



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 RŮZNORODÝMI PLNIVY

ELECTRICAL PROPERTIES ANALYSIS OF EPOXY RESINS WITH VARIOUS FILLERS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Luděk Horák

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Martin Frk, Ph.D.

BRNO 2016

Bakalářská práce

bakalářský studijní obor **Mikroelektronika a technologie**
Ústav elektrotechnologie

Student: Luděk Horák

ID: 160892

Ročník: 3

Akademický rok: 2015/16

NÁZEV TÉMATU:

Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různorodými plnivý

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Analyzujte současný stav popisující oblast produkce a diagnostiky vlastností epoxidových zalévacích hmot v elektrotechnickém průmyslu, včetně popisu chemického složení a technologického zpracování. Prostudujte fyzikální podstatu chování dielektrických materiálů v elektrickém poli a vytvořte přehled diagnostických metod pro sledování jejich vlastností.

Ve spolupráci s firmou SYNPO, a. s. Pardubice si připravte několik sad vzorků zalévacích hmot na bázi epoxidových pryskyřic s různým druhem anorganického plniva a analyzujte jejich materiálové vlastnosti ve střídavém a stejnosměrném elektrickém poli při současném působení teploty. Dosažené výsledky graficky zpracujte, matematicky aproximujte. Diskutujte vliv různého plniva na výsledné materiálové vlastnosti složené soustavy. Rovněž analyzujte a kvantifikujte vliv činitelů podílejících se na výsledné přesnosti realizovaných měření.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 8.2.2016

Termín odevzdání: 2.6.2016

Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.

Konzultant bakalářské práce:

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D., předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské 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 bakalářská práce se zabývá studiem elektroizolačních zalévacích hmot na bázi epoxidových pryskyřic. Popisuje chemické složení, výrobu, vlastnosti a metody měření základních elektrických veličin těchto materiálů. Součástí práce je příprava několika sad vzorků kompozitních epoxidových pryskyřic s různým druhem mikromletých křemenných písků jako plnivem. U daných vzorků je měřena teplotní závislost relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity.

KLÍČOVÁ SLOVA

Polymery, reaktoplasty, epoxidové pryskyřice, elektrické vlastnosti, diagnostické metody a měření, permitivita, ztrátový činitel, rezistivita

ABSTRACT

Presented bachelor 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. This work also embodies a preparation of composite epoxy resin samples with different kinds of micro-ground siliceous sand as a filling. The samples given are measured on the temperature dependency of relative permittivity, dissipation factor and inner resistivity.

KEYWORDS

Polymers, thermosets, epoxy resin, electrical properties, diagnostic techniques and measurement, permittivity, dissipation factor, resistivity

HORÁK, L. *Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různorodými plnivý.*
Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
Ústav elektrotechnologie, 2016. 59 s. Bakalářská práce. Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma Analýza elektrických vlastností epoxidových pryskyřic s různorodými plnivy jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské 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 bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské 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 2016

.....
podpis autora

PODĚKOVÁNÍ:

Děkuji vedoucímu bakalářské práce Ing. Martinu Frkovi, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé bakalářské práce. Dále děkuji spolupracující firmě SYNPO a.s. Pardubice za poskytnutí prostoru k odlití vzorků epoxidových pryskyřic a pracovníkům této firmy za odborné rady a pomoc při zpracování mé bakalářské práce.

OBSAH

ÚVOD	7
1 TEORETICKÁ ČÁST	9
1.1 Polymery	9
1.1.1 Rozdělení polymerů	9
1.2 Epoxidové pryskyřice	14
1.2.1 Vlastnosti epoxidových pryskyřic	14
1.2.2 Výroba epoxidových pryskyřic	14
1.2.3 Vytvrzování epoxidových pryskyřic	15
1.2.4 Výzkumná činnost	17
1.3 Chování polymerů v elektrickém poli	18
1.3.1 Komplexní permitivita	18
1.3.2 Ztrátový činitel	19
1.3.3 Rezistivita	21
1.4 Metody měření základních elektrických veličin	23
1.4.1 Měření relativní permitivity a ztrátového činitele	23
1.4.2 Měření rezistivity	26
2 PRAKTICKÁ ČÁST	28
2.1 Příprava vzorků CHS-EPODUR 494-1667 s různým typem plniva	28
2.2 Popis pracoviště a použitých přístrojů	30
2.2.1 Impedanční analyzátor Tettex 2830/2831	30
2.2.2 Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914	31
2.2.3 Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter	31
2.2.4 Třielektroodový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell	32
2.2.5 Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111	33
2.3 Měření elektrických veličin připravených vzorků	34
2.3.1 Popis měření	34
2.3.2 Vyhodnocení měření	35
2.4 Matematické výpočty	41
2.4.1 Výpočet relativní permitivity	41
2.4.2 Výpočet vnitřní a povrchové rezistivity	42
2.4.3 Výpočet polarizačních indexů	43
2.4.4 Výpočet materiálových konstant a aktivační energie	44
3 ZÁVĚR	45
LITERATURA	47
SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK	49
SEZNAM OBRÁZKŮ	50
SEZNAM TABULEK	51
PŘÍLOHY	52

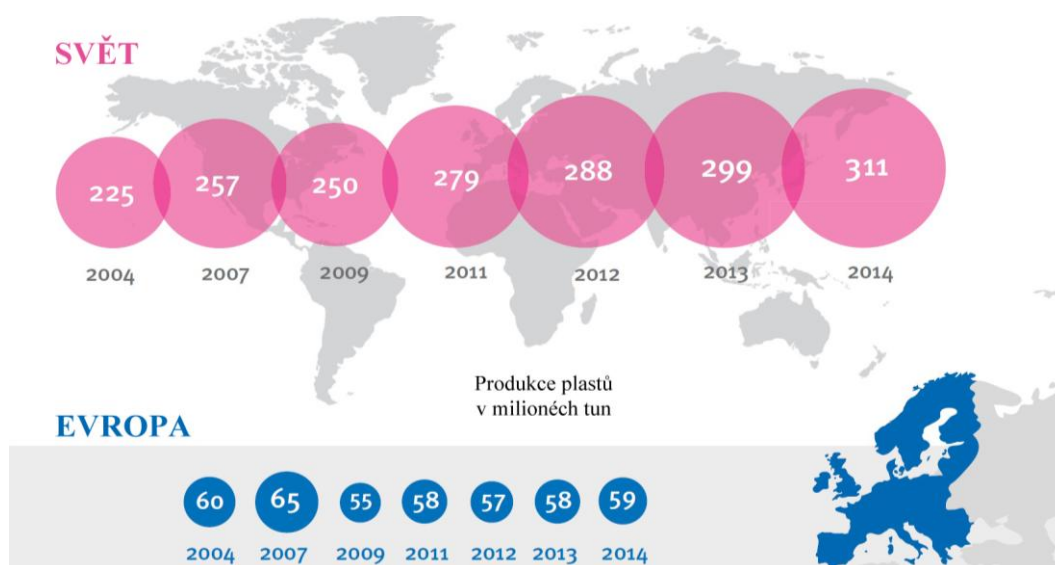
ÚVOD

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

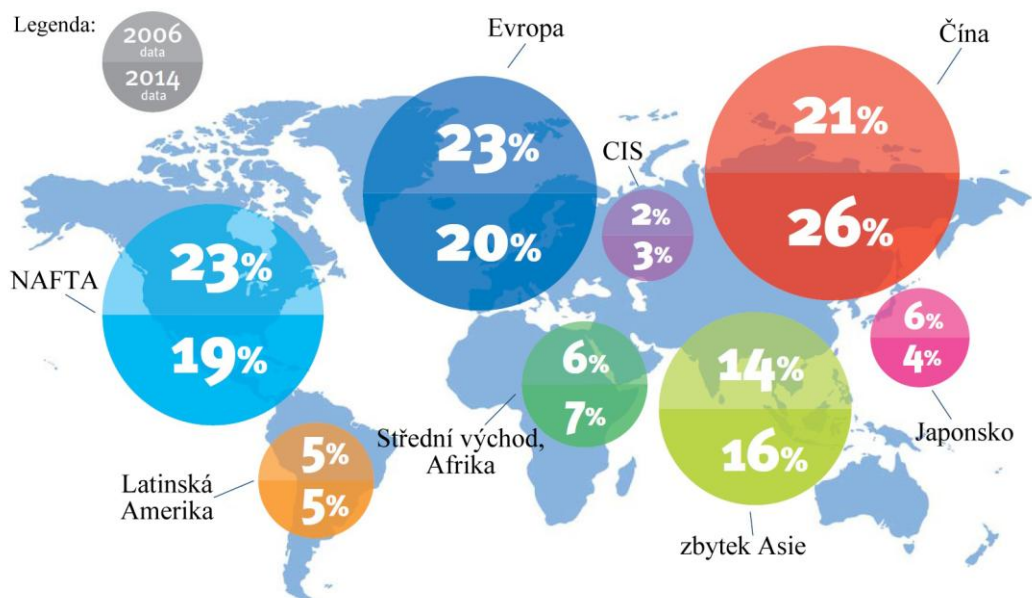
Polymery v současnosti nahrazují mnoho významných materiálů, jako jsou např. kovy, dřevo, sklo, kůže a to především díky svým lepším vlastnostem, odolnosti, zpracovatelnosti či ceně. V roce 2014 se na celém světě vyrobilo 311 milionů tun plastů, přičemž 59 milionů tun v Evropě samotné. Produkce plastů celosvětově stále roste, v Evropě je stabilní (viz Obr. 1). Mezi největší výrobce plastů patří Čína s 26% podílem globální výroby polymerů. Následuje Evropa s 20% podílem celosvětové produkce. Další státy jsou znázorněny na Obr. 2. Hodnoty jsou udávány pro rok 2014. [1]

Epoxidové pryskyřice jsou poměrně mladé plasty, které se začaly vyrábět ve velkém až po druhé světové válce. Uplatňují se v nejrůznějších průmyslových odvětvích - ve strojírenství, stavebnictví, elektrotechnice, letectví, potravinářství, zdravotnictví. Epoxidy se hojně používají při výrobě lepidel, laminátů, licích hmot, nátěrových hmot, lisovacích hmot, impregnačních hmot apod.

Cílem bakalářské práce je seznámit veřejnost s problematikou v oblasti elektroizolačních zalévacích hmot na bázi epoxidových pryskyřic. Praktická část práce se zabývá měřením základních elektrických veličin odlitých vzorků epoxidových pryskyřic s různým typem plniva - mikromletých křemenných písků. Vzorky byly odlévány ve spolupráci s firmou SYNPO a.s. Pardubice. Mezi měřené vlastnosti patří relativní permitivita, ztrátový činitel a vnitřní rezistivita.



Obr. 1: Produkce plastů v Evropě a na celém světě v letech 2004 - 2014, převzato z [1]



Obr. 2: Světová výroba plastů v jednotlivých zemích v letech 2014, převzato z [1]

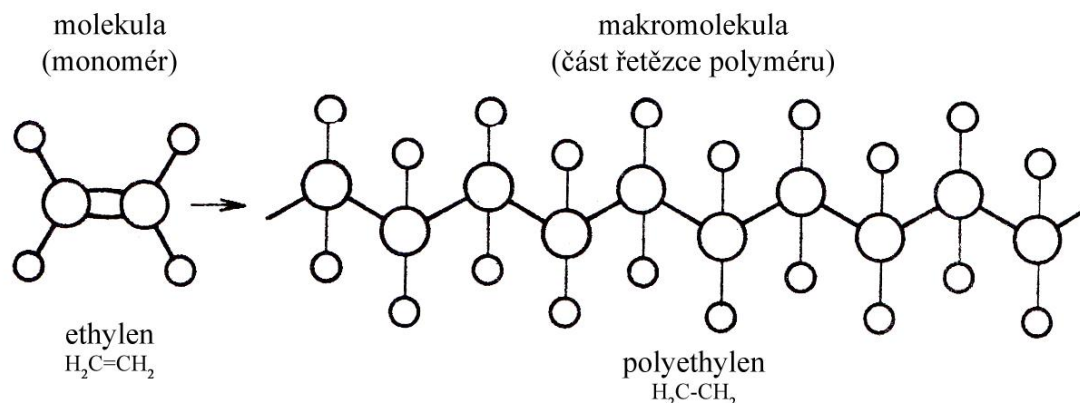
1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Polymery

Názvem polymery (plastické hmoty) se označují všechny materiály, které se skládají z makromolekulárních látek a to jak syntetických, tak i přírodních. Tyto látky je možné formovat tlakem, teplem nebo obojím najednou do různých tvarů. [2]

Makromolekuly jsou obrovské molekuly vzniklé spojením velkého počtu atomů, které jsou chemickými vazbami vázány do dlouhých řetězců. Pravidelně se opakující části řetězců jsou základní stavební jednotky makromolekuly (tzv. mery).

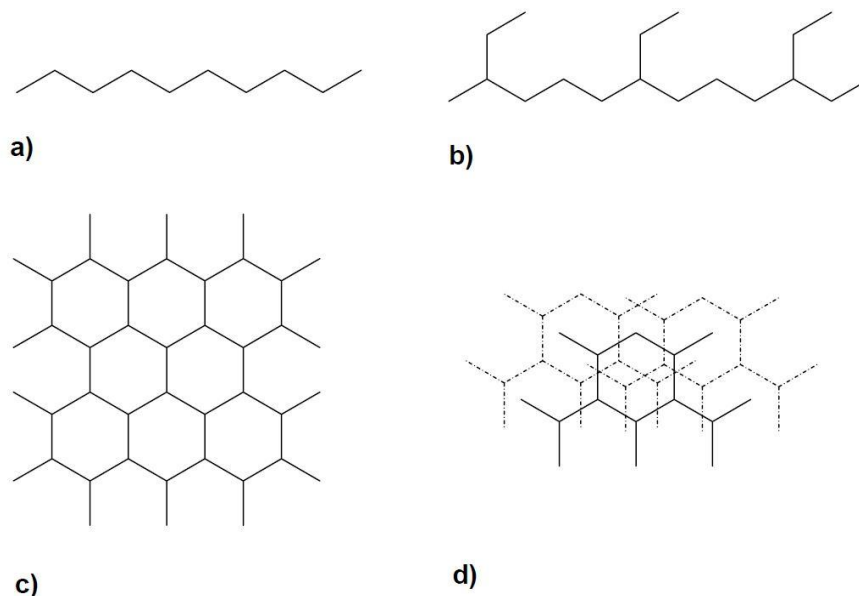
Základní stavební jednotkou polymerů jsou makromolekuly, které vznikají spojením molekul nízkomolekulárních látek (monomerů), viz Obr. 3. Relativní molekulová hmotnost makromolekulárních látek nabývá hodnot od desítek tisíc do milionů, což je o několik řádů více než u nízkomolekulárních látek. Základní prvky makromolekul většinou tvoří atomy uhlíku, vodíku a kyslíku. [3][4]



Obr. 3: Uspořádání jednotek monomeru v řetězci polymeru, převzato z [5]

1.1.1 Rozdělení polymerů

Polymery je možné rozřadit podle mnoha kritérií. Podle původu na přírodní a syntetické. Typickým příkladem přírodního polymeru je celulóza, škrob, bílkoviny, přírodní kaučuk atd. Syntetické polymery je dále možné dělit podle tvaru makromolekulárního řetězce na: lineární, rozvětvené, plošně zesíťované a prostorově zesíťované, viz Obr. 4. [4]



Obr. 4: Uspořádání molekul polymeru a) lineární, b) rozvětvené, c) plošně zesíťované, d) prostorově zesíťované, převzato z [4]

Další možné rozdělení je podle chemické reakce, kterou syntetické polymery vznikají. Existují tři typy tzv. polyreakcí:

Polymerace

Polymerace je řetězová reakce, během které dochází ke spojení velkého počtu molekul monomeru a vzniká tak výsledná makromolekula syntetického polymeru. Při polymeraci nevzniká žádný vedlejší produkt. Nejčastěji se využívá pro přípravu termoplastů.

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. 5.

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. [3][5]



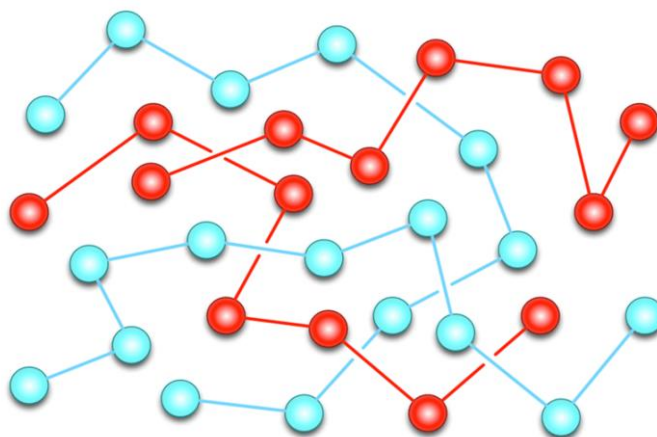
Obr. 5: Znáornění průběhu polymerace, převzato z [5]

Tab. 1: Základní rozdělení polymerů

POLYMERY		
PLASTOMERY		ELASTOMERY
TERMOPLASTY	REAKTOPLASTY	KAUČUKY

Termoplasty

Termoplasty jsou polymery, které dodáním tepla měknou a přecházejí z tuhého do plastického stavu, po ochlazení získávají zpět své původní vlastnosti. Při opakovaném zahřívání tedy nedochází ke změně jejich struktury. Uspořádání molekul termoplastů je znázorněno na Obr. 8. Mezi termoplasty řadíme např. polyethylen (PE), polypropylen (PP), polyvinylchlorid (PVC), polystyren (PS), polymethylmetakrylát (PMMA), polytetrafluorethylen (PTFE) a další. [3]

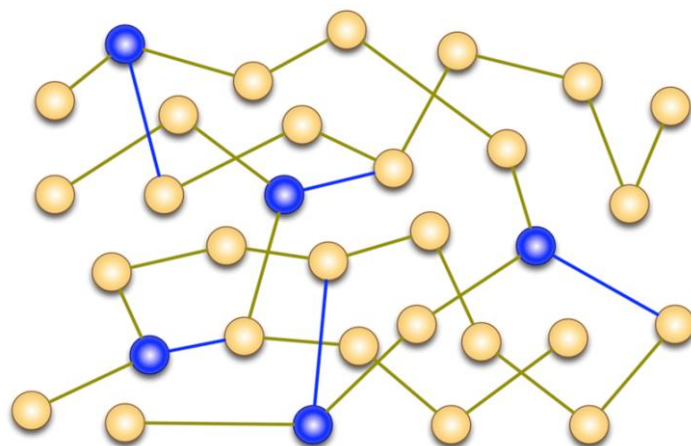


Obr. 8: Uspořádání molekul termoplastů, převzato z [7]

Reaktoplasty

Reaktoplasty (termosety) zahřátím mění svou strukturu z lineární na síťovanou, tím ztrácejí svou tvárnost a dochází tak k trvalému vytvrzení polymeru. Opakovaným ohřevem nelze vrátit výsledný polymer zpět do původního stavu. Uspořádání molekul reaktoplastů je znázorněno na Obr. 9.

Reaktoplasty mají celou řadu využití, používají se k výrobě lepidel, licích hmot, lehčených hmot, nátěrových hmot, lisovacích hmot atd. Do této skupiny patří např. fenoplasty, aminoplasty, epoxidové pryskyřice, polyesterové pryskyřice a další. [3]



Obr. 9: Uspořádání molekul reaktoplastů, převzato z [7]

Elastomery

Elastomery jsou polymery, jejichž základní vlastností je velká pružnost (elasticita). Lze je působením relativně malé vnější síly deformovat, přičemž je tato deformace vratná.

V klidové poloze mají molekuly elastomerů spirálovitý tvar a jsou neuspořádané. Po účinku deformačních sil se tyto molekuly napřimují a materiál „pruží“, po ukončení působení sil se molekuly elastomeru vrací zpět do své původní polohy.

Zástupci elastomerů jsou kaučuky, např. přírodní kaučuk, izoprenový kaučuk, butadienový kaučuk, chloroprenový kaučuk atd. [5]

1.2 Epoxidové pryskyřice

Epoxidové pryskyřice jsou syntetické polymery a patří do skupiny reaktoplastů. V molekule tyto sloučeniny obsahují více než jednu epoxidovou (oxiranovou) skupinu. Na vysoké reaktivitě této skupiny je založena celá řada aplikací - lepidla, nátěry, lisovací hmoty, zalévací hmoty, lakařské pryskyřice, pojiva pro lamináty. V elektrotechnickém průmyslu se využívají při výrobě izolačních materiálů, transformátorů, kabelů, v integrovaných a hybridních obvodech, deskách plošných spojů atd. [8]

Existuje celá řada obchodních názvů, např. Epoxy, Araldit, Epon, Epikote, Dervan, Diphenit aj. [2]

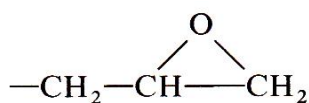
1.2.1 Vlastnosti epoxidových pryskyřic

Významných vlastností nabývají epoxidové pryskyřice až po vytvrzení, které nastává chemickou polyadiční reakcí - nedochází tedy k odštěpení vedlejších produktů. Vytvrzené produkty mají velmi dobré elektroizolační a dielektrické vlastnosti, mechanickou pevnost, elasticitu, chemickou odolnost vůči vodě, kyselinám i některým rozpouštědlům. Dále mají dobrou adhezi ke kovovým, skleněným, keramickým, dřevěným a jiným materiálům. [2][5][8]

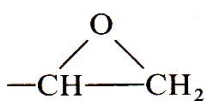
Epoxidové pryskyřice jsou bezbarvé až nažloutlé hmoty a za běžných podmínek jsou téměř neomezeně skladovatelné. Nízkomolekulární typy jsou rozpustné v aromatických uhlovodících, vysokomolekulární hlavně v ketonech a esterech. [8]

1.2.2 Výroba epoxidových pryskyřic

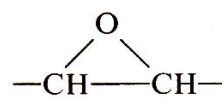
Epoxidové pryskyřice je možné rozdělit na dvě základní skupiny. První skupinou jsou typy obsahující glycidylové (2,3-epoxypropylové) skupiny - Obr. 10, které jsou připravené reakcí epichlorhydrinu s vhodnými surovinami (bisfenoly, dikarboxylovými kyselinami, aromatickými aminy atd.). Tento typ pryskyřic je používanější, představuje 85 % světové výroby. Druhou skupinou jsou typy, které obsahují epoxidové skupiny - Obr. 11 a jsou připravené epoxidací nenasycených sloučenin. [6][8]



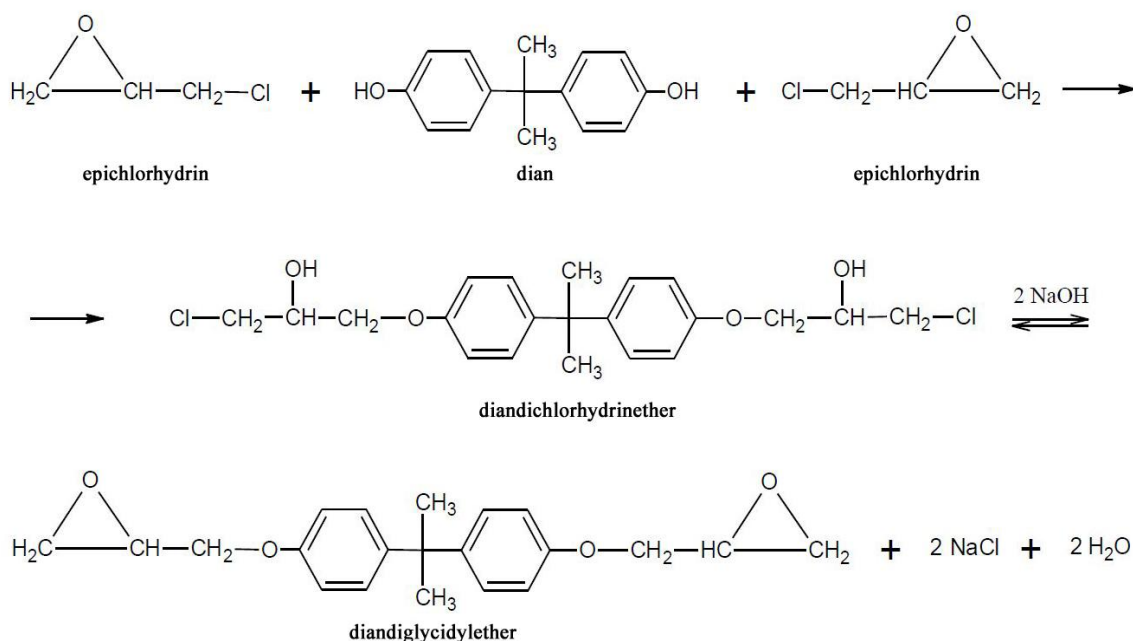
Obr. 10: Glycidyllová skupina



Obr. 11: Epoxidová skupina



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. 12. Vzniklá epoxidová skupina buď zůstává zachována, nebo reaguje s hydroxylem další molekuly dianu za vzniku epoxidových látek. [2][6][8]



Obr. 12: Alkalická kondenzace epichlorhydrinu s dianem, upraveno podle [6]

1.2.3 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. [9]

Vytvrzení epoxidových pryskyřic lze provést několika způsoby:

- polyadici probíhající na epoxidových skupinách
- polykondenzací na přítomných hydroxylových skupinách
- polymerací epoxidových skupin [8]

K adici na epoxidovou skupinu je možné použít skoro všechny sloučeniny s pohyblivými atomy vodíku. K vytvrzení dochází přidáním tzv. tvrdidla, tím jsou nejčastěji polyaminy a anhydridy polykarboxylových kyselin. 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. [3]

Charakteristickým bodem při vytvrzování je bod gelace (želatinace), kdy se v systému objeví první nekonečná struktura. Před bodem gelace mluvíme o viskózní kapalině, rozpustném podílu zvaném též jako 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. [9]

Reakce s polyaminy

Průběh reakce je popsán v [8]. Vytvrzení epoxidové pryskyřice alifatickými a cykloalifatickými polyaminy probíhá za normální teploty během relativně krátké doby. Urychlit se nechá zvýšením teploty. Používají se např. diethylentriamin, dipropylentriamin, isoforondiamin a další. Tyto polyaminy se využívají pro lepidla, tmely, licí a nátěrové hmoty, plastobeton. [8]

Reakce s anhydridy polykarboxylových kyselin

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

Reakce epoxidů s anhydridy je složitá, vysvětlena je v [8]. Vytvrzování probíhá několik hodin při teplotě 100 až 200 °C. [8]

1.2.4 Výzkumná činnost

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 [10]. 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. [10]

1.3 Chování polymerů v elektrickém poli

Polymery používané v elektrotechnické praxi 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. [5]

Práce se zabývá analýzou elektrických vlastností, proto už se dále budeme bavit pouze o vlastnostech elektrických.

1.3.1 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. 13). Rovnice (2) se může přepsat do tvaru:

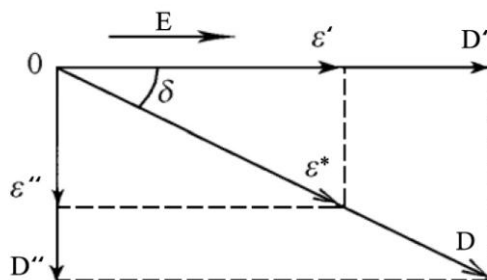
$$\hat{D}(\omega) = \varepsilon_0 \varepsilon^*(\omega) \hat{E}(\omega), \quad (3)$$

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). [11]



Obr. 13: Vektorový diagram elektrické indukce a permitivity, převzato z [11]

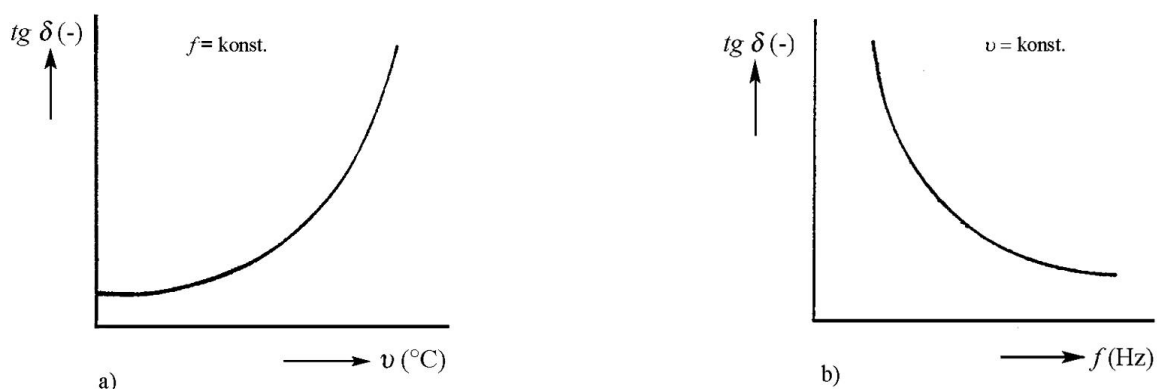
Reálná část komplexní permitivity ϵ' je fyzikální veličina, která nám udává, kolikrát se zvětší kapacita deskového kondenzátoru vyplněného dielektrikem místo vakua. Pro vakuum je hodnota ϵ' rovna 1, pro ostatní materiály je hodnota ϵ' větší než 1. Vypočítá se podle vzorce:

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

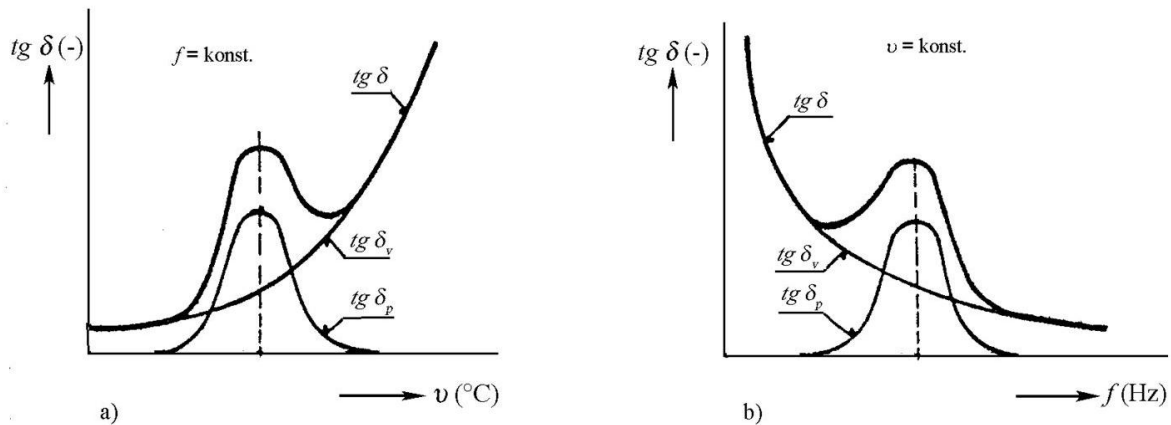
kde C_x je kapacita kondenzátoru, v němž je prostor mezi elektrodami vyplněn zkoumaným materiálem a C_0 je kapacita stejně uspořádaných elektrod umístěných ve vakuu. Kapacita C_0 je tzv. geometrická kapacita, počítá se z rozměrů kondenzátoru. [11][12]

1.3.2 Ztrátový činitel

Ztrátový činitel je bezrozměrná veličina, která vyjadřuje míru dielektrických ztrát. Jeho hodnota se mění v závislosti na teplotě a kmitočtu (viz Obr. 14 a Obr. 15).



Obr. 14: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($\nu = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele nepolárního dielektrika, převzato z [13]



Obr. 15: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($v = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele polárního dielektrika, převzato z [13]

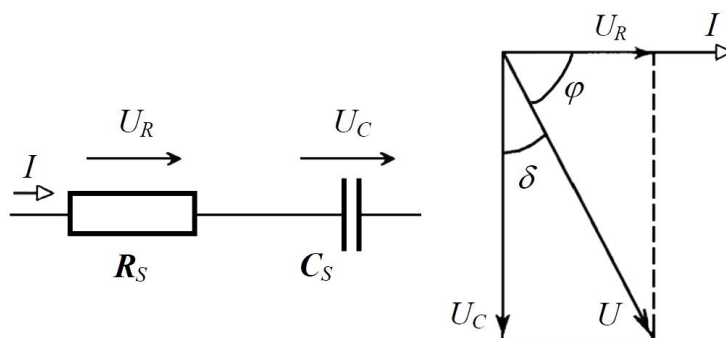
Mezi intenzitou elektrického pole \hat{E} a elektrickou indukcí \hat{D} vzniká fázový posun δ (ztrátový úhel). Tangentou tohoto úhlu je ztrátový činitel. Z Obr. 13 vyplývá vztah:

$$\text{tg} \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (6)$$

Matematický výpočet ztrátového činitele vychází ze zjednodušeného náhradního modelu kondenzátoru s technickým dielektrikem. Podle náhradního sériového zapojení (Obr. 16) se ztrátový činitel vypočítá pomocí vzorce:

$$\text{tg} \delta = \frac{U_R}{U_C} = \omega C_S R_S, \quad (7)$$

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

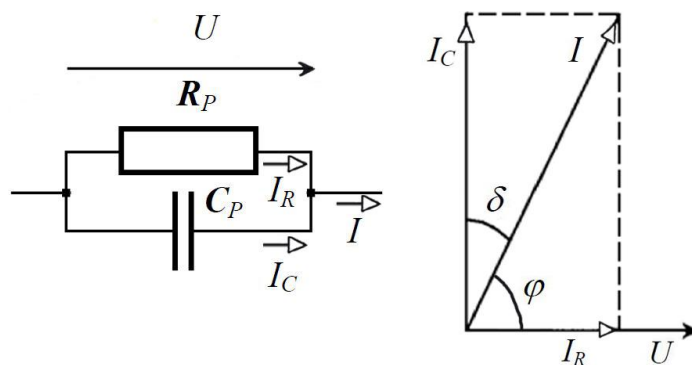


Obr. 16: Sériové náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [11]

Podle náhradního paralelního zapojení (Obr. 17) je ztrátový činitel dán vztahem:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{I_R}{I_C} = \frac{1}{\omega C_p R_p}, \quad (8)$$

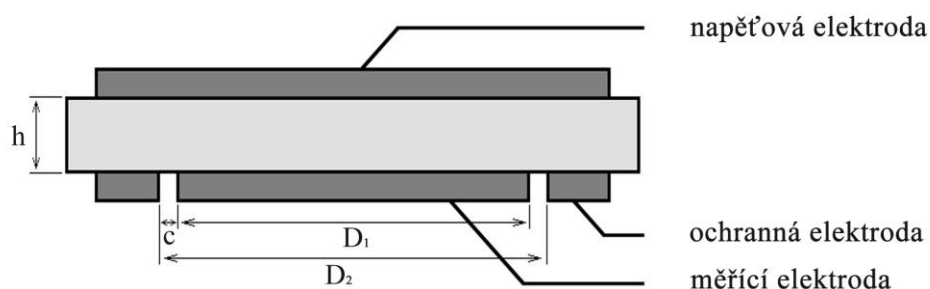
kde C_p je kapacita paralelně zapojeného kondenzátoru, R_p je odpor paralelně zapojeného rezistoru a ω je úhlový kmitočet ($\omega = 2\pi f$). [11][13]



Obr. 17: Paralelní náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [11]

1.3.3 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. 18.



Obr. 18: Tříelektrodový 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 . Číselně se rovná vnitřnímu odporu krychle ze zkoušeného materiálu o hraně 1 m, měřenému mezi dvěma elektrodami přiloženými na protilehlých stěnách. Vypočítá se dle vzorce:

$$\rho_v = R_v \frac{S_{ef}}{h} = R_v \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h}, \quad (9)$$

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 . Číselně se rovná odporu čtverce povrchu zkoušeného materiálu o straně 1 m, měřenému mezi dvěma elektrodami přiloženými na protilehlých stranách. Vypočítá se dle vzorce:

$$\rho_p = R_p \frac{O_{ef}}{c} = R_p \frac{\pi(D_1 + Bc)}{c}, \quad (10)$$

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. [11][14]

1.4 Metody měření základních elektrických veličin

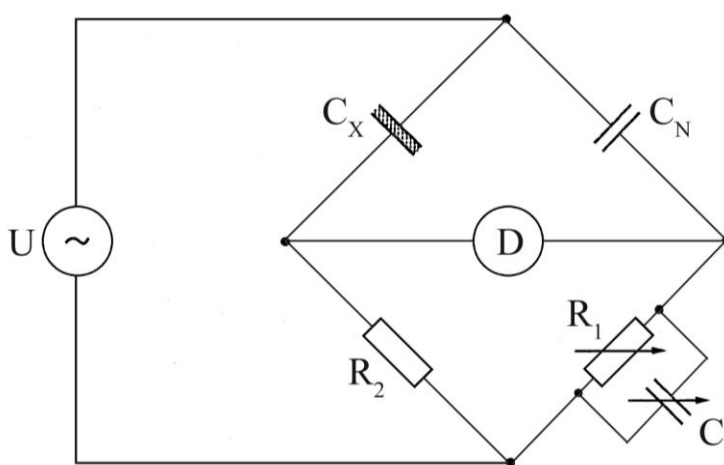
Existuje mnoho diagnostických metod ke stanovení hodnot elektrických materiálových veličin, nejnámější z nich jsou popsány v této kapitole.

1.4.1 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. [12]

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. 18). Úkolem třetí, ochranné elektrody je omezit vliv parazitní kapacity měřicí elektrody vzhledem k zemi. Zapojení Scheringova můstku je uvedeno na Obr. 19.



Obr. 19: Schéma zapojení Scheringova můstku, upraveno podle [12]

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:

$$C_S = C_N \frac{R_1}{R_2} \quad (11)$$

$$R_S = R_2 \frac{C_1}{C_N} \quad (12)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \omega C_S R_S = \omega C_1 R_1, \quad (13)$$

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

Pro výpočet reálné části komplexní permitivity platí vztah:

$$\varepsilon' = \frac{C_S}{C_0}, \quad (14)$$

kde C_0 je geometrická kapacita tříelektrodivého systému (Obr. 18). Vypočítá se podle vzorce:

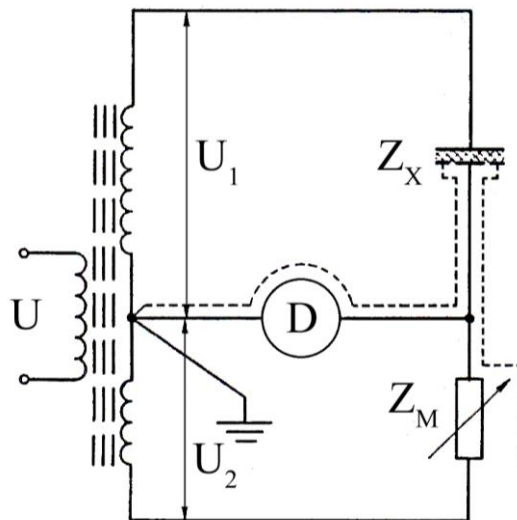
$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} = \varepsilon_0 \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h}, \quad (15)$$

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. [11][12]

Transformátorový můstek

Princip transformátorového můstku je jednodušší než princip Scheringova můstku. Schéma je znázorněno na Obr. 20. 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.

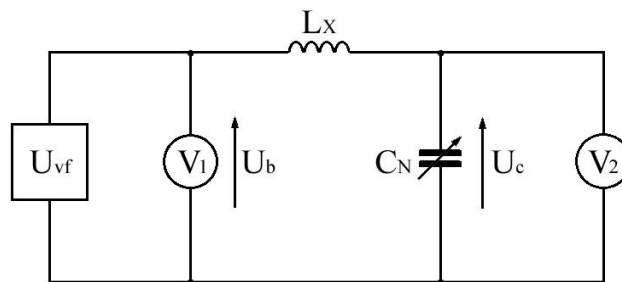
Výhodou tohoto můstku je, že umožňuje uzemnit stínění a ochrannou elektrodu přímo, není třeba další obvodové větve. [12]



Obr. 20: Schéma zapojení transformátorového můstku, převzato z [12]

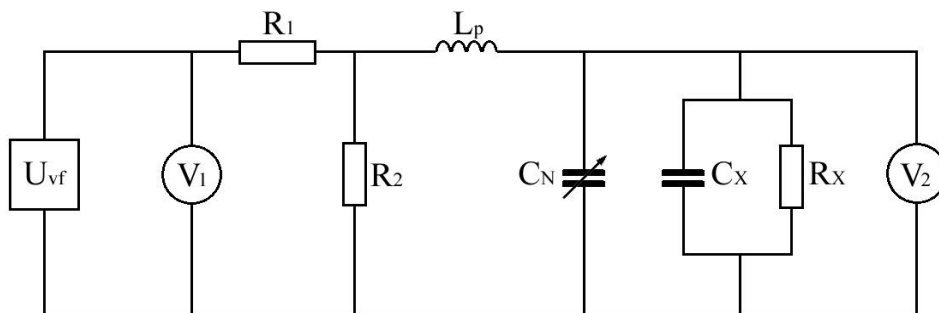
Q-metr

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. 21 je ukázáno typické zapojení Q-metru, ve kterém je rezonanční obvod připojen k oscilátoru přes společný rezistor.



Obr. 21: Schéma zapojení Q-metru, převzato z [11]

Při měření permitivity a ztrátového činitele je vzorek umístěn v měřicím přípravku, tím je dvouelektrový mikrometrický kondenzátor. Ve schématu na Obr. 22 je zkoumaný vzorek nahrazen paralelním zapojením kondenzátoru C_X a ztrátového rezistoru R_X .



Obr. 22: Schéma zapojení Q-metru s měřicím přípravkem, převzato z [11]

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 .

$$C_X = \varepsilon_0 \varepsilon' \frac{S}{h_1} \quad (16)$$

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S}{h_0} \quad (17)$$

$$\varepsilon' = \frac{h_1}{h_0} \quad (18)$$

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

$$\operatorname{tg}\delta = \frac{1}{\omega R_X C_X}, \quad (19)$$

kde ω je úhlový kmitočet. [11][12]

1.4.2 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

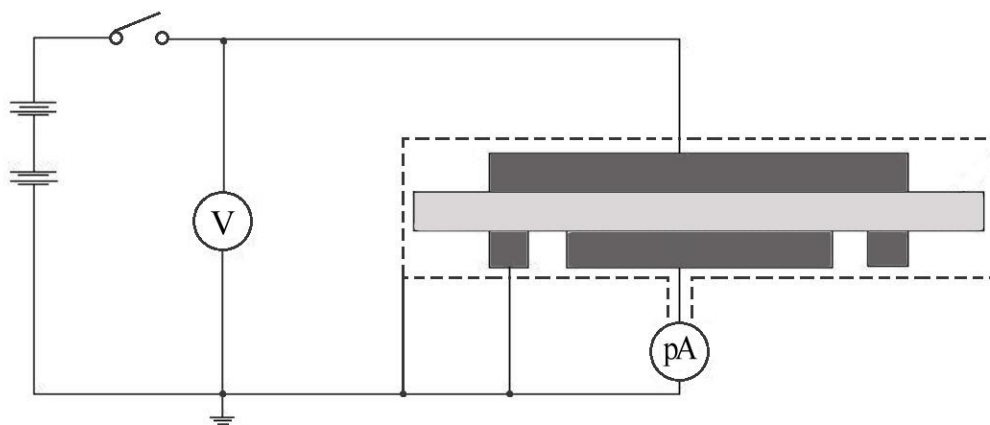
Tato metoda se používá nejčastěji pro zjištění vnitřní rezistivity. Schéma zapojení je na Obr. 23. Proud procházející vzorkem umístěným v třielektrodovém systému se změří pomocí elektronického pikoampérmetru. Vnitřní odpor vzorku R_v se pak vypočítá ze známého napětí U a proudu I pomocí Ohmova zákona:

$$R_v = \frac{U}{I} \quad (20)$$

Vnitřní rezistivita se vypočítá podle vzorce:

$$\rho_v = R_v \frac{S_{ef}}{h}, \quad (21)$$

kde R_v je vnitřní odpor, S_{ef} je efektivní plocha měřicí elektrody a h je tloušťka vzorku. [11][14]



Obr. 23: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu voltampérovou metodou, upraveno podle [14]

2 PRAKTICKÁ ČÁST

2.1 Příprava vzorků CHS-EPODUR 494-1667 s různým typem plniva

CHS-EPODUR 494-1667 (CHS = neplněná zalévací hmota, EPODUR = obchodní název, 494 = typ pryskyřice, 1667 = typ tvrdidla) je modifikovaná nízkomolekulární epoxidová pryskyřice, která se skládá ze:

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

Urychlovač určuje, jak rychle se systém bude vytvrzovat. Musí se dávkovat v přesném poměru. Flexibilizátor ovlivňuje houževnatost systému a snižuje teplotu skelného přechodu. Množství flexibilizátoru, které se přidá do systému, vychází z aplikace vytvrzeného kompozitu.

Zpracování a vytvrzování systému CHS-EPODUR 494-1667 dovozuje celou řadu postupů, závisí na možnostech zpracovatelů a potřebách zákazníka.

Dvě důkladně očištěné kovové desky velikosti 440 x 200 mm, tvořící formu, se natřou gelem na bázi silikonů, aby bylo možné po vytvrzení separovat kompozitní systém od formy. Mezi tyto desky se po třech okrajích vloží tenký proužek silikonové pryže o šířce 20 mm a tloušťce 2 mm. Distanční vložka se potře také gelem na bázi silikonů, důvodem je přilnavost ke kovovým deskám. Připravená forma je přichycena do stojanu, který se umístí na 1 h do teplotní komory předehřáté na 90 °C.

Směs se připravuje v nádobě, do které se postupně vloží všechny složky kromě urychlovače (složky C). Složení je uvedeno v hmotnostních dílech na 100 dílů epoxidové pryskyřice (složky A). Jednotlivé komponenty se přidávají 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 se skládá z epoxidové pryskyřice a pigmentu, neovlivňuje vlastnosti vytvrzeného kompozitu, pouze určuje výsledné zbarvení.

Dále se do systému přidávají různé druhy mikromletých křemenných písků jako plnivo:

- **vzorek 1847:** Silbond 126EST - 435 hmotnostních dílů (261 g)
- **vzorek 1848:** Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST - 320 hmotnostních dílů (192 g)

- **vzorek 1849:** písek ST6 - Sklopísek Střeleč - 76 hmotnostních dílů (45,6 g)
Apyral 2E - Nabaltec - 304 hmotnostních dílů (182,4 g)
- **vzorek 1850:** Silbond 126EST - 73,6 hmotnostních dílů (44,16 g)
Hydrafil Trefil 744-300EST - 294,4 hmotnostních dílů (176,64 g)
- **vzorek 1851:** písek ST6 - Sklopísek Střeleč - 382 hmotnostních dílů (229,2 g)

Plnění systému jednotlivými plnivy je nastaveno tak, aby výsledná viskozita systému byla vždy stejná. Z pohledu aplikace je toto nastavení velmi důležité. Celkové složení směsi jednotlivých vzorků je pro přehlednost uvedeno v Tab. 2.

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

Nádoba s hotovou směsí se ohřeje na 50 °C, tím se sníží viskozita systému a směs lze lépe promíchat. Nejdříve se míchá ručně a potom pomocí strojního míchadla. Po důkladném promíchání se nechá směs 30 min od stát, aby mohly jednotlivé složky navzájem samovolně difundovat. Následně je přidán urychlovač (složka C) - 0,6 hmotnostních dílů (0,36 g), nádoba se zahřeje na 60 °C a celá směs se hodně rychle míchá. Nádoba s rozmíchanou směsí je umístěna do vakuové komory, kde se provede od vzdušnění pomocí vývěvy. Při snížení tlaku začne směs v komoře bublat a vzduch se dostává na povrch, systém nesmí obsahovat žádné bubliny.

Připravená kompozitní směs se pomalu nalévá do předem vyhřáté formy na 90 °C. Po naplnění je forma vložena do teplotní komory, kde proběhne proces vytvrzení. Nejdříve je teplota komory nastavená na 80 °C po dobu 10 min, potom se teplota zvýší na 140 °C po dobu 10 h. Vytvrzená kompozitní hmota se pozvolna chladí v sušárně.

Dalším krokem je nařezání vzniklé epoxidové desky velikosti 400 x 180 x 2 mm na 10 ks dílčích desek velikosti 80 x 80 mm. Řez probíhá pomocí 0,3 mm širokého vodního paprsku s abrazivem pod tlakem 2800 atm. Na závěr se plochy řezu zabrousí. Výsledný epoxidový vzorek má rozměry 80 x 80 mm a tloušťku 2 mm. Fotky pořízené při přípravě vzorků jsou zobrazeny v příloze 1.

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. 24) 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. Technické parametry přístroje jsou uvedeny v [15].



Obr. 24: Analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831, převzato z [16]

2.2.2 Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914

Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914 (viz. Obr. 25) je připojen k analyzátoru Tettex 2830/2831. Tettex 2914 je tříelektrodivý 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 technické parametry lze dohledat v [17].

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



Obr. 25: Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914, převzato z [17]

2.2.3 Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter

Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter (viz Obr. 26) 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 [18].

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.

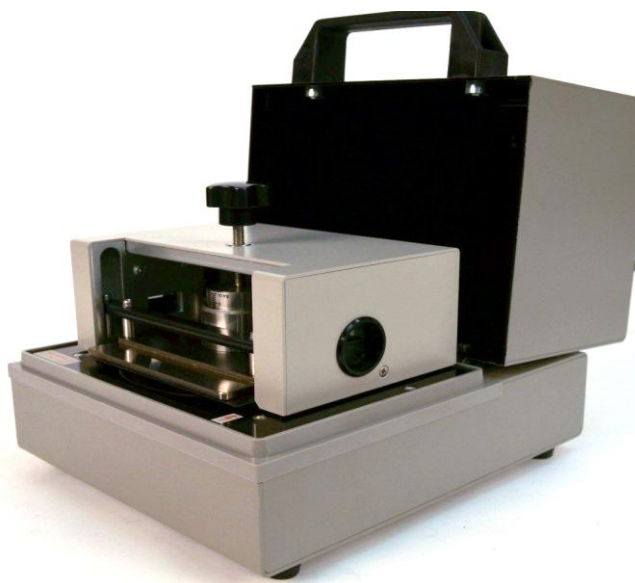


Obr. 26: Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter, převzato z [18]

2.2.4 Tříelektrokový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell

Tříelektrokový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell (viz Obr. 27) je navržen tak, aby pracoval s přístrojem Agilent 4339B High Resistance Meter. Používá se k měření vnitřní a povrchové rezistivity izolačních materiálů.

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 [19].

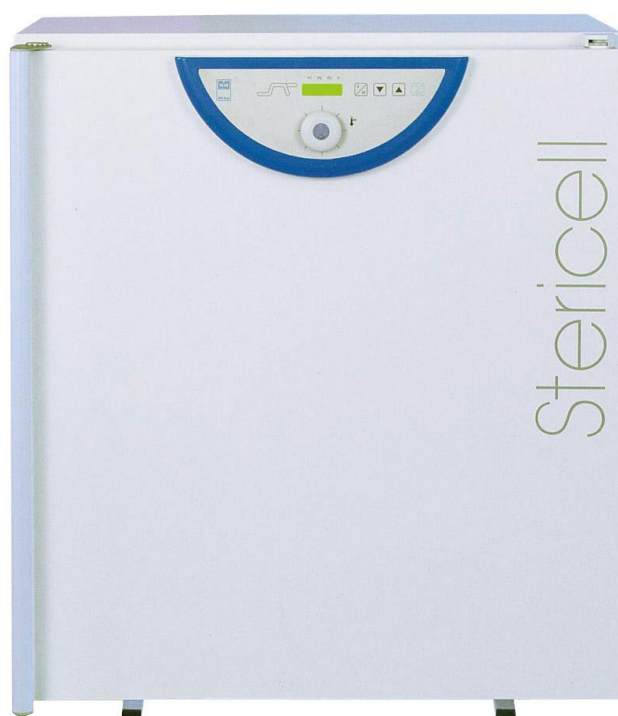


Obr. 27: Tříelektrokový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell, upraveno podle [19]

2.2.5 Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111

K zahřátí vzorků na požadovanou teplotu pro měření na přístroji Agilent 4339B High Resistance Meter byla využita sterilizační komora STERICELL 111 od firmy BMT Medical Technology s.r.o.

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. 28. [20]



Obr. 28: Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111, upraveno podle [20]

2.3 Měření elektrických veličin připravených vzorků

Kapitola se zabývá stanovením hodnot elektrických materiálových veličin připravených vzorků ve spolupráci s firmou SYNPO a.s. Pardubice. Konkrétně se jedná o teplotní závislost relativní permitivity, ztrátového činitele a vnitřní rezistivity.

2.3.1 Popis měření

Thoušťka zkoumaných vzorků o jmenovitých rozměrech 8 x 8 cm byla měřena digitálním mikrometrem Mitutoyo Series 293 na 14 stanovených místech. První 4 polohy jsou rohové a jejich thoušťka není započítána do průměrné thoušťky vzorku, protože měřicí systémy Tettex 2914 i Agilent 16008B mají kruhové elektrody. Pro měření je důležité, aby byly vzorky planparalelní, proto z 10 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 (označeny symbolem X). V Tab. 3 jsou uvedeny naměřené thoušťky epoxidových vzorků sady 1847. Identické tabulky pro ostatní epoxidové sady (1848, 1849, 1850 a 1851) jsou v příloze 2.

Tab. 3: Thoušťky 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

Měření relativní permitivity a ztrátového činitele probíhalo na impedančním analyzátoru Tettex 2830/2831 ve spojení s měřicím přípravkem Tettex 2914 dle normy

ČSN IEC 250. Cílem experimentu bylo zjistit závislost relativní permitivity a ztrátového činitele na napětí, přítlaku elektrod a především na teplotě. Napětíová závislost byla měřena při pokojové teplotě 23 ± 1 °C, kmitočtu 50 Hz a přítlaku elektrod 5 N/cm^2 . Závislost komplexní permitivity na přítlaku elektrod byla měřena při pokojové teplotě 23 ± 1 °C, napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz. Měření teplotních závislostí probíhalo při napětí 500 V, kmitočtu 50 Hz a přítlaku elektrod 5 N/cm^2 . Vzorky byly měřeny za teplot 23 ± 1 , 40, 55, 70, 85 a 100 °C, vždy 5x po sobě. Po dosažení požadovaných teplot se vzorek teplotně stabilizoval po dobu 30 min. Měření jednoho vzorku 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). Rezistivita vzorků při teplotě nižší než 55 °C byla zjištěna na přístroji Agilent 4339B, protože vzorkem protékal příliš malý proud (řádově v pA) a naměřené hodnoty se nacházely mimo rozsah přístroje Tettex 2830/2831. 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 min za účelem dosažení nábojové neutrality. Následovalo měření protékajícího proudu, které trvalo dle normy 60 s od přiložení zkušebního napětí. Z přiloženého napětí a změřeného proudu se určil vnitřní odpor, ze kterého se dále spočítala vnitřní rezistivita vzorku.

2.3.2 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). Každá z těchto sad obsahovala 5 vzorků, přičemž každý vzorek byl měřen 5x po sobě. Z naměřených hodnot byly vypočteny průměrné hodnoty, směrodatné odchylky a variační koeficienty, které jsou uvedeny v Tab. 4.

Směrodatná odchylka σ je dána vztahem:

$$\sigma(x) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}, \quad (22)$$

kde N je počet hodnot, x_i je soubor hodnot a \bar{x} je průměrná hodnota.

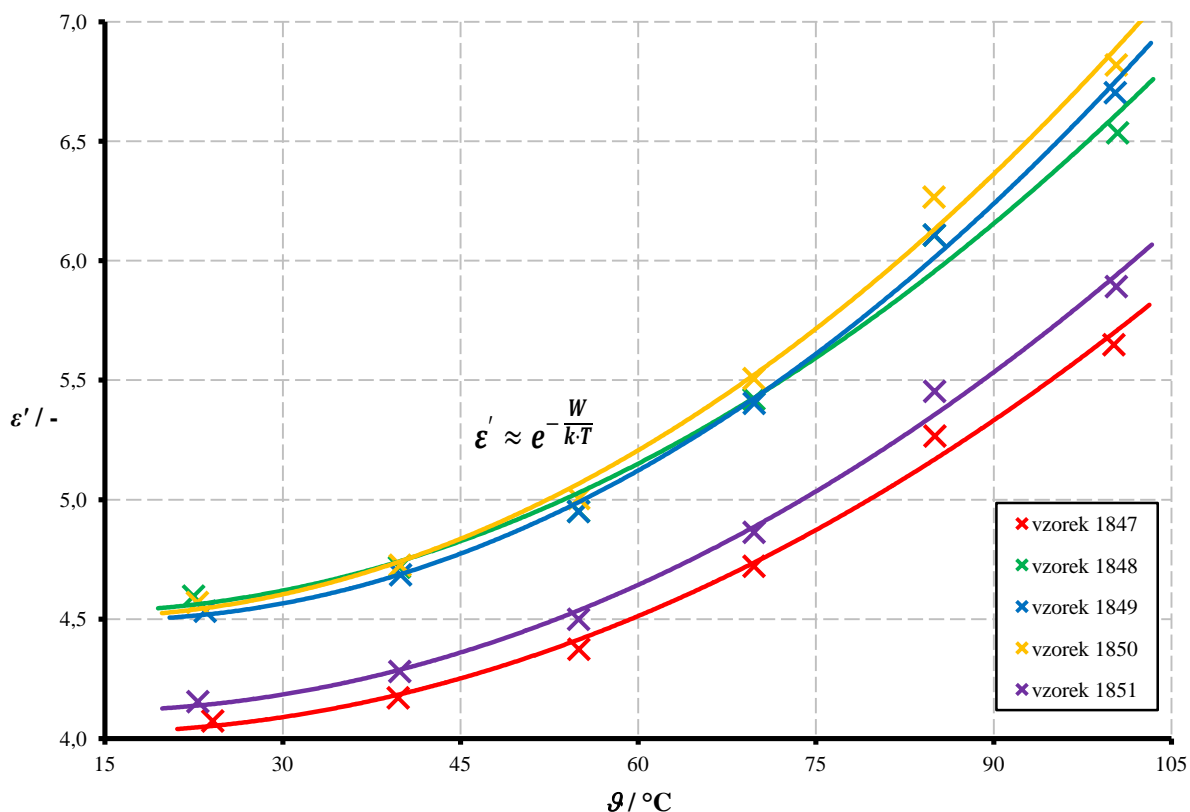
Variační koeficient V se vypočítá podle vzorce:

$$V(x) = \frac{\sigma}{\bar{x}} \cdot 100 \quad [\%] \quad (23)$$

Tab. 4: Průměrné hodnoty, směrodatné odchylky a variační koeficienty epoxidových vzorků

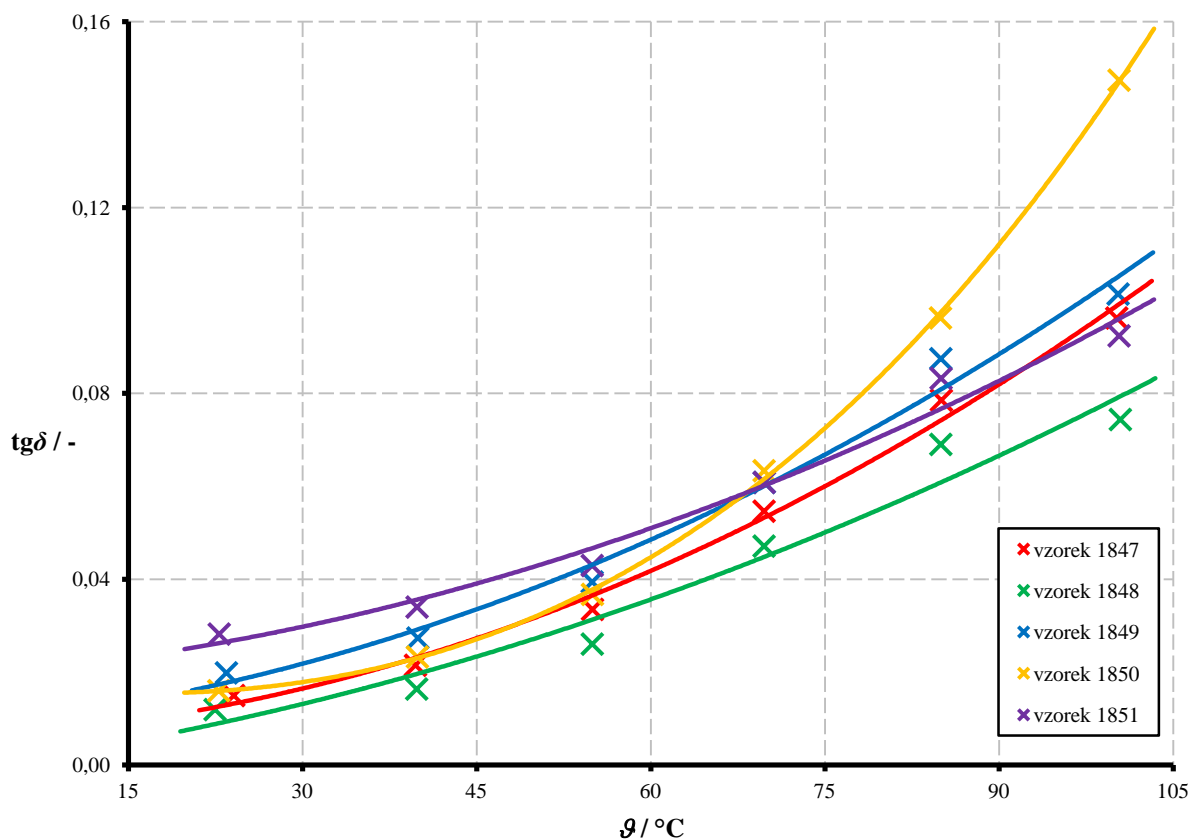
Vzorek 1847									
$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Průměrná hodnota			Směrodatná odchylka			Variační koeficient		
	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / \%$	$\text{tg}\delta / \%$	$\rho_v / \%$
23	4,07	1,49E-02	1,6E+13	1,86E-02	2,24E-04	1,1E+12	0,46	1,50	6,7
40	4,17	2,15E-02	9,0E+12	2,85E-02	5,15E-04	3,9E+11	0,68	2,40	4,3
55	4,37	3,35E-02	5,5E+12	3,32E-02	6,72E-04	2,7E+11	0,76	2,01	4,9
70	4,72	5,46E-02	4,6E+11	3,43E-02	7,85E-04	3,2E+10	0,73	1,44	6,8
85	5,27	7,85E-02	2,8E+10	3,53E-02	6,05E-04	1,8E+09	0,67	0,77	6,5
100	5,65	9,62E-02	3,2E+09	3,87E-02	1,58E-03	2,0E+08	0,69	1,64	6,2
Vzorek 1848									
$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Průměrná hodnota			Směrodatná odchylka			Variační koeficient		
	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / \%$	$\text{tg}\delta / \%$	$\rho_v / \%$
23	4,60	1,19E-02	2,5E+13	7,16E-02	3,75E-04	2,6E+12	1,56	3,14	10,0
40	4,72	1,64E-02	1,3E+13	7,38E-02	4,72E-04	6,3E+11	1,56	2,88	4,9
55	4,95	2,60E-02	7,5E+12	7,39E-02	6,65E-04	5,2E+11	1,49	2,56	6,9
70	5,42	4,71E-02	6,6E+11	6,33E-02	8,63E-04	5,9E+10	1,17	1,83	8,9
85	6,11	6,90E-02	3,9E+10	7,52E-02	9,58E-04	4,3E+09	1,23	1,39	11,1
100	6,54	7,44E-02	4,0E+09	8,23E-02	1,86E-03	4,6E+08	1,26	2,50	11,5
Vzorek 1849									
$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Průměrná hodnota			Směrodatná odchylka			Variační koeficient		
	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / \%$	$\text{tg}\delta / \%$	$\rho_v / \%$
23	4,53	1,98E-02	2,4E+13	4,30E-02	4,08E-04	5,0E+12	0,95	2,06	20,8
40	4,69	2,73E-02	1,0E+13	4,81E-02	4,46E-04	9,7E+11	1,03	1,63	9,6
55	4,95	3,94E-02	5,9E+12	4,73E-02	5,75E-04	5,7E+11	0,95	1,46	9,7
70	5,40	6,08E-02	6,0E+11	4,25E-02	9,10E-04	5,5E+10	0,79	1,50	9,2
85	6,11	8,74E-02	4,0E+10	5,52E-02	9,67E-04	4,9E+09	0,90	1,11	12,2
100	6,70	1,01E-01	4,1E+09	6,94E-02	1,76E-03	4,9E+08	1,03	1,74	11,9
Vzorek 1850									
$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Průměrná hodnota			Směrodatná odchylka			Variační koeficient		
	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / \%$	$\text{tg}\delta / \%$	$\rho_v / \%$
23	4,57	1,60E-02	1,4E+13	1,34E-02	2,90E-04	2,6E+11	0,29	1,82	1,9
40	4,73	2,33E-02	5,7E+12	2,00E-02	7,22E-04	1,1E+11	0,42	3,10	2,0
55	5,01	3,67E-02	2,8E+12	2,15E-02	8,86E-04	9,9E+10	0,43	2,41	3,5
70	5,51	6,33E-02	1,3E+11	2,22E-02	1,40E-03	1,3E+10	0,40	2,21	9,7
85	6,27	9,62E-02	9,8E+09	3,32E-02	1,91E-03	1,1E+09	0,53	1,99	11,3
100	6,82	1,47E-01	1,2E+09	4,89E-02	5,55E-03	1,5E+08	0,72	3,77	12,4
Vzorek 1851									
$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Průměrná hodnota			Směrodatná odchylka			Variační koeficient		
	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / -$	$\text{tg}\delta / -$	$\rho_v / \Omega\text{m}$	$\varepsilon' / \%$	$\text{tg}\delta / \%$	$\rho_v / \%$
23	4,15	2,82E-02	2,1E+13	1,32E-02	1,00E-03	2,8E+12	0,32	3,56	12,9
40	4,28	3,40E-02	1,4E+13	2,92E-02	1,07E-03	1,4E+12	0,68	3,14	10,0
55	4,50	4,29E-02	7,9E+12	2,64E-02	9,17E-04	1,0E+12	0,59	2,14	12,8
70	4,86	6,08E-02	8,7E+11	2,01E-02	6,57E-04	8,7E+10	0,41	1,08	10,0
85	5,45	8,32E-02	4,4E+10	2,77E-02	4,66E-04	5,0E+09	0,51	0,56	11,3
100	5,89	9,24E-02	4,0E+09	5,01E-02	3,20E-03	6,4E+08	0,85	3,46	16,1

Z provedené prvotní experimentální činnosti vyplývá, že relativní permitivita ani ztrátový činitel nejsou za daných podmínek (při teplotě $23 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ a kmitočtu 50 Hz) závislé na přiloženém napětí (do 2000 V). Relativní permitivita a ztrátový činitel vykazují jistou závislost na přítlaku elektrod působících na měřený vzorek. S rostoucím přítlakem dochází k eliminaci parazitních vzduchových mezer a obě veličiny vykazují mírný nárůst. Při velkém přítlaku (nad 10 N/cm^2) a vyšší teplotě (nad $120 \text{ }^\circ\text{C}$) by mohlo dojít k mechanické degradaci materiálu. Z tohoto důvodu byla zvolena konstantní hodnota přítlaku 5 N/cm^2 vycházející z normy ČSN IEC 250 a návodu k obsluze měřicího systému Tettex 2914.



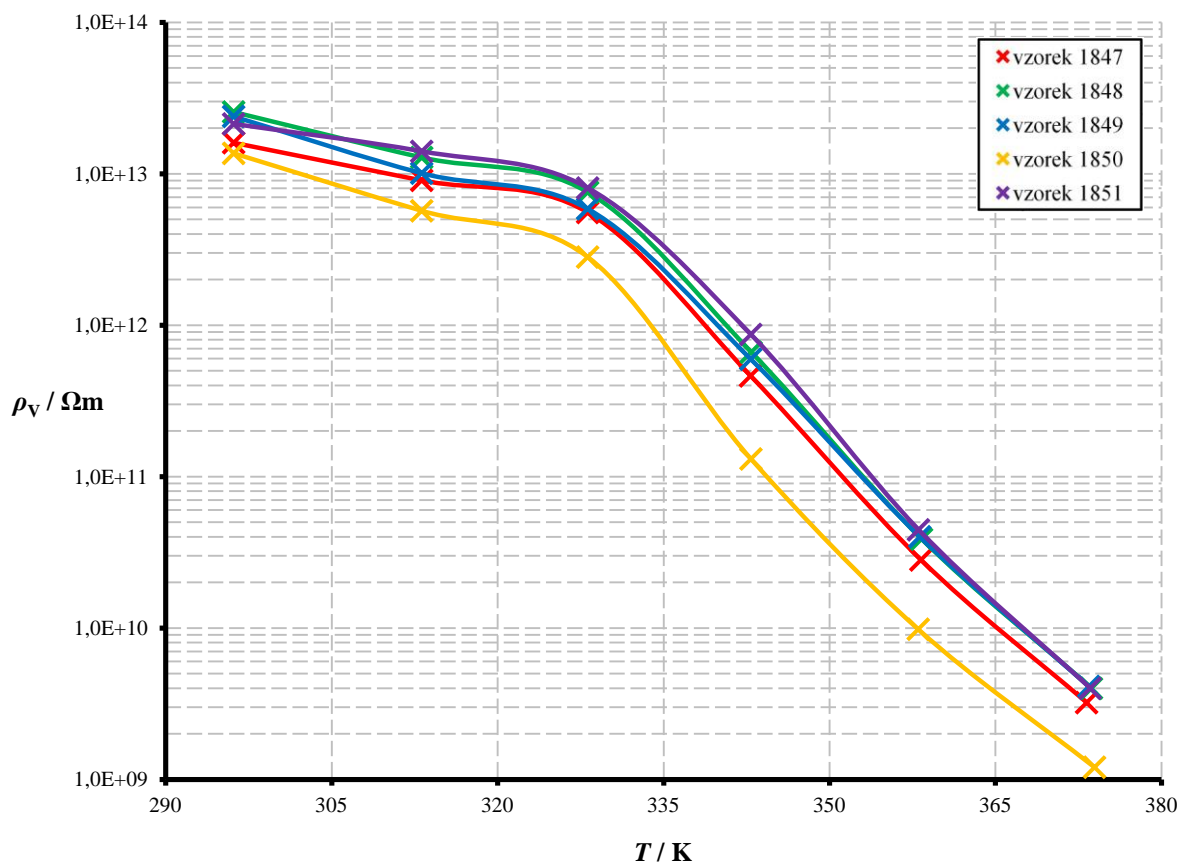
Obr. 29: Závislost relativní permitivity na teplotě epoxidových vzorků při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz

Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz je uvedena na Obr. 29. Z grafu lze vidět, že s rostoucí teplotou stoupá i reálná složka komplexní permitivity, přičemž závislost je možno matematicky vyjádřit exponenciálním průběhem. V uvedeném teplotním rozsahu dosahuje nejvyšších hodnot relativní permitivity (4,5 - 6,8) epoxidová sada vzorků 1850 a naopak nejnižší hodnoty (4,1 - 5,6) jsou pozorovatelné u epoxidové sady vzorků 1847.



Obr. 30: Závislost ztrátového činitele na teplotě epoxidových vzorků při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz

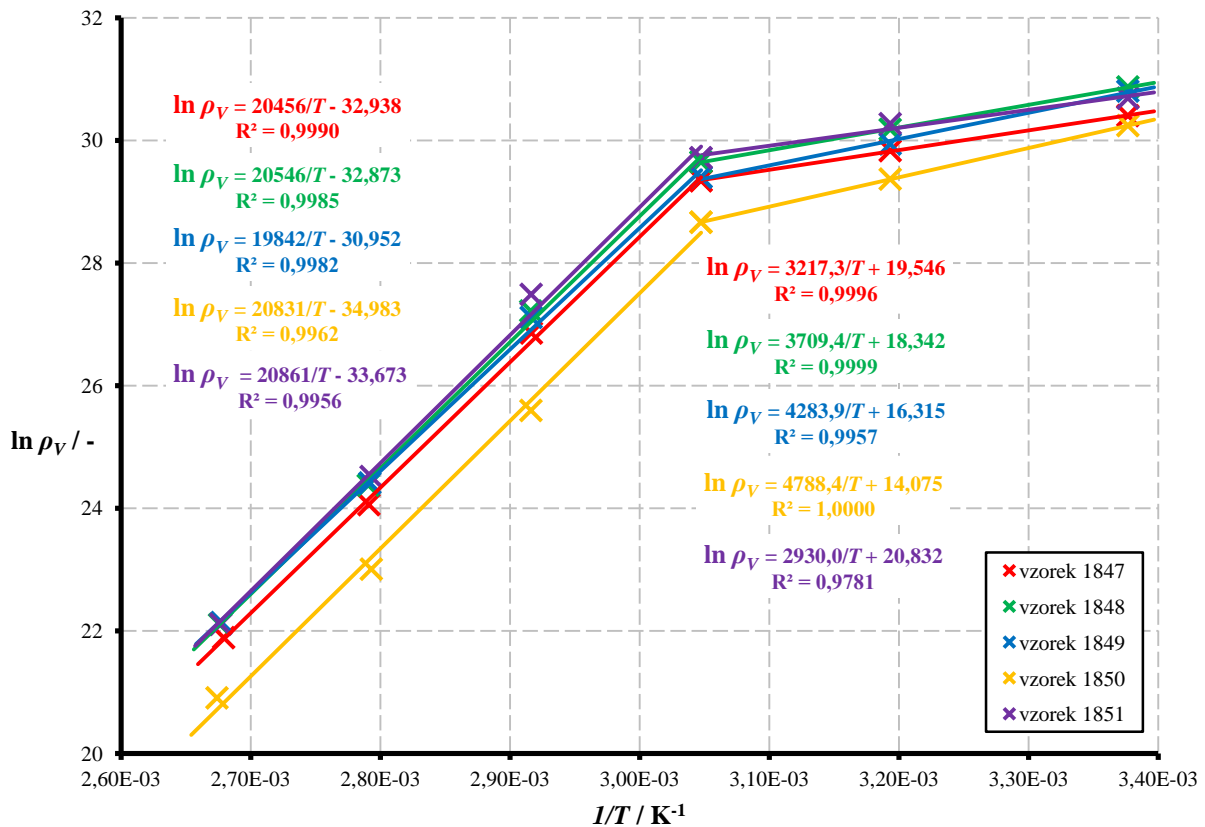
Teplotní závislost ztrátového činitele při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz je zobrazena na Obr. 30. Stejně jako relativní permitivita i ztrátový činitel vykazuje rostoucí trend se zvyšující se teplotou. Nejmenší vliv teploty je pozorovatelný u epoxidové sady vzorků 1851, při pokojové teplotě 23 ± 1 °C je ztrátový činitel roven 0,03 a při 100 °C nabývá ztrátový činitel hodnoty 0,09. Největší vliv teploty i nejhorší výsledky jsou dosaženy u epoxidové sady vzorků 1850, ztrátový činitel se zvyšující se teplotou strmě stoupá (při 100 °C je roven 0,15). Nejlepších výsledků v celém teplotním rozsahu dosahuje epoxidová sada vzorků 1848, při pokojové teplotě 23 ± 1 °C je ztrátový činitel roven 0,01 a při 100 °C je 0,07.



Obr. 31: Závislost vnitřní rezistivity na teplotě epoxidových vzorků při stejnosměrném napětí 1000 V

Závislost vnitřní rezistivity na teplotě měřená v čase 60 s při stejnosměrném napětí 1000 V je zobrazena na Obr. 31. Z grafu je vidět, že s rostoucí teplotou vnitřní rezistivita epoxidových vzorků klesá, při pokojové teplotě 23 ± 1 °C je rovna řádově 10^{13} Ωm a při 100 °C nabývá hodnot řádově 10^9 Ωm. V uvedeném teplotním rozsahu dosahuje nejnižších hodnot vnitřní rezistivity epoxidová sada vzorků 1850. Ostatní epoxidové sady (1847, 1848, 1849 a 1851) se od sebe hodnotou vnitřní rezistivity téměř neliší.

V okolí teploty 330 K (57 °C) dochází u sledovaných epoxidových hmot k výrazným změnám elektrických vlastností. Teplotní průběh vnitřní rezistivity vykazuje strmější pokles. Uvedená změna úzce souvisí s teplotou skelného přechodu (T_g), kdy je narušena struktura polymeru a epoxidové pryskyřice přechází do kaučukovité fáze. Teplotní interval (55 - 75 °C) skelného přechodu byl potvrzen rovněž s využitím strukturální diagnostické metody (diferenční skenovací kalorimetrie) provedené firmou SYNPO a. s. Pardubice.



Obr. 32: Závislost přirozeného logaritmu vnitřní rezistivity na reciproké hodnotě termodynamické teploty epoxidových vzorků při stejnosměrném napětí 1000 V

V technické praxi se hojně používá závislost v souřadnicovém systému $\ln \rho_V$ vs. $1/T$ (viz Obr. 32). Zjištěné závislosti jsou ve sledovaném teplotním rozsahu aproximovány pomocí dvou lineárních funkcí s průsečíkem v oblasti teploty skelného přechodu. Z rovnic těchto funkcí jsou v kapitole 2.4.4 vypočítány materiálové konstanty A , B a aktivační energie W pro vzorky všech epoxidových sad. Dále jsou v grafu na Obr. 32 zobrazeny hodnoty koeficientů determinace R^2 , které udávají spolehlivost, s jakou se naměřený bod nachází na spojnici trendu. Koeficient R^2 nabývá hodnot od 0 do 1, čím je blíže 1, tím je matematická aproximace naměřených údajů přesnější. Z hodnot koeficientů determinace (0,97 - 1,00) lze říci, že naměřená data se velmi dobře shodují s aproximovanými funkcemi.

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):

$$\varepsilon' = \frac{C_x}{C_0} = \frac{3,78 \cdot 10^{-11}}{9,26 \cdot 10^{-12}} = 4,09, \quad (24)$$

kde C_x je naměřená kapacita a C_0 je tzv. geometrická kapacita elektrodového systému, která se vypočítá podle vzorce (15):

$$C_0 = \varepsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} = \varepsilon_0 \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h} \quad (25)$$

$$C_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \frac{\pi(49,5 \cdot 10^{-3} + 1 \cdot 1 \cdot 10^{-3})^2}{4 \cdot 1,915 \cdot 10^{-3}} = 9,26 \cdot 10^{-12} \text{ F},$$

kde ε_0 je permitivita vakua, S_{ef} je efektivní plocha měřící elektrody, D_1 je průměr měřící elektrody ($D_1 = 49,5$ mm), c je vzdálenost mezi měřící 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. 5. Identické tabulky pro ostatní měřené teploty (40, 55, 70, 85 a 100 °C) jsou v příloze 3.

Tab. 5: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 23 ± 1 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$\text{tg} \delta / -$
1847	1,915E-03	9,26E-12	3,78E-11	4,09	0,015
1848	1,880E-03	9,43E-12	4,40E-11	4,67	0,012
1849	1,909E-03	9,28E-12	4,21E-11	4,54	0,020
1850	2,075E-03	8,54E-12	4,03E-11	4,72	0,016
1851	2,116E-03	8,38E-12	3,52E-11	4,20	0,028

2.4.2 Výpočet vnitřní a povrchové 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.

$$R_v = \frac{U}{I_{nab}} = \frac{1000}{6,424 \cdot 10^{-11}} = 1,56 \cdot 10^{13} \Omega \quad (26)$$

Vnitřní rezistivita ρ_v je vyjádřena ze vztahu (9):

$$\rho_v = R_v \frac{S_{ef}}{h} = R_v \frac{\pi(D_1 + Bc)^2}{4h} \quad (27)$$

$$\rho_v = 1,56 \cdot 10^{13} \frac{\pi(50 \cdot 10^{-3} + 0 \cdot 10 \cdot 10^{-3})^2}{4 \cdot 1,915 \cdot 10^{-3}} = 1,6 \cdot 10^{13} \Omega m,$$

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 $B = 1$).

Stejným způsobem vypočítáme ze změřeného povrchového odporu R_p povrchovou rezistivitu ρ_p podle vzorce (10):

$$\rho_p = R_p \frac{O_{ef}}{c} = R_p \frac{\pi(D_1 + Bc)}{c} \quad (28)$$

$$\rho_p = 1,65 \cdot 10^{14} \frac{\pi(50 \cdot 10^{-3} + 0 \cdot 10 \cdot 10^{-3})}{10 \cdot 10^{-3}} = 2,6 \cdot 10^{15} \Omega,$$

kde R_p je povrchový odpor, O_{ef} je efektivní obvod měřicí elektrody, D_1 je průměr měřicí elektrody ($D_1 = 50$ mm), c je vzdálenost mezi měřicí a ochrannou elektrodou ($c = 10$ mm) a B je součinitel elektrodového systému ($B = 0$).

Vypočítané hodnoty vnitřní a povrchové rezistivity epoxidových vzorků při teplotě 23 ± 1 °C jsou zobrazeny v Tab. 6. Identické tabulky pro ostatní měřené teploty (40, 55, 70, 85 a 100 °C) jsou v příloze 4.

Tab. 6: Hodnoty vnitřní a povrchové rezistivity při teplotě 23 ± 1 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	R_p / Ω	$\rho_v / \Omega m$	ρ_p / Ω
1847	1000	6,424E-11	1,915E-03	1,56E+13	1,65E+14	1,6E+13	2,6E+15
1848	1000	4,150E-11	1,880E-03	2,41E+13	3,65E+14	2,5E+13	5,7E+15
1849	1000	4,482E-11	1,909E-03	2,23E+13	2,90E+14	2,3E+13	4,5E+15
1850	1000	7,157E-11	2,075E-03	1,40E+13	2,18E+14	1,3E+13	3,4E+15
1851	1000	4,426E-11	2,116E-03	2,26E+13	3,25E+14	2,1E+13	5,1E+15

2.4.3 Výpočet polarizačních indexů

Jednominutový polarizační index $p_{i_{60}}$ je dán vztahem:

$$p_{i_{60}} = \frac{i_{15}}{i_{60}} = \frac{1,196 \cdot 10^{-10}}{5,811 \cdot 10^{-11}} = 2,06, \quad (29)$$

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

Desetiminutový polarizační index $p_{i_{600}}$ je dán vztahem:

$$p_{i_{600}} = \frac{i_{60}}{i_{600}} = \frac{5,649 \cdot 10^{-11}}{1,142 \cdot 10^{-11}} = 4,94, \quad (30)$$

kde i_{60} je nabíjecí proud naměřený v 60 sekundách a i_{600} je nabíjecí proud naměřený v 600 sekundách.

Naměřené hodnoty nabíjecího proudu a vypočítané hodnoty polarizačních indexů epoxidových vzorků při teplotě 23 ± 1 °C jsou zobrazeny v Tab. 7. Jednominutový polarizační index je vyčíslen u každého z pěti vzorků dané sady, desetiminutový polarizační index je vyčíslen vždy jen pro jeden vzorek z každé sady epoxidů.

Tab. 7: Hodnoty polarizačních indexů při teplotě 23 ± 1 °C

Vzorek		i_{15} / A	i_{60} / A	i_{600} / A	$p_{i_{60}} / -$	$p_{i_{600}} / -$
1847	vzorek 1	1,196E-10	5,811E-11	-	2,06	-
	vzorek 2	1,903E-10	6,465E-11	-	2,94	-
	vzorek 3	1,991E-10	6,768E-11	-	2,94	-
	vzorek 4	1,934E-10	6,642E-11	-	2,91	-
	vzorek 5	1,767E-10	5,649E-11	1,142E-11	3,13	4,94
1848	vzorek 1	1,270E-10	4,185E-11	-	3,03	-
	vzorek 2	1,206E-10	3,911E-11	-	3,08	-
	vzorek 3	1,317E-10	4,581E-11	-	2,88	-
	vzorek 4	1,254E-10	4,268E-11	-	2,94	-
	vzorek 5	1,026E-10	3,366E-11	7,671E-12	3,05	4,39
1849	vzorek 1	1,422E-10	4,570E-11	-	3,11	-
	vzorek 2	1,696E-10	5,764E-11	-	2,94	-
	vzorek 3	1,247E-10	3,552E-11	-	3,51	-
	vzorek 4	1,265E-10	3,530E-11	-	3,58	-
	vzorek 5	1,532E-10	4,668E-11	7,523E-12	3,28	6,21
1850	vzorek 1	2,337E-10	8,189E-11	1,541E-11	2,85	5,32
	vzorek 2	2,313E-10	8,151E-11	-	2,84	-
	vzorek 3	2,291E-10	8,040E-11	-	2,85	-
	vzorek 4	1,578E-10	5,561E-11	-	2,84	-
	vzorek 5	1,700E-10	6,020E-11	-	2,82	-
1851	vzorek 1	1,298E-10	3,697E-11	6,548E-12	3,51	5,65
	vzorek 2	1,502E-10	4,731E-11	-	3,18	-
	vzorek 3	1,238E-10	4,485E-11	-	2,76	-
	vzorek 4	1,300E-10	4,582E-11	-	2,84	-
	vzorek 5	1,214E-10	4,183E-11	-	2,90	-

2.4.4 Výpočet materiálových konstant a aktivační energie

Vnitřní rezistivita je dána vztahem:

$$\rho_v = A \cdot e^{\frac{B}{T}}, \quad (31)$$

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

Po zlogaritmování rovnice (31) dostaneme výraz:

$$\ln \rho_v = \ln A + \frac{B}{T}, \quad (32)$$

který představuje obecnou rovnici přímky se směrnicí B a absolutním členem $\ln A$. Přiřazením číselných hodnot k uvedeným členům z aproximovaných rovnic zobrazených na Obr. 32 se získají materiálové konstanty, charakterizující epoxidové materiály, to jest:

$$\ln A = 19,55$$

$$A = e^{19,55} = 3,1 \cdot 10^8 \text{ } \Omega\text{m}$$

$$B = 3217 \text{ K}$$

Z materiálové konstanty B lze vypočítat aktivační energii W :

$$W = k \cdot N_A \cdot B = 1,38 \cdot 10^{-23} \cdot 6,022 \cdot 10^{23} \cdot 3217 = 2,7 \cdot 10^4 \text{ Jmol}^{-1}, \quad (33)$$

kde k je Boltzmannova konstanta a N_A je Avogadrova konstanta.

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

Tab. 8: Hodnoty materiálových konstant a aktivační energie

Vzorek	Teploty do 55 °C			Teploty od 55 °C		
	$A / \Omega\text{m}$	B / K	W / Jmol^{-1}	$A / \Omega\text{m}$	B / K	W / Jmol^{-1}
1847	3,1E+08	3217	2,7E+4	5,0E-15	20456	1,7E+5
1848	9,2E+07	3709	3,1E+4	5,3E-15	20546	1,7E+5
1849	1,2E+07	4284	3,6E+4	3,6E-14	19842	1,6E+5
1850	1,3E+06	4788	4,0E+4	6,4E-16	20831	1,7E+5
1851	1,1E+09	2930	2,4E+4	2,4E-15	20861	1,7E+5

3 ZÁVĚR

V teoretické části bakalářské práce je provedena rešerše pojednávající o současném výzkumu a rozdělení polymerů z hlediska různých kritérií. Dále jsou shrnuty poznatky o vlastnostech, složení, výrobě a vytvrzení epoxidových pryskyřic. Další kapitola se zabývá chováním polymerů v elektrickém poli a metodami měření základních elektrických veličin, jako jsou relativní permitivita, ztrátový činitel či vnitřní rezistivita.

Bylo připraveno 5 sad vzorků kompozitních epoxidových pryskyřic CHS-EPODUR 494-1667 s různým typem mikromletých křemenných písků jako plnivem. Vzorky byly odlity ve spolupráci s firmou SYNPO a.s. Pardubice. Stanovení hodnot elektrických materiálových veličin těchto vzorků proběhlo ve školních laboratořích diagnostických metod na impedančním analyzátoru Tettex 2830/2831 ve spojení s měřicím přípravkem Tettex 2914 a na přístroji Agilent 4339B High Resistance Meter ve spojení s tříelektrodovým měřicím systémem Agilent 16008B Resistivity Cell dle norem ČSN IEC 250 a ČSN IEC 93. Naměřené hodnoty byly matematicky aproximovány vhodnými funkcemi.

Relativní permitivita ani ztrátový činitel nejsou závislé na přiloženém napětí (do 2000 V), ale jsou nepatrně ovlivněny velikostí přitlaku elektrod působících na měřený vzorek. S rostoucím přitlakem dochází k eliminaci parazitních vzduchových mezer a obě veličiny mírně stoupají. Měření ostatních závislostí probíhalo při konstantním přitlaku elektrod 5 N/cm^2 . Teplotní závislosti relativní permitivity i ztrátového činitele vykazují rostoucí trend se zvyšující se teplotou. Závislost reálné části komplexní permitivity na teplotě lze matematicky vyjádřit exponenciálním průběhem. Nejvyšší ztrátový činitel (0,15) byl naměřen při teplotě $100 \text{ }^\circ\text{C}$ u epoxidů s přidanými plnivy Silbond 126EST a Hydrafil Trefil 744-300EST (vzorky 1850). Nejlepších výsledků v celém teplotním rozsahu dosahují zalévací hmoty na bázi epoxidových pryskyřic s přidaným plnivem Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST (vzorky 1848), ztrátový činitel nabývá hodnot od 0,01 (při $23 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) do 0,07 (při $100 \text{ }^\circ\text{C}$).

Vnitřní rezistivita epoxidových vzorků s rostoucí teplotou klesá, při pokojové teplotě $23 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ je rovna řádově $10^{13} \text{ } \Omega\text{m}$ a při $100 \text{ }^\circ\text{C}$ nabývá hodnot řádově $10^9 \text{ } \Omega\text{m}$. V uvedeném teplotním rozsahu dosahují nejnižších hodnot vnitřní rezistivity epoxidové pryskyřice s plnivy Silbond 126EST a Hydrafil Trefil 744-300EST (vzorky 1850) a nejvyšších hodnot epoxidy s přidaným mikromletým křemenným pískem ST6 od firmy Sklopísek Střeleč (vzorky 1851).

Z provedené experimentální činnosti vyplývá, že všechny analyzované epoxidové materiály vykazují velmi dobré elektroizolační vlastnosti k účelem, jež jsou předurčeny. Nejlepších elektrických vlastností (malý ztrátový činitel, velká vnitřní rezistivita) je dosaženo u epoxidových pryskyřic s přidaným plnivem Wollastonitmehl TREMIN 283-100EST (vzorky 1848) a naopak nejhorší výsledky jsou naměřeny pro epoxidy s plnivy Silbond

126EST a Hydrafil Trefil 744-300EST (vzorky 1850). Nejpoužívanější v technické praxi jsou epoxidové pryskyřice s přidaným mikromletým křemenným pískem ST6 od firmy Sklopísek Střeleč (vzorky 1851), naměřené údaje těchto epoxidových vzorků dosahují průměrných hodnot.

Budoucí experimentální práce by se mohly zabývat měřením zalévacích hmot v kmitočtové oblasti nebo sledováním vlivů velikosti částic či množství přidaného plniva na elektrické vlastnosti epoxidových pryskyřic.

LITERATURA

- [1] *Plastics - the Facts 2015. An analysis of European latest plastics production, demand and waste data* [online]. Brusel: Plastics Europe, Association of Plastics Manufacturers, 9.11.2015. 30 s. [cit. 2015-12-02] Dostupné z: <http://www.plasticseurope.org/Document/plastics---the-facts-2015.aspx>
- [2] HAVLÍČEK, V., OSTEN, M., ŠŇUPÁREK, J. *Přehled plastických hmot*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1959. 405 s.
- [3] DUCHÁČEK, V. *Polymery, výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. Druhé vydání. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2006. 280 s. ISBN 80-7080-617-6.
- [4] HUSÁREK, J. *Makromolekulární látky, syntetické polymery* [online]. [cit. 2015-10-30]. Dostupné z: http://ucitelchemie.upol.cz/materialy/studijni_texty/vyukova_temata/plasty_text.pdf
- [5] MALÝ, Z. a SIMERSKÝ, M. *Elektrotechnologie, elektrotechnické materiály*. Druhé, nezměněné vydání. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1985. 339 s.
- [6] MLEZIVA, J. a KÁLAL, J. *Základy makromolekulární chemie*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1986. 380 s.
- [7] LIESHOUT, L. *Thermoplastic elastomer* [online]. 2009 [cit. 2015-11-18]. Dostupné z: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Thermoplastic_elastomer_TPE.png
- [8] MLEZIVA, J. a ŠŇUPÁREK, J. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. Druhé přepracované vydání. Praha: Sobotáles, 2000. 537 s. ISBN 80-85920-72-7.
- [9] LIDAŘÍK, M. *Epoxidové pryskyřice*. Třetí, přepracované a rozšířené vydání. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1983. 729 s.
- [10] 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 Dielectrics and Electrical Insulation Society, 2006. [cit. 2015-12-10]. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/xpl/articleDetails.jsp?arnumber=1624276>
- [11] ROZSÍVALOVÁ, Z., KŘIVÁK, P., VANĚK, J. *Materiály a technická dokumentace, laboratorní cvičení*. Brno: Vysoké učení technické, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2013. 83 s.

- [12] 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.
- [13] 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, 2013. 128 s.
- [14] ČSN IEC 93 *Metody měření vnitřní rezistivity a povrchové rezistivity tuhých elektroizolačních materiálů*. Praha: Český normalizační institut, 1993. 17 s.
- [15] *Operating Instructions - Tettex 2830/2831 Precision Oil and Solid Dielectric Analyzer* [online]. Švýcarsko: Haefely Test AG, listopad 2012. 112 s. [cit. 2016-04-22] Dostupné z: <https://update.haefely.com/CT2830/>
- [16] Obrázek převzat z: <http://www.parthinian.com/index.php/product/tettex-2830-repair/>
- [17] *Operating Instructions - Tettex 2914 Test Cell for Solid Insulating Materials* [online]. Švýcarsko: Haefely Test AG, květen 2012. 24 s. [cit. 2016-04-22] Dostupné z: <http://www.haefely-hipotronics.com/products/product/2914-solid-test-cell/>
- [18] *Agilent 4339B/4349B High Resistance Meters - Technical Overview* [online]. USA: Agilent Technologies, duben 2008. 8 s. [cit. 2016-04-28] Dostupné z: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000860%3Aepsg%3Apro-pn-4339B/high-resistance-meter-dc?cc=CZ&lc=eng>
- [19] *Agilent 16008B Resistivity Cell - Operation and Service Manual* [online]. Malajsie: Agilent Technologies, březen 2000. 50 s. [cit. 2016-04-28] Dostupné z: <http://www.keysight.com/en/pd-1000000044%3Aepsg%3Apro-pn-16008B/resistivity-cell?cc=US&lc=eng>
- [20] *Návod k použití - Horkovzdušný sterilizátor STERICELL 22, 55, 111, 222, 222/2, 404, 404/2* [online]. Brno: BMT Medical Technology s.r.o., květen 2008. 25 s. [cit. 2016-04-28] 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, kapacita kondenzátoru
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
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)
ϑ	($^{\circ}\text{C}$)	teplota
ρ_p	(Ω)	povrchová rezistivita
ρ_v	(Ωm)	vnitřní rezistivita
ω	(rad)	úhlový kmitočet

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1: Produkce plastů v Evropě a na celém světě v letech 2004 - 2014, převzato z [1]	7
Obr. 2: Světová výroba plastů v jednotlivých zemích v letech 2014, převzato z [1]	8
Obr. 3: Uspořádání jednotek monomeru v řetězci polymeru, převzato z [5]	9
Obr. 4: Uspořádání molekul polymeru a) lineární, b) rozvětvené, c) plošně zesíťované, d) prostorově zesíťované, převzato z [4]	10
Obr. 5: Znázornění průběhu polymerace, převzato z [5].....	10
Obr. 6: Znázornění průběhu polyadice, převzato z [5].....	11
Obr. 7: Znázornění průběhu polykondenzace, převzato z [5]	11
Obr. 8: Uspořádání molekul termoplastů, převzato z [7]	12
Obr. 9: Uspořádání molekul reaktoplastů, převzato z [7]	13
Obr. 10: Glycidyllová skupina	14
Obr. 11: Epoxidová skupina	14
Obr. 12: Alkalická kondenzace epichlorhydrinu s dianem, upraveno podle [6]	15
Obr. 13: Vektorový diagram elektrické indukce a permitivity, převzato z [11].....	19
Obr. 14: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($\vartheta = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele nepolárního dielektrika, převzato z [13]	19
Obr. 15: a) Teplotní ($f = \text{konst.}$), b) kmitočtová ($\vartheta = \text{konst.}$) závislost ztrátového činitele polárního dielektrika, převzato z [13]	20
Obr. 16: Sériové náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [11]	20
Obr. 17: Paralelní náhradní schéma a jeho fázorový diagram, upraveno podle [11]	21
Obr. 18: Tříelektrodový systém pro měření rezistivity	21
Obr. 19: Schéma zapojení Scheringova můstku, upraveno podle [12]	23
Obr. 20: Schéma zapojení transformátorového můstku, převzato z [12]	24
Obr. 21: Schéma zapojení Q-metru, převzato z [11].....	25
Obr. 22: Schéma zapojení Q-metru s měřicím přípravkem, převzato z [11].....	25
Obr. 23: Schéma zapojení pro měření vnitřního odporu voltampérovou metodou, upraveno podle [14]	27
Obr. 24: Analyzátor olejů a pevných dielektrik Tettex 2830/2831, převzato z [16]	30
Obr. 25: Měřicí přípravek pro pevná dielektrika Tettex 2914, převzato z [17].....	31
Obr. 26: Měřicí přístroj Agilent 4339B High Resistance Meter, převzato z [18]	32
Obr. 27: Tříelektrodový měřicí systém Agilent 16008B Resistivity Cell, upraveno podle [19].....	32
Obr. 28: Horkovzdušný sterilizátor STERICCEL 111, upraveno podle [20].....	33
Obr. 29: Závislost relativní permitivity na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz.....	37
Obr. 30: Závislost ztrátového činitele na teplotě při napětí 500 V a kmitočtu 50 Hz	38
Obr. 31: Závislost vnitřní rezistivity na teplotě při stejnosměrném napětí 1000 V	39
Obr. 32: Závislost přirozeného logaritmu vnitřní rezistivity na reciproké hodnotě termodynamické teploty při stejnosměrném napětí 1000 V	40

SEZNAM TABULEK

Tab. 1: Základní rozdělení polymerů	12
Tab. 2: Složení jednotlivých vzorků v hmotnostních dílech na 100 dílů epoxidové pryskyřice.....	29
Tab. 3: Tloušťky vzorků epoxidové sady 1847	34
Tab. 4: Průměrné hodnoty, směrodatné odchylky a variační koeficienty epoxidových vzorků.....	36
Tab. 5: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 23 ± 1 °C.....	41
Tab. 6: Hodnoty vnitřní a povrchové rezistivity při teplotě 23 ± 1 °C.....	42
Tab. 7: Hodnoty polarizačních indexů při teplotě 23 ± 1 °C.....	43
Tab. 8: Hodnoty materiálových konstant a aktivační energie	44

PŘÍLOHY

Příloha 1 - Příprava vzorků na bázi epoxidových pryskyřic

Obrázek 1: Kovová forma pro odlití vzorků

Obrázek 2: Příprava směsi na laboratorních vahách

Obrázek 3: Odvzdušnění systému pomocí vývěvy

Obrázek 4: Plnění formy připravenou kompozitní směsí přes hliníkové vaničky

Obrázek 5: Řezání vzorků pomocí vodního paprsku OMAX 2626 JetMachining Center

Příloha 2 - Tloušťky epoxidových vzorků

Tabulka 1: Tloušťky vzorků epoxidové sady 1848

Tabulka 2: Tloušťky vzorků epoxidové sady 1849

Tabulka 3: Tloušťky vzorků epoxidové sady 1850

Tabulka 4: Tloušťky vzorků epoxidové sady 1851

Příloha 3 - Naměřené a vypočítané hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele epoxidových vzorků

Tabulka 5: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 40 °C

Tabulka 6: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 55 °C

Tabulka 7: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 70 °C

Tabulka 8: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 85 °C

Tabulka 9: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 100 °C

Příloha 4 - Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity epoxidových vzorků

Tabulka 10: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Agilent 4339B při teplotě 40 °C

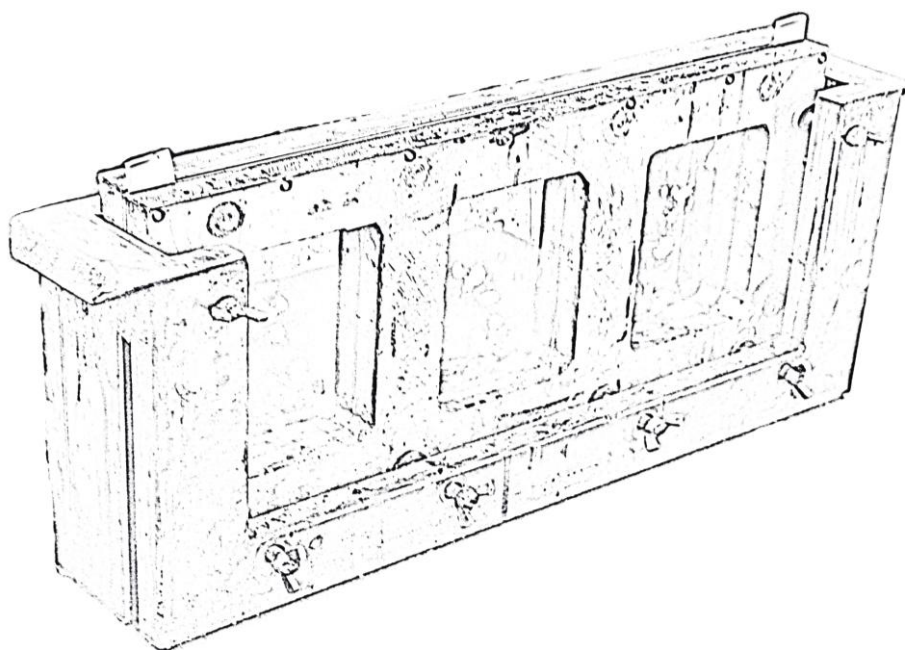
Tabulka 11: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Agilent 4339B při teplotě 55 °C

Tabulka 12: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Tettex 2830/2831 při teplotě 70 °C

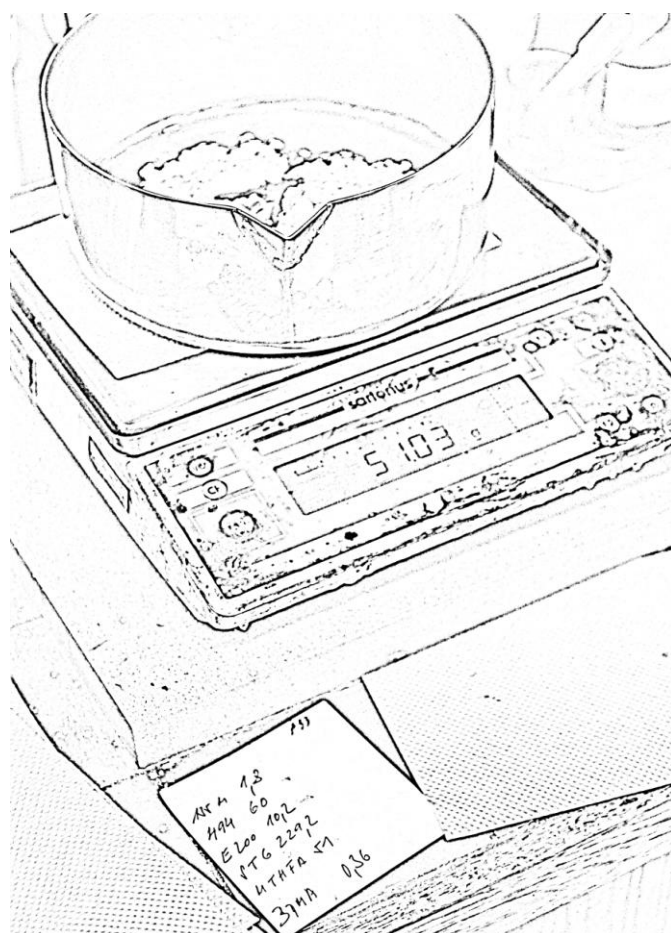
Tabulka 13: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Tettex 2830/2831 při teplotě 85 °C

Tabulka 14: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Tettex 2830/2831 při teplotě 100 °C

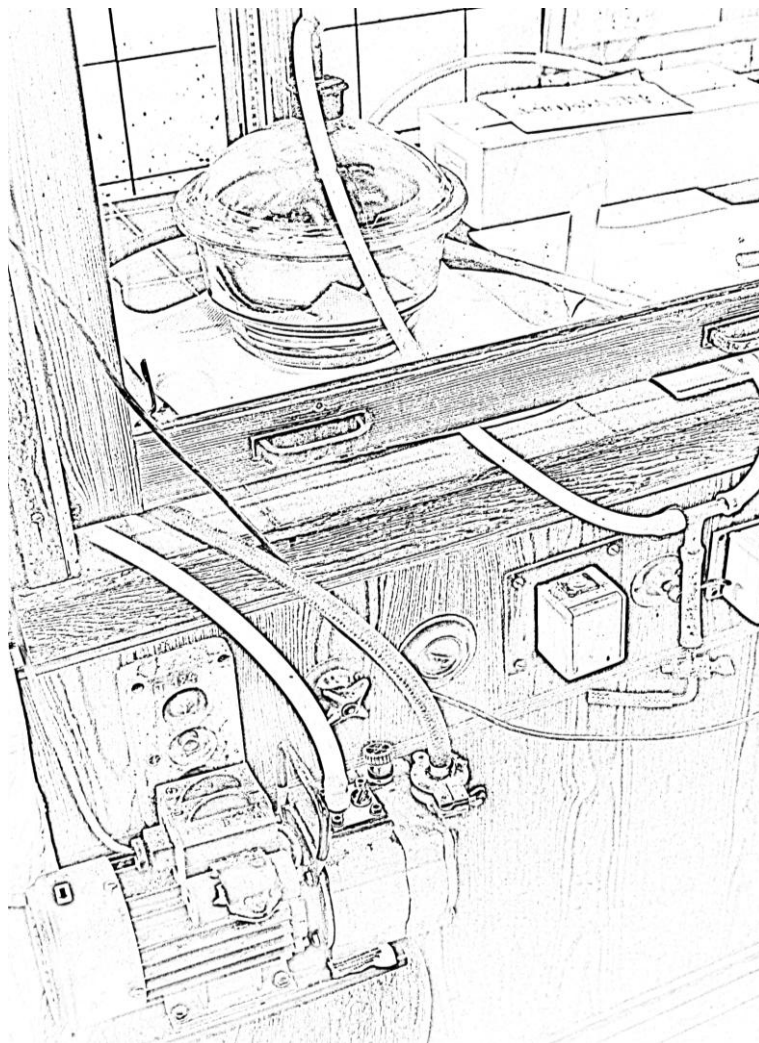
Příloha 1 - Příprava vzorků na bázi epoxidových pryskyřic



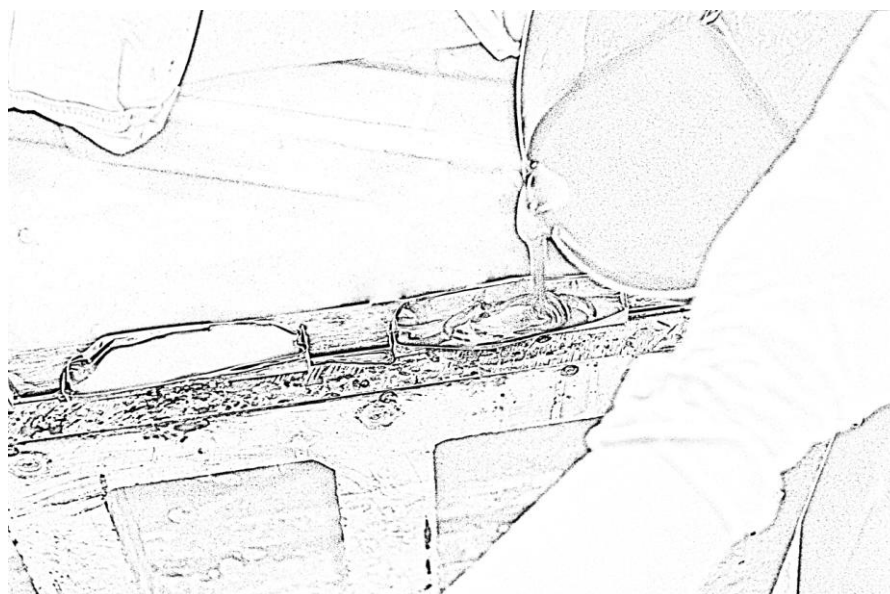
Obrázek 1: Kovová forma pro odlití vzorků



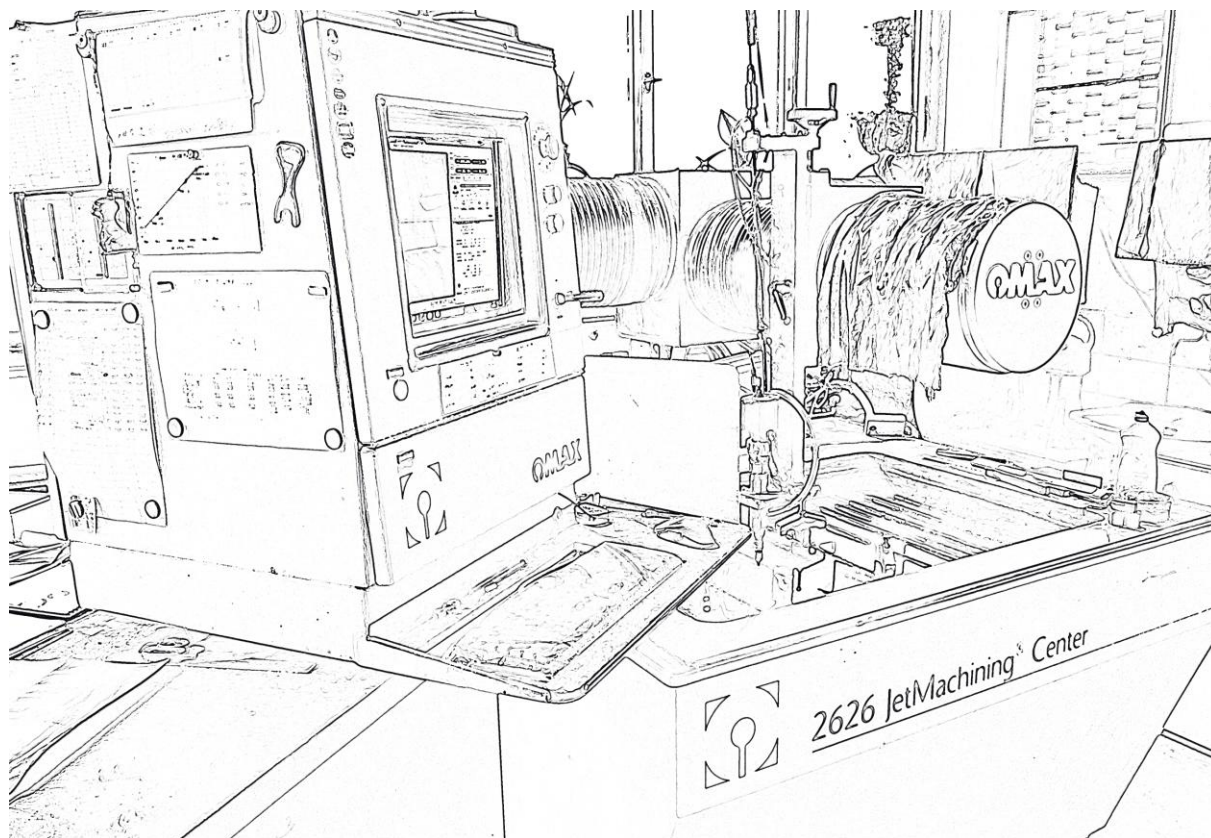
Obrázek 2: Příprava směsi na laboratorních vahách



Obrázek 3: Odvzdušnění systému pomocí vývěvy



Obrázek 4: Plnění formy připravenou kompozitní směsí přes hliníkové vaničky



Obrázek 5: Řezání vzorků pomocí vodního paprsku OMAX 2626 JetMachining Center

Příloha 2 - Tloušťky epoxidových vzorků

Tabulka 1: Tloušťky 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 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 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 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 3 - Naměřené a vypočítané hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele epoxidových vzorků

Tabulka 5: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 40 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1847	1,915E-03	9,26E-12	3,87E-11	4,18	0,022
1848	1,880E-03	9,43E-12	4,52E-11	4,79	0,016
1849	1,909E-03	9,28E-12	4,35E-11	4,69	0,027
1850	2,075E-03	8,54E-12	4,17E-11	4,88	0,023
1851	2,116E-03	8,38E-12	3,64E-11	4,34	0,034

Tabulka 6: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 55 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1847	1,915E-03	9,26E-12	4,06E-11	4,39	0,034
1848	1,880E-03	9,43E-12	4,74E-11	5,03	0,026
1849	1,909E-03	9,28E-12	4,60E-11	4,96	0,039
1850	2,075E-03	8,54E-12	4,42E-11	5,18	0,037
1851	2,116E-03	8,38E-12	3,82E-11	4,56	0,043

Tabulka 7: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 70 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1847	1,915E-03	9,26E-12	4,38E-11	4,74	0,055
1848	1,880E-03	9,43E-12	5,19E-11	5,50	0,047
1849	1,909E-03	9,28E-12	5,02E-11	5,41	0,061
1850	2,075E-03	8,54E-12	4,87E-11	5,69	0,063
1851	2,116E-03	8,38E-12	4,13E-11	4,98	0,061

Tabulka 8: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 85 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1847	1,915E-03	9,26E-12	4,89E-11	5,28	0,079
1848	1,880E-03	9,43E-12	5,85E-11	6,20	0,069
1849	1,909E-03	9,28E-12	5,68E-11	6,12	0,087
1850	2,075E-03	8,54E-12	5,54E-11	6,48	0,096
1851	2,116E-03	8,38E-12	4,63E-11	5,53	0,083

Tabulka 9: Hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele při teplotě 100 °C

Vzorek	h / m	C_0 / F	C_x / F	$\varepsilon' / -$	$tg\delta / -$
1847	1,915E-03	9,26E-12	5,25E-11	5,67	0,096
1848	1,880E-03	9,43E-12	6,26E-11	6,64	0,074
1849	1,909E-03	9,28E-12	6,23E-11	6,71	0,101
1850	2,075E-03	8,54E-12	6,03E-11	7,06	0,147
1851	2,116E-03	8,38E-12	5,00E-11	5,97	0,092

Příloha 4 - Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity epoxidových vzorků

Tabulka 10: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Agilent 4339B při teplotě 40 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1847	1000	1,136E-10	1,915E-03	8,80E+12	9,0E+12
1848	1000	8,275E-11	1,880E-03	1,21E+13	1,3E+13
1849	1000	1,031E-10	1,909E-03	9,70E+12	1,0E+13
1850	1000	1,716E-10	2,075E-03	5,83E+12	5,5E+12
1851	1000	6,702E-11	2,116E-03	1,49E+13	1,4E+13

Tabulka 11: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Agilent 4339B při teplotě 55 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1847	1000	1,852E-10	1,915E-03	5,40E+12	5,5E+12
1848	1000	1,402E-10	1,880E-03	7,13E+12	7,4E+12
1849	1000	1,771E-10	1,909E-03	5,65E+12	5,8E+12
1850	1000	3,458E-10	2,075E-03	2,89E+12	2,7E+12
1851	1000	1,175E-10	2,116E-03	8,51E+12	7,9E+12

Tabulka 12: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Tettex 2830/2831 při teplotě 70 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1847	1097	2,400E-09	1,915E-03	4,57E+11	4,8E+11
1848	1096	2,000E-09	1,880E-03	5,48E+11	5,8E+11
1849	1096	2,000E-09	1,909E-03	5,48E+11	5,7E+11
1850	1096	8,400E-09	2,075E-03	1,31E+11	1,3E+11
1851	1096	1,000E-09	2,116E-03	1,10E+12	1,0E+12

Tabulka 13: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Tettex 2830/2831 při teplotě 85 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1847	1096	4,120E-08	1,915E-03	2,66E+10	2,8E+10
1848	1096	3,100E-08	1,880E-03	3,54E+10	3,8E+10
1849	1096	2,900E-08	1,909E-03	3,78E+10	4,0E+10
1850	1096	1,148E-07	2,075E-03	9,55E+09	9,2E+09
1851	1096	2,360E-08	2,116E-03	4,64E+10	4,4E+10

Tabulka 14: Hodnoty vnitřní rezistivity naměřené na přístroji Tettex 2830/2831 při teplotě 100 °C

Vzorek	U / V	I_{nab} / A	h / m	R_v / Ω	$\rho_v / \Omega m$
1847	1096	3,598E-07	1,915E-03	3,05E+09	3,2E+09
1848	1096	3,008E-07	1,880E-03	3,64E+09	3,9E+09
1849	1096	2,842E-07	1,909E-03	3,86E+09	4,0E+09
1850	1096	8,512E-07	2,075E-03	1,29E+09	1,2E+09
1851	1096	2,664E-07	2,116E-03	4,11E+09	3,9E+09