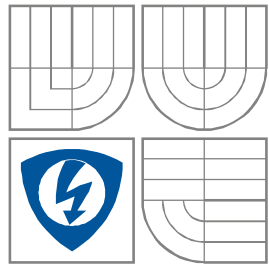


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

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

VLASTNOSTI KAPALIN NA BÁZI ORGANICKÝCH ESTERŮ

PROPERTIES OF LIQUIDS BASED ON ORGANIC ESTERS

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. Jana Toulová

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. Martin Frk, Ph.D.

BRNO 2012



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Studentka: Bc. Jana Toulová

ID: 77766

Ročník: 2

Akademický rok: 2011/2012

NÁZEV TÉMATU:

Vlastnosti kapalin na bázi organických esterů

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Vytvořte aktuální přehled elektroizolačních kapalin používaných v elektrotechnickém průmyslu, včetně novodobých, biologicky odbouratelných kapalin. Zpracujte rešerši popisující současný stav výzkumu v oblasti využití a diagnostiky přírodních rostlinných olejů v elektrotechnice. Prostudujte fyzikální podstatu polarizačních a vodivostních mechanismů uplatňujících se v kapalinách a seznamte se s metodami měření veličin, které je charakterizují.

Sestavte automatizované pracoviště pro sledování složek komplexní permitivity v širokém teplotním, resp. frekvenčním rozsahu. V rámci experimentální činnosti analyzujte chování vybraných alternativních elektroizolačních kapalin, na bázi přírodních esterů, ve střídavém elektrickém poli za současného působení různých teplot. Získané výsledky matematicky vyhodnoťte a fyzikálně interpretujte. Dosažené hodnoty elektrických veličin porovnejte s hodnotami obvyklými pro minerální oleje.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 6.2.2012

Termín odevzdání: 24.5.2012

Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.

Konzultanti diplomové práce:

prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

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

Abstrakt:

Diplomová práce se zabývá elektroizolačními kapalinami používanými v elektrotechnickém průmyslu. Proběhla analýza současného stavu výzkumu a novinek v oblasti novodobých, biologicky odbouratelných kapalin z hlediska jejich využití i diagnostiky. Dále je popsána fyzikální podstata polarizačních a vodivostních mechanismů, které se uplatňují v kapalinách. Bylo sestaveno automatizované pracoviště pro sledování složek komplexní permitivity v širokém teplotním rozsahu. V experimentální části bylo analyzováno chování vybraných alternativních kapalin na bázi přírodních esterů při působení střídavého elektrického pole za různých teplot. Vyhodnocené výsledky jsou porovnány s hodnotami obvyklými pro minerální oleje.

Abstract:

This master's thesis deals with the electrical insulation fluids used in electronics industry. The analysis of the current state of research and innovations in modern, biodegradable fluids in terms of their use as diagnostics. It is described by the physical nature of polarization and conductivity mechanisms, which are applied in liquids. It was compiled automated workstation for monitoring components of the complex permittivity over a wide temperature range. In the experimental part we analyzed the behavior of liquids selected alternative based on natural esters when exposed to an alternating electric field at various temperatures. Evaluated results are compared with values for conventional mineral oil.

Klíčová slova:

Elektroizolační kapaliny, organické estery, diagnostické metody, komplexní permitivita, teplota, ztrátový činitel, frekvence, polarizace, životní prostředí.

Keywords:

Insulating liquids, organic esters, diagnostic methods, complex permittivity, temperature, dissipation factor, frequency, polarization, the environment.

Bibliografická citace díla:

TOULOVÁ, J. *Vlastnosti kapalin na bázi organických esterů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2012. 59 s Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D..

Prohlášení

Prohlašuji, že svoji diplomovou práci na téma *Vlastnosti kapalin na bázi organických esterů* jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením tohoto projektu 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 24.5. 2012

.....
podpis autora

Poděkování

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

Obsah

Úvod	8
1 Teoretická část.....	9
1.1 Přehled elektroizolačních kapalin	9
1.1.1 Rozdělení kapalin dle normy.....	9
1.1.2 Rozdělení kapalin podle původu.....	12
1.1.3 Rozdělení kapalin podle vnitřní struktury.....	15
1.1.4 Rozdělení kapalin podle použití	15
1.1.5 Rozdělení kapalin podle hořlavosti.....	15
1.1.6 Rozdělení kapalin podle trvalé teplotní odolnosti.....	15
1.2 Výzkumy využití přírodních olejů	16
1.3 Elektrické vlastnosti kapalin.....	17
1.3.1 Základní vlastnosti	17
1.3.2 Dielektrická polarizace.....	17
1.3.3 Polarizační mechanismy	23
1.3.4 Elektrická vodivost v kapalných izolantech.....	25
1.3.5 Komplexní permitivita.....	27
1.3.6 Dielektrické ztráty.....	28
1.3.7 Ztrátový činitel	29
1.4 Diagnostika izolantů	30
1.4.1 Požadavky na měření permitivity a ztrátového činitele.....	31
1.4.2 Měřicí metoda dielektrické relaxační spektroskopie.....	32
1.4.3 Matematický popis rozložení relaxačních dob	33
2 Experimentální část	38
2.1 Sestavení automatizovaného pracoviště.....	38
2.1.1 Propojení přístrojů.....	38
2.1.2 Počítačové rozhraní Agilent Vee Pro.....	39
2.1.3 Elektroodový systém Agilent 16452A	39
2.1.4 Agilent E4980A	40
2.2 Měřené vzorky	40
2.2.1 Přehled měřených vzorků	40
2.2.2 Rozsah měření	40
2.2.3 Postup měření.....	41
2.3 Výsledky měření	42
2.4 Vyhodnocení měření.....	50
3 Závěr.....	54
Seznam použité literatury	56
Seznam použitých symbolů	58

Seznam obrázků

Obr 1: Klasifikace dle normy ČSN EN 61039	9
Obr. 2 Druhy polarizačních mechanismů	23
Obr. 3 Voltampérová charakteristika extrémně čistého izolantu	26
Obr. 4 Voltampérová charakteristika technicky čistého izolantu	26
Obr. 5 Coleho-Coleho kruhový diagram Debyova průběhu	27
Obr. 6 Vektorový diagram elektrické indukce D a komplexní permitivity ϵ^*	29
Obr. 7 Náhradní obvod kondenzátoru se ztrátovým dielektrikem a jeho fázorový diagram ..	29
Obr. 8 Závislost složek komplexní permitivity na úhlové frekvenci a) pro jednu relaxační dobu; b) pro distribuci relaxačních dob.	33
Obr. 9 Coleho-Coleho diagram s distribucí relaxačních dob se středem pod osou	34
Obr. 10 Coleho-Davidsonův diagram s jedním distribučním parametrem	34
Obr.11 Havriliakovo-Negamiho rozložení	35
Obr.12 Vliv koeficientů α a β na průběhy relativní permitivity a ztrátového čísla	35
Obr. 13 Příklad klasifikace relaxačních mechanismů	36
Obr.14 Relaxační mapa	36
Obr. 15 Vizualizace zapojení měřicího systému	38
Obr. 16 Popis měřicího zařízení Agilent 16452A	39
Obr. 17 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Rostlinku.....	43
Obr. 18 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Rostlinku	43
Obr. 19 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Manku.....	44
Obr. 20 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Manku	44
Obr. 21 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Slunku.....	45
Obr. 22 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Slunku	45
Obr. 23 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Olivii	46
Obr. 24 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Olivii	46
Obr. 25 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro sójový olej....	47
Obr. 26 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro sójový olej ..	47
Obr. 27 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Metyl palmitát	48
Obr. 29 Frekvenční závislosti relativních permitivit ϵ' pro přírodní oleje při teplotě 29°C.....	49
Obr. 30 Frekvenční závislosti ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ pro přírodní oleje při teplotě 29°C	49
Obr. 29 Aproximovaná funkce pro Olivii při teplotě 87,9°C	50
Obr. 30 Relaxační mapa vzorků	52
Obr. 31 Relaxační mapa Metyl palmitát.....	53

Seznam tabulek

Tabulka 1	Rozdělení ropných produktů podle tříd	10
Tabulka 2	Tabulka vypočítaných hodnot pro Rostlinku	51
Tabulka 3	Tabulka vypočítaných hodnot pro Manku.....	51
Tabulka 4	Tabulka vypočítaných hodnot pro Slunku.....	51
Tabulka 5	Tabulka vypočítaných hodnot pro Olivii.....	51
Tabulka 6	Tabulka vypočítaných hodnot pro sójový olej	51
Tabulka 7	Tabulka vypočítaných hodnot pro Metyl palmitát	52

Úvod

V dnešní době je nutné dbát ve všech výrobních oblastech na ekologii, stejně tak je tomu i v oboru elektrotechniky. Elektroizolační kapaliny v elektrotechnice jsou mnohostranně využitelné. Nejčastěji se využívají v silnoproudé elektrotechnice. Používají se například jako chladicí nebo izolační média v transformátorech, jako náplně do kondenzátorů, kde slouží jako impregnace papírového dielektrika nebo syntetické fólie. Chrání tuhé izolanty před vlhkostí a vzduchem. Důležitým faktorem životního cyklu elektroizolačních kapalin je i jejich likvidace.

Současné výzkumy hledají možnosti jak nahradit přípravky na ropné bázi jinými, biologicky odbouratelnými, přičemž musí být zachovány jejich standardně požadované vlastnosti, mezi které patří například vysoká elektrická pevnost, vysoká rezistivita, nízká permitivita, dlouhodobá stabilita. Velký důraz je také kladen na požadavek co nejnižší možné ceny. Abychom dokázali správně nahradit přípravek na ropné bázi biologicky odbouratelným, je třeba jej prozkoumat jak v oblasti elektrických, tak i neelektrických vlastností.

Experimentální část této diplomové práce je zaměřena na jednu z elektrických vlastností kapalin na bázi organických esterů, a to komplexní permitivitu. Pro měření komplexní permitivity bylo sestaveno automatizované pracoviště, tak aby bylo možno ji zkoumat v široké frekvenční oblasti za různých teplotních podmínek. Dosažené výsledky jsou porovnány s hodnotami obvyklými pro minerální oleje.

1 Teoretická část

1.1 Přehled elektroizolačních kapalin

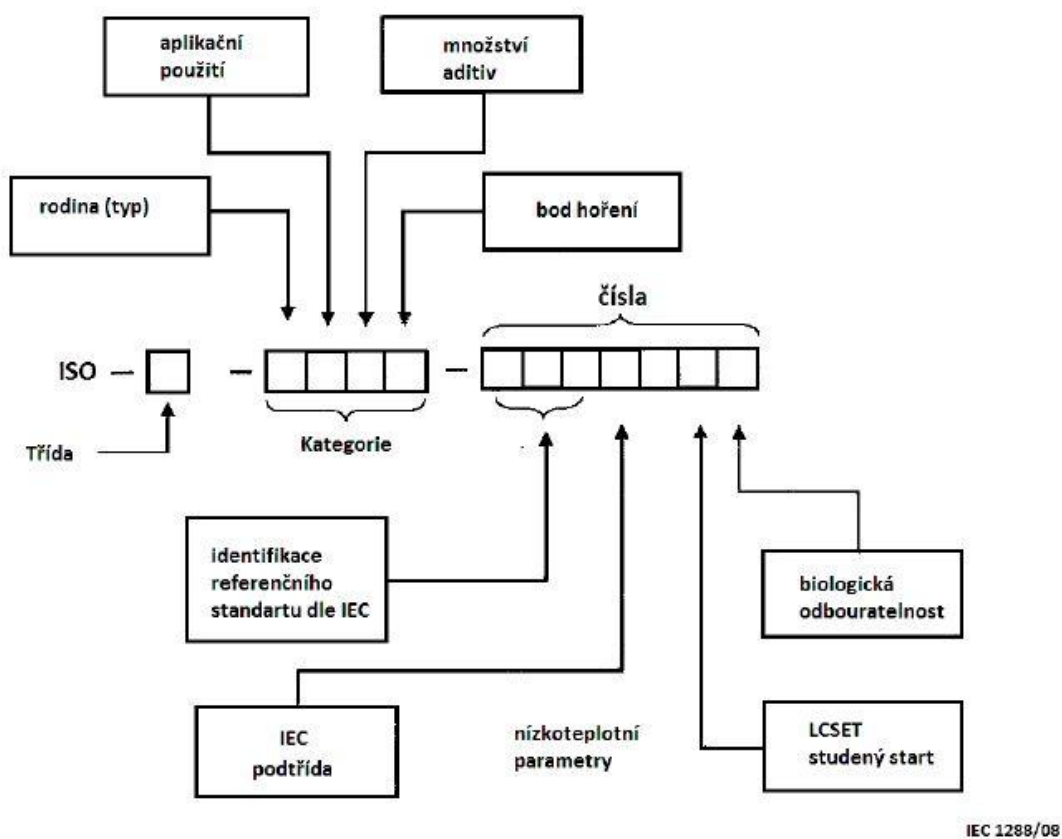
1.1.1 Rozdělení kapalin dle normy

Značení výrobků podle norem se zavádí pro snadnější komunikaci mezi výrobcem a zákazníkem v národním i nadnárodním měřítku. Normy určují jasná pravidla jak výrobek označit jak z hlediska vlastností, provedení, způsobu používání a podobně. Chrání tedy i spotřebitele, aby si koupil vhodný výrobek se správnými parametry. [1]

Podrobné značení výrobků v oblasti izolačních kapalin v kategorii L (maziva, průmyslové oleje a související produkty) stanovuje norma ČSN EN 61039 vydaná v červnu roku 2009, která je navázána na evropskou normu EN 61039 z roku 2008. Tato norma je kompatibilní s normami ISO 8681 a ISO 6743-99, které se týkají výrobků získaných ze zpracování ropy, syntetických chemických výrobků a syntetických a přírodních esterů.[2]

V souladu s normou ISO 8681 je standardizováno značení:

ISO – třída – kategorie – eventuálně doplňkové číslo



Obr 1: Klasifikace dle normy ČSN EN 61039 [2]

a) Třída

Třída ropných produktů nebo příslušných výrobků se označuje písmenem podle oblasti použití (viz. Tabulka 1). Izolační kapaliny patří do třídy L – maziva, průmyslové oleje a související produkty. [2]

Třída	Druh výrobku
F	paliva
S	rozpouštědla a suroviny pro chemický průmysl
L	maziva, průmyslové oleje a související produkty
W	vosky
B	bitumeny

Tabulka 1 Rozdělení ropných produktů podle tříd [2]

b) Kategorie

Označení kategorie se skládá ze čtyř písmen:

- První písmeno označuje skupinu elektroizolačních kapalin, proto bude vždy N
- Druhé písmeno označuje kapaliny podle použití a dělí se takto:
 - C pro kondenzátory
 - T pro transformátory a spínací prvky
 - S pro spínací prvky s pracovní teplotou menší než -10°C
 - Y pro kabely
- Třetí písmeno označuje případnou přítomnost antioxidantů s dělením:
 - U pro izolační kapaliny bez aditiv
 - T pro izolační kapaliny s aditivami v množství méně než 0,08% hmotnosti
 - I pro izolační kapaliny s aditivami v množství více než 0,08% hmotnosti
- Čtvrté písmeno označuje bod vzplanutí (dle normy ISO 2592:2000) takto:
 - O pro bod vzplanutí menší než 300°C
 - K pro bod vzplanutí větší než 300°C
 - L pro kapaliny, kde není bod vzplanutí identifikován [2]

c) Identifikační kód

Identifikační kód nemusí být uveden, pokud však uveden je skládá se ze sedmi číslic, které znamenají následující:

- První tři číslice jsou shodné s posledními třemi číslicemi použitého referenčního standardu (etalonu). Pokud referenční etalon chybí, použijí se tři nuly.
- Čtvrtá číslice označuje podtřidu, není-li podtřída identifikována, nahradí se tato číslice nulou.
- Pátá číslice označuje výhřevnost kapaliny následně:
 - 1 pro kapaliny s výhřevností větší nebo rovnu 42 MJ/kg
 - 2 pro kapaliny s výhřevností menší než 42 MJ/kg
 - 3 pro kapaliny s výhřevností menší než 32 MJ/kg
- Šestá číslice označuje nejnižší případnou teplotu studeného startu
 - 0 pro kapaliny s nedefinovaným studeným startem
 - 1 pro kapaliny se studeným startem větším nebo rovným 0°C
 - 2 pro kapaliny se studeným startem větším nebo rovným -10°C
 - 3 pro kapaliny se studeným startem větším nebo rovným -30°C
 - 4 pro kapaliny se studeným startem větším nebo rovným -40°C
- Sedmá číslice označuje biologickou rozložitelnost kapaliny, která je zkoušena metodou C nebo F (OECD 301:1992) na:
 - 0 pro biologicky nerozložitelné kapaliny (rozložitelnost menší než 20%)
 - 1 pro mírnou biologickou rozložitelnost (20-40%)
 - 2 pro dobrou biologickou rozložitelnost (40-70%)
 - 3 pro plně rozložitelnou kapalinu (rozložitelnost větší než 70%) [2]

1.1.2 Rozdělení kapalin podle původu

a) Minerální oleje

Všeobecně jsou minerální oleje nejpoužívanějšími kapalnými izolanty. Používají se v elektrotechnických zařízeních jako izolační, impregnační a chladicí prvky. Vyznačují se dobrými vlastnostmi a nízkou cenou oproti ostatním elektroizolačním kapalinám. Získávají frakcionovanou destilací ropy a následnou rafinací (chemickou za použití kyseliny sírové nebo fyzikální – práškováním). Jejich nevýhodou je degradace (změna vlastností v závislosti na čase). Je způsobena fyzikálně-chemickými pochody, které jsou ovlivněny teplotou, tlakem, zářením, obsahem kyslíku, katalyzátory jako je měď, železo, olovo apod. Základem těchto jevů je oxidace, snažíme se tedy zabránit styku olejů se vzduchem. Jsou to v podstatě směsi různých uhlovodíků, které ropa obsahuje a z tohoto hlediska je můžeme dělit na:

- Parafinické

Obsahují více než 66% nasycených parafinických uhlovodíků obecného vzorce C_nH_{2n+2} . Parafinické oleje jsou mastné, čiré, bezbarvé kapaliny. Při pokojové teplotě jsou bez zápachu a bez chuti. Po zahřátí mají mírně nepříjemný zápach ropy. Jsou nerozpustné ve vodě, glycerolu a studenem etanolu. Rozpouštědlem může být benzen, chloroform a horký etanol. Hustota je $0,8 \text{ g/cm}^3$. Používá se v průmyslových oblastech (např. při výrobě barviv, pigmentů, barev, vosku, dále se používá jako mazivo, izolační kapalina v transformátorech), ale i pro lékařské účely (při přípravě léků, balzámů a mastí). [3]

- Naftenické

Obsahují více než 66% nasycených naftenických uhlovodíků řady C_nH_{2n} bez dvojných vazeb. Neobsahují vosk, proto mají nižší bod tuhnutí, nižší viskozitu menší odolnost proti oxidaci a jsou stabilnější. Používají se pro mnoho různých aplikací (např. chladicí oleje, v elektrotechnice má využití zejména pro kabelovou techniku). [3]

- Aromatické

Obsahují nenasycené uhlovodíky C_nH_{2n-6} se střídavě dvojnými vazbami mezi atomy uhlíku. Jsou to vedlejší produkty vznikající při rafinaci parafinických olejů. Mají cyklickou strukturu, většinou jsou tmavší barvy a používají se pro výrobu lepidel a pečidel. [3]

b) Rostlinné oleje

Rostlinné oleje se vyrábí z rostlinných produktů (slunečnice, len, řepka, apod.), každý z těchto olejů má jinou viskozitu. Rostlinné oleje mají výborné mazací schopnosti, ale horší oxidačně tepelnou stabilitu. V elektrotechnice se používají pro impregnaci papírových kondenzátorů, výrobu elektroizolačních laků, aditiv. Rostlinné oleje jsou ve své podstatě směsí esterů, glycerinů a nenasyčených mastných kyselin. Dělí se podle chování vůči kyslíku ve vzduchu na:

- Nevysychavé

Mezi nevysychavé oleje patří olej olivový, řepkový, slunečnicový, ricinový (lisovaná semena skočce obecného). Ricinový olej je tekutý polární izolant, který je odolný vůči částečným výbojům a plynům. Má vysokou relativní permitivitu a není jedovatý, používá se k napouštění papírových kondenzátorů ve stejnosměrných obvodech. [4]

- Vysychavé

Mezi vysychavé oleje patří olej makový, lněný, tungový, dřevný. Vysychavé oleje jsou termoreaktivní, což znamená, že za působení tepla a světla ve styku se vzduchem přechází do tuhého stavu. Jde o současnou oxidaci a polymeraci. Tenká vrstva oleje na naneseném povrchu vyschne a vytvoří lesklou tvrdou hmotu, která má dobré elektrické vlastnosti, je odolná vůči rozpouštědlům, neměkne při zahřátí. Dřevný olej je výhodnější oproti lněnému, protože vysychá rychleji a v silnější vrstvě, je také odolnější vůči pronikání vody. Naopak jeho nevýhodou je tepelné stárnutí, při kterém křehne, praská a může se i odlupovat od povrchu na který byl nanesen. [4]

c) Syntetické oleje

Syntetické kapaliny mají navíc od dobrých izolačních vlastností také dobré chemické vlastnosti. Jejich hlavní výhodou oproti minerálním olejům je, že jsou nehořlavé a prakticky nestárnou. V současné době je na trhu dostupný a v praxi využitelný například metylester kyseliny řepkového oleje (MEĚO). Svými vlastnostmi se hodí více jako automobilové palivo, ale s určitými úpravami ho lze použít jako izolant pro napět'ovou hladinu nízkého napětí. Velmi podobné vlastnosti má i etylester řepkového oleje a jeho směs s ropnými uhlovodíky.

Syntetické kapaliny se dělí na základní skupiny:

- Polybutény

Vznikají polymerací nenasyčených uhlovodíků, mají různou viskozitu, výborné elektrické vlastnosti, vysokou stabilitu při vysokých teplotách (nad 100°C), nízké dielektrické ztráty, jsou odolné proti záření a oxidaci. Řadí se mezi nepolární dielektrické kapaliny a používají se jako náplň nebo impregnace pro kabely nebo svitkové kondenzátory. [4]

- Chlorované uhlovodíky

Jsou chlorované deriváty benzenu a bifenyly, vlastnosti se mění stupněm chlorování. Patří mezi nehořlavé a nevýbušné kapaliny. V kondenzátorech se používal pentachlordifenyl, který byl polární kapalinou. Chlorované uhlovodíky se vyráběly ve velkém množství, ale ve 20. století byla prokázána jejich ekologická závadnost, proto se už nevyrábějí. [4]

- Fluorované uhlovodíky

Jsou deriváty uhlovodíků, kde jsou atomy vodíku nahrazeny atomy fluoru. Mají vyšší bod tuhnutí, jsou chemicky velmi stabilní, dobré elektrické vlastnosti. Používají se jako náplně do transformátorů nebo výkonných spínačů. [4]

- Silikony

Jsou bezbarvé kapaliny, které jsou ekologicky nezávadné. Mají vysokou tepelnou stálost v širokém rozmezí teplot a poměrně dobré izolační vlastnosti. Nejsou agresivní vůči organickým izolantům. Nepoužívají se ve spínačích, protože zvyšují přechodový odpor, což může vést k selhání součástky. [4]

- Organické estery

Jsou vyráběny pomocí chemické syntézy. Mají dobrou teplotní stabilitu, nízké hodnoty ztrátového činitele. V současné době začínají nahrazovat oleje na ropné bázi, protože jsou dobře biologicky odbouratelné. Mezi organické estery využívaných v praxi patří metylester kyseliny řepkové (MEŘO), který se po určitých úpravách používá jako izolant v nízkonapěťové technice. [4]

1.1.3 Rozdělení kapalin podle vnitřní struktury

Jedná se o rozdělení podle způsobu uspořádání vázaných nábojů v molekulách na látky:

a) Polární

Polární látky mají nesymetrickou stavbu, stálý elektrický moment (i v nepřítomnosti elektrického pole). Pokud bude elektrické pole přítomné, tak se budou dipólové molekuly stáčet ve směru pole. Získá se indukovaný dipólový moment, který se vektorově skládá se stálým dipólovým momentem. [5]

b) Nepochární

Nepochární látky mají zcela symetrickou vazbu, vázané náboje jsou rozloženy souměrně a jejich těžiště splývají. Pokud začne působit elektrické pole, je tato symetrie porušena. Nepochární molekula vytvoří elektrický dipól, ve kterém vznikne indukovaný elektrický moment (μ_i). [5]

1.1.4 Rozdělení kapalin podle použití

- a) Kapaliny pro kondenzátory a impregnaci kondenzátorů
- b) Kapaliny pro transformátory a vypínače
- c) Kapaliny pro kabelovou techniku
- d) Kapaliny pro chlazení elektrických strojů

1.1.5 Rozdělení kapalin podle hořlavosti

- a) Hořlavé
- b) Nechořlavé

1.1.6 Rozdělení kapalin podle trvalé teplotní odolnosti

- a) do 90°C - minerální oleje
- b) do 130°C – syntetické kapaliny
- c) do 200°C – silikonové kapaliny, vybrané fluorované uhlovodíky[4]

1.2 Výzkumy využití přírodních olejů

V transformátorech po celém světě je použito několika miliard litrů transformátorového oleje. Velkou výzvou je vyřešit otázky spojené s životním prostředím, což znamená nahradit ropné oleje biologicky odbouratelnými. V elektrotechnice se tyto oleje používají hlavně do již zmiňovaných transformátorů, ale i kondenzátorů a kabelů.

V roce 1990 byla vyvinuta speciální tekutina FR3, která zpomaluje rychlost stárnutí transformátoru a zároveň snižuje riziko požáru nebo úniku. Tato tekutina je vyrobena z jedlých semen, takže je mnohem šetrnější k životnímu prostředí. Izolační papír je hlavní složkou transformátorové vnitřní konstrukce. Rozsáhlé testy prokázaly, že když je transformátor naplněný FR3 tekutinou, stárne pomaleji. Klíčovým důvodem je snížení vlhkosti v papíru. Pokud srovnáme dva stejné transformátory, z nichž jeden je naplněný minerálním olejem a druhý přírodním olejem. Můžeme očekávat, že životnost transformátoru s rostlinným olejem bude o 12-17% delší. Další výhodou je snížení ropných požárů v souvislosti s poruchami transformátorů.

Další studie se zabývá problémem, který se týká těžby minerálních olejů a řepkového oleje. Překvapivě naznačuje, že po srovnání všech faktorů se vliv na životní prostředí příliš neliší. Na výrobu řepkového oleje je vyžadováno připravení set'ového lůžka, setí, hnojení, ochrana rostlin (pesticidů), řepkový růst, sklizeň, sušení a skladování, a drcení nebo těžby a rafinace. Pro minerální oleje je vyžadováno pouze vrtání a těžba ropy následuje rafinace. Tyto kontrastující výrobní metody mají velmi odlišné účinky na životní prostředí. Hlavní rozdíl mezi těžbou minerálního oleje a rostlinného oleje je samozřejmě použití surovin, ale pro fázi pěstování se používají hnojiva a pesticidy, další rozsáhlé zpracování se podílejí na produkci, což výrobu rostlinného oleje více energie -intenzivní. Dalším aspektem je používání oleje a jeho likvidace. Transformátorové oleje jsou následně použity jako palivo, což může mít vliv na globální oteplování, tento problém u přírodních olejů odpadá.

Je obtížné zjistit, zda jeden z těchto druhů ropy, je méně škodlivé pro životní prostředí než ostatní. Vždy záleží na úhlu pohledu, protože existuje více studií a každá z nich má jiný výsledek podle nastavených parametrů.

Světový výzkum v oblasti biologicky odbouratelných elektroizolačních kapalin je reprezentován především japonskými patenty a publikacemi, patentují se rozličné kompozice odlišující se strukturou použitých esterů a změnami v aditivaci. Zkoumají se elektroizolační vlastnosti přírodních olejů. Možnostem využití nových elektroizolačních kapalin se věnují i vědci a inženýři v USA, kde jsou uváděny první zkušenosti. [7]

1.3 Elektrické vlastnosti kapalin

1.3.1 Základní vlastnosti

Pokud bychom chtěli dosáhnout ideálního dielektrika, museli by být elektrické náboje pouze vázané, což však v praxi není možné. V praxi se tedy používá reálné dielektrikum, které obsahuje vázané elektrické náboje a malou část volných elektrických nábojů. Reálný izolant je charakterizován základními elektrickými veličinami:

- relativní permitivita ϵ' (-)
- ztrátový činitel $\text{tg } \delta$ (-)
- vnitřní rezistivita ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)
- povrchová rezistivita ρ_p (Ωm)
- elektrická pevnost E_p (Vm^{-1})

Každý izolant je dielektrikem, ale ne všechna dielektrika jsou nutně izolantem, protože mohou obsahovat látky s vlastnostmi polovodičů např. křemík nebo germanium. V dielektriku tedy mohou nastat fyzikální jevy, dělené na:

- dielektrická polarizace
- elektrická vodivost
- dielektrické ztráty
- elektrický výboj [5]

1.3.2 Dielektrická polarizace

Přiložené elektrické pole působí silově na kladné i záporné náboje, jelikož dielektrika nejsou vodivá, nemají volně se pohybující náboje, proto dochází pouze k jejich malému lokálnímu posuvu z jejich rovnovážných poloh. Kladné i záporné náboje se posouvají opačným směrem, z čehož vyplývá, že jednotkový objem dielektrika získá určitý dipólový moment.

a) Makroskopické hledisko

Z makroskopického pohledu zkoumáme vnější projevy polarizačních dějů. Nestaráme se o strukturu materiálu a děje probíhající uvnitř. Výsledkem polarizace je tedy vznik vázaných nábojů na povrchu dielektrika a s tím související vznik dipólového momentu sledovaného dielektrika jako celku.

Definujeme si tedy vektor polarizace \vec{P} [$C \cdot m^{-2}$], který charakterizuje polarizované dielektrikum. Mezi intenzitou elektrického pole působícího na dielektrikum a vektorem polarizace platí vztah:

$$\vec{P} = \kappa \cdot \varepsilon_0 \cdot \vec{E} \quad (1)$$

kde κ je dielektrická susceptibilita – koeficient polarizace [-]
 ε_0 je permitivita vakua $8,854 \cdot 10^{-12}$ [$F \cdot m^{-1}$]

Pro vektor elektrické indukce platí:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} \quad (2)$$

$$\vec{D} = \varepsilon \cdot \vec{E} \quad (3)$$

Pro permitivitu platí, že

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r \quad (4)$$

Když tedy dosadíme rovnice (1) a (3) do rovnice (2), dostaneme:

$$\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \vec{E} = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} + \kappa \cdot \varepsilon_0 \cdot \vec{E} \quad (5)$$

Vydělením celé rovnice součinem $\varepsilon_0 \cdot \vec{E}$ dostaneme vztah pro relativní permitivitu:

$$\varepsilon_r = 1 + \kappa \quad (6)$$

Pro přiblížení makroskopického hlediska chování dielektrika ve vnějším elektrickém poli použijeme jednoduchý příklad deskového kondenzátoru. Nejprve je mezi elektrodami vakuum. Kapacita je C_0 . Kondenzátor připojíme na zdroj časově neproměnného napětí o velikosti U [V]. Na elektrody tedy přiteče volný elektrický náboj $\pm Q_0$ [C], jehož velikost je dána velikostí přiloženého napětí a kapacity kondenzátoru:

$$Q_0 = C_0 \cdot U \quad (7)$$

Mezi elektrodami se vytvoří elektrické pole o intenzitě E [$V \cdot m^{-1}$] dané poměrem napětí na kondenzátoru U [V] a vzdáleností jeho elektrod d [m] (za předpokladu homogenního pole):

$$E = \frac{U}{d} \quad (8)$$

Kapacita deskového kondenzátoru, jehož dielektrikem je vakuum, je dána vztahem:

$$C_0 = \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{d} \quad (9)$$

kde S je plocha elektrod [m^2]

d je vzdálenost elektrod [m]

Dosadíme-li tento vzorec do upraveného vztahu pro intenzitu elektrického pole (8) a použijeme-li rovnici (7) dostaneme:

$$E = \frac{Q_0}{C_0 \cdot d} = \frac{Q_0}{\varepsilon_0 d \cdot \frac{S}{d}} = \frac{Q_0}{\varepsilon_0 \cdot S} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \quad (10)$$

kde σ_0 je plošná hustota elektrického náboje na elektrodách [$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$].

Z tohoto vztahu plyne, že:

$$E \cdot \varepsilon_0 = \sigma_0 \quad (11)$$

Pokud tento vztah porovnáme se vztahem pro elektrickou indukci D [$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$]:

$$\vec{D} = \varepsilon \cdot \vec{E} \quad (12)$$

Je vidět na první pohled, že elektrická indukce se rovná plošné hustotě náboje.

Pokud mezi elektrody vsuneme dielektrikum s určitou relativní permitivitou, která bude větší než jedna, tak na elektrody přiteče ze zdroje další náboj o velikosti rovné Q_p , který kompenzuje účinky na povrchu dielektrika vzniklého polarizací. Původní velikost náboje na elektrodách Q_0 se tedy zvětší na hodnotu Q :

$$Q = Q_0 + Q_p \quad (13)$$

Pro kapacitu kondenzátoru potom platí:

$$C = \frac{Q}{U} = \frac{Q_0 + Q_p}{U} = \frac{Q_0 + Q_p}{Q_p} \cdot \frac{Q_p}{U} = \frac{\sigma_0 + \sigma_p}{\sigma_0} \cdot C_0 = \frac{D}{D_0} \cdot C_0 \quad (14)$$

kde D_0 je hodnota elektrické indukce [$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$] před vsunutím dielektrika:

$$D_0 = \varepsilon_0 \cdot E \quad (15)$$

a D je hodnota elektrické indukce [$C \cdot m^{-2}$] po vsunutí dielektrika mezi elektrody kondenzátoru:

$$D = \varepsilon_0 \varepsilon_r E \quad (16)$$

Podělíme-li rovnice (15) a (16) dostaneme vztah pro relativní permitivitu:

$$\frac{D}{D_0} = \varepsilon_r \quad (17)$$

Pokud dosadíme do rovnice (14) dostaneme:

$$C = \varepsilon_r \cdot C_0 \quad (18)$$

Relativní permitivitu vyjádříme jako poměr kapacit kondenzátorů:

$$\varepsilon_r = \frac{C}{C_0} = \frac{\frac{Q}{U}}{\frac{Q_0}{U}} = \frac{Q}{Q_0} \quad (19)$$

Pro vektor polarizace bude platit:

$$P = \frac{M}{V} = \frac{Q_p \cdot d}{S \cdot d} = \sigma_p \quad (20)$$

kde σ_p je plošná hustota náboje na povrchu dielektrika [$C \cdot m^{-2}$].

Dále platí:

$$E = \frac{Q_0}{\varepsilon_0 \cdot S} \text{ a } C = \varepsilon_r \cdot C_0 = \frac{Q}{U} \quad (10),(11)$$

Dosadíme do rovnice pro náboj (13):

$$\varepsilon_r \cdot C_0 \cdot U = \varepsilon_0 \cdot E \cdot S + S \cdot P \quad (21)$$

Pro deskový kondenzátor, kde $C_0 = \varepsilon_0 \cdot (S/d)$ dostaneme:

$$\varepsilon_r \cdot U \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{d} = \varepsilon_0 \cdot E \cdot S + S \cdot P \quad (22)$$

$$\varepsilon_r \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{U}{d} = \varepsilon_0 \cdot E + P \quad (23)$$

$$\varepsilon_r \cdot \varepsilon_0 \cdot E = D_0 + P \quad (24)$$

$$D = D_0 + P \quad (25)$$

Po dosažení vztahu pro polarizaci (6) dostaneme:

$$P = \varepsilon_0 \cdot E \cdot (\varepsilon_r - 1) = \varepsilon_0 \cdot \kappa \cdot E \quad (26)$$

[9]

b) Mikroskopické hledisko

Dielektrickou polarizací pobíhá v dielektriku po jeho vložení do elektrického pole. Jde o pružný pohyb silně či slabě vázaných nosičů elektrického náboje. Celý průběh polarizace je přímo ovlivněn strukturou a stavbou daného dielektrika. U polarizace pozorujeme možnost a rychlost pohybu nosičů elektrického náboje, včetně vzdáleností, ve kterých se mohou pohybovat. Nejčastějším projevem polarizace dielektrika je orientace, nebo vznik nových dipólových momentů.

Veličinou, která charakterizuje polarizační jevy z mikroskopického hlediska je polarizovatelnost označovaná α . Udává míru změny systému dielektrika ve vnějším poli při polarizování, tedy deformabilitu (míru elektrizování).

Indukovaný elementární dipólový moment μ [C·m]:

$$\vec{\mu} = \alpha \cdot \vec{E}_L \quad (27)$$

$$\vec{\mu} = q \cdot \vec{d} \quad (28)$$

kde q je velikost náboje [C]

\vec{d} je orientovaná vzdálenost posunutí nábojů [m]

\vec{E}_L je intenzita lokálního pole respektujícího vzájemné interakce částic [$V \cdot m^{-1}$]

α je polarizovatelnost [$F \cdot m^2$]

Pomocí polarizovatelnosti vyjádříme vektor polarizace dielektrika (předpoklad = jeden druh nosičů elektrického náboje):

$$\vec{P} = n \cdot \vec{\mu} = n \cdot \alpha \cdot \vec{E}_L \quad (29)$$

kde n je koncentrace indukovaných dipólových momentů [m^{-3}] [9].

Porovnáním obou hledisek dostáváme tzv. Clausiovu rovnici:

$$\vec{P} = n \cdot \alpha \cdot \vec{E}_L = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} \cdot (\varepsilon_s - 1) \quad (30)$$

Do Clausiovu rovnice dosadíme intenzitu vnitřního elektrického pole v dielektriku:

$$\vec{E}_L = \frac{\varepsilon_s + 2}{3} \cdot \vec{E} \quad (31)$$

Dosazení:

$$n \cdot \alpha \cdot \frac{\varepsilon_s + 2}{3} \cdot \vec{E} = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} \cdot (\varepsilon_s - 1) \quad (32)$$

Úpravou dostaneme Clausiovu-Mosottiho rovnici:

$$\frac{\varepsilon_s - 1}{\varepsilon_s + 2} = \frac{\eta \cdot \alpha}{3 \cdot \varepsilon_0} = P_m \quad (33)$$

kde P_m je měrná polarizace [$\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$]

Pro vyloučení závislosti polarizace na počtu částic v objemové jednotce se zavádí tzv. molární polarizace P_M . Pro výpočet využijeme Avogadrovu konstantu N_K , která vyjadřuje počet částic v jednom kilomolu homogenní látky.

$$N_K = \frac{n \cdot M}{\rho} \quad (34)$$

Kde M je molová hmotnost [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]

ρ je hustota [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]

n je počet částic v jednotce objemu [-]

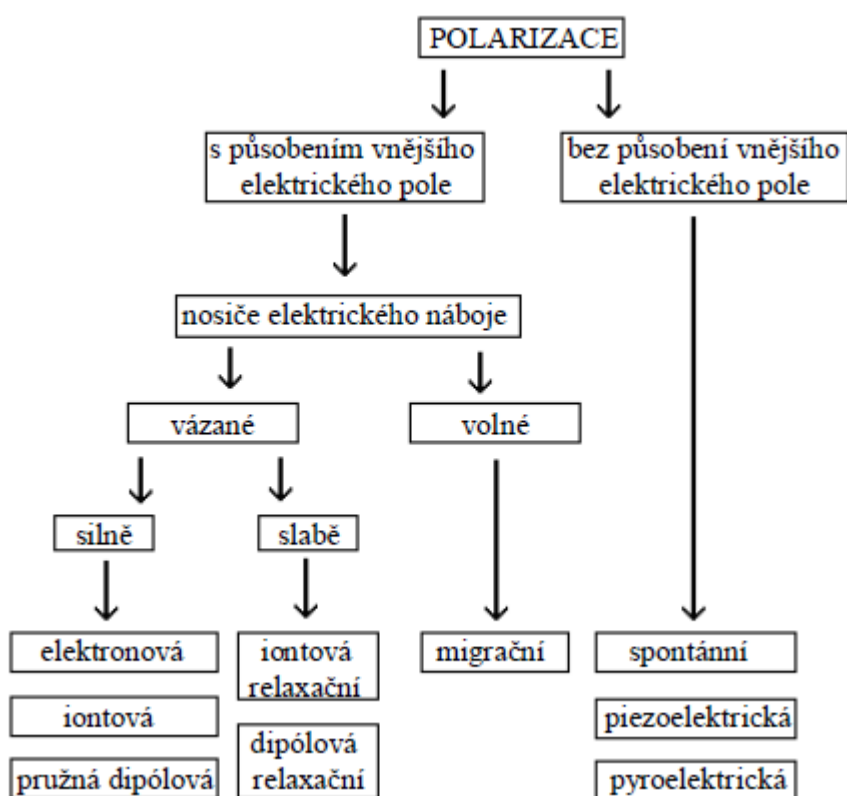
Pro výpočet molární polarizace dosadíme Avogadrovu do rovnice (33):

$$\frac{\varepsilon_s - 1}{\varepsilon_s + 2} \cdot \frac{M}{\rho} = \frac{N_K \cdot \alpha}{3 \cdot \varepsilon_0} = P_M \quad (35)$$

[9]

1.3.3 Polarizační mechanismy

U dielektrických látek často probíhá několik druhů polarizací současně, slabší polarizace bývají překryty polarizací silnější. Polarizace mají různě dlouhé doby ustálení, proto je můžeme dělit na:



Obr. 2 Druhy polarizačních mechanismů [9]

a) Deformační polarizace

U Deformačních polarizací je nosičem elektrického náboje elektron, iont nebo stálý dipól. Nosič náboje je velmi silně vázaný v atomu, molekule či krystalu, že jej elektrické pole může posunout z jeho rovnovážné polohy pouze o minimální vzdálenost. Přestože dochází k malému posunu nosičů náboje, může být změna relativní permitivity dielektrika značná, pokud se posune velké množství nosičů náboje. Díky pevné vazbě jsou potřeba velmi krátké časy ustálení polarizace, stejně tak dochází i k rychlému vrácení nosičů do základních poloh. Deformační polarizace jsou bezztrátové.

Do této skupiny patří:

- elektronová polarizace
- iontová polarizace
- polarizace pružně vázaných dipólových momentů. [9]

b) Relaxační polarizace

Relaxační polarizace se liší dobou průběhu, která je značně delší, ale i formou. Charakteristické jsou relaxační pochody. Na jejich mechanismu se podílejí slabě vázané částice, jako jsou molekuly plyných a kapalných dielektrik. Musíme si však uvědomit, že ionty jsou v dotyčných molekulách vázány silně. Rozhodující roli hraje teplota neboli tepelný pohyb nosičů elektrického náboje. Díky němu překonávají slabě vázané částice snadno potenciálové bariéry mezi jednotlivými možnými polohami. Bez přítomnosti elektrického pole k polarizaci nedochází, protože tepelný pohyb nosiče je chaotický (všechny možné polohy nosičů jsou stejně pravděpodobné), tudíž dochází k jejich nerovnoměrnému rozložení. Přiložením elektrického pole změním poměry (výšky) potenciálových bariér natolik, že určité polohy nosičů náboje se stanou energeticky výhodnějšími (pravděpodobnějšími). Tím se stane rozložení nosičů náboje v objemu nerovnoměrné, vznikne asymetrie a jednotka objemu dielektrika získá dipólový moment. Dojde k relaxační polarizaci.

Do této skupiny patří:

- Relaxační polarizace iontová
- Relaxační polarizace dipólová [9]

c) Migrační polarizace

U migrační polarizace se mohou polarizačních jevů účastnit kromě vázaných nosičů náboje také volné nosiče elektrického náboje. Podobně je tomu i u polarizace vznikající prostorovým nábojem, kde je nutnou podmínkou pro vznik polarizace existence makroskopických nehomogenit v daném dielektriku. Právě na nich se po přiložení elektrického pole zachycují migrující volné nosiče náboje a vytváří tak po přeskupení jinou prostorovou hustotu elektrického náboje. Ta se pak navenek projeví jako polarizace dielektrika. Nehomogenitou v dielektriku rozumíme nečistotu, bublinku, vakuola, prasklinu a jiné strukturální defekty. Je to oblast s jinými vlastnostmi než má základní dielektrikum, zejména s jinou relativní permitivitou a konduktivitou. Patří sem i rozhraní ve složených dielektrikách izolačních systémů. Nosiče elektrického náboje se snadno na těchto nehomogenitách zachytávají. Ve srovnání s předešlými polarizacemi je migrační polarizace nejpomalejší a stejně jako polarizace relaxační, jsou spojeny se ztrátou energie [9].

1.3.4 Elektrická vodivost v kapalných izolantech

V elektroizolační technice potřebujeme materiály bez volných nosičů elektrického náboje, protože ty jsou příčinou nežádoucí nenulové elektrické vodivosti. S touto skutečností je nutné počítat při volbě materiálu pro reálné použití.

Elektrickou vodivost elektroizolačních kapalin silně ovlivňuje přítomnost případných nečistot a množství příměsí, stejně tak jako složení a struktura kapalin. Pro studium vodivostních mechanismů rozlišujeme extrémně čisté (pečlivě rafinované a dokonale odplyněné) kapalně izolanty a tzv. technicky čisté kapalně izolanty.

a) Extrémně čisté kapalně izolanty

Mají velmi nízkou konduktivitu ($\gamma = 10^{-14} - 10^{-15} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$), volné nosiče elektrického náboje mohou vzniknout několika způsoby:

- Ionizací neutrálních molekul působením ionizujícího činitele, např. záření
- Disociací molekul vlastní kapaliny a případných stopových množství molekul příměsí
- Tepelnou excitací elektronů
- Emisí elektronů z katody (v silných elektrických polích) [9]

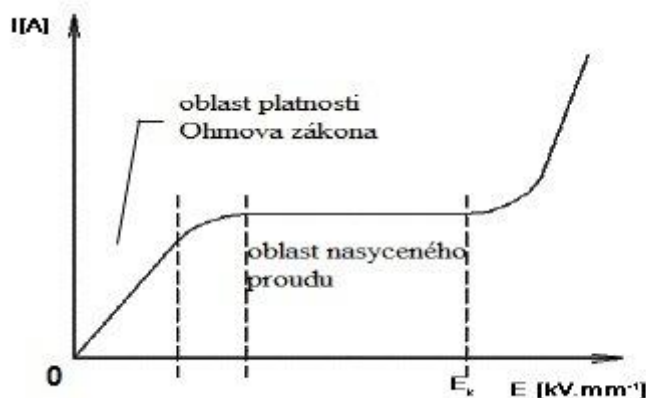
b) Technicky čisté kapalné izolanty

Mají hodnotu konduktivity ($\gamma = 10^{-11} - 10^{-12} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$), je to důsledek zvýšené koncentrace volných nosičů elektrického náboje. Ty můžou mít různý charakter a závisí na druhu příměsí, velikosti přítomných částic a stupni jejich disociace.

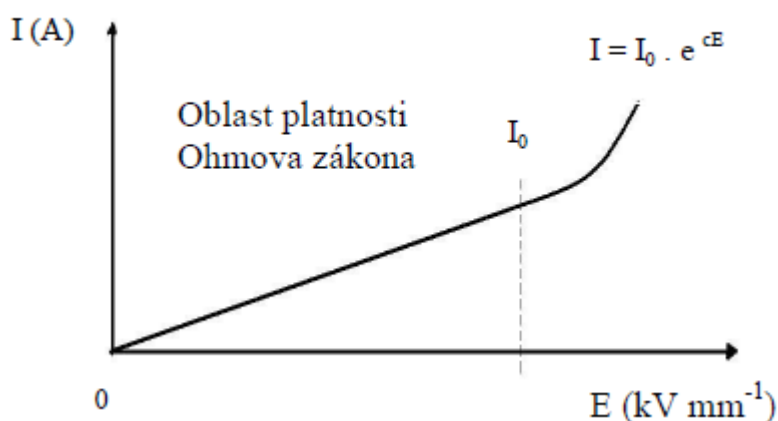
Existují dva typy vodivosti:

- iontová
- elektroforetická

Odlišnosti chování extrémně a technicky čistých kapalných izolantů můžeme vidět na voltampérové charakteristice (Obr. 3). U extrémně čistých kapalných izolantů se vyskytuje oblast nasyceného proudu, u technicky čistých tato část zcela chybí. [9]



Obr. 3 Voltampérová charakteristika extrémně čistého izolantu [9]



Obr. 4 Voltampérová charakteristika technicky čistého izolantu [9]

1.3.5 Komplexní permitivita

Permitivita je fyzikální veličina, která udává, jak elektrické pole ovlivní schopnost dielektrického média se polarizovat v závislosti na použitém elektrickém poli. Relativní permitivita ϵ_r je číslo, které nám udává, kolikrát se zvětšila kapacita deskového kondenzátoru, ve kterém bylo místo vakua použito dielektrikum. [5]

Ve vakuu je relativní permitivita rovna jedné, protože zde nemůže docházet k polarizaci. U ostatních materiálů je tedy hodnota relativní permitivity vyšší než jedna. Velikost relativní permitivity je závislá na mnoha parametrech, jako je frekvence, teplota, intenzita elektrického pole, vlhkost a další.

Působí-li na dielektrikum střídavé elektrické pole o konstantní intenzitě \vec{E} , projeví se jeho dynamické vlastnosti. Vlivem polarizačních dějů se mění elektrická indukce \vec{D} o hodnotu vektoru polarizace \vec{P} . Vztah mezi intenzitou elektrického pole a vektorem elektrické indukce je tedy:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E} \quad (36)$$

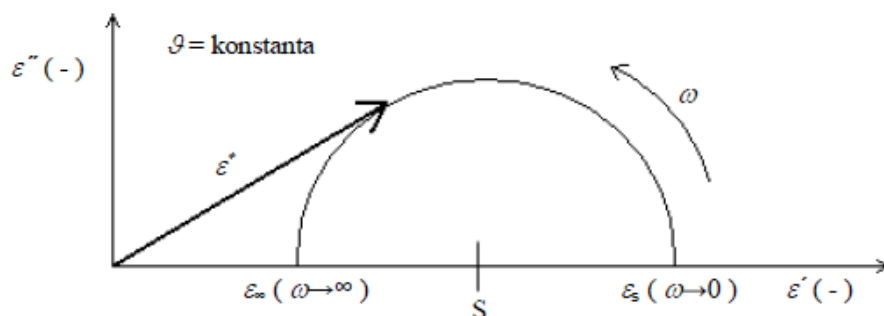
V případě střídavých polí je zaveden pojem komplexní permitivity, která je frekvenčně závislá. Tato veličina vyjadřuje činitel závislosti mezi intenzitou elektrického pole \vec{E} a elektrickou indukcí \vec{D} .

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (37)$$

kde ϵ' je reálná složka komplexní permitivity

ϵ'' je imaginární složka permitivity

Pro grafické znázornění složek komplexní permitivity se používá Cole – Coleho kruhový diagram. [15]



Obr. 5 Coleho-Coleho kruhový diagram Debyova průběhu [5]

Existuje-li pouze jedna relaxační doba, lze komplexní permitivitu vyjádřit podle Debyeho teorie jako:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} \quad (38)$$

kde τ je relaxační doba

ε_∞ je optická relativní permitivita (frekvence blíží se optickým)

ε_s je statická relativní permitivita (frekvence blíží se 0 Hz)

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

V praxi se pro výpočet relativní permitivity využívá samotné polarizace, která má za následek zvětšení náboje na elektrodách měřicího kondenzátoru. Měří se tedy elektrická indukce, která je převedena na měření kapacity.

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_0} \quad (39)$$

kde C_x je kapacita kondenzátoru s dielektrikem

C_0 je geometrický rozměr kondenzátoru

1.3.6 Dielektrické ztráty

Technické dielektrikum vykazuje oproti ideálnímu nenulovou elektrickou vodivost, dále často obsahuje nečistoty, příměsi, vlhkost apod. Přiložené elektrické pole pak podmiňuje vznik nestacionárních pochodů uvnitř dielektrika, které vedou ke ztrátám energie.

Ztráty v dielektriku představují celkovou energii, rozptýlenou v dielektriku v časové jednotce při jeho vložení do elektrického pole. Ztráty se vyskytují při působení stejnosměrného i střídavého pole, jsou provázeny ohřevem dielektrika a jsou příčinou změny fázového úhlu mezi napětím a proudem.

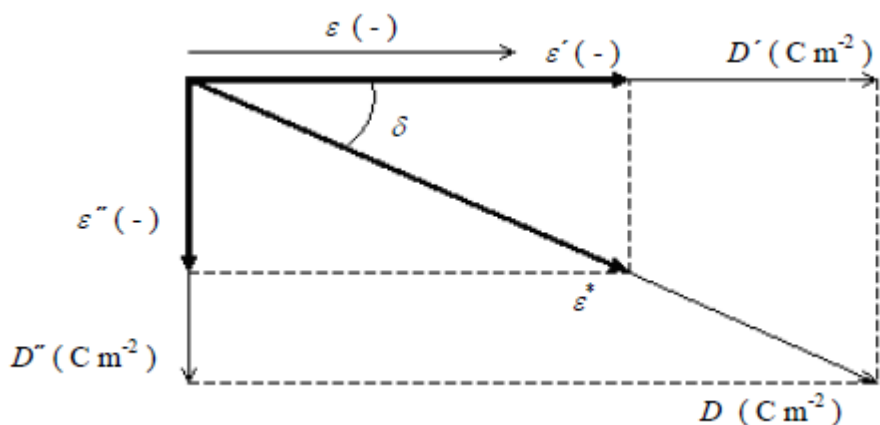
Celkové ztráty dielektrik jsou součtem několika druhů ztrát, rozdílných svojí fyzikální podstatou, ale souhlasných ve svém konečném působení na dielektrikum.

Z hlediska fyzikální podstaty se rozlišují:

- vodivostní ztráty,
- polarizační ztráty a
- ionizační ztráty [5]

1.3.7 Ztrátový činitel

Ztrátový činitel $\operatorname{tg} \delta$ se používá jako míra dielektrických ztrát ve střídavém poli. Můžeme podle něj posuzovat kvalitu daného dielektrika. Přesné a objektivní údaje nám poskytuje ztrátová, frekvenční a teplotní charakteristika. Hodnota ztrátového činitele je ovlivňována teplotou, frekvencí a intenzitou elektrického pole. Dobrý materiál má ztrátový činitel menší než 10^{-3} , za špatný materiál je považován materiál se ztrátovým činitelem větším než 10^{-2} . [15]

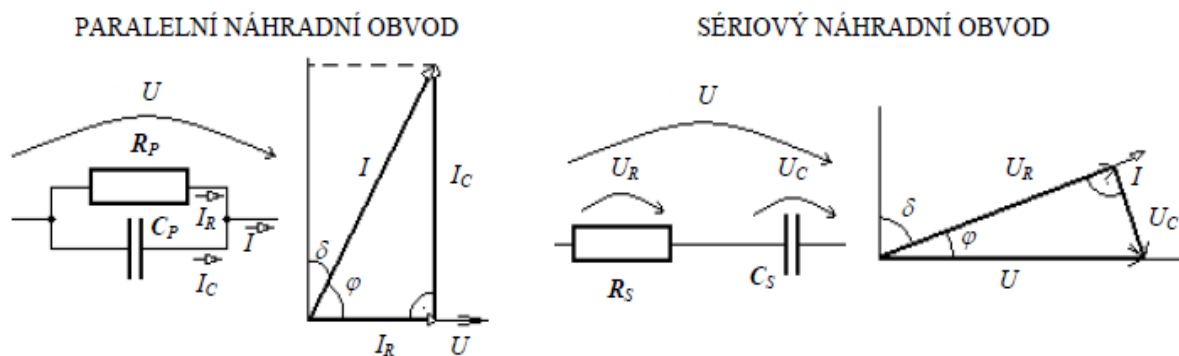


Obr. 6 Vektorový diagram elektrické indukce D a komplexní permitivity ϵ^* [15]

Z vektorového diagramu na obr.6 vyplývá vztah pro ztrátový činitel

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (40)$$

kde samotné δ je míra nedokonalosti dielektrického materiálu a nazývá se ztrátovým úhlem.



Obr. 7 Náhradní obvod kondenzátoru se ztrátovým dielektrikem a jeho fázorový diagram [15]

Na obr. 7 je znázorněn náhradní obvod kondenzátoru se ztrátovým dielektrikem a jeho fázový diagram v sériovém a paralelním zapojení. Za pomoci této náhrady, zapojení prvků bezztrátových a prvků charakterizujících ztráty, můžeme provést výpočet ztrátového činitele $tg \delta$. Nutné je, aby byl činný výkon a fázový úhel ztrátové soustavy ekvivalentní ztrátovému výkonu a fázovému úhlu ztrátového dielektrika [5]. Pro tangentu ztrátového úhlu tedy platí

$$tg \delta = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\omega\tau}{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty \omega^2 \tau^2} \quad (41)$$

Nejčastěji dosahuje $tg \delta$ malých hodnot, pro ně se obě náhradní schémata liší je nepatrně. Odpor paralelního zapojení je mnohonásobně větší než odpor sériového zapojení, což vede k určování kapacity z paralelního zapojení. Z předchozích řádků tedy vyplývá, že rozdíly mezi oběma schémata se projeví až u velkých dielektrických ztrát.

V případě dielektrických ztrát v reálném kondenzátoru ve velkém frekvenčním pásmu elektrické vodivosti je vhodným modelem paralelní náhradní obvod. Pokud je dielektrikum téměř bezztrátové a ztráty vznikají hlavně odporem přívodů a elektrod, pak se jeví jako vhodný model sériový náhradní obvod [9].

1.4 Diagnostika izolantů

Elektrické zařízení je sériovým spolehlivostním řetězcem, v němž výpadek jednoho článku znamená ukončení činnosti celku. Při zkoumání se zaměřujeme na nejcitlivější místo, tím je bezesporu izolační systém.

Materiálové inženýrství zajišťující potřebné prvky – výběr materiálů, eventuálně modifikaci základních látek, aby mohly celky plnit předpokládanou funkci.

Diagnostika základních klíčových vlastností bude prioritou všech, kteří se podílejí na procesu přípravy a výroby elektrických zařízení. Existují dva základní přístupy k diagnostikovanému objektu. Jsou to fenomenologický a strukturální. Při fenomenologickém je pozornost zaměřena jen na reakce diagnostikovaného objektu na vstupní signály. Strukturální věnuje pozornost dějům v systému. Struktura má vydatnější informace, proto je nutné použít nákladnější aparaturu.

Dalším aspektem je destruktivnost nebo nedestruktivnost. Destruktivní zkouška má dobrou výpovědichopnost, nevýhodou je velká spotřeba experimentálních materiálů. Zatímco při nedestruktivních zkouškách je materiál prakticky nepoškozen, zkoušku lze tedy snadno zopakovat.

1.4.1 Požadavky na měření permitivity a ztrátového činitele

Podle normovaných postupů musí být konstrukce komory pro měření lehce rozebíratelná a smontovatelná, aby se dala co nejlépe vyčistit, přitom nesmí být ovlivněna kapacita prázdné komory. Konstrukce musí umožnit měření při požadované konstantní teplotě, ale i regulaci teploty s požadovanou přesností.

Materiály pro výrobu komor nesmí být pórovité, musí dostatečně odolávat požadované teplotě. Změny teplot nesmí ovlivnit nastavení měřících elektrod. Elektrody jsou po dobu měření v kontaktu s kapalinou, musí mít tedy hladký povrch pro snadné čištění. Zároveň musí mít odolnost proti čisticím prostředkům. Vhodné jsou celokovové povrchy, ale používají se i povrchy pokovované zlatem, niklem, rhodiem.

Elektrodové systémy mohou být tříelektrodové (dvě měřící elektrody a jedna stínící elektroda) pro měření permitivity, dvouelektrodové (stínění přívodního kabelu je připojeno k ochranné elektrodě) pro měření rezistivity.

Čisticí rozpouštědla nesmí ovlivnit výsledky zkoušek, musí být skladována v hnědých skleněných lahvích. Pro minerální oleje se jako rozpouštědlo doporučuje benzín, pro silikonové oleje toluen a pro organické estery etanol. Čištění se provádí vždy před i po provedení zkoušky. Po očištění není vhodné dotýkat se povrchů komor holýma rukama. Pokud komoru nebudeme používat, je vhodné ji skladovat sestavenou na suchém a bezprašném místě.

Vzorky by měly být uchovávány v originálních vzorkovnicích, v případě nutnosti přelévání se musí použít zakryté skleněné kádinky. Pokud je zkouška vykonávána při pokojové teplotě, musí se originální vzorkovnice nechat stát, dokud se teplota vzorku nevyrovná s teplotou okolí. Pokud je zkouška vykonávána při zvýšené teplotě, tak se vzorkovnice vyhřívají v sušárně na teplotu, která je vyšší o 5°C-10°C než požadovaná teplota zkoušky. Plnění vzorku do komory musí být provedeno tak, aby bylo zabráněno zachycování vzduchových bublin, které by mohly výrazně ovlivnit výsledky měření. Pokud se vzorek bude teplotně zahřívat, musí měření začít vždy do 10 minut od dosažení požadované teploty s přesností $\pm 1^\circ\text{C}$. Po celou dobu měření se musí dbát na čistotu a jakoukoliv kontaminaci měřeného vzorku.

1.4.2 Měřicí metoda dielektrické relaxační spektroskopie

Tato metoda se využívá pro diagnostiku různých izolačních systémů a řadí se mezi nedestruktivní metody. Principem dielektrické relaxační spektroskopie (DRS) je sledování odezvy (polarizace) částic na základě změny kmitočtu v širokém pásmu kmitočtů.

DRS metodou můžeme zkoumat dielektrické materiály v časové a kmitočtové oblasti. V časové oblasti se měří nabíjecí a vybíjecí proudy, přičemž vnější elektrické pole je stejnosměrné. V kmitočtové oblasti se pozorují obě složky komplexní permitivity ve střídavém elektrickém poli. Metoda DRS se velmi často používá u polymerů, protože je u těchto látek nejvíce patrný pohyb dipólů.

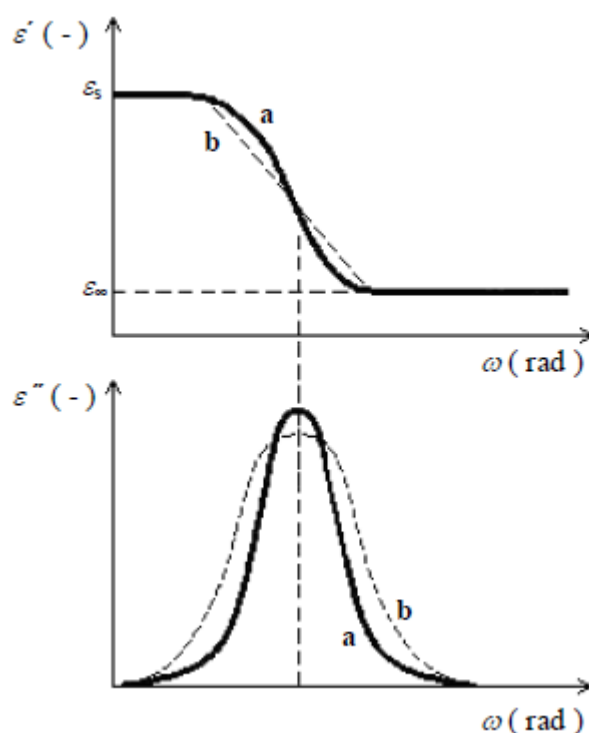
Součástí měřicího zařízení bývá generátor sinusového napětí, který má různé kmitočtové rozsahy. Z měřeného vzorku vychází generované napětí a proud, který je měřen a následně vyjádřen např. pomocí kapacity, permitivity, ztrátovým činitelem, impedancí, popřípadě některou další veličinou. K měření se převážně využívá tříelektrodový měřicí systém, třetí elektroda slouží jako stínící elektroda.

Výsledná polarizace charakterizuje amplitudu a časový rámec kolísání hustoty náboje uvnitř vzorku, nebo transport iontů v heterogenních systémech. Relaxační doby se pohybují u kapalin s nízkou viskozitou kolem pikosekund a u skel až několik hodin. Ideální použití se nachází na frekvenci od 10^{-5} Hz do 10^{12} Hz a při teplotě v rozmezí - 170 °C až + 300 °C. Tuto oblast je těžké pokrýt jedním přístrojem a postačí menší rozsah, který bude vyhovovat specifickým vlastnostem daného vzorku (oblasti použití).

Výsledky a jednotlivé procesy pak můžeme popsat matematickými funkcemi. Vycházejí z experimentálně zjištěných složek komplexní permitivity v závislosti na frekvenci. Jsou definovány pomocí několika parametrů, u nichž sledujeme jejich závislost na vnějších vlivech. [15].

1.4.3 Matematický popis rozložení relaxačních dob

Debyeho teorie popisuje systém s jednou relaxační dobou, který je popsán v kapitole 1.3.5, grafické znázornění složek komplexní permitivity vychází z rovnice (38) a je znázorněno na obr. 5 Coleho – Coleho kruhový diagram Debyeho průběhu. V takovém dielektriku výrazně převažuje jeden typ polarizačního mechanismu a sestavená křivka má tvar půlkružnice se středem v ose x.

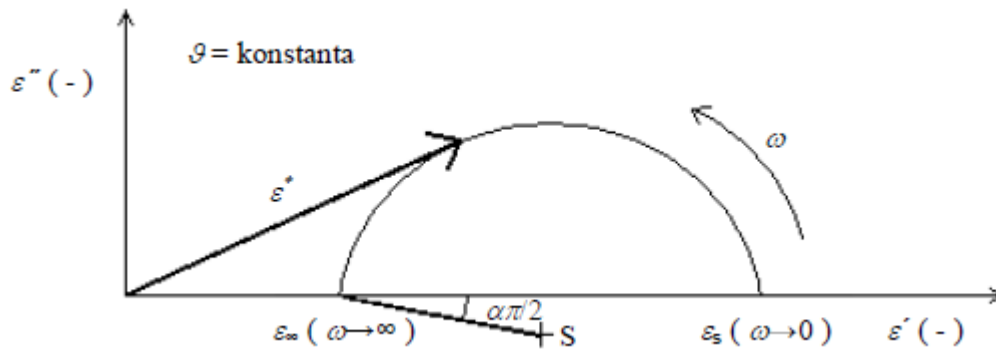


Obr. 8 Závislost složek komplexní permitivity na úhlové frekvenci a) pro jednu relaxační dobu; b) pro distribuci relaxačních dob[15].

Na obr. 8 jsou uvedeny průběhy složek komplexní permitivity. Je patrný rozdíl mezi systémem s jednou relaxační dobou a s distribucí relaxačních dob, jelikož v reálných podmínkách jsou relaxační procesy složitější a skládají se z více polarizačních mechanismů. Debyeho rovnice (38) v takovém případě už není plně použitelná. Matematických aparátů s distribucí relaxačních dob je více typů. Jedním z nich je Coleho-Coleho diagram se středem pod osou x znázorněný na obr. 9 a vycházející z rovnice:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}} \quad (42)$$

kde α je tedy distribuční parametr sloužící k popsání tvaru Coleho-Coleho diagramu a udává šířku distribuce. Jeho hodnota, stejně jako následujícího distribučního parametru β v rovnici (43), může nabývat hodnot od 0 do jedné (včetně). [15].



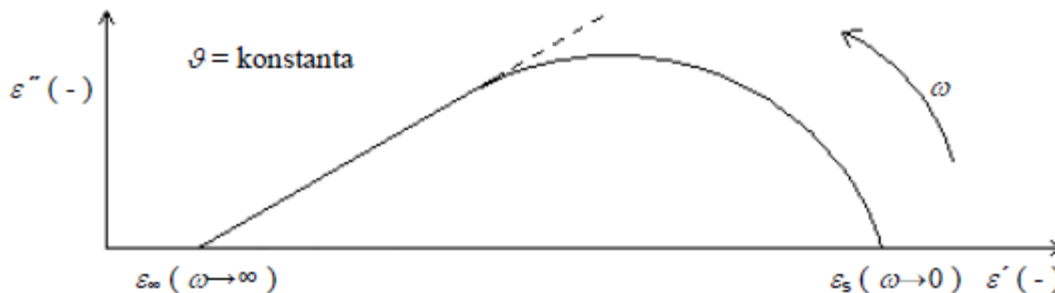
Obr. 9 Coleho-Coleho diagram s distribucí relaxačních dob se středem pod osou [15]

Coleovo-Davidsonovo rozdělení je dalším typem matematického aparátu s distribucí relaxačních dob. Frekvenční průběh vychází ze vztahu

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{(1 + j\omega\tau)^\beta} \quad (43)$$

kde β je distribuční parametr charakterizující rozložení relaxačních dob a udává obloukovou míru úhlu svíraného osou x s tečnou oblouku komplexní permitivity.

Diagramem je opět polokružnice, ovšem v oblasti vysokých frekvencí se křivka výrazně odlišuje od půlkruhu a dosahuje téměř přímkového průběhu, jak je patrné z obr. 10.



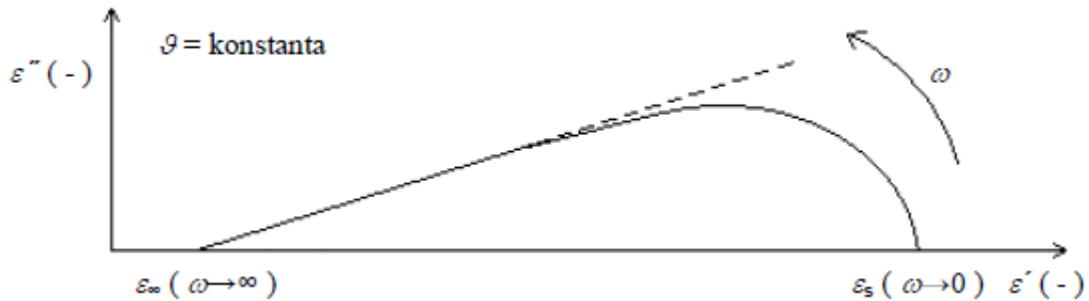
Obr. 10 Coleho-Davidsonův diagram s jedním distribučním parametrem [15]

Spojením dvou předchozích diagramů vzniklo Havriliakovo-Negamiho rozdělení, které vystihuje ještě lépe chování reálného dielektrika. Je popsáno rovnicí:

$$\varepsilon^* = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{[1 + (j\omega\tau)^\alpha]^\beta} \quad (44)$$

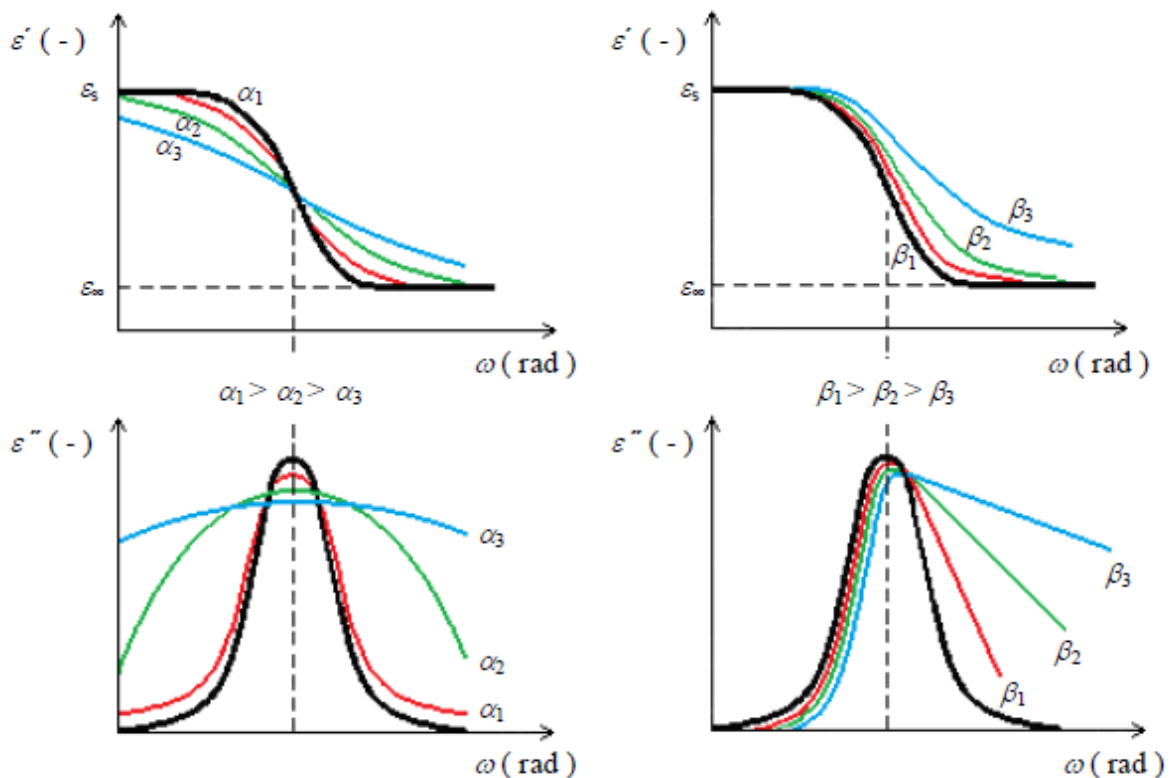
[15]

Na následujícím obrázku (obr. 11) je znázorněno Havriliakovo-Negamiho rozdělení. Zachovává si pouze v pravé části kruhový charakter, v levé je to přímka, stejně jako u Coleovo-Davidsonova rozdělení, ovšem s osou x svírá podstatně menší úhel.



Obr.11 Havriliakovo-Negamiho rozložení [15]

Na obr. 12 je znázorněn vliv koeficientů α a β na průběhy složek komplexní permitivity:

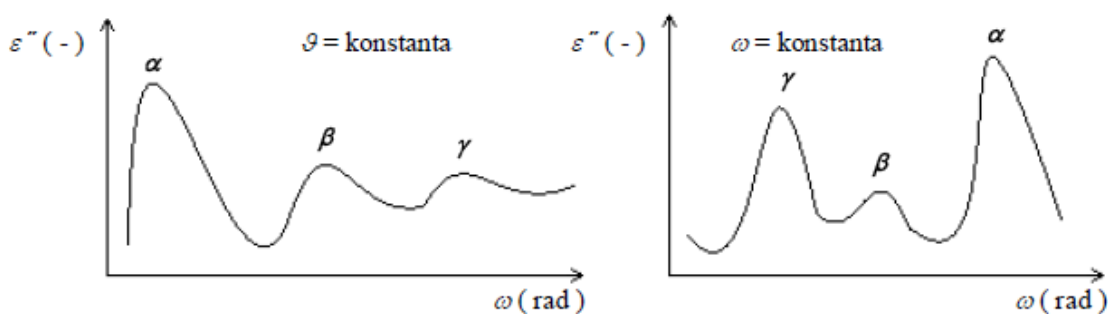


Obr.12 Vliv koeficientů α a β na průběhy relativní permitivity a ztrátového čísla [15]

V rovnici (44) jsou čtyři parametry: relaxační čas τ , intenzita relaxace $\Delta\epsilon$ dána $\epsilon_s - \epsilon_\infty$ a distribuční parametry α, β . S jejich pomocí se provede popis (matematický) relaxačního procesu. Toho se dosáhne tzv. fitováním (hledání parametrů numerickými metodami) Havriliakovi-Nagamiho funkce (pomocí DK 36, MS Office Excel).

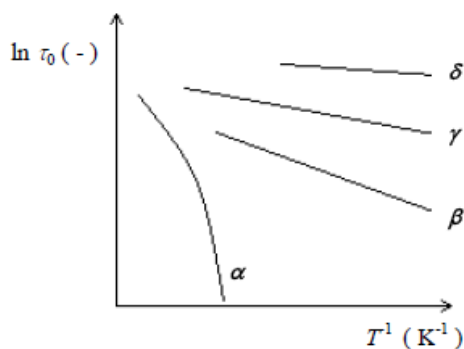
Relaxační mechanismy

Dielektrický materiál se ve většině případů skládá z několika různých nosičů a v případě polymeru i z hlavního molekulového řetězce a bočních skupin řetězce. Tyto skutečnosti mají za následek výskyt různých relaxačních mechanismů v závislosti na pohyblivosti jednotlivých, výše zmíněných aspektů. Z důvodu odlišení jednotlivých pohybů byly zavedeny relaxační parametry α, β, γ atd. podle počtu polarizačních procesů. Relaxace dielektrika je závislá především na teplotě a frekvenci, zřídka kdy i na jiném parametru, což může být například vlhkost. Ve frekvenční závislosti je parametr α přiřazen k relaxačnímu mechanismu při nejnižší frekvenci, β k následnému nejbližšímu relaxačnímu mechanismu atd.. V teplotní závislosti se α parametr nachází při nejvyšších teplotách, β k dalšímu mechanismu při menších teplotách. Oba dva případy jsou znázorněny na obr. 13. [15]



Obr. 13 Příklad klasifikace relaxačních mechanismů [15]

Samotné průběhy jednotlivých relaxačních mechanismů lze matematicky popsat vhodnými funkcemi. Nejčastěji se využívá tzv. relaxační mapa (obr. 14), která vyjadřuje závislost polohy relaxace na teplotě $\ln f_0 = f(T^{-1})$



Obr.14 Relaxační mapa [15]

Relaxační mechanismy můžeme rozdělit do třech hlavních skupin. Tou první je primární relaxace, druhou sekundární relaxace a poslední jsou relaxace vyšších řádů.

Primární relaxace je charakterizována parametrem α , ten je u polymerů nejvíce ovlivněn teplotou zesklnění (teplota, při níž se mění materiálové vlastnosti i o několik řádů), kdy dochází k přeuspořádání vnitřní struktury celého řetězce a tím pádem i k největšímu pohybu dipólů, které se navzájem ovlivňují (nepůsobí izolovaně). Tato relaxace je z toho důvodu nejsilnější. Popis chování lze popsat Vogelovou-Fulcherovou-Tammannovou rovnicí:

$$\tau = \tau_0 \cdot \exp \left[\frac{T_a}{T - T_0} \right] \quad (45)$$

kde τ_0 je nejpravděpodobnější doba relaxace, T_a je aktivační teplota a T_0 je Vogelova teplota, která souvisí s teplotou zesklnění.

Sekundární relaxaci rozumíme relaxaci β . Je spojena s lokálními pohyby jednotlivých dipólů. Příčinou mohou být pohyby některých vazeb v hlavním řetězci, nebo bočních částí řetězců polymeru (nikoliv celého řetězce, jak je tomu u α relaxace). Dále se pak mohou části řetězce rychle spojovat a rozpojovat s vodíkovou vazbou. Pro sekundární relaxaci je charakteristická její symetričnost a také většinou velká šíře jejího maxima. Sekundární relaxační procesy mívají teplotní závislost relaxačních časů podle Arrheniovy rovnice

$$\tau = \tau_0 \exp \frac{E_a}{kT} \quad (46)$$

kde E_a je aktivační energie, což je prahová energie, která musí být překonána k tomu, aby se vyskytl relaxační proces v dané látce.

Mezi relaxace vyšších řádů lze zařadit γ a δ relaxaci. γ relaxace je způsobena stejným principem jako β , ovšem menšími částicemi (menšími vazbami nebo částmi bočního řetězce). Z toho vyplývá, že k jejímu výskytu je potřeba menší aktivační energie. Posledním možným typem je δ relaxace, v dielektriku se vyskytuje díky molekulám nečistot.

Jak již bylo řečeno, nejvíce je relaxace závislá na frekvenci a teplotě. Právě z důvodu závislosti dvou proměnných na jedné se využívají k vyhodnocování složek komplexní permitivity třírozměrné diagramy popisující celkový obraz dynamiky relaxace spojené s polarizací systému a mechanismy přenosu náboje [15].

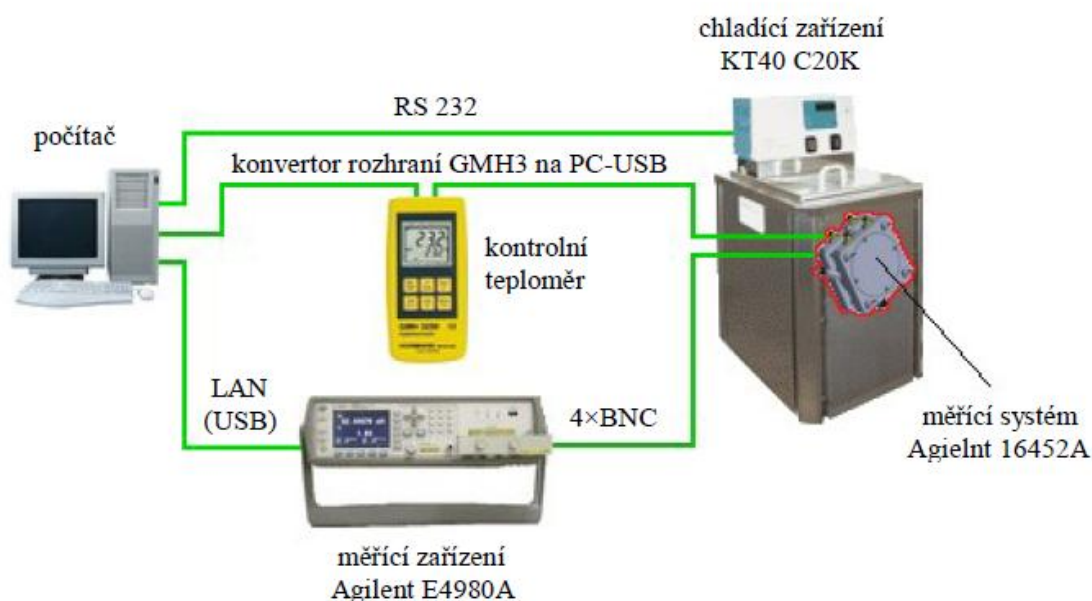
2 Experimentální část

2.1 Sestavení automatizovaného pracoviště

Automatizované pracoviště je sestaveno pro usnadnění práce při měření diplomové práce, je však použitelné i pro měření laboratorních úloh v běžné výuce. Propojení s osobním počítačem umožňuje přímý zápis naměřených hodnot do souboru Excel, kde jsou hodnoty dále snadno zpracovatelné. Přes PC je také možno přímo přenastavit LCR metr, podle parametrů, které potřebujeme, stejně tak jako pomocí programu RS Visco můžeme přes PC měnit nastavení teplot na termostatech Medigen. Ověření, že přístroj Medigen je připojen na správném portu, se provádí v podprogramu Agilent Interactive IO. V tomto programu je nutné při každém novém spuštění prověřit, že je v záložce EOL sequence nastavena na možnost na možnost \r\n. Pokud není, je nutné přenastavit na tuto možnost. Kontrola komunikace termostatu se provádí odečtením teploty z hlavního interního čidla pomocí příkazu: IN PV 1. Přenastavení teploty např. na teplotu 25°C se provádí pomocí příkazu: OUT SP 25. [24]

2.1.1 Propojení přístrojů

Alternativní vzorky byly měřeny pomocí elektrodového systému Agilent 16452A, který byl připojen k LCR metru Agilent E4980A. LCR metr byl propojen se stolním počítačem, ve kterém bylo použito modifikované rozhraní měřícího programu Agilent Vee Pro. Bylo měřeno v kladných i záporných teplotách. Pro záporné teploty bylo zapojeno chladicí zařízení KT40 s termostatem C20K, ve kterém byla nemrznoucí směs do -40°C. V ní se chladily vzorky na požadovanou teplotu. Pro kontrolu teploty byl připojen externí teploměr. Pro kladné teploty byl použit ponorný termostat E20, jehož médiem byla voda.



Obr. 15 Vizualizace zapojení měřícího systému [15]

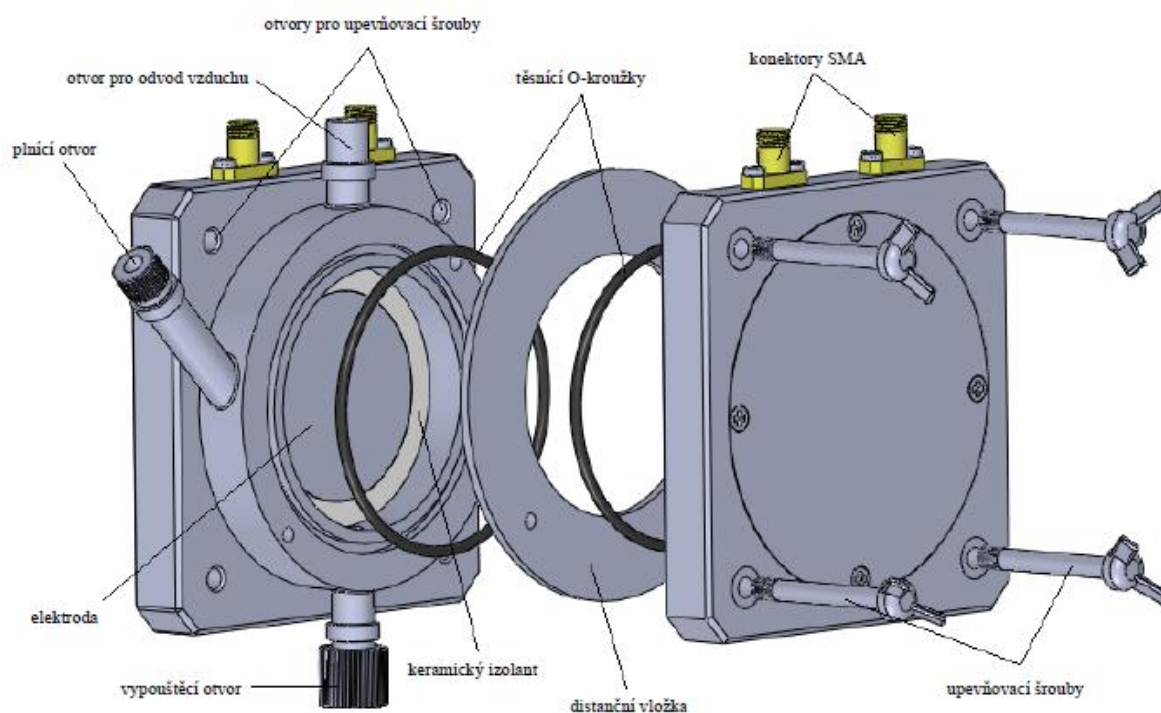
2.1.2 Počítačové rozhraní Agilent Vee Pro

Získávání naměřených hodnot je realizováno za přispění programu Vee Pro od společnosti Agilent. Je to grafický programovací software, ve kterém nastavíme počet požadovaný rozsah frekvencí, počet cyklů měření, můžeme přes něj ovládat zapnutí či vypnutí korekcí, apod.. Program po zapnutí měření tlačítkem start, automaticky převede naměřené hodnoty do souboru MS Excel.

2.1.3 Elektrodotový systém Agilent 16452A

Agilent 16452A pracuje ve frekvenčním pásmu od 20Hz až do 30MHz, pracovní teplota je v rozmezí -20°C až 125°C. Měřicí elektroda má průměr 38 mm. Elektrodotový systém je připojen k měřicímu přístroji pomocí SMA konektorů.

Systém je vyroben ze speciálního složení nerezové oceli, tak aby odolal chemicky agresivním kapalinám. Ze stejného materiálu jsou vyrobeny i distanční vložky, kterými určujeme tloušťku kapalného vzorku. Základem jsou dvě elektrody, mezi něž je vložen zkoumaný vzorek.



Obr. 16 Popis měřicího zařízení Agilent 16452A [15]

Před začátkem každého měření musíme elektrodový systém důkladně očistit od předchozího měření. Vložíme kalibrační kolečko doprostřed systému, sešroubujeme systém, tím dojde ke zkratu elektrod, což nám zabezpečí, že měření nebude zkresleno. Elektrodový systém připojíme k přístroji E4980A a provedeme kalibraci elektrodového systému. Po kalibraci vyjmeme zkratovací kolečko ze systému.

2.1.4 Agilent E4980A

E4980A je přesný LCR metr poskytuje nejlepší kombinaci přesnosti, rychlosti, a přizpůsobivost pro široký okruh měřících komponentů. Měřící rozsah se pohybuje od 20 Hz až po 2 MHz, což je ideální pro použití v hlavních výzkumných, vývojových a výrobních testech součástí a materiálů.

Díky funkci nastavení 4 druhů délek vodičů (0 m, 1 m, 2 m, 4 m) může přístroj přesněji počítat s chybami. LCR metr se propojuje s PC pomocí USB nebo LAN sítě [22]. Obsahuje řadu měřících módů, pro měření kapacit je používán Cp-D mód (Paralelní kapacita – ztrátový činitele).

2.2 Měřené vzorky

2.2.1 Přehled měřených vzorků

- a) Rostlinka -směs rostlinných olejů řepkový, slunečnicový a sojový
- b) Manka – jednodruhový řepkový olej
- c) Slunka – 100% slunečnicový olej s vysokým obsahem omega 6 nenasycených mastných kyselin
- d) Olivie – olivový olej nejvyšší kvality, vyrobený pouze mechanickými postupy prvního lisování
- e) Sojový
- f) Metyl Palmitate –bezbarvá kapalina, bod tání je vyšší než 29°C

2.2.2 Rozsah měření

Měření všech vzorků bylo provedeno ve frekvenční oblasti 20 Hz až 2 MHz, teplotní rozsah byl stanoven od -30°C do 80°C , přičemž krok měření byl stanoven na 5°C.

2.2.3 Postup měření

Všechny měřené vzorky byly temperovány na pokojovou teplotu. Před měřením je vhodné celý elektrodový systém úplně rozmontovat a důkladně jej očistit od předchozího měření. K čištění jsem použila Isopropylalkohol. Po důkladném vyčištění jsem nechala systém rozložený, aby se mohl Isopropylalkohol odpařit. Po zhruba patnácti minutách jsem do systému vložila kalibrační kolečko, systém sešroubovala a zkalibrovala. Pro všechna měření jsem použila distanční kroužek 1,3 mm, který udává tloušťku vzorku 0,3 mm.

Po kalibraci byl systém rozdělán, bylo vyjmuto kalibrační kolečko a opět sešroubován bez naplnění vzorkem. Pro změření geometrické kapacity systému jsem změřila nenaplněný elektrodový systém. Toto měření se provádí pro každý vzorek znovu, protože při opětovném rozdělování, čištění a skládání elektrodového systému jej nedotáhneme pokaždé přesně stejnou silou. Dochází tedy ke změnám geometrické kapacity.

Plnění elektrodového systému jsem dělala pomocí injekční stříkačky, do které byl natažen měřený vzorek. Vzorek jsem nechala v injekční stříkačce 15 minut odstát jehlou nahoru, aby se ve vzorku shromáždily vzduchové bubliny, které jsem posléze vytlačila ven z injekční stříkačky. Samotné plnění systému probíhalo velmi pomalu, aby nedošlo k dodatečnému vzniku vzduchových bublin. Pro kontrolu byla na horní výstup systému upevněna průhledná hadička, která umožňovala jak sledování případných bublin v elektrodovém systému, tak i hladinu naplnění systému.

Naplněný systém jsem nechala znovu chvíli odstát, poté jsem do horního otvoru vložila termočláňkové čidlo, které měřilo aktuální teplotu vzorku. Elektrodový systém jsem propojila pomocí SMA konektorů s měřicím přístrojem Agilent E4980A. V této fázi jsem přes počítač dala příkaz pro změření kapacity elektrodového systému se vzorkem při pokojové teplotě. Dále jsem naplněný a připojený elektrodový systém vložila do chladicí lázně, do které bylo zároveň vloženo kontrolní čidlo pro měření teploty. Celý systém byl uzavřen speciálně upraveným krytem.

Přes program byla nastavena požadovaná teplota, na kterou jsem chtěla vzorek ochladit. Chladicí kapalina ochladila vzorek na přibližně nastavenou teplotu, pokud došlo k ustálení teploty uvnitř vzorku, dala jsem příkaz k proměření kapacit na požadované teplotě. Hodnoty byly automaticky zaznamenány do souboru ve formátu Excel. Každé měření mělo jedenáct opakování pro dosažení přesnějších výsledků. Některých teplot již nebylo možno dosáhnout, proto bylo měření částečně eliminováno.

Stejný postup byl použit i pro měření v kladných teplotách, přičemž jako ohřívací zařízení byl použit termostat Medingen E20.

Z naměřených hodnot kapacit a ztrátového činitele jsem dopočetla reálnou a imaginární složku komplexní permitivity, které byly následně graficky zpracovány a vyhodnoceny. Relaxační děje jsou matematicky popsány pomocí parametrů Havriliakova – Negamiho rozdělení, jejichž výsledky byly také zpracovány.

2.3 Výsledky měření

V diplomové práci byly změřeny výše vypsání vzorky. Účelem experimentálního měření bylo prozkoumat elektrické vlastnosti těchto vzorků, za různých podmínek klimatických činitelů. Naměřené hodnoty byly vyhodnoceny u každého vzorku zvlášť pro různé teploty, poté proběhlo porovnání vzorků mezi sebou při jedné zvolené teplotě. Všechny závislosti jsou graficky interpretovány.

Na obr. 17 a obr. 18 je frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty a frekvenční závislost ztrátového činitele s parametrem teploty pro výrobek Rostlinka, který je směsí několika druhů rostlinných olejů.

Na obr. 18 a obr. 19 je frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty a frekvenční závislost ztrátového činitele s parametrem teploty pro výrobek Manka, což je řepkový olej od firmy Fabioprodukt.

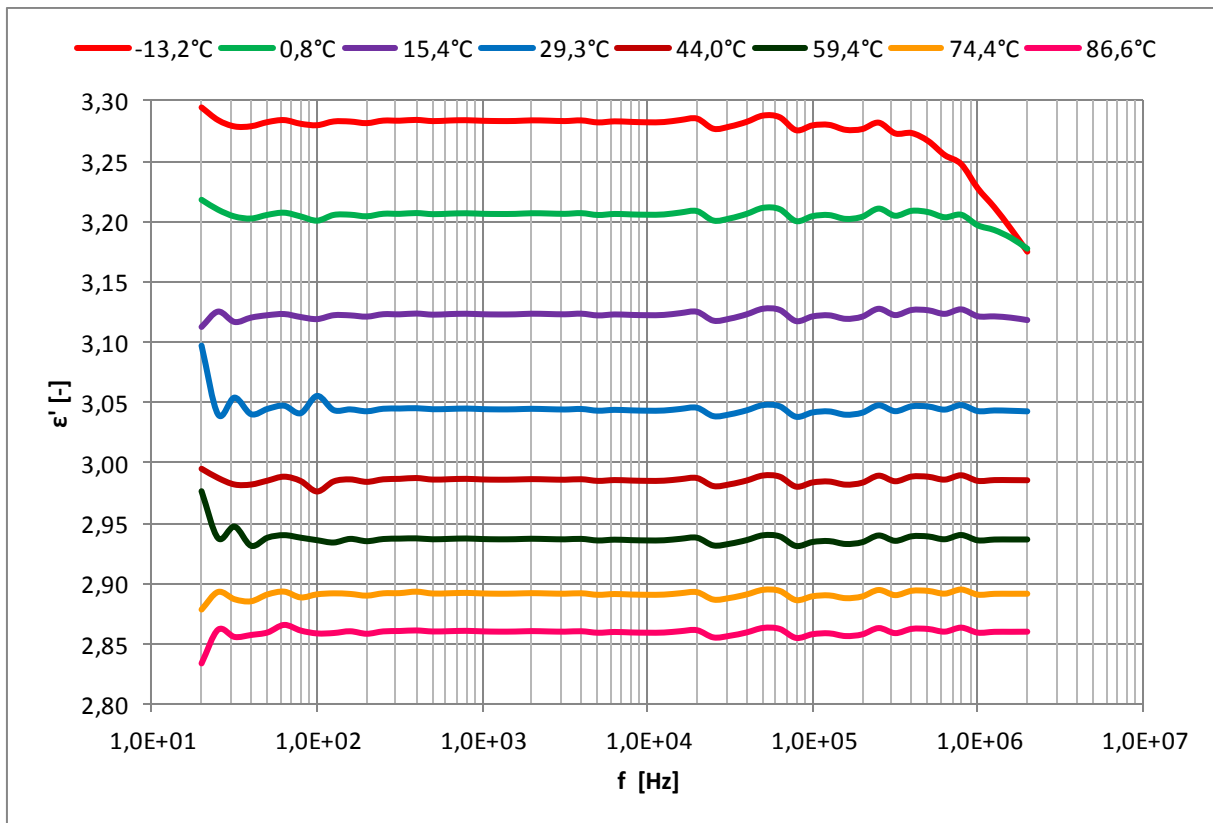
Na obr. 20 a obr. 21 je frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty a frekvenční závislost ztrátového činitele s parametrem teploty pro výrobek Slunka, což je řepkový olej od firmy Fabioprodukt.

Na obr. 22 a obr. 23 je frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty a frekvenční závislost ztrátového činitele s parametrem teploty pro výrobek Olivie, což je olivový olej od firmy Fabioprodukt.

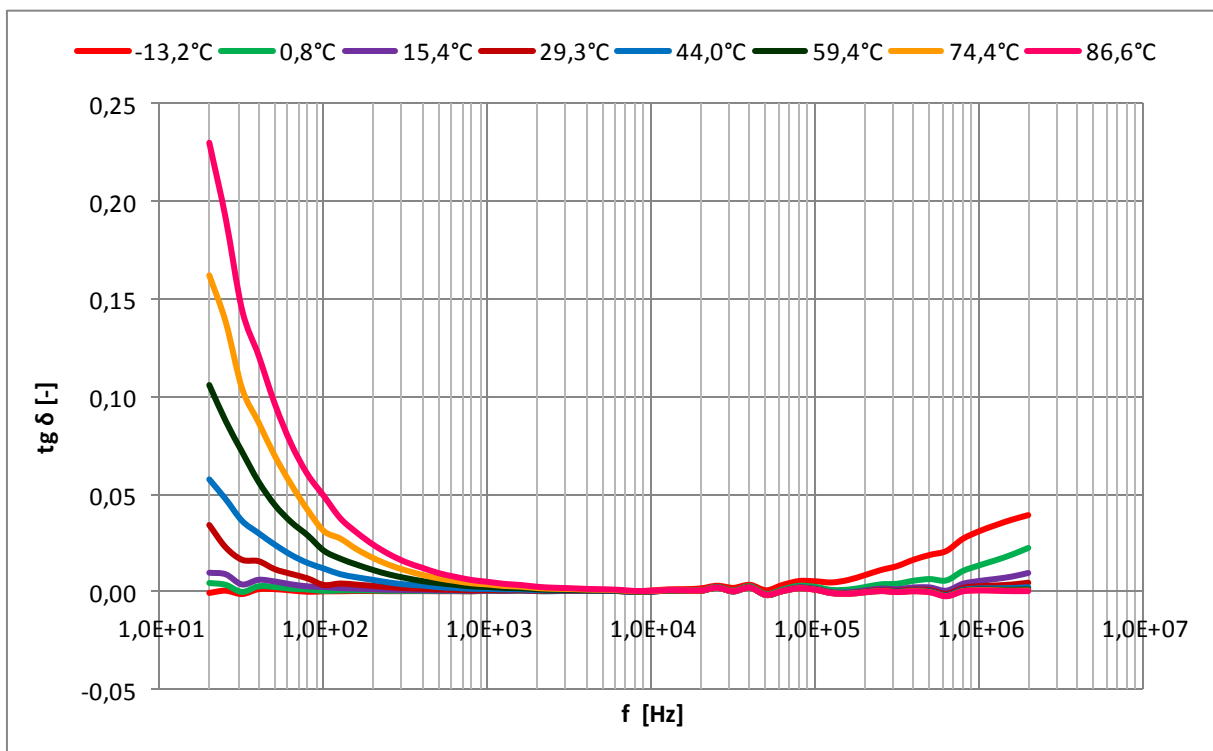
Na obr. 24 a obr. 25 je frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty a frekvenční závislost ztrátového činitele s parametrem teploty pro sojový olej.

Na obr. 25 a obr. 26 je frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty a frekvenční závislost ztrátového činitele s parametrem teploty pro metyl palmitát, což je metyl ester kyseliny palmitové, zakoupený od firmy Sigma Aldrich.

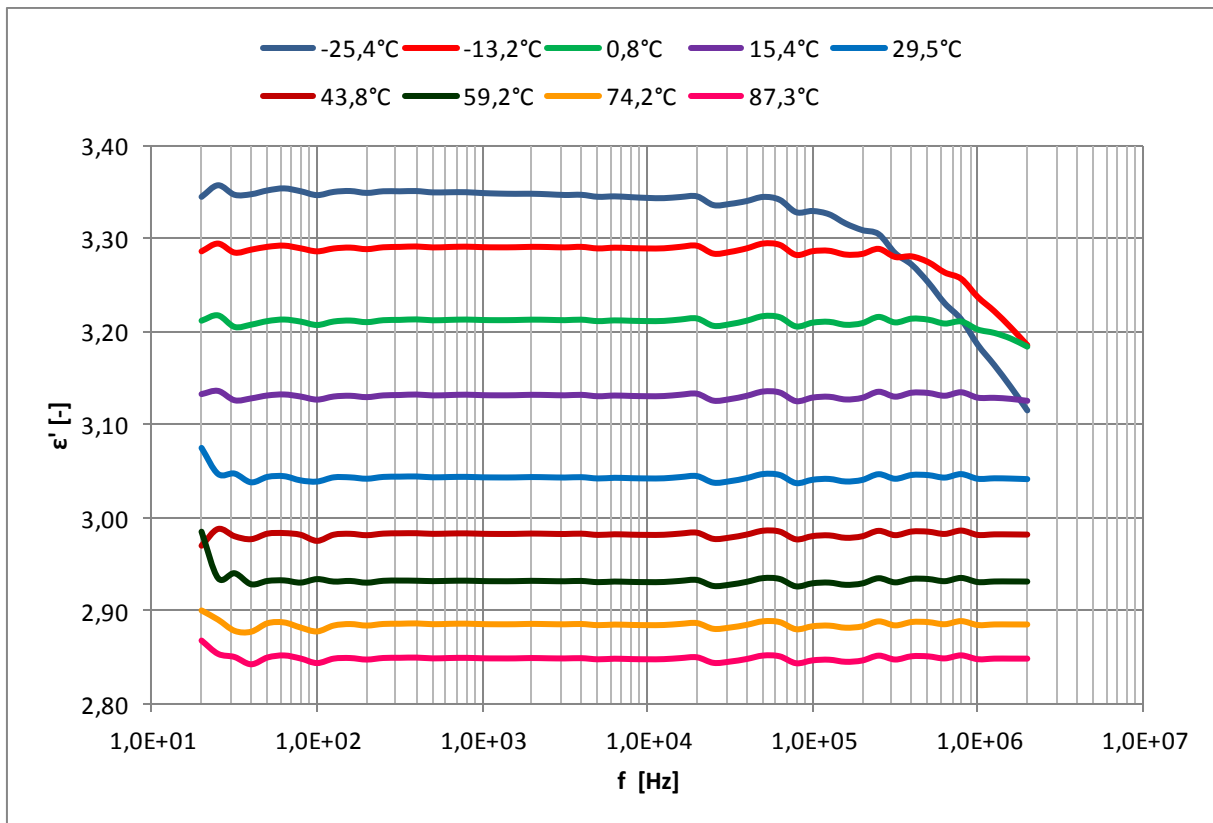
Na obr. 27 a obr. 28 jsou srovnány frekvenční závislosti relativních permitivit ϵ' a frekvenční závislosti ztrátových činitelů pro všechny vzorky při teplotě 29°C



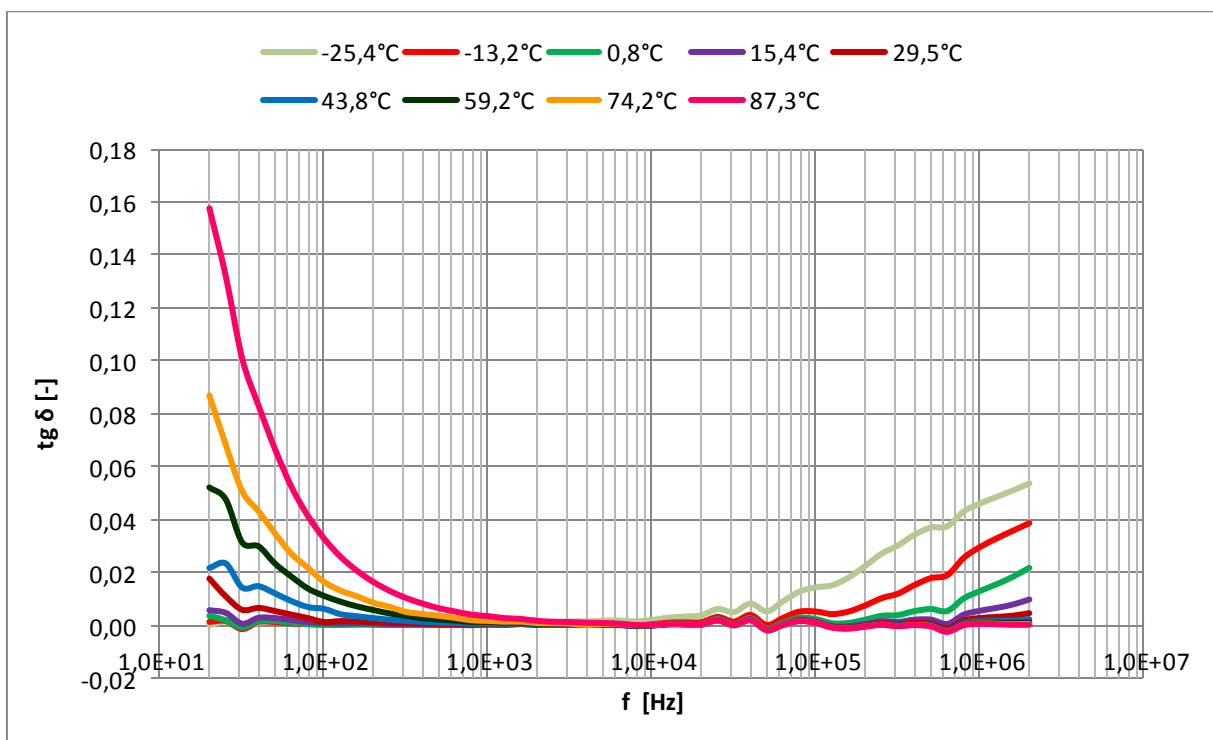
Obr. 17 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Rostlinku



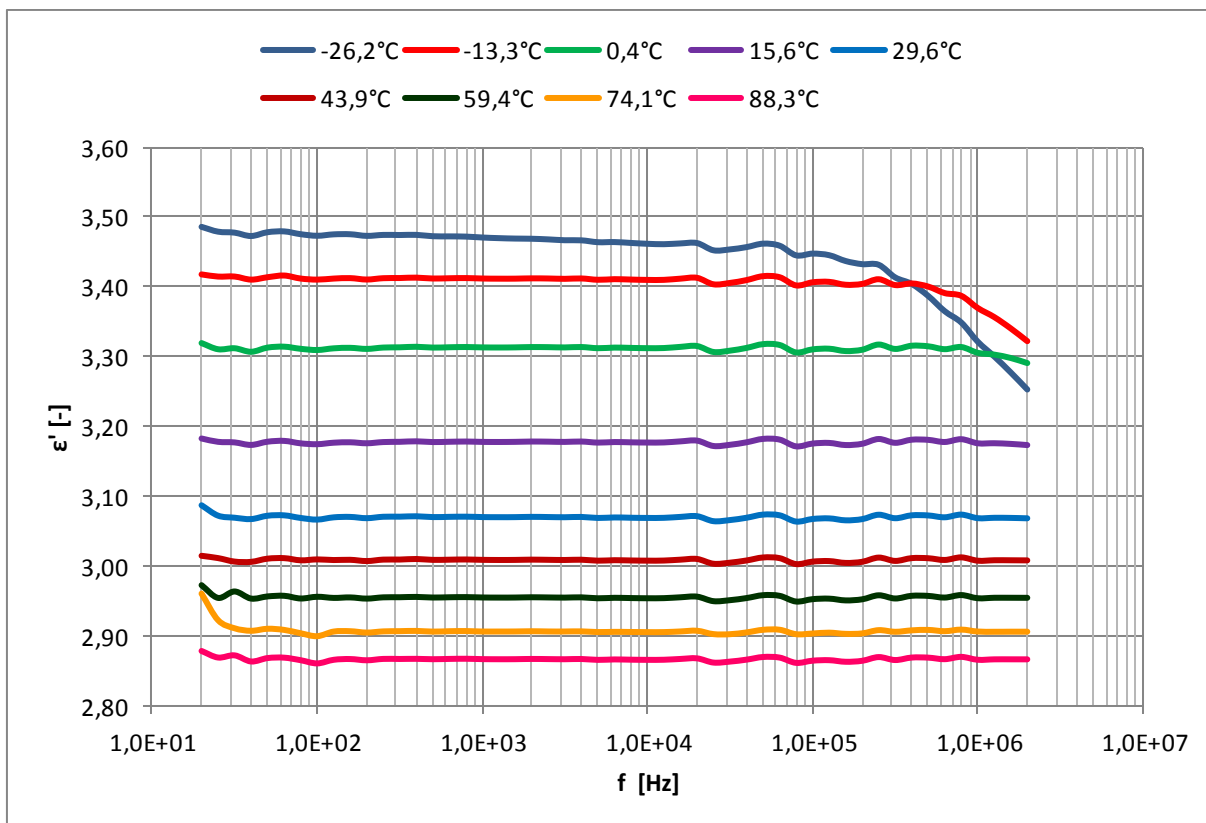
Obr. 18 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Rostlinku



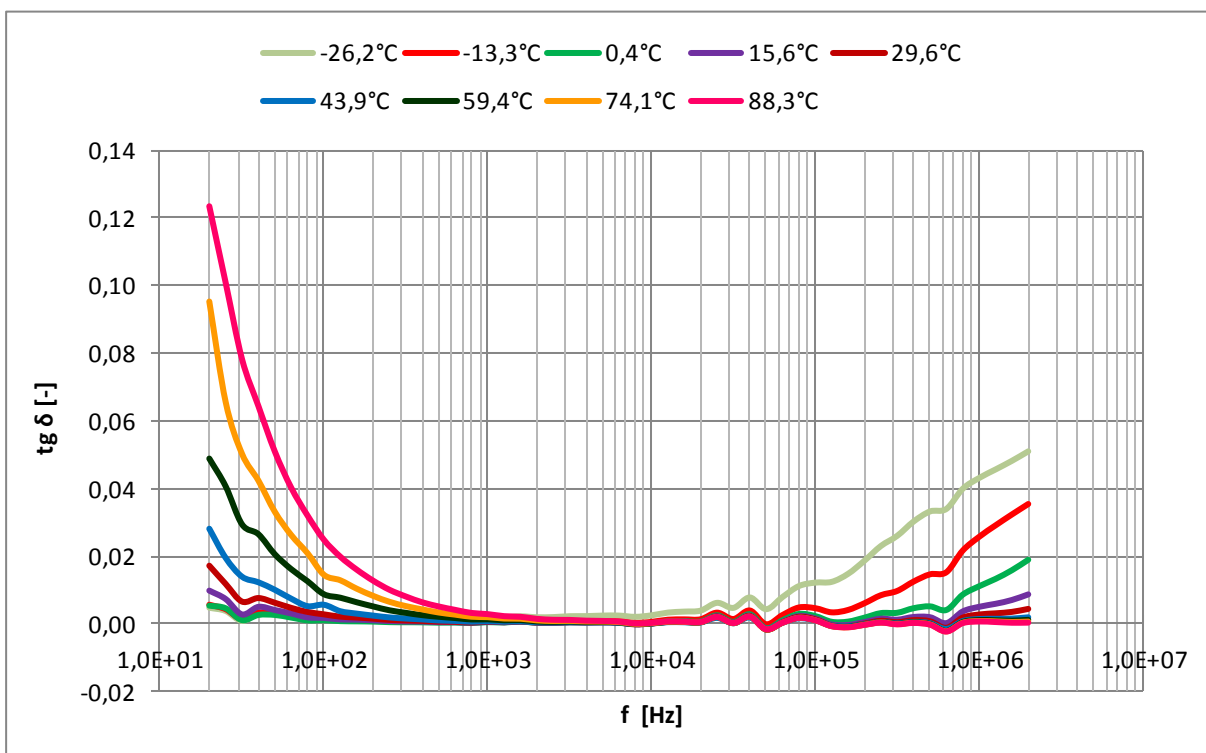
Obr. 19 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Manku



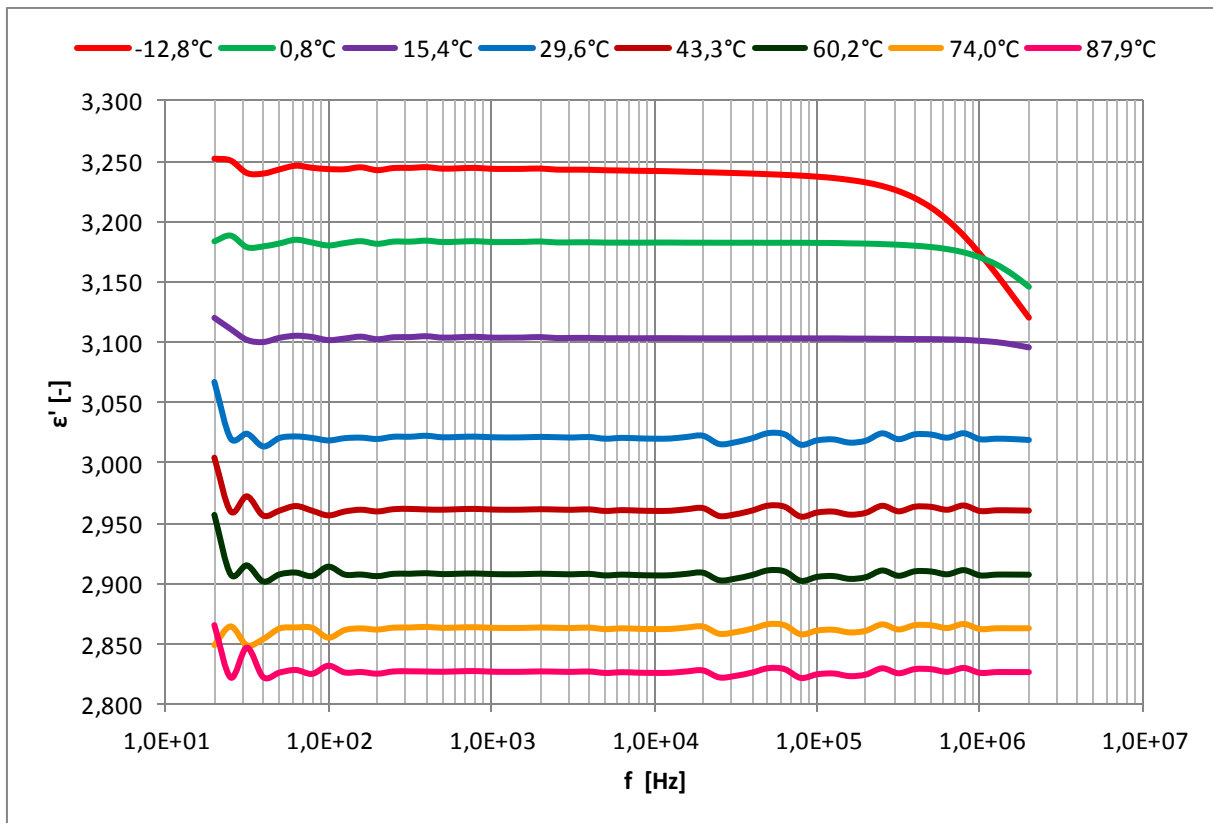
Obr. 20 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Manku



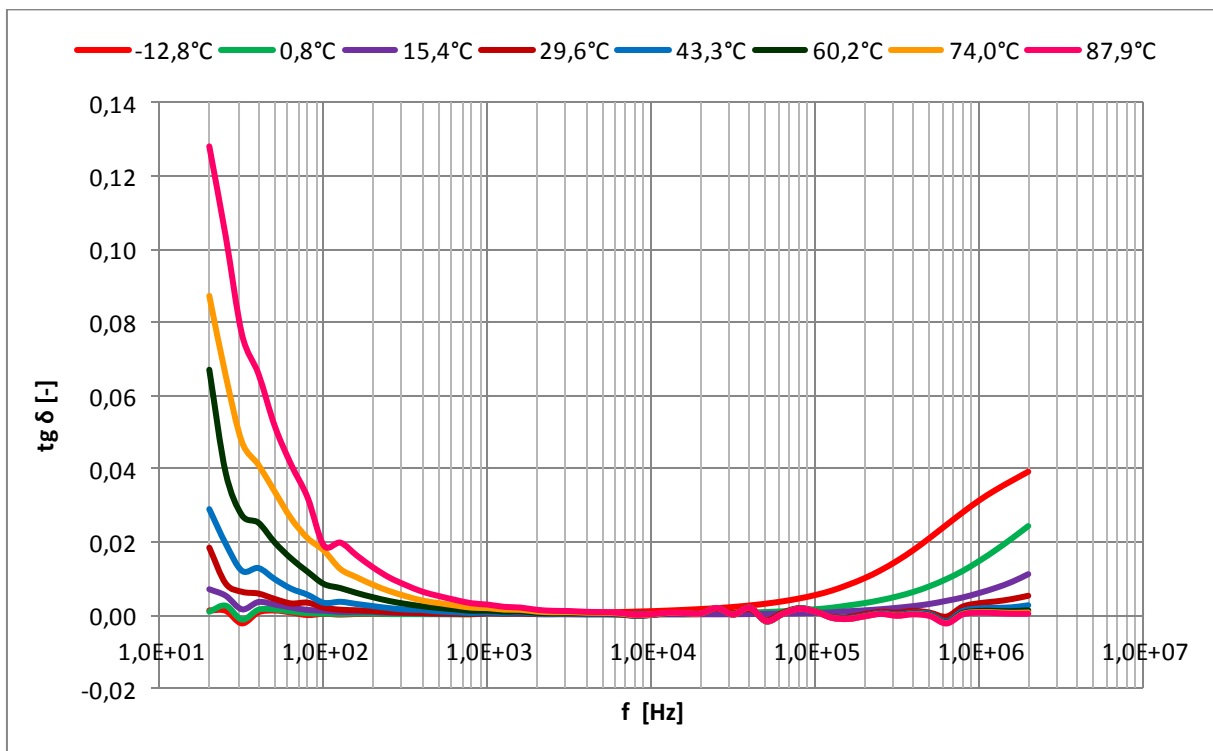
Obr. 21 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Slunku



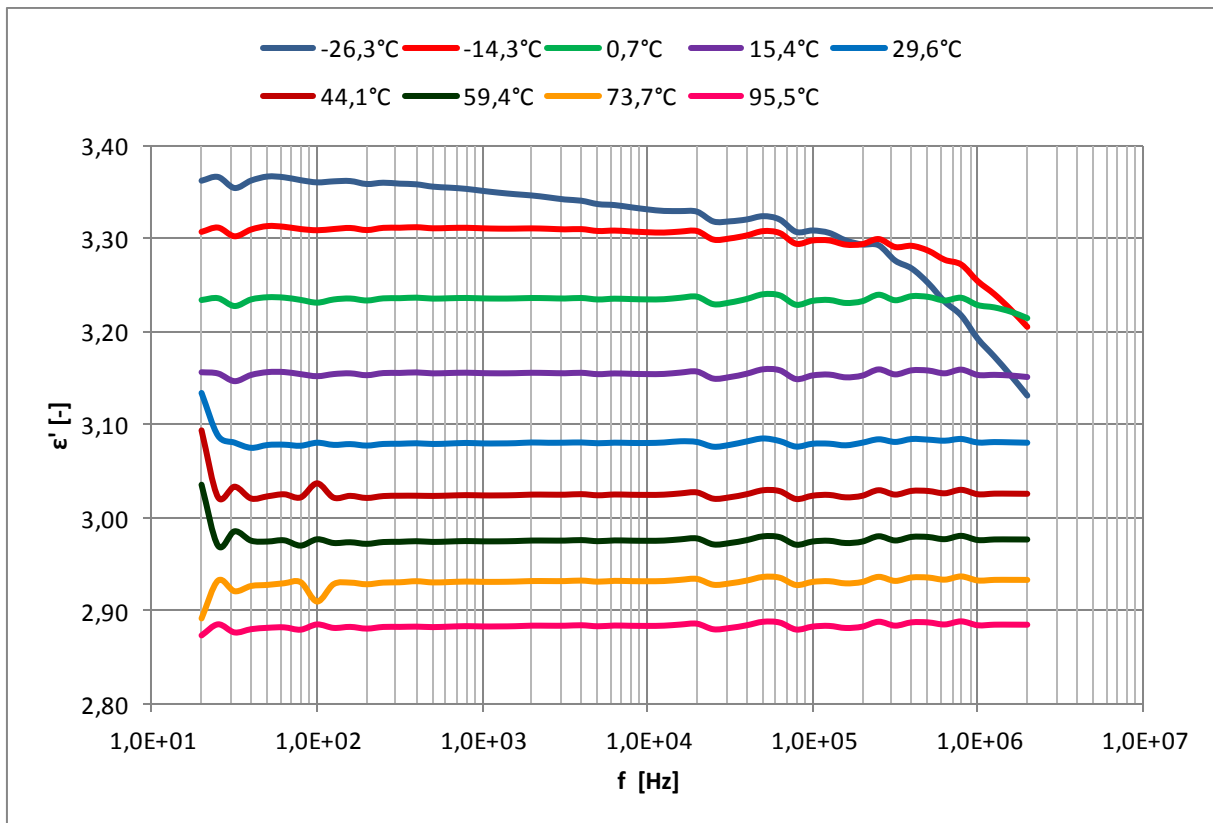
Obr. 22 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Slunku



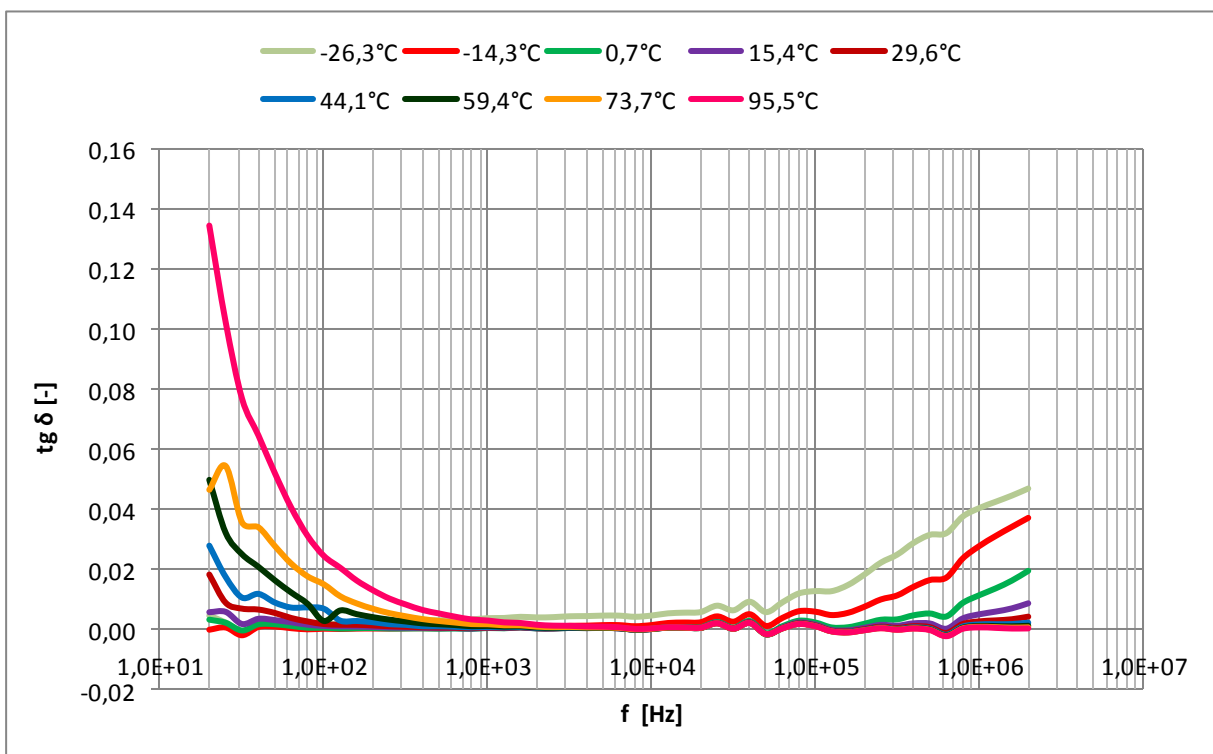
Obr. 23 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Olivii



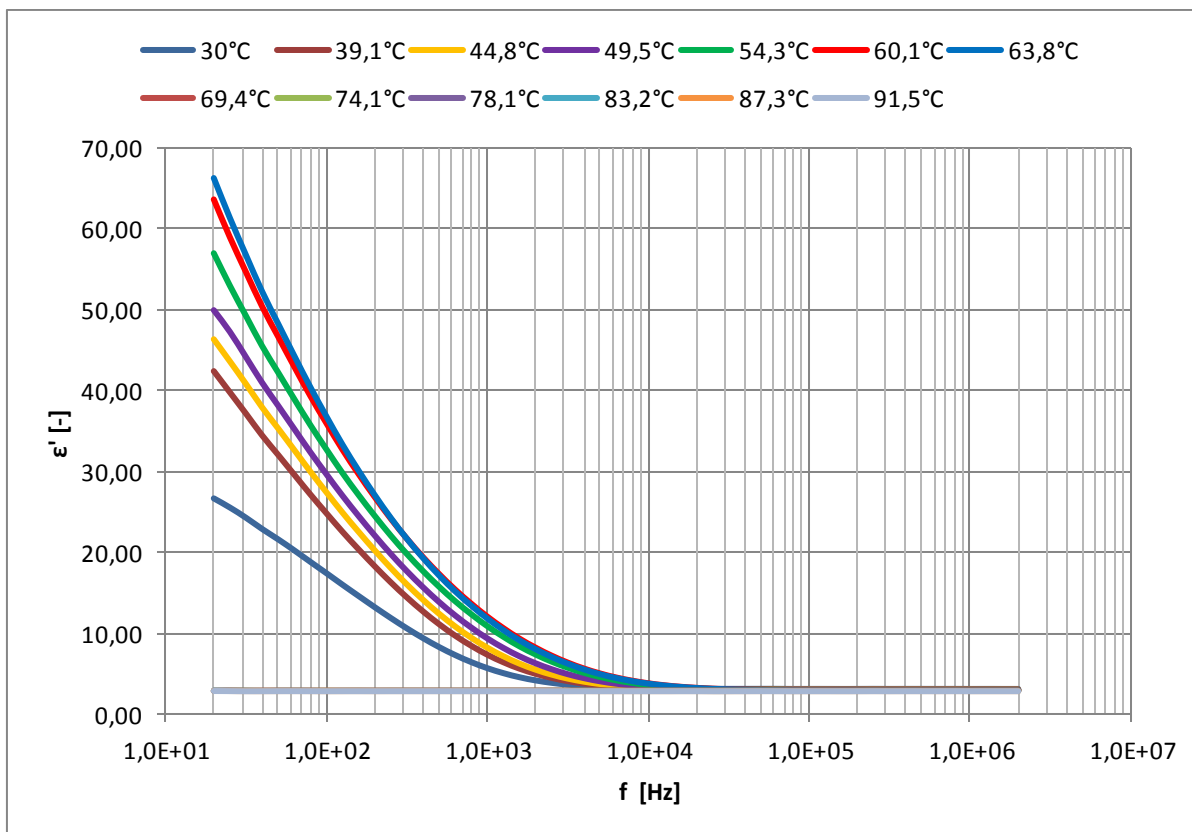
Obr. 24 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Olivii



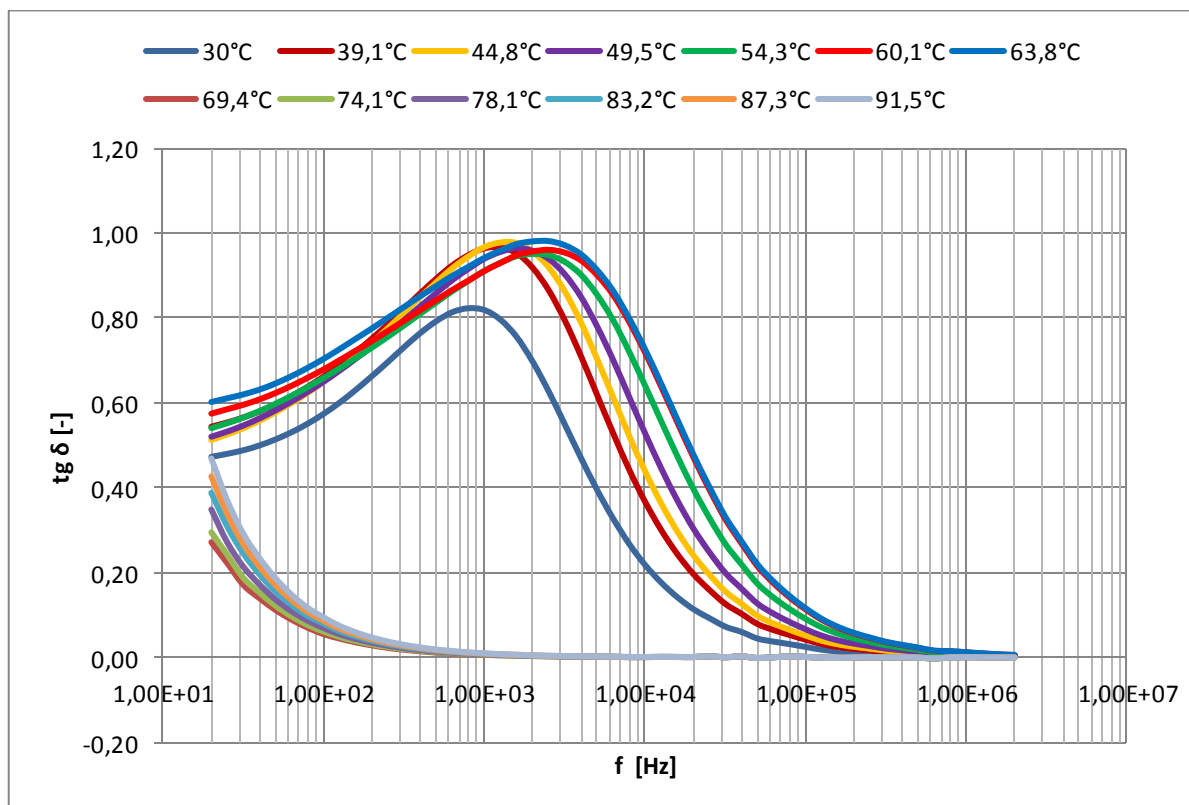
Obr. 25 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro sójový olej



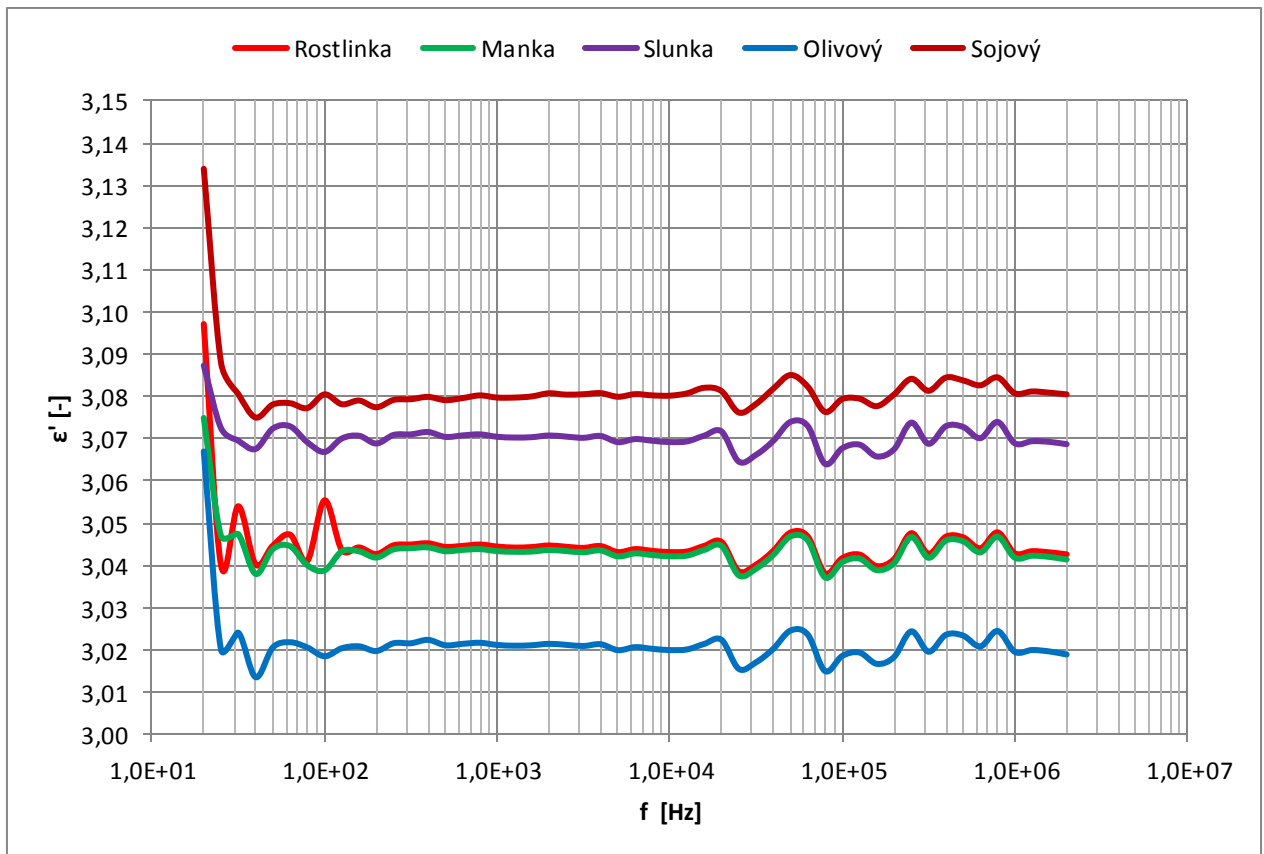
Obr. 26 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro sójový olej



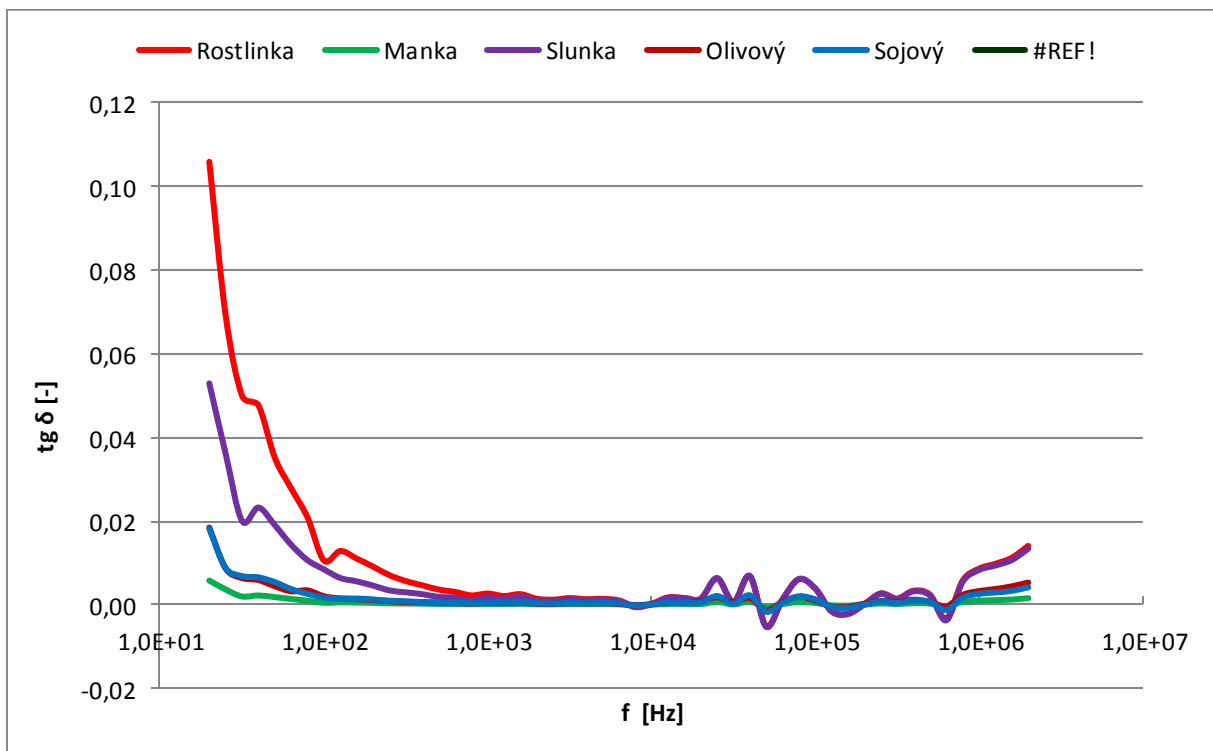
Obr. 27 Frekvenční závislost relativní permitivity ϵ' s parametrem teploty pro Metyl palmitát



Obr. 28 Frekvenční závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ s parametrem teploty pro Metyl palmitát



Obr. 29 Frekvenční závislosti relativních permitivit ϵ' pro přírodní oleje při teplotě 29°C



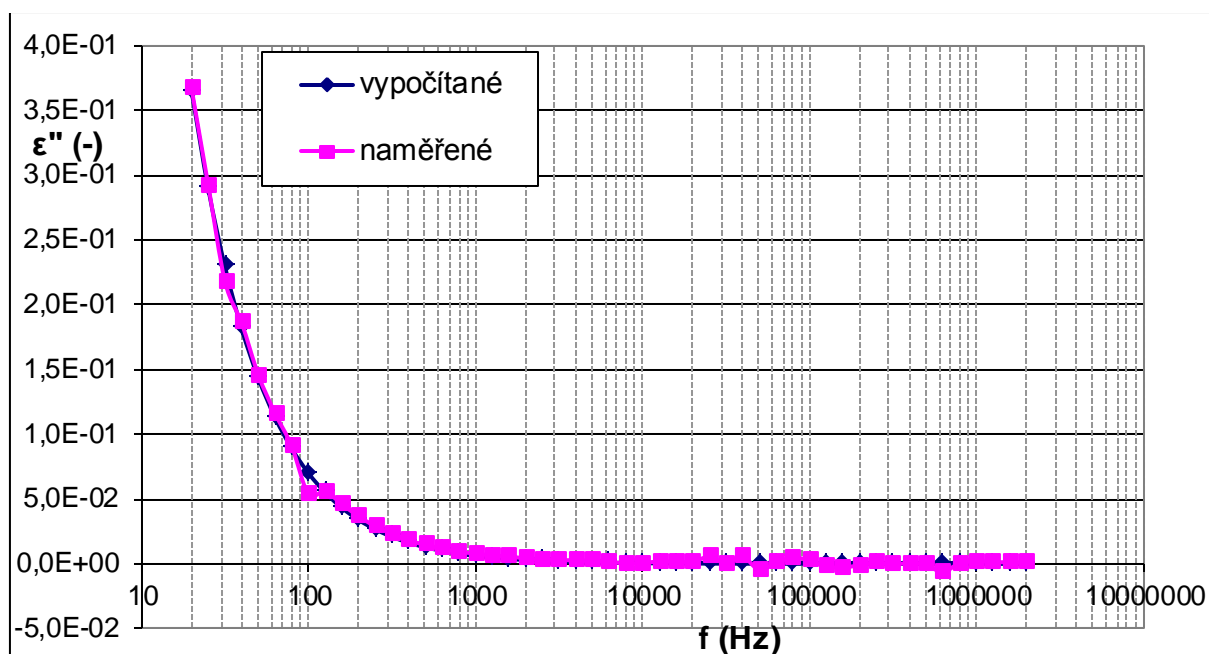
Obr. 30 Frekvenční závislosti ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ pro přírodní oleje při teplotě 29°C

2.4 Vyhodnocení měření

Naměřená dielektrická spektra $\varepsilon = F(f)$ byla aproximována Havriliak – Negamiho funkcí, která vychází z rovnice (44) pro imaginární část ε'' komplexní permitivity v podobě

$$\varepsilon'' = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \sin \beta \operatorname{arctg} \left[\frac{(\omega\tau)^{1-\alpha} \cos \frac{1}{2}\alpha\pi}{1 + (\omega\tau)^{1-\alpha} \sin \frac{1}{2}\alpha\pi} \right]}{\left[1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin \frac{1}{2}\alpha\pi + (\omega\tau)^{2-2\alpha} \right]^{\frac{\beta}{2}}} \quad (46)$$

pomocí MS Office Excel. Algoritmem Newtonovy metody byly získány parametry nejpravděpodobnější doba relaxace τ_0 , intenzita relaxace $\Delta\varepsilon = \varepsilon_s - \varepsilon_\infty$ a distribuční parametry α , β , které popisují geometrický tvar funkce a součin těchto dvou parametrů.



Obr. 29 Aproximovaná funkce pro Olivii při teplotě 87,9°C

	-13,2°C	0,8°C	15,4°C	29,3°C	44,0°C	59,4°C	74,4°C	86,6°C
α	1,000	1,000	0,000	0,148	0,000	0,100	0,134	0,061
β	0,000	0,000	1,000	0,962	1,000	1,000	1,000	1,000
$\Delta\varepsilon$	1,47E+03	1,47E+03	1,46E+03	1,46E+03	1,48E+03	1,46E+03	1,46E+03	1,48E+03
τ	1,93E+02	1,93E+02	1,93E+02	1,93E+02	5,20E+01	1,93E+02	1,93E+02	5,20E+01

Tabulka 2 Tabulka vypočítaných hodnot pro Rostlinku

	-13,2°C	0,8°C	15,4°C	29,5°C	43,8°C	59,2°C	74,2°C	87,3°C
α	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,039	0,000	0,016
β	0,987	1,000	1,000	1,000	0,853	1,000	1,000	1,000
$\Delta\varepsilon$	1,08E+01	1,20E+01	1,22E+01	1,22E+01	1,22E+01	1,22E+01	1,22E+01	1,22E+01
τ	1,19E+01	3,41E+00	1,82E+00	6,94E-01	9,12E-01	2,30E-01	1,23E-01	6,97E-02

Tabulka 3 Tabulka vypočítaných hodnot pro Manku

	-13,3°C	0,4°C	15,6°C	29,6°C	43,9°C	59,4°C	74,1°C	88,3°C
α	0,848	0,920	0,923	0,673	0,018	0,077	0,088	0,031
β	0,000	0,004	0,002	0,011	1,000	0,923	0,980	1,000
$\Delta\varepsilon$	1,04E+02	1,98E+00	1,98E+00	1,78E-01	1,69E+00	1,70E+00	1,74E+00	1,75E+00
τ	8,09E-07	1,00E+00	1,00E+00	1,88E-01	3,05E-01	3,26E-01	1,58E-01	6,82E-02

Tabulka 4 Tabulka vypočítaných hodnot pro Slunku

	-13,3°C	0,4°C	15,6°C	29,6°C	43,9°C	59,4°C	74,1°C	88,3°C
α	0,000	0,176	0,174	0,159	0,001	0,001	0,003	0,027
β	0,009	0,853	0,800	0,782	0,821	0,709	0,615	1,000
$\Delta\varepsilon$	1,33E+00	3,46E-01	3,61E-01	4,35E-01	1,28E+00	1,30E+00	1,30E+00	1,27E+00
τ	8,79E-01	1,24E+00	1,20E+00	1,13E+00	5,28E-01	5,49E-01	5,73E-01	4,80E-02

Tabulka 5 Tabulka vypočítaných hodnot pro Olivii

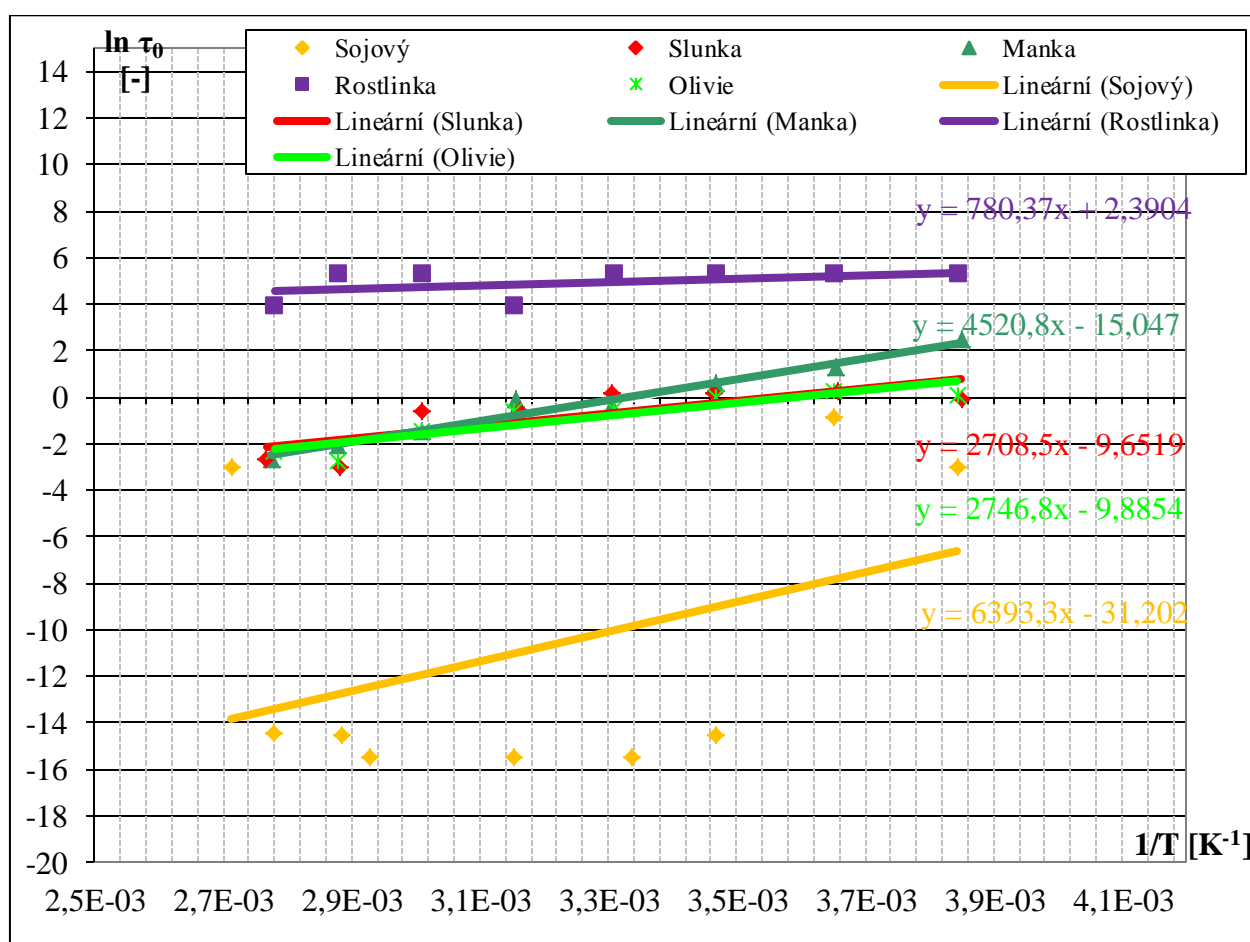
	-12,8°C	0,8°C	15,4°C	29,6°C	43,3°C	60,2°C	74,0°C	87,9°C
α	0,000	0,013	0,000	0,129	0,120	0,146	0,000	0,164
β	0,769	0,742	0,821	0,604	0,682	1,000	1,000	1,000
$\Delta\varepsilon$	4,69E-01	2,98E-01	6,68E-01	1,10E-01	3,26E-01	1,13E+00	1,23E+00	1,23E+00
τ	1,08E+00	1,22E+00	9,95E-01	6,05E-01	5,39E-01	2,31E-01	6,34E-02	9,66E-02

Tabulka 6 Tabulka vypočítaných hodnot pro sójový olej

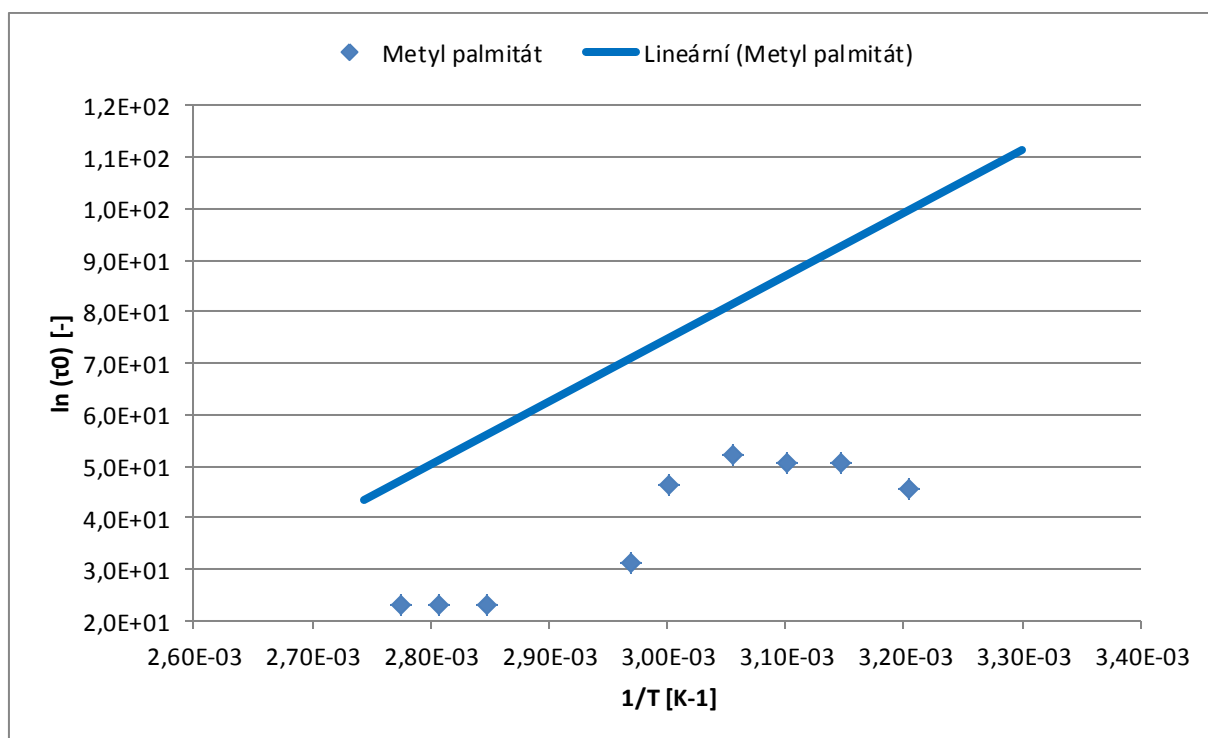
	30°C	39,1°C	44,8°C	49,5°C	54,3°C	60,1°C	63,8°C
α	0,548	0,528	0,541	0,532	0,539	0,565	0,553
β	1,000	1,000	1,000	0,958	0,947	1,000	1,000
$\Delta\varepsilon$	1,46E+03	1,51E+03	1,51E+03	1,51E+03	1,51E+03	1,51E+03	1,51E+03
τ	1,93E+02	4,57E+01	5,08E+01	5,08E+01	5,20E+01	4,64E+01	3,13E+01

	69,4°C	74,1°C	78,1°C	83,2°C	87,3°C	91,5°C
α	0,148	0,184	0,021	0,034	0,042	0,024
β	0,962	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
$\Delta\varepsilon$	1,46E+03	1,46E+03	1,48E+03	1,48E+03	1,48E+03	1,48E+03
τ	1,93E+02	1,93E+02	2,29E+01	2,29E+01	2,29E+01	1,74E+01

Tabulka 7 Tabulka vypočítaných hodnot pro Metyl palmitát



Obr. 30 Relaxační mapa vzorků



Obr. 31 Relaxační mapa Metyl palmitát

3 Závěr

V teoretické části práce byl zpracován přehled elektroizolačních materiálů z několika pohledů, přehled základních elektrických veličin dielektrických kapalných izolantů. Dále byla popsána metoda dielektrické relaxační spektroskopie. Z dostupných materiálů byl vytvořen současný vývoj výzkumu, vývoje a použití alternativních elektroizolačních kapalin.

Před zahájením samotného měření jsem sestavila automatizované pracoviště pro měření na elektrodovém systému Agilent 16452A. K měření bylo potřeba vytvořit propojení všech použitých přístrojů se stolním počítačem, modifikování uživatelského rozhraní VEE Pro. Modifikovaný program je dále využitelný pro běžné použití při měření laboratorních úloh.

V experimentální části byly proměřeny alternativní vzorky kapalin (rostlinný olej, řepkový olej, slunečnicový olej, olivový olej, sójový olej a Metyl palmitát) v kmitočtovém spektru od 20 Hz do 2MHz, za působení různých teplot od -20°C do 80°C. Vlivem okolního prostředí nebylo možné vzorek ochladit nebo ohřát na přesnou teplotu, proto byla použita nejbližší ustálená teplota. Na každé ustálené teplotě byl vzorek opakovaně (11x) proměřen na všech frekvencích.

Z výsledků můžeme pozorovat, že relativní permitivita se u alternativních kapalin liší v závislosti na frekvenci jen minimálně. Zatímco změna teploty má na relativní permitivitu velký vliv, se zvyšováním teploty relativní permitivita klesá. U všech přírodních olejů dochází k poklesu v teplotním rozsahu od -15°C do 80 °C přibližně o 0,5. U Metyl palmitátu (metyléster kyseliny palmitové) relativní permitivita klesá v řádech desítek pro teploty od 30°C do 60°C, při vyšších teplotách je relativní permitivita ustálenější a mění se pouze v desetínách. V porovnání s minerálními oleji, které mají relativní permitivitu kolem hodnoty 2, je relativní permitivita přírodních olejů vyšší. Ztrátový činitel se u přírodních olejů mění v závislosti na frekvenci u teplot vyšších než 30°C tak, že má při nízkých frekvencích vysokou počáteční hodnotu. Se zvyšující se frekvencí ztrátový činitel nejdříve exponenciálně klesá, při frekvenci 1000 Hz dochází k ustálení a pro vyšší frekvence se mění minimálně. U teplot nižších než 30°C jsou počáteční ztrátové činitele pro přírodní oleje nízké a ustálené. Při frekvenci 10 kHz dochází k exponenciálnímu růstu ztrátového činitele. U Metyl palmitátu při teplotách do 60°C ztrátový činitel nejdříve exponenciálně roste a při frekvenci 1000 Hz dochází k obratu a ztrátový činitel exponenciálně klesá. V případě teplot nad 60°C je ztrátový činitel nižší než u teplot pod 60°C, se zvětšující se exponenciálně klesá a při frekvenci 1 kHz dochází k ustálení.

Dále byla dielektrická spektra aproximována pomocí Havriliak - Negamiho funkce, čímž byly získány nejpravděpodobnější doby relaxace, intenzity relaxace a distribuční parametry α a β , které jsou pro jednotlivé vzorky uvedeny v tabulkách 2-7. Nejpravděpodobnější dobu relaxace jsem graficky znázornila pomocí závislosti logaritmu nejpravděpodobnější relaxační doby na převrácené hodnotě teploty, na tzv. relaxační mapě. Z tohoto grafického znázornění můžeme vidět, že s klesající teplotou se zvětšuje nejpravděpodobnější doba relaxace.

Seznam použité literatury

- [1] http://www.volny.cz/pilarcikova/uem/docs/dielektrika_navod.pdf
- [2] ČSN EN 61039 *Klasifikace izolačních kapalin*, červen 2009, 12s.
- [3] www.ehow.com
- [4] Makówka, T.: *Diagnostika vlastností elektroizolačních kapalin*, Diplomová práce VUT, Brno 2010. 62s.
- [5] JIRÁK, J. a spol.: *Materiály a technická dokumentace – Část Materiály v elektrotechnice*. Elektronická skripta. VUT Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Brno. 127 s.
- [6] www.ieee.com
- [7] Kubalík, J. *Perspektivy v oblasti kapalných izolačních izolantů*, 2006, 4s
<http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce2/105.pdf>
- [8] KAZELLE, J. a spol.: *Materiály a výrobní procesy*. Elektronická skripta. VUT Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Brno. 273 s.
- [9] MENTLÍK, V.: *Dielektrické prvky a systémy*. Nakladatelství BEN – technická literatura, Praha 2006, 240 s
- [10] MENTLÍK, V.: *Diagnostika elektrických zařízení*. Nakladatelství BEN – technická literatura, Praha 2008, 440 s
- [11] KOČMAN, V.: *Fyzika a technologie elektrotechnických materiálů – Izolanty A*. Skriptum VUT Brno. SNTL Praha, 1971
- [12] www.stag.zcu.cz/fel/ket/EMAP/Prednasky/Prednaska%202008%20-%20EMAP.ppt
- [13] KVITEK, Emil. *Materiály pro elektrotechniku* [online]. Pardubice, 2007. 63 s.
www.kvetakov.net/download.php?file=./UEIKMT/2/ls/IMPEE/Skripta_materialy.pdf
- [14] Manuál Agilent 16452A, Dostupný z <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/16452-90000.pdf>
- [15] www.dielektrika.kvalitne.cz
- [16] Baťa, D.: *Analýza degradačních mechanismů oligobutadiénů*, Diplomová práce VUT, Brno 2011. 132s.
- [17] Liedermann, K.: *Nedestruktivní diagnostika a fyzika dielektrik*, Brno VUT, FEKT, Ústav fyziky, 60 s.

- [18] Liedermann, K., Holcman, V: *Dielektrická relaxační spektroskopie*, Brno VUT, FEKT, Ústav fyziky, 69 s.
- [19] <http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce1/52.pdf>
- [20] <http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce3/76.pdf>
- [21] Liedermann, K: *Dielektrická relaxační spektroskopie polymerních látek*, habilitační práce, Brno VUT, FEKT, 1996, 69 s.
- [22] Agilent Technologies. *Technical Support: E4980A Precision LCR Meter* [online]. 2000-2009, [cit. 2008-03-13]. Dostupné z: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/E4980-90070.pdf>
- [23] <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/p5177?lang=en®ion=CZ>
- [24] Spohner, M.: *Diagnostika perspektivních elektroizolačních kapalin*, Diplomová práce VUT, Brno 2011. 59s.

Seznam použitých symbolů

C_0	[F]	geometrická kapacita prázdného systému
C_x	[F]	kapacita kondenzátoru
D	[m]	vzdálenost elektrod
\vec{D}	[C·m ⁻²]	elektrická indukce
E	[kJ·mol ⁻¹]	energie
\vec{E}	[V·m ⁻¹]	intenzita elektrického pole
E_a	[kJ·mol ⁻¹]	aktivační energie
\vec{E}_L	[V·m ⁻¹]	intenzita lokálního elektrického pole
f	[Hz]	frekvence
k	[J K ⁻¹]	Boltzmannova konstanta (1,3807 10 ⁻²³ J K ⁻¹)
\vec{M}	[C·m]	dipólový moment objemového elementu
n	[m ⁻³]	objem částic
\vec{P}	[C·m ⁻²]	vektor polarizace
Q_0	[C]	volný elektrický náboj
S	[m ²]	plocha elektrod
T	[K]	termodynamická teplota
T_a	[K]	aktivační teplota
$\text{tg } \delta$	[-]	ztrátový činitel
U	[V]	napětí
V	[m ³]	objem látky
α	[F m ²], [-]	polarizovatelnost, koeficient funkce rozdělení relaxačních dob
β	[-]	koeficient funkce rozdělení relaxačních dob
γ	[S·m ⁻¹]	konduktivita
δ	[rad]	ztrátový úhel
ε_0	[F m ⁻¹]	permitivita vakua (8,8542·10 ⁻¹² F m ⁻¹)
ε^*	[-]	komplexní permitivita
ε_r	[-]	relativní permitivita
ε'	[-]	reálná složka komplexní permittivity
ε''	[-]	imaginární složka komplexní permittivity
ε_s	[-]	statická relativní permitivita
ε_∞	[-]	optická relativní permitivita
$\Delta\varepsilon$	[-]	intenzita relaxace
κ	[-]	dielektrická susceptibilita
$\vec{\mu}_i$	[C·m]	indukovaný dipólový moment
π	[-]	Ludolfovo číslo (3,14159)
ρ	[kg m ⁻³]	hustota

ρ_v	[$\Omega \text{ m}$]	vnitřní rezistivita
ρ_p	[$\Omega \text{ m}$]	povrchová rezistivita
σ_0	[$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$]	plošná hustota elektrického náboje
τ	[s]	relaxační doba
τ_0	[s]	nejpravděpodobnější doba abstinence
ϑ	[$^{\circ}\text{C}$]	teplota
ω	[rad]	úhlová frekvence