



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA ELEKTROTECHNIKY
A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ**

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

**KOMPARACE ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ
ALTERNATIVNÍCH ELEKTROIZOLAČNÍCH KAPALIN A
MINERÁLNÍCH OLEJŮ**

COMPARISON OF ELECTRICAL PROPERTIES OF ALTERNATIVE ELECTRO INSULATING FLUIDS AND
MINERAL OILS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Tomáš Jurčák

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Martin Frk, Ph.D.

BRNO 2016



Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství**

Ústav elektrotechnologie

Student: Bc. Tomáš Jurčák

ID: 146853

Ročník: 2

Akademický rok: 2015/16

NÁZEV TÉMATU:

Komparace elektrických vlastností alternativních elektroizolačních kapalin a minerálních olejů

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Zpracujte literární rešerši pojednávající o současném stavu výzkumu v oblasti využití a diagnostiky vlastností alternativních elektroizolačních kapalin na bázi přírodních esterů v elektrotechnice. Prostudujte podstatu fyzikálních dějů odehrávajících se v dielektrických kapalinách a seznamte se s diagnostickými metodami používanými pro stanovení jejich elektrických vlastností ve stejnosměrném a střídavém elektrickém poli podle příslušných ČSN norem.

Na vybraných vzorcích elektroizolačních kapalin, rostlinných olejů a zejména jejich jednotlivých složek v podobě vyšších mastných kyselin a esterů, proměřte teplotní závislosti typických elektrických veličin.

Výsledné průběhy matematicky aproximujte a výsledky doplňte o fyzikální interpretaci. V průběhu experimentu porovnejte vliv použitého elektrodového systému, resp. objemu sledované kapaliny, na dosažené výsledky. Získané hodnoty vybraných materiálových veličin u alternativních kapalin a jejich složek porovnejte s hodnotami obvyklými pro minerální oleje. Na základě získaných výsledků a analýzy chemického složení rostlinných olejů navrhnete alternativní elektroizolační kapalinu a diskutujte její vhodné složení.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 8.2.2016

Termín odevzdání: 26.5.2016

Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.

Konzultant diplomové práce:

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D., předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Diplomová práce se věnuje elektroizolačním kapalinám v elektrotechnickém průmyslu. Je zde uvedeno rozdělení kapalin podle normy, rozdělení olejů, stav současného výzkumu alternativních elektroizolačních kapalin a popis vybraných vlastností dielektrik. Dále byla v práci provedena měření vybraných elektrických vlastností vzorků a jejich vyhodnocení.

KLÍČOVÁ SLOVA

přírodní olej, ester, elektroizolační kapalina, PFAE

ABSTRACT

Master thesis deals with electrical insulating fluids in electrical engineering. It includes the distribution of liquids by ISO standard, distribution of oils and the current state of research into alternative electrical insulating liquids and description of selected dielectric properties. Furthermore, measurements were taken of selected electrical properties of the samples, and later their evaluation.

KEYWORDS

natural oil, ester, electrical insulating liquid, PFAE

JURČÁK, T. *Komparace elektrických vlastností alternativních elektroizolačních kapalin a minerálních olejů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 61 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma Komparace elektrických vlastností alternativních elektroizolačních kapalin a minerálních olejů jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Martin Frk, Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé diplomové práce.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

OBSAH

Obsah	viii
Seznam obrázků	x
Seznam tabulek	xii
Úvod	9
1 Teoretická část	10
1.1 Klasifikace izolačních kapalin podle normy	10
1.1.1 Klasifikační systém ISO	10
1.1.2 Třída klasifikace	10
1.1.3 Kategorie.....	10
1.1.4 Identifikační kód	11
1.2 Rozdělení olejů	12
1.2.1 Minerální oleje	12
1.2.2 Syntetické oleje.....	12
1.2.3 Přírodní oleje.....	13
1.3 Popis vybraných složek rostlinných olejů	13
1.4 Pravidla pro použití a údržbu přírodních esterů v transformátorech	14
1.4.1 Diagnostické testy a význam každého testu	14
1.4.2 Diagnostika přírodních esterů	19
1.4.3 Bezpečnost a péče o životní prostředí.....	20
1.5 Současný stav rostlinných olejů v elektrotechnickém průmyslu	21
1.5.1 Studie stárnutí minerálního oleje a kapalin na bázi esterů.....	22
1.5.2 Studie oxidační stability mastné kyseliny palmového oleje	24
1.5.3 Studie chemické stability esterů pro použití ve vysoko výkonových transformátorech	29
1.6 Vlastnosti dielektrik	33
1.6.1 Dielektrická polarizace	33
1.6.2 Dielektrické ztráty.....	35
1.6.3 Elektrická vodivost kapalin	36
1.7 Měření základních elektrických veličin kapalin	37

2 Praktická část	39
2.1 Měřicí zařízení	39
2.1.1 TETTEX 2830/2831	39
2.1.2 TETTEX 2903	40
2.1.3 Agilent 16452A.....	41
2.1.4 BAUR DTA 100 C	42
2.2 Měřené vzorky	43
2.3 Popis měření	44
2.4 Matematicko-fyzikální interpretace	44
2.5 Výsledky měření	47
2.6 Vyhodnocení výsledků	56
Závěr	57
Literatura	58
Seznam použitých symbolů, veličin a zkratk	60

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1 Rozdělení kapalin podle IEC 61039 [1].....	12
Obrázek 2 Graf závislosti průrazného napětí na vlhkosti při 20 °C [11].....	22
Obrázek 3 Změna ztrátového činitele během stárnutí[12].....	23
Obrázek 4 Změna kalnosti během stárnutí[12].....	24
Obrázek 5 Obsah vody před a po experimentu oxidační stability[13]	25
Obrázek 6 Neutralizační číslo před a po experimentu oxidační stability[13].....	26
Obrázek 7 Průrazné napětí před a po experimentu oxidační stability[13].....	26
Obrázek 8 Vnitřní rezistivita před a po experimentu oxidační stability[13]	27
Obrázek 9 Ztrátový činitel před a po experimentu oxidační stability[13].....	27
Obrázek 10 Závislost průrazného napětí na obsahu vody u PFAE[13].....	28
Obrázek 11 Odbouratelnost PFAE[13].....	29
Obrázek 12 Průrazné napětí v průběhu experimentu chemické stability[14].....	30
Obrázek 13 Průrazné napětí (impulzní metoda) před a po experimentu chemické stability[14].....	31
Obrázek 14 Neutralizační číslo v průběhu experimentu chemické stability[14].....	31
Obrázek 15 Neutralizační číslo v průběhu experimentu chemické stability s měděným katalyzátorem[14]	32
Obrázek 16 Ztrátový činitel v průběhu experimentu chemické degradace[14].....	33
Obrázek 17 Druhy polarizačních mechanismů [20]	35
Obrázek 18 Technický list přístroje TETTEX 2830/2831[18].....	40
Obrázek 19 Analyzátor olejů a pevných dielektrik TETTEX 2830/2831[18].....	40
Obrázek 20 Zkušební komora TETTEX 2903[20]	41
Obrázek 21 Vnitřní schéma komory TETTEX 2903[20]	41
Obrázek 22 Měřicí komora pro měření frekvenční závislosti[21].....	42
Obrázek 23 Přístroj BAUR DTA 100 C[22]	43
Obrázek 24 Závislost relativní permitivity rostlinných olejů na teplotě	47
Obrázek 25 Závislost relativní permitivity složek rostlinných olejů na teplotě	48
Obrázek 26 Závislost relativní permitivity minerálního oleje trafo CZ-A na teplotě	48
Obrázek 27 Závislost ztrátového činitele rostlinných olejů na teplotě.....	49
Obrázek 28 Závislost ztrátového činitele složek rostlinných olejů na teplotě.....	49
Obrázek 29 Závislost ztrátového činitele minerálního oleje trafo CZ-A na teplotě.....	50
Obrázek 30 Závislost přirozeného logaritmu rezistivity rostlinných olejů na převrácené	

hodnotě teploty.....	50
Obrázek 31 Závislost přirozeného logaritmu rezistivity složek rostlinných olejů na převrácené hodnotě teploty	51
Obrázek 32 Závislost přirozeného logaritmu rezistivity minerálního oleje trafo CZ-A na převrácené hodnotě teploty	51
Obrázek 33 Závislost relativní permitivity přírodních olejů na frekvenci.....	52
Obrázek 34 Závislost relativní permitivity složek přírodních olejů na frekvenci	52
Obrázek 35 Závislost relativní permitivity minerálního oleje trafo CZ-A na frekvenci	53
Obrázek 36 Závislost ztrátového činitele přírodních olejů na frekvenci	53
Obrázek 37 Závislost ztrátového činitele složek přírodních olejů na frekvenci.....	54
Obrázek 38 Závislost ztrátového činitele minerálního oleje trafo CZ-A na frekvenci...	54
Obrázek 39 Porovnání průrazného napětí měřených vzorků.....	55

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1 Složení vybraných rostlinných olejů [6][7]	14
Tabulka 2 Testy izolačních kapalin vhodné pro izolační kapaliny na bázi přírodních esterů [8]	15
Tabulka 3 Přijatelné hodnoty nových přírodních esterů[8]	19
Tabulka 4 Vlastnosti PFAE a rostlinného oleje[13]	25
Tabulka 5 Složení měřených vzorků rostlinných olejů [23]	43
Tabulka 6 Naměřené hodnoty rezistivity a vypočtené hodnoty aktivační energie	46
Tabulka 7 Naměřené hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele vzorků	47
Tabulka 8 Naměřené hodnoty průrazného napětí a vypočtené hodnoty elektrické pevnosti	55

ÚVOD

V současné době je nutné dbát na ekologii v elektrotechnice, stejně jako ve všech ostatních výrobních oblastech. Roste tedy tlak na vývoj nových elektroizolačních kapalin, které by nahradily minerální oleje. Dané kapaliny by měly být biologicky rozložitelné a nezávadné, ale také by měly mít dobré elektroizolační vlastnosti jako je elektrická pevnost, vysoká vnitřní rezistivita, nízký ztrátový činitel. Jako nejekologičtější varianta se jeví přírodní oleje a estery a dále syntetické estery. Tento druh elektroizolačních kapalin není tak rozšířený a známý jak minerální oleje, které se používají již dlouhou dobu, je nutno realizovat ještě mnoho výzkumné činnosti a diagnostických testů, abychom byli schopni určit vliv těchto kapalin na zařízení a degradaci jejich vlastností během provozu.

Tato práce se bude věnovat současnému stavu výzkumu a využití alternativních elektroizolačních kapalin v elektrotechnickém průmyslu. V praktické části bude provedeno proměření vybraných elektrických vlastností rostlinných olejů a jejich složek na teplotě a frekvenci a jejich následné vyhodnocení. Pro porovnání bude proměřen i jeden vzorek minerálního oleje.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Klasifikace izolačních kapalin podle normy

Norma popisuje detailní klasifikaci N skupiny (izolační kapaliny), která patří do L skupiny (maziva, průmyslové oleje a související produkty). Tato norma se týká produktů vyrobených ropným průmyslem, syntetických chemických produktů a syntetických a přírodních esterů.

1.1.1 Klasifikační systém ISO

Norma stanovuje stěžejní pravidla pro klasifikaci těchto produktů. Navrhuje, pokud je to možné, brát pole použití jako hlavní aspekt klasifikace těchto produktů, dále pak doporučuje klasifikaci nejprve podle základu a poté podle použití.

Princip ISO klasifikace je založen na přidělení kódu složeného z písmen a čísel pro hlavní třídy a kategorie ropných produktů. Kompletní kód se skládá z:

- Začátečních písmen „ISO“
- Třídy produktu
- Kategorii produktu označenou písmeny
- Čísly doplňující standard pro konkrétní kategorii produktu (volitelné)

Vzor:

ISO – TRÍDA – KATEGORIE – ČÍSLA (volitelné)

1.1.2 Třída klasifikace

Třída je označena písmenem:

- F – paliva
- S – rozpouštědla a surové materiály pro chemický průmysl
- L – maziva, průmyslové oleje a související produkty
- W – vosky
- B – bitumeny

Izolační kapaliny spadají do kategorie L

1.1.3 Kategorie

Kategorii identifikují 4 písmena s tímto významem:

První písmeno – určuje typ izolační kapaliny (N – elektrický izolátor)

Druhé písmeno – určuje hlavní pole použití:

- C – kondenzátory
- T – transformátory a spínací prvky
- S – spínací prvky s pracovní teplotou nižší než -10 °C

- Y – kabely

Třetí písmeno – určuje přítomnost antioxidačních aditiv:

- U – bez aditiv
- T – aditiva přítomna v množství $\leq 0,08$ % wt
- I – aditiva přítomna v množství $> 0,08$ % wt

Čtvrté písmeno – bod vzplanutí (podle ISO 2592:2000):

- O – bod vzplanutí ≤ 300 °C
- K – bod vzplanutí > 300 °C
- L – bod vzplanutí není u kapaliny detekovatelný

1.1.4 Identifikační kód

Pro kompletní identifikaci je přidáno 7 čísel s následujícím významem:

První 3 čísla – korespondují s posledními třemi čísly kódu, který určuje eventuální referenční standard IEC, pokud je použito číslo 000 tak referenční standard chybí.

Čtvrté číslo – určuje eventuální podtřídu, pokud je použita 0 tak není žádná podtřída.

Páté číslo – určuje výhřevnost kapaliny (ASTM D240-02):

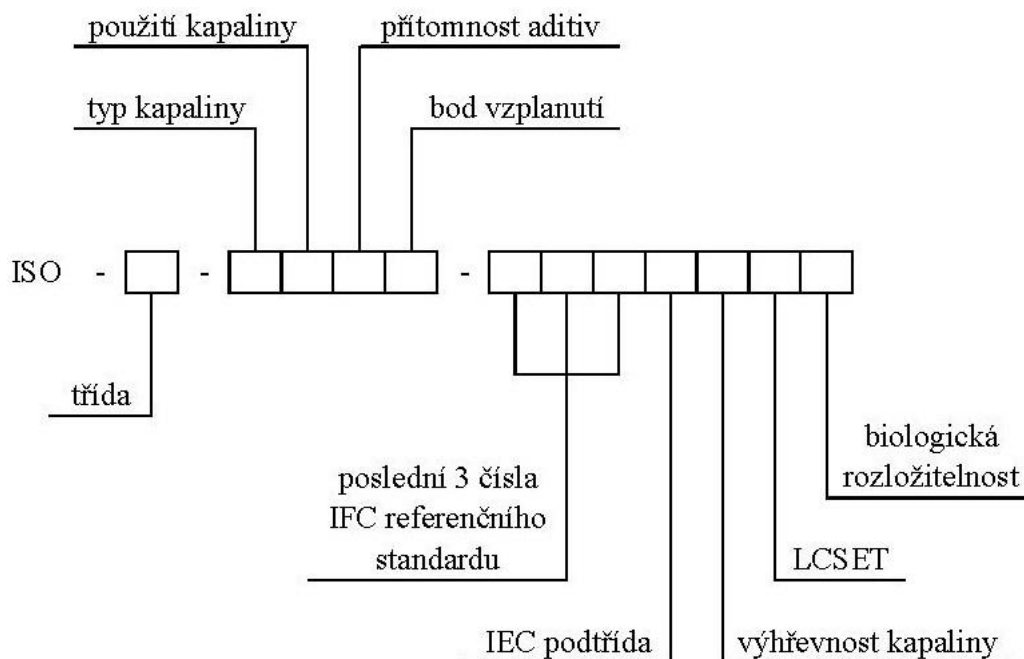
- 1 – výhřevnost ≥ 42 MJ/kg
- 2 – výhřevnost < 42 MJ/kg
- 3 – výhřevnost > 32 MJ/kg

Šesté číslo – určuje nejnižší pracovní teplotu při cirkulaci kapaliny (LCSET):

- 0 – LCSET není definováno
- 1 – LCSET > 0 °C
- 2 – $0 > \text{LCSET} \geq -10$ °C
- 3 – $-10 > \text{LCSET} \geq -30$ °C
- 4 – $-30 > \text{LCSET} \geq -40$ °C

Sedmé číslo – určuje biologickou rozložitelnost (odbouratelnost) izolační kapaliny:

- 0 – kapalina není rozložitelná (rozložitelnost ≤ 20 %)
- 1 – kapalina je lehce rozložitelná (40 % $\geq$ rozložitelnost > 20 %)
- 2 – kapalina je dobře rozložitelná (70 % $\geq$ rozložitelnost > 40 %)
- 3 – kapalina je plně rozložitelná (rozložitelnost > 70 %) [1]



Obrázek 1 Rozdělení kapalin podle IEC 61039 [1]

1.2 Rozdělení olejů

1.2.1 Minerální oleje

Vyrábí se rafinací z ropy, dělí se na tři druhy: parafinické, naftenické, aromatické. Jsou dobře dostupné, mají nízkou pořizovací cenu, nízkou hodnotu viskozity a dobré vlastnosti stárnutí. Nevýhodou je pak špatná odolnost proti oxidaci. Parafinické oleje se vyrábí extrakčním rozpouštěním nebo hydratováním. Mají vysoký bod vzplanutí a tuhnutí, vyšší viskozitu a odolnost vůči oxidaci. Využívají se pro výrobu motorových olejů, mazadel, v gumárenském a textilním průmyslu, k výrobě masť. Naftenické oleje se vyrábí destilací z ropy, oproti parafinickým olejům mají nižší bod vzplanutí a tuhnutí a menší odolnost vůči oxidaci. Používají se především jako chladivo (transformátorové oleje, kabelová technika). Aromatické oleje vznikají při rafinaci parafinických olejů, charakterizuje je jejich tmavá barva, mají vyšší bod vzplanutí. Požívají se jako příměsi do lepidel.

1.2.2 Syntetické oleje

Syntetické oleje mají elektrické vlastnosti srovnatelné s minerálními oleji, jejich hlavní výhodou však je, že jsou nehořlavé. Polybutény – nepolární látky, jsou stabilní i při vysokých teplotách, mají dobré elektrické vlastnosti a nízké dielektrické ztráty. Chlorované uhlovodíky – chlorované deriváty benzenu a bifenyly, jejich vlastnosti jsou měněny stupněm chlorování. Kvůli jejich ekologické závadnosti se již nevyrábí. Fluorované uhlovodíky – deriváty uhlovodíků, mají výbornou chemickou stabilitu a dobré elektrické vlastnosti, nevýhodou je pak jejich vypařování, a tedy nutnost uzavírat prostory. Požívají se v kondenzátorech, výkonových spínačích a transformátorech.

Silikony – jsou tvořeny siloxany, tedy řetězci ve kterých se střídají atomy křemíku a kyslíku. Jsou bezbarvé a ekologicky nezávadné. Mají velkou teplotní stálost a dobré izolační vlastnosti. Organické estery – vyrábí se chemickou syntézou. Používají se jako elektro-izolanty.

1.2.3 Přírodní oleje

Jsou směsí esterů, glycerinů a nenasycených mastných kyselin. Vyrábí se hlavně ze semen (slunečnicový) a plodů (olivový) rostlin a to lisováním. Přírodní oleje jsou výbornou alternativou k minerálním olejům, mají podobné vlastnosti a navíc jsou snadno biologicky odbouratelné. Jejich nevýhodou je však malá odolnost proti oxidaci a absorpce vody při nízkých teplotách, čímž degradují jejich vlastnosti. Používají se na výrobu laků, jako transformátorový olej a k impregnaci do papírových kondenzátorů. Přírodní oleje můžeme rozdělit podle odolnosti proti oxidaci na nevysychavé a vysychavé. Nevysychavé oleje si po vystavení vzduchu uchovávají své vlastnosti, díky tomu se používají jako transformátorové oleje a k impregnaci papírových transformátorů. K typickým představitelům patří ricinový, olivový, řepkový a slunečnicový olej. V současné době ekologizace průmyslu se přírodní nevysychavé oleje jeví, díky jejich ekologické rozložitelnosti, jako možnost alternativní izolační kapaliny. V dnešní době už je na trhu několik přírodních olejů pro transformátory, ale jsou to oleje vyrobené na bázi přírodních esterů přirozeným syntetizováním. Vysychavé po vystavení vzduchu přecházení do tuhého stavu, patří sem makový, lněný, dřevný a tungový olej. [2][3][4]

1.3 Popis vybraných složek rostlinných olejů

Přírodní oleje se skládají z mnoha složek, ve většině olejů má největší podíl kyselina olejová a kyselina linolová (Tabulka 1). Methyl stearát – jedná se o bezbarvou krystalickou látku s teplotou tání 39 °C, je rozpustný v alkoholu, etheru a nerozpustný ve vodě, používá se na výrobu kyseliny stearové, má vzorec $C_{17}H_{35}COOCH_3$. Methyl pamtát – bezbarvá kapalina s teplotou varu 211,5 °C, rozpustný v alkoholu a etheru, používá se při výrobě pryskyřic, změkčovadel, mazadel a krmiv, má vzorec $CH_3(CH_2)_{14}COOCH_3$. Methyl laurate – ve vodě nerozpustná, čirá, bezbarvá kapalina s teplotou varu 262 °C, používá se jako chemický meziprodukt k výrobě odstraňovačů rzi. Methyl linoleát – hořlavá, bezbarvá kapalina s teplotou varu 212 °C, rozpustný v alkoholu a etheru, používá se při výrobě emulgátorů, mazadel, textilií a v lékařském výzkumu, vzorec $C_{19}H_{34}O_2$. Kyselina olejová – nažloutlá, nenasycená mastná kyselina, rozpustná v organických rozpouštědlech s teplotou varu 286 °C, hlavní složka v olivovém a jedlém oleji, používá se v mastech, mýdlech, kosmetice a při obohacování rud, také se nazývá jako červený olej nebo kyselina oktaecenová, má vzorec $C_{17}H_{33}COOH$. Kyselina linolová – žlutá nenasycená mastná kyselina, teplota varu 229 °C, je to hlavní mastná kyselina v rostlinách, používá se v lékařství, jako krmivo, v barvách, vzorec $C_{17}H_{31}COOH$. Kyselina linolenová – bezbarvá kapalina s teplotou varu 230 °C, jedna z hlavních mastných kyselin v rostlinách a esenciální mastná kyselina ve výživě, je rozpustná v mnoha organických rozpouštědlech, používá se v lékařství a sušení olejů, vzorec $C_{17}H_{29}COOH$. Ethyloléat – bezbarvá až světle žlutá kapalina, je esterem mastné kyseliny vytvořené kondenzací kyseliny olejové a ethanolu, používá se jako rozpouštědlo pro přípravu léčiv, jako mazivo a změkčovadlo, vzorec $C_{20}H_{38}O_2$. Oleje lze

hydrogenovat, to zahrnuje přidání vodíku do uhlíkového řetězce, čímž se odstraní dvojná vazba a vyrobí se hydrogenovaný (tuhý) rostlinný olej.[5]

Tabulka 1 Složení vybraných rostlinných olejů [6][7]

Typ oleje	Nasycené mastné kyseliny (%)	Mononenasycené mastné kyseliny (%)	Polynenasycené mastné kyseliny (%)			Kyselina olejová (%)	Teplota varu (°C)
			Celkem	Kyselina linolenová	Kyselina linolová		
Bavlníkový olej (hydrogenovaný)	93,6	1,5	0,6		0,3		
Kokosový olej	91	6	3		2	6	177
Palmový olej	49,3	37	9,3		10	40	235
Palmový olej (hydrogenovaný)	47,5	40,6	7,5				
Bavlníkový olej	25,9	17,8	51,9	1	54	19	216
Sojový olej (hydrogenovaný)	21,1	73,7	0,4	0,1			
Arašídový olej	16,9	46,2	32		32	48	225
Sojový olej	15,7	22,8	57,7	7	50	24	238
Olivový olej	14	72	14	1,5	15		193
Kukuřičkový olej	12,9	27,6	54,7	1	58	28	232
Slunečnicový olej	10,1	45,4	40,1	0,2	39,8	45,3	227
Lněný olej	7,5	15,5	79	64	15	11	107
Řepkový olej	7,4	63,3	28,1	10	10		204
Hodnoty jsou uvedeny v procentech celkového množství tuku							

1.4 Pravidla pro použití a údržbu přírodních esterů v transformátorech

1.4.1 Diagnostické testy a význam každého testu

Pro izolační kapaliny může být použito mnoho zavedených testů praktického významu.

Tabulka 2 Testy izolačních kapalin vhodné pro izolační kapaliny na bázi přírodních esterů [8]

Test	Číslo metody ASTM standardu
Postup vzorkování	D923, D3305
Číslo kyselosti (neutralizační číslo)	D664, D974
Průrazné napětí	D1816
Průrazné napětí, impulzní podmínky	D3300
Ztrátové charakteristiky - ztrátový činitel a relativní permitivita	D924
Povrchové napětí	D971
Barva	D1500
Kinematická viskozita	D445
Bod hoření a vzplanutí	D92
Relativní hustota	D1298
Bod tuhnutí	D97
Vnitřní rezistivita	D1169
Analýza plynů	D2945, D3284, D3612
Oxidační stabilita	TBD
Obsah vody - Karl Fischerova metoda	D1533
Vizuální kontrola	D1500, D1524
Plynování izolačních olejů pod elektrickým napětím a ionizací	D2300
Korozivní test sírou	D1275
Polychlorované bifenylly	D4059

Přesné vzorkování, ať již z celého obsahu nebo pouze z části je nesmírně důležité ke stanovení kvality výrobku. Nedbalé postupy odebrání nebo jejich kontaminace v zařízení pro odběr vzorku budou vést k chybným závěrům týkajících se kvality. Měly by být dodrženy vhodné postupy a bezpečnostní opatření uvedené ve standardu ASTM D923.

Číslo kyselosti (neutralizace) je měřítkem kyselých složek stárnoucích tekutin. Může být užitečné, pokud jej lze srovnat s hodnotou pro nový produkt, pro detekování kontaminace s cizími látkami, se kterými přišla tekutina do styku. Může také odhalit sklon k chemické změně, poškození, nebo k označení chemické změny v aditivech. Přírodní estery mají, i jako nové, přirozeně vyšší číslo kyselosti než tekutiny na bázi uhlovodíku. Číslo kyselosti lze také použít jako obecné vodítko pro určení, kdy by měl být olej vyměněn nebo regenerován, a to za předpokladu překročení stanovených limitů potvrzených z jiných stanovených zkoušek. ASTM D664 je preferovanou metodou při testování kapaliny která změnila barvu, využívá potenciometrického koncového bodu spíše než kolorimetrického koncového bodu. I když číslo kyselosti označuje relativní obsah kyseliny, citované způsoby neoznačují chemickou aktivitu kyselin. Mastné kyseliny s dlouhým řetězcem produkované přírodními estery jsou méně reaktivní, než organické kyseliny s krátkým řetězcem produkované z minerálních olejů.

Průrazné napětí izolační kapaliny určuje míru jeho schopnosti vydržet působení elektrického napětí. Je to napětí, při kterém dochází ke zkratu mezi dvěma elektrodami

v rámci předepsané zkušební metody. ASTM D1816 upravuje používání sféricky uzavřených elektrod typu VDE. Slouží především k označení přítomnosti kontaminujících prvků (voda, špína, vodivé částice v kapalině), jeden nebo více z nich může být přítomen při nízké hodnotě naměřeného průrazného napětí. Je třeba dbát na to, aby při vyplňování testovací komory nevznikaly vzduchové bubliny, které by mohly vést k zavádějícím nízkým hodnotám průrazného napětí. Vzhledem k jejich vyšší viskozitě přírodních esterových kapalin se doporučuje delší doba stání (míchání) vzorku a to 15 nebo více minut při pokojové teplotě a to proto, aby mohly uniknout vzduchové bubliny.

Izolační kapaliny v transformátorech jsou vystavovány přechodovému a současně i provoznímu napětí, což je spojeno s kontinuálním režimem provozu těchto zařízení. Schopnost izolační kapaliny vydržet toto namáhání je velmi důležitá pro designéry transformátorů. Toto přechodové napětí může mít jak negativní, tak i pozitivní polaritu. Ačkoliv má polarita napětí malý nebo žádný vliv na hodnotu průrazného napětí v rovnoměrném poli, má velký vliv na průrazné napětí v nerovnoměrném elektrickém poli. Přechodové napětí se může měnit v širokém rozsahu času a to jak dosažení špičky tak i času poklesu na poloviční nebo nulovou hodnotu. Standardní impulzní test, ASTM D3300, určuje 1,2 μ s na dosažení špičky a 50 μ s na vlnu negativní polarity. Standardní tvar vlny pro spínání svodičů v transformátorech je 100 μ s na dosažení špičky a větší než 1 000 μ s na dosažení nuly.

Ztrátový činitel je mírou dielektrických ztrát v elektroizolační kapalině ve střídavém elektrickém poli. Nízký ztrátový činitel naznačuje nízké dielektrické ztráty. Ztráty z důvodu ztrátového činitele by neměly být zaměňovány se zatížením transformátoru a budícími ztrátami, které ukazují energetickou účinnost transformátoru. Ztráty spojené se ztrátovým činitelem jsou o několik řádů nižší než ztráty zatížením a buzením. Nové kapaliny na bázi přírodních esterů mají ze své podstaty vyšší ztrátový činitel než minerální oleje. Data z praxe indikují zvýšení výskytu ztrátového činitele v operačních podmínkách oproti minerálním olejům. Předtím, než mohou být stanoveny limity přijatelnosti přírodních esterů, je potřeba zpracovat další výzkumy v této oblasti. Dále mají přírodní estery ze své podstaty vyšší relativní permitivitu než minerální oleje, blíže k hodnotám celulózové izolace vedoucí ke zlepšení rozložení elektrického napětí.

Povrchové napětí mezi elektroizolační kapalinou a vodou je měření molekulární přitažlivé síly mezi jejich rozdílnými molekulami na jejich rozhraní. Je vyjádřena jako millinewton na metr (mN/m). Lze jej použít jako jeden z prostředků detekce rozpustné polární nečistoty a produktů způsobujících zhoršení parametrů v minerálním oleji. Tato znečištění obvykle snižují hodnotu mezifázového napětí. Zatím nebyla zveřejněna mezní hodnota pro mezifázové napětí u nových přírodních esterových kapalin. Tyto estery mají nižší povrchové napětí než nové minerální oleje, typicky mezi 25 mN/m a 30 mN/m. Tento rozdíl je způsoben rozdílnou chemií minerálních olejů a přírodních esterů, včetně vyšší úrovně absorpce vody.

Nízké číslo barvy oleje je žádoucí pro umožnění pravidelné kontroly sestaveného zařízení v nádrži. Zvýšení čísla barvy během provozu indikuje znečištění oleje. Nové kapaliny na bázi přírodních esterů mohou být z počátku mírně tmavší barvy, obvykle mírně jantarový vzhled, než vysoce rafinovaný minerální olej. Další testy (ztrátový činitel, číslo kyselosti) jsou lepší ke zjištění znečištění, popřípadě degradace oleje. Výrobci přírodních esterových kapalin mohou přidávat barviva pro účely identifikace, tyto odstíny by neměly mít vliv na vizuální šetření kapalin.

Viskozita kapalin v běžném rozsahu teplot je důležitá, má vliv nejen na výkon chlazení ale například i na zatížení odboček. Viskozita je mírou odporu tekutiny téct. Kinematická viskozita je poměr viskozity a hustoty kapaliny. Viskozita izolačních olejů a přírodních esterových kapalin je obvykle měřena dobou průtoku určitého množství oleje za řízených podmínek. Viskozita při provozních teplotách ovlivňuje jejich přenos tepla v přirozeném i nuceném konvekčním proudění a v důsledku toho dochází ke zvýšení teploty chlazených transformátorů. Přírodní estery mají obvykle vyšší viskozitu než oleje minerální, zvýšení viskozity v průběhu času může poukazovat na nadměrnou oligomerizaci přírodního esteru, typicky v důsledku nadměrného vystavení vzduchu a tepla.

Bod vzplanutí je nejnižší teplota, při které tekutina v otevřené nádobě dosáhne tlaku par dostatečného na to, aby pokračovala po zapálení v hoření. Nízké hodnoty body vzplanutí a hoření mohou indikovat kontaminaci látkou s nižším bodem vzplanutí a hoření, například minerálním olejem. Bod hoření menší než 300 °C může vyžadovat reklasifikaci nebo nahrazení kapaliny na bázi přírodních esterů kapalinou s nižší hořlavostí. Je-li účelem kapaliny na bázi přírodních esterů být v souladu s NEC, článek 450-23, musí být bod hoření alespoň 300 °C. Metoda by měla být použita pouze k měření a popsání vlastností tekutin v reakci na teplo a plamen za kontrolovatelných laboratorních podmínek, a neměla by být použita k označení nebo vyhodnocení nebezpečí a rizika požáru v reálných podmínkách.

Relativní hustota izolační kapaliny je poměr hmotností stejných objemů kapaliny a vody při teplotě 15 °C. Relativní hustota není významná při určování kvality tekutiny, může však být relevantní pro stanovení vhodnosti na použití v určitých aplikacích. V chladném podnebí se může při teplotě nižší než 0 °C vytvořit led a ten může plavat na kapalinách s hustotou větší než 0,91. I když není metoda měření hustoty příliš citlivá na detekování kontaminace, tak při vyšších rozdílech od typických hodnot uvedených od výrobce by měly být prošetřeny příčiny.

Bod tuhnutí je nejnižší teplota, při které bude kapalina za předepsaných podmínek proudit. U izolačních kapalin je tato hodnota důležitá, protože ukazuje teplotu, pod kterou je cirkulace kapaliny obtížná, ne-li nemožná. Dokonce i nad teplotou tuhnutí může mít kapalina omezenou viskozitu. Kapaliny na bázi přírodních esterů mají vyšší viskozitu než běžné minerální oleje a nižší než HMWH a silikonové oleje při normálních provozních teplotách. Pro transformátory s přírodními estery s operačními (zejména mechanickými) vnitřními doplňky může být vyžadována vyšší minimální teplota před uvedením do provozu než u minerálních olejů. Kromě toho je možné, aby se bod tuhnutí u přírodních esterů zvýšil po delším vystavení nízkým teplotám. Bod tuhnutí spolu s viskozitou a řadou možných teplot v okolí by měl být zapracován ve výběru procesního vybavení pro repasi nebo rekultivaci.

Vnitřní rezistivita (měrný odpor) kapaliny je zjišťována přiložením stejnosměrného napětí na opačné strany pomyslné centimetrové kostky. Nižší odpor obvykle indikuje přítomnost nečistot. Nové kapaliny na bázi přírodních esterů mají nižší vnitřní rezistivitu než minerální oleje.

Tepelné a elektrické namáhání může vytvářet plyny uvnitř nádrží. Tyto plyny se mohou objevovat volně v prostoru transformátoru, ale i jako plyny rozpuštěné v kapalině. V současné době není k dispozici dostatek dat pro srovnání s minerálními oleji. Klíčové testy spojené s generováním plynů v izolační kapalině jsou následující: zkušební metoda

pro obsah izolačních olejů (ASTM D2945), metoda pro hořlavé plyny v plynovém prostoru elektrických přístrojů pomocí přenosných měřících zařízení (ASTM D3284), metoda pro analýzu plynů rozpuštěných v izolačním oleji pomocí plynové chromatografie (ASTM D3612). Výsledky dosavadních testů a provozních zkušeností naznačují: stejné závadné plyny jsou produkovány v přírodních esterech i minerálních olejích, při stejném elektrickém namáhání přírodní estery produkují menší množství plynu než minerální oleje a při stejném teplotním namáhání produkují větší množství plynu než minerální oleje, existují rozdíly v koeficientech rozpustnosti přírodních esterů a minerálních olejů a jejich příslušné hodnoty by měly být použity pro interpretaci dat, při normálním provozu se úroveň rozpuštěného vodíku a ethanových plynů zvyšovaly vyšším tempem než u minerálních olejů. Pro určité aplikace, kde je kapalina vystavena vysokonapěťovým gradientům, může být žádoucí, aby bylo možné určit rychlost vývinu nebo absorpce plynu za stanovených zkušebních podmínek. Přírodní estery mají menší sklon k plynování než minerální oleje, výrazně pod dolní hranici minerálních olejů, je spíše negativní nebo plyn pohlcující. Typický rozsah přírodních esterů je od 50 $\mu\text{L}/\text{min}$ do 90 $\mu\text{L}/\text{min}$.

Pro přírodní estery se nedoporučují běžně používané metody zjišťování oxidace, požadavky na oxidační stabilitu a vhodné metody pro určení oxidační stability přírodních esterových kapalin ještě nebyly stanoveny. Přírodní estery nejsou tak odolné vůči oxidaci jako minerální oleje. Z tohoto důvodu je jejich použití v otevřených transformátorech nedoporučuje a měla by být přijata veškerá praktická opatření, aby se zabránilo kontinuálnímu, dlouhodobému a neomezenému vystavení vzduchu, a to zejména při provozních teplotách. K oxidaci v podstatě dochází pouze na povrchu, kde přichází kapalina do styku se vzduchem. Různé typy přírodních esterů mají různou doporučenou dobu vystavení vzduchu v závislosti na typu základního oleje a na množství oxidačních inhibitorů. Vystavení vzduchu by mělo být také omezeno z důvodu kontaminace vlhkostí, která postupuje mnohem rychlejším tempem. Přírodní estery oxidují jinak než minerální oleje. Oxidaci způsobuje oligomerizace tekutin, ty tvoří větší molekuly, které zůstávají v roztoku, a jejich četnost je vysoce teplotně závislá. Oproti tomu, oxidace u minerálního oleje tvoří reaktivní kyseliny s krátkým řetězcem a uhlíkaté kaly. Polymerace přírodních esterů nemá vliv na dielektrickou pevnost kapaliny, nebo celulózové izolace. Pokud je ovšem povrch kapaliny vystaven kontinuálně vzduchu, tak v průběhu několika let, se viskozita v horním prostoru může mírně zvýšit, což vede ke snížení schopnosti kapaliny chladit, a to může vést ke snížení výkonu transformátoru.

Izolační kapaliny mohou obsahovat vodu v několika formách. Přítomnost vody může být detekována vizuální kontrolou ve formě kapek, nebo jako oblak rozptýlený v kapalině. V roztoku nemůže být voda detekována vizuálně a je obvykle určena fyzikálními nebo chemickými prostředky. Dielektrická pevnost kapaliny klesá s množstvím rozpuštěné vody. Významně pak klesá s blížícím se bodem nasycení. Metoda ASTM D1533 je vhodná pro stanovení množství vody v izolačních kapalinách a závisí na podmínkách manipulace se vzorky a analytickou metodou, může být použita k odhadu celkového množství vody. Jednotkou je miligram na kilogram (mg/kg). Test pomocí Karl Fischerovy metody může indikovat přítomnost vody, i když její přítomnost nemusí být zřejmá z elektrických testů. Některá činidla vhodná pro minerální oleje nemusí být vhodná pro kapaliny na bázi přírodních esterů. Je důležité si uvědomit, že mezní hodnoty rozpuštěné vody stanovené pro minerální oleje nejsou použitelné pro přírodní estery. Estery mají hodnoty nasycení výrazně vyšší (15 až 20 krát) než minerální

oleje (při pokojové teplotě). Nicméně dopad vody na dielektrickou pevnost jako funkce procenta saturace je pro přírodní ester a minerální olej stejný.[8]

Tabulka 3 Přijatelné hodnoty nových přírodních esterů[8]

Test a ASTM metoda	Hodnoty	
	Minimum	Maximum
Bod vzplanutí, ASTM D92, °C	275	
Bod hoření, ASTM D92, °C	300	
Kinematická viskozita, ASTM D445, mm ² /s		
0 °C		500
40 °C		50
100 °C		15
Bod tuhnutí, ASTM D97, °C		-10
Barva, ASTM D1500		L1,0
Relativní hustota, ASTM D1298, při 25 °C		0,96
Neutralizační číslo, ASTM D974, mg KOH/g		0,06
Obsah vody, ASTM D1533, mg/kg při 20 °C		
Vzorky odebrané z nádrže		200
Vzorky odebrané ze sudů		100
Průrazné napětí, ASTM D1816		
Vzorky odebrané z nádrže		
kV (mezera 1 mm)	20	
kV (mezera 2mm)	35	
Vzorky odebrané ze sudů		
kV (mezera 1 mm)	35	
kV (mezera 2mm)	60	
Ztrátový činitel, ASTM D924, %		
25 °C		0,2
100 °C		4
Průrazné napětí (impulzní metoda), ASTM D3300, při 25 °C		
kV (mezera 25,4 mm)	130	

1.4.2 Diagnostika přírodních esterů

Testování esterových kapalin v provozních podmínkách by se mělo řídit stejnými postupy, jaké se v současné době používají pro transformátorové oleje. Zkušenosti v této oblasti naznačují, že kontrola vizuálního stavu a dielektrického průrazného napětí jsou nejčastěji používané metody kontroly. Vzorek by měl být odebrán nádobou z čistého, čírého skla, nebo polyethylenu a ponechám v klidu, aby dosáhl před testováním pokojové teploty. Nádoba by měla být uzavřená, aby nedošlo ke kontaminaci vlhkostí ze vzduchu. Hliníkové nebo ocelové plechovky mohou být použity jako kontejnery pro vzorky. U kapaliny by měla být kontrolována čírost, barva, zápach a viskozita, dále by mělo být změřeno dielektrické průrazné napětí. K dispozici by měly být přenosné testovací sady,

aby určily, zda je nutné další laboratorní měření. Pokud kapaliny mají neuspokojivý vzhled nebo dielektrické hodnoty, měly by být provedeny tyto laboratorní testy: vizuální kontrola (ASTM D1524), barva (ASTM D1500), neutralizační číslo (ASTM D664 a ASTM D974), dielektrické průrazné napětí (ASTM D1816), povrchové napětí (ASTM D971), obsah vody (ASTM D1533), ztrátový činitel (ASTM D924), bod hoření (ASTM D92). Dále mohou být pro další charakterizaci kapaliny provedeny tyto zkoušky: viskozita (ASTM D445), relativní hustota (ASTM D1298), bod tuhnutí (ASTM D97), vnitřní rezistivita (ASTM D1169).

V případě přítomnosti volné vody, by měly být pro její odstranění dostačující prvky využívající filtrační prvky savého papíru. Filtrační kazety by měly být před použitím dostatečně vysušeny. Většina filtrů, které se v současné době používají na transformátorové oleje, může být použita i pro kapaliny na bázi přírodních esterů. Filtrační kazety jsou nabízeny v různých kategoriích nominálních velikostí pórů a nízkým nebo vysokým průtokem. Stejně jako při výběru čerpadla, by se měla věnovat pozornost při výběru filtru pro esterové kapaliny. Vzhledem k tomu, že tyto kapaliny mají vyšší viskozitu, než kapaliny běžně používané do transformátorů, mohou být požadovány větší filtry, případně vyšší teplota kapaliny, aby bylo dosaženo stejného průtoku. Pokud jsou použity filtry pro minerální olej a nejsou přijata opatření ke snížení viskozity zahřátím kapaliny, může být nutné snížení průtoku. V případě rozpuštěné vody je nutné snížit její obsah pomocí vakuového dehydratačního systému.[8]

1.4.3 Bezpečnost a péče o životní prostředí

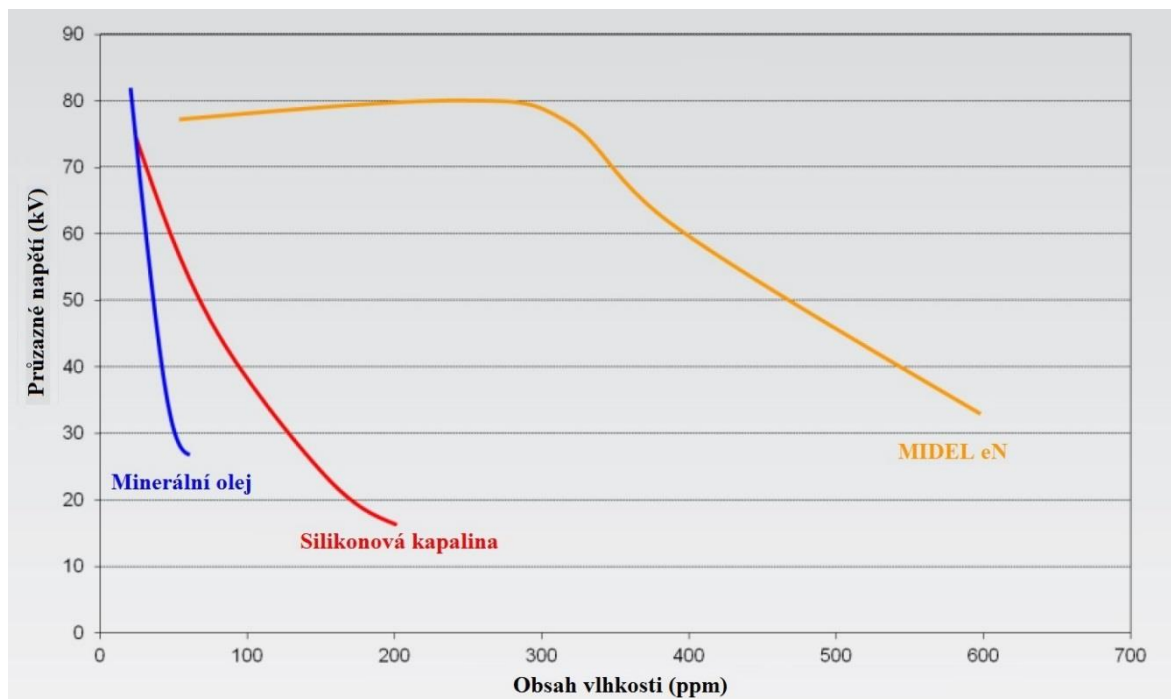
U přírodních esterů není známo žádné nebezpečí týkající se normální manipulace a použití. U přísad (aditiv) se tento fakt může lišit. Zákazník by měl od výrobce obdržet katalogový list pro každou používanou kapalinu. Dalším způsobem jak určit nezávadnost výrobku pro životní prostředí je získat zprávu od příslušné instituce. Při manipulaci je nutno dodržovat pokyny od výrobce a vyhnout se styku kapaliny s očima a inhalaci par. Během plánované údržby by měly probíhat rutinní kontroly případných netěsností. Pokud se jedná o tlakové jednotky, kontroly by měly obsahovat ventily, pouzdra, měřidla, odbočky, sváry, potrubní armatury a tlakové ventily. V případě, že kapalina uniká v místě, kde není vyměnitelné těsnění, může být toto místo zavařeno, nebo utěsněno pomocí epoxidové těsnicí sady.

Menší úniky kapaliny při údržbě lze vyčistit pomocí absorpčních hadrů. Použití vhodných čisticích prostředků usnadňuje vyčištění. Rozpouštědla pro ropné produkty nemusí být účinná pro čištění esterů. Doporučuje se čištění běžnými čisticími prostředky pro domácnost. Mnoho států v současné době nemá kapaliny na bázi přírodních esterů v seznamu regulovaných materiálů v souvislosti se znečištěním půdy. Půda se chová jako savý materiál a nabízí tedy výborné podmínky pro přirozenou biologickou degradaci. Ve vedlejších situacích se kapaliny na bázi přírodních esterů chovají podobně jako motorové oleje podobné viskozity, tedy z hlediska možného fyzického nebezpečí je zde nebezpečí uklouznutí. Oleje jako takové plavou na vodě. Únik do vody může tedy být zastaven pomocí plovoucích rámců, hrází. Pokud nejsou tyto rámy/hráze k dispozici, nebo jsou nepraktické, mohou být úniky do vody ošetřeny pomocí aktivní dispergační chemické látky (detergentu), jejímž cílem je odstranit olej z povrchu vody. Jakmile je kapalina na hladině koncentrována, může být z povrchu odstraněna pomocí pumpy, sběračky, případně fyzického absorbentu.[8]

1.5 Současný stav rostlinných olejů v elektrotechnickém průmyslu

V současné době je jednoznačně nejlepším izolačním médiem minerální olej. Zásoby ropy však ubývají a je větší tlak na ekologičtější varianty. Již na počátku 19. století se využívaly při konstrukci elektrických přístrojů přírodní rostlinné oleje, konkrétně se jednalo o olej řepkový a lněný. Tyto přírodní oleje jsou lépe biologicky odbouratelné a díky tomu jsou více prosazovány z důvodu ochrany životního prostředí. Pokud prozkoumáme trh v oblasti olejů, můžeme zjistit, že některé oleje by bylo možné podle jejich vlastností uvedených v katalogových listech použít i v elektrotechnickém průmyslu. Jedním z mála omezení by bylo pouze omezení na nižší napětí, i tato varianta je však dobrým krokem ke snížení spotřeby ropných olejů. Průmyslově se vyrábí a využívají oleje motorové, hydraulické, oleje do leteckého průmyslu, které mohou být využity v elektrotechnickém průmyslu. Vhodnost těchto olejů je však nutno nejprve laboratorně ověřit. Mezi tyto varianty patří například metylester kyseliny řepkového oleje (MĚŘO), MIDEL eN, PFAE. Převážná část patentů v této oblasti pochází z Japonska. Patentují se rozličné kompozice s odlišnou strukturou použitých esterů a změnami v aditivech. Dále se výzkumu alternativních elektroizolačních kapalin věnují v USA a Velké Británii.[8]

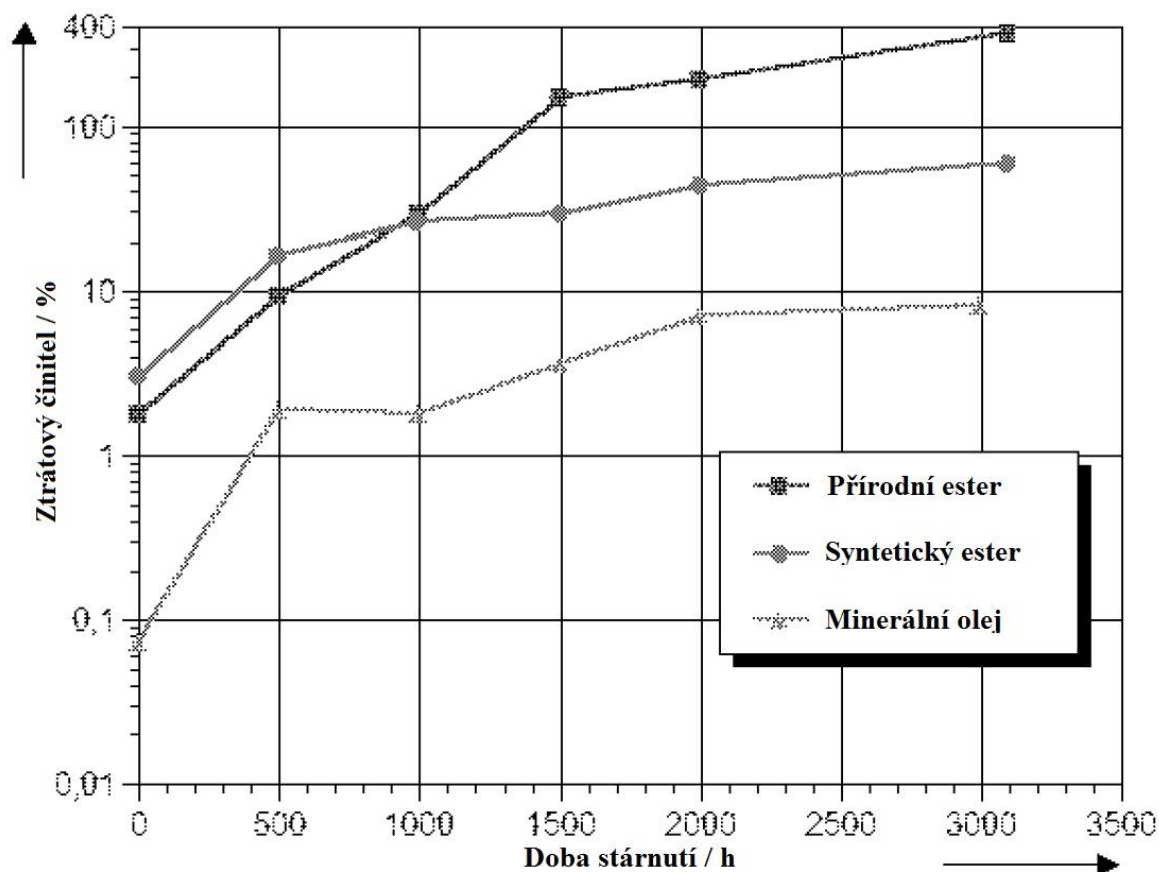
MIDEL eN jedná se o izolační olej na bázi přírodních esterů, který byl vyroben jako bezpečná alternativa k tradičním izolačním kapalinám. Má vysoký bod vzplanutí, konkrétně 360 °C, což ho dělá bezpečnějším než minerální olej (cca 170 °C). Je vyroben využitím rostlinných olejů, díky čemuž poskytuje nižší stopy uhlíku, než olej minerální. Kromě toho je snadno biologicky rozložitelný, což znamená, že je mnohem menší dopad na životní prostředí v případě úniku produktu. Další nespornou výhodou je vynikající tolerance na vlhkost (Obrázek 2). Laboratorní testy ukázaly, že má potenciál zvýšit životnost pevné celulózové izolace v transformátorech. V poslední době byly hlášeny v transformátorovém průmyslu výpadky více velkých jednotek v důsledku přítomnosti korozivní síry. MIDEL eN byl testován v nezávislých laboratořích ASTM D1275 B a to standardní testovací metodou pro žíravé síry v elektroizolačních olejích a IEC 62535 – testovací metoda pro detekci potencionálně korozivní síry v použitých a nepoužitých izolačních olejích. Z této zkoušky vyšel jako nežíravý. MIDEL eN je RoHS, neobsahuje látky zpomalující hoření PBB a PBDE, ani zde není použito olovo, rtuť a šestimocný chrom. Koncentrace těchto těžkých kovů je pod hranicí 1 ppm. Tento olej je vhodný pouze pro použití v uzavřených transformátorech, není vhodný do distribučních, silových a usměrňovacích transformátorů. Je kompatibilní se standardními izolačními materiály a komponenty v transformátorech.[10]



Obrázek 2 Graf závislosti průrazného napětí na vlhkosti při 20 °C [11]

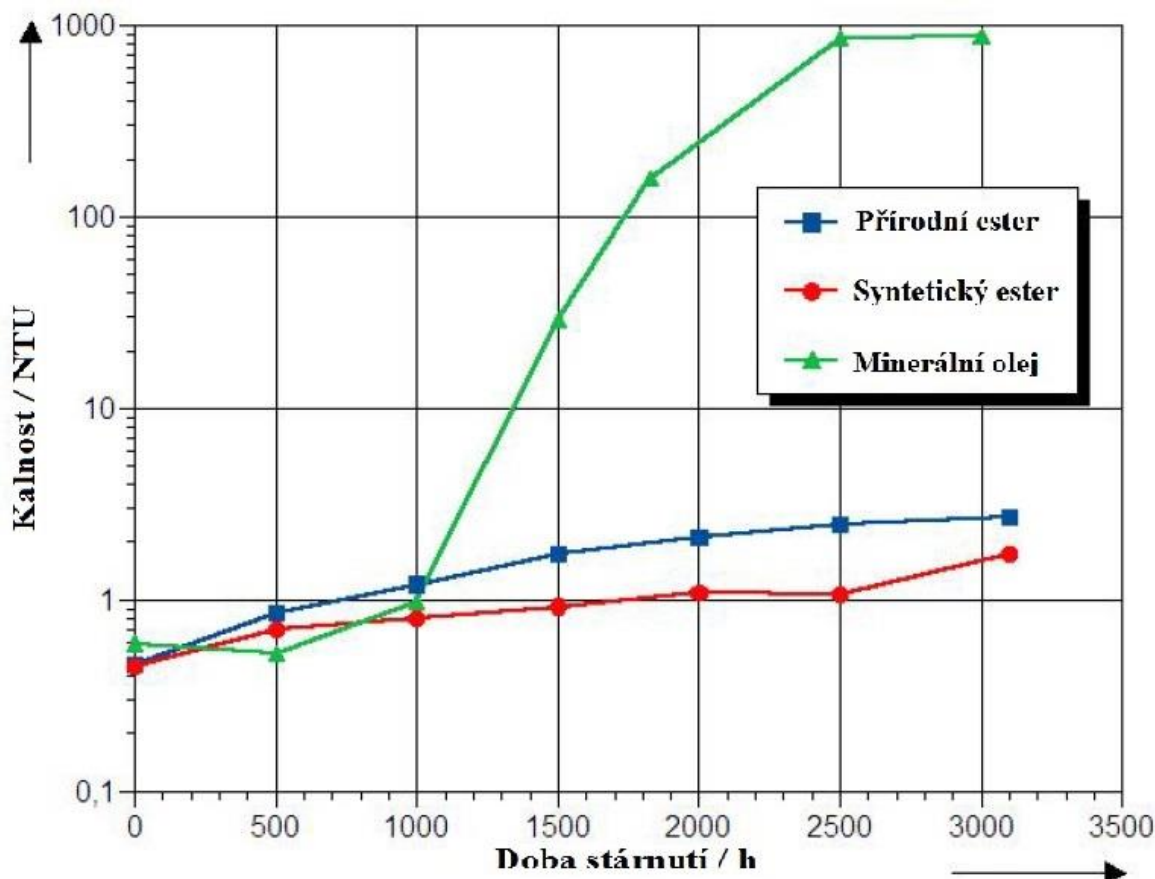
1.5.1 Studie stárnutí minerálního oleje a kapalin na bázi esterů

Panuje všeobecná shoda, že v provozních podmínkách se kvalita izolačních kapalin postupně zhoršuje vlivem elektrického, tepelného a chemického namáhání. Srovnání se provádí mezi komerčním minerálním olejem a kapalinou na bázi přírodního esteru. Za stejných podmínek stárnutí syntetické estery stárnou výrazně pomaleji než minerální olej, přírodní estery se pohybují na hranici mezi minerálními oleji a syntetickými estery. Vzhledem k tomu, že doba života je mnohem delší než doba trvání výzkumu, byl výzkum proveden pomocí metody zrychleného stárnutí. Proces stárnutí se provádí umístěním vzorků do konvenční pece při teplotě 100 °C a zde se nechávají uměle stárnout po určitý časový úsek s přístupem kyslíku. Do oleje byly přidány typické prvky zastoupené v transformátoru, a to: měď, hliník, zinek a železo, od každého 3 gramy na litr z důvodu simulace možných oxidačních procesů při stárnutí. Vzorky byly stárnuty po dobu 250 až 3100 hodin. Měření bylo provedeno pomocí analyzátoru dielektrik IDA200 a měřicí komory Tettex 2903. Výsledky ukazují (Obrázek 3), že míra zvýšení ztrátového činitele v minerálním oleji je mnohem vyšší než u syntetického esteru (5 až 7 krát vyšší po 3100 hodinách stárnutí).



Obrázek 3 Změna ztrátového činitele během stárnutí[12]

Množství mikroskopických pevných částic v nových a stárnutých olejích je na Obrázek 4. Zvýšení počtu částic je u minerálního oleje 3 až 5 set krát větší než u esterových kapalin po 3100 hodinách stárnutí. I když je ztrátový činitel u minerálního oleje nižší než u esterů, množství kalových částic je relativně vysoké. Většina těchto částic postupně zhoršuje vlastnosti oleje a papírové izolace v transformátorech a způsobuje sekundární chemické reakce mezi molekulami rozloženými vlivem elektrického, tepelného a chemického namáhání.[12]



Obrázek 4 Změna kálnosti během stárnutí[12]

1.5.2 Studie oxidační stability mastné kyseliny palmového oleje

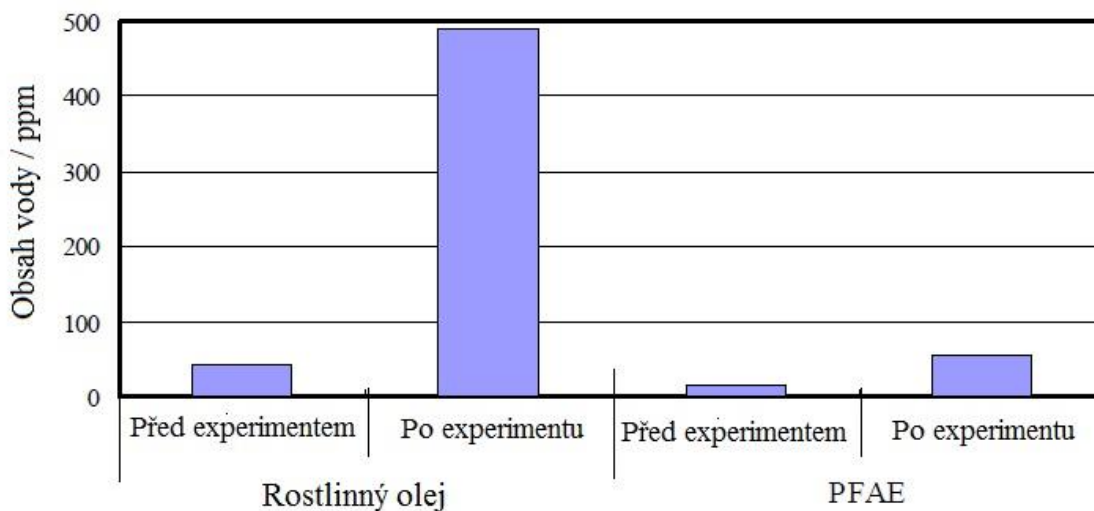
Vysoká oxidační stabilita je pro izolační oleje v transformátorech nutností, jelikož transformátory bývají v provozu i několik desetiletí. Pro vyhodnocení oxidační stability byl použit ester mastné kyseliny palmového oleje (PFAE) a rostlinný olej s obsahem nenasycených mastných kyselin s 18 atomy uhlíku. Tyto oleje jsou průmyslově vyráběny a jejich vlastnosti jsou uvedeny v Tabulka 4.

Experiment byl proveden na základě japonského standardu C2101: „Metody testování elektroizolačních olejů“ při 120 °C po dobu 75 hodin se stálým přístupem kyslíku. Protože, množství oleje definované v tomto standardu je pouze 25 ml, bylo by velmi obtížné vyhodnotit elektrochemické vlastnosti oleje, a proto bylo experimentální měřítko zvýšeno 40 krát. Množství oleje, a tedy i měděného katalyzátoru, bylo zvýšeno na 1000 ml (1000 cm² mědi). Obsah vody, neutralizační číslo, průrazné napětí, vnitřní rezistivita a ztrátový činitel byly měřeny dle tohoto standardu.

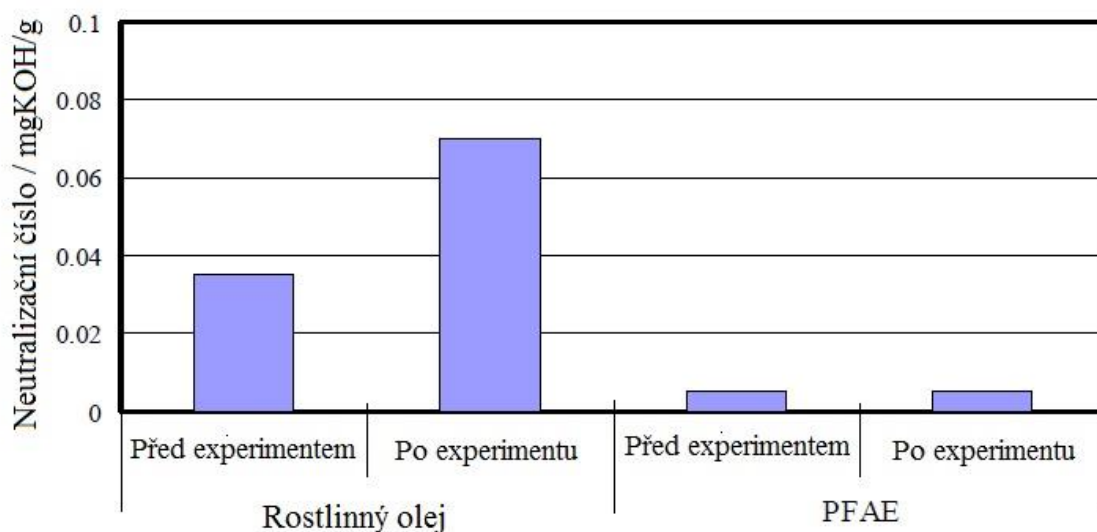
Tabulka 4 Vlastnosti PFAE a rostlinného oleje[13]

	PFAE	Rostlinný olej	Minerální olej
Hustota při 40 °C, g/cm ³	0,86	0,93	0,88
Bod tuhnutí, °C	-32,5	-20	-45
Bod vzplanutí, °C	186	330	152
Kinematická viskozita při 40 °C, mm ² /s	5,06	32,9	8,13
Neutralizační číslo, mgKOH/g	0,005	0,035	<0,01
Obsah vody, ppm	15	43	<10
Průrazné napětí (mezera 2,5 mm), kV	81	77	70-75
Relativní permitivita při 80 °C	2,95	2,91	2,2
Ztrátový činitel při 80 °C, %	0,8	0,7	0,001
Vnitřní rezistivita při 80 °C, Ωcm	1,9·10 ¹³	3,7·10 ¹²	7,6·10 ¹⁵

Změny v obsahu vody a neutralizační číslo jsou zobrazeny na Obrázek 5 a Obrázek 6. Obsah vody byl měřen pomocí Karl Fisherovy metody. Neutralizační číslo bylo měřeno titrací 0,05 mol/l hydroxidu draselného jako reakčního činidla a toluen ethanolu jako rozpouštědla. V důsledku toho jsou vidět významné rozdíly mezi rostlinnými oleji a PFAE. Obsah vody u rostlinného oleje vykazuje vysoký nárůst ze 43 ppm na přibližně 500 ppm a nárůst u neutralizačního čísla z 0,035 na 0,07 mgKOH/g. U PFAE naproti tomu došlo pouze k mírnému nárůstu obsahu vody z 15 ppm na přibližně 50 ppm a neutralizační číslo zůstalo i po experimentu na hodnotě 0,005 mgKOH/g.

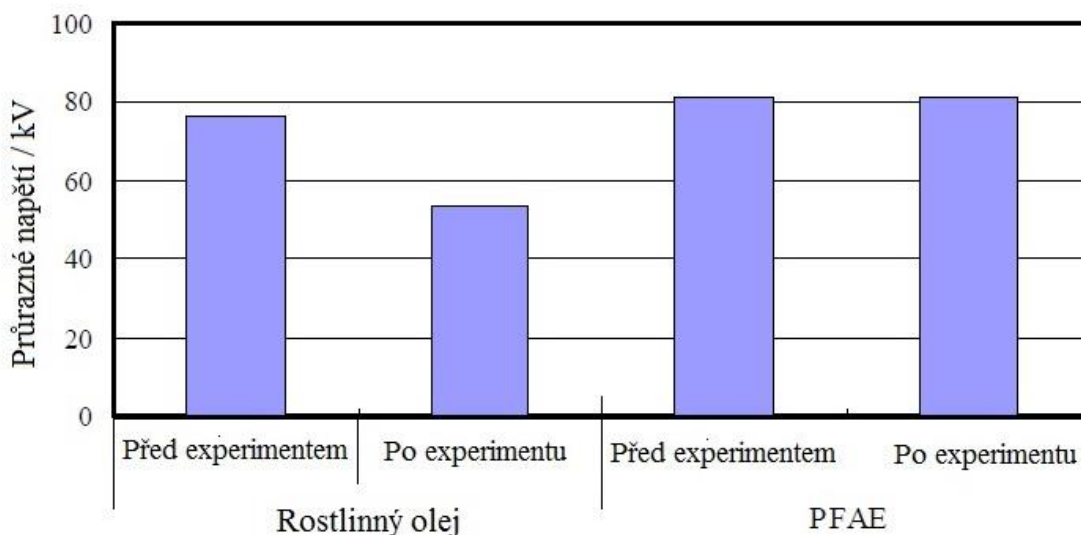


Obrázek 5 Obsah vody před a po experimentu oxidační stability[13]

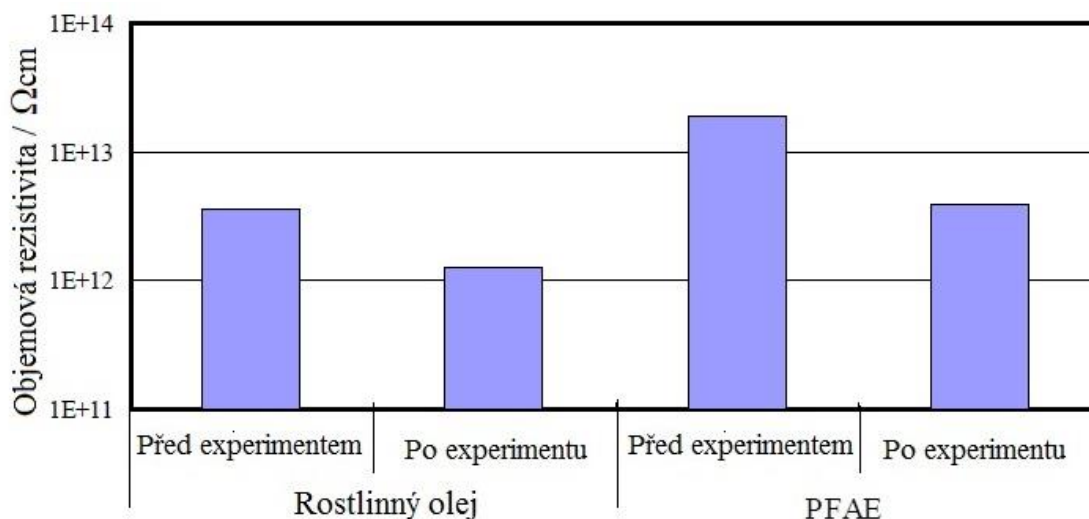


Obrázek 6 Neutralizační číslo před a po experimentu oxidační stability[13]

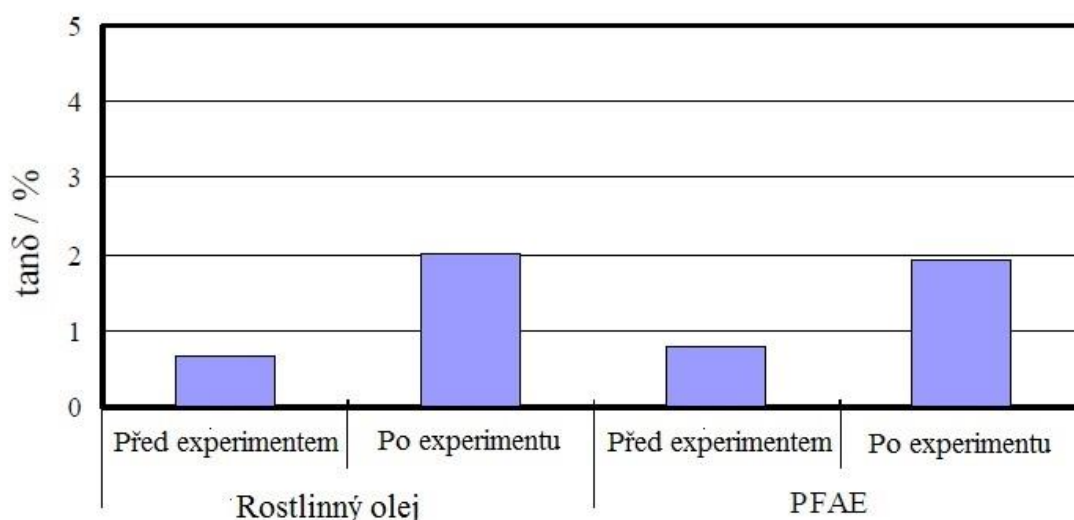
Průrazné napětí bylo měřeno pomocí sférických elektrod (průměr 12,5 mm, velikost mezery 2,5 mm). Vnitřní rezistivita byla měřena při 80 °C přiložením napětí 250 VDC/mm po dobu jedné minuty. Ztrátový činitel byl měřen při 80 °C s použitím měřiče izolačních materiálů DAC-IM-D6. Průrazné napětí (Obrázek 7) rostlinného oleje kleslo ze 77 kV na 60 kV, u PFAE se napětí po experimentu nezměnilo a zůstalo na hodnotě 80 kV. Má se za to, že degradace přírodního oleje, pozorována se zvýšením obsahu vody a neutralizačního čísla, má za následek pokles průrazného napětí. Vnitřní rezistivita (Obrázek 8) u přírodního oleje i u PFAE mírně klesla. Ztrátový činitel (Obrázek 9) u obou vzorků vzrostl skoro o více než 1 %.



Obrázek 7 Průrazné napětí před a po experimentu oxidační stability[13]



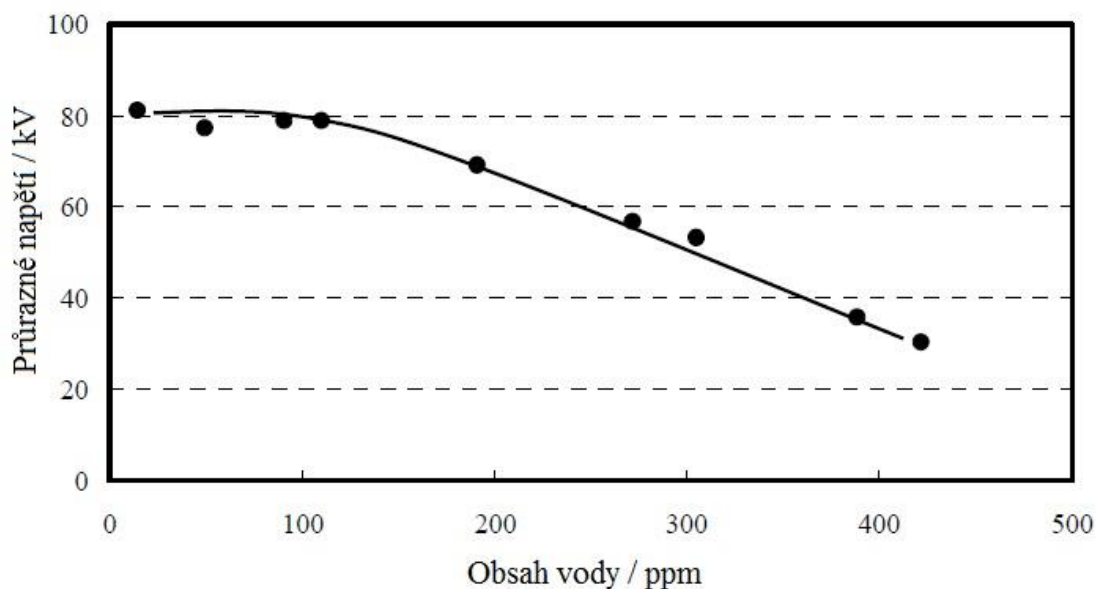
Obrázek 8 Vnitřní rezistivita před a po experimentu oxidační stability[13]



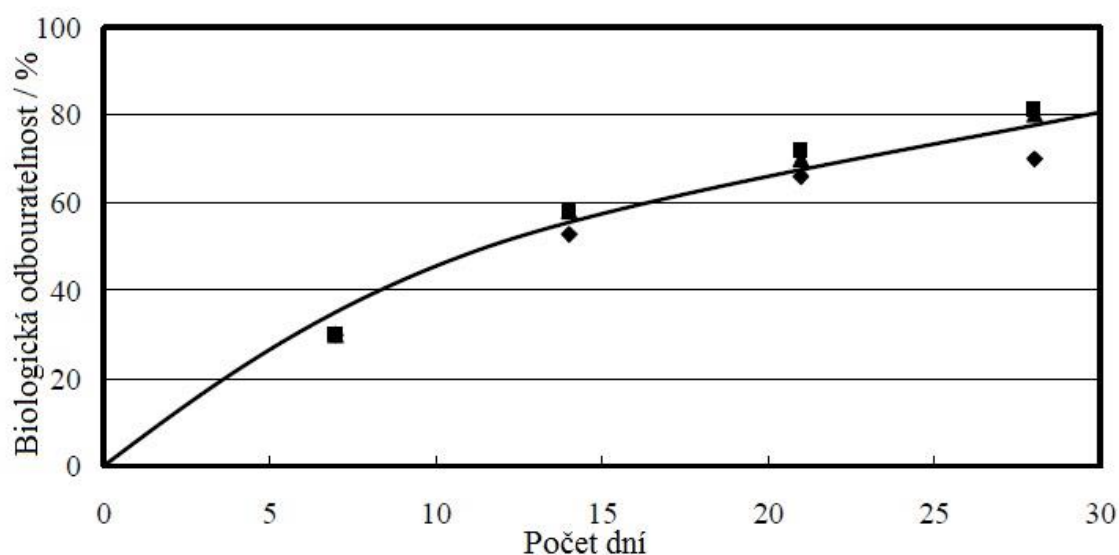
Obrázek 9 Ztrátový činitel před a po experimentu oxidační stability[13]

Výsledky experimentu ukazují, že se obsah vody a neutralizační číslo u PFAE pouze mírně změnily a hodnota průrazného napětí zůstala stejná. Naproti tomu u přírodního oleje je vidět nárůst obsahu vody a neutralizačního čísla spolu s poklesem průrazného napětí. Předpokládá se, že sloučeniny jsou tvořeny nasycenými nebo nenasycenými mastnými kyselinami. Pro příklad, v případě, že relativní rychlost oxidace mastných kyselin s 18 vazebními uhlíky, kde relativní oxidační rychlost kyseliny stearové (nasycená mastná kyselina s žádnou dvojnou vazbou) zvolíme 1, tak u kyseliny olejové (nenasycená kyselina s jednou dvojnou vazbou) se předpokládá rychlost oxidace 10, u kyseliny linolové (nenasycená kyselina se dvěma dvojnými vazbami) 100 a u kyseliny linolenové (nenasycená kyselina se třemi dvojnými vazbami) pak 150. Můžeme předpokládat, že toto je důvod proč oxidace rostlinného oleje s nenasycenými kyselinami postupovala rychleji než u PFAE. Dále byly provedeny experimenty reaktivity na kyslík dle japonské normy K2514: „Oxidační test rotující nádobou“. Zde bylo 50 g oleje, 5 ml

vody a měděný katalyzátor vloženo do tlakové nádoby s tlakoměrem a kyslíkem byl v nádobě vytvořen tlak 620 kPa. Při zachování úhlu nádoby na 30° a teplotě 150 °C bylo nádobou otáčeno rychlostí 100 otáček za minutu. Po experimentu byl měřen čas, za který klesnul tlak v nádobě na 175 kPa. U rostlinného oleje s nenasycenými kyselinami klesnul tlak na tuto úroveň po 8 minutách, u PFAE s nasycenými kyselinami až za 205 minut. Tyto výsledky ukazují na to, že přítomnost nenasycených kyselin ovlivňuje reaktivitu s kyslíkem a je pravděpodobné, že zvýšení obsahu vody v oleji bylo také způsobeno oxidací. Má se za to, že degradace rostlinného oleje pozorovaná s nárůstem obsahu vody má za následek snížení průrazného napětí v tomto oleji. Nicméně, u PFAE zůstalo průrazné napětí na 80 kV i po zvýšení obsahu vody na 50 ppm. Byla tedy změřena závislost mezi obsahem vody a průrazným napětím PFAE. Byl připraven plně saturovaný vzorek, který byl držen ve vlhkosti 80 % při teplotě 30 °C po dobu 1500 minut. Obsah vody ve vzorku byl potom řízen smícháním plně saturovaného vzorku se vzorkem vysušeným. Obsah vlhkosti byl změřen pomocí Karl Fisherovy metody. Výsledky jsou zobrazeny na Obrázek 10, průrazné napětí zůstalo na 80 kV až do obsahu 100 ppm vody a nekleslo pod hodnotu 60 kV při obsahu 200 ppm. Lze usoudit, že průrazné napětí po oxidačním experimentu zůstalo na 80 kV, protože obsah vody po experimentu byl asi 50 ppm. Pro potvrzení bezpečnosti v případě úniku do půdy nebo vody byl proveden test rozložitelnosti dle OECD 301F. Výsledná biologická odbouratelnost po 28 dnech byla 77 % a i po této době měla rostoucí tendenci. Výsledky jsou na Obrázek 11. PFAE má tedy vynikající odbouratelnost i oxidační stabilitu a má se za to, že mechanismus rozkladu u oxidace a u odbouratelnosti se liší. Závěrem, transformátor (6,6 kV na 2000 kVA) naplněný PFAE je již delší dobu (od roku 2008) v provozu a japonské železniční společnosti začínají používat transformátory plněné PFAE.[13]



Obrázek 10 Závislost průrazného napětí na obsahu vody u PFAE[13]



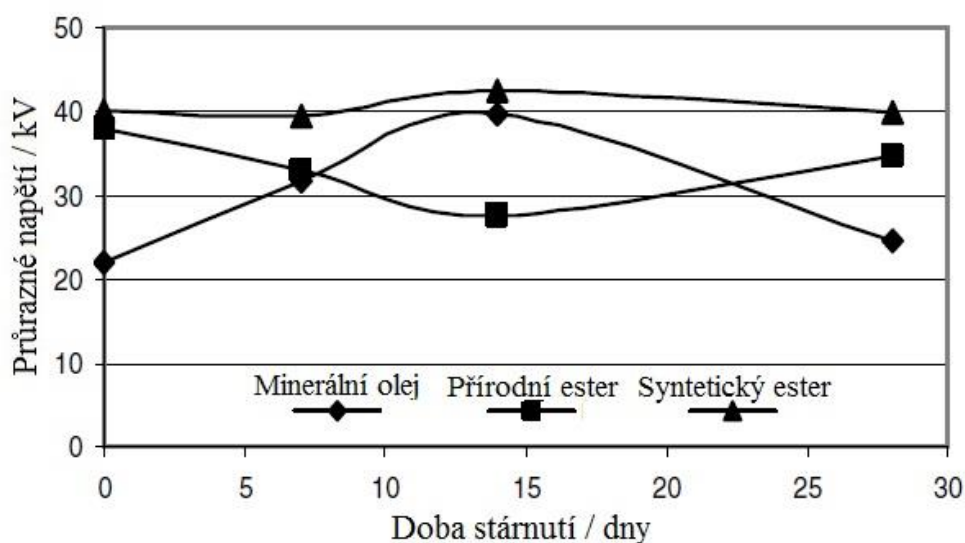
Obrázek 11 Odbouratelnost PFAE[13]

1.5.3 Studie chemické stability esterů pro použití ve vysoko výkonových transformátorech

Výkonové transformátory obvykle používají jako izolaci olej a celulózu. Odborníci na transformátory uvádějí, že celulóza je nejslabším článkem v izolaci transformátoru z důvodu její nesnadné výměny. Má se také za to, že kvalita oleje má, díky vedlejším produktům vznikajícím při stárnutí, vliv na rychlost rozkladu celulózy. Problémy související s degradací izolačních olejů lze rozdělit do dvou oblastí: vliv na dlouhodobý provoz (zvýšená degradace celulózy), zhoršení izolačních vlastností oleje (snížení průrazného napětí). Experiment zkoumá změnu vlastností olejů na bázi esterů ve srovnání s minerálním olejem po stárnutí při zvýšených teplotách s přítomností materiálů, které mohou působit jako katalyzátory a běžně se vyskytují v transformátorech. Jako vzorek byl použit syntetický polyol tetraester a přírodní ester. Oba tyto estery jsou běžně dostupné. Protože se jedná o srovnání, není cílem určit dobu, po jakou bude ester účinně fungovat jako izolátor v provozních podmínkách. Bylo by totiž velmi obtížné extrapolovat rychlost reakce na provozní teploty transformátoru, protože teplotní profil oleje závisí na zatížení, které se mění v průběhu celého dne a roku, místech s vyšší teplotou okolo vodičů a teplotních změnách v důsledku cirkulace kapaliny. Cílem experimentu bylo sledovat změny ve stabilitě a určit jaké parametry sledovat během provozu. Bylo měřeno průrazné napětí, impulzní průrazné napětí, ztrátový činitel, neutralizační číslo a obsah vody. Je třeba zdůraznit, že vlastnosti přírodních esterů nemohou být přímo porovnány s minerálními oleji, díky jejich velmi odlišné chemii. Příkladem je ztrátový činitel, ten u olejů souvisí s počtem polárních skupin v oleji. Jakákoliv změna v tomto parametru může znamenat zhoršení kvality oleje, chemické reakce v průběhu stárnutí produkují tyto polární skupiny. Ztrátový činitel však indikuje pouze údaj o počtu polárních skupin v oleji, ale nic o jejich agresivní povaze nebo dopadu na izolaci transformátoru. Estery mají jinou organickou strukturu než minerální oleje, je jasné, že budou produkovat jiné množství a typ vedlejších produktů během degradace. Vzorky byly umístěny v otevřených nádobách s různými potenciálními katalyzátory po dobu až 28 dní při teplotě 115 °C. Nádoby měly představovat otevřený transformátor

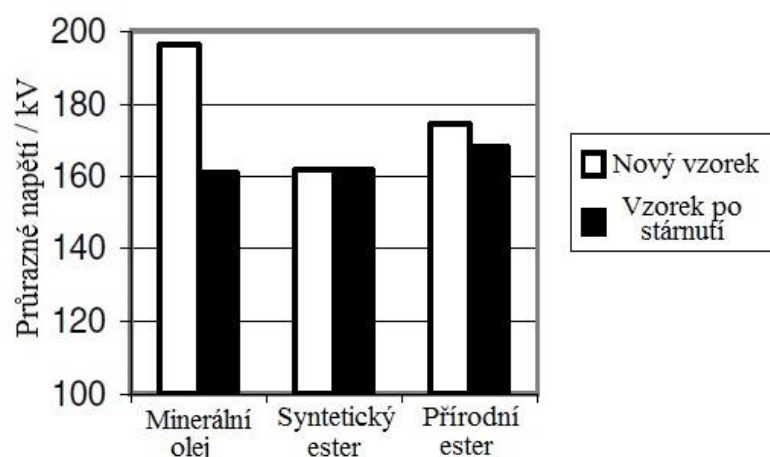
s volným přístupem vzduchu. Jako katalyzátor byla použita měď a ocel se skelnými vlákny. Po stárnutí (7, 14 a 28 dní) byly nádoby okamžitě uzavřeny. Ke změření obsahu vody bylo odebráno několik mililitrů oleje, který byl zahřát na teplotu 140 °C, výsledné plyny byly shromážděny do komory, kde byl změřen obsah vody. Bylo zjištěno, že přírodní ester nedosáhl při Karl Fischerově titraci konečných hodnot. Podle výrobce je to nevhodností Karl Fischerova činidla pro použití s vedlejšími produkty vznikajícími při oxidaci esteru. Toto je další důkaz chemické degradace přírodních esterů.

Pro měření průrazného napětí byl použit přístroj Baur DPA75 s částečně sférickými elektrodami s mezerou mezi elektrodami 1 mm. U každého vzorku byla provedena dostatečná doba míchání vzorku, aby byl umožněn únik bublinek. Při porovnávání průrazných napětí různých vzorků stejného oleje mohou vyvstat potíže. Pokud je množství obsahu vody příliš rozdílné, tak mohou být rozdíly v hodnotách průrazného napětí nesprávně přiděleny chemickým změnám a ne obsahu vody, zejména pokud dosáhne olej plné saturace. Sušení olejů na původní hodnotu může být obtížné. Při chemické degradaci může být voda chemicky spojována s aldehydy, alkoholy a skupinami kyselin. Tato voda nemůže být odstraněna pomocí teploty nebo vakua. Minerální olej a syntetický ester neměly vysoký obsah vody ve smyslu relativní vlhkosti. U přírodního esteru nebyl bohužel zjištěn obsah vody. Oba estery si zachovaly jejich dielektrickou pevnost. Rozdíly v průrazném napětí (Obrázek 12) mohou být způsobeny různým obsahem vody a množstvím nerozpustných produktů stárnutí.



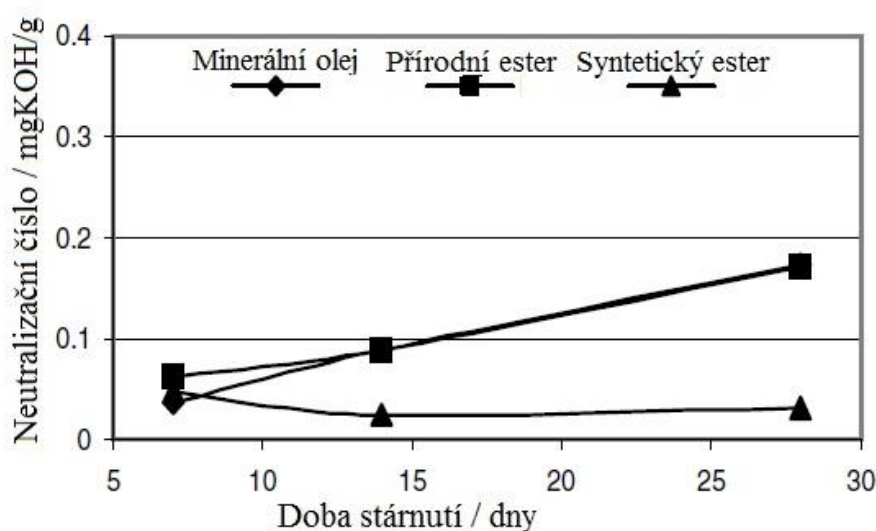
Obrázek 12 Průrazné napětí v průběhu experimentu chemické stability[14]

Pro měření průrazného napětí impulzní metodou byl použit impulzní generátor Haefely. Byly použity sférické mosazné elektrody s průměrem 12,7 mm a mezerou 3,8 mm. Napětí bylo postupně zvyšováno po 10 kV krocích. Byly porovnány vzorky stárnuté s mědí po 28 dní s novými. Nový minerální olej měl hodnotu impulzního průrazného napětí o 10 – 20 % vyšší než nové estery, nicméně toto napětí se u minerálního oleje snižuje rychleji než u esterů (Obrázek 13). Protože se napětí zvyšovalo po krocích 10 kV, může být skutečné průrazné napětí až o 10 kV nižší než bylo naměřeno.

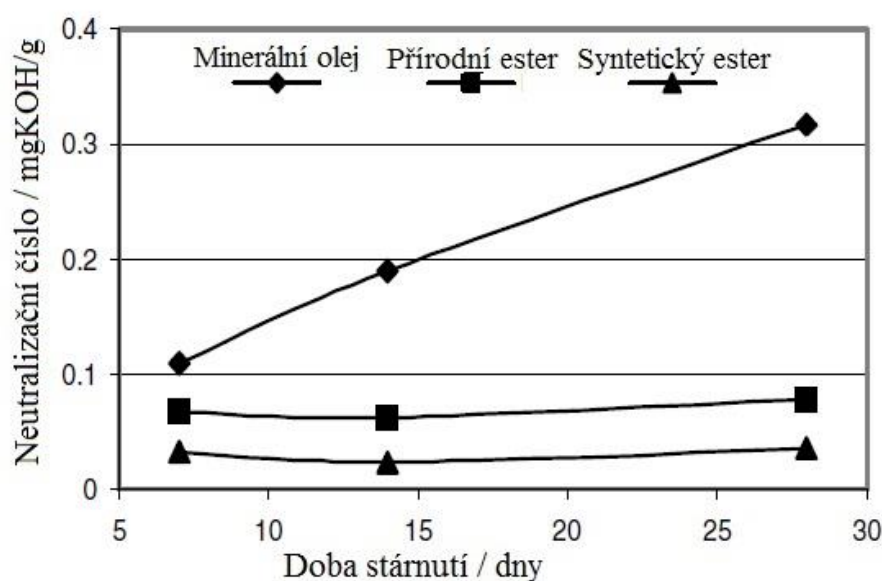


Obrázek 13 Průměrné napětí (impulzní metoda) před a po experimentu chemické stability[14]

Dalším měřeným parametrem bylo neutralizační číslo. Z grafů na Obrázek 14 a Obrázek 15 je vidět vliv přítomnosti mědi při stárnutí, u minerálního oleje jsou hodnoty vyšší, u přírodního esteru naopak nižší. Předpokládá se, že u vzorků stárnutých bez mědi docházelo k hydrolýze, která je prospěšná pro celulózu izolaci. U vzorků stárnutých za přítomnosti mědi a kyslíku se pak předpokládá, že oxidace byla hlavním mechanismem při vytváření hydroperoxidů, tyto pak tvoří aldehydy a ketony, které mají malou anebo žádnou kyselost (malé neutralizační číslo). Syntetický ester se jeví při přítomnosti mědi stabilně a nedochází u něj k hydrolýze ani oxidaci. Neutralizační číslo uvádí pouze množství kyselin přítomných ve vzorku, nikoliv jakýkoliv jejich agresivní charakter. Existují důkazy o tom, že kyseliny vytvořené z esterů hydrolýzou jsou pro celulózu prospěšné, ale kyseliny vytvořené oxidací minerálního oleje jsou naopak škodlivé, je třeba brát tento fakt v potaz při porovnávání různých měření kyselosti (neutralizačního čísla).



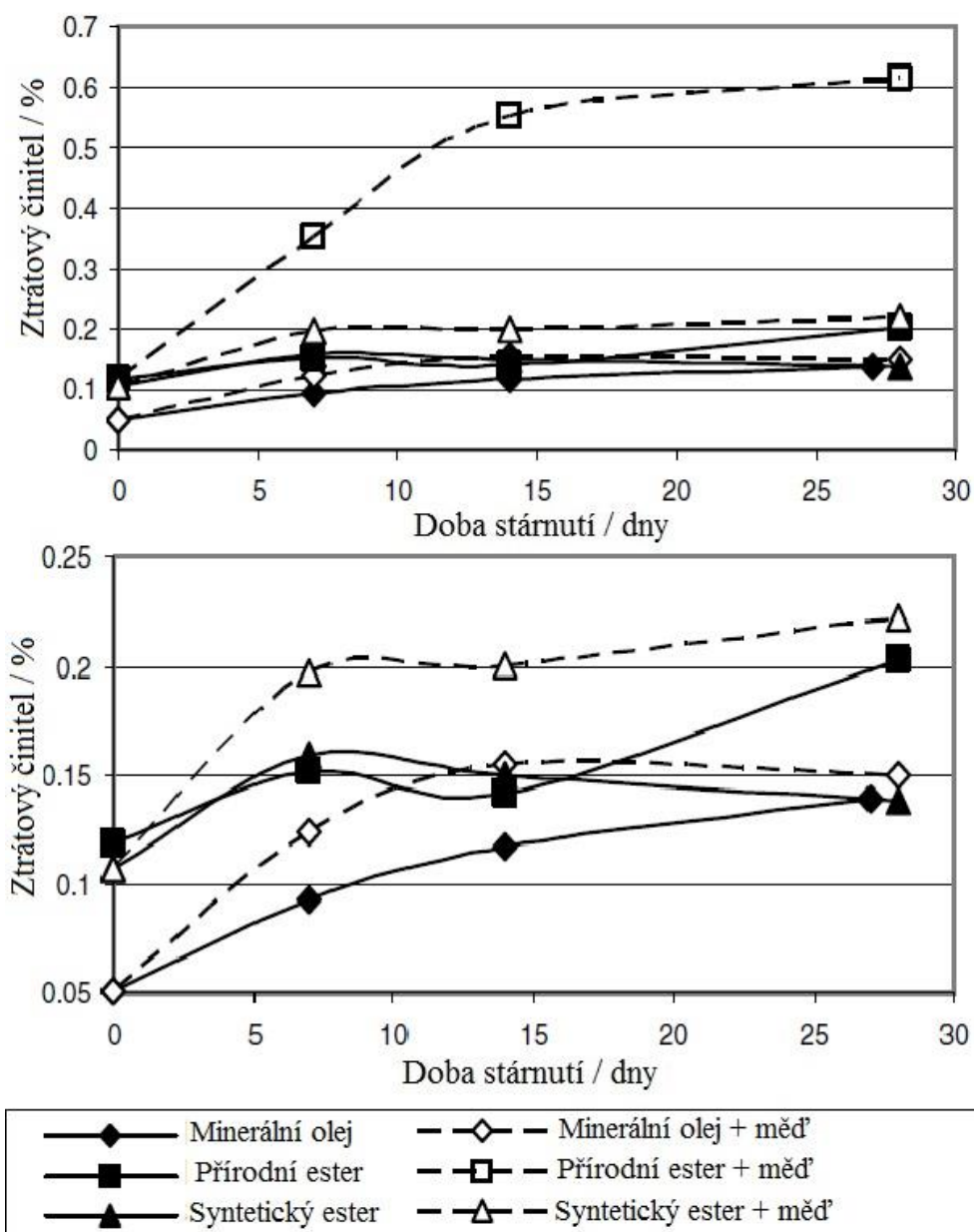
Obrázek 14 Neutralizační číslo v průběhu experimentu chemické stability[14]



Obrázek 15 Neutralizační číslo v průběhu experimentu chemické stability s měděným katalyzátorem[14]

Měření ztrátového činitele probíhalo při teplotě $25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. Nejvýraznější změny ztrátového činitele jsou u přírodního esteru stárnutého s mědí, a to s největší pravděpodobností v důsledku přítomnosti ketonů a aldehydů (Obrázek 16). Jak již bylo řečeno, není vhodné srovnávat jednotlivé úrovně hodnoty ztrátového činitele pro různé oleje, avšak rychlost změny tohoto parametru se zdá být dobrým indikátorem degradace. I když by měla přítomnost kyselin zvyšovat ztrátový činitel je nutno poznamenat, že tato závislost není striktně úměrná ke zvýšení množství kyselin vzhledem ke vzniku dalších nekyselých polárních sloučenin během degradace. Existuje obecný vztah, který říká, pokud je ztrátový činitel konstantní se zvyšujícím se obsahem kyselin může to být důsledkem hydrolýzy a alternativně, pokud je obsah kyselin konstantní s rostoucím ztrátovým činitelem může to být důsledkem oxidace.

Monitorování vlastností oleje během provozu musí být prováděno na základě změření více parametrů. Jsou-li přírodní estery ve styku se vzduchem, mělo by být provedeno měření ztrátového činitele neutralizačního čísla, abychom byli schopni rozlišit, zda se jedná o oxidaci, nebo o hydrolýzu. Vzhledem k tomu, že u syntetického esteru nebyla pozorována žádná změna v neutralizačním čísle, je obtížné stanovit, zda toto platí pro všechny estery. Průrazné napětí se v průběhu experimentu u esterů nezměnilo, což ukazuje na to, že v tomto případě neměla hydrolýza, ani oxidace vliv na dielektrickou pevnost oleje. Tato měření však určují pouze celkovou kvalitu polárních skupin a kyselin přítomných v olejích. Dosud nejsou známy žádné kvalitativní informace o povaze a dopadu na izolaci. K dnešnímu dni jsou známy pouze účinky vedlejších produktů esterů na stárnutí celulózy. Pokud by estery měly pozitivní účinek na stárnutí pevné izolace v transformátorech, což je dosud nejslabší článek v izolaci transformátoru, mohlo by to znamenat, že pevná izolace v transformátoru už by nebyla nejslabším místem.[14]



Obrázek 16 Ztrátový činitel v průběhu experimentu chemické degradace[14]

1.6 Vlastnosti dielektrik

1.6.1 Dielektrická polarizace

Vložení látky do elektrického pole dochází k její polarizaci, tedy dochází k polarizačním procesům. Hlavní podíl na těchto procesech mají vázané nosiče elektrického náboje, vyjma migrační polarizace, kde mají hlavní podíl volné nosiče elektrického náboje. Na polarizaci se lze dívat jak z makroskopického, tak z mikroskopického pohledu. Makroskopický pohled zkoumá vnější projevy polarizačních dějů, nestará se o strukturu materiálu a děje probíhající uvnitř, výsledkem je dipólový

moment dielektrika jako celku. Mikroskopický pohled zkoumá strukturu materiálu a hledá fyzikální podstatu dějů. Zde je výsledkem natočení dipólových momentů ve směru působení elektrického pole. Dle způsobu, jakým dochází k polarizaci, můžeme dielektrika rozdělit na polární a nepolární. Nepolární dielektrika mají zcela symetrickou strukturu, kovalentní chemickou vazbu v neutrálních molekulách, souměrné rozložení vázaného náboje, splývá u nich těžiště kladného a záporného náboje. Při působení elektrického pole se symetrie poruší a molekuly se začínají stáčet ve směru působení pole a vytváří tak indukovaný dipólový moment. Polární dielektrika mají nesymetrickou strukturu, je zde stálá existence dipólového momentu i bez přítomnosti elektrického pole (vlivem chemických vazeb a uspořádání molekuly), v elektrickém poli se dipólové molekuly stáčí ve směru působení pole a vytváří indukovaný dipólový moment. Celkový dipólový moment je pak dán vektorovým součtem stálého a indukovaného dipólového momentu. Mírou polarizace v látce je vektor polarizace P a relativní permitivita ε' . Pokud vložíme dielektrikum do pole o intenzitě E , dojde ke zvýšení indukce D oproti indukci ve vakuu D_0 , a to o hodnotu vektoru polarizace P . Platí vztah:

$$D = D_0 + P \quad (1.1)$$

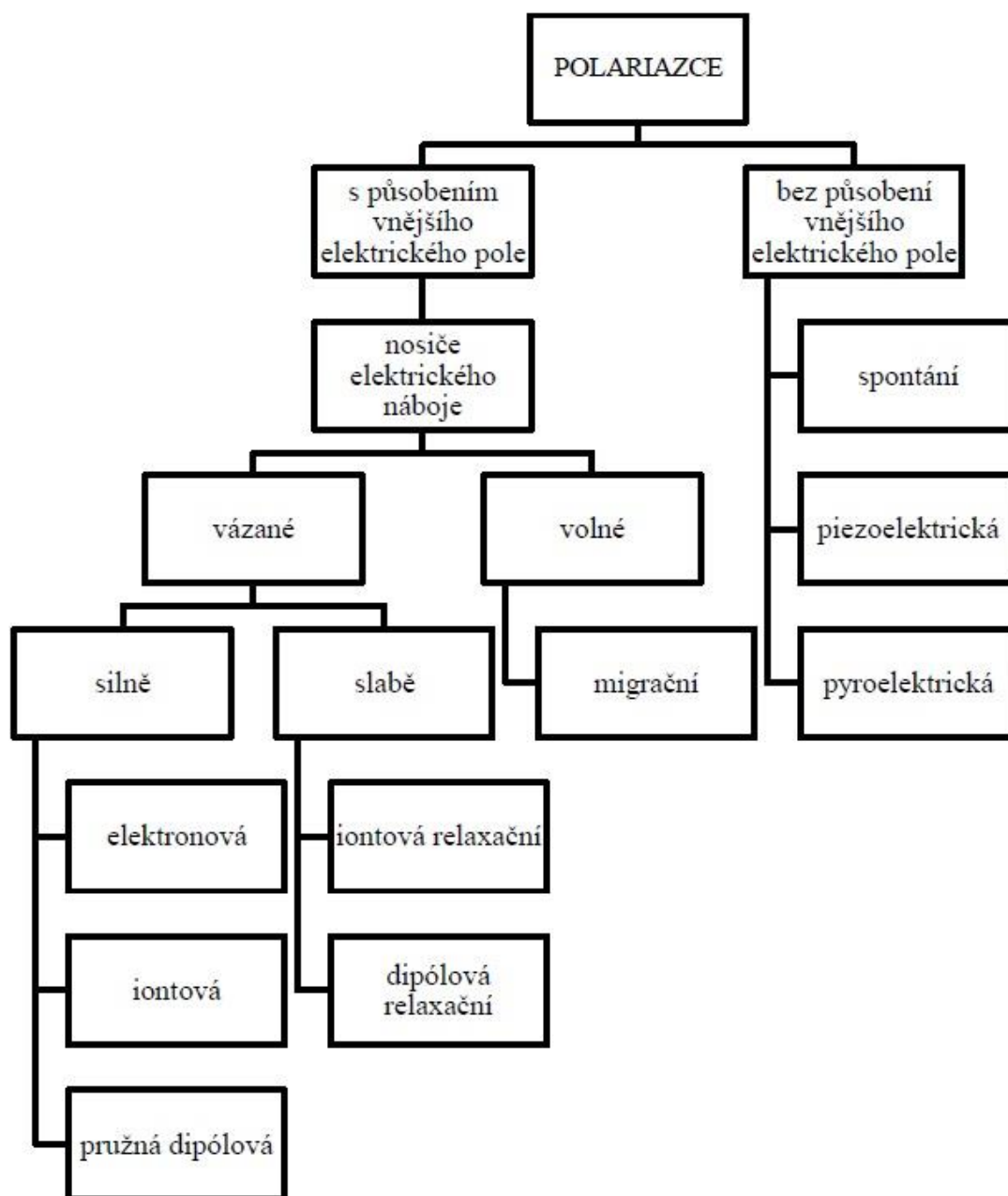
Pro charakterizování polarizačních dějů je nejčastěji používána permitivita, která je činitelem úměrnosti mezi vektory elektrické indukce a intenzity pole. Platí vztah:

$$D = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot E \quad (1.2)$$

Kde, ε_r je relativní permitivita a ε_0 je permitivita vakua ($8,854 \cdot 10^{-12}$). Zvýšení indukce D v důsledku polarizace se při konstantní intenzitě pole E projeví zvýšením náboje kondenzátoru. Tohoto se využívá při určování relativní permitivity, kde se měření indukce převádí na měření kapacity. Potom platí vztah:

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_0} \quad (1.3)$$

Kde, C_x je kapacita měřeného kondenzátoru a C_0 je kapacita stejného kondenzátoru kde je jako dielektrikum vakuum. Relativní permitivita vakua je 1, ve vakuu nemůže docházet k polarizaci. U ostatních materiálů je permitivita větší než 1. Relativní permitivitu nelze pokládat za konstantu díky její tepelné, frekvenční, případně napěťové závislosti.[15]



Obrázek 17 Druhy polarizačních mechanismů [20]

1.6.2 Dielektrické ztráty

Dielektrické ztráty v elektrickém poli představují celkový úhrn energie rozptýlený v objemu dielektrika za jednotku času po vložení do elektrického pole. Energie elektrického pole se mění na teplo a zahřívá dielektrikum. Ztráty se vyskytují ve stejnosměrném i střídavém poli při libovolném průběhu přiloženého napětí. Vznik dielektrických ztrát závisí mimo jiné na struktuře a skupenství izolantu, na obsahu nečistot a skupenství, na vnějších fyzikálních podmínkách. Mezi příčiny dielektrických ztrát patří pohyby volných nosičů elektrického náboje (vodivost), posuny vázaných nosičů elektrického náboje (polarizace), výbojové činnosti (ionizace, částečné výboje).

Vodivostní ztráty se vyskytují ve všech typech dielektrik, vznikají vlivem proudu procházejícího dielektrikem a proudem tekoucím po jeho povrchu (podmíněno úrovní vnitřní a povrchové konduktivity materiálu). Vyskytují se ve stejnosměrném i střídavém elektrickém poli a jejich důsledkem je přeměna elektrické energie na Jouleovo teplo. Fyzikální podstata vodivostních ztrát spočívá ve srážkách volných nosičů náboje s kmitajícími částicemi tvořící strukturu dielektrika. Polarizační ztráty jsou podmíněny polarizačními mechanismy a mají významný podíl na celkové výši ztrát, a to zejména u polárních materiálů. Jejich velikost a frekvenční a teplotní závislost vychází z druhu vyskytujícího se polarizačního mechanismu. Elektronová a iontová polarizace se vyznačuje téměř nulovými ztrátami, naopak dipólová a iontová relaxační polarizace se vyznačuje velkými ztrátami značně závislými na teplotě a frekvenci, díky tomu, že elektrické pole částečně překonává a usměrňuje tepelný pohyb částic). Nejvíce ztrátovou polarizací je potom polarizace mezivrstvová, kde ztráty tvoří pohyb volných nosičů elektrického náboje a rozmístění prostorového náboje vlivem elektrického pole. Dále zde patří ztráty rezonanční, ty se v dielektriku vyskytují v oblasti optických frekvencí. Ionizační ztráty se vyskytují v plynech, také často u tuhých, případně kapalných, dielektrik s plynovými vměstkami. Podmínkou pro jejich vznik je překročení takzvaného prahu ionizace daného plynu. Lavinový nárůst volných nosičů v tomto případě spěje k přechodu k samovolné vodivosti a tím k zapálení samostatného výboje. Účinky výbojů jsou potom příčinou degradace materiálu. Velikost dielektrických ztrát vyjadřuje: ztrátový úhel (δ), ztrátový činitel ($\tan \delta$), ztrátové číslo (ϵ'') a měrné dielektrické ztráty (ztrátový výkon P_z vztažený na jednotkový objem látky).[15]

1.6.3 Elektrická vodivost kapalin

Vodivost spočívá v pohybu volných nebo slabě vázaných elektrických nábojů v elektrickém poli, závisí na druhu nosičů náboje a jejich koncentraci. Dále úzce souvisí s chemickým složením, strukturou a obsahem nečistot a příměsí. Podle chemických vazeb v molekulách se dělí na: kapaliny s kovalentními vazbami, kapaliny s iontovými nebo převážně iontovými vazbami, látky s kovovými vazbami. Kapaliny s kovalentními vazbami mají v čistém stavu elektroizolační vlastnosti. Podle povahy existují: nepolární ($\epsilon' \approx 2$, například minerální oleje), dipólové ($\epsilon' \approx 3-6,5$, například rostlinné oleje, chlorované uhlovodíky), silně dipólové ($\epsilon' \approx 10$ a více, například dokonale čistá voda, koncentrovaná čistá kyselina sírová, alkoholy, ketony). Silně dipólové nelze použít jako izolanty, jelikož jejich molekuly částečně disociují na ionty. Kapaliny s elektroizolačními vlastnostmi mají kovalentní vazby. Jejich vodivost závisí na: obsahu disociovaných příměsí (nečistot, vody) v neutrálních kapalinách, nepatrné disociaci vlastních molekul kapaliny, včetně disociace nečistot, v dipólových kapalinách. Iontová vodivost kapalin je silně závislá na teplotě, především díky výrazné teplotní změně driftové pohyblivosti iontů. Matematická formulace této závislosti, odvozená z modelu dvojité potenciálové jámy, je následovná:

$$\gamma = \frac{a}{T} \cdot e^{\left(-\frac{W}{k \cdot T}\right)} \quad (1.4)$$

$$\frac{a}{T} = A'' \quad (1.5)$$

Za úvahy

$$\gamma = A'' \cdot e^{\left(-\frac{b}{T}\right)}, \quad b = \frac{W}{k} \quad (1.6)$$

je

$$\ln \gamma = \ln A'' - \frac{b}{T} \quad (1.7)$$

po zlogaritmování

Kde W je energie, T teplota, γ konduktivita a A'' , a , b materiálové konstanty.

Další vodivostí v kapalinách je vodivost elektroforetická. Ta se vyskytuje v systémech koloidních látek, volnými nositeli náboje jsou koloidní částice. U kapalných izolantů se vyskytuje emulze a suspenze. Emulze vzniká ze dvou kapalných fází, které se spolu navzájem mísí jen omezeně, nebo vůbec nemísí, přičemž jedna fáze je koloidně rozptýlena (v podobě jemných kapek) v té druhé. Suspenze je soustava nerozpuštěných tuhých látek rozptýlených v dispergujícím kapalném prostředí. Po přiložení elektrického pole vzniká elektroforéza (elektricky nabitě koloidní částice se dostanou do pohybu). Na rozdíl od elektrolyzy se u elektroforézy nevyučují na elektrodách nové látky.[15]

1.7 Měření základních elektrických veličin kapalin

Každý izolant je charakterizován skupinou veličin, které určují jeho základní vlastnosti při vystavení vnějším vlivům. Základní elektrické vlastnosti kapalin můžeme charakterizovat těmito veličinami: relativní permitivita, ztrátový činitel, rezistivita, elektrická pevnost.

Relativní permitivita charakterizuje vliv prostředí na intenzitu elektrického pole, tedy namáhání izolace v tomto poli. U olejů se pohybuje v rozmezí 2 až 3. U kapalných izolantů je úměrná polarizaci. S rostoucí teplotou se hodnota permitivity snižuje, s provozním stárnutím naopak roste. Relativně velké množství nečistot vyvolává pouze malou změnu permitivity. Relativní permitivita udává, kolikrát se zvětšila kapacita kondenzátoru, ve kterém bylo původně místo dielektrika vakuum (případně vzduch). Norma ČSN EN 60247 definuje relativní permitivitu takto: *relativní permitivita izolačního materiálu je poměr kapacity C_x kondenzátoru, ve kterém je prostor mezi elektrodami a kolem elektrod úplně a výhradně naplněný izolačním materiálem, ke kapacitě C_0 té samé konfigurace elektrod ve vakuu; kapacita C_a konfigurace elektrod ve vzduchu se může použít místo C_0 pro určení relativní permitivity s dostatečnou přesností.* Počítá se podle vztahu:

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_a} \quad (1.8)$$

Kde ε_r značí relativní permitivitu, C_x kapacitu kondenzátoru, ve kterém je prostor mezi elektrodami a kolem elektrod úplně a výhradně naplněný izolačním materiálem a C_a kapacitu této stejné konfigurace ve vzduchu.

Ztrátový činitel je dle normy ČSN EN 60247 definován následovně: *dielektrický ztrátový činitel ($\tan \delta$) izolačního materiálu je tangenta ztrátového úhlu; ztrátový úhel je úhel, při kterém je fázový rozdíl mezi použitým napětím a výslednou proudovou odchylkou od $\pi/2$ rad, kde dielektrikum kondenzátoru se skládá výhradně z izolačního materiálu.* Ztrátový činitel vyjadřuje dielektrické ztráty, které jsou přímo úměrné příkonu, který se v elektrickém poli přemění na teplo. Oproti permitivitě, může být $\tan \delta$ u izolačních kapalin silně ovlivněn jen stopovým množstvím rozpuštěných nečistot nebo koloidních částic. Dále je ztrátový činitel zpravidla velmi citlivý na změnu teploty, tato závislost je zpravidla exponenciální.

Vnitřní rezistivitu definuje norma ČSN EN 60247 takto: *vnitřní rezistivita izolačního materiálu je podíl intenzity stejnosměrného elektrického pole a hustoty ustáleného elektrického proudu v materiálu*. U izolačních olejů, jakožto u nepolárních látek, je elektrická vodivost způsobena především vlhkostí a cizími složkami. Velikost elektrické vodivosti, což je převrácená hodnota vnitřní rezistivity, je závislá na vlhkosti, obsahu nečistot, na teplotě (tato závislost je nepřímo úměrná a je exponenciální). Dále může být velikost rezistivity ovlivněna velikostí použitého napětí. Pro porovnání je proto nutné provádět měření při stejné velikosti napětí se stejnou polaritou. Vnitřní rezistivitu lze určit z protékajícího proudu vzorkem. Při měření musí být měřicí zařízení připojeno tak, aby kladný potenciál byl přiveden na venkovní elektrodu. Pokud není uvedeno jinak, hodnota rezistivity se odečítá po jedné minutě elektrizace vzorku. Jednotkou rezistivity je ohmmetr (Ωm). Hodnota vnitřní rezistivity se počítá podle vztahu:

$$\rho_v = \frac{1}{\varepsilon_0} \cdot C_0 \cdot R_v \quad (1.9)$$

Kde ρ_v je vnitřní rezistivita, ε_0 permitivita vakua, C_0 kapacita prázdné měřicí nádoby a R_v naměřená hodnota vnitřního odporu spočítaná podle Ohmova zákona.

Elektrická pevnost je definovaná jako poměr průrazného napětí vztaženého na vzdálenost zkušebních elektrod. Průrazné napětí je nejmenší napětí naměřené při zkoušce při vzniku výboje. Podle naměřené hodnoty průrazného napětí můžeme usuzovat, zda olej obsahuje emulgovanou vodu nebo nečistoty a plyny. Výsledky mohou být ovlivněny dobou mezi jednotlivými přeskoky, počtem průrazů, dobou působení napětí, čistotou měřicí aparatury, dobou mezi zkouškou a nalitím oleje do měřicí aparatury. Pro měření průrazného napětí se u kapalných izolantů používají definované semisférické leštěné elektrody (vyrobeny z mosazi, bronzu nebo austenitické korozivzdorné oceli) s pevnou vzdáleností 2,5 mm ($\pm 0,05$ mm), objem zkušební komůrky musí být v rozmezí 350 až 600 ml, je nutné dávat pozor, aby při plnění nevznikaly bubliny. Na jednom vzorku se provádí šest průrazů v řadě za sebou v pětiminutových intervalech. Z naměřených hodnot se stanovuje aritmetickým průměrem střední hodnota průrazného napětí $\overline{U_p}$ v kV, směrodatná odchylka s v kV a variační koeficient (v %).

$$\overline{U_p} = \frac{\sum_{i=1}^n U_{pi}}{n} \quad (1.10)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\overline{U_p} - U_{pi})^2}{n - 1}} \quad (1.11)$$

$$v = \frac{s}{\overline{U_p}} \cdot 100\% \quad (1.12)$$

Kde U_{pi} je hodnota průrazného napětí jednotlivých průrazů v kV, n je počet průrazů a v je variační koeficient (v %). Je-li hodnota variačního koeficientu větší než 20 %, zkouška se opakuje s novým vzorkem izolantu ze stejné várky, pokud ani poté není variační koeficient nižší než 20 % tak izolant nevyhovuje.[16] [17]

2 PRAKTICKÁ ČÁST

2.1 Měřicí zařízení

K měření teplotní závislosti rezistivity, permitivity a ztrátového činitele daných vzorků byl použit analyzátor olejů a pevných dielektrik 2830/2831 společnosti TETTEX spojený s komorou pro měření kapalných izolačních materiálů 2903 téže společnosti. K měření frekvenční závislosti permitivity a ztrátového činitele byl použit přístroj Agilent 16452A. A pro měření průrazu byl použit přístroj BAUR DTA 100 C.

2.1.1 TETTEX 2830/2831

Pro měření kapacity a ztrátového činitele využívá přístroj metodu dvojitého vektormetru, kde je referenčním kondenzátorem C_N měřen proud I_N a měřeným objektem C_X proud I_X . Obě větve jsou napájeny vestavěným zdrojem a oba proudy jsou měřeny nastavitelnými precizními bočníky a následně digitalizovány. Tato digitalizovaná data jsou následně zpracovávána vestavěným PC. Pro výpočet permitivity je využit tento vzorec:

$$\varepsilon_r = \frac{C_x}{C_a} \quad (1.13)$$

Kde ε_r je relativní permitivita, C_x měřená kapacita měřicí buňky s tekutým dielektrikem a C_a měřená kapacita prázdné měřicí komory.

Měření rezistivity obstarává vestavěný pikoampérmetr a vysokonapěťový zdroj stejnosměrného napětí, tyto hodnoty jsou následně digitalizovány. Pro výpočet rezistivity kapalných izolačních materiálů využívá přístroj následující vzorec:

$$\rho_v = K \cdot \frac{U}{I} \quad (1.14)$$

Kde K je konstanta buňky v metrech, U měřící napětí a I měřící proud.

Přístroj měří velmi přesně a stabilně kapacitu, ztrátový činitel a stejnosměrný odpor, pro názornost Obrázek 18 zobrazuje technické parametry přístroje a Obrázek 19 celý přístroj.[18]

Měření 2830	Rozsah	Max. rozlišení	Přesnost
Ztrátový činitel ($\tan \delta$)	0 .. 100	1×10^{-5}	$\pm 0.5 \% \text{ rdg} \pm 1 \times 10^{-5}$
Kapacita	$\geq 10 \text{ pF}$	0.001 pF	$\pm 0.2 \% \text{ rdg} \pm 0.01 \text{ pF}$
Relativní permittivita ϵ_r	1 .. 30	1×10^{-3}	
Rezistivita	120 k Ω .. 5 T Ω	1 k Ω	$< 1 \text{ T}\Omega \pm 5 \% \text{ rdg} + 3 \text{ digits}$ $\geq 1 \text{ T}\Omega \pm 15 \% \text{ rdg} + 3 \text{ digits}$
Rezistivita (tekutá)	900 k Ωm .. 27 T Ωm		
Rezistivita (pevná)	2.4 M Ωm .. 80 T Ωm		
Měřicí proud @vstup Cx	10 uA .. 10 mA	0.01 uA	$\pm 0.1 \% \text{ rdg} \pm 0.1 \text{ uA}$
Měřicí proud @ vstup Cn	10 uA .. 10 mA	0.01 uA	$\pm 0.1 \% \text{ rdg} \pm 0.1 \text{ uA}$
Měřicí frekvence	15 .. 100 Hz	0.01 Hz	$\pm 0.1 \% \text{ rdg} \pm 0.1 \text{ Hz}$
Zdroje 2831	Rozsah	Max. rozlišení	Přesnost
AC měřicí napětí	40 .. 2.5 kV	1 V	$\pm 0.3 \% \text{ rdg} \pm 1 \text{ V}$
AC Frekvence	40 .. 65 Hz	0.1 Hz	
AC proud max.	5 mA		
DC měřicí napětí	250 .. 2.5 kV	25 V	$+ 10 \% \text{ rdg} \pm 20 \text{ V}$
Ohřev			
Teplota	Ambient - 250°C	0.1°C	$\pm 0.5^\circ\text{C}$
Interní normálový kondenzátor	Hodnota		Přesnost
Ztrátový činitel ($\tan \delta$)	1×10^{-5}		$\pm 2 \times 10^{-5}$
Kapacita	1 nF $\pm 5 \%$ @ 25 °C		20 ppm/°C

Obrázek 18 Technický list přístroje TETTEX 2830/2831[18]



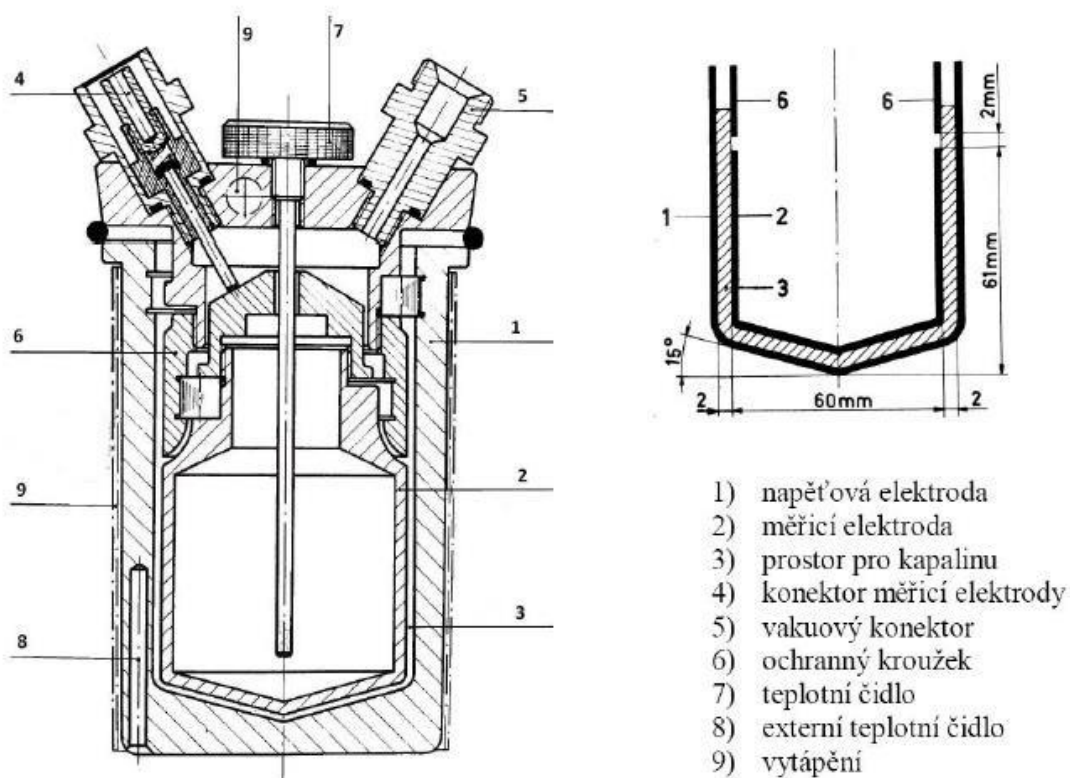
Obrázek 19 Analyzátor olejů a pevných dielektrik TETTEX 2830/2831[18]

2.1.2 TETTEX 2903

Zkušební komora pro měření kapalných izolačních materiálů byla navržena jako válcový kondenzátor se stíněnou měřicí elektrodou, kvůli zamezení vzniku částečných kondenzátorů, které by mohly ovlivnit výsledky testu. Design zkušební komory je v souladu se specifikacemi VDE 0303, 0370 (Fed. Republika Německo), SEV (Švýcarsko) a doporučení CIGRE. IEC a ISO, jakož i s normami ASTM (USA). Mezera mezi elektrodami je 2 mm, objem kapaliny v komoře je pak 40 ml. Na Obrázek 20 je zobrazena zkušební komora a na Obrázek 21 potom vnitřní schéma komory.[19]



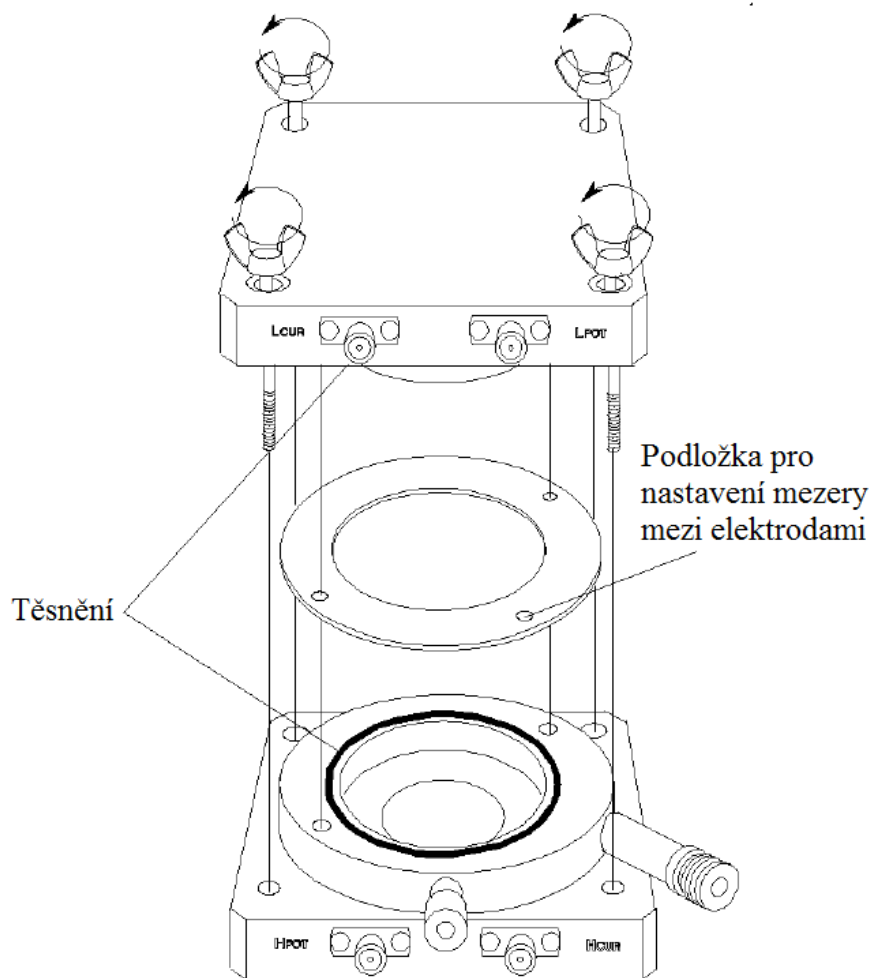
Obrázek 20 Zkušební komora TETTEX 2903[20]



Obrázek 21 Vnitřní schéma komory TETTEX 2903[20]

2.1.3 Agilent 16452A

Jedná se o přístroj pro měření frekvenčních závislostí dielektrických konstant kapalných materiálů. Naměřená data byla posílána do počítače, kde byla zapisována. Vzdálenost elektrod byla nastavena na 0,3 mm. Měřicí komora připojená k přístroji je na Obrázek 22. Objem kapaliny v komoře je 3,4 ml. [21]



Obrázek 22 Měřicí komora pro měření frekvenční závislosti[21]

2.1.4 BAUR DTA 100 C

Jedná se o přístroj vyvinutý pro automatické měření průrazu kapalin. Rozsah zkušebního napětí je 0 až 100 kV_{eff}. Přesnost přístroje je ± 1 kV na rozsahu 100 kV, rozlišení je 0,1 kV. V přístroji je naprogramováno 18 měřících sekvencí podle zkušebních norem (ASTM, IEC, IRAM a další), dále je zde možnost naprogramovat dalších 10 sekvencí. Objem kapaliny v měřicí komoře je 400 ml. Vzdálenost elektrod byla nastavena na 2,5 mm[22]



Obrázek 23 Přístroj BAUR DTA 100 C[22]

2.2 Měření vzorky

Bylo změřeno 8 vzorků rostlinných olejů (Tabulka 5). Poté 4 vzorky složek rostlinných olejů, jmenovitě: kyselina olejová, kyselina linolová, methyl laurate a ethyloleát (popis těchto složek je uveden v kapitole 1.3). Dále pak měřo b100, což je methylester řepkového oleje, skládá se z 98 % z methylesteru mastných kyselin řepkového oleje a 1 % tvoří mono, di a triglyceridy, má nažloutlou barvu a bod vzplanutí 130 °C. A minerální olej trafo CZ-A.

Tabulka 5 Složení měřených vzorků rostlinných olejů [23]

hodnoty v g / 100 g	kyselina palmitová	kyselina stearová	kyselina olejová	kyselina linolová	kyselina linolenová
surový sojový	11	4	24	54	7
slunečnicový	6,5	5	24	63	0,5
rýžový			46	36	1
řepkový	4,5	1,5	56	20	11
řepkový nerafinovaný	4,5	1,5	56	20	11
kukuřičný	11	2	28	58	1
slunečnicový HOSO	4	5	83-85	5	2
olivový	11,5	2,5	74	9,5	<1

2.3 Popis měření

Měření teplotní závislosti probíhalo dle normy ČSN EN 60247 na přístroji TETTEX. Před začátkem každého měření byla nejprve změřena kapacita prázdné komory (vzduchového kondenzátoru) při napětí 500 V a frekvenci 50 Hz, tuto hodnotu poté přístroj používal k výpočtu relativní permitivity. Po změření této hodnoty byla komora naplněna 40 ml daného vzorku. U všech vzorků byla následně změřena relativní permitivita, ztrátový činitel a rezistivita (vyjma transformátorového oleje CZ-A, kde byla hodnota rezistivity mimo rozsah přístroje) a to při teplotě okolí a při 40, 55, 70, 90 a 110 °C. Po každém měření byla komora vyčištěna dle normy ČSN EN 60247.

Frekvenční závislost relativní permitivity a ztrátového činitele byla měřena na přístroji Agilent 16452 A. Na začátku měření byla, stejně jako u měření teplotní závislosti, změřena kapacita prázdné komory, zde v rozsahu frekvencí 20 Hz až 2 MHz, a stejně jako v předchozím případě byla použita pro výpočet relativní permitivity. Komora byla poté naplněna 3,4 ml daného vzorku a byla změřena frekvenční závislost relativní permitivity a ztrátového činitele každého vzorku v rozsahu 20 Hz až 2 MHz za pokojové teploty. Komora byla po každém měření pečlivě vyčištěna.

Průrazné napětí bylo měřeno na přístroji BAUR DTA 100 C a to dle normy ČSN EN 60156. Komora byla naplněna 400 ml daného vzorku, vzdálenost elektrod nastavena na 2,5 mm. Po zapnutí programu bylo spuštěno magnetické míchání po dobu 5 minut pro ustálení kapaliny a únik případných bublinek. Po uplynutí této doby změřil přístroj hodnotu průrazného napětí, a to celkem šestkrát, se dvouminutovým intervalem mezi měřeními. Měření probíhalo za pokojové teploty. Po každém měření byla komora pečlivě vyčištěna.

2.4 Matematicko-fyzikální interpretace

Naměřené hodnoty vnitřní rezistivity byly proloženy funkcí popisující rezistivitu materiálu, tato funkce vychází z rovnice:

$$\gamma = A'' \cdot e^{\left(-\frac{b}{T}\right)} \quad (1.15)$$

Konduktivita je převrácenou hodnotou rezistivity, můžeme tedy rovnici upravit takto:

$$\rho = A''^{-1} \cdot e^{\left(\frac{b}{T}\right)} \quad (1.16)$$

Materiálová konstanta A'' u konduktivity má jednotku $S \cdot m^{-1}$, převrácená hodnota, platná pro rezistivitu, má potom jednotku Ωm . Rovnici tedy upravíme do vztahu:

$$\rho = A \cdot e^{\left(\frac{b}{T}\right)} \quad (1.17)$$

Kde potom ρ značí rezistivitu, T teplotu, A a b materiálové konstanty. Po zlogaritmování dostaneme vztah:

$$\ln(\rho) = \ln(A) + \frac{b}{T} \quad (1.18)$$

Pro výpočet konstant A a b byla použita metoda nejmenších čtverců, pro $\ln(A)$

použijeme substituci $A' = \ln(A)$. Tedy:

$$S = (-\ln(\rho) + A' + \frac{b}{T})^2 \quad (1.19) \quad (1.20)$$

zderivujeme rovnici podle A' :

$$S'_{A'} = 2 \cdot (-\ln(\rho) + A' + \frac{b}{T}) \cdot 1 \quad (1.21)$$

a podle b :

$$S'_b = 2 \cdot (-\ln(\rho) + A' + \frac{b}{T}) \cdot \frac{1}{T} \quad (1.22)$$

zpětně převedeme a upravíme:

$$\ln(\rho) = A' + \frac{b}{T} \quad (1.23)$$

$$\frac{\ln(\rho)}{T} = \frac{A'}{T} + \frac{b}{T^2} \quad (1.24)$$

dle metody nejmenších čtverců vytvoříme:

$$\sum_0^n \ln(\rho) = A' \cdot n + b \cdot \sum_0^n \frac{1}{T} \quad (1.25)$$

$$\sum_0^n \frac{\ln(\rho)}{T} = A' \cdot \sum_0^n \frac{1}{T} + b \cdot \sum_0^n \frac{1}{T^2} \quad (1.26)$$

a vytvoříme matici:

$$\begin{pmatrix} n & \sum_0^n \frac{1}{T} \\ \sum_0^n \frac{1}{T} & \sum_0^n \frac{1}{T^2} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} A' \\ b \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sum_0^n \ln(\rho) \\ \sum_0^n \frac{\ln(\rho)}{T} \end{pmatrix} \quad (1.27)$$

po dosazení hodnot vypočítáme determinanty D , $D_{A'}$ a D_b . A potom samotné konstanty A a b :

$$A' = \frac{D_{A'}}{D} \quad (1.28)$$

$$A = e^{A'} \quad (1.29)$$

$$b = \frac{D_b}{D} \quad (1.30)$$

Semilogaritmická závislost rezistivity na převrácené hodnotě teploty byla poté proložena funkcí:

$$\ln(\rho) = \ln(A) + \frac{b}{T} \quad (1.31)$$

Dále platí:

$$b = \frac{W}{k} \quad (1.32)$$

kde b je materiálová konstanta, W energie (výše potenciálové bariéry v modelu dvojité potenciálové jámy) a k ($1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$) je Boltzmannova konstanta. Po úpravě dostaneme rovnici:

$$W = b \cdot k \quad (1.33)$$

Pro výpočet aktivační energie pak:

$$W_a = b \cdot k \cdot N_A \quad (1.34)$$

kde N_A je Avogardova konstanta a W_a aktivační energie. Naměřené a vypočtené hodnoty jsou uvedeny v Tabulka 6.

Tabulka 6 Naměřené hodnoty rezistivity a vypočtené hodnoty aktivační energie

	ρ (Ωm)		A (Ωm)	b (K)	W_a ($\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$)
	25 °C	90 °C			
surový sojový	7,615E+08	5,426E+07	9,061E+02	4,000E+03	3,325E+04
slunečnicový	3,400E+10	2,930E+09	5,360E+04	3,989E+03	3,315E+04
rýžový	8,665E+10	5,370E+09	9,213E+03	4,793E+03	3,984E+04
řepkový	9,824E+10	4,540E+09	3,647E+03	5,089E+03	4,230E+04
řepkový nerafinovaný	2,570E+09	1,516E+08	1,056E+03	4,319E+03	3,590E+04
meřo b100	1,114E+08	2,300E+07	2,736E+04	2,440E+03	2,028E+04
kukuřičný	3,590E+10	4,620E+09	7,275E+04	4,013E+03	3,335E+04
slunečnicový HOSO	1,237E+11	7,810E+09	7,291E+04	4,228E+03	3,514E+04
olivový	4,636E+10	2,580E+09	1,185E+04	4,458E+03	3,705E+04
trafo CZ-A (40 °C)	1,013E+13	7,580E+11	2,392E+05	5,481E+03	4,556E+04
kyselina olejová	2,862E+11	3,410E+09	1,399E+00	7,840E+03	6,517E+04
methyl laurate	3,120E+09	4,810E+08	5,796E+05	2,469E+03	2,052E+04
kyselina linolová	1,980E+10	1,280E+09	5,811E+02	5,224E+03	4,342E+04
ethyleleát	2,330E+10	1,350E+09	4,400E+03	4,578E+03	3,805E+04

Teplotní závislost ztrátového činitele byla proložena empirickou funkcí:

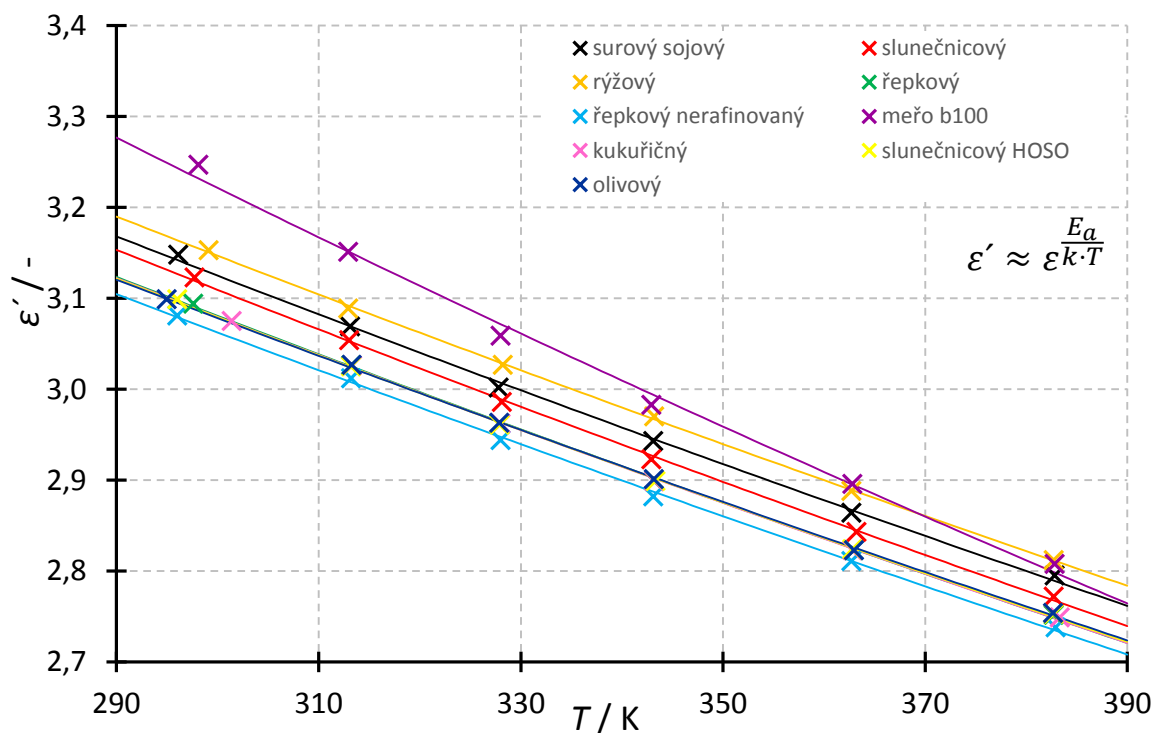
$$tg(\delta) = C \cdot e^{d \cdot T} \quad (1.35)$$

Parametry C a d byly vypočítány metodou nejmenších čtverců obdobně jako u rezistivity.

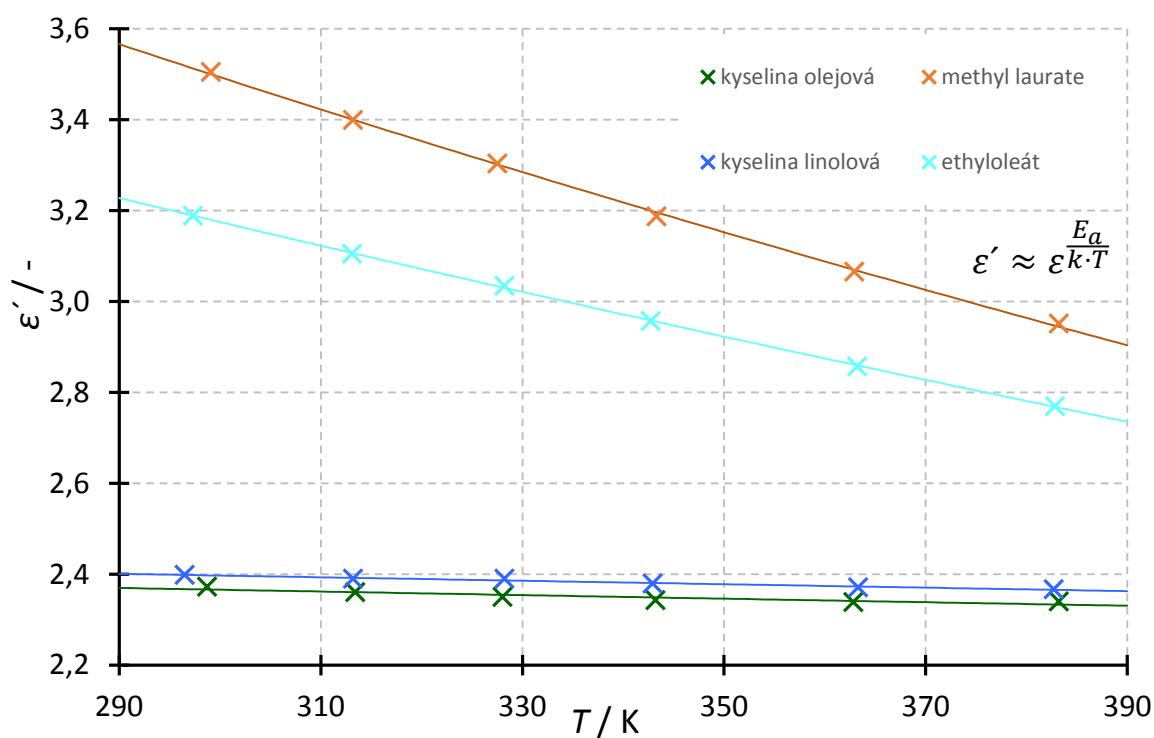
2.5 Výsledky měření

Tabulka 7 Naměřené hodnoty relativní permitivity a ztrátového činitele vzorků

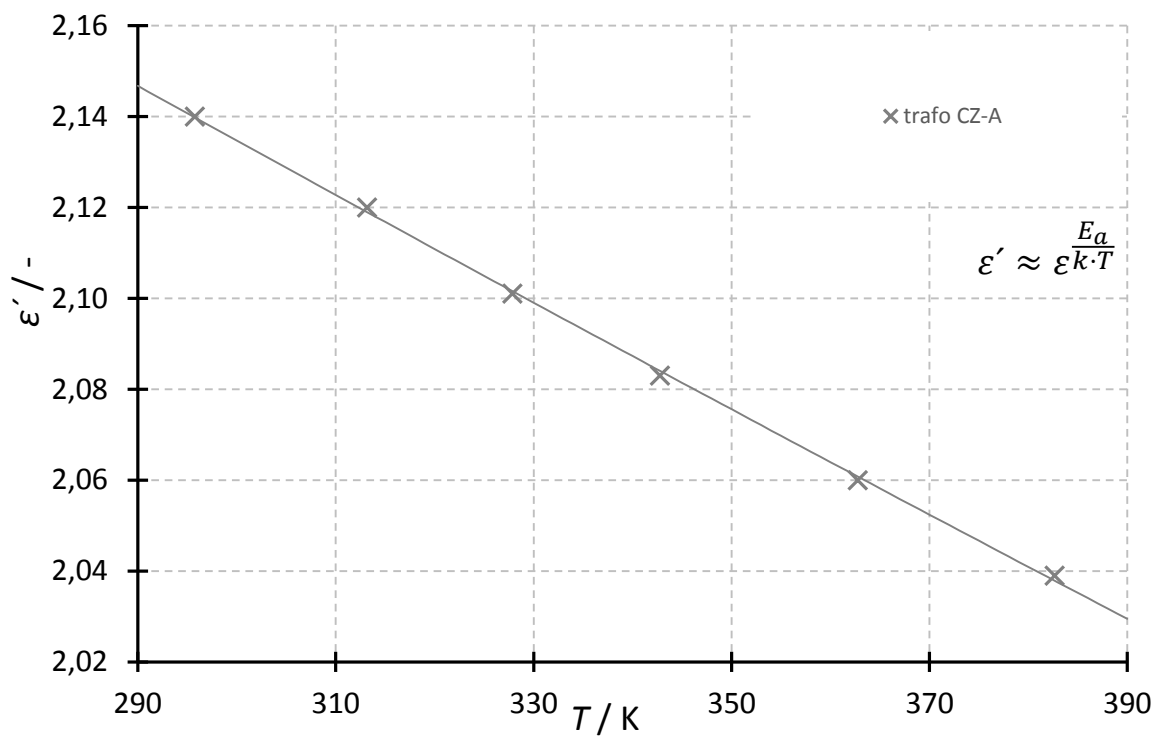
	$\varepsilon' (-)$		$\operatorname{tg} \delta (-)$	
	25 °C	90 °C	25 °C	90 °C
surový sojový	3,148	2,864	0,1770	2,4470
slunečnicový	3,123	2,843	0,0051	0,0828
rýžový	3,153	2,888	0,0015	0,0278
řepkový	3,094	2,823	0,0017	0,0424
řepkový nerafinovaný	3,081	2,811	0,0591	0,9537
meřo b100	3,247	2,896	1,1400	6,8270
kukuřičný	3,075	2,823	0,0018	0,0301
slunečnicový HOSO	3,099	2,824	0,0011	0,0258
olivový	3,099	2,823	0,0037	0,0591
trafo CZ-A	2,140	2,060	0,00004	0,0006
kyselina olejová	2,373	2,339	0,00052	0,0472
methyl laurate	3,505	3,066	0,0461	0,3963
kyselina linolová	2,399	2,371	0,0083	0,1220
ethyloleát	3,189	2,857	0,0039	0,1090



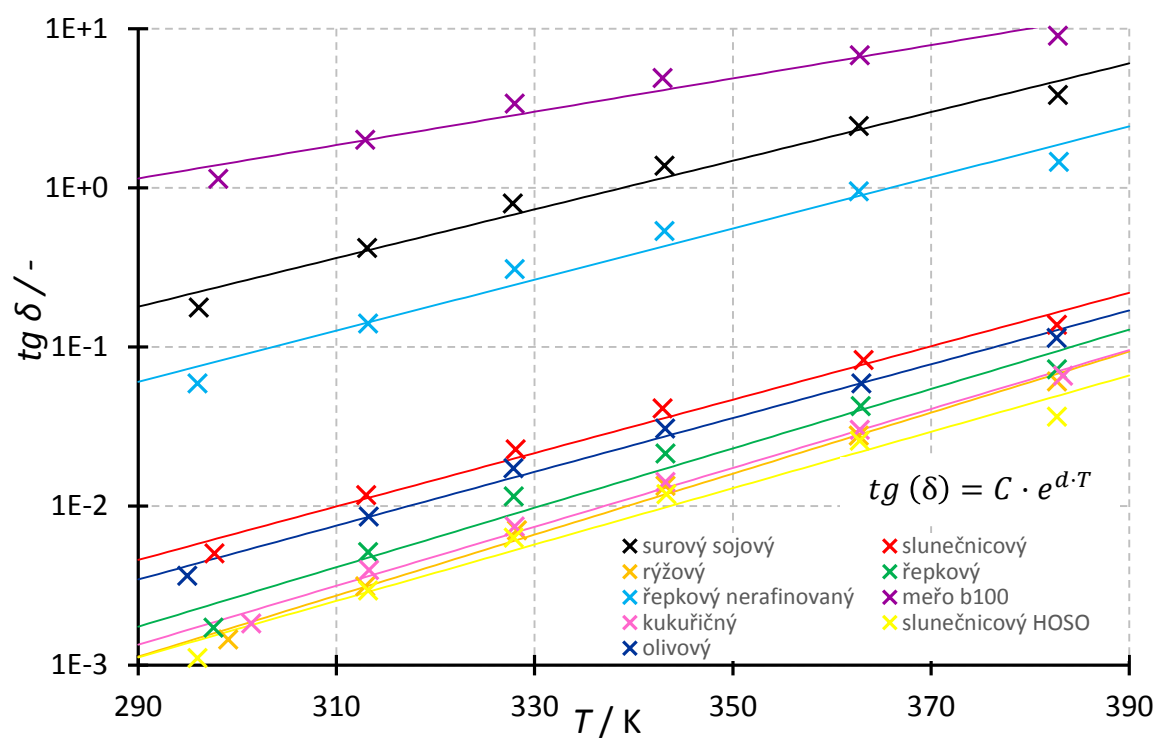
Obrázek 24 Závislost relativní permitivity rostlinných olejů na teplotě



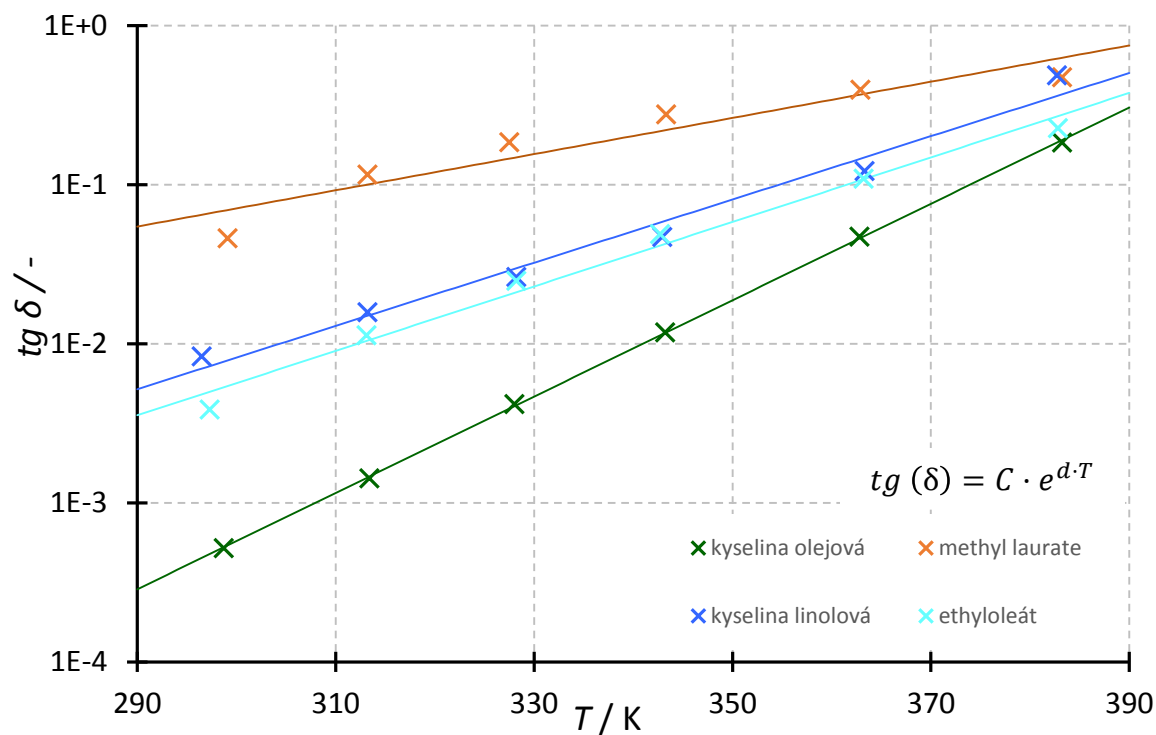
Obrázek 25 Závislost relativní permitivity složek rostlinných olejů na teplotě



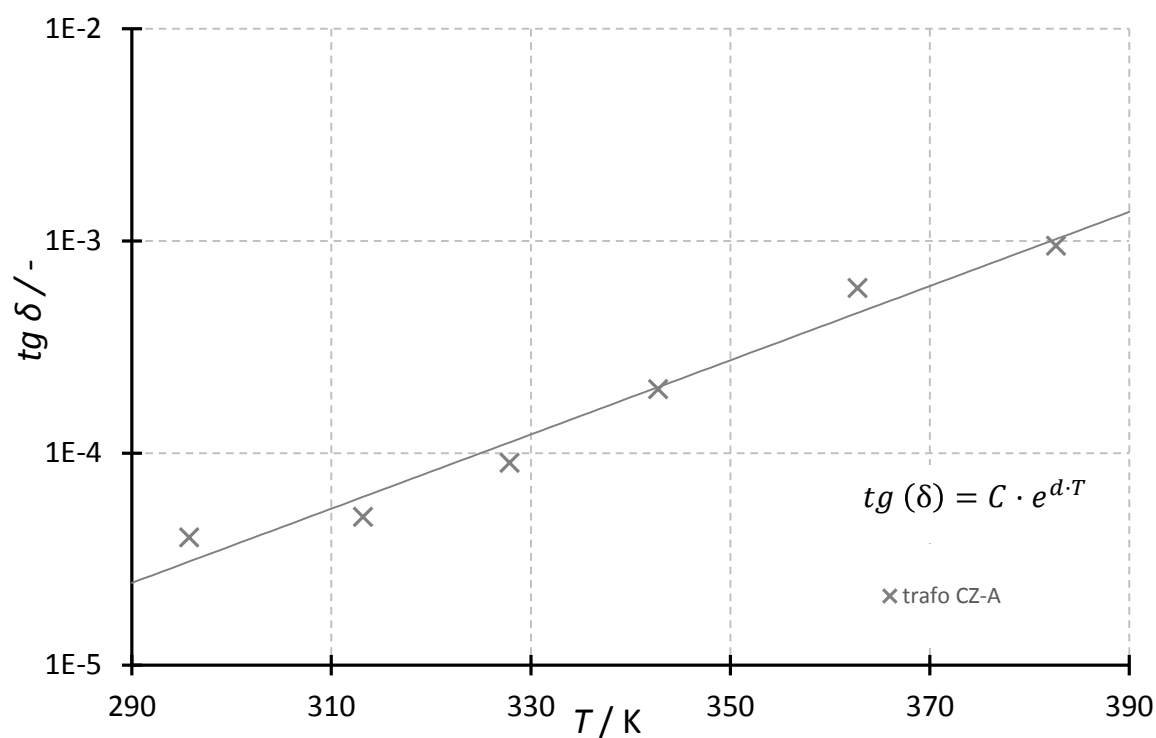
Obrázek 26 Závislost relativní permitivity minerálního oleje trafo CZ-A na teplotě



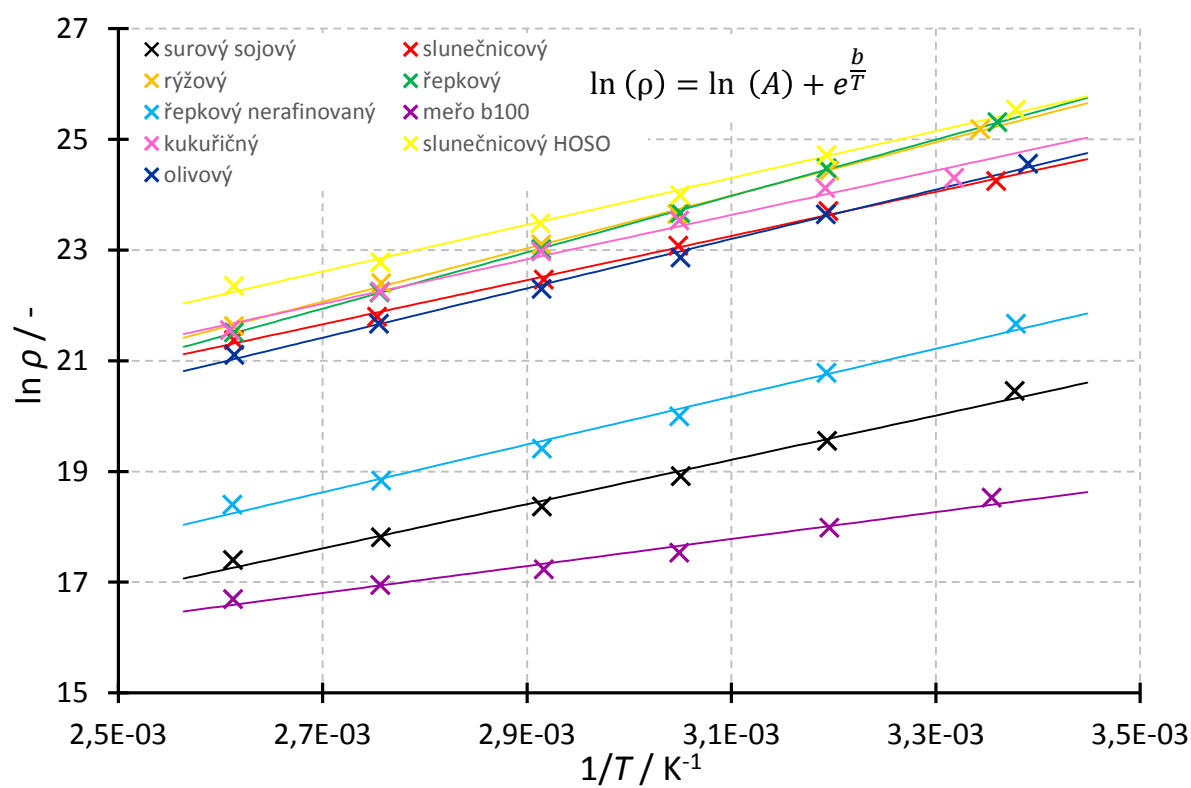
Obrázek 27 Závislost ztrátového činitele rostlinných olejů na teplotě



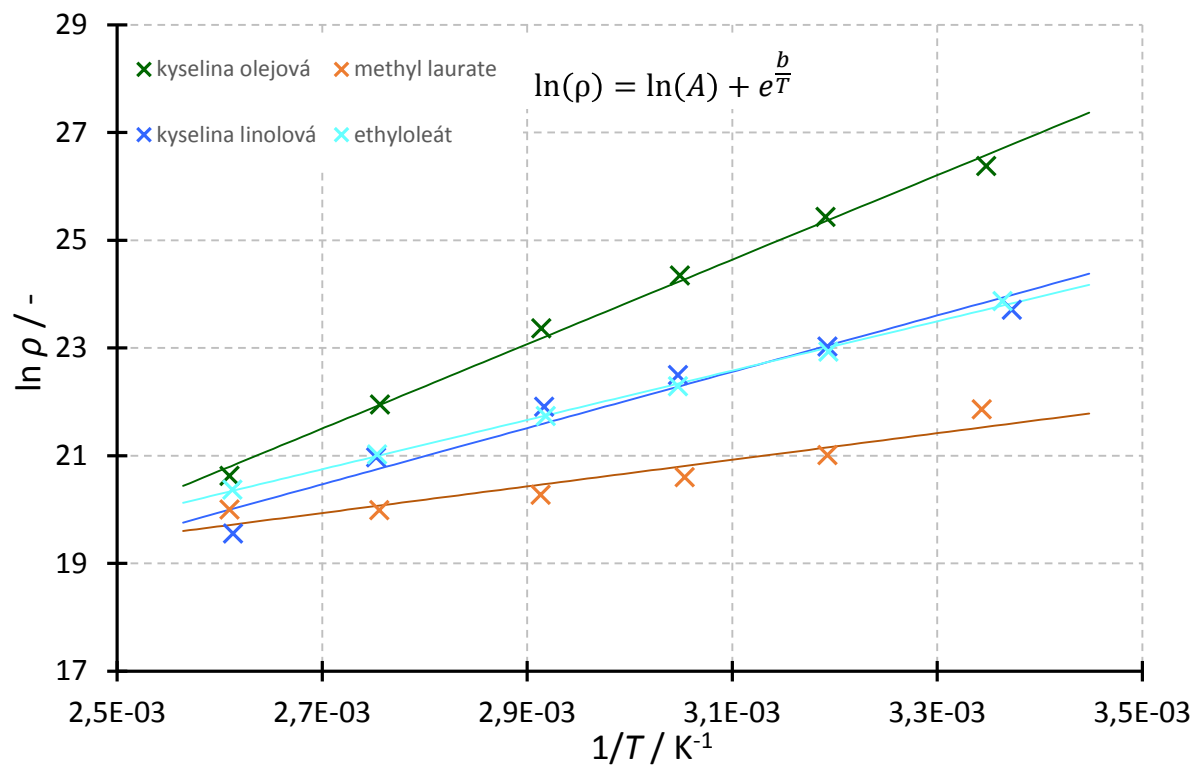
Obrázek 28 Závislost ztrátového činitele složek rostlinných olejů na teplotě



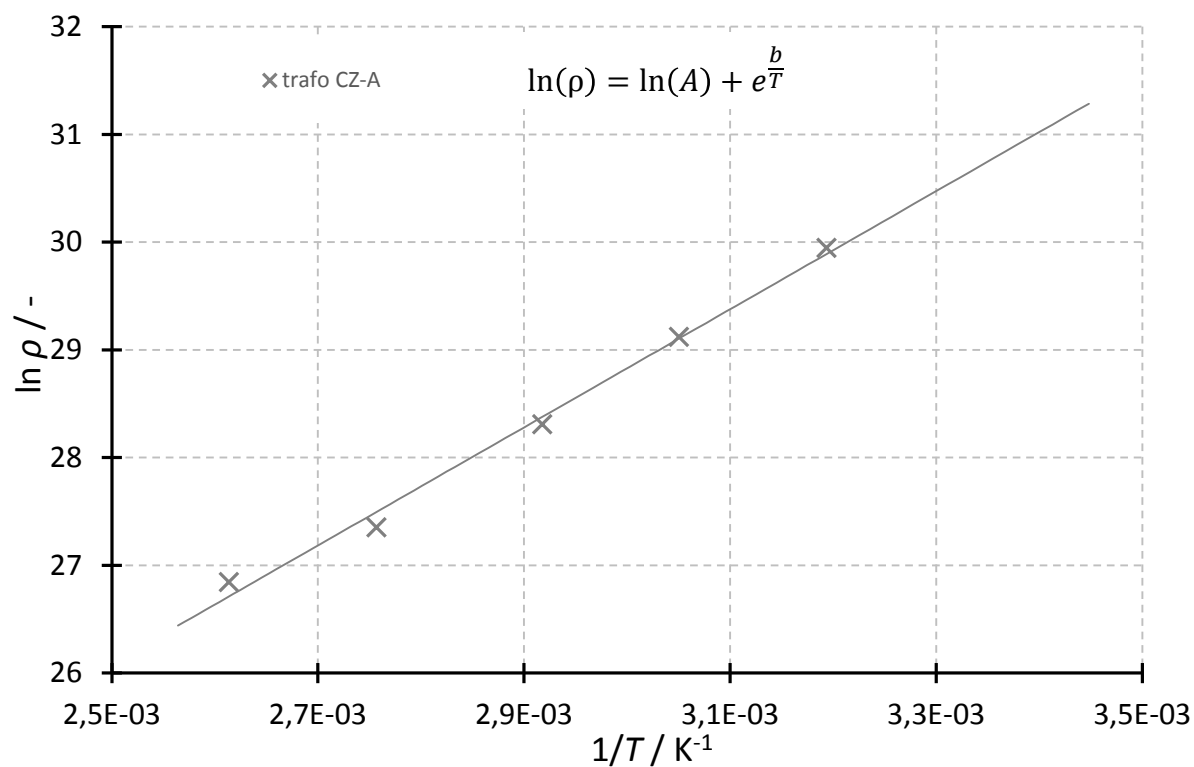
Obrázek 29 Závislost ztrátového činitele minerálního oleje trafo CZ-A na teplotě



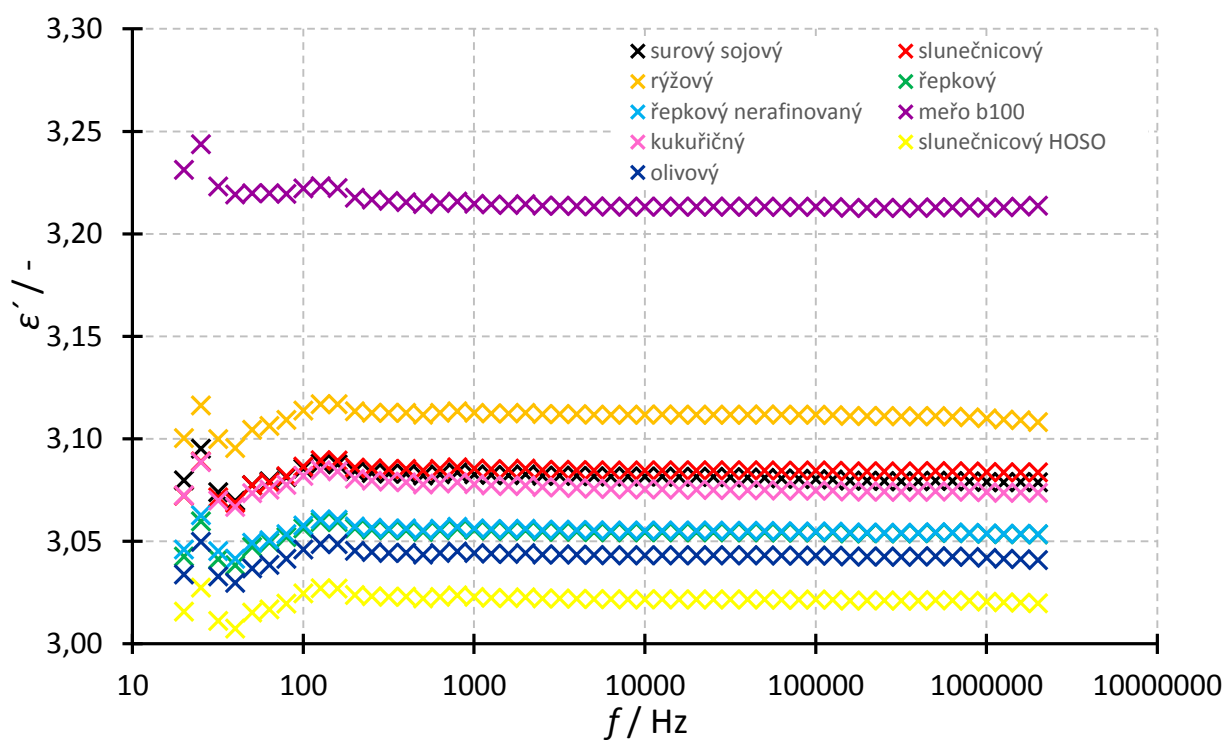
Obrázek 30 Závislost přirozeného logaritmu rezistivity rostlinných olejů na převrácené hodnotě teploty



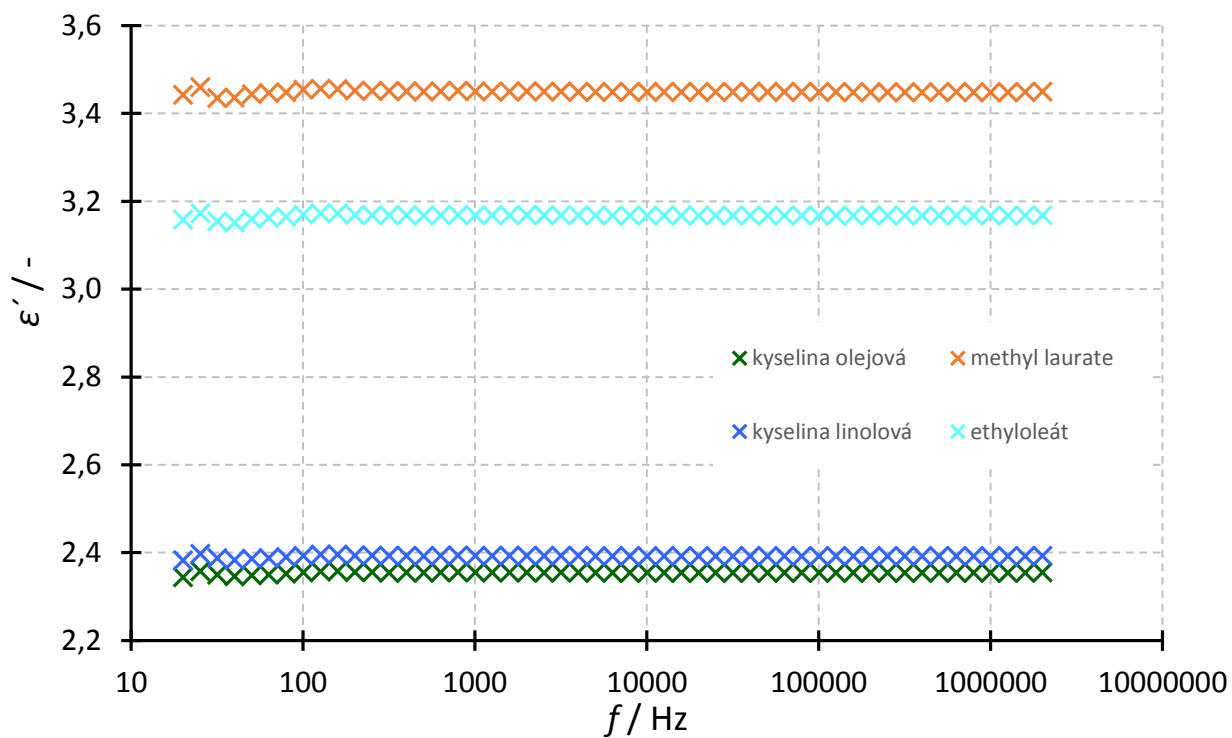
Obrázek 31 Závislost přirozeného logaritmu rezistivity složek rostlinných olejů na převrácené hodnotě teploty



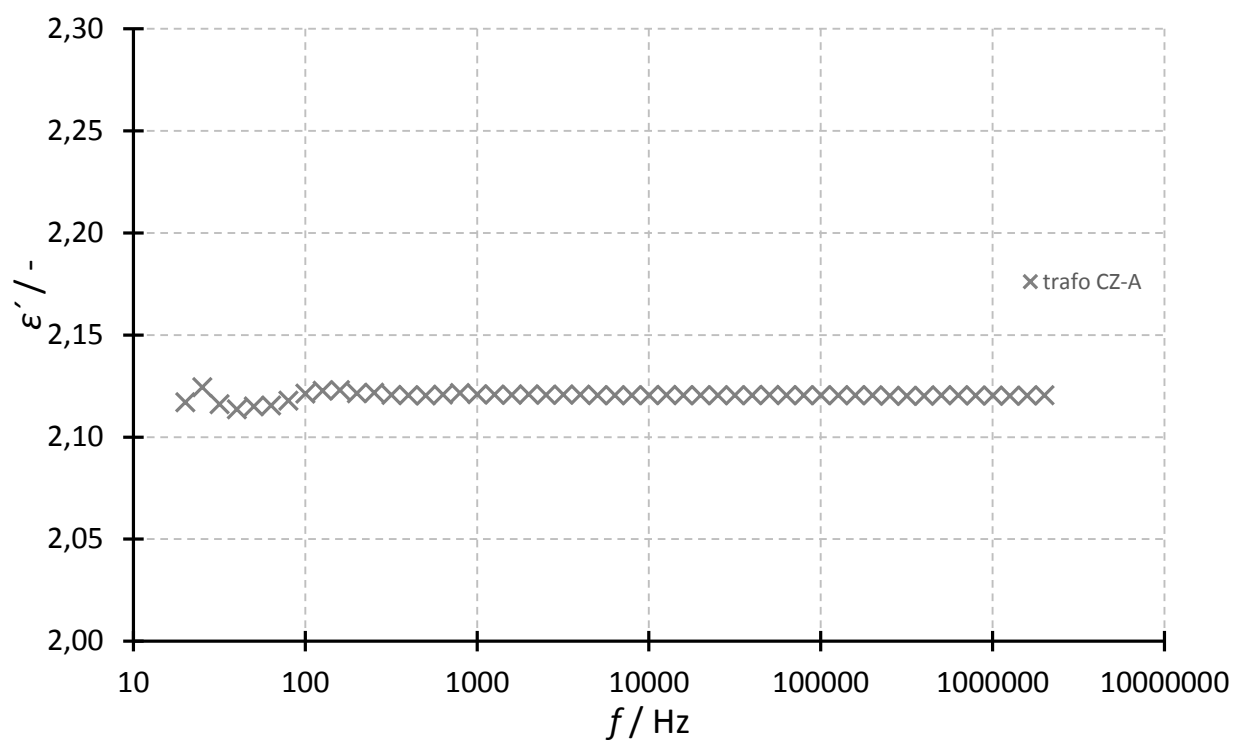
Obrázek 32 Závislost přirozeného logaritmu rezistivity minerálního oleje trafo CZ-A na převrácené hodnotě teploty



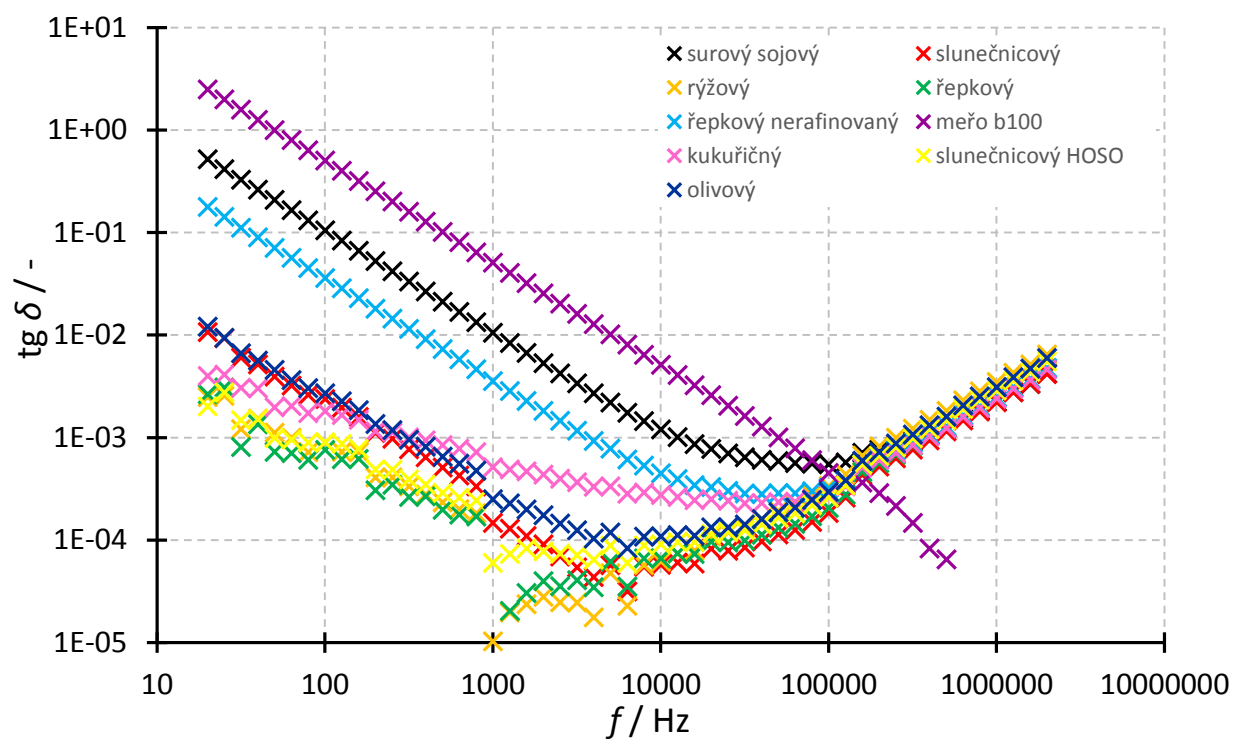
Obrázek 33 Závislost relativní permitivity přírodních olejů na frekvenci



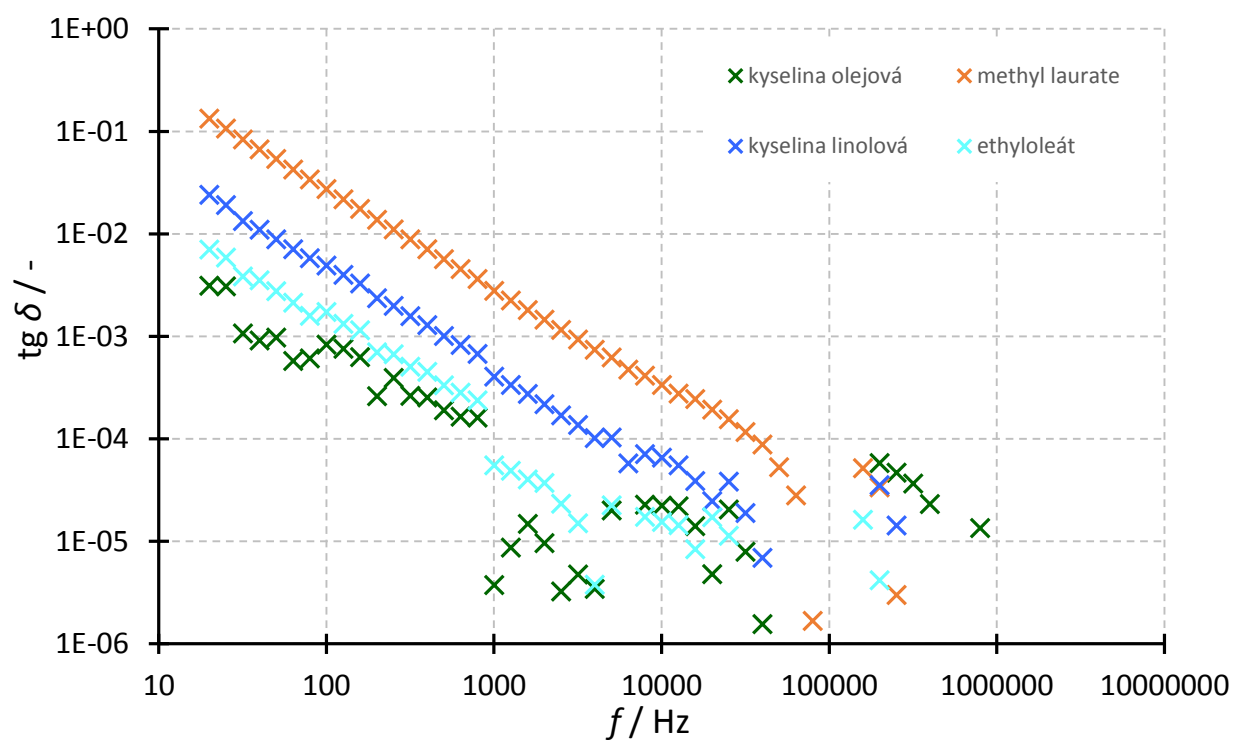
Obrázek 34 Závislost relativní permitivity složek přírodních olejů na frekvenci



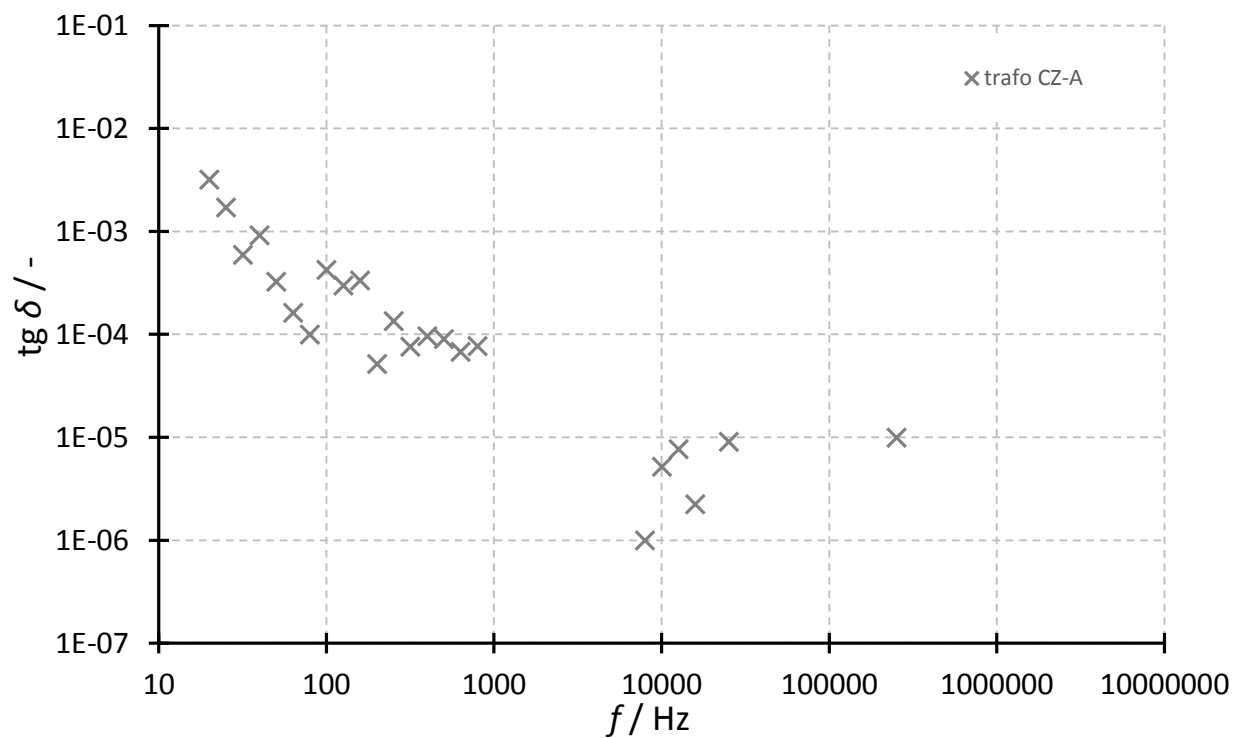
Obrázek 35 Závislost relativní permitivity minerálního oleje trafo CZ-A na frekvenci



Obrázek 36 Závislost ztrátového činitele přírodních olejů na frekvenci



Obrázek 37 Závislost ztrátového činitele složek přírodních olejů na frekvenci



Obrázek 38 Závislost ztrátového činitele minerálního oleje trafo CZ-A na frekvenci

Tabulka 8 Naměřené hodnoty průrazného napětí a vypočtené hodnoty elektrické pevnosti

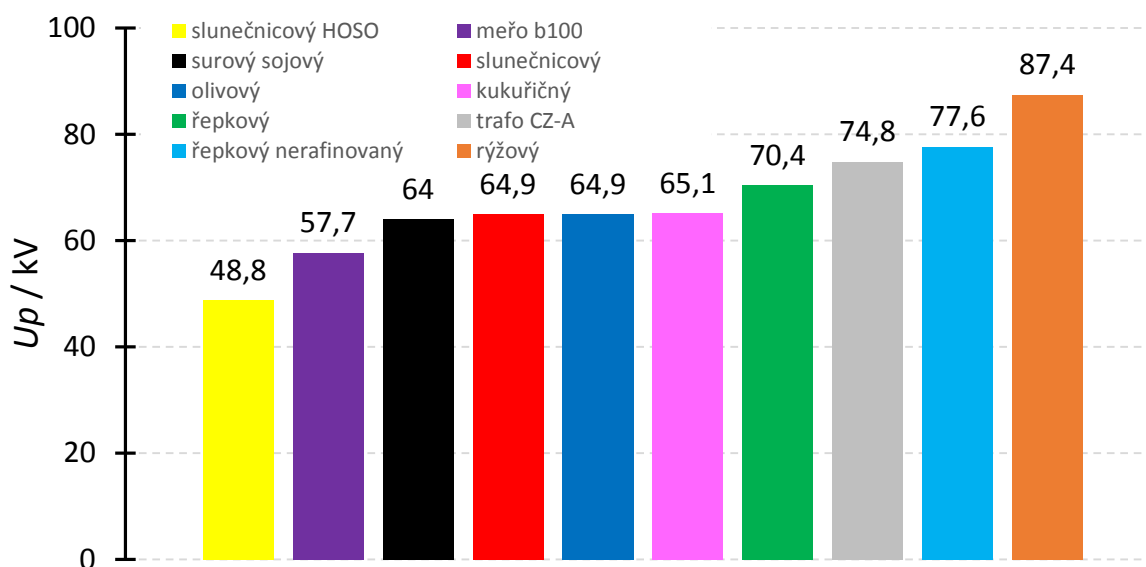
	d (mm)	f (Hz)	U_p (kV)	$\sigma(U_p)$ (kV)	$\sigma(U_p)/U_p$ (%)	E_p (kV·mm ⁻¹)
slunečnicový HOSO	2,5	60	48,8	8,3	16,9	19,5
meřo b100	2,5	60	57,7	7,1	12,2	23,1
surový sojový	2,5	60	64,0	11,0	17,2	25,6
olivový	2,5	60	64,9	7,6	11,7	26,0
slunečnicový	2,5	60	65,1	11,5	17,6	26,0
kukuřičný	2,5	60	67,9	12,5	18,3	27,2
řepkový	2,5	60	70,4	13,5	19,2	28,1
trafo CZ-A	2,5	60	74,8	7,7	10,2	29,9
řepkový nerafinovaný	2,5	60	77,6	3,2	4,1	31,0
rýžový	2,5	60	87,4	5,7	6,5	35,0

Příklad výpočtu směrodatné odchylky $\sigma(U_p)$, variačního koeficientu $\sigma(U_p)/U_p$ a elektrické pevnosti E_p :

$$\sigma(U_p) = \sqrt{\left(\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n U_{pi}^2\right) - U_p^2} = \sqrt{\left(\frac{1}{6} \cdot 14649,5\right) - 48,8^2} = 8,3 \text{ kV} \quad (1.36)$$

$$\frac{\sigma(U_p)}{U_p} \cdot 100 = \frac{8,3}{48,8} \cdot 100 = 16,9 \% \quad (1.37)$$

$$E_p = \frac{U_p}{d} = \frac{48,8}{2,5} = 19,5 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1} \quad (1.38)$$



Obrázek 39 Porovnání průrazného napětí měřených vzorků

2.6 Vyhodnocení výsledků

Z grafů teplotní závislosti relativní permitivity (Obrázek 24, Obrázek 25, Obrázek 26) a dat v Tabulka 7 je vidět, že hodnota relativní permitivity všech měřených vzorků klesá s teplotou. Nejmenší pokles je u kyseliny olejové (2,373 při 25 °C, 2,339 při 90 °C), u kyseliny linolové (2,399 při 25 °C, 2,371 při 90 °C) a u minerálního oleje CZ-A (2,140 při 25 °C, 2,060 při 90 °C). Největší pokles je potom u methyl laurate (3,505 při 25 °C, 3,066 při 90 °C).

Teplotní závislost ztrátového činitele je na Obrázek 27, Obrázek 28, Obrázek 29 a vybrané hodnoty jsou uvedeny v Tabulka 7. Je zde vidět rostoucí závislost ztrátového činitele na teplotě. Nejmenší nárůst je u minerálního oleje CZ-A ($4 \cdot 10^{-5}$ při 25 °C, $6 \cdot 10^{-4}$ při 90 °C), přírodního slunečnicového oleje HOSO (0,0011 při 25 °C, 0,0258 při 90 °C) a rýžového oleje (0,0015 při 25 °C, 0,0278 při 90 °C). Největší nárůst (0,117 při 25 °C, 2,447 při 90 °C) je u metylesteru kyseliny řepkového oleje (meřo b100).

Ze závislosti přirozeného logaritmu rezistivity vzorků na převrácené hodnotě teploty (Obrázek 30, Obrázek 31, Obrázek 32) je patrný pokles rezistivity s rostoucí teplotou. Největší pokles (o dva řády) je u kyseliny olejové, nejmenší pak u metylesteru kyseliny řepkového oleje (meřo) a methyl laurate. Z dat v Tabulka 6 je vidět, že u vzorků s nejmenší aktivační energií byl zaznamenán nejmenší pokles rezistivity a naopak, velikost poklesu rezistivity je tedy závislá na velikosti aktivační energie.

Z frekvenční závislosti relativní permitivity (Obrázek 33, Obrázek 34, Obrázek 35) je vidět frekvenční nezávislost od 500 Hz do 2 MHz, rozptyl hodnot při frekvencích 20 Hz až 500 Hz je v řádu setin a je pravděpodobně způsoben nepřesností přístroje při nízkých frekvencích.

Na frekvenční závislosti ztrátového činitele je vidět, že u přírodních olejů (Obrázek 36) v rozmezí 10 kHz až 100 kHz začínají převládat polarizační ztráty nad vodivostními ztrátami. U ostatních vzorků k podobnému jevu v měřeném rozsahu frekvencí nedošlo (Obrázek 37, Obrázek 38). Na grafech je vidět značná nepřesnost přístroje při hodnotách ztrátového činitele nižších než $1 \cdot 10^{-4}$, z tohoto důvodu jsou data a průběhy pod touto hodnotou značně zkresleny.

Hodnoty průrazného napětí a elektrické pevnosti (Tabulka 8) ukazují, že nejvyšší průrazné napětí má rýžový olej.

ZÁVĚR

Teoretická část práce se zabývá rozdělením kapalin a olejů. Je zde uvedeno rozdělení dle normy a dle původu. Dále jsou zde popsány vybrané složky rostlinných olejů, současný stav výzkumu v oblasti alternativních elektroizolačních kapalin v elektrotechnickém průmyslu, popis základních elektrických veličin kapalin a jejich měření.

V praktické části byla provedena analýza elektrických vlastností 8 vzorků rostlinných olejů, 4 vzorků složek rostlinných olejů, jmenovitě: kyselina olejová, kyselina linolová, methyl laurate a ethyloléát. Dále byla provedena analýza elektrických vlastností měřo b100 a minerálního olej trafo CZ-A. U vzorků byla proměřena teplotní a frekvenční závislost relativní permitivity a ztrátového činitele, teplotní závislost rezistivity a byla změřena velikost průrazného napětí. Úkolem praktické části práce bylo i porovnání vlivu elektrodového systému, respektive objemu sledované kapaliny, na dosažené výsledky. Bohužel přístroj, který měl být původně použit pro měření frekvenčních závislostí, se nepodařilo výrobcí uvést do funkčního stavu. Měření bylo tedy provedeno na jiném přístroji. Tento přístroj však vykazuje při nízkých frekvencích, v našem případě šlo o frekvenci 50 Hz, velkou nepřesnost v měření a nemohlo tedy dojít k adekvátnímu vyhodnocení vlivu elektrodového systému, respektive objemu sledované kapaliny, na dosažené výsledky. Pokud porovnáme naměřené hodnoty minerálního oleje a ostatních vzorků můžeme říci, že nejlépe vychází rýžový olej, který má dokonce vyšší hodnotu elektrické pevnosti než minerální olej a slunečnicový olej HOSO, který má nižší relativní permitivitu a ztrátový činitel než rýžový olej, ale má z měřených vzorků nejnižší elektrickou pevnost. Určit složení ideální alternativní kapaliny je složité, tato práce nezkoumá degradaci vlastností jednotlivých olejů, případně jejich složek. Můžeme však říci, že oleje s vyšším obsahem kyseliny olejové vykazovaly lepší parametry. Z toho lze usoudit, že kapalina by měla mít vysoký obsah kyselin (olejová, linolová).

LITERATURA

- [1] IEC 61039. *Classification of insulating liquids*. Ženeva, 2008.
- [2] KOPELIOVICH, D. Classification of lubricants. *SubsTech* [online]. 2010, 1, [cit. 2015-12-12]. Dostupné z www: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=classification_of_lubricants
- [3] HASSDENTEUFEL, Josef, et al. *Elektrotechnické materiály*. 2. Vydání. Bratislava: Alfa, 1978. 607 s. ISBM 63-555-78.
- [4] FOFANA, I. 50 Years in the Development of Insulating Liquids. 2013. Dostupné na www: <http://ieeexplore.ieee.org/xpl/RecentIssue.jsp?punumber=57>
- [5] *The free dictionary* [online]. 2003 [cit. 2015-12-14]. Dostupné z: <http://encyclopedia2.thefreedictionary.com/>
- [6] KATRAGADDA, Harinageswara Rao, Andrés FULLANA, Sukh SIDHU a Ángel A. CARBONELL-BARRACHINA. Emissions of volatile aldehydes from heated cooking oils. *Food Chemistry* [online]. 2010, **120**(1): 59-65 [cit. 2015-12-15]. DOI: 10.1016/j.foodchem.2009.09.070. ISSN 03088146. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0308814609011303>
- [7] *United States Department of Agriculture* [online]. [cit. 2015-12-15]. Dostupné z: <http://ndb.nal.usda.gov/>
- [8] IEEE Guide for Acceptance and Maintenance of Natural Ester Fluids in Transformers. In: *IEEE Power & Energy Society* [online]. New York: IEEE, 2008, s. 41 [cit. 2016-05-17]. ISBN 978-0-7381-5426-8. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org.ezproxy.lib.vutbr.cz/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=4566080>
- [9] Kubalík, J. *Perspektivy v oblasti kapalných izolantů*, 2006, 4s . Dostupné z: <http://ketsrv.fel.zcu.cz/diagnostika/konference/Sbornik/Sekce2/105.pdf>
- [10] MIDEL. *Natural ester fluid / vegetable oil* [online]. [cit. 2015-12-16]. Dostupné z: <http://www.midel.com/productsmidel/midel-en>
- [11] MIDEL. *MIDEL_eN_Moisture_Tolerance* [online]. [cit. 2015-12-16]. Dostupné z: http://static.mimaterials.com/midel/documents/technical/MIDEL_eN_Moisture_Tolerance.pdf
- [12] FOFANA, I., A. BOUAICHA, M. FARZANEH a J. SABAU. Ageing Behaviour of Mineral Oil and Ester Liquids: a Comparative Study. In: *2008 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena* [online]. IEEE, 2008, s. 87-90 [cit. 2016-05-18]. DOI: 10.1109/CEIDP.2008.4772843. ISBN 978-1-4244-2548-8. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=4772843>
- [13] KANO, T., T. SUZUKI, R. OBA, A. KANETANI a H. KOIDE. Study on the oxidative stability of palm fatty acid ester (PFAE) as an insulating oil for transformers. In: *2012 IEEE International Symposium on Electrical Insulation* [online]. IEEE, 2012, s. 22-25 [cit. 2016-05-22]. DOI: 10.1109/ELINSL.2012.6251418. ISBN 978-1-4673-0487-0. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=6251418>
- [14] MARTIN, D., Z. WANG, A. DARWIN a I. JAMES. A Comparative Study of the Chemical Stability of Esters for Use in Large Power Transformers. In: *2006 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena* [online]. IEEE, 2006, s. 493-496 [cit. 2016-05-22]. DOI: 10.1109/CEIDP.2006.311977. ISBN 1-4244-0546-7. Dostupné z: <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=4105478>

- [15] JIRÁK, J. a spol.: *Materiály a technická dokumentace – Část Materiály v elektrotechnice*. Elektronická skripta. VUT Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Brno. 127 s.
- [16] ČSN EN 60247. *Izolační kapaliny - Měření relativní permitivity, dielektrického ztrátového činitele a rezistivity při stejnosměrném napětí*. 2005.
- [17] MENTLÍK, Václav. *Diagnostika elektrických zařízení*. 1. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2008, 439 s. ISBN 978-80-7300-232-9.
- [18] Tettex A.G. Zurich. Přístrojový list typu 2830/2831. Dostupné z: <http://www.haefely-hipotronics.com/products/product/2830-2831/>
- [19] Tettex A.G. Zurich. Přístrojový list typu 2903 Dostupné z: https://www.haefely.com/pdf/LL_2903.pdf
- [20] NAIDER, J. *Elektrické vlastnosti alternativních kapalin pro elektrotechniku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. 2015. 63 s. Diplomová práce. Vedoucí práce: Ing. Martin Frk, Ph.D.
- [21] Přístrojový list Agilent 16452 A. Dostupné z: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/16452-90000.pdf>
- [22] BAUR. Přístrojový list typ DTA 100 C.. Dostupné z: http://hvtechnologies.com/Portals/0/products/hv_brochures/DTA_100c.pdf
- [23] Fabio PRODUKT [online]. [cit. 2016-5-21]. Dostupné z: <http://www.fabioprodukt.cz/>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

P	(-)	vektor polarizace
$\varepsilon', \varepsilon_r$	(-)	relativní permitivita
ε_0	(-)	permitivita vakua
E	(V·m ⁻¹)	intenzita elektrického pole
D	(C·m ⁻²)	indukce
D_0	(C·m ⁻²)	indukce ve vakuu
C_x	(F)	kapacita kondenzátoru
C_0	(F)	kapacita vzduchového kondenzátoru
C_a	(F)	kapacita prázdné měřicí komory
δ	(°)	ztrátový úhel
$\operatorname{tg} \delta$	(-)	ztrátový činitel
ε''	(-)	ztrátové číslo
P_z	(W)	ztrátový výkon
W	(J)	energie
T	(K)	teplota
γ	(S·m ⁻¹)	konduktivita
A''	(S·m ⁻¹)	materiálová konstanta
A	(Ωm)	materiálová konstanta
a	(S·K·m ⁻¹)	materiálová konstanta
b	(K)	materiálová konstanta
ρ	(Ωm)	rezistivita
ρ_v	(Ωm)	vnitřní rezistivita
U_p	(kV)	průrazné napětí
s, σ	(kV)	směrodatná odchylka
$v, \sigma(U_p)/U_p$	(%)	variační koeficient
K	(m)	konstanta
U	(V)	napětí
I	(A)	proud
k	(J·K ⁻¹)	Boltzmannova konstanta, $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$

N_A	(mol ⁻¹)	Avogardova konstanta, $6,023 \cdot 10^{23}$ mol ⁻¹
W_a	(J·mol ⁻¹)	aktivační energie
d	(mm)	vzdálenost elektrod
f	(Hz)	frekvence
E_p	(kV·mm ⁻¹)	elektrická pevnost

HMWH	high molecular weight hydrocarbon, uhlovodík s vysokou molekulovou hmotností
meřo	metylester kyseliny řepkového oleje
PFAE	palm fatty acid ester, ester mastné kyseliny palmového oleje
ROHS	restriction of hazardous substances, omezení nebezpečných látek
ppm	parts per million
HOSO	high oleic sunflower oil, vysoký obsah kyseliny olejové