

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

KATEDRA ELEKTROMECHANIKY A VÝKONOVÉ ELEKTRONIKY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Měření infračerveného spektra elektroizolačních kapalin
pomocí FT-IR spektroskopie**

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jan KOVANDA**
Osobní číslo: **E13B0325P**
Studijní program: **B2612 Elektrotechnika a informatika**
Studijní obor: **Elektrotechnika a energetika**
Název tématu: **Měření infračerveného spektra elektroizolačních kapalin pomocí FT-IR spektroskopie**
Zadávající katedra: **Katedra elektromechaniky a výkonové elektroniky**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Zpracujte teoretickou část zabývající se kapalnými elektroizolačními materiály a popište jejich základní parametry.
2. Popište stručně FT-IR spektroskopii.
3. Provedte stručnou rešerši českých norem zabývajících se zrychleným stárnutím kapalných izolantů používaných v elektrotechnice.
4. Provedte zrychlené tepelné stárnutí dodaných olejů a naměřte infračervená spektra olejů v průběhu zrychleného stárnutí.
5. Vyhodnoťte naměřená data pomocí základní statistické analýzy.

Rozsah grafických prací: **podle doporučení vedoucího**
Rozsah kvalifikační práce: **30 - 40 stran**
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**
Seznam odborné literatury:

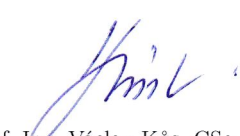
1. <http://www.spektroskopie.cz>.
2. <http://www.spectroscopynow.com>.
3. **KUČEROVÁ, Eva. Elektrotechnické materiály. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2002, 174 s. ISBN 80-7082-940-0.**
4. **MENTLÍK, Václav. Diagnostika elektrických zařízení. 1. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2008, 439 s. ISBN 978-80-7300-232-9.**
5. **České technické normy.**

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Pavel Hahn**
Katedra technologií a měření

Datum zadání bakalářské práce: **15. října 2015**
Termín odevzdání bakalářské práce: **2. června 2016**


Doc. Ing. Jiří Hammerbauer, Ph.D.
děkan




Prof. Ing. Václav Kůs, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. října 2015

Abstrakt

Předkládaná bakalářská práce se zabývá transformátorovými oleji a jejich vlastnostmi v průběhu stárnutí, které jsou experimentálně měřeny pomocí metodiky zrychleného tepelného stárnutí. Použitím FT-IR spektroskopie jsou v průběhu stárnutí naměřena infračervená spektra jednotlivých vzorků olejů, která jsou dále vyhodnocována. Naměřená data jsou vyhodnocena pomocí základní statistické analýzy. Tato práce obsahuje také stručnou rešerši českých norem zabývajících se zrychleným tepelným stárnutím kapalných izolantů používaných v elektrotechnice.

Text je rozdělen do šesti částí; první se zabývá teoretickou částí kapalných elektroizolačních materiálů, jejich základními parametry a dělení, druhá část uvádí FT-IR spektroskopii, její princip a měření. Třetí část provádí stručnou rešerši českých norem, zabývajících se zrychleným stárnutím kapalných izolantů používaných v elektrotechnice. Čtvrtá část je zaměřena na experiment zrychleného tepelného stárnutí transformátorového oleje, pátá část na vyhodnocování naměřených spekter jednotlivých vzorků olejů v průběhu zrychleného stárnutí. V šesté části probíhá vyhodnocení naměřených dat pomocí základní statistické analýzy.

Klíčová slova

Transformátorový olej, infračervené spektrum, FT-IR spektroskopie ATR Krystal, kapalinová kyveta

Abstract

Presented bachelor thesis is concerned with transformer oils and their properties during ageing, which are experimentally measured by method of accelerated thermal ageing. Infrared spectrum of each oil samples during ageing is obtained by using FT-IR spectroscopy, results are further evaluated. The measured data is evaluated using the basic statistical analysis. This thesis also includes a brief recherche of Czech technical standards, which are dealing with accelerated thermal ageing liquid isolators used in electrical engineering.

Text is divided into six parts; the first part is concerned with theoretical description of liquid electrical insulating materials, their basic parameters and dividing, second part introduce FT-IR spectroscopy principle and measurement. Third part preforms a brief recherche of Czech technical standards, which are dealing with accelerated ageing liquid isolators used in electrical engineering. Fourth part is focused on experiment with accelerated thermal ageing transformer oil and the fifth part on evaluating the measured spectrum of each oil samples during accelerated ageing. In the sixth part presents evaluation of the measured data using basic statistical analysis.

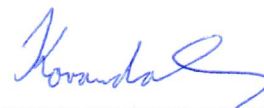
Key words

Transformer oil, infrared spectrum, FT-IR spectroscopy, ATR crystal, liquid cuvette

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

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



.....
podpis

V Plzni dne 31.5.2016

Jan Kovanda

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval mému vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlovi Hahnovi za cenné profesionální rady, připomínky, ochotu a metodické vedení práce. Také bych velmi rád poděkoval Ing. Petrovi Kadlecovi za asistenci a vedení při provádění experimentu v laboratoři, a pomoci s vyhodnocením naměřených výsledků. Tato bakalářská práce vznikla s podporou Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy ČR také v rámci projektu RICE – Nové technologie a koncepce pro inteligentní systémy, číslo projektu LO16.

Obsah

| | |
|--|-----------|
| SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK | 10 |
| ÚVOD | 12 |
| 1 KAPALNÉ ELEKTROIZOLAČNÍ MATERIÁLY | 13 |
| 1.1 ZÁKLADNÍ PARAMETRY | 13 |
| 1.1.1 Průrazné napětí..... | 13 |
| 1.1.2 Vnitřní rezistivita | 13 |
| 1.1.3 Ztrátový činitel..... | 13 |
| 1.1.4 Přítomnost vody v oleji | 14 |
| 1.1.5 Číslo kyselosti – neutralizační číslo..... | 14 |
| 1.1.6 Bod vzplanutí | 14 |
| 1.1.7 Bod tuhnutí..... | 14 |
| 1.1.8 Barva..... | 15 |
| 1.1.9 Viskozita..... | 15 |
| 1.1.10 Hustota..... | 15 |
| 1.1.11 Elektrická pevnost..... | 16 |
| 1.1.12 Oxidační stabilita..... | 16 |
| 1.1.13 Obsah inhibitoru..... | 16 |
| 1.2 ZÁKLADNÍ DĚLENÍ OLEJŮ..... | 17 |
| 1.2.1 Rostlinné oleje..... | 17 |
| 1.2.2 Minerální oleje..... | 17 |
| 1.2.3 Syntetické oleje..... | 18 |
| 2 FT-IR SPEKTROSKOPIE | 19 |
| 2.1 ZÁKLADNÍ PRINCIP INFRAČERVENÉ SPEKTROSKOPIE | 19 |
| 2.2 MĚŘENÍ IR SPEKTER | 20 |
| 2.3 MĚŘENÍ ATR TECHNIKOU | 21 |
| 2.4 KAPALINOVÁ KYVETA | 22 |
| 3 ČESKÉ NORMY ZABÝVAJÍCÍ SE ZRYCHLENÝM STÁRNUTÍM KAPALNÝCH IZOLANTŮ POUŽÍVANÝCH V ELEKTROTECHNICE | 23 |
| 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST..... | 25 |
| 4.1 PŘEDSTAVENÍ EXPERIMENTU | 25 |
| 4.2 PŘÍPRAVA VZORKŮ | 25 |
| 4.3 ZRYCHLENÉ TEPELNÉ STÁRNUTÍ..... | 26 |
| 4.3.1 Horkovzdušná pec..... | 26 |
| 4.3.2 Délka a průběh stárnutí | 27 |
| 4.4 ANALÝZA VZORKŮ | 27 |
| 4.4.1 FT-IR spektrometr..... | 28 |
| 5 VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ | 29 |
| 5.1 TRANSFORMÁTOROVÝ OLEJ - MOGUL TRAFU CZ-A | 29 |
| 5.1.1 Tabulkové hodnoty..... | 30 |
| 5.2 TRANSFORMÁTOROVÝ OLEJ – NYNAS Y3000 | 31 |
| 5.2.1 Tabulkové hodnoty..... | 31 |
| 5.3 TRANSFORMÁTOROVÝ OLEJ – NYTRO LYRA X..... | 32 |
| 5.3.1 Tabulkové hodnoty..... | 33 |
| 5.4 VÝSLEDKY ANALÝZY INFRAČERVENÝCH SPEKTER | 33 |
| 5.5 VÝSLEDKY POROVNÁNÍ OLEJŮ..... | 36 |
| 6 VYHODNOCENÍ NAMĚŘENÝCH DAT POMOCÍ ZÁKLADNÍ STATISTICKÉ ANALÝZY | 37 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 6.1 | POUŽITÉ VZTAHY ZÁKLADNÍ STATISTICKÉ ANALÝZY..... | 37 |
| 6.1.1 | Lineární regrese..... | 38 |
| 6.2 | VÝSLEDKY ZÁKLADNÍ STATISTICKÉ ANALÝZY | 39 |
| | ZÁVĚR..... | 41 |
| | SEZNAM LITERATURY A INFORMAČNÍCH ZDROJŮ..... | 44 |
| | PŘÍLOHY..... | 1 |
| | PŘÍLOHA A - HARMONOGRAM EXPERIMENTU UMĚLÉHO STÁRNUTÍ | |
| | TRANSFORMÁTOROVÝCH OLEJŮ | 1 |
| | PŘÍLOHA B - NAMĚŘENÁ INFRAČERVENÁ SPEKTRA TRANSFORMÁTOROVÝCH OLEJŮ | |
| | V PRŮBĚHU ZRYCHLENÉHO TEPELNÉHO STÁRNUTÍ | 2 |
| 1 | DODANÉ STAVY TRANSFORMÁTOROVÝCH OLEJŮ..... | 2 |
| 1.1 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 4000 – 400 cm^{-1} VLNOČTU..... | 2 |
| 1.2 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 3800 – 3400 cm^{-1} VLNOČTU (VAZBA ANTIOXIDANTŮ) | 2 |
| 1.3 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 1850 – 1450 cm^{-1} VLNOČTU (VAZBA TEPELNÉ OXIDACE A NITRACE)..... | 2 |
| 2 | INFRAČERVENÁ SPEKTRA JEDNOTLIVÝCH DRUHŮ TRANSFORMÁTOROVÝCH OLEJŮ | |
| | V PRŮBĚHU STÁRNUTÍ | 3 |
| 2.1 | TRANSFORMÁTOROVÝ OLEJ MOGUL TRAFU CZ-A | 3 |
| 2.1.1 | IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C..... | 3 |
| 2.1.2 | IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů) | 3 |
| 2.1.3 | IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace) | 4 |
| 2.2 | TRANSFORMÁTOROVÝ OLEJ NYNAS Y3000..... | 4 |
| 2.2.1 | IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C..... | 4 |
| 2.2.2 | IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů) | 5 |
| 2.2.3 | IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace) | 6 |
| 2.3 | TRANSFORMÁTOROVÝ OLEJ NYTRO LYRA X..... | 6 |
| 2.3.1 | IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C..... | 6 |
| 2.3.2 | IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů) | 7 |
| 2.3.3 | IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace) | 8 |
| 3 | INFRAČERVENÁ SPEKTRA V POROVNÁNÍ DRUHŮ TRANSFORMÁTOROVÝCH OLEJŮ | |
| | V PRŮBĚHU STÁRNUTÍ | 8 |
| 3.1 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 4000 – 400 cm^{-1} VLNOČTU PO 168 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C | 8 |
| 3.2 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 3800 – 3400 cm^{-1} VLNOČTU PO 168 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA ANTIOXIDANTŮ)..... | 9 |
| 3.3 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 1850 – 1450 cm^{-1} VLNOČTU PO 168 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA TEPELNÉ OXIDACE A NITRACE) | 9 |
| 3.4 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 4000 – 400 cm^{-1} VLNOČTU PO 336 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C | 10 |
| 3.5 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 3800 – 3400 cm^{-1} VLNOČTU PO 336 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA ANTIOXIDANTŮ)..... | 10 |
| 3.6 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 1850 – 1450 cm^{-1} VLNOČTU PO 336 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA TEPELNÉ OXIDACE A NITRACE) | 10 |
| 3.7 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 4000 – 400 cm^{-1} VLNOČTU PO 504 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C | 11 |

| | | |
|--|--|-----------|
| 3.8 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 3800 – 3400 cm^{-1} VLNOČTU PO 504 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA ANTIOXIDANTŮ)..... | 11 |
| 3.9 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 1850 – 1450 cm^{-1} VLNOČTU PO 504 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA TEPELNÉ OXIDACE A NITRACE) | 11 |
| 3.10 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 4000 – 400 cm^{-1} VLNOČTU PO 672 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C | 12 |
| 3.11 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 3800 – 3400 cm^{-1} VLNOČTU PO 672 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA ANTIOXIDANTŮ)..... | 12 |
| 3.12 | IR SPEKTRUM V ROZSAHU 1850 – 1450 cm^{-1} VLNOČTU PO 672 HODINÁCH PŘI TEPLITĚ 130 °C (VAZBA TEPELNÉ OXIDACE A NITRACE) | 12 |
| PŘÍLOHA C - TABULKY NAMĚŘENÝCH HODNOT MAXIM ABSORBANCÍ TYPICKÝCH PRO ÚBYTEK ANTIOXIDANTŮ A NÁRŮST NITRACE, SROVNÁNÍ JEDNOTLIVÝCH TRANSFORMÁTOROVÝCH OLEJŮ | | 13 |

Seznam symbolů a zkratk

| | |
|-------------------------------------|--|
| absorbance | Absorbance (log 1/T) |
| AgCl..... | Chlorid stříbrný |
| ASTM | Mezinárodní standardizační organizace |
| ATR | Zeslabený úplný odraz (Attenuated Total Reflection) |
| C-H..... | Vazba uhlíku a vodíku |
| CO | Oxid uhelnatý |
| COOH | Karboxylová vazba |
| CSV..... | Hodnoty oddělené čárkami (Comma-separated values) |
| DIN | Německá standardizační organizace (Deutsches Institut für Normung) |
| FT-IR | Fourierova transformace infračerveného spektra |
| Ge..... | Germanium |
| CHO | Karbohydrát |
| IEC..... | Mezinárodní elektrotechnická komise (International Electrotechnical Commission) |
| IR | Infračervené |
| KBr..... | Bromid draselný |
| l | Délka, hloubka, tloušťka (mm) |
| N ₂ O ₄ | Tetraoxid dusíku |
| NaCl..... | Chlorid sodný |
| NO..... | Oxid dusnatý |
| NO ₂ | Oxid dusičitý |
| -O-NO ₂ | Vazba kyslíku a oxidu dusičitého |
| PCB..... | Polychlorované bifenyly |
| PCT | Polychlorované terfenyly |
| ppm | Poměr - jedna miliontina (Parts per million) |
| Si | Křemík |
| t | Teplota (°C) |
| tg δ | Ztrátový činitel (-) |
| U..... | Elektrické napětí (V) |
| v | Objem (ml) |
| vlnočet..... | Vlnočet (cm ⁻¹) |
| ZnSe | Selenid zinečnatý |

ϵ_r Permittivita ($F.m^{-1}$)

ρ Hustota ($g.cm^{-3}$)

Úvod

V praxi se transformátorové oleje využívají převážně jako elektroizolační a chladicí médium do transformátorů u vedení všech hladin napětí. Během provozu je žádoucí, aby oleje zachovávaly své vlastnosti, avšak skutečnost je poněkud jiná. V průběhu několika let provozu těchto olejů dochází k přirozenému stárnutí, způsobeném vnitřním elektrickým namáháním a především vysokou provozní teplotou transformátorů, která roste se zvětšujícím se zatížením a ztrátami transformátoru. Může se tedy stát, že výsledná teplota izolační kapaliny běžnou provozní teplotu dokonce několikrát převyší. Vlivem tohoto stárnutí dochází ke změnám některých parametrů transformátorového oleje, což může postupně vést až ke změně elektroizolačních vlastností a ztrátě tepelné odolnosti. V současné době existuje několik druhů transformátorových olejů s různým složením a parametry, přičemž každý z těchto druhů vykazuje v provozu odlišný průběh stárnutí. Ke zjištění změn v průběhu stárnutí se jako jedna z technik může využít měření infračerveného spektra elektroizolačních kapalin pomocí FT-IR spektroskopie. Vzhledem k dlouhé životnosti transformátorových olejů je potřeba pro jejich analýzu v jednotlivých fázích stárnutí tento proces urychlit, k čemuž je používána metodika zrychleného tepelného stárnutí. Olej se vystaví zvýšené provozní teplotě za pomoci horkovzdušné pece po stanovený čas. Po několika hodinách umělého stárnutí v peci se odebere dostatečné množství vzorků a ty jsou postupně měřeny pomocí FT-IR spektrometru. Takto jsou odebírány a měřeny vzorky v několika fázích a z nich získaná spektra jsou nakonec navzájem porovnávána. Právě experiment této práce si klade za cíl získání a vyhodnocení infračervených spekter tří transformátorových olejů s odlišným obchodním názvem v průběhu jejich umělého zrychleného stárnutí. Na základě odlišného označení lze očekávat odlišné vlastnosti, ale nejedná se přímo o odlišné druhy olejů (všechny jsou minerální). Tato práce je zaměřena na vyhodnocení změn infračervených spekter a odlišností jednotlivých olejů v průběhu stárnutí. Přináší důležité informace, na jejichž základě je dále možné konkrétněji identifikovat jevy, které v průběhu stárnutí mohou nastat a jaké mohou mít důsledky. Na této skutečnosti může totiž záviset, zda je vhodné daný typ oleje do konkrétního typu transformátoru použít, případně jaká mohou později při provozu vzniknout rizika.

1 Kapalné elektroizolační materiály

V elektrotechnice mají kapalné izolanty široké využití, a to především díky jejich dobré tepelné vodivosti a viskozitě. Jako izolační kapaliny mohou také sloužit jako chladicí médium, které dobře vyplňuje daný prostor, odvádí vzniklé teplo a pomáhá k eliminaci výbojové činnosti. Kapalné izolanty se dělí na rostlinné oleje, minerální oleje a syntetické kapaliny. [1] [2]

1.1 Základní parametry

Základní parametry elektroizolačních materiálů jsou velmi důležitými údaji používanými v elektrotechnice. Tyto údaje mohou nejen poskytnout komplexní náhled na daný materiál, ale také pomoci při výběru materiálu s vhodnými vlastnostmi pro zvolenou aplikaci.

1.1.1 Průrazné napětí

Elektroizolační kapalné materiály plní svoji izolační schopnost pouze do určité hodnoty přiloženého napětí. Tímto bodem je nazýváno průrazné napětí, udává se v kV a závisí na několika faktorech. Nejvýznamnějším z faktorů je tvar elektrického pole, vzdálenost elektrod od sebe, obsah vázané nebo emulgované vody v kapalině, obsah plynů a nečistot, teplota pevných nečistot. [3]

1.1.2 Vnitřní rezistivita

Vnitřní rezistivita u elektroizolačních kapalin určuje funkci vzájemně od sebe izolovat části přístroje pod napětím a zamezit tak jejich spojení. Aby byla izolace částí splněna, musí být vnitřní rezistivita vysoká. Ke snížení rezistivity v kapalných izolantech dochází přítomností cizích částic nebo vody. Měřením vnitřní rezistivity lze určit, v jakém stavu se kapalina v daném okamžiku nachází. [2] [3]

1.1.3 Ztrátový činitel

V aplikacích využívajících střídavý proud je hodnota ztrátového činitele velmi důležitá, protože popisuje míru dielektrických ztrát. Příčinou těchto ztrát jsou polarizační mechanismy v elektroizolační kapalině, způsobující zpoždění fázoru elektrické indukce a fázoru elektrického pole o úhel δ . Ztrátový činitel je definován jako tangens úhlu δ a jeho hodnota závisí na tom, zda se jedná o polární nebo nepolární elektroizolační kapalinu, na množství a

vlastnostech nečistot a příměsí. Důležitou vlastností dielektrika je také teplota a frekvence přiloženého elektrického pole. Čisté a nepolární elektroizolační kapaliny dosahují velmi nízkých hodnot ztrátového činitele a v těchto kapalinách dochází pouze k elektronové polarizaci, která se může za běžných podmínek považovat za bezztrátovou. V polárních a ostatních kapalinách s různými příměsí se projevují i jiné polarizační mechanismy, při kterých již ke ztrátám dochází. [2] [3]

1.1.4 Přítomnost vody v oleji

Pokud se v oleji objevuje voda, jedná se jednoznačně o negativní jev, který nejen že snižuje elektrickou pevnost oleje, ale také urychluje oxidaci a korozi kovových částí systému, čímž zhoršuje mazací schopnosti. Může také způsobit rozklad aditiv nebo dokonce podpořit růst mikroorganismů. Způsob, jakým se voda může do oleje dostat, je buď přímo ze vzduchu, nebo vlivem stárnutí jako produkt polykondenzačních reakcí probíhajících v oleji. Aby se přítomnosti vody v oleji nebo vzniku emulze zabránilo, používají se tzv. deemulgační přísady. [2] [3]

1.1.5 Číslo kyselosti – neutralizační číslo

Vinou nedokonalé rafinace se může v oleji objevovat kyselina sírová, kyselina siřičitá, naftenické kyseliny nebo sulfokyseliny, které jsou příčinou kyselosti. Jejich přítomnost je nežádoucí, jelikož tyto kyseliny mají korozivní a degradační účinky. Číslo kyselosti u transformátorových olejů určuje stupeň rafinace, a protože množství kyselin v průběhu stárnutí oleje roste, udává tím také informaci o provozním zestárnutí oleje. [2] [3]

1.1.6 Bod vzplanutí

Z pohledu bezpečnosti se jedná o důležitý údaj elektroizolačních kapalin. Pokud elektroizolační kapalina vytvoří se vzduchem směs v určitém poměru v přítomnosti zdroje tepla, dojde k hoření a tato směs je iniciátorem hoření. Nebezpečnost látek je klasifikována právě bodem vzplanutí. Bod vzplanutí udává teplotu, při které dojde po přiblížení plamene ke vznícení a dále pohasnutí par kapaliny. [2] [3]

1.1.7 Bod tuhnutí

Bod tuhnutí je užitečný v případech, kdy má být elektroizolační kapalina vystavena nízkým teplotám. Schopnost odvádět teplo je způsobena vysokou viskozitou právě vlivem

klesající teploty. Pokud teplota dosáhne tak nízké úrovně, že kapalina přestává téct, nazývá se bodem tuhnutí. [2] [3]

1.1.8 Barva

Vlivem stárnutí oleje se postupně jeho barva mění do tmava, a díky tomu lze určit zestárnutí oleje. K tomuto jevu dochází nejčastěji následkem polymeračních a polykondenzačních reakcí, jejichž produktem jsou látky rozpustné v oleji. Barvu lze hodnotit subjektivně porovnáním s barevným standardem nebo pro přesnější hodnocení porovnáním míry absorpce v kolorimetru. Výsledek barvy se vyjadřuje číslem, případně číslem spolu s písmenem. Obecně platí, že čím jsou kapalně izolanty jakostnější, tím je jejich barva světlejší. [2] [3]

1.1.9 Viskozita

Pokud kapalina slouží nejen jako izolační materiál, ale také k odvodu tepla (vinutí transformátoru), má velký význam viskozita. Rostoucí viskozita kapaliny má za následek pokles množství tepla odvedeného cirkulací. Vliv na viskozitu má molekulová hmotnost látek přítomných v kapalině a také obsah některých příměsí. Kapaliny s nízkou viskozitou lépe vyplňují prostor a dobře plní funkci chladicího a izolačního média. [2] [3]

1.1.10 Hustota

Jedná se o základní fyzikální veličinu všech látek, ovšem u diagnostiky olejů patří tato veličina spíše k méně významným, protože přímo necharakterizuje produkty stárnutí. Používá se především k rozřídění ropných produktů. S rostoucí molekulovou hmotností a indexem lomu roste také hustota oleje. Hustota se stanovuje hustoměrem, který funguje na principu Archimedova zákona. Tato metoda je založena na odčítání hloubky ponoru plavajícího tělesa (hustoměru) v kapalině a vytemperovaný vzorek je přenesen do válce hustoměru, který byl vytemperován na zhruba stejně vysokou teplotu. Hustoměr s takto vyregulovanou teplotou se ponoří do testovaného vzorku a nechá se ustálit, přičemž vyčnívající horní část hustoměru nesmí být namočená. Po ustálení polohy hustoměru se ze stupnice odečte hodnota v $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ a současně také teplota zkoušeného vzorku. Pro přesné stanovení hustoty se používají skleněné pyknometry. [4]

1.1.11 Elektrická pevnost

Elektrická pevnost bývá jako jeden z nejčastěji stanovovaných parametrů. Bývá závislá především na obsahu vody, nečistot, nebo také produktů stárnutí a obsahu plynů. Udává poměr průrazného napětí na vzdálenosti testovaných elektrod. Průrazné napětí je dáno jako nejmenší zkoušené naměřené napětí při vzniku prvního výboje mezi elektrodami. Prováděné zkoušky může ovlivnit např. doba mezi jednotlivými přeskoky, doba působení napětí, počet průrazů, čistota elektrod a nádoby, doba mezi nalitím oleje a začátkem zkoušky a tak dále. Výsledky elektrické pevnosti pomáhají také při určování obsahu nečistot, plynů a emulgované vody v oleji. [4]

1.1.12 Oxidační stabilita

Oxidační stabilita se určuje především pro napodobení dlouhodobého provozního namáhání a za účelem porovnávání oxidační stálosti s jinými izolačními oleji. Tato veličina může také pomoci u zkoušek mísitelnosti různých druhů izolačních olejů. Měření oxidační stability je prováděno namáháním oleje zvýšenými dominantními činiteli, které vyvolávají stárnutí. Těmito činiteli mohou být například zvýšená teplota, přítomnost kyslíku, vzduchu nebo různých kovů jako jsou měď a železo nebo působení elektrického pole. Na základě sledování stability jsou hodnoceny výsledky zkoušek zrychleného stárnutí kapalných izolantů. Z hlediska hodnocení se sledují parametry, které velmi snadno reagují na průběh stárnutí. Jedná se zejména o ztrátový činitel δ , číslo kyselosti, mezipovrchové napětí na rozhraní voda-olej a barva kapalného izolantu. Musí však být bráno v potaz, že z žádné urychlené zkoušky se nedá určit přesná doba života kapalných izolantů v provozu. [4]

1.1.13 Obsah inhibitoru

Životnost a provozní spolehlivost olejových náplní transformátorů jsou závislé především na odolnosti vůči oxidaci. Aby byl proces stárnutí zpomalen, přidává se do izolačních olejů oxidační inhibitor v množství 0,3%_{hmot.} Nejpoužívanějšími inhibitory obvykle jsou 2,6-di-terc.butyl-p-kresol (DBPK) nebo 2,6-di-tercbutyl-p-fenol, přičemž nejčastěji bývají inhibitory aminového nebo fenolického typu. Zda je olej inhibovaný a v jaké koncentraci je zjišťováno u nových olejů, u olejů již provozovaných je nutné zjišťovat zbylý obsah inhibitoru. Obsah inhibitoru je možné změřit pomocí infračervené spektroskopie, chromatografické metody na tenké vrstvě nebo kolorimetrickou metodou. [4]

1.2 Základní dělení olejů

Pomocí základního dělení lze od sebe odlišit oleje s různým složením a metodou získávání. Každý z těchto druhů má často různé vlastnosti, přičemž jejich výběr je nutno pro danou aplikaci právě na tomto základě zvážit.

1.2.1 Rostlinné oleje

Jedná se z chemického hlediska o směsi esteru, glycerinu a nenasycených mastných kyselin. Rostlinné oleje se dále dělí na nevysýchavé (tzv. ricinované) a na vysýchavé (lněné nebo dřevné). Ricinovaným olejem se v praxi napouštějí papírové kondenzátory, především pro použití u stejnosměrných obvodů. U vysýchavých olejů je využito oxidace a polymerace, ke které dochází díky chemické reakci oleje při pohlcení kyslíku. Právě kvůli tomuto jevu vznikne vytvrzená tenká vrstva s dobrými elektroizolačními vlastnostmi. Vlivem dalších provozních činitelů jako je například teplota, záření, pohlcování vody a plynů oleje mění svoje vlastnosti a stárnou. Tyto oleje jsou v dnešní době používány pouze jako přísady do některých elektroizolačních laků. [1]

1.2.2 Minerální oleje

Jedná se o směsi různých typů uhlovodíků, které jsou dány druhem a kvalitou ropy. Získávají se destilací a rafinací ropy. Stejně jako u rostlinných olejů se vlivem provozních činitelů jako je například teplota, působení kyslíku, záření nebo pohlcování vody a plynů oleje mění jejich vlastnosti a stárnou. Kvůli tomuto nežádoucímu jevu je nutné kvalitu oleje pravidelně kontrolovat a regenerovat jej. Oxidaci je možno zabránit úplným oddělením styku oleje se vzduchem pomocí oddělení interní atmosférou nebo přidáním inhibitorů, které prodlužují životnost oleje. Minerální oleje jsou dále děleny na kondenzátorové, transformátorové a kabelové. Jejich funkce nemusí být pouze izolační, ale rovněž také chladicí. Do kabelových olejů jsou přidávány přísady olejových kompaudů s kalafunou nebo syntetickými pryskyřicemi, aby bylo dosaženo nízké viskozity při impregnaci (teplotě 115 - 130 °C) a naopak při vlastním provozu viskozity vysoké. Kondenzátorové oleje musí dosahovat vysoké stability $\tan \delta$ a ϵ_r . [1] [5]

1.2.3 Syntetické oleje

Tento druh oleje vznikl především jako náhrada hořlavých minerálních olejů spolu s požadavkem na dobré elektroizolační vlastnosti a ekologickou nezávadnost. Dělí se podle způsobu přípravy a složení na chlorované uhlovodíky (deriváty benzenu a difenylu), kapaliny vzniklé polymerací nenasycených uhlovodíků (polybutyleny), fluorované sloučeniny, organické estery, silikonové kapaliny. [1]

Chlorované uhlovodíky se dříve používaly pro napouštění kondenzátorových papírů. Jejich elektroizolační vlastnosti se mění podle stupně chlorování. Obsahují pentachlordifenyl, což je nehořlavá polární kapalina s vyšší viskozitou. Tato látka se míchala s trichlorbenzenem pro snížení viskozity, čímž vznikla nehořlavá směs, jejíž obchodní název byl Delor. Používání Deloru však bylo později zakázáno, protože byl ekologicky závadný a způsoboval při styku s člověkem kožní onemocnění. [1]

Polybutyleny se vyznačují dobrými elektroizolačními vlastnostmi, různou viskozitou a stabilitou i při vysokých teplotách. Jedná se o nepolární látky, které jsou odolné proti oxidaci, záření a jsou ekologicky nezávadné. Z těchto důvodů se používají jako náplně kabelů a impregnace svitkových kondenzátorů. [1]

Fluorované sloučeniny mají oproti minerálním olejům několik předností, ale při vyšším bodu tuhnutí a vyšších teplotách vznikne větší tlak par, tudíž se snadno vypařují. Jsou velmi stálé až do teploty 500 °C, avšak pokud je přítomna vlhkost, působí silně korozivně na železo a z části také na hliník a měď. Používají se jako náplně do transformátorů nebo ve výkonových spínačích, kde je mimo jiné využito jejich zhašecích účinků. [1]

Mimo těchto druhů existují také ještě organické estery, které se neustále vyvíjí a používají se především jako náhrada polychlordifenylů pro plnění vysokofrekvenčních kondenzátorů. Dále také silikonové kapaliny, které jsou nehořlavé, tepelně stálé v širokém rozmezí teplot a ekologicky nezávadné. Vyznačují se hlavně výbornými elektroizolačními vlastnostmi. [1]

2 FT-IR spektroskopie

FT-IR spektroskopie slouží jako analytická technika k identifikaci a charakterizaci struktury organických sloučenin a anorganických látek. Měří absorbanci (pohlčení) infračerveného záření o různé vlnové délce procházejícím analyzovaným vzorkem. Základem infračerveného záření je elektromagnetické záření v rozsahu vlnových délek 0,78 – 1000 μm , což odpovídá rozsahu vlnočtů 12800 – 5 cm^{-1} . Jelikož se jedná o velmi široké energetické rozpětí infračervených fotonů, které mohou při interakci s molekulami vytvářet velmi rozmanité druhy vybuzených stavů, rozděluje se tato oblast vlnočtu na blízkou (12800 – 4000 cm^{-1}), střední (4000 – 200 cm^{-1}) a vzdálenou (200 – 10 cm^{-1}), přičemž střední oblast je oblastí nejpoužívanější. V této oblasti se totiž nalézá velká většina tzv. fundamentálních vibrací, tedy vibračních přechodů ze základního do prvního vzbuzeného stavu. [6] [7] [8] [9]

Analytickým výstupem této techniky je infračervené spektrum, které je grafickým zobrazením závislosti energie vyjádřené nejčastěji v jednotkách absorbance na vlnové délce dopadajícího záření. Tato závislost je logaritmická, proto se používá vlnočty, který je převrácenou hodnotou vlnové délky. Přístroje používané k FT-IR spektroskopii vyžadují matematickou metodu Fourierovy transformace a mají řadu výhod. Jednou z těchto výhod je, že při měření dopadá na detektor celý svazek záření, což umožňuje provádět i experimenty, při nichž může docházet k velkým energetickým ztrátám a nachází tak velké uplatnění například v elektrotechnickém průmyslu, farmacii a v mnohém dalším. [6] [7] [8]

2.1 Základní princip infračervené spektroskopie

Základním principem této metody je využití schopnosti látek pohlcovat různé vlnové délky infračerveného záření. Je využíváno toho, že vazby organických pŕojiv a různé funkční skupiny (CO, CHO, COOH) absorbují nebo transmitují různé vlnové délky infračerveného spektra. [3] [7] [8]

Transmittance (propustnost) je poměrem intenzity záření, které prošlo vzorkem, k intenzitě záření vycházejícího ze zdroje. Absorbance je stanovena jako dekadický logaritmus $1/T$. Jaké funkční skupiny látka obsahuje lze stanovit podle vlnové délky pohlceného infračerveného spektra. [6] [7] [8] [10]

Množství určité funkční skupiny, která příslušnou vlnovou délku absorbuje, je úměrné množství absorbovaného monochromatického infračerveného záření. Sledováním změn množství funkčních skupin a vazeb lze pak usoudit postup degradace materiálu. [3]

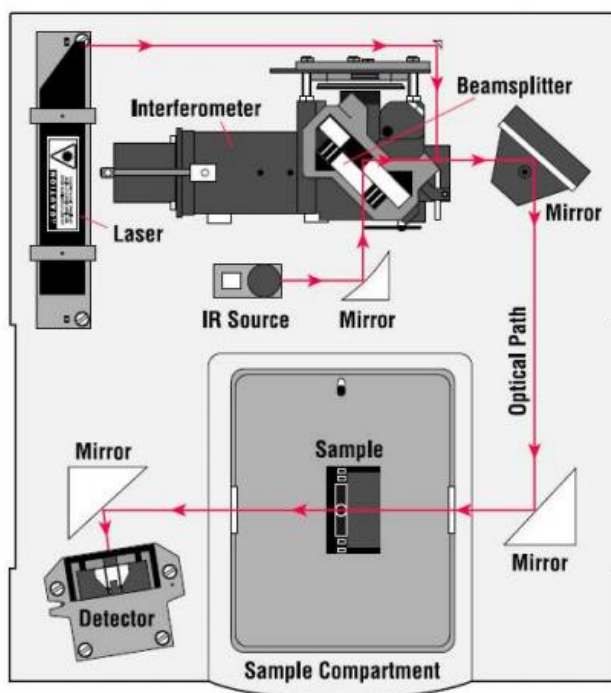
Různé typy vibračních přechodů jsou utvořeny z jednotlivých vibračních pásem a jsou jimi charakterizovány. Infračervené spektrum je rozděleno na dvě oblasti. První je oblast charakteristických (skupinových) vibrací v pásmu $4000-1000\text{ cm}^{-1}$ a tato oblast je využívána pro identifikaci funkčních skupin v molekule. Druhá je oblast otisku palce v pásmu $1000-400\text{ cm}^{-1}$, do níž patří deformační vibrace ovlivněné strukturou molekuly a umožňující konkrétní látku identifikovat. [10]

2.2 Měření IR spekter

K měření IR spekter může být použit disperzní spektrometr pracující na principu rozkladu IR záření v hranolovém či mřížkovém monochromátoru. Tato technika je však již poměrně zastaralá a jako novější bývá použit FT-IR spektrometr (Fourier transform IR) spektrometr, který místo monochromátoru používá Michelsonův interferometr (Obr. 2.1). Michelsonův interferometr pracuje na principu interference¹, kdy zesiluje nebo zeslabuje záření ze zdroje. K ozařování vzorku dochází polychromatickým zářením ze zdroje. V místě polopropustného děliče, kde se setkávají odražené paprsky, se interferencí zesílují ty, které jsou spolu ve fázi. Vlnová délka zesíleného záření se mění pohyblivým zrcadlem. Jakmile je dosaženo stejné vzdálenosti mezi děličem paprsků a nepohyblivým zrcadlem, dojde ke konstruktivní interferenci a signál dosahuje maximální intenzity. Vznikem tzv. interferogramu² tímto měřením, lze získat potřebnou informaci o IR absorpčním spektru. Pokud se tento interferogram digitalizuje, je možné matematickou Fourierovou transformací získat IR spektrum jako funkci intenzity absorbance a vlnočtu. [9] [10]

¹ Vzájemné ovlivňování, střetání, prolínání, překrývání. Jedná se o jev, který nastává, pokud se setkají alespoň dvě vlny (např. světelné či zvukové) a vzájemně se zesilují nebo zeslabují či úplně vyruší. [31]

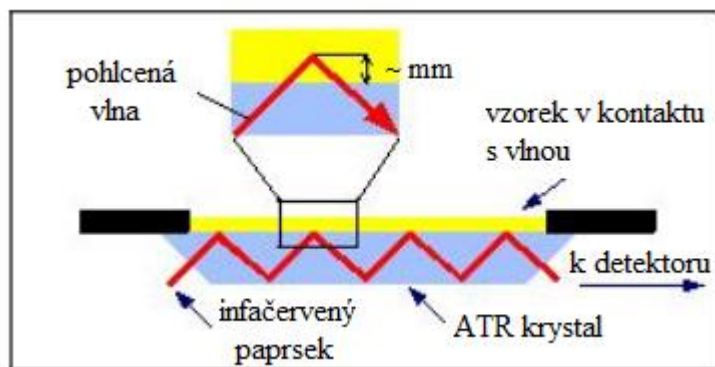
² Používá se pro záznam rázové vlny a proudění vzorků tekutiny. [32]



Obr. 2.1: Infračervený spektrometr s Fourierovou transformací [11]

2.3 Měření ATR technikou

Tato technika využívá zeslabené totální reflektance (Attenuated Total Reflection) a je vhodná pro měření vzorků, které silně absorbují infračervené záření (vodné roztoky, emulze). Je založena na úplném odrazu záření na fázovém rozhraní měřeného vzorku a měřicího krystalu z materiálu o vysokém indexu lomu (ZnSe, AgCl, Si, Ge,...). V dnešní době se používá pro standardní měřicí techniky zpravidla lichoběžníkový ZnSe krystal v horizontálním postavení. Vlivem dokonalého kontaktu měřeného vzorku s ATR krystalem proniká záření ve formě vlny do analyzovaného materiálu asi 1-4 μm hluboko (Obr. 2.2). Tato vlna, zeslabená o absorbovanou frekvenci, je poté vrácena do IR paprsku vedoucího do interferometru ke zpracování. Pokud dojde k absorpci záření o určité frekvenci vzorkem, frekvence v totálně odraženém svazku světla bude zeslabena. Na ATR spektrum vzorku mají vliv: vlnová délka infračerveného záření, poměr indexů lomu měřeného vzorku a ATR krystalu, efektivní dráha záření, úhel dopadu záření na fázové rozhraní a kontakt mezi měřeným vzorkem a ATR krystalem. Nanesením tenké vrstvy neředěného (čistého) vzorku na ATR krystal nebo čerpání přes průtočnou kyvetu poskytuje vysoce kvalitní spektra. Velkou výhodou této metody je nenáročná a minimální příprava vzorku. [10] [12]



Obr. 2.2: Princip měření ATR technikou [6]

2.4 Kapalinová kyveta

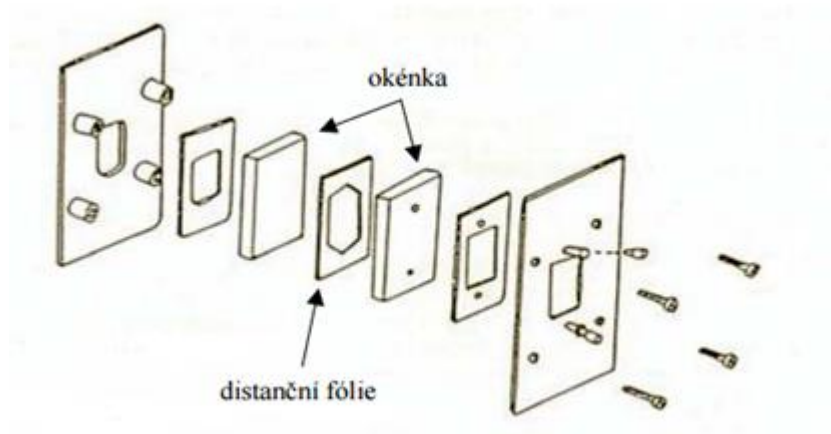
Jedná se o kyvetu mající dvě průsvitná okénka vyrobená obvykle z KBr nebo NaCl s určitou tloušťkou, kterou určuje distanční fólie. Tyto materiály jsou považovány za nejvhodnější, avšak mají nevyhovující hygroskopické vlastnosti. Z toho důvodu je nutné dbát na to, aby se k těmto materiálům nedostala voda. [7] [8] [9] [13] [14]

Jedno z okének je provrtáno dvěma otvory, sloužící k plnění měřicím vzorkem. Tato okénka jsou pevně zasazena do kovového držáku, který je také opatřen plnicími otvory (Obr. 2.3). Tloušťky kyvet u roztoků bývají 0,1 – 1 mm, v případě kapalin v rozmezí 0,02 – 0,04 mm. Plní se pomocí injekční stříkačky tak, že je jedním otvorem naléván vzorek a současně druhým otvorem je pomocí druhé injekční stříkačky vytěsněn vzduch při plnění nebo vypuštění vzorku z kyvety. [14]

Existují také některé speciální kyvety o tloušťkách několika mm až 1 cm, které jsou vhodné k měření velmi zředěných roztoků. U kvalitativních měření málo těkavých a viskózních kapalin může být aplikována tzv. technika kapilární vrstvy. Při této technice je kapka měřené kapaliny stlačena přímo mezi dvě okénka bez distanční fólie. [14]

Pokud jsou měřena infračervená spektra roztoků, musí být zvoleno vhodné rozpouštědlo. Každé z různých druhů rozpouštědel má totiž v určitých oblastech spektra vlastní absorpční pásy, a jestliže není tato absorpce příliš intenzivní, musí být vykompenzována. U dvoupráskových spektrometrů se kompenzace provádí například tím, že je do srovnávacího paprsku vložena kyveta s čistým rozpouštědlem a u jednopráskových přístrojů je odečteno spektrum čistého rozpouštědla od získaného záznamu. Pokud dochází k vyšší absorpci záření rozpouštědlem, je energie dopadající na detektor velmi malá, a přístroj není schopen

zaznamenat správné spektrum. Proto musí být při výběru rozpouštědla brána v úvahu především propustnost ve velmi široké oblasti infračerveného spektra, jeho inertnost vůči materiálu průhledných okének kyvety a skutečnost, že rozpouštědlo nesmí s rozpouštěnou látkou reagovat. Těmto požadavkům nejvíce vyhovují nepolární rozpouštědla, což jsou látky s malou změnou dipólového momentu molekuly a nejpoužívanějším z nich je tetrachlormethan nebo sirouhlík. Jejich použití je však omezené vzhledem k četným absorpčním pásům. [14]



Obr. 2.3: Složení rozebíratelné kapalinové kyvety [15]

3 České normy zabývající se zrychleným stárnutím kapalných izolantů používaných v elektrotechnice

S ohledem na experimentální část této práce, která se zabývá zrychleným tepelným stárnutím, jsou zde uvedeny normy, které by mohly být pro tuto problematiku použity.

ČSN EN 60216-1 (34 6416)

Elektroizolační materiály – Vlastnosti tepelné odolnosti – Část 1: Proces stárnutí a vyhodnocení výsledků zkoušky [16]

Tato norma obsahuje přehled pracovních a experimentálních postupů zrychleného umělého tepelného stárnutí elektroizolačních materiálů. Lze v ní rovněž nalézt postupy pro nedestruktivní, destruktivní a odolnostní zkoušky spolu s vyhodnocením dat. Tato norma také nově zavádí současnou terminologii původní normy, která odkazovala na zkušební metody z již neexistujících dokumentů.

- ČSN EN ISO 4263-1 (656208)** Ropa a ropné výrobky - Stanovení průběhu stárnutí inhibovaných olejů a kapalin - TOST test - Část 1: Postup pro ropné oleje [17]

Tato norma specifikuje metodu pro stanovení chování oxidace a rzi stárnoucích inhibovaných minerálních olejů s hustotou menší než voda, které jsou používány jako turbínové a cirkulující oleje. Postupem této normy mohou být testovány oleje obsahující syntetické složky, ale k těmto olejům zatím není k dispozici přesné prohlášení. Zkušební metoda této normy je široce používána ve specifikacích a je považována za významnou v porovnávání oxidační stability olejů, které jsou náchylné ke kontaminaci vodou.

- ČSN EN 61065 (346714)** Metoda vyhodnocování průtokových vlastností minerálních izolačních olejů při nízkých teplotách po ukončení stárnutí [18]

V této normě je popisována metoda posuzování změn v inhibovaných a neinhibovaných minerálních izolačních olejích při působení aditiv ke snížení bodu tuhnutí, pokud stárnou v přítomnosti izolačního sulfátového papíru. Jedná se o českou verzi evropské normy EN 61065:1993 včetně opravy IEC 1065:1991 provedené v prosinci 1993.

- ČSN EN 60068-2-14 ed. 2 (34 5791)** Zkoušení vlivů prostředí – Část 2-14: Zkoušky – Zkouška N: Změna teploty [19]

Tato norma uvádí zkoušku ke stanovení schopnosti součástek, zařízení nebo jiných předmětů odolávat rychlým změnám teploty okolí, kterému mohou být vystaveny během skladování, přepravy, manipulaci nebo v provozu. Obsahuje také tři metody zkoušky vlivu změny teploty a návod pro volbu vhodných parametrů zkoušky pro jejich začlenění do podrobné specifikace.

4 Experimentální část

Součástí této práce je experiment, jehož cílem je provedení zrychleného tepelného stárnutí transformátorových olejů a změření jejich infračervených spekter v průběhu zrychleného umělého stárnutí.

4.1 Představení experimentu

V říjnu roku 2015 byl získán zcela nový transformátorový olej Nynas Y3000. V únoru následujícího roku byly fakultou dodány ještě dva rovněž úplně nové druhy olejů – Mogul trafo CZ-A a Nytro Lyra X. Cílem tohoto experimentu bylo uvedené druhy olejů uměle zestárnout. V několika fázích tohoto stárnutí měly být odebrány vzorky daných olejů a změřeno jejich infračervené spektrum. Umělé zrychlené tepelné stárnutí bylo realizováno v horkovzdušné peci, do níž byly umístěny vzorky všech výše uvedených druhů olejů. Měření infračervených spekter bylo následně provedeno pomocí FT-IR spektrometru a tato spektra byla dále analyzována. Byl sestaven harmonogram, na jehož základě byl experiment realizován. Tento harmonogram lze v této práci nalézt v příloze A (str. 1).

4.2 Příprava vzorků

K rozdělení vzorků jednotlivých druhů olejů byly použity reagenční úzkohrdlé lahvičky o celkovém objemu 50 ml. Pro každý druh oleje byly určeny dvě lahvičky, každá naplněna na 40 ml. Oleje byly před rozlitím do lahviček důkladně promíchány, aby nedošlo k usazeninám. Každá z lahviček byla následně z boku označena přilepeným popsáním obyčejným papírem s vlastním označením daného oleje a číslem vzorku (Obr. 4.1).

V dalším kroku přípravy byl mezi hrdlo a zátku lahviček přidán úzký proužek papírku, který měl vzorkům oleje v peci zajistit dostatečné sušení a s ním spojený odvod vzniklých expanzních plynů, které se v oleji během průběhu umělého stárnutí vytvářely.

Vzorky byly do pece umístěny tak, aby při ukončení jednotlivých fází stárnutí bylo jejich vyjmutí co nejjednodušší, a to ve čtyřech řadách, přičemž každá řada obsahovala všechny tři druhy olejů vedle sebe.



Obr. 4.1: Označené vzorky olejů v lahvičkách

4.3 Zrychlené tepelné stárnutí

V zadání experimentu nebyla uvedena konkrétní délka umělého stárnutí, ani přesná teplota, které měly být jednotlivé vzorky olejů vystaveny. Bylo vycházeno tedy podle normy ČSN EN 60216-1 o umělém stárnutí kapalných izolantů a to při teplotě 130 °C, k čemuž byla dle této normy použita horkovzdušná pec. Jako nejvyšší teplota umělého stárnutí byla vybrána právě 130 °C, jelikož při této teplotě dochází pouze k urychlení jevů vznikajících v oleji. Při teplotě přibližně 140 °C totiž u těchto olejů dle katalogových údajů výrobce dochází ke vzplanutí, které by ohrozilo jejich samotnou strukturu, což by bylo v tomto měření z hlediska pouhého sledování jevů nežádoucí.

4.3.1 Horkovzdušná pec

Horkovzdušná pec, která sloužila ke zrychlenému stárnutí transformátorových olejů, měla označení Memmert SF 75 PLUS (Obr. 4.2). Tato pec byla nastavena na 130 °C zhruba hodinu před prvním umístěním všech vzorků dovnitř. Rychlost hlavního ventilátoru byla nastavena na 50 % a zadní klapka zůstala otevřena na čtvrtinu tak, aby uvnitř pece nedocházelo ke vzniku nepřírodní atmosféry vlivem vypařujících se plynů z olejů a tyto plyny mohly být odvětrávány.



Obr. 4.2: Horkovzdušná pec Memmert SF 75 PLUS

4.3.2 Délka a průběh stárnutí

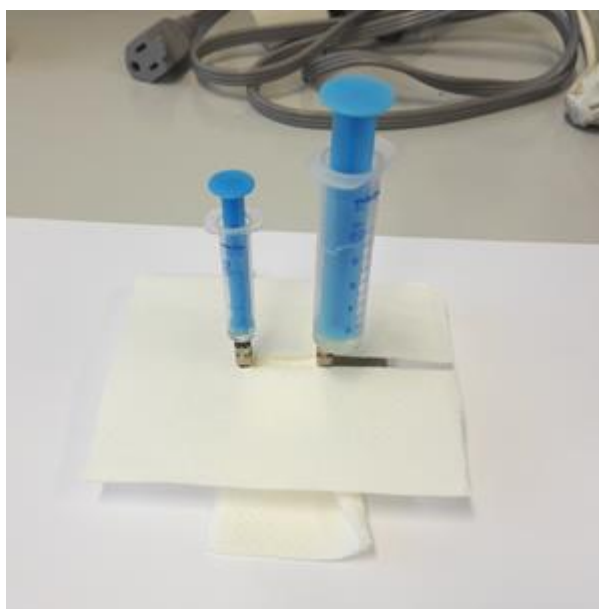
Délka umělého stárnutí byla rozdělena na 4 fáze, z čehož každá z fází představovala 168 hodin (celkově 672 hodin) vystavení teplotě 130 °C v peci. Po skončení jedné z fází byly vždy odebrány dva vzorky z každého druhu oleje, současně také vyjmuty jejich sušící papírky a byly ponechány 24 hodinám aklimatizace při pokojové teplotě. Následujícího dne byly vzorky analyzovány pomocí FT-IR spektrometru. Při odběru vzorků z pece byly použity ochranné rukavice a horkovzdušná pec zůstávala neustále v chodu na 130 °C po dobu dalších fází.

4.4 Analýza vzorků

Každý vzorek oleje byl po aklimatizaci napřed v lahvičce důkladně promíchán a odebírán novou injekční stříkačkou, přičemž nebyl míchán s žádným rozpouštědlem a pod tlakem za pomoci druhé prázdné injekční stříkačky aplikován do vnitřního prostoru kapalinové kyvety. Tloušťka prostoru zaplněného olejem je u zvolené kyvety 1 mm. Tato kyveta byla před samotným naplněním vzorku řádně očištěna a zabalena do papírových ubrousků, aby při vnášení nedošlo k nechtěnému znečištění okénka. V okamžiku, kdy byla prvním otvorem kyveta naplněna celým vzorkem oleje, byl ve druhém otvoru za pomoci druhé injekční stříkačky mírně vrácen zpět za účelem vyrovnání tlaku (Obr. 4.3). Teprve poté byly obě

injekční stříkačky vyjmuty, oba otvory kyvety utěsněny špunty a zbaveny papírových ubrousků. V posledním kroku proběhla také ještě kontrola průhledného okénka, ve kterém nesmělo dojít ke vzniku bubliny, která by měření mohla zkreslit. Takto naplněná a připravená kyveta mohla být vložena do FT-IR spektrometru k analýze.

Měření dalších vzorků probíhalo principem vytlačení původního vzorku oleje vzorkem novým, přičemž aby nedošlo ke smíchání, byl každý z původních vzorků před konečným utěsněním kyvety vytlačen novým celkem třikrát, tedy dokud nedošlo k úplnému vytlačení původního oleje. V jedné fázi byly tímto principem odebrány a samostatně analyzovány 3 vzorky z každé lahvičky daného druhu oleje včetně měření dodaných stavů, jejichž analýza proběhla stejným způsobem.



Obr. 4.3: Kyveta připravená k naplnění olejem

4.4.1 FT-IR spektrometr

K získání infračervených spekter jednotlivých vzorků byl použit FT-IR spektrometr NICOLET 380 (Obr. 4.4), který byl připojen ke stolnímu počítači a v něm pomocí programu OMNIC tato spektra přímo vykresloval v rozmezí $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ vlnočtu v závislosti na velikosti absorbance.

Spektrometr musel být před prvním použitím nejprve v uzavřeném stavu a bez měrné kyvety pomocí vlastního nastavení v programu OMNIC celý zkalibrován. Před umístěním každého ze vzorků v kyvetě horním uzávěrem dovnitř spektrometru, bylo v tomto programu

napřed odebráno čisté pozadí, aby analyzované spektrum vzorku bylo co nejpřesnější, a teprve poté vložena a měřena kyveta s daným vzorkem.



Obr. 4.4: FT-IR spektrometr NICOLET 380

5 Vyhodnocení výsledků

Infračervená spektra jsou určena závislostí vlnočtu v cm^{-1} na velikosti absorbance. Celkový rozsah vlnočtu jednoho spektra v tomto experimentu byl $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ a jedná se tedy o střední oblast, která je zároveň oblastí nejpoužívanější a ve které se nalézá velká většina tzv. fundamentálních vibrací. Pomocí těchto vibrací lze v charakteristických pásmech určit, k jakému jevu dochází.

V tomto experimentu byl z celkových tří naměřených spekter každého druhu oleje v jedné fázi analýzy vybrán takový průběh, který nejpřesněji kopíroval průběh jednoho z ostatních dvou křivek. Tento průběh se dal pokládat za nejpřesnější, a byl ve formě dat z programu vyextrahován do CSV souboru. Z těchto dat byly dále vypracovány grafy infračervených spekter a následně vyhodnoceny.

5.1 Transformátorový olej - Mogul trafo CZ-A

Jedná se o inhibovaný transformátorový olej, který se vyrábí z hluboce rafinovaného základového oleje, tzv. jakostního hydrokrakovaného oleje. Tento olej je získáván pomocí špičkové technologie z parafinické ropy. Kromě svých vynikajících elektroizolačních

vlastností obsahuje také účinný inhibitor oxidace, který mu zajišťuje výbornou oxidační stabilitu. Tuto stabilitu potvrzuje zkouška provedená interní metodikou firmy ELDIAG s.r.o., specializovanou na elektrotechnickou diagnostiku, podle níž dochází u oleje k vypadávání kalů až po více než 1500 hodinách expozice. Olej Mogul trafo CZ-A klasifikačně patří do IEC 60296 a jeho charakteristickými vlastnostmi jsou: nízká hustota, vysoké povrchové napětí, velmi dobré elektroizolační vlastnosti, vynikající oxidační stabilita a dlouhá životnost. Vyhovuje také tuzemským a mezinárodním nárokům, které jsou kladeny na užité vlastnosti inhibovaných izolačních olejů. Mimo jiné je možno jej mísit s jinými inhibovanými izolačními oleji všech známých dodavatelů. Tento olej bývá běžně dodáván s obsahem vody do 40 ppm, ale na přání zákazníka je možné zajistit i nižší obsah vody do 10 ppm. [20]

5.1.1 Tabulkové hodnoty

Tab. 5.1 Tabulkové hodnoty transformátorového oleje Mogul trafo CZ-A

| Charakteristika | Jednotky | Metoda testu | Garantované hodnoty | | Typická hodnota |
|-------------------------------------|--------------------|---------------------------------------|---------------------|------|-----------------|
| | | | Min | Max | |
| <i>Fyzikální vlastnosti</i> | | | | | |
| Vzhled | - | | Světlá kapalina | | Vyhovuje |
| Hustota při 15 °C | g/cm ³ | EN ISO 12185 | | 0,87 | 0,84 |
| Kinem. viskozita při 40 °C | mm ² /s | EN ISO 3104 | | 11 | 10 |
| Kinem. viskozita při -30 °C | mm ² /s | EN ISO 3104 | | | 850 |
| Bod tuhnutí | °C | ISO 3016 | | | <-42 |
| <i>Chemické vlastnosti</i> | | | | | |
| Kyselost | mg KOH/g | ISO 6618 | | | 0,005 |
| Korozivní síra | | DIN 51353 ASTM D1275B IEC 62535 | Není korozivní | | |
| Obsah síry | % | | | | neuveďeno |
| Obsah aromátů | % | | | | neuveďeno |
| Obsah fenol. inhibitoru | % hm. | IČ | | | 0,4 |
| Obsah vody | ppm | | 10 | | 40 |
| Obsah furfuralu | mg/kg | | | | neuveďeno |
| <i>Elektrické vlastnosti</i> | | | | | |
| Ztrátový činitel (DDF) při 90 °C | | EN 60247 | | | 0,001 |
| Mezipovrchové napětí (IFT) | mN/m | ASTM D 2285 | | | 55 |
| Průrazné napětí | | | | | |
| - před sušením | kV | | | | neuveďeno |
| - po sušení | kV | EN 60156 | | | 75 |
| <i>Oxidační stabilita</i> | | | | | |

| | | | | | |
|---|----------|-------------|-------------|--|-----------|
| Při 120 °C, 500 hod. | | | | | neuveďeno |
| Celková kyselost | mg KOH/g | | | | neuveďeno |
| Kaly | % hm. | | | | neuveďeno |
| Ztrátový činitel (DDF) při 90 °C | | | | | neuveďeno |
| Zdraví, bezpečnost a životní prostředí | | | | | |
| Bod vzplanutí, PM | °C | EN ISO 2719 | | | 175 |
| Obsah PCA (Extrakt DMSO) | % hm. | | | | neuveďeno |
| Obsah PCB | | IEC 61619 | neměřitelné | | |

5.2 Transformátorový olej – Nynas Y3000

Transformátorový olej s označením Nynas Y3000 je vysoce výkonným olejem, jelikož je vyráběn z naftenické základové suroviny s nízkým bodem tuhnutí. Tento ropný olej neobsahuje tzv. polychlorované bifenylly (PCB) ani polychlorované terfenylly (PCT), což mu zajišťuje tepelnou odolnost, přilnavost a nehořlavost. Jeho barva je světle žlutá, mírně zapáchá po ropě, je nerozpustitelný ve vodě a při vyšších teplotách má tendenci k plynování. Bod samovznícení se pohybuje nad 270 °C, bod vzplanutí je v průměru 140 °C, a tento olej navíc splňuje nové požadavky na korozivní síru (ASTM D 1275 B a IEC 62535). [21] [22]

5.2.1 Tabulkové hodnoty

Tab. 5.2 Tabulkové hodnoty transformátorového oleje Nynas Y3000

| Charakteristika | Jednotky | Metoda testu | Garantované hodnoty | | Typická hodnota |
|-----------------------------|--------------------|---------------------------------------|---------------------|-------|-----------------|
| | | | Min | Max | |
| Fyzikální vlastnosti | | | | | |
| Vzhled | - | IEC 60296 | Čirý, bez úsad | | Vyhovuje |
| Hustota při 20 °C | g/cm ³ | ISO 3675 | | 0,895 | 0,875 |
| Kinem. viskozita při 40 °C | mm ² /s | ISO 3104 | | 12 | 9,5 |
| Kinem. viskozita při -30 °C | mm ² /s | EN ISO 3104 | | 1800 | 920 |
| Bod tuhnutí | °C | EN ISO 3016 | | -40 | <-50 |
| Chemické vlastnosti | | | | | |
| Kyselost | mg KOH/g | IEC 62021 | | 0,01 | <0,01 |
| Korozivní síra | | DIN 51353 ASTM D1275B IEC 62535 | Není korozivní | | |
| Obsah síry | % | ISO 14596 | | 0,15 | <0,01 |
| Obsah aromátů | % | IEC 60590 | | | 6 |
| Obsah fenol. inhibitoru | % hm. | IEC 60666 | 0,08 | 0,4 | 0,38 |
| Obsah vody | mg/kg | IEC 60814 | | 30 | <20 |

| | | | | | |
|---|----------|-------------|-----|-------------|--------|
| Obsah furfuralu | mg/kg | IEC 61198 | | 0,1 | <0,1 |
| Elektrické vlastnosti | | | | | |
| Ztrátový činitel (DDF) při 90 °C | | IEC 60247 | | 0,005 | <0,001 |
| Mezipovrchové napětí (IFT) | mN/m | ISO 6295 | 40 | | 48 |
| Průrazné napětí | | | | | |
| - před sušením | kV | IEC 60156 | 30 | | 40-60 |
| - po sušení | kV | IEC 61156 | 70 | | >70 |
| Oxidační stabilita | | | | | |
| Při 120 °C, 500 hod. | | IEC 61125 B | | | |
| Celková kyselost | mg KOH/g | | | 0,3 | 0,03 |
| Kaly | % hm. | | | 0,05 | <0,02 |
| Ztrátový činitel (DDF) při 90 °C | | | | 0,05 | <0,01 |
| Zdraví, bezpečnost a životní prostředí | | | | | |
| Bod vzplanutí, PM | °C | EN ISO 2719 | 135 | | 150 |
| Obsah PCA (Extrakt DMSO) | % hm. | IP 346 | | 3 | <3 |
| Obsah PCB | | IEC 61619 | | neměřitelné | |

5.3 Transformátorový olej – Nytro Lyra X

Transformátorový olej s označením Nytro Lyra X byl navržen jako vysoce výkonný izolační olej, určený speciálně pro těžký provoz k plnění elektrických zařízení jako jsou např. výkonové a distribuční transformátory, usměrňovače, zhášedce elektrického oblouku a některé vypínače. Jedná se o hluboce hydrogenovaný inhibovaný olej vyvinutý a formulovaný tak, aby vysoce odolával stárnutí. Vyniká svou mimořádnou oxidační stabilitou, která prodlužuje jeho životnost a umožňuje nižší nároky na údržbu. Vyhovuje normě IEC 60296:2003 plně inhibovaného oleje, včetně splnění zvláštních požadavků pro speciální aplikace, čímž je mimo jiné zařazen mezi vysoce jakostní oleje. Prošel také testy ASTM D1275 method B, IEC 62535 a DIN 51353. Díky své nízké viskozitě a viskozitnímu indexu zajišťuje extrémně dobrý přenos tepla, což se v aplikacích uplatní například zejména při odvodu tepla z jádra a vinutí transformátoru. Má velmi dobré nízkoteplotní vlastnosti, čímž je umožněn start transformátoru při nejnižších možných teplotách bez použití depresantu, což jsou aditiva určená ke snížení bodu tuhnutí. Jeho další kladnou vlastností je také vysoká elektrická pevnost, která při správném skladování a manipulaci dokonce přesahuje nejpřísnější požadavky. [23] [24]

5.3.1 Tabulkové hodnoty

Tab. 5.3 Tabulkové hodnoty transformátorového oleje Nytro Lyra X

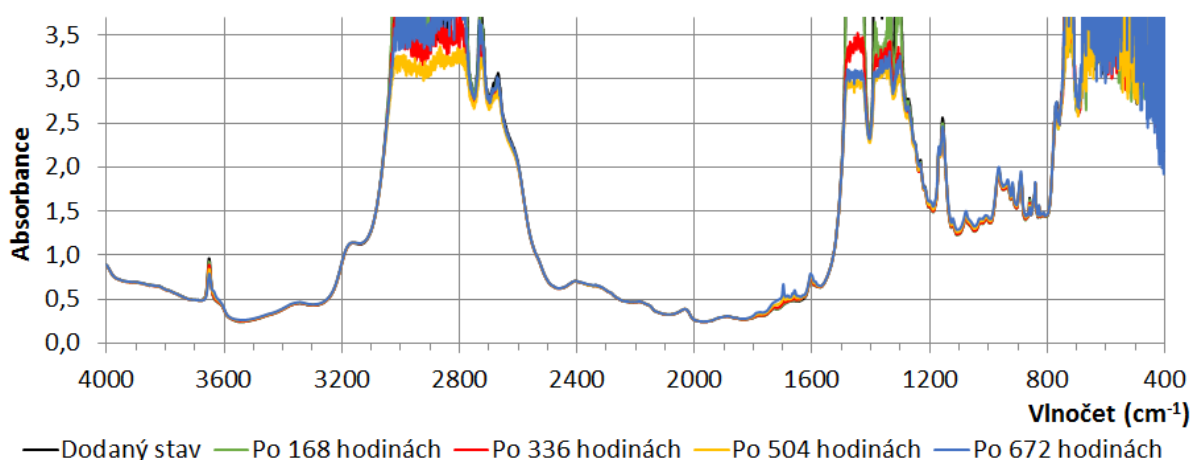
| Charakteristika | Jednotky | Metoda testu | Garantované hodnoty | | Typická hodnota |
|---|--------------------|---------------------------------------|---------------------|-------|-----------------|
| | | | Min | Max | |
| Fyzikální vlastnosti | | | | | |
| Vzhled | - | IEC 60296 | Čirý, bez úsad | | Vyhovuje |
| Hustota při 20 °C | g/cm ³ | ISO 3675 | | 0,895 | 0,870 |
| Kinem. viskozita při 40 °C | mm ² /s | EN ISO 3104 | | 12 | 9,6 |
| Kinem. viskozita při -30 °C | mm ² /s | EN ISO 3104 | | 1800 | 926 |
| Bod tuhnutí | °C | ISO 3016 | | -40 | <-48 |
| Chemické vlastnosti | | | | | |
| Kyselost | mg KOH/g | IEC 62021 | | 0,01 | <0,01 |
| Korozivní síra | | DIN 51353 ASTM D1275B IEC 62535 | Není korozivní | | |
| Obsah síry | % | ISO 14596 | | 0,15 | 0,01 |
| Obsah aromátů | % | IEC 60590 | | | 5 |
| Obsah fenol. antioxidantu | % hm. | IEC 60666 | 0,08 | 0,4 | 0,38 |
| Obsah vody | mg/kg | IEC 60814 | | 30 | <20 |
| Obsah furfuralu | mg/kg | IEC 61198 | | 0,1 | <0,1 |
| Elektrické vlastnosti | | | | | |
| Ztrátový činitel při 90 °C | | IEC 60247 | | 0,005 | 0,001 |
| Mezipovrchové napětí | mN/m | ISO 6295 | 40 | | 50 |
| Průrazné napětí | | | | | |
| - před sušením | kV | IEC 60156 | 30 | | 40-60 |
| - po sušení | kV | IEC 61156 | 70 | | >70 |
| Oxidační stabilita | | | | | |
| Při 120 °C, 500 hod. | | IEC 61125 C | | | |
| Celková kyselost | mg KOH/g | | | 0,3 | 0,03 |
| Kaly | % hm. | | | 0,05 | <0,02 |
| Ztrátový činitel (DDF) při 90 °C | | | | 0,05 | 0,02 |
| Zdraví, bezpečnost a životní prostředí | | | | | |
| Bod vzplanutí, PM | °C | EN ISO 2719 | 135 | | 150 |
| Extrakt DMSO | % hm. | IP 346 | | 3 | <3 |
| Obsah PCB | | IEC 61619 | neměřitelné | | |

5.4 Výsledky analýzy infračervených spekter

Získaná infračervená spektra v celém rozsahu 4000 – 400 cm⁻¹ vlnočtu v průběhu zrychleného umělého stárnutí nám poskytují komplexní náhled. Lze si všimnout takových

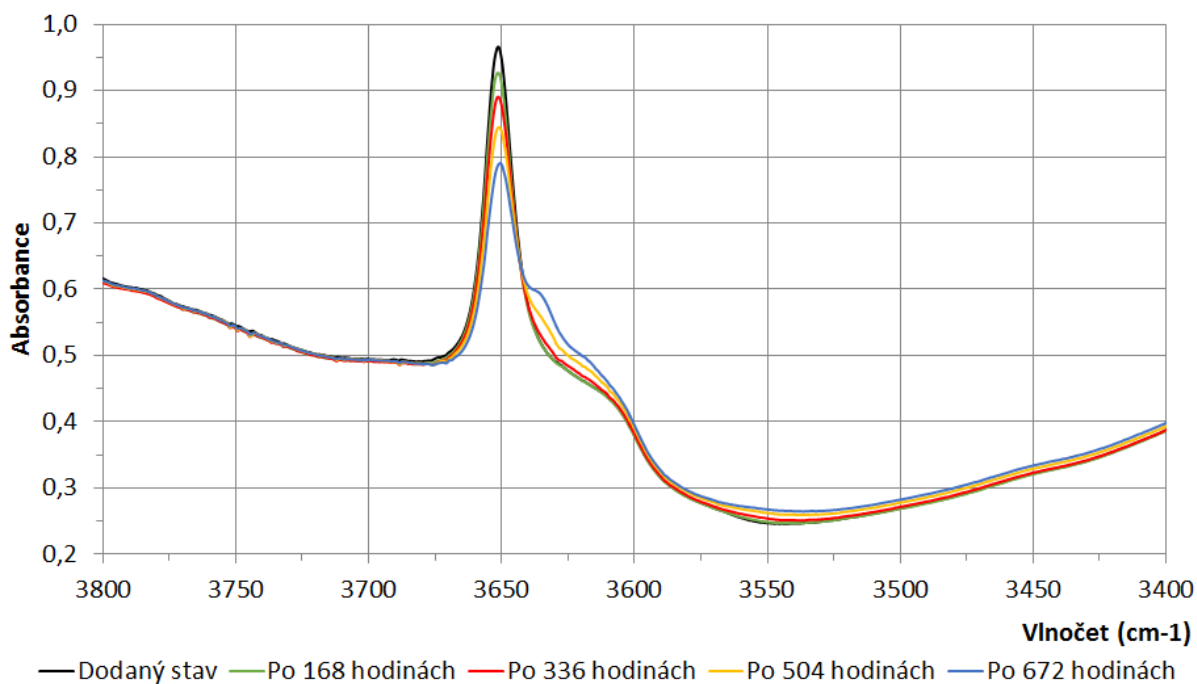
oblastí, ve kterých vlivem umělého stárnutí docházelo k viditelným změnám hodnot absorpance. Právě tato místa byla dále samostatně analyzována.

Celé infračervené spektrum každého oleje tvořily celkem tři oblasti s velmi zvýšenými hodnotami absorpance. První z nich se pohybovala v rozmezí $3000 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ a jednalo se o energii pohlcenou v důsledku rozpínání C-H vazby. Další oblast v rozmezí $1500 - 1200 \text{ cm}^{-1}$ odpovídala energii pohlcené v důsledku ohybu C-H vazby. Třetí a zároveň poslední místo s velmi vysokou hodnotou absorpance měl tzv. rafinační stupeň, což je proces, kterým se kapalina zbavuje nečistot, čímž vzniká rafinovaný (přečištěný) produkt, a tento stupeň se nacházel na hranici $800 - 400 \text{ cm}^{-1}$ vlnočtu (Obr. 5.1). [13]



Obr. 5.1: Infračervené spektrum transformátorového oleje Mogul trafo CZ-A v celém rozsahu $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$

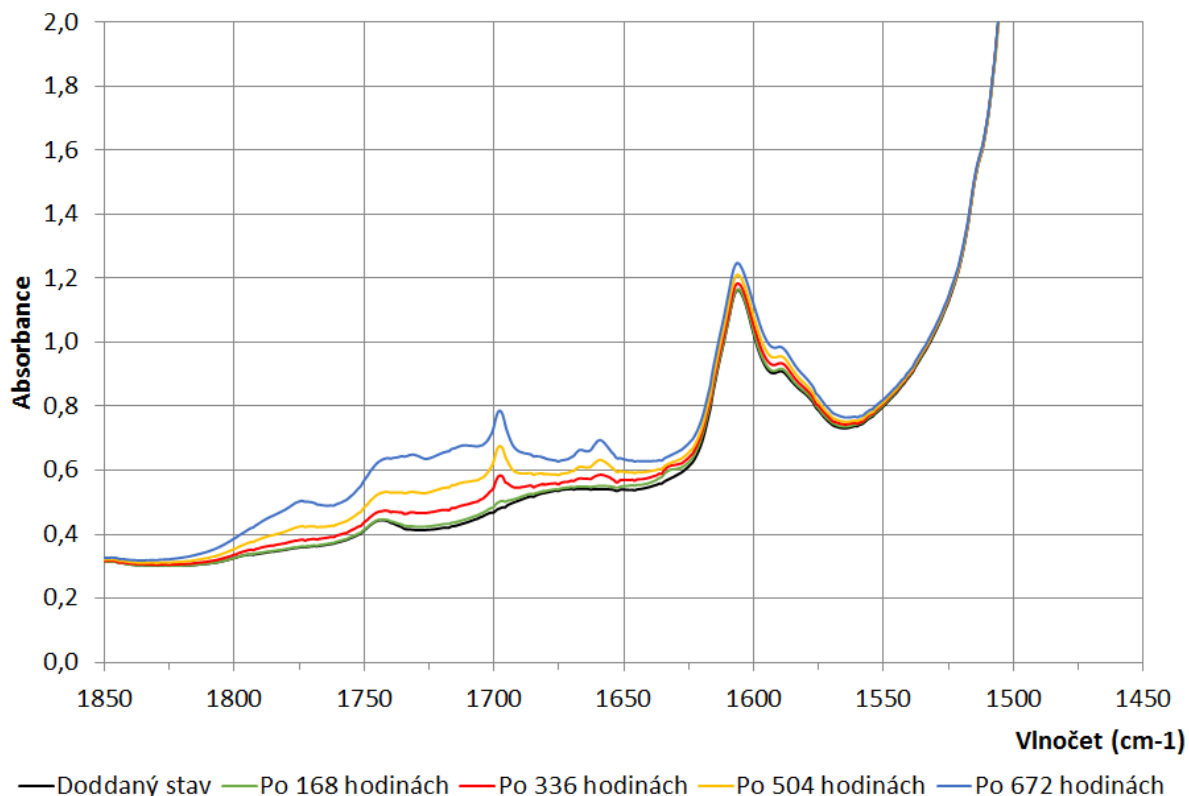
V tomto experimentu dále vykazovaly oblasti vlnočtu $3800 - 3400 \text{ cm}^{-1}$ s vrcholem v bodě kolem 3650 cm^{-1} , spolu s přibývajícím stárnutím (fázemi), značný pokles absorpance, který se patrně stále více zvětšoval oproti předchozímu stavu. Tento pokles byl nejvýraznější u oleje Mogul trafo CZ-A (Obr. 5.2), a jedná se o jev, který je typickým příkladem úbytku antioxidantů neboli inhibitorů, které účinně brání oxidaci oleje. Antioxidanty sice oxidaci úplně nezamezí, ale mohou ji výrazně zpomalit, a pokud se jejich počet zmenší pod určitou hodnotu, dojde k výraznému urychlení oxidace oleje. Z tohoto důvodu se převážně do motorových olejů často přidávají tzv. aditiva, u kterých se při teplotách $120 - 150 \text{ °C}$ pozitivně projeví některé fenoly či aminy a při vyšších teplotách např. dialkyldithiofosfáty zinku. Fenolů a aminů totiž bývá v olejích jen několik desetin procenta a dialkyldithiofosfátů zinku zhruba jedno procento, jelikož jejich obsah bývá limitován maximální povolenou koncentrací fosforu v oleji. [13] [25]



Obr. 5.2: Infračervené spektrum transformátorového oleje Mogul trafo CZ-A v oblasti 3800 – 3400 cm⁻¹ (úbytek antioxidantů)

K dalším výrazným změnám, ke kterým v průběhu stárnutí transformátorových olejů docházelo, bylo v rozsahu vlnočtu 1850 – 1450 cm⁻¹, a tyto změny se v tomto experimentu nejvíce projevovaly u oleje Nytro Lyra X (Obr. 5.3). Změna absorbance v oblasti 1700 cm⁻¹ se vyznačuje jako tzv. tepelná oxidace, a jedná se o vzájemnou reakci molekul kyslíku a ropy. Tento jev má za následek degradaci izolačních vlastností oleje, a bývá do značné míry urychlen se zvyšující se teplotou, přičemž zvýšení teploty o přibližně 10 °C způsobí zdvojnásobení množství oxidace. V této analýze je malou nevýhodou skutečnost, že toto oxidační pásmo mohlo být narušeno karbonylovou skupinou, která se také nalézá v oblasti 1700 cm⁻¹. Ovšem v případě pásu dusičnanů (-O-NO₂ vazeb) k narušení tohoto pásma nedocházelo. [13]

Vyšší nárůst absorbance v oblasti 1610 cm⁻¹ vlnočtu byla typickým doprovodem tepelné oxidace, kterému se říká nitrace, což je proces, kdy dochází k převodu organických sloučenin na oxidy dusíku (NO, NO₂ a N₂O₄) při působení zvýšené teploty. Tyto oxidy se poté dostávají do kontaktu s olejem, čímž vznikají tzv. organické nitráty a ty mají vliv na kvalitu oleje. Příkladem může být zvýšení viskozity nebo tvorba nerozpustných látek a sedimentů. Nitrace se charakteristicky svojí absorbancí projevuje v rozmezí 1650 – 1600 cm⁻¹ vlnočtu, a k jejím nejvýraznějším změnám v tomto experimentu opět dosahovala u oleje Nytro Lyra X (Obr. 5.3). [13]



Obr. 5.3: Infračervené spektrum transformátorového oleje Nytro Lyra X v oblasti 1850 – 1450 cm^{-1} (vzrůst tepelné oxidace a nitrace)

Všechna naměřená infračervená spektra transformátorových olejů v průběhu zrychleného tepelného stárnutí z tohoto experimentu jsou v této práci uvedena v příloze B (str. 2 - 12).

5.5 Výsledky porovnání olejů

Porovnání výsledků naměřených spekter transformátorových olejů je nejvíce názorně zobrazeno pomocí grafů lineární regrese bodů maxima absorbance vazeb antioxidantu a vazeb produktů nitrace v kapitole 6.3 Výsledky základní statistické analýzy Obr. 6.1 a Obr. 6.2.

Na základě rozdílů maxima hodnot absorbance byla sestavena tabulka změn úbytku antioxidantů v průběhu zrychleného stárnutí transformátorových olejů.

Tab. 5.4 Tabulka změn úbytku antioxidantů v průběhu zrychleného stárnutí transformátorových olejů

| | | Rozdíly maxima hodnot absorbance | | | |
|-------------------------|----------------|----------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | Vlnočet (cm-1) | po 1. stárnutí (168 hod.) | po 2. stárnutí (336 hod.) | po 3. stárnutí (504 hod.) | po 4. stárnutí (672 hod.) |
| Mogul trafo CZ-A | 3651,3 | -0,04 | -0,036 | -0,046 | -0,056 |
| Nynas Y3000 | 3650,8 | -0,016 | -0,034 | -0,045 | -0,031 |
| Nytro Lyra X | 3650,8 | -0,035 | -0,045 | -0,037 | -0,043 |

Z této tabulky byly vyhodnoceny následující odchylky daných olejů, které určují celkový rozdíl hodnot maxima absorbance typických pro úbytky antioxidantů na konci stárnutí proti dodanému stavu:

Mogul trafo CZ-A: -0,178

Nynas Y3000: -0,126

Nytro Lyra X: -0,16

Na základě rozdílů maxima hodnot absorbance byla také sestavena tabulka změn nárůstu nitrace v průběhu zrychleného stárnutí transformátorových olejů.

Tab. 5.5 Tabulka změn nárůstu nitrace v průběhu zrychleného stárnutí transformátorových olejů

| | Vlnověť (cm ⁻¹) | Rozdíly maxima hodnot absorbance | | | |
|-------------------------|--------------------------------|----------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| | | po 1. stárnutí (168 hod.) | po 2. stárnutí (336 hod.) | po 3. stárnutí (504 hod.) | po 4. stárnutí (672 hod.) |
| Mogul trafo CZ-A | 1605 | -0,011 | 0,005 | 0,016 | 0,019 |
| Nynas Y3000 | 1605,5 | 0,01 | 0,008 | 0,033 | 0,032 |
| Nytro Lyra X | 1606 | 0,003 | 0,017 | 0,027 | 0,036 |

Z této tabulky byly vyhodnoceny následující odchylky daných olejů, které určují celkový rozdíl hodnot maxima absorbance typických pro nárůst nitrace na konci stárnutí proti dodanému stavu:

Mogul trafo CZ-A: 0,029

Nynas Y3000: 0,083

Nytro Lyra X: 0,083

Přesné výsledky změn maxim absorbance těchto olejů v průběhu zrychleného stárnutí jsou uvedeny v tabulkách této práce v příloze C (tabulky P. 1 - 3, str. 13).

6 Vyhodnocení naměřených dat pomocí základní statistické analýzy

Součástí naměřených dat je vyhodnocení základních statistických ukazatelů. Těmito ukazateli jsou průměrná hodnota absorbance, vypočtená směrodatná odchylka, vypočtený variační koeficient a lineární regrese.

6.1 Použité vztahy základní statistické analýzy

Průměrná hodnota absorbance je určena z následujícího vztahu: [26]

$$(\bar{x}_{stř}) = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i), \quad (1)$$

kde x_1, x_2, x_3, x_n jsou jednotlivé naměřené hodnoty absorbancí vzorku oleje, a n udává celkovou četnost těchto hodnot.

Výpočet směrodatné odchylky je dán vztahem: [27]

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x}_{stř})^2}{n}}, \quad (2)$$

kde x je rozptyl.

Rozptyl je druhou mocninou směrodatné odchylky.

Variační koeficient je poté možné vypočítat pomocí tohoto vztahu: [28]

$$k = \frac{\text{směrodatná odchylka}}{\text{průměrná hodnota absorpance}} \cdot 100, \quad (3)$$

variační koeficient je dán v procentech.

6.1.1 Lineární regrese

Lineární regrese se používá pro analýzu dvou veličin, z nichž jedna je tzv. nezávisle proměnná, a ta má ovlivňovat druhou tzv. závisle proměnnou. Předpokladem je, že závislost těchto veličin lze graficky vyjádřit přímkou. Proložení měřených bodů přímkou vznikne mezi hodnotami x a y odchylka. Cílem lineární regrese je nalézt přímku takovou, aby součet druhých mocnin těchto odchylek byl co nejmenší, k čemuž dospěje pomocí aproximace těchto hodnot přímkou metodou nejmenších čtverců. [29] [30]

Přímka je vyjádřena pomocí této rovnice: [30]

$$y = ax + b \quad (4)$$

kde a a b představují optimální hodnoty koeficientů.

Součet nejmenších čtverců je pak dán vztahem: [30]

$$S(a, b) = \sum_{i=1}^n [f(x_i) - y_i]^2 = \sum_{i=1}^n (ax_i + b - y_i)^2, \quad (5)$$

kde x_i a y_i představují souřadnice aproximovaných bodů.

Za účelem nalezení minima součtu, dojde k parciální derivaci obou rovnic, a tyto rovnice jsou položeny rovno nule: [30]

$$\frac{\partial S}{\partial a} = 2 \sum_{i=1}^n (ax_i + b - y_i)x_i = 0 \quad (6)$$

$$\frac{\partial S}{\partial b} = 2 \sum_{i=1}^n (ax_i + b - y_i) = 0 \quad (7)$$

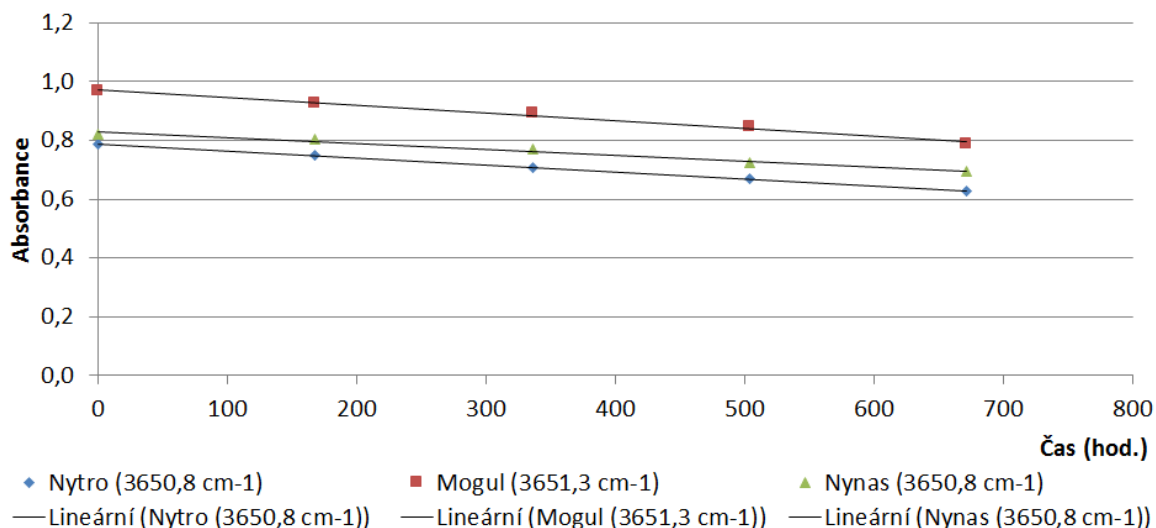
Po úpravě lze vyjádřit hledané hodnoty **a** a **b**: [30]

$$a = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad (8)$$

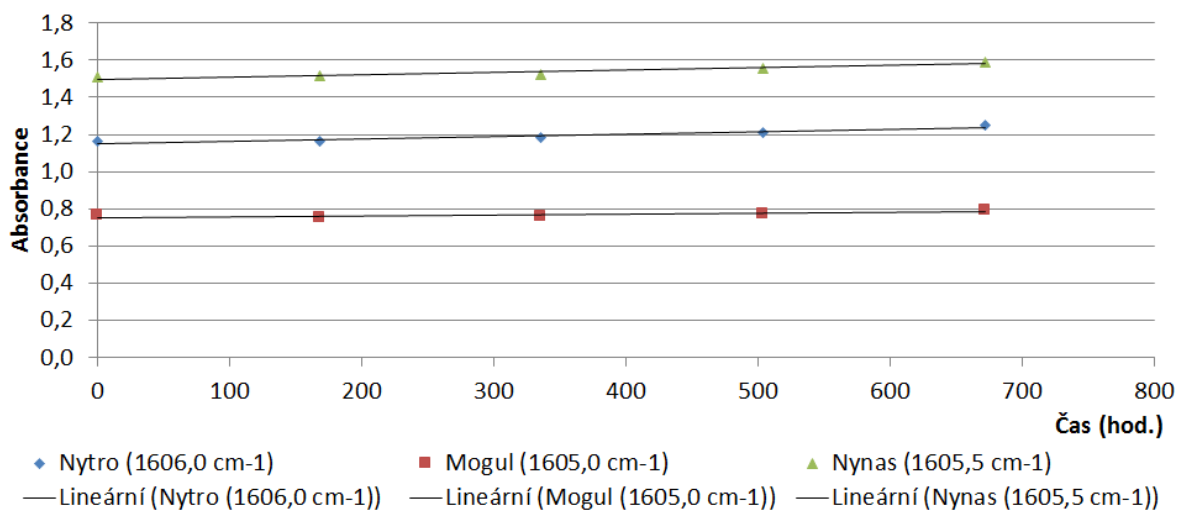
$$b = \frac{\sum x_i^2 \sum y_i - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad (9)$$

6.2 Výsledky základní statistické analýzy

Na základě výpočtů lineární regrese byl v programu MS Excel vytvořen graf lineární regrese bodů pro maxima absorbance vazeb antioxidantu (Obr. 6.1) a dále také graf lineární regrese bodů pro maxima absorbance produktů nitrace (Obr. 6.2). Nárůst či pokles těchto maxim je dán tepelným stárnutím olejů. Tyto grafy také zobrazují celkový charakter procesu stárnutí měřených transformátorových olejů.

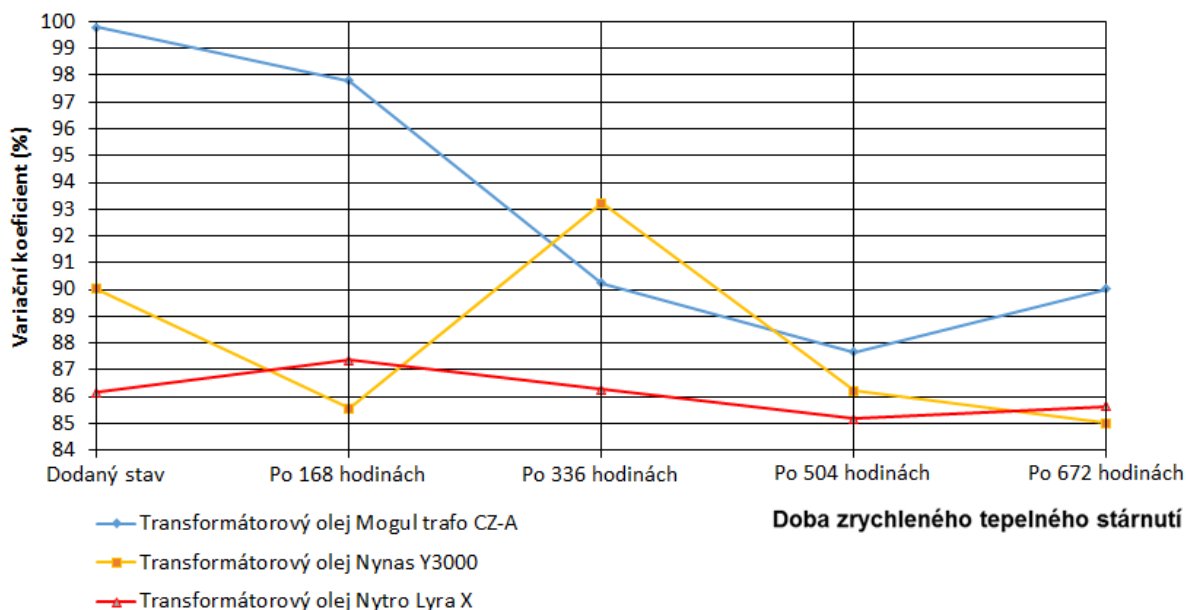


Obr. 6.1: Lineární regrese bodů pro maxima absorbance vazeb antioxidantu měřených transformátorových olejů



Obr. 6.2: Lineární regrese bodů pro maxima absorbance produktů nitrace měřených transformátorových olejů

Následující graf zobrazuje vývoj variačního koeficientu v závislosti na době zrychleného tepelného stárnutí měřených transformátorových olejů (Obr. 6.3). Variační koeficient je dán jako poměr směrodatné odchylky a průměrné hodnoty absorbance v procentech.



Obr. 6.3: Vývoj variačního koeficientu absorpance v závislosti na době zrychleného tepelného stárnutí měřených transformátorových olejů

Závěr

Hlavní náplní této práce byl experiment, který se zabývá umělým zrychleným tepelným stárnutím dodaných transformátorových olejů a naměření infračervených spekter v průběhu jejich stárnutí. Jelikož se jednalo o časově náročný experiment z hlediska plánování a koordinace činností, byl sestaven harmonogram, díky němuž bylo možné úspěšně celý experiment řídit. Při tvorbě tohoto harmonogramu musela být brána v úvahu pravidelnost mezi jednotlivými fázemi stárnutí a relativní přesnost při odběru vzorků z horkovzdušné pece s ohledem na provozní dobu fakulty. Čas pro vyjmutí vzorků z horkovzdušné pece byl určen na jednu minutu, jelikož v praxi nelze velmi dobře dosáhnout přesnosti v jednotkách sekund. Výsledné časy určující dobu umístění vzorků uvnitř pece byly na tuto hodnotu zaokrouhleny.

Z hlediska zrychleného tepelného stárnutí transformátorových olejů byly z naměřených infračervených spekter zjištěny jevy, které v olejích v důsledku jejich stárnutí probíhaly. Jednalo se především o úbytek antioxidantů neboli inhibitorů, které účinně brání oxidaci oleje. Dalším objeveným procesem byla takzvaná tepelná oxidace a nitrace, které mají především za příčinu degradaci izolačních vlastností těchto olejů a jejich celkové stárnutí.

Z vyhodnocení naměřených hodnot infračervených spekter v průběhu zrychleného stárnutí jednotlivých olejů lze určit, které oleje byly z hlediska výše uvedených jevů nejvíce stálé a které naopak nejméně. Toto vyhodnocení bylo založeno na naměřených hodnotách maxim absorpce typickými pro úbytek antioxidantů a nárůst nitrace. Jelikož u tepelné oxidace docházelo pro maxima absorpce v jednotlivých fázích zrychleného stárnutí k odlišným hodnotám vlnočtu, nebyl tento jev dále vyhodnocován. Jednalo by se totiž proti zbylým dvěma hodnoceným jevům o relativně nepřesné hodnoty.

Nejmenším úbytkem antioxidantů v průběhu zrychleného stárnutí se vyznačoval olej Nynas Y3000, jehož odchylka na konci stárnutí proti dodanému stavu byla pouhých -0,126 jednotek maxima absorpce. Lze tedy tento typ oleje hodnotit z hlediska obsahu inhibitorů jako nejvíce stálý. Naopak největšího rozdílu v úbytku antioxidantů dosahoval olej Mogul trafo CZ-A, který měl odchylku -0,178. Tento typ oleje tedy v průběhu zrychleného stárnutí trpěl největšími ztrátami inhibitorů. K podobnému výsledku také dospěl olej Nytro Lyra X, jehož odchylka byla -0,16, tudíž se umístil na druhém místě.

Nejmenším nárůstem nitrace v průběhu zrychleného stárnutí se vyznačoval olej Mogul trafo CZ-A, jehož odchylka na konci stárnutí proti dodanému stavu činila velmi nízkou hodnotu 0,029. Tento výsledek je pravděpodobně zapříčiněn uplatněním vyrušených antioxidantů, které právě procesu vzrůstu nitrace zabránily. Transformátorové oleje Nynas Y3000 a Nytro Lyra X dosahovaly stejné odchylky 0,083, tudíž je lze v tomto experimentu z hlediska nárůstu nitrace klasifikovat jako nejméně stálé.

Na zobrazení grafu lineární regrese bodů pro maxima absorpce vazeb antioxidantu (Obr. 6.1) si lze všimnout, že v průběhu zrychleného stárnutí docházelo k jejich poklesu, který byl u všech měřených olejů téměř přesně lineární. Tento pravidelný pokles je ukazatelem, že přesnost měření byla velmi velká a mohl by znamenat, že by bylo možné předpovědět další z následujících přibližných stavů stárnutí oleje. Tato data by tedy ve výsledku možná mohla umožnit odvození konkrétního vztahu pro úbytek antioxidantů. S tím je úzce spojena také možnost určit přibližný pokles elektrické pevnosti v průběhu stárnutí, aniž by bylo nutné mít o těchto olejích určité odborné znalosti. Rovněž z grafu lineární regrese bodů pro maxima absorpce vazeb produktů nitrace (Obr. 6.2), by mohl též být předpovězen další ze stavů stárnutí, jelikož charakter měřených olejů je také téměř lineární. Díky této skutečnosti lze dále přesněji určit trend zhoršování kvality oleje v průběhu stárnutí.

Z analyzovaných výsledků této práce je možné získat nový náhled na průběh stárnutí transformátorových olejů a jeho důsledků na elektrickou pevnost a celkovou kvalitu. Je ovšem potřeba brát v úvahu, že se jednalo pouze o první experiment, tudíž by bylo vhodné, pro celkové ověření provést v budoucnu stejné měření na více typech transformátorových olejů. Výsledky této práce tedy mohou posloužit jako prvotní podklad pro další vědeckou činnost, kterou se zabývají pracovníci Fakulty elektrotechnické.

Seznam literatury a informačních zdrojů

- [1] KUČEROVÁ, Eva. *Elektrotechnické materiály. 1. vyd.* V Plzni: Západočeská univerzita, 2002, s. 174. ISBN 8070829400
- [2] MENTLÍK, Václav. *Diagnostika izolantů. 1. vyd.* Plzeň: Vysoká škola strojní a elektrotechnická, 1986, s. 62.
- [3] ING. MÍKA, Petr. *Dynamická viskozita elektroizolačních kapalin.* Brno, 2013, s. 50. Dostupné také z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_veřejne.php?file_id=68539
- [4] MENTLÍK, Václav. *Diagnostika elektrických zařízení.* Praha: BEN - technická literatura, 2008, 1, s. 440. ISBN 978-80-7300-232-9
- [5] MENTLÍK, Václav. *Elektrotechnické materiály.* Plzeň: Západočeská univerzita, 1995, s. 133. ISBN 80-708-2227-9
- [6] PROSR, Pavel. Nečtiny: Západočeská univerzita, 2007. ISBN 978-80-7043-557-1
- [7] PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA, Masarykova (ed.). *Sci.muni.cz.* 2011. Dostupné také z: http://sci.muni.cz/~sulovsky/Vyuuka/Lab_metody/Infracervena_spektroskopie.pdf
- [8] Vysoká škola chemicko-technologická v Praze. *Laboratoř molekulové spektroskopie VŠCHT Praha.* Dostupné také z: <http://old.vscht.cz/lms/Zverze/Infrared.htm>
- [9] PROF. ING. MICHAL HOLČAPEK, Ph.D. Mass Spectrometry Group @ University of Pardubice. *Holcapek.upce.cz.* Dostupné také z: http://holcapek.upce.cz/teaching/Mol_spek/Mol_spek_prednaska2_IC_Raman.pdf
- [10] BC. MUSILOVÁ, Pavla. *Využití infračervené spektrometrie k analýze anorganických archeologických materiálů.* Brno, 2012, s. 98. Dostupné také z: http://is.muni.cz/th/211740/prif_m/DP.pdf
- [11] Molecular Materials Research Center. California Institute of Technology. *Beckman Institute.* Dostupné také z: <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf>
- [12] Vysoká škola chemicko-technologická v Praze. *Laboratoř molekulové spektroskopie VŠCHT Praha.* Dostupné také z: <http://old.vscht.cz/lms/Zverze/IR/Atr.htm>
- [13] PROSR, Pavel, Radek POLANSKÝ a Václav MENTLÍK, B. KATALINIC (ed.). *Annals of DAAAM for 2011 & proceedings of the 22nd International DAAAM symposium "Intelligent manufacturing & Automation: "Power of knowledge and creativity".* Vienna: DAAAM International, 23-26th November 2011. ISBN 978-3-901509-83-4
- [14] Katedra analytické chemie. Přírodovědecká fakulta Univerzity Karlovy v Praze. *Www.natur.cuni.cz.* Dostupné také z: <https://web.natur.cuni.cz/analchem/pprakt/ftir.pdf>
- [15] Katedra analytické chemie. Přírodovědecká fakulta Univerzity Karlovy v Praze. *Www.natur.cuni.cz.* Dostupné také z: <https://web.natur.cuni.cz/analchem/pprakt/ftir.pdf>
- [16] ČSN EN 60216-1 (34 6416). *Elektroizolační materiály – Vlastnosti tepelné odolnosti – Část 1: Proces stárnutí a vyhodnocení výsledků zkoušky.*
- [17] ČSN EN ISO 4263-1 (656208). *Ropa a ropné výrobky - Stanovení průběhu stárnutí inhibovaných olejů a kapalin - TOST test - Část 1: Postup pro ropné oleje.*
- [18] ČSN EN 61065 (346714). *Metoda vyhodnocování průtokových vlastností minerálních izolačních olejů při nízkých teplotách po ukončení stárnutí.*
- [19] ČSN EN 60068-2-14 ed. 2 (34 5791). *Zkoušení vlivů prostředí – Část 2-14: Zkoušky – Zkouška N: Změna teploty.*

- [20] PARAMO, a.s. Unipetrol. *Paramo.cz*. Dostupné také z:
<https://eshop.paramo.cz/produkty/KatalogovyList.aspx?kodproduktu=V533106>
- [21] WIKIPEDIE. Dostupné také z:
https://cs.wikipedia.org/wiki/Polychlorovan%C3%A9_bifenyly
- [22] Plattner Doo. Dostupné také z:
<http://www.plattner.rs/certifikati/Y3000%2010%20ENG%20PDS.pdf>
- [23] PETROLEUM.CZ. Dostupné také z: <http://www.petroleum.cz/slovník.aspx?pid=75>
- [24] TRAFO CZ, a.s. *Trafo-olej.cz*. 2016. Dostupné také z: <http://www.trafo-olej.cz/bezpecnostni-listy.html>
- [25] Ekolube, s. r. o. *Oleje svět maziv cz*. 2016. Dostupné také z:
<https://oleje.cz/clanek/Vlastnosti-motorovych-oleju---Oxidacni-stabilita--nitrate-oleje>
- [26] MATEMATIKA.CZ, . *Matematika.cz*. Dostupné také z:
<http://www.matematika.cz/zaklady-statistiky>
- [27] MATEMATIKA.CZ. Dostupné také z: <http://www.matematika.cz/smerodatna-odchylka>
- [28] WIKISKRIPTA, . *Wikiskripta.eu*. Dostupné také z:
http://www.wikiskripta.eu/index.php/M%C3%ADry_variability
- [29] Robert Michael Dummer, Martina Litschmannová; Statistika I.: (cvičení). Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 1997. Dostupné také z:
<http://homel.vsb.cz/~lit40/STA1/Cviceni/PDF/14cRegrese.PDF>. ISBN 80-7078-496-2
- [30] WIKIPEDIE. Dostupné také z:
https://cs.wikipedia.org/wiki/Line%C3%A1rn%C3%AD_regrese
- [31] ABZ KNIHY, a.s. ABZ slovník cizích slov. *Scs.abz.cz*. Dostupné také z: <http://slovník-cizich-slov.abz.cz/web.php/slovo/interference>
- [32] DICTIONARY.COM. Dostupné také z: <http://www.dictionary.com/browse/interferogram>

Přílohy

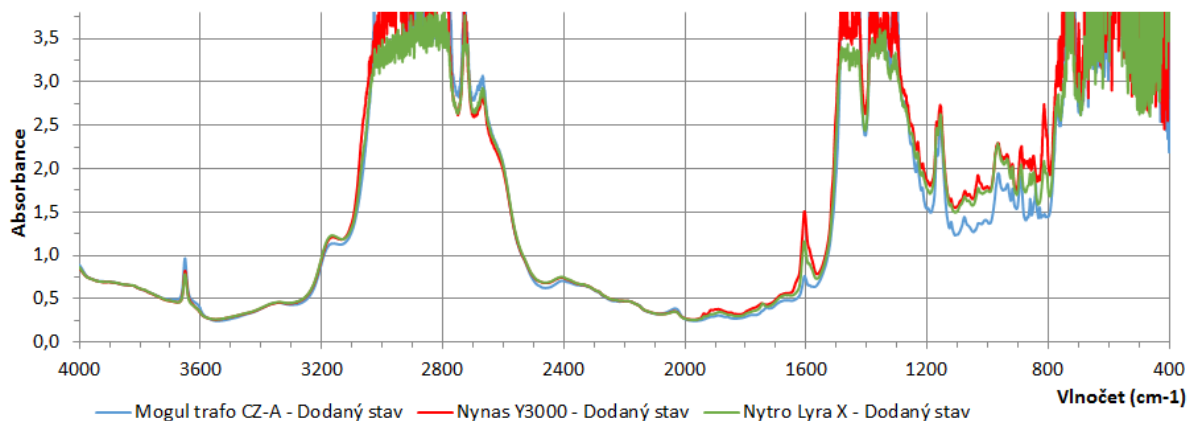
Příloha A – Harmonogram experimentu umělého stárnutí transformátorových olejů

| 18.1.2016 | 19.1.2016 | 20.1.2016 | 21.1.2016 | 22.1.2016 | 23.1.2016 | 24.1.2016 | |
|----------------|------------------------|-----------|----------------|-----------|-----------|-----------|------|
| pondělí | úterý | středa | čtvrtek | pátek | sobota | neděle | |
| 8:00 | 1.stárnutí - 168 hodin | | | | | | 9:00 |
| Rozpálení pece | | | | | | | |
| 25.1.2016 | 26.1.2016 | 27.1.2016 | 28.1.2016 | 29.1.2016 | 30.1.2016 | 31.1.2016 | |
| pondělí | úterý | středa | čtvrtek | pátek | sobota | neděle | |
| 9:00 | 2.stárnutí - 336 hodin | | | | | | 9:00 |
| 9:00 | Aklimatizace | | Analýza vzorků | | 10:30 | | |
| 1.2.2016 | 2.2.2016 | 3.2.2016 | 4.2.2016 | 5.2.2016 | 6.2.2016 | 7.2.2016 | |
| pondělí | úterý | středa | čtvrtek | pátek | sobota | neděle | |
| 9:00 | 3.stárnutí - 504 hodin | | | | | | 9:00 |
| 9:00 | Aklimatizace | | Analýza vzorků | | 10:30 | | |
| 8.2.2016 | 9.2.2016 | 10.2.2016 | 11.2.2016 | 12.2.2016 | 13.2.2016 | 14.2.2016 | |
| pondělí | úterý | středa | čtvrtek | pátek | sobota | neděle | |
| 9:00 | 4.stárnutí - 672 hodin | | | | | | 9:00 |
| 9:00 | Aklimatizace | | Analýza vzorků | | 10:30 | | |
| 15.2.2016 | 16.2.2016 | | | | | | |
| pondělí | úterý | | | | | | |
| 9:00 | | | | | | | 9:00 |
| 9:00 | Aklimatizace | | Analýza vzorků | | 10:30 | | |

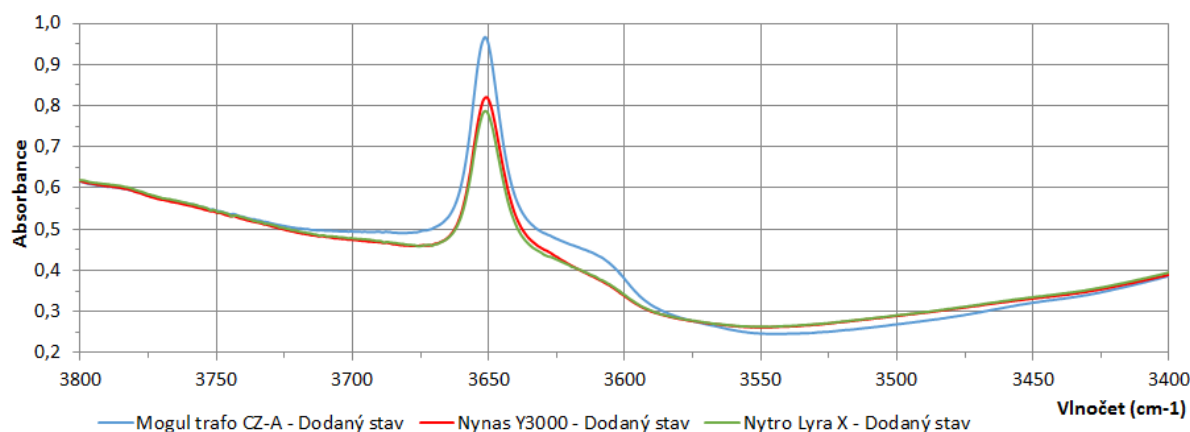
Příloha B - Naměřená infračervená spektra transformátorových olejů v průběhu zrychleného tepleného stárnutí

1 Dodané stavy transformátorových olejů

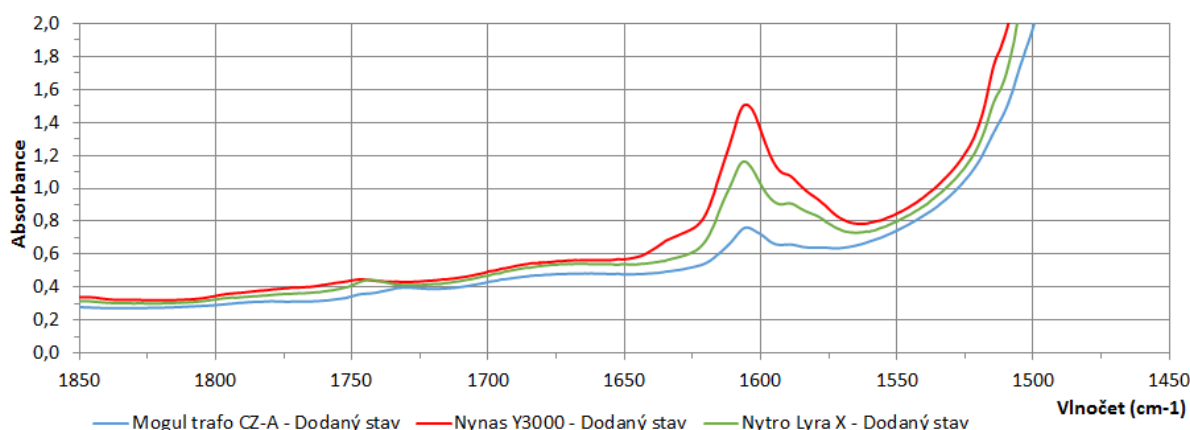
1.1 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm⁻¹ vlnočtu



1.2 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm⁻¹ vlnočtu (vazba antioxidantů)



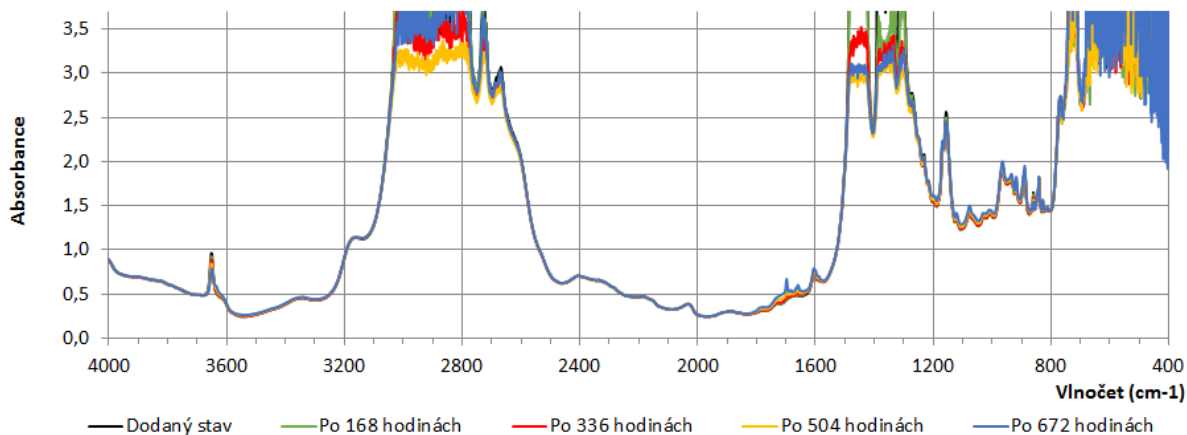
1.3 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm⁻¹ vlnočtu (vazba tepelné oxidace a nitrace)



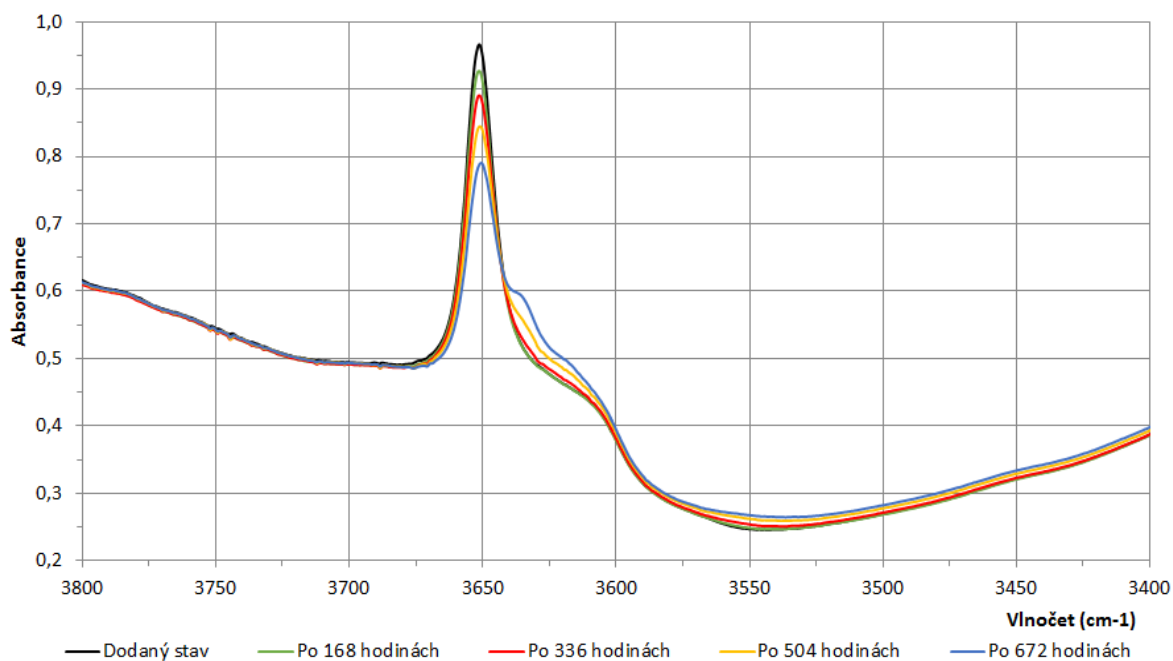
2 Infračervená spektra jednotlivých druhů transformátorových olejů v průběhu stárnutí

2.1 Transformátorový olej Mogul trafo CZ-A

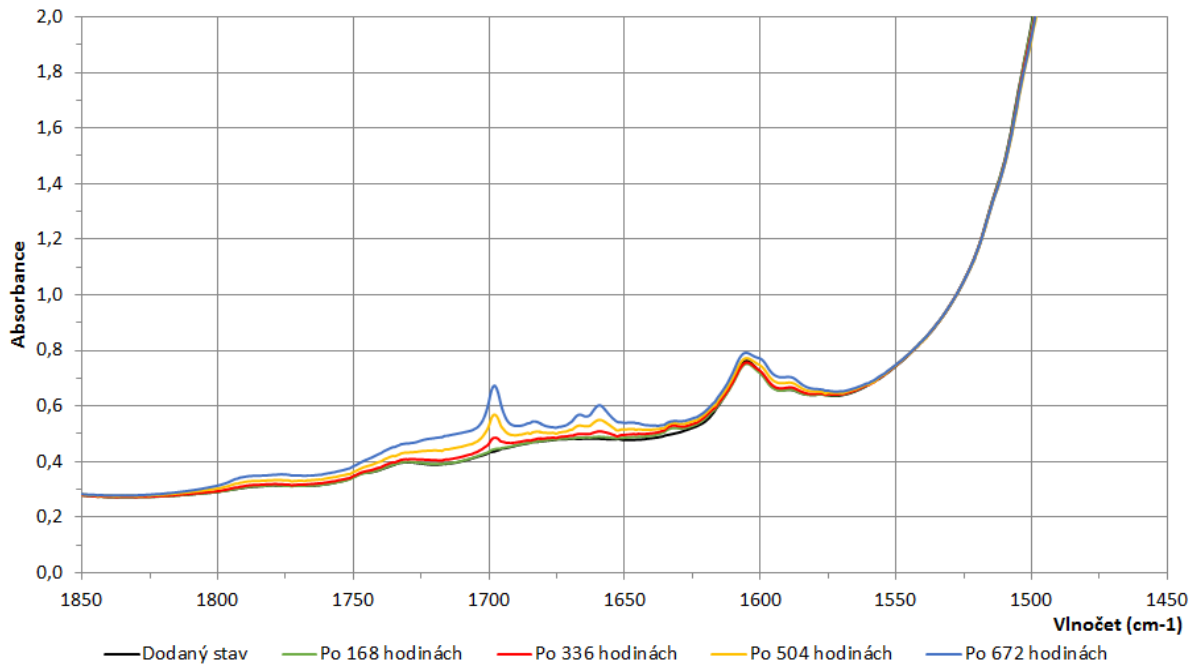
2.1.1 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm⁻¹ vlnočtu při teplotě 130 °C



2.1.2 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm⁻¹ vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)

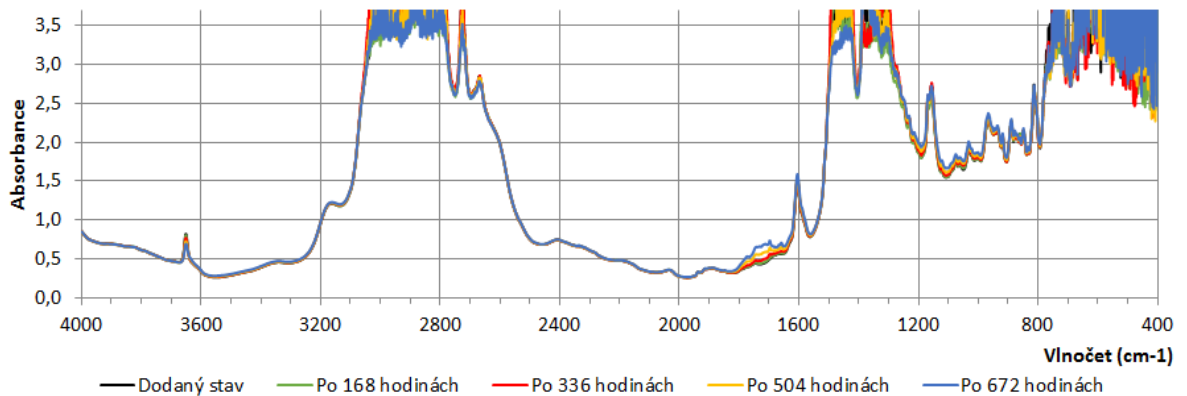


2.1.3 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)

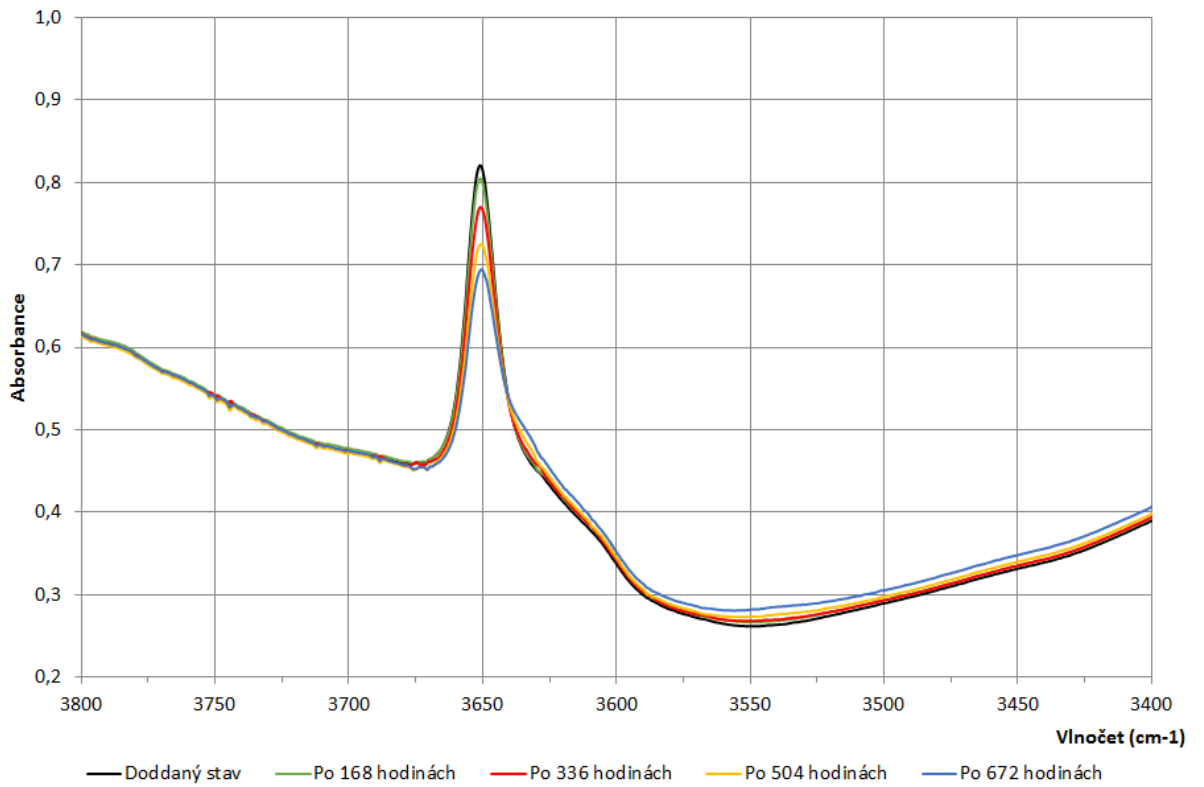


2.2 Transformátorový olej Nynas Y3000

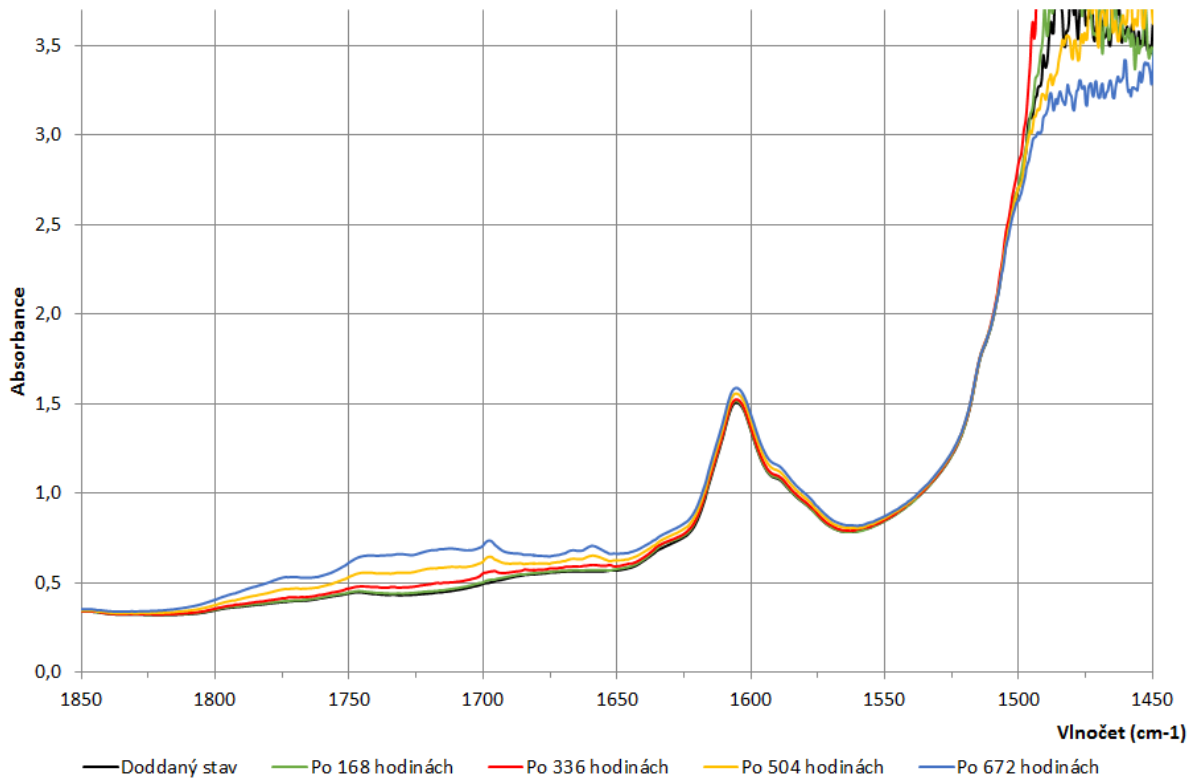
2.2.1 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C



2.2.2 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)

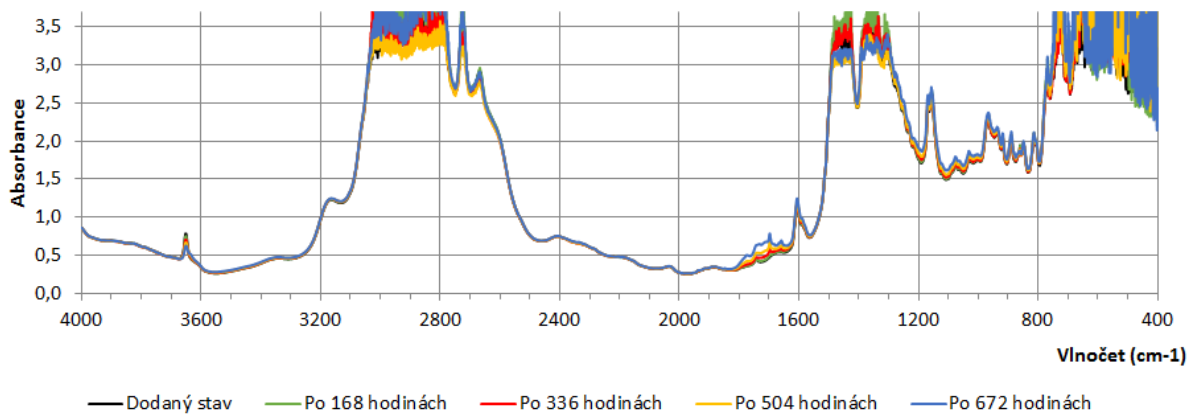


2.2.3 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)

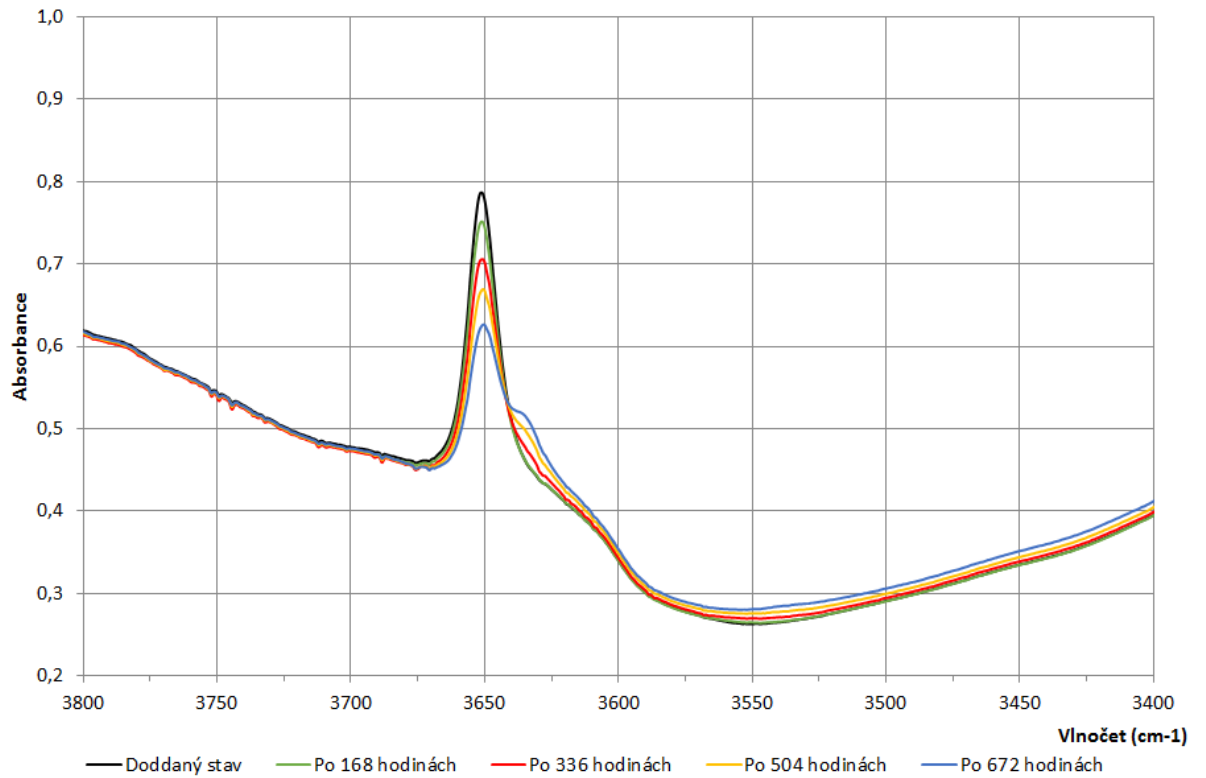


2.3 Transformátorový olej Nytro Lyra X

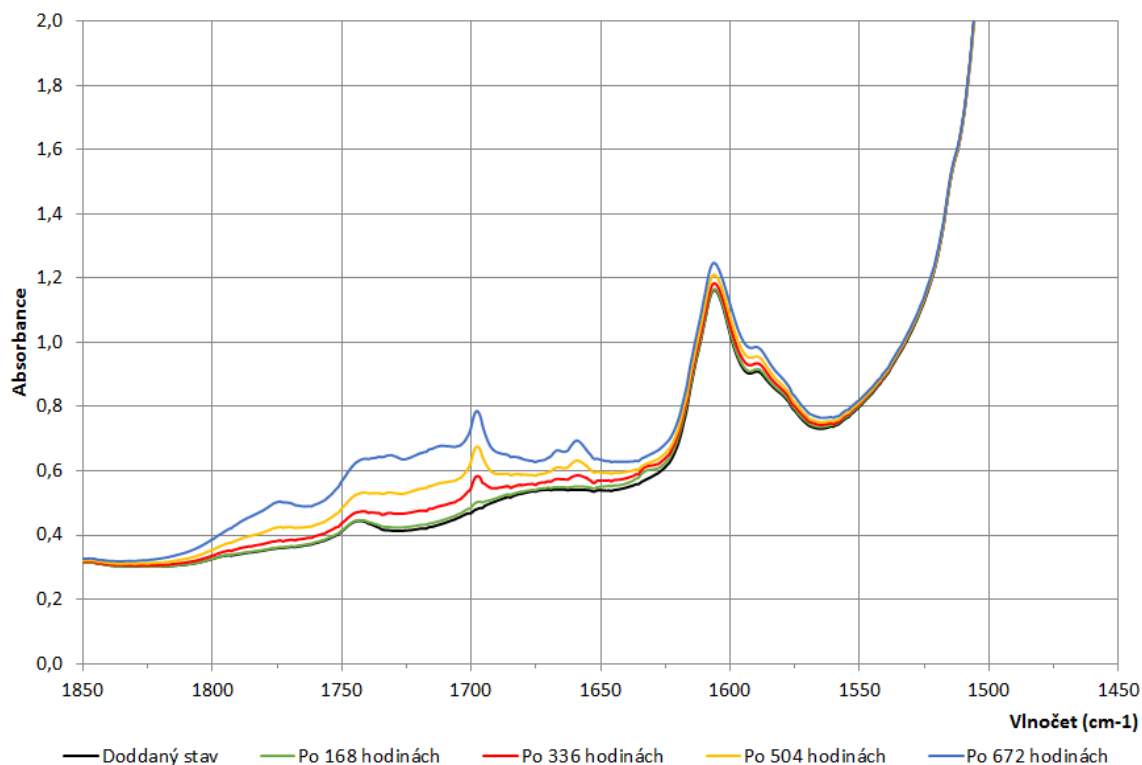
2.3.1 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C



2.3.2 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)

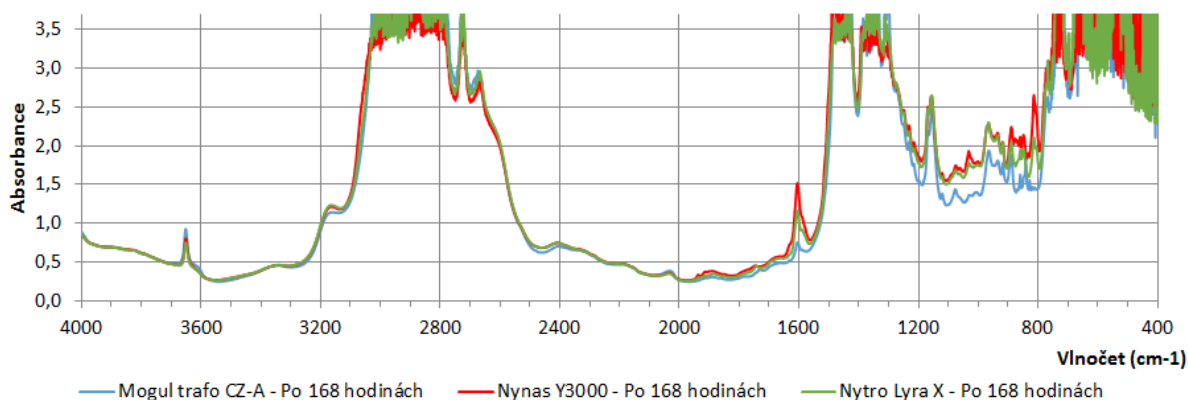


2.3.3 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)

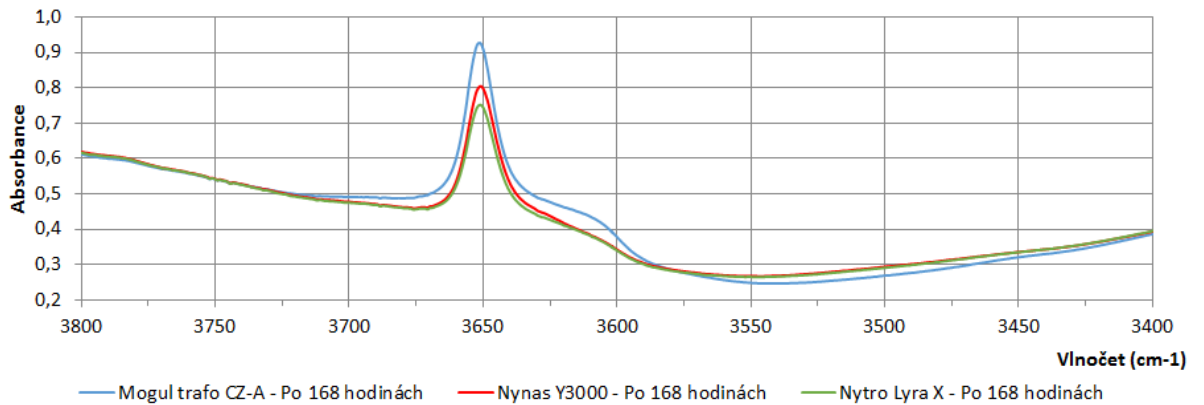


3 Infračervená spektra v porovnání druhů transformátorových olejů v průběhu stárnutí

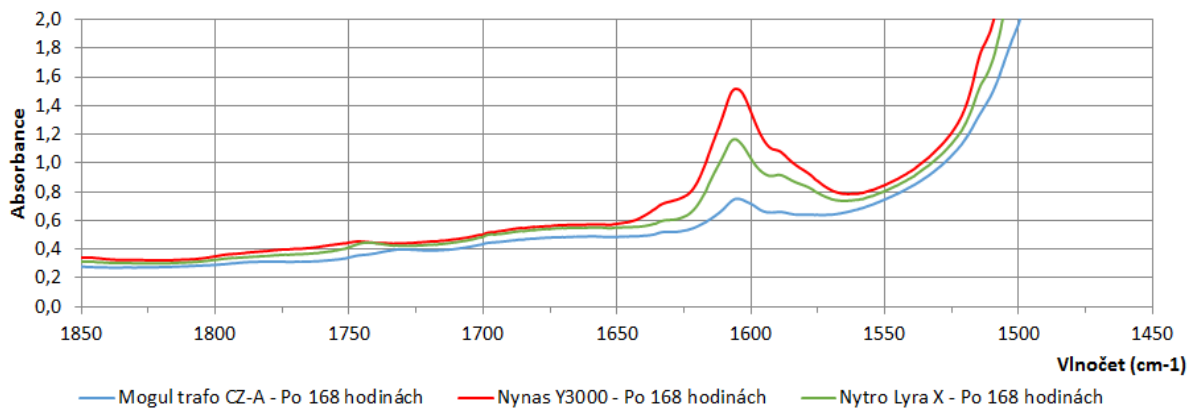
3.1 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu po 168 hodinách při teplotě 130 °C



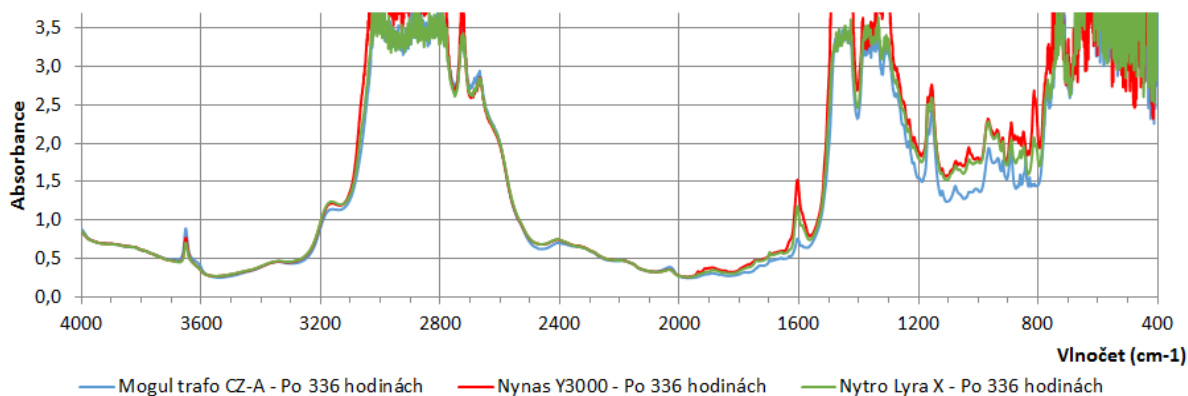
3.2 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu po 168 hodinách při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)



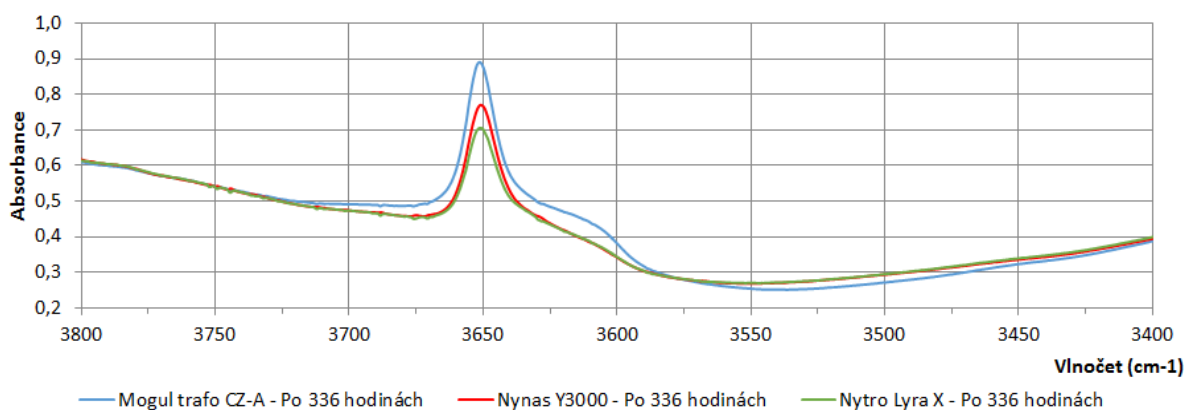
3.3 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu po 168 hodinách při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)



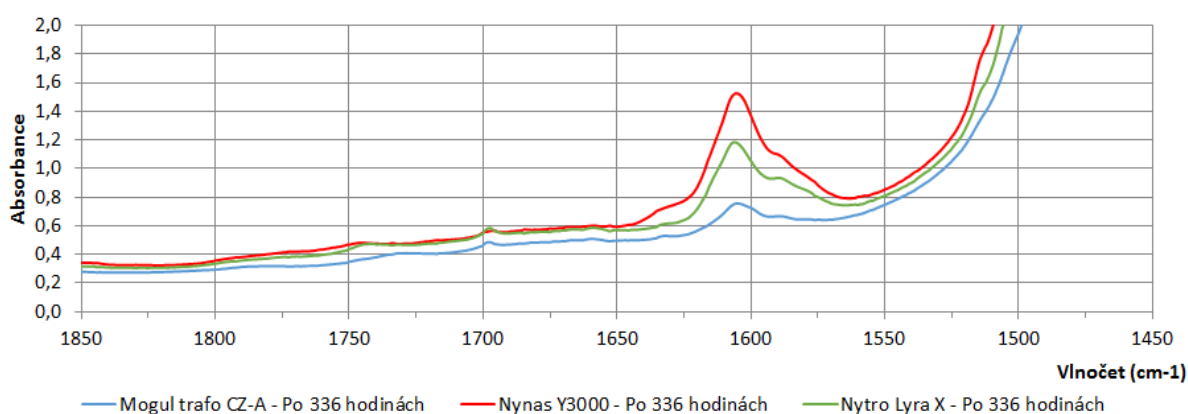
3.4 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu po 336 hodinách při teplotě 130 °C



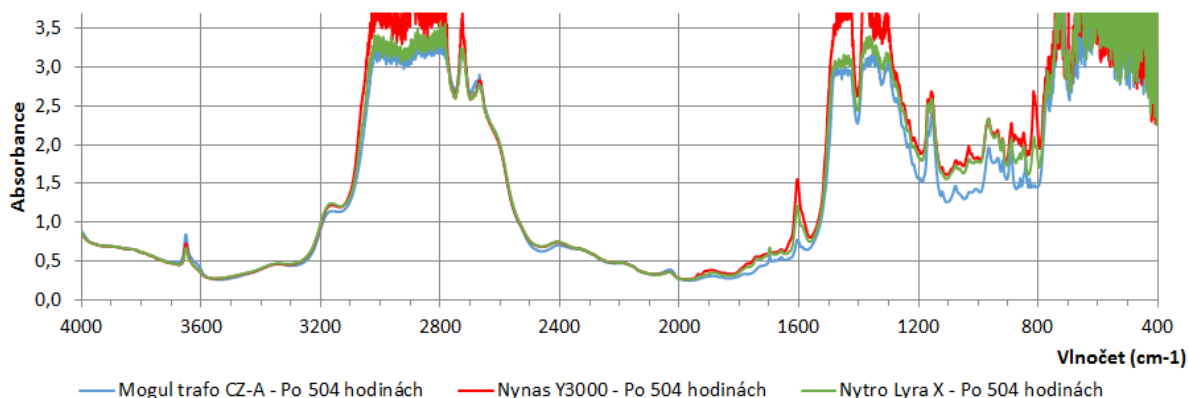
3.5 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu po 336 hodinách při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)



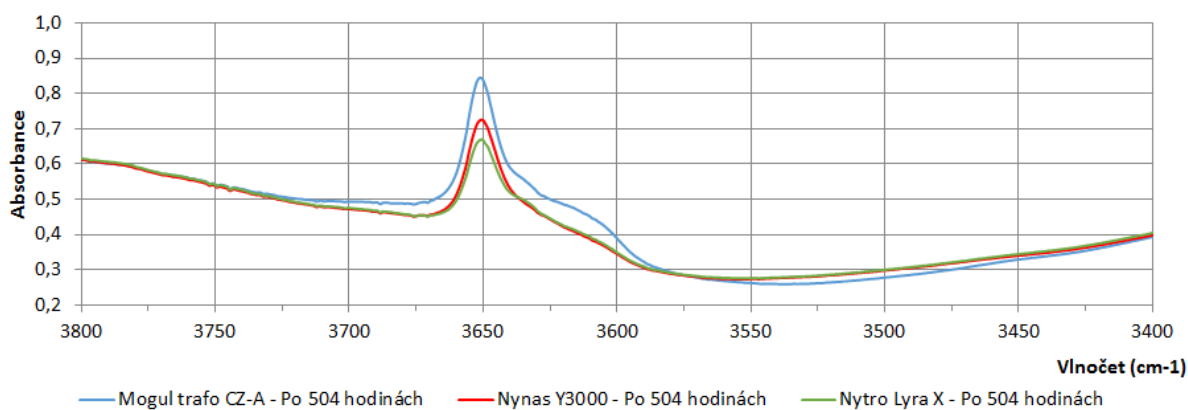
3.6 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu po 336 hodinách při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)



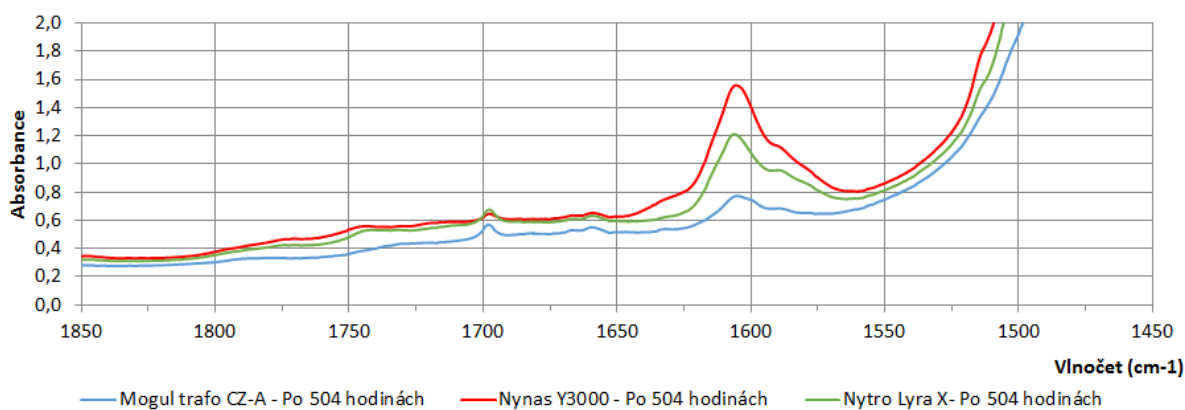
3.7 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu po 504 hodinách při teplotě 130 °C



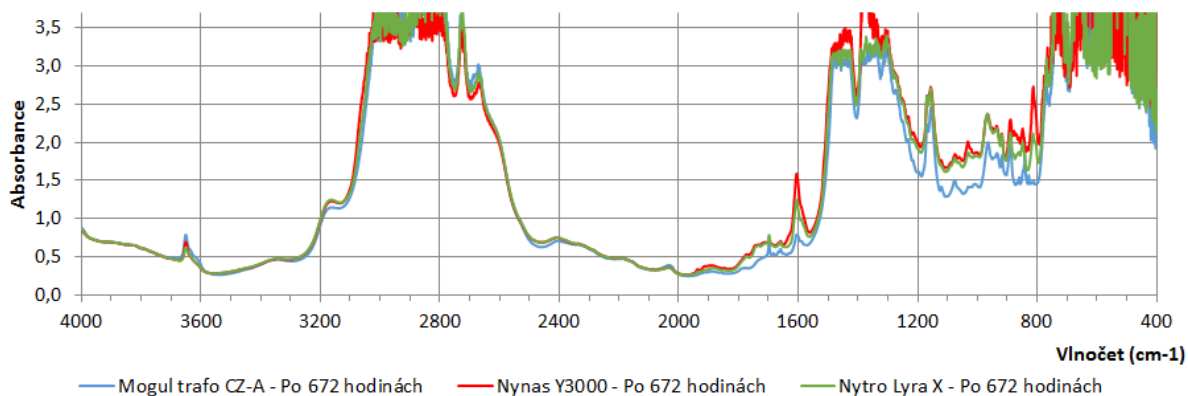
3.8 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu po 504 hodinách při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)



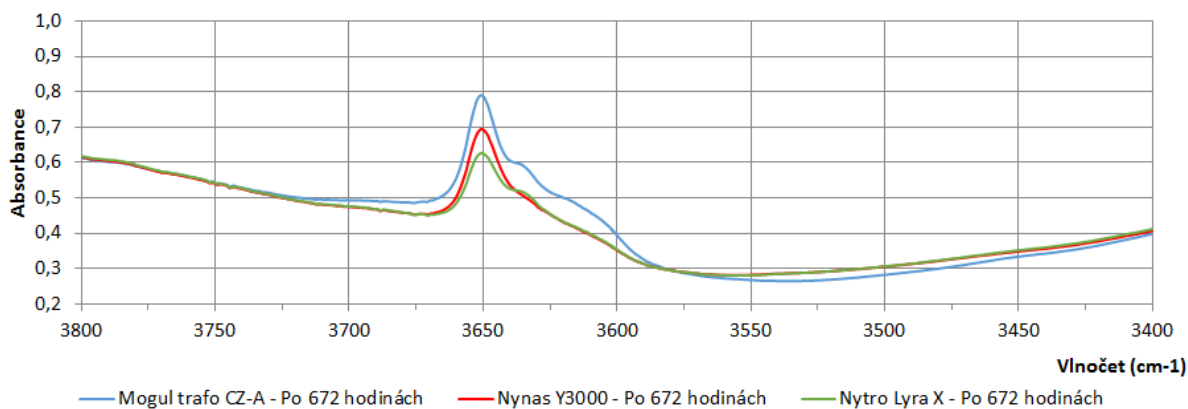
3.9 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu po 504 hodinách při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)



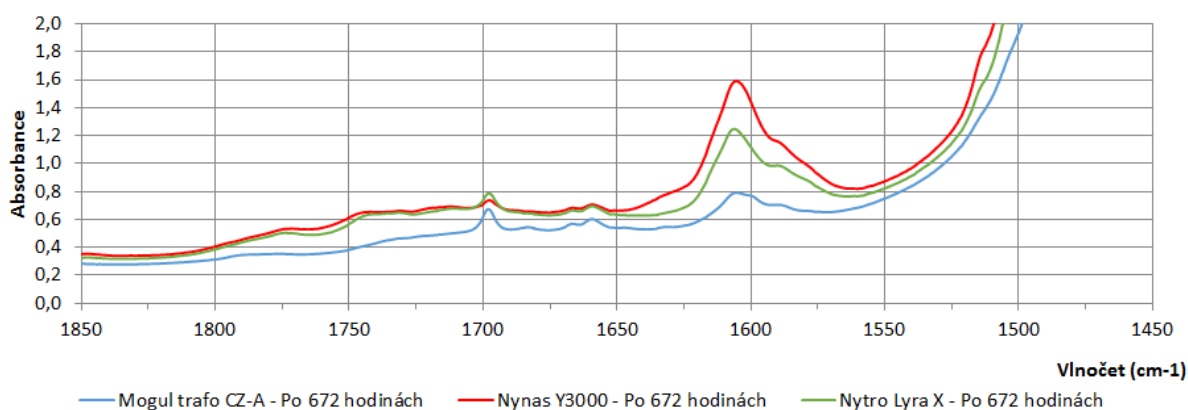
3.10 IR spektrum v rozsahu 4000 – 400 cm^{-1} vlnočtu po 672 hodinách při teplotě 130 °C



3.11 IR spektrum v rozsahu 3800 – 3400 cm^{-1} vlnočtu po 672 hodinách při teplotě 130 °C (vazba antioxidantů)



3.12 IR spektrum v rozsahu 1850 – 1450 cm^{-1} vlnočtu po 672 hodinách při teplotě 130 °C (vazba tepelné oxidace a nitrace)



Příloha C – Tabulky naměřených hodnot maxim absorbancí typických pro úbytek antioxidantů a nárůst nitrace, srovnání jednotlivých transformátorových olejů

Tab. P. 1.1 Tabulka naměřených hodnot maxim absorbancí typickými pro úbytek antioxidantů a nárůst nitrace transformátorového oleje Mogul trafo CZ-A

| | | Maxima hodnot absorbance | | | | |
|----------------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Mogul trafo CZ-A | Vlnočet (cm-1) | Dodaný stav | 1. stárnutí (168 hod.) | 2. stárnutí (336 hod.) | 3. stárnutí (504 hod.) | 4. stárnutí (672 hod.) |
| Úbytek antioxidantů | 3651,3 | 0,966 | 0,927 | 0,891 | 0,844 | 0,788 |
| Nitrace | 1605 | 0,763 | 0,752 | 0,757 | 0,773 | 0,792 |

Tab. P. 1.2 Tabulka naměřených hodnot maxim absorbancí typickými pro úbytek antioxidantů a nárůst nitrace transformátorového oleje Nynas Y3000

| | | Maxima hodnot absorbance | | | | |
|----------------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Nynas Y3000 | Vlnočet (cm-1) | Dodaný stav | 1. stárnutí (168 hod.) | 2. stárnutí (336 hod.) | 3. stárnutí (504 hod.) | 4. stárnutí (672 hod.) |
| Úbytek antioxidantů | 3650,8 | 0,821 | 0,805 | 0,77 | 0,725 | 0,694 |
| Nitrace | 1605,5 | 1,507 | 1,517 | 1,525 | 1,558 | 1,59 |

Tab. P. 1.3 Tabulka naměřených hodnot maxim absorbancí typickými pro úbytek antioxidantů a nárůst nitrace transformátorového oleje Nytro Lyra X

| | | Maxima hodnot absorbance | | | | |
|----------------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Nytro Lyra X | Vlnočet (cm-1) | Dodaný stav | 1. stárnutí (168 hod.) | 2. stárnutí (336 hod.) | 3. stárnutí (504 hod.) | 4. stárnutí (672 hod.) |
| Úbytek antioxidantů | 3650,8 | 0,786 | 0,751 | 0,706 | 0,669 | 0,626 |
| Nitrace | 1606 | 1,163 | 1,167 | 1,184 | 1,211 | 1,248 |