Grafické závislosti relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele epoxidové sady 1847 na kmitočtu měřené při napětí 1 V, na kmitočtovém rozsahu od 10 Hz do 1 MHz a pro teploty 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 a 100 °C jsou zobrazeny na Obr. 41, Obr. 42 a Obr. 43. Z obrázků je vidět, že se snižujícím se kmitočtem a rostoucí teplotou se zvyšují hodnoty složek komplexní permitivity i ztrátového činitele. Relativní permitivita dosahuje v celém teplotním rozsahu (25 - 100 °C) při kmitočtu 10 Hz hodnot v rozmezí od 4,0 do 5,8 a při kmitočtu 1 MHz je rovna od 3,8 do 4,3. Shodné grafické závislosti pro ostatní epoxidové sady (1848, 1849, 1850 a 1851) jsou zobrazeny v příloze 7 - 10.

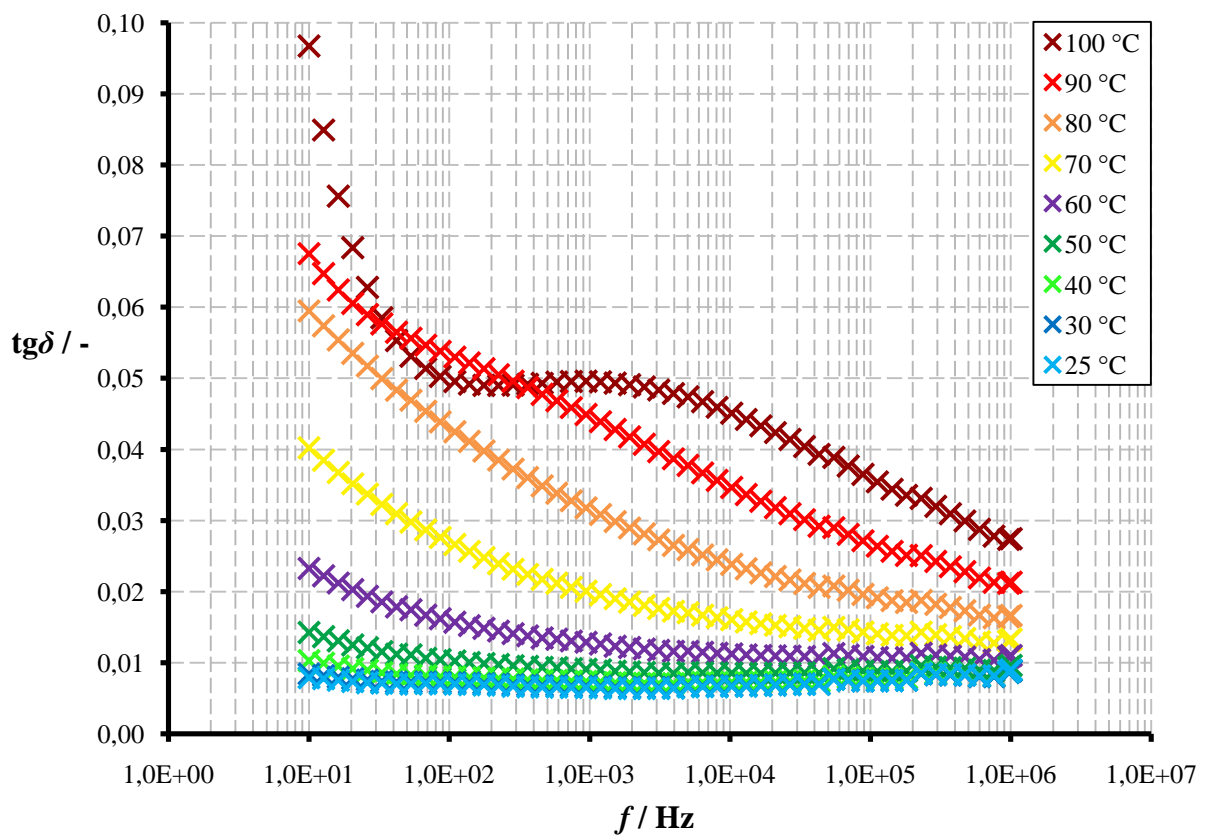


Obr. 41: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1847 při napětí 1 V

Při teplotě 90 - 100 °C je možné pozorovat u závislosti ztrátového čísla či ztrátového činitele změnu trendu křivky (viz Obr. 42 a Obr. 43). Důvodem je, že v dielektriku se začínají uplatňovat kromě ztrát vodivostních i ztráty polarizační. Vodivostní ztráty se vyskytují u všech typů dielektrik, závisí na vnitřní a povrchové vodivosti dielektrika. Polarizační ztráty jsou ovlivněny druhem polarizace a jsou značně závislé na teplotě a kmitočtu.

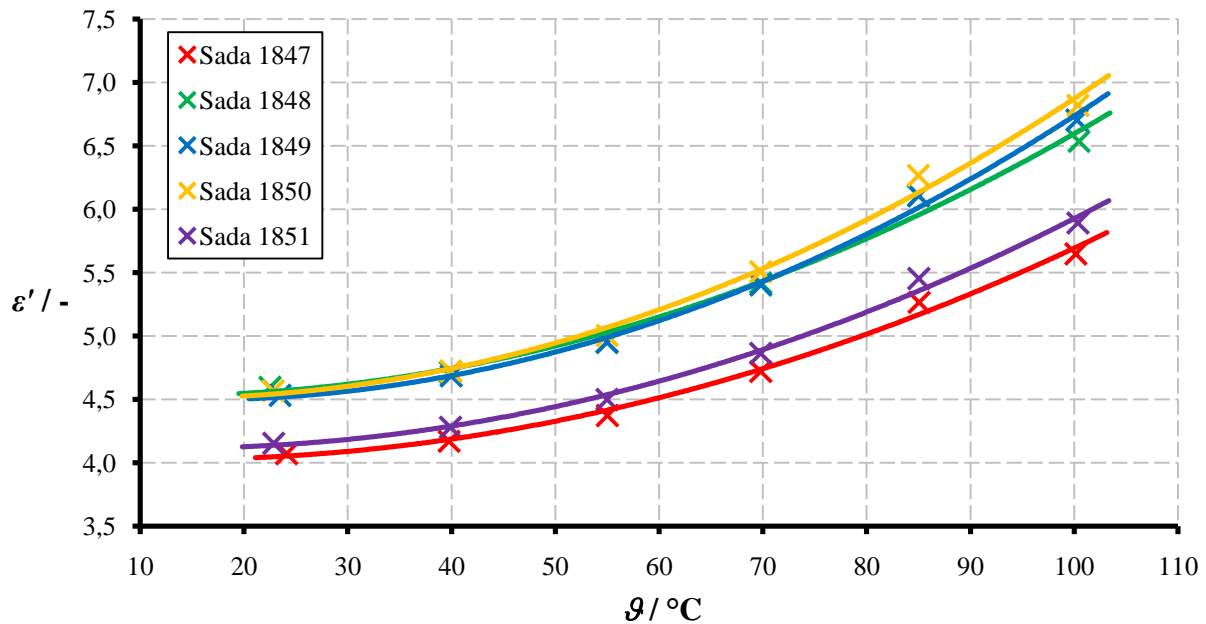


Obr. 42: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1847 při napětí 1 V

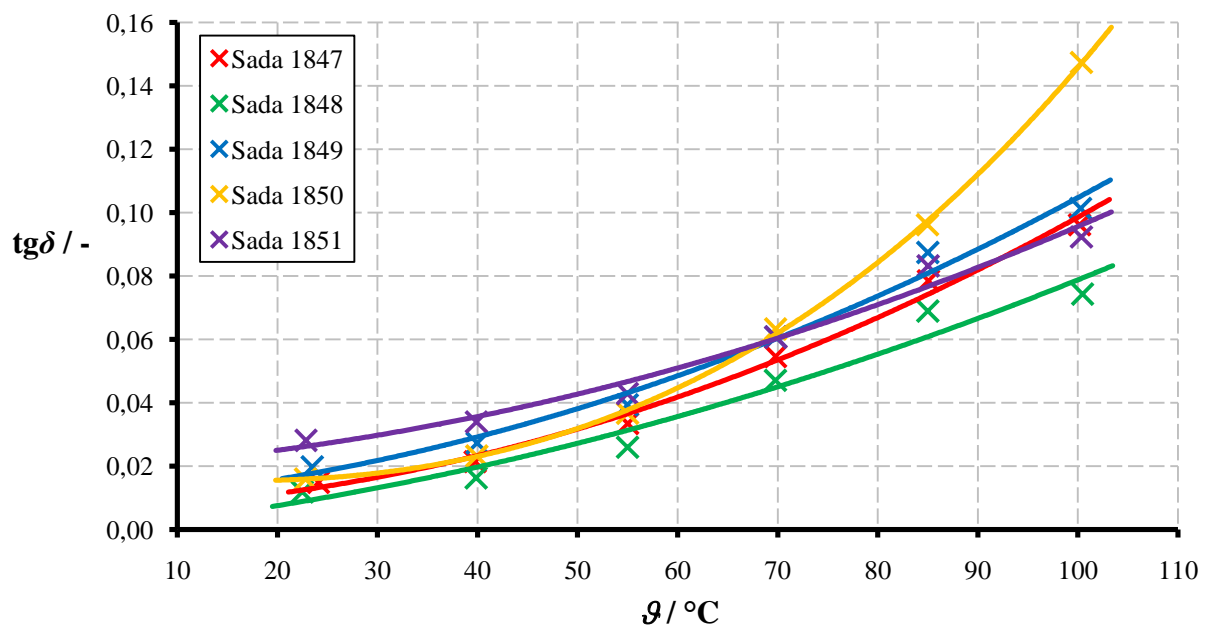


Obr. 43: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1847 při napětí 1 V

Součástí experimentální činnosti je také porovnání výše zmíněných zařízení - dielektrického analyzátoru Tettex 2830/2831 a impedančního analyzátoru Novocontrol Technologies. Měření relativní permitivity a ztrátového činitele v závislosti na teplotě probíhalo při pracovním napětí 500 V (pro Tettex 2830/2831) a 1 V (pro Novocontrol Technologies), při síťovém kmitočtu 50 Hz a v rozmezí teplot 25 - 100 °C. Grafické závislosti jsou pro jednotlivé přístroje zobrazeny na Obr. 44, Obr. 45, Obr. 46 a Obr. 47. Měření probíhalo dle normy ČSN IEC 250. Naměřené hodnoty na přístroji Tettex 2830/2831 jsou převzaty z bakalářské práce [6].

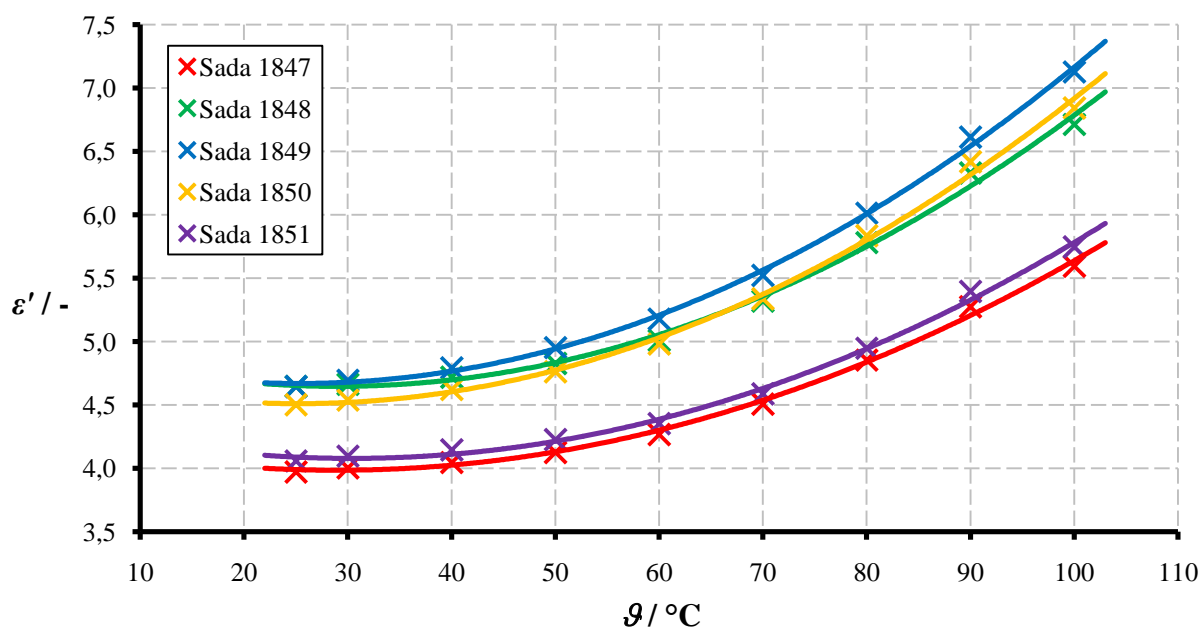


Obr. 44: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz - Tettex 2830/2831

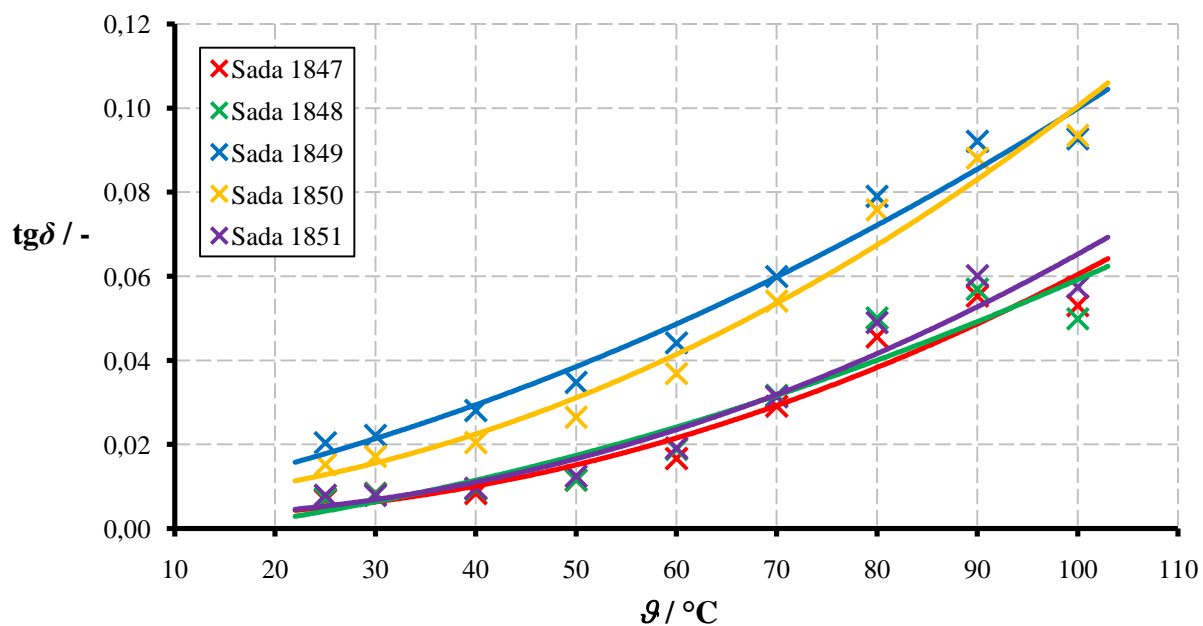


Obr. 45: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz - Tettex 2830/2831

Jak již bylo řečeno, reálná složka komplexní permitivity ani ztrátový činitel nejsou závislé na přiloženém napětí (kontrolně měřeno do 2000 V). Bez tohoto zjištění by příslušná měření na různých zařízeních s odlišným rozsahem napětí nebylo možné porovnat.



Obr. 46: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 1 V a kmitočtu 50 Hz - Novocontrol Technologies



Obr. 47: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 1 V a kmitočtu 50 Hz - Novocontrol Technologies

K výše uvedeným přístrojům byly vytvořeny návody pro obsluhu podrobně popisující ovládání a nastavení měření. Návody jsou k nahlédnutí v příloze 1 a příloze 2. Porovnání výsledků je rovněž vyhodnoceno v příloze 11, kde jsou naměřené hodnoty obou přístrojů zobrazeny v jednom grafu.

2.4 Matematické výpočty

Kapitola se zabývá matematickými výpočty měřených veličin. Ukázky vypočítaných hodnot vždy odpovídají příslušným hodnotám z prvního řádku tabulky.

2.4.1 Výpočet relativní permitivity

Reálná část komplexní permitivity ε' se určí ze vztahu (5):

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0} = \frac{3,52 \cdot 10^{-11}}{8,38 \cdot 10^{-12}} = 4,20, \quad (30)$$

kde C_x je naměřená kapacita a C_0 je tzv. geometrická kapacita elektrodového systému, která se vypočítá podle vzorce:

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} = \varepsilon_0 \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h} \quad (31)$$

$$C_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \frac{\pi(49,5 \cdot 10^{-3} + 1 \cdot 1 \cdot 10^{-3})^2}{4 \cdot 2,116 \cdot 10^{-3}} = 8,38 \cdot 10^{-12} \text{ F},$$

kde ε_0 je permitivita vakua, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody, D_1 je průměr měřicí elektrody ($D_1 = 49,5$ mm), c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou ($c = 1$ mm), h je tloušťka vzorku a B je součinitel elektrodového systému ($B = 1$).

Vypočítané hodnoty relativní permitivity a naměřené hodnoty ztrátového činitele epoxidových vzorků při teplotě 23 ± 1 °C jsou uvedeny v Tab. 6. Identické tabulky pro ostatní měřené teploty (40, 55, 70, 85 a 100 °C) jsou v příloze 5.

Tab. 6: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 23 ± 1 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1851 - průměr sady - 2016	2,116E-03	8,38E-12	3,52E-11	4,20	0,028
1851 - vzorek 1 - 2016	1,825E-03	9,71E-12	4,02E-11	4,14	0,030
1851 - vzorek 1 - nesusen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	4,01E-11	4,13	0,028
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	3,76E-11	3,87	0,007

2.4.2 Výpočet vnitřní rezistivity

Výpočet vnitřní rezistivity se převádí na měření vnitřního odporu R_v , který je dán poměrem přiloženého napětí U a protékajícího proudu I_{nab} vzorkem umístěným mezi měřicí a napěťovou elektrodou. Hodnota nabíjecího proudu je odečtena po 60 s měření dle normy ČSN IEC 93.

$$R_v = \frac{U}{I_{nab}} = \frac{1000}{4,426 \cdot 10^{-11}} = 2,26 \cdot 10^{13} \Omega \quad (32)$$

Vnitřní rezistivita ρ_v je vyjádřena ze vztahu (16):

$$\rho_v = R_v \frac{S_{ef}}{h} = R_v \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h} \quad (33)$$

$$\rho_v = 2,26 \cdot 10^{13} \frac{\pi(50 \cdot 10^{-3} + 0 \cdot 10 \cdot 10^{-3})^2}{4 \cdot 2,116 \cdot 10^{-3}} = 2,1 \cdot 10^{13} \Omega \text{m},$$

kde R_v je vnitřní odpor, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody, D_1 je průměr měřicí elektrody (pro Agilent $D_1 = 50$ mm, pro Tettex $D_1 = 49,5$ mm), c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou (pro Agilent $c = 10$ mm, pro Tettex $c = 1$ mm), h je tloušťka vzorku a B je součinitel elektrodového systému (pro Agilent $B = 0$, pro Tettex $B = 1$).

Vypočítané hodnoty vnitřní rezistivity epoxidových vzorků při teplotě 23 ± 1 °C jsou zobrazeny v Tab. 7. Identické tabulky pro ostatní měřené teploty (40, 55, 70, 85 a 100 °C) jsou v příloze 6.

Tab. 7: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 23 ± 1 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega\text{m}$
1851 - průměr sady - 2016	1000	4,426E-11	2,116E-03	2,26E+13	2,1E+13
1851 - vzorek 1 - 2016	1000	4,147E-11	1,825E-03	2,41E+13	2,6E+13
1851 - vzorek 1 - nesušen - 2018	Mimo rozsah přístroje				
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018					

2.4.3 Výpočet materiálových konstant a aktivační energie

Vnitřní rezistivita je dána vztahem:

$$\rho_v = A \cdot e^{\frac{B}{T}}, \quad (34)$$

kde A , B jsou materiálové konstanty a T je termodynamická teplota.

Po zlogaritmování rovnice (34) dostaneme výraz:

$$\ln \rho_v = \ln A + \frac{B}{T}, \quad (35)$$

který představuje obecnou rovnici přímky se směrnici B a absolutním členem $\ln A$. Přiřazením číselných hodnot k uvedeným členům z aproximovaných rovnic zobrazených na Obr. 37 se získají materiálové konstanty charakterizující epoxidové materiály:

$$\ln A = 20,83$$

$$A = e^{20,83} = 1,1 \cdot 10^9 \text{ } \Omega\text{m}$$

$$B = 2930 \text{ K}$$

Z materiálové konstanty B lze vypočítat aktivační energii W :

$$W = k \cdot N_A \cdot B = 1,38 \cdot 10^{-23} \cdot 6,022 \cdot 10^{23} \cdot 2930 = 2,4 \cdot 10^4 \text{ Jmol}^{-1}, \quad (36)$$

kde k je Boltzmannova konstanta a N_A je Avogadrova konstanta. Aktivační energie je minimální energie molekul nutná k nástupu chemické reakce při jejich vzájemné srážce.

Vypočítané hodnoty materiálových konstant a aktivačních energií epoxidových vzorků jsou uvedeny v Tab. 8.

Tab. 8: Hodnoty materiálových konstant a aktivační energie

Vzorek	Teplota do 55 °C			Teplota od 55 °C		
	$A / \Omega\text{m}$	B / K	W / Jmol^{-1}	$A / \Omega\text{m}$	B / K	W / Jmol^{-1}
1851 - průměr sady - 2016	1,1E+09	2930	2,4E+04	2,4E-15	20861	1,7E+05
1851 - vzorek 1 - 2016	8,7E+08	3058	2,5E+04	3,8E-15	20755	1,7E+05
1851 - vzorek 1 - nesušen - 2018	Mimo rozsah přístroje			5,3E-14	19363	1,6E+05
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018				2,4E-15	21261	1,8E+05

Elektrická vodivost polymerů je silně závislá na jejich čistotě a stupni polárnosti. V nepolárních makromolekulárních látkách je elektrická vodivost způsobena nečistotami a příměsemi iontového charakteru, které mohou disociovat na ionty. V případě polárních makromolekulárních izolantů se uplatňují kromě nečistot a příměsí i disociované molekuly vlastního izolantu.

Velmi citlivá je elektrická vodivost také na přítomnost vody, což se nejvýrazněji projevuje převážně u navlhavých materiálů. S tím souvisí zhoršení izolačních vlastností při použití některých druhů plniv. Dále může vodivost záviset i na intenzitě elektrického pole. V silných elektrických polích dochází k odklonu od Ohmova zákona a konduktivita se stává funkcí intenzity elektrického pole.

V oblasti nižších teplot je vodivost závislá především na koncentraci příměsí a nečistot (příměsová vodivost) a aktivační energie W dosahuje menších hodnot. Zatímco v oblasti vyšších teplot se jedná o mechanismus vodivosti způsobený disociovanými molekulami vlastního izolantu (vlastní vodivost) a aktivační energie W bývá v tomto úseku mnohem větší. Ke skokové změně elektrické vodivosti dochází v oblasti teploty skelného přechodu T_g . [14]

2.4.4 Výpočet polarizačních indexů

Jednominutový polarizační index p_{i60} je dán vztahem:

$$p_{i60} = \frac{i_{15}}{i_{60}} = \frac{1,758 \cdot 10^{-10}}{6,267 \cdot 10^{-11}} = 2,81 \quad (37)$$

kde i_{15} je nabíjecí proud naměřený v 15 sekundách a i_{60} je nabíjecí proud naměřený v 60 sekundách.

Naměřené hodnoty nabíjecího proudu protékajícího vzorkem umístěným mezi měřicí a napěťovou elektrodou a vypočítané hodnoty polarizačních indexů při pokojové teplotě 23 ± 1 °C a přiloženém napětí 1000 V jsou zobrazeny pro jednotlivé epoxidové sady v Tab. 9.

Tab. 9: Hodnoty polarizačních indexů epoxidových vzorků při teplotě 23 ± 1 °C

Sada vzorků	i_{15} / A	i_{60} / A	$p_{i60} / -$
1847	1,758E-10	6,267E-11	2,81
1848	1,215E-10	4,062E-11	2,99
1849	1,433E-10	4,417E-11	3,24
1850	2,044E-10	7,192E-11	2,84
1851	1,311E-10	4,336E-11	3,02

U suchých a nepoškozených materiálů je jednominutový polarizační index p_{i60} výrazně větší než jedna. Pro kvalitní izolanty dosahuje hodnot přibližně od 3 do 6. Naopak u vlhkých, znečištěných nebo jinak degradovaných izolací se hodnota polarizačního indexu blíží jedné. Polarizační indexy jsou značně závislé také na teplotě měřené izolace (se zvyšující se teplotou hodnota polarizačního indexu klesá) a na velikosti přiloženého napětí (čím vyšší hodnota napětí, tím je polarizační index menší). [14][23]

3 ZÁVĚR

V teoretické části diplomové práce byla provedena rešerše pojednávající o vlastnostech, složení, výrobě, možnostech vytvrzení a současném výzkumu v oblasti epoxidových pryskyřic. Dále bylo v práci popsáno chování polymerů v elektrickém poli a uvedeny metody měření základních elektrických veličin, jako jsou relativní permitivita, ztrátový činitel či vnitřní rezistivita.

Praktická část byla zaměřena na několik experimentů. Prvním z nich bylo opakované měření teplotních závislostí epoxidových materiálů na dielektrickém analyzátoru Tettex 2830/2831 ve spojení s měřicím přípravkem Tettex 2914. Výsledky měření jsou graficky porovnány s výsledky naměřenými před dvěma lety při vypracovávání bakalářské práce. Další experiment se zabýval proměřením kmitočtových závislostí reálné a imaginární složky komplexní permitivity a ztrátového činitele pro vybrané hodnoty teplot na impedančním analyzátoru Novocontrol Technologies. Závěrem praktické části bylo porovnání naměřených hodnot na výše zmíněných přístrojích a vytvoření uživatelských návodů, které podrobně popisují ovládání a nastavení parametrů měření.

Připraveno bylo pět sad vzorků kompozitních epoxidových pryskyřic CHS-EPODUR 494 1667 s různým typem mikromletých křemenných písků jako plnivem (pracovně označeny čísly 1847 - 1851). Vzorky byly odlity ve spolupráci s firmou SYNPO a.s. Pardubice. Stanovení hodnot elektrických materiálových veličin těchto vzorků proběhlo ve školních laboratořích diagnostických metod dle norem ČSN IEC 250 a ČSN IEC 93. Naměřené hodnoty byly matematicky aproximovány vhodnými funkcemi.

Po dvou letech bylo provedeno kontrolní měření teplotních závislostí relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity na výchozí epoxidové sadě 1851 (s mikromletým křemenným pískem ST6 od firmy Sklopísek Střeleč jako plnivem). Vzorky byly uschovány za běžných podmínek, při pokojové teplotě 20 - 25 °C a relativní vlhkosti 30 - 50 %. Výsledky experimentu ukázaly, že došlo ke změně elektrických vlastností - nárůstu relativní permitivity, zvýšení ztrátového činitele a snížení vnitřní rezistivity. Měření bylo provedeno za srovnatelných podmínek a ke změnám tedy došlo pravděpodobně změnou vnitřní struktury - vlivem stárnutí.

Významnou roli hraje v oblasti elektroizolačních materiálů absorbovaná vlhkost. Epoxidové pryskyřice mohou absorbovat vodu až do několika procent své vlastní váhy, jsou velmi citlivé na vlhko. Absorpce vody způsobuje změny v materiálu a vede ke zhoršení dielektrických vlastností. Důsledkem je nárůst relativní permitivity, zvýšení ztrátového činitele a pokles vnitřní rezistivity. Po vysušení daného vzorku (90 °C, 3 dny) se ztrátový činitel v celém teplotním rozsahu (23 ± 1 - 100 °C) snížil z původních 0,03 - 0,13 na 0,01 - 0,05 a vnitřní rezistivita se zvýšila téměř o řád (viz Obr. 35 a Obr. 36).

Kmitočtové závislosti relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele byly zkoumány na zařízení Novocontrol Technologies. Měření probíhalo při pracovním napětí 1 V, v kmitočtovém rozsahu od 10 Hz do 1 MHz a pro teploty v rozmezí 25 - 100 °C. Výsledky měření potvrzují polární charakter epoxidových vzorků. Z grafických závislostí je patrné, že se snižujícím se kmitočtem a rostoucí teplotou se zvyšují hodnoty složek komplexní permitivity i ztrátového činitele. V uvedeném kmitočtovém rozsahu dosahují nejnižších hodnot relativní permitivity epoxidové pryskyřice s plnivem Silbond 126EST (sada 1847) a nejvyšších hodnot epoxidy s přidanými plnivem ST6 od české firmy Sklopísek Střeleč a Apyral 2E od německé firmy Nabaltec (sada 1849). Z provedené experimentální činnosti vyplývá, že všechny analyzované epoxidové materiály vykazují velmi dobré elektroizolační vlastnosti pro danou oblast použití. Tomu odpovídají i vypočítané jednodinutové polarizační indexy, které se nachází v rozsahu hodnot 2,8 - 3,2. Nejlepších elektrických vlastností (malý ztrátový činitel) je dosaženo u epoxidových pryskyřic s přidaným plnivem Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST (sada 1848) a naopak nejhorší výsledky jsou naměřeny pro epoxidy s plnivem Silbond 126EST a Hydrafil Trefil 744-300EST (sada 1850). Nejpoužívanější v technické praxi jsou epoxidové pryskyřice s přidaným mikromletým křemenným pískem ST6 od firmy Sklopísek Střeleč (sada 1851). Naměřené údaje těchto epoxidových vzorků dosahují průměrných hodnot.

Součástí praktické části je také porovnání výše zmíněných přístrojů - dielektrického analyzátoru Tettex 2830/2831 a impedančního analyzátoru Novocontrol Technologies. Měření relativní permitivity a ztrátového činitele v závislosti na teplotě probíhalo při pracovním napětí 500 V (pro Tettex 2830/2831) a 1 V (pro Novocontrol Technologies), při síťovém kmitočtu 50 Hz a v rozmezí teplot 25 - 100 °C. Relativní permitivita ani ztrátový činitel nejsou za daných podmínek (při teplotě 23 ± 1 °C a kmitočtu 50 Hz) závislé na přiloženém napětí (kontrolně měřeno do 2000 V). Bez tohoto zjištění by analyzátory nebylo možné porovnat, protože pracují na zcela jiných napěťových rozsazích. Naměřená data z obou zařízení se až na výjimky shodují a můžeme je považovat za odpovídající si.

Budoucí výzkumná činnost by se mohla věnovat degradačním jevům kompozitních epoxidových pryskyřic, pro kterou by byly získané výsledky zajímavým vstupem.

LITERATURA

- [1] LIDAŘÍK, Miloslav. *Epoxidové pryskyřice*. Třetí, přepracované a rozšířené vydání. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1983. Makromolekulární látky. 729 s.
- [2] ŠKEŘÍK, Jan. *Plasty v elektrotechnice a elektronice*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1991. 514 s. ISBN 80-03-00657-0.
- [3] DOLEŽAL, Vladimír. *Plastické hmoty*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1977. 385 s.
- [4] HAVLÍČEK, V., OSTEN, M., ŠŇUPÁREK, J. *Přehled plastických hmot*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1959. 405 s.
- [5] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Druhé přepracované vydání. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2006. 280 s. ISBN 80-7080-617-6.
- [6] HORÁK, Luděk. *Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různorodými plnivými*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav elektrotechnologie, 2016. 59 s.
- [7] MLEZIVA, J. a ŠŇUPÁREK, J. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. Druhé přepracované vydání. Praha: Sobotáles, 2000. 537 s. ISBN 80-85920-72-7.
- [8] MALÝ, Z. a SIMERSKÝ, M. *Elektrotechnologie, elektrotechnické materiály*. Druhé, nezměněné vydání. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1985. 339 s.
- [9] MLEZIVA, J. a KÁLAL, J. *Základy makromolekulární chemie*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1986. 380 s.
- [10] NICHOLSON, John W. *The chemistry of polymers*. Third edition. Cambridge, UK: RSC Publishing, 2006. 177 s. ISBN 0-85404-684-4.
- [11] IMAI, T., SAWA, F., NAKANO, T., OZAKI, T., SHIMIZU, T., KOZAKO, M., TANAKA, T. *Effects of nano- and micro-filler mixture on electrical insulation properties of epoxy based composites* [online]. IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 2006. [cit. 2017-12-14]. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=1624276>

- [12] HARVÁNEK, L., TOMÁŠKOVÁ, T., SVOBODA, M., MENTLÍK, V. *Composites with nanosilica* [online]. IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM), Sydney, Australia, 2015. [cit. 2017-12-14]. ISBN: 978-1-4799-8903-4. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=7295404>
- [13] HARVÁNEK, L., TOMÁŠKOVÁ, T., MENTLÍK, V., TRNKA, P. *Modification of epoxy resin used in high-voltage technology* [online]. IEEE 16th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE), Kouty nad Desnou, CR, 2015. [cit. 2017-12-14]. ISBN: 978-1-4673-6788-2. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=7161105>
- [14] MENTLÍK, Václav. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - technická literatura, 2006. 235 s. ISBN 80-7300-189-6.
- [15] POLJAK, František. *Dielektriká, izolanty*. Bratislava: Alfa, vydavateľstvo technickej a ekonomickej literatúry, 1983. 169 s.
- [16] ŠAVEL, Josef. *Elektrotechnologie: materiály, technologie a výroba v elektronice a elektrotechnice*. Čtvrté rozšířené vydání. Praha: BEN - technická literatura, 2005. 314 s. ISBN 978-80-7300-190-2.
- [17] ROZSÍVALOVÁ, Z., KŘIVÁK, P., VANĚK, J. *Materiály a technická dokumentace, laboratorní cvičení*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. 83 s.
- [18] JIRÁK, J., AUTRATA, R., LIEDERMANN, K., ROZSÍVALOVÁ, Z., SEDLAŘÍKOVÁ, M. *Materiály a technická dokumentace, materiály v elektrotechnice*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. 128 s.
- [19] LIEDERMANN, K., POLSTEROVÁ, H., ROZSÍVALOVÁ, Z. *Klimatotechnologie*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. 71 s.
- [20] POLSTEROVÁ, Helena. *Základy spolehlivosti elektrotechnických výrob*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. 127 s.
- [21] ČSN IEC 250. *Doporučené postupy ke stanovení permitivity a ztrátového činitele elektroizolačních materiálů při průmyslových, akustických a rozhlasových kmitočtech včetně metrových vlnových délek*. Praha: Český normalizační institut, 1997. 30 s.

- [22] ČSN IEC 93 *Metody měření vnitřní rezistivity a povrchové rezistivity tuhých elektroizolačních materiálů*. Praha: Český normalizační institut, 1993. 17 s.
- [23] PAVLÍK, Josef. *Vybrané problémy z diagnostiky izolačních systémů točivých elektrických strojů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 181 s. Vedoucí disertační práce doc. Ing. Miloš Hammer, CSc.
- [24] *Operating Instructions - Tettex 2830/2831 Precision Oil and Solid Dielectric Analyzer* [online]. Version 2.0. Switzerland: Haefely Test AG, 2013. 114 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <https://update.haefely.com/CT2830/>
- [25] *Operating Instructions - Tettex 2914 Test Cell for Solid Insulating Materials* [online]. Version 1.0. Switzerland: Haefely Test AG, 2012. 26 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <http://www.haefely-hipotronics.com/products/product/2914-solid-test-cell/>
- [26] *Agilent 4339B/4349B High Resistance Meters - Technical Overview* [online]. USA: Agilent Technologies, April 2008. 8 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000860%3Aepsg%3Apro-pn-4339B/high-resistance-meter-dc?cc=CZ&lc=eng>
- [27] *Agilent 16008B Resistivity Cell - Operation and Service Manual* [online]. Malajsie: Agilent Technologies, March 2000. 50 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000044%3Aepsg%3Apro-pn-16008B/resistivity-cell?cc=US&lc=eng>
- [28] *Brochure on Concept systems - Top Class Broadband Dielectric Spectrometers* [online]. Germany: Novocontrol Technologies GmbH & Co. KG, 2014. 2 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: https://www.novocontrol.de/php/turn_key_10_90.php
- [29] *Quick manual - Concept 80, Concept 50, Concept 40* [online]. Germany: Novocontrol Technologies GmbH & Co. KG, 2014. 22 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <https://www.novocontrol.de>
- [30] *User's manual - Alpha-A High Resolution Dielectric, Conductivity, Impedance and Gain Phase Modular Measurement System* [online]. Germany: Novocontrol Technologies GmbH & Co. KG, 2014. 184 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <https://www.novocontrol.de>
- [31] *Owner's manual - Quatro Cryosystem 6.5* [online]. Germany: Novocontrol Technologies GmbH & Co. KG, 2014. 109 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <https://www.novocontrol.de>

[32] *User's manual - WinDETA 5.85* [online]. Germany: Novocontrol Technologies GmbH & Co. KG, 2014. 402 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <https://www.novocontrol.de>

[33] *Návod k použití - Horkovzdušný sterilizátor STERICELL 22, 55, 111, 222, 222/2, 404, 404/2* [online]. Brno: BMT Medical Technology s.r.o., 2008. 25 s. [cit. 2018-05-01] Dostupné z: <http://www.bmt.cz/stericell-1111403>

SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

A	(Ωm)	materiálová konstanta
B	(K)	materiálová konstanta
B	(-)	součinitel elektrodového systému
c	(m)	vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou
C_0, C_x	(F)	geometrická kapacita, změřená kapacita vzorku
D_1	(m)	průměr měřicí elektrody
\vec{D}_0, \vec{D}	(Cm^{-2})	elektrická indukce ve vakuu, elektrická indukce
\vec{E}	(Vm^{-1})	intenzita elektrického pole
f	(Hz)	kmitočet
h	(m)	tloušťka vzorku
I	(A)	elektrický proud
k	(JK^{-1})	Boltzmannova konstanta
N_A	(mol^{-1})	Avogadrova konstanta
O_{ef}	(m)	efektivní obvod měřicí elektrody
\vec{P}	(Cm^{-2})	elektrická polarizace
p_i	(-)	polarizační index
R, R_p, R_v	(Ω)	elektrický odpor, povrchový odpor, vnitřní odpor
S_{ef}	(m^2)	efektivní plocha měřicí elektrody
T	(K)	termodynamická teplota
T_g	(K)	teplota skelného přechodu
$\text{tg}\delta$	(-)	ztrátový činitel
U	(V)	elektrické napětí
W	(Jmol^{-1})	aktivační energie
α, β	(-)	distribuční parametry
ε_0	(Fm^{-1})	absolutní permitivita vakua
ε^*	(-)	komplexní permitivita
$\varepsilon', \varepsilon_r$	(-)	reálná složka komplexní permitivity, relativní permitivita
ε''	(-)	imaginární složka komplexní permitivity (ztrátové číslo)
ε_s	(-)	statická relativní permitivita
ε_∞	(-)	optická relativní permitivita
ϑ	($^\circ\text{C}$)	teplota
ρ_p	(Ω)	povrchová rezistivita
ρ_v	(Ωm)	vnitřní rezistivita
ω	(s^{-1})	úhlový kmitočet
τ	(s)	relaxační doba

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1: Znázornění průběhu polymerace, převzato z [8].....	9
Obr. 2: Znázornění průběhu polyadice, převzato z [8].....	10
Obr. 3: Znázornění průběhu polykondenzace, převzato z [8]	10
Obr. 4: Glycidyllová skupina	10
Obr. 5: Epoxidová skupina.....	10
Obr. 6: Alkalická kondenzace epichlorhydrinu s dianem (bisfenolem A), upraveno podle [9]	11
Obr. 7: Reakce epoxidové skupiny diandiglycidyletheru s hydroxylem dianu (bisfenolem A), upraveno podle [9].....	12
Obr. 8: Vytvrzení pomocí reakce s polyaminy, převzato z [7]	14
Obr. 9: Vytvrzení pomocí anhydridů polykarboxylových kyselin, převzato z [7]	14
Obr. 10: Vektorový diagram elektrické indukce a komplexní permitivity, převzato z [17].....	18
Obr. 11: Coleho-Coleho kruhový diagram, převzato z [14].....	19
Obr. 12: Vliv distribučního koeficientu na průběhy Debyeho funkcí, převzato z [18]	19
Obr. 13: Coleho-Coleho kruhový diagram s jedním distribučním parametrem, převzato z [14]	20
Obr. 14: Coleho-Davidsonův asymetrický diagram s jedním distribučním parametrem, převzato z [14]	20
Obr. 15: Havriliakův-Negamiho asymetrický diagram se dvěma distribučními parametry, převzato z [14]	21
Obr. 16: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($\rho = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele nepolárního dielektrika, převzato z [18]	21
Obr. 17: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($\rho = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele polárního dielektrika, převzato z [18]	21
Obr. 18: Sériové náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [17]	22
Obr. 19: Paralelní náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [17]	22
Obr. 20: Tříelektrodový systém pro měření rezistivity	23
Obr. 21: Schéma zapojení Scheringova můstku, upraveno podle [21].....	28
Obr. 22: Schéma zapojení transformátorového můstku, převzato z [21]	29
Obr. 23: Schéma zapojení Q-metru, převzato z [17].....	30
Obr. 24: Schéma zapojení Q-metru s měřicím přípravkem, převzato z [17].....	30
Obr. 25: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu voltampérovou metodou, převzato z [14]	32
Obr. 26: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu metodou Wheatstonova můstku, převzato z [14].....	32
Obr. 27: Analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831, převzato z [24]	35
Obr. 28: Schéma vnitřního zapojení měřicího systému Tettex 2830/2831, upraveno podle [24]	36
Obr. 29: Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914, převzato z [25].....	37
Obr. 30: Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter, převzato z [26]	38
Obr. 31: Tříelektrodový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell, převzato z [27]	38
Obr. 32: Impedanční analyzátor Novocontrol Technologies - Concept system 80, převzato z [28]	39
Obr. 33: Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111, převzato z [33].....	40
Obr. 34: Závislost relativní permitivity na teplotě epoxidové sady 1851 při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz	44
Obr. 35: Závislost ztrátového činitele na teplotě epoxidové sady 1851 při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz.....	45
Obr. 36: Závislost vnitřní rezistivity na teplotě epoxidové sady 1851 při stejnosměrném napětí 1000 V	45
Obr. 37: Závislost přirozeného logaritmu vnitřní rezistivity na reciproké hodnotě termodynamické teploty epoxidové sady 1851 při stejnosměrném napětí 1000 V	46
Obr. 38: Závislost relativní permitivity na kmitočtu epoxidové sady 1847 při napětí 1 V a teplotě 25 °C.....	47
Obr. 39: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu epoxidové sady 1847 při napětí 1 V a teplotě 25 °C	47

Obr. 40: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu epoxidové sady 1847 při napětí 1 V a teplotě 25 °C	47
Obr. 41: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1847 při napětí 1 V.....	48
Obr. 42: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1847 při napětí 1 V	49
Obr. 43: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1847 při napětí 1 V	49
Obr. 44: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz - Tettex 2830/2831	50
Obr. 45: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz - Tettex 2830/2831	50
Obr. 46: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 1 V a kmitočtu 50 Hz - Novocontrol Technologies	51
Obr. 47: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 1 V a kmitočtu 50 Hz - Novocontrol Technologies..	51

SEZNAM TABULEK

Tab. 1: Teplotní třídy materiálů, převzato z [19]	25
Tab. 2: Složení jednotlivých vzorků v hmotnostních dílech na 100 dílů epoxidové pryskyřice	34
Tab. 3: Složení jednotlivých vzorků epoxidových pryskyřic v objemových procentech	34
Tab. 4: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1847	41
Tab. 5: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1847	42
Tab. 6: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 23 ± 1 °C	52
Tab. 7: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 23 ± 1 °C	53
Tab. 8: Hodnoty materiálových konstant a aktivační energie	54
Tab. 9: Hodnoty polarizačních indexů epoxidových vzorků při teplotě 23 ± 1 °C	55

PŘÍLOHY

Příloha 1 - Návod na měření na přístroji Tettex 2830/2831 s měřicím přípravkem 2914

Příloha 2 - Návod na měření na analyzátoru Novocontrol Technologies

Příloha 3 - Tloušťky čtvercových epoxidových vzorků velikosti 80 x 80 mm

Tabulka 1: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1848

Tabulka 2: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1849

Tabulka 3: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1850

Tabulka 4: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1851

Příloha 4 - Tloušťky kruhových epoxidových vzorků o průměru 35 mm

Tabulka 5: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1848

Tabulka 6: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1849

Tabulka 7: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1850

Tabulka 8: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1851

Příloha 5 - Naměřené a vypočítané hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele epoxidových vzorků

Tabulka 9: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 40 °C

Tabulka 10: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 55 °C

Tabulka 11: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 70 °C

Tabulka 12: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 85 °C

Tabulka 13: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 100 °C

Příloha 6 - Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity epoxidových vzorků

Tabulka 14: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 40 °C

Tabulka 15: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 55 °C

Tabulka 16: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 70 °C

Tabulka 17: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 85 °C

Tabulka 18: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 100 °C

Příloha 7 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848

Obrázek 1: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848 při napětí 1 V

Obrázek 2: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848 při napětí 1 V

Obrázek 3: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848 při napětí 1 V

Příloha 8 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849

Obrázek 4: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849 při napětí 1 V

Obrázek 5: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849 při napětí 1 V

Obrázek 6: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849 při napětí 1 V

Příloha 9 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850

Obrázek 7: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850 při napětí 1 V

Obrázek 8: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850 při napětí 1 V

Obrázek 9: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850 při napětí 1 V

Příloha 10 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851

Obrázek 10: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851 při napětí 1 V

Obrázek 11: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851 při napětí 1 V

Obrázek 12: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851 při napětí 1 V

Příloha 11 - Porovnání naměřených hodnot relativní permitivity a ztrátového činitele na analyzátoru Tettex 2830/2831 a Novocontrol Technologies

Obrázek 13: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 500 V (pro Tettex 2830/2831 - plná čára) nebo 1 V (pro Novocontrol Technologies - přerušovaná čára) a kmitočtu 50 Hz

Obrázek 14: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 500 V (pro Tettex 2830/2831 - plná čára) nebo 1 V (pro Novocontrol Technologies - přerušovaná čára) a kmitočtu 50 Hz

Příloha 1 - Návod na měření na přístroji Tettex 2830/2831 s měřicím přípravkem 2914

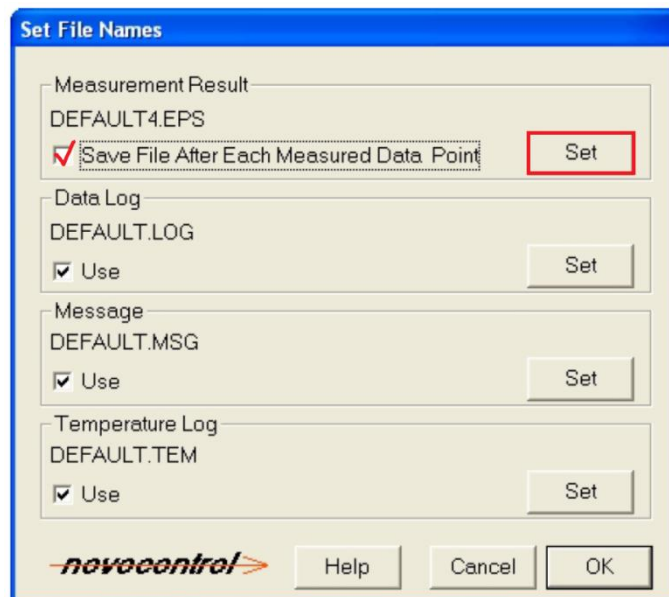
1. Zapneme přístroj a necháme ho po dobu 30 min aklimatizovat (odpočet se spustí automaticky).
2. Spustíme program $\tan\delta$ (2830).
3. Založíme vzorek do tříelektrodového systému a nastavíme přítlak na 5 N/cm^2 (dle normy).
4. **Nastavení:** DUT Info - Material: název sady vzorků (př. Vzorky 1839)
(Setup) - Operator: jméno
- Další políčka není třeba vyplňovat.
Settings - Plate Distance: tloušťka vzorku
Heating Cell - Solid Heating 2914 → odškrtnout
- Material: Plastic (pro epoxidy)
- Nastavení teploty (do $250 \text{ }^\circ\text{C}$) a spuštění zahřívání (Heating ON)
5. **C Tan δ (AC):** Sample Identifier → číslo vzorku (př. Vzorek 1/2/3/4/5... sady vzorků 1839)
Set Voltage → 500 V (z rozmezí 0 – 2,5kV)
Set Frequency → 50 Hz (z rozmezí 40 – 65 Hz)
 - Po důkladném prohřátí vzorku (po přiblížení se k požadované teplotě na desetiny $^\circ\text{C}$ je třeba vzorek na dané teplotě stabilizovat - po dobu 15 min), potom spustíme napětí (High Voltage ON) a zaznamenáme výsledek měření (Record).
 - Pozor, při zvýšení teploty dochází i k zvýšení přítlaku elektrod, je nutné hlídat hodnotu přítlaku a vracet ji do požadovaných hodnot (5 N/cm^2).
 - Zahřívání vzorku na danou teplotu trvá cca 30-40 min.
 - Výsledek měření zaznamenáváme až když se ustálí - svítí světle zeleně.
 - Výsledek na dané teplotě zaznamenáme 5x po sobě (do grafu zprůměruj) a mezi jednotlivými záznamy vždy vypneme a opět zapneme napětí (High Voltage OFF/ON).
6. **DC Resistivity:** Sample Identifier → číslo vzorku
Set Voltage → 1000 V (z rozmezí 0 – 2,25kV)
 - Před měřením je třeba vzorek vybit (zkratovat) - 1 min (Start Shorting).
 - Spustíme měření (Start Test).
7. Zvýšíme teplotu (Setup → Heating Cell → nastavíme teplotu → spustíme zahřívání - Heating ON) a opakujeme kroky 5 a 6.
8. **Export výsledků:** File Manager → Save As → vyberu umístění dokumentu → Save (výsledky se uloží ve formátu XML a CSV, lze je otevřít v Internetovém prohlížeči nebo v programu Microsoft Office Excel)

POZNÁMKY:

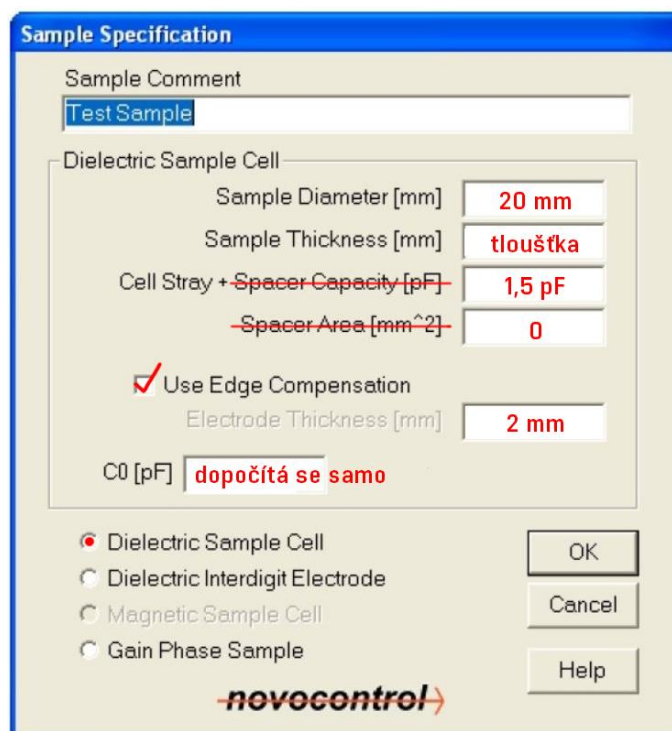
- Přístroj chladne velmi pomalu, při dané teplotě je nutné změřit vše, co potřebujeme.
- Po celý proces měření používat stejnou metodiku a stejné časové odchylky při zahřívání vzorku!

Příloha 2 - Návod na měření na analyzátoru Novocontrol Technologies

1. Zapneme měřicí přístroj, přivedeme přívod vzduchu nebo naplníme nádobu (Dewar) tekutým dusíkem a na PC spustíme program WinDETA.
2. Založíme vzorek do elektrodového systému (Sample Cell) a vložíme ho do vakuové komory (Cryostat), následně spustíme vakuovou pumpu.
3. **Výběr analyzátoru:** Analyzers → ALPHA, BETA analyzer
4. **Inicializace regulátoru teploty:** Temperature Controller → Initialize from WinDETA
5. **Nastavení ukládání:** File → Set File Names → Set → Nastavíme cestu a název souboru



6. **Nastavení měření:** Measurement → Sample Specification (specifikace vzorku)



Measurement → Start Conditions (**počáteční podmínky**)

Start Conditions Applied Before Measurements

Temperature [°C] Use

Frequency [Hz] Use

Time [min]

DC Volt [V] Use

AC Volt [Vrms] Use

DC Current [A] Use

AC Current [Arms] Use

With USE AC VOLT disabled, the settings of the local analyzers configuration menus will be used.

For SINGLE SWEEP measurements, only the settings for AC VOLT and AC CURRENT will be applied.

novocontrol >

Measurement → End Conditions (**koncové podmínky**)

End Conditions Applied After Measurement

Temperature [°C] Use

Frequency [Hz] Use

Time [min]

DC Volt [V] Use

AC Volt [Vrms] Use

DC Current [A] Use

AC Current [Arms] Use

Final Settings: Heating off Disconnect Sample

END CONDITIONS and FINAL SETTINGS will be skipped for SINGLE SWEEP measurements

novocontrol >

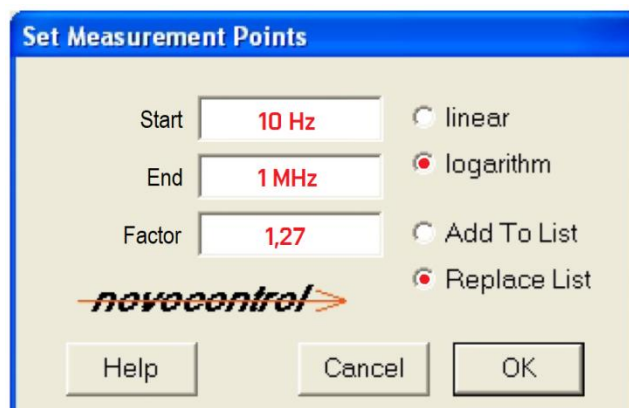
Measurement → List Order

List Order of Independent Variables

Order		Available
Frequency	<input type="button" value="← Add"/> <input type="button" value="Remove →"/>	Temperature
Temperature		Frequency
		DC Volt
		Time
		AC Volt
		Harmonics
		DC Current
		AC Current
		Free

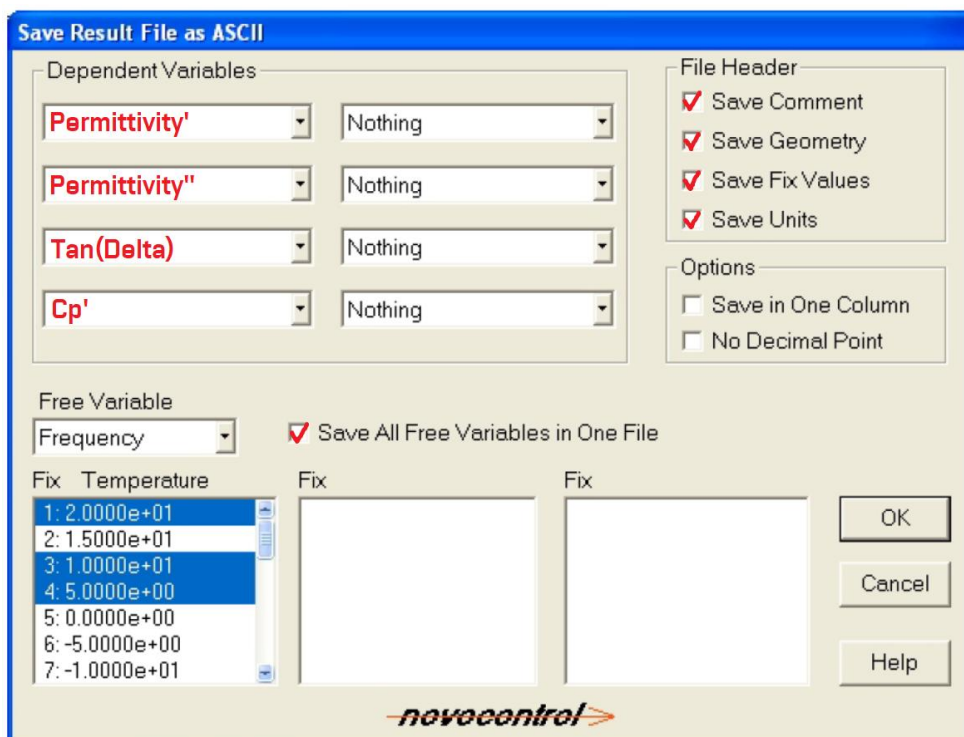
novocontrol >

Measurement → Value List → Temperature / Frequency
(nastavení teplot a kmitočtového pásma)



- 1. způsob: hodnoty přidáme ručně → Add
- 2. způsob: nastavíme rozmezí hodnot od (Start) do (End) + krok (Factor) měření → Points

7. **Kontrola nastavených parametrů:** Measurement → Show Definitions
8. **Spuštění měření:** Measurement → Start → potvrdíme kontrolní hlášení
9. **Export výsledků:** File → Load Measurement Result → vybereme soubor → Open → Export data as ASCII files → nastavíme veličiny, které chceme vyexportovat + zaškrtneme Save Comment, Save Geometry, Save Fix Values, Save Units + Save All Free Variables in One File → OK → Save **(výsledky se uloží ve formátu TXT, následně je lze otevřít v Excelu)**



POZNÁMKY:

- Pokud není k dispozici tekutý dusík, je třeba připojit k nádobě (Dewar) přívod vzduchu pod tlakem cca 10 kPa (= 0,1 barů). Počítejte ale s tím, že proces chladnutí se zpomalí.
- Přístroj chladne pomalu, při dané teplotě je nutné změřit vše, co potřebujeme.

Příloha 3 - Tloušťky čtvercových epoxidových vzorků velikosti 80 x 80 mm

Tabulka 1: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1848

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,717	1,713	1,750	1,818	2,459	2,147	2,600	2,010	2,216	2,195
2	1,798	1,712	1,734	1,796	2,190	2,230	2,531	1,854	2,244	2,163
3	1,739	1,745	1,754	1,785	2,541	2,540	2,272	2,565	2,568	2,570
4	1,778	1,630	1,762	1,796	2,194	2,478	2,220	2,201	2,560	2,518
5	1,773	1,721	1,767	1,813	2,386	2,214	2,544	2,007	2,223	2,166
6	1,753	1,700	1,760	1,790	2,445	2,326	2,552	2,159	2,380	2,345
7	1,788	1,712	1,727	1,789	2,308	2,321	2,502	2,078	2,931	2,300
8	1,731	1,728	1,750	1,768	2,486	2,414	2,485	2,397	2,468	2,429
9	1,785	1,710	1,759	1,776	2,366	2,407	2,464	2,284	2,529	2,483
10	1,791	1,701	1,753	1,772	2,392	2,377	2,456	2,298	2,538	2,477
11	1,802	1,675	1,742	1,777	2,188	2,425	2,419	2,108	2,468	2,412
12	1,762	1,725	1,767	1,779	2,476	2,480	2,397	2,447	2,577	2,563
13	1,792	1,683	1,758	1,784	2,321	2,444	2,380	2,250	2,583	2,535
14	1,777	1,683	1,764	1,803	2,433	2,471	2,267	2,451	2,638	2,615
Průměr	1,775	1,704	1,755	1,785	2,380	2,388	2,447	2,248	2,534	2,433
Směrodatná odchylka	0,020	0,018	0,012	0,013	0,086	0,077	0,081	0,149	0,174	0,127

Tabulka 2: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1849

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,981	1,950	1,804	1,926	1,845	1,925	1,929	1,769	1,949	1,882
2	1,970	1,917	1,810	1,952	1,862	1,885	1,875	1,807	1,956	1,960
3	1,983	1,992	1,831	1,870	1,870	1,880	1,934	1,642	1,864	1,903
4	1,914	1,918	1,838	1,890	1,918	1,868	1,913	1,787	1,908	1,998
5	1,994	1,974	1,814	1,915	1,842	1,926	1,917	1,779	1,964	1,946
6	1,978	1,978	1,828	1,908	1,879	1,927	1,935	1,748	1,944	1,944
7	1,975	1,956	1,817	1,934	1,875	1,892	1,922	1,775	1,957	1,973
8	1,945	1,980	1,819	1,906	1,878	1,904	1,927	1,708	1,930	1,888
9	1,963	1,974	1,851	1,887	1,886	1,908	1,938	1,755	1,940	1,973
10	1,968	1,981	1,838	1,893	1,888	1,911	1,937	1,752	1,943	1,975
11	1,942	1,917	1,810	1,948	1,904	1,875	1,899	1,793	1,947	1,980
12	1,936	1,982	1,850	1,885	1,884	1,904	1,937	1,711	1,918	1,941
13	1,940	1,949	1,833	1,919	1,902	1,881	1,924	1,783	1,931	1,990
14	1,917	1,977	1,865	1,873	1,897	1,883	1,94	1,719	1,894	1,981
Průměr	1,956	1,967	1,833	1,907	1,884	1,901	1,928	1,752	1,937	1,959
Směrodatná odchylka	0,022	0,020	0,017	0,022	0,017	0,017	0,012	0,029	0,019	0,029

Tabulka 3: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1850

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,783	1,721	1,970	2,685	2,668	1,747	2,504	2,603	2,680	2,156
2	1,725	1,712	1,778	2,412	2,222	1,687	2,810	2,272	2,294	1,929
3	1,753	1,727	1,746	2,720	2,661	1,761	2,489	2,673	2,751	2,640
4	1,672	1,771	1,790	2,471	2,673	1,715	2,702	2,215	2,229	2,227
5	1,774	1,713	1,785	2,611	2,501	1,721	2,711	2,473	2,549	2,101
6	1,782	1,745	1,789	2,664	2,580	1,715	2,611	2,654	2,715	2,300
7	1,749	1,737	1,794	2,551	2,401	1,685	2,804	2,426	2,457	2,156
8	1,792	1,755	1,772	2,681	2,637	1,722	2,520	2,609	2,802	2,458
9	1,759	1,754	1,800	2,623	2,464	1,704	2,765	2,485	2,596	2,298
10	1,750	1,752	1,797	2,644	2,482	1,709	2,747	2,471	2,644	2,323
11	1,703	1,754	1,801	2,462	2,251	1,688	2,827	2,250	2,237	2,097
12	1,768	1,751	1,758	2,686	2,571	1,741	2,585	2,584	2,725	2,534
13	1,720	1,760	1,797	2,538	2,344	1,723	2,745	2,363	2,416	2,275
14	1,733	1,759	1,785	2,667	2,482	1,758	2,640	2,533	2,560	2,456
Průměr	1,753	1,748	1,788	2,613	2,471	1,717	2,696	2,485	2,570	2,300
Směrodatná odchylka	0,027	0,013	0,013	0,070	0,110	0,021	0,096	0,114	0,159	0,144

Tabulka 4: Tloušťky čtvercových vzorků epoxidové sady 1851

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,846	1,797	2,302	2,252	2,194	2,524	2,437	2,536	2,241	2,096
2	1,827	1,862	2,328	2,272	2,224	2,164	2,203	2,194	2,279	1,893
3	1,790	1,824	2,333	2,278	2,257	2,533	2,439	2,623	2,532	2,549
4	1,793	1,832	2,337	2,29	2,279	2,116	2,045	2,135	2,659	2,144
5	1,854	1,833	2,337	2,285	2,231	2,392	2,373	2,418	2,291	2,029
6	1,842	1,831	2,356	2,298	2,264	2,469	2,401	2,568	2,410	2,194
7	1,845	1,858	2,343	2,311	2,254	2,285	2,289	2,374	2,457	2,064
8	1,815	1,815	2,318	2,293	2,247	2,503	2,410	2,653	2,464	2,371
9	1,838	1,847	2,356	2,317	2,261	2,342	2,307	2,426	2,566	2,217
10	1,832	1,844	2,329	2,314	2,277	2,322	2,309	2,448	2,551	2,244
11	1,814	1,865	2,357	2,312	2,248	2,134	2,122	2,132	2,558	2,049
12	1,804	1,835	2,358	2,312	2,276	2,460	2,377	2,587	2,575	2,415
13	1,811	1,847	2,354	2,318	2,272	2,227	2,152	2,312	2,646	2,198
14	1,797	1,832	2,339	2,285	2,295	2,398	2,283	2,462	2,66	2,398
Průměr	1,825	1,841	2,345	2,305	2,263	2,353	2,302	2,438	2,518	2,218
Směrodatná odchylka	0,018	0,014	0,013	0,012	0,017	0,110	0,094	0,141	0,107	0,136

Příloha 4 - Tloušťky kruhových epoxidových vzorků o průměru 35 mm

Tabulka 5: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1848

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,721	1,786	1,793	1,737	2,498	2,529	2,204	2,141	2,002	2,057
2	1,703	1,817	1,747	1,776	2,530	2,449	2,277	2,227	2,033	2,035
3	1,680	1,835	1,756	1,769	2,498	2,447	2,365	2,362	2,186	2,119
4	1,706	1,835	1,793	1,728	2,466	2,507	2,355	2,366	2,308	2,226
5	1,723	1,809	1,814	1,706	2,453	2,557	2,255	2,284	2,223	2,244
6	1,711	1,817	1,785	1,749	2,466	2,567	2,210	2,197	2,096	2,122
7	1,702	1,807	1,807	1,731	2,491	2,533	2,258	2,231	2,094	2,180
8	1,715	1,830	1,774	1,741	2,505	2,508	2,331	2,299	2,186	2,093
9	1,720	1,800	1,756	1,769	2,471	2,551	2,301	2,295	2,187	2,065
10	1,710	1,823	1,786	1,752	2,492	2,523	2,295	2,277	2,143	2,131
Průměr	1,709	1,816	1,781	1,746	2,487	2,517	2,285	2,268	2,146	2,127
Směrodatná odchylka	0,012	0,015	0,021	0,021	0,022	0,039	0,053	0,067	0,087	0,067

Tabulka 6: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1849

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,934	1,943	1,917	1,871	1,883	1,800	1,863	1,877	1,780	1,671
2	1,931	1,941	1,917	1,867	1,907	1,820	1,865	1,850	1,799	1,739
3	1,928	1,937	1,926	1,872	1,907	1,809	1,834	1,826	1,830	1,777
4	1,931	1,929	1,930	1,886	1,887	1,775	1,818	1,838	1,851	1,754
5	1,935	1,924	1,937	1,891	1,889	1,776	1,842	1,866	1,822	1,709
6	1,935	1,937	1,934	1,881	1,876	1,789	1,835	1,855	1,816	1,732
7	1,935	1,938	1,929	1,869	1,888	1,781	1,843	1,848	1,819	1,751
8	1,934	1,934	1,930	1,874	1,904	1,783	1,826	1,859	1,833	1,724
9	1,936	1,930	1,934	1,883	1,891	1,803	1,840	1,861	1,814	1,706
10	1,933	1,935	1,934	1,874	1,901	1,799	1,856	1,849	1,798	1,731
Průměr	1,933	1,935	1,929	1,877	1,893	1,794	1,842	1,853	1,816	1,729
Směrodatná odchylka	0,002	0,005	0,007	0,008	0,010	0,014	0,015	0,014	0,019	0,028

Tabulka 7: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1850

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,753	1,744	1,728	1,700	2,822	2,776	2,587	2,607	2,267	1,910
2	1,731	1,761	1,724	1,716	2,840	2,810	2,513	2,688	2,501	1,902
3	1,731	1,763	1,747	1,745	2,825	2,756	2,466	2,640	2,289	2,083
4	1,741	1,798	1,763	1,745	2,777	2,702	2,575	2,483	2,278	2,185
5	1,739	1,771	1,759	1,724	2,760	2,692	2,644	2,455	2,471	2,170
6	1,746	1,786	1,746	1,709	2,788	2,711	2,624	2,527	2,413	1,986
7	1,745	1,779	1,738	1,720	2,827	2,760	2,579	2,599	2,479	2,042
8	1,733	1,758	1,742	1,737	2,831	2,753	2,531	2,594	2,321	2,114
9	1,733	1,755	1,750	1,733	2,790	2,721	2,590	2,521	2,339	2,013
10	1,749	1,775	1,742	1,728	2,820	2,753	2,557	2,573	2,470	2,026
Průměr	1,740	1,769	1,744	1,726	2,808	2,743	2,567	2,569	2,383	2,043
Směrodatná odchylka	0,008	0,015	0,012	0,014	0,026	0,035	0,050	0,068	0,089	0,092

Tabulka 8: Tloušťky kruhových vzorků epoxidové sady 1851

Měření	Vzorek									
	h / mm									
	1	2	3	4	5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1,861	1,759	2,427	2,380	2,529	2,518	2,177	2,298	2,074	2,102
2	1,867	1,821	2,393	2,435	2,533	2,534	2,174	2,347	2,042	2,074
3	1,851	1,768	2,396	2,430	2,504	2,506	2,269	2,295	2,112	2,175
4	1,855	1,830	2,426	2,406	2,456	2,433	2,345	2,171	2,250	2,299
5	1,864	1,795	2,444	2,357	2,440	2,427	2,322	2,143	2,250	2,313
6	1,865	1,786	2,446	2,348	2,481	2,480	2,257	2,214	2,162	2,217
7	1,868	1,808	2,425	2,390	2,508	2,505	2,224	2,292	2,129	2,160
8	1,857	1,816	2,409	2,417	2,501	2,485	2,258	2,285	2,152	2,195
9	1,858	1,801	2,433	2,380	2,450	2,448	2,308	2,181	2,224	2,272
10	1,863	1,782	2,426	2,393	2,495	2,483	2,269	2,247	2,161	2,199
Průměr	1,861	1,797	2,423	2,394	2,490	2,482	2,260	2,247	2,156	2,201
Směrodatná odchylka	0,005	0,022	0,017	0,027	0,031	0,034	0,054	0,064	0,067	0,075

Příloha 5 - Naměřené a vypočítané hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele epoxidových vzorků

Tabulka 9: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 40 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1851 - průměr sady - 2016	2,116E-03	8,38E-12	3,63E-11	4,34	0,034
1851 - vzorek 1 - 2016	1,825E-03	9,71E-12	4,15E-11	4,27	0,035
1851 - vzorek 1 - nesusušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	4,15E-11	4,27	0,035
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	3,82E-11	3,93	0,009

Tabulka 10: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 55 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1851 - průměr sady - 2016	2,116E-03	8,38E-12	3,82E-11	4,56	0,043
1851 - vzorek 1 - 2016	1,825E-03	9,71E-12	4,36E-11	4,49	0,044
1851 - vzorek 1 - nesusušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	4,41E-11	4,54	0,047
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	3,92E-11	4,03	0,014

Tabulka 11: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 70 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1851 - průměr sady - 2016	2,116E-03	8,38E-12	4,13E-11	4,93	0,061
1851 - vzorek 1 - 2016	1,825E-03	9,71E-12	4,71E-11	4,85	0,061
1851 - vzorek 1 - nesusušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	4,80E-11	4,94	0,069
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	4,15E-11	4,27	0,028

Tabulka 12: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 85 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1851 - průměr sady - 2016	2,116E-03	8,38E-12	4,63E-11	5,53	0,083
1851 - vzorek 1 - 2016	1,825E-03	9,71E-12	5,27E-11	5,42	0,083
1851 - vzorek 1 - nesusušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	5,42E-11	5,58	0,096
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	4,61E-11	4,74	0,051

Tabulka 13: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 100 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1851 - průměr sady - 2016	2,116E-03	8,38E-12	5,00E-11	5,97	0,092
1851 - vzorek 1 - 2016	1,825E-03	9,71E-12	5,67E-11	5,83	0,088
1851 - vzorek 1 - nesusušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	5,83E-11	6,00	0,132
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1,825E-03	9,71E-12	5,01E-11	5,15	0,054

Příloha 6 - Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity epoxidových vzorků

Tabulka 14: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 40 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1851 - průměr sady - 2016	1000	6,702E-11	2,116E-03	1,49E+13	1,4E+13
1851 - vzorek 1 - 2016	1000	6,603E-11	1,825E-03	1,52E+13	1,6E+13
1851 - vzorek 1 - nesusšen - 2018	Mimo rozsah přístroje				
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018					

Tabulka 15: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 55 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1851 - průměr sady - 2016	1000	1,175E-10	2,116E-03	8,51E+12	7,9E+12
1851 - vzorek 1 - 2016	1000	1,144E-10	1,825E-03	8,74E+12	9,4E+12
1851 - vzorek 1 - nesusšen - 2018	Mimo rozsah přístroje				
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018					

Tabulka 16: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 70 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1851 - průměr sady - 2016	1096	1,000E-09	2,116E-03	1,10E+12	1,0E+12
1851 - vzorek 1 - 2016	1096	1,139E-09	1,825E-03	9,63E+11	1,1E+12
1851 - vzorek 1 - nesusšen - 2018	1096	6,000E-09	1,825E-03	1,83E+11	2,0E+11
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1096	6,170E-10	1,825E-03	1,78E+12	1,9E+12

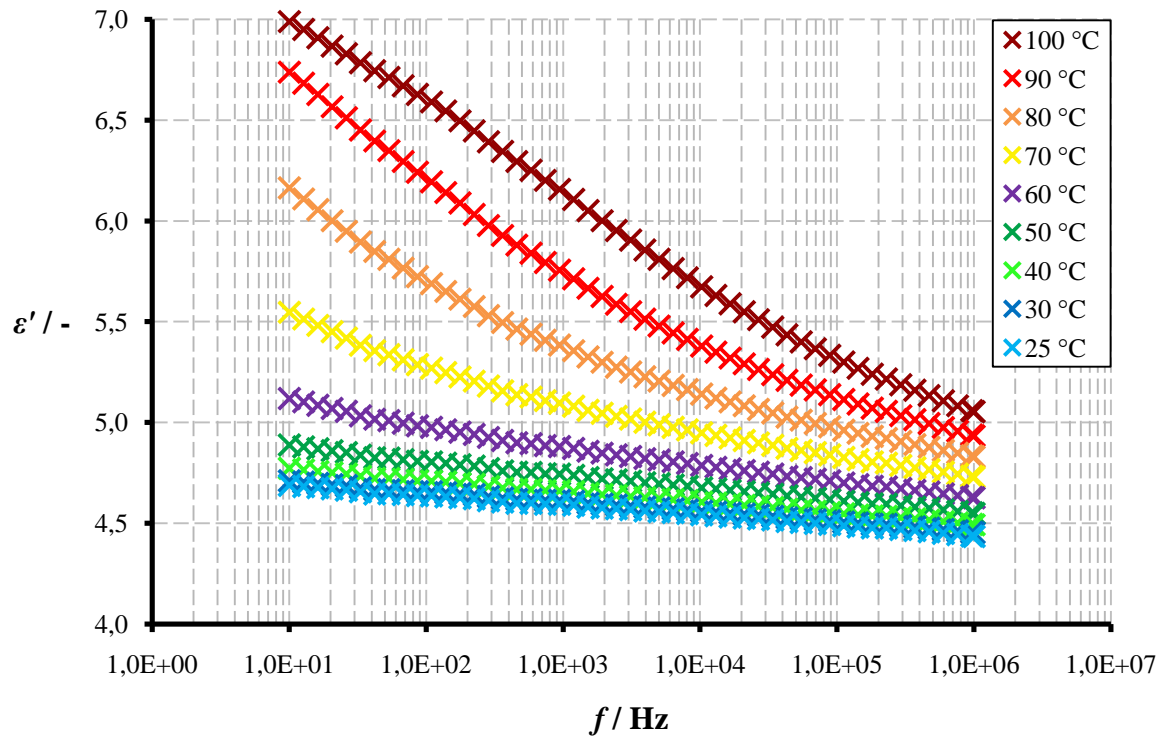
Tabulka 17: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 85 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1851 - průměr sady - 2016	1096	2,360E-08	2,116E-03	4,64E+10	4,4E+10
1851 - vzorek 1 - 2016	1096	2,300E-08	1,825E-03	4,77E+10	5,2E+10
1851 - vzorek 1 - nesusšen - 2018	1096	9,100E-08	1,825E-03	1,20E+10	1,3E+10
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1096	8,000E-09	1,825E-03	1,37E+11	1,5E+11

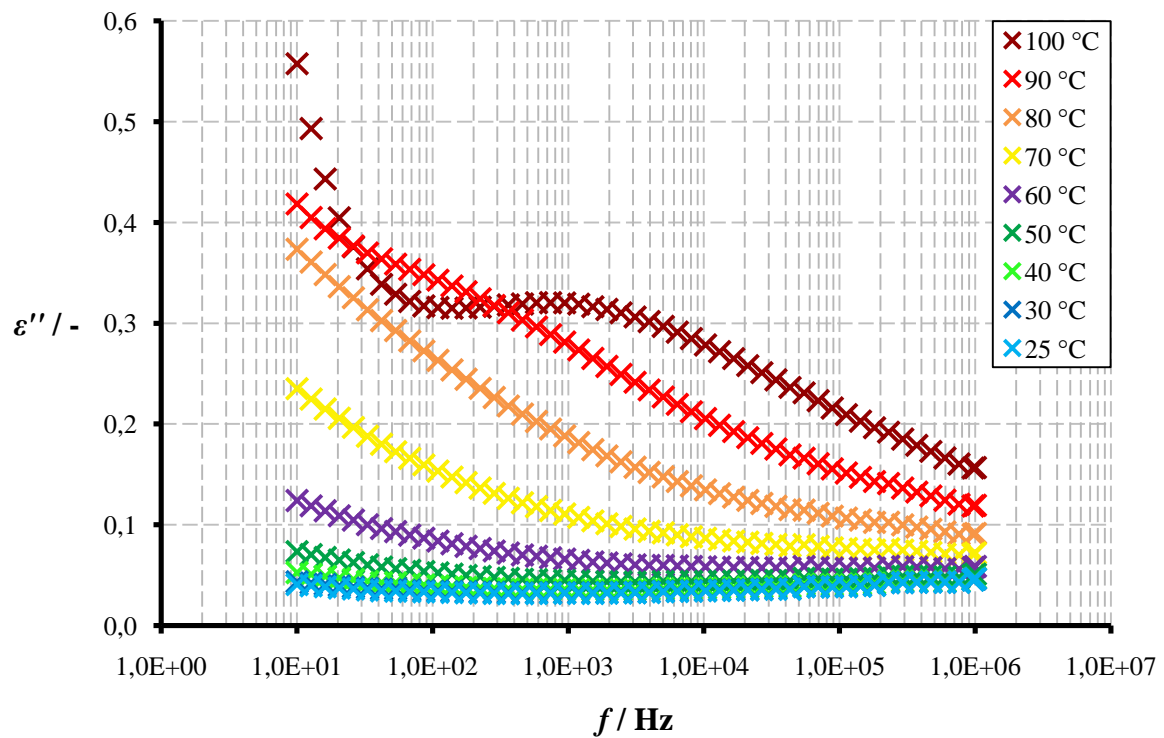
Tabulka 18: Hodnoty vnitřní rezistivity při teplotě 100 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1851 - průměr sady - 2016	1096	2,664E-07	2,116E-03	4,11E+09	3,9E+09
1851 - vzorek 1 - 2016	1096	2,320E-07	1,825E-03	4,72E+09	5,2E+09
1851 - vzorek 1 - nesusšen - 2018	1096	6,680E-07	1,825E-03	1,64E+09	1,8E+09
1851 - vzorek 1 - vysušen - 2018	1096	1,050E-07	1,825E-03	1,04E+10	1,1E+10

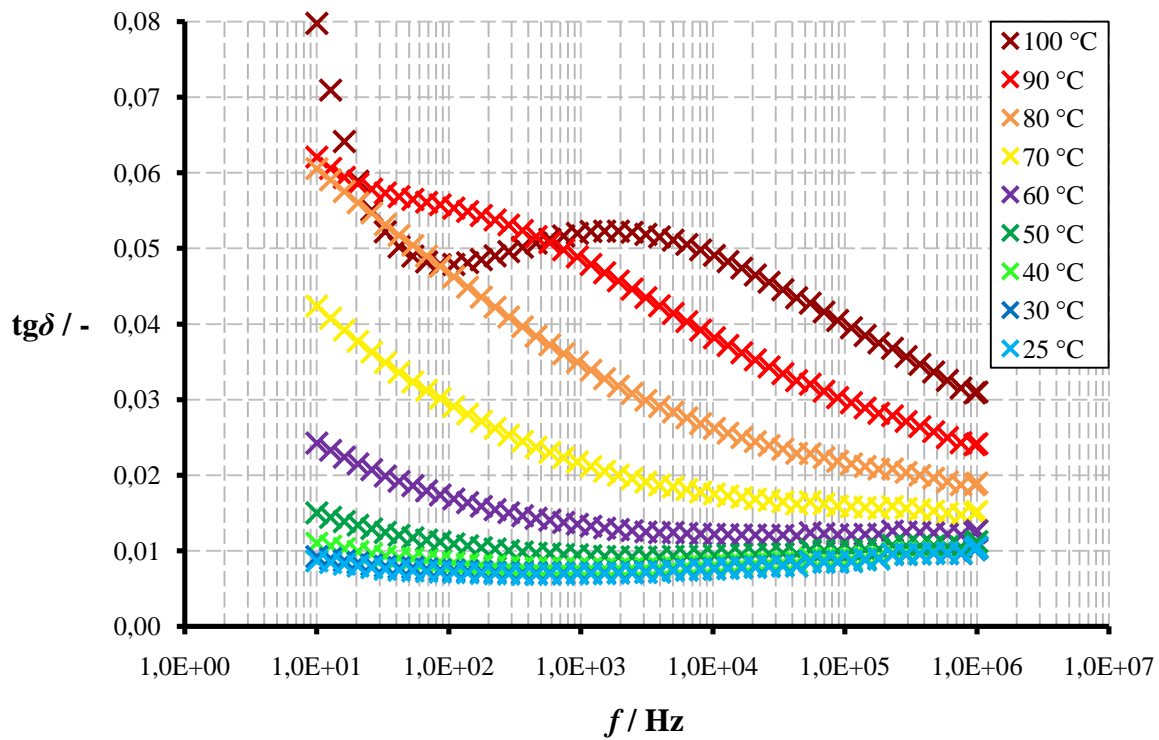
Příloha 7 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848



Obrázek 1: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848 při napětí 1 V

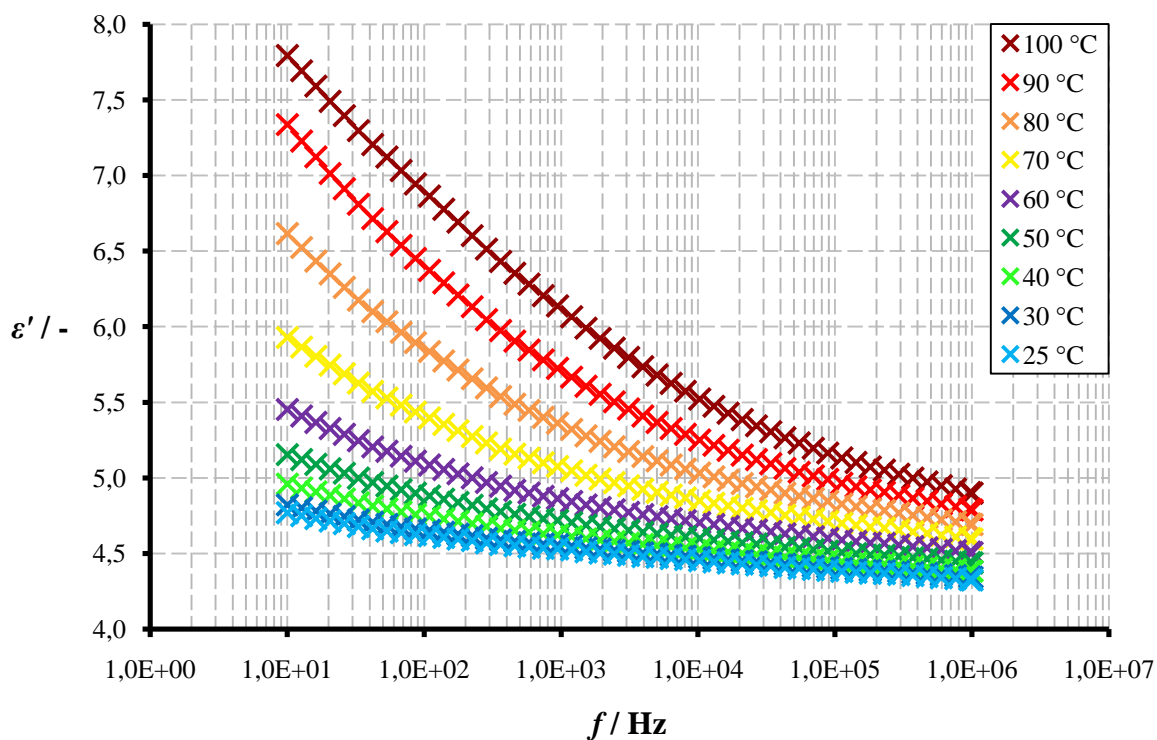


Obrázek 2: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848 při napětí 1 V

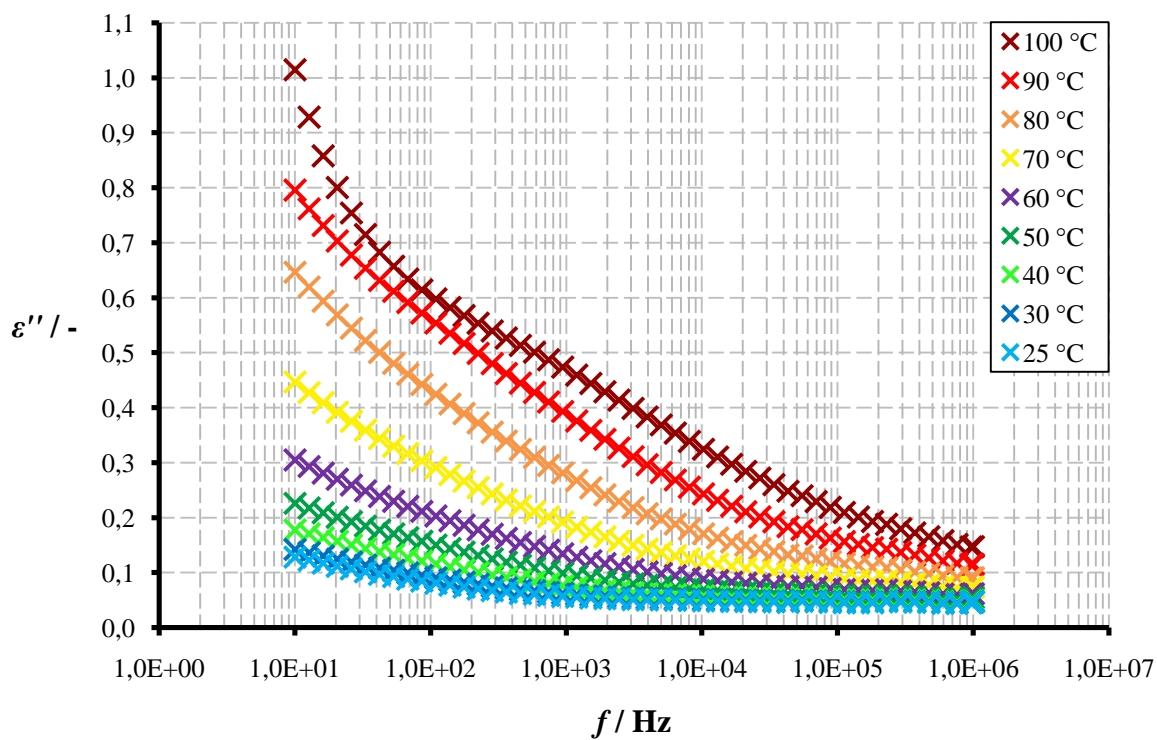


Obrázek 3: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1848 při napětí 1 V

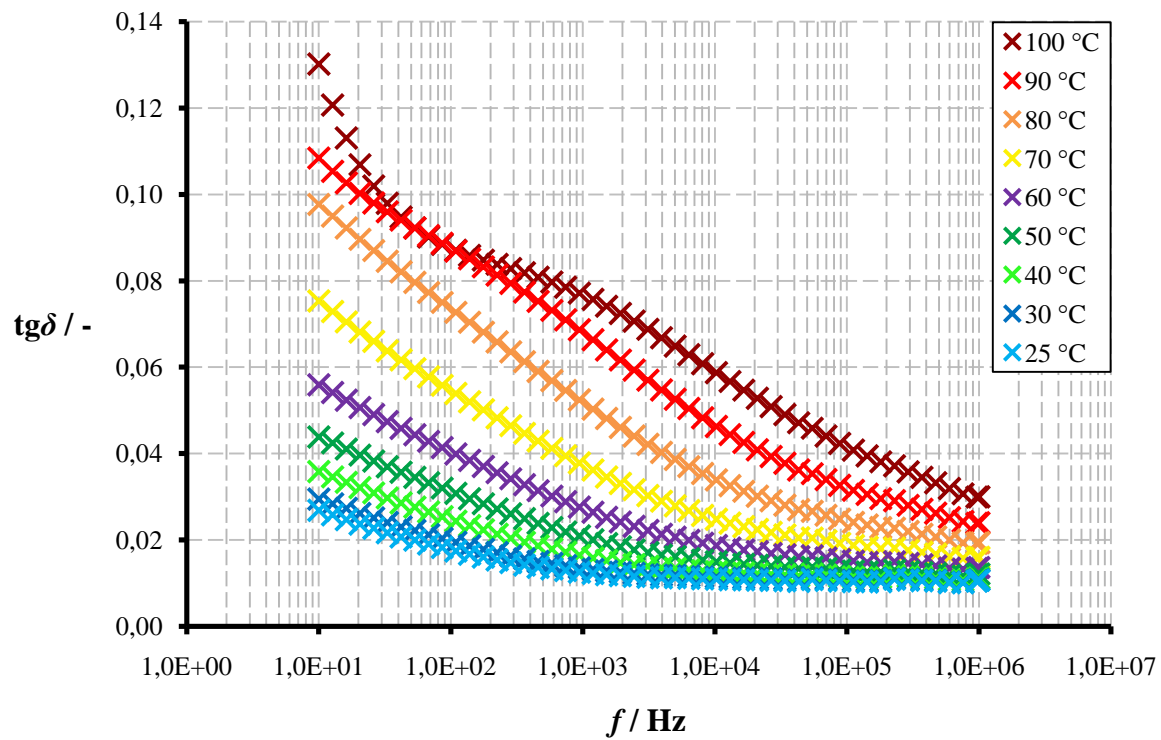
Příloha 8 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849



Obrázek 4: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849 při napětí 1 V

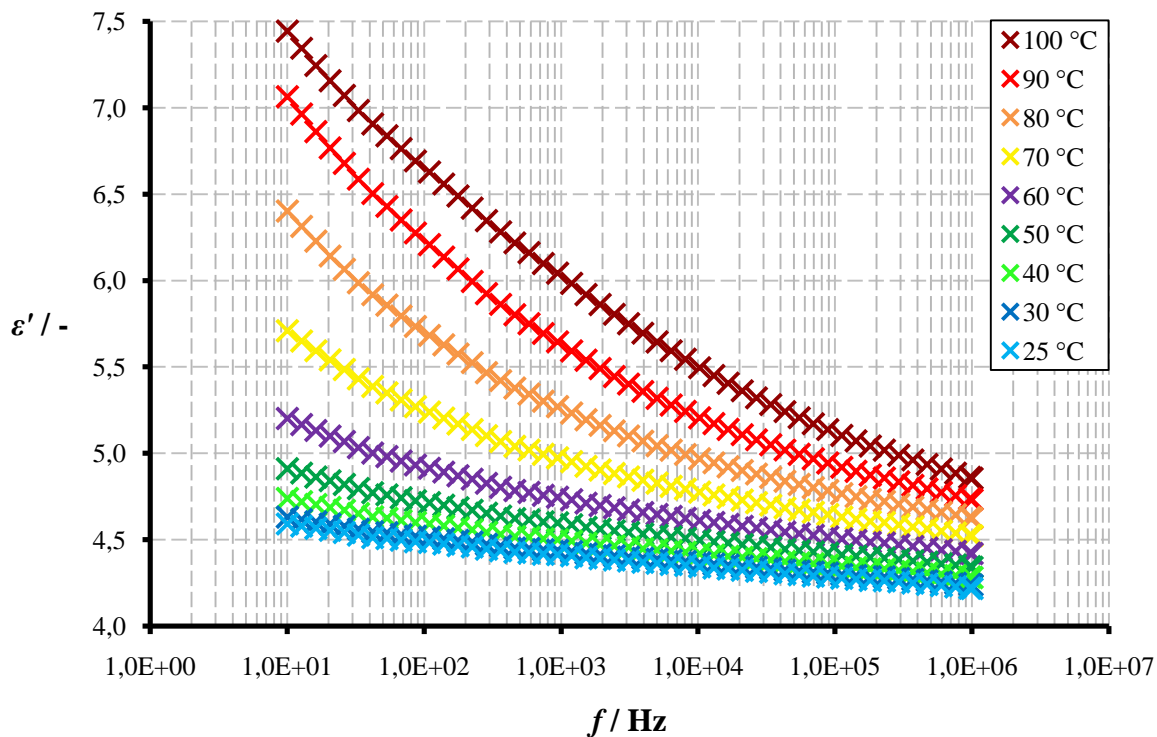


Obrázek 5: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849 při napětí 1 V

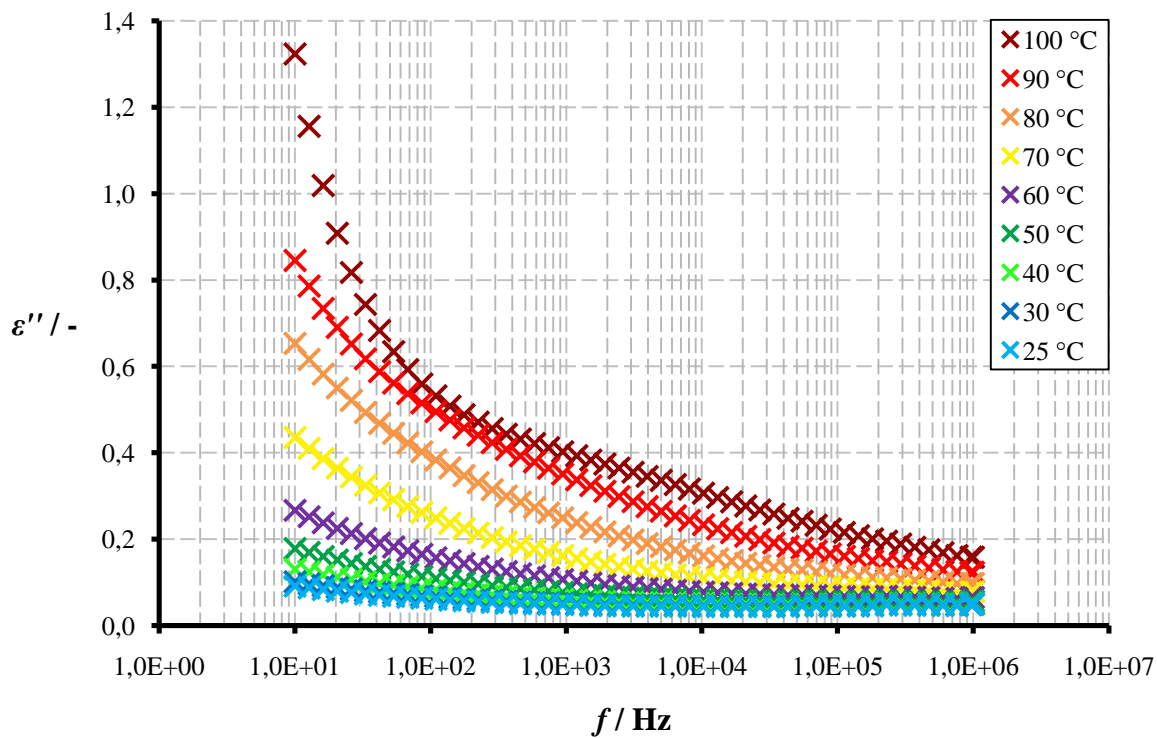


Obrázek 6: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1849 při napětí 1 V

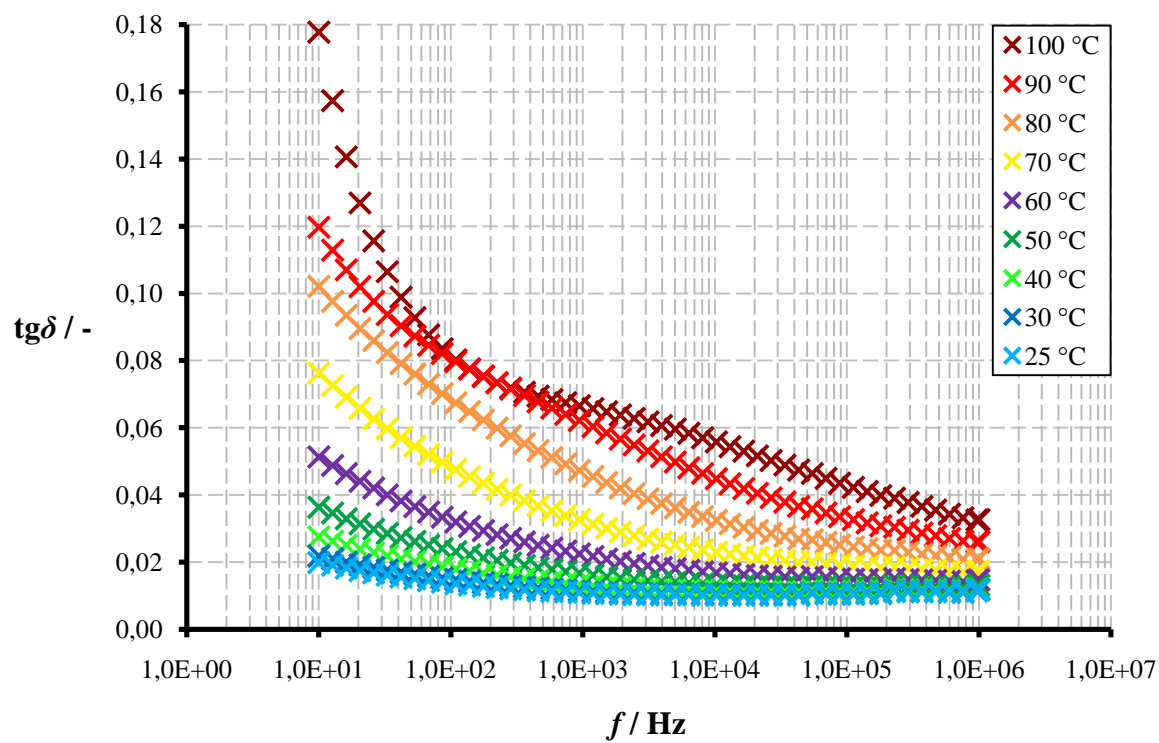
Příloha 9 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850



Obrázek 7: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850 při napětí 1 V

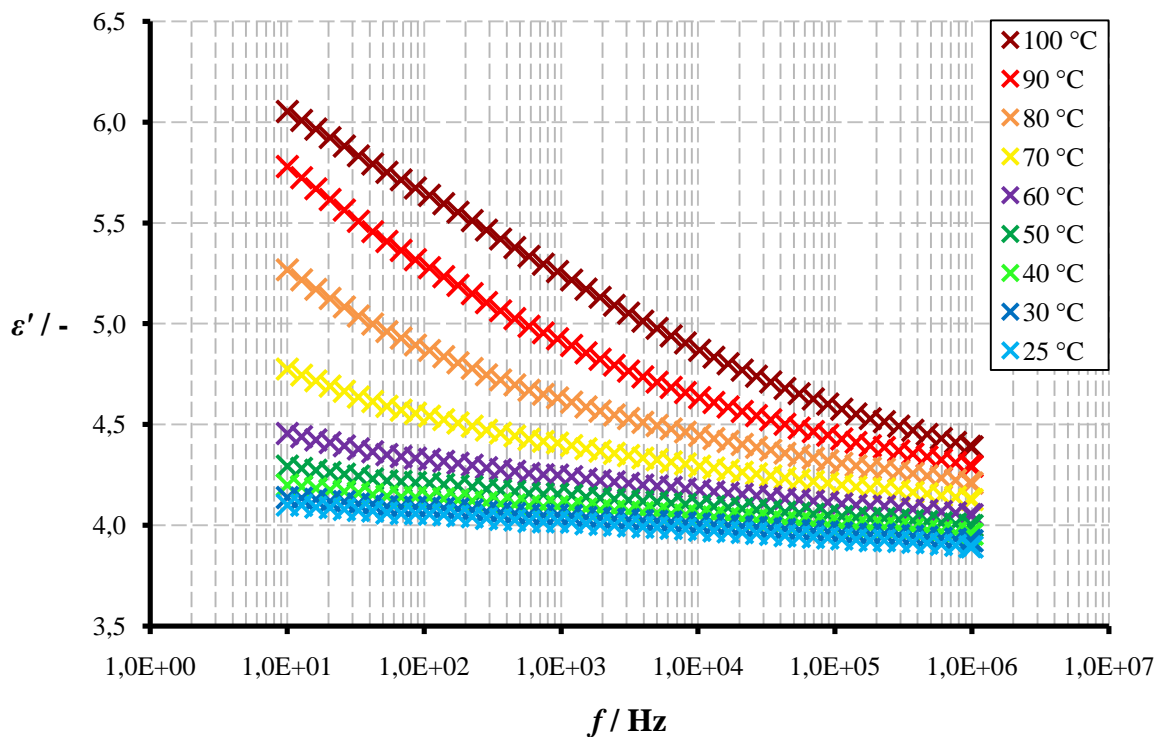


Obrázek 8: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850 při napětí 1 V

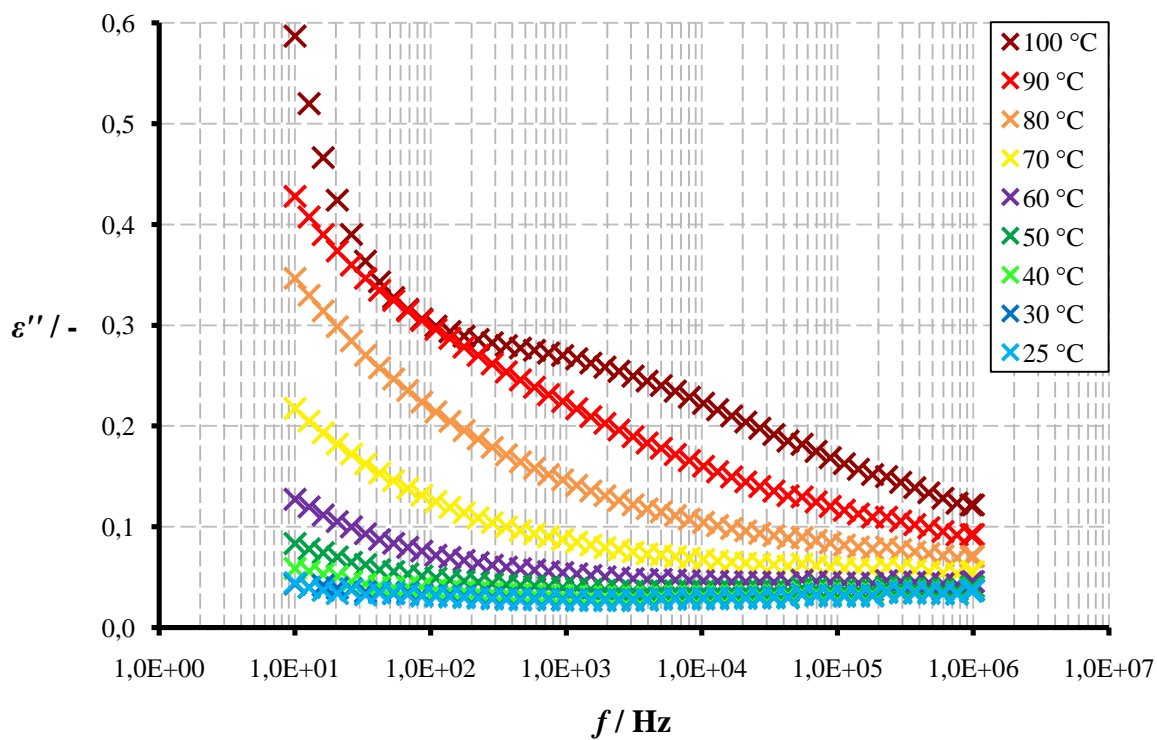


Obrázek 9: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1850 při napětí 1 V

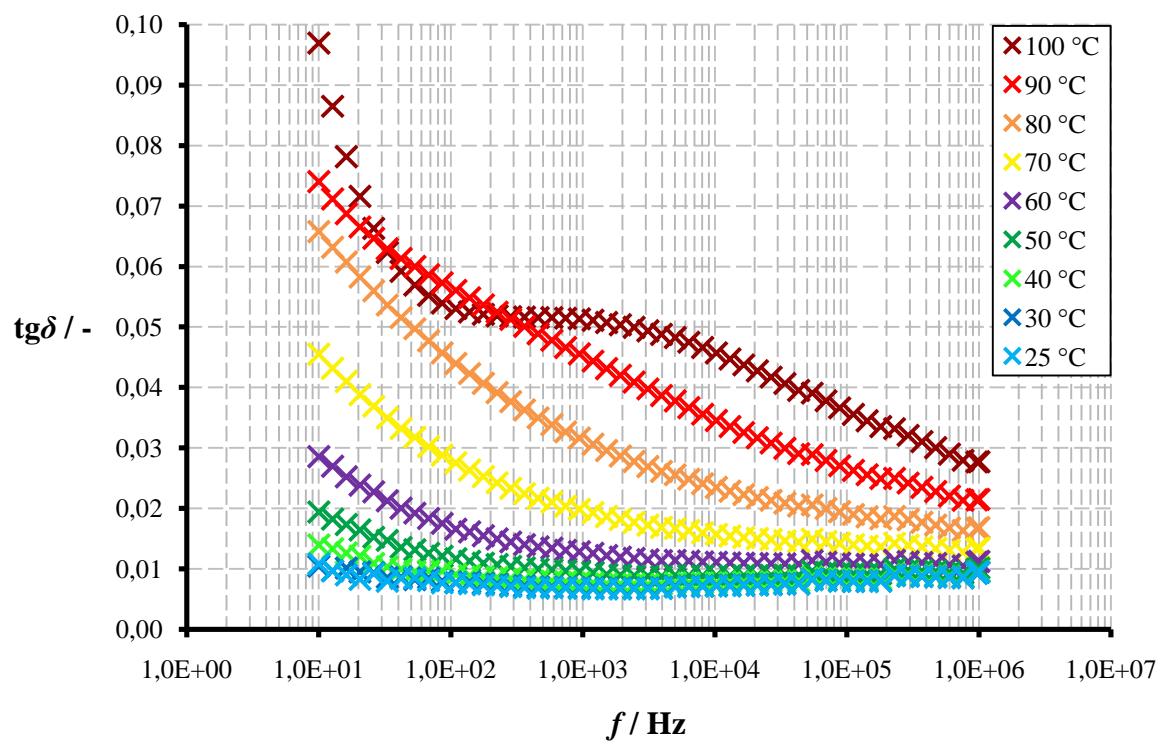
Příloha 10 - Závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851



Obrázek 10: Závislost relativní permitivity na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851 při napětí 1 V

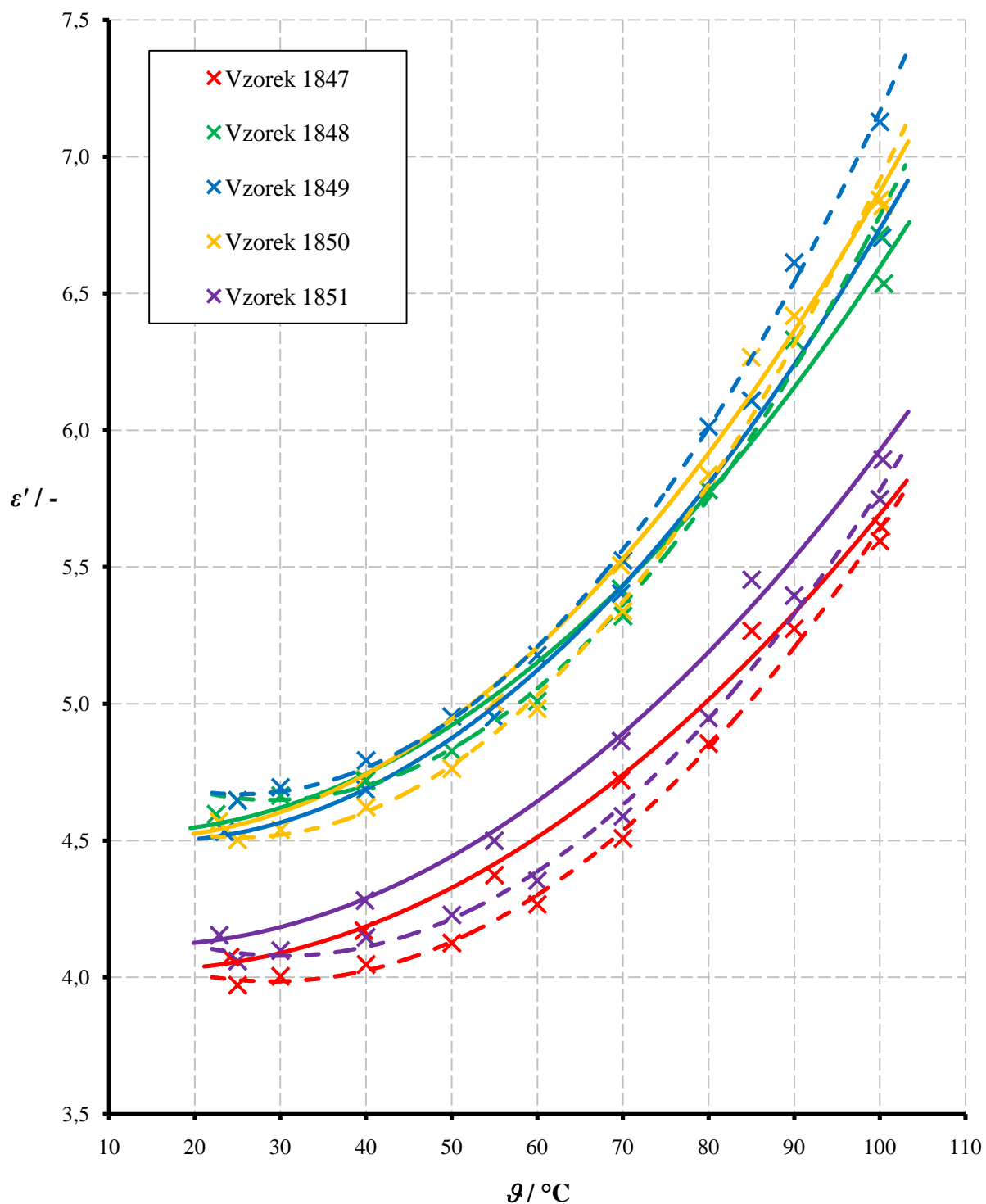


Obrázek 11: Závislost ztrátového čísla na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851 při napětí 1 V

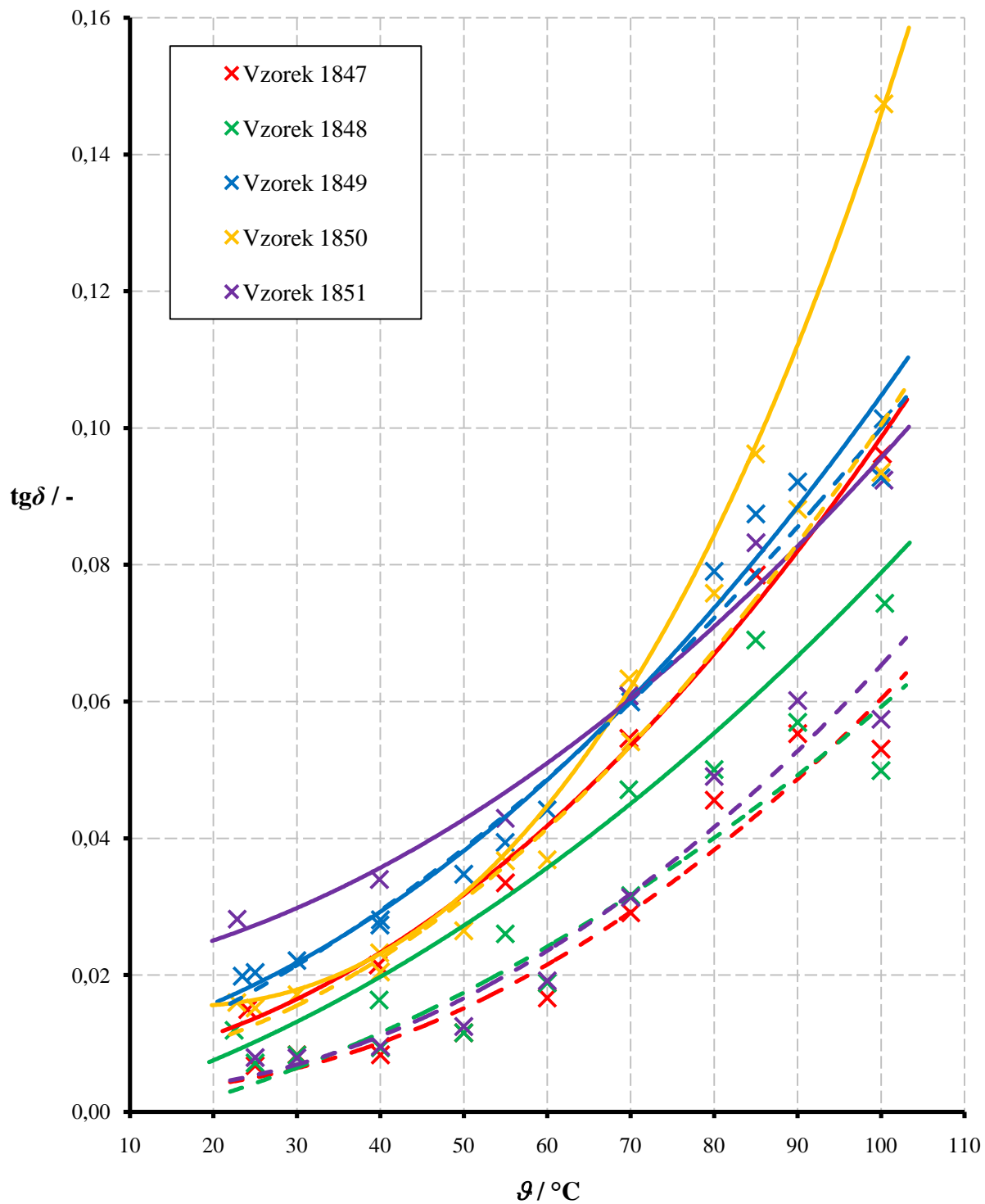


Obrázek 12: Závislost ztrátového činitele na kmitočtu pro dané teploty epoxidové sady 1851 při napětí 1 V

Příloha 11 - Porovnání naměřených hodnot relativní permitivity a ztrátového činitele na analyzátoru Tettex 2830/2831 a Novocontrol Technologies



Obrázek 13: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 500 V (pro Tettex 2830/2831 - plná čára) nebo 1 V (pro Novocontrol Technologies - přerušovaná čára) a kmitočtu 50 Hz



Obrázek 14: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 500 V (pro Tettex 2830/2831 - plná čára) nebo 1 V (pro Novocontrol Technologies - přerušovaná čára) a kmitočtu 50 Hz