

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ**

**KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ**

## **DIPLOMOVÁ PRÁCE**

**DIAGNOSTICKÉ METODY PRO HODNOCENÍ  
KAPALNÝCH IZOLANTŮ**

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická

Akademický rok: 2015/2016

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Josef KALABZA**  
Osobní číslo: **E13N0011P**  
Studijní program: **N2612 Elektrotechnika a informatika**  
Studijní obor: **Komerční elektrotechnika**  
Název tématu: **Diagnostické metody pro hodnocení kapalných izolantů**  
Zadávající katedra: **Katedra technologií a měření**

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

1. Uveďte základní dělení izolačních kapalin.
2. Definujte degradační parametry izolačních kapalin a uveďte jakým způsobem ovlivňují jejich vlastnosti.
3. Uveďte soubor diagnostických metod použitelných pro hodnocení stavu izolačních kapalin.
4. Aplikujte vybrané metody na konkrétní vzorek izolační kapaliny používané v elektrotechnice.
5. Na základě dosažených výsledků zhodnoďte možnost použití vybraných metod pro analýzu životnosti.



Rozsah grafických prací: podle doporučení vedoucího

Rozsah kvalifikační práce: 40 - 60 stran

Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

1. MENTLÍK, V.; PIHERA, J.; POLANSKÝ, R.; PROSR, P.; TRNKA, P. Diagnostika elektrických zařízení. 1. vyd. Praha : BEN - technická literatura, 2008. 439 s. ISBN 978-80-7300-232-9.
2. MENTLÍK, Václav. Dielektrické prvky a systémy. Praha : Technická literatura BEN, 2006. 240 s. ISBN 80-7300-189-6.
3. Internetové informační zdroje - databáze ScienceDirect, IEEE, Scopus.

Vedoucí diplomové práce: Ing. Pavel Prosr, Ph.D.

Katedra technologií a měření

Datum zadání diplomové práce: 15. října 2015

Termín odevzdání diplomové práce: 16. května 2016

Doc. Ing. Jiří Hammerbauer, Ph.D.

děkan



Doc. Ing. Vlastimil Skočil, CSc.

vedoucí katedry

V Plzni dne 15. října 2015



## **Abstract**

The text is divided into six parts: the first one deals with the basic division of the insulating fluids, the second one focuses on the degradation parameters that act on the insulating fluids. The third one describes the characteristics of the insulating fluids. In the fourth one, there is a description of the diagnostic methods which are used for the evaluation of the state of the insulating fluids. It is followed by the description of the used insulating fluid and the statement of the results and the evaluation of the measured figures.

## **Key words**

Mineral oil, vegetable oil, synthetic oil, degradation parameters, electric strength, infra-red spectroscopy, gas chromatography, simultaneous thermal analysis

## **Prohlášení**

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

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

V Plzni dne 16.5.2016

Bc. Josef Kalabza

.....

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce Ing. Pavlovi Prosovi, Ph.D. za cenné profesionální rady, připomínky a metodické vedení práce. Také bych chtěl poděkovat Ing. Anně Čejkové a Ing. Petrovi Kadlecovi za pomoc při experimentálním měření.

Tato diplomová práce vznikla s podporou Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy ČR v rámci projektu RICE – Nové technologie a koncepce pro inteligentní systémy, číslo projektu LO1607.

# Obsah

<b>OBSAH</b> .....	<b>8</b>
<b>SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK</b> .....	<b>9</b>
<b>ÚVOD</b> .....	<b>11</b>
<b>1 ZÁKLADNÍ DĚLENÍ IZOLAČNÍCH KAPALIN</b> .....	<b>12</b>
1.1 MINERÁLNÍ OLEJE.....	13
1.2 ROSTLINNÉ OLEJE .....	15
1.3 SYNTETICKÉ OLEJE .....	16
<b>2 DEGRADAČNÍ PARAMETRY IZOLAČNÍCH KAPALIN</b> .....	<b>17</b>
2.1 PŮSOBNÍ VLHKOSTI.....	17
2.2 PŮSOBNÍ TEPLoty .....	18
2.3 OXIDAČNÍ STÁRNUTÍ.....	20
2.4 ČÁSTEČNÉ VÝBOJE .....	21
<b>3 VLASTNOSTI IZOLAČNÍCH KAPALIN</b> .....	<b>21</b>
3.1 ELEKTRICKÁ PEVNOST .....	22
3.2 VNITŘNÍ REZISTIVITA .....	23
3.3 ZTRÁTOVÝ ČINITEL.....	23
3.4 VSKOZITA .....	24
3.5 BOD VZPLANUTÍ .....	25
3.6 BOD TUHNUTÍ .....	25
3.7 BARVA.....	25
3.8 ČÍSLO KYSELOSTI.....	26
3.9 OBSAH INHIBITORŮ.....	27
<b>4 DIAGNOSTICKÉ METODY PRO HODNOCENÍ STAVU IZOLAČNÍCH KAPALIN</b> .....	<b>27</b>
4.1 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE .....	27
4.2 PLYNOVÁ CHROMATOGRFIE .....	32
4.3 SIMULTÁNNÍ TERMICKÁ ANALÝZA (STA).....	35
<b>5 OLEJ TECHNOL 2000 = LYRA X</b> .....	<b>36</b>
<b>6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b> .....	<b>38</b>
6.1 MĚŘENÍ PRŮRAZNÉHO NAPĚTÍ – ELEKTRICKÁ PEVNOST.....	38
6.2 MĚŘENÍ INFRAČERVENÉ SPEKTROSKOPIE .....	42
6.3 MĚŘENÍ STA .....	48
6.4 ŠIROKOPÁSMOVÁ DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE .....	52
<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>55</b>
<b>SEZNAM LITERATURY</b> .....	<b>57</b>
<b>PŘÍLOHA A – PŘÍPRAVA VZORKŮ</b> .....	<b>61</b>
<b>PŘÍLOHA B – NAMĚŘENÉ HODNOTY PRŮRAZNÉHO NAPĚTÍ</b> .....	<b>62</b>
<b>PŘÍLOHA C – INFRAČERVENÉ SPEKTRUM VŠECH VZORKŮ OLEJE</b> .....	<b>65</b>
<b>PŘÍLOHA D – GRAFY JEDNOTLIVÝCH VZORKŮ OLEJE - STA</b> .....	<b>66</b>
<b>PŘÍLOHA E – FREKVENČNÍ ZÁVISLOSTI EPS' A EPS''</b> .....	<b>70</b>



## Seznam symbolů a zkratk

k	rychlostní konstanta
A	faktor udávající frekvenci střetávajících se molekul [ $s^{-1}$ ],
E	aktivační energie [ $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ],
R	univerzální plynová konstanta $8,31441[\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}]$
T	absolutní teplota [K]
$E_p$	elektrická pevnost [kV/mm]
$U_p$	průrazné napětí [kV]
d	vzdálenost elektrod [mm]
$\rho_v$	vnitřní rezistivita [ $\Omega\cdot\text{m}$ ]
$\epsilon_0$	permitivita vakua $8,8\cdot 10^{-12} [\text{F}\cdot\text{m}^{-1}]$
$C_0$	kapacita prázdné měřicí nádoby [F]
$R_v$	naměřená hodnota vnitřního elektrického odporu [ $\Omega$ ]
$\tau$	smykové napětí [ $\text{Pa}\cdot\text{s}$ ]
$\eta$	konstanta úměrnosti [ $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$ ]
$\frac{dv}{dy}$	gradient rychlosti
v	kinetická viskozita [ $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ]
$\eta$	konstanta úměrnosti [ $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$ ]
$\rho$	hustota kapaliny [ $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ]
KOH	hydroxid draselný
f	faktor 0,1 M KOH
a	spotřeba roztoku
v	navážka vzorku oleje [g]
N	molarita titračního alkoholového roztoku KOH
v	frekvence [Hz]
c	rychlost světla $3\cdot 10^{10}[\text{cm}\cdot\text{s}^{-1}]$
$\lambda$	vlnová délka [cm]
FITR	infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací
$I_R$	odražené záření
$I_S$	rozptýlené záření
$I_T$	procházející záření

I <sub>A</sub>	absorbované záření
K <sub>D</sub>	distribuční konstanta
c <sub>s</sub>	rovnovážná koncentrace složky ve stacionární fázi
c <sub>m</sub>	rovnovážná koncentrace složky v mobilní fázi
STA	simultánní termická analýza
TGA	termogravimetrická analýza
DTA	diferenční termická analýza
DSC	diferenční skenovací kalorimetrie
tgσ	ztrátový činitel

## Úvod

Izolační kapaliny jsou důležitou součástí izolačního systému v transformátoru, ale i v jiných zařízeních. V transformátorech se izolační kapaliny používají nejen jako izolační médium, ale také slouží jako chladicí médium. Proto jsou na tyto kapaliny – oleje kladeny takové nároky. Používané oleje se rozdělují podle původu na syntetické a přírodní, přičemž přírodní se dále dělí na minerální a rostlinné. K nejpoužívanějším izolačním olejům patří minerální olej, který je získáván destilací ropy. Velkou nevýhodou tohoto oleje je jeho špatná biologická odbouratelnost. Syntetické oleje vznikly jako alternativa k minerálním olejům. Výhodou těchto olejů je jejich šetrnost k životnímu prostředí, lepší odolnost proti stárnutí nebo vyšší odolnost proti hoření. Proto se používají tam, kde je kladem důraz na požární bezpečnost, lidské zdravý či žitní prostředí.

Během provozu transformátoru působí na izolační kapaliny řada degradačních mechanismů, které ovlivňují vlastnosti těchto kapalin. Mezi tyto degradační mechanismy patří např. vlhkost, teplota, oxidace nebo částečné výboje. Všechny tyto mechanismy nepůsobí jen na izolační kapalinu, ale na celé zařízení a tím způsobí snížení jeho životnosti. Snížení životnosti nebo dokonce zničení zařízení má za následek vynaložení výdajů na opravu či koupi nového zařízení. Proto je nutné tyto degradační mechanismy sledovat a tak předcházet poruchám na zařízení.

Izolační kapaliny mají mnoho parametrů, podle kterých se dá určit stupeň degradace. Mezi tyto parametry patří např. elektrická pevnost, ztrátový činitel, číslo kyselosti nebo obsah inhibitorů. Díky sledování těchto parametrů se může určit stupeň degradace izolační kapaliny.

Ke sledování parametrů izolačních kapalin se v dnešní době používá řada diagnostických metod. Tyto metody mají často velmi vysokou vypovídající schopnost o stavu izolační kapaliny. Mezi tyto metody patří infračervená spektroskopie, plynová chromatografie nebo simultánní termická analýza. Pomocí infračervené spektroskopie je možné určit hodnoty antioxidantu a s tím související stupeň oxidace. Plynová chromatografie poskytne přesné informace o plynech, které vznikají v důsledku provozu zařízení. Statistická termická analýza zjišťuje fyzikální a chemické vlastnosti v závislosti na teplotě a času.

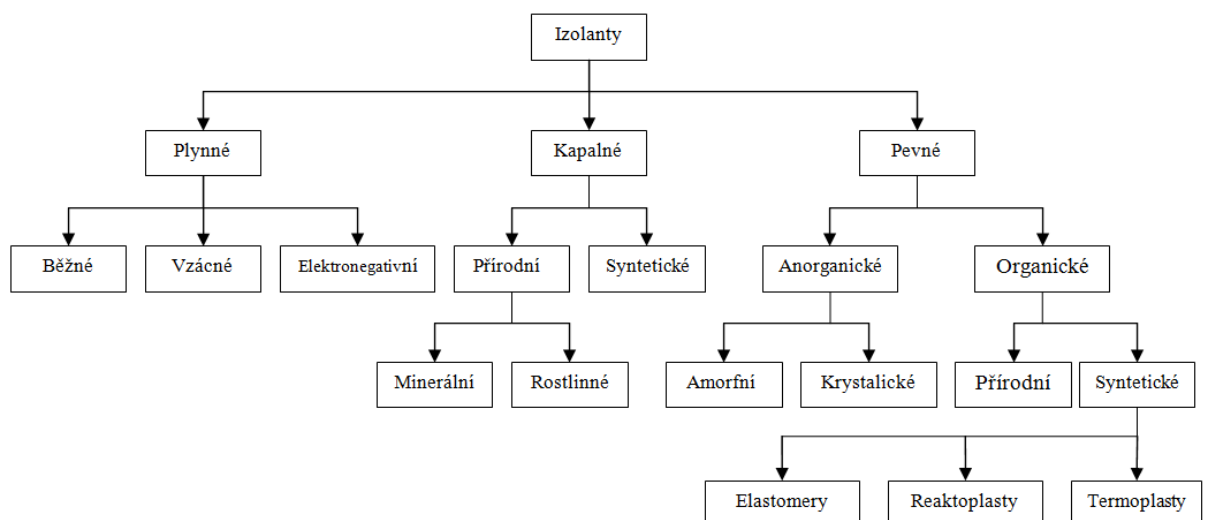
# 1 Základní dělení izolačních kapalin

Izolanty používané v elektrotechnice se dělí na plynné, kapalné a pevné, a ty se dále dělí podle původu a druhu. Kapalně izolanty se z hlediska původu dělí na přírodní a syntetické, přičemž přírodní kapaliny se dále dělí na minerální a rostlinné (obr. 1.1). Kapaliny tvoří přechod mezi plynnými a pevnými izolanty [1, 7].

Izolační kapaliny se využívají v mnoha elektrotechnických oblastech. Nejvíce se s nimi setkáme ve formě izolačních olejů v transformátorech, kondenzátorech a kabelech. V tab. 1 jsou sděleny podstatné parametry olejů [1, 7].

V transformátorech se izolační oleje používají jako izolační médium a spolu s pevnými izolanty tak tvoří velmi účinný systém olej-papír. Díky svým vlastnostem jako je tepelná kapacita, tepelná vodivost, se nepoužívají jen k odizolování dvou míst, ale také jako chladicí médium. Další výhodou kapalných izolačních kapalin je, že dokonale vyplní prostor, ve kterém se nachází [1, 7].

Na izolační kapaliny používané v transformátoru jsou kladeny vysoké nároky a musí splňovat mnoho různých vlastností. Mezi fyzikální vlastnosti patří viskozita, tepelná vodivost, hustota či bod vzplanutí. K elektroizolačním vlastnostem se řadí rezistivita, elektrická pevnost a ztrátový činitel. Nevýhodou izolačních kapalin používaných v transformátoru, je jejich postupná degradace. Na degradaci kapalin se podílí mnoho faktorů, jako je například oxidace, částečné výboje, teplota, hydrolýza [1, 7].



Obr 1.1 Rozdělení izolačních kapalin překresleno z [7]

V tabulce 1.1 je přehled kapalných izolantů, které byly dříve nejpoužívanější. Pro své nepříznivé vlastnosti byly nahrazeny kapalnými dielektriky, která jsou biologicky odbouratelná.

Tab. 1.1 Dielektrické vlastnosti kapalných izolantů převzato z [7]

olej	teplota tuhnutí	teplota vzplanutí	relativní permitivita	Ztrátový činitel	elektrická pevnost	
	$\vartheta_t(^{\circ}\text{C})$	$\vartheta_v(^{\circ}\text{C})$	$\epsilon_r(-)$ při 20 $^{\circ}\text{C}$	$\text{tg } \delta(-)$ při 20 $^{\circ}\text{C}$	nevysušen	vysušen
					Ep (kV · cm-1)	
transformátorový BTS	$\leq -45$	$> 130$	2,1 – 2,4	$\leq 0,015$	$> 92$	$> 200$
transformátorový BTS	-40	135	2,1 – 2,4	0,015	$> 92$	$> 200$
kabelový vn	$\leq -8$	$>220$	-	-	-	
kondenzátorový	$\leq -40$	$>130$	2,1- 2,25	$<0,0012$	$> 200$	

## 1.1 Minerální oleje

Minerální oleje patří k nejpoužívanějším kapalným izolantům. Získávají se destilací z ropy. Výroba minerálního oleje zahrnuje odasfaltování, rafinaci, odparafinování, dorafinaci, mísení a dorafinaci. Při odasfaltování dochází k odstranění asfaltických látek. Při rafinaci se odstraňují nežádoucí látky, jako jsou aromáty a heteroslučeniny. Po odstranění těchto látek olej získá lepší vlastnosti. V dalším kroku odparafinování dochází k odstranění tuhých uhlovodíků a tím ke zmenšení bodu tuhnutí. Dorafinace slouží k odstranění zbytků nežádoucích látek. A nakonec následuje mísení a aditivace. Aditivace slouží ke zlepšení vlastností oleje tím, že se do základového oleje přidají různé přísady (aditiva) [2].

Minerální oleje jsou z hlediska chemického směsí uhlovodíků. Převážný díl tvoří uhlovodíky (97%) dále pak sloučeniny síry, dusíku, kyslíku a kovy. Dále jsou v oleji rozpuštěné tuhé látky, jako je parafin a rozpuštěné plynné látky, mezi které patří ethan, butan, oxid uhličitý, dusík a vzácné plyny [3].

Největší nevýhodou minerálních olejů je jejich špatná biologická odbouratelnost. Další nevýhodou minerálních olejů je, že mají vlastnost navlhat a oxidovat. Tím dochází k degradaci a zrychlení stárnutí. Stárnutí oleje je způsobeno fyzikálně-chemickými procesy. Mezi nejhorší procesy, které působí na olej, patří vysoká teplota způsobená vinutím [3, 4].

V současné době je snaha nahrazovat minerální oleje jinými oleji, které jsou šetrnější k životnímu prostředí. Jedná se o oleje rostlinné a syntetické.

Tab. 1.2 Uhlovodíky v oleji a jejich strukturní vzorce překresleno [ 8 ]

Uhlovodíky	Strukturní vzorec	
Parafinické Nerozvětvené   Rozvětvené	$\text{--- CH}_2 \text{ --- CH}_2 \text{ --- CH}_2 \text{ --- CH}_2 \text{ --- CH}_2 \text{ ---}$ $\begin{array}{ccccccc} \text{--- CH}_2 & \text{--- CH}_2 & \text{--- CH}_2 & \text{--- CH}_2 & \text{--- CH} & \text{---} & \\ & & & &   & & \\ & & & & \text{CH}_2 & \text{--- CH} & \\ & & & & &   & \\ & & & & & \text{CH}_3 & \end{array}$	Nasycené uhlovodíky
Naftenické	$\begin{array}{ccc} & \text{CH}_2 & \\ & / \quad \backslash & \\ \text{CH}_2 & & \text{CH}_2 \\   & &   \\ \text{CH}_2 & & \text{CH}_2 \\   & &   \\ \text{CH}_2 & \text{---} & \text{CH}_2 \end{array}$ $\begin{array}{ccc} & \text{CH}_2 & \\ & / \quad \backslash & \\ \text{CH}_2 & & \text{CH}_2 \\   & &   \\ \text{CH}_2 & & \text{CH}_2 \\ \backslash & & / \\ & \text{CH}_2 & \end{array}$	
Aromatické	$\begin{array}{ccc} & \text{CH}_2 & \\ & // \quad \backslash & \\ \text{CH}_2 & & \text{CH}_2 \\   & &    \\ \text{CH}_2 & & \text{CH}_2 \\ // & & \backslash \\ & \text{CH}_2 & \end{array}$	Nenasycené uhlovodíky

Minerální oleje lze podle směsi různých uhlovodíků, způsobu zpracování ropy a podle vlastností výsledného oleje rozdělit do tří skupin (viz. tab.1.2 ) [3].

Parafinické oleje (alkalické) mají obecný vzorec  $C_nH_{2n+2}$ . Mezi jejich vlastnosti patří vysoký bod vzplanutí, chemické stálost, dobrá viskozitní křivka a menší permitivita. Jako oleje na parafinické bázi označujeme produkty, obsahující převážně uhlovodíky s parafinickou vazbou [4].

Naftenické oleje jsou cyklické nasycené uhlovodíky (uhlovodíky obsahující pouze jednoduché vazby) s obecným vzorcem  $C_nH_{2n}$ . Jako naftenické oleje označujeme oleje, které obsahují převážnou část uhlovodíků (více jak 38%) v naftenické vazbě X(N). Oleje pro chladicí kompresory na naftenické bázi mají zpravidla velmi nízký bod tuhnutí. Používají se pro mobilní klimatizační zařízení, klimatizační jednotky autobusů a motorových vozidel[4].

Aromatické oleje jsou směsi nenasyčených uhlovodíků (uhlovodíky, které obsahují jednu nebo více násobných vazeb) a díky jejich toxicitě jsou využívány v malém množství. Mají obecný vzorec  $C_nH_{2n-6}$  a jsou charakteristické svým zápachem [7].

## 1.2 Rostlinné oleje

Rostlinné oleje jsou z chemického hlediska směsí esterů, glycerinů a nenasyčených mastných kyselin. Dají se rozdělit na oleje vysychavé, mezi které patří lněný a dřevný a nevysychavé, mezi které patří ricinový. Tyto oleje se získávají lisováním semen olejních rostlin nebo semen olejních dřevin. Po lisování následuje proces rafinace, při které se olej čistí od nežádoucích látek, které snižují izolační vlastnosti. Největší výhodou od olejů minerálních je jejich šetrnost k životnímu prostředí. Další výhodou jsou dobré elektrické vlastnosti a vysoký bod vzplanutí. Jejich nevýhodou je, že na sebe vážou velké množství vody. Průmyslové využití rostlinných olejů je v dnešní době široké tab. 1.3 [3, 10].

Tab. 1.3 Využití rostlinných olejů překresleno z [5,6]

Olej	Průmyslové využití
sojový	laky, barvy, mýdla, stabilizátory PVC
slunečnicový	barvy, laky
světlicový	rychleschnoucí technické oleje, alkydové pryskyřice, laky, barvy,

řepkový	mazadla, tenzidy, barvy, laky, PE aditiva, hydraulický a motorový olej
lněný	barvy, laky, linolea, tiskařské barvy, alkydové pryskyřice, změkčovadla
makový	vysoce jakostní barvy
hořčičný	mýdla, léčiva, textilní průmysl
ricinový	sebazinová kyselina pro změkčovadla a polyamidy, rozpouštědla, laky, barvy, hydraulické kapaliny, mazadla, linolea, alkydové plasty
tungový	rychleschnoucí barvy, lodní nátěry, venkovní nátěry, laky, fermeže

### 1.3 Syntetické oleje

Syntetické oleje vznikly jako alternativa k olejům minerálním, které jsou nešetrné k životnímu prostředí. Jelikož syntetické oleje lépe odolávají stárnutí, mají vyšší odolnost proti hoření, pomaleji stárnou a jsou všeobecněji snadněji odbouratelné. Díky jejich vyšší ceně je jejich rozšíření pomalejší. Používají se tam, kde je požadována zvýšená bezpečnost (zástavba, zdroj pitné vody) [7, 3].

Syntetické oleje se dle výroby dělí na [7]:

- kapaliny vzniklé polymerací nenasycených uhlovodíků
- chlorované uhlovodíky
- fluorované sloučeniny
- organické estery
- silikonové kapaliny.

Kapaliny vzniklé polymerací nenasycených uhlovodíku se označují jako polybutyleny. Polybutyleny jsou nepolární, ekologicky nezávadné látky vykazující odolnost proti oxidaci a záření [7].

Chlorované uhlovodíky jsou deriváty benzenu a difenylu. Pro svoji ekologickou závadnost a škodlivým účinkům na zdraví byly zakázány. Jedním ze zástupců chlorovaných



uhlovodíků je pentachlordifenyl. Je to sloučení s elektrickou pevností  $110 \text{ kV}\cdot\text{cm}^{-1}$  a obsahem pěti atomů chlóru. Teplota tuhnutí pentachlordifenyly je  $-40 \text{ }^\circ\text{C}$  a  $\varepsilon_r = 4,7$  [7].

Fluorované sloučeniny jsou deriváty uhlovodíků, aminů, esterů. Fluorované sloučeniny jsou chemicky stabilní do teploty  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ , ale při vyšších teplotách se musí brát v úvahu přítomnost a toxicita chlóru. Mezi jejich přednosti patří elektroizolační vlastnosti. Při působení elektrického výboje a vlhkosti vznikají kyseliny, které obsahují fluor a neblaze působí na izolační systém a některé kovy. Jejich využití je v transformátorech a výkonových spínačích [7].

Organické estery jsou vyráběny pomocí chemické syntézy. Vyznačují se vysokým bodem hoření a vzplanutí, ale také viskozitou. Větší viskozita má za následek zhoršení odvodu tepla a tím zvýšení nákladů na případná oběhová čerpadla. Používají se pro vysokofrekvenční kondenzátory a transformátory. Jedním ze zástupců organických esterů je MIDEL 7131, který se používá v místech, kde je nutná ochrana majetku a lidí [7, 3].

Silikonové kapaliny jsou hydrofobní, bezbarvé a ekologicky nezávadné. Někdy se nazývají jako polydimetylsiloxany. Mezi jejich kladné vlastnosti patří vysoký bod zápalu (do  $350 \text{ }^\circ\text{C}$ ), tepelná stálost, ekologická nezávadnost, nehořlavost a tepelná stálost v širokém rozsahu teplot. Nezpůsobují koroze kovů a nejsou agresivní vůči organickým izolantům. V praxi se používají pro distribuční transformátory [7].

## 2 Degradáčn  parametry izolačních kapalin

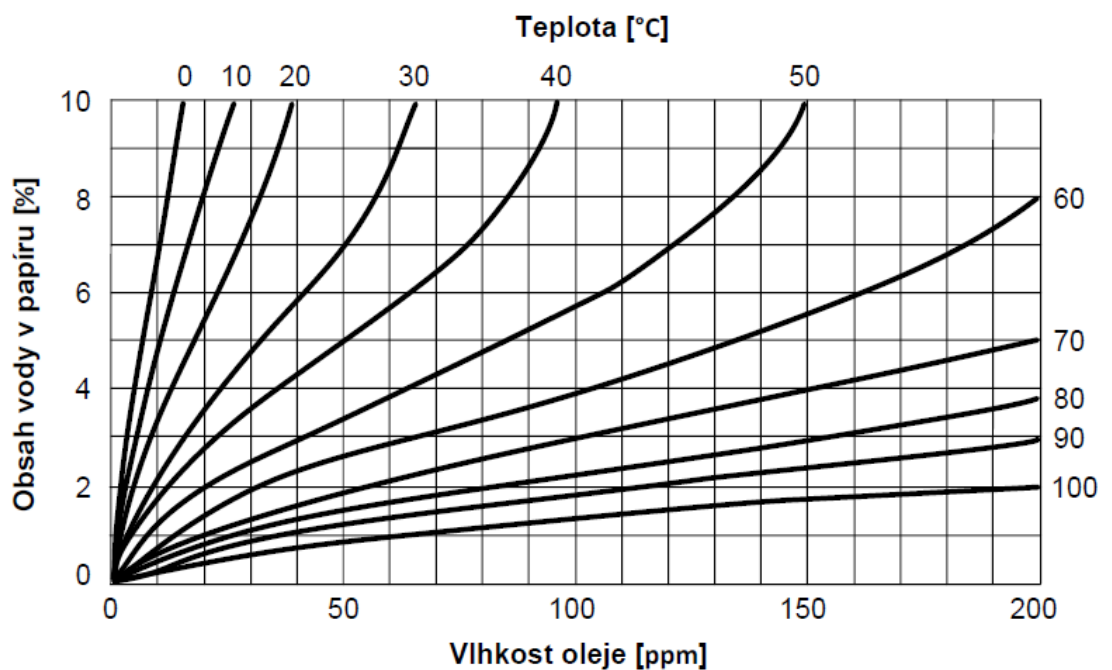
Následující kapitoly jsou věnovány degradačním mechanismům, které působí na izolační kapaliny. Nepůsobí jen na izolační kapaliny, ale na celý izolační systém. Od první chvíle, kdy je transformátor připojen do provozu, začínají na něj působit všechny degradační mechanismy. Degradáčn  činitel , které nejvíce ovlivňují izolační kapaliny, jsou vlhkost, teplota, oxidace a částečné výboje. Tyto činitel  způsobují změny fyzikálních, chemických či elektrických parametrů elektroizolačního systému a způsobují tak zhoršení provozní bezpečnosti.

### 2.1 Působení vlhkosti

Voda se v oleji vyskytuje v mnoha podobách. Najdeme tam vodu volnou, rozpuštěnou, emulgovanou a reakční. Volná voda se vyskytuje na dně nádoby a neovlivňuje přímo elektrické vlastnosti. Rozpuštěná voda se nachází ve spodních vrstvách oleje a lze ji odstranit vypuštěním spodní vrstvy. Emulgovaná voda je směs mikroskopických kapek vody a oleje.

Odstranění této vody je velmi těžké. Emulgovaná voda velmi zhoršuje elektrické vlastnosti oleje. Reakční vodu najdeme v nejteplejších místech stroje jako je vinutí nebo železné jádro. Tato voda se při kontaktu s chladnějšími vrstvami mění na vodu rozpuštěnou [1].

Degradační mechanismy spolu úzce souvisí. Proto působení teploty, které bude více rozebíráno v další kapitole, má nejen za následek vznik plyných produktů, ale také i zvyšování obsahu vlhkosti izolace. Jak je vidět z obr. 2.1 při teplotě 50°C je obsah vlhkosti 150 ppm a s rostoucí teplotou stále roste [19].



Obr.2.1 Obsah vody v závislosti na teplotě převzato z [18]

## 2.2 Působení teploty

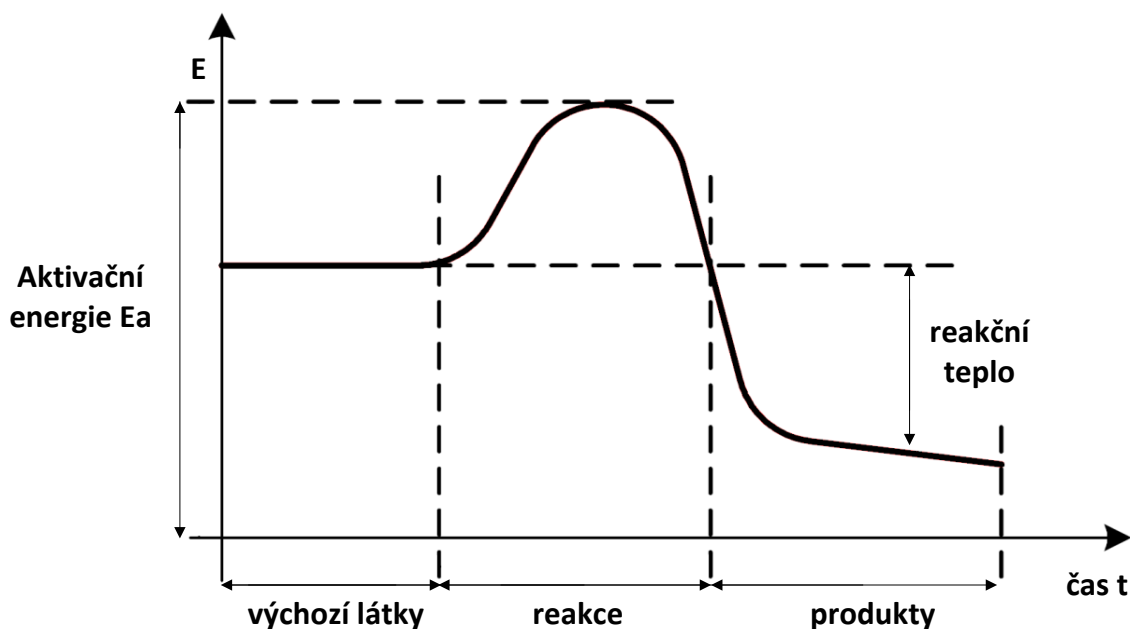
Tepelná degradace je významným činitelem, který způsobuje negativní změny elektrických a neelektrických parametrů. Ohřívání transformátoru a izolační kapaliny je vyvoláno ztrátami. Ty můžeme rozdělit na ztráty v magnetickém obvodu a ztráty ve vinutí. Ztráty v magnetickém obvodu jsou označovány jako ztráty v železe a značeny  $P_{FE}$ . Tyto ztráty jsou tvořeny vířivými proudy  $P_v$ , hysterezními  $P_h$  a přídavnými ztrátami  $P_d$ . Ztráty vířivými proudy vznikají v důsledku elektrické vodivosti feromagnetika. Velikost těchto ztrát je značně ovlivněna tloušťkou feromagnetika a jeho rezistivitou (měrným elektrickým odporem). Ztráty hysterezní jsou způsobeny pochody při změnách doménové struktury v magnetickém poli a jsou přímo úměrné stupni deformace krystalické mřížky daného feromagnetika. Velikost těchto ztrát je přímo úměrná kmitočtu  $f$  působícího magnetického pole a velikosti plochy

statické hysterezní smyčky. Ztráty přídavné jsou dány jako rozdíl mezi ztrátami v železe a součtem ztrát vířivými proudy a ztrátami hysterezními [19].

Ztráty ve vinutí můžeme označit ztrátami Jouleovými  $P_j$ . Jouleovy ztráty jsou způsobeny průchodem proudu vinutím. Můžeme je omezit pomocí transpozice vodičů. Celkové ztráty jsou potom součtem všech ztrát z jednotlivých částí.

Tím, jak provozujeme a zatěžujeme transformátor, můžeme ovlivňovat velikost ztrát. Čím více transformátor zatěžujeme, tím se zvětšují ztráty Jouleovy. Naopak při poklesu zatížení transformátoru se začínají více projevovat ztráty v železe. Bez ohledu na zatížení dochází stále k tepelnému zatěžování [19].

Tepelná energie umožňuje jednotlivým částicím překonávat energetické bariéry. Tato energie je nazývána aktivační. Její jednotkou je  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Pro vznik degradačních (částice opouští svůj stabilní stav) dějů stačí látce dodat tuto aktivační energii viz. obr. 2.2 [1].



Obr.2.2 Aktivační energie překresleno z [1]

Obecně platí, čím má látka větší aktivační energii, tím více odolává chemickým reakcím, které způsobují degradaci. Rychlost reakce, jak je vidět z obrázku 2.2, není v celém intervalu stálá. Je závislá na okamžité teplotě a koncentraci reagujících složek. Pro výpočet rychlostní konstanty  $k$  je použito Arrheniovy rovnice [1]:

$$k = A \cdot e^{-\frac{E}{RT}} \quad (2.1)$$

- kde A je faktor udávající frekvenci střetávajících se molekul [ $s^{-1}$ ],  
E je aktivační energie [ $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ],  
R je univerzální plynová konstanta  $8,31441[\text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}]$ ,  
T je absolutní teplota [K].

### 2.3 Oxidační stárnutí

Oxidace patří k hlavním příčinám stárnutí izolačních olejů. Oxidace je přirozený jev, který probíhá při styku oleje s kyslíkem. Při zvýšené teplotě, přístupu světla nebo katalýzou s ořetovými kovy se proces oxidace urychluje. Minerální oleje jsou tvořeny uhlovodíky a právě na uhlovodíkových vazbách mezi uhlíkem a vodíkem se uskutečňují oxidační reakce. Produkty oxidace jsou kyslíkaté látky (ketony, étery, kyseliny, estery). Tyto kyslíkaté látky mohou dále podléhat kondenzačním a polymeračním reakcím a ty dále vedou ke zvýšení čísla kyselosti nebo viskozity oleje [15, 21].

Izolační kapaliny jsou složité směsi několika typů uhlovodíků. Uhlovodíky mají různý sklon k oxidaci. Nasycené uhlovodíky považujeme za oxidačně nejstabilnější. Mezi ty nejstabilnější patří n-alkany (parafíny). Rozvětvené uhlovodíky (isoalkany) mají také velmi dobrou oxidační stabilitu. Na rozdíl od nasycených uhlovodíků jsou nenasycené uhlovodíky při oxidaci velmi reaktivní. Proto jsou považovány za nežádoucí. Aromatické uhlovodíky mají také menší oxidační stabilitu než nasycené uhlovodíky. Z toho vyplývá, že nízký obsah aromatických sloučenin a vysoký obsah nasycených uhlovodíků má za následek větší oxidační stabilitu [15, 21].

Oxidační stabilita je jednou z důležitých vlastností olejů, a proto byly ve 30. letech 20. století využity chemické sloučeniny, které oxidační stabilitu upravují. Používají se tzv. nízkoteplotní a vysokoteplotní antioxidanty. Nízkoteplotní jsou účinné do teplot  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Vysokoteplotní působí nejlépe kolem teploty  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  a používají se především pro motorové oleje [21].

Oxidačním stárnutím nevzniká jen velké množství kyslíkatých látek, vznikají i vedlejší produkty jako je oxid uhličitý, reakční voda a kaly. Kaly vznikají pokračující polymerací a polykondenzací. Kaly se v transformátoru usazují na povrchu teplejších míst vinutí a plechů a mohou ucpávat místa mezi vinutím. To vede ke zvýšení teploty vodičů. Všechny tyto produkty zhoršují elektrické vlastnosti oleje [20, 21].

Oxidaci v olejích nejde odstranit, lze ji jen zpomalit. Zpomalit ji můžeme přidáním vhodných antioxidantů a pravidelnou diagnostikou [20].

## 2.4 Částečné výboje

Částečný výboj je zvláštním druhem elektrického výboje. U klasického výboje dochází k průrazu dielektrika v celé délce mezi elektrodami, u částečného výboje dochází k průrazu jen v části tohoto dielektrika. Zařízení po působení částečného výboje může pokračovat v činnosti, protože zbylá izolace má dostatečně velkou elektrickou pevnost. Podle normy ČSN EN 60270 je částečný výboj definován jako: „lokalizovaný elektrický výboj, který pouze částečně přemostí izolaci mezi vodiči a který se může nebo nemusí objevit v okolí vodiče. Běžná doba působení částečného výboje se pohybuje pod 1  $\mu$ s [22, 23].

Částečné výboje vznikají zejména ve vysokonapěťových izolačních systémech. Vznikají v malých plynových dutinkách, které vzniknou špatnou výrobou izolace nebo v důsledku cizorodých nehomogenit v izolaci. V dutinkách dochází k působení elektrického pole a ionizaci výplně. Ionty a elektrony začínají narážet velkou energií na stěnu dutinky a tím jí narušují. Tím se dutinka pozvolna zvětšuje až do okamžiku, kdy intenzita elektrického pole dosáhne průrazné pevnosti izolačního materiálu. To je okamžik, kdy dojde k částečnému průrazu materiálu a také ke vzniku úzkého kanálku. Úzký kanálek může dále růst a rozvětlovat se – elektrický stromeček [24, 25].

Částečné výboje můžeme rozdělit podle místa výskytu na vnější (externí), vnitřní (interní) a povrchové částečné výboje. Vnější částečné výboje se vyskytují v okolí elektrod malých poloměrů nebo zakřivení. Vnitřní výboje najdeme nejčastěji v plynech, obklopených pevným nebo kapalným dielektrikem. Povrchové částečné výboje někdy označujeme jako klouzavé výboje a najdeme je v okolí elektrod na rozhraní pevného a plynného dielektrika [23, 24].

## 3 Vlastnosti izolačních kapalin

Základní dělení vlastností izolačních kapalin je na elektrické, fyzikální a chemické. V této kapitole budou jednotlivé vlastnosti popsány. Vlastnosti kapalin jsou hodnoceny podle odborných norem, ve kterých jsou uvedeny mezní hodnoty a postupy měření.

Mezi elektrické parametry patří elektrická pevnost, vnitřní rezistivita a ztrátový činitel. Mezi ty fyzikální nejčastěji zařazujeme hustotu, viskozitu, bod vzplanutí, bod tuhnutí a barvu.

### 3.1 Elektrická pevnost

Elektrická pevnost je schopnost materiálu odolávat elektrickému poli. Hodnota elektrické pevnosti je závislá na obsahu vody, nečistot, obsahu plynů, produktů stárnutí a je stanovena jako poměr průrazného napětí ke vzdálenosti elektrod [7]:

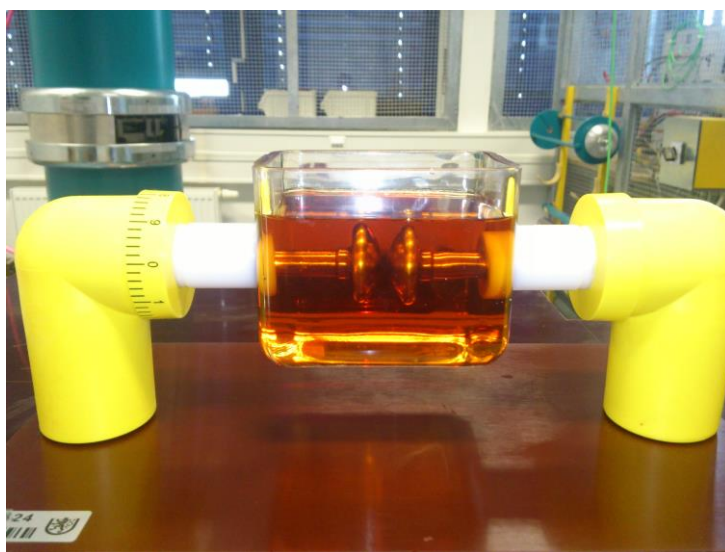
$$E_p = \frac{U_p}{d} \quad (3.1)$$

kde  $E_p$  je elektrická pevnost [kV/mm],

$U_p$  je průrazné napětí [kV],

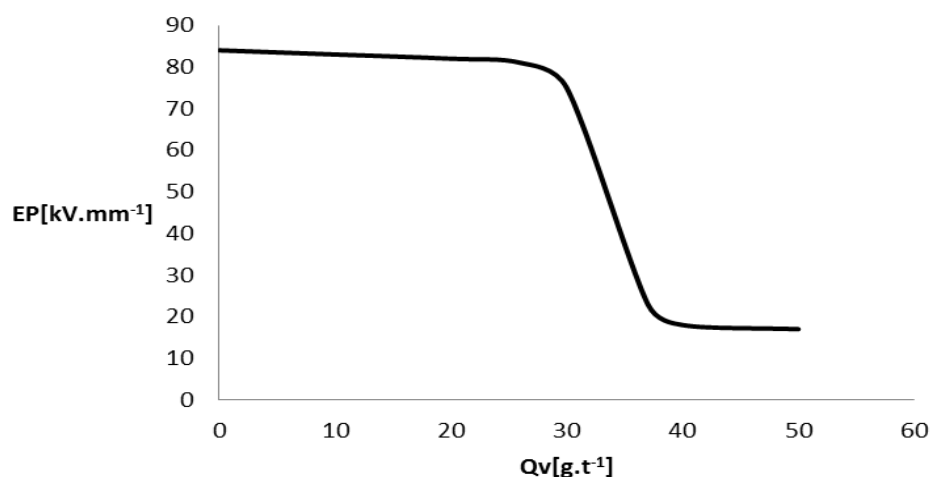
$d$  je vzdálenost elektrod [mm].

Elektrická pevnost je jeden z nejčastěji stanovovaných parametrů izolačních kapalin. Průrazné napětí je nejmenší napětí, při kterém vznikne přeskok mezi elektrodami. Pro měření a stanovení hodnoty průrazného napětí se používají definované elektrody vzdálené od sebe 2,5 mm s přesností  $\pm 0,05$  mm (izolační kapalina je nalita do zkušební nádoby obr.3.1, ve které jsou umístěny elektrody definovaného rozměru) [1].



Obr 3.1 Zkušební nádoba pro měření průrazného napětí

Na obr. 3.2 je vidět, jak voda způsobuje pokles elektrické pevnosti. Po překročení obsahu vody  $Q_v > 30 \text{ g.t}^{-1}$  dochází ke strmému poklesu elektrické pevnosti [1].



Obr.3.2 Závislost elektrické pevnosti  $E_p$  na obsahu vody  $Q_v$  překresleno z [1]

### 3.2 Vnitřní rezistivita

Vnitřní rezistivita je převrácená hodnota elektrické vodivosti. Je závislá na vlhkosti, obsahu nečistot, teplotě a také na velikosti měřícího napětí. Se zvýšením teploty se zvyšuje i viskozita (zvětšuje se pohyblivost iontů a rozptýlených částic) a to má za následek snížení rezistivity a naopak zvětšení elektrické vodivosti. Závislost rezistivity na teplotě je vidět na příkladu [14, 1].

Hodnotu vnitřní rezistivity v  $\Omega \cdot m$  stanovíme z následného vztahu [1]:

$$\rho_v = \frac{1}{\epsilon_0} \cdot C_0 \cdot R_v \quad (3.2)$$

kde  $\epsilon_0$  je permitivita vakua  $8,8 \cdot 10^{-12}$  [F·m<sup>-1</sup>],

$C_0$  je kapacita prázdné měřící nádoby [F],

$R_v$  je naměřená hodnota vnitřního elektrického odporu [ $\Omega$ ].

V praxi se více využívá jednotka  $\Omega \cdot cm$ , proto se musí celý vzorec vynásobit  $10^{-2}$  [1].

### 3.3 Ztrátový činitel

Ztrátový činitel naznačuje přítomnost polárních a iontových složek v oleji. To znamená, že reaguje na stárnutí oleje. Teplotní závislost  $\tan \delta$  může pomoci objevit přítomnost cizích rozpustných látek, například vody [1, 15].

Ztrátový činitel znázorňuje dielektrické ztráty. Ty jsou přímou úměrou příkonu, který se přeměňuje v teplo. Ztrátový činitel tedy závisí na teplotě a na frekvenci. S rostoucí teplotou činitel roste, ale s rostoucí frekvencí klesá [1].

### 3.4 Viskozita

Viskozita tekutiny je charakteristickou vlastností u reálných kapalin. U ideálních kapalin nemůžeme o viskozitě mluvit, protože má nulové vnitřní tření při pohybu jednotlivých vrstev kapaliny. Viskozita tedy popisuje vnitřní tření v reálné kapalině a udává, jak se tekutina brání tečení. Viskozita v kapalině je to samé, jako smykové tření mezi dvěma tělesy. Při viskózním proudění se přeměňuje kinetická energie na teplo. Viskozita kapalin závisí na teplotě a na tlaku. S rostoucím tlakem viskozita vzrůstá a naopak s rostoucí teplotou klesá. Například u transformátorů vyžadujeme, aby kapalina byla tekutá, tedy měla nižší viskozitu, z hlediska dobrého proudění izolačního média a dobrého chlazení [1, 13].

Přístroje používané k měření viskozity můžeme rozdělit do třech skupin na rotační, tělískové a kapilární. Rotační měření zjišťuje viskozitu ze síly, kterou je třeba vyvinout k otočení ponořeného předmětu v oleji. Při tělískové metodě se využívá kulového tělíska, které padá v měřené kapalině ve válci. Viskozita je poté určena z rychlosti pádu kulového tělíska. Kapilární viskozimetry pracují na principu tlakové ztráty při průchodu měřené kapaliny kapilárou. Mezi kapilární viskozimetry patří například Ubbelohdeho viskozimetr [1, 13].

Viskozita je důsledkem tečného napětí  $\tau$ . Toto tečné neboli smykové napětí vzniká mezi jednotlivými vrstvami kapaliny při jejich pohybu. Tečné napětí roste spolu s rostoucí rychlostí kapaliny od vrstvy k vrstvě. Smykové napětí vypočteme ze vztahu [1, 13]:

$$\tau = \eta \frac{dv}{dy} \quad (3.3)$$

kde  $\tau$  je smykové napětí [Pa·s],  
 $\eta$  je konstanta úměrnosti [ $\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ ],  
 $\frac{dv}{dy}$  je gradient rychlosti.

Konstanta úměrnosti je nazývána dynamickou viskozitou a její jednotkou  $\text{N} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}$  neboli Pa·s (pascalsekunda). U experimentálních měření se často používá kinetická viskozita. Kinetická viskozita je dána podílem dynamické viskozity a hustoty kapaliny. Vztah pro výpočet této viskozity je [1, 13]:



$$v = \frac{\eta}{\rho} \quad (3.4)$$

kde  $v$  je kinetická viskozita [ $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ],  
 $\eta$  je konstanta úměrnosti [ $\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ ],  
 $\rho$  je hustota kapaliny [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ].

### 3.5 Bod vzplanutí

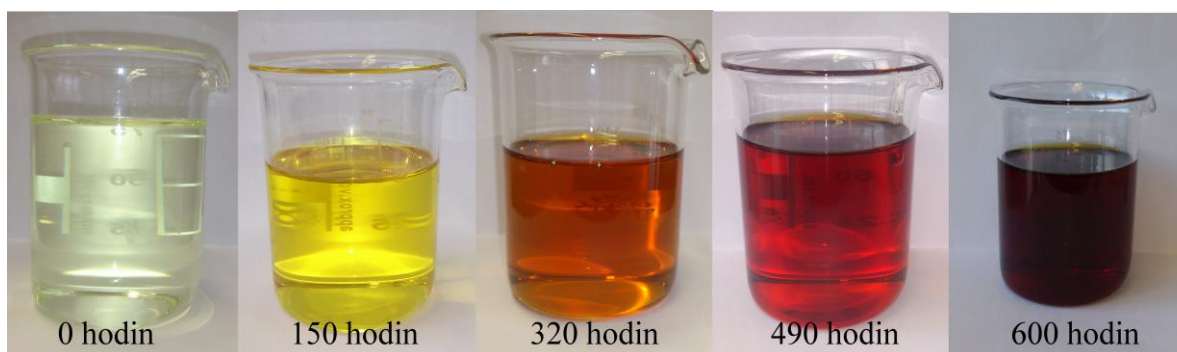
Bod vzplanutí je taková teplota, při které přiblížením otevřeného malého plamínku dojde k vzplanutí par smíšených se vzduchem. Rozlišujeme dvě intenzity par, při kterých dojde k vzplanutí. Směs par se vzduchem, kdy paliva je málo a vzduchu hodně, je spodní mez výbušnosti. Při této koncentraci dojde pouze k vzplanutí, nikoliv k hoření par. Pomocí zahřívání se vytvoří koncentrace par, kdy se dojde k horní mezi výbušnosti. V horní mezi obsahuje směr malá množství vzduchu a velké množství hořlaviny. To vede k trvalému zapálení směsi. Vzorky, u kterých se bod vzplanutí měří, by neměly obsahovat vodu. Obsah vody snižuje přesnost výsledku a také vyvolává pění vzorku. Bod vzplanutí se určuje z hlediska požární bezpečnosti [1, 16].

### 3.6 Bod tuhnutí

Zjištění bodu tuhnutí se provádí pomocí zkumavky. Ta se ponoří spolu se zkoušeným olejem do chladicího média a měří se změna teploty v závislosti na čase. Teplota na začátku měření klesá rychle, ale se změnou skupenství se téměř zastaví. Bod tuhnutí je tedy taková teplota, při které je změna v závislosti na čase nejmenší. U kapalin tuhoucích plynule bez ostrého přechodu, se teplota tuhnutí stanovuje podle viskozity. Viskozita se posuzuje podle pohyblivosti kapalné složky, která se stane při bodě tuhnutí nehybnou [16].

### 3.7 Barva

Barva oleje se porovnává se barevnými vzorky. Výsledek porovnání vystihuje číslo, případně číslo a písmeno. Jedním z přístrojů, kterým se měří barva oleje, je například Lovibondův tintometr [16]. Příklady barvy oleje jsou vidět na obr. 3.3.



Obr. 3.3 Barva oleje Lyra X

### 3.8 Číslo kyselosti

Číslo udává množství hydroxidu draselného (KOH), který je potřebný k neutralizaci kyselých složek v 1 gramu oleje. Podle kyselých látek obsazených v kapalině se stanovuje stupeň nebo míra degradace oleje [17].

Číslo kyselosti se stanovuje pomocí dvou metod, a to metodou potenciometrickou nebo stanovení čísla kyselosti na alkalickou modř 6B. Metoda potenciometrická je založena na stanovení čísla kyselosti z množství báze v miligramech hydroxidu draselného na gram vzorku, která zneutralizuje zkušební vzorek v roztoku. K měření se používá automatický titrátor. Určení čísla kyselosti na alkalickou modř 6B je založeno na titraci kyselých sloučenin alkoholickým roztokem hydroxidu draselného. Číslo kyselosti se poté vypočítá dle rovnice:

$$\check{C}K = \frac{a \cdot f \cdot N \cdot 56,11}{v} \quad (3.5)$$

- kde  $f$  je faktor 0,1 M KOH [17],  
 $a$  je spotřeba roztoku,  
 $v$  je navážka vzorku oleje [g],  
 $N$  je molarita titračního alkoholového roztoku KOH [17],  
 $\check{C}k$  je číslo kyselosti.

### 3.9 Obsah inhibitorů

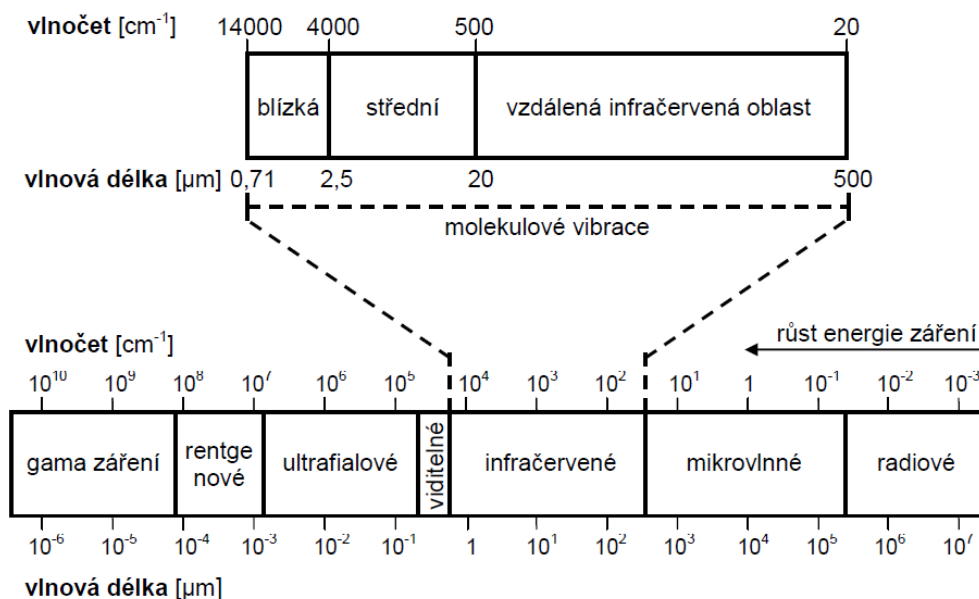
Inhibitory se do oleje přidávají z důvodu, aby si olej zachoval svoje vlastnosti a odolával tak vlivům stárnutí. Pro zpomalení tohoto stárnutí se přidává antioxidační inhibitor v množství 0,3 až 0,5 % hmotnosti. Množství přidávaných inhibitorů se postupem času a snižuje a tím dochází ke zhoršování vlastností. Obsah inhibitorů se stanoví kolorimetrickou metodou, chromatografickou metodou nebo infračervenou spektroskopií [1].

## 4 Diagnostické metody pro hodnocení stavu izolačních kapalin

Pro hodnocení kapalin se používá mnoho diagnostických metod. V této kapitole se podrobněji podíváme na infračervenou spektroskopii, plynovou chromatografii a simultánní termickou analýzu. Infračervená spektroskopie a simultánní termická analýza poté budou použity při měření vzorku oleje.

### 4.1 Infračervená spektroskopie

Infračervená spektroskopie je jistě jedním z nejdůležitějších analytických technik pro dnešní vědce. Jednou z velkých výhod infračervené spektroskopie je, že lze studovat prakticky každý vzorek v jakémkoliv stavu, ať už se jedná o plyn, kapalinu nebo pevnou látku. Infračervená spektroskopie patří do skupiny nedestruktivních metod. Zkoumaný vzorek tedy není měřením nijak poškozen. Infračervené spektrometry byly komerčně dostupné od roku 1940. Mezi nejvýznamnější pokrok v infračervené spektroskopii bylo zavedení spektrometrů s Fourierovou transformací (tzv. RTIR spektrometrů), které pracují na principu interference světla [33, 32].



Obr 4.1 Elektromagnetické záření a jeho oblasti překresleno z [33]

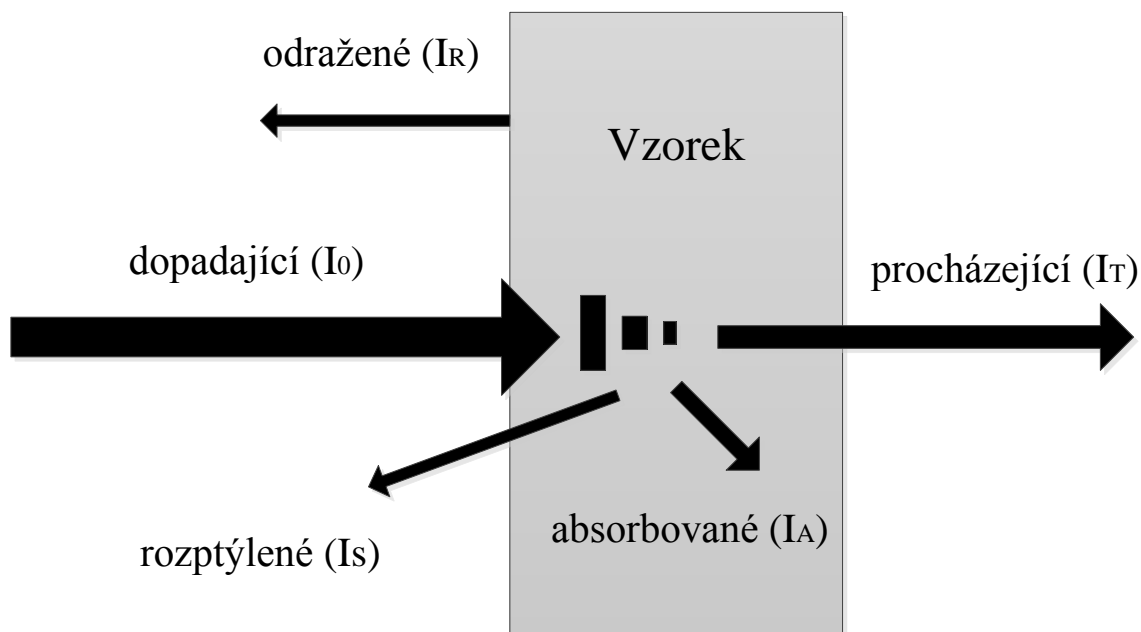
Spektrum elektromagnetického záření, jak je vidět z obr. 4.1, je rozděleno do několika oblastí. Infračervené záření se nachází mezi viditelným a mikrovlnným zářením. Z obr. 4.1 je také patrné, že oblast dále dělíme na blízkou, střední a vzdálenou. Nejdůležitější oblastí z důvodu analytických aplikací je střední oblast infračerveného záření. V této oblasti leží velká většina tzv. fundamentálních vibrací (všechny atomy se pohybují ve fázi a se stejnou frekvencí). Každá oblast elektromagnetického záření je charakteristická svou frekvencí  $\nu$ , která udává počet cyklů záření za jednu sekundu. Ještě je charakterizována vlnovou délkou  $\lambda$ , která vyjadřuje délku jednoho cyklu. Vztah mezi těmito veličinami je dán rovnicí:

$$\nu = \frac{c}{\lambda} \tag{4.1}$$

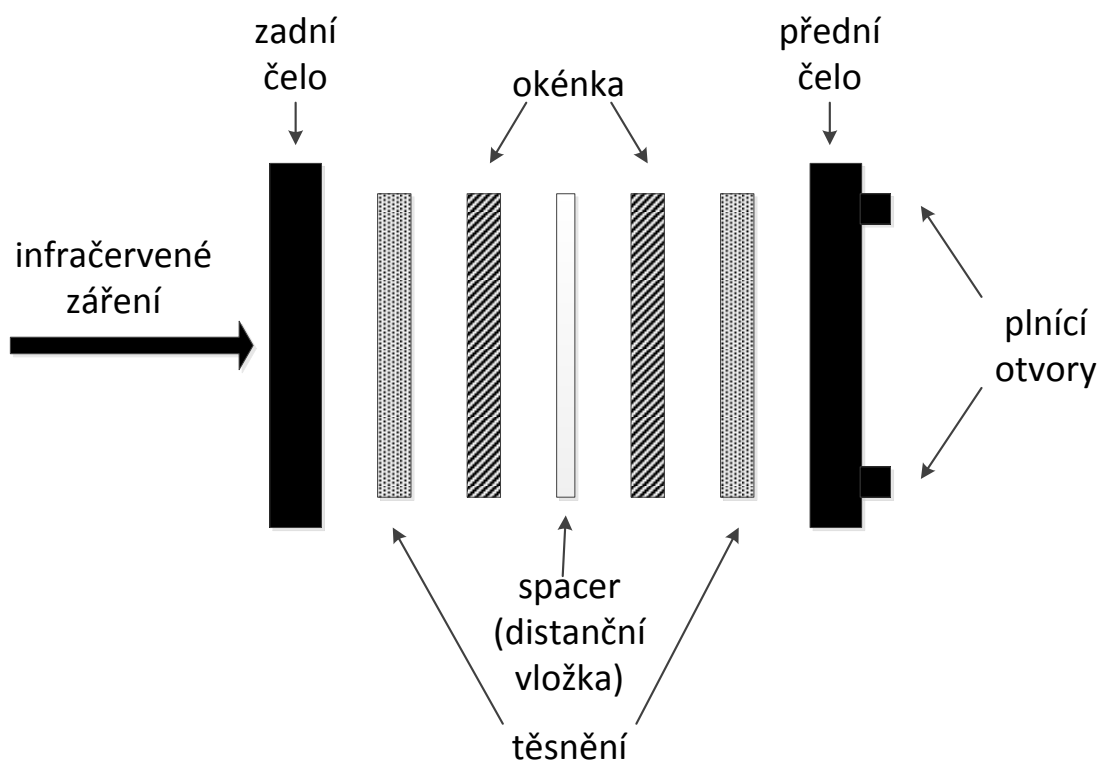
- kde  $\nu$  je frekvence [Hz],
- $c$  je rychlost světla  $3 \cdot 10^{10}$  [cm·s<sup>-1</sup>],
- $\lambda$  je vlnová délka [cm].

Princip infračervené spektrometrie FTIR záleží na schopnosti elektromagnetického záření působit na zkoumaný vzorek. Na obr 4.2 je naznačeno dopadající infračervené záření. Při průchodu vzorkem je toto dopadající záření rozděleno na záření odražené ( $I_R$ ), záření rozptýlené ( $I_S$ ), záření procházející ( $I_T$ ) a záření absorbované ( $I_A$ ). Nejdůležitější z těchto

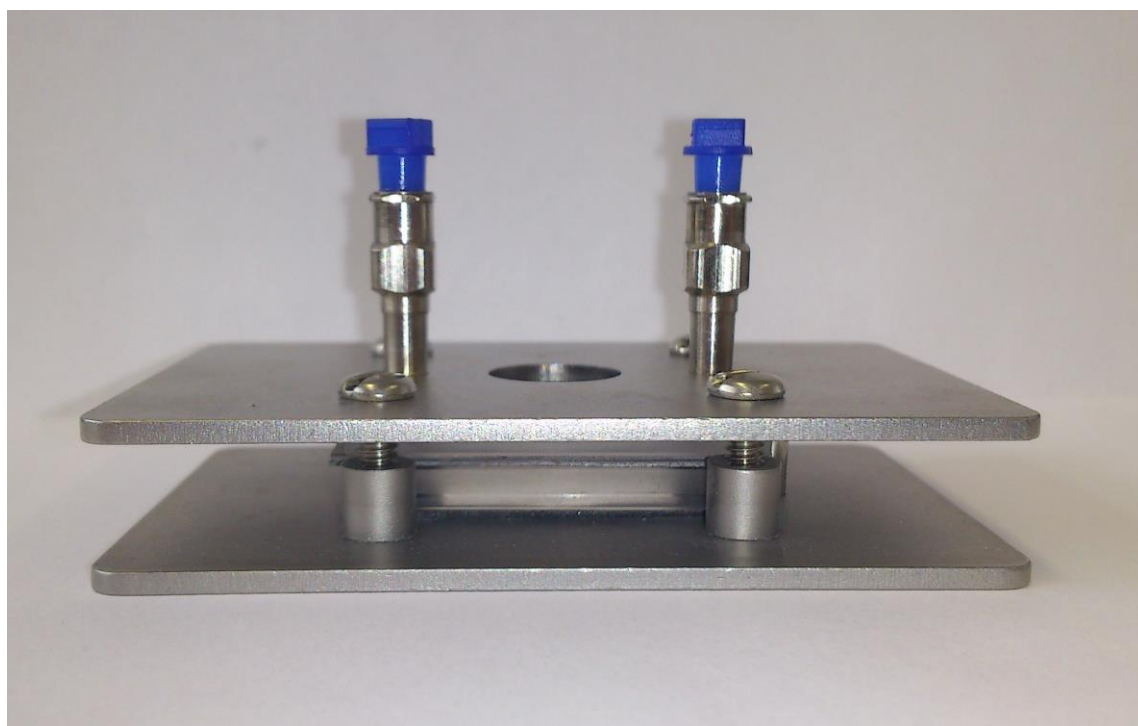
záření je to absorbované, které je absorbované molekulami a následně přeměněné na energii. Tato energie se projeví vibracemi molekul vzorku a dle vibrací molekul vzorku stanovíme jeho složení. Výsledkem FTIR je tzv. infračervené spektrum. Toto spektrum znázorňuje závislost energie na vlnové délce dopadajícího záření. Znázorněná energie může být vyjádřena pomocí záření, které vzorek pohltí (absorbance), nebo pomocí záření, které vzorkem projde (transmitance) [35, 34, 33].



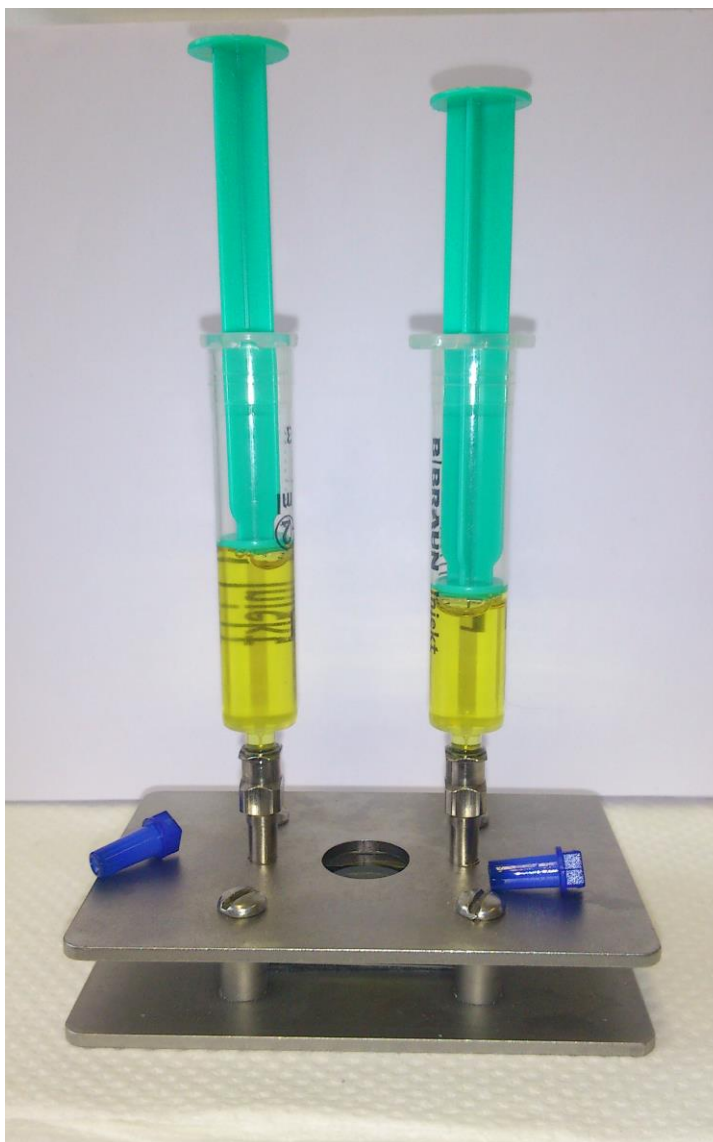
Obr 4.2 Rozdělení záření překresleno z [35]



Obr. 4.3 Uspořádání kyvety pro měření kapalných vzorků překresleno z [33]



Obr. 4.4 Kyveta pro měření kapalných vzorků



Obr. 4.5. Plnění kapalinové kyvety

Pro měření kapalných vzorků se používá kyveta. Na obr. 4.3 je vidět uspořádání této kyvety. Skládá se ze dvou čel, těsnění, okének a distanční vložky (spacer). Celé uspořádání kyvety je zobrazeno na obr. 4.4. Vzorek kapaliny se do kyvety aplikuje pomocí dvou injekčních stříkaček (obr. 4.5), přičemž jedna injekční stříkačka kapalinu dodává a druhá injekční stříkačka kapalinu odvádí. Zkoumaná kapalina zůstane mezi okénky, která jsou vyrobena z vhodného materiálu. Okénka by neměla být znečištěná či mechanicky poškozená a měla by být prostupná pro široký rozsah vlnočtů infračerveného záření. Vzdálenost okének je v kyvetě definována pomocí distanční vložky (spacer) a pohybuje se v rozmezí 0,015 až 1 mm. Pohlcení záření je závislé jak na koncentraci, tak na vzdálenosti, proto představuje tato vzdálenost důležitý parametr. Při zvolení špatné vzdálenosti a koncentrace dojde ke zkreslení měření, a proto se volí kompromis mezi těmito parametry [35, 32, 33].

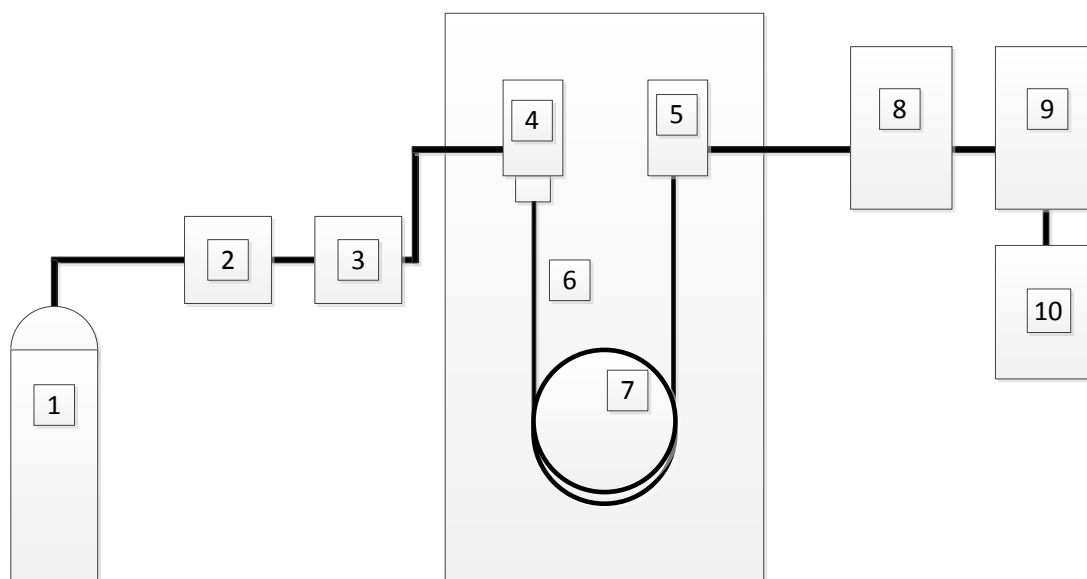
## 4.2 Plynová chromatografie

Plynová chromatografie patří mezi zkoušky s velkou vypovídající schopností. Metoda se osvědčila hlavně při určení tepelného stárnutí kapalných izolantů. V transformátoru dochází během jeho provozu k výskytu mnoha plynných produktů a tato metoda je dokáže přesně charakterizovat. Plynová chromatografie je založena na přesném určení plynných produktů, které vznikají jak v důsledku provozu transformátoru, tak i při poruchách v transformátoru. Na základě rozboru plynů můžeme určit nejen stupeň tepelného stárnutí, ale také můžeme určit probíhající teplotní pochody, jako je elektrický oblouk, přehřátí či předvýboje [26].

Plynová chromatografie je postavena na rozdělení složek mezi dvě fáze, a to fázi pohyblivou a fázi nepohyblivou. Pohyblivá fáze je také nazývána jako mobilní a nepohyblivá fáze je nazývána jako stacionární. Mobilní fázi rozumíme nosný plyn a stacionární fázi může být například aktivní uhlí, oxid hlinitý, silikagel či polymerní sorbety. Princip oddělení plynných látek plynovou chromatografií je ten, že kolonou prochází stále nosný plyn. Zkoumaný vzorek se vstříkne do injektoru, kde se odpaří a ve formě par je pomocí nosného plynu unášen do kolony. Složky zkoumaného vzorku se sorbují na začátku kolony ve stacionární fázi a pak se desorbují čerstvým nosným plynem. Použitý nosný plyn dále posouvá složky vzorku až na konec kolony. Tento proces se stále opakuje. Každá složka vzorku putuje kolonou svou vlastní rychlostí. Rychlost, kterou složky postupují, je závislá na distribuční konstantě složky  $K_D = c_s/c_m$ , kde  $c_s$  je rovnovážná koncentrace složky ve stacionární fázi a  $c_m$  je rovnovážná koncentrace složky v mobilní fázi. Látky za sebou vycházejí z kolony (v pořadí rostoucích hodnot) a vstupují do detektoru. Detektor vstupující signál vhodně upraví a v závislosti na čase ho vynese do tzv. chromatogramu. Z chromatogramu poté můžeme zjistit, jaké látky a také jaké množství látek se ve vzorku nachází [29].

Schéma plynového chromatografu je znázorněno na obr 4.6. Nosný plyn je odebírán z tlakové láhve 1 a po průchodu přes regulátory tlaku a průtoku 2 a 3 se dostane do injektoru 4. Do injektoru do nosného plynu se vstříkne zkoumaný vzorek speciální stříkačkou. V injektoru je taková teplota, aby v něm došlo k bezodkladnému zplynění vzorku. Vzniklé páry vzorku jsou unášeny nosným plynem na kolonu 7, která je umístěná uvnitř termostatu 6. V koloně dojde k oddělení jednotlivých složek vzorku. Nosný plyn postupuje z kolony do detektoru 5 a poté do zesilovače. V posledním kroku je plyn registrován zapisovačem 9 a zpracován 10 [29].





1- tlaková láhev s nosným plynem; 2,3- regulátory tlaku a průtoku; 4- injektor; 5- detektor; 6- termostat; 7- kolona; 8- zesilovač; 9,10- datastanice s monitorem

Obr. 4.6 Schéma plynového chromatografu překresleno z [29]

Plyny vznikají v transformátoru jednak v důsledku běžného provozu, ale hlavně při určitých defektech. Koncentrace těchto plynů je úměrná době provozu, podmínkám, při kterých je transformátor provozován a konstrukci transformátoru. Podle různých koncentrací plynů se dá určit typ závady v transformátoru. V tab. 4.1 je vidět, jaké plyny vznikají při určitých závadách [28].

Tab. 4.1 Typy závad a plynů převzato z [28]

Typy závad a vyvíjející se plyny							
Částečné výboje		Energeticky chudé výboje		Předvýboje jiskry		Výkonný oblouk	
Olej	Olej-papír	Olej	Olej-papír	Olej	Olej-papír	Olej	Olej-papír
H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
(CH <sub>4</sub> )	(CH <sub>4</sub> )	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
		CH <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub>		
	CO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	CH <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub>
	(CO)	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>		
			CO	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>		CO
			CO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>		CO <sub>2</sub>
					CO		
					CO <sub>2</sub>		

Tab. 4.2 Sumární vzorce plynů převzato z [28]

H <sub>2</sub>	vodík
N <sub>2</sub>	dusík
O <sub>2</sub>	kyslík
CH <sub>4</sub>	metan
CO	oxid uhelnatý
CO <sub>2</sub>	oxid uhličitý
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	eten
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	etan
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	acetylen
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	propylen
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	propan

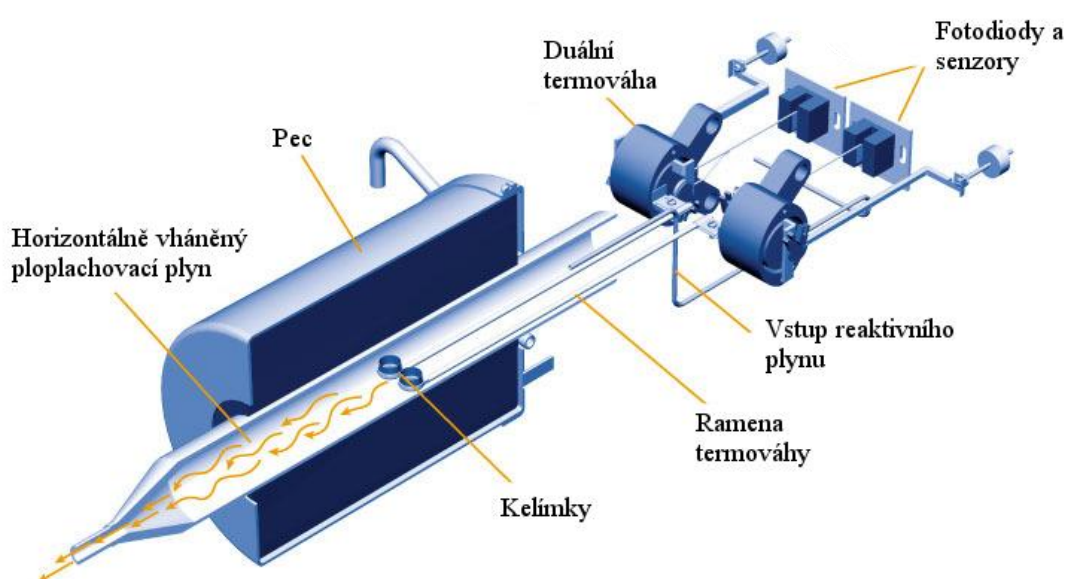
Tab. 4.3 Tvorba plynů při vzrůstající teplotě překresleno z [28]

	Teplota				
	80 – 120°C	120 – 200°C	200 – 500°C	> 500°C	> 1000°C
<b>Plyn</b>	vodík	vodík metan acetylen	vodík metan acetylen eten propan	vodík metan acetylen propan etan eten propan propylen	vodík metan acetylen

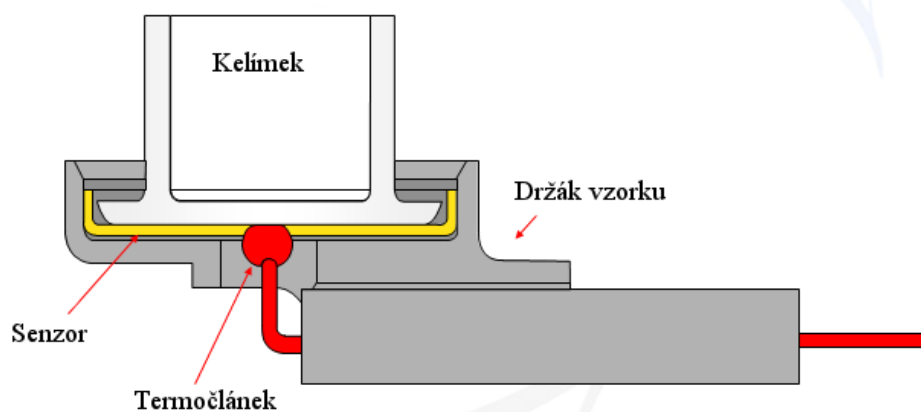
Plyny v transformátoru nevznikají pouze při závadách, ale také při zvyšující se teplotě. V tab. 4.3 je vidět, při jaké teplotě vznikají plyny, které mohou způsobit snížení životnosti transformátoru. Zvýšenou teplotu může způsobit např.: nedokonalý spoj (volný), zkrat v magnetickém obvodu, nebo ztráty vířivými proudy [28].

### 4.3 Simultánní termická analýza (STA)

K měření simultánní termické analýzy se používá simultánní termický analyzátor STD Q600 (viz. obr. 7.1). Zařízení se skládá z přesné dvouramenné horizontální váhy (obr. 4.7), která slouží pro měření TGA a DSC, s velkou citlivostí na změny hmotnosti. Citlivost vah je  $0,1 \mu\text{g}$  (další vlastnosti přístroje v kapitole 7). Rameno s umístěným kelímkem a vzorkem (obr. 4.8) sleduje okamžitou váhu vzorku, zatímco vedlejší rameno s referenčním kelímkem je použito ke korekci hodnot. Konečná naměřená váha vzorku je stanovena jako rozdíl mezi referenčním kelímkem a vzorkem [36].



Obr. 4.7 Provedení termováhy převzato z [36]



Obr. 4.8 Umístění kelímku a termočlánu převzato z [37]

Termická analýza je termín, který obecně zahrnuje experimentální metody, při sledování vlastností a změn složení zkoumaného vzorku při tepelném zatížení. Název příslušné analýzy je odvozen podle vlastnosti, jejíž změna je sledována v závislosti na teplotě. Tepelné zatížení vzorku může být dynamické nebo statické. Dynamické zatížení může být zahřívání nebo ochlazování a statické zatížení nastává při konstantní teplotě v závislosti na čase. V současnosti patří mezi nejpoužívanější termoanalytické metody TGA, DTA a DSC.

U termogravimetrické analýzy (TGA) se měří hmotnost vzorku v závislosti na teplotě. Výsledkem termogravimetrické analýzy je termogravimetrická křivka (termogram). Ta udává okamžité informace o hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě a čase.

Diferenční termická analýza (DTA) měří rozdíl teplot mezi vzorkem a standardem, a to za ohřevu nebo chladnutí. Oba vzorky musí být zahřívány stejným způsobem.

Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) měří tepelný tok dodávaný do referenční látky, tak, aby teplotní rozdíl mezi standardem a vzorkem byl nulový. Udržení nulového teplotního rozdílu se provádí buď dodáním energie do referenční látky (ve vzorku nastává exotermní děj) nebo dodáním energie do vzorku (endotermní děj) [38, 39].

## 5 Olej Technol 2000 = Lyra X

Transformátorový olej Lyra X je vyvinutý a formulovaný tak, aby co nejvíce odolával stárnutí. Olej je vhodný pro použití ve výkonových a distribučních transformátorech, usměrňovačích, zhášecích elektrického oblouku a vypínačích. Díky nízké viskozitě a viskozitnímu indexu olej Lyra X poskytuje velmi dobré charakteristiky přenosu tepla. Olej má výbornou oxidační stabilitu, takže prodlužuje životnost transformátoru. Elektrická pevnost oleje splňuje ty nejpřísnější požadavky za předpokladu správného skladování a manipulace. Transformátorový olej Lyra X splňuje požadavky normy IEC 60296 Edice 4.0 plně inhibované oleje. V tabulce 5.1 je vidět přehled vlastností oleje a jeho typické hodnoty [27].

Tab. 5.1 Vlastnosti oleje Lyra X překresleno z [27]

Vlastnosti	Jednotky	Metody testu	Limity specifikací		Typické hodnoty
			Min	Max	
<b>Funkční vlastnosti</b>					
Kinem. viskozita při 40°C	mm <sup>2</sup> /s	ISO 3104		12	9,2
Kinem. viskozita při -30°C	mm <sup>2</sup> /s	ISO 3104		1800	800
Bod tuhnutí	°C	ISO 3016		-40	<-48
Obsah vody	mg/ kg	IEC 60814		30	<20
Průrazné napětí					
před sušením	kV	IEC 60156	30		40-60
po sušení	kV	IEC 61156	70		>70
Hustota při 20°C	kg/dm <sup>3</sup>	ISO 12185		0,895	0,871
Ztrátový činitel tg δ při 90□°C		IEC 60247		0,005	0,001
<b>Rafinace / stabilita</b>					
Vzhled		IEC 60296	Čirý, bez úsad		Vyhovuje
Kyselost	Mg KOH/g	IEC 62021		0,01	<0,01
Mezipovrchové napětí	mN/m	ISO 6295	40		50
Celkový obsah síry	%	ISO 14596		0,15	0,01
Korozivní síra		DIN 51353	Není korozivní		Není korozivní
Potenciálně korozivní síra		IEC 62535	Není korozivní		Není korozivní
Korozivní síra		ASTM D1275B	Není korozivní		Není korozivní
Obsah DBDS	mg/kg	IEC 62697-1		Neměřitelný	Neměřitelný
Obsah antioxidantu	%hm	IEC 60666	0,08	0,4	0,38
Příslady pasivátorů kovů	mg/kg	IEC 60666		Neměřitelný	Neměřitelný
Obsah 2-furfuralu a odpovídajících složek	mg/kg	IEC 61198		0,05	<0,05
Obsah aromátů	%	IEC 60590			5
<b>Výkonnost</b>					
Při 120°C, 500 hod.		IEC 61125 C			
Celková kyselost	mg KOH / g			0,3	0,05
Kaly	%hm			0,05	<0,02
Ztrátový činitel při 90°C				0,05	0,01
<b>Zdraví, bezpečnost a životní prostředí</b>					
Bod vzplanutí	°C	ISO 2719	135		150
Obsah PCA	%hm	IP 346		3	<3
Obsah PCB		IEC 61619	Neměřitelné		Neměřitelné

## 6 Experimentální část

V experimentální části diplomové práce budou vyhodnoceny a interpretovány výsledky spektra získané za pomoci přístroje Nicolet 380 využívající infračervené spektroskopie, dále simultánní termické analýzy znázorněné pomocí přístroje SDT Q600, měření průrazného napětí a v poslední části kapitoly měření širokopásmové dielektrické spektroskopie za pomoci přístroje Novocontrol Alpha A. Součástí této kapitoly bude popis průběhu měření a vyhodnocení výsledků.

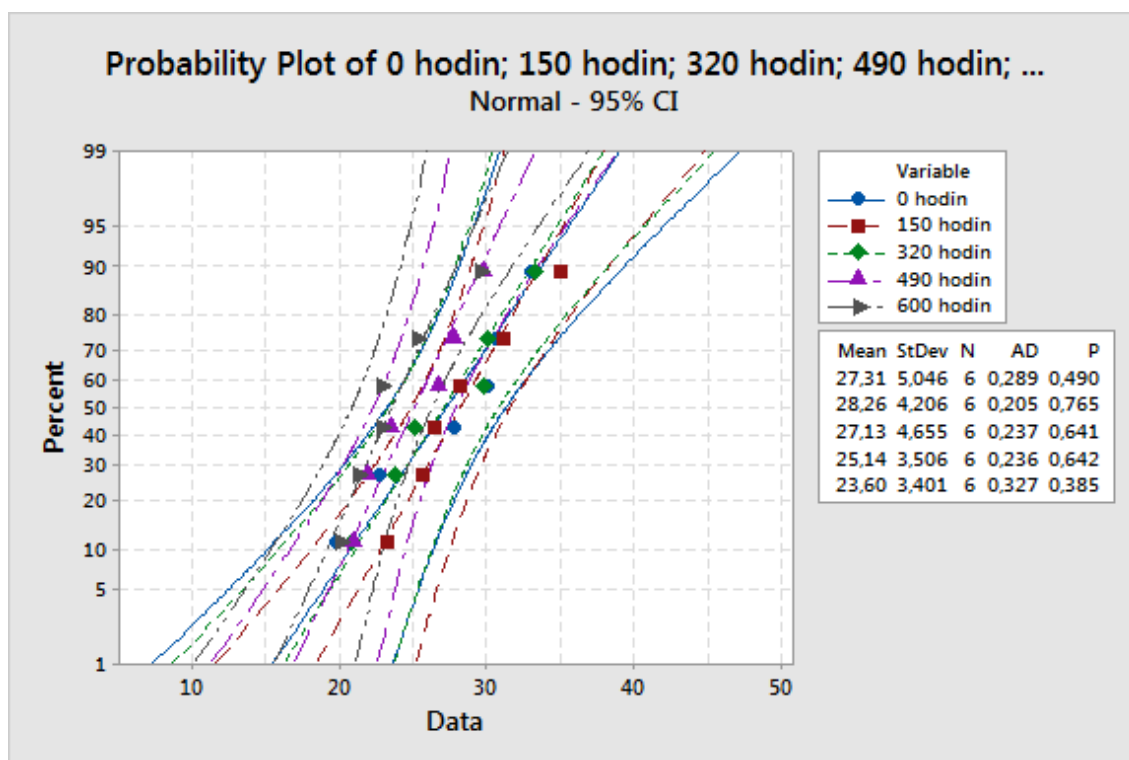
### 6.1 Měření průrazného napětí – elektrická pevnost

Olej se v transformátorech nepoužívá jen jako izolant, ale také jako chladič. Izolační oleje uvnitř transformátoru cirkulují, akumulují částice, absorbují vodu a v neposlední řadě stárnou. Jedno z měření prováděných na izolačních kapalinách, která nám dává informaci o stavu transformátoru, je měření elektrické pevnosti. Velikost elektrické pevnosti oleje poskytuje informaci o znečištění oleje vodou a dalšími látkami, nikoliv informaci o kvalitě oleje. V naší zemi je zavedena zkušební metoda vycházející z české normy [41].

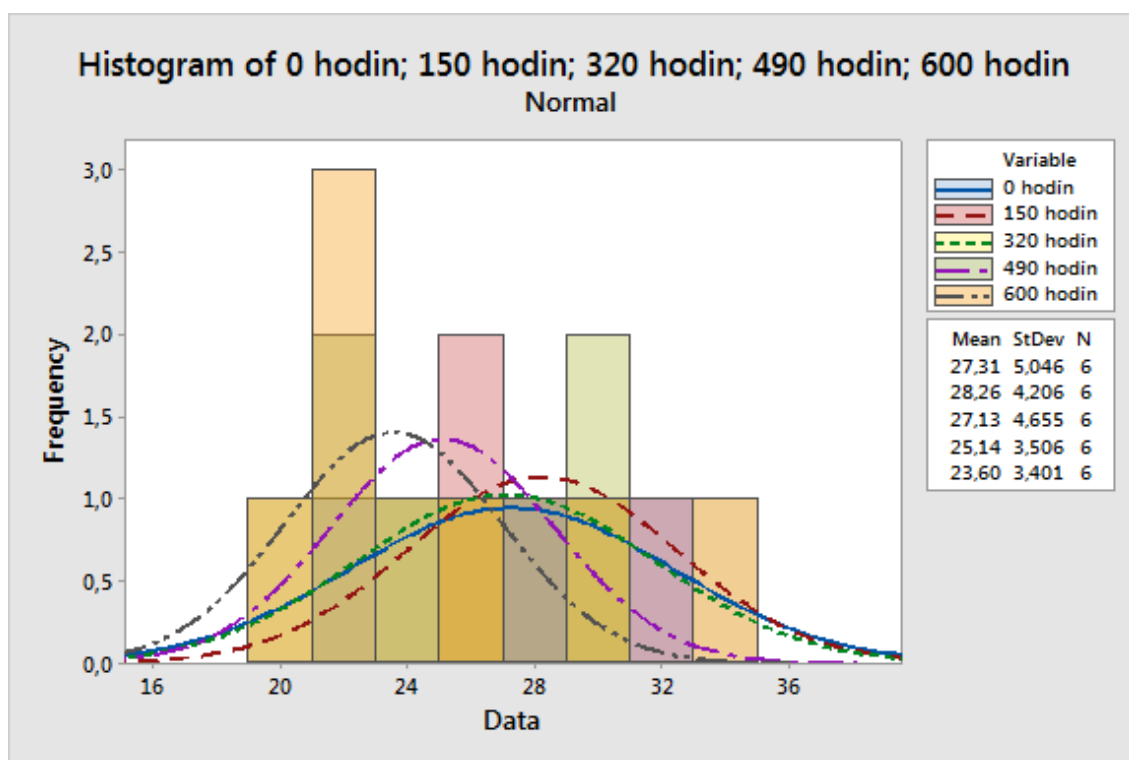
Pro určení elektrické pevnosti olejového vzorku byla použita zkušební nádobka (cca 400 ml) a hřibovité elektrody se vzdáleností 2,5 mm. Provádí se celkem 6 přeskoků, ze kterých se poté vypočítává průměrná hodnota a také směrodatná odchylka s variačním koeficientem. V mezinárodní normě je uvedena ustalovací doba mezi dvěma přeskoky 2 minuty, ale u nás se obvykle čeká 5 minut (tako doba byla dodržena mezi přeskoky).

Tab. 6.1 Naměřené a vypočítané hodnoty elektrické pevnosti

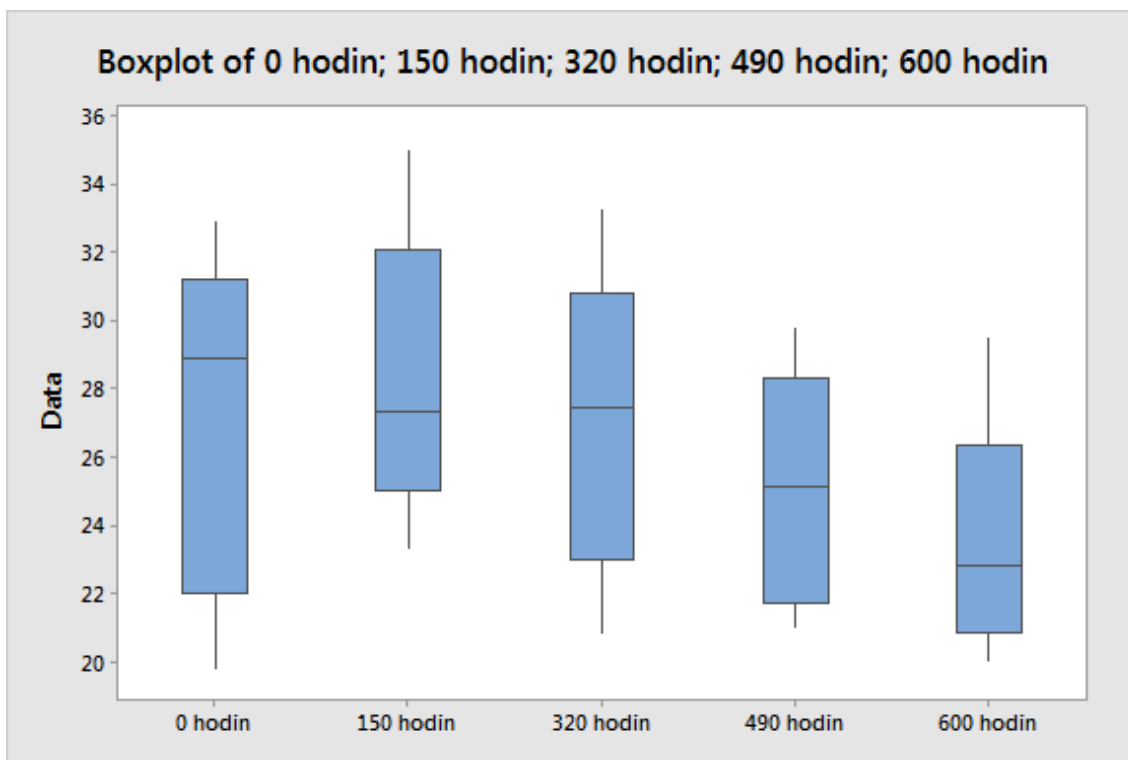
Měření	Průrazné napětí [kV]	Elektrická pevnost [kV/2,5mm]	Směrodatná odchylka [±kV/2,5mm]	Variační koeficient [%]
1. měření - 0 hodin	68,27	27,31	5,05	18,48
2. měření - 150 hodin	70,65	28,26	4,21	14,88
3. měření - 320 hodin	67,82	27,13	4,66	17,16
4. měření - 490 hodin	62,85	25,14	3,51	13,94
5. měření - 600 hodin	59,01	23,60	3,40	14,41



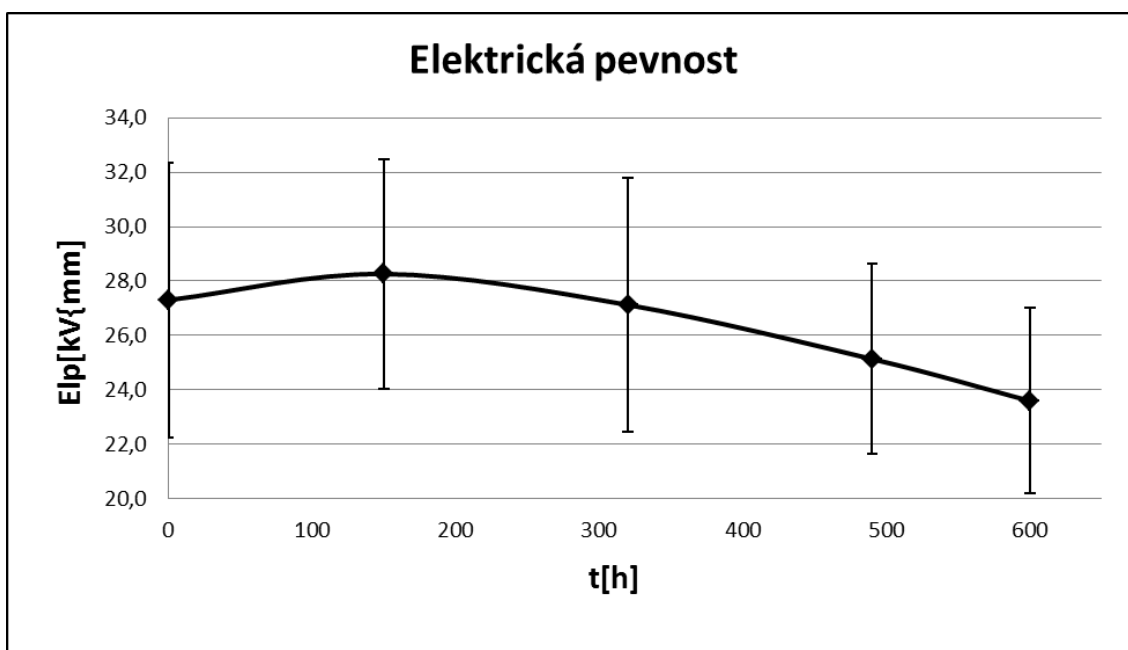
Obr. 6.1 Pravděpodobnostní graf neměřených hodnot



Obr. 6.2 Graf normálního rozdělení naměřených hodnot

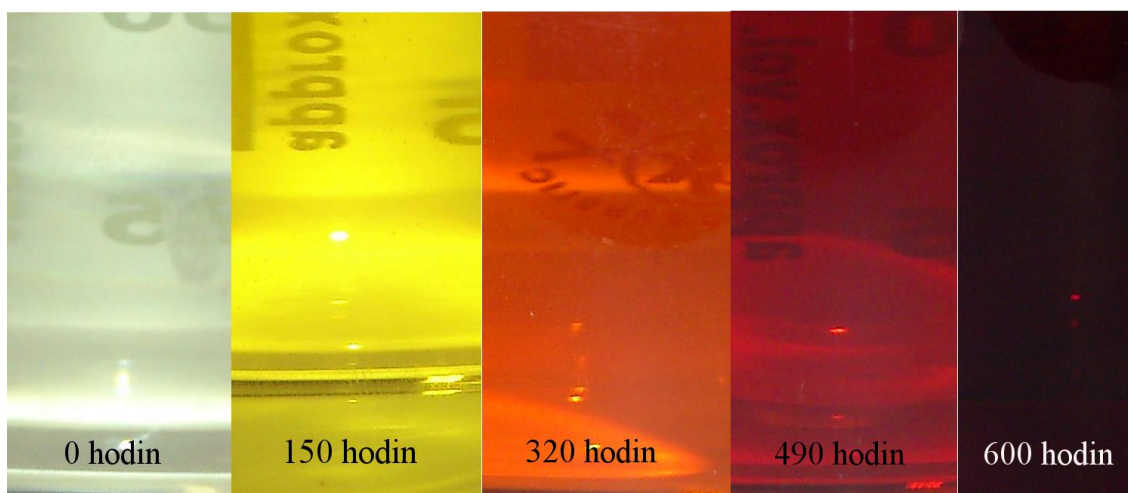


Obr. 6.3 Krabicový graf neměřených hodnot



Obr. 6.4 Elektrická pevnost a směrodatná odchylka





Obr. 6.5 Změna barvy oleje v závislosti na čase

V tab. 6.1 jsou vidět změřené a vypočítané hodnoty průrazného napětí a elektrické pevnosti v závislosti na čase stárnutí. V dodaném stavu byl průměr průrazného napětí 68,27 kV a elektrická pevnost 27,31 kV/2,5mm. Olej nebyl před měření nijak vysušován, ale i tak tato hodnota průrazného napětí splňuje minimální hodnotu a to dokonce dvojnásobně (tab. 5.1). Po 150 hodinách v peci při konstantní teplotě 130°C olej vykazuje lepší vlastnosti než v dodaném stavu. Tento trend je vidět na obr. 6.3 a obr. 6.4. Oba tyto grafy znázorňují zvětšení elektrické pevnosti. Jelikož olej nebyl vysušován, tak zvětšení elektrické pevnosti přisuzují úbytku vody obsazené v oleji. Hodnota průrazného napětí po 150 hodinách v peci je dokonce větší, než je udané minimum (tab. 5.1) po vysušení oleje. Postupem vlivu teploty olej degraduje a tím se snižuje i průrazné napětí resp. elektrická pevnost. Z pravděpodobnostního grafu (obr. 6.1) vyplývá, že všechny změřené hodnoty (příloha B) jsou v toleranci a žádná hodnota nezasahuje mimo toleranční pásmo. Také je vidět, jak z tab. 6.1, tak z obr. 6.1 postupné zmenšování směrodatné odchylky. Hodnoty průrazného napětí resp. elektrické pevnosti se sice zmenšují, ale už se od sebe tolik neliší.

Na obr. 6.5 je vidět změna barvy v závislosti na čase. Barva izolačního oleje je takovým prvním kritériem, jak posoudit stav izolačního oleje při odběru vzorku. Barvu vzorku můžeme posoudit dvěma způsoby. První způsob je subjektivní posouzení, kdy izolační olej porovnáme s barevnými etalony. Druhý způsob je objektivní, kdy použijeme měřicí přístroj. Podle barvy můžeme přibližně sledovat průběh stárnutí, ale nemůžeme stanovit stupeň zestárnutí. Změna barvy může být tedy způsobena přítomností vody, makromolekulárními produkty stárnutí, produkty živočišných nebo asfaltových částí či produkty oxidace.

## 6.2 Měření infračervené spektroskopie

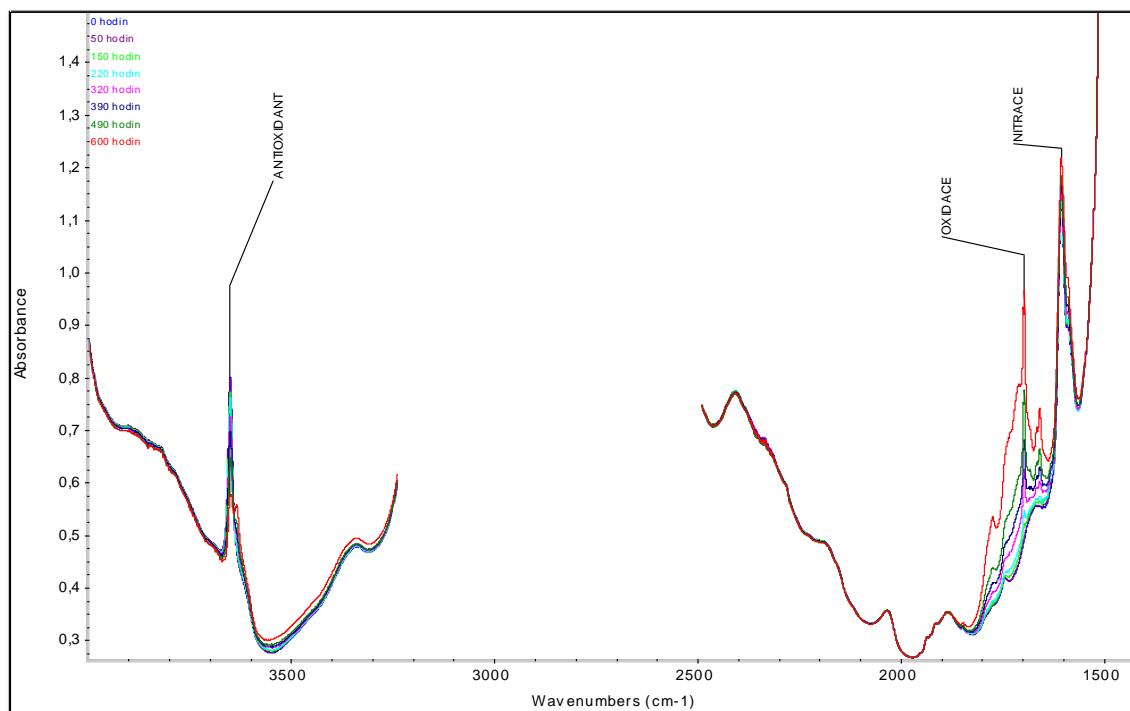
K měření infračervené spektroskopie byl použit přístroj Nicolet 380 (obr. 6.6). Rozsah spektra byl nastaven 4000 až 400  $\text{cm}^{-1}$ . Optické rozlišení 1  $\text{cm}^{-1}$  a optická dráha 1 mm. K měření byla použita kapalinová kyveta (obr. 4.4, obr. 4.5). Sklíčko kapalinové kyvety je z  $\text{BaF}_2$ . Plnění kapalinové kyvety bylo provedeno pomocí 2 injekčních stříkaček (obr. 4.5). K přístroji je dodáván software OMNIC, který umožňuje nastavení parametrů spektroskopu. Složí také k vyhodnocení naměřených výsledků. Před začátkem měření se nastaví počet scanů (32) ze kterých bude poté zprůměrováno výsledné spektrum. Před začátkem měření samotného vzorku je ještě nutné změřit pozadí tzv. Background. To se poté odečte od naměřeného spektra a tím dostaneme výsledné spektrum.

Tab. 6.2 Základní specifikace Nicolet 380 převzato z [40]

Nicolet 380 FT-IR Spectrometer	
Rozsah spektra	4000÷400 $\text{cm}^{-1}$
Optické rozlišení	1 $\text{cm}^{-1}$
Optická dráha	1 mm
Druh kyvety	Kapalinová kyveta ( $\text{BaF}_2$ )
Přesnost vlnočtu	Lepší než 0,01 $\text{cm}^{-1}$ při 2000 $\text{cm}^{-1}$
Přesnost záznamu transmittance	< 0,1 % odchylka od T při 4 $\text{cm}^{-1}$ rozlišení
Rychlé skenování	Až 40 spekter za sekundu při 16 $\text{cm}^{-1}$

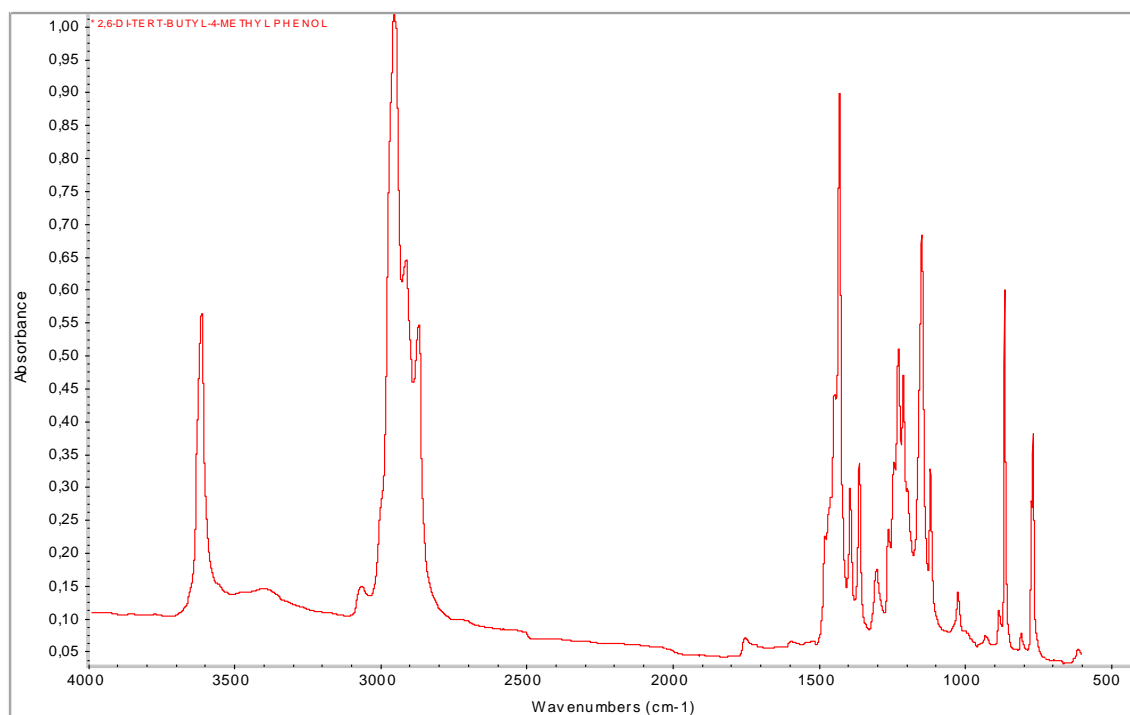


Obr. 6.6 Nicolet 380 FT-IR Spectrometer na ZČU

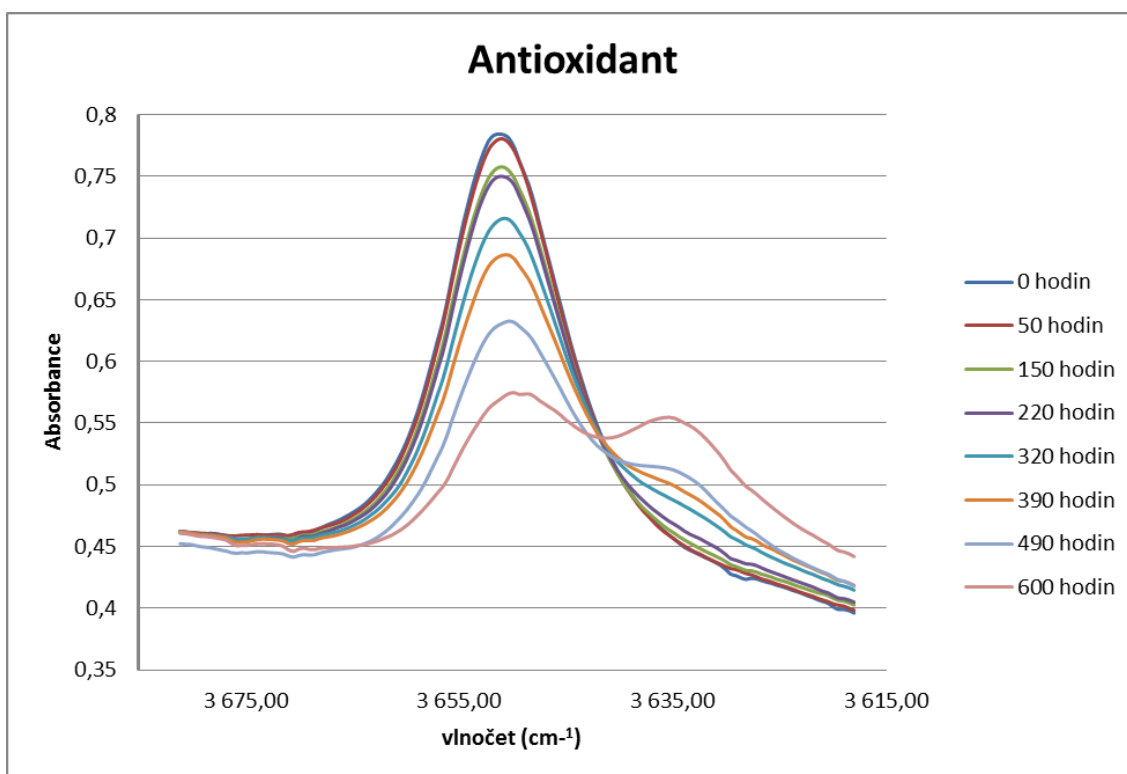


Obr. 6.7 Infračervená spektra všech vzorků

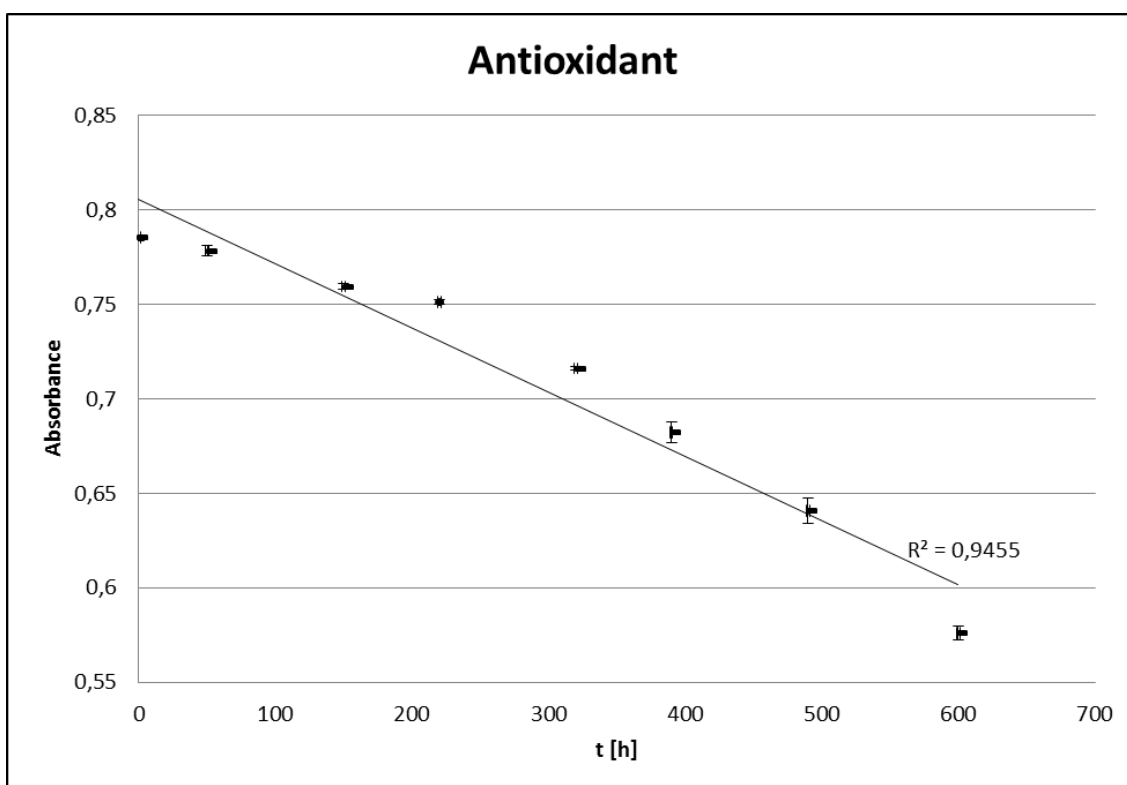
Na obr 6.7 je vidět spektrum všech změřených vzorků (cele spektrum je v příloze C). Pro určení degradace izolační kapaliny použijeme viditelné pásy antioxidantu (detailní pohled na obr. 6.8), oxidace (detailní pohled na obr. 6.12) a nitrace (detailní pohled na obr 6.10).



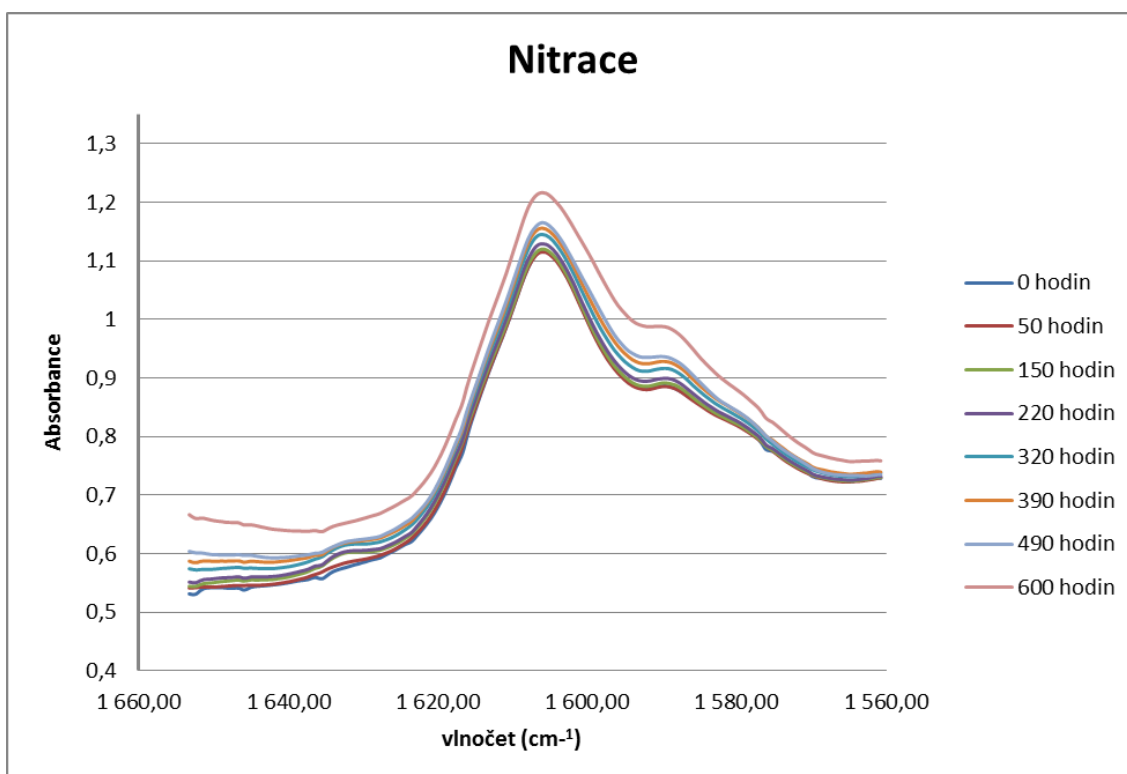
Obr. 6.8 Infračervené spektrum antioxidantu v oleji



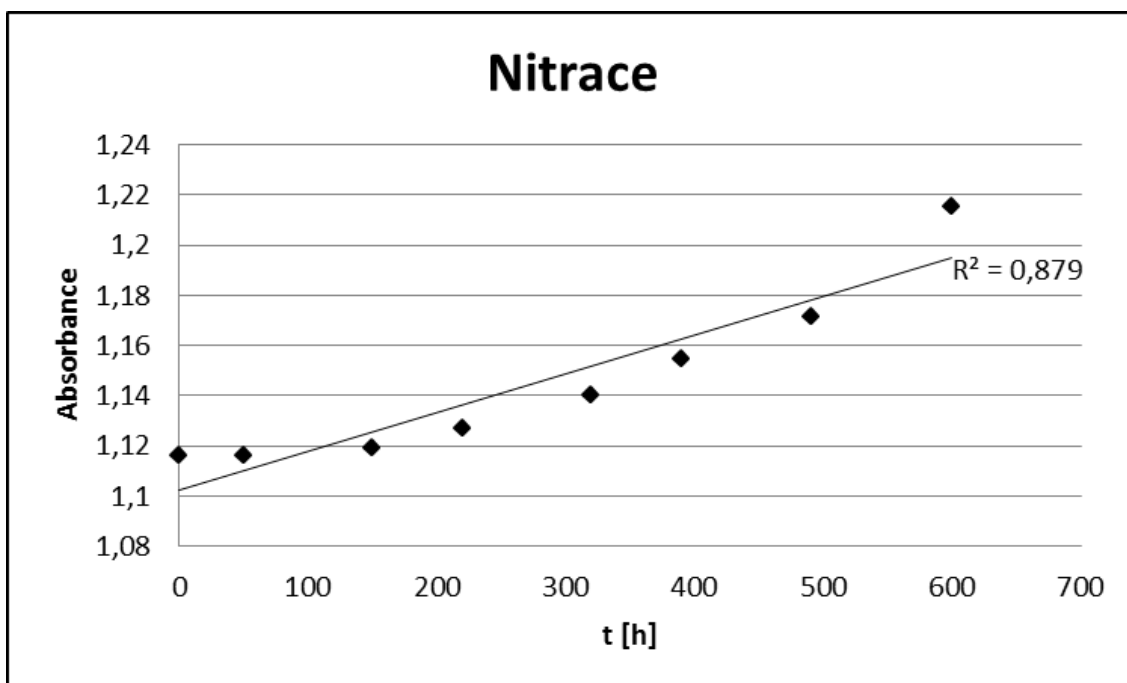
Obr. 6.9 Detailní pohled na pás antioxidantu



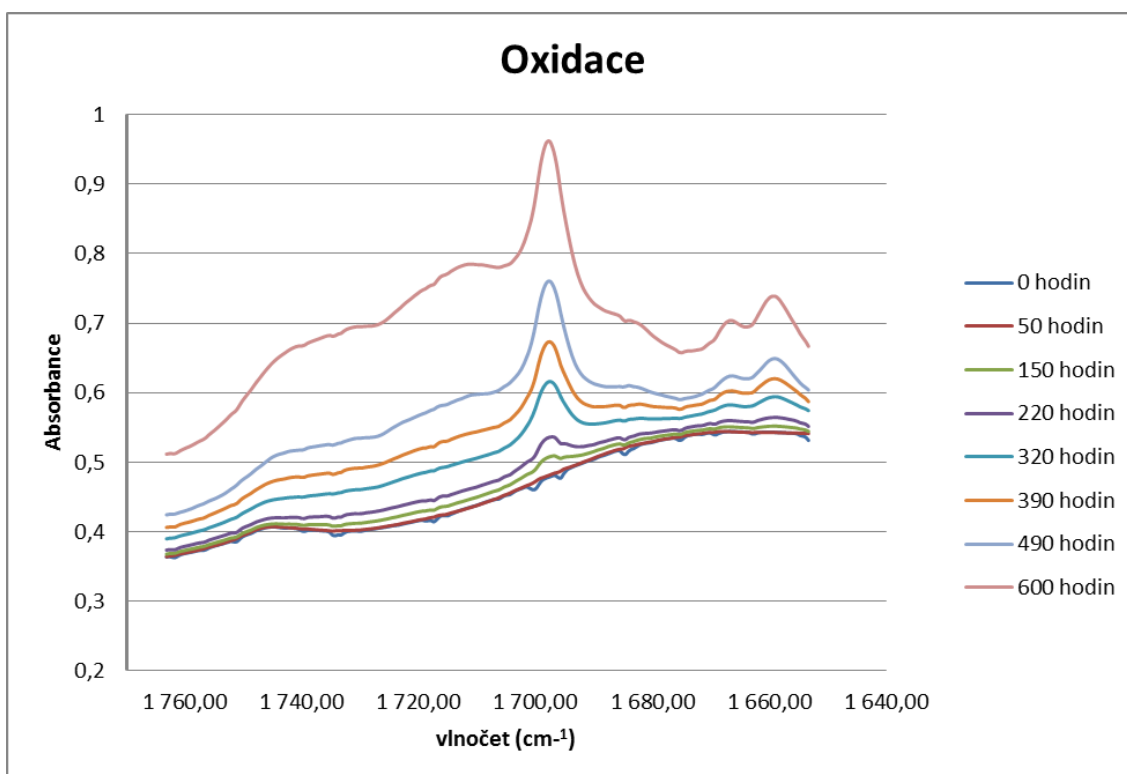
Obr. 6.10 Postupná ztráta antioxidantu



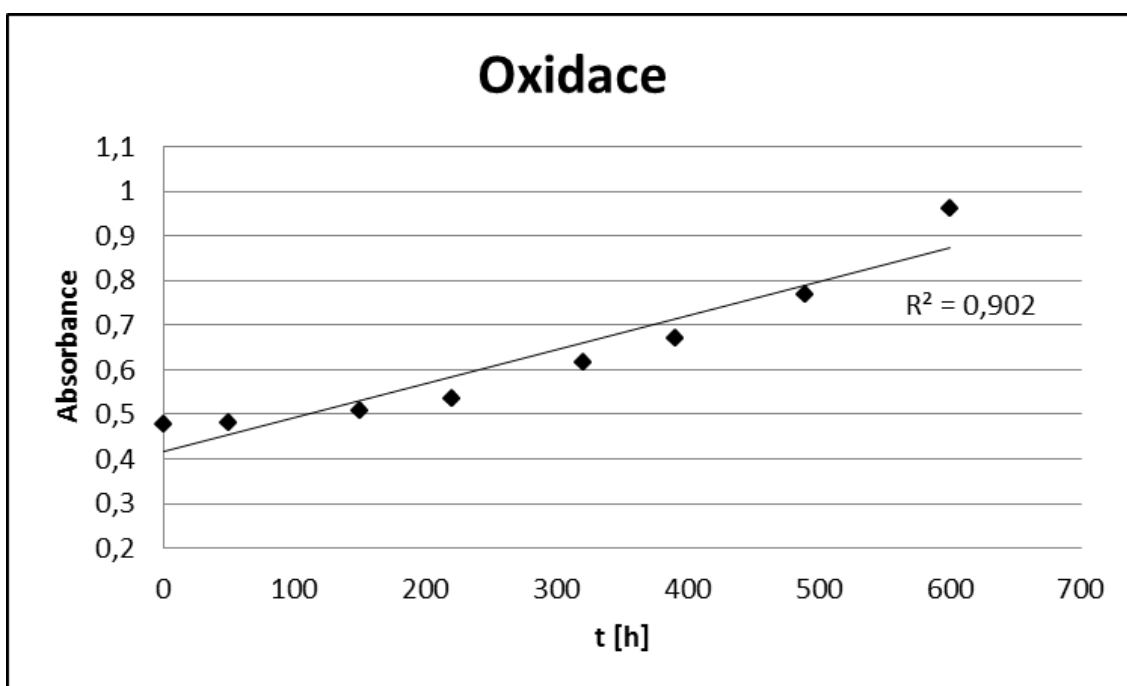
Obr. 6.11 Detailní pohled na pásy nitrace



Obr. 6.12 Postupné zvětšování nitrace



Obr. 6.13 Detailní pohled na pásy oxidace



Obr. 6.14 Postupné zvětšování nitrace

Na obr. 6.8 je znázorněné infračervené spektrum antioxidantu použitého v našem měřeném oleji. Antioxidant je 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol[42, 43]. Porovnáním obr 6.7 a obr. 6.8 napoví, na které pásy se při určení degradace zaměřit. Nejvíce viditelné změny jsou v rozmezí  $3675\text{ cm}^{-1}$  až  $3615\text{ cm}^{-1}$  tedy pásy antioxidantu,  $1720\text{ cm}^{-1}$  až  $1680\text{ cm}^{-1}$  tedy pásy oxidace a  $1620\text{ cm}^{-1}$  až  $1580\text{ cm}^{-1}$  tedy pásy nitrace. Ostatní pásy jsou překryty a není tudíž možné je vyhodnotit.

Oxidační stabilita je jednou z nejdůležitějších vlastností, která se pomocí antioxidantu upravuje. Jak je vidět z obr. 6.10 a 6.14, tak s postupným úbytkem antioxidantu se zvětšuje hodnota oxidace. Při oxidačním stárnutí vzniká velké množství kyslíkatých látek, oxid uhličitý, reakční voda nebo kaly. Oxidace v oleji nejde odstranit, lze jen zpomalit vhodnou údržbou či přidáváním antioxidantů. Z [44] je vidět, že přidáním antioxidantu i v malém množství, může oddálit proces oxidace. Dobrá oxidační stabilita je základním předpokladem pro dlouhou životnost transformátorových olejů.

Úbytek antioxidantu a rostoucí oxidace není úplně lineární jako u [45, 46]. Důvod nelinearity může být způsoben odběrem vzorků. Vzorky nebyly odebírány se stejnými rozestupy.

Jako [47] je možné ze spektra vyčíst ještě nitraci měřeného vzorku oleje. Úbytek antioxidantu má za následek zvětšování nitrace oleje. Nitrace je doprovodný proces oxidace a je způsobena působením oxidů dusíku na olej.

### 6.3 Měření STA

Měření proběhlo na simultánním termickém analyzátoru SDT Q600 (obr.6.15). Teplotní rozsah byl nastaven do 300°C, chlazení probíhalo vzduchem. Rychlost ohřevu vzorků byla 10°C za minutu. K měření vzorku byly použity otevřené, hliníkové kelímky, které se používají vždy jednou.

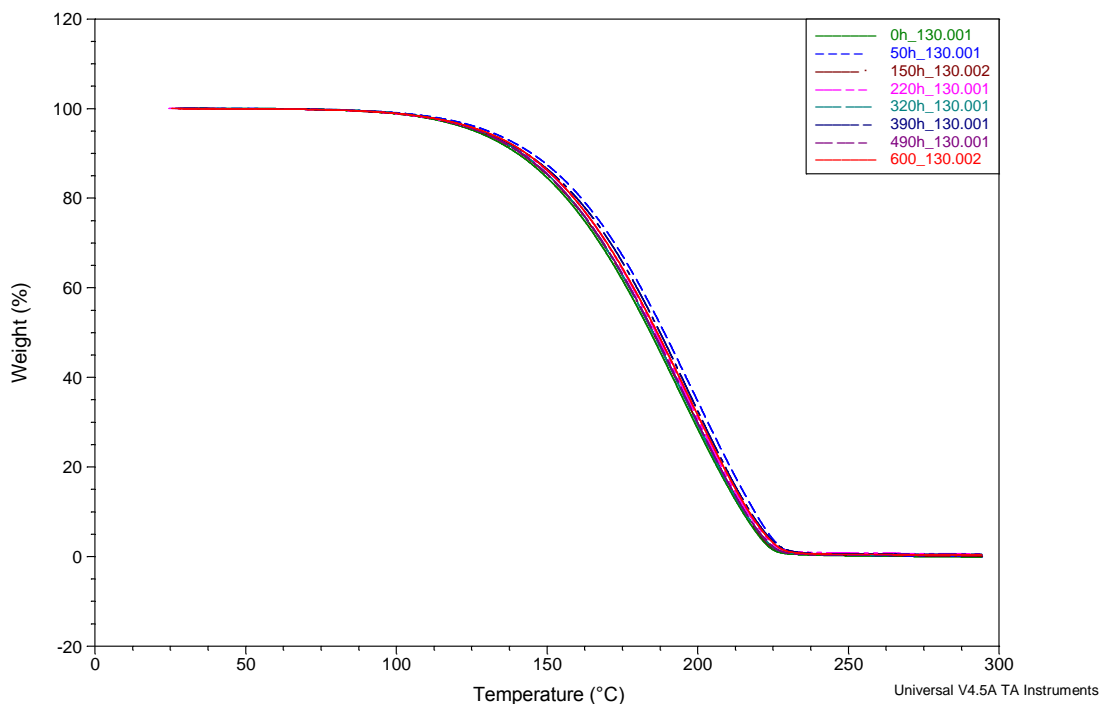
Tab. 6.3 Základní specifikace SDT Q600 překresleno z [36]

<b>Základní specifikace</b>	
Teplotní rozsah	okolí - 300°C
Chlazení	vzduchem
Chlazení pece	tlakovým vzduchem
Rychlost ohřevu	10 °C /min
Teplotní přesnost	± 0,5 °C
Termočlánky	platinum/platinum•rhodium
Citlivost vah	0,1 µg
Kelímky	hliníkové, otevřené
System vah	horizontální duální

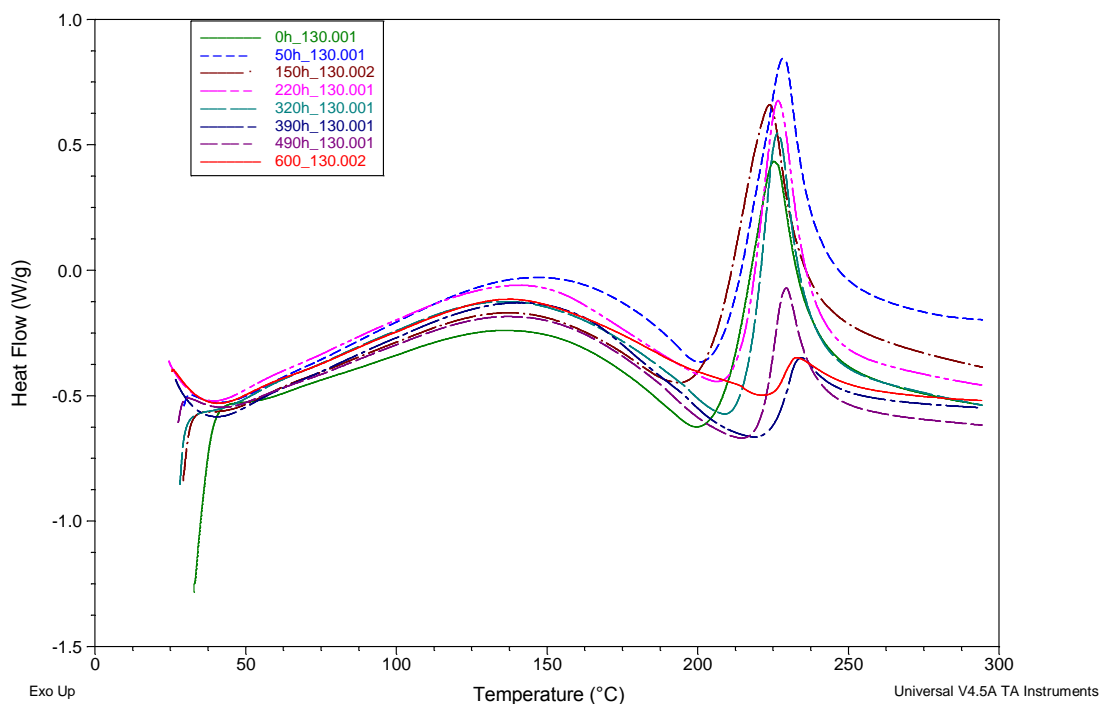


Obr. 6.15 Simultánní termický analyzátor STD Q600 na ZČU

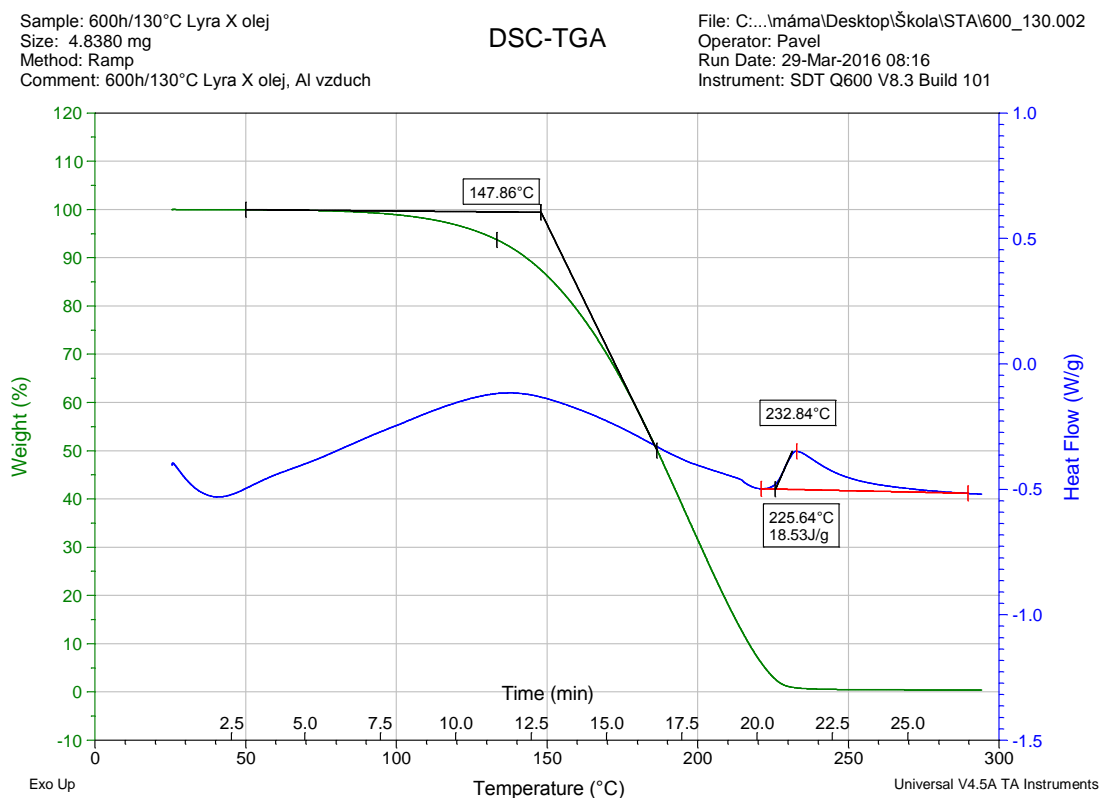




Obr. 6.16 Průběhy TGA všech vzorků olejů po 0-600 hodinách tepelného stárnutí



Obr. 6.17 Průběhy DSC všech vzorků olejů po 0-600 hodinách tepelného stárnutí

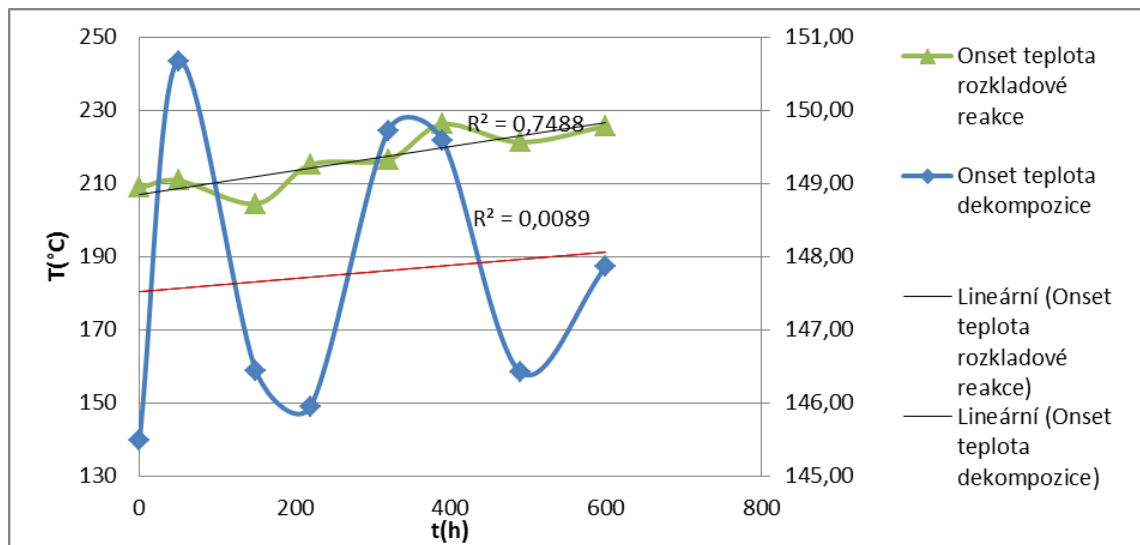


Obr. 6.18 Průběh DSC-TGA oleje po teplem stárnutí 600 hodin

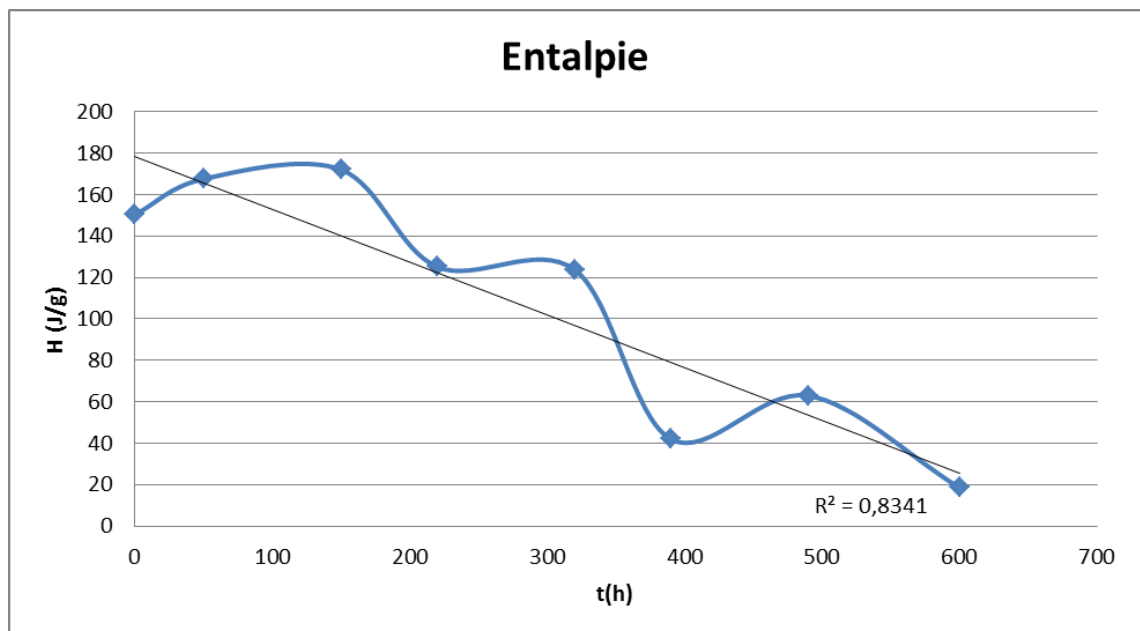
Tab. 6.4 Hodnoty onset teplot a entalpie

	0 hodin	50 hodin	150 hodin	220 hodin	320 hodin	390 hodin	490 hodin	600 hodin
Onset teplota dekompozice [°C]	145,49	150,67	146,43	145,95	149,72	149,58	146,42	147,86
Onset teplota rozkladové reakce [°C]	208,73	210,77	204,42	215,09	216,45	226,11	221,23	225,64
Entalpie [J/g]	150,30	167,50	172,00	125,09	123,70	42,01	62,92	18,53

Pomocí simultánní termické analýzy byly změřeny všechny vzorky oleje. Na obr. 6.16 a obr. 6.17 jsou vidět průběhy TGA a DSC všechny vzorků. Na obr. 6.18 je průběh DSC a TGA pro olej, který byl vystavován teplotě 130 °C po dobu 600 hodin. Ostatní průběhy jsou v příloze D. Na obr. 6.18 je vidět hodnota onset teploty dekompozice, onset teploty rozkladové reakce a hodnota entalpie. Tyto hodnoty byly změřeny u všech vzorku a zaneseny do grafů zobrazující jejich závislost na čase stárnutí.



Obr. 6.19 Graf onset teploty rozkladové reakce a dekompozice



Obr. 6.20 Graf entalpie měřených vzorků oleje

Jak je vidět z grafů onset teplot rozkladové reakce a dekompozice, tak použití STA nemá příliš velkou vypovídající schopnost o stavu oleje, jako tomu bylo u infračervené spektroskopie. Grafy byly doplněny o lineární spojnicí trendu a hodnotu spolehlivosti. U hodnot rozkladové reakce vyšla hodnota spolehlivosti jen 0,7488 což je ale mnohokrát větší než u teploty dekompozice. Tak jako u elektrické pevnosti je možné vidět nárůst hodnot v prvních hodinách tepelného stárnutí. Tento trend je opět přisuzován tomu, že olej nebyl vysušován. Na grafu entalpie (obr. 6.20) je tento trend také patrný. I zde byly hodnoty proloženy lineární spojnicí trendu. U entalpie vyšla hodnota spolehlivosti 0,8341.

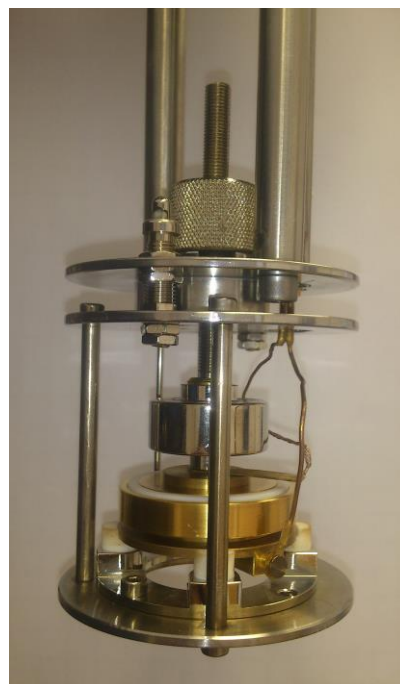
## 6.4 Širokopásmová dielektrická spektroskopie

Poslední a doplňující měření v rámci experimentu bylo provedeno na přístroji Novocontrol Alpha A (obr. 6.22). Přístroj umožňuje měřit permitivity  $\epsilon'$ ,  $\epsilon''$  nebo ztrátový činitel  $\text{tg } \sigma$ .

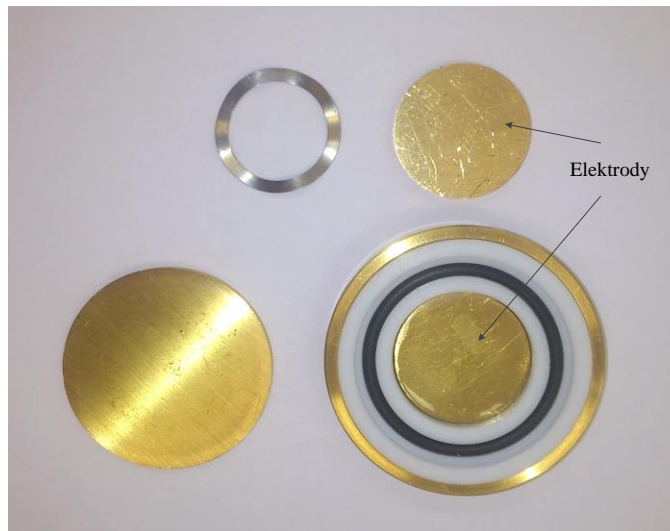
Frekvence pro měření byla nastavena v rozmezí 0,5 až 1 MHz. Maximální frekvence byla nastavena v souvislosti s měřicím rozsahem přístroje a přesností. Minimální frekvence byla zvolena v souvislosti s omezením měřicího času a také, že hodnoty při nižších frekvencích nejsou potřebné. Teplota byla nastavena od 100 °C do 30 °C s krokem 5 °C (důvod měření v obráceném pořadí od 100°C do 30°C je z důvodu vyloučení možné vody ve zkoumaném vzorku). Vrstva (tloušťka) zkoumaného oleje v elektrodovém systému (obr. 6.22) byla 0,1 mm. Tato hodnota byla dána tloušťkou použitých skleněných vláken (vlákna se používají k oddělení elektrod (obr. 6.23)). Měřicí napětí bylo voleno s amplitudou 1V. Kapacita elektrodového systému, která je automaticky korigována, byla nastavena na 5 pF. V poslední kroku se ještě musí zadat počáteční hodnota (100 °C) a konečná hodnota (30 °C), zadat název souboru a označení zkoumaného vzorku.



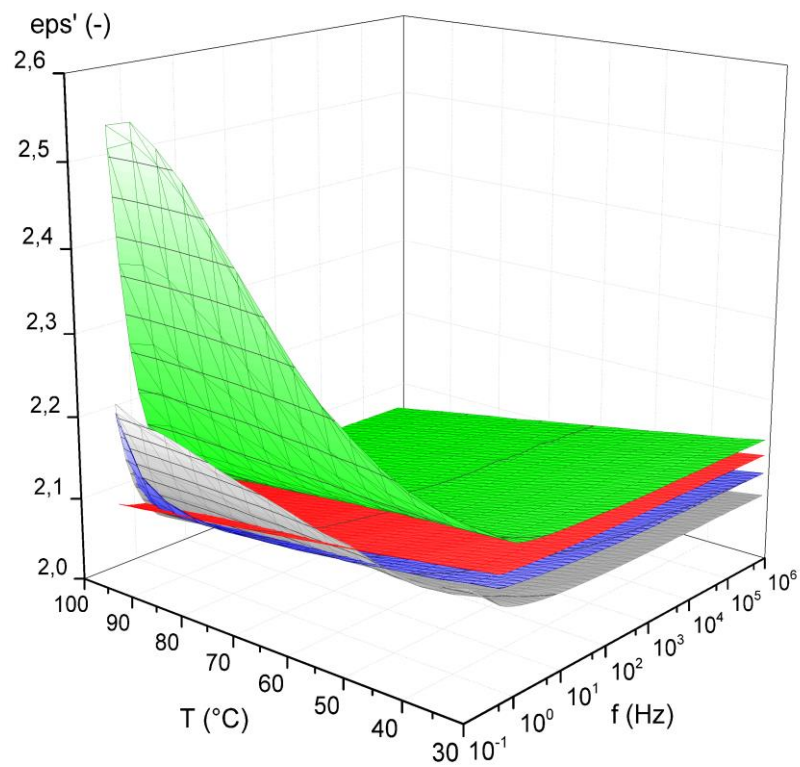
Obr. 6.21 Novocontrol Alpha A



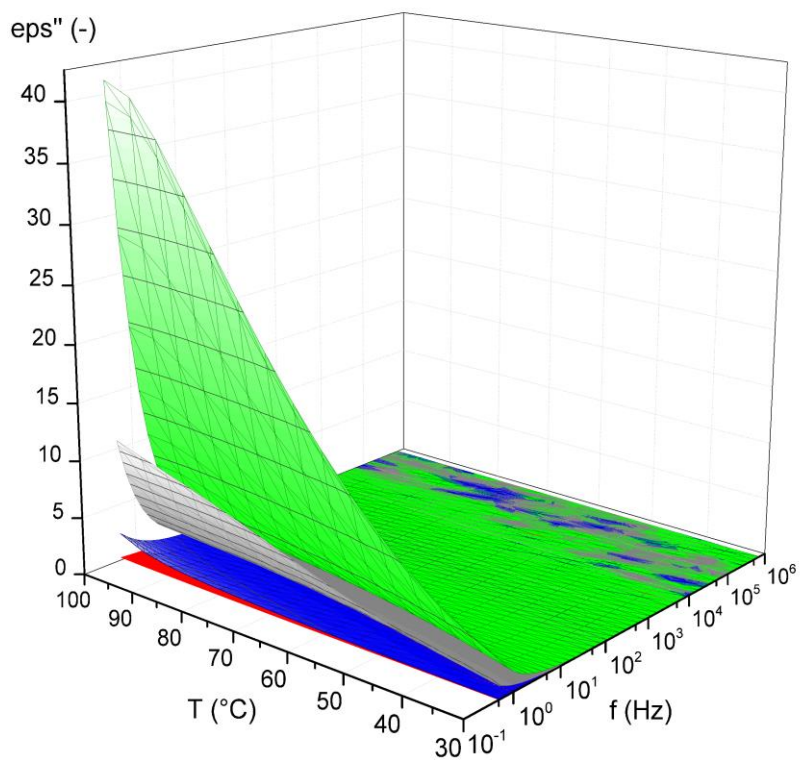
Obr. 6.22 Elektrodotový systém



Obr. 6.23 Elektrodotový systém použitý při měření oleje



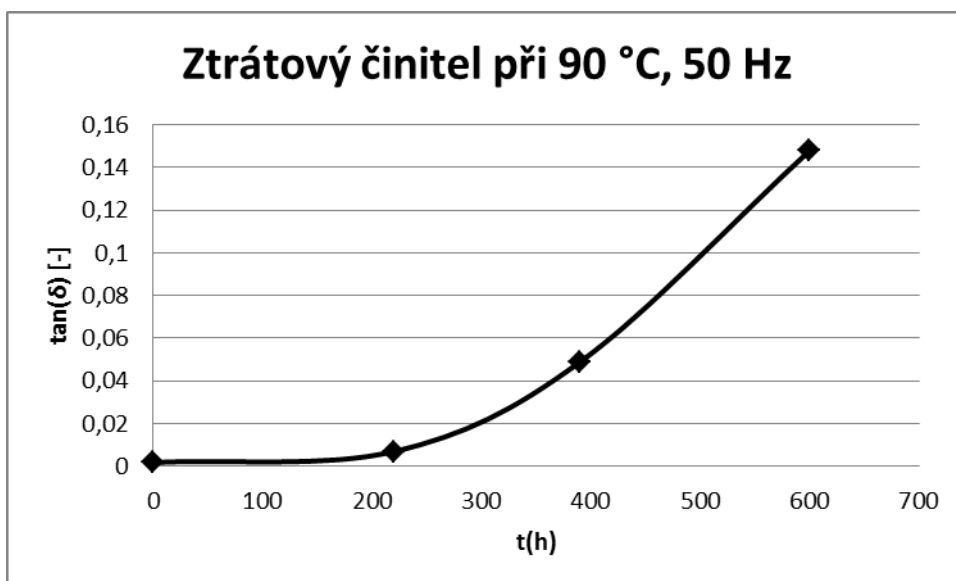
Obr. 6.24 3D Graf závislosti  $\epsilon'$  na  $T, f$



6.25 3D Graf závislosti  $\epsilon''$  na  $T, f$

	olej v dodaném stavu - 0 h
	tepelně stárnutý olej - 220 h
	tepelně stárnutý olej - 390 h
	tepelně stárnutý olej - 600 h

Obr. 6.26 Vysvětlivky ke 3D grafům



Obr. 6.27 Ztrátový činitel při 90 °C a frekvenci 50 Hz

## Závěr

Na začátku práce byly popisovány oleje používané jako izolační médium. Rozdělení olejů je na přírodní a syntetické. Mezi přírodní oleje patří olej minerální a olej rostlinný. Minerální olej patří mezi hojně používané izolační kapaliny. Největší nevýhodou minerálního oleje je jeho biologická odbouratelnost. Proto je snaha používat syntetické kapaliny. Ty poskytují vlastnosti, které tolik nezatěžují životní prostředí, a tudíž se mohou používat např. v zástavbách nebo u zdrojů pitné vody. Díky svým vlastnostem také lépe odolávají stárnutí.

Izolační kapaliny jsou po celou dobu vystavovány mnoha degradačním činitelům. Tyto činitelé, mezi které patří vlhkost, oxidace, teplota nebo částečné výboje způsobují zhoršení vlastností kapaliny. To může vest až k úplné degradaci kapaliny a tím ke zničení zařízení.

Pro hodnocení kapalin se používá mnoho diagnostických metod. Metody použité v této práci byly: měření elektrické pevnosti, infračervená spektroskopie, simultánní termická analýza a širokopásmové dielektrická spektroskopie.

Z vypočítaných hodnot elektrické pevnosti je vidět, že se elektrická pevnost postupem času snižuje. To je způsobeno působením teploty a tvorbou kalů, které snižují elektrickou pevnost. Jak je vidět z naměřených hodnot, tak elektrická pevnost je při druhém měření větší než na začátku. Tento jev je z důvodu nevysušení oleje. Olej v dodaném stavu obsahoval určité množství vlhkosti a to mělo vliv na hodnotu elektrické pevnosti.

Degradaci oleje je také možné pozorovat na barvě. Jak je vidět na obr. 6.5 olej mění svoji barvu v závislosti na čase. Olej v dodaném stavu byl téměř čirý, ve srovnání s olejem po 600 hodinách.

Další metoda aplikovaná na oleje byla infračervená spektroskopie. Díky této metodě je vidět úbytek antioxidantu. Úbytek antioxidantu má za následek rostoucí oxidaci a nitraci. Z grafů je vidět téměř lineární úbytek antioxidantu a lineární nárůst oxidace. Za pomoci infračervené spektroskopie bylo možné vyhodnotit stupeň antioxidantu, oxidace a nitrace. Ostatní pásy byly překryty, a tudíž nebylo možné je vyhodnotit.

Spektrální termická analýza nám poskytla hodnoty onset teploty dekompozice, onset teploty rozkladové reakce a entalpie. Tyto hodnoty nemají dle grafů příliš velké vypovídající schopnosti o stavu izolační kapaliny. Hodnoty jako u elektrické pevnosti na začátku vzrostou, což je opět způsobeno nevysušením dodaného stavu. Pro STA se používá velmi malé množství oleje, které může obsahovat kaly. Kaly potom způsobí zkreslení hodnot jako v našem případě a měření není tolik průkazné.

Metodou širokopásmové dielektrické spektroskopie jsme dostali hodnoty  $\varepsilon'$  a  $\varepsilon''$ . Jak je vidět z 3D grafů, tak s rostoucí teplotou a snižující se frekvencí  $\varepsilon'$  roste. Ovšem u nižších teplot a vyšších frekvencí je jev opačný. U  $\varepsilon''$  je také možné pozorovat nárůst ve vyšších teplotách a nižších frekvencích. U frekvencí od cca 100 Hz jsou hodnoty téměř stejné. V neposlední řadě můžeme vidět degradaci kapaliny na ztrátovém činitele. Ten se v první třetině teplotního stárnutí příliš neměnil, ale na konci měření už dosahoval hodnoty 0,148. V dodaném stavu byla hodnota ztrátového činitele 0,00176. Porovnáním hodnot je vidět téměř stonásobné zvětšení.

Z naměřených výsledků můžeme usoudit, že z elektrické pevnosti, obsahu antioxidantu, stupně oxidace a nitrace nebo ztrátového činitele můžeme dobře určit stupeň degradace izolační kapaliny a tím i její životnosti a životnosti celého zařízení. Hodnoty STA byly ovlivněny tvorbou kalů a tak tato metoda neměla v našem případě příliš vypovídající schopnost.



## Seznam literatury

- [1] MENTLÍK, Václav, Josef PIHERA, Radek POLANSKÝ, Pavel PROSR a Pavel TRNKA. Diagnostika elektrických zařízení. Praha: BEN, 2008. ISBN 978-80-7300-232-9.
- [2] Základy výroby minerálních olejů. *Petroleum.cz* [online]. Praha [cit. 2015-12-05]. Dostupné z: <http://www.petroleum.cz/zpracovani/zpracovani-ropy-34.aspx>
- [3] TRNKA, Pavel a Radek POLANSKÝ. Tepelné stárnutí izolačního systému olej-papír [online].:5[cit.2015-12-05].Dostupné z: <https://otik.uk.zcu.cz/bitstream/handle/11025/389/r0c1c13.pdf?sequence=1>
- [4] Typy olejov pre chladiace zariadenia. *Tribohechnika* [online]. [cit. 2015-12-05]. Dostupné z: <http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-42013/typy-olejov-pre-chladiace-zariadenia.html>
- [5] Olej. *Zemědělská fakulta* [online]. Jihlava [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: <http://www2.zf.jcu.cz/~moudry/databaze/Olej.htm>
- [6] 3.1. Průmyslové využití fytomasy. *Zemědělská fakulta* [online]. Jihlava [cit. 2015-12-06]. Dostupné z: <http://www2.zf.jcu.cz/~moudry/skripta/3/uvod.html>
- [7] KUČEROVÁ, Eva. *Elektrotechnické materiály*. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2002, 174 s. ISBN 80-708-2940-0.
- [8] ARTBAUER, Ján; ŠEDOVIČ, Juraj; ADAMEC, Vladimír. Izolanty a izolácie. 1. vydání. Bratislava : ALFA, 1969. 620 s.
- [9] OLEJ, Vladimír a Pavel PETR. *Expertní systémy: mezinárodní konference : sborník přednášek*, .. Vyd. 1. Pardubice: Univerzita Pardubice, 1997, v, 257 s. ISBN 80-719-4095-X.
- [10] SCHEJBAL, Václav. Diagnostika transformátoru prostřednictvím analýzy elektroizolační kapaliny. Plzeň, 2007. Disertační práce. ZČU v Plzni.
- [11] HASSDENTEUFEL, Josef. *Elektrotechnické materiály*. 2.vydání. Bratislava: Alfa, 1978. ISBN 63-555-78
- [12] RENÁK, Ladislav Reňák. Elektrická vodivost alternativních elektroizolačních kapalin. Brno, 2011. Diplomová práce. VYSOKÉ UCENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ.
- [13] *Měření kinetické a dynamické viskozity kapalin* [online]. Zlín: Ústav fyziky a materiálového inženýrství [cit. 2015-12-09]. Dostupné z: [http://ufmi.ft.utb.cz/texty/fyzika\\_2/F2\\_lab\\_02.pdf](http://ufmi.ft.utb.cz/texty/fyzika_2/F2_lab_02.pdf)
- [14] KUBALÍK, Ing. Jaroslav. *Perspektivy v oblasti kapalných izolantů* [online]. : 4 [cit. 2015-12-15]. Dostupné z: <http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce2/105.pdf>

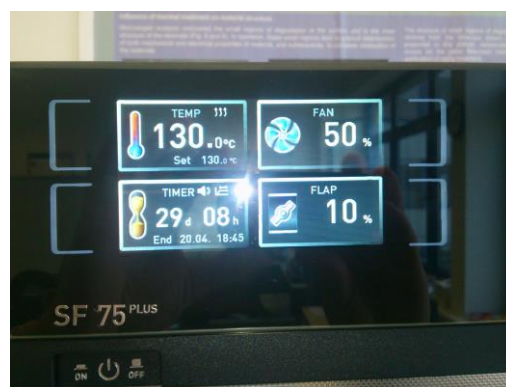
- [15] Zkušební metody. *ELDIAG s.r.o* [online]. Praha [cit. 2015-12-15]. Dostupné z: <http://www.eldiag.cz/cz/zkusebni-metody>
- [16] TICHÝ, Vladimír, Viliam PALLO a Václav MAŠEK. Transformátorový olej. 1. vydání. Bratislava: Slov. vydav. techn. lit., 1962. Edícia elektrotechnickej literatúry.
- [17] ESB Elektrické stroje: Regenerace olejů [online]. 2009 [cit. 2015-12-22]. Dostupné z: <http://www.esb-bez.cz/upload/File/regenerace-transformatorovych-a-turbinovych-oleju.pdf>
- [18] SPARLING, Brian a Jacques AUBIN. *Assessing Water Content in Insulating Paper of Power Transformers* [online]. , 6 [cit. 2016-01-01]. Dostupné z: [http://ewh.ieee.org/soc/pes/saintlouis/2010%2012%206/Moisture-in-Insulation\\_Paper.pdf](http://ewh.ieee.org/soc/pes/saintlouis/2010%2012%206/Moisture-in-Insulation_Paper.pdf)
- [19] ŠIRŮČEK, Martin. *Zlepšování parametrů výkonových transformátorů*. Plzeň, 2013. DISERTAČNÍ PRÁCE. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Doc. Ing. Pavel Trnka, Ph.D.
- [20] BARBORKA, Vít. Diagnostika transformátorových olejů v návaznosti na prodloužení životnosti transformátorů. *Elektro* [online]. [cit. 2016-01-01]. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/diagnostika-transformatorovych-oleju-v-navaznosti-na-prodlouzeni-zivotnosti-transformatoru--14835>
- [21] ČERNÝ, Jaroslav. Oxidační stárnutí a degradace izolačních olejů. In: *Řízení a údržba průmyslového podniku* [online]. 2013 [cit. 2016-01-01]. Dostupné z: <http://udrzbapodniku.cz/hlavni-menu/artikuly/artikul/article/oxidacni-starnuti-a-degradace-izolacnich-oleju/>
- [22] Monitorování a lokalizace částečných výbojů v olejových transformátorů. *All for power* [online]. [cit. 2016-02-08]. Dostupné z: <http://www.allforpower.cz/UserFiles/file/monitoring.pdf>
- [23] HAVLÍČEK, Tomáš. *Částečné výboje v elektronických zařízeních pracujících na vyšších kmitočtech*. Brno, 2009. Doktorská práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [24] HUBÁČEK, Jaroslav. *Nekonvenční metody sledování částečných výbojů*. Plzeň, 2013. Diplomová práce. ZČU v Plzni.
- [25] ANAR, Mammadov. *Partial discharge in electronic equipments*. Brno, 2009. Dissertation thesis. Brno University of Technology.
- [26] PROSR, P. a M. BRANDT. *Diagnostika olejem plněných transformátorů* [online]. Plzeň, 2008 [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: <https://otik.uk.zcu.cz/handle/11025/489>
- [27] Nynas Lyra X. *Nynas - transformátorové oleje* [online]. Hradec Králové [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: <http://www.trafo-olej.cz/bezpecnostni-listy.html>

- [28] Seznámení s plynovou chromatografií. *Eldiag s.r.o.* [online]. Praha [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: [http://www.eldiag.cz/cz/texty/seznameni-s-plynovou-chromatografií?utm\\_source=seznam&utm\\_medium=cpc&utm\\_campaign=8102481946+-+Eldiag](http://www.eldiag.cz/cz/texty/seznameni-s-plynovou-chromatografií?utm_source=seznam&utm_medium=cpc&utm_campaign=8102481946+-+Eldiag)
- [29] ZACHAŘ, Pavel a David SÝKORA. *PLYNOVÁ CHROMATOGRAFIE* [online]. In: . Praha, s. 16 [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: <http://old.vscht.cz/anl/lach2/GC.pdf>
- [30] *Infračervená spektroskopie* [online]. In: . Praha [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: <http://old.vscht.cz/lms/Zverze/Infrared.htm>
- [31] PROSR, Pavel a Radek POLANSKÝ. Možnosti využití infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací při vstupní kontrole těsnících materiálů. *Electroscope* [online]. 2012, 2012, 5 [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: [http://ek702p10-ket.fel.zcu.cz/images/PDF/Rocnik2012/Cislo2\\_2012/r6c1c7.pdf](http://ek702p10-ket.fel.zcu.cz/images/PDF/Rocnik2012/Cislo2_2012/r6c1c7.pdf)
- [32] DERRICK, Michele, Dusan STULIK a James LANDRY. *Infrared Spectroscopy in Conservation Science* [online]. Los Angeles, 1999 [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: [https://www.getty.edu/conservation/publications\\_resources/pdf\\_publications/pdf/infrared\\_spectroscopy.pdf](https://www.getty.edu/conservation/publications_resources/pdf_publications/pdf/infrared_spectroscopy.pdf)
- [33] STUART, Barbara. *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications* [online]. Hoboken, NJ: J. Wiley, c2004 [cit. 2016-04-11]. Analytical techniques in the sciences. ISBN 0-470-85427-8 (HB).
- [34] PROSR, P., J. PIHERA, R. POLANSKÝ a P. TRNKA. *FT-IR spektroskopie rozkladových plynů izolačních kapalin* [online]. Plzeň [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: <http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce3/102.pdf>
- [35] PROSR, Pavel a Radek POLANSKÝ. Využití infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací v technické diagnostice. In: *Elektro* [online]. [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: [http://www.odbornecasopisy.cz/flipviewer/Elektro/2013/12/Elektro\\_12\\_2013\\_output/web/Elektro\\_12\\_2013\\_opf\\_files/WebSearch/page0010.html](http://www.odbornecasopisy.cz/flipviewer/Elektro/2013/12/Elektro_12_2013_output/web/Elektro_12_2013_opf_files/WebSearch/page0010.html)
- [36] *TA Instruments* [online]. New Castle [cit. 2016-04-11]. Dostupné z: <http://www.tainstruments.com/q600/#ffs-tabbed-11>
- [37] SDT Q600. *Taipei Tech* [online]. [cit. 2016-04-12]. Dostupné z: <http://www.cc.ntut.edu.tw/~wwwemo/download/2-b.pdf>
- [38] KLOUŽKOVÁ, A., P. ZEMENOVÁ, J. KLOUŽEK a W. PABST. *Termická analýza* [online]. Praha, 2012 [cit. 2016-04-12]. Dostupné z: <http://tresen.vscht.cz/sil/sites/default/files/Termick%C3%A1%20anal%C3%BDza.pdf>
- [39] SUŠÍR, Josef. *Aspekty určení stavu exponovaného dvousložkového kompozitu*. Plzeň, 2010. DISERTAČNÍ PRÁCE. ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI.

- [40] *Delta College* [online]. California: Thermo Scientific Nicolet 380 FT-IR Spectrometer [cit. 2016-04-19]. Dostupné z:  
[https://www.deltacollege.edu/emp/ckim/IR380\\_SOP\\_WWW/productPDF\\_52266.pdf](https://www.deltacollege.edu/emp/ckim/IR380_SOP_WWW/productPDF_52266.pdf)
- [41] ČSN EN 60 156: *Izolační kapaliny - Stanovení průrazného napětí při síťovém kmitočtu - Zkušební metoda*. Český normalizační institut. Praha: Český normalizační institut, 1995.
- [42] 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol. Chemicalbook [online]. 2016 [cit. 2016-05-13]. Dostupné z:  
[http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty\\_EN\\_CB8355755.htm](http://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB8355755.htm)
- [43] 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol. Sigma-Aldrich [online]. 2016 [cit. 2016-05-13]. Dostupné z:  
<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/b1378?lang=en&ion=CZ>
- [44] GRAY, I.A.R. OXIDATION INHIBITORS FOR INSULATING OILS. In: TRANSFORMER CHEMISTRY SERVICE [online]. 8 stran [cit. 2016-05-13]. Dostupné z: [http://www.sates.co.za/Oxidation\\_inhibitors\\_for\\_insulating\\_oil-IARGray2008.pdf](http://www.sates.co.za/Oxidation_inhibitors_for_insulating_oil-IARGray2008.pdf)
- [45] MAINALI, Dipak a Frank HIGGINS. Determination of Phenolic Antioxidant DBPC and DBP Levels in Electrical Insulating Oil [online]. In: . 6 stran [cit. 2016-05-14]. Dostupné z: <https://www.agilent.com/cs/library/applications/5991-6380EN.pdf>
- [46] FITZPATRICK, Jim. The Uses of Portable FT-IR Spectroscopy in the Power Generation Industry [online]. In: . 49 stran [cit. 2016-05-14]. Dostupné z:  
<https://www.agilent.com/cs/library/eseminars/public/Bring%20the%20Power%20of%20Mobile%20Measurement%20to%20the%20Energy%20and%20Power%20Generation%20Industry.pdf>
- [47] MIHALČOVÁ, J. Study of Degradation of Mineral Oils Products by FTIR Method: Agilent [online]. In: . Košice, 2002, 5 stran [cit. 2016-05-14]. Dostupné z:  
[http://www.chempap.org/file\\_access.php?file=573a211.pdf](http://www.chempap.org/file_access.php?file=573a211.pdf)

## Příloha A – Příprava vzorků

Vzorky oleje se dle potřeby a dle použité měřicí metody rozlily do připravených lahvíček (obr. A.3) a popsaly. Popsané lahvičky se vložily do pece Memmert (obr. A.1) na které se nastavila teplota 130 °C (obr.A.2). Tato teplota byla konstantní po celou dobu měření.



Obr. A.1 Pec Memmert

Obr. A.2 Nastavení pece na 130°C



Obr. A.3 Příprava vzorků do pece

## Příloha B – Naměřené hodnoty průrazného napětí

Tab. B.1 Průrazné napětí po 0 hodinách (dodaný stav)

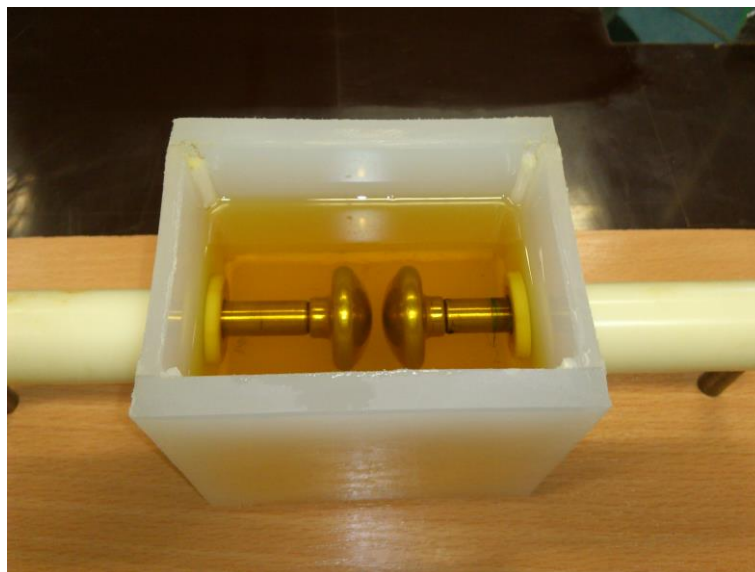
1. MĚŘENÍ - 0 hodin		
Měření	Průrazné napětí [KV]	Elektrická pevnost [KV/2,5mm]
1. měření	56,89	22,76
2. měření	74,99	30,00
3. měření	69,39	27,76
4. měření	82,34	32,94
5. měření	76,53	30,61
6. měření	49,47	19,79
Průměr	68,27	27,31
Směrodatná odchylka [ $\pm$ kV],[ $\pm$ kV/mm]	12,61	5,05
Variační koeficient [-],[%]	0,18	18,48



Obr. B.1 Elektrodotový systém, 0 hodin (dodaný stav)

Tab. B.2 Průrazné napětí po 150 hodinách

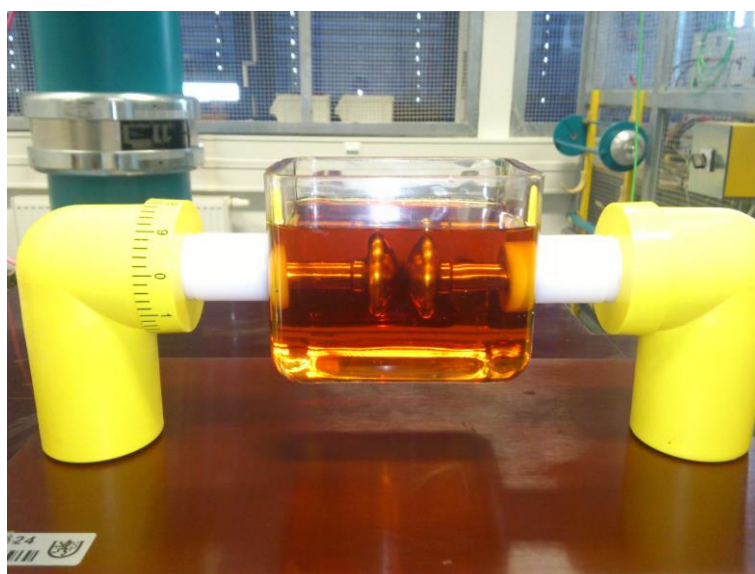
2. MĚŘENÍ - 150 hodin		
Měření	Průrazné napětí [KV]	Elektrická pevnost [KV/2,5mm]
1. měření	87,46	34,98
2. měření	58,17	23,27
3. měření	77,74	31,10
4. měření	64,02	25,61
5. měření	70,38	28,15
6. měření	66,15	26,46
Průměr	70,65	28,26
Směrodatná odchylka [ $\pm$ kV],[ $\pm$ kV/mm]	10,52	4,21
Variační koeficient [-],[%]	0,15	14,88



Obr. B.2 Elektrodotový systém, olej po 150 hodinách

Tab. B.3 Průrazné napětí po 320 hodinách

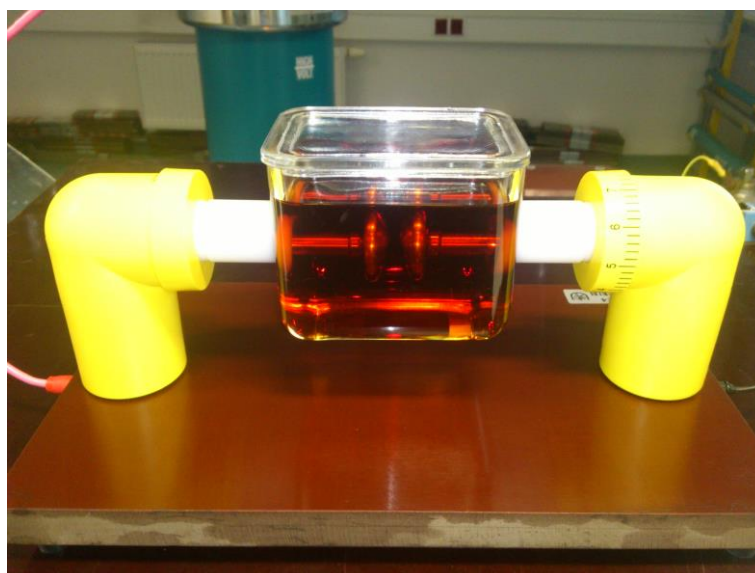
3. MĚŘENÍ - 320 hodin		
Měření	Průrazné napětí [KV]	Elektrická pevnost [KV/2,5mm]
1. měření	62,68	25,07
2. měření	74,98	29,99
3. měření	52,09	20,84
4. měření	59,40	23,76
5. měření	83,16	33,26
6. měření	74,59	29,84
Průměr	67,82	27,13
Směrodatná odchylka [ $\pm$ kV],[ $\pm$ kV/mm]	11,64	4,66
Variační koeficient [-],[%]	0,17	17,16



Obr. B.3 Elektrodotový systém, olej po 320 hodinách

Tab. B.4 Průrazné napětí po 490 hodinách

4. MĚŘENÍ - 490 hodin		
Měření	Průrazné napětí [KV]	Elektrická pevnost [KV/2,5mm]
1. měření	74,57	29,83
2. měření	66,85	26,74
3. měření	52,51	21,00
4. měření	69,47	27,79
5. měření	54,87	21,95
6. měření	58,82	23,53
Průměr	62,85	25,14
Směrodatná odchylka [ $\pm$ kV],[ $\pm$ kV/mm]	8,76	3,51
Variační koeficient [-],[%]	0,14	13,94



Obr. B.4 Elektrodotový systém, olej po 490 hodinách

Tab. B.5 Průrazné napětí po 600 hodinách

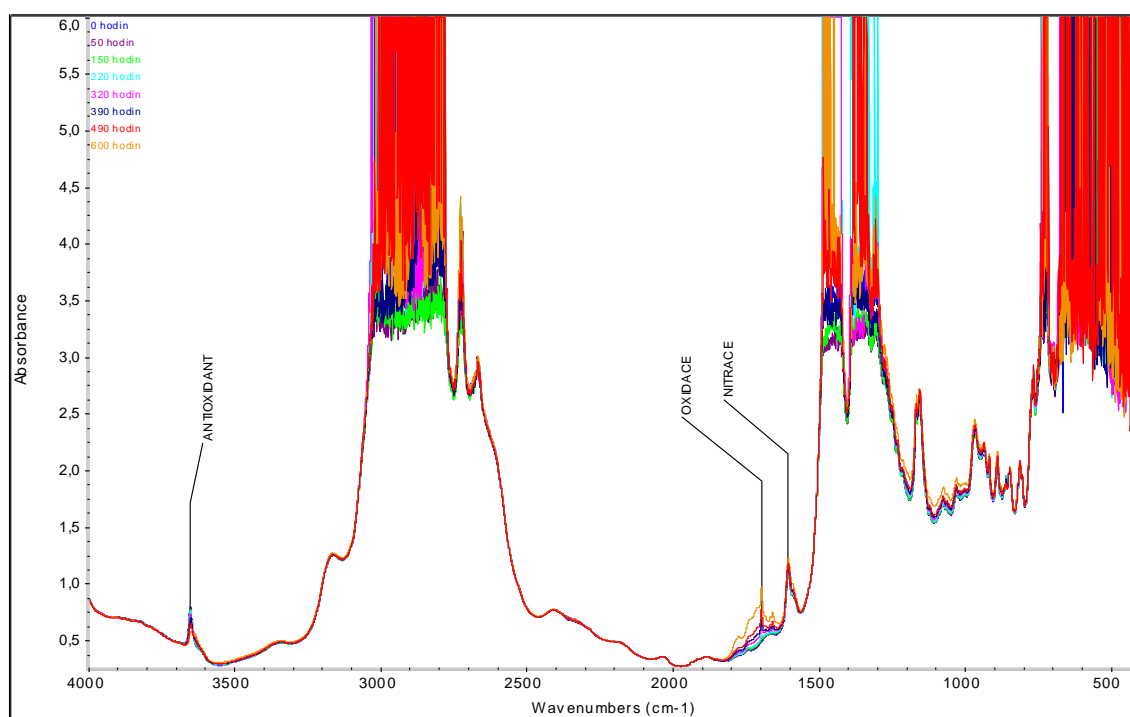
5. MĚŘENÍ - 600 hodin		
Měření	Průrazné napětí [KV]	Elektrická pevnost [KV/2,5mm]
1. měření	73,81	29,524
2. měření	52,92	21,168
3. měření	56,97	22,788
4. měření	63,20	25,28
5. měření	57,07	22,828
6. měření	50,07	20,028
Průměr	59,01	23,60
Směrodatná odchylka [ $\pm$ kV],[ $\pm$ kV/mm]	8,50	3,40
Variační koeficient [-],[%]	0,14	14,41





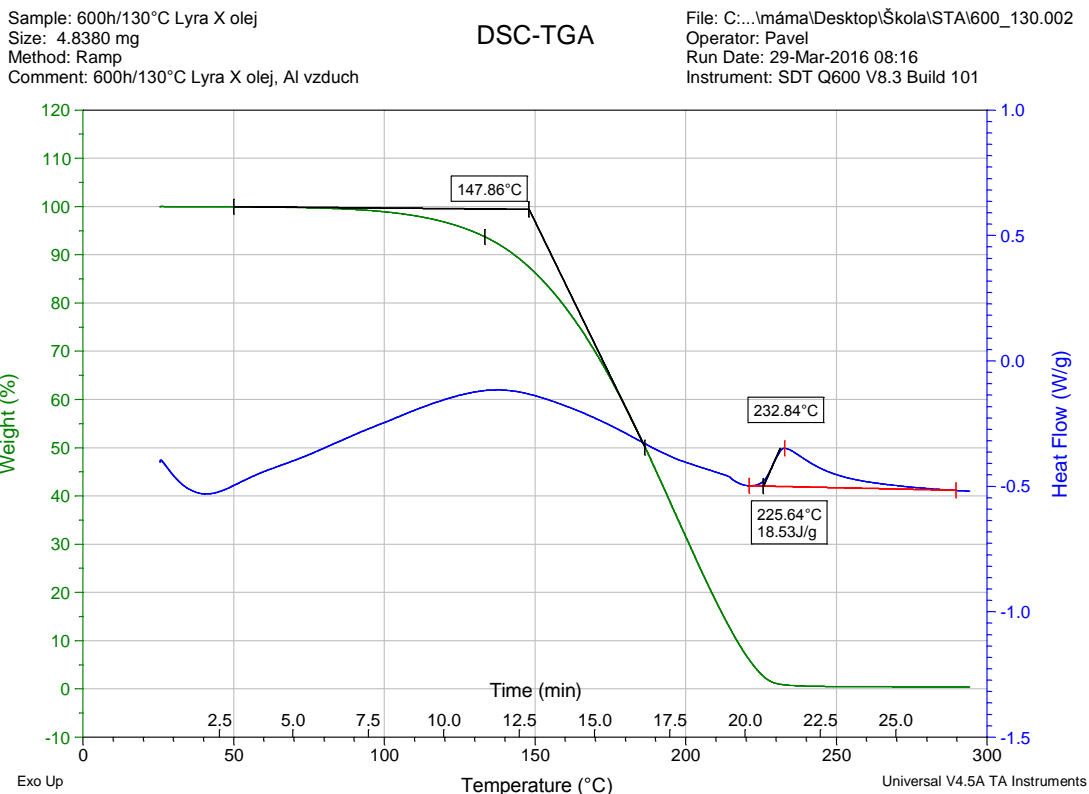
Obr. B.5 Elektrodotový systém, olej po 600 hodinách

## Příloha C – Infračervené spektrum všech vzorků oleje

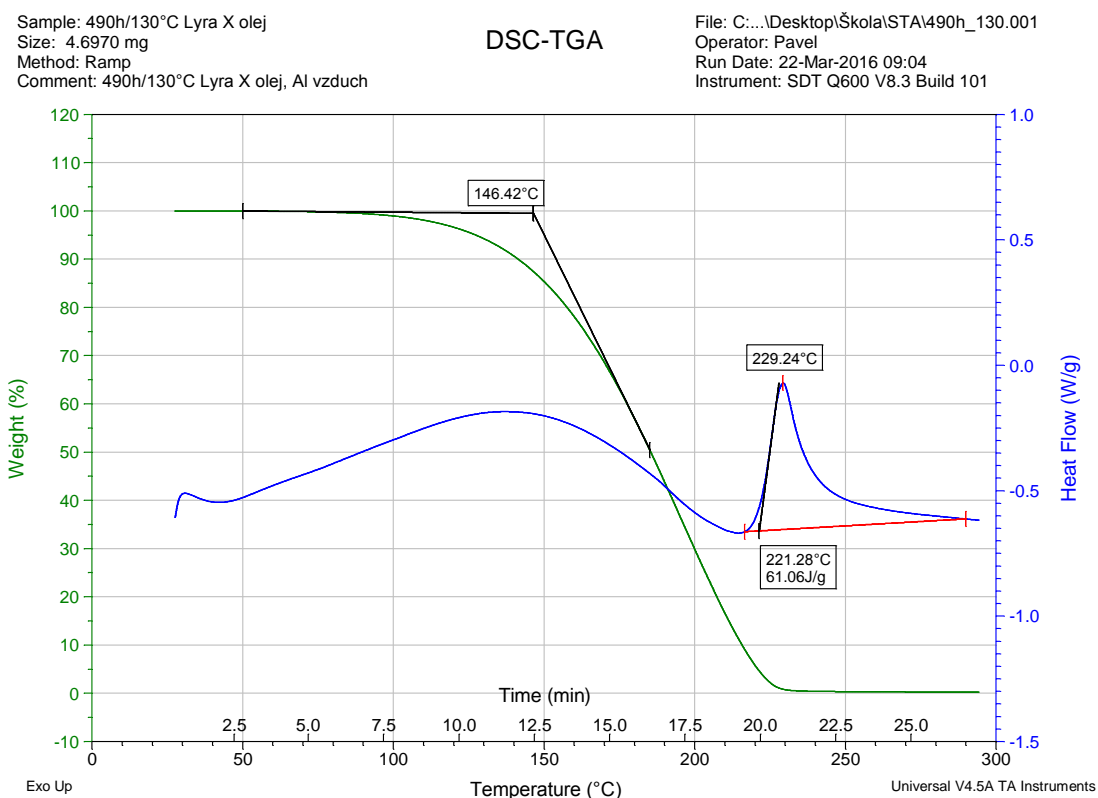


Obr.C.1 Infračervené spektrum všech vzorků oleje

## Příloha D – Grafy jednotlivých vzorků oleje - STA



Obr. D.1 Průběh DSC-TGA oleje po stárnutí 600 hodin při teplotě 130°C

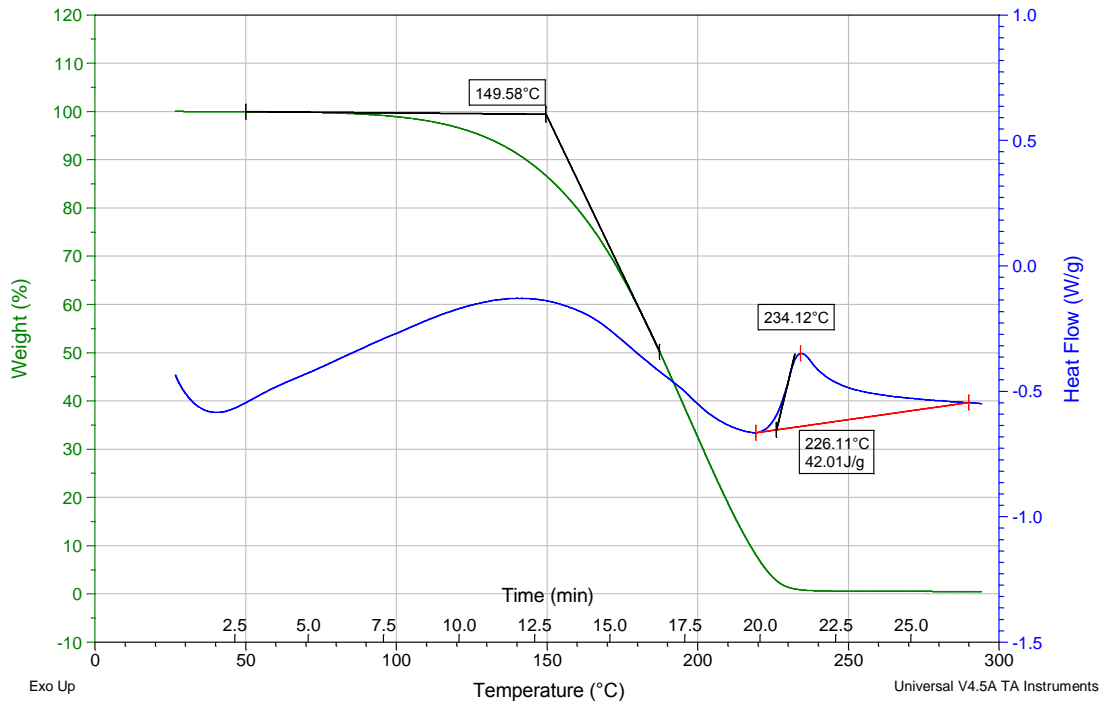


Obr. D.2 Průběh DSC-TGA po stárnutí 490 hodin při teplotě 130°C

Sample: 390h/130°C Lyra X olej  
 Size: 4.6780 mg  
 Method: Ramp  
 Comment: 390h/130°C Lyra X olej, Al vzduch

DSC-TGA

File: C:\...Desktop\Škola\STA\390h\_130.001  
 Operator: Pavel  
 Run Date: 22-Mar-2016 08:14  
 Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101

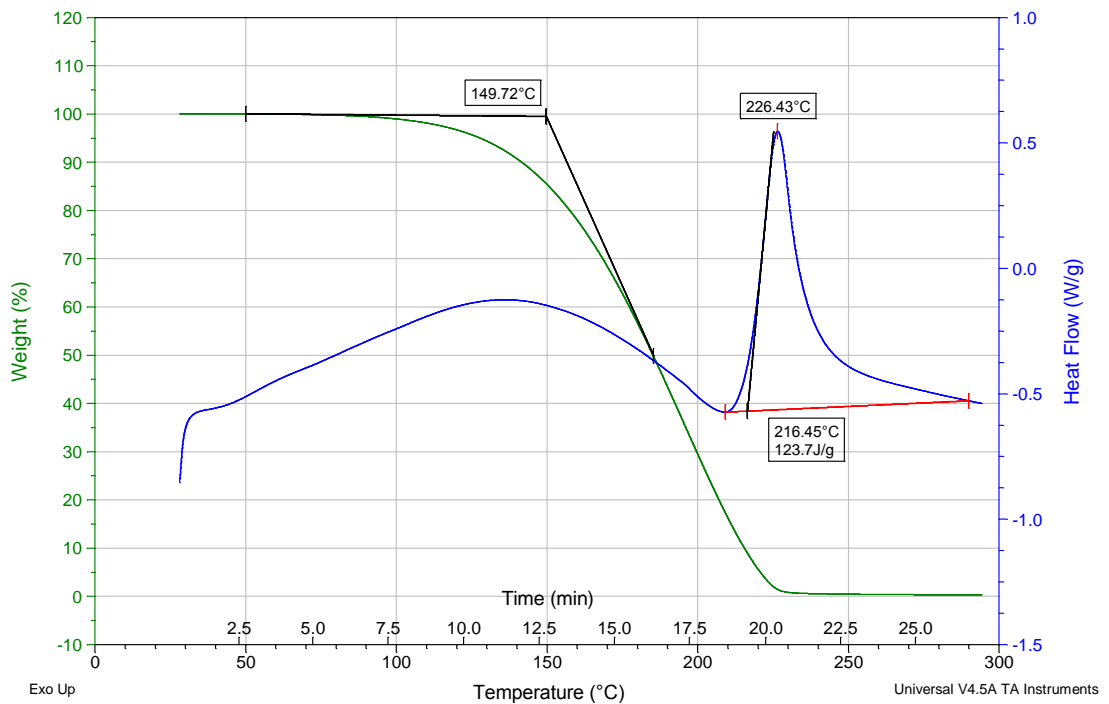


Obr.D.3 Průběh DSC-TGA po stárnutí 390 hodin při teplotě 130°C

Sample: 320h/130°C Lyra X olej  
 Size: 4.5400 mg  
 Method: Ramp  
 Comment: 320h/130°C Lyra X olej

DSC-TGA

File: C:\...Desktop\Škola\STA\320h\_130.001  
 Operator: Pavel  
 Run Date: 15-Mar-2016 09:23  
 Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101

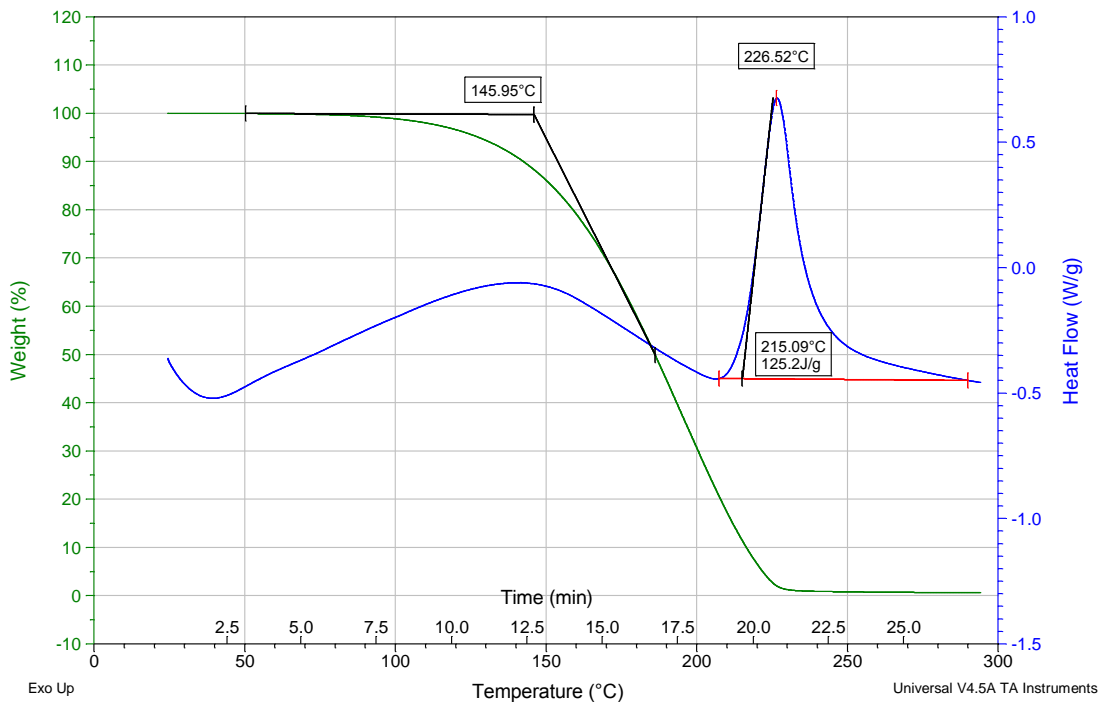


Obr D.4 Průběh DSC-TGA po stárnutí 320 hodin při teplotě 130°C

Sample: 220h/130°C Lyra X olej  
 Size: 4.4980 mg  
 Method: Ramp  
 Comment: 220h/130°C Lyra X olej

DSC-TGA

File: C:\...Desktop\Škola\STA\220h\_130.001  
 Operator: Pavel  
 Run Date: 15-Mar-2016 08:38  
 Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101

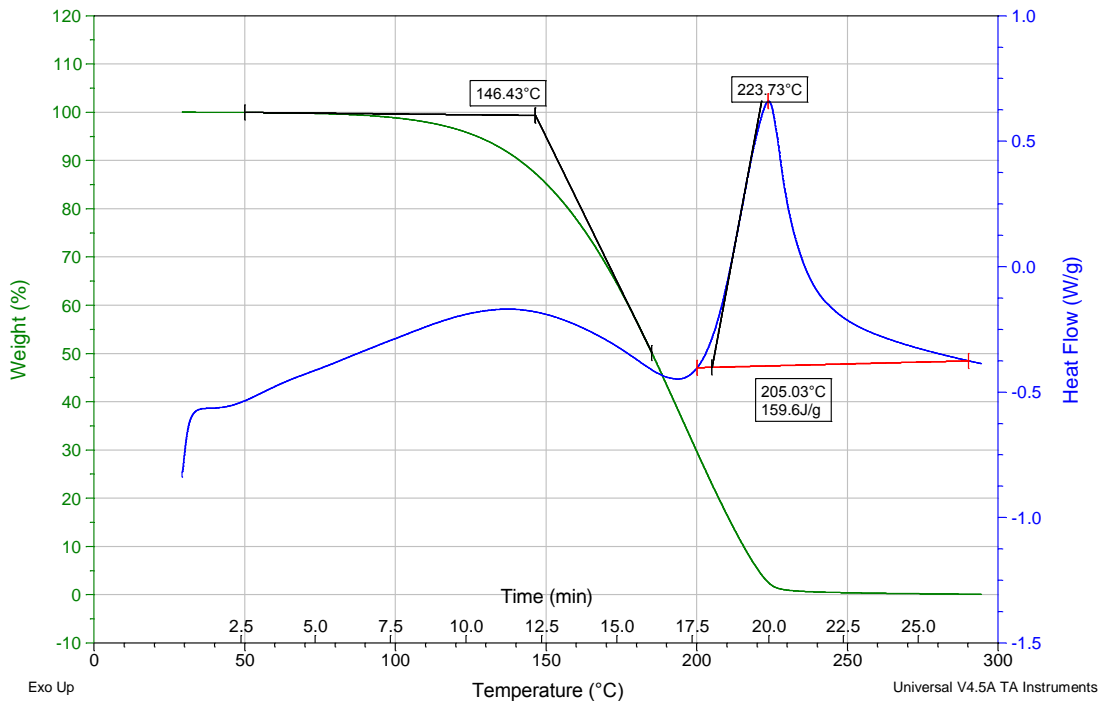


Obr D.5 Průběh DSC-TGA po stárnutí 220 hodin při teplotě 130°C

Sample: 150h/130°C Lyra X olej  
 Size: 4.6530 mg  
 Method: Ramp  
 Comment: 150h/130°C Lyra X olej, hliník, vzduch

DSC-TGA

File: C:\...Desktop\Škola\STA\150h\_130.002  
 Operator: Pavel  
 Run Date: 08-Mar-2016 13:08  
 Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101

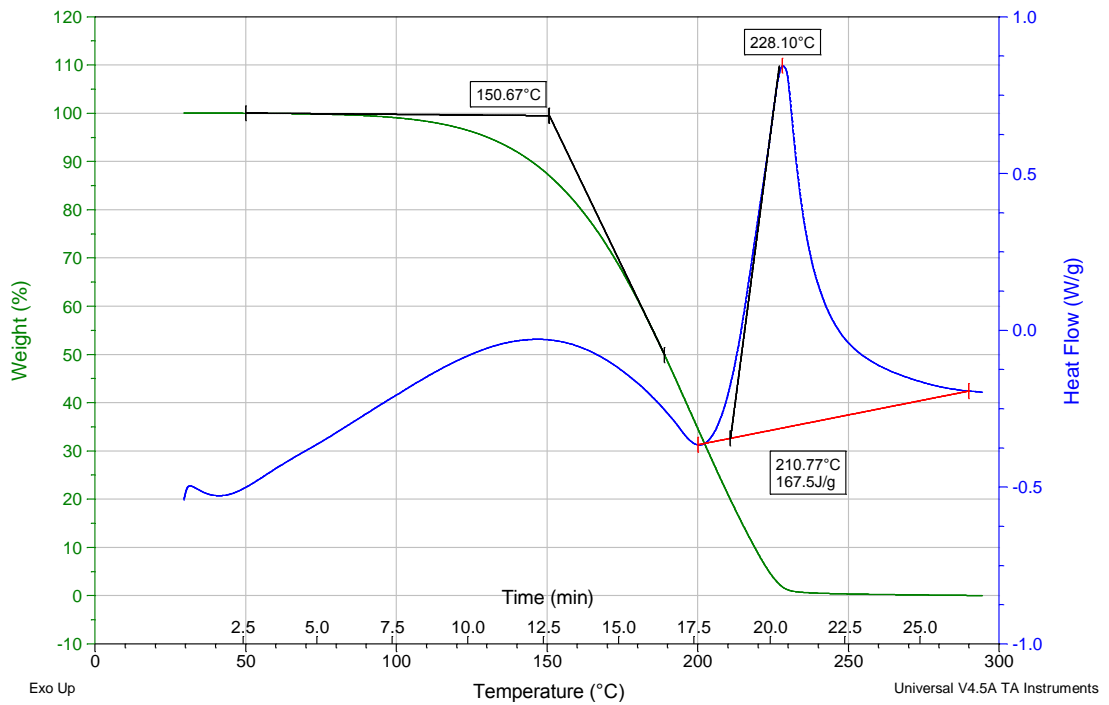


Obr D.6 Průběh DSC-TGA po stárnutí 150 hodin při teplotě 130°C

Sample: 50h/130°C Lyra X olej  
 Size: 4.4890 mg  
 Method: Ramp  
 Comment: 50h/130°C Lyra X olej, hliník, vzduch

DSC-TGA

File: C:\...máma\Desktop\Škola\STA\50h\_130.001  
 Operator: Pavel  
 Run Date: 08-Mar-2016 12:24  
 Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101

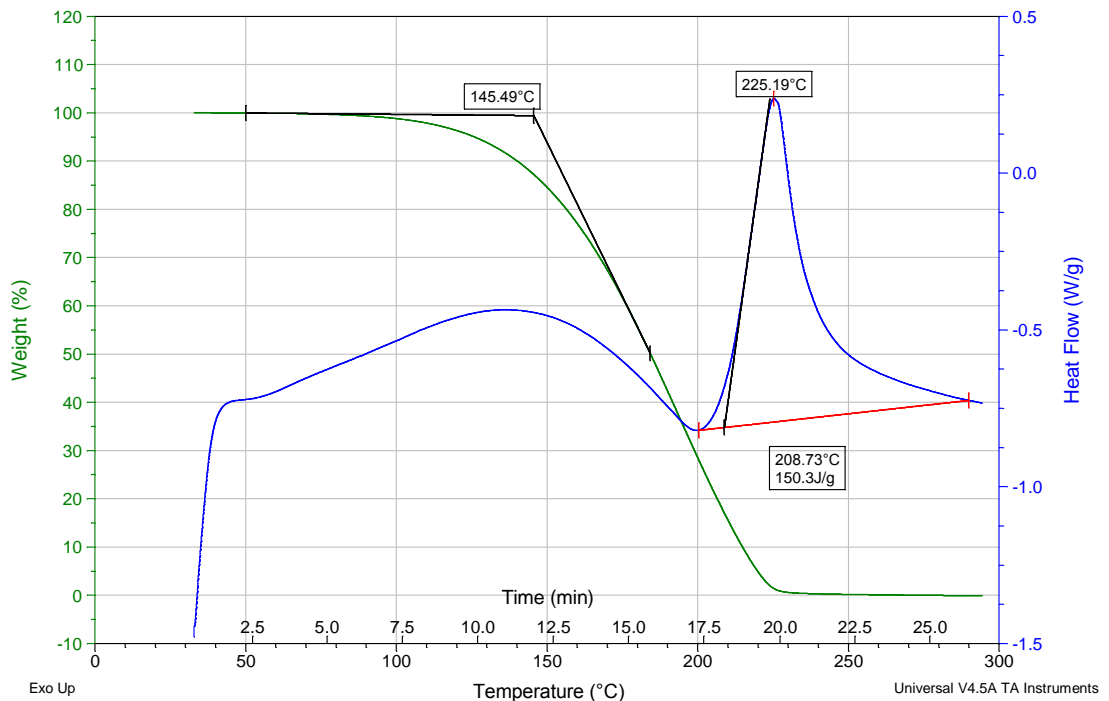


Obr D.7 Průběh DSC-TGA oleje po stárnutí 50 hodin při teplotě 130°C

Sample: DS Lyra X olej  
 Size: 4.4490 mg  
 Method: Ramp  
 Comment: DS Lyra X olej, hliník, vzduch

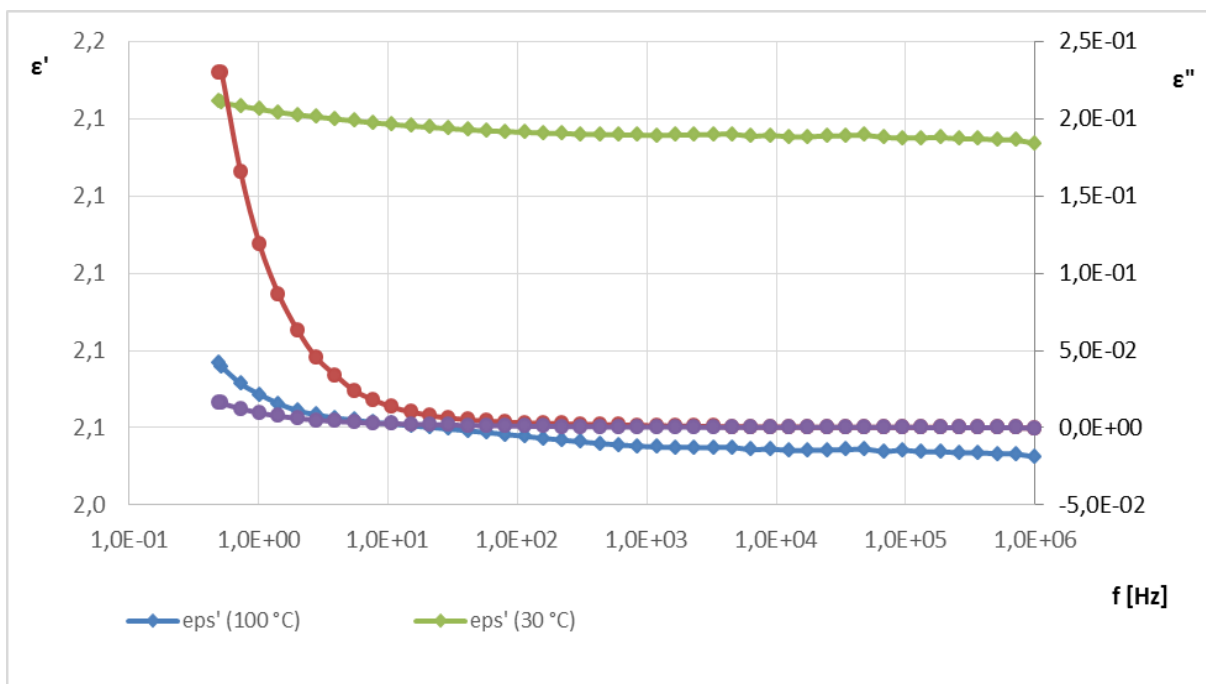
DSC-TGA

File: C:\...máma\Desktop\Škola\STA\0h\_130.001  
 Operator: Pavel  
 Run Date: 08-Mar-2016 11:30  
 Instrument: SDT Q600 V8.3 Build 101

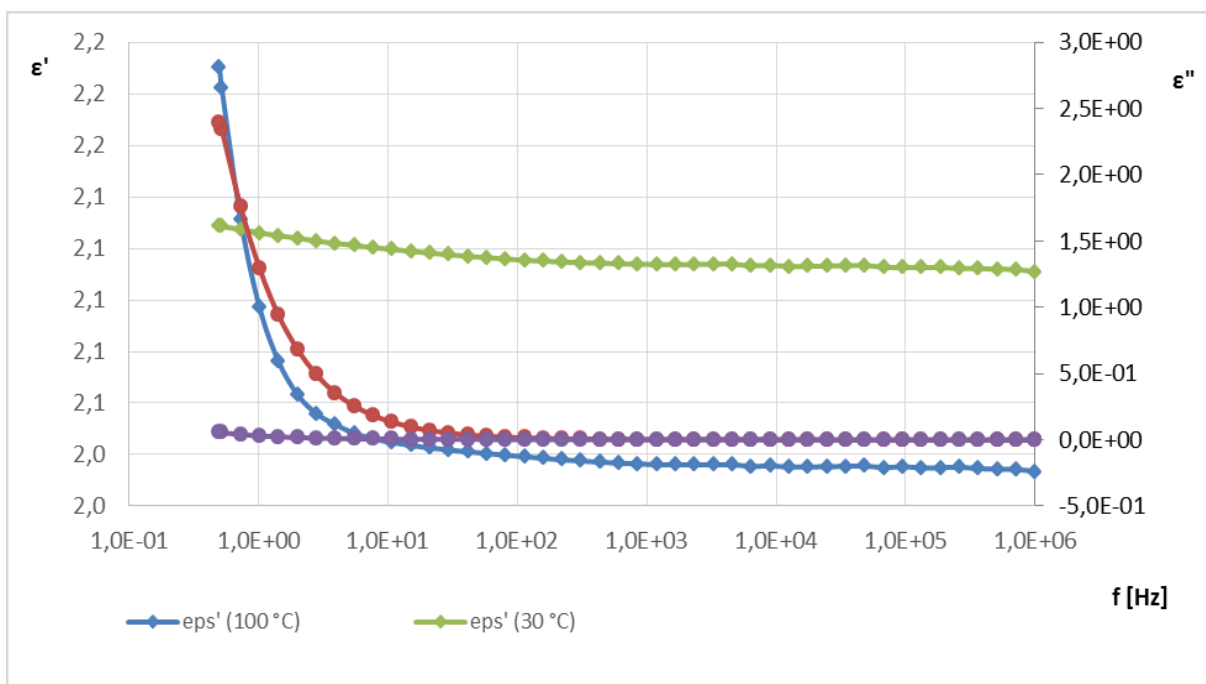


Obr D.8 Průběh DSC-TGA oleje v dodaném stavu

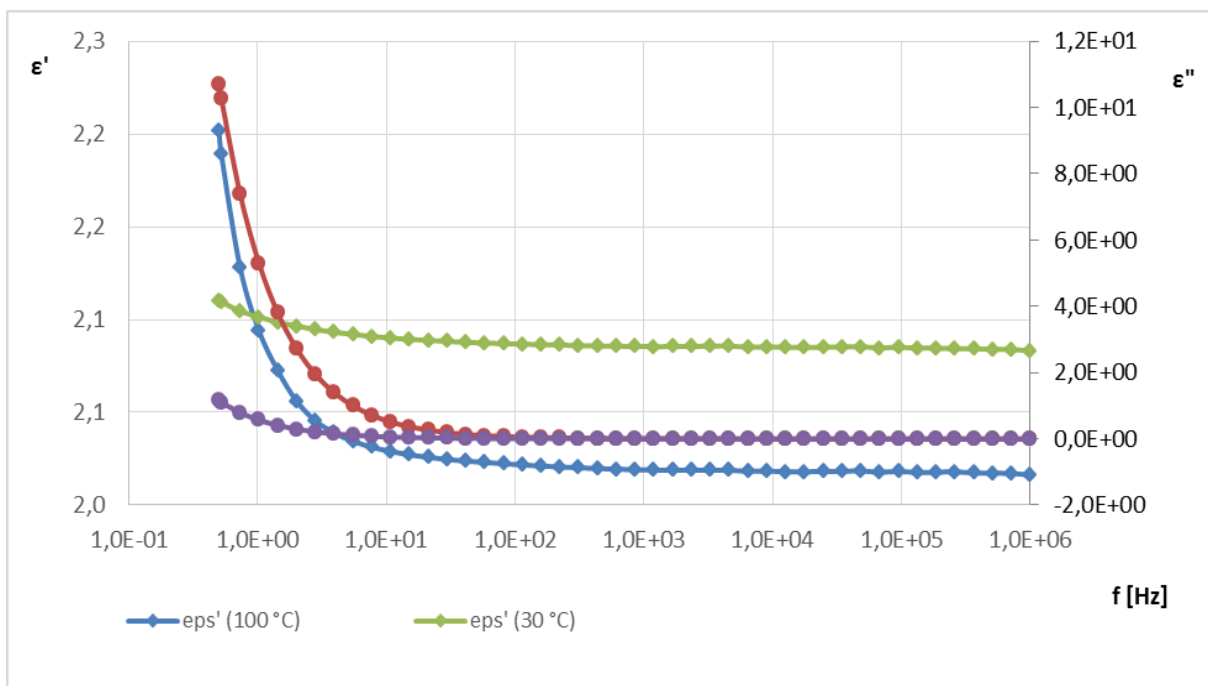
## Příloha E – Frekvenční závislosti $\epsilon'$ a $\epsilon''$



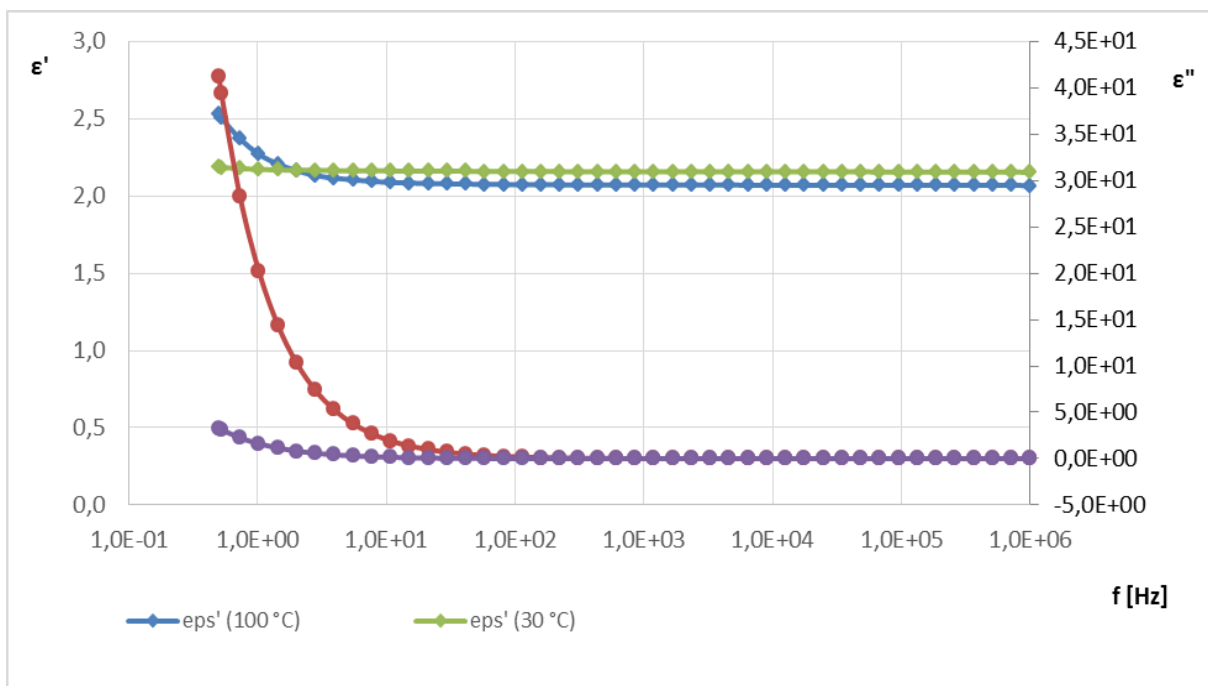
Obr E.1 Frekvenční závislosti dodaného stavu oleje



Obr E.2 Frekvenční závislosti po 220 hodinách stárnutí při teplotě  $130\text{ }^\circ\text{C}$



Obr E.3 Frekvenční závislosti po 390 hodinách stárnutí při teplotě  $130^\circ\text{C}$



Obr E.4 Frekvenční závislosti po 600 hodinách stárnutí při teplotě  $130^\circ\text{C}$