Ročník 2010



Číslo I

# Změna vnitřní rezistivity izolace NEN-F 220/125 v závislosti na době teplotního přetížení

L. Beran<sup>1</sup>, J. Vokřínek

<sup>1</sup> Ústav mechatroniky a technické informatiky, Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií, TUL v Liberci, Hálkova 6, Liberec

E-mail : leos.beran@tul.cz, jan.vokrinek@tul.cz

#### Anotace:

Tento článek prezentuje vliv teploty na izolační materiál NEN-F 220/125 (obchodní označení) při dlouhodobém tepelném přetěžování. Provozní teplota tohoto izolačního materiálu je 180 °C (teplotní třída H). V průběhu experimentu byla sledována změna vnitřní rezistivity. Tepelné zatěžování bylo prováděno při teplotě 130, 180 a 205 °C po dobu cca 4000 h. Výsledky experimentů prokázaly, že se výrazně mění vnitřní rezistivita v závislosti na celkovém čase tepelného zatížení.

This article presents influence of temperature to an insulation material NEN-F 220/125 (trade designation) during long term temperature overloading. The operating temperature of NEN is 180  $^{\circ}$ C (class H). The specific volume resistance was evaluated after ageing by the temperature. The thermal ageing was carried out by 130, 180 a 205  $^{\circ}$ C for the duration of 4000 hours. The results of our experiments show very strong dependence of specific volume resistance change to the time of temperature ageing.

# ÚVOD

Izolační materiál NEN-F 220/125 se používá jako drážková izolace v malých asynchronních motorech (AM), ale i v mnoha dalších oblastech elektrotechniky. Je vyroben z polymeru PET, který je cenově dostupný a má velmi dobré izolační vlastnosti. Aby bylo možné izolační materiály využívat v jejich limitních provozních podmínkách, musí být nejdříve experimentálně ověřeny a zhodnoceny jejich elektrické vlastnosti.

Jedním z důležitých parametrů je vnitřní rezistivita, kterou nejvíce ovlivňuje teplota okolí [1]. V minulosti byly materiály zařazeny do teplotních tříd. Třídy postupem času přibývaly s nově používanými materiály a jejich definice se v různých zemích značně lišily [2].

Zařazení materiálů je i v dnešní době hrubé a nemusí být v mnoha případech při rozhodování uživatele směrodatné a správné. Navíc se u většiny zrychlených testů stárnutí používá lineární model pro určení doby života.

Tato závislost nemusí platit ve všech teplotních intervalech, ve kterých je materiál provozován. Například námi studovaný materiál PETP nemá lineární závislost podle Arrheniova zákona. Nelinearita byla předmětem studie [3], kde se na třech nezávislých pracovištích na základě různých sledovaných vlastností zjišťovala životnost materiálu při tepelném přetížení a sledovala se korelace výsledků. Předpokládaná nelinearita byla potvrzena ve všech třech případech.

Z této analýzy dále vyplývá, že nelze jednoduchým zkráceným testem, jako umožňuje norma [15], zjistit

zbytkovou životnost materiálu, která je pro uživatele velmi důležitá. Na trhu se také objevuje velké množství izolačních materiálů, které mají identické technické parametry, ale nikde není uvedena změna těchto parametrů z dlouhodobého hlediska stárnutí při rozdílných podmínkách provozu. Není tedy možné materiály od různých výrobců jednoduše porovnat. Proto je nutné vypracovat spolehlivou metodiku, která ukáže skutečnou kvalitu materiálu.

Nyní se vrátíme zpět k použití námi zkoumaného materiálu. Při provozu AM může dojít ke zkratu na vinutí. Zkratový proud a jeho tepelné účinky ohřívají své blízké okolí. Ve většině případů teplota přesahuje provozní teplotu izolačního materiálu. Proto dochází ke zrychlenému stárnutí izolačního systému. Rozsah zkratu se dále zvětšuje až do úplného porušení funkce stroje.

Díky znalosti skutečné změny izolačního odporu v závislosti na teplotním přetížení by bylo možné předpovědět zbytkovou životnost AM do jeho úplného zničení – vyřazení z provozu. K tomu je však nutné znát skutečné chování daného izolačního materiálu v těchto podmínkách.

Obecně lze říci, že není možné tyto závislosti modelovat pro daný izolační materiál. Vždy je nutné provést experiment pro vybraný materiál a pro konkrétní zatěžovací faktor, kterým je v našem případě teplota okolí. Některé teorie se zabývají modelováním stárnutí s kombinovanými faktory [4]. Jedná se o teorii, která se experimentálně jen těžko ověřuje.

Při návrhu izolačního systému konkrétního el. zařízení je informace o životnosti materiálu důležitá. Porovnáním několika podobných materiálů z hlediska elektrických vlastností, můžeme dospět k rozdílným výsledkům – různá životnost. Je to dáno zejména kvalitou a technologií výroby použitého materiálu. I když je cena podobných materiálů srovnatelná, jejich životnost se může v závislosti na teplotě významně lišit. Proto je pro koncového zákazníka tato informace nepostradatelná a zároveň v současné době ve většině případů nedostupná.

## CHARAKTERISTIKA NEN-F 220/125

Studie byla provedena s materiálem NEN-F 220/125, který dodává výrobce EKOBAL Rožnov spol. s r.o. Jde o plošný materiál, který je složený ze tří vrstev. Podle normy [13] to je EIM (elektroizolační materiál) jednoduché kombinace, který může být např. kombinací papíru laminovaného na PET fólii. Nejde tedy o EIS (elektroizolační systém), u kterého je nutné používat jinou klasifikaci teplotní třídy. Uspořádání vrstev vyplývá z označení našeho materiálu. N–polyesterová rohož, E–PETP a poslední vrstva N. Schematické uspořádání vrstev je znázorněno na Obr. 1:.

Celková tloušťka vzorku je 0,22 mm s tím, že tloušťka nosné fólie je 0,125 mm. Polyesterové rohože zabraňují poškození fólie při výrobním procesu elektrického stroje (vkládání do drážek, vtahování vinutí aj.)

-	
PES	PETP
· \	
Obr. 1:	Uspořádání vrstev izolačního materiálu NEN-F 220/125

Tento materiál je zařazen do teplotní třídy 180 (H). Jeho maximální pracovní teplota je tedy 180 °C [5]. Při této teplotě by měl podle normy [13] materiál garantovat své izolační vlastnosti po dobu 40 tis. hodin [8]. Na základě teplotní třídy byla stanovena teplota zatěžování, jak je uvedeno v následující kapitole.

# PŘÍPRAVA VZORKŮ

Aby bylo možné sledovat změny vnitřní rezistivity ve zkráceném časovém úseku, bylo nutné pro zatěžování našich vzorků zvolit optimální teplotu vzhledem k celkovému času experimentu.

V případě, že zvolíme teplotu právě 180 °C, byl by čas experimentu neúměrně dlouhý a tím pádem nerealizovatelný. Abychom získali nejvyšší možnou rychlost stárnutí, museli jsme zjistit maximální hodnotu teploty, při které dochází ke stárnutí, ale zároveň nedochází k závažnému poničení struktury materiálu, ke kterému by za normálních provozních podmínek zcela jistě nedocházelo. Je nutné zachovat fyzikální podstatu změny, která probíhá při tepelném stárnutí izolace [1].

Dále bylo nutné přihlédnout k velikosti plošné deformace, která se při vyšších teplotách značně projevovala. Pokud by se vzorky výrazně deformovaly, nebylo by možné použít náš měřicí systém. Zejména by se velmi zhoršila opakovatelnost měření, na kterou jsme kladli veliký důraz.

Pro větší reprodukovatelnost výsledků jsme připravili tři plošné vzorky pro každý čas tepelného zatěžování. Vzhledem ke statistickému vyhodnocení nejistoty měření by bylo vhodné připravit více vzorků. V normě [15] je doporučeno připravit alespoň pět vzorků. Takové množství v našem případě nebylo možné, protože bychom je nemohli všechny najednou vložit do horkovzdušného sterilizátoru.

Takto jsme připravili vzorky pro teploty 130 °C, 180 °C a 205 °C. Poslední zmiňovaná teplota zajišťuje zrychlené stárnutí připravených vzorků. Ostatní teploty jsme vybrali proto, abychom viděli, jak se mění parametry izolačního materiálu při provozních teplotách.

Velká časová náročnost omezila možnosti zatěžování. Teploty 130 °C a 180 °C byly aplikovány po dobu 1000 h a teplota 205 °C byla nastavena po dobu 2000 h, což je celkem 4000 h. Celková doba experimentu byla 5,5 měsíce 24 h denně a sedm dní v týdnu.

V Tab. 1: jsou uvedeny časy stárnutí pro všechny zvolené teploty. Z tabulky vyplývá, že jsme museli připravit celkem 60 vzorků o rozměrech 8 x 8 cm.

Tab. 1: Přehled teplot a časů stárnutí

$T_a[^{\circ}C]$	$t_a[\mathbf{h}]$					
130	120	320	440	624	990	1110
180	144	188	216	330	524	813
205	390	578	746	890	1080	1564
205	1920	2184	-	-	-	-

Pro stanovení horní hranice teploty stárnutí jsme provedli několik krátkých experimentů. Hlavním požadavkem bylo, aby byl materiál po zatížení použitelný a měřitelná jeho vnitřní rezistivita. Posouzení bylo provedeno pouze subjektivně.

 Tab. 2:
 Nalezení maximální teploty zrychleného stárnutí

$T_a[^{\circ}C]$	<i>t</i> <sub><i>a</i></sub> [h]	stav vzorku	
250	0.5	poškozený, zkroucený, tuhý	
240	0.5	poškozený,mírně zkroucený, tuhý	
230	1	poškozený, zkroucený, tuhý	
220	2.5	zkroucený a zkrabatělý, tuhý	
215	5	téměř bez poškození, tuhý,	
		křehký	
205	2184	bez poškození, zvýšená tuhost	
180	813	bez poškození, nižší pružnost	
130	1110	bez poškození	

Pro tento případ bylo takové posouzení dostačující, protože na vzorku je snadno rozpoznatelné zřejmé poškození, které se projevuje krabatěním, kroucením, výraznou změnou barvy a tuhosti. Výsledky jsou uvedeny v Tab. 2:.

## POSTUP MĚŘENÍ

Nyní se budeme věnovat popisu postupu měření, který byl v průběhu experimentů shodný pro všechny vzorky.

Materiál byl po celou dobu experimentu skladován dle doporučení výrobce. Manipulace byla prováděna bez dotyku s pokožkou (pomocí pinzety), i když by takový dotyk neměl ovlivnit vnitřní rezistivitu. Vlhkost vzorků nebyla stabilizována například pomocí exsikátoru. V našem případě toto opatření nebylo nutné vzhledem k výsledkům, které jsme obdrželi při testování citlivosti výsledků v závislosti na okolní vlhkosti, jak je uvedeno dále v této kapitole.

Připravené vzorky byly vloženy do horkovzdušného sterilizátoru, který byl nastaven a předehřát na požadovanou teplotu. Po určeném čase byl vzorek vytažen.

Po vyjmutí došlo k samovolnému ochlazení při pokojové teplotě a normalizaci parametrů pro vlastní měření.

Měření bylo zopakováno po 48 h a 720 h od vyjmutí z horkovzdušného sterilizátoru, aby bylo možné zjistit, zda jsou naměřené hodnoty opakovatelné.

Pro přehlednost uvádíme přesný postup zatěžování a měření pro teplotní zatížení po dobu 330 h při teplotě 180 °C.

1) příprava vzorku o velikosti 8 x 8 cm

2) předehřátí horkovzdušného sterilizátoru na 180 °C

3) vložení připravených vzorků do sterilizátoru

4) teplotní zatěžování po dobu 330 h

5) vyjmutí vzorků a normalizace parametrů

6) měření vnitřní rezistivity po 48 h a 720 h

#### Opakovatelnost měření

Při měření jsme kladli veliký důraz na opakovatelnost měření. Hodnota proudů při měření dosahovala velikosti v řádu pikoampérů. To znamená, že výsledek měření může být ovlivněn velmi nepatrnou nepozorností uživatele a podmínkami měření.

Chybu metody jsme snížili díky profesionálnímu měřicímu systému sestaveného z pikoampérmetru KEITHLEY 6517A a testovacího přípravku 8009. Opakovatelnost měření lze pro výše zmíněný systém vypočítat podle vztahu (1).

$$S = \Delta I_{BG} \frac{R}{U_{ALT}} + 0.1\% \ [\%]$$
(1)

 $\Delta I_{BG}$  proud pozadí - měřeného vzorku a přípravku *R* hodnota měřeného odporu

*U*<sub>ALT</sub> hodnota alternujícího napětí

Měříme-li odpor v jednotkách T $\Omega$  při napětí 800 V, získáme výsledky s opakovatelností do 1 %.

Při použití nižšího napětí se opakovatelnost zhoršuje. Je-li velký proud pozadí, může být opakovatelnost měření velmi špatná až na úrovni 10 %.

Opakovatelnost měření jsme vyzkoušeli i experimentálně pro několik různých měřicích napětí. Výsledky jsou shrnuty v Tab. 3:.

Tab. 3:	Opakovatelnost	měření versus	měřicí na	pěti

<i>U</i> [V]	50	200	400	800
<i>S</i> [%]	10	6,6	1,9	0,6

Z výsledků vyplývá, že s vyšším měřicím napětím se zlepšuje opakovatelnost měření. Větší napětí protlačí izolačním materiálem větší proud, který má k proudu pozadí poměrně větší hodnotu, protože hodnota proudu pozadí je na velikosti měřicího napětí nezávislá.

Proto jsme pro všechna provedená měření zvolili hodnotu napětí 800 V. Intenzita elektrického pole je při měření našich vzorků E = 3,6 kV/mm. Tato hodnota koreluje s maximálním elektrickým zatížením, které se v současné době v elektrotechnice používá [6].

Opakovatelnost našeho měření je vzhledem k normě [14] vynikající. Podle normy je možné předpokládat, že opakovatelnost těchto zkušebních metod je v rozsahu až jedné poloviny řádu průměrné hodnoty řady laboratorních zkoušek.

#### Vliv vlhkosti na opakovatelnost měření

Před vlastním měřením jsme experimentálně prověřili, zda jsou výsledky měření závislé na vlhkosti okolního prostředí.

Měření jsme provedli pro hodnotu relativní vlhkosti 4 % a 60 % při teplotě 22 °C. Vzorky jsme vystavili tomuto prostředí po dobu 72 h.

K dehydrataci jsme využili exsikátor naplněný silikagelem. Pro hydrataci jeme použili Klimabox s náplní bromidu sodného, který udržoval relativní vlhkost 60 %.



br. 2: Vnitřní rezistivita nezatížených vzorků při dvou různých relativních vlhkostech okolního prostředí.

Připravili jsme tři vzorky pro oba případy vlhkosti. Každý vzorek jsme změřili celkem třikrát. Výsledky jsou uspořádány v grafu na Obr. 2: takto: vzorek č.1  $N_v = 1 - 3$ , vzorek č.2  $N_v = 4 - 6$ , vzorek č.3  $N_v = 6 - 7$ .

Z výsledků je patrné, že sledovaný materiál nenavlhá. Vnitřní rezistivita je na vlhkosti okolního prostředí nezávislá.

#### Průběh alternujícího napětí

Dalšími důležitými parametry, které ovlivňují výsledky měření, je doba ustálení nabíjecího proudu a počet alternujících cyklů.

První alternující cykly se nechávají odeznít bez odečtu proudu, aby se ustálily podmínky měření. Obvykle se volí tři cykly. Dále následují tzv. měřicí cykly, kdy se proud měří vždy po ustálení přechodového děje.

Naměřené hodnoty se průměrují váženým průměrem s binomickými váhovými koeficienty podle vztahu (2) Kladná a záporná znaménka zohledňují směr proudu, který se mění v závislosti na napětí.

$$I_{AVG} = \frac{1 \cdot I_{m1} - 3 \cdot I_{m2} + 3 \cdot I_{m3} - 1 \cdot I_{m4}}{8}$$
(2)

- *I*<sub>AVG</sub> výsledná hodnota váženého průměru z předchozích čtyř měření
- $I_{m1-4}$  měřený proud ve čtyřech po sobě jdoucích pulsech alternujícího napětí

Optimální počet alternujících cyklů a dobu ustálení jsme získali na základě zkušeností z experimentu opakovatelnosti měření. Hodnoty z prvních tří pulzů nejsou do výsledků zahrnuty. Pak následuje dalších 11 pulzů, abychom získali 8 naměřených hodnot pro jeden vzorek. Celkový počet vyplývá z metody průměrování. Dobu ustálení byla stanovena na 35 s. Z výše uvedeného je možné určit celkovou dobu měření jednoho vzorku, která je v našem případě 8 min 10 s.

## POPIS PRACOVIŠTĚ

Pracoviště je rozdělené na dvě části. První část je určena pro tepelné zatěžování a druhá část pro vlastní měření vnitřní rezistivity.

#### Tepelné zatěžování

Pro tepelné zatěžování vzorků jsme použili horkovzdušný sterilizátor STERICELL22, který umožňuje zahřátí vzorků na teplotu v rozmezí od pokojové teploty do 250 °C. Důležitou vlastností byla homogenizace teploty uvnitř komory, která je podle [7] důležitá.

V komoře jsou celkem čtyři výškové úrovně (patra) pro vložení vzorků. Aby byla teplota ve všech částech komory homogenní, dochází k neustálé cirkulaci ohřátého vzduchu. Tento okruh je uzavřený. Výrobce garantuje přesnost nastavené teploty +3 °C až -1 °C.

#### Elektrometr Keithley 6517 A

Měření vnitřní rezistivity jsme prováděli pomocí průmyslově vyráběného zařízení Keithley 6517A. Ve své podstatě jde o velmi přesný elektrometr, který umožňuje přesné měření proudů, napětí a rezistivity. Pro přesné měření vnitřní a povrchové rezistivity je v zařízení zabudován řízený napěťový stejnosměrný zdroj 0–1000 V.

Lze k němu připojit testovací přípravek Keithley Model 8009. Tento je vybaven třemi elektrodami, které zajišťují ve spojení s mechanickým řešením konstantní mechanický přítlak při měření. Velikost přítlačného tlaku velmi výrazně ovlivňuje výsledky měření. Díky vestavěnému zdroji a přípravku 8009 je možné elektrometr využít k měření vnitřní rezistivity pomocí alternujícího systému (přepínání polarity napětí).

Elektrometr je vybaven softwarem pro měření izolačních materiálů. My jsme použili program 6517 Hi-R Test. Laboratorní pracoviště je na Obr. 3:.



Obr. 3: Laboratorní pracoviště pro měření rezistivity izolačních materiálů s možností tepelného zatížení.

# VÝSLEDKY MĚŘENÍ-VYHODNOCENÍ

Výsledky měření jsou rozděleny podle teploty zatěžování. Naměřené hodnoty jsou uvedeny ve zkrácených tabulkách a grafech.

Z kompletních tabulek jsou odstraněny jednotlivé hodnoty všech vzorků každé sady. Pro přehlednost jsou uváděny pouze průměrné hodnoty s chybou měření  $\pm 3\sigma$ . Tento interval odpovídá míře jistoty 99 %, že všechny naměřené výsledky budou v tomto intervalu. Protože jsme měli k dispozici pouze tři vzorky, je nutné směrodatnou odchylku a chybu měření přepočítat pro Studentovo rozdělení. Výpočty byly provedeny podle rovnic (3-5).

$$\overline{R} = \frac{\sum_{i=1}^{N} R_i}{N}$$
(3)

$$\hat{s} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N} (\bar{R} - R_i)^2}{N(N-1)}}$$
 (4)

$$\Delta R = t_{0,99\ n-1} \cdot \hat{s} \tag{5}$$

Velikost intervalu spolehlivosti je určena součinem směrodatné odchylky aritmetického průměru a studentova koeficientu  $t_{p n-1}$ , kde *n* je počet měření a *p* je míra jistoty podle vztahu (5). V našem případě je p = 0,99. Pro tento interval a tři měřené vzorky je v tabulce Studentova rozdělení hodnota koeficientu  $t_{0.99,2} = 9,925$ .

V Tab. 4: – 0 jsou uvedeny výsledky měření a výpočtů podle výše uvedené metodiky. Jedná se o výsledky, kterých bylo dosaženo při měření po uplynutí 48 h od skončení tepelného zatěžování.

Tab. 4: Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity pro  $T_a = 130 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 

$t_a[h]$	$\rho$ [P $\Omega$ cm]	$\delta$ [%]
0	0,91±0,03	3,2
120	0,91±0,03	3,2
320	$1,08\pm0,07$	6,5
440	$1,10\pm0,10$	9,0
624	$1,14\pm0,09$	7,9
990	$1,44\pm0,07$	4,8
1110	1,39±0,09	6,4

Tab. 5:	Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity pro $T_a = 180 \ ^{\circ}\text{C}$	
<i>t</i> <sub><i>a</i></sub> [h]	$\rho$ [P $\Omega$ cm]	$\delta$ [%]
0	0,91±0,03	3,2
144	2,40±0,1	4,1
188	3,40±0,1	2,9
216	3,30±0,2	6,0
330	4,60±0,4	8,6
524	11,8±0,3	2,5
813	25,0±1,0	4,0

Tab. 6: Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity pro  $T_a = 205 \text{ °C}$ 

<i>t<sub>a</sub></i> [h]	$\rho$ [P $\Omega$ cm]	$\delta$ [%]
0	0,91±0,03	3,6
390	73±7	9,5
578	83±19	22,8
746	115±11	9,5
890	124±20	16,1
1080	137±22	16,1
1564	92±14	15,2
1920	81±10	12,3
2184	64±11	17,1

Z výsledků vyplývá, že rozptyl naměřených hodnot roste s narůstající teplotou zatěžování. Interval spolehlivosti se tedy pro malý počet vzorků velmi zvětšuje. Pro teplotu 205 °C je relativní chyba měření až 22 %.

V našem případě nejde o chybu měření, ale o fyzikální změny týkajících se nehomogenity měřeného materiálu po tepelném zatížení. To znamená, že se vnitřní rezistivita nezměnila u všech vzorků o stejnou hodnotu. Naměřené hodnoty tří vzorků pro jeden čas zatěžování si v některých případech nejsou blízké, a proto musíme tuto skutečnost při publikaci výsledků zohlednit, aby nedošlo k jejich špatné interpretaci.

Pro konkrétní příklad Tab. 7: uvádí naměřené hodnoty pro teplotu zatěžování 205 °C po 578 h.

Tab. 7:	Naměřené hodnoty	$T_a = 205 \text{ °C}, t_a = 578 \text{ h-vzorek } 1-3$	3
	Vzorek č.	$\rho$ [P $\Omega$ cm]	
	1	86,4	
	2	79,8	
	3	81,6	

Vezmeme-li v úvahu malý počet vzorků a spočítáme interval spolehlivosti, dospějeme k výše uvedeným výsledkům. Pro zpřesnění by bylo nutné zvýšit počet vzorků. Na druhou stranu lze říci, že při měření proudů v řádech pA můžeme být s výsledky spokojeni a považovat je za platné a správné.

Tab. 8: Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity pro  $T_a = 205$  °C,  $t_n = -720$  h

= 7	20 11	
$t_a$ [h]	$\rho$ [P $\Omega$ cm]	$\delta$ [%]
0	0,91±0,03	3,6
390	23±2	8,6
578	54±1	1,8
746	56±1	1,8
890	58±1	1,7
1080	60±1	1,7
1564	70±4	5,7
1920	57±4	7,0
2184	41±5	12,2
2104	<b>Τ</b> 1 <u></u> J	12,2

Z naměřených hodnot vyplývá, že k největší změně došlo při teplotě 205 °C. Pro potvrzení nebo vyvrácení výsledků jsme provedli verifikaci výsledků. Po uplynutí jednoho měsíce ( $t_n = 720$  h) od ukončení tepelného zatěžování jsme znovu změřili vnitřní rezistivitu vzorků. Vypočtené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 8:.

Výsledky ukazují, že došlo k jejímu poklesu. Ten je zřejmě způsoben postupným navlháním materiálu – zatím nepotvrzeno experimentálně v takto dlouhém časovém intervalu.

Dále můžeme konstatovat, že za uplynulý čas došlo k homogenizaci materiálu u všech vzorků. To je patrné při pohledu na relativní chybu měření, která se výrazně snížila. Nejlépe to reprezentují chybové úsečky na Obr. 4:. Znamená to tedy, že po uplynutí jednoho měsíce od tepelného zatěžování dojde k částečnému snížení vnitřní rezistivity, nikoliv však na hodnotu původní. Proto lze konstatovat, že změna je trvalého charakteru. Nyní je možné pouze spekulovat nad absolutní velikostí změny.

V materiálu tedy musí docházet k trvalým strukturálním změnám použitého polymeru, které jsou příčinou změny.



Obr. 4: Vnitřní rezistivita v průběhu tepelného zatěžování při teplotě  $T_a = 205$  °C – měření po 48 h a 720 h od ukončení zatěžování.

Změna vnitřní rezistivity není zanedbatelná a dosahuje až 150-ti násobku původní hodnoty (nový nepoškozený vzorek  $\rho_0 = 0.91 \text{ P}\Omega\text{cm}$ ) podle rovnice č. 6.

$$r = \frac{\rho_0}{\rho_{T_a}} \tag{6}$$

V Tab. 9: jsou uvedeny násobky navýšení vnitřní rezistivity. Pro teplotu 180 °C byla provedena extrapolace do  $t_a = 1000$  h, aby bylo možné hodnoty porovnat a vynést do grafu na Obr. 5:. Z grafu je patrné, že jde přibližně o exponenciální závislost.

Tab. 9: Poměr nárůstu vnitřní rezistivity

Tuot yi Tomer na	abta (interin registring)	
	$t_n = 48 \text{ h}$	$t_n = 720 \text{ h}$
205 °C	150	77
180 °C	44	Х
130 °C	1,58	Х

Naměřené hodnoty je možné proložit exponenciální funkcí podle odvozené rovnice (7), která v intervalu 130–205 °C reprezentuje závislost poměrné změny vnitřní rezistivity na teplotě zatížení po dobu 1000 h.



Obr. 5: Relativní zvýšení vnitřní rezistivity v závislosti na teplotě zatížení po uplynutí  $t_a = 1000$  h.

$$r(T_a) = 1,58e^{\left(\frac{T_a - 130}{16,47}\right)}$$
(7)

Obrázky Obr. 4:, Obr. 6:, Obr. 7: a Obr. 8: prezentují výsledky měření v grafické podobě včetně chybových úseček.



teplotě  $T_a = 130$  °C – měření po 48 h od ukončení zatěžování.

Závislost vnitřní rezistivity pro teplotu 130 °C je uvedena na Obr. 6:. Změna je velmi malá. Při teplotě 130 °C nedochází k žádným změnám v materiálu, které by svojí podstatou změnily velikost vnitřní rezistivity. S největší pravděpodobností to je způsobené nedostatkem aktivační energie, která je nutná pro změnu struktury v daném polymeru. Nemění se tedy počet volných nosičů náboje a proto je hodnota v závislosti na tepelném zatížení nepatrná. Zatěžovací teplota 180 °C je maximální provozní teplota povolená výrobcem. Na Obr. 7: jsou uvedeny výsledky měření. Z grafu je patrné, že materiál mění své vlastnosti.



Obr. 7: Vnitřní rezistivita v průběhu tepelného zatěžování při teplotě  $T_a = 180$  °C – měření po 48 h od ukončení zatěžování.

Vnitřní rezistivita v závislosti na době zatížení velmi rychle roste. Z počátku je nárůst pozvolnější do  $t_a = 330$  h. Dále se zvyšuje podstatně rychleji. Je možné, že v materiálu došlo ke skokové strukturální změně, která způsobila další zrychlený nárůst. Mohlo by se jednat o růst krystalických částí v použitém polymeru, díky kterému dochází k většímu počtu vzájemných vazeb. To by mohlo mít za následek úbytek volných nosičů náboje, které se mohou podílet na vedení proudu.

Pozoruhodné jsou výsledky, které jsme získali při měření po zatížení teplotou 205 °C. Graf na obrázku Obr. 4: lze rozdělit na dvě části. V první části  $t_a = 0$ – 1080 h dochází k nárůstu stejně jako v předchozím případě. Pouze charakter nárůstu je rozdílný.

V tomto případě nelze tvar křivky nárůstu objektivně hodnotit, protože je velká nejistota měřených výsledků, jak prezentují chybové úsečky v grafu. Na druhou stranu lze konstatovat, že jde zcela nepochybně o nárůst, který je způsobený tepelným zatížením. V druhé části grafu  $t_a = 1080-2184$  h dochází k poklesu. Bez dalších např. chemických rozborů materiálu lze jen těžko dělat nějaké závěry, co je příčinou poklesu vnitřní rezistivity. Může se jednat o počátek stárnutí materiálu, ale také o zcela jiný proces.

Výsledky všech měření jsou pro porovnání uvedeny na obrázku Obr. 8: Zde je vidět, jak je změna pro zatížení teplotou 130 °C zanedbatelná vůči zbývajícím dvěma hodnotám teploty.



Obr. 8: Porovnání vnitřní rezistivity v průběhu tepelného zatěžování při teplotách  $T_a = [130 \text{ °C } 180 \text{ °C } 205 \text{ °C}] - \text{měření po 48 h od ukončení zatěžování.}$ 

## VLIV DEFORMACE VZORKU NA VÝSLEDKY MĚŘENÍ

Při vyhodnocení výsledků jsme dospěli k názoru, že je třeba eliminovat vliv mechanické deformace vzorků na výsledky měření.

V případě ohybu vzorku nebo jeho zvlnění by mohlo vlivem nedostatečného kontaktu s elektrodami dojít ke zvýšení vnitřní rezistivity – šlo by o chybu metody. Tato skutečnost by mohla naše výsledky měření zcela popřít. Jistá korelace mezi dobou teplotního zatížení a velikostí deformace vzorků skutečně existuje. Proto jsme se rozhodli vyzkoušet, jaký vliv má deformace vzorku na naše výsledky. Připravili jsme vzorek s různým počtem ohybů N<sub>o</sub>. Ohyby jsme provedli za studena se zcela novým materiálem přímo od výrobce.

Na jednom vzorku jsme vytvořili ohyb. Po opětovném narovnání jsme provedli měření. Celý postup jsme několikrát opakovali. Schéma postupně vytvořených ohybů ilustruje Obr. 9:.

V Tab. 10: je uveden přehled naměřených hodnot v závislosti na počtu ohybů. Poslední hodnota je změřena po "zmačkání" vzorku a opětovném narovnání, proto nebylo možné určit počet ohybů.

Tab. 10: Vliv deformace na výsledky měření

5	2
$N_o$ [-]	$\rho$ [P $\Omega$ cm]
1	0,73
2	0,72
3	0,65
4	0,55
neurčeno	0,34

Z grafu na Obr. 10: je jasně patrné, že při deformaci vzorku dochází k poklesu vnitřní rezistivity. Tímto jsme prokázali, že deformace má velmi malý vliv na dosažené výsledky.



Obr. 9: Definice provedení připravených ohybů

Naopak, s větší deformací se vnitřní rezistivita nepatrně snižuje. Vezmeme-li v úvahu hodnoty měření pro 180 °C a 205 °C, tak zjistíme, že jde o bezvýznamnou diferenci, kterou je možné zahrnout do intervalu spolehlivosti.



Obr. 10: Vliv deformace vzorku na výsledky měření vnitřní rezistivity – ověření správnosti metody.

# ZÁVĚR

V uvedené práci byl představen experiment pro sledování vnitřní rezistivity izolačního materiálu NEN v závislosti na dlouhodobém teplotním zatěžování.

Na počátku měření jsme předpokládali, že bude s časem zatěžování postupně klesat – zhoršování izolačních vlastností. V průběhu měření se ale ukázalo, že strmě roste. Díky tomu jsme se dostali od sledování stárnutí materiálu k analýze změny vnitřní rezistivity v závislosti na teplotním zatěžování.

Sledovaný materiál je zařazen do teplotní třídy 180 (H). Hodnoty tepelného zatížení použité při experimentech tedy reprezentují klidovou pracovní teplotu, hraniční teplotu a v poslední řadě hodnotu převyšující maximální pracovní zatížení. Tepelné zatěžování vzorků bylo časově náročné a vyžádalo si nepřetržitě celkem 4 tis. hodin.

Při vyhodnocení výsledků jsme kladli důraz na vyhodnocení opakovatelnosti měření, která je pro

studium dané problematiky důležitá. Na závěr hodnocení získaných výsledku, můžeme říci, že se podařilo naměřit dříve nepublikovanou závislost vnitřní rezistivity materiálu PET na teplotním zatěžování. Zejména je zvláštní strmý nárůst z počátku celého děje.

Získané výsledky je jen těžko možné interpretovat bez dalších doplňujících měření a analýz, protože by se jednalo pouze o spekulace, které nejsou seriózně podložené dalšími výsledky.

V současné době jsme zahájili novou sérii experimentů, díky kterým bude možné sledovat více elektrických parametrů. V souběhu s těmito experimenty budou probíhat analýzy struktury materiálu např. pomocí DSC (Differential scanning calorimetry), abychom mohli určit fyzikálněchemickou podstatu tohoto děje.



SEM MAG: 150 x DET: BE Delector Vega ©Tescan HV: 30.0 kV DATE: 09/08/09 500 um Vega ©Tescan VAC: HIVac Device: TS\$130 TU Liberec Obr. 11: Snímek řezu materiálem NEN-F 220/125 po tepelném zatěžování při teplotě  $T_a = 205$  °C

Určitou komplikací může být při hodnocení vlastností materiálu NEN-F 220/125 jeho vícevrstvá struktura. Na Obr. 11: je v řezu vidět, že dochází k oddělování jednotlivých vrstev. Snímek byl získán pomocí rastrovacího mikroskopu. Toto rozpadání materiálu by mohlo být jednou z mnoha příčin zvýšení vnitřní rezistivity. Abychom ověřili tuto hypotézu, budeme v budoucnu porovnávat výsledky vícevrstvého a jednovrstvého izolačního materiálu. Jednovrstvý materiál bude zbaven PES rohoží tak, abychom mohli zjišťovat vlastnosti pouze nosného materiálu PET.

### LITERATURA

- [1] ARTBAUER, J.- ŠEDOVIČ, J.- ADAMEC A. Izolanty a izolácie. 1. vyd. ALFA 1969. ISBN
- [2] KENNETH, N. Mathes. Thermal Aging of Electrical Insulation Technology and Standardization. In *IEEE Electrical Insulation Magazine*. [s.l.] : [s.n.], 1985. s. 29-35.
- [3] PALONIEMI, P., et al. Rapid Determination Of Thermal Endurance Of PETP Film Combining Sensitive Reaction Rate Measurements And Conventional Aging Tests. In *IEEE Transactions on Electrical Insulation Vol. EI-21 No.4.* [s.l.] : [s.n.], 1986. s. 599-607.
- [4] PALONIEMI, Paavo. Theory Of Equalization Of Thermal Ageing Processes Of Electrical Insulating Mmaterials In Thermal Endurance Test: I: REVIEW OF THEORETICAL BASIS OF TEST METHODS AND CHEMICAL AND PHYSICAL ASPECTS OF AGEING. In *IEEE Transactions on Electrical Insulation*. [s.l.]: [s.n.], 1981. s. 1-6.
- [5] VÁCLAV, Mentlík. Dielektrické prvky a systémy. 1. vyd. Praha : BEN-Technická literatura, 2006. 235 s. ISBN 80-7300-189-6.
- [6] ElectroScope online časopis : Funkční hodnocení izolačních systémů a cesty vedoucí k vyššímu využití [online]. c2009 [cit. 2009-09-15]. PDF. Dostupný z WWW: <http://147.228.94.30/index.php?option=com\_co ntent&task=view&id=51&Itemid=3>. ISSN 1802-4564.
- [7] STEFFENS, H.G. How Thermal Is Thermal Aging?: A Survey of the Significance of Aging Oven Performance. In *Electrical Insulation Magazine*, *IEEE*. [s.l.] : [s.n.], 1986. s. 25-27.
- [8] JÁN, Poliak. Teplota a vlhkosť v technickej diagnostike elektrických strojov. [s.l.]: [s.n.], 2004. ISBN 80-8064-200-1. Zisťovanie životnosti izolácie vinutia pomocou čiar starnutia, s. 32-34.
- [9] Keithley Model 6517A Electrometer/High Resistance Meter - Getting Started Manual. 6517A-903-01 Rev. B / June 2003.
- [10] Keithley Model 8009 Resistivity Test Fixture -Instruction Manual. 8009-901-01 Rev. B / June 2003.
- [11] [online]. cit[2007-08-05]. Voltaflex 2598 Technical Data, URL: http://www.isovolta.com>
- [12] KUDLÁČEK, Ivan. Degradační procesy I. Praha: ČVUT. Fakulta elektrotechnick á. 1994.

- [13]ČSN EN 60085. Elektrická izolace Tepelná klasifikace. Praha: Český normalizační institut, 2005.
- [14]ČSN EN 61340–5. Elektrostatika–Část 5-1: Ohrana elektronických součástek před elektrostatickými jevy – Všeobecné požadavky. Praha: Český normalizační institut, 2003.
- [15]ČSN EN 60216–1. Elektroizolační materiály Vlastnosti tepelné odolnosti - Část 1: Proces stárnutí a vyhodnocení výsledků zkoušky Praha: Český normalizační institut, 2002. 33 s.

Článek vznikl za podpory projektu 1M0553 Výzkumné centrum Textil II a grantu GAČR 102/08/1118 Inteligentní diagnostika elektrických strojů.