

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

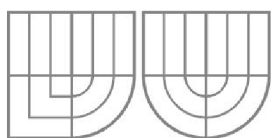
MODIFIKACE ELEKTROIZOLAČNÍHO LAKU MLETOU SLÍDOU

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. ALEŠ DRÁPAL

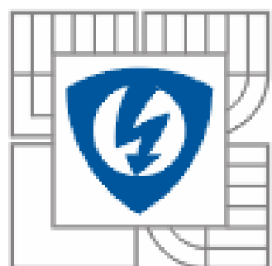
BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE



FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

MODIFIKACE ELEKTROIZOLAČNÍHO LAKU MLETOU SLÍDOU

MODIFICATION OF ELECTROINSULATING VARNISH WITH GROUND MICA

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. ALEŠ DRÁPAL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. ZDENKA ROZSÍVALOVÁ

BRNO 2009

Abstrakt:

Předkládaná práce se zabývá problematikou složených soustav na bázi elektroizolačních laků, plněných různými hmotnostními procenty mikromleté slídy. Základním zaměřením této práce je sledování vlivu plniva na dielektrické vlastnosti elektroizolačního laku, jednak na kmitočtové závislosti relativní permitivity a ztrátového činitele, jednak na časové průběhy nabíjecího a vybíjecího proudu.

Na zjištěné hodnoty relativní permitivity získané měřením jsou aplikovány směšné vztahy a je provedeno srovnání naměřených a vypočtených hodnot.

Abstract:

This master's thesis focuses on composite systems based on varnish combined with different filler ratios of micronized mica. The aim is to analyse impact of the filler on dielectric properties of the varnish, i.e. relative permittivity and loss factor as functions of frequency as well as charging and discharging currents as functions of time.

Dielectric mixture formulas are applied on relative permittivity values. Calculated and measured values are compared.

Klíčová slova:

Dielektrikum, elektroizolační lak, kompozit, permitivita, rezistivita, slída

Keywords:

Dielectric, electroinsulating varnish, composite, permittivity, resistivity, mica

Bibliografická citace díla

DRÁPAL, A. *Modifikace elektroizolačního laku mletou slídou*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 51 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Zdenka Rozsivalová.

Prohlášení autora o původnosti díla

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 29.5.2009

.....

Poděkování

Chtěl bych poděkovat své vedoucí diplomové práce Ing. Zdence Rozsivalové za odbornou pomoc, cenné rady, návrhy a připomínky při realizaci této diplomové práce. Děkuji také za pomoc v průběhu celého studia.

OBSAH

ÚVOD	7
1 TEORETICKÁ ČÁST	8
1.1 Dielektrika a jejich vlastnosti.....	8
1.2 Polarizace dielektrik	9
1.2.1 Polarizační mechanismy.....	9
1.3 Základní dielektrické vlastnosti izolačních materiálů	11
1.3.1 Relativní permitivita	12
1.3.2 Ztrátový činitel.....	12
1.3.3 Vnitřní a povrchová rezistivita	13
1.3.4 Elektrická pevnost.....	13
1.4 Elektroizolační laky	14
1.4.1 Charakteristika elektroizolačních laků.....	14
1.4.2 Použití laků a požadavky na jejich vlastnosti.....	15
1.5 Slída	16
1.6 Kompozitní materiály	17
1.7 Teorie složené soustavy	18
1.8 Dielektrická relaxační spektroskopie.....	19
1.8.1 Coleho – Coleho rozdělení	20
1.8.2 Havriliakovo – Negamiho rozdělení	22
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	23
2.1 Zkušební vzorky	23
2.2 Měřicí zařízení.....	28
2.3 Postup měření	32
2.4 Výpočty.....	33
2.5 Výsledky experimentu	35
2.6 Vyhodnocení experimentu	48
3 ZÁVĚR	50
SEZNAM LITERATURY	51

ÚVOD

Elektroizolační materiály, které jsou používány při výrobě a provozu v elektrotechnickém průmyslu, mají zásadní dopad na bezpečnost a spolehlivost zařízení. Z toho důvodu se u těchto materiálů vyžaduje důkladná znalost vlastností izolantů a jejich chování v provozních podmínkách. V provozu působí na izolační materiály řada vlivů, které ovlivňují kvalitu a stabilitu vlastností, jak mechanických, tak i elektrických.

Elektroizolačním materiálem, kterým se zabývá předložená diplomová práce, je elektroizolační lak, plněný mikromletou slídou. Elektroizolační laky mají široké využití, nejrozšířenější jsou ovšem laky impregnační. Využívají se nejen v elektrotechnickém průmyslu, ale také v ostatních odvětvích, jako je např. průmysl chemický, automobilový nebo strojírenský.

K diagnostice vlastností materiálů lze využívat mnoho metod. Jednou z nedestruktivních metod, použitou v diplomové práci, je dielektrická relaxační spektroskopie. Sleduje odezvu polarizace částic na přiložené elektrické pole. Výše uvedená metoda je v práci využita k určení vlastností lakových zkušebních vzorků, jak v kmitočtové, tak i časové oblasti.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Dielektrika a jejich vlastnosti

Charakteristika dielektrik

Dielektrikem rozumíme látku, která se skládá z elektricky nabitých částic, na sebe pevně vázaných. V této látce může existovat elektrické pole díky její hlavní vlastnosti, polarizaci v elektrickém poli. Většina dielektrik se v praxi používá jako izolanty.

Každý reálný izolant obsahuje určité malé množství volných nosičů náboje, které v něm vznikají působením vlivů, jako je např. záření, teplo, apod. Ideální izolanty, které neobsahují žádné volné nosiče náboje a tím pádem nevedou elektrický proud, jsou v praxi nerealizovatelné. O elektrické vodivosti elektroizolačních látek se předpokládá, že je iontového charakteru, tzn., že volnými nosiči nábojů jsou ionty. Zpravidla se jedná o ionty příměsí a nečistot. Tato elektrická vodivost se ovšem za normálních podmínek v izolantech nevyskytuje.

Mezi veličinami, které charakterizují chování dielektrik v elektrickém poli při dané teplotě a kmitočtu jsou nejdůležitější tzv. dielektrická spektra:

- relativní permitivita ε'
- ztrátový činitel $\operatorname{tg} \delta$
- vnitřní rezistivita ρ_v
- povrchová rezistivita ρ_p
- elektrická pevnost E_p

Všechny charakteristiky jsou propojeny řadou fyzikálních vztahů a vzájemně se doplňují.

1.2 Polarizace dielektrik

Po přiložení elektrického pole se elektrické náboje dají obecně do pohybu. Pokud se elektrické náboje mohou pohybovat na tak velké vzdálenosti, že překonávají vzdálenosti mezi elektrodami, hovoříme o vodivosti. Pokud se náboje pohybují na malé vzdálenosti, pak se pouze posunou vůči svým původním rovnovážným polohám a dvojice sousedních nábojů opačného znaménka vytvoří elektrický dipól. V takovém případě říkáme, že se jedná o vázané náboje a hovoříme o polarizaci. Může také dojít k situaci, kdy se posune pouze jediný náboj (elektron), zatímco náboj opačného znaménka zůstane pevný (proton). I v takovém případě vzniká elektrický dipól (elektron se posune vůči své původní rovnovážné poloze), a proto i zde hovoříme o polarizaci. [7]

Polarizace je tedy fyzikální jev, při němž se působením vnějšího i vnitřního elektrického pole přemisťují (posouvají) elektricky vázané náboje dielektrika ze svých rovnovážných poloh do nových, na malé omezené vzdálenosti, a obsahuje-li látka dipólové molekuly, natačejí se (orientují se) tyto do směru pole. Výjimečně jsou i volné náboje v dielektriku příčinou polarizace. [1]

1.2.1 Polarizační mechanismy

O průběhu polarizace rozhoduje struktura a stavba daného dielektrika. V látce, díky jejímu vnitřnímu uspořádání, většinou probíhá polarizačních procesů více. Celkový průběh polarizace je dán superpozicí působení jednotlivých polarizací.

Zpravidla se polarizace rozděluje na:

- **Pružné polarizace** – jsou to polarizace s rychlým průběhem. Mají extrémně krátkou dobou trvání, proběhnou prakticky okamžitě, pružně a bez ztrát energie. Nejsou závislé na kmitočtu. Vázané elektrické náboje jsou na místech svých rovnovážných poloh vázány pružnými elektrostatickými silami. Působením vnějšího elektrického pole dochází k jejich vychýlení z rovnovážných poloh a po zaniknutí pole se opět vracejí zpět do rovnovážných poloh. Mezi pružné polarizační mechanismy řadíme elektronovou a iontovou polarizaci.

Elektronová polarizace – principem je pružné vychýlení elektronů elektronového obalu, atomů, molekul a iontů z rovnovážné polohy na takovou vzdálenost, kde budou v rovnováze dvě stejně velké, proti sobě působící síly, síla vnějšího elektrického pole a síla, kterou je částice přitahována do své rovnovážné polohy

Iontová polarizace – principem je pohyb pružně vázaných iontů, vyskytuje se v iontových krystalech a ve všech případech, kdy chemická vazba v izolantu je iontová nebo alespoň částečně iontová.

• **Relaxační polarizace** – jevy s pomalým průběhem. Relaxační je takový jev, který probíhá pomaleji, než jeho příčina. Po přiložení elektrického pole probíhá polarizace pomalu a se zpožděním. Na druhou stranu zpoždění je patrné také po odpojení elektrického pole. Z toho důvodu jsou doby k ustálení těchto jevů poměrně dlouhé. Tyto polarizace jsou závislé na teplotě a dochází při nich ke ztrátám energie v dielektriku, následkem čehož se dielektrikum ohřívá. Po přiložení elektrického pole se dipólové molekuly nebo ionty přeskupí. Přejít z původního nepolarizovaného stavu do konečného stavu, ve kterém je izolant polarizovaný, probíhá po exponenciále. Důležitou charakteristikou polarizace je relaxační doba, neboli časová konstanta tohoto děje. Po odpojení napětí nastává pohyb vázaných nábojů do původního, nepolarizovaného stavu. Výsledkem je postupný tepelný pohyb po exponenciále. Mezi mechanismy relaxační polarizace řadíme dipólovou a iontovou relaxační polarizaci.

Dipólová polarizace – od elektronové polarizace se liší tím, že je spojena s tepelným pohybem částic. Dipólové molekuly, nacházející se v chaotickém tepelném pohybu, se částečně orientují při účinku elektrického pole, což se projeví jako polarizace izolantu. Dipólová polarizace probíhá, pokud jsou dipólové molekuly pohyblivé, tedy pokud molekulové síly nebrání dipólům orientovat se ve směru pole. Se vzrůstem teploty ale tyto molekulové síly slábnou, což zesiluje dipólovou polarizaci.

Iontová relaxační polarizace – vyskytuje se u anorganických amorfních látek a u některých krystalických amorfních látek. Tyto látky obsahují síť vytvořenou silovými oxidy, v jejichž dutinách jsou uzavřeny ionty. Pohyb většiny iontů je omezen na dutinu, ve

kteřé se nacházejí, a proto se navenek jeví jako pohyb vázaných nábojů, projevujících se v iontové relaxační polarizaci.

- **Zvláštní polarizace** – řadíme sem polarizaci mezivrstvou, samovolnou, trvalou a rezonanční.

Polarizace mezivrstvou - vyskytuje se u látek s makroskopickými nehomogenitami (látky s částicovými či vláknitými plnivy, lamináty, pórovité a pěnové materiály, znečištěné látky). Jde o nejpomalejší polarizační mechanismus, podmíněný pohybem volných elektrických nábojů, projevující se pouze v oblasti velmi nízkých kmitočtů. Je provázen ztrátami energie v látce a je závislý na teplotě.

Polarizace samovolná - vyskytuje se v látkách feroelektrických, vyznačujících se tzv. doménovou strukturou. Je provázena ztrátami energie v látce, je závislá na kmitočtu a na intenzitě elektrického pole. Výrazně závislá je na teplotě.

Polarizace trvalá - vyskytuje se u některých polárních látek s malou elektrickou vodivostí, elektretů. To jsou permanentně zpolarizovaná tělesa.

Polarizace rezonanční - vyskytuje se u všech dielektrik. Vzniká následkem rezonance vlastních, tepelných kmitů částic s elektrickým nábojem s kmitou vnějšího elektrického pole. Projevuje se v optickém spektru kmitočtů.

Vedle polarizačních mechanismů jsou známy také polarizační jevy, mezi něž řadíme elektrostrickci, pyroelektrický jev a piezoelektrický jev.

1.3 Základní dielektrické vlastnosti izolačních materiálů

K základním dielektrickým vlastnostem elektroizolačních materiálů z hlediska elektrického namáhání řadíme relativní permitivitu, ztrátový činitel, vnitřní a povrchovou rezistivitu a elektrickou pevnost. Všechny tyto veličiny jsou závislé na teplotě a na kmitočtu elektrického pole.

1.3.1 Relativní permitivita

Relativní permitivita je mírou polarizace dielektrika a je činitelem úměrnosti mezi elektrickou indukcí a intenzitou elektrického pole. Je to bezrozměrná veličina. Hodnota permitivity se vzrůstajícím kmitočtem klesá, na rozdíl od závislosti na teplotě, kdy může dojít k nárůstu i poklesu. Relativní permitivita se v praxi stanoví z poměru dvou kapacit

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0}, \quad (1)$$

v němž je C_x kapacita kondenzátoru s daným dielektrikem a C_0 je kapacita vakuového kondenzátoru stejných geometrických rozměrů. Pro tento vakuový kondenzátor je kapacita rovna

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h}, \quad (2)$$

kde je ε_0 je permitivita vakua ($8,854 \cdot 10^{-12}$ F m⁻¹), S_{ef} je efektivní plocha měřící elektrody a h je vzdálenost elektrod, resp. tloušťka měřeného vzorku.

1.3.2 Ztrátový činitel

Dielektrické ztráty se hodnotí převážně ztrátovým činitelem $\text{tg } \delta$. Jde o tangentu ztrátového úhlu δ , který doplňuje fázový úhel mezi elektrickou indukcí a intenzitou elektrického pole do 90°. Ztrátový činitel je bezrozměrná veličina a zahrnuje ztráty vyvolané polarizací dielektrika, jeho vodivostí i ztráty ionizací v látkách obsahujících plyny. Ztrátový činitel se určuje vyhodnocením prvků C a R sériového nebo paralelního náhradního zapojení dielektrik. Při paralelním náhradním zapojení je

$$\text{tg } \delta = \frac{1}{\omega C_p R_p}, \quad (3)$$

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

$$\text{tg } \delta = \omega C_s R_s, \quad (4)$$

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

1.3.3 Vnitřní a povrchová rezistivita

Rezistivity jsou reciprokými hodnotami konduktivit. Jsou mírou elektrické vodivosti. Ta spočívá v usměrněném pohybu volných nosičů nábojů, především iontů. Rozlišuje se mezi vnitřní a povrchovou rezistivitou. Obě veličiny se stanovují zpravidla v tříelektrodevém systému, který je tvořen měřicí, napěťovou a ochrannou elektrodou. Vnitřní rezistivita je dána vztahem

$$\rho_v = \frac{R_v S_{ef}}{h}, \quad (5)$$

povrchovou rezistivitu určuje vztah

$$\rho_p = R_p \frac{a}{c}, \quad (6)$$

kde R_v a R_p je vnitřní, resp. povrchový elektrický odpor, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody, h je tloušťka vzorku, a je obvod měřicí elektrody a c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou. Rezistivity jsou silně teplotně závislé a v oblasti velmi vysokých intenzit elektrického pole se zpravidla objevují i závislosti na intenzitě elektrického pole.

1.3.4 Elektrická pevnost

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

$$E_p = \frac{U_p}{h}, \quad (7)$$

kde U_p je průrazné napětí a h je tloušťka vzorku, resp. nejmenší přeskoková vzdálenost.

Elektrická pevnost tuhých izolantů je jako materiálová veličina určena především druhem a stavbou izolantu. Je ovlivňována teplotou, homogenitou či nehomogenitou elektrického pole, druhem elektrického pole, kmitočty, dobou působení pole, rychlostí zvyšování napětí při zkoušce a tloušťkou izolantu.

1.4 Elektroizolační laky

Elektroizolační laky jsou základním prostředkem pro dosažení vhodných izolačních vlastností povrchů vodivých látek. Základní vlastností laků je kapalné skupenství v okamžiku nanášení, po jehož vhodném vytvrzení vzniká tenký lakový film různého charakteru. Elektroizolační laky se skládají téměř výhradně z pravých nebo koloidních roztoků. Pro dosažení optimálních vlastností je potřeba, aby byl nanesený povlak souvislý, dobře soudržný s podkladem, pružný, odolný příslušným činidlům a vyhovující specifickým požadavkům. U laků se především žádá splnění požadovaných elektrických, ale i jiných vlastností. Často se vyžaduje zvětšení robustnosti upraveného výrobku (impregnační laky na vláknité izolanty, laky na ochranu zapájených desek plošných spojů). U laků na dráty se naopak požaduje uchování jejich ohebnosti. Obecným požadavkem je odolnost vůči nepříznivým klimatickým podmínkám.

1.4.1 Charakteristika elektroizolačních laků

Elektroizolační laky tvoří velkou skupinu látek, kterých je využíváno k výrobě řady elektroizolačních systémů a ochranných povlaků elektrických zařízení. Laky jsou ve výchozím stavu látky kapalné a v tomto stavu se také zpracovávají. V konečné fázi aplikace dochází ke ztuhnutí. Velmi dobře elektricky izolují, od sebe se odlišují účelem použití. Z toho vyplývají požadavky na jejich vlastnosti, ať už funkční, nebo technologické. Dále se liší chemickou strukturou a způsobem zpracování. Základní složkou laku je látka, která je schopna tvořit souvislý lakový film.

Laky lze rozdělit do dvou skupin na:

- laky rozpouštědlové
- laky bezrozpouštědlové.

Rozpouštědlové laky

Rozpouštědlové laky jsou složeny z filmotvorného činidla, které je rozpuštěno v rozpouštědle. Jde většinou o různé směsi přírodních nebo syntetických pryskyřic a olejů. Rozpouštědly jsou kapaliny o nízkém výparném teple, které se při vysychání odpaří a dojde k vytvrzení laku. Rozpouštědlové laky se rozlišují podle použitých rozpouštědel. Jedním z rozpouštědel je etylalkohol. Ten rozpouští řadu pryskyřic, především šelak, za vzniku viskózní kapaliny, která po aplikaci na upravovaný podklad vytvoří lakový film tím, že se líh odpaří. Tato soustava je podstatou lihových laků. Mezi další rozpouštědla patří také monomer styrénu v roztoku s nenasycenými polyesterovými pryskyřicemi. Po nanesení a zahřátí takového laku dojde k zesíťování uvolněných dvojných vazeb. Tyto laky se nazývají syntetické .

Bezrozpouštědlové laky

Uvedené laky neobsahují rozpouštědla. Bezrozpouštědlové laky mají řadu výhod. Z ekologického a technologického hlediska je zvláště důležité to, že není třeba odstraňovat rozpouštědla, která jsou většinou zdraví škodlivá a požárně nebezpečná. Důležité jsou i z ekonomického hlediska, protože při jejich aplikaci není potřeba ředidel. Laky této skupiny se používají k impregnaci vinutí.

1.4.2 Použití laků a požadavky na jejich vlastnosti

Elektroizolační laky musí splňovat mnohé požadavky, které vyplývají z účelu použití laku a jeho funkce v izolantu nebo v izolačním systému. Musí mít nejen dobré dielektrické vlastnosti, ale podle okolností musí izolaci chránit před různými vnějšími vlivy - mechanickými, povětrnostními, chemickými, musí zlepšovat tepelné vlastnosti izolace a v některých případech dodávat izolaci zvláštní vlastnosti, jako je odolnost proti tropickým podnebím, mikroorganismům apod. Neexistuje však univerzální lak, který by splňoval všechny uvedené požadavky. Proto se pro konkrétní účely volí takový lak, jehož vlastnosti po vytvrzení dobře splňují požadovanou funkci laku ve výrobku. Zkušenost ukazuje, že většina elektroizolačních laků má v okamžiku zpracování přibližně stejné izolační vlastnosti. Odlišují se však v době a teplotě vytvrzování, v ohebnosti filmu, lepivosti, stabilitě za provozních

podmínek, termoplasticitě, penetračních vlastnostech, odolnosti proti vodě, rozpouštědlům, chemikáliím, minerálním olejům, v obsahu sušiny a v neposlední řadě ceně laku.

Podle použití se laky rozdělují do několika základních skupin:

- Laky k výrobě vodičů na vinutí, tj. laky na vytvoření lakového filmu na drátech, na izolaci vodičů opředených nebo opletených vlákninami organickými (papírem, bavlnou) nebo anorganickými (skleněnými či azbestovými vlákny).
- Laky na vlákniny (tkaniny, izolační trubičky, papíry), k výrobě ohebných lakovaných pásů, trubiček a vrstvených izolačních materiálů.
- Lepicí laky (pojiva), např. k výrobě slídových izolačních materiálů, složených drážkových izolací apod. Základním požadavkem na technologické vlastnosti těchto laků je velká lepidelnost, vhodná konzistence a rychlé zasychání jako podmínka plynulosti výrobního procesu. Vytvrzený lakový film musí mít dobrou soudržnost i v tlustším nánosu, odolnost proti navlhání a dostatečnou tepelnou odolnost.
- Impregnační laky, používané k impregnaci vinutí (cívky elektrických točivých strojů, transformátorů, přístrojů, apod.). Úkolem těchto laků je zlepšit elektrické vlastnosti a chránit elektroizolační systémy před atmosférickou vlhkostí, kyslíkem a agresivními výpary. Impregnací se z izolace odstraní vzduch. Tím se zlepší elektrická pevnost a odstraní se nebezpečí částečných výbojů v plynových dutinkách.
- Povrchové laky, tj. laky k ochraně impregnovaného vinutí proti vnějším vlivům, zejména proti vlhkosti a znečištění, dále k izolaci elektrotechnických plechů, apod.

1.5 Slída

Svým složením patří k materiálům hlinitokřemičitým. Je jedním z nejpoužívanějších izolačních materiálů pro elektrotechnické výrobky, neboť dovoluje vyšší elektrické i tepelné namáhání. Je to přírodní materiál vyskytující se v mnoha modifikacích. Podle zpracování lze slídu rozdělit na surovou, štípanou, slídový prach a slídu upravenou, tzv. remiku. Krystalická struktura slídy

umožňuje její výbornou štípatelnost a lze dosáhnout tloušťky slídových plátek až 0,005 mm. Slídové plátky jsou ohebné a pružné, chemicky stálé a mechanicky pevné.

Slída pro elektrotechniku

Pro použití v elektrotechnice jsou nejdůležitější muskovit a flogopit.

Muskovit, tzv. draselná slída, je kyselý křemičitan hlinitodraselný. Je bezbarvý nebo jen mírně růžový, popř. hnědý i zelený podle oxidů, které jsou v něm obsaženy. Je dokonale štípatelný, ohebný, mechanicky pevný, použitelný do teploty 500 až 600 °C.

Flogopit, tzv. hořečnatá slída, je kyselý křemičitan hlinitodraselnohořečnatý. Má barvu jantarovou, zlatavou, popř. zelenou až šedivou, která se podle příměsí mění. V porovnání s muskovitem má nižší elektrickou vodivost a větší tepelnou stálost při vyšších provozních teplotách. Může se použít až do 800 °C.

1.6 Kompozitní materiály

Kompozitními materiály rozumíme skupinu materiálů, která vzniká spojením nosné složky (např. papír, bavlněná tkanina, skleněná tkanina, pojiva (epoxidová, polyesterová nebo silikonová pryskyřice) a plniva (nejčastěji slídový papír).

Kompozity se používají místo jednoduchých materiálů, aby bylo dosaženo některého z následujících hledisek: [5]

- dosažení výhodnějších mechanických vlastností
- dosažení vyšší tvarové stability
- dosažení výhodnějších tepelných vlastností
- omezení hořlavosti
- zvýšení chemické odolnosti
- zmenšení smrštění a zamezení vzniku dutin a prasklin
- zmenšení nasákavosti.

Vlastnosti kompozitních materiálů výrazně ovlivňují vlastnosti materiálů jednotlivých složek.

1.7 Teorie složené soustavy

Při návrhu a použití kompozitních materiálů je nutné znát nejen materiálové vlastnosti kompozitu, ale i vlastnosti složek. Tyto požadavky řeší teorie složených soustav, jejímž úkolem je stanovení vhodného směsného vztahu.

Výsledná vlastnost X_S vícesložkové soustavy, složené z materiálů o vlastnostech X_1, X_2, \dots, X_n a poměrných objemových dílech složek v soustavě v_1, v_2, \dots, v_n je určena funkcí

$$X_S = F(X_1, X_2, \dots, X_n, v_1, v_2, \dots, v_n) \quad , \quad (8)$$

přičemž

$$\sum_{i=1}^n v_i = 1 \quad . \quad (9)$$

Z hlediska teoretického řešení složených soustav není rozhodující, zda se pomocí směsných vztahů řeší vlastnosti elektrické, tepelné nebo magnetické. Z toho důvodu lze směsné vztahy odvozené, např. pro permitivitu použít i pro sledování vnitřní konduktivity, měrné tepelné vodivosti, atp.

Většina směsných vztahů popisuje matriční soustavy s matričním prostředím o permitivitě ϵ'_2 a dispergovanými částicemi kulového tvaru o permitivitě ϵ'_1 . Při odvození vztahu se uvažuje, že každá dispergovaná částice je obklopena prostředím o efektivní permitivitě $\epsilon'_{ef} < \epsilon'_2 ; \epsilon'_S >$.

Maxwellův směsný vztah – Maxwell zkoumal vnitřní konduktivitu a pro případ matriční soustavy s nízkou koncentrací dispergovaných částic tvaru stejných koulí použil přístup $\epsilon'_{ef} = \epsilon'_S$ a tím odvodil směsný vztah

$$\frac{\epsilon'_S - \epsilon'_2}{\epsilon'_2} = 3 v_1 \frac{\epsilon'_1 - \epsilon'_2}{\epsilon'_1 + 2 \epsilon'_2} \quad , \quad (10)$$

Böttcherův směsný vztah –

$$\frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_s} = 3 v_1 \frac{\varepsilon'_1 - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_1 + 2 \varepsilon'_s}, \quad (11)$$

Lichteneckerův směsný vztah – vztah obsahuje empirický parametr k , který je závislý zejména na tvaru a orientaci částic složené soustavy. Může nabývat jakékoliv hodnoty v rozmezí $< -1 ; 1 >$. Pro krajní hodnoty parametru k platí vztahy

$$\text{pro } k = 1 \quad \varepsilon'_s = v_1 \varepsilon'_1 + v_2 \varepsilon'_2, \quad (12)$$

$$\text{pro } k = -1 \quad \frac{1}{\varepsilon'_s} = v_1 \frac{1}{\varepsilon'_1} + v_2 \frac{1}{\varepsilon'_2}, \quad (13)$$

kteří popisují permitivitu soustavy složené ze dvou paralelně nebo sériově řazených vrstev. Pro hodnotu $k \rightarrow 0$ přechází rovnice v tzv. Lichteneckerův logaritmický vztah

$$\log \varepsilon'_s = v_1 \log \varepsilon'_1 + v_2 \log \varepsilon'_2, \quad (14)$$

1.8 Dielektrická relaxační spektroskopie

V diagnostice materiálových vlastností lze použít destruktivních i nedestruktivních metod. Jednou z moderních nedestruktivních metod je metoda dielektrické relaxační spektroskopie. Tato metoda sleduje odezvu elektrického dipólu na působení vnějšího elektrického pole. Používá se, jak v kmitočtové, tak v časové oblasti.

DRS v časové oblasti – dielektrikum je vloženo do vnějšího stejnosměrného elektrického pole. Jsou sledovány časové závislosti nabíjecích a vybíjecích proudů kondenzátoru.

DRS v kmitočtové oblasti – sledují se kmitočtové závislosti reálné a imaginární složky impedance dielektrika. Na základě změny kmitočtu v definovaném pásmu se sledují odezvy (polatizace) částic. Pro posouzení vlastností zkoumaného materiálu je vhodné sledovat jeho chování při působení různých klimatických činitelů, např. vlhkosti.

1.8.1 Coleho – Coleho rozdělení

Dielektrickou relaxaci lze popsat různými empirickými funkcemi. Tvary jednotlivých rozdělení, které byly při experimentálním studiu dielektrické relaxace pozorovány, jsou v různých systémech, až na výjimky, podobné, a proto bylo předloženo několik empirických funkcí. Vycházejí z experimentálně zjištěných průběhů vybíjecího či nabíjecího proudu v závislosti na čase anebo složek komplexní permitivity v závislosti na kmitočtu.

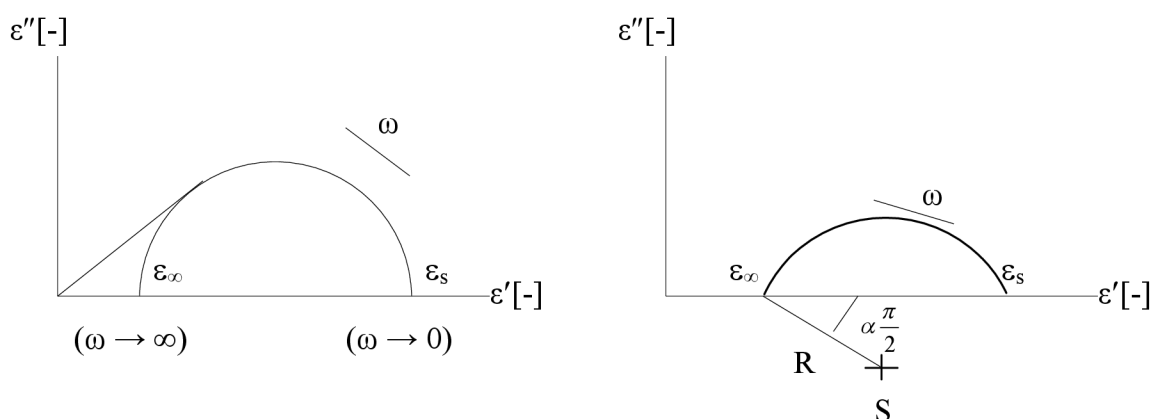
Paul Debye teoreticky odvodil pro komplexní permitivitu dielektrik za předpokladu jedné relaxační doby vztah [1]:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{1 + j \omega \tau} = \varepsilon' - j \varepsilon'' \quad , \quad (15)$$

kde ε^* je komplexní permitivita, ε_S je statická relativní permitivita, ε_∞ je optická relativní permitivita, τ udává polohu relaxace na časové ose a ω je úhlový kmitočet.

Grafickým zobrazením komplexní permitivity je Cole - Coleův diagram se středem na ose ε' . Tento diagram vyjadřuje vztah obou složek komplexní permitivity. Po úpravě Debyeho rovnic dospějeme k rovnici kružnice

$$\left(\varepsilon' - \frac{\varepsilon_S + \varepsilon_\infty}{2} \right)^2 + \varepsilon''^2 = \left(\frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{2} \right)^2 \quad , \quad (16)$$



Obr. 1 Coleho-Coleho diagramy pro a) jednu a b) více relaxačních dob [1]

Kružnice má poloměr $r = \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{2}$ a souřadnice středu $S = \left[\frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{2}; 0 \right]$.

Coleho - Coleho kruhový diagram klasického Debyeho mechanismu vyhovuje jen pro malý počet dielektrik. Coleho-Coleho kruhový diagram lze nicméně sestavit jak pro polarizační mechanismy s jednou i více relaxačními dobami (skupiny polárních molekul se mohou lišit v relaxačních dobách). Změní se střed kruhového oblouku - vertikálně se posune pod osu reálných hodnot. Hodnoty ε' a ε'' vynesené v komplexní rovině vyplňují kruhový oblouk, který protíná reálnou osu ε' v bodech ε_S a ε_∞ .

Byl proto zaveden empirický vztah

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}}, \quad (17)$$

kde α vyjadřuje šířku rozdělení relaxačních dob.

1.8.2 Havriliakovo – Negamiho rozdělení

U mnoha reálných dielektrik není výše zmíněná závislost popsána částí kruhového oblouku, protože křivka vykazuje nesymetrii. Proto upravili Havriliak a Negami vztah zavedením činitele β , který charakterizuje asymetrii. Upravený vztah má tvar:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{[1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}]^\beta} = \varepsilon' - j\varepsilon'' . \quad (18)$$

2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

2.1 Zkušební vzorky

2.1.1 Příprava zkušebních vzorků

Pro účely experimentu bylo třeba vyrobit vzorky elektroizolačního laku s různým plněním mikromletou slídou. Odpovídající množství laku bylo nalito do předem zvážené kádinky. Následným vážením byla určena hmotnost samotného laku, jako jedné složky směsi. Do laku bylo postupně přimícháno přesné množství mikromleté slídy, dle požadavků na procentní podíl plnění. Pro dokonalé promíchání sloužila ultrazvuková míchačka, do které byla kádinka vložena na dobu 30 minut a směs byla promíchávána při teplotě 30 °C.

Vytvořená směs byla odlita do jednodílných PTFE (teflonových) forem a následně vytvrzena v tepelné komoře v souladu s výrobcem doporučeným způsobem vytvrzování dle materiálového listu. Formy byly předem důkladně zbaveny nečistot a mastnot. Nejprve byl pro účely experimentu použit lak E1140 firmy Dupont. Ten se ale ukázal jako nevhodný pro vytváření potřebných vzorků. Vyskytly se problémy při vyjímání vzorků z forem. Tuto operaci nebylo možné provést bez toho, aniž by se vzorky přelomily nebo jiným způsobem poškodily. Dalším problémem byly bubliny, které se ve vzorcích během vytvrzování vytvořily i přes přesné dodržení pokynů výrobce pro vytvrzování a přes důkladné promíchání směsi v ultrazvuku před samotným vytvrzováním (viz. Obr. 2, 3).



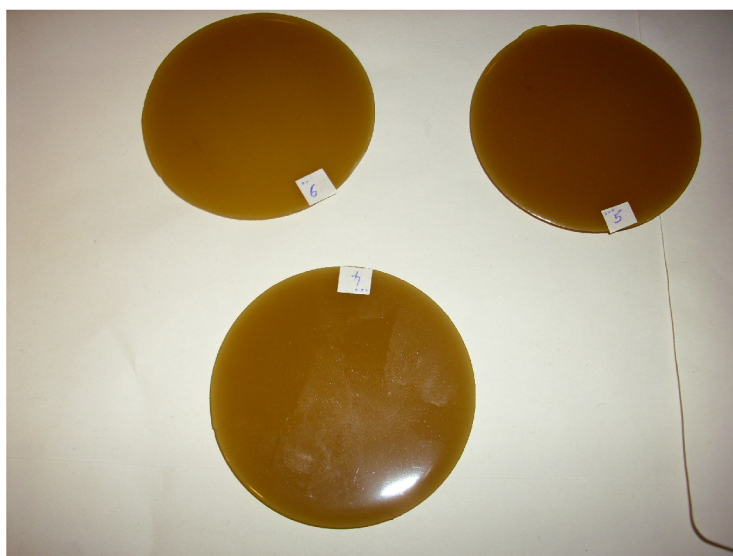
Obr. 2 Teflonové formy pro výrobu zkušebních vzorků



Obr. 3 Vzorky laku E1140

Pro další zkoumání byl proto použit elektroizolační lak TSA 220S firmy Epoxylite. Tento lak nevykazoval výše uvedené nedostatky a jevil se jako vhodnější pro výrobu zkušebních vzorků daných tvarů a rozměrů. Vzorky byly vytvrzovány po dobu 12 hodin při teplotě 165 °C.

Na obr. 4 jsou vidět vyrobené vzorky z laku TSA 220S.



Obr. 4 Vzorky laku TSA 220S

Pro potřeby měření bylo takto připraveno 40 vzorků s různým plněním mikromletou slídou, ze kterých bylo následně vybráno 19 vzorků pro vyhodnocení experimentu. Jednotlivé sady vzorků byly plněny slídou se zastoupením nula, šest, dvanáct, šestnáct a dvacet hmotnostních procent. Vzorky byly označeny číslem sady a pořadovým číslem v sadě (viz. Tab. 1).

Pro další měření bylo třeba přesné stanovení tloušťky a hmotnosti vzorků. K měření tloušťky byl použit digitální mikrometr. Tloušťka byla měřena na deseti různých místech vzorku. Z těchto hodnot byl stanoven aritmetický průměr. K určení hmotnosti byly použity váhy WPS 360/C/2. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 1.

Vyrobené a označené vzorky byly před vlastním měřením uloženy do připraveného exsikátoru s regenerovaným molekulovým sítem o relativní vlhkosti 0 %.

Tab. 1 Přehled zkušebních vzorků

Přehled zkušebních vzorků			
Vzorek č.	Plnění [%]	h [m]	m [kg]
A1	20 %	0,00285	0,01186
A2	20 %	0,00305	0,01170
A3	20 %	0,00369	0,01500
A5	20 %	0,00343	0,01396
B1	16 %	0,00272	0,01082
B4	16 %	0,00345	0,01352
C2	16 %	0,00299	0,01108
C6	16 %	0,00305	0,01147
D1	12 %	0,00335	0,01303
D5	12 %	0,00349	0,01327
D6	12 %	0,00311	0,01205
D7	12 %	0,00320	0,01172
E1	6 %	0,00300	0,01130
E2	6 %	0,00385	0,01357
F1	6 %	0,00377	0,01393
F2	6 %	0,00397	0,01485
G1	0 %	0,00423	0,01487
G2	0 %	0,00414	0,01459
G3	0 %	0,00330	0,01198

2.1.2 Charakteristika laku

EpoxyLite TSA 220S je impregnační lak. Jedná se o jednosložkovou epoxidovou pryskyřici jantarové barvy. Lak má výchozí viskozitu 5000 mPa s při 25 °C. Po zahřátí se vyznačuje strmým poklesem viskozity. Při 50 °C vykazuje hodnotu 500 mPa s. Předností použitého laku je podstatné zjednodušení technologického procesu vytvrzování. Impregnant není třeba před aplikací předeheřt. Žádoucí pokles viskozity a tím penetrační schopnost je docílena aplikací na předeheřtý impregnovaný objekt. [8]

Tab. 2. Charakteristiky zpracování TSA 220S

viskozita	5000 500	mPa s při 25 °C mPa s při 50 °C
hustota	1,18	g cm ⁻³
poměr ve směsi	jednosložková pryskyřice	
doba gelovatění	6 minut	při 165 °C
doba potřebná pro vytvrzení	12 hodin	při 165 °C

Tab. 3. Vlastnosti tvrzené pryskyřice

tvrdost D podle Shoera	(DIN 53505)	92 (25 °C)
tepelná třída	(ASTM D1207/20000hod.)	220 °C
tepelná zesklenní	(IEC 1006)	150 °C
pevnost v tahu	(ISO 527)	110 N mm ⁻²
poměrné prodloužení při přetížení	(ISO 527)	2,5 %
součinitel teplotní roztažnosti	(DIN 53752)	50.10 ⁻⁶ K ⁻¹
tepelná vodivost	(ISO8894-1)	0,21 W m ⁻¹ K ⁻¹
zápalnost	(UL 94)	--
absorpce vody	(ISO 62)	0,12 % (23 °C)
dielektrická povnost	(IEC 243-1)	260 kV cm
dielektrická konstanta	(IEC 250)	3,6 při 20 °C
ztrátový činitel	(IEC 250)	0,003 při 20 °C
měrný odpor	(IEC 93)	10 ¹³ Ω cm

2.1.3 Charakteristika slídy

Mletá slída 60.030 je nerostná surovina vyrobená mletím slídy nebo slídových odpadů (muskovit) na velikost částic 0,25 mm. Mletá slída neobsahuje vodivé částice ani organické přímíseniny. Odmagnetovaná mletá slída se používá jako plnivo v elektrotechnickém průmyslu. Její skladovatelnost je za normálních podmínek prakticky neomezená. [9]

2.2 Měřicí zařízení

2.2.1 Měřicí zařízení pro měření kmitočtových závislostí

Kmitočtové závislosti reálné a imaginární složky komplexní permitivity byly sledovány využitím RLC metru HP Agilent E4980A. Zařízení využívá k měření mostové metody s automatickým vyvažováním.



Obr. 5. RLC metr HP Agilent E4980A

Přístroj HP Agilent E4980A umožňuje měřit kapacitu C_x a ztrátový činitel $\text{tg } \delta$ při kmitočtech 20 Hz až 2 MHz. Přístroj je propojen s PC, všechna nastavení a ovládání měřicího procesu jsou automatizována. Naměřená data se ukládají do tabulkového procesoru Microsoft Excel.

Přístroj umožňuje nastavit korekce OPEN, SHORT a LOAD.

Korekce OPEN

Slouží k eliminaci parazitní kapacity C_p mezi vodiči měřicího zařízení a elektrodového systému. Tato korekce se zajistí přiložením speciálního přípravku s plastovou krytkou na elektrodový systém, který oddělí všechny tři elektrody. Následně je provedeno měření rozptylové admitance Y_0 .

Korekce SHORT

Slouží k eliminaci parazitní impedance R_s vodičů propojení měřicího zařízení a elektrodového systému. Tato korekce se zajistí přiložením speciálního přípravku na elektrodový systém, který zkratuje napěťovou a měřicí elektrodu. Následně přístroj změří ztrátovou impedanci Z_s . Ztrátová admitance Z_s představuje odpor svorek, konektorů a pájených spojů.

Korekce LOAD

Slouží pouze pro předem definované kmitočty a při měření nebyla použita.

Na ústavu elektrotechnologie byla prováděna pokusná měření vzorků s korekcemi i bez a bylo zjištěno, že při měření elektroizolačních laků nemají použité korekce na měřené hodnoty znatelný vliv a tudíž není třeba korekce provádět. Proto bylo po dohodě s vedoucím diplomové práce dohodnuto, že měření proběhnou bez výše popsaných korekcí.

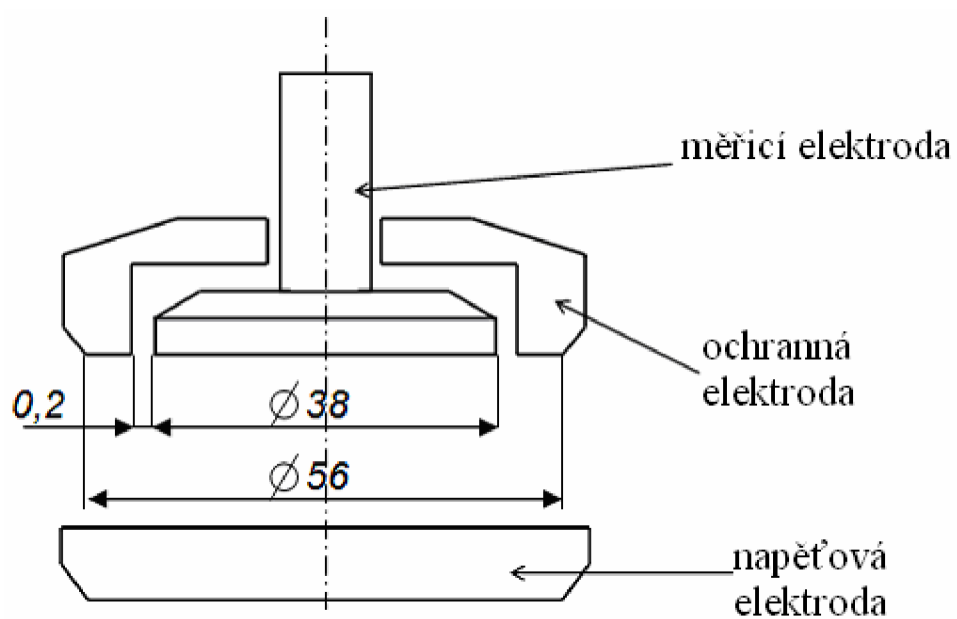
Elektrodový systém

RLC metr HP 4980A využívá pro měření tříelektrodový systém Agilent 16451B. Teplotní rozsah uvedeného tříelektrodového systému je -40 °C až $+70\text{ °C}$. Je tvořen měřicí, napěťovou a ochrannou elektrodou.



Obr. 6 Tříelektrokový systém Agilent 16451B

Tříelektrokový systém je schematicky znázorněn na obr. 7.



Obr. 7. Geometrické rozměry tříelektrodevého systému

Použití ochranné elektrody snižuje vliv okrajové a zemní kapacity měřicí elektrody a vylučuje vliv povrchového svodu na výsledek měření.

Pro další výpočty je třeba znát efektivní plochu měřicí elektrody S_{ef} , kterou lze vypočítat ze vztahu:

$$S_{ef} = \pi \frac{(d_m + c)^2}{4}, \quad (19)$$

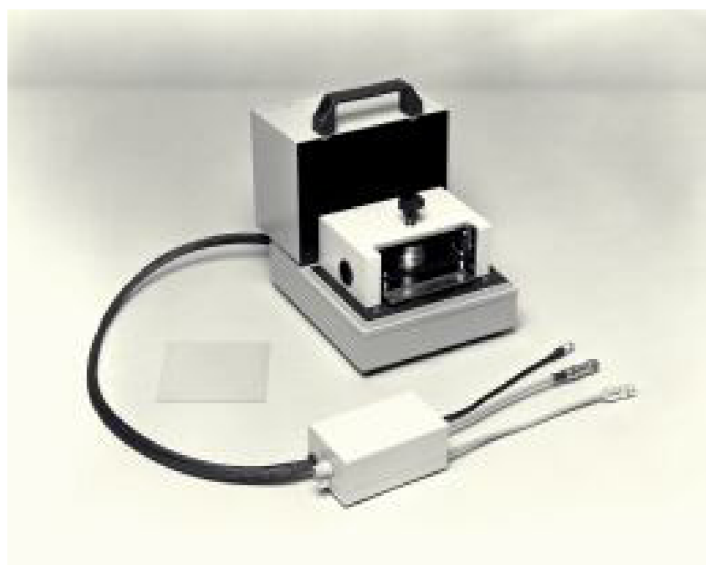
kde d_m je průměr měřicí elektrody a c je šířka vzduchové mezery mezi ochrannou a měřicí elektrodou.

2.2.2 Měřicí zařízení pro měření časových závislostí

Časové závislosti nabíjecího a vybíjecího proudu a vnitřní rezistivity byly měřeny pomocí megaohmmetru HP 4339B a pomocí tříelektrodového systému Agilent 16008B Resistivity Cell.

Megaohmmetr pracuje s rozsahem $10^3 - 1,6 \cdot 10^{16} \Omega$ a testovacím napětím 0,1 – 1000 V. Je spojen s pracovní stanicí, na které je v prostředí Agilent VEE vytvořen program pro automatické měření a ukládání naměřených hodnot opět do tabulkového procesoru Microsoft Excel. Program umožňuje nastavit napětí, počet cyklů a časové rozestupy mezi měřeními. Pro potřeby experimentu byly nastavovány hodnoty napětí 500 V, časové rozestupy mezi měřeními 2 s a počet cyklů 1800.

Tříelektrodový systém Agilent 16008B je opatřen krytem; ovládací program nedovolí spustit měření, dokud není kryt systému zavřen. U tohoto systému bylo třeba nastavit přítlak měřicí elektrody na vzorek. Přítlak byl nastavován na hodnotu 6 kg.



Obr. 8. Třielektrodový systém Agilent 16008B

2.3 Postup měření

Cílem experimentu bylo sledování vlivu mikromleté slídy, jako plniva v elektroizolačním laku, na dielektrické vlastnosti vzniklé složené soustavy. Byly měřeny, jak kmitočtové závislosti složek relativní permitivity, tak časové závislosti nabíjecího a vybíjecího proudu, resp. povrchové rezistivity. Vzorky byly před započítím měření uloženy v exsikátoru s molekulovým sítem (0% relativní vlhkosti) po dobu 30 dní.

Kmitočtové závislosti relativní permitivity a ztrátového čísla byly získány výpočtem z kmitočtových závislostí kapacity a ztrátového činitele, snímaných RLC metrem HP Agilent E4980A propojeným s třielektrodovým systémem Agilent 16451B. RLC metr byl vždy zapnout cca 30 minut před započítím měření z důvodu ustálení přístroje na provozní teplotě. Jednotlivé vzorky byly postupně vyjímány z exsikátoru a vkládány do třielektrodového systému. Pomocí ovládacího programu byl nastaven rozsah měření od 20 Hz do 2 MHz, počet měřených hodnot na dekádu byl nastaven na 10 a počet opakování měření byl nastaven na 5. Měřicí proces probíhal automatizovaně a změřené hodnoty byly ukládány do tabulkového

procesoru Microsoft Excel. Měřeny byly hodnoty kmitočtu, kapacity a ztrátového činitele, ostatní hodnoty byly dopočítány. Po ukončení měření byl vzorek vrácen do exsikátoru.

Pro stanovení časových závislostí nabíjecího a vybíjecího proudu byly absorpční charakteristiky jednotlivých vzorků proměřovány megaohmmetrem HP 4339B propojeným s tříelektrodovým systémem Agilent 16008B. Přístroj bylo opět nutno zapnout cca 30 min před započítím měření z důvodu ustálení provozní teploty. Vkládání vzorků do tříelektrodového systému probíhalo obdobně jako při měření kmitočtových závislostí, bylo třeba nastavit přítlak měřicí elektrody, pro potřeby experimentu byla zvolena hodnota 6 kg a následně byl přiklopen ochranný kryt, který byl spojen s pojistkou zabraňující započítí měření bez uzavření elektrodového systému. V ovládacím programu, vytvořeném v prostředí Agilent VEE, byly nastaveny potřebné hodnoty – měřicí napětí 500 V, počet cyklů 1800 a časové rozestupy mezi cykly 2 s. Měřicí proces probíhal opět automatizovaně s výstupem do tabulkového procesoru Microsoft Excel. Snímány byly hodnoty času, nabíjecího a vybíjecího proudu, prošlého náboje a vnitřního odporu. Hodnotu vnitřní rezistivity bylo třeba dopočítat. Po ukončení měření byl vzorek vrácen zpět do exsikátoru.

2.4 Výpočty

2.4.1 Výpočty složek komplexní permitivity

Při měření kmitočtových závislostí byly naměřeny hodnoty kapacity a ztrátového činitele. Hodnoty složek komplexní permitivity bylo třeba dopočítat.

Pomocí vztahu (20) byla určena geometrická kapacita vzorku

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} \quad , \quad (20)$$

kde ε_0 je permitivita vakua, S_{ef} je efektivní plocha elektrody a h je tloušťka vzorku.

Relativní permitivita ε' je potom podíl změřené kapacity C_x a geometrické kapacity C_0

(21)

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

Výpočet ztrátového čísla, imaginární složky komplexní permitivity vychází ze vztahu (22), který udává závislost mezi ztrátovým činitelem a složkami komplexní permitivity

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad , \quad (22)$$

kde ε'' je ztrátové číslo a ε' je relativní permitivita.

Pro vzorek E1 je výpočet

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} = \varepsilon_0 \frac{1,1461 \cdot 10^{-3}}{3,004 \cdot 10^{-3}} = 3,37 \cdot 10^{-12} \text{ F}$$

Pro kmitočet 200 Hz je relativní permitivita

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0} = \frac{9,5063 \cdot 10^{-12}}{3,37 \cdot 10^{-12}} = 2,81$$

a ztrátové číslo je

$$\varepsilon'' = \frac{\operatorname{tg} \delta}{\varepsilon'} = \frac{4,474 \cdot 10^{-3}}{2,81} = 12,6 \cdot 10^{-3}$$

2.4.2 Výpočet vnitřní rezistivity

Také při měření časových závislostí proudu byly naměřené hodnoty automatizovaně ukládány do tabulkového procesoru Microsoft Excel. Hodnoty vnitřní rezistivity vzorků byly dopočítány podle vztahu (23)

$$\rho_V = R_V \frac{S_{ef}}{h} \quad , \quad (23)$$

kde R_V je vnitřní odpor, S_{ef} je efektivní plocha elektrody a h je tloušťka vzorku.

2.5 Výsledky experimentu

Z důvodu značné velikosti nejsou v předložené diplomové práci všechny tabulky prezentovány. Jsou uloženy na příloženém CD, kde jsou také zpracovány veškeré grafy.

2.5.1 Měření kmitočtových závislostí

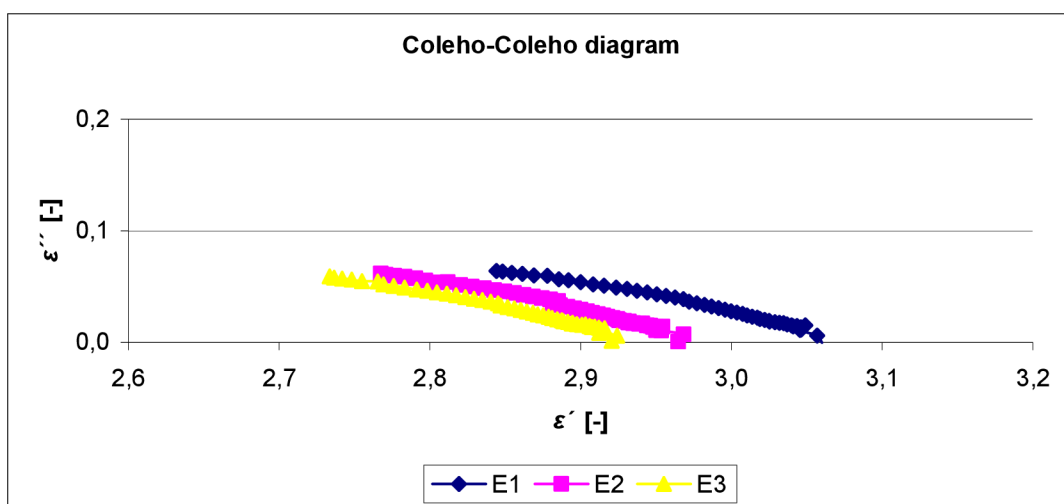
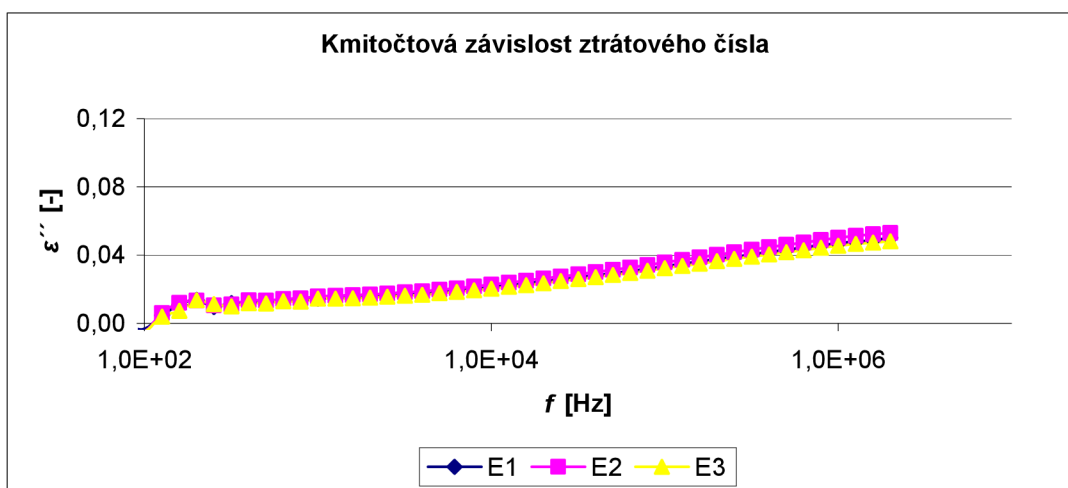
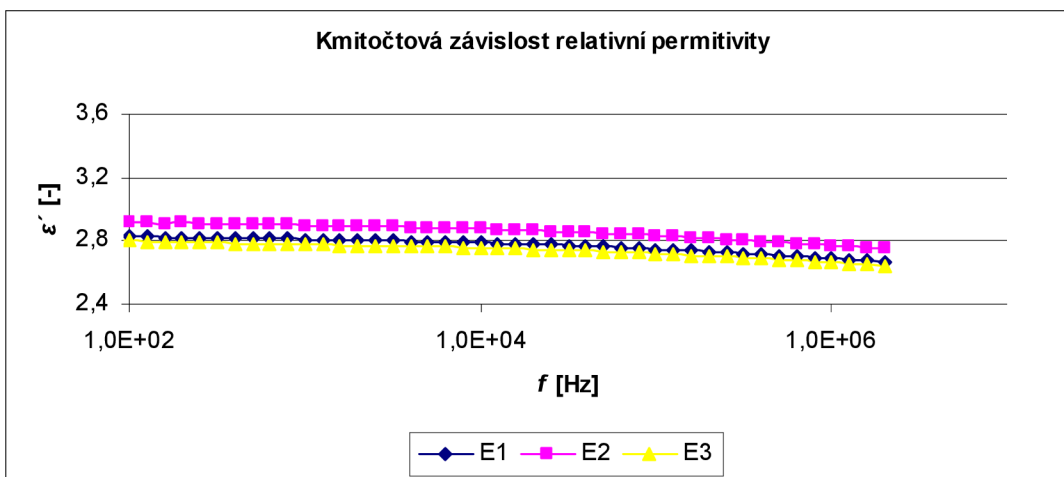
Výsledky měření byly zaznamenány do tabulek a vyneseny do grafů. Pro názornost jsou v níže uvedené tabulce 4 uvedeny naměřené a vypočtené hodnoty relativní permitivity a ztrátového čísla pro sadu E, která byla plněna šesti hmotnostními procenty mikromleté slídy.

Tab. 4. Průměrné hodnoty složek komplexní permitivity sady E (6 % slídy)

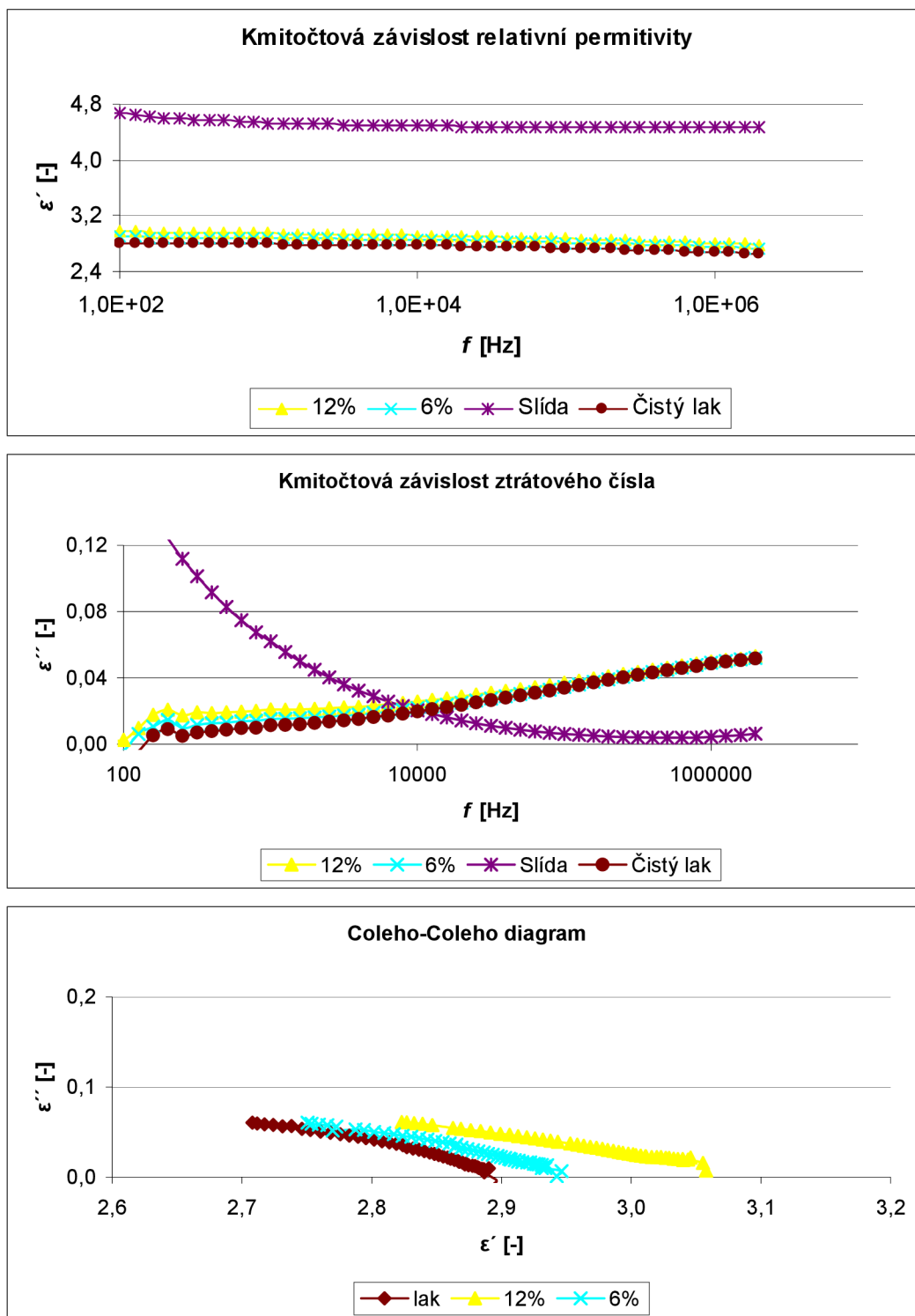
Kmitočet f [Hz]	Sada E	
	ϵ' [-]	ϵ'' [-]
20	2,89	0,0207
50,24	2,82	0,0247
100,2	2,85	-0,0042
200	2,84	0,0134
502,4	2,83	0,0125
1002	2,82	0,0149
2000	2,82	0,0158
5024	2,81	0,0185
10020	2,80	0,0214
20000	2,79	0,0247
50240	2,78	0,0296
100200	2,76	0,0338
200000	2,75	0,0380
502400	2,73	0,0436
1002000	2,71	0,0475
2000000	2,68	0,0503

Na obrázku 9 je vynesena kmitočtová závislost relativní permitivity pro jednotlivé vzorky sady E, plněné šesti hmotnostními procenty mikromleté slídy. Obdobně jsou vyneseny kmitočtové závislosti ztrátového čísla. Jelikož vykazují závislosti jednotlivých vzorků jen malé rozdíly, v dalších grafech jsou vždy veličiny všech vzorků dané sady zprůměrovány a reprezentovány pouze jednou křivkou. Pro přehlednější zpracování byly kmitočtové závislosti vynášeny od kmitočtu 100 Hz, neboť při nižších kmitočtech byly výsledky měření zatíženy velkou chybou. Na obrázku 10 je vynesena kmitočtová závislost relativní

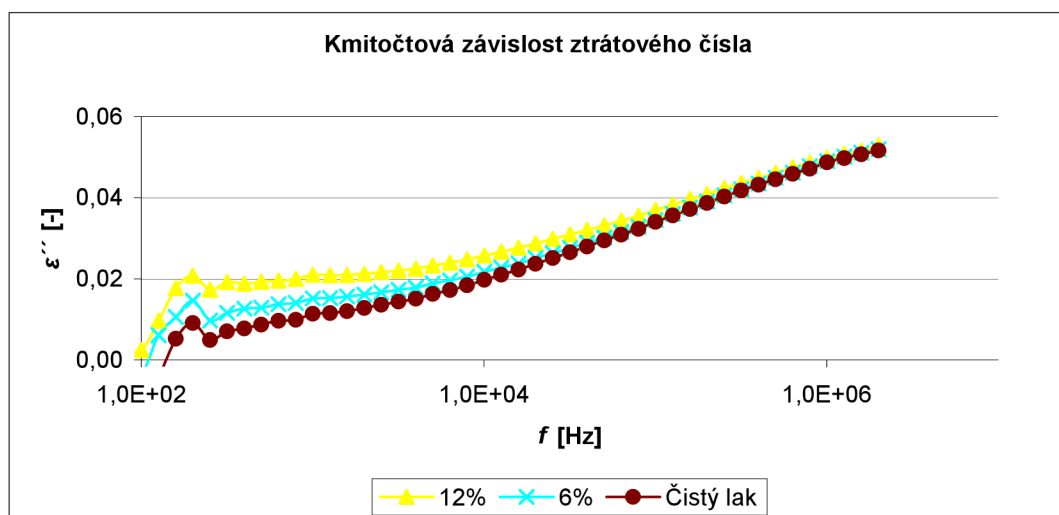
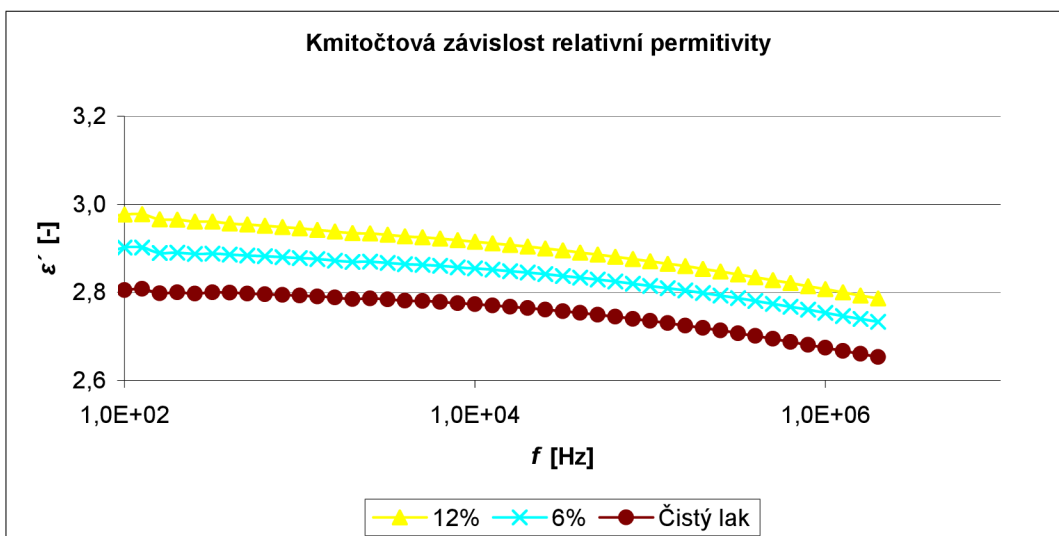
permitivity, ztrátového činitele a Coleho-Coleho diagram pro čistý lak, slídu a vzorky plněné 6 a 12 % slídy. Obrázek 11 znázorňuje kmitočtovou závislost relativní permitivity a ztrátového činitele čistého laku a vzorků, plněných 6 a 12 % slídy.



Obr. 9 Kmitočtová závislost relativní permitivity, ztrátového čísla a Coleho-Coleho diagram pro tři stejné vzorky (plnění 6 % slídy)



Obr. 10 Kmitočtová závislost relativní permitivity, ztrátového činitele a Coleho-Coleho diagram pro čistý lak, slídu a vzorky plněné 6 a 12 % slídy



Obr. 11 Kmitočtová závislost relativní permitivity a ztrátového činitele pro čistý lak a plnění 6 a 12 % slídy

Porovnání hodnot permitivit, zjištěných na základě měření s hodnotami permitivity vypočtenými dle směsných vzhahů

Vzorek F1 (plnění 6 %) – výpočet pro kmitočet 502 Hz

Hmotnost: $m = 13,928 \text{ g} = 13,928 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$

Permitivita slídy: $\varepsilon' = 4,561$

Měrná hustota slídy: $\rho_{\text{SLÍDA}} = 2700 \text{ kg m}^{-3}$

Průměr vzorku: $d = 63,52 \cdot 10^{-3} \text{ m}$

Tloušťka vzorku: $h = 3,768 \cdot 10^{-3} \text{ m}$

Permitivita laku: $\varepsilon' = 2,797$

Objem vzorku:

$$V = \frac{\pi \cdot d^2}{4} \cdot h = \frac{\pi \cdot 0,06352^2}{4} \cdot 3,768 \cdot 10^{-3} = 1,194 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$$

Hmotnostní podíl slídy:

$$m_{\text{slída}} = 0,06 \cdot m = 0,06 \cdot 0,013928 = 0,836 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$$

Objem slídy ve vzorku:

$$V_{\text{slída}} = \frac{m_{\text{slída}}}{\rho_{\text{slída}}} = \frac{0,836 \cdot 10^{-3}}{2700} = 3,095 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3$$

Objemové procento slídy:

$$V_{\% \text{slída}} = \frac{V_{\text{slída}}}{V} = \frac{3,09511 \cdot 10^{-7}}{1,19405 \cdot 10^{-5}} = 2,59 \%$$

Objem dispergovaných částic:

$$v_1 = \frac{V_{\%slida}}{100} = \frac{2,59}{100} = 0,0259$$

Objem částic matrice:

$$v_2 = 1 - v_1 = 1 - 0,0259 = 0,974$$

Lichteneckerův směsný vztah:

Pro $k = -1$

$$\varepsilon'_s = v_1 \varepsilon'_1 + v_2 \varepsilon'_2 = 0,0259 \cdot 4,561 + 0,974 \cdot 2,797 = \mathbf{2,843}$$

Pro $k = 1$

$$\frac{1}{\varepsilon'_s} = v_1 \frac{1}{\varepsilon'_1} + v_2 \frac{1}{\varepsilon'_2} = 0,0259 \frac{1}{4,561} + 0,974 \frac{1}{2,797} = \mathbf{2,825}$$

Logaritmický tvar, pro $k \rightarrow 0$

$$\log \varepsilon'_s = v_1 \log \varepsilon'_1 + v_2 \log \varepsilon'_2 = 0,0259 \cdot \log 4,561 + 0,9741 \cdot \log 2,797 = 0,562$$

$$\varepsilon'_s = \mathbf{2,833}$$

Maxwellův směsný vztah:

$$\frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_2} = 3 v_1 \frac{\varepsilon'_1 - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_1 + 2 \varepsilon'_2} \Rightarrow$$

$$\varepsilon'_s = \left(3 v_1 \varepsilon'_2 \frac{\varepsilon'_1 - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_1 + 2 \varepsilon'_2} \right) + \varepsilon'_2 = \left(3 \cdot 0,0259 \cdot 2,797 \frac{4,561 - 2,797}{4,561 + 2 \cdot 2,797} \right) + 2,797 = \mathbf{2,835}$$

Böttcherův směsný vztah:

$$\frac{\varepsilon'_s - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_s} = 3 \nu_1 \frac{\varepsilon'_1 - \varepsilon'_2}{\varepsilon'_1 + 2 \varepsilon'_s} \Rightarrow$$

$$\varepsilon'_s \cdot (\varepsilon'_1 + 2 \varepsilon'_s - 2 \varepsilon'_2 - 3 \nu_1 \varepsilon'_1 + 3 \nu_1 \varepsilon'_2) - \varepsilon'_1 \varepsilon'_2 = 0$$

$$\varepsilon'_s \cdot (4,561 + 2 \varepsilon'_s - 2 \cdot 2,797 - 3 \cdot 0,0259 \cdot 4,561 + 3 \cdot 0,0259 \cdot 2,797) - 4,561 \cdot 2,797 = 0$$

$$\varepsilon' = 2,835$$

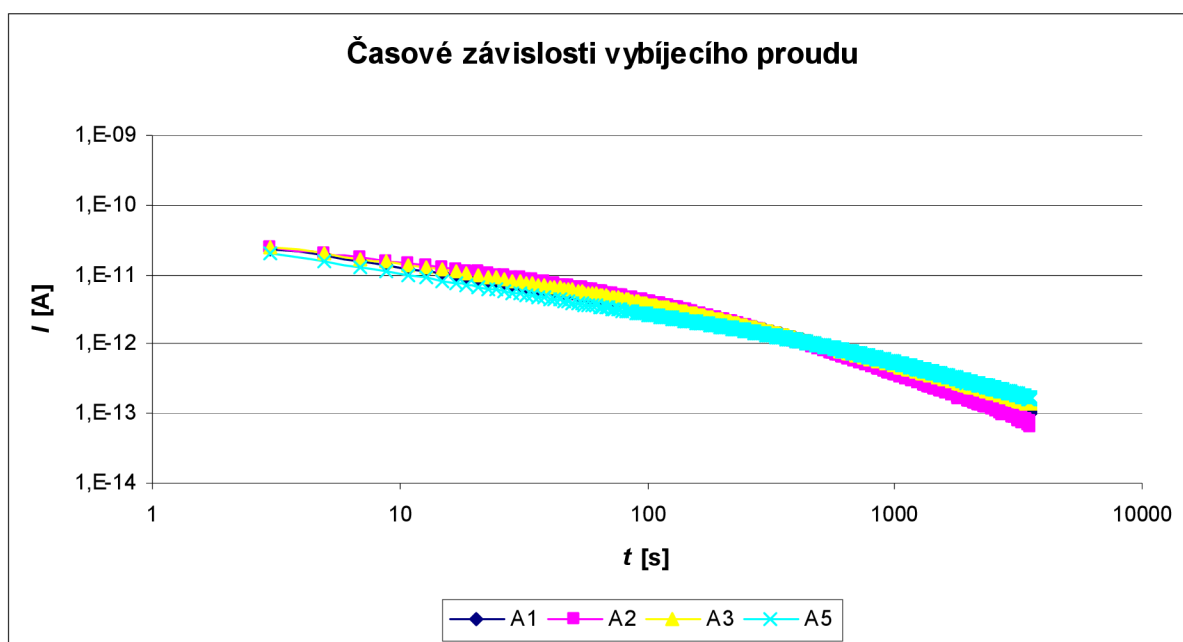
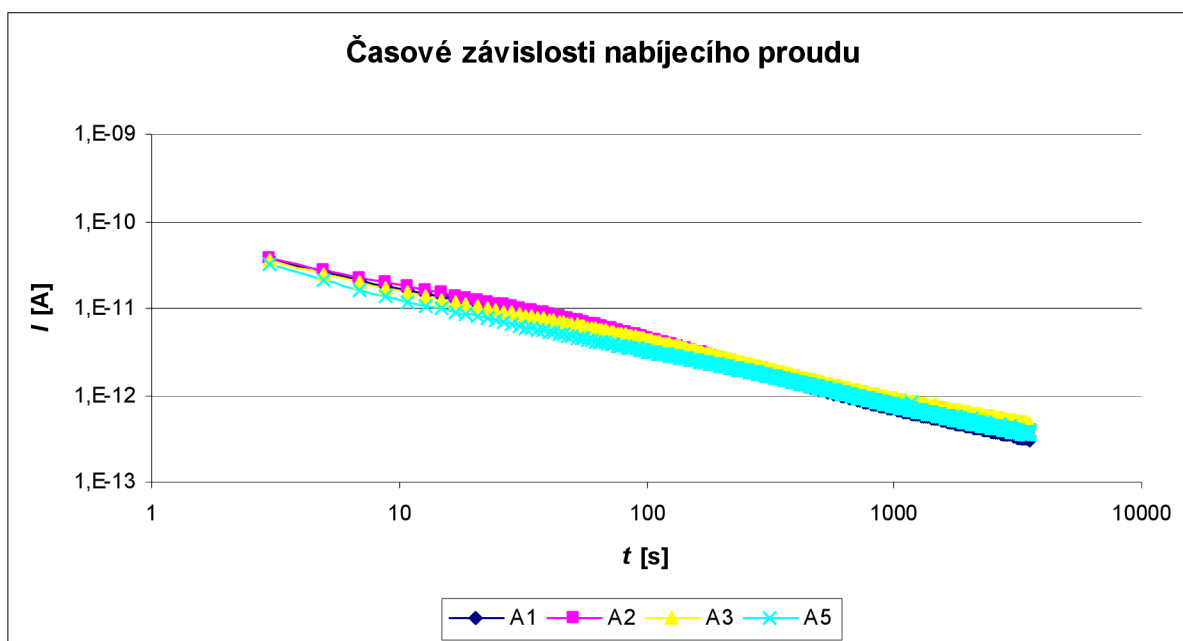
Tab. 5. Hodnoty relativních permitivit, vypočítané pomocí směsných vztahů

Plnění slídou	20 %	16 %	12 %	6 %	slída	lak
	$\varepsilon' [-]$					
Naměřeno při f=500 Hz	2,864	3,071	2,933	2,814	4,561	2,797
Lichtenecker k=-1	2,969	2,929	2,888	2,844		
Lichtenecker k=1	2,907	2,880	2,854	2,826		
Lichtenecker k→0	2,934	2,901	2,868	2,833		
Boetcher	2,942	2,908	2,873	2,836		
Maxwell	2,939	2,906	2,872	2,836		
	$\delta [-]$					
Lichtenecker k=-1	3,55	4,87	1,58	1,03		
Lichtenecker k=1	1,48	6,64	2,79	0,41		
Lichtenecker k→0	2,39	5,87	2,27	0,68		
Boetcher	2,68	5,63	2,10	0,76		
Maxwell	2,57	5,70	2,14	0,75		

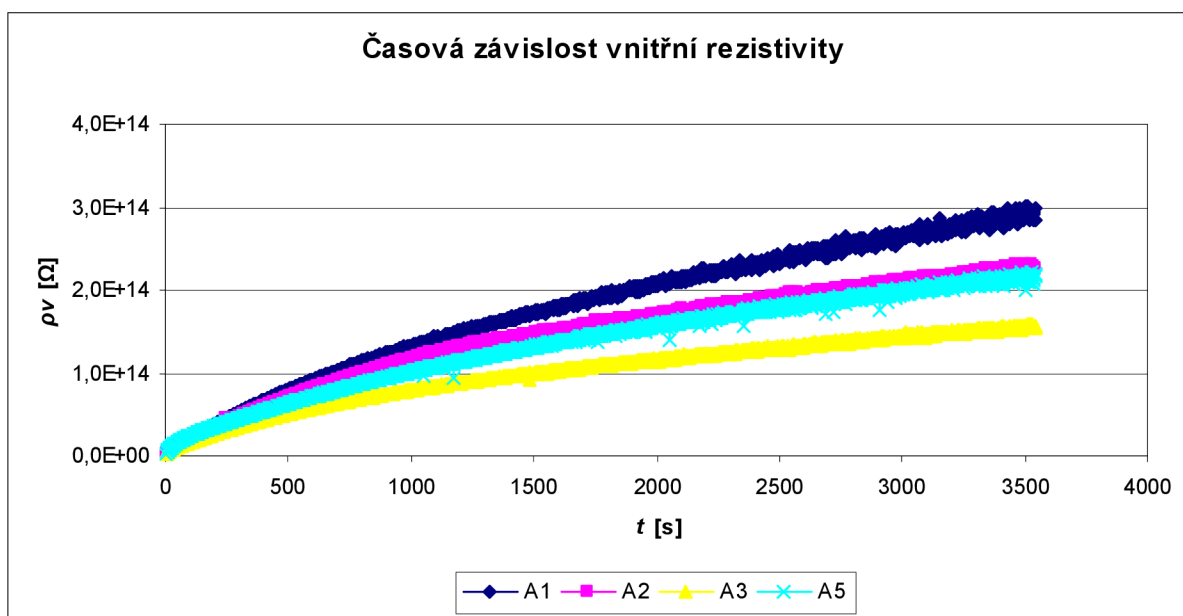
Pomocí směsných vztahů byly vypočítány předpokládané hodnoty permitivit jednotlivých sad. Byly použity směsné vztahy Lichteneckerovy, Maxwellův a Böttcherův. Vypočtené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 5 a dále jsou v této tabulce uvedeny relativní odchylky vypočtených relativních permitivit od naměřených hodnot.

2.5.2 Měření časových závislostí

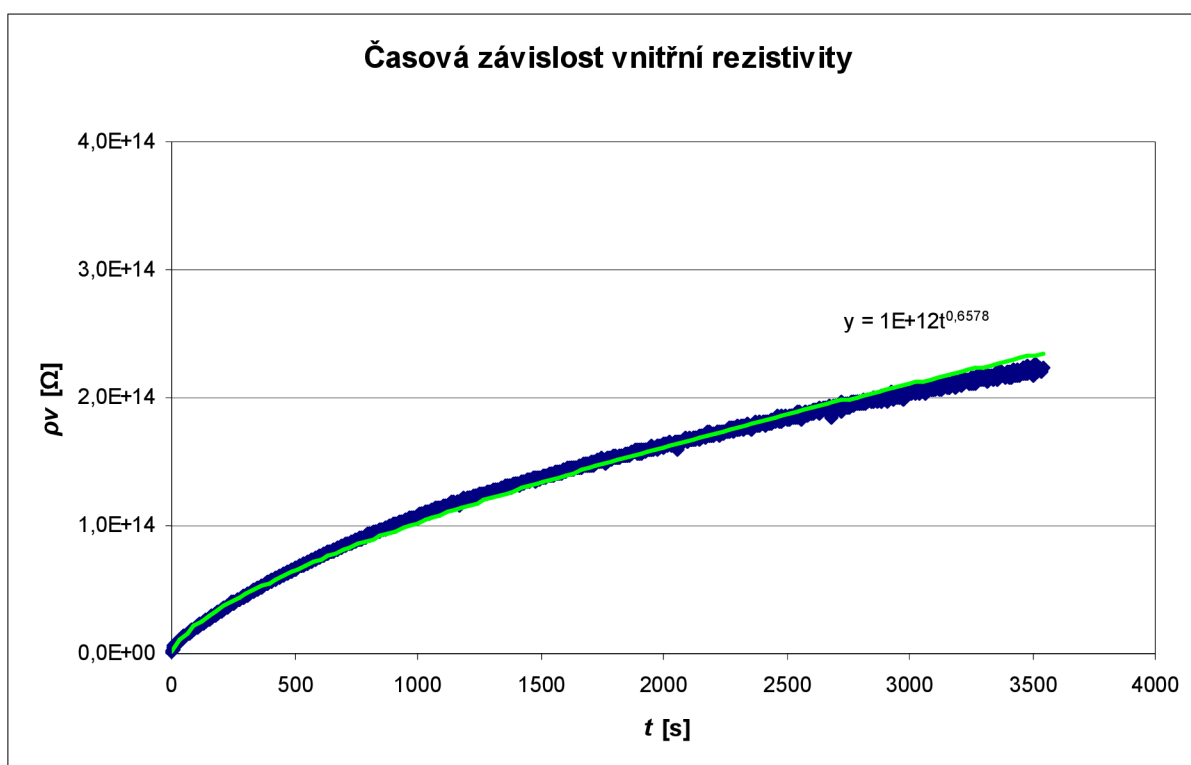
Na obrázku 12 jsou zobrazeny časové závislosti nabíjecího a vybíjecího proudu jednotlivých vzorků sady A, plněných 20% slídy. Na obrázku 13 jsou uvedeny hodnoty vnitřních rezistivit vzorků sady A v závislosti na čase. Naměřené hodnoty vlastností jednotlivých vzorků jsou podobné, proto byly i v této oblasti měření naměřené hodnoty proudů tekoucích jednotlivými vzorky zprůměrovány a dále bylo vycházeno vždy ze středních hodnot pro celou sadu. Na obrázku 14 je uvedena časová závislost vnitřní rezistivity, proložená mocninnou funkcí, a je zde uvedena rovnice regrese. Na obrázcích 15 a 16 jsou pak uvedeny časové závislosti nabíjecího a vybíjecího proudu a časové závislosti vnitřní rezistivity všech měřených sad, a také čistého laku a slídy.



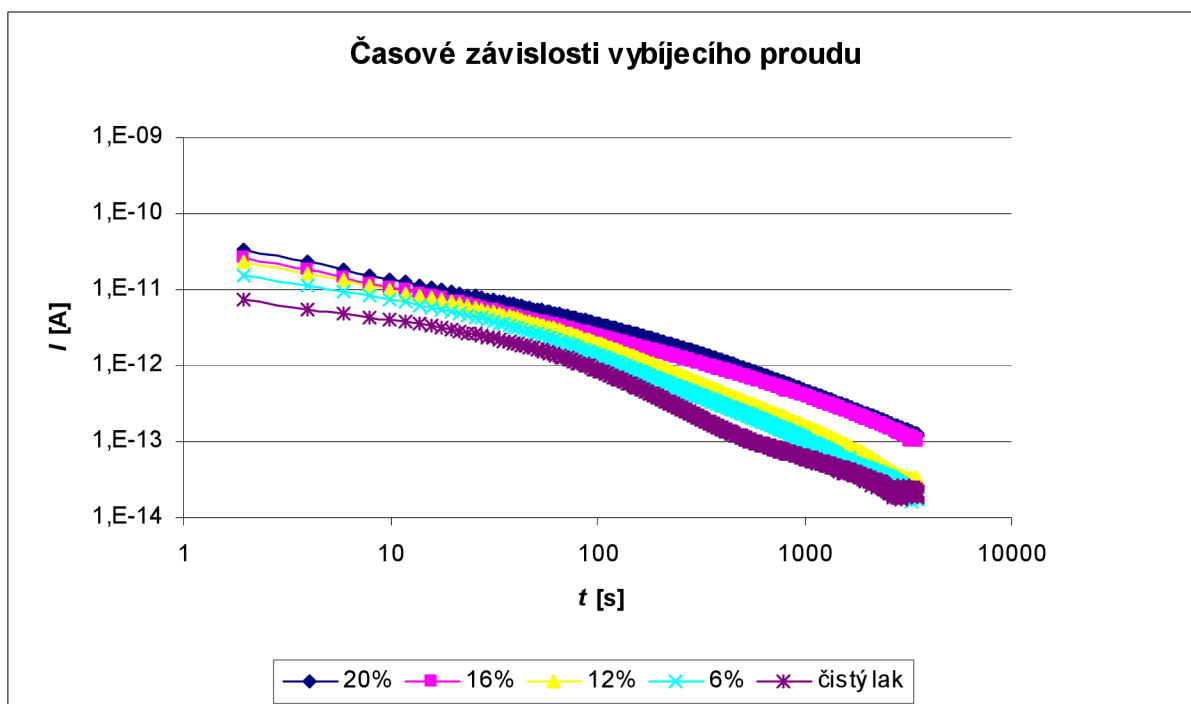
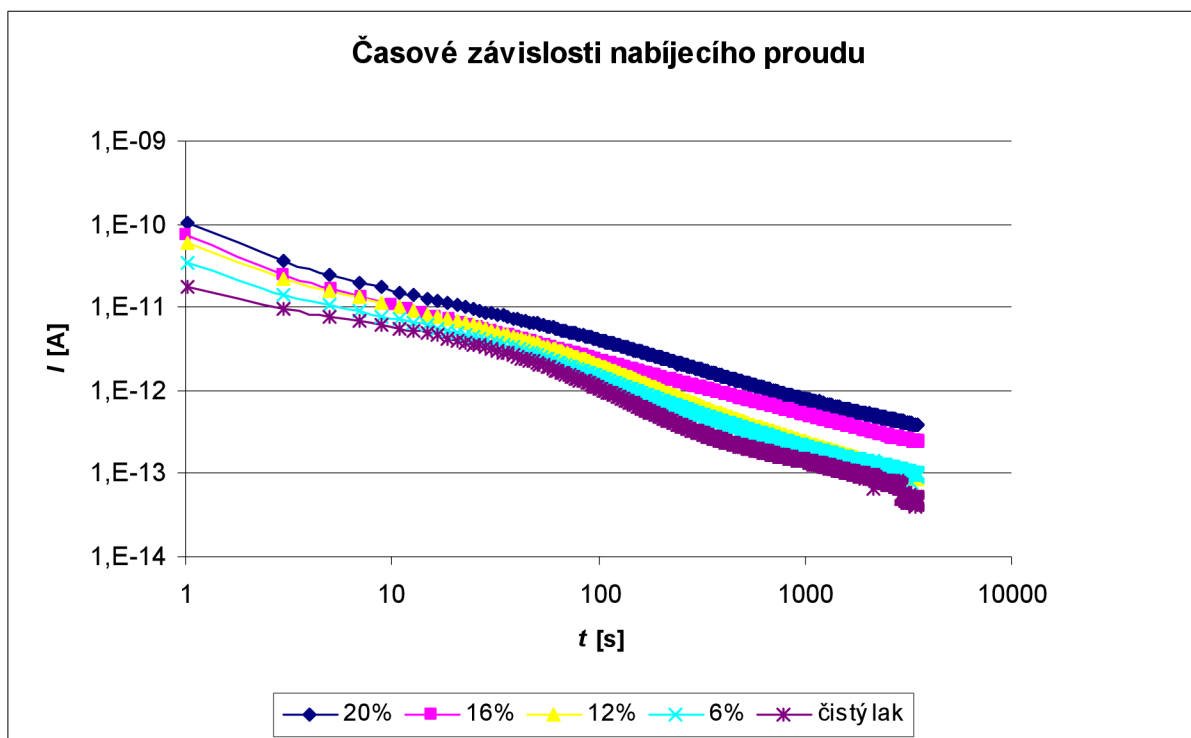
Obr. 12 Časové závislosti čtyř stejných vzorků (plnění 20% slídy)



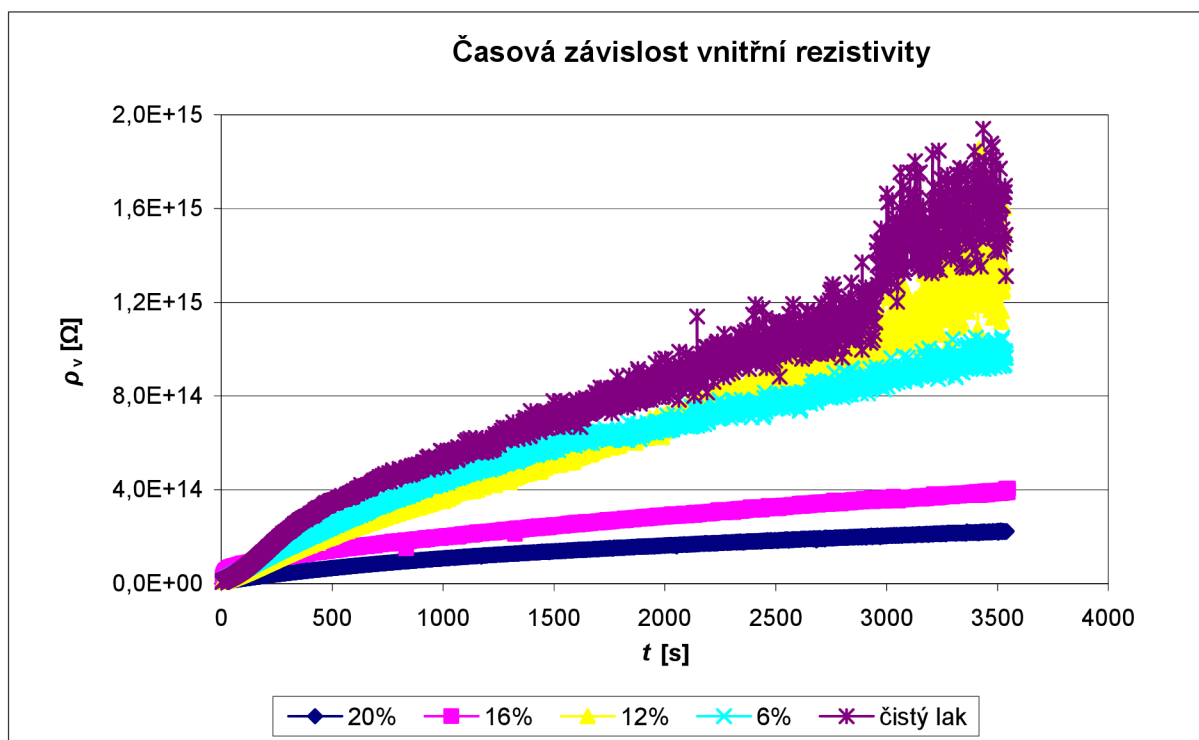
Obr. 13 Časové závislosti vnitřní rezistivity čtyř stejných vzorků (plnění 20 % slídy)



Obr. 14 Časová závislost průměrné vnitřní rezistivity pro vzorky s plněním 20 % slídy



Obr. 15 Vliv plnění slídou na časové závislosti nabíjecích a vybíjecích proudů zkušebních vzorků



Obr. 16 Vliv plnění slídou na časové závislosti vnitřní rezistivity zkušebních vzorků

2.6 Vyhodnocení experimentu

Pro potřeby experimentu bylo vyrobeno 40 vzorků s plněním 0, 6, 12, 16 a 20 hmotnostních procent slídy. U vybraných 19-ti vzorků s největší vypovídací schopností byly stanoveny jak kmitočtové závislosti složek komplexní permitivity, tak časové závislosti nabíjecího a vybíjecího proudu a průběhu vnitřní rezistivity.

Ze získaných výsledků je zřejmé, že hodnota relativní permitivity v měřeném rozsahu kmitočtů s kmitočtem podle teoretických předpokladů klesá a hodnota ztrátového čísla s kmitočtem naopak roste.

Naměřené vlastnosti některých vzorků vykazují odchylky, které nebylo možno z časových důvodů řešit a měření opakovat, proto nebyly sady s plněním 20 a 16 % do grafických hodnocení zahrnuty. Rozdílné výsledky mohou být způsobeny nerovnostmi povrchu, díky kterým mohou vznikat vzduchové mezery mezi vzorkem a měřicí a napěťovou elektrodou. Tato vzduchová mezera se pak chová jako přidaný sériový kondenzátor. Odchylky se projevily i při měření kmitočtových závislostí pro znázornění Coleho-Coleho diagramu, kdy musely být vlastnosti vzorků proměřeny na dvou různých přístrojích z důvodu získání většího kmitočtového rozsahu měření. Bylo nutné měření provést bez vyjímání vzorků z tříelektrodového systému; ten se vždy jen přepojil k příslušnému měřicímu přístroji. Sady vzorků s plněním 0, 6 a 12 % vykazují výsledky odpovídající teoretickým předpokladům, tedy že v závislosti na plnění roste relativní permitivita. Současně však vzrůstá i ztrátový činitel, což je jev nežádoucí z hlediska změny elektroizolačních vlastností.

Aplikací směsných vztahů byly vypočteny hodnoty permitivit. Hodnoty relativní permitivity slídy a čistého laku byly do směsných vztahů vloženy z výsledků měření. I tyto veličiny ovšem vykazují chyby, neboť i výroba vzorků čistého laku probíhala stejným technologickým postupem, jako výroba vzorků plněných slídou a tím pádem má také výše uvedené nedostatky (nehomogenity). Naměřené hodnoty poměrně dobře odpovídají hodnotám vypočteným. Bylo zjištěno, že naměřené hodnoty relativní permitivity se nejvíce přibližují hodnotám vypočteným podle Lichteneckerových vztahů, konkrétně pro

koeficient $k = -1$ (sériové řazení složek) přesto, že experiment pracuje se vzorky s náhodným uspořádáním jednotlivých složek soustavy, pro něž se předpokládá platnost Lichteneckerova logaritmického vztahu.

V časové oblasti průběhy nabíjecích a vybíjecích proudů v závislosti na čase rostou s mírou plnění slídou. Nejvyšší hodnoty vykazuje slída, následují vzorky s plněním 20, 16, 12, 6 % a nejnižší hodnoty proudů vykazuje čistý lak. Vnitřní rezistivita se vzrůstajícím poměrem plnění slídou klesá. Nejlepší elektroizolační vlastnosti vykazuje samotný elektroizolační lak.

Z naměřených hodnot tedy vyplývá, že plnění slídou má vliv na elektroizolační vlastnosti laků. Čím je procento plnění vyšší, tím jsou elektroizolační vlastnosti horší. Z naměřených hodnot vyplývá, že tento vliv není nijak výrazný, mezi vnitřní rezistivitou vzorků s plněním 6 a 20 % je rozdíl jednoho řádu. Slída přidávaná do vzorků bude mít spíše pozitivní vliv na mechanické vlastnosti vzorků, jako např. pevnost a další elektroizolační vlastnosti, jako např. elektrická pevnost.

3 ZÁVĚR

Elektroizolační lak Epoxylite TSA 220S, zkoumaný v této diplomové práci je materiál relaxačního typu. To dokazují průběhy kmitočtových závislostí složek komplexní permitivity a průběhy Coleho-Coleho diagramů.

Pro kontrolní výpočet veličin, charakterizujících vlastnosti kompozitu, se ukázal jako nejvhodnější Lichteneckerův mocninný vztah pro $k = -1$.

Měření dielektrických veličin je ovlivňováno různými činiteli. Chyby může způsobovat vzduchová mezera, která vzniká mezi vzorkem a měřicí a napěťovou elektrodou v tříelektrodovém systému a také bublinky uvnitř kompozitu, které vznikají při vytvrzování (tyto bublinky se nepodařilo zcela odstranit ani důkladným promícháním v nádobce, ani pomocí ultrazvuku).

Pro další zkoumání by bylo vhodné vzorky znovu proměřit, případně zbrousit, aby se minimalizovaly chyby způsobené vzduchovými mezerami mezi vzorkem a měřicí a napěťovou elektrodou.

Experiment ukázal, že plnění mletou slídou má vliv na dielektrické vlastnosti elektroizolačního laku, změny vlastností ale nejsou nikterak výrazné. Přidaná slída ovlivňuje nejen vlastnosti dielektrické, ale také vlastnosti mechanické. Pro využití v elektrotechnice je důležitá např. pevnost a elektrická pevnost, kterou může přidaná slída pozitivně ovlivnit.

SEZNAM LITERATURY

- [1] ROZSÍVALOVÁ, Z. a kol. *Materiály a technická dokumentace – Laboratorní cvičení: Elektronický učební text*. Brno, VUT FEKT v Brně, 2004.
- [2] JIRÁK, J., ROZSÍVALOVÁ, Z. *Elektrotechnické materiály a výrobní procesy – Laboratorní cvičení: Elektronický učební text*. Brno, VUT FEKT v Brně, 2003.
- [3] JIRÁK, J. a kol. *Materiály a technická dokumentace - část Materiály v elektrotechnice*: Brno, VUT FEKT v Brně, 2003, elektronická skripta
- [4] KAZELLE, J. a kol. *Výrobní procesy: Elektronický učební text*. Brno, VUT FEKT v Brně, 2006.
- [5] KAZELLE, J., *Elektrotechnické materiály a výrobní procesy: Elektronický učební text*. Brno, VUT FEKT v Brně, 2003.
- [6] LIEDERMANN, K., jun. *Dielektrická relaxační spektroskopie polymerních látek: Habilitační práce*. Brno, VUT FEKT v Brně, 1996.
- [7] LIEDERMANN, K., *Nedestruktivní diagnostika a fyzika dielektrik: Elektronický učební text*. Brno, VUT FEKT v Brně, 2008.
- [8] EpoxyLite TSA 220S: *Materiálový list*. Praha, 2005.
- [9] Mletá slída 60030: *Materiálový list*.
- [10] HP E4980A Precision LCR Meter - *Operation Manual*. Yokogawa - Hewlett - Packard LTD 1989