

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

---

Fakulta elektrotechnická  
Katedra materiálů a technologií

## DIPLOMOVÁ PRÁCE

Polymerní kompozity pro kabelové systémy s vysokou odolností

Autor práce: **Bc. Jan Šipla**  
Vedoucí práce: **Ing. Petr Kadlec, Ph.D.**

---

2022

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická

Akademický rok: 2021/2022

# ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Jan ŠIPLA**  
Osobní číslo: **E20N0022P**  
Studijní program: **N0713A060011 Materiály a technologie pro elektrotechniku**  
Téma práce: **Polymerní kompozity pro kabelové systémy s vysokou odolností**  
Zadávací katedra: **Katedra materiálů a technologií**

## Zásady pro vypracování

1. Zpracujte rešerši k problematice elektroizolačních materiálů pro plášťové a žilové izolace kabelů s retardéry hoření, které jsou využívány primárně v energetice.
2. Na základě informací o komerčně dostupných materiálech navrhnete vlastní složení alespoň dvou kompozitních materiálů pro testování.
3. U vzorků materiálů vyrobených s navrženým složením realizujete měření vybraných dielektrických, mechanických a termických vlastností.
4. Analyzujte výsledky měření a vyvodte závěry, zda bylo u navržených materiálů dosaženo zlepšení některých sledovaných materiálových parametrů oproti komerčně dostupným alternativám. V případě negativních změn navrhnete možnosti jejich odstranění.

Rozsah diplomové práce: **40 – 60**  
Rozsah grafických prací: **dle doporučení vedoucího**  
Forma zpracování diplomové práce: **elektronická**

Seznam doporučené literatury:

1. S. K. Ganguli a V. Kohli. Power Cable Technology. Boca Raton: CRC Press (Taylor & Francis), 2016. ISBN 978-1-4987-0909-5.
2. J. G. Drobny. Polymers for Electricity and Electronics: Materials, Properties, and Applications. Hoboken: John Wiley & Sons, 2012. ISBN 978-0-470-45553-1.
3. D.-Y. Wang. Novel Fire Retardant Polymers and Composite Materials. Duxford: Woodhead Publishing (Elsevier), 2017. ISBN 978-0-08-100977-2.
4. Ch. I. Chung. Extrusion of Polymers: Theory and Practice. Cincinnati: Hanser Publications, 2019. ISBN 978-1-56990-609-5.
5. elektronické informační zdroje (SUMMON –vyhledávací nástroj knihovny ZČU, případně přímo Science Direct, IEEE Explore atd.)

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Petr Kadlec, Ph.D.**  
Katedra materiálů a technologií

Datum zadání diplomové práce: **8. října 2021**  
Termín odevzdání diplomové práce: **26. května 2022**



**Prof. Ing. Zdeněk Peroutka, Ph.D.**  
děkan

**Doc. Ing. Aleš Hamáček, Ph.D.**  
vedoucí katedry

V Plzni dne 8. října 2021

## **Abstrakt**

Předkládaná diplomová práce je zaměřena na problematiku elektroizolačních materiálů používaných v kabelových systémech. Primárně se práce zabývá vlivem plniv, které zlepšují odolnost těchto materiálů, především jejich teplotní stabilitu a reakci na vznik ohně nebo jeho působení. V teoretické části jsou popsány používané polymerní materiály a způsob výroby polymerních kompozitů, především s retardéry hoření. Experimentální část práce je zaměřena na hodnocení změn dielektrických, termických a mechanických vlastností, které jsou vyvolané přidáním retardéru hoření přírodního původu. V rámci práce se konkrétně jedná o jílový materiál na bázi hlinitokřemičitanu, který je přidán do polyethylenu a kabelové směsi již obsahující jiný retardér hoření. Z analýz vyplývá, že začleňování jílových materiálů má příznivý vliv na termické vlastnosti. Zároveň dochází ke zhoršení mechanických a dielektrických parametrů. Také je provedeno porovnání měřených parametrů pro polyethylen a kabelovou směs obsahující konvenční retardér hoření, kdy se výsledky výrazně liší podle měřené vlastnosti.

## **Klíčová slova**

Polymerní nanokompozity, retardéry hoření, jílové materiály, termické analýzy, tahová zkouška, rezistivita, elektrická pevnost, širokopásmová dielektrická spektroskopie, polyethylen, halloysite

## **Abstract**

This diploma thesis is focused on the issue of electrical insulating materials used in cable systems. Primarily, the thesis deals with the influence of fillers that improve the resistance of these materials, especially their thermal stability and reaction to the appearance of fire or its effect. The theoretical part describes polymer materials and the technology of production of polymer composites, primarily with flame retardants. The experimental part of the thesis is focused on evaluation of changes in dielectric, thermal and mechanical parameters which are caused by the addition of a flame retardant with natural origin. The work specifically deals with clay material based on aluminosilicate added into polyethylene and cable mixture already containing another flame retardant. Analysis shows that the incorporation of clay material affects positively thermal properties, but at the same time there is a deterioration in mechanical and dielectric parameters. The comparison of the measured parameters for polyethylene and cable mixture containing a conventional flame retardant is also realized and the results are significantly different according to the measured parameter.

## **Key words**

Polymer nanocomposites, flame retardants, clay materials, thermal analysis, tensile test, resistivity, electrical strength, broadband dielectric spectroscopy, polyethylene, halloysite

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce Ing. Petru Kadlecovi, Ph.D. za cenné profesionální rady, připomínky a metodické vedení práce. Poděkování patří také společnosti Kabelovna Kabex a.s., která poskytla granulát polymerní směsi pro kabelový průmysl k dalšímu zpracování a testování. Dále bych rád poděkoval panu Ing. Zdeňku Starému, Ph.D. z Ústavu makromolekulární chemie Akademie věd ČR za přípravu základních vzorků pro testování.

Tato práce byla podpořena grantem Studentské grantové soutěže ZČU č. SGS-2021-003 „Materiály, technologie a diagnostika v elektrotechnice“.

# Obsah

<b>SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>8</b>
<b>1 ÚVOD.....</b>	<b>10</b>
<b>2 VYBRANÉ ELEKTROIZOLAČNÍ POLYMERY A KOPOLYMERY .....</b>	<b>11</b>
2.1 POLYETHYLEN .....	11
2.2 ZESÍŤOVANÝ POLYETHYLEN.....	12
2.3 KOPOLYMER ETHYLENU A VINYL-ACETÁTU.....	12
2.4 POLYPROPYLEN .....	13
2.5 SILIKONOVÉ KAUČUKY .....	13
2.6 TERMOPLASTICKÉ ELASTOMERY .....	13
<b>3 RETARDÉRY HOŘENÍ .....</b>	<b>14</b>
<b>4 POLYMERNÍ NANOKOMPOZITY S RETARDÉRY HOŘENÍ .....</b>	<b>16</b>
<b>5 CESTA K MODERNÍ KABELOVÉ SMĚSI .....</b>	<b>19</b>
5.1 NÁVRH KABELOVÉ SMĚSI .....	19
5.2 VÝROBA NAVRŽENÉ KABELOVÉ SMĚSI.....	20
5.3 KOMERČNĚ DOSTUPNÉ POLYMERNÍ SMĚSI .....	23
<b>6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>24</b>
6.1 POPIS MATERIÁLŮ A PROVEDENÝCH ZKOUŠEK.....	24
6.2 DIAGNOSTICKÉ METODY.....	26
6.2.1 Dielektrická měření a analýzy.....	27
6.2.2 Termické analýzy.....	30
6.2.3 Mechanické zkoušky .....	32
6.3 DOSAŽENÉ VÝSLEDKY ZKOUŠEK .....	34
6.3.1 Výsledky dielektrických zkoušek.....	34
6.3.2 Výsledky termických analýz.....	39
6.3.3 Výsledky mechanických zkoušek.....	44
6.4 SHRnutí DOSAŽENÝCH VÝSLEDKŮ .....	45
<b>7 ZÁVĚR .....</b>	<b>47</b>
<b>SEZNAM LITERATURY A INFORMAČNÍCH ZDROJŮ .....</b>	<b>48</b>
<b>PŘÍLOHY .....</b>	<b>53</b>
<b>A ZÁKLADY STATISTICKÉHO VYHODNOCENÍ MĚŘENÍ .....</b>	<b>53</b>
<b>B ÚPRAVA EXTRUDOVANÝCH VZORKŮ PRO URČITÁ MĚŘENÍ .....</b>	<b>54</b>
<b>C MODULOVANÁ DIFERENČNÍ SKENOVACÍ KALORIMETRIE.....</b>	<b>55</b>
<b>D DOPLŇUJÍCÍ INFORMACE K MECHANICKÝM ZKOUŠKÁM.....</b>	<b>57</b>

## Seznam symbolů a zkratek

### Fyzikální veličiny

$C$	(F)	Kapacita
$d$	(cm)	Tloušťka vzorku
$E_p$	(kV/mm)	Elektrická pevnost
$F$	(N)	Síla
$f$	(Hz)	Frekvence
$I$	(A)	Proud
$l$	(mm)	Délka
$LOI$	(-, %)	Limitní kyslíkové číslo
$MFI$	(g/10 min)	Index toku taveniny
$q$	(W/g)	Tepelný tok
$R$	( $\Omega$ )	Elektrický odpor
$T$	( $^{\circ}\text{C}$ )	Teplota
$\text{tg } \delta$	(-)	Ztrátový činitel
$U$	(V)	Napětí
$U_p$	(kV)	Průrazné napětí
$W$	(J/g)	Energie (entalpie)
$\varepsilon$	(F/m)	Permitivita
$\varepsilon_r$	(-)	Relativní permitivita
$\varepsilon^*$	(-)	Komplexní relativní permitivita
$\varepsilon', \varepsilon''$	(-)	Reálná a imaginární část komplexní relativní permitivity
$\varepsilon_y, \varepsilon_b$	(-, %)	Poměrné prodloužení na mezi kluzu a při přetržení
$\rho_s$	( $\Omega$ )	Povrchová rezistivita
$\rho_v$	( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	Vnitřní rezistivita
$\sigma_M$	(MPa)	Pevnost v tahu (mez pevnosti v tahu)
$\sigma_y, \sigma_b$	(Pa)	Mechanické napětí v tahu na mezi kluzu a při přetržení

### Zkratky polymerů a dalších materiálů

AEM	Ethylen akrylátový elastomer
ATH	Hydroxid hlinitý (aluminiumtrihydrát)
CNTs	Uhlíkové nanotrubičky
EPM	Ethylen-propylenový elastomer



EVA	Kopolymer ethylenu a vinyl-acetátu
FRNC	Plamen nešířící a korozivní prvky neprodukující retardér hoření ( <i>Flame Retardant Non Corrosive</i> )
HDPE	Vysokohustotní polyethylen
HFPR	Bezhalogenový retardér hoření ( <i>Halogen-Free Flame Retardant</i> )
HNTs	Halloysite v tubulární formě
LDPE	Nízkohustotní polyethylen
LLDPE	Lineární nízkohustotní polyethylen
LSHF	Bezhalogenový nedýmivý kabel ( <i>Low Smoke Halogen Free</i> )
LSZH, LS0H	Bezhalogenový nedýmivý kabel ( <i>Low Smoke Zero Halogen</i> )
MDH	Hydroxid hořečnatý (magnesiumdihydrát)
MDPE	Středněhustotní polyethylen
MMT	Montmorillonit
PE	Polyethylen
PP	Polypropylen
TPE	Termoplastické elastomery
XLPE	Síťovaný polyethylen

### **Ostatní zkratky**

ASTM	Mezinárodní standardy, Americká společnost pro testování a materiály ( <i>American Society for Testing and Materials</i> )
ČSN (EN, IEC)	České technické normy (evropské, mezinárodní elektrotechnické)
BDS	Širokopásmová dielektrická spektroskopie
DSC	Diferenční skenovací kalorimetrie
DTA	Diferenční termická analýza
MDSC	Modulovaná diferenční skenovací kalorimetrie
STA	Simultánní termická analýza
TG	Termogravimetrická analýza
XRD	Rentgenová krystalografie

## 1 Úvod

Zvyšování požadavků na provozní bezpečnost, ochranu zdraví osob a majetku se nevyhýbá ani kabelovému průmyslu. V této průmyslové oblasti je kladen stále větší důraz na zajištění vyšší bezpečnosti prostorů s kabelovými rozvody pro případ vzniku požáru. U elektroizolačních materiálů pro kabely je řešeno jejich chování při vystavení ohni, jeho retardace a snaha zamezit jeho šíření. V současnosti jsou na elektroizolační vrstvy kladeny požadavky nejen na elektrické a mechanické vlastnosti, ale jsou více hodnoceny i termické vlastnosti a realizovány testy hořlavosti. Z toho důvodu se část výzkumu zabývá tzv. retardéry hoření, které jsou začleňovány do směsi za účelem zvýšení odolnosti vůči ohni. Jako výborné elektroizolační materiály se ukázaly kompozitní materiály s polymerní maticí a částicovým plnivem, které jsou dnes v kabelovém průmyslu hojně využívány. Často jsou využívány kompozity odvozené od PE (polyethylen) a EVA (kopolymer polyethylenu a vinyl-acetátu). Za účelem dosažení lepších vlastností materiálů jsou do směsí přidávána aditiva, která vybrané vlastnosti vylepšují, ale mohou mít negativní vliv na ostatní především mechanické vlastnosti. Některá aditiva jsou potřebná již pro optimální výrobu polymeru a musí to být taková aditiva, který by co nejméně ovlivňovala výsledné požadované parametry. Téměř u každého materiálu se jedná o kompromis zohledňující všechny parametry elektroizolační vrstvy.

## 2 Vybrané elektroizolační polymery a kopolymery

V současné době se ve výrobě elektroizolačních vrstev využívají téměř výhradně polymerní materiály. První zmínky o používání přírodních polymerních materiálů člověkem se datují do roku 1493 [1]. Počátkem 20. století došlo k masivnímu rozvoji syntetických polymerních materiálů v běžném životě. Existuje široká škála dnes vyráběných polymerních materiálů (viz literatura [1, 2]), ale jen omezená skupina splňuje takové požadavky, aby se mohly využívat v elektroizolačních systémech. Dnes se převážně využívají kompozitní materiály s polymerní maticí vyrobené z PE nebo EVA s částicovými plnivy.

### 2.1 Polyethylen

Polyethylen je pevná průhledná skoro až elastická látka, která se vyrábí polymerací ethylenu ( $C_2H_4$ ). Podle průběhu polymerace lze získat tři typy polyethylenu, kdy je lze klasifikovat podle hustoty na HDPE (vysoko hustotní), LDPE (nízko hustotní) a MDPE (středně hustotní) [3]. Dalším kritériem pro dělení PE může být jeho míra rozvětvení makromolekul, a to na lineární a rozvětvený typ polyethylenu. Lineární (neboli HDPE) a rozvětvený (neboli LDPE), kromě těchto dvou se v praxi lze také setkat s lineární nízkohustotním polyethylen (LLDPE) [1].

Polyethylen má vynikající elektroizolační vlastnosti, které jsou málo závislé na teplotě při používání v běžných provozních teplotách ( $-80\text{ }^{\circ}C$ – $100\text{ }^{\circ}C$ ), je chemicky odolný. Jeho z největších nevýhod je, že na vzduchu stárne (dochází k oxidaci) a je hořlavý [4]. PE je levný na výrobu, snadno zpracovatelný a zdravotně nezávadný. LDPE se vyrábí za vysokého tlaku a jsou používány dva typy reaktorů, a to autoklávy nebo trubkový reaktor. Obě tyto metody využívají volné radikály. Tlaky dosahované při výrobě LDPE dosahují 100 MPa až 210 MPa u autoklávy a 200 MPa až 300 MPa u trubkového reaktoru [5]. Struktura LLDPE je podobná LDPE, při výrobě LLDPE se využívá Zieglerových katalyzátorů<sup>1</sup>, kdy výsledkem je lineární polymer, který je více flexibilní [6]. Na rozdíl od nízkohustotních PE se HDPE vyrábí při nízké teplotě i tlaku. Existují dva typy výroby: výroba v suspenzi nebo v plynné fázi, detailní popis těchto metod je uveden viz literatura [7]. Přehled porovnání vybraných parametrů jednotlivých typů PE uvádí Tab. 1.

<sup>1</sup> Zieglerovy katalyzátory jsou sloučeniny přechodových kovů IV. – VIII. skupiny a organometalických sloučenin kovů I. až III. skupiny prvků, nejvýznamnějšími zástupci jsou sloučeniny  $TiCl_3$  a  $TiCl_4$  [76].

## 2.2 Zesít'ovaný polyetylen

Zesít'ovaný polyetylen (XLPE) se vyrábí z polyethylenu dvěma způsoby, a to jednak chemickým procesem, nebo radiačním ozářením. V případě sít'ování prováděného ozářením není potřeba k polyethylenu přidávat další látky. Polyetylen je vystaven ionizujícímu záření a musí být dána intenzita i doba osvitů [8]. V případě nedodržení daných parametrů může dojít k nežádoucímu poškození materiálu nebo k jeho nedostatečnému zasít'ování. Chemický způsob sít'ování vyžaduje přidání organických činidel k polyethylenu. Těmi jsou v praxi nejčastěji peroxidy nebo silany. Působení velkého tlaku a zahřátí směsi je vytvořeno zasít'ování původní lineární struktury [9]. XLPE se vyznačuje s velkou dielektrickou pevností, nízkými dielektrickými ztrátami a lepší odolností proti stárnutí v porovnání s PE.

Zesít'ovaný polyetylen se nevyužívá jenom v kabelovém průmyslu na izolaci kabelů, ale také je využíván k výrobě plastových trubek, kde představuje výborný kompromis v poměru cena/bezpečnost. XLPE se uplatňuje i v lékařství [8]. Avšak největší využití XLPE je v kabelovém průmyslu, kde je používán jako izolace do kabelů pro střední až velké napětí. Přehled vybraných parametrů je uveden v Tab. 1.

## 2.3 Kopolymer ethylenu a vinyl-acetátu

Kopolymer se vyrábí z PE pomocí radikálové polymerace<sup>2</sup>. Vlastnosti EVA jsou významně závislé na obsahu vinylacetátové složky a molekulárním zesít'ování [10]. Pro jeho použití v kabelovém průmyslu se obsah vinylacetátové složky pohybuje v rozmezí 40 % až 70 % [2]. Nejvýznamnějšími výrobci EVA jsou firmy DuPont, Exxon a AT Plastic Inc. V kabelovém průmyslu se u EVA využívá jeho schopnosti přijímat velké množství plniv bez významného poklesu mechanických vlastností, a proto je EVA používán na výrobu směsí s retardéry hoření nebo teplem smrštitelné izolace. EVA se neuplatňuje pouze v kabelovém průmyslu, ale používá se také např. jako obalový materiál, v hračkách, obuvi, zátkách pro nápoje [11, 12]. Hodnoty vybraných parametrů jsou uvedeny v Tab. 1.

---

<sup>2</sup> Postup výroby kopolymeru ethylenu a vinyl-acetátu je chráněn z roku 2003 (US 6,646,087 B2). V patentu je popsána radikálová polymerace ethylenu a vinyl-acetátu v nádobě obalené pláštěm a cívkou určené ke chlazení s přesně definovaným poměrem mezi hodnotou přestupu tepla a výhřevností. Tento patent se vztahuje pouze na výrobu EVA pro rozmezí vinylacetátové složky od 25 % až 60 % [77].

*Tab. 1: Vybrané parametry pro materiály vyráběné z PE (přepřacováno z [13–15]).*

<b>Vlastnost</b>	<b>LLDPE</b>	<b>LDPE</b>	<b>HDPE</b>	<b>XLPE</b>	<b>EVA</b>
Relativní permitivita $\epsilon_r$ (-)	2,1-2,2	2,2-2,35	2,3-2,4	2,2-2,3	2,5-3
Elektrická pevnost $E_p$ (kV/mm)	-	16-28	17-24	35-50	27-28
Limitní kyslíkové číslo $LOI$ (%)	17-18				18-19
Hustota (kg/m <sup>3</sup> )	917-940	915-950	940-970	920-1002	920-940
Maximální provozní teplota (°C)	80-100	90-110	100-120	130	45-70
Krystalinita (%)	-	max 64	max 93	-	-
Pevnost v tahu $\sigma_M$ (MPa)	-	max 10	max 25	12-31	7-30

## 2.4 Polypropylen

Polypropylen (PP) se řadí mezi jedny z nejlevnějších plastů současnosti. PP je pevný krystalický termoplast, který patří do skupinky polyolefinů a vyznačuje se tím, že má nejmenší hustotu mezi komerčně dostupnými plasty. Hustota polypropylenu se pohybuje v rozmezí 904 kg/m<sup>3</sup> až 908 kg/m<sup>3</sup> [14]. Polypropylen má vynikající dielektrické a tepelné vlastnosti, ale je tuhý a pevný. Z tohoto důvodu je jeho využití v kabelovém průmyslu omezené a je nezbytné zvětšit flexibilitu při výrobě směsi a zároveň zmenšit tuhost při zachování stejných tepelných vlastností [16]. Polypropylen se používá k výrobě plášťů kabelů.

## 2.5 Silikonové kaučuky

Silikonové kaučuky jsou lineární polysiloxany, které se řadí mezi teplovzdorné kaučuky. Kromě toho je lze označit i jako mrazuvzdorné, protože jejich speciální typy jsou použitelné v rozsahu teplot od -90 °C do 200 °C [1]. Zásadní nevýhodou je jejich použití ve vlhkém prostředí, kde podléhají hydrolyze [17]. Silikonové kaučuky jsou těžce vznítitelné v blízkosti ohně, ale po jejich vzplanutí pokračují v hoření, protože neobsahují látky zastavující plamen. Při hoření se neuvolňují téměř žádné toxické látky do ovzduší, jelikož neobsahují organické halogenové prvky [18]. Výroba silikonových kaučuků je založena na třístupňové syntéze: syntéza chlorsilanu, hydrolyza chlorsilanu a následná polymerace a polykondenzace.

## 2.6 Termoplastické elastomery

Termoplastické elastomery (TPE) jsou polymerní materiály, které jsou za běžných podmínek elastické a dají se vyrobit pomocí technik pro výrobu plastů. Používané průmyslové metody pro syntézu TPE jsou: stupňovitá polymerace, aniontová polymerace, katalytické polymerace, polymerace volných radikálů [19]. TPE jsou tvořeny dvoufázovou strukturou, kdy se střídají tzv. tvrdé a měkké segmenty, které jsou vzájemně nemísitelné [20]. Měkké segmenty zajišťují flexibilitu systému. Významným zástupcem je ethylen-propylenový elastomer (EPM).

### 3 Retardéry hoření

Z důvodů zvyšování odolnosti proti ohni jsou do elektroizolačních směsí přidávány prostředky snižující hořlavost daného materiálu tzv. retardéry hoření. Samotné retardéry hoření nepromění polymer v nehořlavý, ale pouze zvýší jeho odolnost proti samovznícení, případně zpomalí hoření, redukují množství uvolněné energie, nebo také zamezí vzniku toxických zplodin. V rámci problematiky zvyšování odolnosti materiálů proti hoření se vyskytuje mnoho odlišných názvů a zkratk, podle kterých daný materiál lépe charakterizovat. Význam vybraných zkratk je uveden v následujícím odstavci podle literatury [21].

Nejčastěji se v praxi lze setkat s označením HFFR (Halogen Free Flame Retardant), tento kabel je většinou oranžové barvy. Takto značený kabel retarduje oheň a neobsahuje halogenové prvky<sup>3</sup> (neboli bezhalogenový). Zkratka LSHF (Low Smoke Halogen Free) je kabel ze směsi, který při hoření produkuje málo dýmu a je též bezhalogenový. Obdobou zkratky LSHF je také označení kabelu jako LSOH nebo LSZH (Low Smoke Zero Halogen). FRNC (Flame Retardant Non Corrosive) je kabel oheň nešířící a neprodukující korozivní prvky při hoření.

V případě požární bezpečnosti kabelů je zapotřebí definovat některé základní pojmy, které se této problematiky týkají a jsou zpracovány v následujícím odstavci podle literatury [22, 23].

**Samozhášlivost** je schopnost kabelu uhasit plamen za normou stanovený čas po oddálení jeho zdroje. Tyto zkoušky se řídí dle norem ČSN EN 60332-1-1 a ČSN EN 60332-3-22 a kabely, které vyhovují normě, jsou nazývány jako oheň (plamen) nešířící nebo oheň retardující. **Bezhalogenový** materiál musí splňovat normu ČSN EN 50627-2-3. Jako **ohniodolný kabel** je označován takový kabel, který má zvýšenou odolnost proti působení plamene po dobu danou normou ČSN IEC 60331. Jelikož kabely byly evropskou komisí zařazeny mezi stavební výrobky, bylo zapotřebí kabely rozdělit do kategorií označující jejich reakci na oheň. Je rozlišováno sedm kategorií, které jsou značeny A<sub>ca</sub>, B1<sub>ca</sub>, B2<sub>ca</sub>, C2<sub>ca</sub>, D<sub>ca</sub>, E<sub>ca</sub>, F<sub>ca</sub>.

K určení, zda se doopravdy jedná o hořlavý či nehořlavý materiál, neexistuje jeden test, na jehož základě by se dalo rozhodnout. V praxi se proto využívá více měřících metod a současně vyhodnocuje několik parametrů, na jejichž základě se poté dá určit, o jaký materiál se jedná. Každá použitá metoda slouží k určování odlišného aspektu hořlavosti materiálu. Jedním

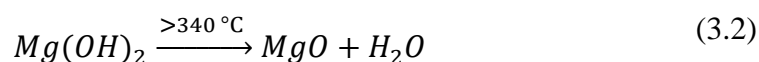
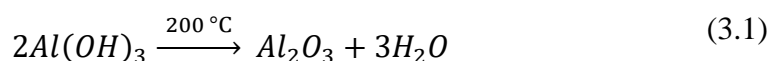
---

<sup>3</sup> Halogeny (neboli halogenové prvky) jsou prvky VII. hlavní podskupiny periodické tabulky: fluor, chlor, brom, jod, astat. [78].

z určovaných parametrů je limitní kyslíkové číslo LOI, které udává minimální množství kyslíku v procentech, které podporuje hoření. Dalšími zkoumanými parametry dle normy ČSN EN 60399 mohou být, např. maximální uvolněné teplo a rychlost tohoto děje, rozsah šíření plamene, celkové uvolněné teplo, produkce dýmu (celková produkce a rychlost produkce), rychlost růstu ohně [24]. Nejběžněji používaným přístrojem při zkouškách a zkoumání ohně je kónický (kuželový) kalorimetr [25].

Zvýšená odolnost proti ohni je dosažena pomocí organických a anorganických plniv, které zmenšují hořlavost, oddalují samotné vzplanutí materiálu nebo působí proti vzniku ohně. V kabelovém průmyslu se více uplatňují anorganická plniva jako jsou hydroxid hlinitý  $Al(OH)_3$ , známý jako ATH v kombinaci s termoplastem. V případě potřeby použití větších teplot je využíváno jako plnivo hydroxid hořečnatý  $Mg(OH)_2$  označovaný jako MDH [26].

Rovnice rozpadu ATH a MDH jsou zpracovány podle [27]:

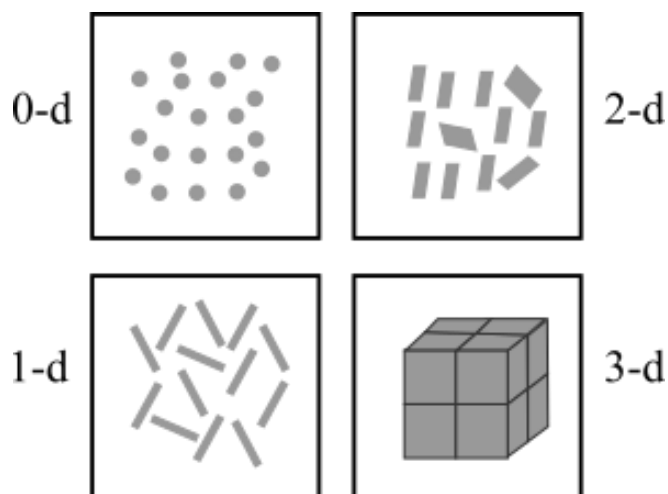


Zvyšující se požadavky na ochranu zdraví člověka měly za vznik nových retardérů hoření, protože dosavadní retardéry hoření byly při působení ohně zdraví škodlivé, jelikož obsahovaly halogenové prvky. V současnosti jsou využívány anorganické hydroxidy [28], které jsou popsány v předchozím odstavci. Jako dalšími možnými retardéry hoření se ukázalo použití určitých nanokompozitů.

## 4 Polymerní nanokompozity s retardéry hoření

Polymerní nanokompozity představují perspektivní možnost retardace hoření a používají se také pro zvýšení teplotní stability systému. K dosažení ohni odolnosti je využíváno efektu fyzické bariéry [29]. Podrobný popis funkce nanokompozitních retardérů hoření uvádí literatura [30]. Mezi zástupce nanomateriálů používaných jako retardéry hoření jsou např. nanojíly nebo uhlíková nanoplňiva. Podle prostorového rozložení lze rozdělit tyto retardéry do čtyř skupin: nanočástice (0-d), nanovlákná (1-d), nanovrstvy (2-d) a nanosítě (3-d) [31] viz Obr. 1.

Mezi zástupce nanočástic se řadí: nanometalické oxidy (titanu, hliníku atd.), u nanovláken mají převahu využití především uhlíková nanovlákná a uhlíkové nanotrubičky (CNTs), které se využívají buď jednotěnné nebo mnohostěnné. Zástupci nanovrstvových materiálů jsou vrstvené silikáty nebo např. dvojvrstvý hydroxid. Nanosítě jsou využívány v praxi jen zřídka, a proto pro ně neexistuje významný zástupce [31].

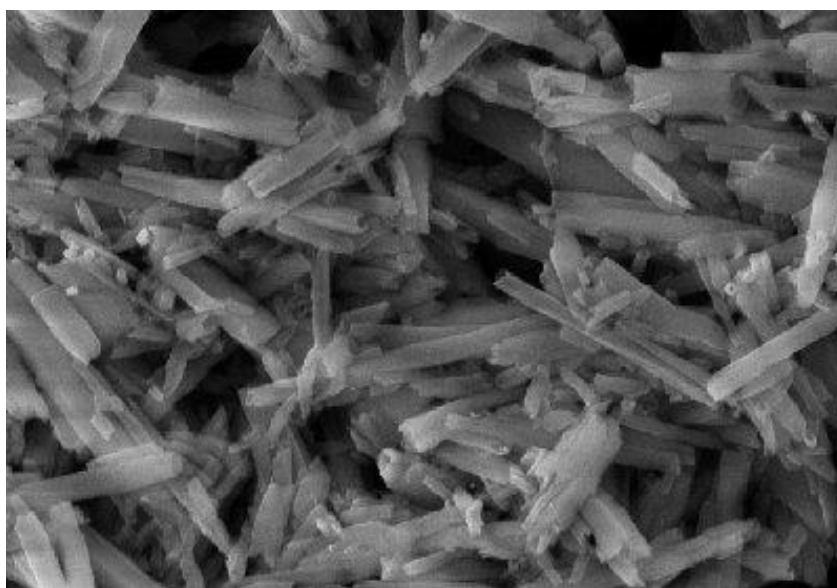


Obr. 1: Nanoplňiva používaná pro výrobu polymerních nanokompozitů (přepřacováno z [31]).

V porovnání s čistými polymery vykazují nanokompozity zlepšení v oblasti vlastností mechanických, elektrických a také vykazují zvýšenou odolnost vůči ohni. Zvýšená tepelná odolnost je patrná již při velmi malém obsahu plnění směsi [32]. Této vlastnosti se začíná využívat v průmyslu, protože konečný výrobek je levnější a jednodušší na výrobu oproti např. materiálům využívávajícím anorganické retardéry hoření. Výzkum popsany v literatuře [32] se zabývá možností využití nanokompozitů jako plňiva v kopolymer vinylacetátu. Závěrem práce bylo ověřeno, že již při malém podílu nanoplňiva v kombinaci s polymerní matricí EVA došlo ke zlepšení odolnosti vůči zvýšené teplotě. Navíc bylo zjištěno, že použití nanoplňiva zmenšuje maximální uvolněné teplo, a to má vliv na degradaci materiálu. Další studie se zaměřují např. na náhradu EVA za jílový materiál, jak je uvedeno v literatuře [33].



V současnosti se jako perspektivním plnivem v nanokompozitech ukazují jílové materiály [34]. Mezi tyto materiály se řadí také Halloysite. Jedná se o hlinitokřemičitý jííl ve tvaru nanotrubic označovaný jako HNTs viz Obr. 2. Hlavní potenciál HNTs spočívá v jeho použití již při malém množství jako plniva v polymerních nanokompozitech nebo v nanokompozitních hydrogelech. V porovnání s ostatními jílovými materiály jako jsou např. CNTs, je HNTs levnější a po odstranění vrstvy na povrchu má také menší elektrickou vodivost [35]. Uplatnění v nanokompozitních retardérech hoření našly i uhlíkové nanotrubice, kde je využíváno jejich unikátních fyzikálních vlastností, jako např. velké teplotní stability [34]. Zásadní vliv na tento parametr má čistota nanotrubic a jejich rovnoměrné rozložení v nanokompozitu.



Obr. 2: Halloysite nanotrubice (převzato z [36]).

Strukturní vzorec HNT je podobný kaolinitu jen s tím rozdílem, že v HNT jsou vrstvy rozděleny jednou vrstvou vody a strukturní vzorec HNT je poté:  $\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ . Podle hodnoty  $n$ , lze dále rozlišovat mnoho podob Halloysitu. Světová naleziště HNT se vyskytují v Austrálii, USA, Číně, Mexiku, Brazílii a na Novém Zélandu [37]. Parametry HNT jsou závislé na rozměrech nanotrubic a také na jejich čistotě, kdy tyto parametry jsou ovlivněny i místy nalezišť, neboť se jedná o přírodní materiál. Některé parametry se proto mohou i výrazně lišit. Z rozměrových parametrů je důležitý průměr (vnitřní a vnější) a délka nanotrubic. Vybrané rozměrové parametry HNT podle nalezišť shrnuje Tab. 2.

Tab. 2: Příklady rozdílů rozměrových parametrů HNT podle nalezišť (přepřacováno z [37]).

Naleziště	Délka $L$ (nm)	Vnější průměr $D$ (nm)	Vnitřní průměr $d$ (nm)	Tloušťka stěn $T$ (nm)
Jižní Austrálie (Camel Lake)	800–900	40–64	17–23	15–21
Západní Austrálie (Kalgoorlie)	3500–4500	33–39	17–21	5–11
Nový Zéland (Matauri Bay)	100–3000	50–200	15–70	20–100
Utah, USA	50–1500	20–150	5–30	5–50

Firmy prodávající HNT pro komerční účely jsou např. American Elements, Sigma Aldrich, AppliedMinerals Inc., nebo I-Minerals Inc. Cena HNT hodně závisí na jeho čistotě, ale firma Sigma Alderich uvádí cenu za 100g HNT kolem 2000 Kč [38]. Každý výrobce má specifické rozměry nanotubic, jak je uvedeno v Tab. 3.

Tab. 3: Rozměrové parametry HNT různých výrobců (přepřacováno z [38–41]).

Výrobce (označení)	Délka $L$ ( $\mu\text{m}$ )	Vnější průměr $D$ (nm)	Vnitřní průměr $d$ (nm)	Počet částic $< 5\mu\text{m}$ (%)
I-Minerals Inc. (Halo Pure)	2	-	20	97
I-Minerals Inc. (Halo Pure Ultra)	2	-	20	99
AppliedMinerals (Dragonite-HP)	0,2-2	50–70	15–45	95–100
SigmaAldrich (Halloysite Nanoclay)	1–15	50	10–150	-

Další praktické využití nanokompozitů v kabelovém průmyslu jsou směsi polyethylenu s nanomateriálem na izolaci vysokonapěťových stejnosměrných kabelů. Dle výzkumu popsaného v literatuře [42], kde se výzkumníci zaměřili na synergii LDPE a různých nanomateriálů retardující hoření jako byly anorganické nanočástice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (oxid hlinitý),  $\text{MgO}$  (oxid hořečnatý),  $\text{ZnO}$  (oxid zinečnatý) nebo  $\text{SiO}_2$  (oxid siřičitý), které byly rozptýleny v polymerní matici. Výsledkem studie bylo sledování a porovnávání jednak samostatného působení retardérů hoření, ale zároveň i odlišnosti, které mohou vzniknout při výrobě směsi, závěrem bylo výrazné snížení elektrické vodivosti již při malé koncentraci (1 % - 5 %) i pro vyšší teploty. Existuje více studií zabývajících se právě kompatibilitou polyethylenu a jeho modifikací jako jsou LDPE nebo XLPE s nanokompozitními retardéry hoření.

Mezi nanovrstvené jílové minerály se řadí Montmorillonit (MMT). V kombinaci s polymerem vytváří nanokompozit, který je lehký, má vysoký modul pružnosti, lepší teplotní stabilitu a je oheň retardující [43]. Podle literatury [44] existuje synergie mezi polyethylenovou maticí, retardérem hoření MDH a vrstveným montmorillonitem, kdy dochází ke snížení maximální dosažené teploty při působení ohně. Další možné uplatnění nanokompozitů a jejich předpoklad do budoucnosti je popsán viz literatura [44, 45].

## 5 Cesta k moderní kabelové směsi

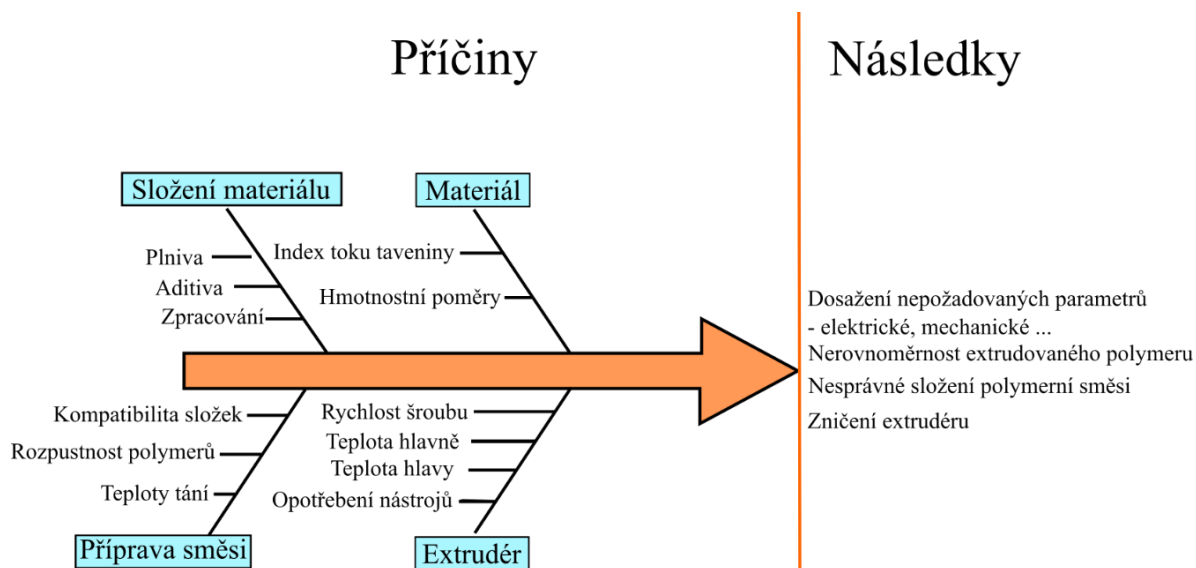
K dosažení požadovaných materiálových vlastností může vést mnoho cest, přičemž vždy je třeba počítat s tím, že při zlepšení určitých materiálových vlastností může docházet ke zhoršení některé z dalších sledovaných vlastností. Z počátku se v kabelovém průmyslu využívaly čisté polymery, ale využívání vyšších napěťových hladin a celkové zvyšování požadavků na materiály, především na vlastnosti týkající se bezpečnosti, znamenalo pozvolný ústup od využívání čistých polymerů a jejich náhradu polymerními směsmi. Výhoda využívání polymerních směsí (kompozitů) je především v širších možnostech modifikování jejich vlastností přidáváním široké škály aditiv oproti čistým polymerům. V rámci práce budou popsány pouze procesy využívané pro termoplasty, neboť ty jsou nejvíce využívané v kabelovém průmyslu.

### 5.1 Návrh kabelové směsi

Před započítáním samostatné výroby polymerní směsi, je potřeba navrhnout její optimální složení tak, aby její konečné vlastnosti, ať se jedná o elektrické, mechanické, fyzikální apod., vyhovovaly koncové aplikaci. Technologové, zabývající se složením polymerních směsí, vycházejí z předchozích zkušeností (výsledky experimentů, odborné časopisy/konference), informací od výrobců, nebo sami vyvíjejí materiály s novým složením. Při navrhování nového složení dochází často jen k minimálním změnám ve složení existujících materiálů, protože se musí brát zřetel i na cenovou politiku (inovativní materiály nemusí uspět v průmyslu kvůli vysoké ceně). Technologové musí zároveň mít znalosti v oblasti samotných procesů výroby, neboť i výběr procesu může ovlivnit celkové vlastnosti polymerní směsi. Studie [46, 47] dokazují, že při stejném složení, ale při rozdílném způsobu výroby, se mohou vlastnosti materiálu i výrazně lišit. Navíc jsou na jednotlivé procesy kladeny rozdílné požadavky (teploty během zpracování, návaznost procesů apod.), které se musí během výroby dodržovat. V současnosti se již jenom zřídka využívají čisté polymery (v některých aplikacích se lze stále setkat s čistým polymerem s malým množstvím aditiv např. žilová izolace VN kabelů z XLPE), protože čisté polymery jsou již ve většině případů nevyhovující a jsou nahrazovány polymerními kompozity. Při výrobě polymerních kompozitů je potřeba již při samotném návrhu spolupracovat s technologií výroby, kteří mají zkušenosti se zajištěním kompatibility jednotlivých částí tak, aby výsledná polymerní směs měla požadované vlastnosti.

Při výrobě polymerní směsi je potřeba hodnotit určité parametry, které ovlivňují výsledné parametry a zároveň sledovat, aby nedošlo k případné poruše výrobního stroje. U polymerní

směsi je například potřeba znát teploty tání tavitelných složek. Dalšími sledovanými parametry jsou rozpustnost jednotlivých složek, viskozita polymerních složek při definovaných podmínkách, vzájemná kompatibilita složek ve směsi a další. Klíčový parametr, který je potřeba u extrudovaných materiálů sledovat je *MFI* neboli index toku taveniny<sup>4</sup>. Vzhledem k tomu, že se polymerní směs během procesu zpracování výrazně zahřívá, je potřeba zjišťovat, jak jsou sledované materiálové parametry vlivem zvýšené teploty ovlivňovány. Výběr sledovaných parametrů a možných následků je znázorněn pomocí Ishikawa diagramu viz Obr. 3.



Obr. 3: Ishikawa diagram sledovaných parametrů a vlastností při výrobě polymerní směsi.

## 5.2 Výroba navržené kabelové směsi

V kabelovém průmyslu je nejpoužívanější metodou výroby extruze, dalšími metodami jsou vstříkávání, lisování, rotační lití a další metody jsou detailněji popsány v literatuře [48]. Extruze se může nejprve využít při výrobě suroviny pro další zpracování (granulát) a následně pro zpracování granulátu a případné přimíchání dalších složek potřebných k výrobě finálního výrobku případně meziprojektu. Přidávaná aditiva jsou např. pigmenty, vyztužující látky, retardéry hoření, antidegradanty a další.

<sup>4</sup> V anglické literatuře označováno jako MFI – Melt Flow Index, nebo MFR – Melt Flow Rate. Index je dán hmotností materiálu protékajícího kapilárou za 10 minut při definovaném tlaku a teplotě [50]. Měření je prováděno pomocí specifického přístroje a průběh měření je dán normou ASTM D-1238-70, jejíž alternativu lze najít i v českých normách pod označením ČSN EN ISO 1133-1. Index toku taveniny je nepřímo úměrný viskozitě [79].

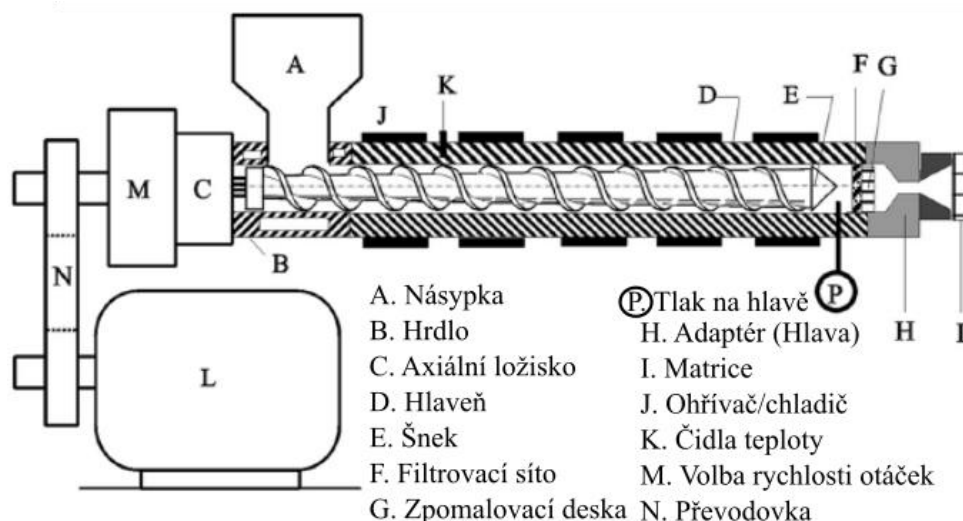
Představovaná výroba granulátu termoplastické směsi je tvořena čtyřmi kroky, kterými jsou: 1) příprava materiálů, 2) předmíchání, 3) plastifikace a 4) granulace [49]. Během prvního kroku přípravy materiálů je materiál vyčištěn od nečistot pomocí několika operací: profiltrování (odstranění velkých částic), odstranění kovových nečistot pomocí magnetu a vysušení absorbované vody. Následuje mletí (k zajištění stability, homogenity, spolehlivosti a barvy granulí), předeheřev (snížení viskozity a zrychlení vzájemné difúze) a navážení přesného množství jednotlivých komponentů, aby jejich podíl odpovídal navrženému složení [49].

Předmíchání je proces, při kterém dochází ke smíchání jednotlivých komponentů směsi pod teplotou tání. Při tomto procesu je důležité správné nastavení plnění materiálů v daném poměru. Materiály jsou obvykle přidávány v tomto pořadí: surový materiál, stabilizátory, lubrikanty, barviva a další plastifikátory, které jsou do směsi přidávány, aby umožnily výrobu nebo následně dlouhodobě ovlivňovaly vlastnosti připravené směsi. Konec fáze míchání je posouzen dle navrženého časového harmonogramu a také na základě zkušeností zpracovatele. Dalším krokem je plastifikace, při které jsou tavitelné materiály roztaveny a znovu míchány, aby dosáhly takové měkkosti a poddajnosti, která je vyžadována přístroji pro další zpracování. Míchání v roztaveném stavu vyžaduje speciální přístroje. Rozlišují se dva typy míchání: distribuční a disperzní<sup>5</sup>, v praxi se využívá kombinace obou druhů míchání [50]. K plastifikaci se využívají přístroje např. jednošnekový/dvoušnekový extrudér, dvouválcový mixér apod. Posledním krokem je granulace, kdy na výstupu z granulátoru může být polymerní směs ve tvaru tyče nařezána na požadovaný tvar. V některých případech je granulátor přímo součástí extrudéru a integrovaná rotační čepel řeže přímo vytlačovaný materiál.

Při extruzi dochází primárně k tavení, tvarování a následně k tunutí polymerní směsi [50]. Hlavními koncovými výrobky, které jsou vyrobeny pomocí extruze, jsou izolace kabelů, hadice a archy. Extruze je nepřetržitý proces, kdy je směs formována ve dvou směrech a třetí směr udává délku výrobku a délka může být teoreticky nekonečná (případ izolace drátu). Extrudér zahřeje polymerní směs a dopraví taveninu skrz vytlačovací matici konstantní rychlostí. Jelikož se jedná o nepřetržitý proces, je potřeba zajistit dostatečné množství polymerní směsi. Hlavní dělení extrudérů je na jedno- a dvou-šnekový. Jednošnekové extrudéry se vyskytují ve výrobě častěji [48].

---

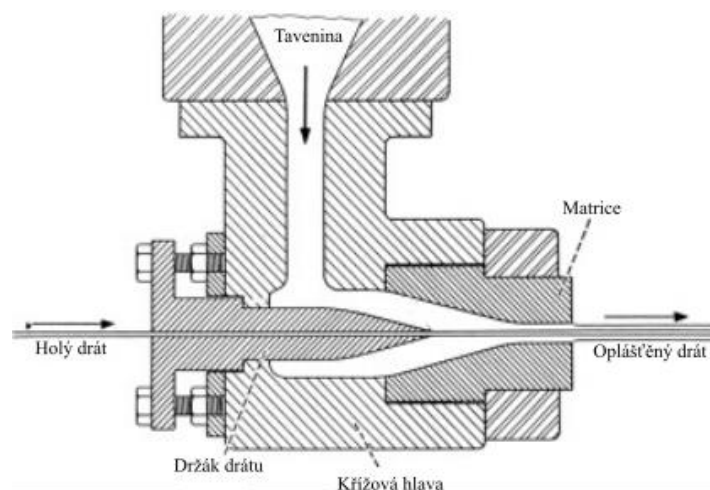
<sup>5</sup> V případě distribučního míchání dochází k rovnoměrnému rozložení částic ve hlavni extrudéru. Naopak u disperzního míchání dochází k redukci velikosti soudržných částic [50].



Obr. 4: Schématické znázornění komponentů extrudéru (upraveno z [50]).

Hlavní součástí extrudéru, viz Obr. 4, je uložený šnek v teplotně ovládané hlavni (v některé literatuře označováno jako válec, tělo extruzní komory atd.). Extrudér má několik teplotních zón, které lze relativně nezávisle na sobě regulovat. Na začátku hlavně je hrdlo, ke kterému je připojena násypka sloužící k plnění polymeru či polymerní směsí do hlavně. Hrdlo je chlazené vodou, aby bylo zajištěno stejné plnění hlavně v čase. Hlaveň v části ohříváče slouží k ohřevu a roztavení vsypaného granulátu. Ke šneku je přes převodovku připojen motor. Nástavec je lokalizován na konci hlavně. Než se roztavená polymerní směs dostane do nástavce, je profiltrována pomocí síta a zpomalena. Roztavená polymerní směs je profiltrována a protlačena skrz adaptér (někdy také označováno jako hlava), která zajišťují tvar koncového výrobku [50]. Aby bylo možné oplášťovat kabely extruzí, pak je zapotřebí za adaptér umístit křížovou hlavu, znázorněna na Obr. 5, kterou je protahován drát, případně svazek kabelů. V koncové části šneku je měřen tlak roztavené směsi (označováno jako Tlak na hlavě) než se dostane do nástavce, pomocí tohoto tlaku je ovládána převodovka [50], aby byla zajištěna konstantní rychlost a byly zaznamenány případné odchylky ve výrobě.

Nejdůležitější součástí extrudéru je šnek a na něm je závislý celkový výkon extrudéru. Proto je jeho designu věnována velká pozornost, aby bylo zajištěno maximální využití stroje. Velikost šneku je dána průměrem a délkou. Délka je udávána poměrem  $L/D$  (délky k průměru). Šnek je rozdělen do tří sektorů: plnicí, stlačovací (plastifikační) a vytlačovací [48]. Ačkoliv je v praxi nejpoužívanější jednošnekový extrudér, tak se ve speciálních aplikacích vyskytují i dvoušnekové extrudéry, kde tvoří základ dva šneky v hlavni. Existuje mnoho podob nastavení šneků, kde záleží na jejich rotaci (stejný nebo opačný směr) a na tom, zda se prolínají šroubovice, které jsou realizované po jeho obvodu. Ukázky těchto šneků a další informace jsou uvedeny v literatuře [50].



Obr. 5: Křížová hlava extrudéru (upraveno z [51]).

### 5.3 Komerčně dostupné polymerní směsi

V současnosti se na výrobu polymerních materiálů pro využití v elektrotechnice soustředí celá řada společností, které svoje produkty dodávají do kabeloven k dalšímu zpracování. Mezi významné společnosti dodávající do kabelového průmyslu patří např.: DuPont a Arkema. Polymerní směs označována jako HFFR musí splňovat složení určené patentem č. EP2247655A1. Podle patentu musí HFFR směs obsahovat minerální plnivo, viz Kapitola 3 a 4, nasycený uhlovodík (nejčastěji PE) a kompatibilizátor na bázi polárního monomeru. Patent zahrnuje i hmotností poměry jednotlivých složek [52].

Společnost DuPont vyrábí HFFR směs např. pod označením Vamac®. Tato směs obsahuje více komponentů a její přesné složení je uvedeno v Tab. 4. Podíl jednotlivých složek je udáván pomocí zkratky phr (Parts per Hundred Rubber), neboli udává počet částic aditiva na sto částic základního polymeru [53]. Zpracovatelská příměs označuje přísady, které slouží při výrobě směsi a mohou být nalezeny i ve finálním produktu, protože jejich odstranění není technicky dosažitelné. Složky Olafub® SEO a kyselina stearová jsou lubrikanty používané při procesu míchání [54].

Tab. 4: Přehled složení HFFR směsi VAMAC® (přepřacováno z [54]).

Název	phr	Převáděno na %	Popis
Vamac® DP Ultra DX	100	38,10	Polymer – Ethylen akrylátový elastomer (AEM)
Armeen® 18D	0,5	0,19	Zpracovatelská příměs
Kyselina stearová	1	0,38	Zpracovatelská příměs
Naugard® 445	1	0,38	Antioxidant
Martinal® OL 111 LE	150	57,14	Retardér hoření – obsah ATH ≈ 99,4 %
Silanogran® HVS	2	0,76	Pojivo pro peroxidy
Ofalub® SEO	1	0,38	Zpracovatelská příměs
Luperox® 101 XL 45	5	1,90	Zesíťovací peroxid
Vulcofac® 13 PDM	2	0,76	Vytvrzovací činidlo

## 6 Experimentální část

V rámci experimentální části byly měřeny dielektrické, termické a mechanické vlastnosti pro čtyři materiály, dva materiály představující v současnosti běžně používané materiály pro žilové a plášťové izolace v kabelových systémech a dále dva materiály s obsahem inovativního plniva HNT.

### 6.1 Popis materiálů a provedených zkoušek

Pro realizovaný experiment byly připraveny vzorky čtyř materiálů, dva materiály referenční polyethylen a HFFR a dva materiály na bázi referenčních materiálů s obsahem HNT. Všechny vzorky byly vyhotoveny ve formě fólie pomocí extruze na pracovišti ÚMCH AV ČR. Konkrétně se jedná o vzorky LLDPE, HFFR, LLDPE + 5 % HNT a HFFR + 5 % HNT. Základní materiály LLDPE a HFFR byly dodány v podobě granulátu viz Obr. 6, tubulární halloysit představuje práškové plnivo.



Obr. 6: Základní materiál LLDPE (vpravo) a HFFR (vlevo).

Plnivo majoritně tvořené tubulárním halloysitem bylo dodáno společností I-Minerals Inc., která dodává plnivo ve dvou variantách (HaloPure a HaloPure Ultra), které se liší obsahem HNT (neboli čistotou). Pro práci byl vybrán konkrétně HaloPure Ultra, který by měl mít obsah HNT přes 90 % [39]. Rozměry nanotubic jsou uvedeny v Tab. 3. HaloPure Ultra se skládá z 90 % Halloysitu, 9,5 % Kaolinitu a 0,5 % oxidu křemičitého<sup>6</sup>.

Z těchto vstupních surovin byly extruzí připraveny vzorky pro měření. U základních materiálů dodávaných ve formě granulí byly za pomoci mikroskopu na deseti vzorcích změřeny

---

<sup>6</sup> Procentuální podíly minerálů obsažených v HaloPure Ultra bylo určeno výrobcem materiálu pomocí Rentgenové krystalografie (XRD) [39].



rozměry (obvod granule a výška) a hmotnost. Tyto parametry byly využity k určení variability granulí při výrobě. Proces určení variability je popsán v Příloze A. Vypočítané hodnoty pro LLDPE a HFFR granule jsou uvedeny v Tab. 5.

Tab. 5: Vypočítané průměry a směrodatné odchylky pro LLDPE a HFFR.

		Průměr	Směrodatná odchylka
LLDPE	Obvod (mm)	15,17	0,36
	Obsah (mm <sup>2</sup> )	18,11	0,91
	Výška (mm)	2,41	0,22
	Hmotnost (mg)	25,17	4,5
HFFR	Obvod (mm)	11,01	0,34
	Obsah (mm <sup>2</sup> )	9,56	0,59
	Výška (mm)	3,14	0,40
	Hmotnost (mg)	36,3	2,34

Jako základní polyethylen byl zvolen LLDPE dodaný společností ExxonMobil, používaný pro nízkonapěťové kabely a jako plášť u telekomunikačních kabelů, nebo v HFFR směsích. Tento materiál se vyznačuje vyšším podílem antioxidantů a skvělými výsledky v testu popraskání vlivem působení faktorů životního prostředí (ESCR – Enviromental Stress Crack Resistance), kdy sledovanými parametry jsou vlhkost, teplota, UV záření a další [55]. Vybrané parametry materiálu jsou uvedeny v Tab. 6. Materiálové parametry se pro různé LLDPE liší také podle výrobce, přehled vybraných především mechanických parametrů uvádí Tab. 7.

Tab. 6: Vybrané parametry základního materiálu LLDPE (přepřacováno z [55]).

Parametr	Hodnota	Způsob testování
Hustota (g·cm <sup>-3</sup> )	0,918	ASTM D1505
Teplota tavení $T_m$ (°C)	121	ExxonMobil Method
MFI (190 °C/ 2,16 kg) (g/10 min)	2	ASTM D1238
$\sigma_y$ (MPa)	12	ASTM D638
$\epsilon_y$ (%)	20	ASTM D638
$\sigma_b$ (MPa)	17	ASTM D638
$\epsilon_b$ (%)	700	ASTM D638
Vnitřní rezistivita $\rho_v$ (Ω·cm)	$> 10^{16}$	ASTM D257
$\epsilon_r$ (60 Hz) (-)	2,2	ASTM D150
$tg \delta$ (60 Hz) (-)	$< 10^{-4}$	ASTM D150

Tab. 7: Porovnání vybraných parametrů LLDPE od různých výrobců (přepřacováno z [56–60]).

Výrobce LLDPE	Hustota (g · cm <sup>-3</sup> )	MFI (g/10 min) (190 °C / 2,16 kg)	$\sigma_y$ (MPa)	$\epsilon_y$ (%)	$\sigma_b$ (MPa)	$\epsilon_b$ (%)
Ultra Polymers - Ravalene CR C 7654	0,935	4	-	-	-	-
DOW – DFDA-7047 NT7	0,918	1	10,7	-	36,5	580
DOW – DFDA-7147 NT7	0,926	50	9,65	3	7,58	120
SABIC LLDPE 118NJ	0,918	1	11	-	30	700
Petro Rabigh – FS350A	0,922	3,1	-	-	25	890

Druhým základním materiálem je HFFR směs a vybrané parametry materiálu jsou uvedeny v Tab. 8. Stejně jako u LLDPE je velmi důležité sledovat parametry, které udává výrobce, v Tab. 9 jsou uvedeny příklady HFFR směsí od dvou výrobců pro názornost rozlišnosti parametrů.

Tab. 8: Vybrané parametry HFFR směsi (přepřacováno z [61]).

Parametr	Hodnota	Testovací metoda
Hustota (g·cm <sup>-3</sup> )	1,541	ISO 1183-1 (ASTM D792)
MFI (150 °C/ 21,6 kg) (g/10 min)	5,2	ISO 1133
$\sigma_b$ (MPa)	10,9	IEC 60811-501
$\epsilon_b$ (%)	195	IEC 60811-501
LOI (%)	37	ISO 4589-2 (ASTM D2863)
Vnitřní rezistivita $\rho_v$ ( $\Omega$ ·cm)	$6 \cdot 10^{15}$	ASTM D257
Povrchová rezistivita $\rho_s$ ( $\Omega$ )	$3 \cdot 10^{16}$	ASTM D257

Tab. 9: Porovnání vybraných parametrů HFFR směsí od různých výrobců (přepřacováno z [62, 63]).

Výrobce HFFR – označení směsi	Hustota (g·cm <sup>-3</sup> )	MFI (g/10 min)	$\sigma_b$ (MPa)	$\epsilon_b$ (%)	LOI (%)
FainPlast – HFX 500P	1,5	3 (150 °C / 2,16 kg)	12	180	31
FainPlast – HF 239/3	1,57	6,5 (150 °C / 2,16 kg)	12	155	40
DYM Solution – 7650NFR	1,54	-	11	200	45
DYM Solution – 8861NFR	1,32	0,1 (190 °C / 2,16 kg)	15	650	33

## 6.2 Diagnostické metody

Diagnostické metody byly zvoleny s ohledem na komplexnost jednotlivých metod a také, aby byly analyzovány důležité parametry. Z metod měření dielektrických vlastností byla vybrána širokopásmová dielektrická spektroskopie (BDS), dále měření elektrické pevnosti a rezistivity se zaměřením na vnitřní rezistivitu. Ke zjištění, jak se materiály chovají při zvyšující se teplotě (simulace požáru), byla využita termická analýza STA (simultánní termická analýza). K určení mechanických vlastností byla vybrána zkouška v tahu.

### 6.2.1 Dielektrická měření a analýzy

Existuje celá řada dielektrických vlastností, které mohou být sledovány, přičemž jejich důležitost souvisí se zamýšlenou aplikací. Je potřeba hodnotit takové parametry, které mají vypovídající hodnotu pro danou aplikaci testovaného materiálu. V současnosti je potřeba uvažovat i časovou a finanční náročnost navrhovaných měření a vyhodnocování jejich výsledků. V kabelu jsou důležitými dielektrickými parametry elektrická pevnost, rezistivita a také komplexní permitivita související se ztrátovým činitelem.

#### Měření rezistivity

V případě měření rezistivity se rozlišují dva typy rezistivity a těmi jsou rezistivita vnitřní a povrchová. Povrchová rezistivita se uplatňuje u pevných dielektrik a číselně je hodnota dána povrchovým elektrickým odporem měřeným mezi dvěma elektrodami, které jsou na jedné straně plošného vzorku s definovanou vzájemnou vzdáleností, mezi nimiž protéká proud. Vztah pro výpočet povrchové rezistivity  $\rho_s$  je dle [64] následující:

$$\rho_s = R_p \cdot \frac{l_e}{d} \quad (\Omega) \quad (6.1)$$

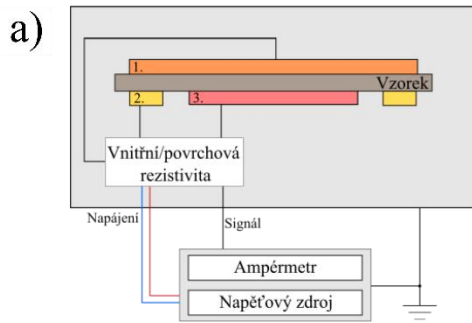
kde  $R_p$  ( $\Omega$ ) je povrchový elektrický odpor materiálu,  $l_e$  (mm) je délka elektrod na povrchu izolantu a  $d$  (mm) je vzdálenost elektrod.

Vnitřní rezistivita se standardně udává v čase, kdy lze považovat proud za ustálený (často po uplynutí šedesáti minut od začátku měření), vnitřní rezistivita  $\rho_v$  je dána vztahem:

$$\rho_v(t) = \frac{22,9 \cdot U}{d \cdot I(t)} \quad (\Omega \cdot \text{cm}) \quad (6.2)$$

kde  $I$  (A) je proud procházející vzorkem,  $U$  (V) je zvolené měřicí napětí podle normy,  $d$  (cm) je průměrná tloušťka vzorku a konstanta 22,9 vychází z efektivní plochy chráněné elektrody.

Měření rezistivity bylo realizováno pomocí aparatury tvořené tříelektrodovým systémem (Keithley, typ 8009), a elektrometrem s integrovaným napěťovým zdrojem (Keithley, typ 6517A). Připojený elektrometr tak byl použit jako napěťový zdroj a zároveň jako přesný pikoampérmetr pro měření malých proudů protékajících vzorkem. Měřicí napětí bylo zvoleno podle normy ČSN 62631-3 (v tomto případě 1000 V) a zaznamenávají se proudy po určitou dobu. Zjednodušené schéma zapojení sestavy elektrometru a aparatury s elektrodovým systémem pro měření vnitřní a povrchové rezistivity včetně rozdílu v zapojení elektrod pro jednotlivá měření uvádí Obr. 7a).



**Zapojení elektrod:**

Vnitřní rezistivita

- 1. nechráněná (napětová) elektroda
- 2. ochranná elektroda
- 3. chráněná elektroda

Povrchová rezistivita:

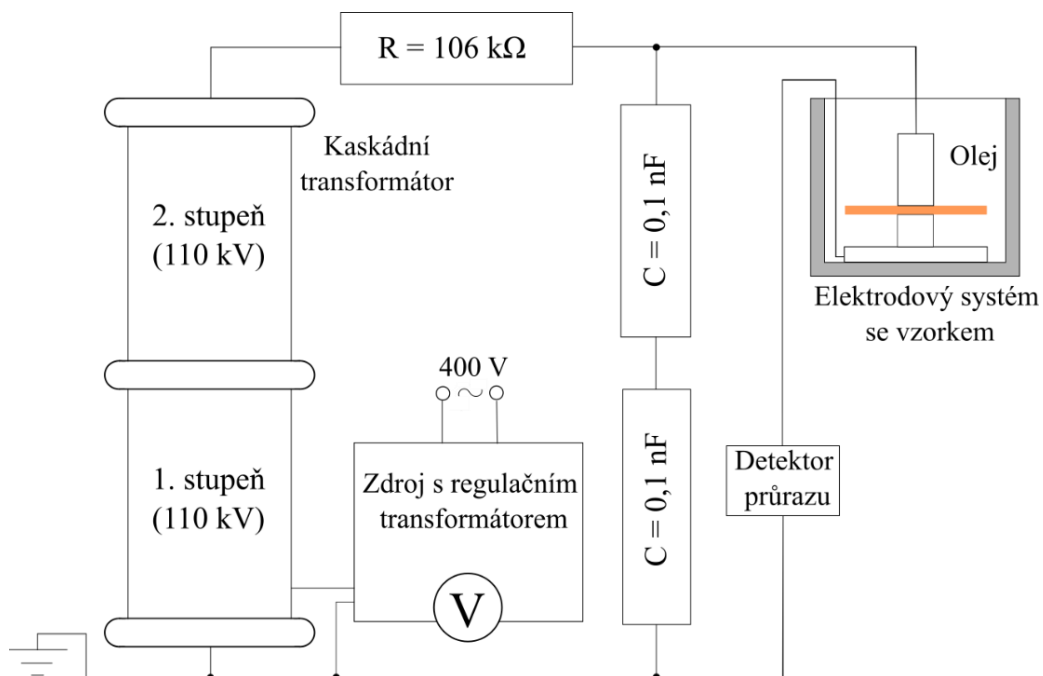
- 1. ochranná elektroda
- 2. nechráněná (napětová) elektroda
- 3. chráněná (měrná) elektroda



Obr. 7: Použité laboratorní přístroje k měření rezistivity: a) schématické zobrazení, b) pohled na měřící přípravek a elektrometr.

**Měření elektrické pevnosti**

Elektrická pevnost  $E_p$  je dána poměrem průrazného napětí  $U_p$  a tloušťky vzorku  $d$ . Měření se provádí při provozní frekvenci sítě ( $f = 50$  Hz). Laboratorní vybavení, na kterém bylo měření provedeno, se skládá z napájecí jednotky (HighVolt, typ LM30) s regulačním transformátorem a ovládací jednotky (HighVolt, typ SM4). Schematicky je sestava znázorněna na Obr. 8. Elektrodotový systém je naplněn minerálním olejem a byly použity elektrody s průměrem 25 mm, které odpovídají normě ČSN EN 60243-1. Zvyšování napětí bylo konstantní a v souladu s normou, tedy 1 kV/s.



Obr. 8: Schéma sestavy pro měření elektrické pevnosti (přepřacováno z [65]).

### Širokopásmová dielektrická spektroskopie

Širokopásmová dielektrická spektroskopie je metoda používána pro komplexní analýzu dielektrika. Jedná se o metodu, propojující několik měřících technik, k získání co nejpřesnějších informací o chování dielektrika za působení elektrického pole v širokém frekvenčním rozsahu (teoreticky od  $10^{-6}$  Hz do  $10^{12}$  Hz). Byla realizována měření pro dielektrika, jejichž impedance je vyšší, než kterou mají materiály použité k výrobě elektrodového systému a z toho důvodu lze systém považovat za základní deskový kondenzátor [66]. Kapacitu vzorku lze stanovit podle vztahu (6.3), kde  $\varepsilon^*$  je zaváděná komplexní permitivita,  $\varepsilon'$  a  $\varepsilon''$  představují reálnou a imaginární složku permitivity,  $C_0$  je kapacita kondenzátoru při vyplnění vakuem a  $C^*$  je komplexní kapacita s vloženým vzorkem. Vztahem (6.4) je dán ztrátový činitel jako poměr imaginární a reálné složky [64].

$$\varepsilon^*(j\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \frac{C^*(\omega)}{C_0} \quad (6.3)$$

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (6.4)$$

V rámci práce jsou analýzy BDS realizovány s využitím měřící aparatury vyrobené německou společností Novocontrol Technologies viz Obr. 9. Aparatura se skládá ze základní diagnostické jednotky (typ Alpha-A) a dvouelektrodového systému (typ ZGS Alpha Active Sample Cell) k měření dielektrických vlastností pevných materiálů. Aparatura je doplněna o kryostat (Quatro CryoSystem) sloužící k řízené změně teploty během měření. Úplná technická specifikace měřící aparatury je dostupná na webu výrobce [67]. Měření byla realizována nejprve při laboratorní teplotě a dále byla realizována měření v teplotním rozsahu od  $-60$  °C do  $80$  °C a pro frekvence od  $0,1$  Hz do  $1$  MHz.



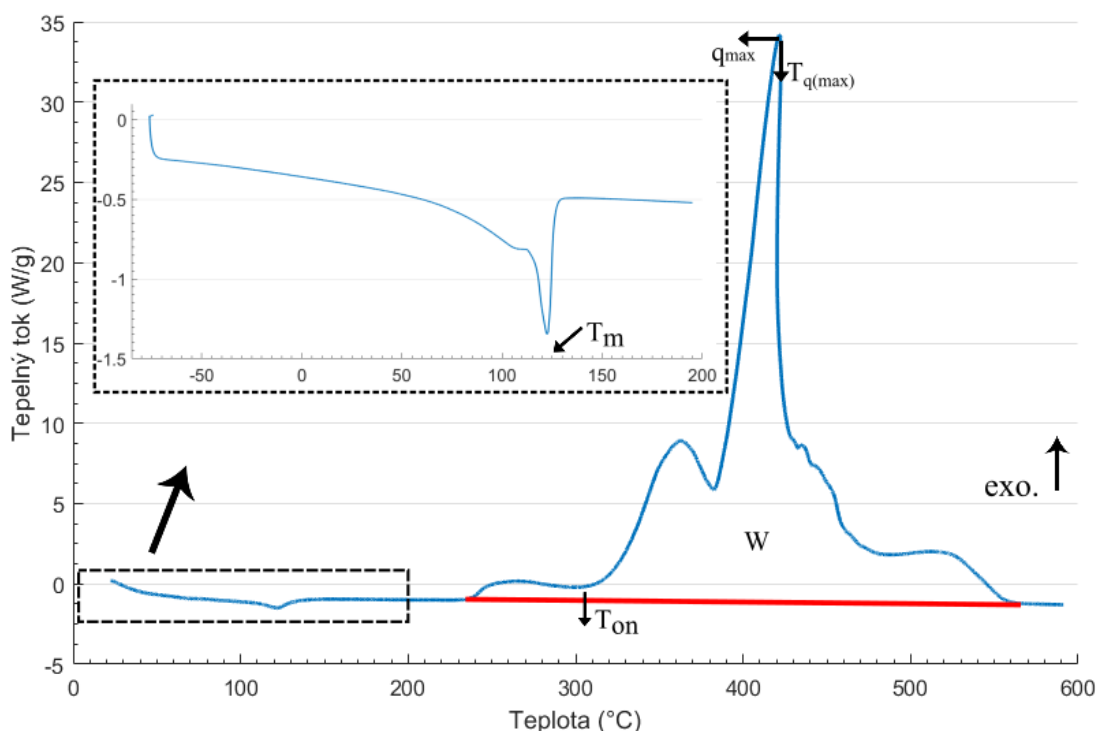
Obr. 9: Měřicí aparatura širokopásmové dielektrické spektroskopie: a) pohled na přístroj včetně kryostatu, b) pohled na dvuelektrodivý systém s upevněným vzorkem.

### 6.2.2 Termické analýzy

K získání poznatků o tom, jak se materiál chová při změnách teploty, se využívá měřících technik, které jsou souhrnně označovány jako termické analýzy. Mezi nejčastěji používané techniky patří termogravimetrie (TG), diferenční termická analýza (DTA) a diferenční skenovací kalorimetrie (DSC). V současnosti je potřeba, aby byly sníženy náklady na testování (cena a časová náročnost), což vede často k využití simultánní termické analýzy (STA), která umožňuje realizovat současně několik analýz (např. DSC a TG) na jednom vzorku. Metoda DSC sleduje diferencii tepelného toku mezi dvěma kelímkami, jedním se vzorkem o dané hmotnosti a druhým prázdným. Termogravimetrie sleduje změnu hmotnosti pomocí níž lze určit procentní podíly aditiv v materiálech, dále lze také zjistit navlhavost vzorku [68].

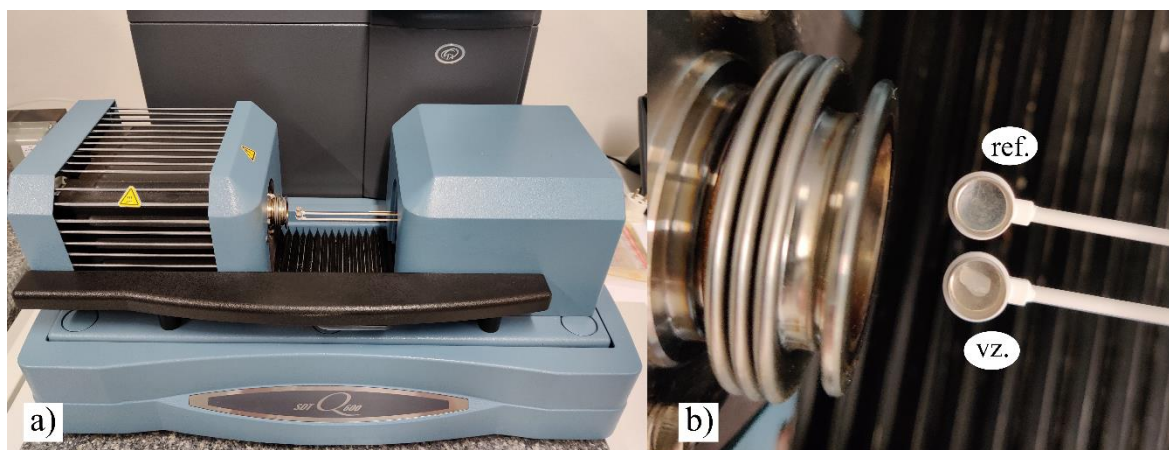
Pro vyhodnocení termických analýz a vzájemné porovnání materiálů jsou primárně využity parametry získané z termogramů: teplota tavení  $T_m$  (melting temperature), počáteční teplota hlavního termo-oxidačního děje  $T_{on}$ , pro tento děj je důležitý maximální tepelný tok  $q_{max}$  a teplota, při které je tento tepelný tok dosažen  $T_q$ . Místa, kde se tyto parametry nacházejí v termogramu je vidět na Obr. 10. Dále je na Obr. 10 znázorněna tzv. nulová linie (červená

křivka), kde plocha mezi touto křivkou a zaznamenaným průběhem tepelného toku představuje energii  $W$  (J/g), případně entalpii (energií uloženou v termodynamickém systému).

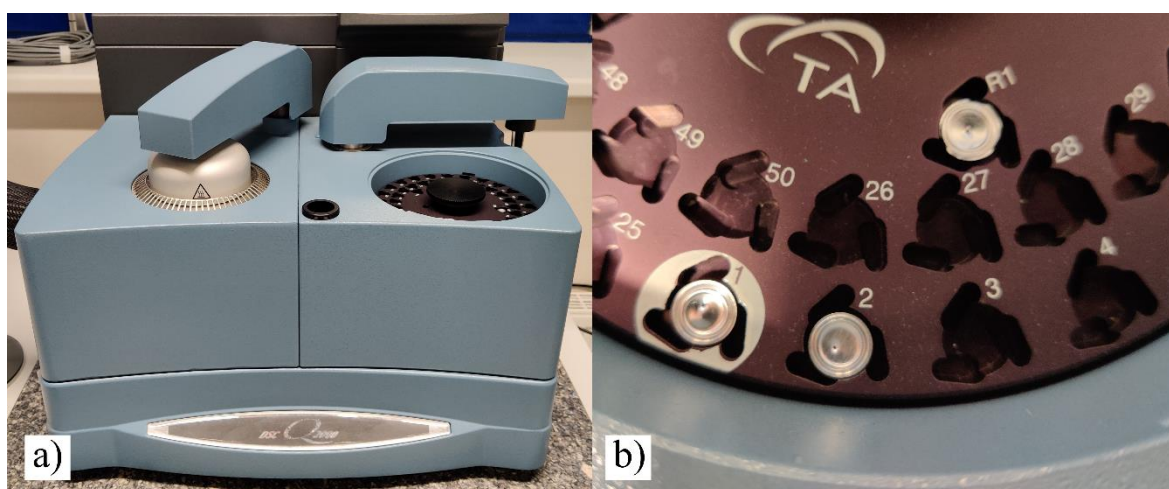


Obr. 10: Termogram pro základní materiál LLDPE s vyznačenými sledovanými parametry.

Přístroj využitý v rámci této práce (viz Obr. 11) je od americké společnosti TA Instruments (typ SDT Q600) a kombinuje metodu DSC a TG. Analyzátor umožňuje analýzy v teplotním rozsahu od teploty prostředí až do 1500 °C a využití různých atmosfér. Úplná dokumentace k analyzátoru je dostupná na webu výrobce [69]. Měření STA probíhalo ve vzduchové atmosféře s průtokem 100 ml/min od teploty laboratoře cca 20 °C do teploty 600 °C s teplotním přírůstkem 10 °C/min. Pro přesnější určení teploty tavení byly vzorky analyzovány přístrojem DSC Q2000 viz Obr. 12, který měří pouze metodou DSC. Měření DSC bylo realizováno v dusíkové atmosféře s průtokem 50 ml/min od teploty -80 °C do 200 °C s teplotním přírůstkem 10 °C/min. Po dosažení maximální teploty došlo k zchlazení vzorku na počáteční teplotu a byl proveden druhý cyklus zahřívání na maximální teplotu. Z druhého cyklu ohřevu byla stanovena teplota tavení.



Obr. 11: Analyzátor SDT Q600: a) přední pohled na přístroj, b) detail platinových kelímků (ref. Referenční kelímek, vz. – kelímek pro vložení vzorku).

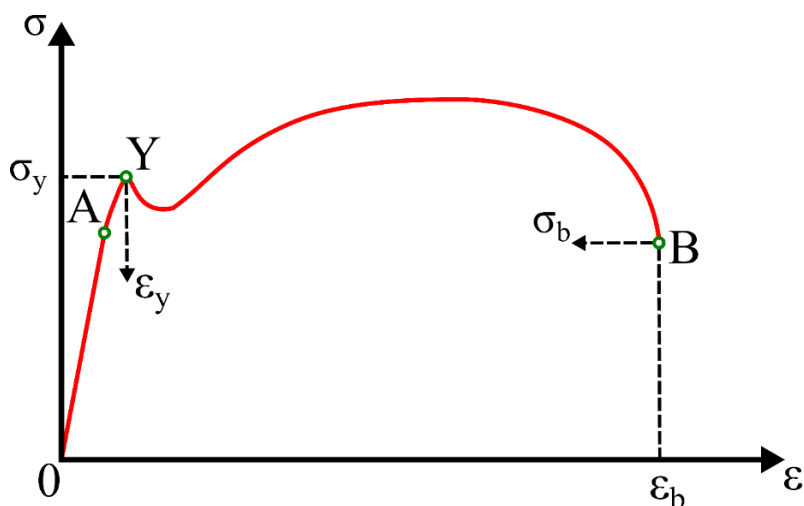


Obr. 12: Analyzátor DSC Q2000: a) pohled na přístroj, b) detail autosampleru s vloženými vzorky (1 a 2) a referenční vzorek (R1).

### 6.2.3 Mechanické zkoušky

K hodnocení mechanických vlastností testovaných materiálů byla zvolena zkouška pevnosti v tahu. Zkouška je standardizována normou ČSN EN ISO 527-1, která je platná pro zjišťování pevnostní charakteristiky u plastů. Výsledkem zkoušky jsou deformační křivky jednotlivých materiálů. Diagram představuje závislost mechanického napětí (podíl proměnné síly a počátečního průřezu vzorku) k poměrnému prodloužení (podíl změny délky vzorku v daném okamžiku zkoušky a počáteční délky vzorku) viz Obr. 13. Od začátku měření do bodu A na Obr. 13, platí lineární závislost (Hookův zákon) a směrnice této přímky je označována jako Youngův modul. Sledovanými mechanickými parametry jsou napětí na mezi kluzu  $\sigma_y$  (stress at yield), poměrné prodloužení při tomto napětí  $\varepsilon_y$  (strain/elongation at yield), napětí při přetržení  $\sigma_b$  (stress at break) a poměrné prodloužení při přetržení  $\varepsilon_b$  (strain/elongation at break) [20].



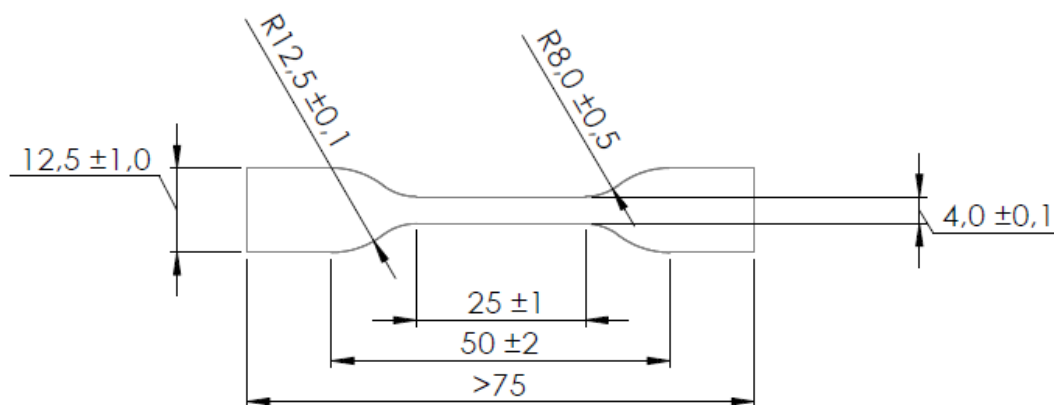


Obr. 13: Obecný diagram tahové zkoušky (přepřacováno z [70]).

V rámci této práce bylo měření realizováno na zkušebním stroji LabTest 3.030 (výrobce LaborTech) viz Obr. 14. Přístroj je navržený na maximální sílu 3kN (osazen tenzometrem do 1 kN). Automatický záznam vzdálenosti čelistí a příslušné síly v průběhu zkoušky umožňuje připojený počítač s řídicím softwarem. Testovány byly vzorky ve tvaru oboustranných lopateček (typ 5A), jejichž rozměry jsou dány normou ČSN EN ISO 527-2, schematicky viz Obr. 15. Rychlost oddalování čelistí byla zvolena 100 mm/min.



Obr. 14: Zkušebním stroji LabTest: a) pohled na přístroj, b) upevnění vzorků v čelistích.



Obr. 15: Schematicky znázorněny rozměry a tvar vzorků typu 5A dle normy ČSN EN ISO 527-2.

### 6.3 Dosažené výsledky zkoušek

V této kapitole jsou uvedeny výsledky všech měření realizovaných v rámci diplomové práce. U základních materiálů LLDPE a HFFR ve formě granulátu byly realizovány termické analýzy STA a DSC. Dále byly testovány vzorky na bázi základních materiálů s plnivem HalloPure Ultra. U těchto vzorků byly provedeny zkoušky dielektrických a mechanických vlastností. Taktéž bylo zjišťováno jejich chování při tepelném zatěžování při termických analýzách. K vyhodnocení bylo využito statistických ukazatelů uvedených v Příloze A.

#### 6.3.1 Výsledky dielektrických zkoušek

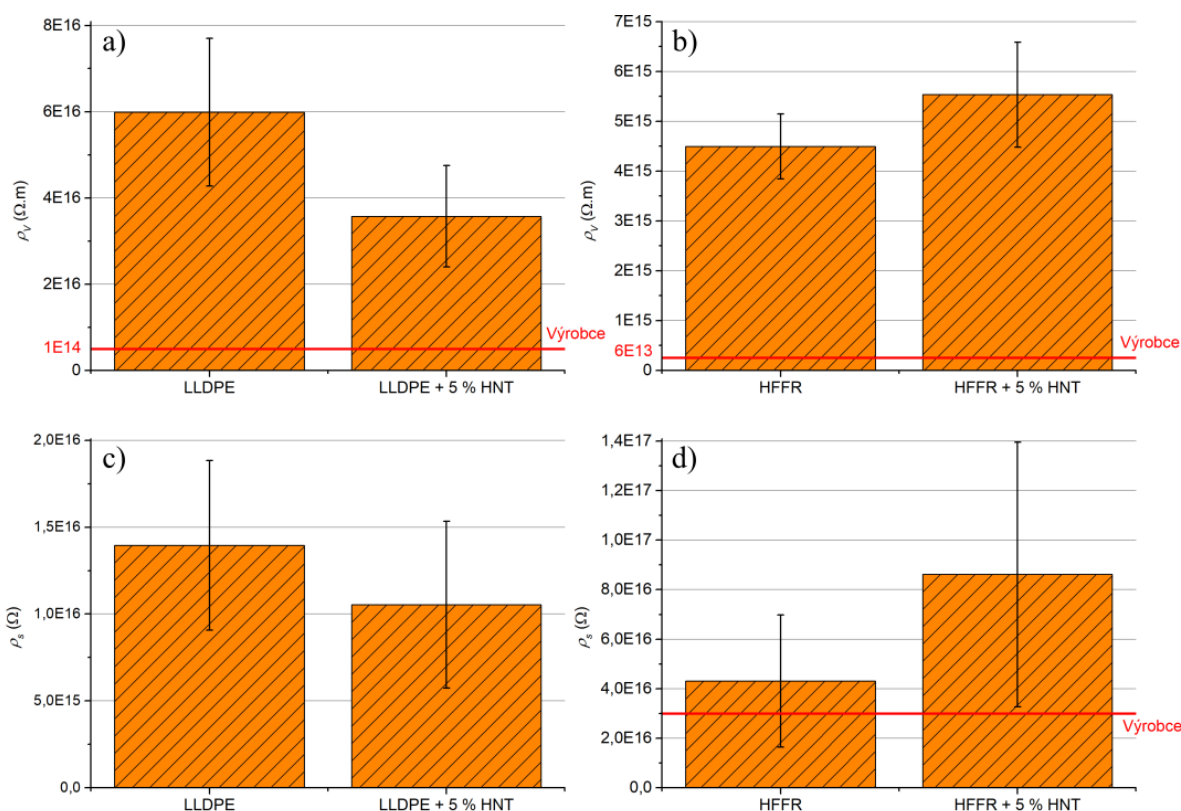
Měření rezistivity a elektrické pevnosti bylo realizováno s četností deset. Při této četnosti lze již obecně považovat výsledky pro daný typ materiálů za relevantní. V případě měření BDS byla měření realizována pro jeden vzorek kvůli časové náročnosti.

#### Měření rezistivity

Při měření rezistivity se objevil problém u materiálů LLDPE a LLDPE + 5 % HNT, protože u materiálů s vyšší rezistivitou se kvůli větší tloušťce vzorků hodnoty naměřeného proudu pohybovaly na rozmezí rozlišení přístroje. Z tohoto důvodu bylo zapotřebí tloušťku vzorků zmenšit, čehož bylo dosaženo pomocí vyhřívaného lisu (postup viz Příloha B). Ze vzorků o původní tloušťce 0,8 mm, byly připraveny vzorky o tloušťce v rozmezí od 0,5 mm do 0,65 mm. Pro tyto tloušťky již hodnoty naměřeného proudu byly stabilnější. Pro přesnější měření by bylo zapotřebí zvýšit přiložené napětí, což ale z důvodu konstrukce měřícího přístroje nebylo možné (na zdroji lze nastavit napětí do 1 000 V). Vypočítané hodnoty vnitřní a povrchové rezistivity jsou shrnuty v Tab. 10 a graficky jsou znázorněny v Obr. 16.

Tab. 10: Vypočítané hodnoty vnitřní a povrchové rezistivity.

Materiál	$\rho_V (\Omega \cdot m)$	$\rho_s (\Omega)$
LLDPE	$5,99 \cdot 10^{16} \pm 1,71 \cdot 10^{16}$	$1,40 \cdot 10^{16} \pm 4,87 \cdot 10^{15}$
LLDPE + 5 % HNT	$3,57 \cdot 10^{16} \pm 1,17 \cdot 10^{16}$	$1,05 \cdot 10^{16} \pm 4,80 \cdot 10^{15}$
HFFR	$4,50 \cdot 10^{15} \pm 6,56 \cdot 10^{14}$	$5,30 \cdot 10^{16} \pm 1,80 \cdot 10^{16}$
HFFR + 5 % HNT	$5,54 \cdot 10^{15} \pm 1,05 \cdot 10^{15}$	$8,62 \cdot 10^{16} \pm 5,34 \cdot 10^{16}$
Výrobce		
LLDPE	$> 1 \cdot 10^{14}$	-
HFFR	$6 \cdot 10^{13}$	$3 \cdot 10^{16}$

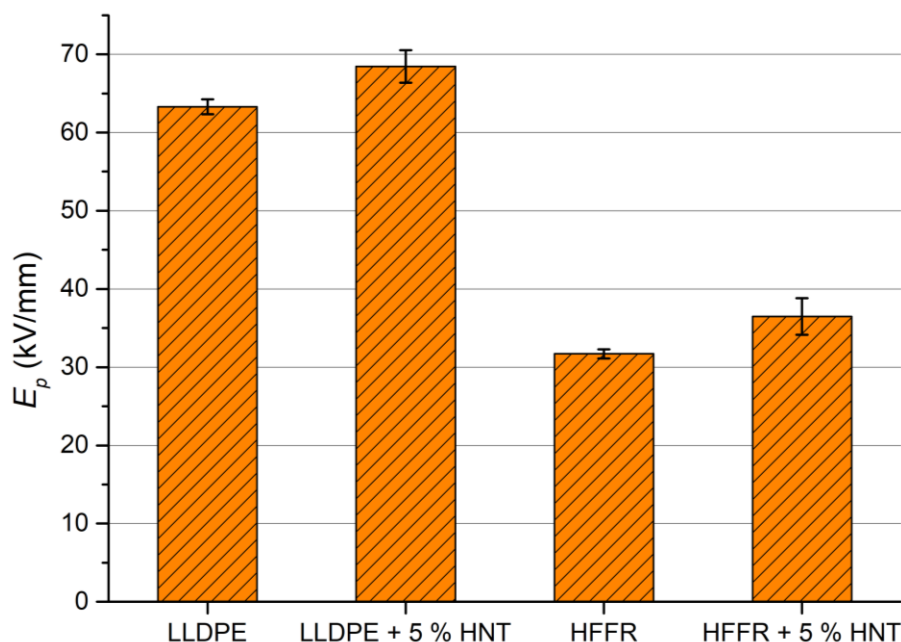


Obr. 16: Grafické znázornění výsledků měření vnitřní a povrchové rezistivity: vnitřní rezistivita pro materiály na bázi a) LLDPE b) HFFR, povrchová rezistivita pro materiály na bázi c) LLDPE a d) HFFR.

Z uvedené tabulky a grafů je patrné, že pro oba základní materiál LLDPE a HFFR je změřená vnitřní rezistivita výrazně větší než rezistivita udávaná výrobcem. Při měření vnitřní rezistivity LLDPE je vidět, že přidáním plniva HNT rezistivita klesne, což znamená že vzroste jeho schopnost vést elektrický proud. U materiálu HFFR dojde přidáním plniva ke zvětšení vnitřní rezistivity, tak je tomu i při měření povrchové rezistivity. Avšak všechny hodnoty se liší přibližně jen v intervalu směrodatné odchylky.

## Měření elektrické pevnosti

Měření elektrické pevnosti bylo provedeno na dvou vzorcích od každého materiálu, na kterých byla měřena rezistivita. Byly vybrány vzorky s nejmenší průměrnou tloušťkou. Celkem bylo provedeno 10 průrazů na každém materiálu. Grafický souhrn výsledných elektrických pevností je uveden na Obr. 17. Číselně jsou naměřené hodnoty shrnuty v Tab. 11. Bylo zjištěno, že přidáním plniva HNT dojde ke zvýšení elektrické pevnosti přibližně o 5 kV/mm. Avšak tento výsledek odporuje teorii, kdy je předpokládáno, že přidáním plniva do polymeru dochází většinou ke zhoršení dielektrických vlastností. Je možné, že částice HNT mají větší elektrickou pevnost než samotné materiály, a proto dochází k celkovému zlepšení elektrické pevnosti materiálu. Bylo by tak zajímavé zjistit, zda by mělo přidání HNT pozitivní vliv i na další dielektrické vlastnosti např. na vznik částečných výbojů a rozložení prostorového náboje.



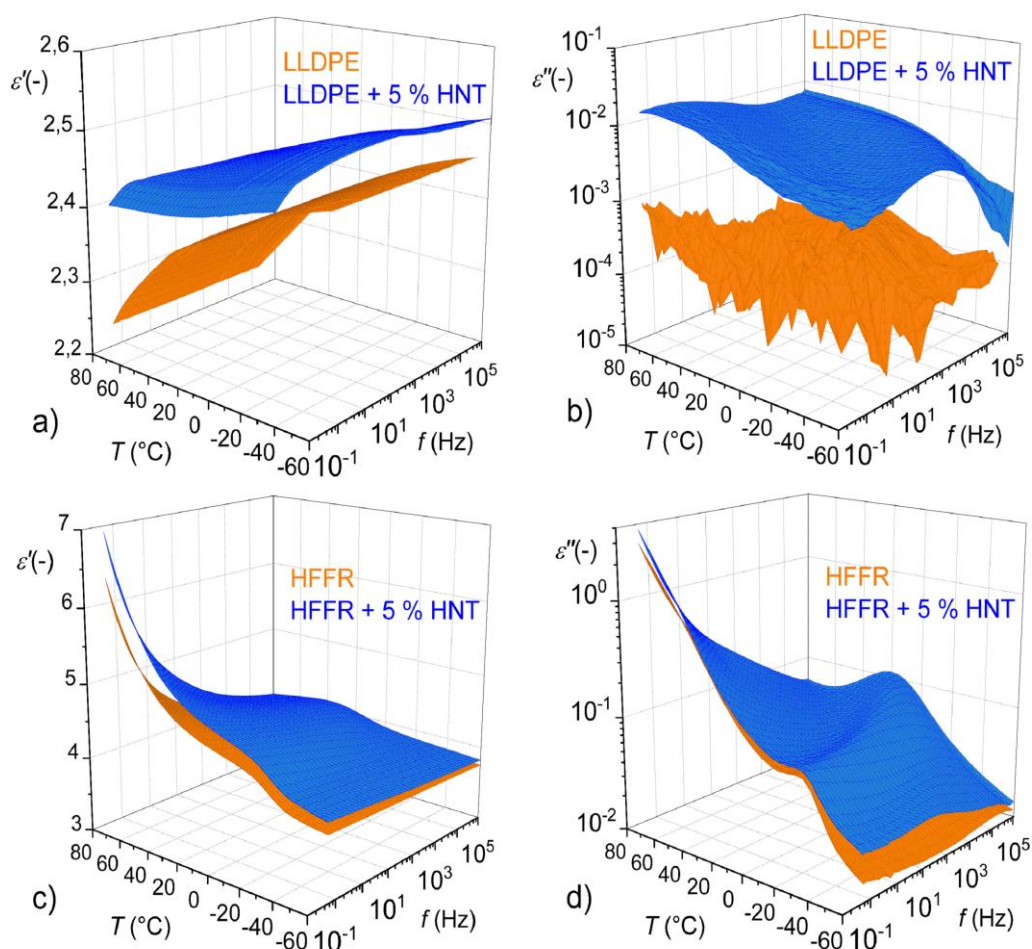
Obr. 17: Grafické znázornění výsledků elektrické pevnosti.

Tab. 11: Naměřené a vypočítané hodnoty elektrické pevnosti.

Označení vzorku	LLDPE		LLDPE + 5 % HNT		HFFR		HFFR + 5 % HNT	
	L1	L2	LH3	LH4	H4	H7	HH2	HH3
$d$ (mm)	0,595	0,562	0,554	0,539	1,074	1,079	1,088	1,190
$U_p$ (kV)	38,03	37,54	38,83	40,33	36,19	33,24	44,35	42,44
	36,92	36,3	34,09	36,22	34,67	33,24	42,27	43,5
	37,93	34,02	38,91	36,21	35,23	31,71	44,72	38,26
	37,14	35,48	35,02	39,120	32,2	33,24	37,29	38,44
	35,39	37,19	37,130	38,250	35,13	36,43	42,48	40,49
<b>Průměr <math>U_p</math> (kV)</b>	<b>37,082</b>	<b>36,106</b>	<b>36,796</b>	<b>38,026</b>	<b>34,684</b>	<b>33,572</b>	<b>42,222</b>	<b>40,626</b>
$E_p$ (kV/mm)	62,323	64,246	66,371	70,523	32,288	31,114	38,814	34,139
<b>Výsledné <math>E_p</math> (kV/mm)</b>	<b>63,28 ± 0,96</b>		<b>68,45 ± 2,08</b>		<b>31,7 ± 0,59</b>		<b>36,48 ± 2,34</b>	

## Širokopásmová dielektrická spektroskopie

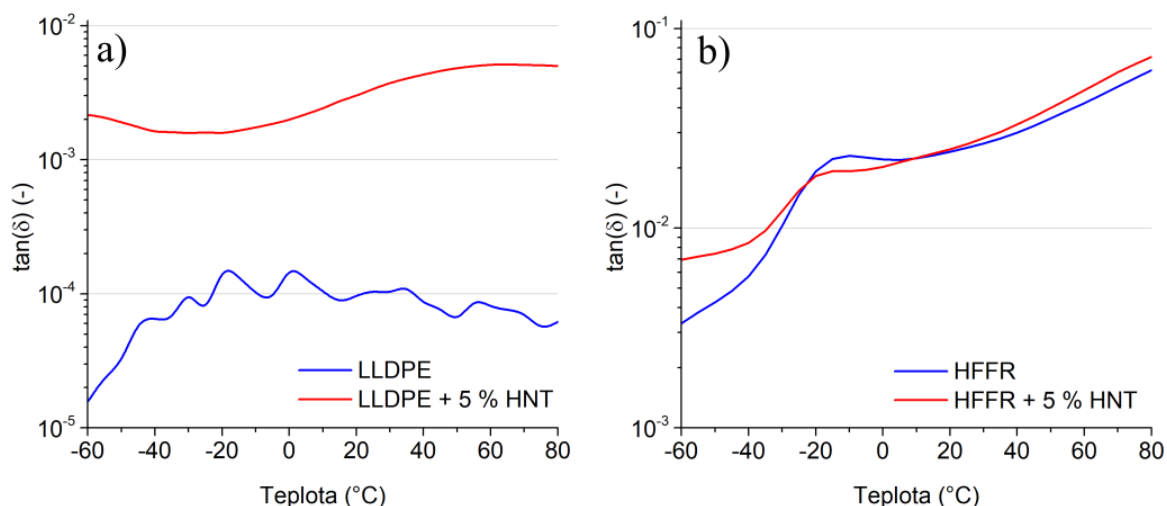
Měření pomocí BDS byla realizována pro všechny čtyři vzorky, přičemž graficky jsou srovnávány primárně materiály LLDPE a LLDPE + 5 % HNT, HFFR a HFFR + 5 % HNT. Výsledné 3D grafy pro reálnou a imaginární složku komplexní permitivity jsou znázorněny na Obr. 18. Z uvedených grafů je patrné, že přidáním plniva dojde ke zvětšení hodnoty permitivity, kdy výraznější je rozdíl u LLDPE, protože HFFR je již v základu polymerní směs s vyšším podílem plniva, a proto přidání malého množství dalšího plniva, konkrétně 5 % HNT, se projeví jen malou změnou v hodnotách komplexní permitivity.



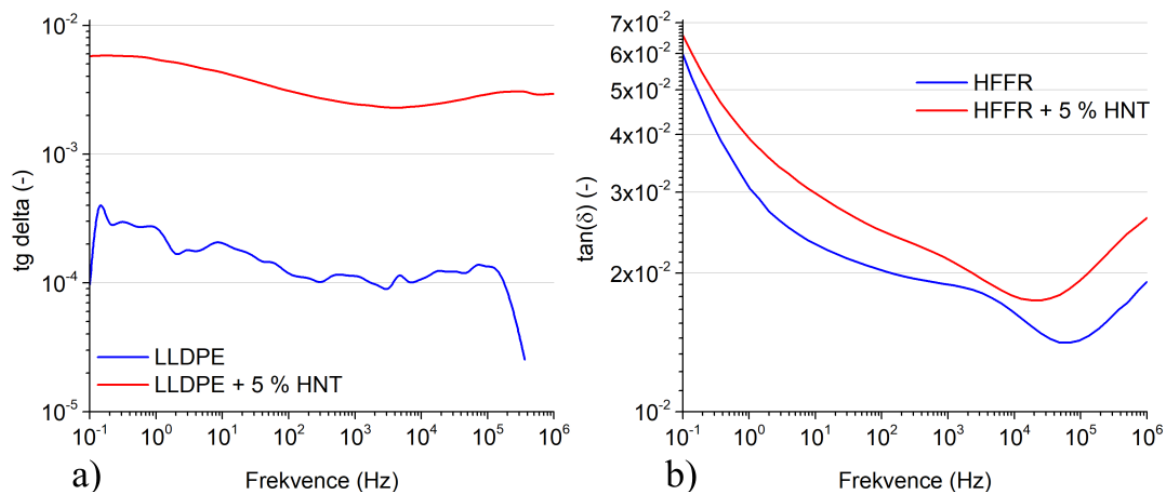
Obr. 18: Výsledné 3D grafy reálné a imaginární složky komplexní permitivity: reálná část pro materiály na bázi a) LLDPE a c) HFFR, imaginární část pro materiály na bázi b) LLDPE a d) HFFR.

Práce se zabývá materiály pro silové kabely, a proto byla vybrána pro hodnocení změn ztrátového činitele frekvence 50 Hz, při které je provozována distribuční síť v České republice. Teplotní závislost ztrátového činitele při této frekvenci je vidět na Obr. 19. Z průběhů je patrné, že se zvětšující se teplotou se zvětšuje i hodnota ztrátového činitele. Číselné hodnoty pro hodnoty ztrátového činitele v rozsahu běžných pracovních teplotách jsou uvedeny v Tab. 12. Největší difference hodnot je u materiálu LLDPE, kde pro čistý materiál jsou hodnoty v rozmezí

$0,08 \cdot 10^{-3}$  až  $1,7 \cdot 10^{-4}$ , protože se jedná o nepolární materiál s vysokou rezistivitou, a tak se naměřené hodnoty pohybují na rozlišovací schopnosti přístroje. Po přidání plniva je vidět, že se hodnoty ztrátového činitele pohybují v mezích  $1,56 \cdot 10^{-3}$  až  $5,12 \cdot 10^{-3}$ , tedy přibližně o řád větší. V případě materiálů na bázi HFFR je také patrné zvětšení ztrátového činitele po přidání HNT. U nižších hodnot teploty ( $-20 \text{ }^{\circ}\text{C}$  až  $0 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ) je dokonce zjištěno mírné snížení to může být dáno měřením odlišného vzorku, kdy podíl ATH ve výchozí směsi nemusí být všude stejný. Po přidání plniva u HFFR dojde ke změně hodnot z původního rozsahu  $19,26 \cdot 10^{-3}$  –  $42,31 \cdot 10^{-3}$  na hodnoty v mezích  $18,28 \cdot 10^{-3}$  –  $49,06 \cdot 10^{-3}$ . Frekvenční závislost ztrátového činitele při laboratorní teplotě je znázorněna na Obr. 20. V tomto případě je vidět stejný trend pro obě sady porovnávaných vzorků, tedy ten, že přidáním plniva HNT dojde ke zvětšení hodnot ztrátového činitele v celém měřeném frekvenčním rozsahu. Z těchto poznatků lze dospět k závěru, že přidání plniva má vliv na komplexní permitivitu, se kterou souvisí ztrátový činitel, jak při zvyšující se teplotě, tak i při větších frekvencích. Při porovnávání hodnot ztrátového činitele je patrné, že se liší přibližně o jeden řád, tedy LLDPE + 5 % HNT dosahuje o řád menších hodnot než HFFR + 5 % HNT. Ztrátový činitel je mírou dielektrických ztrát, které vznikají v materiálu při působení vnějšího elektrického pole. V případě kvalitních izolantů je tak snaha dosáhnout co nejnižšího ztrátového činitele a přidáním plniva jej příliš nezvýšit.



Obr. 19: Teplotní závislost ztrátového činitele při frekvenci 50 Hz: a) materiály LLDPE a LLDPE s HNT, B) materiály HFFR a HFFR s HNT.



Obr. 20: Frekvenční závislost ztrátového činitele při laboratorní teplotě 25 °C: a) materiály LLDPE a LLDPE s HNT, B) materiály HFFR a HFFR s HNT.

Tab. 12: Číselné hodnoty ztrátového činitele v rozsahu pracovních teplot.

	LLDPE	LLDPE + 5 % HNT	HFFR	HFFR + 5 % HNT
<b>Teplota (°C)</b>	<b><math>\tan(\delta) \cdot 10^{-3}</math> (-)</b>			
-20	0,17	1,56	19,26	18,28
-10	0,10	1,74	23,04	19,25
0	0,17	1,98	22,09	20,30
10	0,11	2,40	22,39	22,45
20	0,10	2,99	24,15	24,82
30	0,10	3,75	26,55	28,22
40	0,08	4,31	30,08	33,06
50	0,06	4,82	35,51	40,01
60	0,08	5,12	42,31	49,06

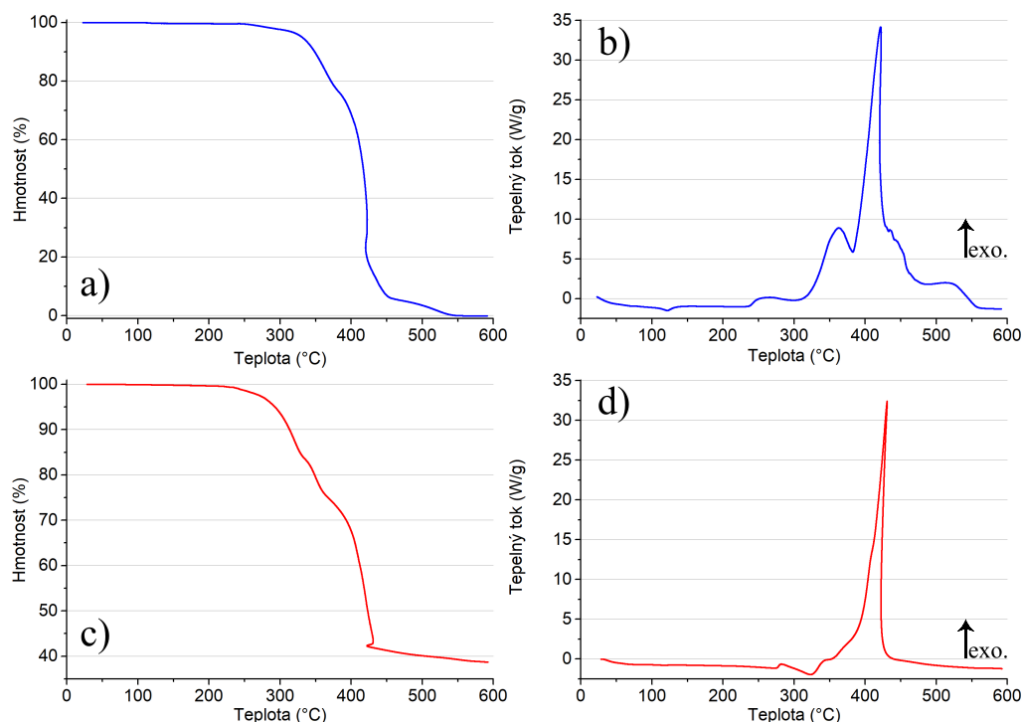
### 6.3.2 Výsledky termických analýz

Při realizaci simultánní termické analýzy byla zvolena četnost měření tři pro každý materiál. Metodou STA byly také měřeny granuláty LLDPE a HFFR, jako výchozí suroviny pro výrobu plošných vzorků. Získání detailnější představy o reakci materiálu na tepelné zatěžování při teplotách před počátkem viditelných termo-oxidačních dějů a postupné degradace poskytlo měření pomocí DSC, která byla realizována pro každý materiál jednou a také pro granulát. Pro doplnění byla realizována také měření v režimu tzv. modulované diferenční skenovací kalorimetrie (MDSC). Avšak výsledky MDSC pouze potvrdily výsledky klasického DSC, a proto je popis metody a naměřené výsledky uvedeny jen v Příloze C.

Na Obr. 21 jsou znázorněny termogramy pro granuláty základních materiálů. Při pohledu na průběh hmotnosti LLDPE (modrá křivka), je vidět, že materiál v průběhu zkoušky kompletně degradoval na plynné produkty, protože koncová hmotnost se rovna nule. Rozdíl je u materiálu HFFR (červená křivka), jelikož jeho koncové residuum je přibližně 40 % počáteční hmotnosti.

Toto množství odpovídá dehydratovanému retardéru hoření, který je obsažený ve směsi. Při hodnocení průběhu tepelného toku vzorky, jsou u LLDPE patrné tři termo-oxidační děje, načež u HFFR jsou pouze dva. Číselné hodnoty sledovaných parametrů jsou shrnuty v Tab. 13. Maximální hodnoty tepelného toku jsou téměř totožné, což je pravděpodobně způsobeno tím, že v HFFR směsi je obsažen také polyetylen, jehož dekompozice je intenzivní ve velmi úzkém intervalu teplot. Výrazný rozdíl je v entalpii reakcí ( $W$ ), tedy plochy pod křivkou tepelného toku, kdy pro materiál HFFR je hodnota přibližně třetinová oproti LLDPE. Teploty tavení byly určeny z průběhu druhého ohřevu při DSC, protože dostupný přístroj pro DSC poskytuje přesnější výsledky než dostupný přístroj pro STA.

Výsledné termogramy průběhů DSC pro granulát a extrudované materiály jsou znázorněny na Obr. 22. Je zřejmé, že samotná extruze nemá vliv na trend průběhu změřeného tepelného toku, ale má pouze minimální vliv na změnu absolutních hodnot. Tento trend lze sledovat i v případě přidání plniva. Lze předpokládat, že v případě přidání většího podílu plniva, by byla změna výraznější, ale jelikož se jedná o přidání 5 % celkové hmotnosti materiálu, tak je změna hodnot sledovaných parametrů minimální. V okolí rozmezí teplot 100 °C až 125 °C je pro oba materiály charakteristická změna tepelného toku, která předchází samotné teplotě tavení. Podle odborné literatury [71] může tento endotermní vrchol odpovídat tavení určitého podílu polyethylenu, který je také obsažen v HFFR směsi. Číselné hodnoty teplot tavení vyhodnocené z průběhů DSC jsou uvedeny v Tab. 14.

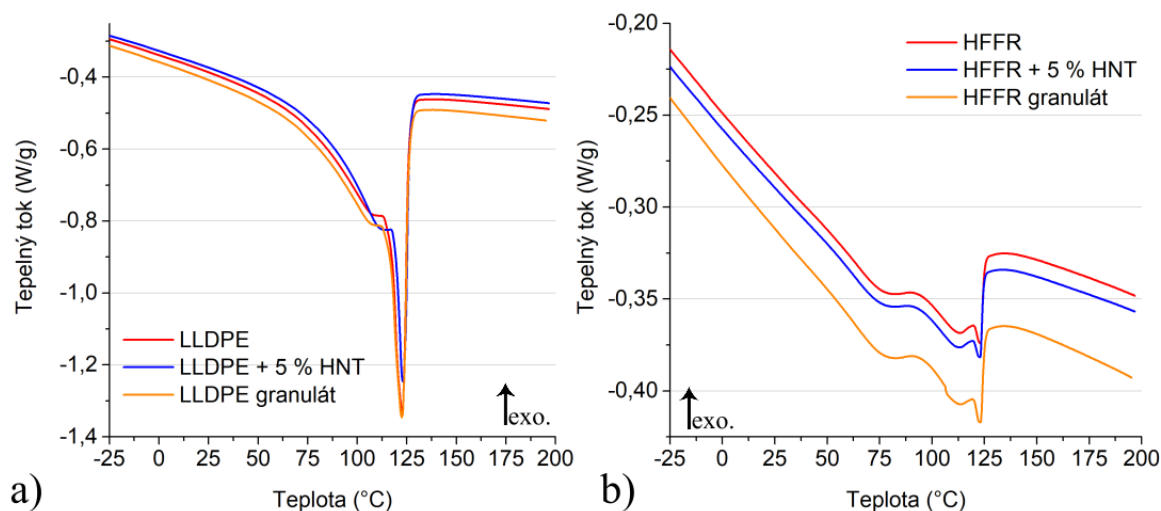


Obr. 21: Výsledné termogramy STA pro granuláty základních materiálů LLDPE (modrý) a HFFR (červený): a), c) výsledná křivka TG a b), d) výsledná křivka DSC.



Tab. 13: Číselné hodnoty výsledků termických analýz pro granulát základních materiálů.

Označení vzorku	$T_m$ (°C)	$T_{on}$ (°C)	$q_{max}$ (W/g)	$T_{q(max)}$ (°C)	$W$ (J/g)
LLDPE	121,74	237,34	34,18	421,82	11562
HFFR	-	276,09	32,41	430,92	4222

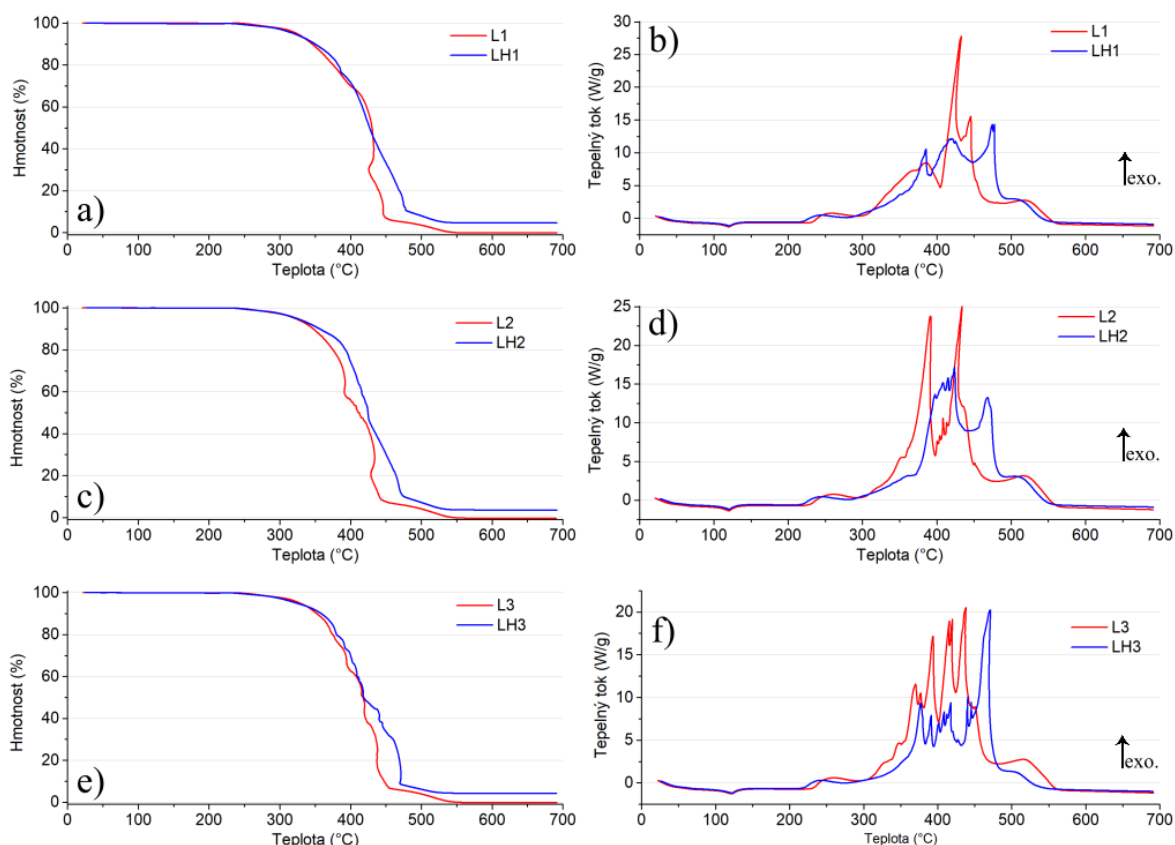


Obr. 22: Termogramy DSC pro materiály: a) LLDPE a b) HFFR.

Tab. 14: Naměřené teploty tavení z průběhu DSC na Obr. 22.

Materiál	LLDPE	LLDPE + 5 % HNT	LLDPE granulát	HFFR	HFFR + 5 % HNT	HFFR granulát
$T_m$ (°C)	122,57	122,97	122,46	123,12	122,9	123,02

Pro materiály na bázi HFFR, uvedené v Tab. 14, jsou teploty tavení stanoveny z posledního vrcholu ve sledované oblasti změn materiálu. Nejspíše jsou tyto změny spojené s polyethylenem nebo strukturami na bázi ethylenu. Grafické znázornění naměřených termogramů pro materiály LLDPE a LLDPE + 5 % HNT uvádí Obr. 23. Ze závislosti hmotnosti na teplotě je patrné zvýšení koncového residua o 5 %, což odpovídá množství plniva HNT. Z průběhu tepelného toku vzorky lze pozorovat, že přidáním plniva se termo-oxidační vrcholy posouvají do vyšších teplot a zároveň maximální tepelný tok je snížen, v některém případě až na polovinu, což je způsobeno právě přidáním retardérem hoření HNT. Z průběhu LLDPE jsou v druhém případě, viz Obr. 23d), dva termo-oxidační vrcholy výraznější, než je tomu u prvního vzorku. S výraznějšími vrcholy v průběhu tepelného toku souvisí rychlejší úbytek hmotnosti (interval teplot přibližně 300 °C–400 °C). Z hodnot uvedených v Tab. 15 vyplývá že přidání plniva nemá vliv na teplotu tavení, ale ani na teplotu začátku termo-oxidačních dějů a v případě  $T_{q(max)}$  došlo ve dvou případech dokonce ke zvětšení. Z výsledků měření je však patrné, že přidáním plniva došlo ke snížení maximálního tepelného toku a také energie uložené v termodynamickém systému ( $W$ ).



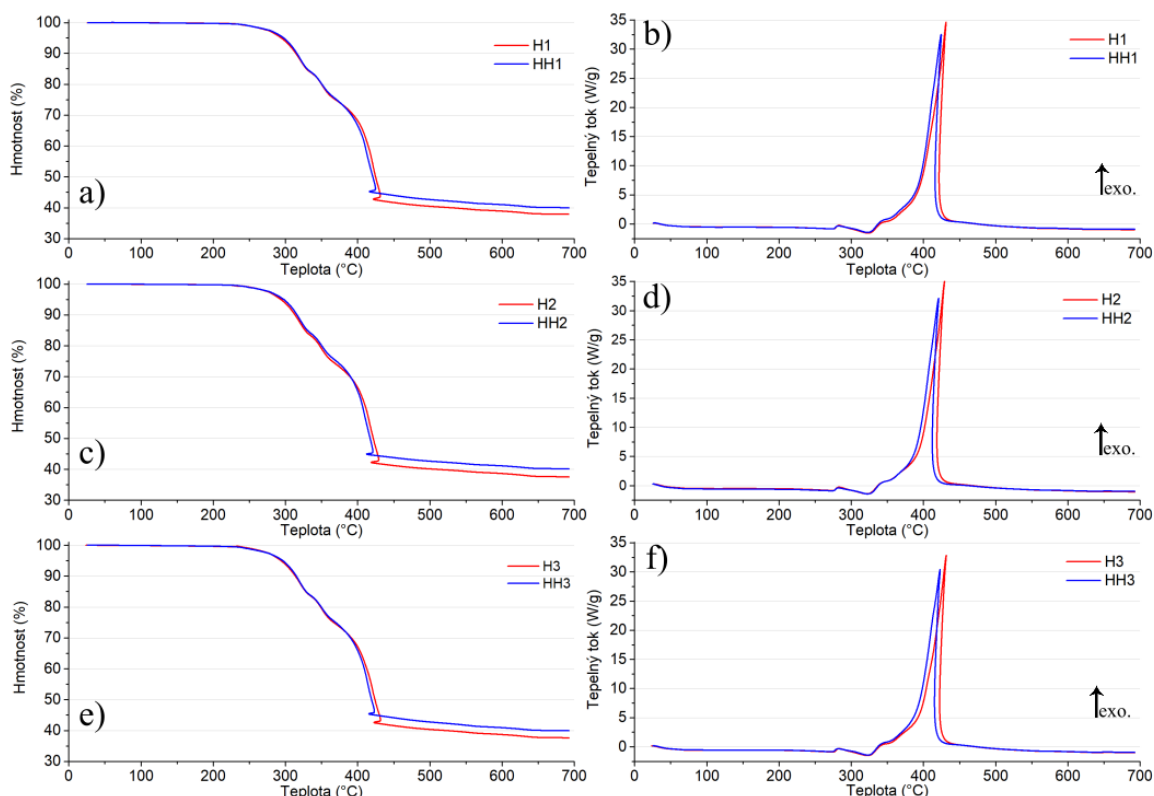
Obr. 23: Výsledné termogramy STA pro tři vzorky LLDPE (L) a LLDPE + 5 % HNT (LH): průběhy změny hmotnosti pro a) L1 a LH1, c) L2 a LH2, e) L3 a LH3, průběhy tepelného toku pro b) L1 a LH1, d) L2 a LH2, f) L3 a LH3.

Tab. 15: Číselné hodnoty sledovaných parametrů STA pro materiály LLDPE (L) a LLDPE + 5 % HNT (LH).

Označení vzorku	$T_m$ (°C)	$T_{on}$ (°C)	$T_{q(max)}$ (°C)	$q_{max}$ (W/g)	$W$ (J/g)
L1	120,04	232,18	432,76	27,76	10590
L2	119,99	228,03	434,14	25,06	11098
L3	121,3	231,58	438,1	20,51	10785
<b>Průměr</b>				<b>24,44</b>	<b>10824,33</b>
LH1	120,57	218,55	474,76	14,25	9903
LH2	120,47	218,88	423,81	17,18	10083
LH3	121,46	219,66	470,81	20,25	7787
<b>Průměr</b>				<b>17,23</b>	<b>9257,67</b>

Termogramy pro materiály na bázi HFFR viz Obr. 24 ukazují, že průběhy pro všechny tři vzorky jsou přibližně totožné, a lze tvrdit, že všechny vzorky HFFR se chovají při definovaném tepelném zatěžování obdobně. Vzhledem k vysokému podílu plniva naznačují obdobné termogramy celkově rovnoměrné rozptýlení plniva ve směsi. Z průběhu hmotnosti lze dojít k závěrům, že výsledné residuum čistého HFFR je stejné jako v případě granulátu. Po přidání plniva HNT lze pozorovat nárůst konečné hmotnosti o úroveň plniva, tedy 5 %. Z průběhu tepelného toku je zřejmé, že přidání plniva nemá téměř žádný vliv na průběh dekompozice

materiálu. To je zapříčiněno již vysokým podílem retardéru hoření v samotné směsi HFFR, přibližně 40 %, a proto se tedy 5 % HNT skoro neuplatní. Avšak je zde patrný malý posun a také snížení hlavního termo-oxidačního děje. Sledované hodnoty parametrů jsou uvedeny v Tab. 16, kdy v případě  $T_{q(max)}$  je patrný posun o přibližně 10 °C do nižších teplot po přidání plniva. Taktéž je vidět snížení tepelného toku z původní průměrné hodnoty 24,44 W/g na hodnotu 17,23 W/g. Nejvýraznější rozdíl lze pozorovat v průměrné hodnotě entalpie pro hlavní termo-oxidační děj měřených vzorků, kde došlo k poklesu této hodnoty cca o 330 J/g.



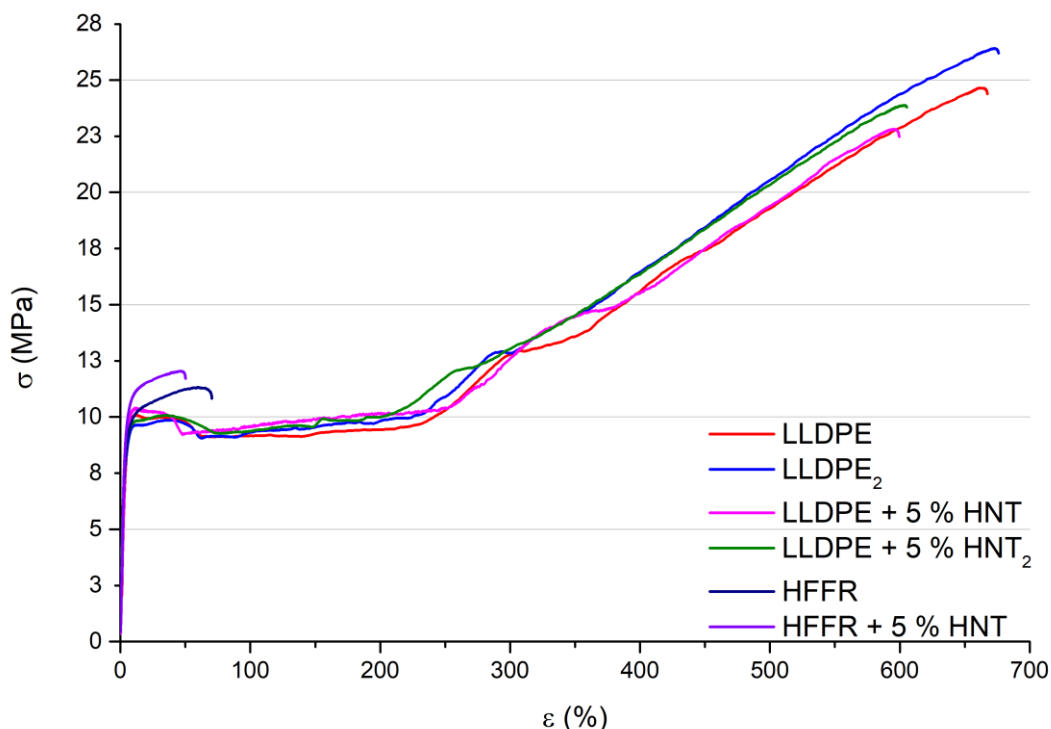
Obr. 24: Výsledné termogramy STA pro tři vzorky HFFR (H) a HFFR s 5 % HNT (HH): průběhy změny hmotnosti pro a) H1 a HH1, c) H2 a HH2, e) H3 a HH3, průběhy tepelného toku pro b) H1 a HH1, d) H2 a HH2, f) H3 a HH3.

Tab. 16: Číselné hodnoty sledovaných parametrů STA pro materiály HFFR (H) a HFFR + 5 % HNT (HH).

Označení vzorku	$T_{on}$ (°C)	$T_{q(max)}$ (°C)	$q_{max}$ (W/g)	$W$ (J/g)
H1	326,78	431,4	34,67	4546
H2	326,29	429,2	35,02	4467
H3	325,92	431,5	32,79	4206
<b>Průměr</b>			<b>34,16</b>	<b>4406,33</b>
HH1	326,13	424,34	32,46	4392
HH2	326,3	421,03	32,12	3819
HH3	326,24	423,18	30,41	4011
<b>Průměr</b>			<b>31,66</b>	<b>4074</b>

### 6.3.3 Výsledky mechanických zkoušek

Mechanické tahové zkoušky byly provedeny pro dvě sady vzorků na bázi LLDPE a jednu sadu vzorků na bázi HFFR. U materiálů na bázi LLDPE byly testovány sady vzorků s rozdílnými tloušťkami, menší tloušťka označována indexem 2. Z testovací sady deseti vzorků je v grafu znázorněn takový vzorek, který dosáhl největšího prodloužení a napětí. Na Obr. 25 jsou znázorněny reprezentativní deformační křivky jednotlivých materiálů. Číselné hodnoty pro hodnocené parametry jsou zprůměrovány pro každou sadu vzorků a uvedeny v Tab. 17.



Obr. 25: Reprezentativní deformační křivky tahové zkoušky.

Tab. 17: Číselné hodnoty mechanických parametrů.

Materiál	$\epsilon_y$ (%)	$\sigma_y$ (MPa)	$\epsilon_b$ (%)	$\sigma_b$ (MPa)
LLDPE	37,08	9,61	676,24	25,07
LLDPE + 5 % HNT	11,57	10,3	599,44	23,34
LLDPE <sub>2</sub>	38,66	9,76	675,8	26,84
LLDPE + 5 % HNT <sub>2</sub>	31,33	10,13	604,74	23,88
HFFR	51,11	11,07	51,11	11,07
HFFR + 5 % HNT	33,32	11,53	49,76	12,25
<b>Hodnoty udávané výrobcem</b>				
LLDPE	20	12	700	17
HFFR	-	-	195	10,9

Z deformačních křivek viz Obr. 25, je patrné že materiály na bázi LLDPE mají lepší mechanické vlastnosti, protože jejich  $\sigma_b$  je výrazně větší než pro materiály na bázi HFFR. U testovaného materiálu LLDPE je vidět, že po přidání plniva HNT, dojde ke zhoršení

mechanických vlastností. Naopak u materiálu HFFR je zřejmé, že přidáním HNT dojde ke žádoucímu zvýšení maximálního mechanického napětí, ale zároveň ke zmenšení prodloužení. Při porovnání křivek LLDPE s různými tloušťkami je sledovatelný trend, že průběh křivky se neliší, ale rozdíl je patrný až v oblasti přetržení vzorků, kdy je výsledné napětí a prodloužení menší. Při porovnání hodnot uvedených v Tab. 17, je vidět rozdíl naměřených hodnot sledovaných parametrů na mezi kluzu a při přetržení vzorku, pro všechny sady vzorků oproti těm, které udává výrobcem. V případě materiálu LLDPE je dosaženo meze kluzu při nižším mechanickém napětí, ale je naměřeno větší prodloužení, u parametrů při přetržení vzorku je tomu naopak, tedy napětí je větší a prodloužení menší, než udává výrobce. U materiálu HFFR je výrazný rozdíl u prodloužení při přetržení, kdy naměřená hodnota je přibližně třetinová oproti hodnotě udávané výrobcem. Tyto nepřesnosti mohou být zapříčiněny rozdílnou metodikou zkoušení oproti výrobcu, nebo rozdílnými podmínkami při realizování zkoušky, než při kterých měření realizoval výrobce. Na základě naměřených hodnot lze tvrdit, že LLDPE má výrazně lepší mechanické parametry vycházející z tahové zkoušky než HFFR. Fotografie vzorků před a po tahové zkoušce uvádí Příloha D.

#### 6.4 Shrnutí dosažených výsledků

Z výsledků měření vnitřní a povrchové rezistivity bylo zjištěno, že přidáním plniva dochází ke snížení hodnot  $\rho_v$  a  $\rho_s$  pro materiály na bázi LLDPE, avšak změny jsou stále minimální, pokud bychom uvažovali o využití na výrobu pláště kabelu. U materiálů na bázi HFFR dochází ke zvýšení hodnot rezistivit. Z měření elektrické pevnosti bylo zjištěno, že přidáním plniva dojde ke zvýšení elektrické pevnosti, což je v rozporu s předpokladem, že přidání daného typu plniva  $E_p$  snižuje. Toto zjištění není v dané práci vysvětleno a je potřeba se na něj detailněji zaměřit v rámci dalšího výzkumu. Lze jen uvést, že při vyšší  $E_p$  plniva v porovnání s polymerním materiálem je možné, že plnivo vytváří bariéry při tvorbě vodivé cesty a prodlužuje její dráhu, tzn. zvyšuje  $E_p$  celé struktury. Z vyhodnocení výsledků měření pomocí širokopásmové dielektrické spektroskopie je patrný nárůst ztrátového činitele s rostoucí frekvencí u materiálu LLDPE po přidání HNT, kdy by teoreticky docházelo k přeměně většího množství energie na teplo než v případě bez plniva. Při měření materiálů na bázi HFFR je změna  $\tan \delta$  zanedbatelná, neboť již samotná směs obsahuje vysoký podíl plniv, a proto přidání dalších 5 % HNT nemá výrazný vliv. Stejný trend, tedy zvýšení hodnoty ztrátového činitele, lze pozorovat i v případě sledování změn při konstantní frekvenci 50 Hz pro materiály na bázi LLDPE i HFFR.

Hodnocení termických analýz je zaměřeno na sledování teplotní stability materiálů. Na základě měření pomocí DSC je vidět, že teplota tavení se vlivem extruze a ani přidáním plniva nezmění, pouze se mění nepatrně hodnota tepelného toku pro materiály na bázi LLDPE. Výraznější změna tepelného toku je pro materiály na bázi HFFR. Při měření STA materiálů na bázi LLDPE bylo zjištěno, že přidání plniva zlepšuje tepelnou stabilitu, která je zde hodnocena na základě entalpie. Dále je zjištěno posunutí hlavního termo-oxidačního děje do vyšší teploty a zároveň snížení hodnoty maximálního tepelného toku. Při hodnocení materiálů na bázi HFFR se došlo k závěru, že přidání plniva HNT nemá téměř žádný vliv na termické vlastnosti materiálu, neboť v základu směs již obsahuje vysoký podíl anorganického retardéru hoření ATH nebo MDH.

Ze zkoušek mechanických vlastností byla vybrána jako reprezentativní metoda zkouška v tahu, kdy z deformačních křivek je patrný velmi výrazný rozdíl mezi materiály na bázi LLDPE a HFFR. Materiály na bázi LLDPE mají zřetelně lepší mechanické vlastnosti. Při zaměření na posuzování přidání plniva HNT na mechanické vlastnosti lze dojít k závěru, že pro materiály LLDPE dojde ke zhoršení parametrů při přetržení vzorků. Avšak pro materiály na bázi HFFR dochází ke zvýšení mechanického napětí při přetržení, ale rovněž dochází ke snížení maximálního prodloužení. Změna těchto parametrů je velmi malá, a proto lze tvrdit, že se mechanické vlastnosti téměř nezmění.

## 7 Závěr

Cílem diplomové práce bylo zpracování teoretických poznatků k problematice zlepšování vlastností elektroizolačních materiálů používaných v kabelových systémech, především z hlediska zvyšování odolnosti proti působení zvýšené teploty a ohně.

V teoretické části byly popsány elektroizolační materiály, které jsou dnes běžně používané v kabelových systémech. Popis a výběr materiálů je směřován k retardérům hoření, které se používají jako plnivo v polymerních kompozitech, které jsou většinou na bázi PE a EVA. Popis retardérů hoření byl realizován od používání halogenových prvků, přes anorganické retardéry hoření jako jsou např. ATH nebo MDH, které se hojně využívají v současnosti, až po jílové minerály, které se jeví jako velmi perspektivní retardéry hoření do budoucnosti. Jejich hlavní výhodou je zvyšování tepelné stability směsí již při malém procentu obsahu v kompozitní směsi. Při výběru vhodného jílového plniva záleží na jeho složení, přičemž v současnosti je velká pozornost věnována HNT, jehož parametry jsou závislé na geometrii nanotrubic, ve kterých se HNT vyskytuje v různých přírodních nalezištích. Pozornost byla v práci věnována také přípravě a zpracování polymerních nanokompozitů. Při výrobě izolačních vrstev kabelů je nejběžněji používána extruze. Je však nezbytné sledovat její proces, především teploty a způsob vytlačování do koncové podoby výrobku, kdy i tyto technologické parametry ovlivňují výsledné parametry materiálu.

Vlastní testování probíhalo pro materiály na bázi LLDPE a HFFR, které jsou v současnosti nejčastěji používané materiály v kabelovém průmyslu. Z hlediska dielektrických vlastností byly hodnoceny parametry: vnitřní a povrchová rezistivita, komplexní relativní permitivita, ztrátový činitel a elektrická pevnost. Mechanické vlastnosti byly vyhodnocovány z průběhu tahové zkoušky a termické analýzy STA a DSC byly využity pro zhodnocení chování materiálů při tepelném zatěžování. Z analýzy vlivu plniva HNT na materiály LLDPE a HFFR vyplývá, že přidáním plniva dochází ke zmenšení  $\rho_v$  a  $\rho_s$  pro materiály na bázi LLDPE, v případě materiálů na bázi HFFR dochází ke zvětšení hodnot rezistivit. Zároveň dochází ke zhoršení ztrátového činitele pro oba materiály, naproti tomu dochází ke zlepšení termických vlastností a elektrické pevnosti. Mechanické vlastnosti materiálů na bázi LLDPE se zhorší, avšak u HFFR je možné vyhodnotit určité zlepšení. V rámci dalšího výzkumu by bylo vhodné zaměřit se na důvod zlepšení elektrické pevnosti a také zvážit využití většího podílu plnění. Také by se nemělo opomenout v rámci dalšího výzkumu zhodnotit vliv stárnutí materiálu při provozních podmínkách a např. realizovat testy zrychleného stárnutí.

## Seznam literatury a informačních zdrojů

- [1] DUCHÁČEK, Vratislav. *Polymery: výroba, vlastnosti, zpracování, použití*. 3. vydání. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2015. ISBN 978-80-7080-788-0.
- [2] MLEZIVA, Josef a Jaromír ŠNUPÁREK. *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. 2. vydání. Brno: Sobotáles, 2000. ISBN 80-85920-72-7.
- [3] MORAVEC, Jan. Nejdůležitější izolanty používané v kabelové technice - 1. díl: Plasty. *oenergetice.cz* [online]. 2016 [vid. 2020-04-27]. Dostupné z: <https://oenergetice.cz/elektrina/nejdulezitejsi-izolanty-pouzivane-v-kabelove-technice-1-dil-plasty>
- [4] KUČEROVÁ, Eva. *Elektrotechnické materiály*. Plzeň: ZČU Plzeň, 2002. ISBN 80-708-2940-0.
- [5] VŠCHT. Nízkohustotní polyethylen (LDPE). *petroleum.cz* [online]. [vid. 2021-03-13]. Dostupné z: <http://www.petroleum.cz/vyrobky/ldpe.aspx>
- [6] BRITANNICA, The Editors of Encyclopaedia. *polyethylene | Properties, Structures, Uses, & Facts | Britannica* [online]. 2019 [vid. 2021-03-13]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/polyethylene#ref283107>
- [7] VŠCHT. Vysokohustotní polyethylen (HDPE). *petroleum.cz* [online]. [vid. 2021-03-13]. Dostupné z: <http://www.petroleum.cz/vyrobky/hdpe.aspx>
- [8] CARLOMAGNO, Giovanni Maria, Carosena MEOLA a Giuseppe GIORLEO. *Cross-Linked Polyethylene* [online]. Vol. 1. B.m.: Taylor & Francis, 2005. Dostupné z: doi:10.1081/E-ECHP-120007720
- [9] UNIVERSAL CABLE BERHAD. *XLPE Catalogue* [online]. 2019 [vid. 2020-01-29]. Dostupné z: [http://www.ucable.com.my/images/products/UC\\_XLPE\\_Catalogue.pdf](http://www.ucable.com.my/images/products/UC_XLPE_Catalogue.pdf)
- [10] HENDERSON, Alex M. Ethylene-Vinyl Acetate (EVA) Copolymers: A General Review Alex. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 1993, 9(1), 30–38.
- [11] POLYMERDATABASE. *ETHYLENE VINYL ACETATE COPOLYMER (EVA)* [online]. [vid. 2021-03-14]. Dostupné z: <http://polymerdatabase.com/PolymerBrands/EVA.html>
- [12] HENDERSON, Alex M. Ethylene-Vinyl Acetate (EVA) Copolymers: A General Review. *IEEE Electrical Insulation Magazine* [online]. 1993, 9(1), 30–38. ISSN 08837554. Dostupné z: doi:10.1109/57.249923
- [13] PROSPECTOR. *Polyethylene (PE) Typical Properties Generic XLPE | UL Prospector* [online]. [vid. 2021-03-16]. Dostupné z: <https://plastics.ulprospector.com/generics/27/c/t/polyethylene-pe-properties-processing/sp/25>
- [14] SPECIALCHEM. *Plastics & Elastomers. Omnexus* [online]. [vid. 2021-03-14]. Dostupné z: <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyethylene-plastic/hdpe-ldpe-lldpe-comparison>
- [15] NEXANS. *Comparison among insulation materials* [online]. nedatováno [vid. 2021-04-25]. Dostupné z: [https://www.nexans.com.br/SouthAmerica/2008/Comparing\\_us\\_5.pdf](https://www.nexans.com.br/SouthAmerica/2008/Comparing_us_5.pdf)
- [16] ZHENG, Chang Ji, Jia Ming YANG, Hong ZHAO a Qi Chao CHEN. AC performance, physical and mechanical properties of polypropylene/polyolefin elastomers blends. *Proceedings of the IEEE International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials* [online]. 2018, 910–913. Dostupné z: doi:10.1109/ICPADM.2018.8401203
- [17] MOORE, G.F. *Electric Cables Handbook* [online]. Third Ed. B.m.: BlackWell Science, 1997. ISBN 9780632040759. Dostupné z: doi:10.1049/ep.1965.0093
- [18] SHIT, Subhas C. a Pathik SHAH. *A review on silicone rubber* [online]. ISSN 0250541X. Dostupné z: doi:10.1007/s40009-013-0150-2



- [19] GRADY, Brian P., Stuart L. COOPER a Christopher G. ROBERTSON. *Thermoplastic Elastomers* [online]. Fourth Edi. B.m.: Elsevier Inc., 2013. ISBN 9780123945846. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-394584-6.00013-3
- [20] BĚHÁLEK, Luboš. *Polymery* [online]. Liberec: publi.cz, 2015. ISBN 978-80-88058-68-7. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/Impresum.html>
- [21] ŠENFELD, Jan. HFFR kabely z produkce nkt cables. *Sborník přednášek Elektro č.49* [online]. 2011 [vid. 2020-02-15]. Dostupné z: <https://elektrika.cz/data/clanky/hffr-kabely-z-produkce-nkt-cables>
- [22] KABEX. Kabelovna Kabex, a. s. – kabely HFFR. *Elektro* [online]. 2010, (10), 45 s. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/kabelovna-kabex-a-s-kabely-hffr--10696>
- [23] PINKEROVÁ, M. a R. POLANSKÝ. Nové trendy v materiálech používaných pro izolaci a opláštění kabelů. *ElectroScope* [online]. 2012, (3). Dostupné z: [http://147.228.94.30/images/PDF/Rocnik2012/Cislo3\\_2012/r6c2c4.pdf](http://147.228.94.30/images/PDF/Rocnik2012/Cislo3_2012/r6c2c4.pdf)
- [24] ALLKABEL. *Bezhalogenové oheň retardující a ohniodolné kabely* [online]. 2017 [vid. 2020-02-24]. Dostupné z: <http://www.allkabel.eu/download-cz/>
- [25] WILKIE, Charles A. a Alexander B. MORGAN. Nanocomposites I: Current developments in nanocomposites as novel flame retardants. *Advances in Fire Retardant Materials* [online]. 2008, 95–123. Dostupné z: doi:10.1533/9781845694701.1.95
- [26] VESELÝ, Ondřej a MENTLÍK VÁCLAV. Cable Insulation Properties Changes Through Nanofillers. *Proceedings - 2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering, EPE 2016*. 2016, 7–10.
- [27] COMPANY, PLUSS. *Coupling agent for Halogen Free Flame Retardant (HFFR) wire & cable compounds* [online]. [vid. 2021-08-14]. Dostupné z: [www.pluss.co.in](http://www.pluss.co.in)
- [28] LLC, Supresta U S a New YORK. Retardancy and Polymer Flammability. *Flame Retardant Polymer Nanocomposites*. 2006, 1–29.
- [29] AHMED, Lubna, Bin ZHANG, Logan C. HATANAKA a M. Sam MANNAN. Application of polymer nanocomposites in the flame retardancy study. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* [online]. 2018, 55, 381–391. ISSN 09504230. Dostupné z: doi:10.1016/j.jlp.2018.07.005
- [30] MANIAS, E.; POLIZOS, G.; NAKAJIMA, H.; HEIDECKER, M.J. Nanocomposite Technology. *Flame Retardant Polymer Nanocomposites*. 2007, 31–66.
- [31] WILKIE, Charles A. a Alexander B. MORGAN, ed. *Fire Retardancy of Polymeric Materials*. Second. B.m.: CRC Press, 2010. ISBN 9781420083996.
- [32] BEYER, Günter. Nanocomposites - a new class of flame retardants. *Plastics, Additives and Compounding* [online]. 2009, 11(2), 16–21. ISSN 1464391X. Dostupné z: doi:10.1016/S1464-391X(09)70048-0
- [33] RAMESH, S. a K. PUNITHAMURTHY. Synthesis, characterization and fire retardant properties of novel nanocomposite based on polyethylene vinyl acetate/polyurethane acrylate/clay. *Materials Today: Proceedings* [online]. 2018, 5(2), 8933–8939. ISSN 22147853. Dostupné z: doi:10.1016/j.matpr.2017.12.328
- [34] KASHIWAGI, Takashi. Progress in Flammability Studies of Nanocomposites with New Types of Nanoparticles. *Flame Retardant Polymer Nanocomposites* [online]. 2006, 285–324. Dostupné z: doi:10.1002/9780470109038.ch10
- [35] POLANSKÝ, R., P. KADLEC, P. SLEPIČKA, Z. KOLSKÁ a V. ŠVORČÍK. Testing the applicability of LDPE/HNT composites for cable core insulation. *Polymer Testing* [online]. 2019, 78, 105993. ISSN 01429418. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymertesting.2019.105993
- [36] *Halloysite Nanotubes - NaturalNano* [online]. [vid. 2021-03-07]. Dostupné

- z: <http://naturalnano.com/halloysite-nanotubes/>
- [37] YUAN, Peng, Daoyong TAN a Faïza ANNABI-BERGAYA. Properties and applications of halloysite nanotubes: Recent research advances and future prospects. *Applied Clay Science* [online]. 2015, **112–113**, 75–93. ISSN 01691317. Dostupné z: [doi:10.1016/j.clay.2015.05.001](https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.05.001)
- [38] SIGMAALDRICH. *Halloysite Nanotubes Applications in Nanomaterials Research* [online]. [vid. 2021-10-02]. Dostupné z: <https://www.sigmaaldrich.com/CZ/en/technical-documents/technical-article/materials-science-and-engineering/drug-delivery/nanoclay-halloysite-nanotubes>
- [39] INC., I-Minerals. HaloPure. 2018, 880.
- [40] *Halloysite / iMinerals Inc.* [online]. [vid. 2021-10-02]. Dostupné z: <https://www.imineralsinc.com/our-products/halloysite>
- [41] MINERALS, Applied. *Halloysite* [online]. [vid. 2021-10-02]. Dostupné z: <http://appliedminerals.com/site/our-products>
- [42] NILSSON, Fritjof, Mattias KARLSSON, Ulf GEDDE, Roland KÁDÁR, Karolina GASKA, Christian MÜLLER, Per Ola HAGSTRAND, Richard OLSSON, Mikael HEDENQVIST a Thomas GKOURMPIS. Nanocomposites and polyethylene blends: two potentially synergistic strategies for HVDC insulation materials with ultra-low electrical conductivity. *Composites Part B: Engineering* [online]. 2021, **204**, 108498. ISSN 13598368. Dostupné z: [doi:10.1016/j.compositesb.2020.108498](https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108498)
- [43] WANG, Linjiang, Xuejun HE a Charles A. WILKIE. The utility of nanocomposites in fire retardancy. *Materials* [online]. 2010, **3(9)**, 4580–4606. ISSN 19961944. Dostupné z: [doi:10.3390/ma3094580](https://doi.org/10.3390/ma3094580)
- [44] LIU, Sung Po. Flame retardant and mechanical properties of polyethylene/magnesium hydroxide/montmorillonite nanocomposites. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* [online]. 2014, **20(4)**, 2401–2408. ISSN 22345957. Dostupné z: [doi:10.1016/j.jiec.2013.10.020](https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.10.020)
- [45] HORROCKS, A. Richard a Baljinder K. KANDOLA. Potential Applications of Nanocomposites for Flame Retardancy. *Flame Retardant Polymer Nanocomposites* [online]. 2006, 325–353. Dostupné z: [doi:10.1002/9780470109038.ch11](https://doi.org/10.1002/9780470109038.ch11)
- [46] WANG, Ru-Min, Shui-Rong ZHENG a Ya-Ping ZHENG. Fabrication of the half-finished products for polymer composites. *Polymer Matrix Composites and Technology* [online]. 2011, 213–548. Dostupné z: [doi:10.1533/9780857092229.2.213](https://doi.org/10.1533/9780857092229.2.213)
- [47] AGASSANT, Jean-François a Malcolm. R. MACKLEY. Principles of polymer processing modelling. *MATEC Web of Conferences* [online]. 2016, **80**, 11002. ISSN 2261-236X. Dostupné z: [doi:10.1051/mateconf/20168011002](https://doi.org/10.1051/mateconf/20168011002)
- [48] DROBNY, Jiri George. *Polymers for Electricity and Electronics* [online]. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2012. ISBN 9781118160121. Dostupné z: [doi:10.1002/9781118160121](https://doi.org/10.1002/9781118160121)
- [49] WANG, Ru-Min, Shui-Rong ZHENG a Ya-Ping ZHENG. Fabrication of the half-finished products for polymer composites. In: *Polymer Matrix Composites and Technology* [online]. B.m.: Elsevier, 2011, s. 213–548. ISBN 978-0-85709-221-2. Dostupné z: [doi:10.1533/9780857092229.2.213](https://doi.org/10.1533/9780857092229.2.213)
- [50] CHUNG, Chan I. *Extrusion of Polymers Theory & Practice*. 2019. ISBN 9781569904596.
- [51] DROBNY, Jiri George. Industrial Applications of Ionizing Radiation. In: *Ionizing Radiation and Polymers* [online]. B.m.: Elsevier, 2013, s. 149–212. Dostupné z: [doi:10.1016/B978-1-4557-7881-2.00006-7](https://doi.org/10.1016/B978-1-4557-7881-2.00006-7)
- [52] CREE, Stephen, Gerrit GROOT-ENZERINK a Maria RUIZ. Halogen-free flame

- retardant formulations [online]. EP2247655A1. 20. 02 2009. [vid. 2021-08-15]. Dostupné z: <https://patents.google.com/patent/EP2247655A1/en>
- [53] SIMOD. *How to convert PHR* [online]. [vid. 2021-09-20]. Dostupné z: <https://simod.in/2015/10/21/how-to-convert-parts-per-hundred-html/>
- [54] DUPONT. *Vamac® Ultra DX for Halogen Free Flame Retardant (HFFR) Applications* [online]. 2018 [vid. 2021-08-15]. Dostupné z: <https://www.dupont.com/content/dam/dupont/amer/us/en/transportation-industrial/public/documents/en/Technical-Bulletin-Vamac-for-HFFR-Applications.pdf>
- [55] EXXONMOBIL. *Katalogový list LLDPE*.
- [56] DOW. LLDPE DNDB-7147 NT 7 Linear Low Density Polyethylene Resin [online]. 2019 [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: [www.dowplastics.com](http://www.dowplastics.com)
- [57] DOW. LLDPE DFDA-7047 NT 7 Linear Low Density Polyethylene Resin [online]. 2019 [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: [www.dowplastics.com](http://www.dowplastics.com)
- [58] ULTRAPOLYMERS. *Ravalene LLDPE* [online]. [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: <https://ultrapolymers.com/en/product/ravalene-lldpe>
- [59] SABIC. *SABIC® LLDPE* [online]. [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: <https://www.sabic.com/en/products/polymers/polyethylene-pe/sabic-lldpe>
- [60] RABIGH, Petro. *Linear Low Density Polyethylene (LLDPE)* [online]. [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: <https://www.petrorabigh.com/en/OurProducts/Polymer/Pages/LinearLowDensityPolyethyleneLLDPE.aspx>
- [61] *Katalogový list HFFR směsi*.
- [62] FAINPLAST. *Products - Fainplast Compounds* [online]. [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: <https://www.fainplast.com/en/products/>
- [63] SOLUTION, DYM. *HFFR Compound* [online]. [vid. 2021-10-03]. Dostupné z: <http://www.dymsolution.co.kr/product/index1.htm>
- [64] MENTLÍK, Václav. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - technická literatura, 2006. ISBN 80-7300-189-6.
- [65] KADLEC, Petr. *Elektroizolační kompozitní materiály se sníženou hořlavostí*. B.m., 2019. Západočeská univerzita v Plzni.
- [66] KREMER, F. a A. SCHÖNHALS. *Broadband dielectric spectroscopy* [online]. Berlin: Spr, 2003. ISBN 9783540434078. Dostupné z: <http://books.google.com/books?id=sdG4ywL3qMsC>
- [67] *NovoControl* [online]. 2021 [vid. 2020-06-02]. Dostupné z: <https://www.novocontrol.de/php/index.php>
- [68] POLANSKÝ, Radek. Přednáška ITE1 - Strukturální analýzy. In: . 2018.
- [69] *TA Instruments* [online]. 2021 [vid. 2020-06-02]. Dostupné z: <https://www.tainstruments.com/>
- [70] MFF.CUNI.CZ. *Pevnost a lom látek* [online]. Dostupné z: [https://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/kurz\\_fyziky\\_pro\\_DS/display.php/kontinuum/2\\_6](https://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/kurz_fyziky_pro_DS/display.php/kontinuum/2_6)
- [71] HEINZ, Michael, Christoph CALLSEN, Waldemar STÖCKLEIN, Volker ALTSTÄDT a Holger RUCKDÄSCHEL. Halogen-free flame-retardant cable compounds: Influence of magnesium-di-hydroxide filler and coupling agent on EVA/ LLDPE blend system morphology. *Polymer Engineering & Science* [online]. 2022, **62**(2), 461–471. ISSN 0032-3888. Dostupné z: doi:10.1002/pen.25858
- [72] MATWEB.CZ. *Matematika polopatě* [online]. [vid. 2021-10-22]. Dostupné z: <https://www.matweb.cz/>
- [73] STATISTIKA&MY. *Rozptyl, směrodatná odchylka a variační koeficient* [online].

- [vid. 2021-11-13]. Dostupné z: <https://www.statistikaamy.cz/o-slozitem-jednoduse/rozptyl-smerodatna-odchylka-a-variacni-koeficient/>
- [74] MENTLÍK, Václav, Josef PIHERA, Radek POLANSKÝ, Pavel PROSR a Pavel TRNKA. *Diagnostika elektrických zařízení*. 1. vydání. Praha: BEN - technická literatura, 2008. ISBN 978-80-7300-232-9.
- [75] POLANSKÝ, Radek. *Podklady k přednáškám z předmětu MMA*. 2021.
- [76] PROKOPOVÁ, Irena. *Makromolekulární chemie* [online]. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2007. ISBN 978-80-7080-662-3. Dostupné z: [http://147.33.74.135/knihy/uid\\_isbn-978-80-7080-662-3/pages-img/obalka-1.html](http://147.33.74.135/knihy/uid_isbn-978-80-7080-662-3/pages-img/obalka-1.html)
- [77] NAGAO, Yoshiharu. METHOD OF MANUFACTURING ETHYLENE-VINYLACETATE COPOLYMER. US6646087B2. USA.
- [78] *Halogeny* [online]. [vid. 2021-04-25]. Dostupné z: <http://www.prvky.com/halogeny.html>
- [79] POLYMERDATABASE. *Melt Flow Index* [online]. [vid. 2021-08-13]. Dostupné z: <https://polymerdatabase.com/polymer-physics/Melt-Flow.html>

## Přílohy

### A Základy statistického vyhodnocení měření

Již při navrhování experimentu, a taktéž při přípravě vzorků, je důležité uvažovat variabilitu hodnot měřených parametrů a zavést tak alespoň základní statistické ukazatele. Předpokládaná variabilita často souvisí se zvolenou metodou měření a může být také ovlivněna i tvarem měřeného materiálu. Na naměřenou hodnotu mohou mít vliv i další chyby měření související např. s vlivem obsluhy, okolního prostředí, geometrií měřených vzorků atd. Kvantifikaci těchto chyb je věnována velká pozornost, avšak nejsou předmětem této práce. Každé měření by mělo být opakováno několikrát, zvolený počet opakování měření je na obsluze a záleží na náročnosti měření, ceně měření a časové náročnosti, proto u náročnějších měření je měřeno pouze jednou a je možno výsledky porovnávat s ostatními studii. Dále jsou popsány základní statistické metody a výpočty potřebné k určení variability.

Hodnoty získané měřením se ve statistice nazývají statistickým souborem. Základní charakteristikou střední hodnoty je průměr. Nejčastěji je myšlen aritmetický průměr, ale lze se setkat i s průměrem váženým nebo geometrickým. V rámci této práce je označením průměr myšlen **aritmetický průměr** a je dán vztahem (A.1), kde  $\bar{x}$  je aritmetický průměr znaku  $x$ ,  $x$  je jednotka souboru,  $n$  je počet jednotek v souboru. K určení variability se většinou užívá rozptyl  $s_x^2$ , který udává, jak moc jsou hodnoty ve statistickém souboru rozptýleny. Rozptyl se definuje také jako: „Průměr druhých mocnin odchylek od aritmetického průměru“ [72]. **Rozptyl** je definován vztahem (A.2). Větší vypovídající hodnotu má parametr **směrodatná odchylka**  $s_x$ , která vyjadřuje, jak moc jsou hodnoty rozptýleny od aritmetického průměru a je definována jako druhá odmocnina rozptylu, lze ji vypočítat podle vztahu (A.3) [72]. Posledním charakteristickou hodnotou je **variační koeficient**  $v_x$ , který je definován jako podíl směrodatné odchylky a aritmetického průměru viz (A.4). Jedná se o bezrozměrnou veličinu vyjádřenou v procentech a vyjadřuje kolik procent průměru představuje směrodatná odchylka [73].

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (\text{A.1})$$

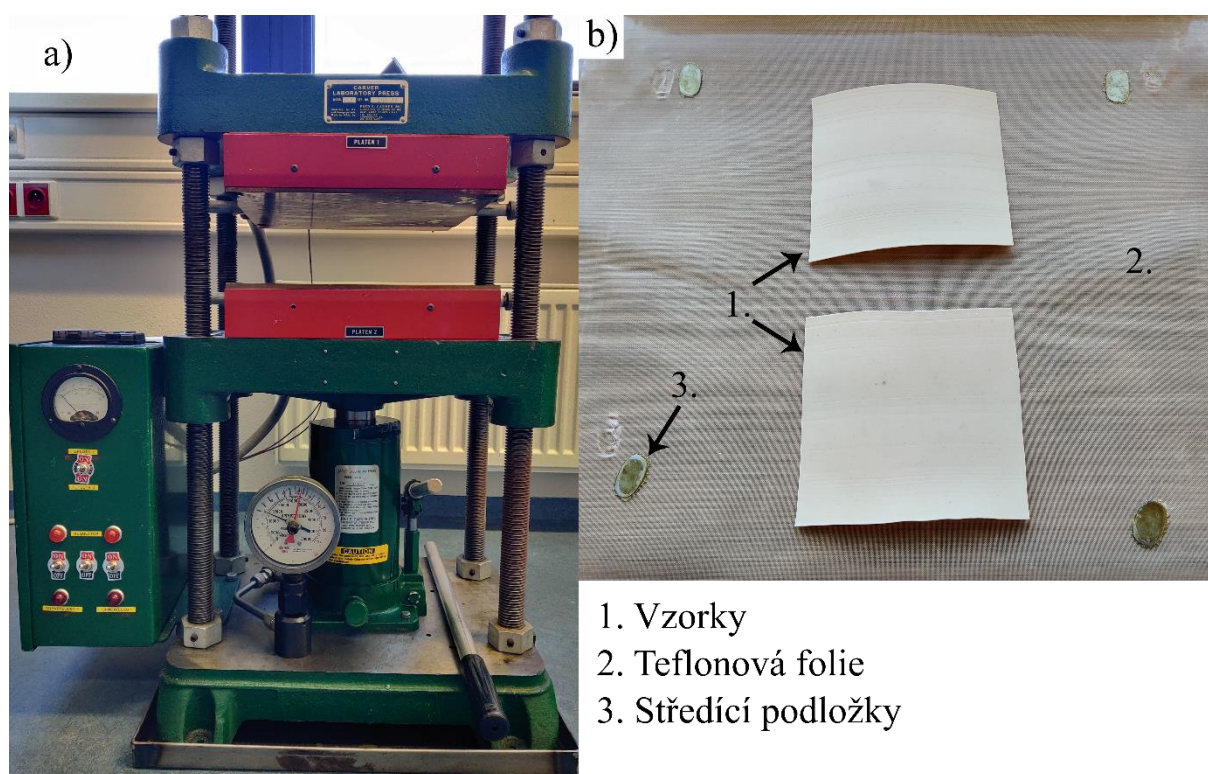
$$s_x^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (\text{A.2})$$

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}; s_x = \sqrt{s_x^2} \quad (\text{A.3})$$

$$v_x = \frac{s_x}{\bar{x}} \quad (\text{A.4})$$

## B Úprava extrudovaných vzorků pro určitá měření

Z důvodu velké tloušťky základních vzorků LLDPE primárně pro měření  $\rho_v$  byla řešena možnost tloušťku vzorků zmenšit dostupným laboratorním vybavením. Pro zmenšení tloušťky se jako vhodný ukázal po úvodních testech vyhřívaný lis. Z původní tloušťky 0,8 mm bylo lisováním vzorků za zvýšené teploty dosaženo tloušťky v rozmezí od 0,5 mm do 0,65 mm. Vzorky se musely očistit isopropyl alkoholem od nečistot, než se vložily na teflonovou folii se středícími podložkami, které byly zapotřebí k nastavení tloušťky výsledných vzorků. Teflonová folie se vzorky se vložila mezi vyhřívané ocelové desky zajišťující rovnoměrné rozložení síly lisu a také teploty. Teplotní cyklus byl nastaven tak, že nejdříve se vzorky zahřály na 100 °C, kde byly vzorky teplotně stabilizovány po dobu pěti minut při působení síly na vzorek cca 8 000 N. Po teplotní stabilizaci byla síla zvětšena na 10 kN a ohřev pokračoval do cca 145 °C. Poté byl vzorek chlazen výkonným ventilátorem po dobu přibližně 30 minut. Pohled na vyhřívaný lis a umístění vzorků uvádí Obr. 26.



Obr. 26: Vyhřívaný lis na zmenšení tloušťky vzorků: a) přední pohled na lis, b) umístění vzorků na teflonovou folii.

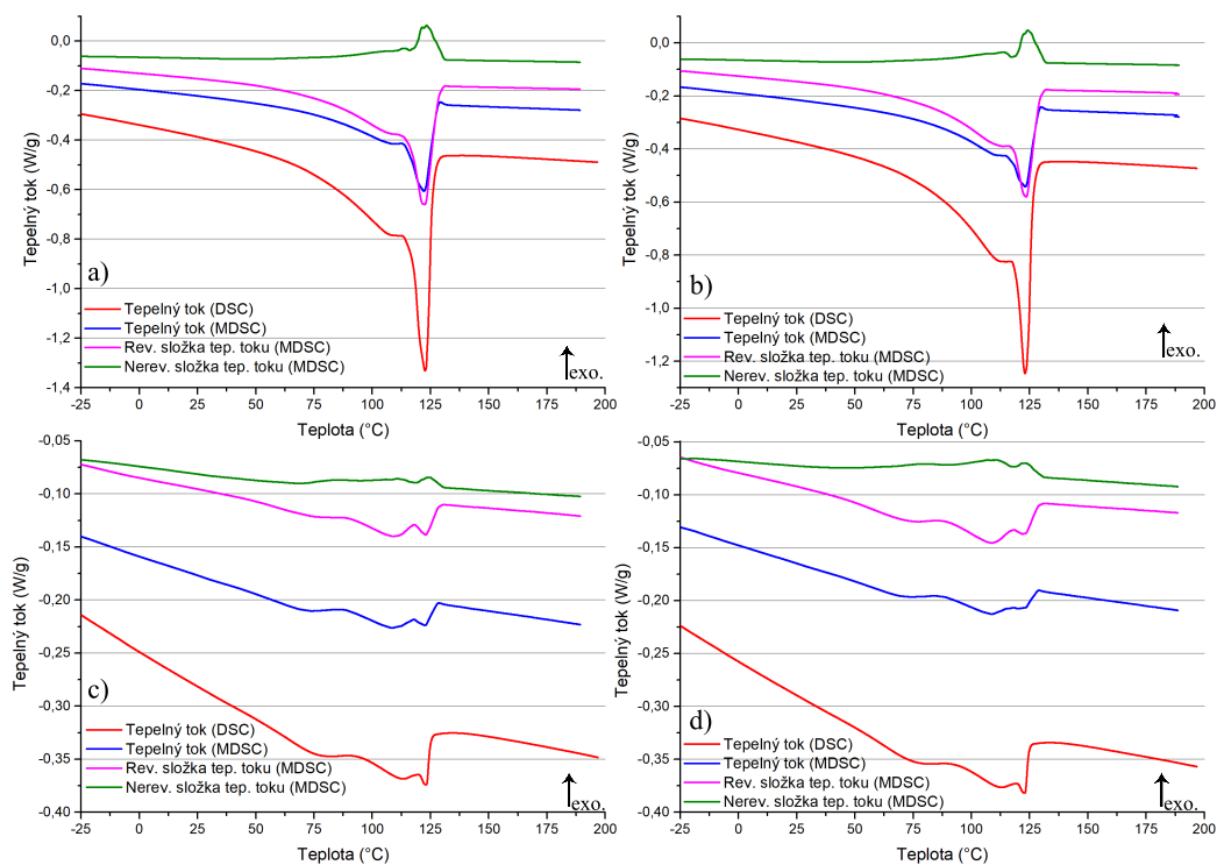
## C Modulovaná diferenční skenovací kalorimetrie

Modulovaná DSC je metoda, která se liší od klasické DSC nastaveným teplotním profilem, kdy na lineární ohřev je superponována sinusová vlna malé amplitudy. Každá vlna tedy zahrnuje část ohřevu a chlazení, avšak celkový trend je stále takový, že křivka průměrné teploty v závislosti na čase roste lineárně [74]. Z matematického popisu tepelného toku, který je měřen metodami DSC a MDSC, který je uveden v literatuře [74], je patrné že tepelný tok lze rozložit na dvě složky, kdy klasické DSC měří sumu, avšak pomocí modulace je možno oddělit na tzv. reverzibilní a nereverzibilní složku tepelného toku. Reverzibilní složka je výhodná při hodnocení skelného přechodu a nereverzibilní složka se používá k měření entalpické relaxace, krystalizace [74].

Modulovanou DSC byla naměřena jedna sada vzorků, kdy grafické znázornění průběhů křivek klasické DSC v porovnání s křivkami získanými MDSC je znázorněno na Obr. 27. Z termogramů je evidentní stejný trend, změna je pouze v hodnotách, kdy v případě DSC je změna výraznější, a proto byla zařazena do hlavní části práce. Z číselných hodnot teploty tavení uvedených v Tab. 18, je zjevné, že pro všechny testované materiály je změna teploty minimálně, maximálně se jedná o 0,5 °C. Výrazná změna v průběhu tepelného toku je u materiálu HFFR + 5 % HNT, kde dochází k poklesu tepelného toku v minimu, větší pro první vrchol než u druhého vrcholu.

Tab. 18: Číselné hodnoty teploty tavení klasické DSC a MDSC.

<b>Materiál</b>	LLDPE	LLDPE + 5 % HNT	HFFR	HFFR + 5 % HNT
<b><math>T_{mDSC}</math> (°C)</b>	122,57	122,97	123,12	122,9
<b><math>T_{mMDSC}</math> (°C)</b>	122,24	122,4	122,9	123,47



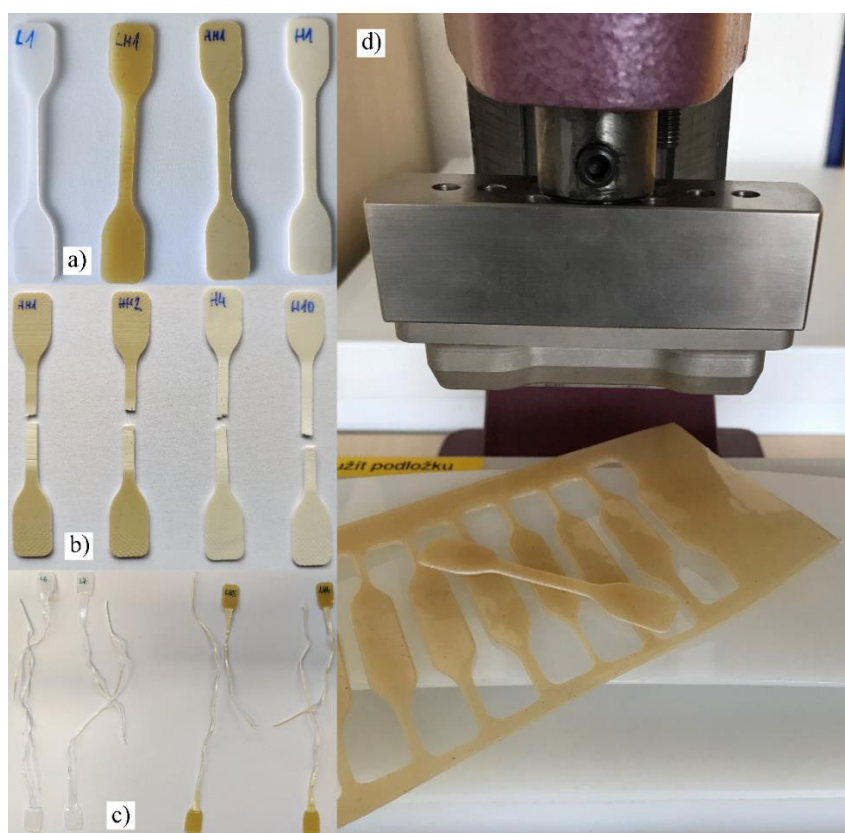
Obr. 27: Výsledné termogramy pro MDSC: a) LLDPE, b) LLDPE + 5 % HNT, c) HFFR, d) HFFR + 5 % HNT.



## D Doplnující informace k mechanickým zkouškám

K přípravě vzorků tvaru oboustranných lopatiček z fólií daného materiálu byla využita raznice, viz Obr. 28d), kde rozměry lopatičky odpovídají normě ČSN EN ISO 527-2. K výpočtu parametrů  $\varepsilon_y$ ,  $\varepsilon_b$ ,  $\sigma_y$  a  $\sigma_b$  bylo zapotřebí změřit a vypočítat obsah průřezu zúžené části lopatičky. K měření byl využit digitální mikrometr a posuvné měřítko. Byly měřeny rozměry na třech místech, na okrajích zúžené části a uprostřed. Pro výpočty mechanických parametrů byl určen průměrný obsah zúžené části lopatičky.

Významný rozdíl mezi vzorky HFFR a LLDPE po tahové zkoušce, ať už s plnivem nebo bez něj, je vidět na Obr. 28a). U obou testovaných materiálů dochází při tahové zkoušce ke tvorbě tzv. krčku, který je charakteristický pro termoplastické materiály po překročení meze kluzu. To je výsledek uspořádání řetězce do směru tahu, z původního náhodného uspořádání, to má za důsledek deformační zpevnění [75]. Avšak HFFR směs nedosahovala takového prodloužení jako LLDPE, což může být způsobeno vyšším podílem rozvětvených makromolekul oproti nerozvětvených nebo jen s krátkými postranními řetězci. LLDPE má také všechny řetězce na stejné bázi (C-H), ale u HFFR je chemická struktura složitější, a to může mít vliv na velikost sil mezimolekulárních vazeb.



Obr. 28: Fotodomunetace vzorků při měření mechanických vlastností: a) vzorky před měřením b) vzorky HFFR (vpravo) a HFFR + 5 % HNT (vlevo) po měření, c) vzorky LLDPE (vlevo) a LLDPE + 5 % HNT (vpravo) po měření, d) pohled na raznici.