

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

Katedra technologií a měření

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Originál (kopie) zadání BP/DP

Abstrakt

Tato práce se zabývá UV tvrditelnými reaktoplasty a jejich potenciálem pro využití v elektrotechnice jako izolačních materiálů. První část diplomové práce je zaměřena na seznámení s UV tvrditelnými reaktoplastickými pryskyřicemi. Následující kapitoly věnují pozornost volbě vhodného zdroje UV záření a návrhu vytvrzovací formy i výběru vhodného reaktoplastu na výrobu testovacích vzorků určených k experimentům. Další pasáže popisují sérii dielektrických zkoušek a zhodnocení jejich výsledků. V závěru jsou pak zhodnoceny perspektivy využívání UV vytvrditelných pryskyřic v elektroizolační technice.

Klíčová slova

reaktoplasty; pryskyřice; vytvrzování pryskyřic; UV vytvrzování; zkoušky izolačních vlastností; dielektrikum; rezistivita; permitivita; izolační odpor; elektrická pevnost; Cole-cole diagram; teplota skelného přechodu

Abstract

This thesis deals with UV-curable thermosets and their potential for using in electrical engineering as insulation materials. The first part is focused on the presentation of UV curable resins. The following chapters concern on choosing a suitable source of UV radiation and designing of curing mold and choosing the appropriate resin for manufacturing of test samples for experiments. Other chapters describe a series of dielectric tests and evaluate their results. In the end, there are prospects evaluated using of UV curable resins in electrical engineering.

Key words

thermosets; resin; curing the resins; UV curing; testing of insulation characteristics; dielectric; resistivity; permittivity; insulation resistance; dielectric strength; Cole-Cole diagram; glass transition temperature

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracovala samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

Dále prohlašuji, že veškerý software, použitý při řešení této diplomové práce, je legální.

.....
podpis

V Plzni dne 2.5.2016

Bc. et Bc. Hana Fejfarová

Poděkování

Na tomto místě bych ráda poděkovala vedoucímu diplomové práce Doc. Ing. Radkovi Polanskému, Ph.D. za cenné rady a odborné vedení. Zároveň děkuji Ing. Petrovi Kadlecovi za odbornou asistenci při experimentech. V neposlední řadě bych chtěla poděkovat KET FEL ZČU za poskytnutí zázemí k vypracování diplomové práce.

Obsah

OBSAH	7
SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK	8
ÚVOD	10
1 PRYSKYŘICE	11
1.1 REAKTOPLASTICKÉ PRYSKYŘICE	11
1.2 PRYSKYŘICE TVRDITELNÉ POMOCÍ ULTRAFIALOVÉHO ZÁŘENÍ	14
2 HLAVNÍ PARAMETRY DIELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ	18
2.1 REZISTIVITA	18
2.2 DIELEKTRICKÁ ABSORPCE	22
2.3 POLARIZAČNÍ INDEXY	23
2.4 ELEKTRICKÁ PEVNOST	23
2.5 PERMITIVITA.....	25
2.5.1 Cole – Cole diagram.....	27
2.6 DIELEKTRICKÉ ZTRÁTY A ZTRÁTOVÝ ČINITEL	27
2.7 TEPLOTA SKELNÉHO PŘECHODU	32
3 ZAJIŠTĚNÍ KOMPONENTŮ PRO EXPERIMENT	35
3.1 VÝBĚR VHODNÉ PRYSKYŘICE	35
3.2 VÝBĚR VHODNÉHO UV ZDROJE	35
3.3 VÝBĚR VHODNÉHO SEPARÁTORU.....	36
3.4 NÁVRH FORMY PRO VYTVRZOVÁNÍ VZORKŮ	37
3.5 VÝROBA VZORKŮ	39
4 ANALÝZA DIELEKTRICKÝCH PARAMETRŮ UV TVRDITELNÉHO AKRYLÁTU	
SPOLEČNOSTI 5M	40
4.1 VNITŘNÍ REZISTIVITA A POLARIZAČNÍ INDEXY UV TVRDITELNÉHO AKRYLÁTU.....	40
4.2 PERMITIVITA UV TVRDITELNÉHO AKRYLÁTU A JEJÍ FREKVENČNÍ A TEPLOTNÍ ZÁVISLOST	47
4.3 TEPLOTA SKELNÉHO PŘECHODU UV TVRDITELNÉHO AKRYLÁTU	55
4.4 ELEKTRICKÁ PEVNOST UV TVRDITELNÉHO AKRYLÁTU	58
ZÁVĚR	63
POUŽITÉ ZDROJE	65
SEZNAM PŘÍLOH	67
PŘÍLOHY	68
P.1 TECHNICKÝ VÝKRES VYTVRZOVACÍ FORMY	68
P.2 PŘEHLED NAMĚŘENÝCH TLOUŠTĚK TESTOVANÝCH VZORKŮ.....	69
P.3 ABSORPČNÍ CHARAKTERISTIKY VŠECH TESTOVANÝCH VZORKŮ.....	70
P.4 VZORCE POUŽITÉ PRO STATISTICKÉ VÝPOČTY	75
P.5 PŘEHLED NAMĚŘENÝCH TLOUŠTĚK UPRAVENÉHO VÝŘEZU VZORKU PRO DIELEKTRICKOU SPEKTROSKOPII..	76
P.6 FREKVENČNÍ A TEPLOTNÍ ZÁVISLOTI PERMITIVITY	77

Seznam symbolů a zkratek

Seznam symbolů:

symbol	název veličiny	rozměr
T_g	teplota skelného přechodu	[°C]
T_m	teplota tání	[°C]
T_c	teplota krystalizace	[°C]
V_g	objem skelného stavu	[m ³]
V_c	objem krystalického stavu	[m ³]
ρ_v	vnitřní rezistivita	[Ω·m]
ρ_p	povrchová rezistivita	[Ω]
ϵ_r	relativní permitivita	[-]
ϵ	permitivita	[F·m ⁻¹]
ϵ_0	absolutní permitivita	[F·m ⁻¹]
ϵ_s	statická permitivita	[-]
ϵ^*	komplexní relativní permitivita	[-]
ϵ'	reálná část ϵ^*	[-]
ϵ''	imaginární část ϵ^*	[-]
ϵ_∞	optická relativní permitivita	[-]
γ	konduktivita	[S·m ⁻¹]
R	izolační odpor	[Ω]
U	elektrické napětí	[V]
U_C	elektrické napětí na kondenzátoru	[V]
U_R	elektrické napětí na rezistoru	[V]
U_p	průrazné napětí	[V]
I	elektrický proud	[A]
I_C	elektrický proud kondenzátoru	[A]
I_R	elektrický proud rezistoru	[A]
i_0	nabíjecí proud	[A]
i_d	dobíjecí proud	[A]
i_a	absorpční proud	[A]
i_v	vodivostní proud	[A]
i_k	vybíjecí proud	[A]
i_r	resorpční proud	[A]
p_{i1}	minutový polarizační index	[-]
p_{i10}	desetiminutový polarizační index	[-]

P	vektor polarizace	[-]
μ	indukovaný dipólový moment částice	[C·m]
n	koncentrace indukovaných dipólových momentů	[m ⁻³]
E	intenzita elektrického pole	[V·m ⁻¹]
E_p	elektrická pevnost	[V·m ⁻¹]
d	vzdálenost elektrod	[mm]
h	tloušťka materiálu	[mm]
l_e	délka elektrod na povrchu izolantu	[mm]
δ	ztrátový úhel	[°]
$\text{tg}\delta$	ztrátový činitel	[-]
φ	fázový posun proudu a napětí	[°]
τ	relaxační doba	[s]
ω	kmitočet	[rad·s ⁻¹]
C	kapacita kondenzátoru	[F]
C_0	kapacita kondenzátoru bez reálného dielektrika	[F]
P_{zss}	ztrátový výkon ve stejnosměrném poli	[W]
P_{zst}	ztrátový výkon ve střídavém poli	[W]
s	směrodatná odchylka	[-]
V	variační koeficient	[%]
\bar{x}	aritmetický průměr	[-]
F	mechanická síla	[N]
N	velikost souboru	[-]

Seznam zkratk:

UV	Ultrafialové záření
SS	Stejnoseměrný
ST	Střídavý
DSC	Diferenční skenovací kalorimetrie
TMA	Termomechanická analýza
3D	Trojdímenzionální
s. r. o.	Společnost s ručením omezeným
PVC	Polyvinylchlorid
PMMA	Polymethylmethakrylát
ČSN	Česká státní norma
IEC	Mezinárodní elektrotechnická komise
EN	Evropská norma
DPH	Daň z přidané hodnoty

Úvod

Využívání pryskyřic v elektrotechnice má dlouhou tradici sahající až do samotných počátků elektrotechniky – zejména v případě přírodních pryskyřic, které byly s rozvojem technologií doplněny (a nahrazeny) pryskyřicemi syntetickými. Pro své výborné dielektrické i mechanické vlastnosti hrají významnou roli v oblasti vrstvených izolantů, zalévacích hmot aplikovaných v silnoproudé i slaboproudé elektrotechnice, lisovacích hmot, ale také nátěrů, laků či lepidel. Standardně se však využívají reaktoplastické pryskyřice tvrzené pomocí tepla a tlaku, případně za současného působení katalyzátoru.

Pryskyřice, které lze vytvrdit pomocí UV záření, v současnosti objevují svůj potenciál jako součást nátěrů nebo laků, v grafice, mikroelektronice nebo v nanokompozitech [1]. Avšak jejich aplikace v elektrotechnice není v běžné praxi výrazněji rozšířena a tato možnost zatím nebyla dostatečně prozkoumána [2].

Právě možný potenciál UV tvrditelných pryskyřic pro využití v elektrotechnice je předmětem této diplomové práce – především s ohledem na dielektrické vlastnosti reaktoplastu a zároveň snadný způsob vytvrzení. To například otevírá nové možnosti snazší opravy elektrické izolace v nejrůznějších elektrických zařízeních.

Tato práce si klade několik cílů – popsat a zhodnotit perspektivy využití UV tvrditelných reaktoplastických pryskyřic, vyhotovit vzorky z vybraného UV tvrditelného reaktoplastu a prozkoumat jejich dielektrické vlastnosti.

1 Pryskyřice

1.1 Reaktoplastické pryskyřice

Reaktoplastické pryskyřice patří do velké skupiny látek zvané polymery. Polymery jsou makromolekulární látky skládající se z velkého počtu merů – tj. stavebních jednotek. Polymerní látky se vyznačují typickou řetězcovou strukturou, která vzniká polymerací, polykondenzací či polyadící [3, 4, 5]. Z chemického hlediska lze polymery dále členit na plasty a elastomery. Skupina elastomerů je z většiny tvořena především kaučuky. Plasty pak můžeme dále dělit na termoplasty a reaktoplastické látky (termosety, duroplasty). [3, 4, 5]

Jak již vyplývá ze samotného názvu, elastomery jsou vysoce elastické látky, k jejichž zdeformování stačí jen malá síla – a to i za běžných podmínek, tj. bez působení tepla nebo dalších vlivů [3]. V elektrotechnice jsou využívány zejména syntetické kaučuky pro výrobu kabelů [4].

Rozdíl mezi termoplasty a reaktoplasty souvisí s jejich reakcí na tepelné působení. Termoplastické látky při zvýšených teplotách ztrácí svoji pevnost a stávají se tvarovatelnými (měknou). Tato změna ovšem může být vratná – to znamená, že je možné termoplast opakovaně zahřívat a znovu dosahovat jeho plastického stavu, který po zchlazení materiálu opět odezní [3]. V oblasti elektrotechniky se používají například jako izolace kabelů, kostry cívek nebo impregnační laky [4].

Reaktoplasty se, stejně jako termoplasty, při působení zvýšené teploty stávají plastickými – to je společný rys všech plastických hmot. Avšak v průběhu zahřívání dochází u reaktoplastických látek k chemickým změnám v samotné struktuře reaktoplastu, tj. k zesíťování – a tato změna se stává nevratnou. Po zchlazení pak již nelze zahřátím znovu docílit plastického stavu látky [3, 4]. Reaktoplasty jsou užívány jako lisovací hmoty, vrstvené látky, lepidla nebo nátěry a licí pryskyřice. Pokud jsou užity jako pouzdrící materiály, jsou na ně kladeny zvýšené nároky – kromě adekvátních mechanických vlastností je třeba dbát na tepelnou odolnost, nízký součinitel teplotní roztažnosti, minimální smršťování a samozhášivost nebo lépe nehořlavost [4].

Reaktoplastické pryskyřice lze na základě jejich chemické podstaty dělit do několika

základních skupin [3, 6]:

- Aminoplasty
 - Melaminové pryskyřice
 - Močovinové pryskyřice
 - Anilinové pryskyřice
- Fenoplasty
 - Fenolické pryskyřice
 - Fenol-kresolové pryskyřice
- Epoxidy
 - Epoxidové pryskyřice
 - Epoxidové lisovací hmoty
- Nenasycené polyestery
 - Polyesterové pryskyřice
 - Polyesterové lisovací hmoty
- Silikony
 - Silikonové pryskyřice

Fenolické pryskyřice jsou polykondenzáty aldehydů s fenolem. Tento druh pryskyřic je považován za historicky první čistě syntetické pryskyřice. Aminopryskyřice vznikají spojením aminosloučenin a aldehydů. Epoxidové pryskyřice jsou zpravidla tvořeny několika různými epoxidovými skupinami [3, 5]. Spojením dikarboxylové kyseliny s dioly pak vznikají pryskyřice polyesterové. Silikonové pryskyřice se vyrábějí hydrolýzou dichlorsilanů a jejich následnou polykondenzací, nebo polymerací cyklosiloxanů. [3, 5]

Reaktoplastické látky, stejně jako všechny plasty, mají dielektrický charakter a nacházejí uplatnění jako elektrické izolanty. Zatímco stejnosměrným proudem plasty nijak významně ovlivňovány nejsou, silné střídavé elektrické pole může způsobovat (a způsobuje) polarizaci dielektrika. S tímto jevem je pak spjat nárůst teploty plastru v důsledku ztrát – tomuto tématu se podrobněji věnuje kapitola 2. V neposlední řadě je třeba zmínit, že reaktoplasty jsou elektrostatické, tj. triboelektrické – na jejich povrchu se může vytvořit elektrický náboj jako následek styku nebo tření s jiným materiálem. [4]

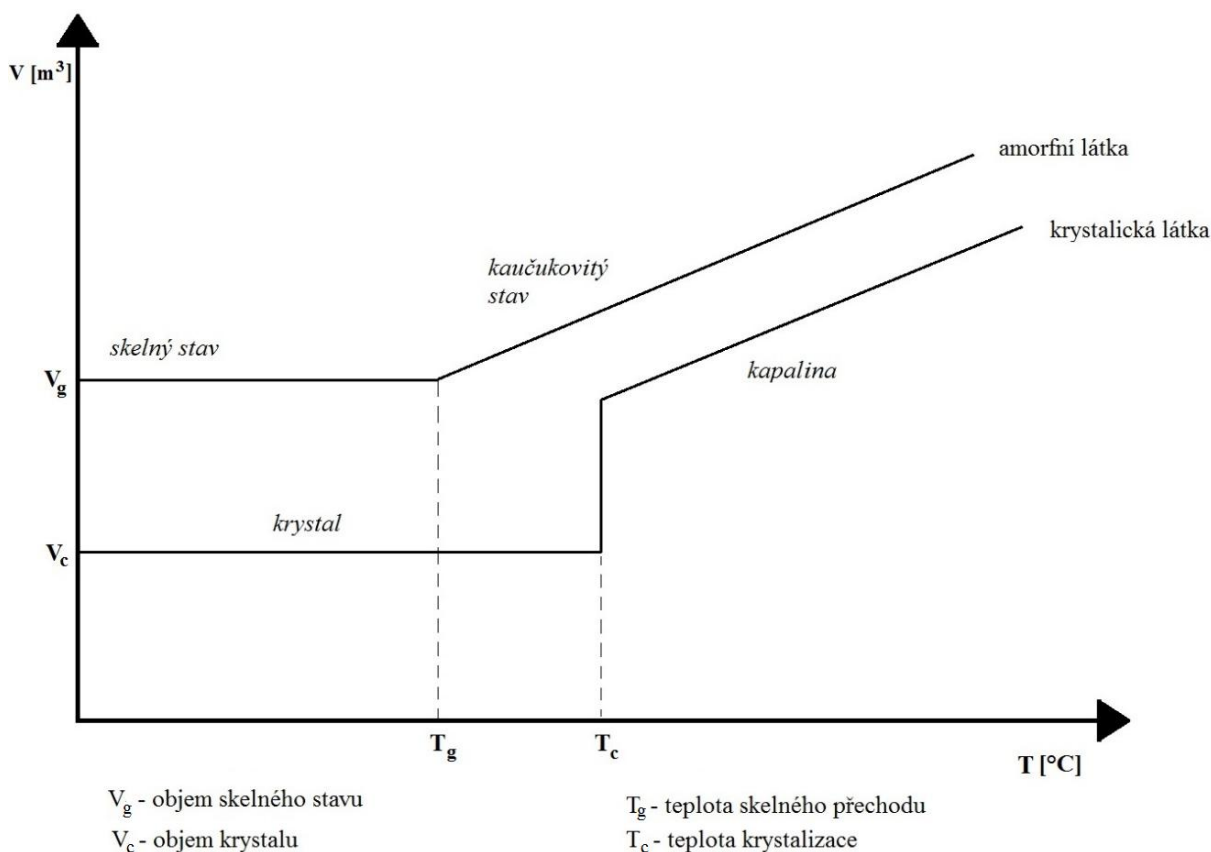
Reaktoplasty jsou v elektrotechnice využívány pro elektrická zařízení v různých tepelných třídách. Díky své odolnosti mohou být aplikovány v třídách pro nižší teploty počínaje teplotní

třídou E (teploty do 120 °C) až po třídu 250 °C [7, 8].

Abychom mohli určit rozsah teplot, ve kterých může být izolační materiál použit, je nutné znát jeho teplotní charakteristiku. Teplotní charakteristiky jsou však významné i pro určení dalších parametrů a vlastností. Z tohoto hlediska je pro reaktoplastické látky stěžejní hodnota skelného přechodu značená T_g . Před samotným vysvětlením významu T_g je ale nejprve nutné uvést, že polymery se mohou nacházet ve čtyřech fázových stavech: krystalickém, amorfním skelném, amorfním kaučukovitým a amorfním plastickým [3]. Amorfní polymery lze charakterizovat teplotou skelného přechodu, pro krystalický stav pak bývá důležitým parametrem teplota tání označovaná T_m [3].

Teplota skelného přechodu je obecně velmi významným parametrem pro plasty užívané v elektrotechnickém průmyslu. Hodnota T_g má vliv na mechanické i dielektrické vlastnosti materiálu jako je například permitivita nebo elektrická pevnost.

Teplota skelného přechodu může být definována různými způsoby, jedním z nich je definice T_g jako rozhraní mezi skelným a kaučukovitým stavem materiálu – viz obrázek níže [3, 8]. Na obrázku je znázorněna závislost objemu látky na teplotě. Z grafu je patrné, že za zlomovými body charakteristiky (T_g , T_c) dochází ke změně objemu v závislosti na rostoucí teplotě. Tato změna je u amorfních látek postupná, zatímco u krystalických látek můžeme nejprve pozorovat skokovou změnu objemu při teplotě T_c – tj. při teplotě krystalizace. Teplota krystalizace T_c je pro krystalické látky shodná s teplotou tání T_m . [3, 8]



Obr. 1.1 Závislost objemu amorfní a krystalické látky na teplotě (překresleno na základě [3])

Na základě teploty skelného přechodu lze určit rozsah teplot, které můžeme označit jako běžné provozní teploty daného materiálu. Tento rozsah by měl být tedy shora limitován teplotou T_g , tj. provozní teplota reaktoplastů je pod hodnotou jejich T_g . Tato teplota hraje také významnou roli při sledování stupně vytvrzení reaktoplastických pryskyřic [3, 8].

Reaktoplastické pryskyřice jsou v praxi vytvrzovány právě působením tepla. Velmi často se jedná o kombinaci tepelného působení a působení tlaku, někdy také ve spojení s užitím různých katalyzátorů nebo vytvrzovadel – jako je například urotropin. [4, 5]

1.2 Pryskyřice tvrditelné pomocí ultrafialového záření

Polymerní látky tvrditelné ultrafialovým světlem se již řadu let využívají v oblasti nanoimprintingu, litografie, nanokompozitů, ale také jako antistatické povlaky nebo dielektrické vrstvy v mikroelektronice [2, 9, 10, 11]. Samotný proces vytvrzování pomocí UV je dobře známou technikou, při které se tekutá pryskyřice přemění na pevný systém v důsledku vytvoření 3D polymerní sítě. Jedná se o velmi rychlý proces, který je, díky absenci rozpouštědel a energetické úspornosti, šetrný k životnímu prostředí [12]. Chemická

struktura systémů vytvrzovaných UV zářením je obvykle složena z oligomerů a multifunkčních monomerů, které ve výsledku vytvoří zesíťovaný polymer. K tomu je však nezbytná přítomnost fotoiniciátoru, tj. složky, která pohltí záření o vlnové délce UV (především v oblasti 360 – 260 nm) [12].

Zesíťované materiály vykazují lepší chemické, fyzikální i dielektrické vlastnosti (např. z hlediska objemové rezistivity) [13]. Ale jak již bylo zmíněno v předešlé části práce, k zesíťování může být použita také tepelná energie. V současnosti existuje několik výzkumných prací zabývajících se porovnáním dielektrických i mechanických parametrů pryskyřic tvrzených teplem, UV zářením nebo kombinovanými systémy.

Výzkumy UV tvrditelných pryskyřic ukazují, že tyto materiály mají potenciál pro užití v elektrotechnice díky svým dielektrickým vlastnostem [1-2, 9-15]. Řada výzkumných prací se zaměřuje na zhodnocení tohoto potenciálu a prozkoumání jeho dalších perspektiv. Výsledky tohoto bádání jsou však velmi závislé na konkrétním chemickém složení zkoumané pryskyřice. Práce čínských vědců v čele s Yanem a Liem zkoumá vlastnosti ultrafialovým zářením vytvrzitelného fluorovaného siloxanu určeného k tvorbě dielektrických povlaků a nátěrů. Ten vykazoval vnitřní rezistivitu $\rho_v = 2,7 \cdot 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ a povrchovou rezistivitu $\rho_p = 7,1 \cdot 10^{14} \Omega$ [14]. Výzkum zároveň ukazuje, že se jedná o materiál s nízkým ztrátovým činitelem a nízkou hodnotou relativní permitivity, která například při frekvenci 1 MHz dosahuje hodnoty 2,82 – tj. $\epsilon_r = 2,82$ [14].

Malajská studie Tenga a Weie se zabývá využitím UV tvrditelných pryskyřic pro vysokonapěťové aplikace. Potvrzuje, že tyto pryskyřice mají dostatečnou elektrickou pevnost i tepelnou odolnost, ale přesto často nedosahují takových dielektrických kvalit jako běžné epoxidové pryskyřice (v experiment byly užity fenolické a anhydridové epoxidové pryskyřice) [15]. Zkoumaná UV tvrditelná pryskyřice byla vystavena namáhání tepelnými cykly při působení tlaku, kde byly s kladným výsledkem zhodnoceny její izolační schopnosti. Elektrická pevnost tohoto materiálu dosahuje hodnoty $27 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$. U takto vytvrzovaných systémů je však nezbytné důkladně kontrolovat intenzitu ultrafialového záření a konstantní výšku vytvrzovaného vzorku. Pokud proběhne vytvrzení příliš rychle, spodní vrstvy materiálu mohou zůstat nedostatečně vytvrzené, což následně vede k selhání izolace po zatížení tepelnými cykly [15].

Zajímavé dielektrické vlastnosti vykazují také Zn – O – akrylové nanokompozitní materiály. Takto namíchaná pryskyřice dosahuje v testech dielektrických parametrů uskutečněných impedančním analyzátozem nízkých hodnot relativní permitivity [10]. Studie taiwanských vědců Huanga a Hsiena uvádí, že pro frekvenční pásmo od 1 do 600 MHz se hodnota dielektrické konstanty pohybuje v rozmezí od 2,8 do 4,3. Pro výzkumné účely těchto studií byla mícháním při pokojové teplotě vytvořena pryskyřice na bázi Zn – O – akrylových nanokompozitních materiálů. Ta byla následně vytvrzena pomocí ultrafialového světla o vlnové délce 365 nm. Světelným zdrojem o výkonu 80 W byly vzorky ozařovány po dobu 70 sekund [10].

Výzkum uskutečněný mezinárodní skupinou vědeckých pracovníků z Kanady a Evropy v čele s Bouangou a Coudercem se zaměřuje na vlastnosti UV tvrditelných epoxidových pryskyřic s nízkou hodnotou skelného přechodu T_g a věnuje pozornost analýze UV tvrditelných materiálů pomocí diferenční kompenzační kalorimetrie – DSC (někdy také překládáno jako diferenční skenovací kalorimetrie na základě původního anglického názvu Differential Scanning Calorimetry). Studie se zabývá termickou analýzou epoxidové pryskyřice vytvrzené zdrojem ultrafialového záření o výkonu $30 \text{ mW} \cdot \text{cm}^{-2}$ po dobu 30 sekund [1]. Zkoumané, speciálně navržené, druhy pryskyřice měly hodnotu skelného přechodu v teplotním rozsahu nižším než teplota okolí – konkrétně při $5 \text{ }^\circ\text{C}$ a $23 \text{ }^\circ\text{C}$ [1]. Parametry pryskyřic tvrditelných ultrafialovým světlem byly srovnatelné s parametry běžných teplem vytvrzovaných pryskyřic a vykazovaly podobné chování. Se zvyšováním frekvence docházelo k poklesu permitivity (reálné složky permitivity) [1, 12]. Dielektrické vlastnosti jsou silně ovlivněny konkrétním chemickým složením pryskyřice a především obsahem vody, jehož dopad je výraznější při nižších frekvencích [1].

Jak již bylo zmíněno v předešlé části textu, některé výzkumy se zabývají nejen pryskyřicemi tvrzenými ultrafialovým zářením nebo pomocí tepelné energie, ale také kombinovanými vytvrzovacími metodami a jejich vzájemným porovnáním. Vědecká práce americko – evropského výzkumného týmu kolem P. Wanga je zaměřena na porovnávání vlastností pryskyřice tvrzené UV zářením a pryskyřice vytvrzené teplem. Studie uvádí, že oba druhy vytvrzených vzorků mají podobné charakteristiky, respektive dielektrické vlastnosti UV tvrzeného polymeru odpovídaly vlastnostem tepelně tvrzených vzorků [9]. Pro účely tohoto výzkumu byly připraveny vzorky z epoxysiloxanového polymeru, přičemž část byla tvrzena při pokojové teplotě ultrafialovým zářením o výkonu

13 mW · cm⁻² po dobu 10 sekund. Zbývající část vzorků byla vytvrzena tepelně (použitý teplotní rozsah 100 °C až 300 °C). U obou typů vzorků byly zjištěny obdobné dielektrické parametry, dielektrická konstanta užitého epoxysiloxanového polymeru je nižší, než je typické pro běžné siloxany - $\epsilon_r = 2,7$. Materiál zároveň vykazuje vysokou dielektrickou pevnost – více než 5 MV · cm⁻¹. Také mechanické vlastnosti obou druhů vzorků jsou podobné, ale vzorky tvrzené pomocí UV jsou méně tvrdé a mají vyšší viskozitu. [9]

Vědecká práce Jansena a Machada porovnává výsledky UV tvrzení s výsledky kombinovaného tvrzení a zkoumá potenciál takto vytvrzených materiálů pro užití v elektroizolačních nátěrech. Pro tento experiment byla použita polyesterová pryskyřice, která byla vystavena ultrafialovému záření o hodnotě 400 mJ · cm⁻² [2]. Polovina vzorků pak byla ještě dotvrzována teplotou 240 °C po dobu dvou hodin. Následně byla testována životnost všech vzorků, které byly zatěžovány tepelnými cykly v rozmezí 155 °C až 240 °C. Vzorky v testu úspěšně obstály, pokud prokázaly životnost alespoň 20 000 hodin při tepelných cyklech bez ztráty izolačních vlastností a dobrých mechanických vlastností. U vzorků, které byly vytvrzené pouze pomocí ultrafialového záření, došlo ke zhoršení dielektrických vlastností při teplotách nad 90 °C. Tepelnou stabilitu si udržely do 110 °C, kdy došlo ke snížení hmotnosti zřejmě v důsledku odpařování fotoiniciátoru [2]. Oproti tomu vzorky vytvrzené kombinací UV záření a tepla vykazovaly vyšší tepelnou stabilitu i lepší dielektrické vlastnosti. Dielektrické vlastnosti se u těchto vzorků začaly zhoršovat v rozmezí teplot 115 °C – 165 °C. Tepelnou stabilitu pak vzorky začaly ztrácet okolo 250 °C. Z experimentů tedy vyplývá, že oba typy vzorků mohou být použity v elektroizolačních lacích a nátěrech, ale kombinovaná metoda vytvrzování přináší lepší výsledky, než metoda založená pouze na vytvrzování ultrafialovým světlem. [2]

2 Hlavní parametry dielektrických materiálů

Aby bylo vůbec možné hodnotit, zda je konkrétní pryskyřice vhodným izolantem, musíme sledovat a analyzovat její dielektrické vlastnosti. Následující kapitola představuje nejvýznamější parametry dielektrických materiálů, které můžeme u dielektrik měřit a vyhodnotit. Uvedené parametry byly zjišťovány v praktické části diplomové práce za účelem zhodnocení potenciálu zkoumané reaktoplastické pryskyřice.

Jak již bylo zmíněno v předešlé části textu, reaktoplastické pryskyřice mají dielektrické vlastnosti a jsou užívány jako elektroizolační materiál. V elektrotechnice se izolanty využívají k oddělení míst s rozdílným potenciálem, a tudíž ve výsledku k zabránění průchodu elektrického proudu. Veškeré izolanty patří mezi tzv. dielektrika (ovšem ne všechna dielektrika jsou izolanty) [8]. Výraz dielektrikum označuje materiál, který je schopen polarizace, tj. po vložení do elektrického pole je schopné vytvořit vlastní vnitřní pole, zatímco navenek se jeví neutrálně [8].

Dielektrika tedy tvoří nanejvýš významnou materiálovou skupinu jak pro elektrotechnický průmysl, tak pro oblast výzkumu a vývoje. U izolačních materiálů je třeba sledovat, měřit a analyzovat celou řadu charakteristických veličin. K nejdůležitějším dielektrickým parametrům se řadí rezistivita, permitivita a její frekvenční závislost, polarizační indexy, dielektrické ztráty a elektrická pevnost. V případě reaktoplastických pryskyřic hraje významnou roli také hodnota skelného přechodu.

2.1 Rezistivita

Velmi důležitým parametrem dielektrických materiálů je rezistivita. Často se vyjadřuje ve vztahu k měrné elektrické vodivosti neboli konduktivitě – a sice její obrácenou hodnotou. Izolanty by měly mít hodnotu konduktivity menší než $10^{-9} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$ [8, 16, 17]. Ideálně by hodnota měrné vodivosti izolačních materiálů měla být nulová (tj. hodnota rezistivity maximální), ale reálně dielektrika vždy nějakou hodnotu konduktivity vykazují, například i v důsledku přítomnosti nečistot. Vodivost můžeme dle typu nosičů elektrického náboje dále členit na [8, 16, 17]:

- Vodivost elektronovou
- Vodivost děrovou
- Vodivost protonovou
- Vodivost iontovou

- Vodivost elektroforetickou

Na základě hodnoty konduktivity pak můžeme vyjádřit hodnotu rezistivity a naopak [8]:

$$\gamma = \frac{1}{\rho} [\text{S}\cdot\text{m}^{-1}], \quad (2.1.1)$$

$\gamma [\text{S}\cdot\text{m}^{-1}]$ představuje vodivost,

$\rho [\Omega\cdot\text{m}]$ značí rezistivitu.

Rezistivita, také označována jako měrný elektrický odpor, je definovaná jako odpor krychle z určitého materiálu, jejíž hrana má délku 1 metr, protéká – li mezi jejími protilehlými stěnami elektrický proud. Rozdíl mezi rezistivitou a naměřeným izolačním odporem je v tom, že hodnota rezistivity je vztažena k určité konkrétní geometrii měřeného vzorku [8, 16, 17]. Díky tomu je možné lépe porovnávat izolační vlastnosti různých dielektrických materiálů, než kdybychom se snažili toto porovnání uskutečnit na základě hodnot izolačního odporu. Hodnotu rezistivity lze vyjádřit následujícím vztahem [8]:

$$\rho = R \cdot \frac{S}{h} [\Omega\cdot\text{m}], \quad (2.1.2)$$

$R [\Omega]$ je izolační odpor,

$S [\text{m}^2]$ odpovídá ploše elektrod,

$h [\text{m}]$ značí tloušťku vzorku.

Rezistivita materiálů je také silně ovlivněna skupenstvím látky. Různá skupenství se totiž projevují různými mechanismy vodivosti. Plynné látky patří mezi velmi dobré izolanty díky malé koncentraci volných nosičů – to platí především při nízkých teplotách. Kapalně izolanty vznikají kondenzací plynů nebo tavením pevných materiálů. Jednotlivé molekuly jsou blíže u sebe, tím pádem dochází k větší koncentraci volných nosičů náboje a také ke vzniku klastrů [8, 16]. Vodivost kapalných izolantů je také silně závislá na teplotě. Vyšší teploty všeobecně snižují rezistivitu dielektrických materiálů a snižují jejich izolační schopnosti. Nejsložitější mechanismus vodivosti nalezneme u pevných látek. Složitá struktura, těsné vazby a strukturní různorodost jsou hlavními příčinami komplikovanosti tohoto mechanismu. Pevné izolanty všeobecně dosahují malých hodnot konduktivity, přičemž většinou převládá elektronová nebo iontová vodivost [8, 16, 17].

Pevné izolanty můžeme z hlediska izolačních vlastností rozdělit do tří materiálových skupin: iontové krystalické látky, anorganické amorfnní látky a organické amorfnní látky.

Ve struktuře iontových krystalických látek teoreticky nemůže dojít k pohybu iontů, protože jsou pevně ukotveny v krystalické mřížce. Reálně však v důsledku výskytu poruch krystalické mřížky (Frenkelova porucha, Schottkyho porucha) dochází k přesunům iontů, a tudíž také k snížení rezistivity a výskytu určité vodivosti [8, 16, 17]. Rezistivita a konduktivita anorganických amorfních látek, jako je například sklo, jsou silně závislé na konkrétním chemickém složení a pevnosti vazeb – vodivost tak může nabývat celé řady hodnot od $10^{17} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$ až po $10^{-3} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$. Organické amorfní látky bývají díky své rezistivitě výbornými izolanty. Jejich elektrická vodivost je typicky menší než $10^{-17} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$ – velmi nízké hodnoty konduktivity můžeme sledovat u látek jako například PVC nebo PMMA. Jedná se především o syntetické makromolekulární látky, jejich rezistivita úzce souvisí i s čistotou a obsahem vody (tj. navlhnutím). U polárních makromolekulárních látek se kromě vlivu nečistot uplatňuje i působení vlastních disociovaných molekul [8, 16, 17].

Obečně můžeme rezistivitu dělit na vnitřní (objemovou) a povrchovou. Pokud hovoříme o rezistivitě jako takové, máme na mysli právě rezistivitu vnitřní. U pevných izolantů je však významným parametrem také rezistivita povrchová [8]:

$$\rho_p = R \cdot \frac{l_e}{d} [\Omega], \quad (2.1.3)$$

R [Ω] je izolační odpor,

l_e [m] odpovídá délce elektrod na povrchu izolantu,

d [m] vzdálenost elektrod.

Povrchovou rezistivitu negativně ovlivňuje povrchová vodivost vznikající v důsledku pohybu nosičů volného náboje po povrchu. Hodnota povrchové rezistivity je silně ovlivněna okolními podmínkami – především relativní vlhkostí [8, 16].

Způsoby měření rezistivity materiálů jsou definovány a určeny normami ČSN IEC 93 a ČSN IEC 167 [8, 18]. Stěžejní metodou je určení rezistivity na základě absorpčních charakteristik, ze kterých lze výpočtem stanovit nejen hodnotu rezistivity, ale také polarizačních indexů – viz kapitola 2.3. Způsobů, jak změřit požadované parametry, je několik – Voltampérová metoda, Metoda Wheastonova můstku nebo Kompenzační metoda [8, 19, 20]. V této části textu bude dále věnována pozornost pouze první zmíněné metodě, jelikož právě Voltampérová metoda je následně užita i v praktické části diplomové práce.

Voltampérová metoda je metodou přímou – založenou na měření proudu

při stanoveném napětí. Na základě těchto veličin je pak určena hodnota izolačního odporu a dle konkrétní geometrie elektrod je vypočtena hodnota vnitřní rezistivity (na základě vztahu viz rovnice 2. 1. 2 v předešlé části textu). Samotný izolační odpor je pak dán známým vztahem [8, 19, 20]:

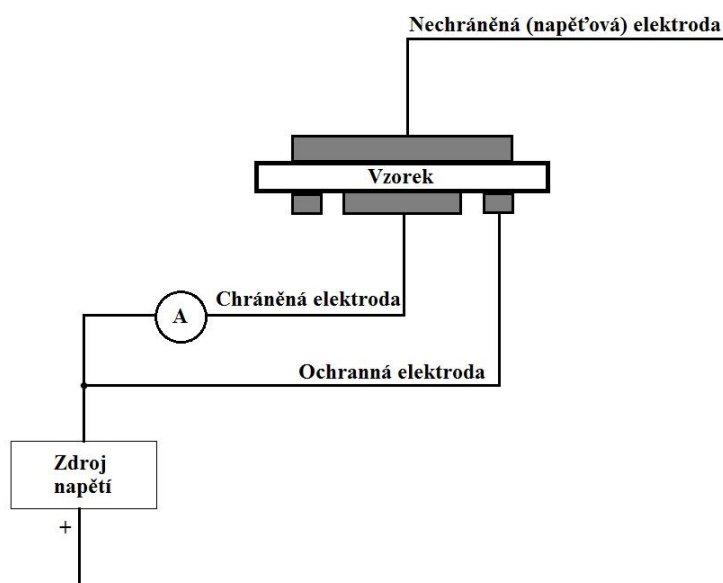
$$R = \frac{U}{I} \text{ [}\Omega\text{]}, \quad (2. 1. 4)$$

R [Ω] je izolační odpor,

U [V] odpovídá měřicímu napětí,

I [A] značí ustálený proud protékající izolantem.

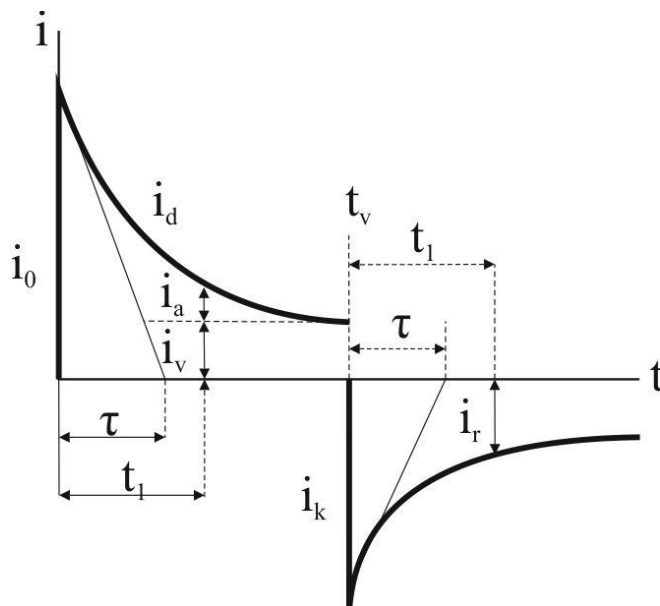
Elektrický proud je měřen po dobu sta minut. V průběhu měření je nutné eliminovat rušivé signály a minimalizovat účinky vnějších elektromagnetických polí – to znamená, že obvody určené pro měření musí být stíněny a uzemněny [8, 19, 20]. Zapojení měřících obvodů je znázorněno na obrázku níže.



Obr. 2.1 Zapojení měřících obvodů (překresleno na základě [8])

2.2 Dielektrická absorpce

Jak již bylo zmíněno, charakteristiky dielektrické absorpce hrají významnou roli při určování rezistivity i polarizačních indexů, proto je nezbytné tento fenomén vysvětlit. Dielektrická absorpce označuje děje, které probíhají v dielektrickém materiálu po vložení do stejnosměrného elektrického pole, respektive po přiložení napětí na elektrody. V podstatě se na tento jev můžeme dívat jako na vnější projev polarizace dielektrika [8, 19]. Dielektrický materiál se nenabije hned, ale nabíjí se postupně. Stejným způsobem bude následně probíhat také vybíjení dielektrika po ukončení působení elektrického pole. Toto zpoždění vzniká v důsledku dielektrické relaxace [8, 19]. Průběh proudu při nabíjení a vybíjení dielektrika je zobrazen na obrázku níže.



Obr. 2.2 Časový průběh proudu – nabíjení a vybíjení dielektrika (překresleno na základě [8])

V důsledku časové změny velikosti náboje dochází také k průchodu časově proměnlivého proudu vnější obvodem. Jak je zřejmé z obrázku výše, průběh tohoto proudu se skládá z několika částí. Nabíjecí proud je označen jako i_0 , po doznění tohoto nabíjecího proudu protéká obvodem proud dobíjecí i_d (dáný součtem i_a a i_v). Absorpční proud $i_a(t)$ je časově proměnný a postupně se blíží k nule. Rychlost tohoto poklesu je dána strukturou materiálu a jeho složením [8, 19]. Velikost proudu odpovídá součtu polarizačních proudů v materiálu. Dobíjecí proud se tak postupně blíží k hodnotě vodivostního proudu i_v . Po odpojení napětí a zkratování elektrod začne na krátký okamžik protékat vybíjecí proud i_k , který přechází v resorpční proud $i_r(t)$ – časově proměnný proud postupně klesající k nule.

Na průběh absorpčního proudu má silný vliv obsah vody v dielektriku – tj. - zda je materiál navlhlý nebo suchý, a také stav a struktura izolantu [8, 19].

2.3 Polarizační indexy

Na základě průběhu absorpčního proudu lze určit polarizační indexy pro konkrétní materiál. Běžně jsou určovány dva polarizační indexy – minutový a desetiminutový. Jedná se o podíl dobíjecího proudu v různých časových úsecích – konkrétně v patnácté a šedesáté sekundě v případě minutového polarizačního indexu a pro desetiminutový polarizační index je to podíl proudu v první a desáté minutě (viz následující rovnice) [8, 19].

$$p_{i1} = \frac{i_d(15)}{i_d(60)} \quad [-], \quad (2.3.1)$$

p_{i1} [-] je minutový polarizační index,

$i_d(15)$ [A] je dobíjecí proud v 15. sekundě,

$i_d(60)$ [A] je dobíjecí proud v 60. sekundě.

$$p_{i10} = \frac{i_d(60)}{i_d(600)} \quad [-], \quad (2.3.2)$$

p_{i10} [-] je desetiminutový polarizační index,

$i_d(60)$ [A] je dobíjecí proud v 60. sekundě,

$i_d(600)$ [A] je dobíjecí proud v 600. sekundě.

Polarizační indexy vypovídají o stavu dielektrického materiálu a jeho kvalitě. Jinými slovy podávají informaci o tom, zda je izolace navlhla nebo znečištěná či jaké množství volných nosičů náboje obsahuje. Kvalitní izolační materiály mívají minutový polarizační index v rozmezí 3 – 6. Zjišťování polarizačních indexů probíhá prakticky stejně jako měření vnitřní rezistivity, jelikož jak již bylo uvedeno dříve, polarizační indexy se také získávají výpočtem na základě absorpčních charakteristik. [8, 19, 20].

2.4 Elektrická pevnost

Elektrická pevnost je parametrem, který charakterizuje elektroizolační schopnost materiálu. Její hodnota se určuje z velikosti průrazného napětí [8, 19]:

$$E_p = \frac{U_p}{h} \text{ [kV}\cdot\text{mm}^{-1}\text{]}, \quad (2.4.1)$$

E_p [kV·mm⁻¹], představuje elektrickou pevnost,

U_p [V] je průrazné napětí,

h [mm] je tloušťka dielektrika.

Pokud vložíme dielektrikum do elektrického pole, jehož napětí překročí kritickou mez izolačního materiálu, narůstá koncentrace volných nosičů v dielektriku. Spolu s tím dochází k poklesu rezistivity a zhoršení izolačních schopností. Výsledkem těchto jevů je vznik vodivé cesty, která zapříčiní výboj – nastane průraz nebo přeskok. Přeskok můžeme sledovat v případě kapalných nebo plyných dielektrik [8, 19]. Tento jev s sebou nese trvalé degradační následky, jelikož tekutiny jsou po přeskoku schopné regenerace. Oproti tomu průraz pevných dielektrik představuje trvalou degeneraci materiálu. Elektrická pevnost materiálu je silně ovlivněna charakterem přiloženého napětí, které může být střídavé, stejnosměrné nebo impulzní. Obecně platí, že stejnosměrná elektrická pevnost bývá znatelně větší než střídavá [8, 19].

Existují tři typy průrazů pevných dielektrik: čistě elektrický průraz, tepelný průraz a elektrochemický průraz. V případě čistě elektrického průrazu není hodnota průrazného napětí závislá na teplotě či délce napěťového namáhání – elektrické pole je tak intenzivní, že způsobí rychlé zničení dielektrika [8, 19]. Čím je však elektrická pevnost ovlivněna je složení izolantu a homogenita elektrického pole.

V případě tepelného průrazu hraje roli teplota i doba namáhání dielektrika. Tento typ průrazu vzniká kvůli přílišnému zahřátí materiálu v důsledku dielektrických a Jouleových ztrát [8, 19].

Elektrochemický průraz většinou souvisí se stárnutím izolantů. Je spojen s dlouhodobým namáháním izolace, kdy postupně dochází ke zhoršování elektroizolačních vlastností a elektrické pevnosti v důsledku elektrochemických dějů ve struktuře materiálu. Samotný průraz má pak často formu tepelného průrazu [8, 19].

Způsoby měření elektrické pevnosti jsou definovány normami ČSN EN 60243 a ČSN EN 60156 [8, 19, 20]. Jednotlivé metody se liší dle typu materiálu a vzorku. Také elektrodová uspořádání se liší - jiná elektrodová upořádání budou použita, budeme – li měřit elektrickou

pevnost fólie, jiné uspořádání bude použito pro plošné izolanty, trubky, laky nebo kapalné izolanty. Pevná dielektrika mohou být zkoušena v prostředí, kde je okolí vzorku tvořeno vzduchem, nebo v oleji – transformátorovém či silikonovém. Olej je v tomto případě využíván k zabránění vzniku možných přeskoků [8, 19, 20].

2.5 Permittivita

Permittivitu lze vyjádřit jako schopnost materiálu se polarizovat. V rámci základního členění se dělí na absolutní ϵ_0 a relativní ϵ_r – celkovou permittivitu je pak možné vyjádřit jejich součinem [21]. Právě relativní permittivita, někdy také označována jako dielektrická konstanta, je považována za nejdůležitější charakteristickou veličinu izolačních materiálů. Pokud je dielektrikum vystaveno účinkům elektrostatického pole, hovoříme o statické relativní permittivitě ϵ_s . Ve střídavých polích však zavádíme ještě takzvanou komplexní permittivitu ϵ^* [8].

Absolutní permittivita neboli permittivita vakua se značí ϵ_0 a její hodnota je přibližně $8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$. Relativní permittivita ϵ_r se uvádí jako bezrozměrná veličina a je definována jako poměr kapacity kondenzátoru s reálným dielektrikem C a hodnoty kapacity bez reálného dielektrika C_0 - za dielektrikum je zde považováno vakuum. Pak tedy platí vztah [21]:

$$\epsilon_r = \frac{C}{C_0} \text{ [-]}. \quad (2.5.1)$$

Ve střídavých polích pak kromě toho zavádíme frekvenčně závislou komplexní relativní permittivitu $\epsilon^*(j\omega)$, kterou lze definovat [8, 22]:

$$\epsilon^*(j\omega) = \epsilon'(\omega) - j\epsilon''(\omega) \text{ [-]}, \quad (2.5.2)$$

kde

ϵ' [-] představuje reálnou část ϵ^* ,

ϵ'' [-] značí imaginární složku ϵ^*

Reálná složka komplexní permittivity představuje vlastní relativní permittivitu materiálu, zatímco imaginární složka představuje míru ztrát v daném dielektriku a je také označována jako tzv. ztrátové číslo. Ztráty v dielektriku jsou zapříčiněny namáháním způsobeným střídavým polem. [8, 22]

Poměr imaginární a reálné části komplexní permitivity nazýváme ztrátový činitel [8, 22]:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \cdot \omega \cdot \tau}{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty \cdot \omega^2 \cdot \tau^2} \quad [-], \quad (2.5.3)$$

kde

ε' [-]	představuje reálnou část ε^* ,
ε'' [-]	značí imaginární složku ε^* ,
ε_s [-]	je statická relativní permitivita
ε_∞ [-]	je optická relativní permitivita,
ω [$\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$]	představuje kmitočet,
τ [s]	označuje relaxační dobu.

Statická relativní permitivita v podstatě představuje vlastní relativní permitivitu v elektrostatickém poli. Optická relativní permitivita je teoretická hodnota permitivity pro „nekonečnou“ frekvenci. [8, 22]

Jak bylo uvedeno výše, permitivita má vypovídající schopnost o polarizovatelnosti dielektrika. Všeobecně platí, že čím nižší hodnota ε_r , tím je materiál méně polární. Vztah mezi permitivitou a polarizovatelností vyjadřuje vektor polarizace:

$$\mathbf{P} = n \cdot \boldsymbol{\mu} = \varepsilon_0 \cdot \mathbf{E}(\varepsilon_s - 1) \quad [-], \quad (2.5.4)$$

kde

\mathbf{P} [-]	značí vektor polarizace,
ε_0 [$\text{F} \cdot \text{m}^{-1}$]	je absolutní permitivita,
ε_s [-]	je statická permitivita,
\mathbf{E} [$\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$]	představuje intenzitu elektrického pole,
$\boldsymbol{\mu}$ [$\text{C} \cdot \text{m}$]	je indukovaný dipólový moment částice,
n [m^{-3}]	je koncentrace indukovaných dipólových momentů.

2.5.1 Cole – Cole diagram

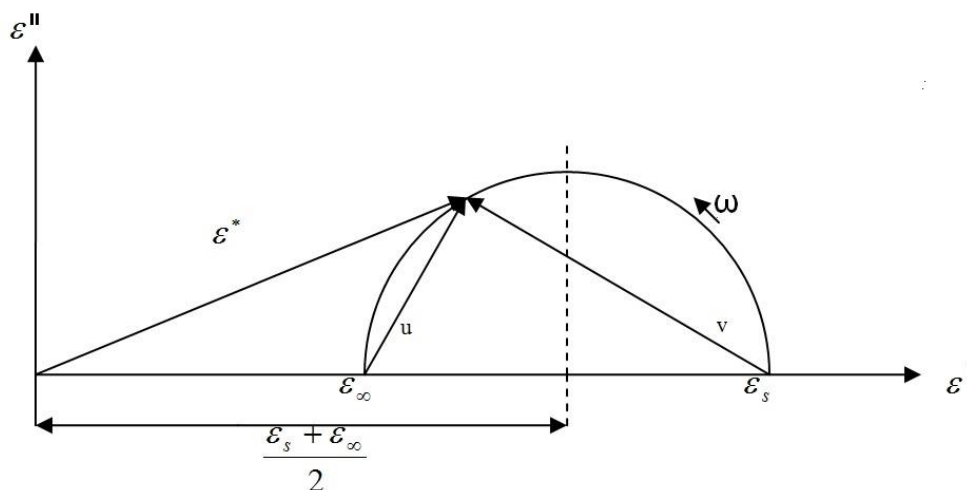
Američtí vědci, sourozenci Kenneth Stewart Cole a Robert Hugh Cole, při zkoumání dějů v dielektriku získali vztah, který vyjadřuje závislost imaginární části relativní komplexní permitivity na části reálné [8]:

$$\left(\varepsilon'(\omega) - \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2} \right)^2 + (\varepsilon''(\omega))^2 = \left(\frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2} \right)^2, \quad (2.5.5)$$

kde

ε' [-]	představuje reálnou část ε^* ,
ε'' [-]	značí imaginární složku ε^* ,
ε_s [-]	je statická relativní permitivita
ε_∞ [-]	je optická relativní permitivita,
ω [$rad \cdot s^{-1}$]	představuje kmitočet.

Grafickým znázorněním této rovnice je tzv. Cole - Cole diagram neboli půlkružnicový diagram v souřadném systému ε' a ε'' (viz obrázek níže). Tento graf je ideální, jelikož je sestaven na základě předpokladu pouze jednoho polarizačního mechanismu s jednou relaxační dobou, což reálně neodpovídá skutečnému stavu v reálném dielektriku. [8]



Obr. 2.3 Cole – Cole diagram (překresleno na základě [8, 23])

2.6 Dielektrické ztráty a ztrátový činitel

V elektrotechnické praxi hrají významnou roli také ztráty a ztrátový činitel příslušného

dielektrika. Na základě těchto parametrů lze rozhodnout, zda je konkrétní dielektrikum vhodné pro zamýšlenou aplikaci či nikoli. Dielektrické ztráty představují určité množství energie, které se v důsledku působení elektrické energie na dielektrikum přemění na energii jiného druhu – nejčastěji na energii tepelnou [8, 24]. Tímto způsobem však dochází k zahřívání izolačního materiálu. Proto je nezbytné vzniklé teplo odvádět, aby se dielektrikum nepřehřálo. V opačném případě může dojít k průrazu dielektrika a jeho zničení. [8, 24]

Mechanismus vzniku těchto ztrát se odlišuje dle druhu, struktury, chemické kompozice a skupenství dané látky. Výrazný vliv mají i vnější podmínky, tj. okolní prostředí izolantu. Dielektrické ztráty jsou tvořeny souhrnem několika dílčích typů ztrát [8, 24]. Nejvýznamnější z nich jsou vodivostní ztráty, které vznikají v důsledku samotného pohybu nosičů elektrického náboje – tedy v důsledku elektrické vodivosti dielektrika. Tyto ztráty vykazují všechny druhy izolačních materiálů. Dále se projevují tzv. polarizační ztráty. Ty vznikají následkem relaxační a migrační polarizace. U kapalin a pevných látek můžeme pozorovat také ztráty ionizační (ztráty částečnými výboji). Jedná se o ztráty vznikající jako důsledek výbojové činnosti v nehomogenitách dielektrika – například ve vzduchových bublinkách ve struktuře izolantu. Polarizační a ionizační ztráty jsou navíc teplotně a frekvenčně závislé. [8, 24]

Přítomnost ztrát v dielektriku můžeme sledovat při stejnosměrném i střídavém napětí. Ve stejnosměrném elektrickém poli v dielektriku dominují především ztráty vodivostní. Vyjadřujeme je jako Jouleovy ztráty, které jsou (jak je vidět z následující rovnice) přímo úměrné velikosti proudu [8]:

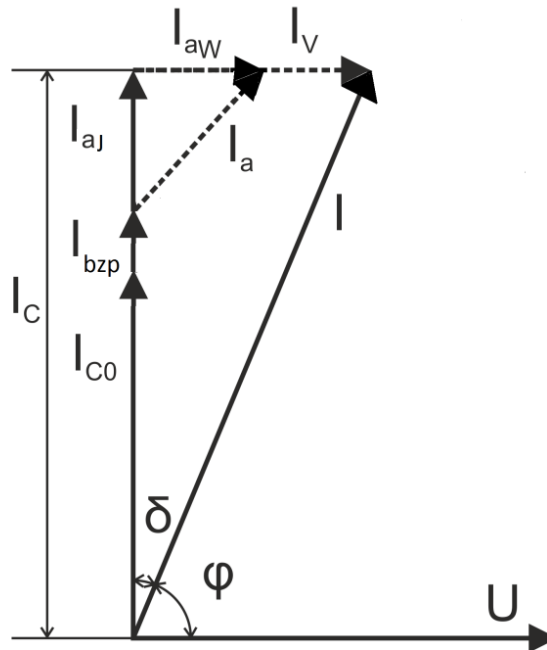
$$P_{zss} = R \cdot I^2 = \frac{U^2}{R} \quad [\text{W}], \quad (2. 6. 1)$$

kde

P_{zss} [W]	představuje ztrátový výkon v SS poli,
R [Ω]	značí izolační odpor materiálu,
U [V]	je přiložené stejnosměrné napětí,
I [A]	vyjadřuje ustálenou hodnotu proudu.

Střídavé napětí vyvolává v dielektriku zpravidla výraznější ztráty než napětí stejnosměrné. Ve střídavém elektrickém poli se totiž kromě vodivostních ztrát silně uplatňují i ztráty polarizační a ionizační. Při určování těchto ztrát je stěžejním parametrem také tzv. ztrátový činitel značený $\text{tg}\delta$ [8, 25]. Jak samo označení napovídá, jedná se o tangentu ztrátového úhlu δ , který vyjadřuje zpoždění časového průběhu elektrické indukce

za průběhem intenzity elektrického pole. Bližší znázornění této problematiky je zobrazeno níže na obrázku 3.4 [8, 24]. Jak je ze zobrazeného fázorového diagramu patrné, celkový proud procházející dielektrikem I_C má kapacitní charakter. Tento proud lze rozdělit do několika složek – I_{C0} , I_{bzp} a I_a . Proudem I_{C0} je nabíjena geometrická kapacita uspořádání, I_{bzp} přísluší rychlým bezztrátovým polarizacím, I_{aj} představuje jalovou složku absorpčního proudu, zatímco I_{aw} je činná (ztrátová) složka absorpčního proudu. Absorpční proud je adekvátní pomalým polarizacím. Fázor I_V představuje vodivostní proud. [8, 24]



Obr. 2.4 Fázorový diagram proudů kondenzátoru s dielektrickými ztrátami (překresleno [8])

Předpokládáme, že přiložené napětí má sinusový průběh. Kdyby bylo dielektrikum bezztrátové, proud by předbíhal napětí o úhel $\varphi = 90^\circ$. Díky ztrátám se však tento úhel zmenší o ztrátový úhel δ . Na základě těchto poznatků můžeme vyjádřit vztahy pro ztrátový výkon ve střídavém elektrickém poli [8]:

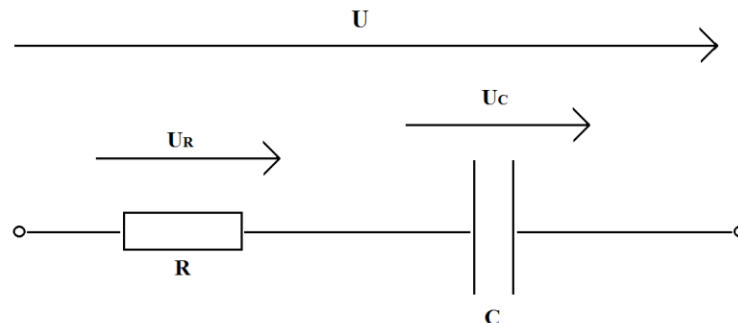
$$P_{zst} = U \cdot I \cdot \cos \varphi = U \cdot I \cdot \sin \delta = U \cdot I_C \cdot \operatorname{tg} \delta \quad [\text{W}], \quad (2.6.2)$$

kde

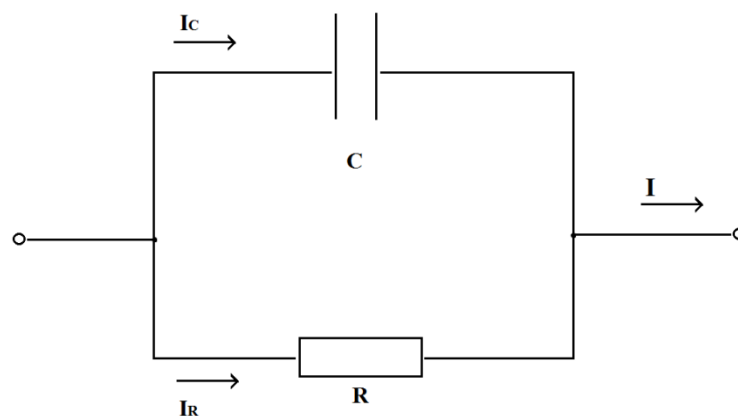
P_{zst} [W]	představuje ztrátový výkon ve ST poli,
U [V]	je přiložené střídavé napětí,
I [A]	vyjadřuje hodnotu proudu procházejícího dielektrikem,
I_C [A]	značí proud dielektrikem bez vlivu ztrát,
φ [°]	je fázový posun mezi proudem a napětím,
δ [°]	představuje ztrátový úhel.

Chování dielektrika ve střídavém poli může být zároveň vyjádřeno pomocí

ekvivalentních náhradních obvodů [8, 25]. Jedná se o paralelní nebo sériové spojení kapacitoru s ideálním dielektrikem a rezistoru. Tato modelová zapojení jsou zobrazena na obrázcích níže.



Obr. 2.5 Sériový náhradní obvod (překresleno na základě [8])



Obr. 2.6 Paralelní náhradní obvod (překresleno na základě [8, 25])

Sériový ekvivalentní náhradní obvod je vhodný pro modelování ztrát způsobených především odporem přívodů – samotný izolační materiál nevykazuje téměř žádné dielektrické ztráty. Při užití sériového obvodu platí následující vztahy pro určení ztrátového činitele (rovnice 2. 6. 3) a ztrátového výkonu (rovnice 2. 6. 4) [8]:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{U_R}{U_C} [-], \quad (2. 6. 3)$$

kde
 $\operatorname{tg} \delta [-]$ je ztrátový činitel,
 $U_R [V]$ značí napětí na rezistoru,
 $U_C [V]$ je napětí na kapacitoru.

$$P_{zst} = \frac{C \cdot U^2 \cdot \operatorname{tg} \delta}{1 + \operatorname{tg}^2 \delta} \text{ [W]}, \quad (2. 6. 4)$$

kde

P_{zst} [W]	představuje ztrátový výkon ve ST poli,
$\operatorname{tg} \delta$ [-]	je ztrátový činitel,
U [V]	je přiložené napětí,
C [F]	představuje kapacitu kondenzátoru,
ω [$\operatorname{rad} \cdot \operatorname{s}^{-1}$]	je úhlová rychlost.

V případě užití paralelního náhradního schématu se vztah pro výpočet ztrátového výkonu změní dle rovnice uvedené níže (2. 6. 6). Paralelní ekvivalentní obvod je vhodný pro dielektrické ztráty způsobené výhradně elektrickou vodivostí izolačního materiálu [8, 25].

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{I_R}{I_C} \text{ [-]}, \quad (2. 6. 5)$$

kde

$\operatorname{tg} \delta$ [-]	je ztrátový činitel,
I_R [A]	značí proud potékající rezistorem,
I_C [A]	je proud protékající kondenzátorem.

$$P_{zst} = \omega \cdot C \cdot U^2 \cdot \operatorname{tg} \delta \text{ [W]}, \quad (2. 6. 6)$$

kde

P_{zst} [W]	představuje ztrátový výkon ve ST poli,
$\operatorname{tg} \delta$ [-]	je ztrátový činitel,
U [V]	je přiložené napětí,
C [F]	představuje kapacitu kondenzátoru,
ω [$\operatorname{rad} \cdot \operatorname{s}^{-1}$]	je úhlová rychlost.

Jak již bylo zmíněno v předešlé části textu, ztrátový činitel je velmi důležitým parametrem dielektrických materiálů [25]. Umožňuje rychlé zhodnocení izolačních vlastností daného dielektrika. Obecně platí, že dielektrika s $\operatorname{tg} \delta < 10^{-3}$ jsou kvalitními izolanty, zatímco materiály s $\operatorname{tg} \delta > 10^{-2}$ nedosahují takových izolačních vlastností, aby mohly být považované za dobré izolanty [8, 24]. Ztrátový činitel je však ovlivňován změnami frekvence a teploty. Jak roste frekvence, stoupá i hodnota dielektrických ztrát až do chvíle, kdy dipólové molekuly nezvládnou sledovat rychlost změny elektrického pole, a velikost ztrátového výkonu se ustálí. Ztrátový činitel však začne v okamžiku ustálení ztrátového výkonu klesat. [8, 24, 25]

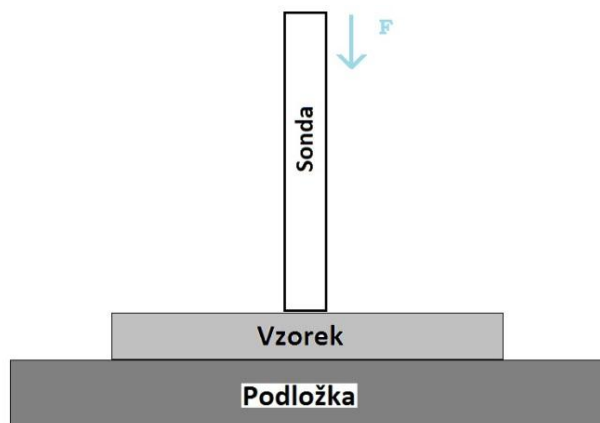
Způsoby měření ztrátového činitele jsou mimo jiné definovány normou ČSN IEC 250. Pro měření při nižších frekvencích jsou vhodné můstkové metody. Mezi nejběžnější patří měření pomocí Scheringova můstku, T-můstku nebo čtyřkapacitního můstku. V dnešní době bývají tyto metody často zajišťovány automatickými můstky, které umožňují přesnější měření

[8, 19]. Pro vysoké frekvence (frekvenční pásmo 10 kHz – stovky MHz) jsou vhodné rezonanční metody měření ztrátového činitele. Tento způsob měření je založen na principu porovnání kvality rezonančního obvodu s a bez zkoumaného vzorku - často pomocí Q-metru [8, 19].

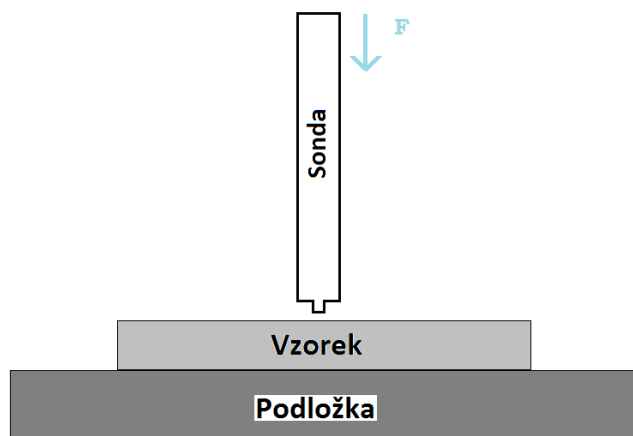
2.7 Teplota skelného přechodu

Dalším významným parametrem dielektrických materiálů je teplota skelného přechodu, která je běžně značena symbolem T_g . Hodnota T_g je specifická pro konkrétní druh materiálu a označuje teplotní oblast, v níž dochází k prudké změně materiálových vlastností dané látky. Jedná se o přechod z pevného sklovitého stavu na kaučukovitý [8, 19, 26, 27]. To je zároveň doprovázeno změnou teplotní délkové roztažnosti látky a některých elektrických vlastností jako permitivita nebo elektrická pevnost [8, 19, 26]. V okruhu plastických látek se tento jev vyskytuje u amorfních a polykrystalických polymerů, jak již bylo zmíněno v druhé kapitole. Právě pro plasty je hodnota teploty skelného přechodu velmi důležitá. Nejen, že podává informace o konkrétním materiálu, ale vypovídá také o jeho tepelné historii – způsobu zpracování, kvalitě vytvrzení nebo tepelném stárnutí. Především však limituje provozní a skladovací rozsahy teplot materiálu. [8, 19, 26, 27, 28]

Existuje několik způsobů, jak zjistit hodnotu T_g daného materiálu. Za jednu z nejpřesnějších metod je však považována tzv. TMA – termomechanická analýza. TMA je založena na společném působení tepelného a mechanického namáhání zkoumaného vzorku [8, 19, 26, 28]. V případě termomechanické analýzy je mechanické namáhání uskutečněno neoscilující zatěžovací silou (narozdíl od dynamické mechanické analýzy - DMA). V průběhu analýzy jsou měřeny změny rozměrů vzorku a tím i změny tepelné roztažnosti. TMA nám tak umožňuje zjistit teplotu skelného přechodu, lineární koeficienty tepelné roztažnosti, teplotu tavení, viskozitu nebo moduly pružnosti [19, 26]. Základní způsoby měření jsou znázorněny na obrázcích níže – jedná se o termomechanickou analýzu realizovanou pomocí expanzní a penetrační sondy. Měřicí sondy jsou vybírány dle zkoumaného materiálu, velikosti vzorku a parametrů, které chceme analýzou získat. Mezi další sondy patří například dilatometrická a hemisférická sonda nebo sonda pro tříbodový ohyb [19, 26].



Obr. 2.7 TMA – expanzní sonda (překresleno na základě [8, 19])



Obr. 2.8 TMA – penetrační sonda (překresleno na základě [19, 26])

Další možnost jak zjistit hodnotu T_g poskytuje diferenční kompenzační kalorimetrie (někdy také překládáno jako diferenční skenovací kalorimetrie na základě původního anglického názvu Differential Scanning Calorimetry) – zkráceně DSC [1, 19, 28]. Tato metoda umožňuje určit nejen teplotu skelného přechodu, ale také teplotu tavení nebo vhodný vytvrzovací režim. Zároveň může sloužit k analýze polymerů, analýze oxidační stability či zkoumání tepelné historie vzorků. DSC pracuje na základě porovnání zkoumaného materiálu s referenční látkou. V principu sleduje rozdíl energie vstupující do zkoumaného vzorku a referenční látky jako teplotní funkci v rámci předem nadefinovaného teplotního režimu [19]. V praxi to znamená, že DSC měří elektrický příkon nutný pro zajištění izotermních podmínek.

Obecně platí, že materiály s vyšší hodnotou teploty skelného přechodu jsou pro využití v praxi výhodnější [8]. Polymery však vykazují širokou škálu teplot, v nichž se T_g nachází. Některé polymery mají hodnotu T_g dokonce hluboko pod bodem mrazu

(např. T_g polybutadienu odpovídá hodnotě -86 °C), jiné přesahují 150 °C (např. polykarbonát nebo epoxidové pryskyřice) [19]. Ovšem jak již bylo zmíněno, hodnota T_g je ovlivněna teplotní historií materiálu. Pokud tentýž materiál opakovaně ohříváme, budeme u něj pozorovat změnu hodnoty teploty skelného přechodu. Stejně tak se projevuje vliv tepelného stárnutí materiálu [19, 26].

3 Zajištění komponentů pro experiment

Před samotným měřením dielektrických parametrů UV tvrditelných reaktoplastických pryskyřic bylo nutné zajistit veškeré nezbytné komponenty – od samotné pryskyřice, přes zdroj ultrafialového záření až po formu, v níž byly testovací vzorky vytvrzovány.

3.1 Výběr vhodné pryskyřice

Pryskyřici pro výrobu testovacích vzorků dodala firma 5M. Jedná se o UV tvrditelný akrylát bez blíže specifikovaného chemického složení – to patří mezi obchodní tajemství společnosti. Známe je pouze označení pryskyřice Letoxit LA029. Optimální vlnová délka UV záření k vytvrzení akrylátu se pohybuje okolo 370 nm.

Společnost 5M s. r. o. se specializuje na výrobu a vývoj kompozitních materiálů. S tím souvisí její působení v oblasti vývoje epoxidových pryskyřice, lepidel, semipregů nebo kompozitních profilů. Přesná specifikace firmy je uvedena níže [29]:

Název: 5M

Forma: Společnost s ručením omezeným

Sídlo: Na Záhonech 1177

686 04 Kunovice

Česká Republika

IČO: 46969250

3.2 Výběr vhodného UV zdroje

Na trhu je dnes celá řada nejrůznějších zdrojů UV záření. Pro účely tvrzení testovacích vzorků však bylo nutné vybrat správný zdroj s optimálním výkonem, adekvátní vlnovou délkou, vhodnými rozměry a přijatelnou cenou.

Požadované parametry UV zdroje:

- Vlnová délka v rozmezí 365 nm – 375 nm
- Nutnost osvítit vzorek o rozměrech 10 mm x 10 mm
- Minimální rozptyl světla do širšího okolí
- Přijatelná cena
- Vhodné rozměry zařízení – masivnost zařízení nežádoucí
- Optimální výkon – alespoň 36 W

Po důkladném prozkoumání trhu se nabízelo několik variant pro výběr UV zdroje. Jednou z možností bylo užití UV lampy se zrcadlovou komorou, která však poskytuje výkon pouze 36 W. Jako další možný zdroj UV záření se nabízely germicidní lampy, jež se běžně užívají k dezinfekci a sterilizaci předmětů nebo prostor. Tyto zdroje ale neposkytují vhodnou vlnovou délku záření (využívaná vlnová délka 250 nm – 280 nm). Na trhu lze najít samozřejmě i profesionální UV vytvrzovací systémy, jejich cenové rozpětí ale dosahuje vysoko nad rámec přijatelné ceny. Nakonec byla zvolena trubicová UV zářivka s výkonem 40 W a ochranným krytem, který zabraňuje rozptylu záření do okolí, a zároveň tak i poskytuje ochranu pro obsluhu zařízení.

3.3 Výběr vhodného separátoru

Aby bylo možné testovací vzorky vytvrzovat v navržené vytvrzovací formě, bylo nezbytné užit v průběhu tvrzení vhodný separátor, jehož úkolem je zabezpečit konzistentnost vytvrzované akrylátové destičky a umožnit její vyjmutí z formy po ukončení vytvrzovacího procesu. Jinými slovy úkolem separátoru je zajistit, aby nedošlo ke spojení akrylátu s komponenty vytvrzovací formy.

Nutnou podmínkou užití separátoru je zamezit jeho možnému zabudování do vytvrzovaného vzorku – separátor nesmí ovlivnit chemické složení akrylátu ani jeho další vlastnosti. Právě tato skutečnost byla hlavním kritériem pro výběr vhodného separátoru. Dalšími parametry byly cena, dostupnost a druh a objem balení. Důležité bylo uvažovat také o obsahu silikonů v separátoru – silikony pak totiž mohou mít vliv na další povrchové úpravy vytvrzených vzorků.

Na základě komunikace s potenciálními dodavateli bylo dle hlavního kritéria vybráno hned několik vhodných separátorů. Pro náš konkrétní případ většina dodavatelů doporučila spíše produkty bez obsahu silikonů. Po zvážení všech požadovaných parametrů byl nakonec zvolen separátor dodaný společností ELCHEMCo s. r. o., a sice sprej Ambersil Formula 10.

Níže uvedená tabulka představuje výběr potenciálně vhodných separátorů, které by bylo možné použít k separaci epoxidů, polyesterů, polyuretanů či termosetů a dalších podobných látek.

Tab. 3.1 Parametry potenciálně vhodných separátorů

Separátor	Cena (s DPH)	Velikost balení	Neovlivnění tvrděného akrylátu	Obsah silikonů
Formula 10	187 Kč	400 ml	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Formula One	180 Kč	400 ml	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
PUR 400	215 Kč	500 ml	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
PUR 300	9 996 Kč	25 000 ml	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
RST Resin Stop	520 Kč	250 ml	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Ease Release	595 Kč	340 ml	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Frekote 770	1 169 Kč	1 000 ml	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

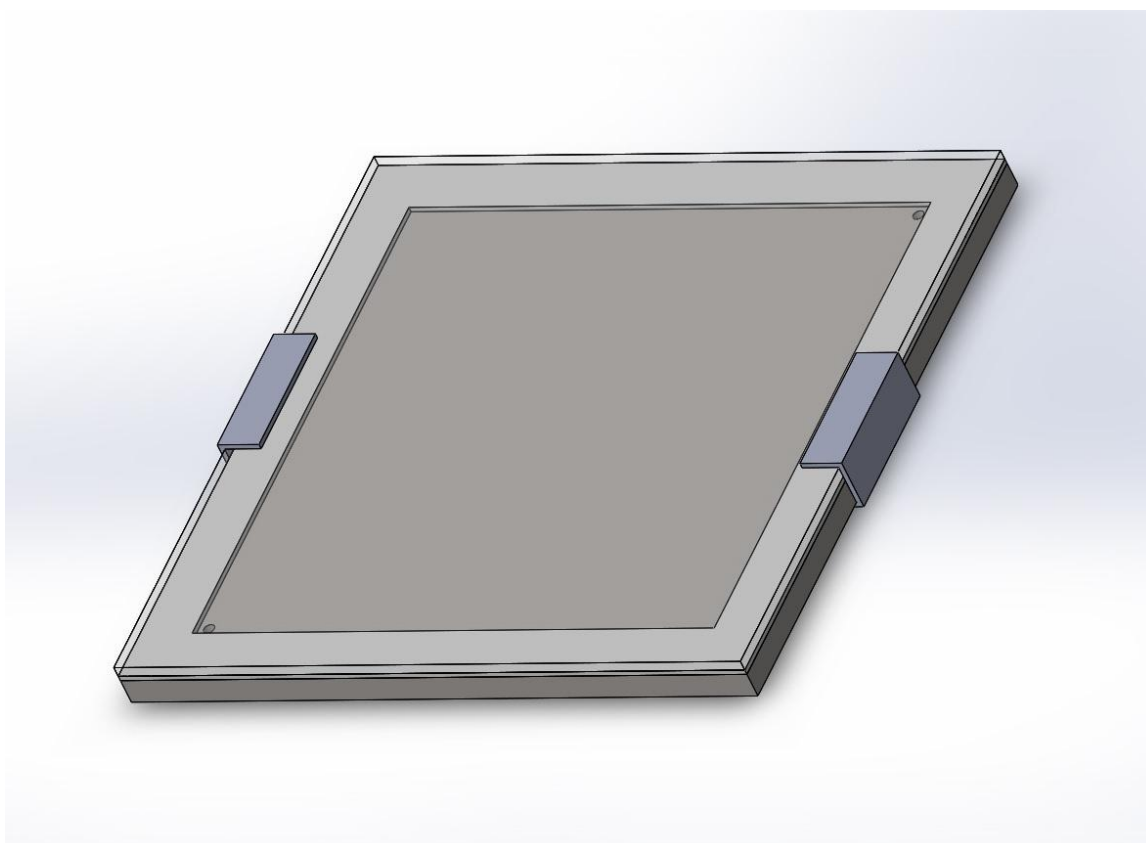
souhlasí nesouhlasí informace výrobcem neposkytnuta

3.4 Návrh formy pro vytvrzování vzorků

Navržená forma pro vytvrzení vzorků na dielektrické zkoušky je složena ze tří hlavních komponentů. Základem je kovová deska se dvěma vyvrtanými otvory určenými ke vstříkání pryskyřice do formy. Tyto otvory pak musejí být v průběhu tvrdění utěsněny vhodnými ucpávkami. Další důležitou součástí formy je rámeček vyrobený ze silikonové pryže, jehož rozměry určují podobu samotného vzorku, který musí splňovat požadavky definované normou ČSN IEC 93 (346460). Výsledná destička má vzhledem k rozměrům použitého elektrodového systému rozměry 10 mm x 10 mm x 1 mm. Svrchní část formy je tvořena tenkou destičkou z křemenného skla, které umožňuje průchod UV záření k pryskyřici, ale zároveň zajišťuje ochranu před vztlínáním tekuté pryskyřice a tím pádem před deformací vzorku. Po jednání s potencionálními dodavateli byla nakonec zvolena společnost PeTra Turnov, která skleněnou desku vyrobila a dodala. Všechny komponenty pak drží pohromadě svorky nasazené na okrajích formy. Fotografie a vytvořený model formy je možné shlédnout níže, její detailní technický výkres je zahrnut v příloze.



Obr 3.1 Forma na vytvrzování - fotografie



Obr. 3.2 Forma na vytvrzování – model SolidWorks

3.5 Výroba vzorků

Před uskutečněním dielektrických zkoušek bylo nejprve nutné vyrobit testovací vzorky z tekuté pryskyřice dodané firmou 5M. Samotné výrobě testovacích destiček předcházelo vytvoření „cvičných“ destiček, které sloužily k optimalizaci výroby vzorků. Na základě prvních poznatků byla při výrobě testovacích destiček využita tepelná stabilizace pryskyřice, aby nedocházelo k jejímu zahřívání v důsledku okolních vlivů – zejména okolní teploty.

Celá forma byla nejprve očištěna lihem a následně vystříkaná sprejovým separátorem. Požadované množství zkoumané pryskyřice bylo nejdříve nabráno do injekční stříkačky a poté aplikováno do navržené vytvrzovací formy vstříknutím skrze vyvrtané otvory. Během vstříkávání pryskyřice bylo třeba dbát na to, aby ve vzorku nevznikaly bublinky či jiné nehomogenity. Po aplikaci tekutého reaktoplastu byly vyvrtané otvory utěsněny pomocí ucpávek a forma byla ozářena zdrojem UV záření o výkonu 40 W. Vzorky byly vystaveny UV záření po dobu 80 sekund. Po uplynutí této doby byly destičky již vytvrzeny a připraveny k dielektrickým zkouškám. Před každým vytvrzováním byla forma opět vyčištěna lihem a ošetřena separátorem.



Obr. 3.3 Vytvrzený testovací vzorek

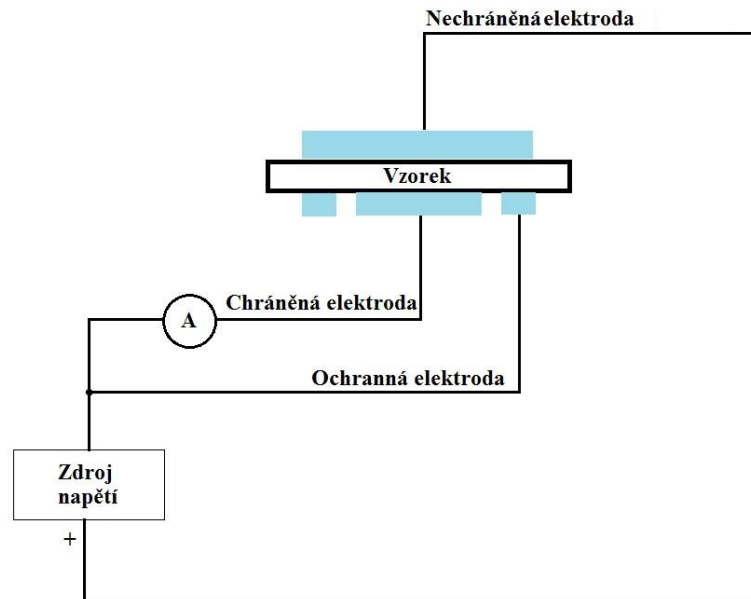
4 Analýza dielektrických parametrů UV tvrditelného akrylátu společnosti 5M

Poté, co byly zajištěny všechny potřebné komponenty (viz předešlá kapitola), bylo možné zkoumat dielektrické vlastnosti reaktoplastické pryskyřice od společnosti 5M. Vytvrzené a očištěné destičky byly vystaveny několika dielektrickým zkouškám. V první řadě byla měřena rezistivita vzorků, následně se zkoumala permitivita a její frekvenční a teplotní závislost, teplota skelného přechodu byla určena na základě DSC a na závěr proběhla zkouška elektrické pevnosti analyzovaných vzorků. Na základě výsledků těchto zkoušek pak bylo možné zhodnotit potenciál zkoumaného UV tvrditelného akrylátu pro využití v elektrotechnické praxi coby izolačního materiálu.

4.1 Vnitřní rezistivita a polarizační indexy UV tvrditelného akrylátu

Jak již bylo zmíněno v předcházejících kapitolách, rezistivita materiálu a jeho polarizační indexy patří mezi nejvýznamější dielektrické parametry. Poháňají nám při zhodnocení izolačních vlastností a kvalit dielektrika. Příslušné zkoušky a zkušební metody jsou definovány v normách ČSN IEC 93 a ČSN IEC 167. V souladu s těmito normami byla vnitřní rezistivita zjišťována na základě absorpčních charakteristik.

S využitím principu voltampérové metody byl měřen průběh elektrického proudu při stejnosměrném testovacím napětí o velikosti 500 V. Na základě naměřených hodnot byl určen izolační odpor, z něhož byla vypočtena vnitřní rezistivita. Konkrétní způsob výpočtu byl stanoven dle uspořádání použitého měřicího elektrodového systému, do kterého byl zkoumaný vzorek vložen. Před samotným měřením musela být měřená destička nejprve vybita, aby nedošlo ke zkreslení absorpční charakteristiky. Ze stejného důvodu bylo nezbytné, aby měřicí obvody byly pečlivě stíněny a uzemněny. Jejich zapojení je principiálně znázorněno na obrázku níže (Obr. 4.1) a zobrazeno na fotografii (Obr. 4.2). Celkový zkušební cyklus tedy zahrnoval vybíjení vzorku po dobu 600 sekund, následné měření absorpce po dobu 6000 sekund a na závěr 60 sekundovou resorpci. Celý postup byl zopakován desetkrát – pro celkem 10 testovacích destiček. Polarizační indexy (p_{i1} , p_{i10}) byly určeny výpočtem na základě absorpčních charakteristik. Všechny výpočty a vypočtené hodnoty jsou uvedeny v další části této kapitoly.



Obr. 4.1 Měřicí systém pro měření absorpčních charakteristik – schéma (překresleno [18, 30])



Obr. 4.2 Použitý měřicí systém pro měření absorpčních charakteristik

Následující tabulky uvádějí parametry prostředí v době, kdy bylo prováděno měření absorpčních charakteristik, a také seznam použitých měřicích přístrojů, pomůcek a zařízení.

Tab. 4.1 Parametry prostředí během měření

Parametr prostředí	Hodnota parametru
Teplota [°C]	22
Vlhkost [%]	58
Tlak [kPa]	98,5

Tab. 4.2 Použité přístroje a pomůcky

Přístroj	Typ	Evidenční číslo
Elektrometr	Keithley 6517A	-
Elektrodotový systém	Keithley 8009	22446
Mikrometr	-	-

V následující části textu jsou uvedeny rovnice, na základě kterých byly vypočteny požadované parametry, spolu s konkrétním výpočtem pro jeden vzorek. Hodnoty všech parametrů jsou shrnuty v tabulce níže. Způsob výpočtu vnitřní rezistivity vzorků je definován použitým elektrodotovým systémem, především jeho geometrií, a vychází z rovnice uvedené v manuálu [30]:

$$\rho_v = \frac{22,9 \cdot U}{h \cdot I} [\Omega \cdot \text{cm}], \quad (4.1.1)$$

kde

ρ_v [$\Omega \cdot \text{cm}$] je vnitřní rezistivita,
 U [V] je přiložené napětí,
 I [A] značí ustálenou hodnotu proudu,
 h [cm] je průměrná tloušťka vzorku.

$$\rho_v = \frac{22,9 \cdot 500}{0,09625 \cdot 3,25 \cdot 10^{-12}} = 3,66 \cdot 10^{16} [\Omega \cdot \text{cm}], \quad (4.1.2)$$

Průměrná tloušťka vzorků byla určena z opakovaného měření a následného výpočtu průměrné hodnoty. Změřené tloušťky a vypočtené hodnoty jsou uvedeny v tabulce v příloze (příloha P. 2). Kromě vnitřní rezistivity byly určeny také hodnoty polarizačních indexů. Rovnice pro jejich určení byly již zmíněny v kapitole 2.

$$p_{i1} = \frac{i_d(15)}{i_d(60)} \quad [-], \quad (4.1.3)$$

$$p_{i1} = \frac{1,4 \cdot 10^{-10}}{4,8 \cdot 10^{-11}} = 2,9 \quad [-], \quad (4.1.4)$$

$$p_{i10} = \frac{i_d(60)}{i_d(600)} \quad [-], \quad (4.1.5)$$

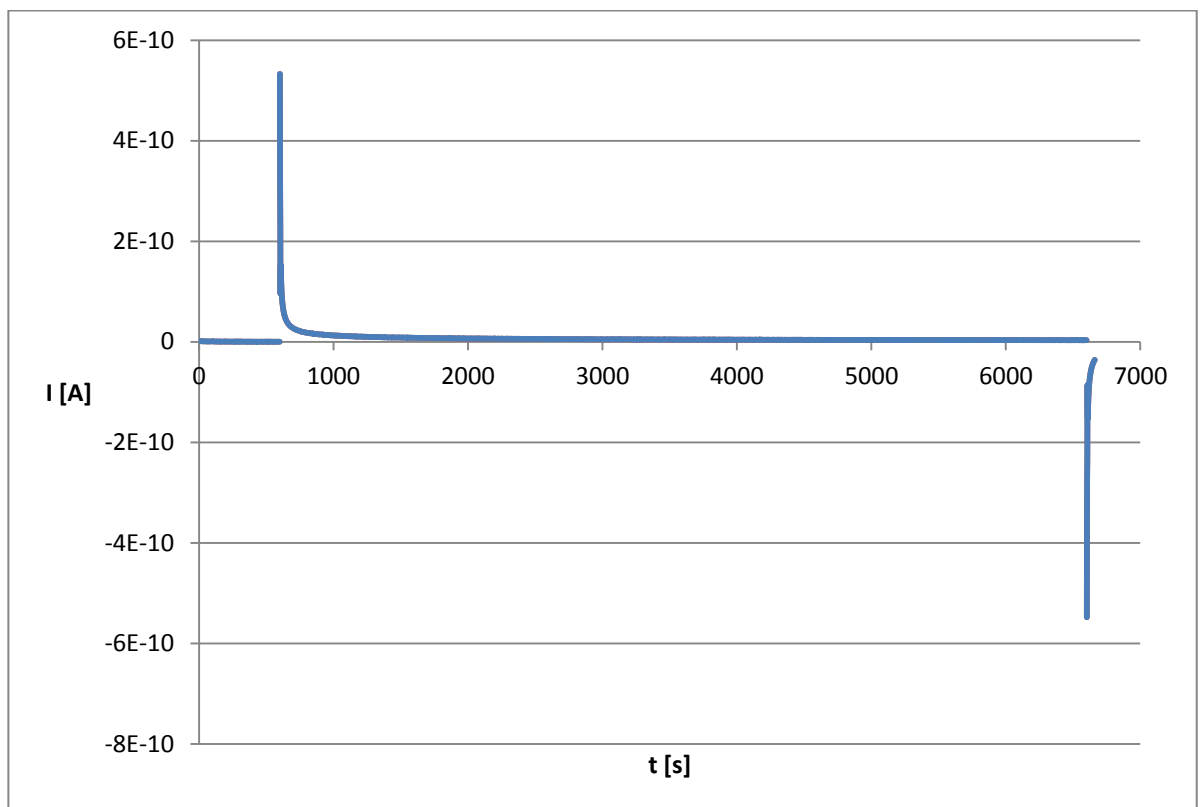
$$p_{i10} = \frac{4,8 \cdot 10^{-11}}{1,1 \cdot 10^{-11}} = 4,34 \quad [-], \quad (4.1.6)$$

Následující tabulka je shrnutím vypočtených hodnot, které byly získány na základě hodnot naměřených dle vztahů uvedených výše. Výchozí vztahy pro výpočet statistických parametrů jako směrodatná odchylka (s) a variační koeficient (V) jsou uvedeny v příloze (příloha P. 3).

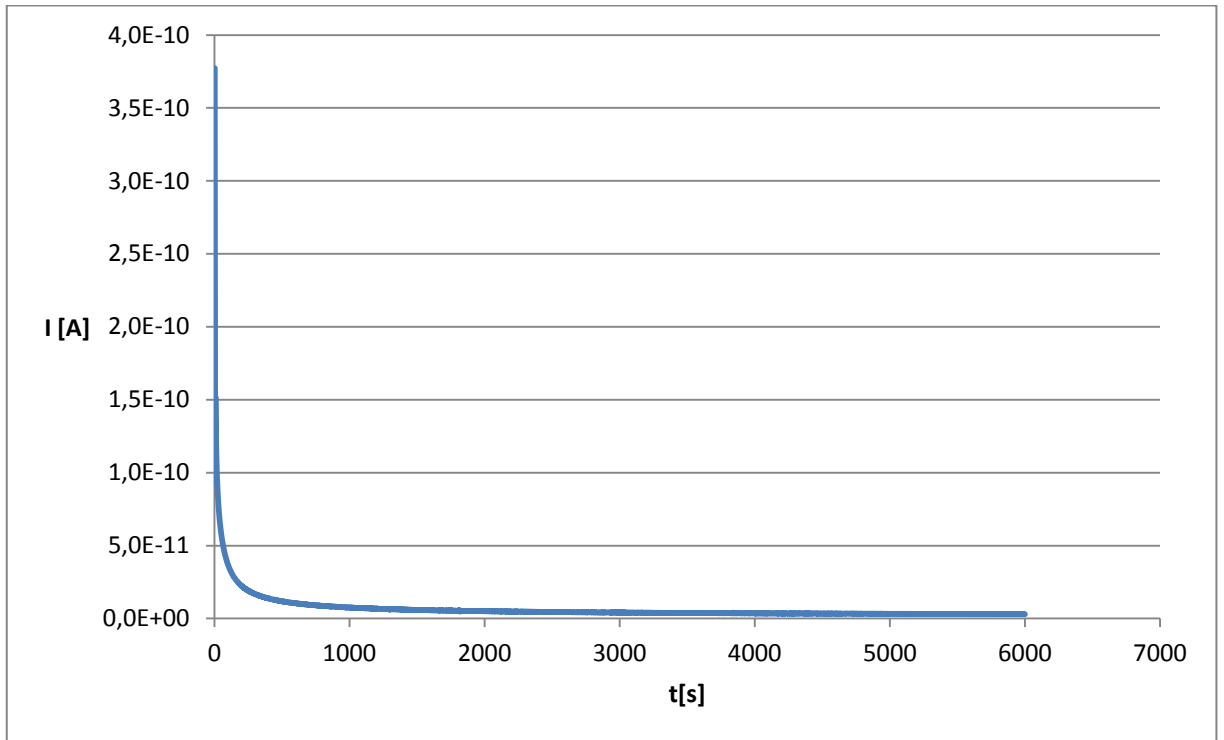
Tab. 4.3 Vypočtené parametry

Vzorky	ρ_v [$\Omega \cdot \text{cm}$]	ρ_v [$\Omega \cdot \text{m}$]	pi_1 [-]	pi_{10} [-]
1	$4,41 \cdot 10^{16}$	$4,41 \cdot 10^{14}$	2,72	3,81
2	$5,01 \cdot 10^{16}$	$5,01 \cdot 10^{14}$	2,60	4,37
3	$3,45 \cdot 10^{16}$	$3,45 \cdot 10^{14}$	2,43	3,49
4	$2,12 \cdot 10^{16}$	$2,12 \cdot 10^{14}$	2,51	3,79
5	$3,35 \cdot 10^{16}$	$3,35 \cdot 10^{14}$	2,82	4,21
6	$3,17 \cdot 10^{16}$	$3,17 \cdot 10^{14}$	2,14	5,39
7	$4,02 \cdot 10^{16}$	$4,02 \cdot 10^{14}$	2,00	4,88
8	$4,17 \cdot 10^{16}$	$4,17 \cdot 10^{14}$	1,92	4,34
9	$4,80 \cdot 10^{16}$	$4,80 \cdot 10^{14}$	2,22	5,49
10	$3,66 \cdot 10^{16}$	$3,66 \cdot 10^{14}$	2,90	4,34
průměr	$3,82 \cdot 10^{16}$	$3,82 \cdot 10^{14}$	2,43	4,41
s	$8,55 \cdot 10^{15}$	$8,55 \cdot 10^{13}$	0,34	0,67
V [%]	22,40	22,40	14,18	15,09

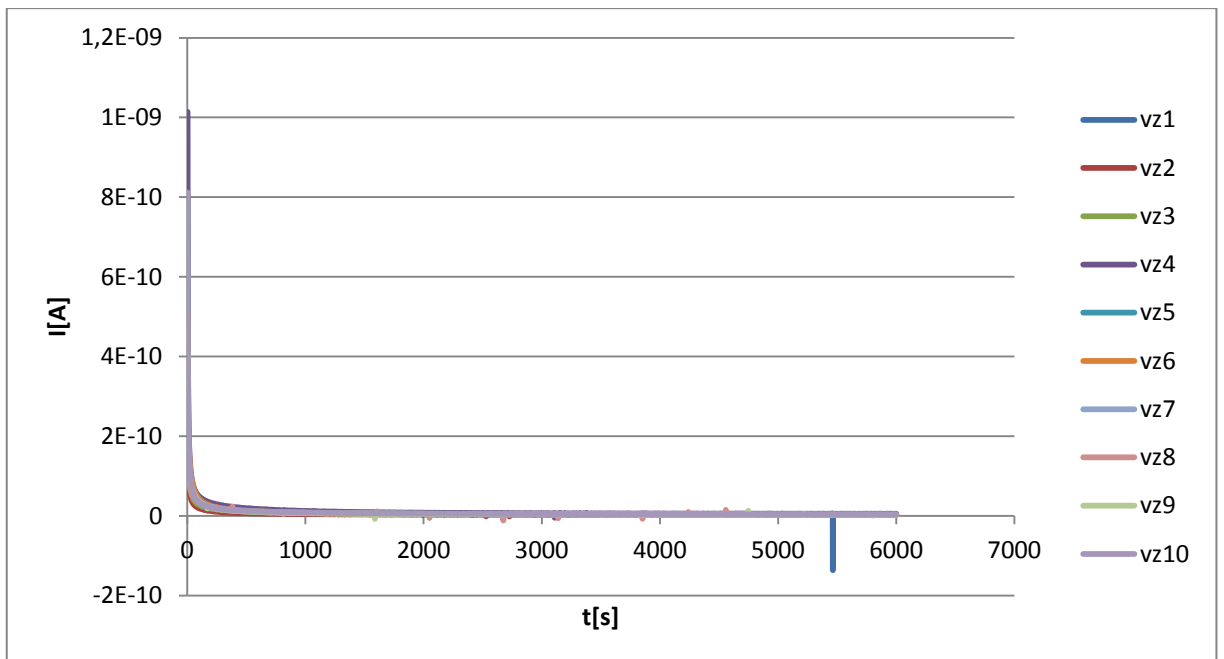
Grafy zobrazené níže znázorňují sledovanou závislost proudu procházejícího dielektrikem na čase – neboli absorpční charakteristiky. Obrázek 4. 3 zobrazuje kompletní absorpční a resorpční charakteristiku jednoho ze zkoumaných vzorků. Na dalších grafu můžeme pozorovat detailněji průběh absorpce. Grafy na Obr. 4. 5 a 4. 6 pak představují souhrn absorpčních charakteristik všech deseti testovaných vzorků. Jednotlivé průběhy proudu všech zkoumaných vzorků jsou k nahlédnutí v příloze.



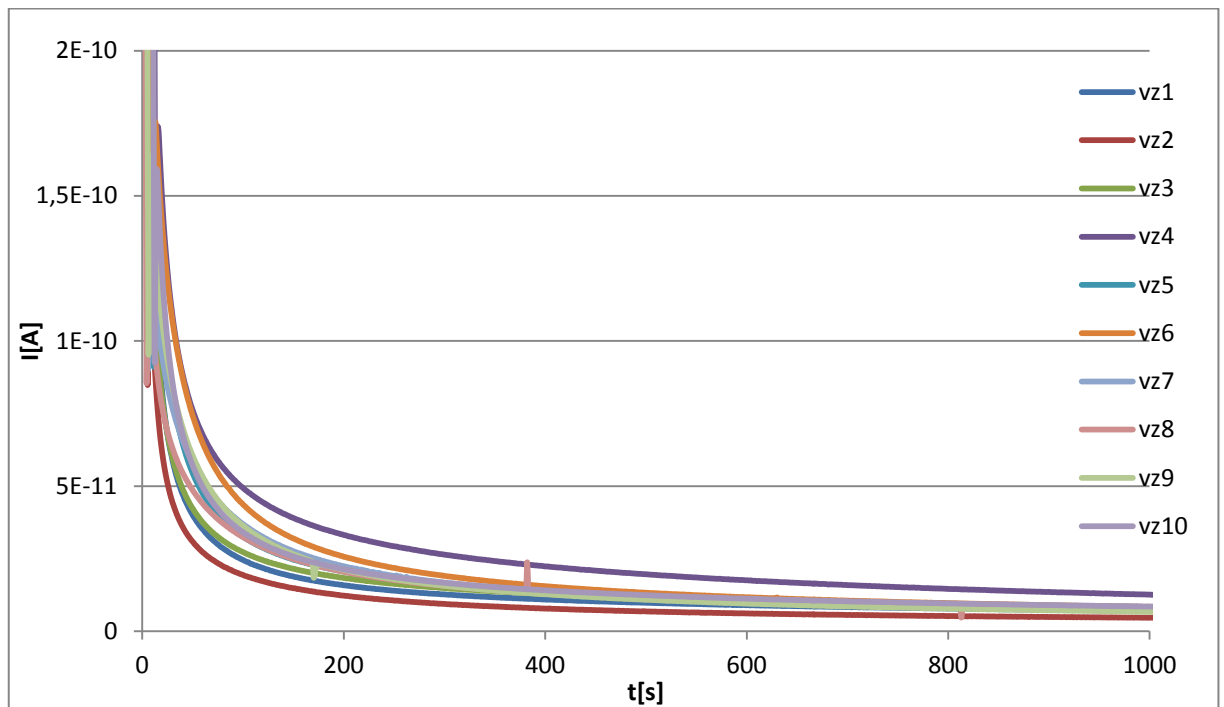
Obr. 4.3 Kompletní absorpční a resorpční charakteristika vzorku 4



Obr. 4.4 Absorpční charakteristika vzorku 7



Obr. 4.5 Absorpční charakteristiky všech vzorků



Obr. 4.6 Absorpční charakteristiky všech vzorků – detailní pohled

Výsledky měření nám ukazují, že zkoumaná pryskyřice vykazuje uspokojivé hodnoty vnitřní rezistivity. Průměrná hodnota rezistivity odpovídá hodnotě $3,82 \cdot 10^{16}$ [$\Omega \cdot \text{cm}$], což odpovídá $3,82 \cdot 10^{14}$ [$\Omega \cdot \text{m}$]. Pro srovnání, epoxidová pryskyřice plněná minerálními plnivými má hodnotu vnitřní rezistivity o dva řády nižší - v řádu 10^{14} [$\Omega \cdot \text{cm}$] [6], podobných hodnot dosahuje i fenolformaldehydová pryskyřice, čistá lici polyesterová pryskyřice dosahuje hodnot o řád vyšší, tj. 10^{15} [$\Omega \cdot \text{cm}$] [24]. U izolačních materiálů užívaných v elektrických strojích jako například Kapton můžeme sledovat o řád vyšší hodnoty vnitřní rezistivity, než jaké vykazují testované vzorky [8]. Nejvyšší naměřená hodnota vnitřní rezistivity byla $5,66 \cdot 10^{16}$ [$\Omega \cdot \text{cm}$], nejnižší hodnota $2,12 \cdot 10^{16}$ [$\Omega \cdot \text{cm}$]. Naměřené (i dopočtené) hodnoty odpovídají normálnímu rozdělení. Všechny zjištěné hodnoty také splňují podmínku na izolační materiály, tedy že jejich hodnota konduktivity (neboli obrácená hodnota rezistivity) musí být menší než 10^{-9} [$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$]. Pokud vezmeme v úvahu průměrnou hodnotu rezistivity $3,82 \cdot 10^{14}$ [$\Omega \cdot \text{m}$], pak průměrná hodnota konduktivity $\sigma = 2,63 \cdot 10^{-15}$ [$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$].

Minutové polarizační indexy pi_1 se pohybují mezi hodnotami 2 a 3 (s výjimkou osmého vzorku, kde $pi_1 = 1,92$). U izolačních materiálů je nutné, aby jejich polarizační indexy vycházely větší než 1. Za kvalitní izolanty jsou však považované materiály, jejichž minutové

polarizační indexy dosahují hodnot 3 – 6. Průměrná hodnota desetiminutového polarizačního indexu je 4,41. Také pro tento ukazatel platí, že vyšší hodnoty odpovídají kvalitnějšímu izolačnímu materiálu.

Je ovšem nezbytné vzít v potaz myšlenku, že při dokonalejším a zoptimalizovaném procesu výroby destiček by bylo možné lépe eliminovat nedokonalosti struktury vzorků jako případné bublinky či nečistoty, a tak ještě lépe minimalizovat jejich vliv na měření dielektrických parametrů, které by se mohly stát ještě lepšími.

4.2 Permittivita UV tvrditelného akrylátu a její frekvenční a teplotní závislost

Permittivita, známá také jako dielektrická konstanta, je považována za nejdůležitější charakteristickou veličinu izolantů. S permitivitou jsou také úzce spjaty pojmy jako ztrátový činitel (a ztráty) nebo kapacita dielektrika. Jak již bylo zmíněno dříve, zejména v kapitole 2.5, permittivita vykazuje teplotní a frekvenční závislost. Měření těchto závislostí je významné především s ohledem na skutečnost, že izolační materiály jsou velmi často aplikovány ve střídavých elektrických polích, ve kterých se tyto závislosti výrazně uplatňují.

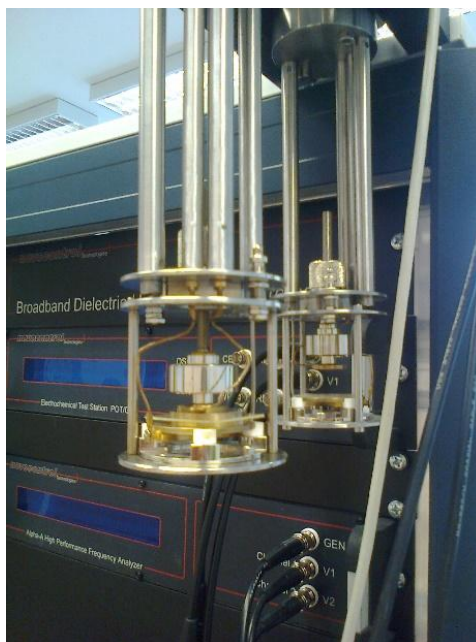
Zmíněné parametry lze měřit různými způsoby. Pro účely tohoto výzkumu byl použit dielektrický analyzátor Novocontrol Technologies Concept 50. Nejprve bylo nutné upravit rozměry vzorku vyříznutím čtverce o straně 3,5 cm. Úprava vzorku byla nezbytná vzhledem k charakteru měřicího systému a rozměrům jeho měřicích elektrod s průměrem 3 cm. Poté byla změřena průměrná tloušťka nově vzniklého vzorku odpovídající hodnotě 0,943 mm – viz tabulka v příloze P.5. Údaje o vzorku byly zaneseny do měřicího softwaru WinDETA.

Měřicí proces je zcela řízen a kontrolován měřicím softwarem, do kterého byly zadány požadavky na průběh měření včetně nadefinovaných počátečních a konečných podmínek. S ohledem na přehlednost jsou tyto požadavky shrnuty v tabulce níže. Měření začínalo při teplotě 50 °C pod nulou, přičemž se jednalo o měřicí cyklus s proměnnou frekvencí a teplotou od – 50 °C do 200 °C s krokem 5 °C. Cyklus se skládal z prvního ohřevu, následného chlazení a druhého ohřevu. Užitý frekvenční rozsah se pobyhoval mezi 0,5 Hz a 1 MHz. Celé měření trvalo 18 hodin a 4 minuty.

Tab. 4.4 Parametry měřicího cyklu

Teplotní parametry [°C]		
Počáteční podmínky		
Počáteční teplota	Teplota ustálení	Teplotní krok
-50	30	5
První a druhý ohřev		
Počáteční teplota	Konečná teplota	Teplotní krok
-50	200	5
Chlazení		
Počáteční teplota	Konečná teplota	Teplotní krok
200	-50	5
Frekvenční parametry [Hz]		
Minimální frekvence	Maximální frekvence	
0,5	1 000 000	
Napěťové parametry [V]		
Počáteční napětí	Konečné napětí	
1 (ST)	0	

Podobu elektrodového systému měřicího přístroje zobrazuje fotografie níže. Zkoumaný vzorek byl umístěn mezi elektrody dielektrického analyzátoru. Celý elektrodový systém byl pak vložen do speciální nádoby, která zajišťuje ochranu vzorku před vlivy okolního prostředí a zároveň umožňuje realizaci nadefinovaných teplotních a frekvenčních podmínek.



Obr. 4.7 Měřicí systém pro měření permitivity

Následující tabulka uvádí seznam použitých měřicích přístrojů, pomůcek a zařízení.

Tab. 4.5 Použité přístroje a pomůcky

Přístroj	Typ
Dielektrický analyzátor	Novocontrol Concept 50
Mikrometr	-

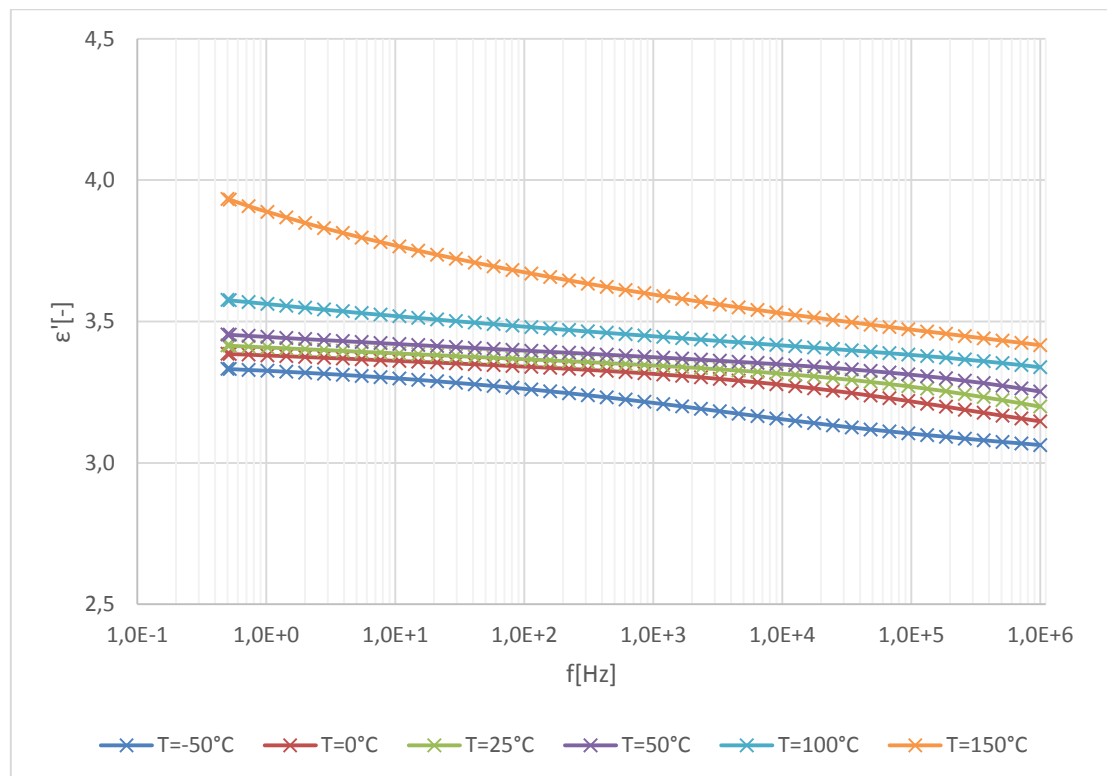
Naměřené hodnoty nejsou kvůli velkému množství a značné obsáhlosti v práci uvedeny kompletně. V tabulce níže jsou ale uvedené vybrané příklady naměřených hodnot permitivity a ztrátového činitele.

Tab. 4.6 Vybrané naměřené hodnoty

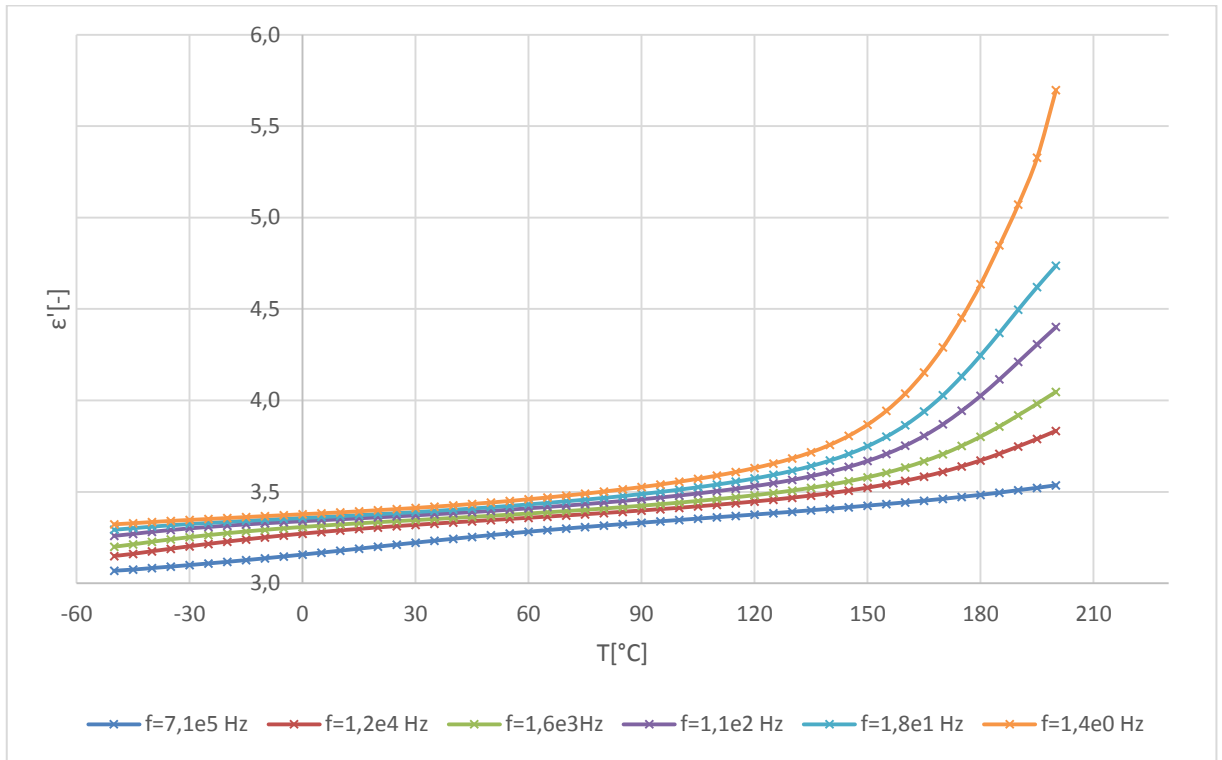
Parametry změřené při teplotě – 50 °C			
f [Hz]	ϵ' [-]	ϵ'' [-]	$\text{tg}\delta$ [-]
$1,0 \cdot 10^6$	3,0	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$8,2 \cdot 10^{-3}$
$4,8 \cdot 10^4$	3,1	$3,3 \cdot 10^{-2}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$
$4,3 \cdot 10^2$	3,2	$3,4 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$
$2,9 \cdot 10^1$	3,3	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$7,8 \cdot 10^{-3}$
Parametry změřené při teplotě 0 °C			
f [Hz]	ϵ' [-]	ϵ'' [-]	$\text{tg}\delta$ [-]
$1,0 \cdot 10^6$	3,1	$4,3 \cdot 10^{-2}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$
$4,8 \cdot 10^4$	3,2	$4,1 \cdot 10^{-2}$	$1,3 \cdot 10^{-2}$
$4,3 \cdot 10^2$	3,3	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$5,7 \cdot 10^{-3}$
$2,9 \cdot 10^1$	3,4	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$4,3 \cdot 10^{-3}$
Parametry změřené při teplotě 50 °C			
f [Hz]	ϵ' [-]	ϵ'' [-]	$\text{tg}\delta$ [-]
$1,0 \cdot 10^6$	3,2	$4,8 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$
$4,8 \cdot 10^4$	3,3	$2,7 \cdot 10^{-2}$	$8,3 \cdot 10^{-3}$
$4,3 \cdot 10^2$	3,4	$1,6 \cdot 10^{-2}$	$4,7 \cdot 10^{-3}$
$2,9 \cdot 10^1$	3,4	$1,6 \cdot 10^{-2}$	$4,8 \cdot 10^{-3}$
Parametry změřené při teplotě 100 °C			
f [Hz]	ϵ' [-]	ϵ'' [-]	$\text{tg}\delta$ [-]
$1,0 \cdot 10^6$	3,3	$3,7 \cdot 10^{-2}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$
$4,8 \cdot 10^4$	3,4	$2,4 \cdot 10^{-2}$	$7,2 \cdot 10^{-3}$
$4,3 \cdot 10^2$	3,5	$2,3 \cdot 10^{-2}$	$6,7 \cdot 10^{-3}$
$2,9 \cdot 10^1$	3,5	$2,5 \cdot 10^{-2}$	$7,3 \cdot 10^{-3}$
Parametry změřené při teplotě 150 °C			
f [Hz]	ϵ' [-]	ϵ'' [-]	$\text{tg}\delta$ [-]
$1,0 \cdot 10^6$	3,4	$3,9 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$
$4,8 \cdot 10^4$	3,5	$3,9 \cdot 10^{-2}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$
$4,3 \cdot 10^2$	3,6	$5,3 \cdot 10^{-2}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$
$2,9 \cdot 10^1$	3,7	$6,7 \cdot 10^{-2}$	$1,8 \cdot 10^{-2}$

V následující části práce jsou zobrazeny příklady frekvenčních charakteristik pro konkrétní teploty a teplotních charakteristik pro konkrétní frekvence, následuje kompletní shrnutí provedeného měření v podobě 3D grafů.

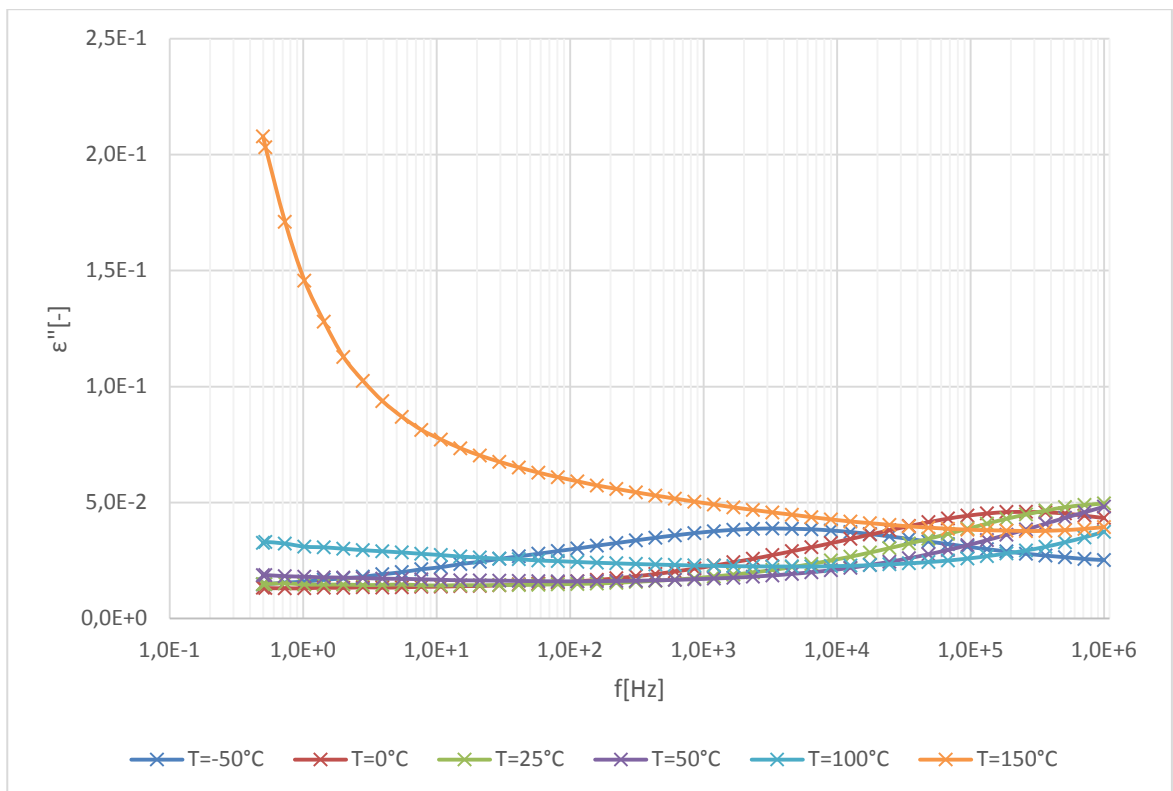
Následující grafy zobrazují frekvenční a teplotní závislosti parametrů ε' a ε'' . Jedná se o složky tzv. komplexní permitivity, kterou zavádíme ve střídavých elektrických polích. Parametr ε' představuje reálnou složku komplexní permitivity a ve své podstatě odpovídá relativní permitivitě. Imaginární složka komplexní permitivity je zastoupena parametrem ε'' , který je považován za míru ztrát daného dielektrika. Grafy znázorňují charakteristiky vytvořené z dat získaných z druhého ohřevu vzorku. Charakteristiky z prvního ohřevu a následného chlazení jsou uvedeny v příloze P.6.



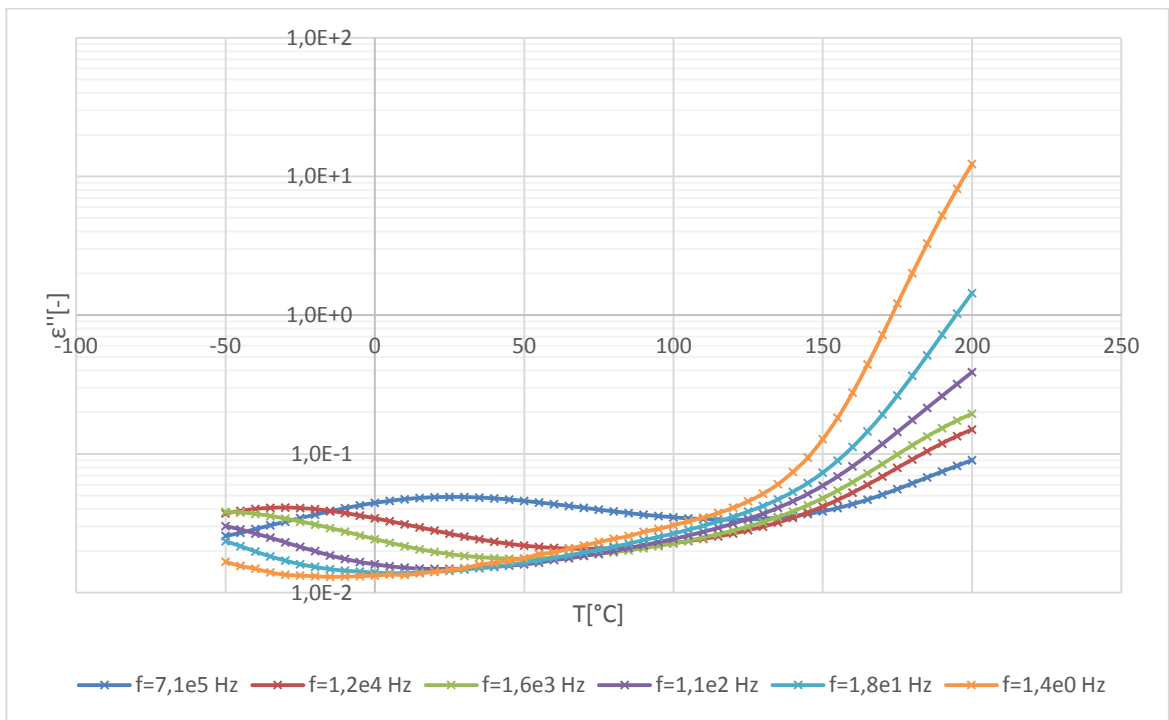
Obr. 4.8 Frekvenční závislost ε' - druhý ohřev



Obr. 4.9 Teplotní závislost ϵ' - druhý ohřev

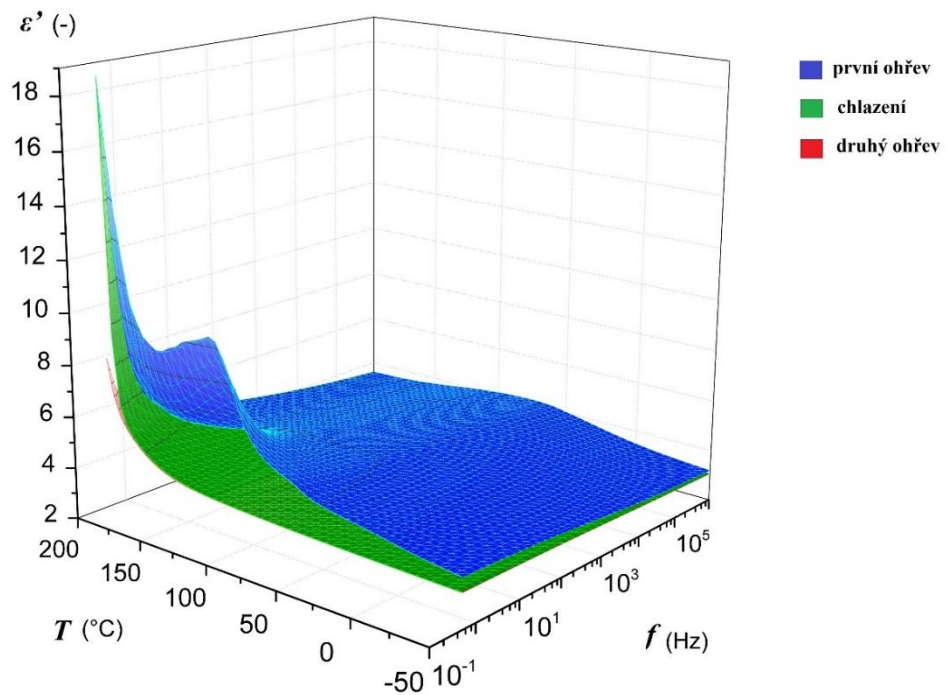


Obr. 4.10 Frekvenční závislost ϵ'' - druhý ohřev

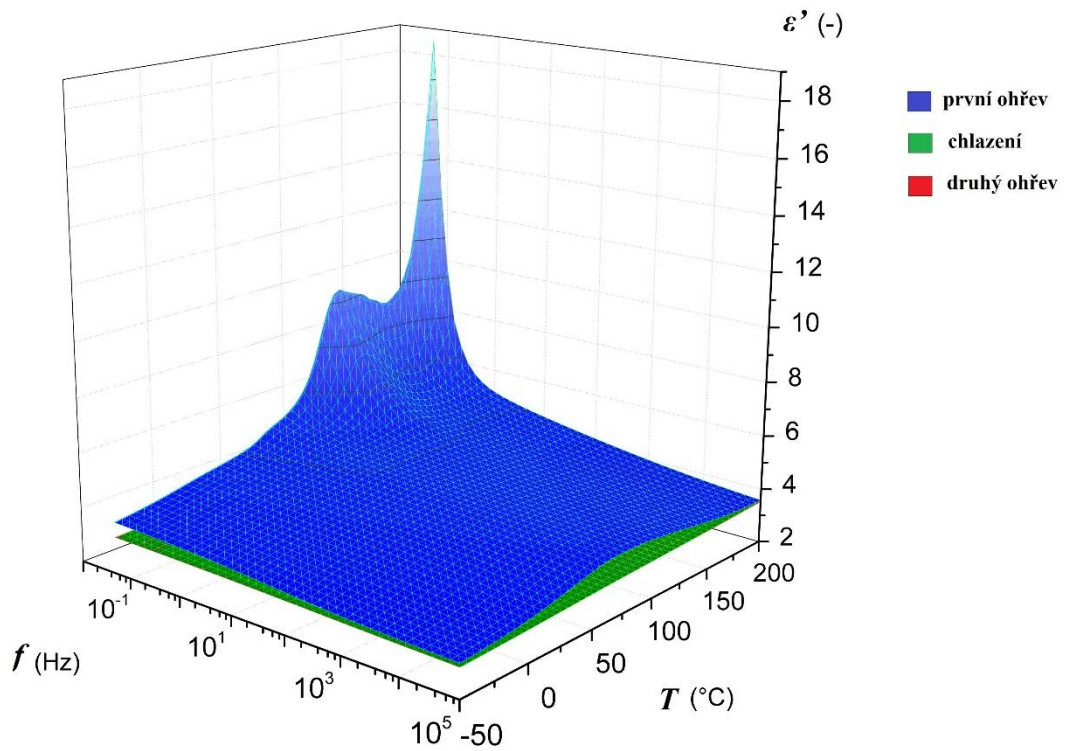


Obr. 4.11 Teplotní závislost ϵ'' - druhý ohřev

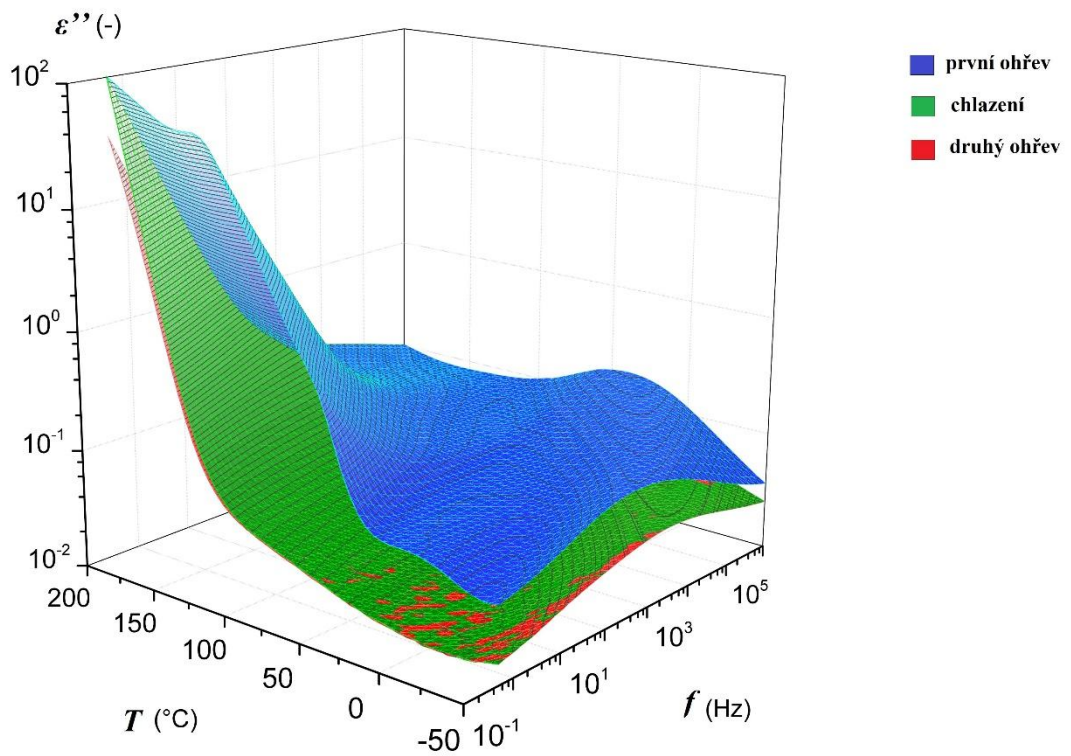
Grafy na obrázcích níže umožňují souhrnný pohled na frekvenční a teplotní závislost permitivity v trojrozměrné perspektivě. Každý graf zahrnuje kompletní testovací cyklus – tj. první ohřev, chlazení a druhý ohřev.



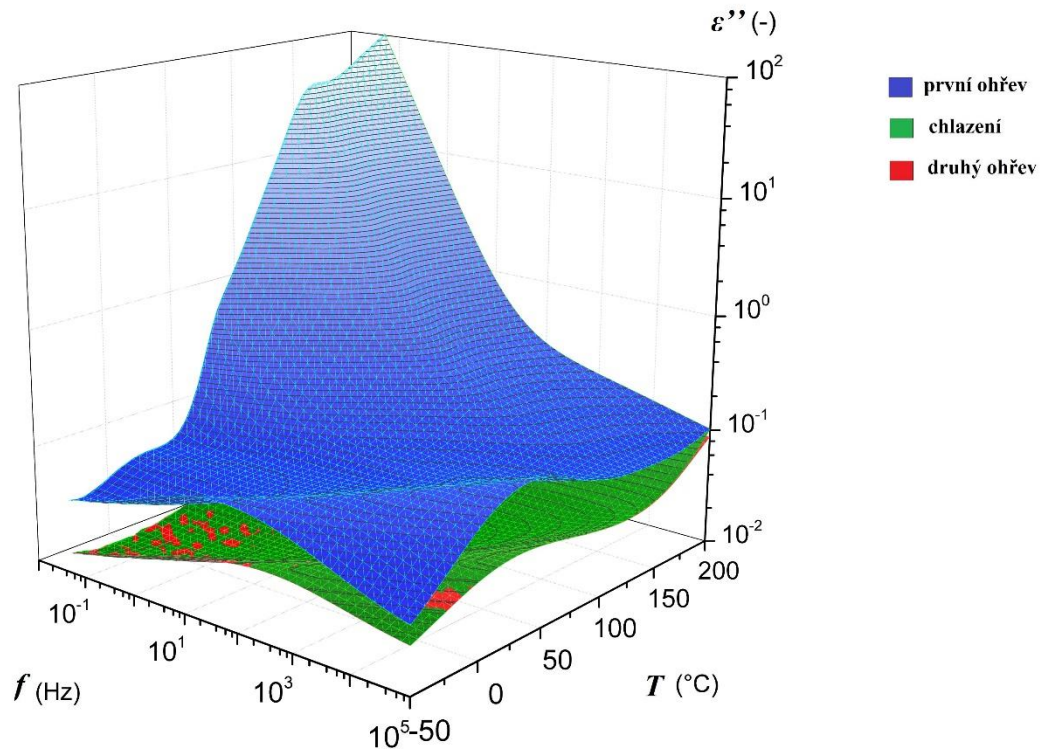
Obr. 4.12 Kompletní 3D graf závislostí ϵ' - první úhel pohledu



Obr. 4.13 Kompletní 3D graf závislosti ϵ' - druhý úhel pohledu



Obr. 4.14 Kompletní 3D graf závislosti ϵ'' - první úhel pohledu

Obr. 4.15 Kompletní 3D graf závislostí ϵ'' - druhý úhel pohledu

Dle teoretických předpokladů se relativní permitivita izolačních materiálů pohybuje v řádu jednotek. Jak můžeme vidět z tabulky 4.6 i z grafů, permitivita zkoumané polyesterové pryskyřice se pohybuje v rozmezí od 3 do 4 při frekvenčním rozsahu 0,5 Hz – 1 MHz a v teplotním rozsahu od – 50 °C do 150 °C. Při vyšších teplotách blížících se 200 °C dochází ke zhoršení dielektrických parametrů – tedy nejen ke zvýšení permitivity (obzvláště při nižších frekvencích), ale i ke zvýšení hodnot ztrátového činitele. Tato skutečnost může také souviset s faktem, že v oblasti T_g dané látky se její izolační parametry zhoršují (bližší o T_g zkoumaného akrylátu kapitola 4.3).

Frekvenční a teplotní závislost relativní permitivity ukazuje, že se stoupající frekvencí ϵ' klesá, zatímco s narůstající teplotou roste. Tento průběh teplotní závislosti však úplně neodpovídá teoretickým předpokladům [8]. Průběhy ϵ'' v podstatě zobrazují průběh ztrát v dielektriku, protože ϵ'' představuje míru ztrát v izolantu. Z tabulky 4.6 je patrné, že hodnoty ztrátového činitele splňují podmínku pro izolační materiály – $tg\delta \leq 10^{-2}$. Při vysokých teplotách kolem 200 °C se však hodnoty $tg\delta$ dostávají přes tuto hranici. Na základě provedené DSC (bližší viz následující kapitola 4.3) bylo zjištěno, že v průběhu prvního ohřevu materiálu ještě dochází k jeho dotvrzování. Tato skutečnost ovlivňuje permitivitu vzorku i její chování. Vlivem dotvrzování totiž dochází k omezování pohybu polymerního řetězce v materiálu.

V rámci druhého ohřevu je již zkoumán plně dotvrzený materiál. Při vysokých teplotách nad 155 °C však materiál prochází skelnou transformací. To automaticky vede ke zhoršení dielektrických vlastností a zvětšení ztrát v důsledku pohybu segmentů polymerního řetězce.

Pro srovnání, relativní permitivita epoxidové pryskyřice tvrzené ftalanhydridem při 1 MHz a 20 °C je 3,55, u PMMA 3,6 [4, 24].

4.3 Teplota skelného přechodu UV tvrditelného akrylátu

Dalším významným parametrem reaktoplastických látek je teplota skelného přechodu. Jak bylo zmíněno v předešlé kapitole, T_g daného materiálu má značný vliv na jeho dielektrické vlastnosti. Hodnotu T_g lze určit několika způsoby (blíže kapitola 2.7). Hodnota skelného přechodu zkoumaných vzorků byla zjišťována pomocí DSC – diferenční skenovací kalorimetrií. DSC pracuje na základě porovnání zkoumaného materiálu s referenční látkou. V principu sleduje rozdíl energie vstupující do zkoumaného vzorku a referenční látky jako teplotní funkci v rámci předem nadefinovaného teplotního režimu. V praxi to znamená, že DSC měří elektrický příkon nutný pro zajištění izotermních podmínek.

Za účelem stanovení hodnoty skelného přechodu byly připraveny čtyři vzorky zkoumaného akrylátu. Jednotlivé vzorky se od sebe lišily délkou vytvrzování, a to od 30 sekund až po 270 sekund – viz tabulka 4.7 níže. Každý vzorek byl vystaven testovacímu tepelnému režimu (jehož parametry jsou shrnuty v tabulce 4.8), který zahrnoval ustálení teploty na 20 °C, postupný ohřev na teplotu 200 °C rychlostí ohřevu 10 °C za minutu, následné zchlazení k 20 °C a druhý ohřev na teplotu 250 °C.

Tab. 4.7 Parametry testovaných vzorků

Vzorek	Doba vytvrzování [s]	Navážka vzorku [mg]
1	30	6,5±0,2
2	90	6,5±0,2
3	150	6,5±0,2
4	270	6,5±0,2

Tab. 4.8 Parametry měřicího cyklu - DSC

Režim	Počáteční teplota [°C]	Konečná teplota [°C]	Rychlost ohřevu [°C/min]
1. ohřev	20	200	10
chlazení	200	20	10
2. ohřev	20	250	10

Měření bylo uskutečněno pomocí přístroje DSC Q2000 TA Instruments, který je zobrazen na fotografiích níže.



Obr. 4.16 Přístroj DSC Q2000 TA Instruments (převzato z [31])

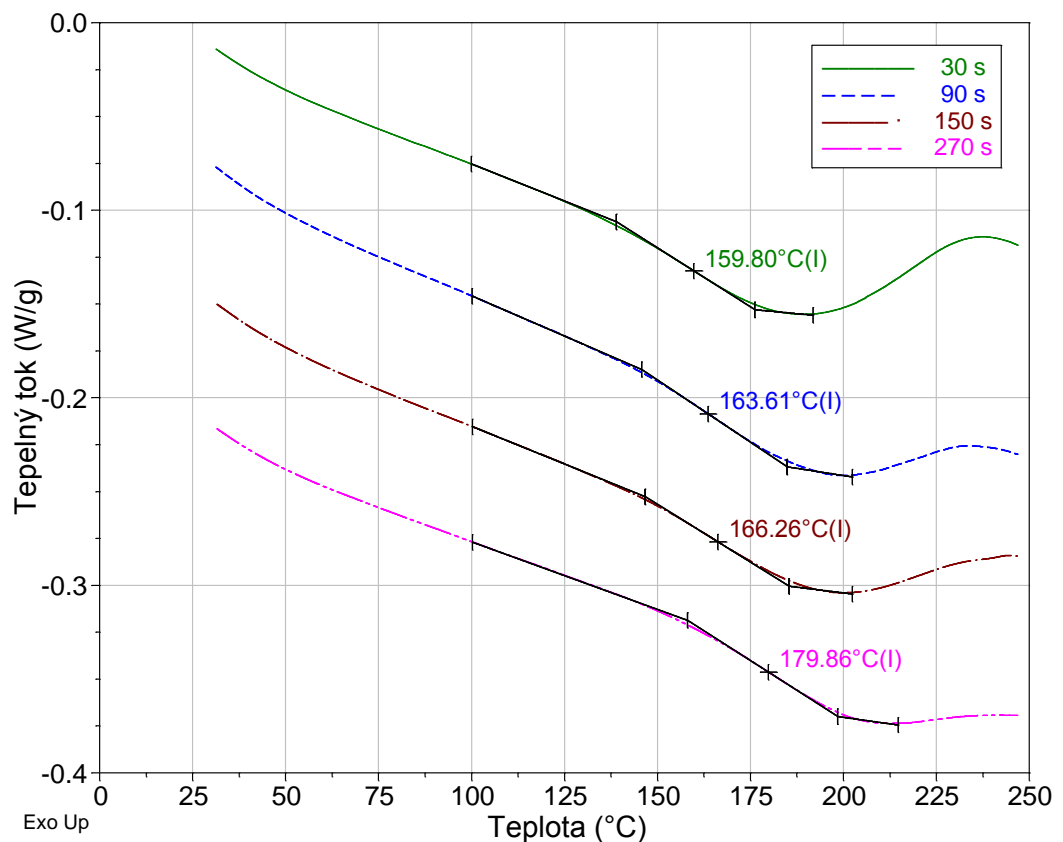


Obr. 4.17 DSC Q2000 – detailní pohled (převzato z [32])

Následující tabulka shrnuje zjištěné hodnoty teploty skelného přechodu jednotlivých vzorků. Naměřené charakteristiky, na jejichž základě byla T_g určena, jsou pak znázorněny na obrázku 4.18.

Tab. 4.9 Naměřené hodnoty T_g testovaných vzorků

Vzorek	Doba vytvrzování [s]	T_g [°C]
1	30	159,80
2	90	163,61
3	150	166,26
4	270	179,86



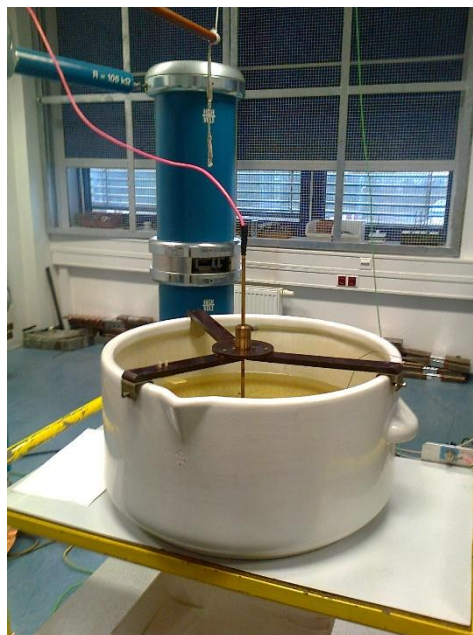
Obr. 4.18 Charakteristiky k určení hodnoty skelného přechodu – DSC (druhý ohřev)

Během prvního ohřevu dochází k dotvrzování materiálu dodávanou energií. Po zchlazení nastává druhý ohřev, v rámci něhož už můžeme spolehlivě určit hodnotu skelného přechodu. Naměřené hodnoty jsou plně v souladu s teoretickými předpoklady – čím déle byl akrylát tvrzen, tím více se hodnota T_g posouvá k vyšším teplotám. Zatímco u vzorku tvrzeného 30 sekund se hodnota T_g pohybuje okolo 160 °C, vzorek tvrzený 270 sekund dosahuje hodnoty T_g téměř 180 °C. Na základě zjištěných výsledků by UV tvrditelný akrylát mohl mít potenciál pro zařazení do tepelné třídy izolace F – tj. pro teploty do 155 °C. Pro definitivní zařazení materiálu do tepelné třídy izolace by však musela být provedena řada dalších testů a analýz.

4.4 Elektrická pevnost UV tvrditelného akrylátu

Elektrická pevnost je dalším významným parametrem izolačních materiálů. Ve své podstatě charakterizuje, jak velkému napětí dokáže izolant odolat. Způsoby měření elektrické pevnosti jsou definovány normami ČSN EN 60243 a ČSN EN 60156. Jednotlivé metody se liší dle typu materiálu a vzorku. Obecně však můžeme říct, že hodnota elektrické pevnosti je určována z hodnoty průrazného napětí. To je také důvod, proč bylo toto měření uskutečněno až jako poslední – při průrazu totiž dochází k nevratnému poškození zkoumaných vzorků (pokud se jedná o pevný izolační materiál).

Testovací vzorky byly vloženy do elektrodového systému pro měření elektrické pevnosti pevných izolantů. Elektrody byly umístěny do nádoby s olejem, kde celé měření probíhalo (viz obrázek níže). Olej zajišťuje větší elektrickou pevnost než vzduch, a proto eliminuje případný vznik přeskoků v okolí vzorku. Systém byl připojen ke zdroji vysokého napětí, které bylo kontinuálně automaticky zvyšováno. Hodnoty napětí byly zobrazovány na displeji, kde po překonání elektrické pevnosti vzorku zůstala zobrazena hodnota průrazného napětí. S ohledem na nízký počet vzorků byla elektrická pevnost změřena vždy na pěti různých místech jedné destičky. Následná statistická analýza potvrdila, že takto provedený experiment poskytuje výsledky s normálním rozdělením. Jinými slovy – nebylo zjištěno, že by tímto způsobem měření E_p došlo k vzájemnému ovlivnění jednotlivých průrazů vzorku.



Obr. 4.19 Měřicí systém pro měření elektrické pevnosti

Následující tabulky uvádějí parametry prostředí v době, kdy bylo prováděno měření průrazného napětí (elektrické pevnosti), a také seznam použitých měřicích přístrojů, pomůcek a zařízení.

Tab. 4.10 Parametry prostředí během měření

Parametr prostředí	Hodnota parametru
Teplota [°C]	21, 5
Vlhkost [%]	49
Tlak [kPa]	98,1

Tab. 4.11 Použité přístroje a pomůcky

Přístroj	Typ	Evidenční číslo
Vysokonapěťový testovací systém	Highvolt	22501
Elektrodový systém	-	-
Mikrometr	-	-

V následující části textu je uvedena rovnice, dle které byla vypočtena elektrická pevnost materiálu, spolu s konkrétním výpočtem pro jeden vzorek. Hodnoty všech parametrů jsou shrnuty v tabulkách níže. Způsob výpočtu elektrické pevnosti vychází z podílu průrazného napětí a tloušťky testovaného vzorku:

$$E_p = \frac{U_p}{h} \text{ [kV}\cdot\text{mm}^{-1}\text{]}, \quad (4.4.1)$$

E_p [kV·mm⁻¹] představuje elektrickou pevnost,

U_p [kV] je průrazné napětí,

h [mm] je tloušťka dielektrika.

$$E_p = \frac{28,54}{0,97} = 29,31 \text{ [kV}\cdot\text{mm}^{-1}] \quad (4. 4. 2)$$

Na základě naměřených hodnot (viz tabulka 4.12) byla vypočtena hodnota elektrické pevnosti dle vztahu uvedeného v předešlé rovnici (4. 4. 1). Změřené tloušťky vzorků potřebné pro výpočet E_p jsou k nahlédnutí v příloze (příloha P. 2). Vypočtené hodnoty elektrické pevnosti včetně směrodatné odchylky a variačního koeficientu jsou shrnuty v tabulce 4.13.

Tab. 4.12 Naměřená průrazná napětí

U_p [kV]	Vzorek									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
U_{p1}	24,41	23,81	23,33	26,6	25,14	23,79	23,24	22,99	24,61	22,45
U_{p2}	28,54	24,43	24,22	23,28	25,59	24,86	15,68	22,19	23,4	24,78
U_{p3}	23,32	22,36	22,99	21,39	22,88	23,17	22,47	22,56	25,17	24,64
U_{p4}	22,39	24,53	23,92	23,44	25,34	24,73	22,17	24,4	20,26	23,75
U_{p5}	24,10	23,16	0,08	25,26	20,20	20,41	22,48	21,17	23,95	25,34

Je patrné, že hodnota U_{p5} u vzorku číslo 3 se výrazně liší od ostatních naměřených hodnot. To samozřejmě značně ovlivní všechny vypočtené parametry. Vzhledem k ostatním naměřeným hodnotám a jejich normálnímu rozdělení je možné hodnotu U_{p5} u vzorku číslo 3 považovat za hodnotu odlehlou a ze souboru hodnot ji vyřadit. U vypočtených hodnot byla tato skutečnost brána v úvahu, přesto tabulka obsahuje hodnoty se zohledněním U_{p5} , ale i hodnoty spočítané po jejím vyřazení. Takto nízká hodnota průrazného napětí mohla vzniknout v důsledku nedostatečné homogenity vzorku – nejspíše jako následek vzduchové bublinky vytvořené v průběhu výroby testovací destičky.

Tab. 4.13 Vypočtené hodnoty

E_p [kV·mm ⁻¹]	Vzorek									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
E_{p1}	25,37	24,26	23,88	27,41	23,99	23,96	23,98	23,69	25,37	23,32
E_{p2}	29,31	24,89	24,79	23,99	26,03	25,04	16,18	22,86	24,12	25,75
E_{p3}	23,95	22,79	23,53	22,04	23,28	23,33	23,19	23,25	25,94	25,60
E_{p4}	22,99	24,99	24,48	24,15	25,78	24,90	22,88	25,14	20,88	24,67
E_{p5}	24,75	23,60	0,08	26,03	20,55	20,55	23,19	21,81	24,69	26,33
průměr	25,28	24,11	19,35	24,72	23,92	23,56	21,89	23,35	24,20	25,13
			24,17*							
s	2,43	0,93	10,78	2,06	2,22	1,82	3,22	1,22	1,98	1,17
			0,57*							
V [%]	9,60	3,85	55,72	8,33	9,28	7,72	14,69	5,22	8,17	4,66
			2,36*							

* Označuje hodnotu vypočtenou po vyjmutí U_{p5} vzorku 3 ze souboru hodnot

Tab. 4.14 Vypočtené hodnoty – celkové průměry

Parametr	Ze všech hodnot	Po vyjmutí odlehlé hodnoty
E_p [kV·mm ⁻¹]	23,55	24,03
s	2,7	1,76
V [%]	12,724	7,39

Následující fotografie zobrazuje testovací vzorek (vzorek 3) po měření elektrické pevnosti – tj. po sérii pěti průrazů. Jak je z obrázku patrné, jeden průraz vybočuje z normálu, což je patrné z nápadného poškození testovací destičky. Tento průraz se také projevil nízkou hodnotou průrazného napětí – v našem případě se jednalo o napětí 0,08 kV.



Obr. 4.20 Testovací vzorek po měření elektrické pevnosti

Z výsledků měření je patrné, že hodnoty elektrické pevnosti byly u všech vzorků konzistentní. Výjimku tvoří poslední změřená hodnota u vzorku číslo 3 (U_{p5} , potažmo E_{p5}), kdy došlo k značně destruktivnímu průrazu vzorku a hodnota průrazného napětí byla velice nízká. Vzhledem k tomu, že byl tento jev během všech měření ojedinělý a vznikl pravděpodobně v důsledku nehomogenity vzorku (např. bublinka vytvořená v procesu výroby vzorku), lze změřenou hodnotu vzhledem k ostatním ze souboru dat vyloučit jako hodnotu odlehlou. Pokud tedy skutečně hodnotu U_{p5} pro vzorek 3 ze souboru vyloučíme, pak se průměrná elektrická pevnost vzorků pohybuje v rozmezí 21,89 – 25,28 [$\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$] (v opačném případě je toto rozmezí 19,35 – 25,28 [$\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$]). Vyřazením této odlehlé hodnoty se také značně sníží hodnoty směrodatné odchylky a variačního koeficientu, které pak lépe korespondují s hodnotami ostatních vzorků.

Vzhledem k teoretickým předpokladům je zřejmé, že hodnotu elektrické pevnosti požadujeme pokud možno co nejvyšší. Celková průměrná hodnota elektrické pevnosti zkoumané pryskyřice (po vyřazení odlehlé hodnoty) je 24,03 [$\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$]. Pro srovnání, E_p epoxidové pryskyřice vytvrzené ftalanhydridem se pohybuje v rozmezí 30 – 40 [$\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$], zatímco elektrická pevnost Kaptonu dosahuje jen 7,7 [$\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$] [6,8]. Pokud srovnáme výsledky pryskyřice firmy 5M s ostatními výzkumy UV tvrditelných pryskyřic, zjistíme, že výsledky v oblasti elektrické pevnosti jsou podobné – např. zmiňovaný malajský výzkum Tenga a Weie dokládá hodnotu $E_p = 27$ [$\text{kV}\cdot\text{mm}^{-1}$] [15].

Závěr

Tato práce se zabývala zkoumáním dielektrických parametrů UV tvrditelného akrylátu za účelem zhodnocení perspektiv užívání UV tvrditelných pryskyřic v elektrotechnice. Z vybraného polyesterového akrylátu byly pomocí UV záření vyhotoveny testovací vzorky, které byly podrobeny sérii navržených dielektrických zkoušek.

Skupina dielektrických zkoušek zahrnovala měření vnitřní rezistivity a polarizačních indexů, dále měření permitivity a její teplotní a frekvenční závislosti, analýzu teploty skelného přechodu a na závěr určení elektrické pevnosti.

Zjištěné hodnoty vnitřní rezistivity potvrzují, že UV tvrditelné pryskyřice mohou být využity jako izolační materiál. Zkoumaný akrylát vykazuje průměrnou hodnotu vnitřní rezistivity $\rho_v = 3,82 \cdot 10^{16}$ [$\Omega \cdot \text{cm}$]. Pokud srovnáme rezistivitu tohoto akrylátu s dalšími běžně užívanými izolačními materiály, zjistíme, že například epoxidová pryskyřice plněná minerálními plnivými má hodnotu vnitřní rezistivity o dva řády nižší - v řádu 10^{14} [$\Omega \cdot \text{cm}$]. Minutový polarizační index vzorků se pohyboval v rozmezí 2 – 3. V případě izolačních materiálů je nezbytné, aby byl tento index větší než 1, ideálně však větší než 3. Průměrný desetiminutový polarizační index dosáhl hodnoty 4,41.

Permitivita testovaných vzorků se pohybovala v řádu jednotek – od 3 do 4 při frekvenčním rozsahu 0,5 Hz – 1 MHz a teplotním rozsahu -50 °C až 150 °C. Při vyšších teplotách docházelo ke zhoršení dielektrických parametrů v souvislosti se skelným přechodem akrylátu. Frekvenční závislost permitivity odpovídala teoretickým předpokladům, hodnota ϵ' s roustoucí frekvencí klesala. Teplotní závislost však byla ovlivněna faktem, že během prvního ohřevu v rámci měřicího cyklu stále ještě docházelo k dotvrzování vzorku. Ztrátový činitel splnil podmínku pro izolanty $\text{tg}\delta \leq 10^{-2}$ v celém teplotním pásmu příslušné tepelné třídy izolace.

Na základě měření teploty skelného přechodu T_g by zkoumaný akrylát mohl mít potenciál pro zařazení do tepelné třídy izolace F (tj. třída do 155 °C). V průběhu měření byl naplněn teoretický předpoklad, že čím déle je vzorek vytvrzován, tím více se hodnota T_g posouvá směrem k vyšším teplotám. Vzorek tvrzený 30 sekund vykazuje $T_g = 159,8$ °C, zatímco při tvrzení 270 sekund $T_g = 179,9$ °C.

U izolačních materiálů je požadována co nejvyšší elektrická pevnost, která hraje významnou roli z hlediska odolnosti, spolehlivosti a životnosti izolace. Průměrná zjištěná hodnota elektrické pevnosti vzorků byla $24 \text{ [kV}\cdot\text{mm}^{-1}]$.

Ze zjištěných skutečností vyplývá, že testovaná UV tvrditelná pryskyřice může být v elektrotechnice užita jako dobrý izolační materiál. Zároveň je nutné vzít v úvahu, že po optimalizaci výrobního procesu testovacích destiček by bylo zřejmě možné dosáhnout ještě lepších výsledků sledovaných dielektrických parametrů. Uspokojivých výsledků dosahují i další světové výzkumy zaměřené na pryskyřice tvrzené ultrafialovým zářením (viz kapitola 1.2). UV tvrditelné pryskyřice lze tedy zjevně využívat jako izolanty v elektrotechnickém průmyslu. Díky rychlému a snadnému způsobu vytvrzování by mohly být pro některé aplikace vhodnější než teplem tvrzené materiály. Právě jejich konkrétní aplikace by měly být předmětem dalšího budoucího výzkumu spolu s dalším vývojem nových (vylepšených) druhů UV tvrditelných pryskyřic.

Použité zdroje

- [1] BOUANGA, V., C. COUDERC, H. a kol. Dielectric study of a cyclo-aliphatic UV-curable epoxy resin copolymerized with a low glass transition co-monomer bearing methylene units. *Annual Report of the Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP 2011)*. 2011, s. 655 – 659. ISBN: 978-1-4577-0985-2. [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/xpl/articleDetails.jsp?arnumber=6232742>
- [2] JANSEN, J. U., MACHADO, L. D. B. A new resin for photocurable electrical insulating varnishes. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* [online]. 2005, r. 226, č. 4, s. 546-551. [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X05005495>
- [3] DUCHÁČEK, V. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 3. vyd., Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2011. 276 s.
- [4] ŠAVEL, J. *Elektrotechnologie: materiály, technologie a výroba v elektronice a elektrotechnice*. 4. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2005. 314 s. ISBN 80-7300-190-X
- [5] PROKOPOVÁ, I. *Makromolekulární chemie*. 2. vyd. Praha: VŠCHT, 2007. 207 s. ISBN 978-80-7080-662-3
- [6] MLEZIVA, J., ŠŇUPÁREK, J. *Polymery: výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2., přeprac. vyd. Praha: Sobotáles, 2000. 537 s. ISBN 80-85920-72-7
- [7] KOVANDA, T. *Reaktoplastické pryskyřice*. Plzeň, 2006. Bakalářská práce. Západočeská univerzita. Fakulta elektrotechnická. Vedoucí práce Robert Vik
- [8] MENTLÍK, V. *Dielektrické prvky a systémy*. 1. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2006. 235 s. ISBN 80-7300-189-6
- [9] WANG, P., BULT, J., GHOSHAL, G., a kol. Rapid ultraviolet – curing of epoxy siloxane films. *Materials Chemistry and Physics* [online]. 2011, r. 129, č. 3, s. 678-682, [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058411004020>
- [10] HUANG, H. CH., HSIEN, T. E. Preparation and characterization of highly transparent UV – curable ZnO-acrylic nanocomposites. *Ceramics International* [online]. 2010, r. 36, č. 4, s. 1245-1251, [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884210000118>
- [11] SANGERMANO, M., FOIX, D., KORTABERRIA, G., MESSORI, M. Multifunctional antistatic and scratch resistant UV-cured acrylic coatings. *Progress in Organics Coatings* [online]. 2013, r. 76, č. 9, s. 1191-1196, [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0300944013000933>
- [12] BOUANGA, V., C. COUDERC, H. a kol. Dielectric study of low glass transition temperature cycloaliphatic UV-curable epoxy networks. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. [online]. 2012, r. 19, č. 4, p. 1269 – 1282. [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/xpl/articleDetails.jsp?arnumber=6260001&searchWithin=%22Middle%20Name%22:Vanga&searchWithin=%22Last%20Name%22:BOUANGA&newsearch=true>
- [13] FAHEM, Z., BAUHOFER, W. Thiol-ene polymer based fast photo-curable gate insulator for organic field effect transistors. *Microelectronic Engineering* [online]. 2013, r. 105, č. May 2013, s. 74 – 76. [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167931713000063>
- [14] YAN, Z., LIU, W., GAO, N., WANG, H., SU, K. Synthesis and properties of a novel UV-cured fluorinated siloxane graft copolymer for improved surface, dielectric and tribological properties of epoxy acrylate coating. *Applied Surface Science*. 2013, r. 284, č. 1 November 2013, s. 683-691. [cit. 2015-12-08]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433213014670>
- [15] TENG, H. W., WEI, H. CH. Material and process development of UV curable and epoxy- anhydride isolation material for TO220 FullPAK high voltage application. *Proceedings of the Electronics Packaging Technology Conference (EPTC 2010)*. [online]. 2010, s. 705 – 709. ISBN 978-1-4244-8561-1. [cit. 2015-12-08]. Dostupné z <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=5702729>
- [16] LIPTÁK, J., SEDLÁČEK, J. *Úvod do elektrotechnických materiálů*. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2008. 168 s. ISBN 978-80-01-03191-9
- [17] KUČEROVÁ, E. *Elektrotechnické materiály*. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2002. ISBN 80-7082-940-0
- [18] ČSN IEC 93 (346460). *Skúšky tuhých elektroizolačných materiálů. Metódy merania vnútornej rezistivity a povrchovej rezistivity tuhých elektroizolačných materiálů*. Bratislava: VÚKY Bratislava, 1993
- [19] MENTLÍK, V. a kol. *Diagnostika elektrických zařízení*. 1. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2008 439 s. ISBN 978-80-7300-232-9

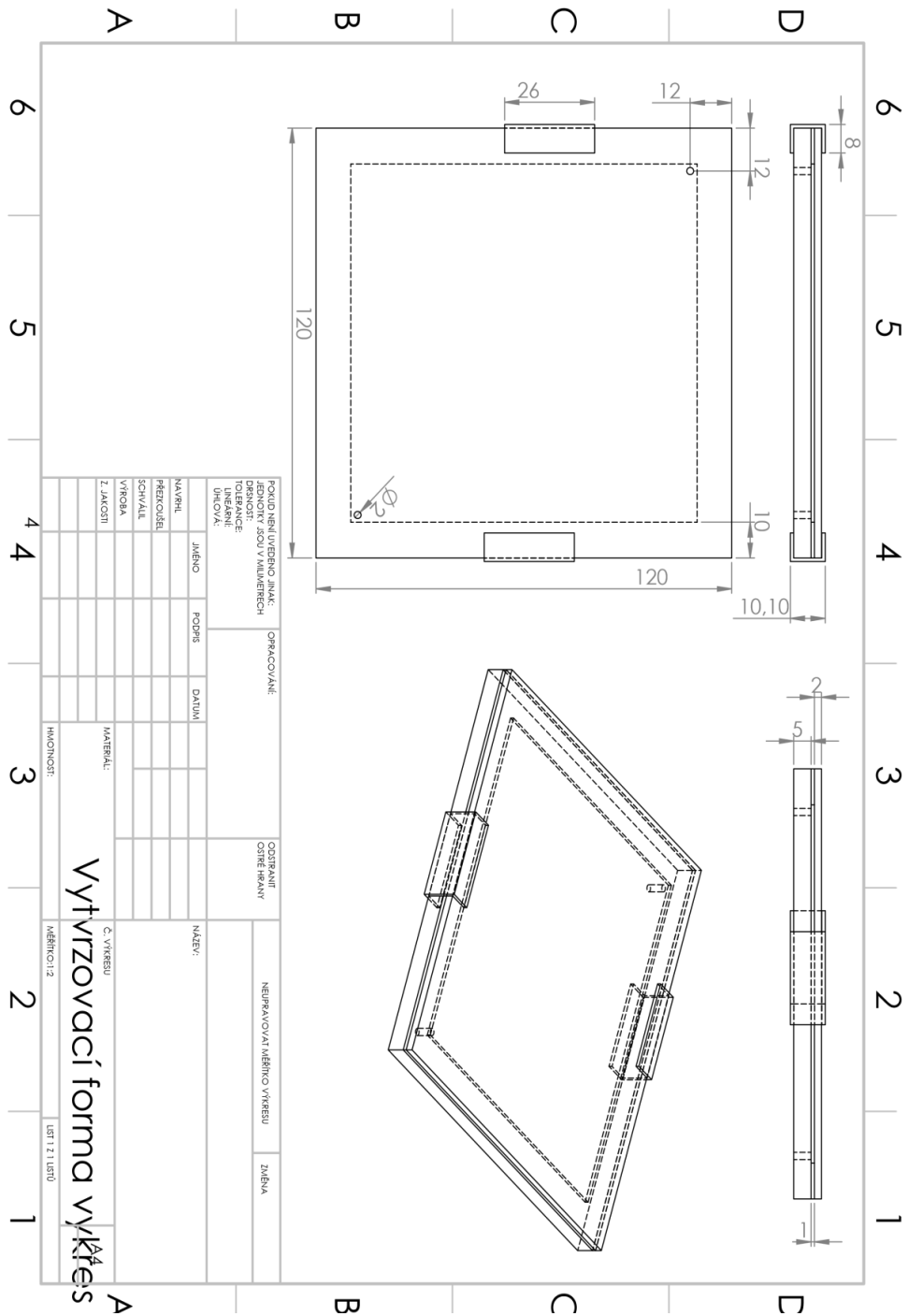
- [20] MENTLÍK, V. *Diagnostika izolantů*. 1. vyd. Plzeň: VŠSE, 1986. skripta 62 s.
- [21] HOFMAN, J., URBANOVÁ, M. Polarizace dielektrika. *Polarizace dielektrika* [online]. Praha : VŠCHT, 2005 [cit. 2015-11-01]. Dostupné z WWW: <http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_ekniha-001/pdf/227.pdf>
- [22] KURTINEC, M. *Simulace chování kompozitního dielektrika v elektrickém poli*. Plzeň, 2007. Disertační práce. Západočeská univerzita. Fakulta elektrotechnická. Vedoucí práce Eva Kučerová.
- [23] ŠIRŮČEK, M. a kol. Cole-Cole diagram as diagnostic tool for dielectric liquids. *Proceedings of the 17th IEEE International conference on dielectric liquids (ICDL 2011)*. Trondheim: SINTEF Energi AS, 2011. s. 120-124. ISBN 978-1-4244-7355-7
- [24] HASSDENTEUFEL, J. *Elektrotechnické materiály*. 2. vyd. Bratislava: Alfa, 1978. 607 s.
- [25] VITNER, P. Měření ztrátového činitele izolace silových kabelů. *ELEKTRO* [online]. 2001, roč. 2001, č. 4, [cit. 2016-02-5]. ISSN 1210-0889. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/mereni-ztratoveho-cinitele-izolace-silovych-kabelu--15092>
- [26] POLANSKÝ, R. Teoretické a praktické aspekty termomechanické analýzy. *Elektrorevue* [online]. 2008, roč. 2008, č. 15, s. 15-1–15-12. [cit. 2016-02-12]. ISSN 1213-1539. Dostupné z: <http://www.elektrorevue.cz/cz/clanky/energetika--vykonova-elektronika--elektrotechnologie/75/teoreticke-a-prakticke-aspekty-termomechanicke-analyzy/>
- [27] MEISSNER, B., ZILVAR, V. *Fyzika polymerů: Struktura a vlastnosti polymerních materiálů*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1987. 306 s.
- [28] GEDDE, U.W. *Polymer physics*. London: Chapman & Hall, 1995. 298 s. ISBN 0-412-59020-4
- [29] *5M - Smart Technologies* [online]. 2012 [cit. 2016-02-20]. Dostupné z: <http://www.5m.cz/>
- [30] Model 8009 Resistivity Test Figure. *Instruction Manual*. Cleveland: Keithley Instruments, 1996. 35 s.
- [31] Q2000 DSC. *TA Instruments* [online]. 2016 [cit. 2016-04-18]. Dostupné z: <http://www.tainstruments.com/q2000/>
- [32] Q2000 DSC. *Brochure* [online]. 2012 [cit. 2016-04-18]. Dostupné z: <http://www.tainstruments.com/q2000/>

Seznam příloh

- P.1 Technický výkres vytvrzovací formy
- P.2 Přehled naměřených tloušťek testovaných vzorků
- P.3 Absorpční charakteristiky všech testovaných vzorků
- P.4 Vzorce použité pro statistické výpočty
- P.5 Přehled naměřených tloušťek upraveného výřezu vzorku pro dielektrickou spektroskopii
- P.6 Frekvenční a teplotní závislosti permitivity

Přílohy

P.1 Technický výkres vytvrzovací formy

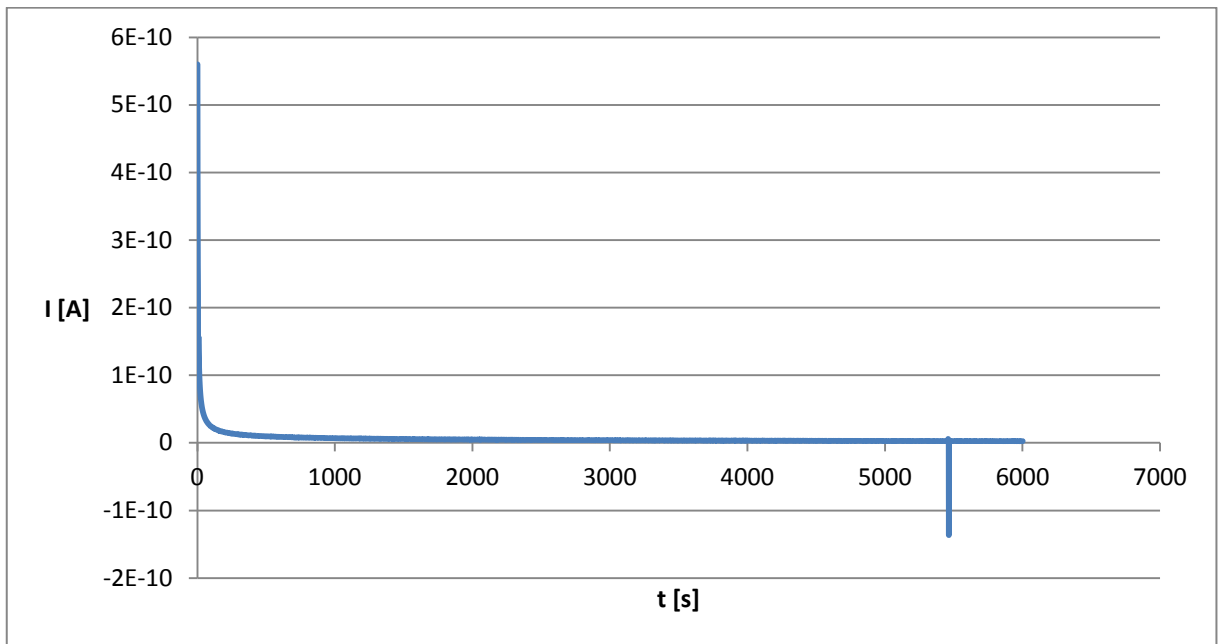


P.2 Přehled naměřených tloušťek testovaných vzorků

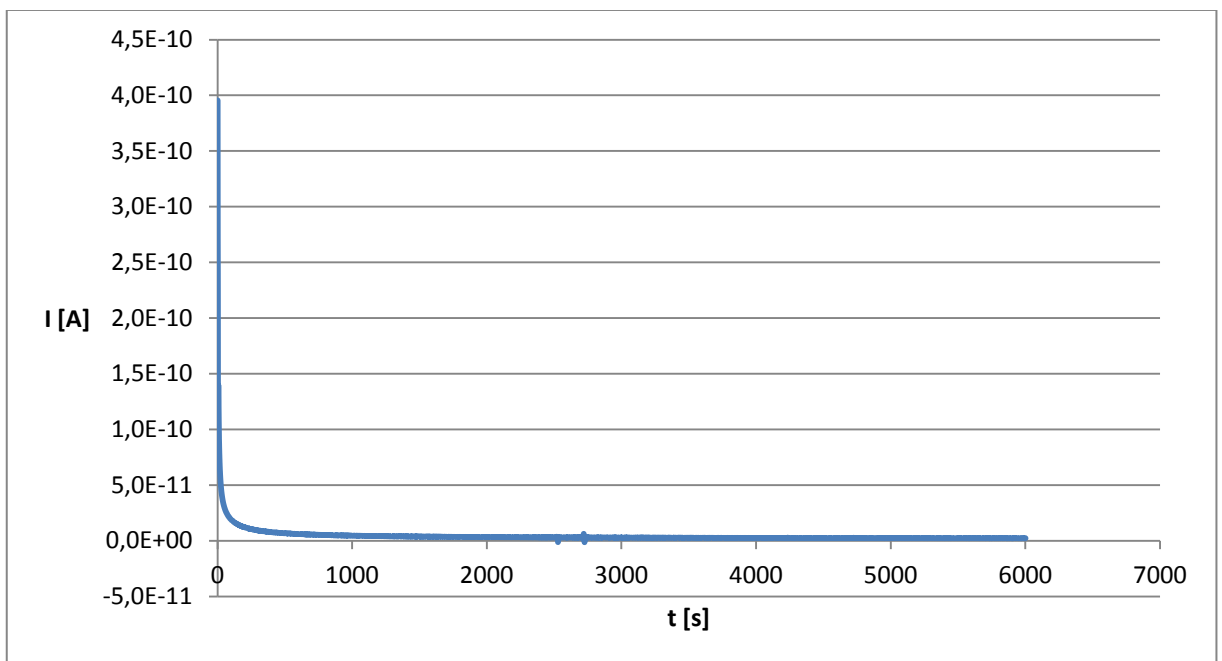
Tab. P.2 Přehled naměřených tloušťek vzorků

Parametry	Vzorek									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
h_1 [mm]	0,969	0,982	0,983	0,999	0,969	0,977	0,972	0,977	0,971	0,969
h_2 [mm]	0,984	0,993	0,963	0,951	0,976	0,994	0,974	0,97	0,957	0,962
h_3 [mm]	0,967	0,975	0,983	0,999	0,965	1,014	0,958	0,956	0,96	0,977
h_4 [mm]	0,950	0,987	0,969	0,971	0,976	0,996	0,961	0,981	0,961	0,946
h_5 [mm]	1,010	0,975	0,984	0,940	0,992	0,988	0,987	0,963	0,997	0,965
h_6 [mm]	0,962	0,976	0,980	0,963	1,020	0,989	0,962	0,976	0,975	0,956
Průměr [mm]	0,974	0,981	0,977	0,971	0,983	0,993	0,969	0,971	0,970	0,963
Průměr [cm]	0,097	0,098	0,098	0,097	0,098	0,099	0,097	0,097	0,097	0,096

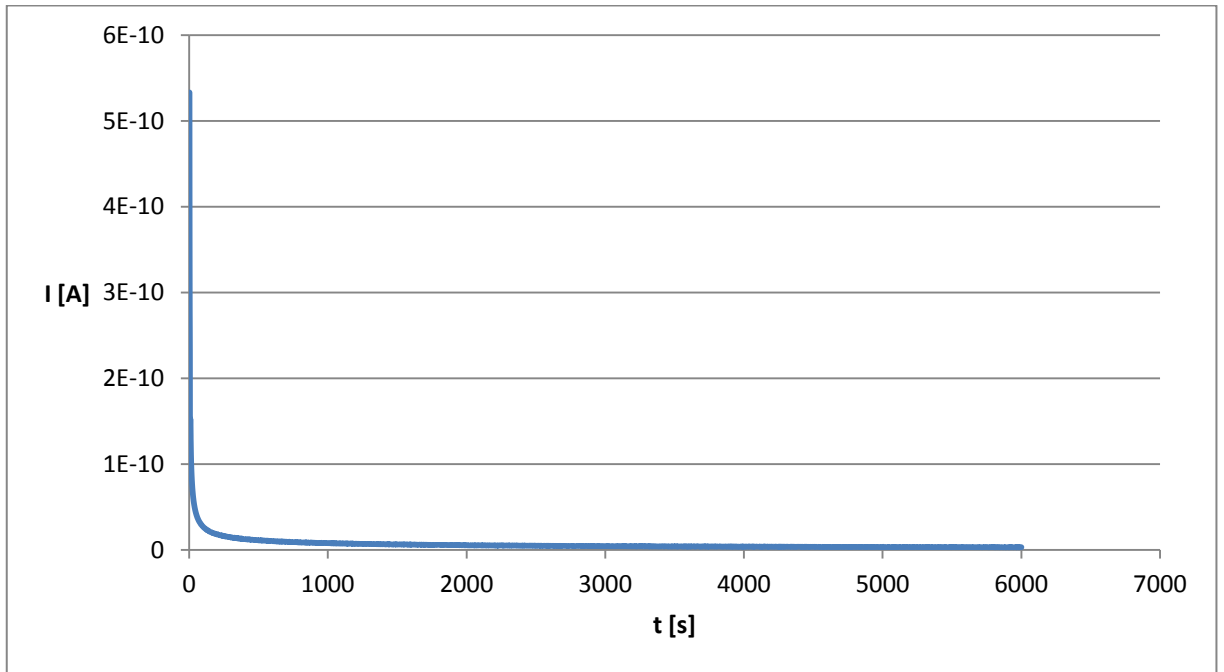
P.3 Absorpční charakteristiky všech testovaných vzorků



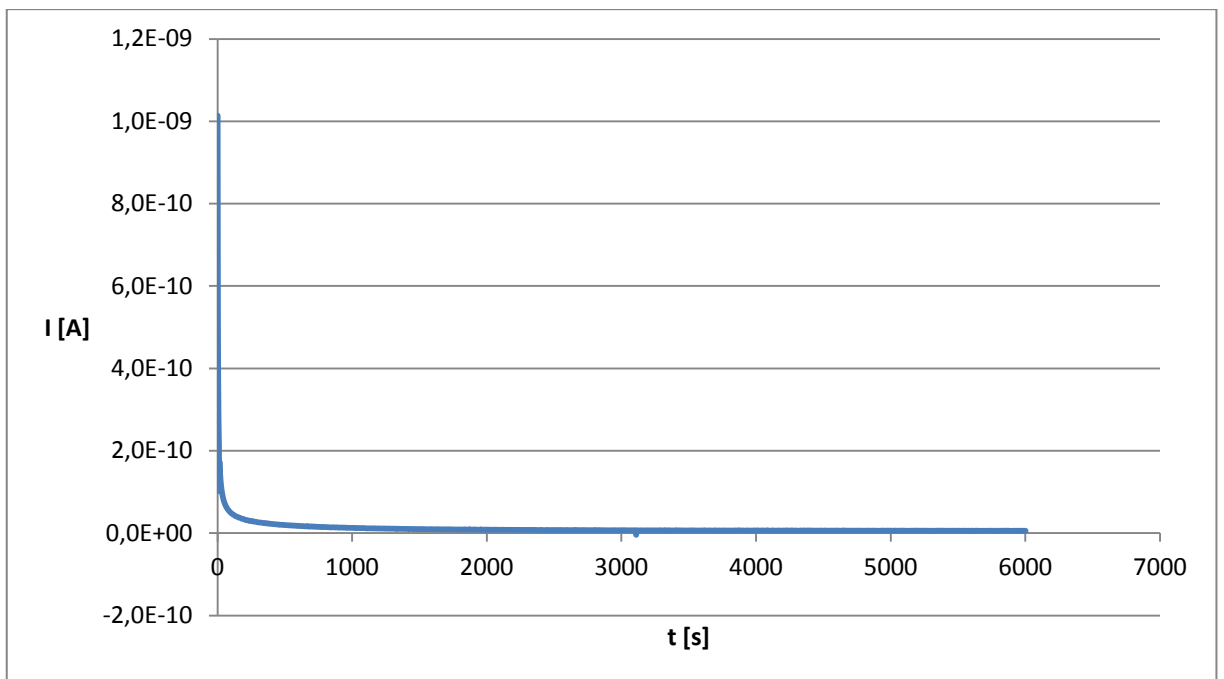
Obr. P.3.1 Absorpční charakteristika vzorku 1



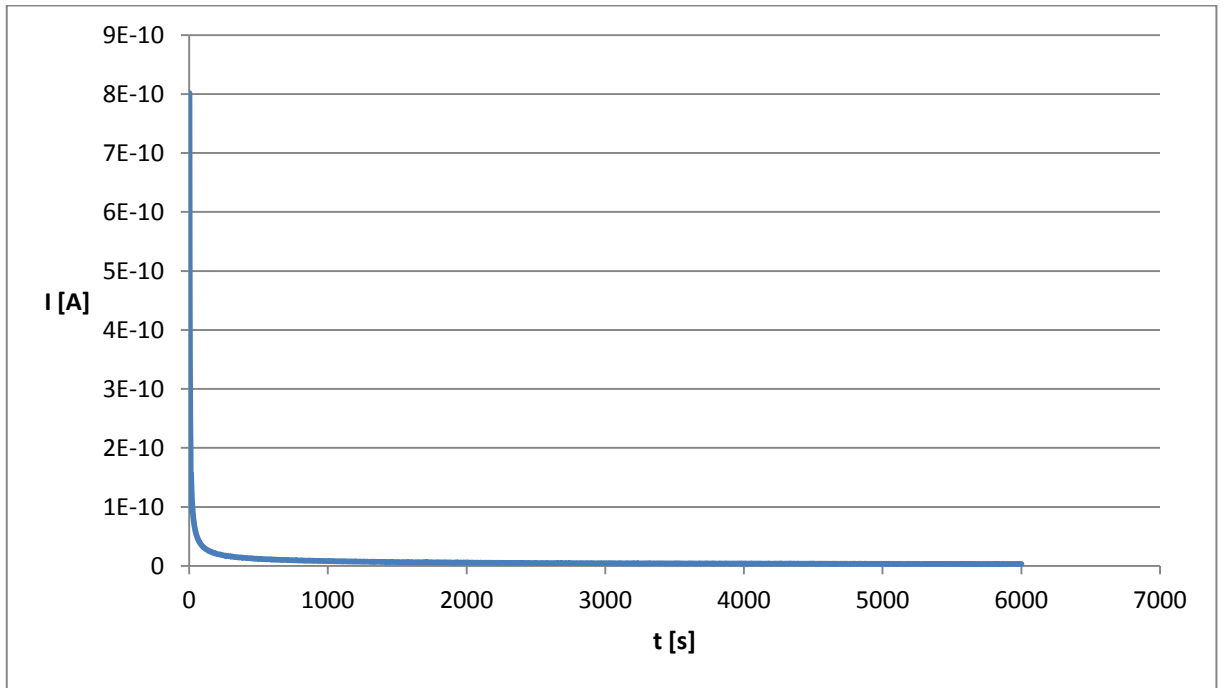
Obr. P.3.2 Absorpční charakteristika vzorku 2



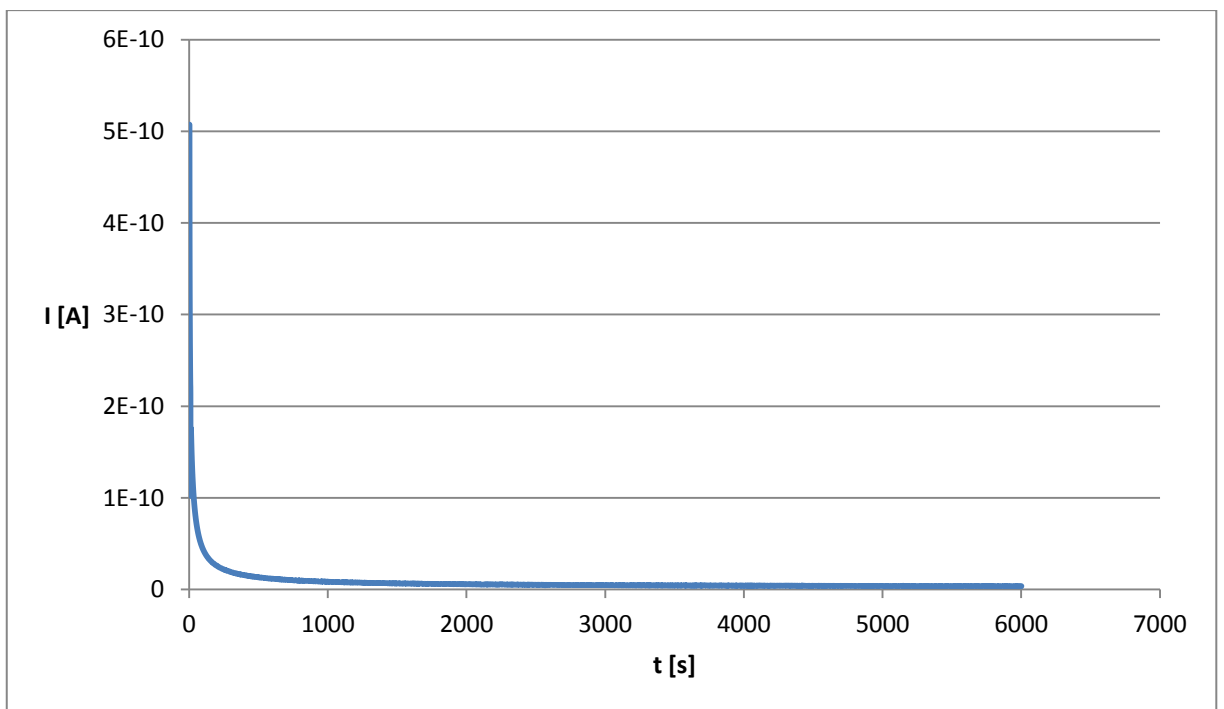
Obr. P.3.3 Absorpční charakteristika vzorku 3



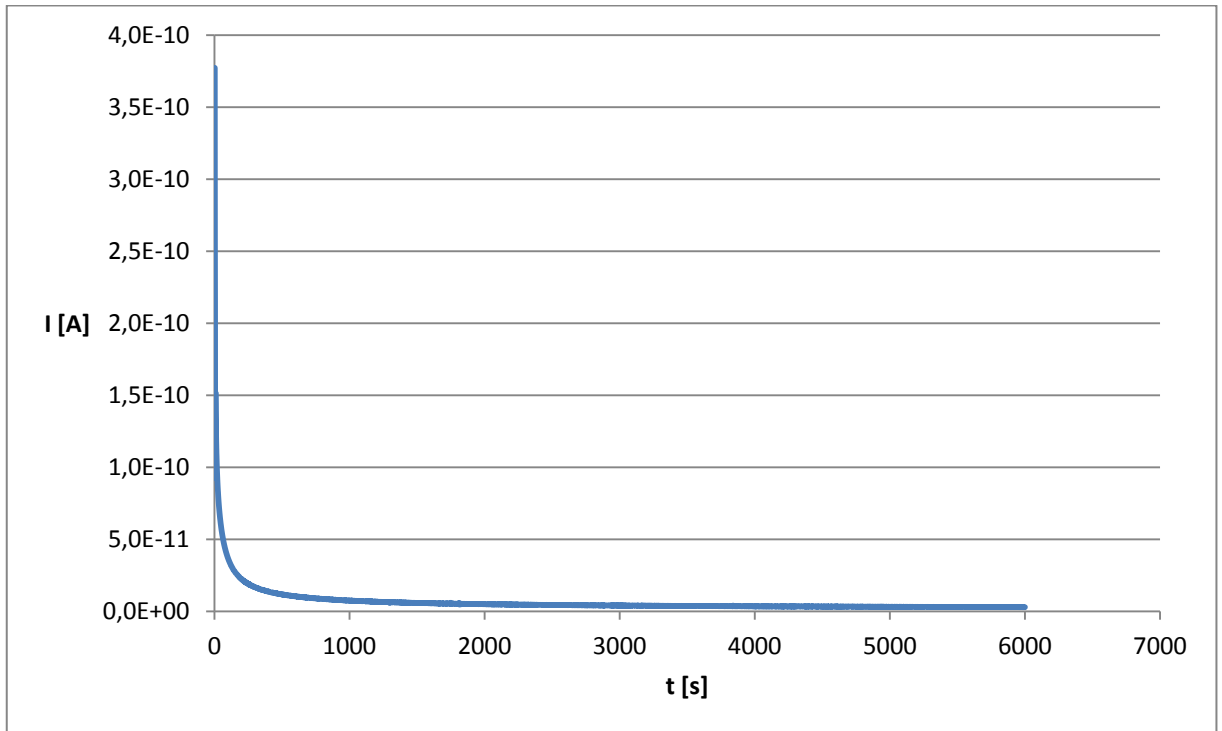
Obr. P.3.4 Absorpční charakteristika vzorku 4



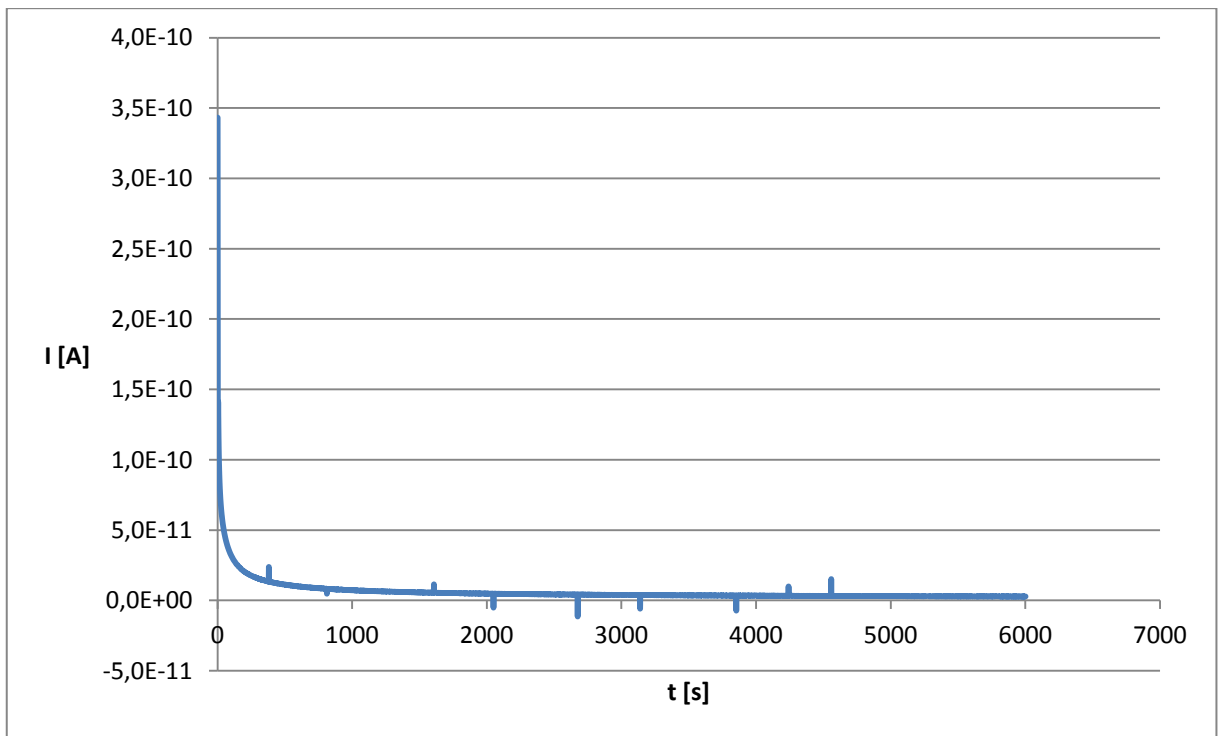
Obr. P.3.5 Absorpční charakteristika vzorku 5



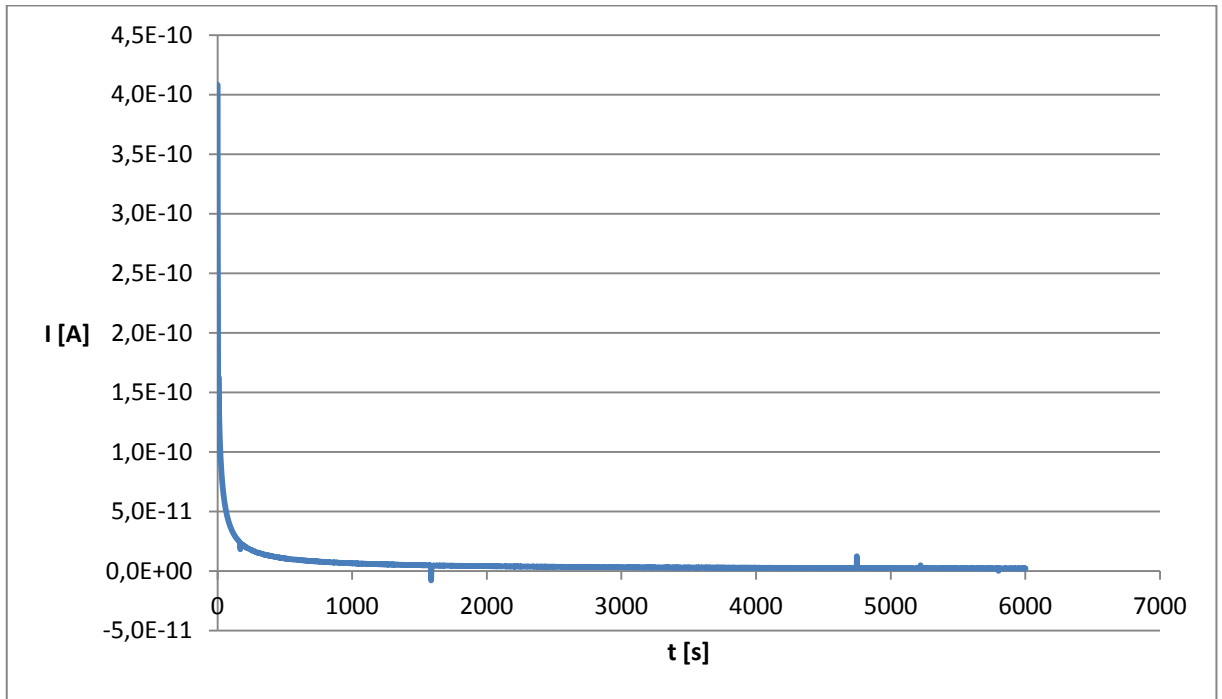
Obr. P.3.6 Absorpční charakteristika vzorku 6



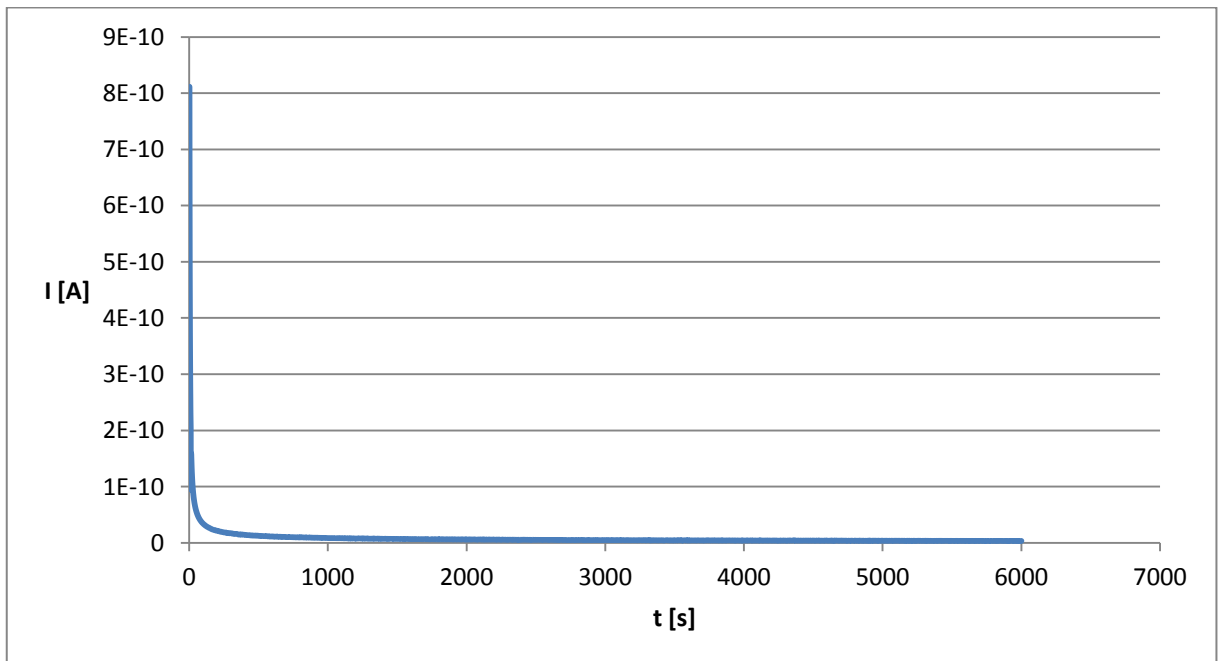
Obr. P.3.7 Absorpční charakteristika vzorku 7



Obr. P.3.8 Absorpční charakteristika vzorku 8



Obr. P.3.9 Absorpční charakteristika vzorku 9



Obr. P.3.10 Absorpční charakteristika vzorku 10

P.4 Vzorce použité pro statistické výpočty

Vztah pro výpočet směrodatné odchylky naměřených dat:

$$s = \sqrt{\frac{1}{N-1} \cdot \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}, \quad (\text{P. 4. 1})$$

kde

s je směrodatná odchylka,
 \bar{x} představuje aritmetický průměr hodnot,
 x_i představuje jednotlivé hodnoty,
 N je velikost souboru.

Vztah pro výpočet variačního koeficientu:

$$V = \frac{s}{\bar{x}} [\%], \quad (\text{P. 4. 2})$$

kde

V je variační koeficient,
 s je směrodatná odchylka,
 \bar{x} představuje aritmetický průměr hodnot.

Vztah pro výpočet aritmetického průměru:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^N x_i, \quad (\text{P. 4. 3})$$

kde

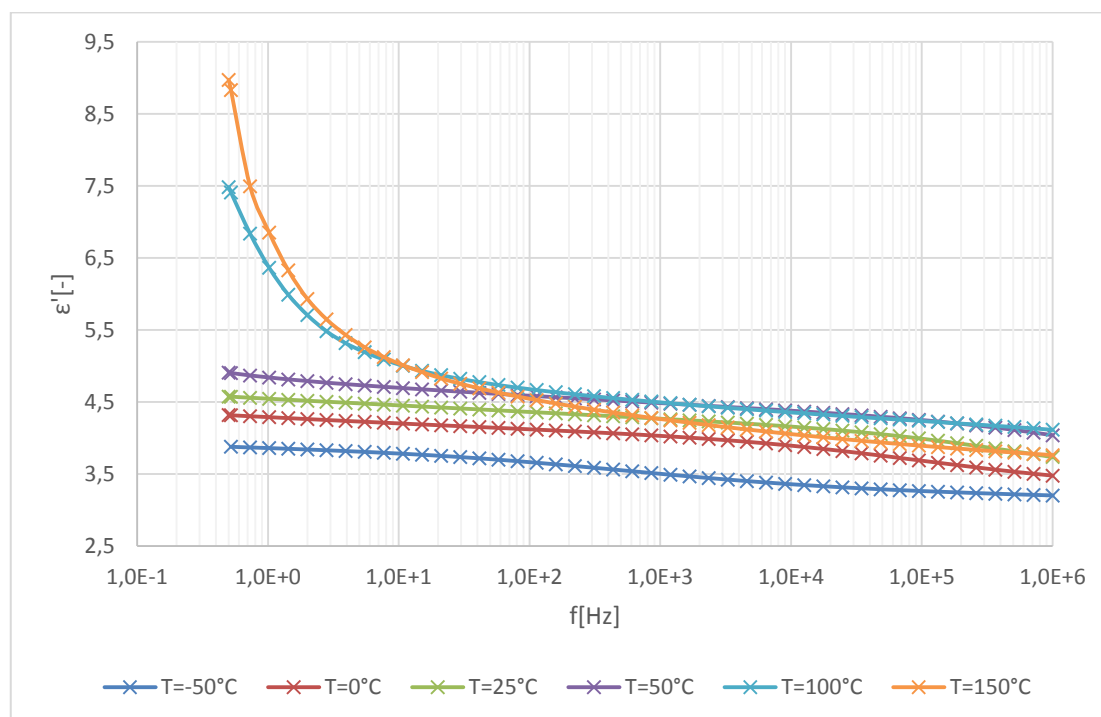
\bar{x} představuje aritmetický průměr hodnot,
 x_i představuje jednotlivé hodnoty,
 N je velikost souboru.

P.5 Přehled naměřených tloušťek upraveného výřezu vzorku pro dielektrickou spektroskopii*Tab. P.5 Přehled naměřených tloušťek vzorků*

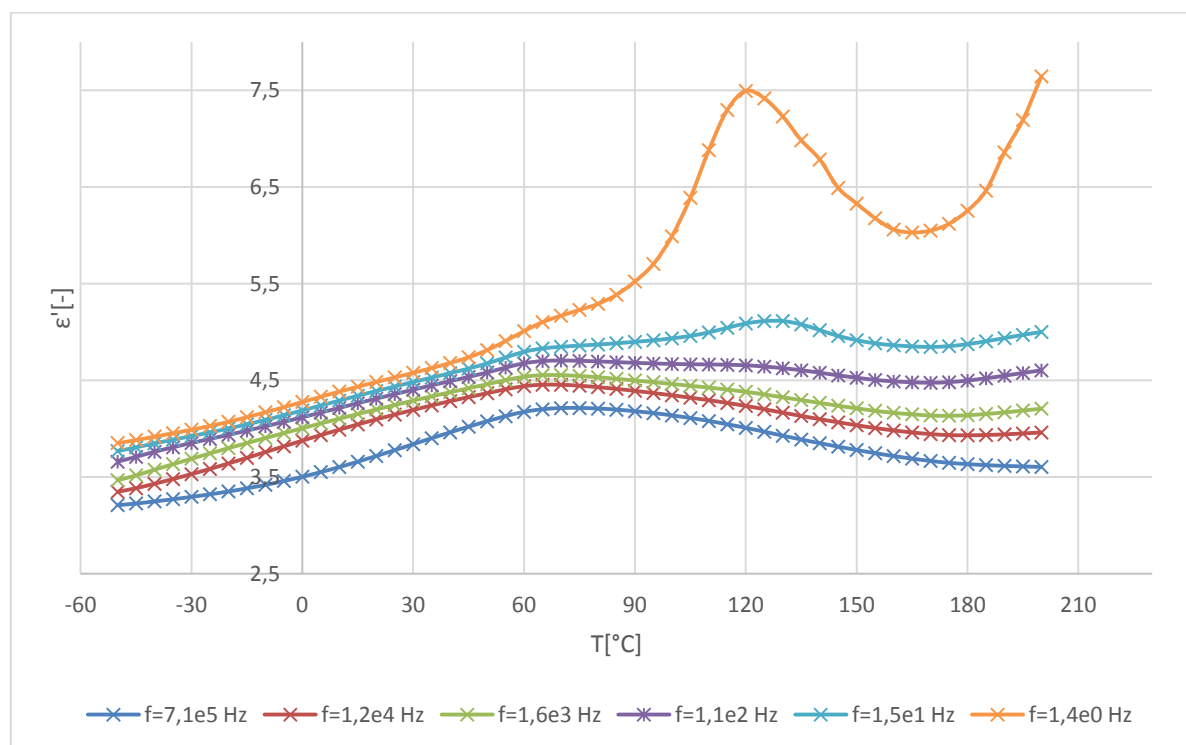
Parametr	Hodnota
h_1 [mm]	0,938
h_2 [mm]	0,942
h_3 [mm]	0,947
h_4 [mm]	0,944
h_5 [mm]	0,945
Průměr [mm]	0,943

P.6 Frekvenční a teplotní závislosti permitivity

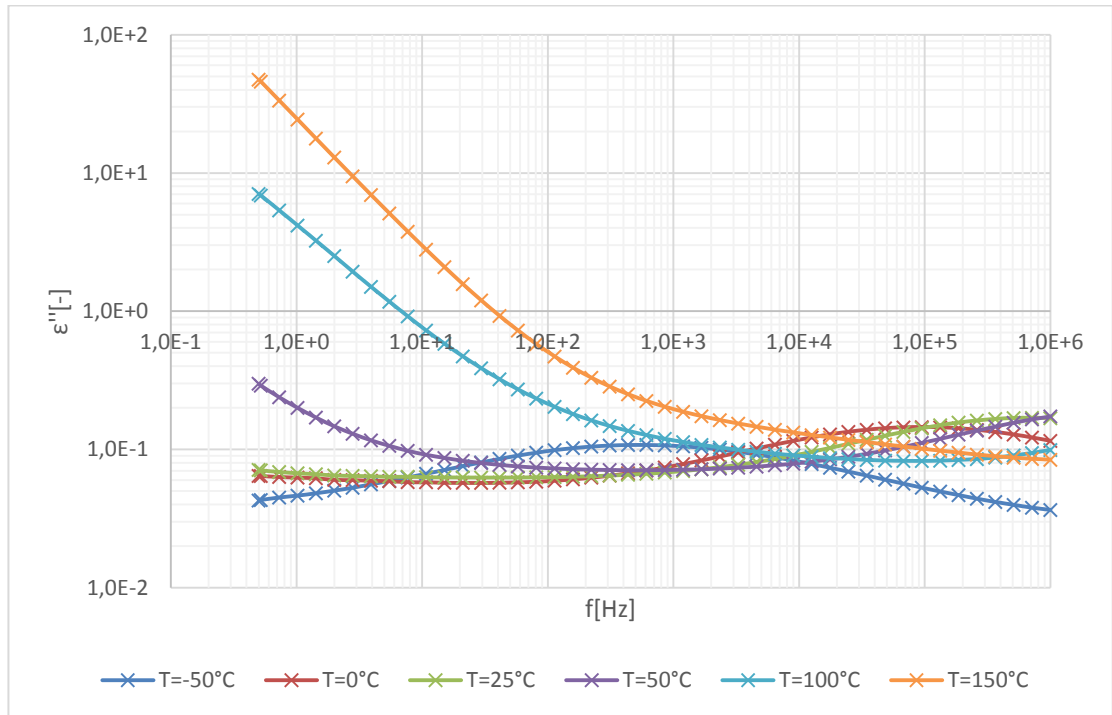
Charakteristiky pro první ohřev



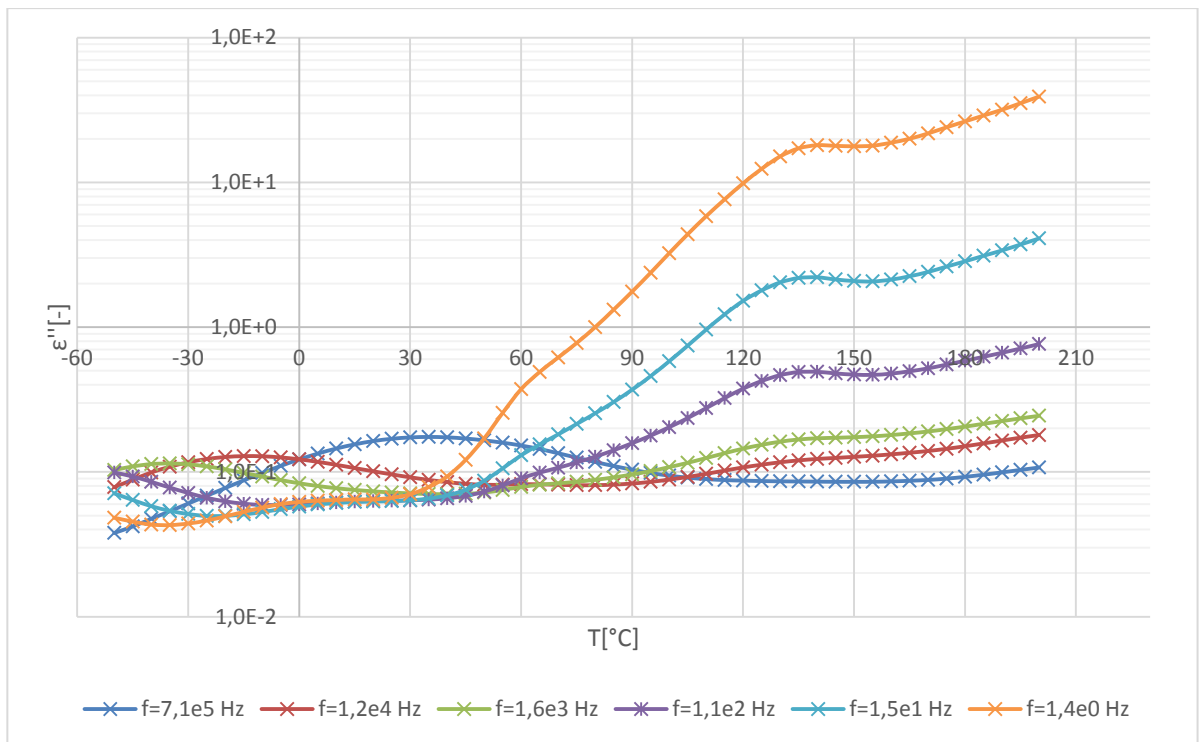
Obr. P.6.1 Frekvenční závislost ϵ' - první ohřev



Obr. P.6.2 Teplotní závislost ϵ' - první ohřev

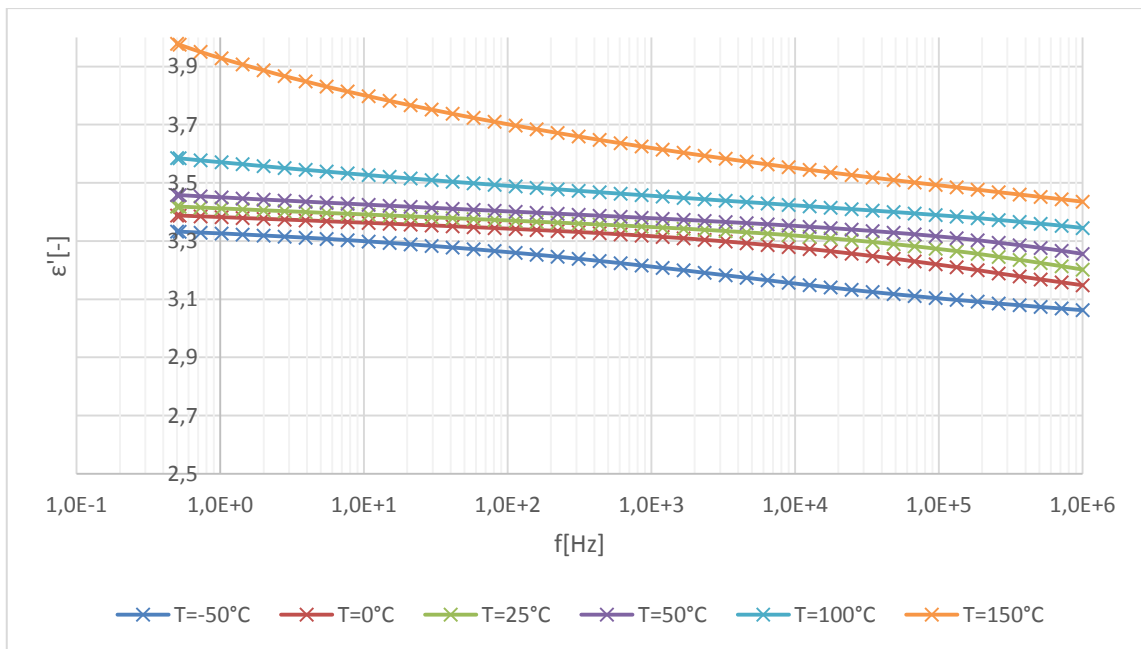


Obr. P.6.3 Frekvenční závislost ϵ'' - první ohřev

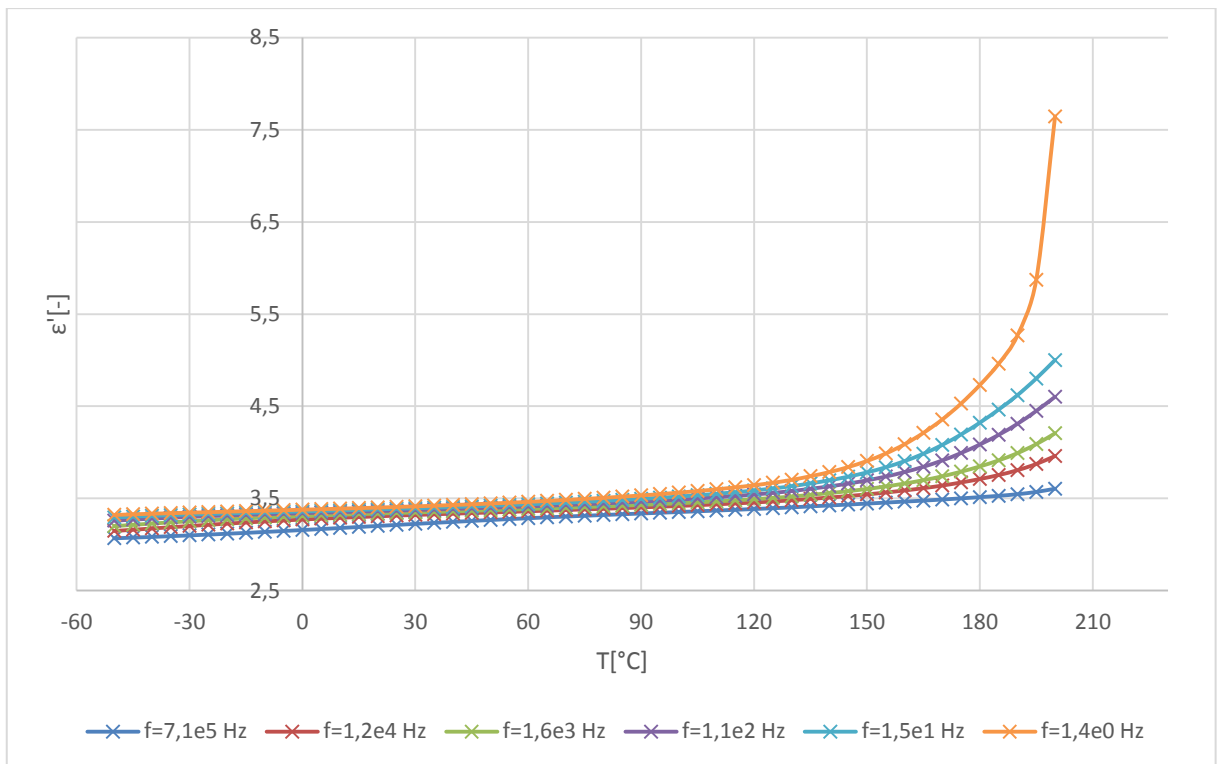


Obr. P.6.4 Teplotní závislost ϵ'' - první ohřev

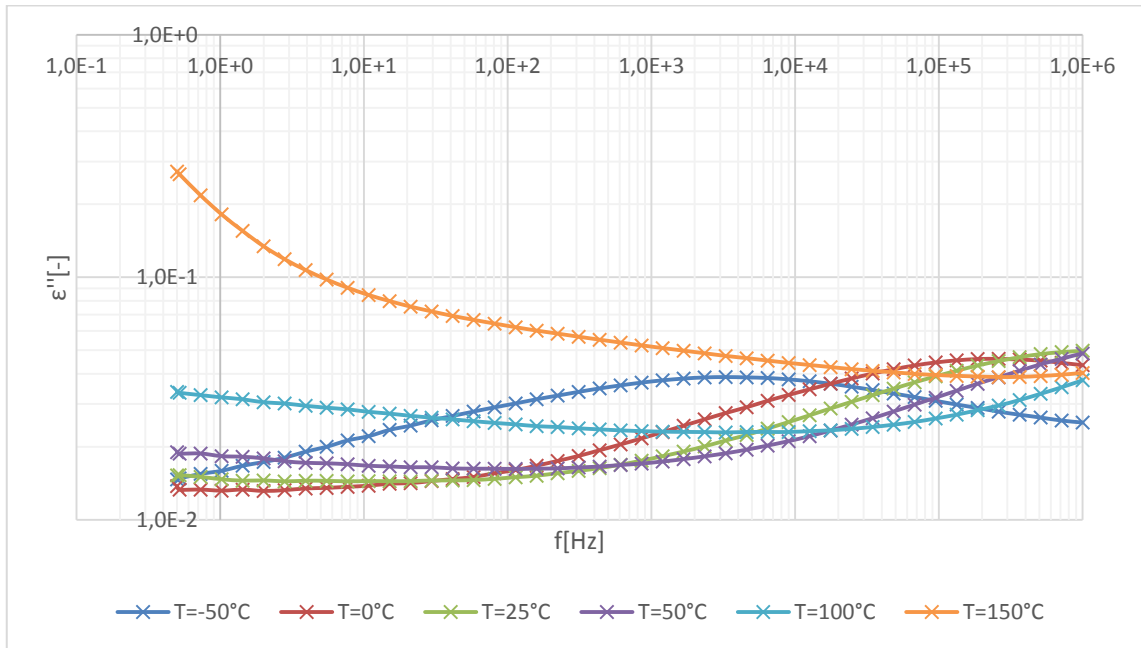
Charakteristiky pro chlazení



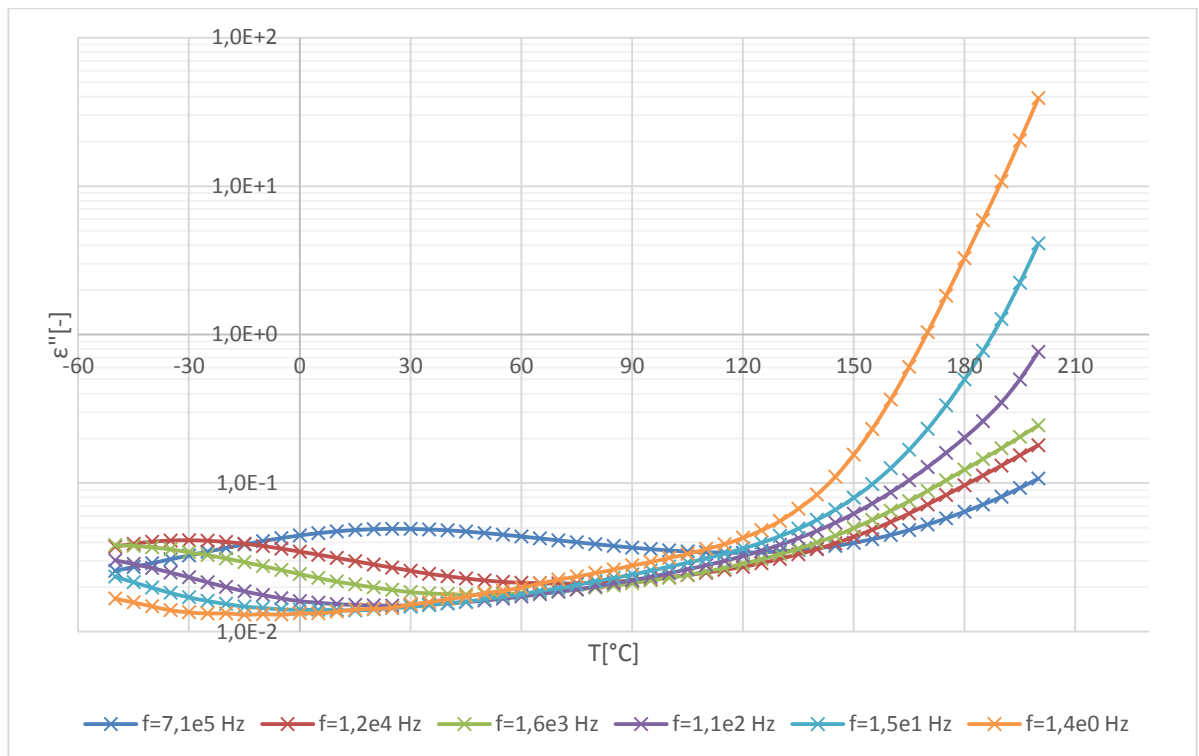
Obr. P.6.5 Frekvenční závislost ϵ' - chlazení



Obr. P.6.6 Teplotní závislost ϵ' - chlazení



Obr. P.6.7 Frekvenční závislost ϵ'' - chlazení



Obr. P.6.8 Teplotní závislost ϵ'' - chlazení