

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ  
KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ**

## **Diplomová práce**

**Materiál na bázi celulózy jako diagnostický indikátor  
stavu energetických celků**

**vedoucí práce: Ing. Pavel Prosr, Ph.D.**

**2013**

**autor: Jiří Holan**

## **Anotace**

Diplomová práce je zaměřena na materiály na bázi celulózy a jejich užití v elektrotechnických aplikacích. V první části je popsána výroba celulózy, její vlastnosti a jednotlivé využití v elektrotechnice. Druhá část je věnována degračním mechanismům a metodám vhodným pro diagnostiku materiálů na bázi celulózy. Praktická část je zaměřena na měření dodaných vzorků metodou infračervené spektroskopie, mechanickými zkouškami pevnosti v tahu a vyhodnocení těchto metod.

## **Klíčová slova**

Celulóza, buničina, organické izolanty, pevnost v tahu, infračervená spektroskopie, FT-IR

## **Abstract**

This diploma thesis is focused on cellulose-based materials and their use in electrical engineering applications. The first part describes the production of cellulose, its properties and various applications in electrical engineering. The second part is devoted to degradation of mechanisms and methods appropriate for diagnostic materials based on cellulose. The practical part is focused on measurements of samples supplied by infrared spectroscopy, mechanic tensile strength tests and evaluation of these methods.

## **Key words**

Cellulose, organic insulating materials, the tensile strength, infrared spectroscopy, FT-IR

## **Prohlášení**

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci zpracovanou na závěr studia na Fakultě elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni.

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

V Plzni dne 11. 6. 2012

.....  
Jiří Holan

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval panu Ing. Pavlovi Prosovi, Ph.D. za cenné rady a připomínky, které mi poskytl při zpracovávání této diplomové práce. Dále děkuji celému pedagogickému sboru Fakulty elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni za získání všech odborných znalostí během mého studia a v neposlední řadě mé rodině, která mě podporovala a umožnila mi studovat na této škole.

## Obsah

|  |           |
|--|-----------|
| <b>OBSAH .....</b>   | <b>6</b>  |
| <b>SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>                               | <b>8</b>  |
| <b>ÚVOD .....</b>  | <b>9</b>  |
| <b>1 CELULÓZA .....</b>  | <b>10</b> |
| 1.1 STRUKTURA.....   | 10        |
| 1.2 VÝROBA CELULÓZY .....  | 11        |
| <b>2 IZOLANTY NA BÁZI CELULÓZY.....</b>                            | <b>12</b> |
| 2.1 PAPIR.....   | 13        |
| 2.2 LEPENKA.....   | 14        |
| 2.3 MODIFIKOVANÉ IZOLANTY NA BÁZI CELULÓZY .....                   | 15        |
| 2.4 TVRZENÉ MATERIÁLY .....  | 15        |
| 2.4.1 TVRZENÝ PAPIR.....   | 15        |
| 2.4.2 TVRZENÁ TKANINA .....  | 16        |
| 2.4.3 TEXTILNÍ IZOLAČNÍ MATERIÁLY .....                            | 16        |
| <b>3 STÁRNUTÍ DIELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ .....</b>                   | <b>17</b> |
| 3.1 TEPELNÉ STÁRNUTÍ.....  | 17        |
| <i>Tepelné třídy izolanů</i> .....                                 | 18        |
| 3.2 ELEKTRICKÉ STÁRNUTÍ .....                                      | 20        |
| 3.3 KOMBINOVANÉ STÁRNUTÍ.....                                      | 21        |
| 3.4 ZRYCHLENÉ STÁRNUTÍ .....                                       | 22        |
| 3.5 MATEMATICKÉ MODELY K POPISU KOMBINOVANÉHO STÁRNUTÍ.....        | 22        |
| <b>4 DIAGNOSTICKÉ METODY ZJIŠŤOVÁNÍ STAVU IZOLAČNÍCH MATERIÁLŮ</b> | <b>23</b> |
| 4.1 ELEKTRICKÉ DIAGNOSTICKÉ METODY .....                           | 23        |

|   |           |
|---|-----------|
| <i>Trendy v namáhání elektroizolačních materiálů</i> .....            | 23        |
| <i>Částečné výboje, jejich analýza a měření v současné době</i> ..... | 23        |
| <i>Elektrické stromečky</i> .....                                     | 24        |
| <b>4.2 CHEMICKÉ DIAGNOSTICKÉ METODY - INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE</b>  | <b>25</b> |
| 4.2.1 VÝBĚR TECHNIKY A PŘÍPRAVA VZORKU FTIR MĚŘENÍ.....               | 27        |
| 4.2.2 METODY MĚŘENÍ FT-IR .....                                       | 27        |
| <b>4.3 MECHANICKÉ DIAGNOSTICKÉ METODY</b> .....                       | <b>30</b> |
| <i>Odolnost v přehýbání</i> .....                                     | 31        |
| <b>5 PRAKTICKÉ OVĚŘENÍ DIAGNOSTICKÝCH METOD</b> .....                 | <b>33</b> |
| 5.1 MĚŘENÉ VZORKY .....   | 33        |
| <i>Stárnutí zkušebních vzorků</i> .....                               | 34        |
| 5.2 INFRAČERVENÁ SPEKTROSKOPIE .....                                  | 36        |
| 5.2.1 ANALÝZA PEVNÝCH VZORKŮ .....                                    | 38        |
| 5.2.2 ANALÝZA KAPALNÝCH VZORKŮ .....                                  | 39        |
| 5.3 MĚŘENÍ PEVNOSTI V TAHU .....                                      | 43        |
| <b>ZÁVĚR</b> .....  | <b>47</b> |
| <b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY</b> .....                                | <b>47</b> |

## Seznam symbolů a zkratek

- $A$  ..... absorbance
- $d_p$  ..... hloubka vniku [ $\mu\text{m}$ ]
- $E$  ..... energie záření [J]
- $l$  ..... délka kyvety respektive tloušťka vzorku [cm]
- $n$  ..... celé číslo (0, 1, 2,...) [-]
- $n_k$  ..... index lomu krystalu [-]
- $n_v$  ..... index lomu vzorku [-]
- $T$  ..... transmitance [%]
- $f$  ..... frekvence [Hz]
- $\nu$  ..... vlnčet [ $\text{cm}^{-1}$ ]
- $\delta$  ..... dráhový rozdíl [cm]
- $\theta$  ..... úhel dopadu záření na rozhraní [ $^\circ$ ]
- $\lambda$  ..... vlnová délka [cm]
- $F_{\text{max}}$ ..... tržné zatížení [kN.]
- $l_t$ .....tržná délka [m]
- $\delta$ .....tažnost [%]
- ATR ..... Attenuated Total Reflectance
- DTBP ..... 2,6-di-tercbutyl-p-fenol
- FT-IR ..... Fourier Transform Infrared



## Úvod

V současné době se v elektrotechnice klade stále větší důraz na kvalitu, spolehlivost a bezpečnost zařízení. Tím se zvyšují i požadavky na izolační soustavy. Jednou z mnoha možností izolátorů jsou materiály na bázi celulózy. Nejčastějším zástupcem této skupiny jsou lepenkové izolace napuštěné olejem. Kvůli dodržení požadovaných parametrů je nutné již na molekulární úrovni zkoumat materiálovou strukturu a složení. Vhodný diagnostický nástroj nám může poskytnout infračervená spektroskopie. Dále je nutné zkoušet odolnost materiálu vůči mechanickým vlivům. Vhodný nástroj pro toto namáhání je zkouška pevnosti v tahu.

Předmětem této diplomové práce je popis základních vlastností a způsobu použití materiálů na bázi celulózy, které se v elektrotechnice využívají jako izolační. Další část je věnována popisu mechanického a elektrického namáhání. V následující pasáži jsou definovány možnosti stárnutí izolační soustavy a vliv tepelné degradace na izolátory. Práce se dále zabývá přípravou vzorků pro mechanické a chemické diagnostické metody a způsobem jejich měření.

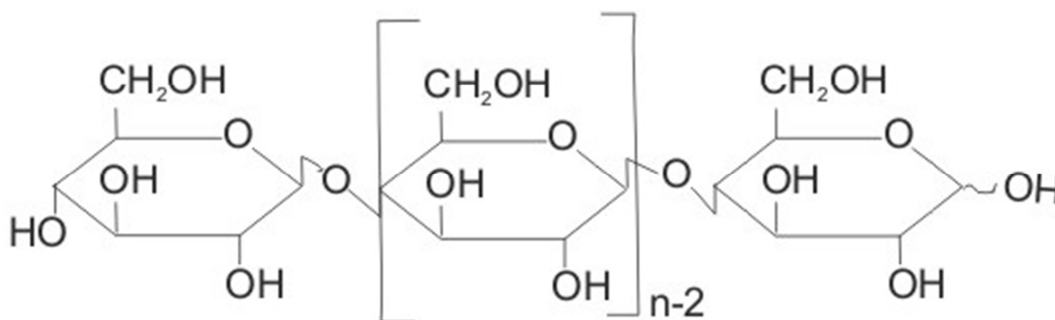
Infračervená spektroskopie se uplatňuje v oblastech chemie, kriminalistiky nebo také farmacie. Pokud jde o využití této metody v elektrotechnice, jedná se o hodnocení stavu izolačních soustav a o analyzování plynných produktů, kapalných a pevných izolantů vznikajících při tepelném stárnutí.

Jelikož se odolnost izolací na bázi celulózy odvíjí od pevnosti jednotlivých vláken a jejich vazeb, je potřeba znát jejich maximální zatížitelnost. Pro tento účel se využívají mechanické zkoušky pevnosti v tahu, díky kterým zjistíme jak maximální možné tržné zatížení, tak i tržnou délku izolace.

Praktická část diplomové práce je rozdělena na dvě podseky. První oddíl popisuje aplikace infračervené spektroskopie v elektrotechnice a vyhodnocení jejich infračervených spekter. Pro měření pevného vzorku je použita metoda ATR. Naopak analýza kapalného vzorku, konkrétně oleje Shell diala DX, je provedena pomocí transmisivní techniky a pro hodnocení jeho životnosti slouží míra vylučování furanů z lepenkové izolace do vzorku oleje. Druhá část je věnována mechanickým zkouškám pevnosti v tahu, u kterých se měří maximální tržné zatížení a následně se dopočte tržná délka izolace z poměrného prodloužení.

# 1 Celulóza

Celulóza je polysacharid, který se sestává z beta-glukózy. Tvoří většinu rostlinné tkáně a je také hlavní složkou dřeva. Je tvořena glukózovými jednotkami, které jsou spojené vazbou  $\beta$  1.4 (obr. 1). Celulóza tvoří dlouhé nerozvětvené řetězce, které jsou nerozpustné ve vodě. Tvoří hlavní stavební látku rostlinných primárních buněčných stěn a spolu s ligninem a hemicelulózami se podílí na stavbě sekundárních buněčných stěn. Je také považována za nejrozšířenější biopolymer na zemském povrchu, ročně jí vzniká až  $1,5 \times 10^9$  tun. Můžeme ji také objevit u některých živočichů, konkrétně u pláštěnců. Termín celulóza se často nesprávně používá pro označování papírenského polotovaru, který je směsí celulózy, hemicelulóz a zbytků ligninu a pro nějž papírenský průmysl již od první republiky používá termín buničina.[1]



**Obr. 1:** Vzorec celulózy [1]

## 1.1 Struktura

Je vytvářena nerozvětvenými řetězci asi 500 jednotek D-glukózy. Tyto dlouhé nevětvené polymery celulózy vytváří ve stěnách rostlin vyšší struktury, tzv. mikrofibrily. To jsou vlákna složená z velkého počtu molekul celulózy pospojovaných vodíkovými můstky. Tato vlákna jsou velmi pevná v tahu. Zpravidla však není celulóza jedinou složkou buněčných stěn, ty obsahují mezi mikrofibrilami i např. xyloglukany, pektiny a případný lignin. Uspořádání mikrofibril určuje směr, kterým buňka roste. Pokud jsou v části uspořádány rovnoběžně, buňka roste ve směru kolmém na směr mikrofibril.[1][2]

Syntézu celulózy provádí enzym celulózasyntáza, který je součástí membrány rostlinné buňky. Zároveň syntetizuje vždy 36 vláken. Ty se okamžitě spojují do kompaktní mikrofibrily, a tak vytváří vazby s buněčnou stěnou. Pohyb komplexu plazmatickou membránou určuje směr uložení mikrofibrily ve stěně.[1][2]

## **1.2 Výroba celulózy**

V prvním kroku je ze stromu odstraněna kůra. To se provádí pomocí suchého nebo mokrého loupání. Kůra je použita jako palivo při výrobě celulózy a papíru.[3]

Poté se dřevo naštěpkuje. Štěpky se obvykle skladují na haldách, aby došlo k biologickým procesům, které napomáhají narušení struktury ligninu.[1][3]

Následně dojde k provaření štěpek. K tomuto účelu se využívají dva základní způsoby, a to kyselý a zásaditý proces:[3]

Při kyselém - **sulfitovém** - procesu je základem várky oxid siřičitý spolu s oxidem vápenatým, popřípadě oxidem hořečnatým. Proces probíhá při pH 1-2 za teploty až 140 °C. Hotová buničina má poměrně vysokou bělost, ale o něco nižší pevnost (ve srovnání se sulfátovou buničinou). Při procesu dochází ke kyselé hydrolyze celulózy i hemicelulózy. Výsledkem hydrolyzy vznikne množství jednoduchých cukrů. Tyto cukry se využívají pro výrobu kvasnic z odpadních vod. V ČR se sulfitová buničina vyrábí jen v Paskově (poblíž Frýdku-Místku).[2][3]

Při zásaditém - **sulfátovém** - procesu se jako základní chemikálie používá sulfid sodný společně s hydroxidem sodným. Varné pH se může blížit až hodnotě 13 při teplotách až ke 170 °C. Vzniklá buničina vyniká výbornými pevnostními vlastnostmi a používá se pro mechanicky namáhané papíry. Jako vedlejší produkt vzniká talové mýdlo. Nechtěným vedlejším produktem jsou i merkaptany způsobující (při nedokonalém systému cirkulace vzduchu u vařáku) charakteristický zápach v okolí sulfátových celulózek. V ČR se sulfátová buničina v současnosti vyrábí v papírnách ve Štětí.[2][3]

Vyrobená buničina je následně vyprána od varných chemikálií a poté následuje její bělení. Zde dochází k dalšímu odstranění ligninu, který způsobuje barvu buničiny. Původně se pro bělení využíval chlór. Dnes je nahrazen oxidem chloričitým, výjimečně i chlornanem sodným, ale i bezchlorovými variantami, jakými jsou kyslík, peroxid vodíku či ozón (často v kombinaci s hydroxidem sodným).[4]

Protože jsou vyrobená vlákna obvykle příliš dlouhá, v dalším kroku se melou na rafiněrech. Hotová buničina se nakonec může buď usušit, či použít pro výrobu papíru.[3]

## 2 Izolanty na bázi celulózy

### Organické vláknité materiály

Pozitivní vlastnosti:

- dobré mechanické a elektrické vlastnosti
- dobrá zpracovatelnost
- možnost zpracovat navíjením

Negativní vlastnosti:

- hygroskopičnost, zapříčiněna velkou pórovitostí
- značnou pórovitostí, a tím přítomností vzduchu mezi vlákny, je snížena jejich elektrická pevnost
- poměrně nízká teplovzdornost (při teplotách vyšších než 110 °C se již porušují)

Vláknité materiály se dělí na dvě základní skupiny. První skupina představuje přírodní materiály. Což jsou dřevo, bavlna, juta, len nebo konopí. Druhá skupina zahrnuje upravované materiály, jako jsou papír, karton a lepenka. Dále tato skupina obsahuje modifikované izolanty na bázi celulózy, tvrzený papír a textil.[5]

Při srovnání plošných hmotností vidíme, že nejméně má papír  $150 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$ . Největší plošnou hmotnost má naopak lepenka  $250 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$ . Mezi těmito dvěma materiály je karton, který má plošnou hmotnost v rozmezí  $150 - 250 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$ . [5][6]

Hlavní surovina pro výrobu vláknitých izolačních materiálů je z větší části rostlinné vlákno. Podstatou rostlinných vláken je polymerní látka s chemickým složením  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ , neboli celulóza. V každé strukturální jednotce jsou tři hydroxylové skupiny -OH, vyvolávající polaritu celulózy. Proto je u celulózových vláken vysoká permitivita (6,5 – 7) i vyšší ztrátový činitel (0,005 - 0,01).[5]

Svazky molekulárních řetězců se nazývají micely, které jsou tvořeny elementárními vlákny fibrily. Mezery se vyskytují jak mezi molekulami tvořené micely tak mezi fibrilami, čímž je zajištěna pórovitost rostlinného vlákna. Pórovitost je mezi molekulami submikroskopická, mezi fibrilami mikroskopická a mezi jednotlivými vlákny makroskopická.[5]

Pro částečné zabránění navlhnutí materiálu se využívá impregnace. K tomuto účelu se využívají oleje, vosky nebo pryskyřice. Tento postup pouze zpomalí úplné zvlhnutí. Je to dáno tím, že impregnační látky mají velké molekuly, které se nedostanou do mikroskopických pórů vláknitých molekul velikosti  $(5 - 10) \cdot 10^{-10}$  m. Zatímco voda, která je složena z molekul o velikosti  $2,7 \cdot 10^{-10}$  m, do zmíněných mezer snadno pronikne.[6]

## **2.1 Papír**

Papír je možno vyrábět z různých rostlinných vláken, která musí při dostatečné délce a jemnosti vyhovovat požadavkům pružnosti, pevnosti a stejnorodosti.[6]

Při technologických krocích výroby papíru jsou z vláken odstraněny přídavné látky, které mají nepříznivý vliv na vlastnosti výsledného výrobku. Z těchto látek bývá nejnebezpečnější lignin. Pro dosažení co nejmenšího obsahu ligninu se zpracovávají suroviny buďto v louhovém prostředí (sulfátová buničina; předchůdcem byl způsob natronový), nebo v kyselinovém prostředí (sulfitová buničina). [5][7]

## **Technologie výroby papíru**

Prvním krokem výroby je namletí buničiny v holandrech nebo kuželových či kotoučových mlýnech, po mletí následuje rozředění papíroviny vodou a míchání (99% vody - 1% vláken). V další fázi se provádí odvodnění suspenze na vibrujícím sítu papírenského stroje (dlouhý drátěný pás; na 1 tunu papíru spotřeba 150 tun vody) a průchod vrstvy vláken lisovou, sušicí a hladicí částí stroje. Nakonec vrstvy papíru prochází chladicími válci a následně vlhčicí, navíjecí a řezací linkou. [7]

Co se týče elektrických vlastností je papír typické směsné dielektrikum s dvojicí hlavních složek, a to celulózy a vzduchu. S ohledem na uložení vláken ve vrstvě papíru lze s jistou přibližností nahradit papír sériovým zapojením dvou kondenzátorů-kondenzátorem se vzduchovým dielektrikem a kondenzátorem, jehož dielektrikum představuje celulóza. [5][6]

Elektrické vlastnosti vysušeného papíru:

relativní permitivita (50 Hz)  $\epsilon_r = 2,2 - 2,8$

ztrátový činitel  $\text{tg}\delta$  řádově  $10^{-3}$

vnitřní rezistivita  $R(20\text{ }^\circ\text{C}) = 5 \cdot 10^{15} \Omega\text{m}$ ,  $R(120\text{ }^\circ\text{C}) = 4 \cdot 10^{12} \Omega\text{m}$

Elektrická pevnost závisí na struktuře papíru, jeho hustotě a tloušťce, příp. povrchu. (např. lesklé kondenzátorové papíry vykazují až  $E_p 4 \cdot 10^7 \text{ V m}^{-1}$ ).

Vzhledem k navlhavosti není možno v elektrotechnice použít papír samotně v elektrické izolaci, ale je potřeba vzduch nahradit tuhou nebo kapalnou látkou. K tomuto účelu využíváme jak impregnaci, tak tvrzený papír.[2]

Impregnační látky:

A) nepolární - cerezín, parafín, polyizobutylén, kondenzátorové oleje, silikonové oleje,

B) polární - olejovosk, halovosk (chlorovaný naftalén), ricinový olej, pentachlordifenyl.

Impregnační látky zapříčiňují podstatné zvýšení elektrické pevnosti, tak i zvýšení permitivity, tj. i kapacity kondenzátoru. Dále pak omezení ionizace v pórech, tj. zmenšení ztrátového činitele, zvláště při vn, zvýšení tepelné vodivosti dielektrika, což má za následek zintenzivnění chlazení a následně zvýšení životnosti, a v neposlední řadě mechanické zpevnění. [1]

• V elektrotechnice se používají následující druhy papíru: [5]

1. kondenzátorový
2. kabelový
3. napouštěcí (pro výrobu tvrzeného papíru v deskách)
4. navinovací (pro výrobu tvrzených papírových válců)
5. polepovací (na izolace dynamových plechů)

## **2.2 Lepenka**

Lepenka představuje pro elektrotechniku houževnatý, pevný materiál slisovaný do rovnoměrné struktury. Podle způsobu výroby má matný či lesklý povrch. [5]

• Hlavní druhy lepenek využívaných v elektrotechnice:

1. lepenka elektroizolační obyčejná
2. lepenka lesklá pro elektrotechniku
3. lepenka drážková
4. lepenka transformátorová

## **2.3 Modifikované izolanty na bázi celulózy**

- Izolanty vycházející z celulózy ( $C_6H_{10}O_5$ )<sub>n</sub>. Protože všechny strukturální jednotky celulózy obsahují tři skupiny -OH (hydroxylové), lze provést éterifikaci nebo esterifikaci. [5,7]

- Hlavní druhy:

1. fíbr - pevný plast z celulózy

2. estery celulózy: nitrát celulózy (CN) (celuloid - tuhý roztok CN v kafru), acetobutyrát celulózy, acetát celulózy, xantogenát celulózy (dispergovaný xantogenát celulózy ve zředěném NaOH - viskóza, možnost zpracování na viskózová vlákna a na viskózové fólie - celofán).

3. étery celulózy: benzylcelulóza, propylcelulóza, etylcelulóza

éterifikace - reakce, při níž vznikají étery

étery - organické sloučeniny typu R - O - R°

R, R° - uhlovodíkové zbytky ( $C_6H_5$  -,  $CH_3$  - ...)

## **2.4 Tvrzené materiály**

### **2.4.1 Tvrzený papír**

K výrobě tvrzeného papíru se používá sulfátový papír s velkou nasákavostí. Pojidlem je snadno vytvrzovatelná pryskyřice (fenol-, resp. krezolformaldehydová, epoxidová). [7]

Vytvrzování se provádí v etážových lisech při vysokých teplotách podle druhu pryskyřice a po dobu, která se odvíjí od tloušťky desek. Pro slisování je třeba tlak 10 - 15 MPa. V lisu jsou desky papíru ukládány nad sebe a odděleny ocelovými vytápěnými mezideskami. Po slisování se nechají vytvrzené desky vychladnout ve stroji. [6][7]

Hlavní druhy tvrzených papírů:

- konstrukční a elektrotechnický pro účely silnoproudé elektrotechniky
- razitelný v tenkých deskách, elektrotechnický
- silně proimpregnovaný, tropický, málo navlhavý

Vlastnosti plátů z tvrzeného papíru jsou anizotropní. Napříč vrstvami je vysoká elektrická pevnost, podél vrstev je pak vysoká pevnost v tahu. [7]

Tvrzený papír je poměrně tepelně stálý, stabilní v oleji a dobře zpracovatelný frézováním, soustružením, vrtáním i řezáním. [5]

Komerční označení tvrzeného papíru je kartit.

#### **2.4.2 Tvrzená tkanina**

Oproti tvrzenému papíru má tvrzená tkanina větší rázovou pevnost. Je také pevnější ve smyku ve směru vrstev nežli tvrzený papír a více vzdoruje štěpení mezi vrstvami. V elektrických vlastnostech se však tvrzenému papíru nemůže rovnat, obzvláště ve směru kolmém na vrstvy tkaniny. [3]

Tvrzená tkanina je znám pod komerčním názvem textit, sklotextit.

#### **2.4.3 Textilní izolační materiály**

V elektrotechnice se uplatňují především příze a tkaniny. Příze lze použít na izolace vodičů, a to opletením, nebo opředěním. Příze je stáčená z rostlinných (bavlna), živočišných (vlna, přírodní hedvábí), syntetických nebo anorganických vláken. Tkaniny mají dvě pravouhle se křížící soustavy nití, v podélném směru je osnova a kolmo k ní je útek. Vázání osnovy s útkem je nazýváno vazbou.[7]



## **3 Stárnutí dielektrických materiálů**

Izolační systémy jsou vystavovány různým vlivům. Tyto vlivy mívají za následek změny materiálů, které mohou být fyzikálního nebo chemického charakteru. Takovéto změny se nazývají stárnutí a projevují se postupným znehodnocením materiálu, což má za následek trvalé znehodnocení izolačních látek. Stárnutí výrazně podléhají organické látky. Naproti tomu anorganické materiály až na výjimky stárnutí nepodléhají. S degradačním procesem se zavádí pojem doba života izolačního systému, se kterou souvisí i funkčnost celého elektrického zařízení.[8]

Pojem doba života určuje časový úsek, ve kterém je daný materiál schopen vykonávat svoji předepsanou normální činnost tím, že udržuje svoje vlastnosti dané od výroby. Po uplynutí této doby se vlastnosti daného materiálu rapidně zhorší a materiál již nemůže být dále používán.[8]

Na stárnutí izolačních systémů má nejvýraznější vliv působení teploty. Tento faktor se nejvíce podílí na urychlení degradace izolačního materiálu. Další faktory ovlivňující stárnutí jsou například elektrické pole, mechanické namáhání, vzdušný kyslík, klimatické vlivy, chemické vlivy, ultrafialové záření.[9]

Podle doby účinku se změny způsobené těmito faktory dělí na vratné a trvalé. U vratných změn se po odeznění jejich vlivu vrací izolačním materiálům vlastnosti, které měly před působením těchto faktorů. Jedním z nejčastějších vratných faktorů je navlhání materiálu. Naproti tomu trvalé změny jsou nevratného charakteru. Tyto změny bývají strukturálního charakteru, což znamená trvalé zhoršení vlastností materiálu. Po těchto změnách není možné materiál již využívat. [8][10]

### ***3.1 Tepelné stárnutí***

S ohledem na tepelné stárnutí se zavádí pojem trvalá tepelná odolnost izolantů, který je vyjádřený mezní teplotou. Jednotlivé materiály řadíme do tepelných tříd na základě výsledků zkoušek zrychleného stárnutí. Z Montsingerova pravidla vychází závislost mezi dobou života izolace  $L$  a teplotou  $\vartheta$ , při které izolace stárne.[6]

$$\tau_T = A \cdot e^{-BT} \quad (1)$$

kde L je doba života izolace [h]

A je doba života při teplotě  $\vartheta = 0 \text{ }^\circ\text{C}$  [h]

B je materiálová konstanta

T je trvalá teplota stárnutí [K]

Doba života se také určuje z Arrheniovy rovnice:

$$\tau_T = a \cdot e^{\frac{W_a}{RT}} \quad (2)$$

kde  $W_a$  je aktivační energie procesu [eV]

a je konstanta závislá na koncentraci vzniklých aktivních molekul

R je univerzální plynová konstanta

T je absolutní teplota [K]

### Tepelné třídy izolantů

| třída   | Y  | A  | E   | B   | F   | H   |     |     |     |     |
|---|----|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| provozní teplota $\vartheta$ [ $^\circ\text{C}$ ] | 70 | 90 | 105 | 120 | 130 | 155 | 180 | 200 | 220 | 250 |

Tab. 1 Tepelné třídy izolantů

Přiřazení izolačních materiálů do jednotlivých tříd:

**Třída 70** – tato třída obsahuje organické materiály jako papír, dřevo, bavlna a hedvábí bez další úpravy a impregnace. Méně zatěžují životní prostředí. Jejich využití pro elektrické materiály je malé.[4]

**Třída 90 (Y)** – do této třídy spadají organické materiály spolu s běžnými impregnanty jako jsou šelak, asfalty, bitumery a oleje. V neposlední řadě tato skupina obsahuje tvrzené bukové dřevo a polyvinilchlorid.[11]

**Třída 105 (A)** – v této třídě se využívají organické vláknité látky na podkladě celulózy nebo hedvábí, případně jejich kombinace. Jsou vždy impregnované, lakované nebo ponořené do kapalného dielektrika. Řadí se sem lepenka lesklá, drážková a transformátorová. Lakovaná hedvábná syntetická tkanina nebo páska, která je vhodná pro izolaci vodičů a kabelů u nízko i středně napěťových elektrických zařízení.[4][11]

**Třída 120 (E)** – celulózový papír, tvrzený papír nebo tvrzená tkanina jako zástupci organických materiálů s impregnanty (například fenolformaldehydová pryskyřice).[4][11]

**Třída 130 (B)** – třída zahrnuje anorganické látky, jako jsou skleněná vlákna, asbest a sulfátový papír v kombinaci s vhodnými pojivy, které jsou na bázi epoxidů a pryskyřic. Nejvyužívanější materiál je skleněný laminát s epoxidovým pojivem.[4]

**Třída 155 (F)** – materiály se složkami jako skleněná vlákna, slídový papír, PET a PEN fólie, aramidový papír a epoxidové pryskyřice. [4]

**Třída 180 (H)** – izolanty v této skupině využívají silikonové a modifikované epoxidové pryskyřice. Dalšími materiály jsou aramidy, polyamidy, polyestery, slída a slídový papír. [11]

**Třídy nad 180** – do teplotních tříd nad 180 °C spadají anorganické látky, případně jejich kombinace s anorganickým pojivem nebo bez něho. [4][11]

Odolnost elektrických zařízení je závislá v první řadě na teplotě, při které zařízení pracuje. Během tepelného stárnutí dochází k nevratným fyzikálně-chemickým procesům, které probíhá za všech teplot. Zvyšující se teplota má za následek urychlení reakcí v izolantu, díky čemuž materiál více podléhá deformaci a rychleji stárne. Rychlost není závislá na množství přivedené tepelné energie, ale na hodnotě teploty. [8] Mezi nejčastější chemické reakce se řadí oxidace, polykondenzace, polymerace, depolymerace a rozklad složek materiálů.[10]

Pro izolační soustavu je také nežádoucí pomalá oxidace vzdušným kyslíkem, která často působí na různé materiály. Účinky oxidace jsou závislé na teplotě, přístupu kyslíku a v neposlední řadě na druhu materiálu. Působení oxidace má za následek strukturální změny dielektrika a vznik zplodin, díky kterým se zvyšuje elektrická vodivost a ztrátový činitel. U organických polymerů dochází v důsledku oxidace k trhání makromolekul, které zapříčiňuje snižování mechanické odolnosti. S narůstající teplotou se úměrně zvyšuje i rychlost oxidace polymerů.[6][10]

### **3.2 Elektrické stárnutí**

Jedním z důležitých faktorů ovlivňujících stárnutí izolačních systémů je elektrické namáhání. V současné době není příliš znám přesný mechanismus působení elektrického pole na stárnutí izolantu, a proto je většina poznatků z této oblasti spíše empirického charakteru. V současnosti jsou využívány dva modely popisující vliv elektrického pole na dobu života izolačního systému. [9]

Inverzní mocninný model (IPM – inverse power model)

$$\tau_E = k \cdot E^{-n} \quad (3)$$

kde:  $\tau_E$  je doba života [h]

E je intenzita elektrického pole a konstanty [kV.mm-1]

n je konstanta určena empiricky

k je konstanta určena empiricky

Exponenciální model

$$\tau_E = e^{-bE} \quad (4)$$

kde:  $\tau_E$  je doba života [h]

E je intenzita elektrického pole a konstanty [kV.mm-1]

b je konstanta určena empiricky

Tyto modely nejsou závislé na konfiguraci elektrod, struktuře systému nebo rozložení elektrického pole, jež se indukují v izolantu. Jsou to empiricky odvozené vztahy, které popisují působení intenzity elektrického pole na stárnutí materiálu. Navzdory tomu jsou modely poměrně přesné a doby života z nich vypočtené odpovídají realitě. Koeficienty n a b, udávající míru odolnosti izolačního materiálu, se nazývají koeficienty elektrické odolnosti a jsou označovány jako základní parametr při charakterizaci izolantu.[8]

Pro zrychlené degradační zkoušky se využívá inverzní mocninný model. Hlavní nevýhodou těchto modelů je selhávání při nízkých intenzitách elektrického pole. Z toho vyplývá, že pod určitou hranicí k stárnutí vlivem elektrického pole nedochází. Tato hranice je nazývána prahová intenzita. Pokud je stav izolačního materiálu pod prahovou hodnotou, lze zaručit jeho vysokou spolehlivost. K popisu poruch, způsobených povrchovým namáháním,

se využívá exponenciální model popisující působení elektrického pole na dobu života izolačního systému. Doba poruchy bývá větší, než poukazuje rovnice.[6]

### **3.3 Kombinované stárnutí**

Výsledné namáhání nemusí být pouze součet dvou po sobě následujících vlivů. Pokud působí elektrické pole a teplota současně, dochází k degradaci a selhávání materiálu výrazně dříve, než kdyby každý působil jednotlivě. Při působení těchto vlivů najednou dochází k interakci. Rozlišujeme dva základní druhy:[9][10]

- **Přímá interakce** je stav, kdy se jednotlivé vlivy působící na izolační soustavu navzájem ovlivňují do takové míry, že je jejich působení odlišné od stavu, kdy působí jednotlivě. Jedním z příkladů je oxidace za zvýšené teploty. Samostatná oxidace při stálé pokojové teplotě nemá na degradaci vliv. Stejně tak samostatné zvyšování teploty. Ovšem za přítomnosti kyslíku zvyšování teploty značně urychluje oxidační proces.[11]

- **Nepřímá interakce** je způsobena několika faktory současně. Tyto faktory se navzájem neovlivňují. Příkladem nepřímé interakce je působení mechanického namáhání a elektrického pole. Mechanické namáhání způsobuje praskliny, ve kterých se vytvářejí částečné výboje, čímž dochází k rychlejšímu stárnutí materiálu.[6]

Působení více faktorů najednou je potřeba zahrnout do matematických modelů. V současné době se využívá několik modelů popisujících chování izolačních materiálů při současném působení elektrického pole a teploty. Jedná se například o: Simmoniho model, Fallouův model, Ramuův model, Crineaův model, Montanariho model. U prvních třech modelů se jedná spíše o empirické vztahy, u kterých je potřeba získat konstanty experimentálně. Naproti tomu Crineaův model se snaží popsat fyzikální teorii stárnutí.[12]

Z elektrického životnosného modelu je možné získat i kombinovaný životnosti model. Elektrický model je základem pro analýzu souboru dat prováděnou na základě zkoušek životnosti materiálu prováděných za určité teploty a s danými intenzitami elektrického pole. Při přeepsání na Eyringovu rovnici je možno vyjádřit vztah tepelného a elektrického modelu z teplotní reakce rychlosti změny parametru jakožto funkce elektrického namáhání.[6]

### ***3.4 Zrychlené stárnutí***

Dle normy ČSN 60505 rozlišujeme různé úrovně namáhání. Subcyklus stárnutí simuluje namáhání, která působí v provozu. U vyhodnocování elektroinstalačního systému s ohledem na ovlivnění provozní životnosti hraje významnou roli interakce mezi namáháními. Interakce použité v průběhu zrychlené zkoušky mohou znehodnotit postup vyhodnocení. Proto před rozhodováním, jaký program stárnutí se použije, je vhodné provést zrychlené třídící zkoušky nejdříve s jednoduchým poté s kombinovaným namáháním, aby bylo možné rozhodnout o významu všech interakcí. Potvrdí-li se přímé interakce, je vhodné je při subcyklu stárnutí aplikovat současně. [12]

Využívá-li se cyklického zkoušení, musí být nastaven logický vztah mezi expozicemi stárnutí, délkou cyklu a předpokládaným provozním namáháním. Doporučená délka cyklu při každé expozici je taková, aby u izolační soustavy nedošlo k poruše minimálně během deseti cyklů. Uživatel sám stanoví hodnoty namáhání vhodné pro konkrétní zařízení. Doba a velikost namáhání jsou přesně stanoveny s ohledem na nejlepší využití zkušebních zařízení.[9] V jednotlivých subcyklech jsou zkoušené předměty vystaveny pouze jednomu faktoru z referenčních pracovních podmínek, jenž působí v provozu samostatně nebo postupně.[10]

### ***3.5 Matematické modely k popisu kombinovaného stárnutí***

Pro detailnější popis procesu stárnutí se využívají různé modely stárnutí. Pro přesný návrh izolačního systému je nutné pochopit všechny děje, které probíhají během stárnutí. K pochopení těchto dějů využíváme fyzikální nebo matematické modely. K dobrému sestavení takového modelu je nezbytné znát fyzikálně chemické vlastnosti, jako jsou například teplota skelného přechodu, hodnota aktivační energie nebo rychlost pohybu náboje. Dále je důležité znát vnější měřitelné projevy, jako jsou doba průrazu, průrazné napětí nebo izolační odpor.[6]

Naopak matematický popis procesu stárnutí dovoluje předpovědět fyzikální procesy v izolačním materiálu. Nikdy se ale nepodaří zahrnout do modelu stárnutí všechny destruktivní faktory.[8]

## **4 Diagnostické metody zjišťování stavu izolačních materiálů**

### **4.1 Elektrické diagnostické metody**

Pro zjišťování stavu elektroizolačních tuhých izolantů se využívají stejnosměrné a střídavé elektrické měřicí metody. Ze stejnosměrných metod je nejvyužívanější měření absorpčních a resorpčních charakteristik. To znamená měření vybíjecích a nabíjecích proudů v závislosti na čase. U střídavých metod se využívají hlavně metody čtyř-kapacitního můstku, Scheringova můstku, automaticky vyvažovaného můstku a rezonanční metoda měřením nakmitaného napětí (Q-metr). U střídavých metod je sledován ztrátový činitel  $\tan \delta$  a paralelní kapacita  $C_x$ . [6][11]

### **Trendy v namáhání elektroizolačních materiálů**

Ve spolehlivostním řetězci elektrického zařízení je nejslabším článkem izolační soustava. S ohledem na tyto poznatky je potřeba koncipovat diagnostický systém pro zjišťování stavu zařízení. Po sestavení izolačního systému je možné jej otestovat zrychleným stárnutím materiálu. [10][12]

Mezi současné trendy se řadí především kombinované namáhání (většinou kombinace tepelného a elektrického namáhání) různých složených či polymerních izolací. Další aplikací je zkoumání částečných výbojů, které způsobují stárnutí, a v neposlední řadě trend elektrických stromečků. [11]

### **Částečné výboje, jejich analýza a měření v současné době**

Jedním z hlavních nástrojů s velkou vypovídající schopností je měření částečných výbojů a jejich následná analýza. Toto měření se využívá zvláště pro hodnocení vlastností elektroizolačních soustav. Analýza částečných výbojů se provádí ve vztahu k fázi napájecího napětí, četnosti, amplitudě a zdánlivého náboje. Tyto výboje vznikají především v izolaci vodičů, mezi izolací a železem statoru (drážkové výboje), mezi izolací a vodičem nebo na povrchu izolace. [9]

V současné době se využívá působení částečných výbojů pro jejich schopnost urychlovat degradaci izolačních materiálů. Můžeme diagnostikovat vysokokmitočtové pulzní

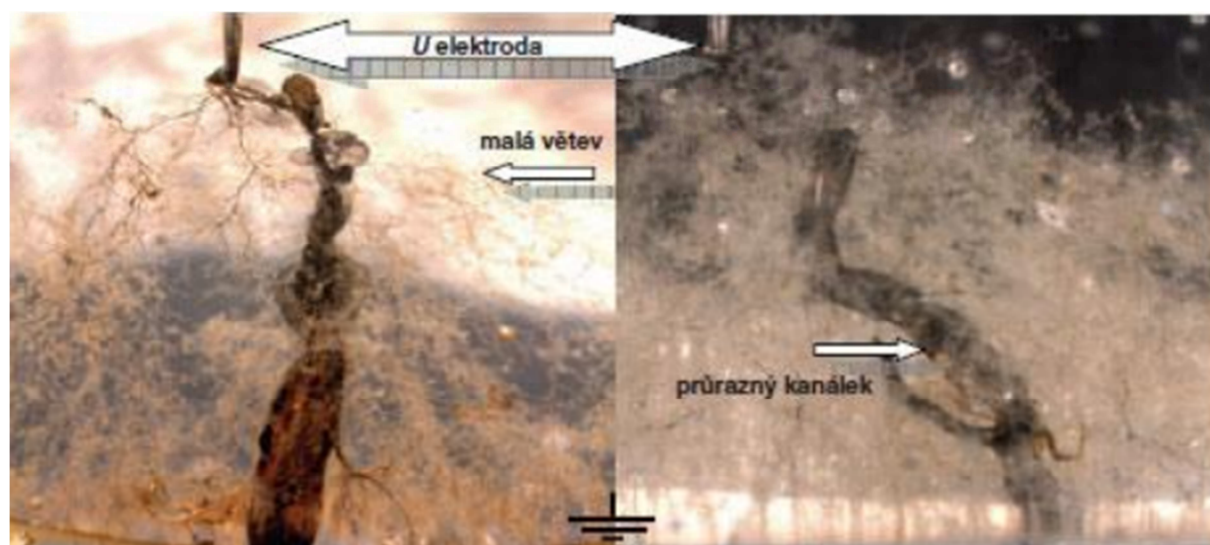
namáhání, které vytvářejí měniče kmitočtu. Při tomto namáhání dochází ke zvýšené aktivitě částečných výbojů.[8][9]

Další metody se zaměřují kupříkladu na vliv tvaru napěťových impulzů na rychlost stárnutí izolační soustavy. Úkolem této metody je ověření vlivu strmosti napěťových pulzů na životnosti izolace. Vlivem vzrůstající strmosti napěťových pulzů klesá doba životnosti elektroizolačního systému.[10]

V současné době se pro měření částečných výbojů využívají nejmodernější měřicí systémy řízené počítačem. Částečné výboje se vyhodnocují digitálně a jsou rozříděny podle výše jednotlivých pulzů, četnosti výskytu jednotlivých pulzů a fáze jejich výskytu vzhledem k fázi zkušebního napětí.[6]

### Elektrické stromečky

Významným jevem, který negativně ovlivňuje spolehlivost elektrického systému, jsou elektrické stromečky (obr. 1). Jedná se o útvary stromovitěho nebo keřovitěho tvaru vznikající uvnitř elektroizolačního materiálu. Jde o degradační jev, který většinou vede až k průrazu elektroizolačního materiálu. Vlivem působení elektrického pole vznikají v elektrické izolaci vodivé cesty jako vodivé kanálky směrem k místu s jiným potenciálem. V místě "ostré hrany" vzniká elektrický stromeček vlivem dostatečně velké intenzity elektrického pole. Tyto ostré hrany způsobují přimísené nečistoty v materiálu nebo ostrý předmět, který vnikne do izolační soustavy.[11]

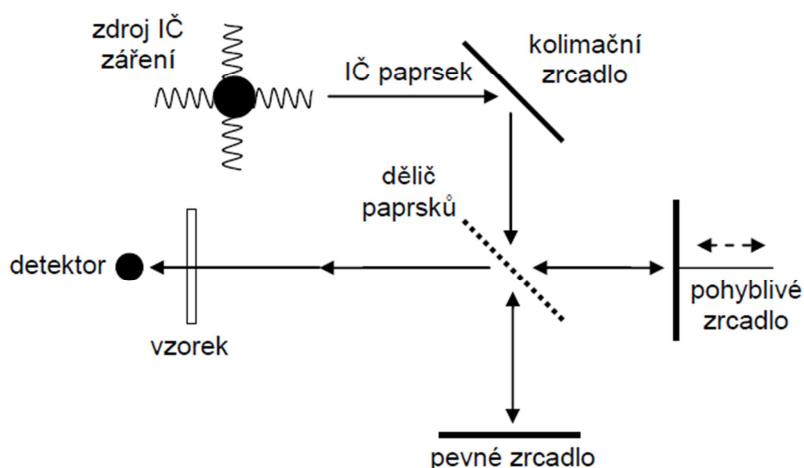


**Obr. 1:** Elektrické stromečky [11]



## 4.2 Chemické diagnostické metody - Infračervená spektroskopie

Infračervená spektroskopie je analytická technika používaná zejména pro identifikaci a strukturní charakterizaci organických sloučenin nebo anorganických látek. Základ každého spektrometru tvoří Michelsonův interferometr, který je složený ze čtyř ramen na kterých se nachází zrcadla, které infračervený paprsek odráží od měřeného vzorku do detektoru záření, jak je naznačeno na obr. 2. [14]



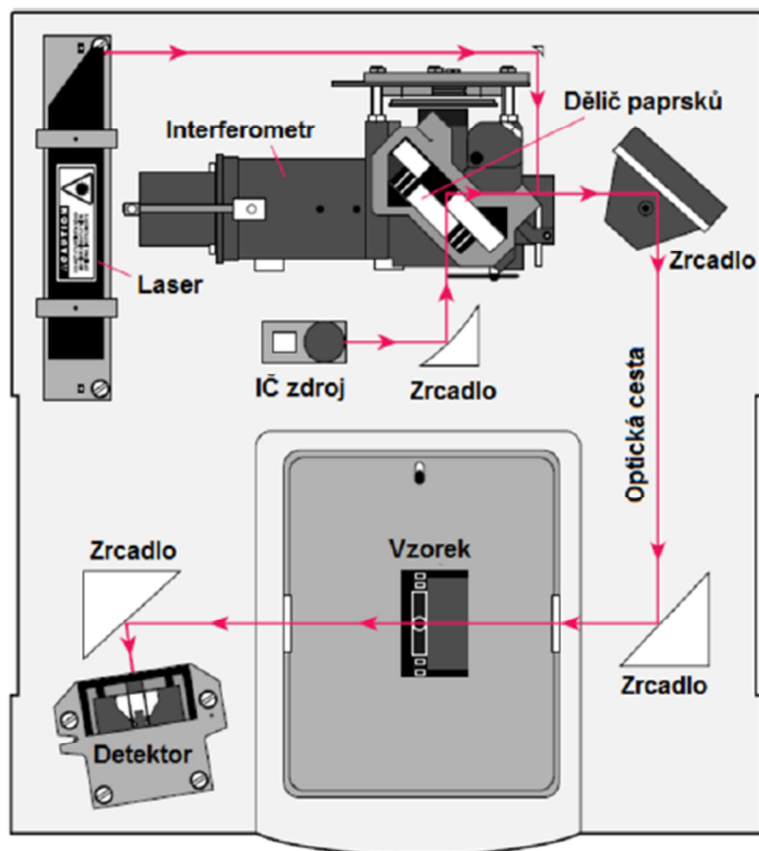
**Obr. 2:** Schéma Michelsonova interferometru [14]

Principem metody je měření pohlcení infračerveného záření o rozličné vlnové délce analyzovaným materiálem. Elektromagnetické zařízení produkuje infračervené záření o vlnových délkách 0,78 - 1000  $\mu\text{m}$ . Tyto vlnové délky odpovídají rozsahu vlnočtů 12800 - 200  $\text{cm}^{-1}$ . Tyto vlnočty jsou rozděleny do tří skupin. První skupina představuje blízkou oblast o rozsahu 13000 - 4000  $\text{cm}^{-1}$ , další a zároveň nejvyužívanější skupina je střední oblast s rozsahem 4000 - 200  $\text{cm}^{-1}$  a poslední skupina je takzvaná vzdálená oblast o rozsahu 200 - 10  $\text{cm}^{-1}$ . [13][14]

Tato metoda je zaměřená na absorpci infračerveného záření při průchodu vzorkem. Při absorpci dochází ke změnám rotačně vibračních energetických stavů molekuly v závislosti na jejím dipólovém momentu. Analytickým výstupem je grafické zobrazení infračerveného spektra vyjádřené v procentech transmitance (T) nebo jednotkách absorbance (A) na vlnové délce dopadajícího záření. [13] Transmitance, nebo také, propustnost je poměr intenzity záření prošlé vzorkem (I) a intenzity záření vycházejícího ze zdroje ( $I_0$ ). Na rozdíl od propustnosti je absorbance dána dekadickým logaritmem  $1/T$ . Energie je na vlnové délce závislá logaritmičtí. Z tohoto důvodu se využívá vlnočtů, který je definován jako převrácená

hodnota vlnové délky. Z toho vyplývá, že uvedená závislost energie na vlnočtu bude lineární funkcí. [13]

Infračervená spektroskopie byla využívána již od 30. let 20. století. Základní spektrometry pracují na principu rozkladu světla. To neumožňuje analýzu silně absorbujících matric. Proto se analýza většinou omezovala na práškové materiály, které byly lisované do tenkých tablet společně s halogenidy alkalických kovů. Kapalné i plynné vzorky umožňovala tato metoda měřit skoro bez omezení. Infračervené spektrometry se začaly masivněji používat v 80. letech 20. století společně s Fourierovou transformací. Takovéto spektrometry (obr. 3) na rozdíl od disperzních přístrojů, které využívají měření intreforogramu modulovaného svazku záření po průchodu vzorkem, pracují na principu interference spektra. [15] FTIR spektrometry mají řadu výhod. Při měření dopadá na detektor celý svazek záření, a proto můžeme měřit i experimenty s velkými energetickými ztrátami. Mezi takové experimenty patří například měření silně absorbujících vzorků nebo měření s nastavci pro analýzu pevných případně kapalných vzorků v odraženém světle. Tato metoda se nazývá reflektační infračervená spektroskopie. [14]



**Obr. 3:** Principiální schéma FT-IR spektrometru [15]

## 4.2.1 Výběr techniky a příprava vzorku pro FTIR měření

### Kapalné vzorky

Nejjednodušší technikou je měření vzorku v kyvetě o určité tloušťce mající okénka KBr nebo NaCl. Pokud není kapalný vzorek rozpustný v tradičně používaných rozpouštědlech ( $\text{CHCl}_3$ ,  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CS}_2$ ), může být využito transmisní techniky, kdy se velmi malém množství nanese ve formě kapilární vrstvy mezi dvě KBr (NaCl) okénka. V poslední době se začíná využívat techniky zeslabené úplné reflektance (ATR). Pro vodné roztoky je nejvhodnější technika Circle Cell. [13]

### Pevné vzorky

Vzorky, které je možno rozpustit v používaných rozpouštědlech ( $\text{CHCl}_3$ ,  $\text{CCl}_4$ ) je možno měřit v kyvetách určených pro kapalné vzorky. Další možností je připravit tenký film vzorku za pomoci rozpuštění v určitém rozpouštědle. To necháme následně odpařit a poté můžeme změřit infračervené spektrum vzorku. Tuto techniku je možné použít i pro měření látek rozpustných ve vodě. Jako okénko je použitý např. ZnSe, Si nebo AgCl. Pevné vzorky nejčastěji bývají mlety v malém vibračním mlýnku s KBr. Tento výsledný homogenní prášek je slisován do tenké tablety, která se dále analyzuje. [13][14]

Další využívanou variantou je tzv. nujolová technika. V této technice je práškový vzorek homogenizován s malým množstvím parafinového oleje a výsledná suspenze je měřena mezi dvěma KBr nebo NaCl okénky ve formě tenké vrstvy. [13]

Další možností je použití reflektančních technik. Zde se využívá průhledných filmů a povrchových laků. Tyto filmy je možné měřit na lesklém kovovém podkladu za pomoci zrcadlové odraznosti. Tato technika je také známa jako zrcadlová (spekulární) reflektance. [13][15]

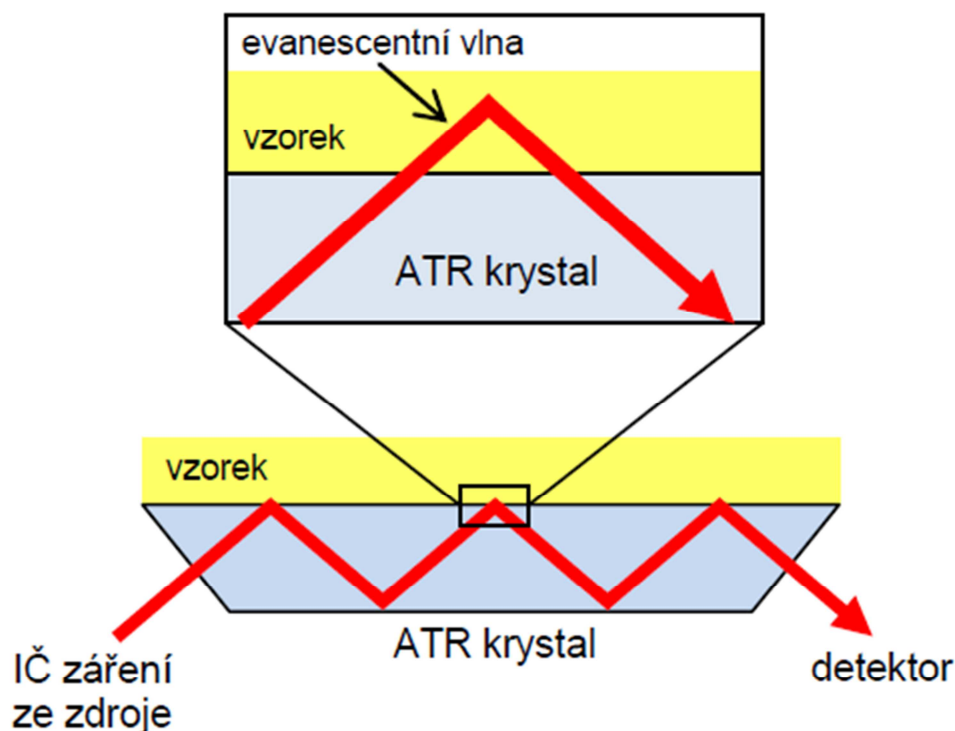
## 4.2.2 Metody měření FT-IR

Pro účely měření využíváme dvě vhodné metody. První a historicky mladší je ATR - Attenuated Total Reflectance. Tato technika je založena jednoduchém či vícenásobném úplném odrazu paprsku. Metoda ATR je využívána především pro svoji rychlost a nenáročnost přípravy vzorků. Jako druhou využíváme transmisní metodu. Tato metoda je využívána pro měření pevných, kapalných i plynných vzorků. Využíváme ji pro citlivější analýzu vzorků.

## Technika ATR

Technika ATR (Attenuated Total Reflectance) se řadí mezi odrazové techniky a je určena pro materiály, které vhodně absorbují infračervené záření (emulze nebo vodné roztoky). Technika využívá zeslabené úplné reflektance nebo jinými slovy úplného odrazu. Využívána z důvodu rychlosti měření. Za rychlost této metody mohou také minimální přípravy vzorků. Lze zde dosáhnout průkazných výsledků i bez hlubších znalostí nebo zkušeností s touto metodou. Neméně podstatná je i výhoda analýzy vzorků bez toho, aby došlo k jejich destrukci. [13]

Tato metoda je založena na principu jednoduchého či vícenásobného úplného odrazu paprsku na rozhraní vnitřního odrazového prvku (ATR krystal) o vysokém indexu lomu a opticky řidšího prostředí (vzorek). Paprsek vstupuje do krystalu pod úhlem větším, nežli je úhel kritický, aby mohlo dojít k úplnému vnitřnímu odrazu. Tento odraz má za následek vnik záření přímo do vzorku ve formě evanescentní vlny, jak je znázorněno na obrázku 4.[14][15]



**Obr. 4:** Podstata techniky zeslabeného úplného odrazu ATR [15]

Pro určení přesného složení zkoumané látky je určena tzv. interpretace infračerveného spektra. Jedná se o přiřazení vlnočtů absorpčních pásem funkčním skupinám ve struktuře

látky. Identifikace všech spektrálních pásů je nutná pro potvrzení přítomnosti funkční skupiny a vazeb. Přítomnost dané skupiny je možné vyloučit, pouze pokud některý z těchto pásů není ve spektru obsažen. Při interpretaci se postupuje vždy od nejvyšších vlnočtů k nejnižším. Nastane-li případ překrytí vlnočtů funkčních skupin, je nutné uvažovat o všech možnostech. V Tabulce 2 jsou vybrány příklady rozsahu vlnočtů a jim odpovídající funkční skupiny a vazby.[16]

| Vlnočet [cm-1] | Intenzita | Přiřazení | Funkční skupina  | Další absorpční pás [cm-1] |
|----------------|-----------|-----------|------------------|----------------------------|
| 2995-2930      | s         | vas(CH3)  | -CH3             | 2895-2840                  |
| 2955-2915      | m         | vas(CH2)  | -CH2             | 2880-2835                  |
| 2895-2840      | m-s       | vs(CH3)   | -CH3             | 1470-1385                  |
| 2880-2835      | m         | vs(CH2)   | -CH2             | 1480-1385                  |
| 1750-1715      | s         | v(C=O)    | -CO-O-,<br>ester | 1300-1150                  |
| 1740-1685      | s         | v(C=O)    | -CHO             | 1440-1325                  |
| 1470-1440      | m         | d(CH3)    | -CH3             | 1395-1340                  |
| 1125-1085      | s         | v(CO)     | CH-OH            | -                          |
| 1090-1020      | w-m       | v(CN)     | NH2              | -                          |

**Tab. 2:** Rozsahy vlnočtů a jim odpovídající funkční skupiny

Intenzita pásů:

w – slabá intenzita

m – střední

s – silná

Vibrace:

$v_{as}$  – valenční asymetrická

$v_s$  – valenční symetrická

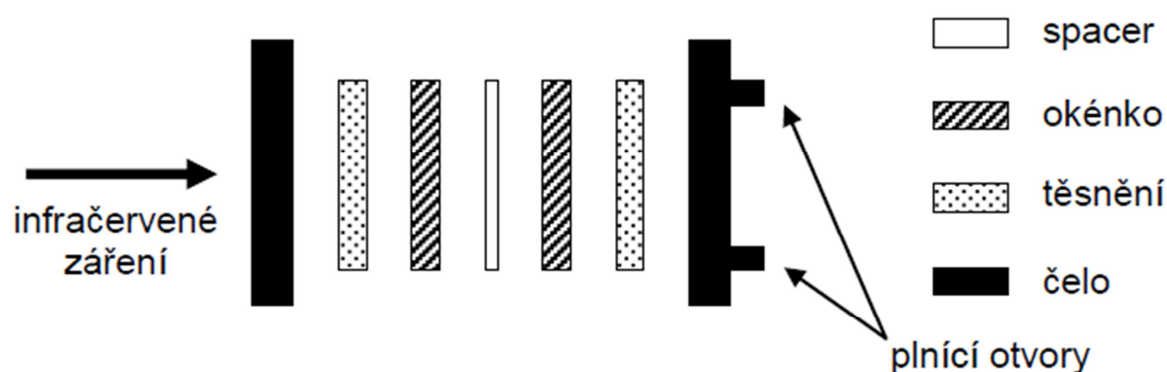
v – valenční

d – deformační

Při měření spekter oleje kvalitativní analýzou metodou ATR se neprojevuje žádný viditelný rozdíl v závislosti na teplotě a době stárnutí jelikož se jedná o stejné složení. Z těchto důvodů je možné použít jakýkoliv vzorek oleje pro zjištění výskytu charakteristických pásů.[16][17]

### Transmisní technika

Tato metoda slouží k analýze pevných, kapalných i plyných vzorků. Jako hlavní prvek je využívána kyveta (obr. 5), do níž se mezi okénka vloží měřený vzorek. Přes tento vzorek prochází infračervené záření. Jedním z hlavních parametrů v této technice je vzdálenost mezi okénky kyvety. Tato vzdálenost ovlivňuje citlivost měřeného spektra. Jelikož je absorpance, jak ji popisuje Lambert-Beerův zákon dle vztahu (), závislá na vzdálenosti, kterou prochází paprsek vzorkem a koncentraci tudíž je tato vzdálenost vymezena tzv. spacerem, který se vyrábí z polytetrafluor-ethelenu (teflonu). Při velkém součinu vzdáleností mezi okénky kyvety budou vrcholy pásu deformovány. Naopak při příliš malém součinu by nemusely jednotlivé pásy detekovány. [18]



Obr. 5: Vnitřní uspořádání kyvety pro kapalně vzorky [18]

### 4.3 Mechanické diagnostické metody

Pevnost papíru se odvíjí od pevnosti jednotlivých vláken a vazeb mezi nimi. Pokud na papír nebo lepenku působí vnější mechanická síla, dojde k jeho deformaci ve formě prodloužení. Tento defekt je při nízkých hodnotách působící síly vratný. Závislost mezi prodloužením a silou je lineární. Materiály na bázi celulózy se obecně chovají jako pružná tělesa. S následným zvyšováním síly poklesne hodnota poměru přírůstku síly k přírůstku prodloužení. Pokud síla překročí kritickou hodnotu, jinak známou jako mez pevnosti, dojde k přerušování vazeb mezi vlákny a souvislosti jednotlivých vláken.[19]

Mechanické vlastnosti výrazně ovlivňují vnější vlivy, jako jsou vlhkost a okolní teplota. Proto je nutné před měřením vzorky klimatizovat a jednotlivá měření provádět za stejných podmínek. Podle standardu ISO 187 má teplota dosahovat  $23 \pm 1$  °C a relativní vlhkost na  $50 \pm 2$  %. Při každém měření je nutné změřit minimálně 10 zkušebních vzorků pro

správnou interpretaci výsledků. Všechna data jsou statisticky zpracovávána kvůli správnému průměru, směrodatné odchylce atp..[20]

Pro měření pevnosti v tahu je vzorek lepenky vystaven působení síly, která způsobí jeho přetržení. Před začátkem měření se přesně definují podmínky. Poté se měří pevnost v tahu, tržné zatížení, tržná délka, tažnost a práce potřebná k přetržení tahem. Měření pevnosti v tahu při nulové měřené délce proužku je specifickou zkouškou. Vlastnosti vzorků jsou měřeny na trhacích strojích.[19][20]

**Tržné zatížení ( $F_{\max}$ ) [ $\text{kN}\cdot\text{m}^{-1}$ ]** - zatížení měřené při tahové zkoušce. Dochází u něj k přetržení zkušební vzorku stanovené délky a šířky za definovaných podmínek.[20]

**Pevnost v tahu ( $\sigma_t$ ) [ $\text{MPa}$ ]** - největší zatížení, které zkušební vzorek snese při zkoušce tahem. Je vztažena na jednotku počátečního průřezu vzorku.[19]

**Tržná délka ( $l_t$ ) [ $\text{m}$ ]** - míra pevnosti lepenek různých plošných hmotností, která je vyjádřena pomyslnou délkou zkušební vzorku, při které se volně zavěšený vzorek přetrhne vlastní hmotností v místě závěsu. [19]

**Tažnost ( $\delta$ ) [%]** - relativní prodloužení vzorku při zkoušce tahem v okamžiku přetržení. Vyjádřen v procentech původní délky vzorku.[20]

**Práce potřebná k přetržení tahem ( $A$ ) [ $\text{mJ}$ ]** - celková práce vynaložená od začátku zatěžování zkušební vzorku až k jeho přetržení.[20]

Zvláštním případem pevnosti v tahu je měření při nulové délce proužku. U tohoto měření se upínací čelisti trhacího přístroje těsně dotýkají. Stanovuje se zde pevnost jednotlivých vláken. Poměr mezi normálním tržným zatížením a tržným zatížením při nulové měřené délce je měřítkem pro posouzení pevnosti vazeb mezi vlákny.[20]

## **Odolnost v přehýbání**

Odolnost v přehýbání udává schopnost papíru snášet opakované přehýbání a současně namáhání tahem za předem definovaných podmínek. Vyjadřuje se počtem dvojohybů, dokud nedojde k destrukci v místě ohybu. Po dobu této zkoušky nedochází k trhání jednotlivých vláken, ale k uvolňování jejich vzájemných vazeb. Tato zkouška je závislá na pevnosti vazeb, délce vláken a na křehkosti papíru. Tato zkouška poukazuje na změny, které vznikají v

důsledku konzervace papíru nebo při jeho stárnutí. Velkou nevýhodou této metody je rozptyl naměřených hodnot až 25%. [19]

Norma ISO 5626 popisuje čtyři zkušební metody stanovení odolnosti při přehýbání: metoda podle Kohlera-Molina, metoda podle Schoppera, MIT (Massachusetts Institute of Technology) a metoda podle Kohlera-Molina. Pro metodu podle Schoppera je využíván přístroj, který se skládá ze dvou proti sobě umístěných upínacích čelistí opatřených pružinami. Pružiny mají za úkol udržet zkušební vzorek v napnutém stavu. Vzorek je přehýbán střídavě na obě strany pod úhlem  $180^\circ$  pomocí běžce se zářezem. Počet dvojohybů je zaznamenán počítadlem, dokud nedojde k přetržení vzorku. Zkušební přístroj podle Kohlera-Molina využívá dvě nebo více ohýbacích hlav. Každá hlava je propojena s počítadlem dvojohybů. Ohýbací hlava je výkyvná v úhlu  $156^\circ$  vlevo i vpravo. Vzorek je zatížen závažím a zkouška končí v okamžiku přetržení vzorku. [20]



## 5 Praktické ověření diagnostických metod

Praktická část diplomové práce je rozdělena na dvě základní části. První je zaměřena na analýzu vzorků pomocí infračervené spektroskopie, jejímž cílem je snadný rozbor furanových složek, které vlivem tepelného stárnutí vylučuje celulóзовý materiál do oleje, v němž je uložen. Ve druhé části byly vzorky měřeny mechanickým namáháním, konkrétně měřením pevnosti v tahu, a to kvůli ověření vlivu tepelného stárnutí na uhelnatění vláken, což má za následek snižování mechanické odolnosti.

### 5.1 Měřené vzorky

Při experimentu byly použity vzorky transformátorové lepenky o rozměrech 180x15 mm a tloušťce 0,7 mm odpovídající normě ČSN EN ISO 1924-2 (500340). Lepenka byla ponořena do oleje Shell diala DX v poměru 1:20, pro co nejpřesnější simulaci prostředí transformátoru, a stárnutá v peci při teplotě 110 °C a omezeného přístupu vzduchu. Jednotlivé vzorky byly stárnuty po dobu 168, 336, 500, 840 a 1000 hodin.

Olej Shell diala DX je využíván jako náplň pro transformátory, rozvaděče nebo olejem chlazené usměrňovače. Má velice dobré dielektrické vlastnosti, dobrý odvod tepla a vlivem přidaného inhibitoru je velmi odolný vůči oxidaci.[1]

|                                     |       |
|-------------------------------------|-------|
| Kinematická viskozita<br>-30 °C cSt | 750   |
| 20°C cSt                            | 17    |
| Hustota při 15°C kg/l               | 0,877 |
| Bod vzplanutí °C                    | 136   |
| Bod tuhnutí °C                      | -60   |
| Dielektrická pevnost kV             | 60    |
| Ztrátový faktor při 90°C            | 0,001 |

**Tab. 3:** Typické fyzikální vlastnosti Olej Shell diala DX [1]

## Stárnutí zkušebních vzorků

Zrychlené stárnutí probíhalo v laboratoři Katedry technologií a měření Fakulty elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni a byly při něm využívány pece od firmy Venticell (obr. 6) - jedna na teplotu 110 °C a druhá na 45 °C.



**Obr. 6:** Tepelné pece firmy Venticell

Během stárnutí, které probíhalo v peci nastavené na 110 °C, byly zkušební vzorky transformátorové lepenky (obr. 7) ponořeny do oleje Shell diala DX a stáruly po dobu 168, 336, 500, 840 a 1000 hodin. Stárnutí se na lepence projevvalo postupným uhelnatěním celulóзовých vláken (obr. 8). Kromě těchto vzorků byl v oddělené nádobě stárnut samostatný olej, jehož složení bylo v závěru experimentu porovnáváno se vzorky, do kterých byla ponořena transformátorová lepenka.



**Obr. 7:** Mikroskopický snímek dodaného stavu transformátorové lepenky



**Obr. 8:** Mikroskopický snímek stárnuté transformátorové lepenky po dobu 840 hodin

Po uplynutí předem stanovených časových intervalů bylo v průběhu šesti týdnů vyjmuto třináct vzorků lepenky potřebných pro měření pevnosti v tahu, které byly následně vysoušeny po dobu 24 hodin v peci nastavené na teplotu 45 °C. Poté byly injekčními stříkačkami odebrány vzorky oleje pro měření infračervené spektroskopie (obr. 9).



**Obr. 9:** Vzorky odebrané injekčními stříkačkami v peci firmy Venticell

## ***5.2 Infračervená spektroskopie***

Měření infračervené spektroskopie bylo prováděno v laboratoři strukturálních analýz Katedry technologií a měření Fakulty elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni. K měření byl používán infračervený spektroskop s Fourierovou transformací Nicolet 380 (obr. 10). Spolu se spektroskopem byla při experimentu využívána rozebíratelná kapalinová kyveta firmy PIKE Technologies (obr. 11). Pro vyhodnocování zobrazení výsledků byl použit softwarový program OMNIC.

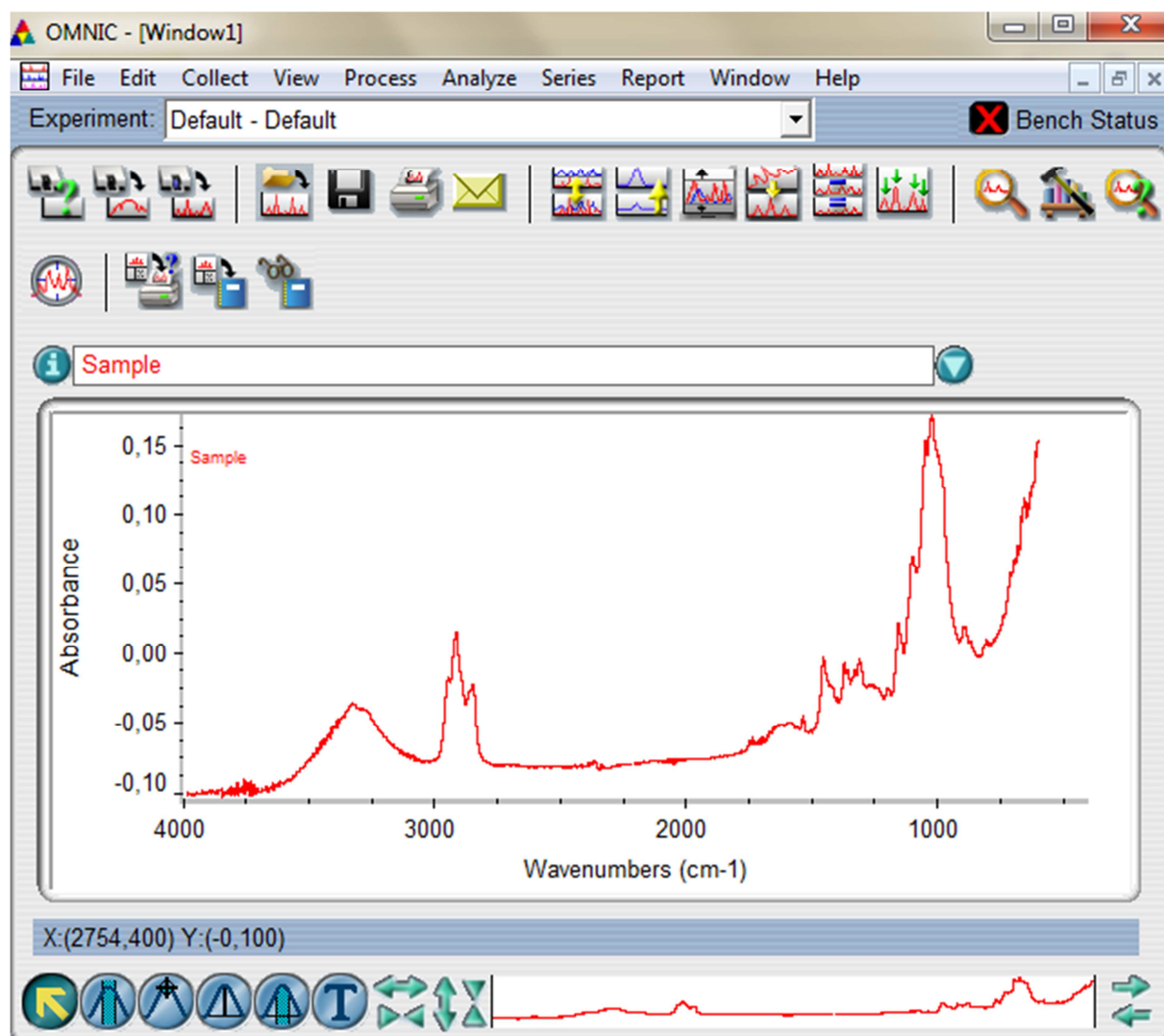


**Obr. 10:** FT-IR spektroskop Nicolet 380



**Obr. 11:** Kyveta firmy PIKE

Spektroskopický software OMNIC umožňuje nastavit spektrometr podle našich potřeb a řídit vlastní proces měření. Před začátkem je nutné zvolit počet scanů vzorku, ze kterých vyjde jedno výsledné průměrné spektrum a spektrální rozlišení, jež určuje rozlišení spektrálních pásů ležících blízko sebe. Pro naše konkrétní měření bylo zvoleno 32 vzorků s krokem  $4 \text{ cm}^{-1}$ . Existuje zákonitost, že čím větší rozlišovací schopnost, tím nižší bude číselná hodnota rozlišení, ale také delší doba pro získání spektra. Na závěr je vybrán typ detektoru a rozsah sledovaných vlnočtů. Takovéto nastavení lze uložit a poté využít pro další měření se stejnými parametry. Před každou sérií měření je nutné výběrem „Collect Background“ změřit tzv. pozadí (obr. 12), které se poté odečte od naměřeného spektra vzorku, a tím získáme výsledné spektrum vzorku.[2]

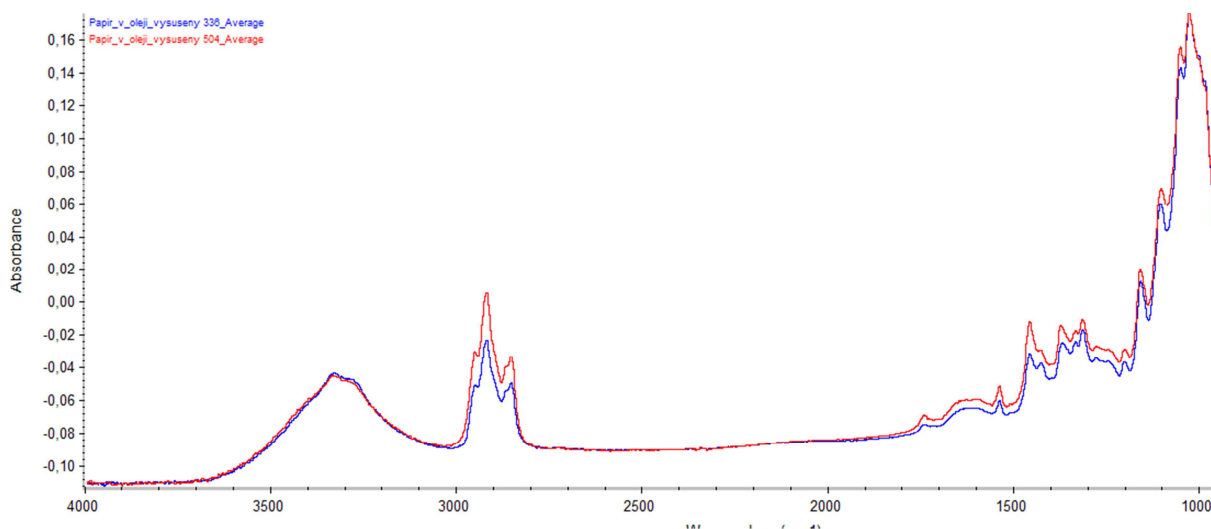


Obr. 12: Základní pracovní plocha programu OMNIC

### 5.2.1 Analýza pevných vzorků

Pro změření pevných vzorků jsem použil dva stárnuté vzorky lepenky v oleji, které byly stárnuty po dobu 336 a 504 hodin a před měřením vysušeny v peci po dobu 24 hodin. Pro účely analýzy byla využita metoda ATR, která měří vzorek pomocí diamantového krystalu. Krystal je potřeba před samotným měřením důkladně očistit od všech nečistot, které by mohly ovlivnit vyhodnocení výsledků. Poté, co vyprchá čisticí prostředek, je dalším krokem změření pozadí analyzovaného vzorku. Dále se vzorek vloží na diamantový detekční krystal. Z důvodu vniku infračerveného záření do vzorku v hloubce  $\mu\text{m}$  je potřeba zajistit jeho těsný kontakt s krystalem. Ten se zajistí přítlačnou hlavicí, jež je standardní výbavou ATR nástavce, za pomoci kovové špachtle, která zabrání poškození vzorku.

Na dodaných vzorcích byla provedena čtyři různá měření, a to vždy na jiném místě vzorku, aby tím byla zajištěna variabilita dat. Měřená spektra byla snímána ve střední oblasti, od vlnočtu  $4000\text{ cm}^{-1}$  do  $400\text{ cm}^{-1}$ , s 32 skenovacími cykly o rozlišení  $4\text{ cm}^{-1}$ . Pomocí programu OMNIC byla jednotlivá spektra zprůměrována v jedno výsledné spektrum (obr. 13).



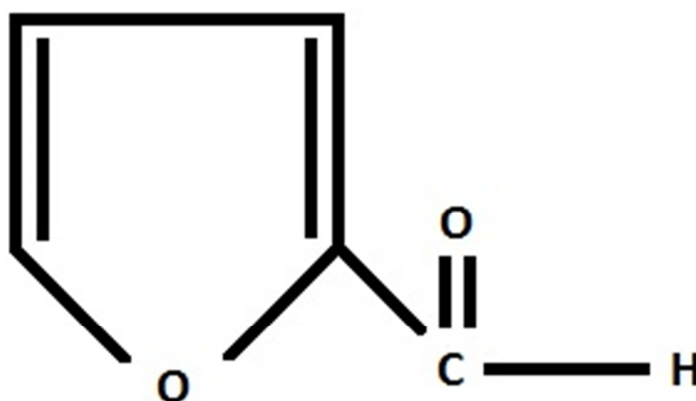
**Obr. 13:** Naměřené infračervené spektrum

Dalším krokem bylo porovnání průměrných hodnot jednotlivých spekter. Změny materiálu způsobené stárnutím se měly projevit následovně: na vlnočtech okolo  $2900\text{ cm}^{-1}$  vlivem zvyšování koncentrace  $\text{CH}_2$  a  $950\text{ cm}^{-1}$  působením roztahování C-O.

Z důvodu relativně malého teplotního namáhání a malých časů stárnutí se v lepence na žádných z výše uvedených vlnočtů neprojevila žádná pozorovatelná změna. Proto se měření pevných lepenkových vzorků ukázalo pro naše potřeby jako nevhodné. Pro tuto metodu by musela být transformátorová lepenka buďto stárnutá po delší čas, anebo za většího tepelného namáhání. Za těchto okolností bude, s ohledem na nízkou teplotu stárnutí, vhodnější využít nepřímého měření celulózy skrze olej, ve kterém byly vzorky stárnuty.

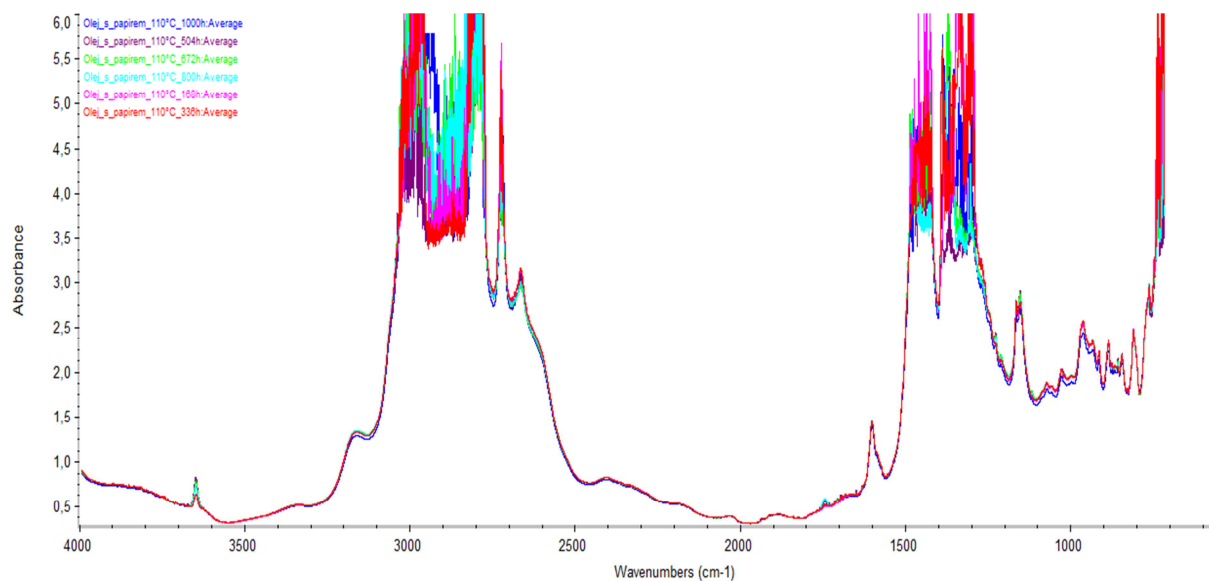
### 5.2.2 Analýza kapalných vzorků

U vzorků oleje jsme využili transmisivní techniky, která se používá ke kvalitativní analýze, konkrétně ke sledování změn furfuraldehydů. Tyto látky jsou vylučovány při stárnutí lepenkových vzorků v oleji. Nejčastější zástupce této skupiny je 2-furfuraldehyd (obr. 14). Další složky, které mohou být detekovány, jsou 5-hydroxymethylfurfuraldehyd, acetylfuran, 5-methylfurfuraldehyd, hřfurylalcohol a kyseliny pyroslizové, ale ty jsou zastoupeny v mnohem menším množství. Míra koncentrace těchto furanů ukazuje rychlost stárnutí papíru. Hlavním důvodem, proč se analyzují furany v oleji, je skutečnost, že tyto sloučeniny jsou typické pouze pro stárnutí papíru a nemohou být vylučovány z ropy.[3]



**Obr. 14:** Molekulární struktura 2-furfuraldehyde [3]

Před začátkem měření je potřeba důkladně vyčistit kapalinovou kyvetu a zjistit optickou dráhu mezi okénky, kterou bude procházet laser. Jelikož se furanové složky vyskytují na vlnočtech  $1750\text{ cm}^{-1}$  je potřeba pro velkou citlivost měření nastavit vzdálenost okének na 1 mm, a tím docílit vysoké zobrazení absorbance (obr. 15).

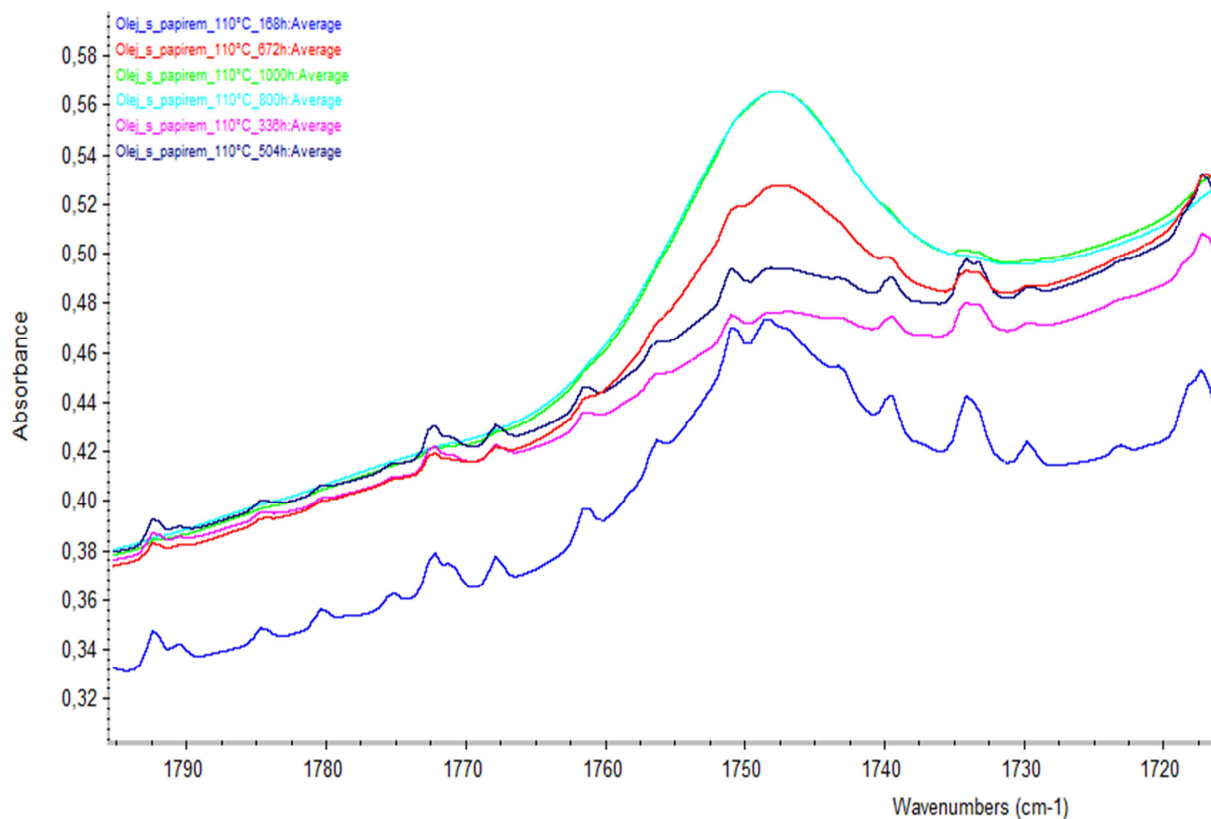


**Obr. 15:** Ukázka FT-IR spektra s velkou absorbancí

Plnění kyvety se provádí za pomoci dvou injekčních stříkaček, přičemž jedna je používána jako plnicí a druhá jako odsávací. Z důvodu možného znečištění, nebo dokonce poškození okénka kyvety, je potřeba tento krok provádět obzvláště opatrně. Před každým vložením nového vzorku do spektrometru je nutné nejprve změřit jeho pozadí.

Pro hodnocení koncentrace furanů byly porovnány absorpční pásy ve spektru v oblasti vlnočtů  $1740\text{--}1760\text{ cm}^{-1}$  pro olej stárnutý při  $110\text{ °C}$  po dobu 168, 336, 504, 672, 800 a 1000 hodin. Z obr. 16 je patrná stoupající hodnota absorbance spektrálních pásů odpovídající rostoucí době stárnutí lepenkového papíru v oleji. Na základě Lambert-Beerova zákona je velikost absorbance přímo úměrná molárnímu absorpčnímu koeficientu, délce optické dráhy a molární koncentraci. Z tohoto vztahu vyplývá, že při stoupající absorbanci se zvyšuje koncentrace furanů ve vzorku.



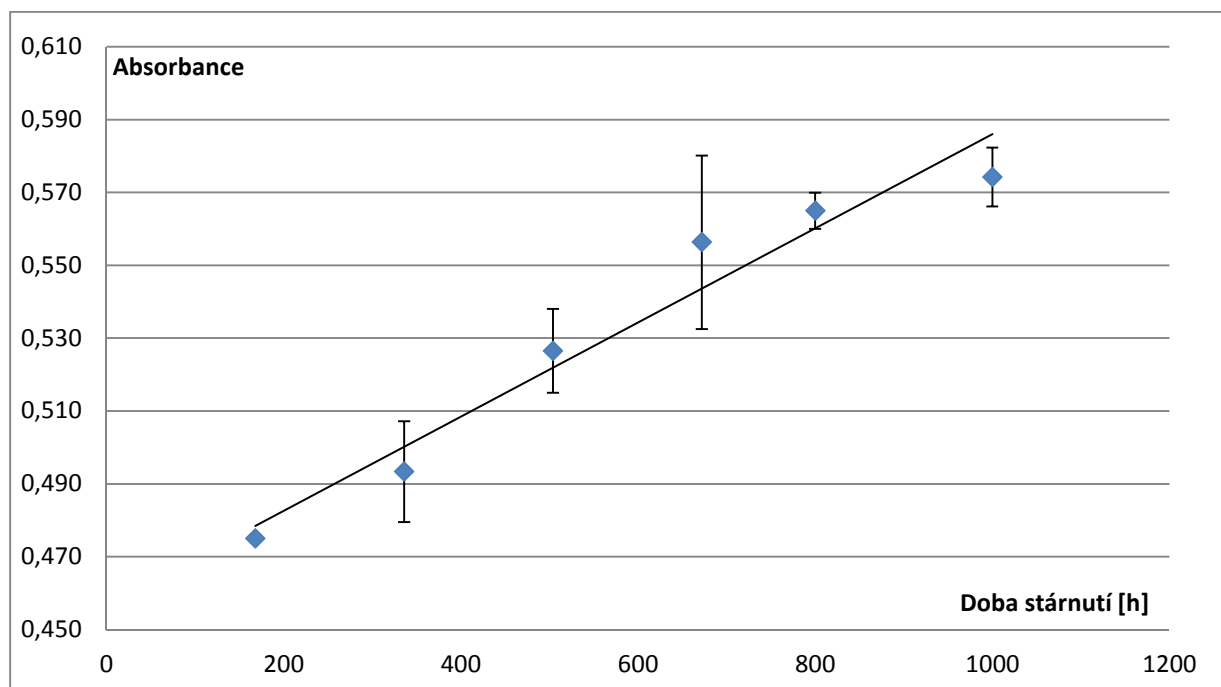


**Obr. 16:** Stoupající absorbance furanů v měřeném vzorku oleje

| Doba stárnutí [h]  | 168   | 336   | 504   | 672   | 800   | 1000  |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Absorbance         | 0,475 | 0,493 | 0,527 | 0,556 | 0,565 | 0,574 |
| Relativní odchylka | 0,001 | 0,014 | 0,012 | 0,024 | 0,005 | 0,008 |

**Tab. 4:** Naměřené hodnoty absorbance

Naměřené hodnoty (tab. 4) jsem vyhodnotil pomocí grafu x, y (obr. 17), ze kterého je patrný stálý růst furanových složek v oleji, což má za následek postupné stárnutí transformátorové lepenky. Toto zjištění odpovídá teoretickým předpokladům, že vlivem stárnutí dochází ke zvyšování koncentrace furanů v oleji. Co se týče velké relativní odchylky u vzorku, který byl stárnut po dobu 672 hodin, je možné, že byla zapříčiněna nečistotami na okénku kyvety, které mohly prodloužit optickou dráhu měřeného vzorku.



**Obr. 17:** Závislost míry absorbance furanových složek na době stárnutí

Na základě tohoto měření je patrné, že transmisivní technika infračervené spektroskopie je vhodný nástroj pro nepřímou analýzu stárnutých celulóзовých materiálů. I při relativně nízkém tepelném namáhání se projeví v oleji furanové složky, které se vlivem stárnutí uvolňují z lepenkového papíru.

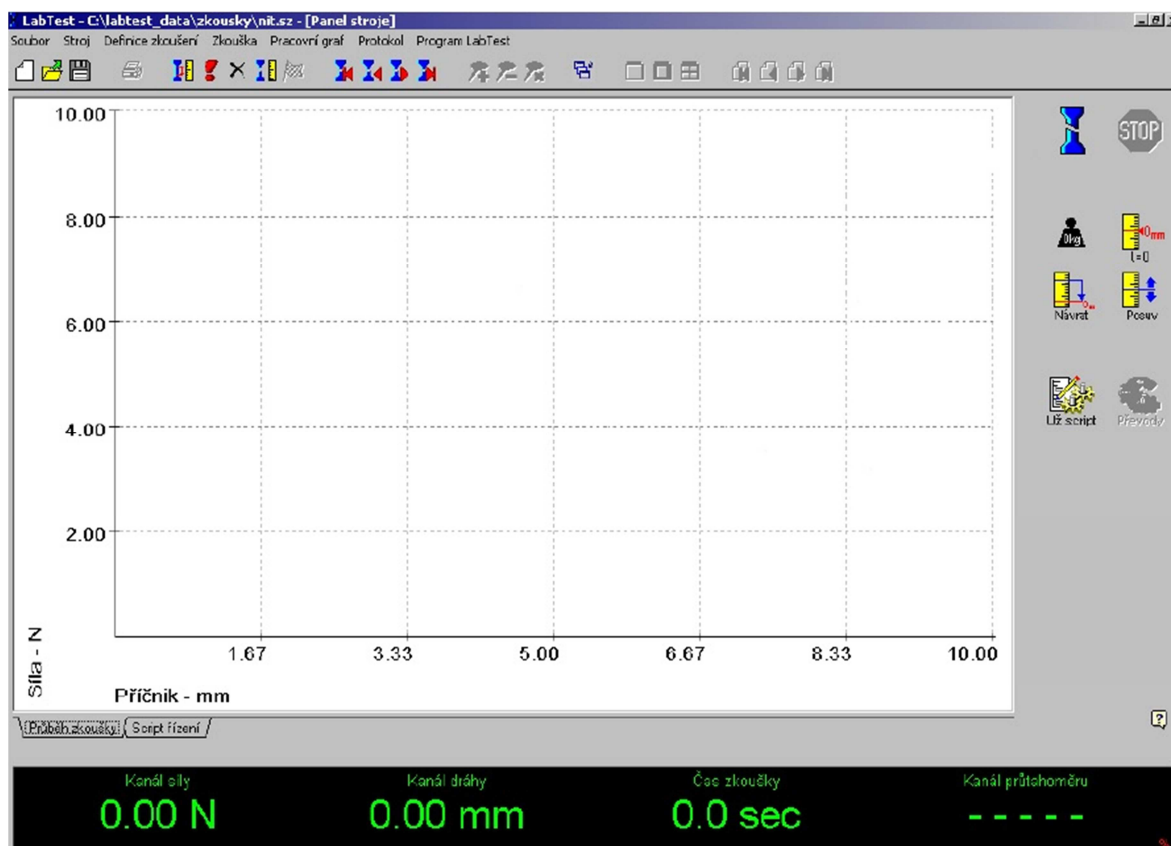
### **5.3 Měření pevnosti v tahu**

Měřicí pracoviště pevnosti v tahu se nachází v laboratoři mechanických zkoušek Katedry technologií a měření Fakulty elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni. Měření bylo prováděno na trhacím stroji firmy LaborTech (obr. 18) se zatížením do 3kN napojeným na počítač s programem LabTech, ve kterém byly zobrazovány výsledky měření.



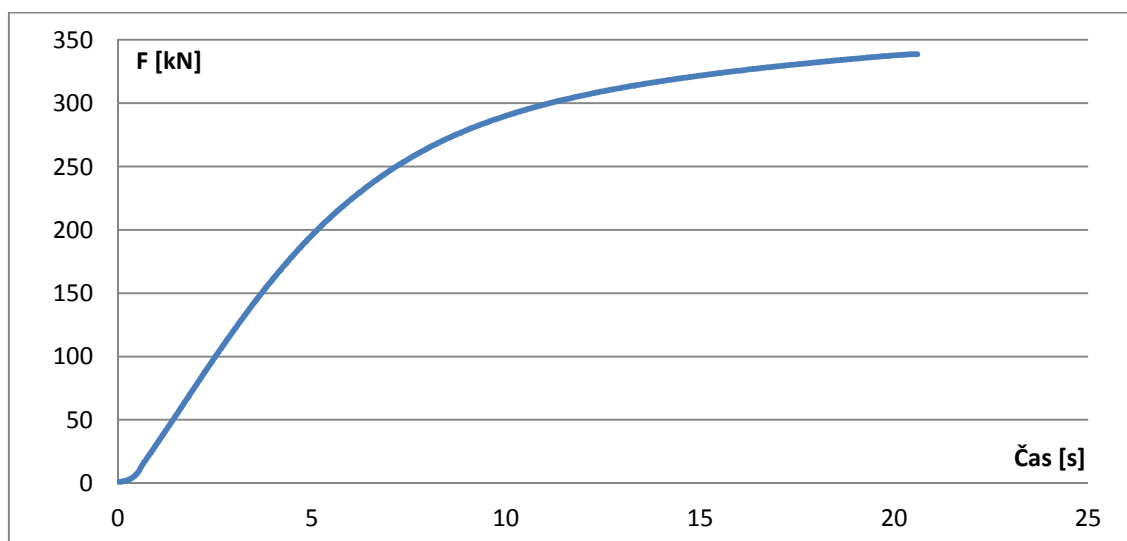
**Obr. 18:** Měřicí pracoviště pevnosti v tahu

Výrobce TabTech dodává k trhacím strojům program LabTest (obr. 19) podporující mnoho druhů nastavení. V prvním kroku se otevře program „definice zkoušení“ pro zkoušku pevnosti v tahu, která byla v knihovně softwaru již předdefinovaná. Tuto definici bylo potřeba upravit podle rozměrů lepenkových vzorků, které jsou široké 15 mm, dlouhé 180 mm a tlusté 0,7 mm. Poté jsem nastavil rychlost posuvu příčnicku na 60 mm/min. Nakonec bylo potřeba nastavit nulovou polohu příčnicku a upnout vzorek do čelistí.



Obr. 19: Základní obrazovka softwaru LabTest

Po dokončení příprav mohla začít samostatná zkouška, která pokaždé probíhala na jedné sadě obsahující třináct vzorků lepenkových pásků stárnutých po dobu 168, 336, 504, 672, 800 a 1000 hodin. Každý vzorek se měřil zvlášť a sledovaly se změny síly, prodloužení vzorku a času zkoušky (obr. 20). Během probíhající zkoušky se v programu zobrazuje narůstající síla až do doby, kdy dosáhne maximální hodnoty. Ihned poté zkouška končí a upínací čelisti se vrací do nulové polohy, konkrétně 18 cm od sebe.



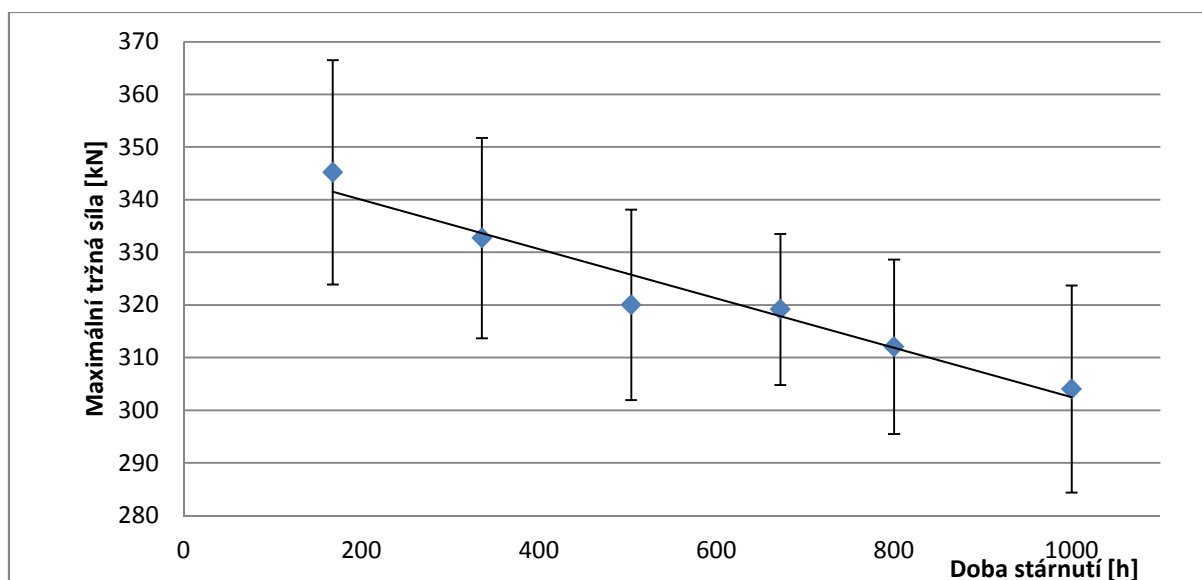
Obr. 20: Ukázka měření maximální tržné síly

Po doměření poslední skupiny přišlo na řadu vyhodnocování výsledků. Z LabTestu je ihned možné odečíst  $F_{\max}$  a následně je nutné dopočítat tažnost při přetržení z rovnice (5). Výsledky jednotlivých vzorků se zprůměrovaly u každé stárnuté skupiny a do grafu (obr. 21) byla zahrnuta i směrodatná odchylka pro všech šest sad.

| Hodiny              | 168     | 336     | 504     | 672     | 800     | 1000    |
|---------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Průměr $F_{\max}$   | 313,057 | 320,119 | 326,772 | 333,214 | 356,790 | 272,690 |
| Směrodatná odchylka | 99,647  | 113,100 | 147,535 | 179,961 | 232,900 | 91,625  |

**Tab. 5:** Průměrná hodnota maximální tržné síly

Z tabulky 5 je možné vyčíst průměrnou maximální tržnou sílu, jež jsem získal zprůměrováním třinácti měřených vzorků pro jednotlivé časové intervaly. Jak je patrné z grafu (obr. 21), vlivem stárnutí transformátorové lepenky klesá její pevnost v tahu, což může být zapříčiněno uhelnatěním jednotlivých vláken nebo slabšími mezivlákeními vazbami.



**Obr. 21:** Graf závislosti maximální síly na době stárnutí

$$\varepsilon_T = \frac{\delta}{l} \cdot 100 \quad (5)$$

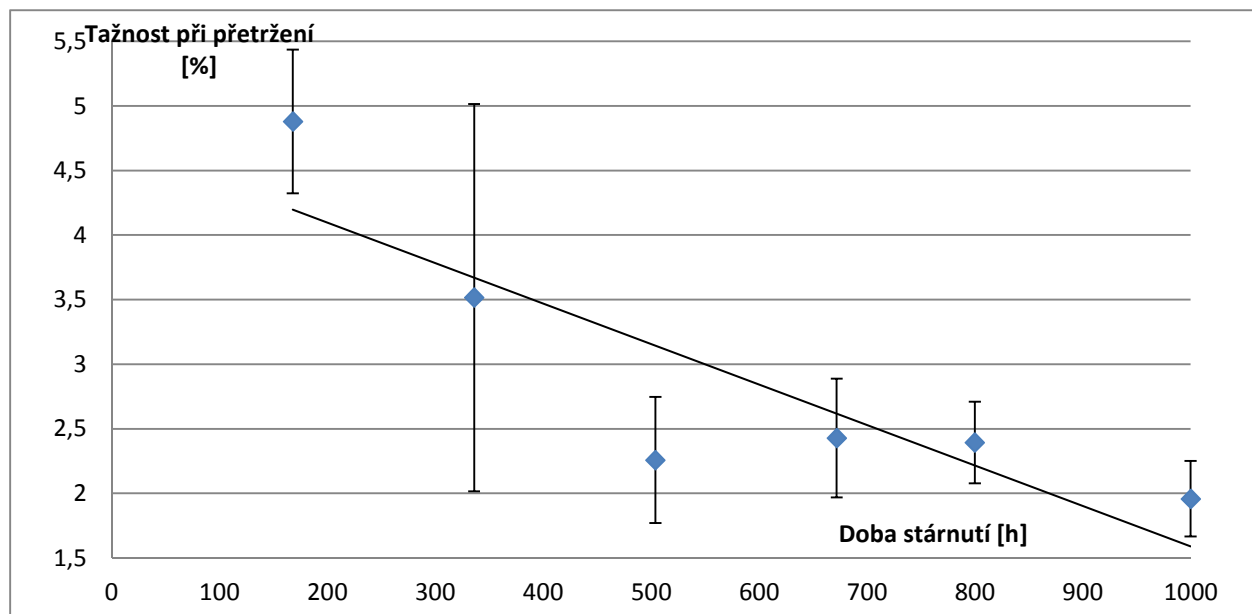
kde  $\delta$  je prodloužení při přetržení [mm]

$l$  je počáteční zkušební délka zkušebního vzorku (obvykle 180 mm) [mm]

| Doba stárnutí [h]     | 168   | 336   | 504   | 672   | 800   | 1000  |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Tažnost při přetržení | 4,879 | 3,515 | 2,258 | 2,428 | 2,393 | 1,958 |
| Relativní odchylka    | 0,555 | 1,500 | 0,488 | 0,460 | 0,317 | 0,293 |

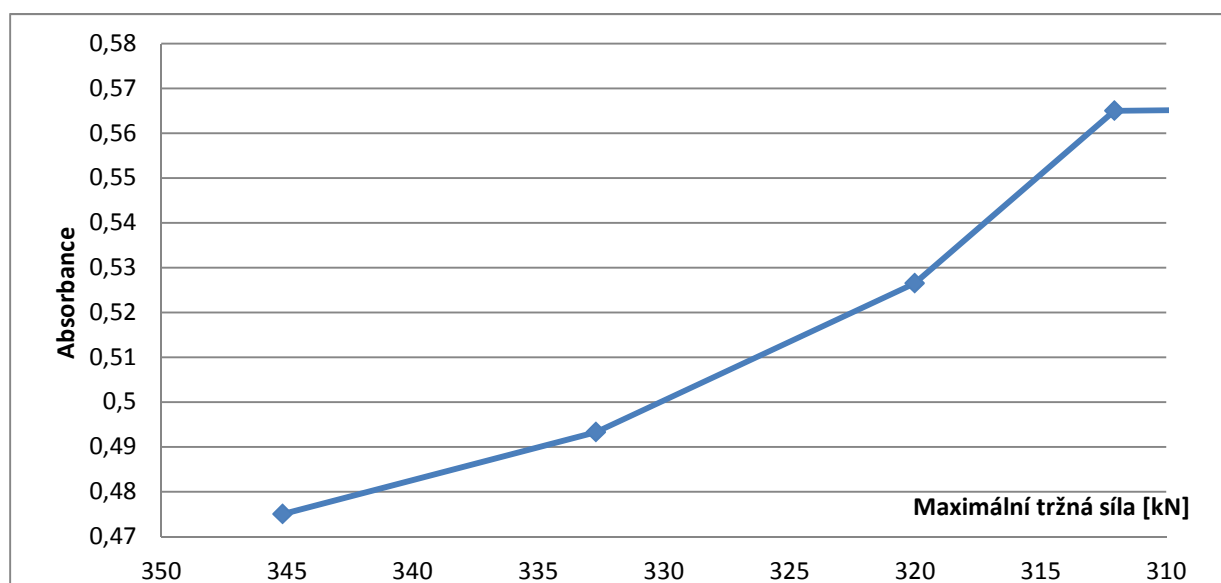
**Tab. 6:** Průměrná hodnota tažnosti při přetržení

Tažnost při přetržení byla dopočítána pomocí prodloužení při přetržení a počáteční zkušební délkou vzorku. Na grafu (obr. 22) je patrné, že zhruba od 500 hodiny stárnutí transformátorové lepenky se prodloužení  $\delta$  již moc nemění.



**Obr. 22:** Graf závislosti tažnosti při přetržení na době stárnutí

Mechanické namáhání pevnosti v tahu se ukázalo být méně vhodnou metodou pro celulózové vzorky vinou velké směrodatné odchylky, která vzniká u většiny mechanických zkoušek. Její snížení by bylo možné při využití vyšších dob stárnutí nebo vyšším tepelným namáháním, což by mělo za následek prudší klesání maximální síly, při které by se vzorek přetrhl.



**Obr. 23:** Trend stárnutí elektroizolačního materiálu

## Závěr

Cílem diplomové práce bylo popsání a seznámení se s materiály na bázi celulózy a způsobu jejich využití jako izolačních materiálů s elektrickým a mechanickým namáháním. Dále jsem se zabýval popisem stárnutí izolační soustavy. Následoval výběr vhodné diagnostické metody a její praktické ověření.

Nastříhané vzorky transformátorové lepenky byly vloženy do oleje v poměru 1:20 pro simulaci transformátorového prostředí. Takto připravený izolační systém byl stárnut na 110 °C po dobu 168, 336, 504, 672, 800 a 1000 hodin. Po uplynutí předem stanoveného časového intervalu byla vyjmuta skupina třinácti vzorků pro následnou diagnostiku.

Na základě výsledků praktické části jsem dospěl k závěru, že transmisivní infračervená spektroskopie kapalného vzorku je nejvhodnější metoda, a to z důvodu rovnoměrně stoupající koncentrace furanů vylučovaných z transformátorové lepenky do oleje vlivem tepelného stárnutí. Tato diagnostika byla nejpresnější i díky malým směrodatným odchylkám u všech měřených vzorků. Naopak pro potřeby mého měření se jako nevhodná prokázala metoda ATR pro pevné vzorky. Na základě naměřených dat lze konstatovat, že pro tuto metodu bylo příliš malé tepelné namáhání i poměrně krátká doba stárnutí vzorků lepenky. Použití metody pevnosti v tahu by bylo pro účely mého experimentu vhodné, ale jako u většiny mechanických zkoušek, se projevila poměrně velká odchylka měřených vzorků.

U kapalného vzorku jsem využil transmisivní FT-IR metodu pro nepřímou diagnostiku transformátorové lepenky pomocí oleje, ve kterém byla stárnutá. Pro kvantitativní analýzu byla optická vzdálenost kyvety nastavena na 1 mm. V průběhu měření bylo mým cílem sledování nárůstu furanů v oleji.

Při diagnostice mechanických vlastností byly vzorky vystaveny tahovým zkouškám, během kterých byla sledována maximální tržná síla a tažnost při přetržení. V souladu s teoretickými předpoklady, jsem dospěl k závěru, že hodnota obou sledovaných parametrů klesala s narůstající dobou stárnutí vzorků.

Při pozorování závislosti infračervené spektroskopie a tahových zkoušek je patrný vzrůstající trend stárnutí elektroizolační soustavy, který je přímo závislý na tepelném namáhání a době jeho působení na izolační materiál.

## Seznam použité literatury

- [1] Fred Senese, What is cellulose [online]. 2010 [cit. 2013-02-15]. Dostupné z: <http://antoine.frostburg.edu/chem/senese/101/consumer/faq/what-is-cellulose.shtml>
- [2] Jaehwan Kim and Sungryul Yun *Macromolecules*. Discovery of Cellulose as a Smart Material , 2006, 4202-4206, DOI:10.1021/ma060261e
- [3] Konverzní faktory pro výrobky ze dřeva - Buničina a papír [online]. Brandýs nad Labem, 2007 [cit. 2013-02-15]. Dostupné z: <http://www.silvarium.cz/lesnicka-prace-c-7-11/konverzni-faktory-pro-vyrobky-ze-dreva-bunicina-a-papir>
- [4] MENTLÍK, Václav. Dielektrické prvky a systémy. Praha: BEN - technická literatura, 2006. ISBN 80-7300-189-6
- [5] KUČEROVÁ, Eva. Elektrotechnické materiály. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2002. ISBN 80-7082-940-0
- [6] Prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc., Elektrotechnické materiály a výrobní procesy [online]. Brno, 2005 [cit. 2013-03-02]. Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/priloha.php?dpid=22390](https://www.vutbr.cz/www_base/priloha.php?dpid=22390)
- [7] Výroba papíru [online]. Praha, 2008 [cit. 2013-01-10]. Dostupné z: [http://www.fi.muni.cz/~xsiska1/other/vyroba\\_papiru.pdf](http://www.fi.muni.cz/~xsiska1/other/vyroba_papiru.pdf)
- [8] LIEDERMANN, K., POLSTEROVÁ, H., ROZSÍVALOVÁ, Z., *Klimatotechnologie: Interní texty UETE Vysokého učení technického v Brně.*
- [9] JEŘÁBEK, M., *Analýza vícefaktorového namáhání elektroizolačních materiálů.* Diplomová práce, FEKT VUT, Brno 2009.
- [10] Liederman, K., Polsterová, H., Rozsivalová, Z.: *Klimatotechnologie: Interní texty UETE Vysokého učení technického v Brně.*
- [11] KUČERA, M., *Účinky vícefaktorového namáhání na vlastnosti elektroizolačních materiálů.* Bakalářská práce, FEKT VUT, Brno 2009.



- [12] MENTLÍK, Václav, et al. Diagnostika elektrických zařízení. 1. vydání. Praha : BEN-technická literatura, 2008. 440 s. ISBN 978-80-7300-232-9.
- [13] Thermo Nicolet, Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry [online]. Madison, 2001 [cit.2013-03-12]. Dostupné z:  
<http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf>
- [14] Infračervená spektroskopie [online]. Praha, 2005 [cit.2013-02-12]. Dostupné z:  
<http://lms.vscht.cz/Zverze/Infrared.htm>
- [15] FTIR Spectroscopy [online]. Chicago, 2006 [cit.2013-02-10]. Dostupné z:  
<http://www.sas.upenn.edu/~carrolld/SpecProjectPages/FTIR.html>
- [16] PerkinElmer, FT-IR Spectroscopy [online]. Shelton, 2005 [cit.2013-02-17].  
Dostupné z: [http://www.uts.utoronto.ca/~traceslab/ATR\\_FTIR.pdf](http://www.uts.utoronto.ca/~traceslab/ATR_FTIR.pdf)
- [17] Infračervená spektroskopie [online]. Olomouc, 2007 [cit.2013-02-20]. Dostupné z:  
[http://fch.upol.cz/skripta/zfcm/ir/ir\\_teorie.htm](http://fch.upol.cz/skripta/zfcm/ir/ir_teorie.htm)
- [18] Sandy Rintoul, Analysis of 2,6 di-tertiary Butyl para Cresol Dielectric Fluid Inhibitor with a Portable Infrared Analyzer [online]. East Norwalk, 2003 [cit.2013-02-8].  
Dostupné z:  
<http://www.wilksir.com/pdf/PortableIRAnalyzerforDBPCinTransformerOil.pdf>
- [19] Ďurovič M., Vlastnosti papíru a jeho degradace – teoretická část [online]. Paseka, 2002 [cit.2013-02-25]. Dostupné z:  
[http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor/res\\_vlastnosti\\_papiru/teorie.htm](http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor/res_vlastnosti_papiru/teorie.htm)
- [20] Vlastnosti fixačního prostředku „PROTECTING SPRAY 680“ [online]. Praha, 2005 [cit.2013-02-27]. Dostupné z: <http://www.nacr.cz/Z-Files/vlastnosti.pdf>
- [21] M. Mirzaie, Thermal Degradation of Cellulose Paper Insulation in Power Transformers [online]. Winchester, 2007 [cit.2013-04-01]. Dostupné z:  
[http://www.bizoo.ro/usermedia/downloads/sale\\_specs/1184\\_1275413813.pdf](http://www.bizoo.ro/usermedia/downloads/sale_specs/1184_1275413813.pdf)

- [22] Košťál Pavel., Aplikace infračervené spektroskopie v elektrotechnice. Diplomová práce, FEL ZČU, Plzeň 2012.
  
- [23] Blue R., Infrared Detection of Transformer Insulation Degradation Due to Accelerated Thermal Aging [online]. Glasgow, 1998 [cit.2013-02-27]. Dostupné z:  
[http://ieeexplore.ieee.org/xpls/abs\\_all.jsp?arnumber=671924](http://ieeexplore.ieee.org/xpls/abs_all.jsp?arnumber=671924)