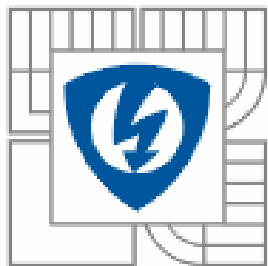




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

STUDIUM VLASTNOSTÍ KOMPOZITNÍCH MATERIÁLŮ PLNĚNÝCH NANOČÁSTICEMI

STUDY OF ELECTRICAL PROPERTIES COMPOSITES WITH NANOPARTICLES

DIPLOMOVÁ PRÁCE
DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. ALEŠ LORENC

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. HELENA POLSTEROVÁ, CSc.

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav mikroelektroniky

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Mikroelektronika

Student: Bc. Aleš Lorenc
Ročník: 2

ID: 88735
Akademický rok: 2008/2009

NÁZEV TÉMATU:

Studium vlastností kompozitních materiálů plněných nanočásticemi

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou elektroizolačních laků a kompozitních materiálů. Prostudujte dostupnou literaturu zaměřenou na nanočástice.

Vytvořte vzorky laku plněných vybraným typem nanočástic s různým hmotnostním procentem plnění. Na připravených vzorcích proměřte dielektrická spektra. Sledujte vliv plnění na měřené veličiny. Naměřené výsledky vyhodnoťte.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucí práce

Termín zadání: 9.2.2009

Termín odevzdání: 29.5.2009

Vedoucí práce: Ing. Helena Polsterová, CSc.

prof. Ing. Vladislav Musil, CSc.
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 následku porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

Licenční smlouva poskytovaná k výkonu práva užít školní dílo

uzavřená mezi smluvními stranami:

1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Bc. Aleš Lorenc
Bytem: Bzenec, Žilkova 541, 696 81
Narozen/a (datum a místo): 19.11.1983, Kyjov

(dále jen „autor“)

a

2. Vysoké učení technické v Brně

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií
se sídlem Údolní 244/53, 602 00 Brno
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:
Prof. Ing. Vladislav Musil, CSc.
(dále jen „nabyvatel“)

Čl. 1 Specifikace školního díla

1. Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):
- ☐ disertační práce
 - ☒ diplomová práce
 - ☐ bakalářská práce
 - ☐ jiná práce, jejíž druh je specifikován jako
- (dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Studium vlastností kompozitních materiálů plněných nanočásticemi

Vedoucí/ školitel VŠKP: Ing. Helena Polsterová, CSc.

Ústav: Ústav mikroelektroniky

Datum obhajoby VŠKP: 8.6.2009

VŠKP odevzdal autor nabyvateli v:

✓ tištěné formě – počet exemplářů 2
✓ elektronické formě – počet exemplářů 2

Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.

2. Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.

3. Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

Článek 2

Udělení licenčního oprávnění

1. Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.

2. Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.

3. Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti

☒ ihned po uzavření této smlouvy

☐ 1 rok po uzavření této smlouvy

☐ 3 roky po uzavření této smlouvy

☐ 5 let po uzavření této smlouvy

☐ 10 let po uzavření této smlouvy

(z důvodu utajení v něm obsažených informací)

4. Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/ 1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.

Článek 3

Závěrečná ustanovení

1. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.

2. Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.

3. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.

4. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.

V Brně dne: 29.5.2009

.....
Nabyvatel

.....
Autor

Abstrakt:

Předkládaná práce se zabývá vlastnostmi elektroizolačních laků a kompozitních materiálů. Základním zaměřením práce, je sledování vlivu nanočástic na dielektrické vlastnosti elektroizolačních laků. Pro tento účel byly vyrobeny vzorky elektroizolačního laku s různým hmotnostním procentem plnění nanočásticemi oxidu hlinitého a zkoumán jejich vliv na dielektrické vlastnosti v závislosti na frekvenci a teplotě.

Abstract:

This work deals with properties of electro insulating varnishes and composite materials. The general aim is to study the influence of nanoparticles on dielectric properties of electro insulating varnishes. To this purpose the samples of electro insulating varnishes with different percentage of aluminum oxide nanofillers were made. The characteristics of samples in accordance with different frequency and temperatures were studied.

Klíčová slova:

Kompozit, matrice, výztuž, elektroizolační lak, nanočástice, oxid hlinitý, komplexní permitivita, ztrátový činitel, elektrodový systém.

Keywords:

Composite, matrix, support, electro insulating varnish, nanoparticles, aluminium oxide, complex permittivity, dissipation factor, electrode system.

Bibliografická citace díla:

LORENC, A. *Studium vlastností kompozitních materiálů plněných nanočásticemi*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 59 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Helena Polsterová, CSc.

Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. 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 jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne: 29.5.2009

.....

Poděkování:

Děkuji vedoucímu diplomové práce Ing. Heleně Polsterové, CSc. za metodické a cíleně orientované vedení při plnění úkolů realizovaných v návaznosti na diplomovou práci.

Obsah

1	ÚVOD	- 12 -
2	TEORETICKÁ ČÁST.....	- 13 -
2.1	Kompozitní materiály	- 13 -
2.1.1	Rozdělení kompozitních materiálů.....	- 16 -
2.1.2	Přehled kompozitních materiálů	- 17 -
2.2	Kompozity v silovém poli	- 19 -
2.2.1	Teorie složené soustavy.....	- 19 -
2.2.2	Složená soustava v silovém poli	- 19 -
2.2.3	Permitivita složené soustavy.....	- 21 -
2.3	Elektroizolační laky.....	- 22 -
2.3.1	Elektroizolační laky a jejich rozdělení	- 23 -
2.3.2	Použití elektroizolačních laků.....	- 24 -
2.3.3	Matrice.....	- 25 -
2.3.4	Výztuž.....	- 26 -
2.4	Dielektrické vlastnosti.....	- 28 -
2.4.1	Komplexní permitivita.....	- 28 -
2.4.2	Ztrátový činitel.....	- 30 -
2.5	Elektroodový systém	- 31 -
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	- 34 -
3.1	Příprava vzorků pro měření	- 34 -
3.2	Katalogový list impregnantů NH 91 a NH 91 LV	- 35 -
3.3	Měřicí zařízení.....	- 36 -
3.3.1	Čtyř-pólové uspořádání	- 38 -
3.3.2	Měřicí kontakty	- 38 -
3.4	Korekce přístroje 4284A	- 39 -
3.4.1	OPEN korekce.....	- 40 -
3.4.2	SHORT korekce	- 41 -
3.5	Vyhodnocení výsledků měření.....	- 42 -
3.5.1	Naměřené a vypočtené hodnoty	- 42 -

4	ZÁVĚR	- 57 -
5	LITERATURA.....	- 58 -

Seznam obrázků

Obr. 1: Snímek z vysokorozlišovacího transmisního elektronového mikroskopu.....	14 -
Obr. 2: Synergické chování složek kompozitu.....	15 -
Obr. 3: Rozdělení kompozitních materiálů	17 -
Obr. 4: Styren	26 -
Obr. 5: Diallylftalát.....	26 -
Obr. 6: Vzhled a rozměry oxidu hlinitého pod mikroskopem	27 -
Obr. 7: Coleho - Coleho diagram	29 -
Obr. 8: Fázový posun δ mezi elektrickou indukcí a intenzitou elektrického pole	30 -
Obr. 9: Tříelektrodový rovinný systém.....	31 -
Obr. 10: Měření pomocí LCR metru Agilent 4284A	37 -
Obr. 11: Elektroodový systém.....	38 -
Obr. 12: Rozptylová admitance	40 -
Obr. 13: Provedení korekce OPEN elektroodového systému	40 -
Obr. 14: Zbytková impedance	41 -
Obr. 15: Provedení korekce SHORT elektroodového systému	41 -
Obr. 16: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu 25 °C	43 -
Obr. 17: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu 60 °C	43 -
Obr. 18: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu 100 °C	44 -
Obr. 19: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu 120 °C	44 -
Obr. 20: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 25 °C	45 -
Obr. 21: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 60 °C	45 -
Obr. 22: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 100 °C.....	46 -
Obr. 23: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 120 °C.....	46 -
Obr. 24: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro teplotu 25 °C	47 -
Obr. 25: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro teplotu 60 °C	47 -
Obr. 26: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro teplotu 100 °C	48 -
Obr. 27: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro teplotu 120 °C	48 -
Obr. 28: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro plnění 0,0 %	51 -
Obr. 29: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro plnění 1,0 %	51 -
Obr. 30: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro plnění 3,0 %	52 -
Obr. 31: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro plnění 0,0 %	52 -
Obr. 32: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro plnění 1,0 %	53 -
Obr. 33: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro plnění 3,0 %	53 -

Obr. 34: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro plnění 0,0 %	- 54 -
Obr. 35: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro plnění 1,0 %	- 54 -
Obr. 36: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro plnění 3,0 %	- 55 -

Seznam tabulek

Tab. 1: Veličiny v elektrických, magnetických, tepelných a difúzních polích	- 20 -
Tab. 2: Přehled oxidu hlinitého	- 27 -
Tab. 3: Zpracovatelské vlastnosti impregnantů NH 91 a NH 91 LV	- 35 -
Tab. 4: Vlastnosti ve vytvrzeném stavu impregnantů NH 91 a NH 91 LV	- 36 -
Tab. 5: Seznam korekčních funkcí	- 39 -
Tab. 6: Tloušťky vzorků	- 42 -

Seznam použitých symbolů

Veličina	Název	Jednotka
$\vec{E}$	intenzita elektrického pole	$[\text{V.m}^{-1}]$
$\vec{D}$	elektrická indukce	$[\text{C.m}^{-2}]$
ϵ_0	(absolutní) permitivita vakua	$[\text{F.m}^{-1}]$
ϵ_r	relativní permitivita	$[-]$
$\text{tg } \delta$	ztrátový činitel	$[-]$
ϵ^*	komplexní permitivita	$[-]$
ϵ'	reálná složka komplexní permitivity	$[-]$
ϵ''	ztrátové číslo	$[-]$
r_v	vnitřní rezistivita	$[\Omega.\text{m}]$
α_p	teplotní součinitel	$[\text{K}^{-1}]$
r_v	vnitřní rezistivita	$[\Omega.\text{m}]$
r_p	povrchová rezistivita	$[\Omega]$
S_{ef}	efektivní plocha měřicí elektrody	$[\text{m}^2]$
d_m	průměr měřicí elektrody	$[\text{m}]$
c	šířka mezery	$[\text{m}]$
h	tloušťka vzorku	$[\text{m}]$
γ_v	vnitřní konduktivita	$[\text{S.m}^{-1}]$
R_v	vnitřní odpor	$[\Omega]$
R_p	povrchový odpor	$[\Omega]$
t	čas	$[\text{s}]$
J	teplota	$[\text{°C}]$
τ	relaxační doba	$[\text{s}]$
ω	úhlový kmitočet	$[\text{s}^{-1}]$

1 Úvod

Kompozitní materiály mají v mnoha odvětvích stále větší význam. Výroba kompozitních materiálů se neustále zdokonaluje a umožňuje tak vyrobit vhodný materiál přesně podle potřeb a požadavků zákazníka. Významným pokrokem k zlepšení vlastností a celkovému rozvoji kompozitních materiálů bylo zavedení nanoplňiv a příprava nanokompozitních materiálů. Ty se v současné době používají v nejrůznějších oborech a odvětvích. První odvětví, které se velkou měrou zasloužily o velké rozšíření kompozitních a nanokompozitních materiálů byl vojenský a kosmický průmysl. Nyní se lze s kompozitními materiály setkat téměř ve všech odvětvích, od medicíny a elektroniku až po stavebnictví, sport nebo kosmetiku.

Kompozitní materiály se používají ve stále větší míře hlavně díky tomu, že výsledné vlastnosti lze téměř libovolně upravovat a získat tak výsledné materiály, které vlastnostmi předčí dosud používané jednosložkové materiály nebo slitiny.

V izolační technice mají značný význam elektroizolační laky, které slouží jak pro izolaci jednotlivých částí, tak celých soustav elektrotechnických zařízení.

Laky v elektrotechnice a jiných odvětvích lze používat díky jejich dobrým vlastnostem. Na izolační laky jsou kladeny takové požadavky, aby vykazovaly dobré mechanické, chemické i elektrické vlastnosti. Pomocí mikro a nanočástic lze některé z těchto vlastností upravit a zlepšit pomocí vhodných příměsí.

I když jsou kompozitní materiály už poměrně hojně užívané, veškeré postupy a vlivy jednotlivých materiálů na celkové vlastnosti jsou teprve ve fází vývoje a výzkumu a hledají se další vhodné materiály.

V této práci je sledován vliv nanočásticových příměsí na dielektrické vlastnosti elektroizolačního laku. Zkoumán je vliv množství příměsí na dielektrické vlastnosti pro velmi nízké vlhkosti a pro teploty, se kterými se lze u izolovaných zařízení často setkat.

2 Teoretická část

2.1 Kompozitní materiály

Kompozitní materiály jsou složeny ze dvou nebo více chemicky a fyzikálně odlišných složek (fází). Tvrdší, tužší a pevnější nespojitá složka se nazývá výztuž, spojitá a obvykle poddajnější složka, která zastává funkci pojiva výztuže, se nazývá se matrice. Podle současného chápání pojmu kompozit musí být k zařazení vícefázového materiálu mezi kompozitní materiály splněny následující podmínky:

- podíl výztuže musí být větší než 5 %,
- vlastnosti výztuže a matrice (mechanické, fyzikální i chemické) se liší, výztuž je významně pevnější v tahu a obvykle tužší než matrice,
- kompozit musí být připraven smícháním složek.

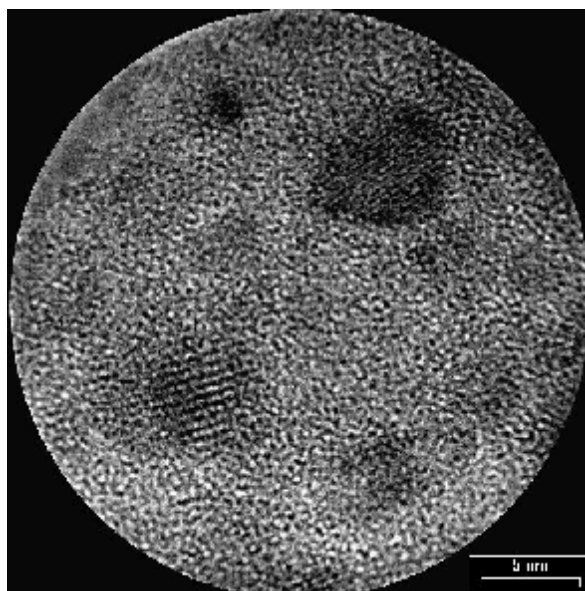
Podle těchto podmínek nelze za kompozit považovat plast, obsahující malá množství tuhých barviv, např. částic sazí (černý pigment) nebo oxidu (např. TiO_2 - bílý pigment) nebo částic elastomeru (přidávaných pro zlepšení houževnatosti; nejde o výztuž, modul pružnosti materiálu se naopak zmenší), ani slitinu kovu, v které během ochlazování nebo při tepelném zpracování došlo k vyloučení tvrdé fáze. Také eutektické slitiny kovu, u kterých během tuhnutí taveniny došlo k usměrněnému vyloučení tvrdších a tužších fází v podobě tyčinek nebo lamel, nelze považovat za pravé kompozity, protože není splněna třetí podmínka. Naproti tomu kov disperzně zpevněný částicemi oxidu je kompozitní materiál, protože se připravuje mechanickým míšením složek (např. hliník zpevněný částicemi Al_2O_3).

Kompozitní materiály mohou obsahovat vyztužující fáze různých rozměrů. V průmyslu mají největší význam mikrokompозitní materiály, u kterých největší příčné rozměry výztuže (vláken nebo částic) jsou v rozmezí 10^0 až 10^2 μm . Oproti kovům a jejich slitinám mají mikrokompозitní materiály menší hustotu a tedy příznivý poměr pevnosti v tahu a modulu pružnosti k hustotě, tj. dosahují velké měrné pevnosti (σ_{pt}/ρ) a měrného modulu (E/ρ).

Makrokompозity obsahují výztuž o velikosti příčného rozměru 10^0 až 10^2 mm a jsou používány především ve stavebnictví (železobeton, tj. beton zpevněný ocelovými lany nebo pruty, polymerbetony obsahující drcené kamenivo a pryskyřici). Za makrokompозity lze považovat i plátované kovy, vícevrstvé materiály a konstrukce (např. chodníky a vozovky) [1].

Nanokompозity jsou materiály složené ze dvou nebo více různých složek, z nich alespoň jedna se v materiálu vyskytuje ve formě částic o velikostech jednotek až desítek nanometrů. Většinou se jedná o nanočástice aktivní látky (tj. látky se zajímavými magnetickými,

elektrickými a jinými vlastnostmi) rovnoměrně rozptýlené v inertní matici. Úlohou inertní matrice (např. SiO_2 , TiO_2 , organické polymery, atd.) je nést a pevně spojovat jednotlivé nanočástice a zároveň bránit jejich přímému kontaktu mezi sebou. Důvodem použití aktivní látky ve formě nanočástic jsou její kvalitativně odlišné fyzikální vlastnosti oproti "objemovému" materiálu. Toto je způsobeno například monodoménovou strukturou nanočástic, vysokým poměrem počtu "povrchových" / "vnitřních" atomů v nanočásticích, nemožností vzájemných interakcí částic a mnoha dalšími, doposud ne zcela prozkoumanými jevy. Vlastnosti nanokopozitů se odvíjejí jednak od složení, ale zároveň od velikosti částic, jejich morfologie a uspořádání. Kompozitní nanomateriály mají velmi široké použití. Například ukládání informací, magnetické chlazení, zobrazovací metody v medicíně, různé senzory, elektromechanické a magnetomechanické měniče, antiseptická vlákna, a mnohé další [4].

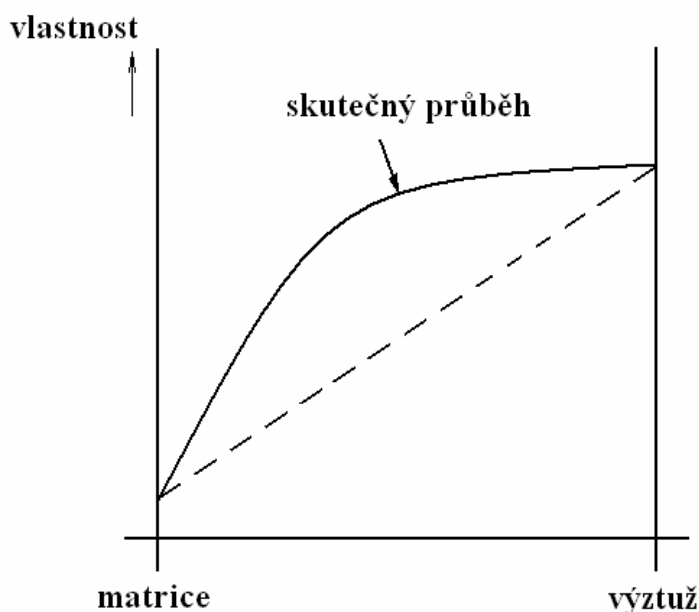


Obr. 1: Snímek z vysokorozlišovacího transmisního elektronového mikroskopu zobrazující nanokompozit ZnFe_2O_4 v matici SiO_2 . Nanočástice ZnFe_2O_4 se zobrazují tmavě, světlé plochy jsou matrice SiO_2 . Střední velikost nanočástic je 5nm. Pruhy na dvou nejvýraznějších částicích zobrazují přímou mříž krystalu [4].

Mechanické vlastnosti kompozitních materiálů jsou funkcí řady parametrů, z nichž nejdůležitější jsou následující:

- mechanické vlastnosti matrice a výztuže,
- délka vláken výztuže,
- soudržnost matrice a výztuže,
- objemový podíl a uspořádání výztuže.

Pro kompozitní materiály je charakteristický tzv. synergismus, což znamená, že hodnoty kompozitu jsou vyšší, než by odpovídalo pouhému poměrnému sečtení hodnot vlastností jednotlivých složek. Existence synergismu je velmi významná, neboť vede k získávání materiálů kvalitativně zcela nových vlastností.



Obr. 2: Synergické chování složek kompozitu.

Typickým příkladem synergického chování je kompozit složený z keramické matrice vyztužené keramickými vlákny. I když jsou jak matrice tak vlákna samostatně velmi křehké, výsledný kompozit je charakteristický určitou mírou houževnatosti, tzn. odolnosti proti náhlému křehkému porušení. Pro ilustraci jsou porovnány tahové diagramy křehké matrice a stejné matrice vyztužené křehkými vlákny. Uvedené chování kompozitu je způsobeno tím, že šířící se lomová trhlina je bržděna na rozhraní matrice a vláken. Dochází zde k odklánění směru šíření trhliny a také k intenzivnímu tření mezi matricí a vytahujícími se vlákny. Kvalita rozhraní mezi matricí a výztuhou má tedy zásadní vliv na vlastnosti výsledného kompozitu.

Optimalizace vlastností, využití předností jednotlivých základních materiálů:

- § kovy: pevnost a houževnatost
- § keramika: pevnost a žáruvzdornost
- § polymery (plasty): houževnatost, korozivzdornost [2]

2.1.1 Rozdělení kompozitních materiálů

Kompozity lze rozdělit podle:

- typu matrice
 - § polymerní
 - § kovová
 - § keramická
 - § skleněná, sklokeramická
 - § uhlíková

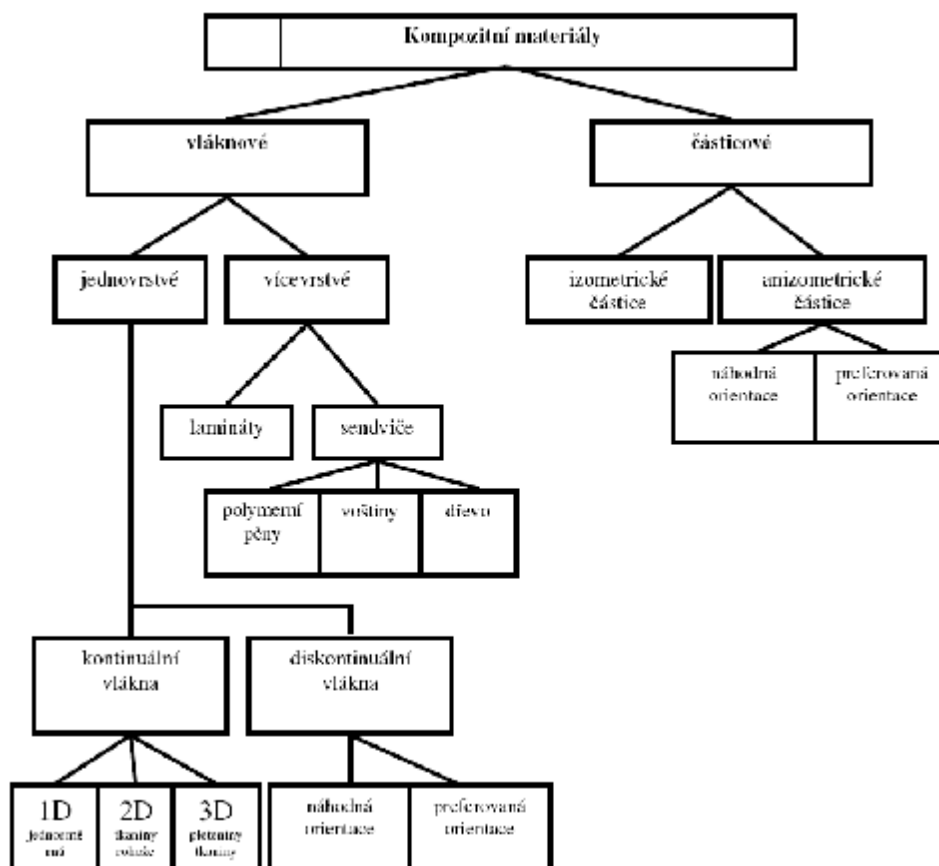
V angličtině se používá těchto zkratk:

FRP	– “Fiber Reinforced Plastics”- plasty vyztužené vlákny
SFRP	– “Short Fiber Reinforced Plastics”- krátkými vlákny vyztužené plasty
LFRP	– “Long Fiber Reinforced Plastics”- „dlouhými“ vlákny vyztužené plasty
GFRP	– “Glass Fiber Reinforced Plastics”- skleněnými vlákny vyztužené plasty
CFRP	– “Carbon Fiber Reinforced Plastics”- uhlíkovými vlákny vyztužené plasty
MMC	– “Metal Matrix Composite”- kompozity s kovovou maticí
CMC	– “Ceramic Matrix Composite”- kompozity s keramickou maticí
AMC	– “Aluminium Matrix Composites” – kompozity s maticí z hliníkové slitiny
TMC	– “Titanium Matrix Composite” - kompozity s maticí z titanové slitiny [1]

- druhu dispersní (zpevňující) fáze: kovová, skleněná, keramická, polymerní, monokrystalická vlákna aj.
- tvaru dispersní fáze:
 - § částicové (s částicemi malými, nebo velkými)
 - § vláknové (s dlouhými nebo krátkými vlákny)
 - § strukturní (vrstvené)

- podle struktury matrice a dispersní fáze:
 - § nanokompozity
 - § mikrokompozity
 - § makrokompozity
- použití:
 - § vysoké pevnosti (při běžných teplotách)
 - § žáropevné materiály
- speciální kompozitní materiály (např. elektromagnetické, elektrody pro odpor svařování, vysokozatěžované elektrické kontakty [3])

2.1.2 Přehled kompozitních materiálů



Obr. 3: Rozdělení kompozitních materiálů [1]

Částicové kompozity

- § Kompozity zpevňované částicemi velkými (od cca 0,1 mm výše) nebo malými (obvykle v rozmezí 10-100 nm).
- § Mechanizmy zpevnění se výrazně liší, ale společným znakem obou typů je isotropie mechanických vlastností.

Kompozity zpevněné velkými částicemi

- § Označení „velká částice“ naznačuje, že interakce matrice vs. částice neprobíhá na atomární či molekulární úrovni. Tyto částice jsou obvykle tvrdší a pevnější než matrice (ale jsou i opačné příklady) a jejich působení spočívá v omezování deformace matrice v okolí částic a tím částice přenáší část zatížení.
- § Úroveň zpevnění (zlepšení mech. vlastností) závisí na kvalitě rozhraní matrice/částice.
- § Částice nemusí mít ideální kulový tvar, ale jejich rozměry jsou přibližně stejné ve všech směrech.
- § Efektivně zpevňují částice malé a v objemu rovnoměrně rozdělené.
- § S rostoucím objemem částic se zlepšují i mechanické vlastnosti. Tento nárůst lze jednoduše vypočítat podle známého směšovacího pravidla.
- § Velkočásticové kompozity jsou vytvářeny ze všech typů matric, se strukturou na úrovni makro nebo mikro.
- § Jako typický příklad makrostrukturních kompozitů lze uvést beton a jeho varianty (železobeton, předpjatý beton). Typickým mikrostrukturním kompozitem jsou např. slinuté karbidy, nebo polymery zpevněné částicemi CaO.

Kompozity zpevněné malými částicemi

- § Tyto kompozity označujeme jako dispersně zpevněné.
- § Zpevňující fáze může být kovová i nekovová (velmi často jsou používány oxidy, např. Al_2O_3).
- § Zpevnění se uskutečňuje na atomární či molekulární úrovni. Mechanismus je obdobný jako např. u precipitačně zpevněných slitin Al, tedy blokování pohybu dislokací.
- § Typickým příkladem tohoto typu kompozitu je práškovou metalurgií vyrobený kompozit, nazývaný SAP (Sintered Aluminium Powder) [3].

2.2 Kompozity v silovém poli

2.2.1 Teorie složené soustavy

Při návrhu i použití kompozitů je často žádoucí znát nejen materiálové vlastnosti soustavy, nýbrž i vztah těchto vlastností k příslušným vlastnostem složek. To řeší teorie složených (směsných) soustav, jejímž hlavním úkolem je vyhledání přiměřeného směsného vztahu.

Výsledná vlastnost X_s mnohosložkové soustavy složené z materiálů o vlastnostech $X_1, X_2, \dots, X_n$ a poměrných objemových dílech složek v soustavě $v_1, v_2, \dots, v_n$ je určena obecně funkcí:

$$X_s = F(X_1, X_2, \dots, X_n, v_1, v_2, \dots, v_n), \quad (1)$$

přičemž:

$$\sum_{i=1}^n v_i = 1. \quad (2)$$

Funkční závislost (1) je v konkrétních případech složitá, neboť zahrnuje i vliv tzv. geometrie složené (směsné) soustavy. Výjimkou jsou případy jednoduchých složených soustav, tvořených např. paralelně nebo sériově řazenými vrstvami několika různých materiálů.

Geometrie složené soustavy je určena jejím typem, rozložením částic v soustavě, tvarem částic, orientací částic vzhledem k působícímu silovému poli, případně i velikostí částic.

Vzájemná záměna indexů v analytickém vyjádření směsného vztahu je možná pouze při popisu soustav statistického typu, v nichž jsou všechny složky soustavy geometricky rovnocenné. Při popisu matričních soustav je záměna indexů ve směsném vztahu nepřípustná.

2.2.2 Složená soustava v silovém poli

Z hlediska teoretického řešení složených soustav není rozhodující, zda se sledují vlastnosti elektrické, magnetické nebo tepelné. Je tomu tak proto, že chování materiálů v elektrických, magnetických a tepelných polích je popsáno formálně stejnými diferenciálními rovnicemi a je charakterizováno stejnými okrajovými podmínkami. Lze tedy směsné vztahy, odvozené např. pro permitivitu, použít i pro sledování permeability, vnitřní konduktivity, měrné tepelné vodivosti, příp součinitele difúze. Vztah odpovídajících veličin v elektrických, magnetických, tepelných a difúzních polích uvádí tabulka 1.

Tab. 1: Veličiny v elektrických, magnetických, tepelných a difúzních polích

Elektrostatické pole	Elektrodynamické pole	Magnetostatické pole	Tepelné pole	Difúzní pole
Intenzita elektrického pole	Napětí	Intenzita magnetického pole	Teplotní spád	Spád parciálního tlaku
Elektrická indukce	Proudová hustota	Magnetická indukce	Tepelný tok	Difúzní tok
Permitivita	Vnitřní konduktivita	Permeabilita	Měrná tepelná vodivost	Součinitel difúze

Přísně teoretický přístup k řešení složených soustav vychází z teorie potenciálů v silových polích s přihlédnutím k okrajovým podmínkám. Základním úkolem je pak pro daný případ nalézt příslušné řešení Laplaceovy rovnice. Výchozím bodem řešení je zjištění potenciálu v libovolně zvoleném bodě uvnitř i vně jedné makroskopické částice uložené do vnějšího silového pole. Předložit řešení zadané úlohy lze však pouze v případě částic o tvaru, který lze řešit v silovém poli, tedy koule, sféroidu nebo elipsoidu, a to při nízké koncentraci dispergovaných částic v soustavách matričního typu.

Přítomnost většího počtu dispergovaných částic v soustavě vede i za předpokladu, že částice jsou popsány relativně jednoduchými geometrickými tvary, k vážným matematickým obtížím. Na každou jednotlivou částici nepůsobí totiž pouze vnější silové pole, nýbrž i silová pole vytvářená ostatními dispergovanými částicemi. Stejně tak působí i sledovaná částice svým polem na částice ostatní. V důsledku vzájemného ovlivňování polí nelze pak potenciály v jednotlivých bodech soustavy vyčíslit. Výjimkou jsou případy, kdy dispergované částice jsou v soustavě pravidelně rozloženy, nebo jedná-li se o velmi nízkou koncentraci dispergovaných částic.

Při pojednáních o složených soustavách se obvykle předpokládá, že všechny složky soustavy představují homogenní a izotropní prostředí a že částice všech složek jsou velké ve srovnání s rozměry atomů nebo molekul. Jedná-li se o elektrické vlastnosti, předpokládá se ještě, že složená soustava se sleduje při nízkých intenzitách elektrického pole a při kmitočtech ležících mimo relaxační oblast kmitočtové disperze.

2.2.3 Permittivita složené soustavy

Nejčastějším případem řešených složených soustav bývají soustavy dvousložkové. Pro jejich permitivitu byla v minulosti odvozena, mj. např. již Maxwellem a v literatuře uváděna, řada směsných vztahů. Pečlivé prozkoumání jejich vnějšího tvaru však ukazuje, že velká část vztahů je si nejen formálně podobna, nýbrž je ve vzájemném vztahu a liší se od jistého obecného tvaru směsného vztahu pouze mírou odpovídající použité aproximaci.

Většina směsných vztahů popisuje matriční soustavy s matričním prostředím o permitivitě ε_2' a dispergovanými částicemi kulového tvaru o permitivitě ε_1' . Při odvození zevšeobecněného vztahu se uvažuje, že každá dispergovaná částice je obklopena prostředím o efektivní permitivitě $\varepsilon_{ef}' < \varepsilon_2'; \varepsilon_s' >$.

Vhodnější než sledovat hodnoty elektrických potenciálů a intenzit elektrického pole v jednotlivých bodech složené soustavy je pracovat se středními prostorovými hodnotami elektrické indukce a intenzity elektrického pole. Vychází-li se z těchto středních hodnot, lze pro sledovaný případ částic kulového tvaru vyjádřit permitivitu soustavy ε_s' výrazem:

$$e_s' = e_2' \left[1 + v_1 \left(\frac{e_1'}{e_2'} - 1 \right) \frac{3e_{ef}'}{e_1' + 2e_{ef}'} \right], \quad (3)$$

který lze považovat za zevšeobecněný směsný vztah. Výraz (3) je pak možno převést do tvaru:

$$\frac{e_s' - e_2'}{e_2'} = 3v_1 \frac{e_{ef}'}{e_2'} \cdot \frac{e_1' - e_2'}{e_1' + 2e_{ef}'}. \quad (4)$$

Dosazením $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_2'$ nebo $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_s'$ do rovnice (4) je důsledkem aproximativního přístupu k výpočtu permitivity ε_s' a neodpovídá proto v obecném případě skutečnosti. Aproximace $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_2'$ je použito např. v přístupu Maxwellově (zkoumal vnitřní konduktivitu), který pro případ matriční soustavy s nízkou koncentrací dispergovaných částic tvaru stejných koulí odvodil dodnes používaný směsný vztah:

$$\frac{e_s' - e_2'}{e_2'} = 3v_1 \frac{e_1' - e_2'}{e_1' + 2e_{ef}'}. \quad (5)$$

Böttcherův směsný vztah pro soustavu s kulovými částicemi vychází naopak z aproximace $\varepsilon_{ef}' = \varepsilon_s'$, a má tvar:

$$\frac{e_s' - e_2'}{e_2'} = 3v_1 \frac{e_1' - e_2'}{e_1' + 2e_s'}. \quad (6)$$

Z empirických vztahů jsou v technické praxi často používány Lichteneckerovy směsné vztahy. Lichteneckerův mocninový vztah:

$$e_s'^k = \sum_{i=1}^n v_i e_s'^k, \quad (7)$$

je pro případ dvousložkové soustavy tvaru:

$$e_s'^k = v_1 e_1'^k + v_2 e_2'^k. \quad (8)$$

Jedná se o vztah obsahující empirický parametr k , závislý zejména na tvaru a orientaci částic složené soustavy, který může obecně nabývat jakékoliv hodnoty v rozmezí $<-1;1>$. Je zřejmé, že pro krajní hodnoty k odpovídá rovnice (8) vztahům:

$$e_s' = v_1 e_1' + v_2 e_2' \quad \text{a} \quad (9)$$

$$\frac{1}{e_s'} = v_1 \frac{1}{e_1'} + v_2 \frac{1}{e_2'}, \quad (10)$$

které popisují permitivitu soustavy složené ze dvou paralelně nebo sériově řazených vrstev. Pro hodnotu $k \rightarrow 0$ přechází rovnice v tzv. Lichteneckerův logaritmický vztah:

$$\log e_s' = v_1 \log e_1' + v_2 \log e_2'. \quad (11)$$

Lichteneckerův logaritmický vztah je tvarově jednoduchý a dobře popisuje složené soustavy statistického i matričního typu s libovolnou hodnotou poměrného objemového dílu všech složek soustavy s částicemi libovolného či neurčitého tvaru při chaotickém uspořádání složek. Popis dvousložkové složené soustavy vztahem (11) bude tím přesnější, čím menší bude poměr permitivit obou složek; při odvozování svých vztahů uvažoval Lichtenecker dvě složky o nejvyšším poměru $\varepsilon_1'/\varepsilon_2' = 4$ [11].

2.3 Elektroizolační laky

Izolační lak je vlastně roztokem tekutých i pevných látek v rozpouštědlech, které po jejich odpaření vytvoří pevný lakový film. Vhodné hustoty laků se dosahuje ředidly, což jsou látky podobné rozpouštědlům. V menší míře jsou v lacích obsaženy i zvláčňovadla neboli změkčovadla (plastifikátory), urychlovače (sikativy), umožňující rychlejší zasychání laku, a někdy i pigmenty dodávající laku určitou barvu.

2.3.1 Elektroizolační laky a jejich rozdělení

Rozdělení podle základu laku zahrnuje:

- § laky olejové
- § syntetické
- § asfaltové
- § lihové
- § celulózové
- § deriváty kaučuku

Olejové laky - základem olejových laků jsou vysychavé oleje, hlavně olej lněný a dřevný. Oba jsou estery glycerínu a organických mastných kyselin, které polymerují při uvolnění dvojných vazeb. Laky jsou pak kombinacemi těchto olejů buď s přírodními, nebo syntetickými pryskyřicemi (tzv. žluté laky) nebo s asfalty (černé laky) rozpuštěnými ve vhodných rozpouštědlech. Pro urychlené vysychání se používá urychlovačů, tzv. sikativů. To jsou sloučeniny různých kovů (olova, manganu, kobaltu i vápníku), které jako soli různých kyselin jsou rozpustné v oleji. Při vyšším obsahu sikativů lze získat laky, které vysychají při normální teplotě, ale rychleji stárnou. To se projeví po delší době při zvýšené teplotě křehnutím lakového filmu a tvořením trhlin. Kvalitní olejový lak má zůstat po zaschnutí pružný.

Laky na bázi syntetických pryskyřic - pro uvedenou špatnou vytvrzovatelnost olejových laků se nejdříve přecházelo na izolační laky s podkladem syntetických tvrditelných pryskyřic, a to hlavně fenol nebo melaminoformaldehydových. Tyto tzv. bakelitové laky mají pro vylučování vody během vytvrzování horší elektrické vlastnosti, horší tepelnou vodivost a špatně zatékají. Vytvrzování probíhá polykondenzací v celé vrstvě bez přítomnosti kyslíku. Vytvrzený film je olejovzdorný a tvrdý, náchylný k prasknutí. Používá se jich hlavně k impregnaci tkanin a papíru, potřebných pro výrobu vrstvených hmot. Z polymeračních pryskyřic používaných k výrobě elektroizolačních laků to jsou hlavně sloučeniny obsahující vinylové skupiny a z nich pak především polystyrol, polvinylchlorid a metakryláty.

Laky lihové - za laky lihové lze považovat roztoky přírodních pryskyřic v lihu. Jsou to laky kopálové, více rozšířené jsou však laky šelakové. Po odpaření lihového ředidla nastává za přítomnosti vzduchu vytvrzování šelaku, který však zůstává termoplastický. Pro alkoholická rozpouštědla, která napadají lak na vodičích, nelze těchto laků používat jako impregnačních a jsou vlastně jen laky povrchovými. Hlavní využití laku šelakového je při

výrobě velkoplošných slídových izolací, jako mikanitu a mikafólia, kdy má šelakový lak funkci laku lepicího.

Bezrozpouštědlové pryskyřice - jako základních filmotvorných složek se vedle nenasyčených polyesterů používá hlavně pryskyřic epoxidových a silikonových. Tzv. bezrozpouštědlové laky na bázi polyesterových pryskyřic vynikají čírostí a povrchovou tvrdostí při velkém obsahu sušiny. Epoxidové pryskyřice jsou vypalovací laky k lakování vodičů, které vydrží teplotu až 200 °C. U bezrozpouštědlových pryskyřic se hlavně sleduje doba jejich nutného zpracování, která je někdy překážkou širšího využití. Při tom se ukazuje, že při delší době zpracovatelnosti je pak třeba delší doby nebo vyšší teploty pro vytvrzování. Použití bezrozpouštědlových pryskyřic jako impregnačních hmot přináší mnohé výhody. Protože není třeba odpařovat rozpouštědla, vzniká úspora času i tepelné energie, při čemž vytvrzování probíhá rychleji.

2.3.2 Použití elektroizolačních laků

Podle ČSN 67 6020 - „Izolační laky pro elektrotechniku“ jsou laky rozděleny podle použití takto:

- § Laky impregnační
- § Laky a emaily povrchové
- § Laky na dráty
- § Laky na kabely a vodiče
- § Laky na tkaniny a trubičky
- § Laky lepicí

Jak je zřejmé z rozdělení izolačních laků, je jejich použití mnohostranné. Nejvíce se elektroizolačních laků používá jako laků impregnačních. Vytvrzené filmy impregnačních laků jsou pak proti vlivům prostředí chráněny laky druhé skupiny tj. laky povrchovými.

Použití impregnačního laků přináší u elektrotechnického zařízení:

- § zvýšení elektrické pevnosti izolovaných částí,
- § zvýšení mechanické pevnosti těchto částí,
- § zlepšené odvádění vzniklého tepla, tj. zvýšení tepelné vodivosti.

Elektrická pevnost je zvyšována zaplněním všech pórů izolačního materiálu lakem, tím je také zabráněno dalšímu vnikání vlhkosti. Mechanické pevnosti se dosahuje při vytvrzení

laku vzájemným slepením vodičů. Zlepšené odvádění tepla nastává vyplněním všech prázdných prostor v izolacích elektrických zařízení.

Z počátku se používalo laků olejových, které byly záhy nahrazeny laky na bázi pryskyřic, nejdříve fenolických, později fenolalkydoových i karbamidoalkydoových. Pro požadavky větší tepelné odolnosti (třída 155) byly vyvinuty laky na bázi modifikovaných polyesterových pryskyřic. V poslední době je vývoj impregnační techniky zaměřen na použití laků bezrozpuštědlových [5].

2.3.3 Matrice

Spojité složka, která zastává funkci pojiva výztuže a chrání většinou křehká vlákna, se nazývá se matrice. Polymerní matrice jsou výrazně poddajnější než vlákna, pevnost v tahu je u všech matric menší než pevnost v tahu vláken (u polymerních matric až o dva řády).

Nepoužívanější matrice jsou nenasycené polyester (UP), vinylestery (VE) a epoxidy (EP) a z termoplastu polypropylen (PP) a polyamidy (PA). Reaktoplasty a aromatické termoplasty s vysokou teplotou tvarové stálosti se vzhledem k své ceně používají především ve vojenském průmyslu (například spodní kompozitní díly tryskových letadel s kolmým startem musí mít matici s vysokou tepelnou odolností), případně pro výrobu špičkových zařízení (družice, raketoplány, střely s plochou dráhou letu a pod) [7].

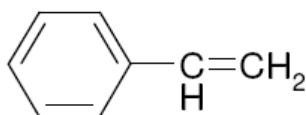
Nenasycené polyesterové pryskyřice

Pod pojmem nenasycené polyesterové pryskyřice (unsaturated polyesters = UP) je rozuměn roztok lineárních nenasycených polyesterů (obsahují reaktivní dvojnou $C = C$ vazbu) v polymerace schopném rozpouštědle (nejčastěji ve styrenu). Krátké oligomerní řetězce UP (několik monomerních jednotek) jsou vzájemně síťovány styrenovými můstky. Síťovací radikálová reakce je iniciována pomocí volných peroxidových radikálů vzniklých termickým štěpením organických diperoxidů. Aby reakce probíhala s technologicky přijatelnou rychlostí, je nutno vytvrzování provádět za zvýšené teploty. Teplota vytvrzování je dána typem použitého iniciátoru, které se od sebe liší právě teplotou, při které je jejich rozpad maximální [8].

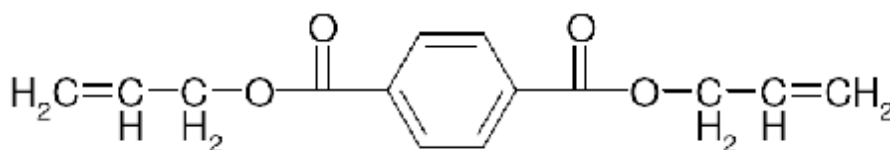
Monomerní reaktivní rozpouštědlo

Samotné UP mají vysokou viskozitu a proto nejsou pro přímé zpracování bez zředění vhodné. Proto je další nedílnou součástí reaktivní monomer s nenasycenou vazbou, který hraje v systému dvě úlohy. Za prvé slouží jako rozpouštědlo pryskyřice a snižuje její viskozitu a druhá důležitá vlastnost je schopnost síťovat. Pomocí reaktivního monomeru

vytvoříme z lineárních polyesterových řetězců nerozpustnou, prostorovou termosetickou strukturu. Nejčastěji používaný monomer je styren (obr. 4), důvod jeho nejčastějšího použití je jeho nízká viskozita, cena a přijatelné vlastnosti při vytvrzování. Dalšími používanými monomery jsou metylmetakrylát a butylmetakrylát, které se používají k dosažení dokonalé průhlednosti a UV stability. Styren jako síťovací činidlo má velkou nevýhodu a tou je značná těkavost par styrenu, obsah styrenu v pryskyřici se řídí platnými zákony dané země, jelikož páry styrenu jsou toxické. I přes tuto nevýhodu patří mezi nejvíce užívané síťovací činidla. Dalším používaným monomermem je diallylftalát (obr. 5), který je méně těkavější než styren a produkt vykazuje po vytvrzení větší tvrdost a křehkost, ale je těžké jím síťovat za pokojové teploty [9].



Obr. 4: Styren [9]



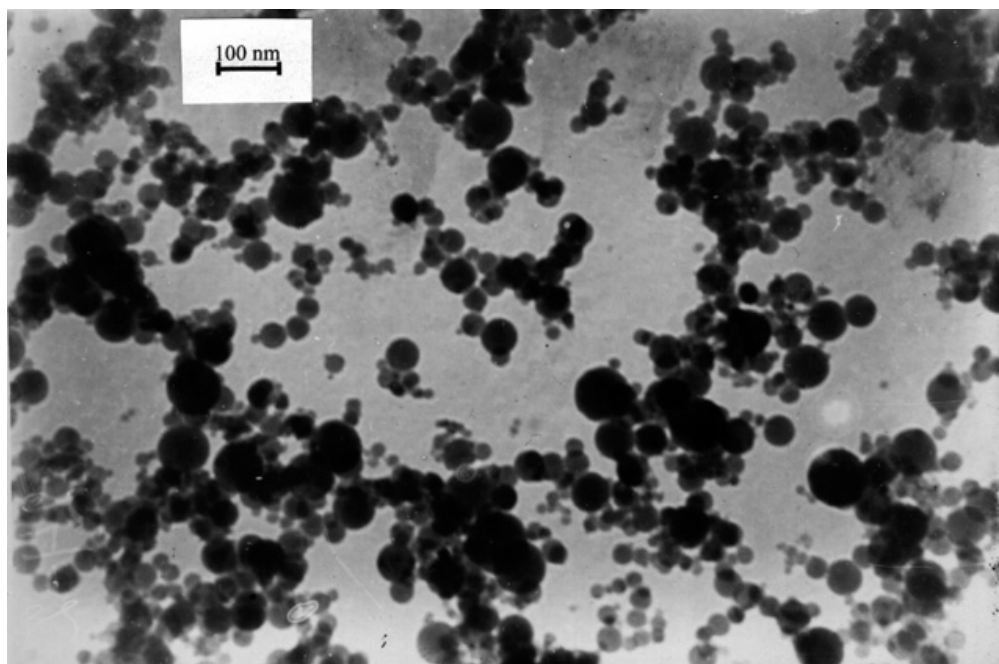
Obr. 5: Diallylftalát [9]

2.3.4 Výztuž

Jako výztuž lze použít oxid hlinitý, což je krystalická látka obvykle bílé barvy, která vzniká při spalování hliníku nebo dehydratací hydroxidu hlinitého. Oxid hlinitý se v přírodě vyskytuje jako velmi tvrdý nerost korund. Odrůdy korundu jsou smrek a drahé kameny – modrý safír a červený rubín. Surovinou pro výrobu oxidu hlinitého je bauxit. Z něj vyrobený oxid hlinitý je bílá prášková látka. Používá se při výrobě porcelánu, zubních cementů a barev, nejvíce však k výrobě hliníku [12].

Tab. 2: Přehled oxidu hlinitého [12], [13]

Obecné	
Systematický název	Oxid hlinitý
Triviální název	Alumina
Anglický název	Aluminium oxide
Sumární vzorec	Al_2O_3
Vzhled	bílý krystalický prášek
Identifikace	
Registrační číslo CAS	1344-28-1
Registrační číslo EINECS	215-691-6
Vlastnosti	
Molární hmotnost	101,96 g/mol
Teplota tání	2054 °C
Teplota varu	2980 °C
Hustota	3,97 g cm ⁻³ (pevný)
Rozpustnost ve vodě	nerozpustný
Struktura	
Krystalová struktura	kubická



Obr. 6: Vzhled a rozměry oxidu hlinitého pod mikroskopem [13]

2.4 Dielektrické vlastnosti

2.4.1 Komplexní permitivita

Po vložení dielektrika do vnějšího elektrického pole o konstantní intenzitě $\vec{E}$ se zvětší v důsledku polarizačních jevů v daném prostoru elektrická indukce $\vec{D}$ oproti indukci ve vakuu $\vec{D}_0$ o hodnotu vektoru polarizace $\vec{P}$:

$$\vec{D} = \vec{D}_0 + \vec{P} \quad (12)$$

V praktických aplikacích se používá pro charakterizaci polarizačních dějů nejčastěji permitivita. Jak vyplývá z Maxwellových materiálových rovnic, je permitivita konstantou úměrnosti mezi vektorem intenzity elektrického pole $\vec{E}$ a vektorem elektrické indukce $\vec{D}$. Protože se permitivita používá téměř výhradně ve formě relativní, zapisuje se tato rovnice ve tvaru:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E} \quad (13)$$

kde ϵ_0 (absolutní) permitivita vakua ($\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$)

ϵ_r relativní permitivita.

Hodnota relativní permitivity vakua je rovna jedné, neboť ve vakuu ze zřejmých příčin k polarizaci nemůže docházet. Pro jakoukoliv jinou elektroizolační látku nabývá hodnot větších než jedna. Její velikost se pohybuje od hodnot o málo větších než jedna pro plynné izolanty přes hodnoty řádově několika jednotek až desítek pro izolační materiály kapalné a tuhé až po hodnoty řádově 10^4 pro feroelektrika. Velikost relativní permitivity je určena uplatňujícími se polarizačními mechanismy. Není materiálovou konstantou, neboť se u ní projevuje zpravidla značná teplotní, u feroelektrik i napěťová závislost. Proto se musí ke každému číselnému údaji o permitivitě přiřadit popis vnějších podmínek, za nichž byla stanovena [10].

Zvýšení elektrické indukce v důsledku polarizace se při konstantní intenzitě projeví zvětšením náboje na elektrodách příslušného měřicího kondenzátoru. Tohoto jevu se užívá při praktickém určování relativní permitivity, kdy se měření elektrické indukce, resp. náboje převádí na měření kapacity. Jednoduchou úpravou rovnice (13) se získá vztah:

$$\epsilon_r = \frac{C_x}{C_0} \quad (14)$$

v němž C_x je kapacita měřicího kondenzátoru s vloženým dielektrikem a C_0 kapacita geometricky shodného měřicího systému, u něhož je místo původního dielektrika vakuum. Kapacita C_0 , tzv. geometrická kapacita, se zpravidla neměří, ale počítá z rozměrů kondenzátoru. Příslušné vztahy jsou uvedeny v kapitole 2.5 [10].

Permitivita ϵ^* je kmitočtově závislá komplexní veličina se zápornou fází. Názorně je tato skutečnost vidět na obrázku 8, který představuje vzájemnou polohu fázorů $\hat{E}$ a $\hat{D}$ při polarizaci střídavým elektrickým polem. Jak je zřejmé z obrázku, skládá se komplexní permitivita ze dvou složek - složky reálné ϵ' , která je mírou kapacitního charakteru dielektrika (odpovídá relativní permitivitě ϵ_r a složky imaginární ϵ'' , která je úměrná celkovým ztrátám (polarizačním a vodivostním, ionizační se neuvažují) v dielektriku a nazývá se též ztrátovým číslem [10].

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (15)$$

Paul Debye teoreticky odvodil pro komplexní permitivitu dielektrik za předpokladu jedné relaxační doby vztah:

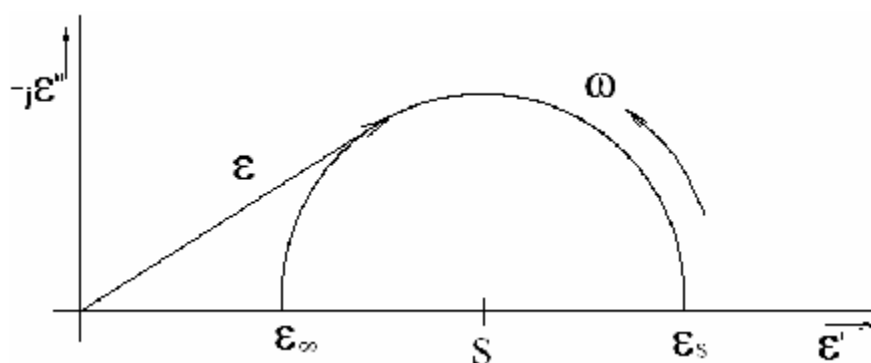
$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + j\omega\tau}, \quad (16)$$

kde: ϵ_s je statická relativní permitivita (při $\omega = 0$)

ϵ_∞ je optická relativní permitivita (při $\omega \rightarrow \infty$)

τ je relaxační doba.

Grafickým zobrazením komplexní permitivity je Coleho - Coleho diagram se středem na ose ϵ' .



Obr. 7: Coleho - Coleho diagram

Řešením rovnice (16) obdržíme pro reálnou a imaginární složku komplexní permitivity vztahy:

$$e' = e_{\infty} + \frac{e_s - e_{\infty}}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad \text{a} \quad (17)$$

$$e'' = \frac{\omega \tau (e_s - e_{\infty})}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (18)$$

2.4.2 Ztrátový činitel

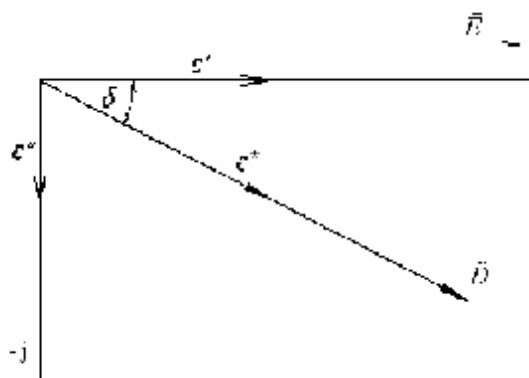
Za míru dielektrických ztrát se považuje nejčastěji ztrátový činitel $\tan \delta$. Je to veličina závislá na konduktivitě izolantu a podobně jako permitivita na uplatňujícím se polarizačním mechanismu. Jeho hodnota se v závislosti na teplotě a kmitočtu mění v širokých mezích (za kvalitní izolanty se považují takové materiály, které mají při teplotě místnosti ztrátový činitel menší než $1 \cdot 10^{-2}$).

Fázový posun δ mezi elektrickou indukcí a intenzitou elektrického pole se nazývá ztrátovým úhlem a pro jeho tangentu, tzv. ztrátový činitel platí (při uvažování celkových ztrát):

$$\tan \delta = \frac{e''}{e'} = \frac{\omega \tau (e_s - e_{\infty})}{e_s + e_{\infty} \omega^2 \tau^2} \quad (19)$$

Činitele ovlivňující velikost $\tan \delta$:

- | | |
|-------------------------------|--|
| § teplota | - u všech dielektrik |
| § kmitočet elektrického pole | - u všech dielektrik |
| § intenzita elektrického pole | - u feroelektrik a v případě ionizačních ztrát |



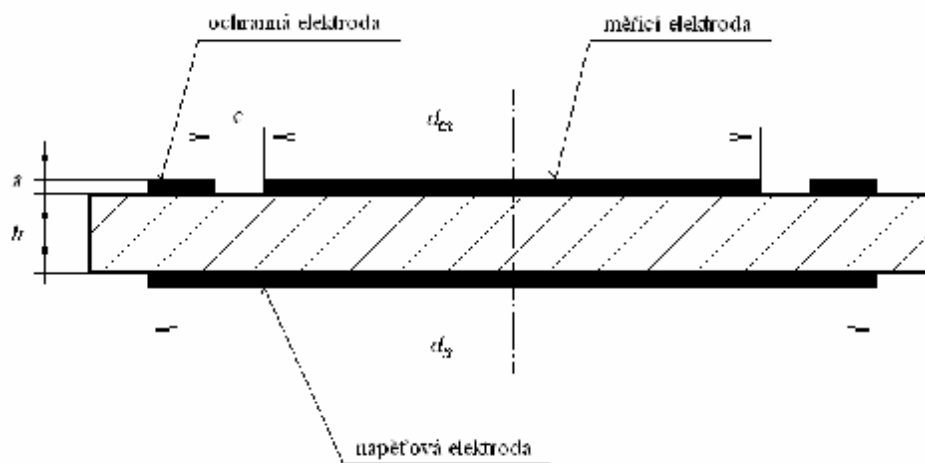
Obr. 8: Fázový posun δ mezi elektrickou indukcí a intenzitou elektrického pole

2.5 Elektrodotový systém

Měření základních elektrických vlastností tuhých a kapalných izolantů, jako jsou relativní permitivita, ztrátový činitel, vnitřní a povrchová rezistivita (měrný vnitřní a povrchový odpor), se převádí na určení prvků ekvivalentního náhradního schématu kondenzátoru, jehož dielektrikum je zkoumaný vzorek.

Měřicí kondenzátor mohou tvořit přiložené nebo na povrch vzorku nanesené elektricky dobře vodivé rovinné elektrody, pro měření na kapalinách jsou měřicí kondenzátory zpravidla ve tvaru vhodné měřicí nádoby. Zvláštní druh představují bezdotykové elektrody. Podle počtu elektrod se rozlišují tříelektrodotové a dvouelektrodotové systémy.

Tříelektrodotový rovinný systém je tvořen dvěma elektrodami kruhového tvaru – měřicí a napěťovou – a třetí, ochrannou elektrodou ve tvaru mezikružší. Základní uspořádání tříelektrodotového systému je na obrázku 9. Používá se pro stejnosměrná měření, jakož i pro střídavá měření na mostech do kmitočtu cca 10^5 Hz. Použití ochranné elektrody snižuje vliv okrajové a zemní kapacity měřicí elektrody a vylučuje vliv povrchového svodu na výsledek měření. Efektivnost ochranné elektrody je tím větší, čím menší je mezera a rozdíl potenciálů mezi měřicí a ochrannou elektrodou.



Obr. 9: Tříelektrodotový rovinný systém

Pro rozměry elektrodotového systému platí doporučení normy. Pro kruhový tvar elektrod doporučuje norma volit průměr měřicí elektrody z řady 10, 25, 50, 75, 100 mm tak, aby kapacita kondenzátoru se vzorkem byla v rozmezí 20 až 300 pF. Šířka ochranné elektrody nesmí být menší než dvojnásobek tloušťky vzorku a mezera mezi ochrannou a měřicí elektrodou má být co nejmenší ($c \leq 2h$). Doporučuje se šířka ochranné elektrody minimálně

10 mm a šířka mezery 1 až 2 mm. Průměr napět'ové elektrody nesmí být menší než vnější průměr ochranné elektrody. Geometrická kapacita C_0 tříelektrodového systému se vypočítá:

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{S_{ef}}{h} . \quad (20)$$

Efektivní plocha měřicí elektrody je:

$$S_{ef} = \frac{p(d_m + c)^2}{4} , \quad (21)$$

kde:

C_0	geometrická kapacita tříelektrodového systému
ϵ_0	(absolutní) permitivita
S_{ef}	efektivní plocha měřicí elektrody tříelektrodového měřicího kondenzátoru
h	tloušťka vzorku
d_m	průměr měřicí elektrody
c	šířka mezery mezi měřicí a ochrannou elektrodou

Podle způsobu realizace se rozlišují dvě hlavní skupiny elektrodových systémů. První skupinu tvoří elektrodové systémy příložené, k nimž se řadí i elektrody přitlačné a elektrody vytvořené kovovými fóliemi. Jedná se v podstatě o elektrody s mezivrstvou, neboť mezi vzorkem a elektrodami je vlivem jejich konečné drsnosti vždy tenká vrstva vzduchu, která ovlivní výsledky měření. Mezivrstva vzduchu způsobuje, že naměřená kapacita, a tedy i vypočtená relativní permitivita, je vždy menší než skutečná kapacita odpovídající vzorku. Chyba měření se zvětšuje s klesající tloušťkou vzorku; výrazná je při řádově stejných tloušťkách. Je tedy nutno měřit na dostatečně tlustých vzorcích, aby chybu bylo možné zanedbat. Druhou skupinu představují elektrodové systémy vytvářené bezprostředně na povrchu vzorků. Sem patří elektrody z vodivých nátěrů, elektrody vpalované, nanášené stříkáním roztaveného kovu a kovové elektrody napařované ve vakuu. Elektrody nanášené na povrch vzorku mají dobrý kontakt s povrchem měřeného materiálu, naměří se tedy skutečná kapacita a ztrátový činitel (při malém elektrickém odporu vrstvy). Přesto je výpočet relativní permitivity zatížen systematickou chybou, neboť geometrická kapacita C_0 , stanovená z rozměrů vzorku je vždy menší než jaká by odpovídala nerovnému povrchu vzorku. Vypočítaná relativní permitivita je tedy vždy větší než skutečná. Chyba je tím větší, čím tenčí jsou vzorky a čím je povrch vzorků drsnější.

Zvláštní skupinu elektrod tvoří tzv. bezdotykové elektrody. Nejedná se o jiný druh elektrodového systému v pravém slova smyslu, ale o aplikaci přitlačného mikrometrického měřicího kondenzátoru. Měřený vzorek je volně vložen mezi desky kondenzátoru, které mají nastavenou větší vzdálenost než je tloušťka vzorku. Tím se vytvoří mezi oběma elektrodami a vzorkem vzduchová mezery definované tloušťky. Měřená soustava představuje sériově zapojené kondenzátory se vzduchovým a měřeným dielektrikem. Jde tedy o složenou soustavu izolant - vzduch; relativní permitivita i ztrátový činitel vzorku se vypočítají z naměřených hodnot za pomoci směsných vztahů. Toto uspořádání má velkou výhodu v tom, že není nutno nanášet na vzorek elektrodový systém, mezivrstva vzduchu je funkční a je zahrnuta ve výpočtu. Bezdotykovými elektrodami se relativní permitivita stanovuje obvykle metodou substituční, která vylučuje vliv drsnosti elektrod, vzorku a parazitních kapacit [10].

3 Experimentální část

3.1 Příprava vzorků pro měření

Pro experiment byl použit impregnační lak NH 91 LV (viz. kapitola 2.3.3). Nejprve byly vybrány teflonové formy, do kterých se první zkušební vzorky odlévaly. Bylo potřeba vyzkoušet vytvrzovací postup, při kterém by byly vyrobeny experimentální vzorky s různým hmotnostním plněním. Po několika pokusech s různými vytvrzovacími teplotami, při kterých nešly vzorky většinou oddělit od teflonových forem, nebo došlo k popraskání vzorků, byly zvoleny teploty pro vytvrzování 100 °C po dobu 10 hodin, 130 °C po dobu 4 hodin a závěrečné dotvrzení na 150 °C po dobu 4 hodin. Takto vytvrzené vzorky šly většinou oddělit od teflonové formy a nedošlo tak k popraskání vzorku. U některých vzorků však přesto došlo k přilepení k teflonové formě a i při velmi opatrné manipulaci vzorek praskl. Ani v případě vymazání formy silikonovou vazelínou se přilepování odstranit nepodařilo. Záleželo i na hladkosti a čistotě samotné teflonové formy.

Po zvolení jednotného teplotního procesu vytvrzování, byly postupně vyrobeny vzorky s různým hmotnostním procentem plnění nanočásticemi Al_2O_3 . Jednalo se o nanočástice s rozměry menšími než 50 nm. Na digitální váze byl vždy zvážen lak určený k odlití do forem a následně vypočítáno a naváženo množství nanočástic určených k namíchání do laku. Směs byla nejdříve rozmíchána ručně a poté vložena na 30 minut do ultrazvukové míchačky k dokonalému promíchání a rozmístění nanočástic v tekutém laku. Poté byl lak rovnoměrně rozlit do forem, které se před každým vytvrzovacím cyklem důkladně očistily od pevných částic a od případných mastnot byla forma vyčištěna lihem. Takto připravené vzorky se ihned vložily do vytvrzovací pece na první vytvrzovací teplotu, aby nedošlo k zanesení prachových a dalších nečistot do vzorků. Vzorky byly po posledním cyklu vytvrzování ponechány v peci, dokud dostatečně nevychladly a poté byly vyjmuty a označeny.

K dispozici bylo 6 teflonových forem, ze kterých se vždy podařilo získat 3 - 4 kvalitní vzorky, které bylo možné proměřovat. Postupně byly vyrobeny vzorky bez plnění, s 0,5%, 1,0%, 1,5% a 3% hmotnostním plněním nanočásticemi. Ze všech vyrobených vzorků, bylo vybráno po 3 vzorcích od každého hmotnostního plnění nanočásticemi. U každého vzorku byla proměřena jejich tloušťka na několika místech a vypočítán průměr vzorku. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 6.

3.2 Katalogový list impregnantů NH 91 a NH 91 LV

Použití:

Jsou určeny na impregnaci vinutí vysoko mechanicky a tepelně namáhaných elektrických točivých strojů a transformátorů tepelné třídy 180 (H) diskontinuální technologií namáčením nebo zaplavováním za atmosférického tlaku nebo ve vakuu a tlaku. Impregnant NH 91 se dodává podle TP VUKI –0174/73, impregnant NH 91 LV podle PT VUKI – 0207/97. Ředidlo: stabilizátor ZV 91.

Charakteristika:

NH 91 a NH 91 LV jsou jednosložkové impregnanty na bázi modifikované nenasycené polyesterové živice rozpustné v diallylftalátě. Vytvrzují se 3 – 5 hodin při 135 – 150 °C od dosažení příslušné teploty ve vinutí. Impregnanty jsou odolné vůči freonům, transformátorovým olejům a radioaktivnímu záření.

Tab. 3: Zpracovatelské vlastnosti impregnantů NH 91 a NH 91 LV

		NH 91	NH 91 LV
Hustota (DIN 53217) 25°C	kg/m ³	1130-1180	1130-1140
Výtokový čas (DIN pohár 4)			
25°C	s	110-150	
40°C	s	40-50	50-60
Viskozita			
25°C	mPa.s	600-800	
40°C	mPa.s	150-200	200-400
Skladovatelnost			
25°C max	měsíce	min.12	min.12
Teplota vzplanutí	°C	145	145
Tlak nasycených par			
25°C	mbar	0,0013	0,0013
100°C	mbar	0,26	0,26
Čas gelování ¹			
130°C	min	7-9	6-8
140°C	min	4-5	4-5
150°C	min	3-4	3-4
Čas zpracovatelnosti (kritérium: Zvýšení viskozity na dvojnásobek) 50°C	den	50	50
Zkouška vlivu impregnanu na lakové dráty ^{2,8}		vyhovuje	vyhovuje

Tab. 4: Vlastnosti ve vytvrzeném stavu impregnantů NH 91 a NH 91 LV

		NH 91	NH 91 LV
Přesychání do hloubky ^{3,4}		I.1.1.1. ⁹ 0.1.1.1.	I.1.1.1. ⁹ 0.1.1.1.
Čas vytvrzování pro přípravu vzorku, 150°C	H	4	4
Elektrická pevnost ⁵ , 23°C	kV/mm	120-150	120-150
Vnitřní rezistiva ⁴			
23°C	Ω.m	10 ¹⁴	10 ¹⁴
155°C	Ω.m	10 ¹¹	10 ¹¹
180°C	Ω.m	10 ¹⁰	10 ¹⁰
po 96 h ve vodě	Ω.m	10 ¹³	10 ¹³
Síla zpevnění navinuté cívky ⁶			
23°C	N	350-400	300-350
155°C	N	120-150	130-160
180°C	N	80-100	90-120
Teplota sklovatění (T _g)	°C	140	140
Teplotní index ⁷			
Síla zpevnění 22N	°C	183	183
Zkušební napětí 700V	°C	181	181

- 1 DIN 16 945 Verfahren A
- 2 STN 673150 čl. 11, metoha B, po působení 60 min při 70 °C
- 3 4,5 hod při 100 °C +1,5 hod při 110 °C +2 hod při 120 °C
- 4 DIN 464 48 Blatt 1
- 5 NEMA Standard RE 2 – 1987
- 6 STN IEC 1033
- 7 IEC 216
- 8 Polyesterimid, Polyesterimid + amidimid
- 9 Vzhled vzorku, houževnatý, bez trhlin a bublin, povrch hladký, nelepavý [6]

3.3 Měřicí zařízení

Měření bylo prováděno na digitálním RLC metru Agilent 4284A, který slouží k přesnému měření elektrických vlastností materiálů přes široký rozsah frekvencí (20 Hz až 1 MHz).

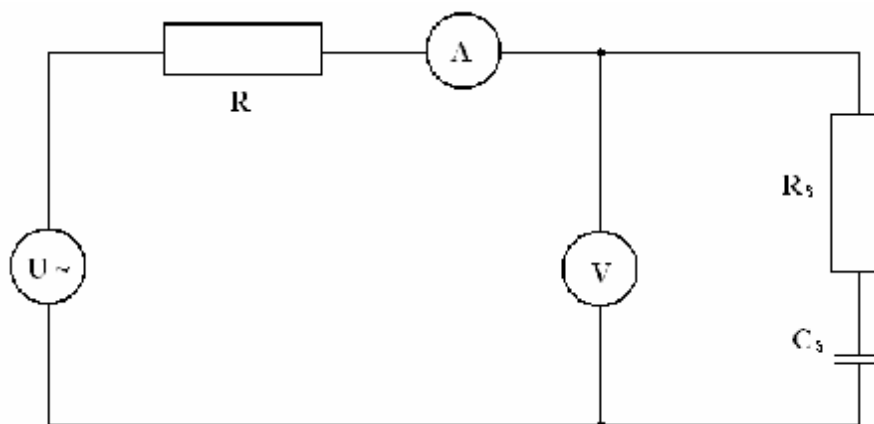
Přístroj Agilent 4284A umožňuje měření elektrického odporu R , kapacity C , indukčnosti L , jejich sériové a paralelní kombinace, výsledný modul impedance Z , nebo admitance

Y a ztrátového činitele $\tan \delta$. Měření kapacity je s přesností $\pm 0,05 \%$ a měření ztrátového činitele s přesností $\pm 0,0005 \%$ pro celý rozsah frekvencí. Přístroj má rozlišení 6 číslic.

Použitý přístroj Agilent 4284A byl pomocí sběrnice GPIB a měřicí PCI karty připojen k PC a přes obslužný software VEE Pro 7.5 byla data zpracovávána a ukládána do tabulkového procesoru Microsoft Excel.

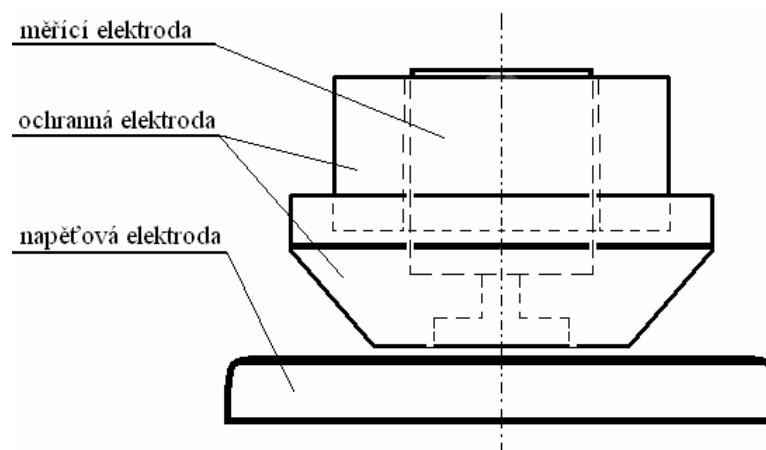
Proměřované vzorky byly umístěny v zařízení Tettex s tříelektrodevým měřicím systémem. V tomto zařízení bylo možno udržovat relativní vlhkost blízkou nule. K udržení relativní vlhkosti blízké nule napomáhalo také obložení měřicího kondenzátoru s vysušeným vzorkem sáčky s vysušeným molekulovým sítem. Toto mělo pohltit zbytkovou vlhkost v okolí vzorku. Proměřování probíhalo při teplotách: 25, 40, 60, 80, 100 a 120 °C. V zařízení Tettex byl umístěn teplotní snímač a dvě ohřívací destičky, které byly umístěny pod a nad elektrodevý systém. K zařízení Tettex byly připojeny teploměr a ohřívací modul. Regulace probíhala ručně.

Zapojení přístroje je znázorněno na obrázku 10. Proměřovaný vzorek je v obvodu zobrazen pomocí prvků R_s a C_s . Při měření Agilent 4284A vyhodnocuje proud protékající rezistorem R a napětí na měřeném vzorku. Naměřené napětí a proud jsou pak přístrojem přepočítány na námi měřenou kapacitu a ztrátový činitel.



Obr. 10: Měření pomocí LCR metru Agilent 4284A

Proměřovaný vzorek byl umístěn v tříelektrodevém systému, který je znázorněn na obrázku 11. Elektrodevý systém se skládá ze spodní napěťové elektrody, měřicí elektrody, která je umístěna uprostřed a ochranné elektrody, která je kolem měřicí elektrody. Průměr měřicí elektrody $d_m = 30$ mm a šířka mezery mezi měřicí a ochrannou elektrodou $c = 1$ mm. Celý měřicí elektrodevý systém, byl při měření zatížen závažím o hmotnosti $m = 4$ kg.



Obr. 11: Elektrodivý systém

3.3.1 Čtyř-pólové uspořádání

Každá vzájemná indukčnost, rušivé měření signálů a nechtěné zbytkové faktory v souvislosti s běžnými metodami připojení budou mít významné účinky na měření, zvláště ve vysokých frekvencích. RLC metr Agilent 4284A používá čtyř-pólové uspořádání měření, které dovoluje snadné, stabilní, a přesné měření a vyhne se omezením měření souvisejících s podobnými faktory.

Vývody se sestávají ze čtyř koaxiálních konektorů:

- § H_{CUR} : Velký proud
- § H_{POT} : Vysokonapěťový
- § L_{POT} : Nízkonapěťový
- § L_{CUR} : Malý proud [14]

Čtyř-pólová metoda měření má výhodu v měření jak nízkých, tak vysokých impedancí. Vnější ochranné vodiče pracují jako zpětná vazba pro měřený signální proud (nejsou uzemněny). Stejně proudy tečou skrz oba střední vodiče a vnější vodiče ochrany (v opačném směru), ale nejsou vygenerovány žádná vnější magnetická pole kolem vodičů (magnetické pole produkované vnitřními a vnějšími proudy se navzájem vyruší). Protože měřený signální proud nevyvolá indukční magnetické pole, měřicí přívody nepřispívají dodatečnými chybami způsobenými indukčnostmi mezi jednotlivými vedeními [14].

3.3.2 Měřicí kontakty

Pro provedení přesného měření s použitím čtyř-pólové techniky měření, je požadováno:

1. Propojení mezi Agilent 4284A a měřicím zařízením by měla být co nejkratší.

2. Pro měření obvodu pomocí čtyř-pólové konfigurace, musí být příslušené vodiče H_{CUR} , H_{POT} , L_{CUR} a L_{POT} spojeny co nejlíže bodu ve kterém bude připojeno měřicí zařízení.
3. Uchovat spojení mezi bodem, ve kterém končí stínění a měřicím zařízením co možná nejkratší [14].

3.4 Korekce přístroje 4284A

Přístroj Agilent 4284A má efektivní korekční funkce, korekce délky kabelů a korekce OPEN, SHORT, LOAD.

Tyto korekční funkce jsou užívané pro dodatečnou opravu chyb kvůli připojenému měřicímu zařízení a měřicích přívodů. V tabulce 5 je znázorněn seznam korekčních funkcí se stručným popisem [14].

Tab. 5: Seznam korekčních funkcí [14]

Výběr korekce	Popis	Použití
Korekce délky kabelu	Oprava chyby fázového posuvu kvůli 1 či 2 m měřicím přívodům.	Měření používající 16048A/D.
OPEN korekce	Oprava pro rozptylovou admitanci kvůli připojenému měřicímu zařízení.	Měření velkých impedancí.
SHORT korekce	Oprava pro zbytkovou impedanci kvůli připojenému měřicímu zařízení.	Měření malých impedancí.
OPEN/ SHORT korekce	Oprava rozptylové admitance a zbytkovou impedanci kvůli připojenému měřicímu zařízení.	Přesná měření.
OPEN/SHORT/LOAD korekce	Oprava odchylky kvůli připojenému měřicímu zařízení a měřicím přívodům použitím norem.	Měření která mají být určena ke standardu. Měření, které používají měřicí zařízení se složitými impedančními parametry. Například, 4284A připojené ke skeneru.

Korekční funkce má dva druhy korekčních metod. V první OPEN/ SHORT korekci mohou být proměřeny všechny frekvence pomocí použití metody interpolace. Ve druhé korekci OPEN/ SHORT/ LOAD korekci mohou být měření provedené na námi blíže určených frekvencích [14].

3.4.1 OPEN korekce

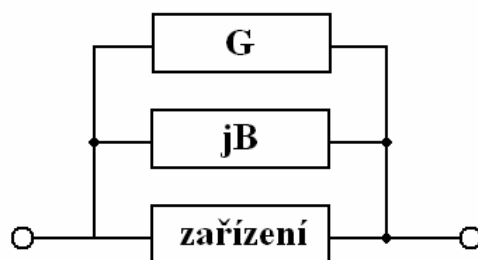
OPEN korekce ruší chyby tzv. „rozptylové admitance“ (G , B) na paralelní větvi s testovaným zařízením (viz. obr. 12) [14].

$$Y = G + jB \quad (22)$$

kde: Y [S] - rozptylová admitance

G [S] - konduktance – reálná složka rozptylové admitance

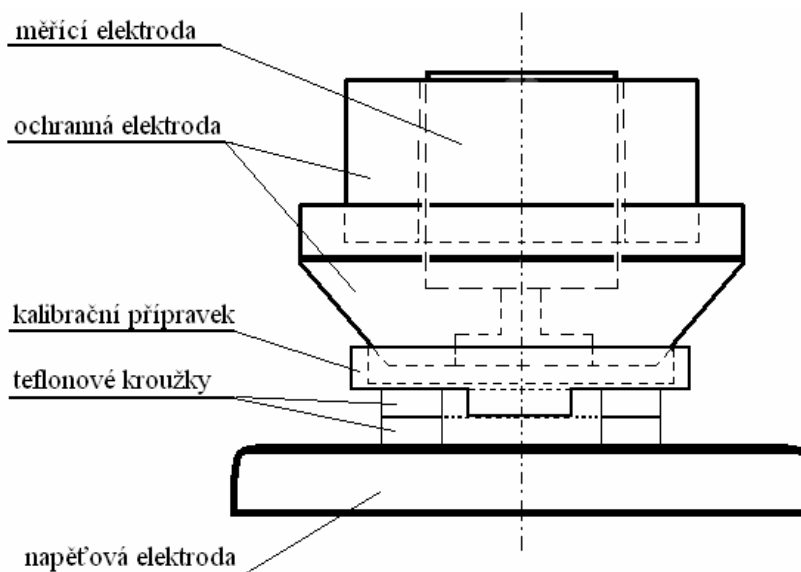
jB [S] - susceptance – imaginární složka rozptylové admitance



Obr. 12: Rozptylová admitance [14]

Elektrodový systém pro korekci OPEN:

Při nastavení korekce OPEN je nutno oddělit všechny tři elektrody. Elektroda ochranná a měřicí propojené nejsou. Je tedy nutné pomocí speciálního přípravku a teflonových kroužků oddělit měřicí a napěťovou elektrodu. Poté může být na přístroji Agilent 4284A spuštěna korekce OPEN, která se po dokončení uloží do paměti.



Obr. 13: Provedení korekce OPEN elektrodového systému

3.4.2 SHORT korekce

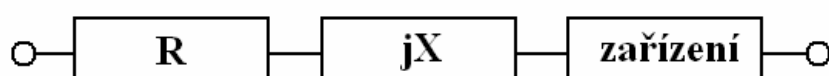
SHORT korekce opravuje zbytkovou impedanci (R , X) v sérii s testovaným zařízením (viz. obr. 14).

$$Z = R + jX \quad (23)$$

kde: $Z [\Omega]$ – impedance

$R [\Omega]$ – rezistance

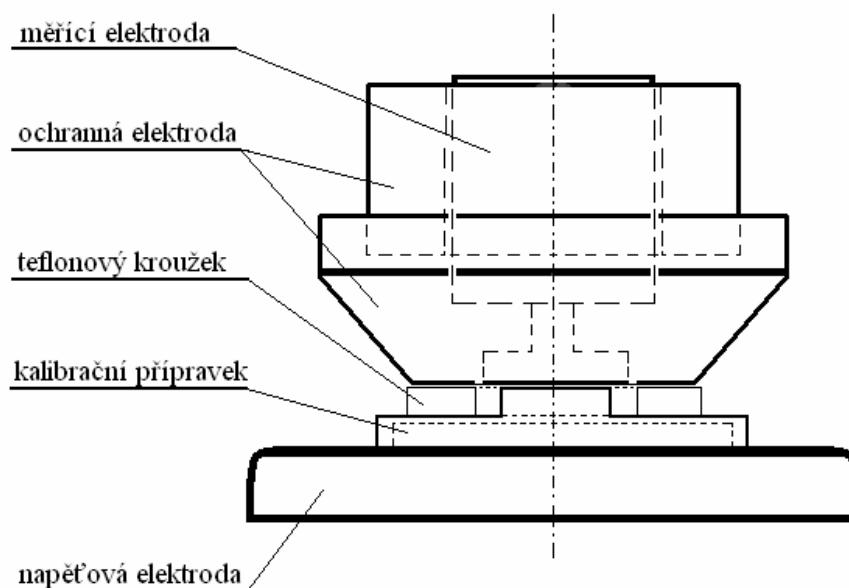
$jX [\Omega]$ – reaktance



Obr. 14: Zbytková impedance [14]

Elektrodotový systém pro korekci SHORT:

Při nastavení korekce SHORT je nutno zkratovat měřicí a napěťovou elektrodu a oddělit elektrodu ochranou. K tomu lze opět použít kalibrační přípravek a teflonových kroužků, kdy je v tomto případě kalibrační přípravek otočen (viz. obr. 15). Poté může být na přístroji Agilent 4284A spuštěna korekce SHORT, která se po dokončení uloží do paměti.



Obr. 15: Provedení korekce SHORT elektrodotového systému

3.5 Vyhodnocení výsledků měření

3.5.1 Naměřené a vypočtené hodnoty

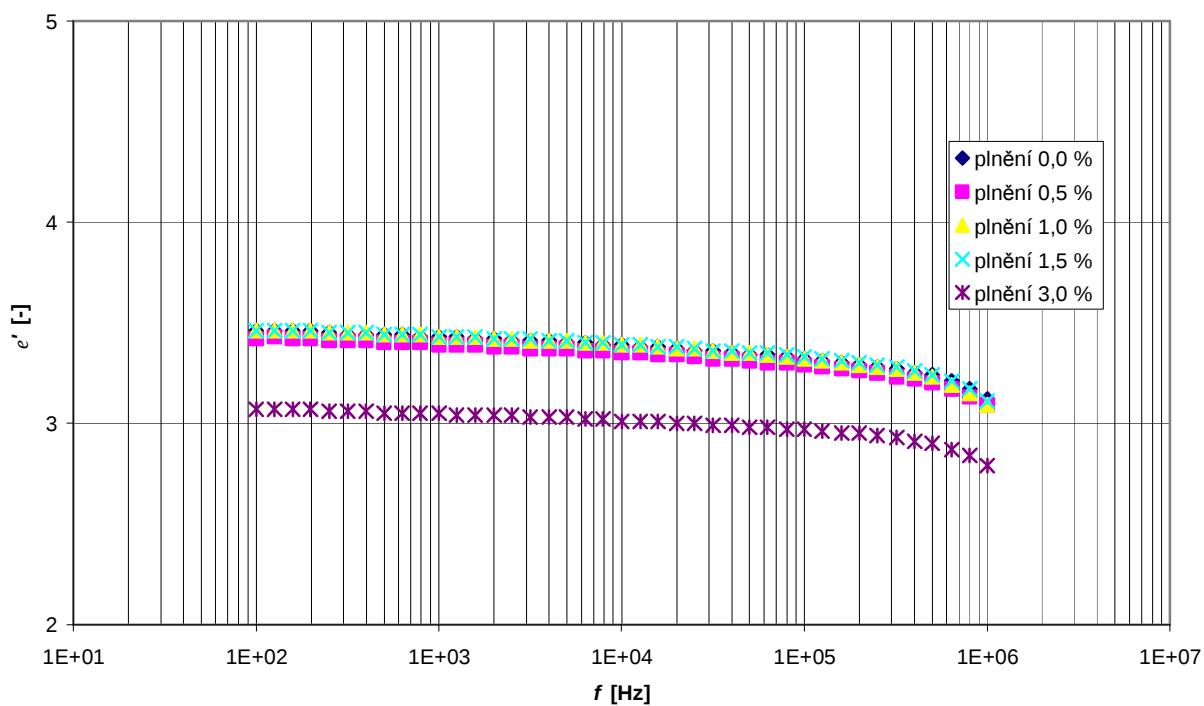
Získané hodnoty ze všech měření jsou uloženy na CD, které je přiloženo k diplomové práci. Na CD se nacházejí také všechny zpracované grafy.

Tab. 6: Tloušťky vzorků

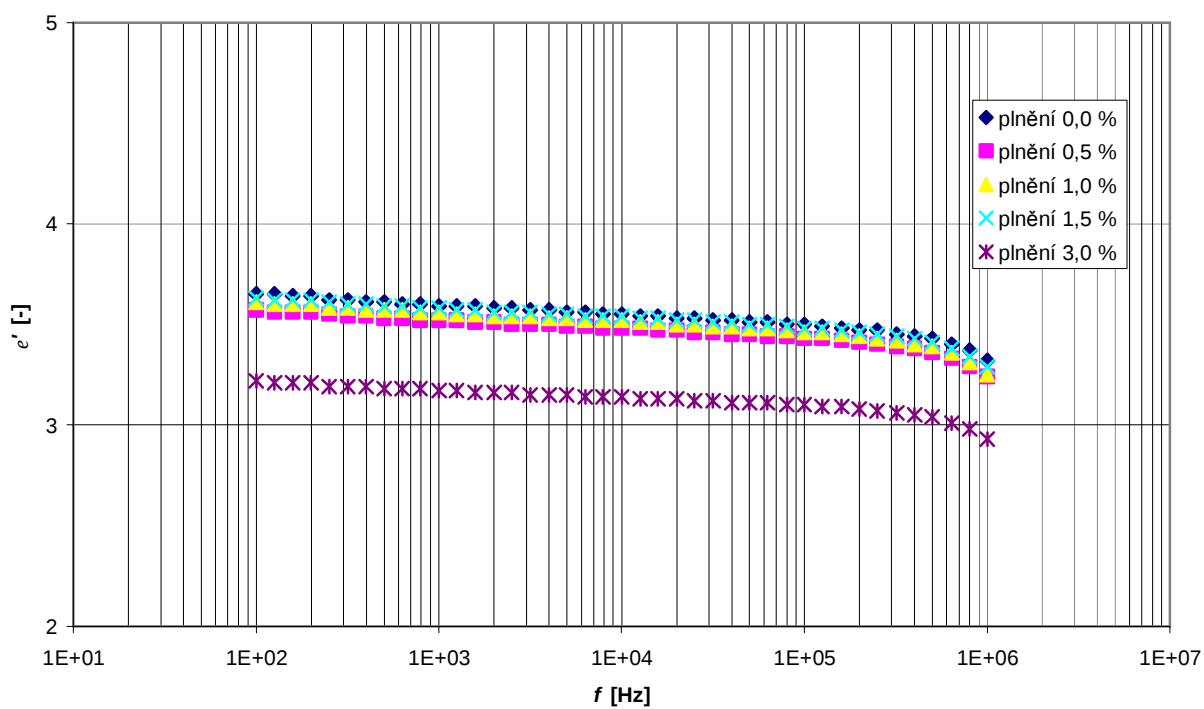
Číslo vz. - plnění	3 - 0,0	4 - 0,0	5 - 0,0	1 - 0,5	3 - 0,5	4 - 0,5	2 - 1,0	5 - 1,0
h_1 [mm]	1,76	1,97	1,86	1,23	1,54	1,38	1,64	1,93
h_2 [mm]	1,76	2,02	1,81	1,16	1,58	1,42	1,66	1,85
h_3 [mm]	1,75	1,92	1,93	1,26	1,57	1,36	1,64	1,94
h_4 [mm]	1,81	1,99	1,87	1,18	1,58	1,4	1,62	1,91
h_5 [mm]	1,74	1,95	1,85	1,21	1,54	1,4	1,68	1,95
h [mm]	1,76	1,97	1,86	1,21	1,56	1,39	1,65	1,92
σ_h [mm]	0,02	0,03	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02	0,04

Číslo vz. - plnění	6 - 1,0	1 - 1,5	2 - 1,5	5 - 1,5	1 - 3,0	2 - 3,0	3 - 3,0
h_1 [mm]	1,57	1,48	1,74	1,5	1,48	1,48	1,4
h_2 [mm]	1,56	1,51	1,75	1,44	1,5	1,63	1,38
h_3 [mm]	1,57	1,4	1,74	1,55	1,5	1,61	1,33
h_4 [mm]	1,47	1,44	1,73	1,52	1,4	1,48	1,29
h_5 [mm]	1,63	1,43	1,73	1,48	1,45	1,64	1,36
h [mm]	1,56	1,45	1,74	1,50	1,47	1,57	1,35
σ_h [mm]	0,05	0,04	0,01	0,04	0,04	0,07	0,04

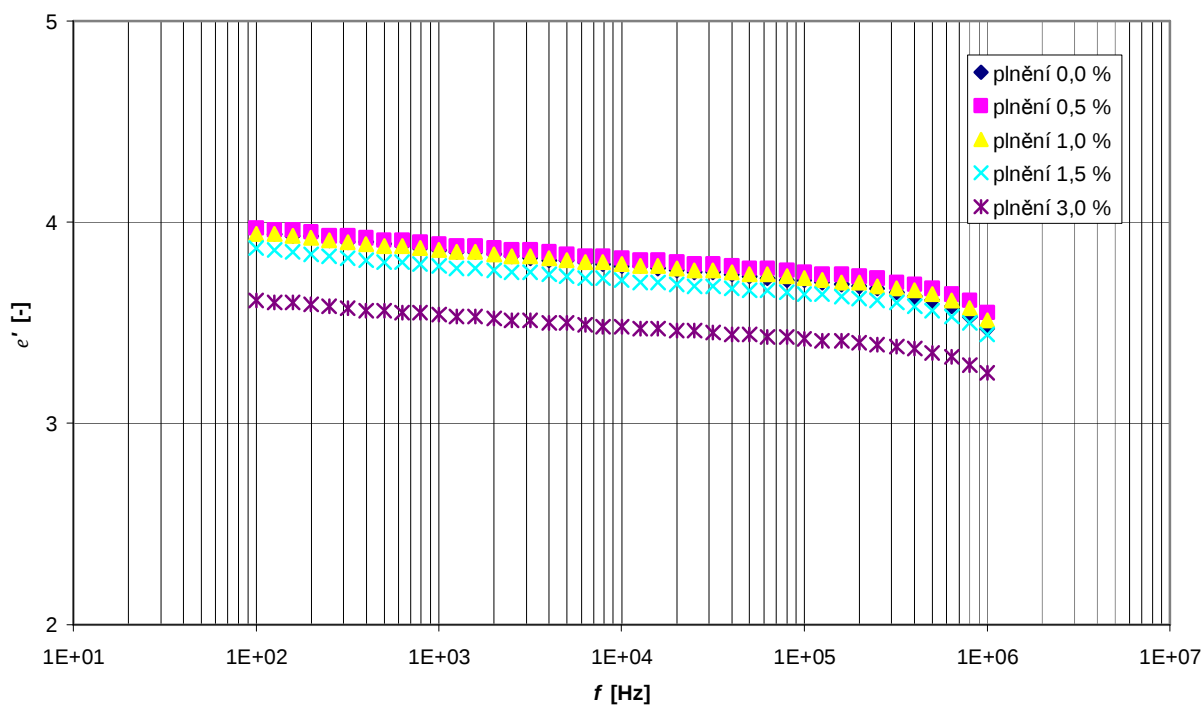
kde: h - střední hodnota tloušťky
 σ_h - směrodatná odchylka tloušťky
 h_{1-5} - naměřené tloušťky vzorků



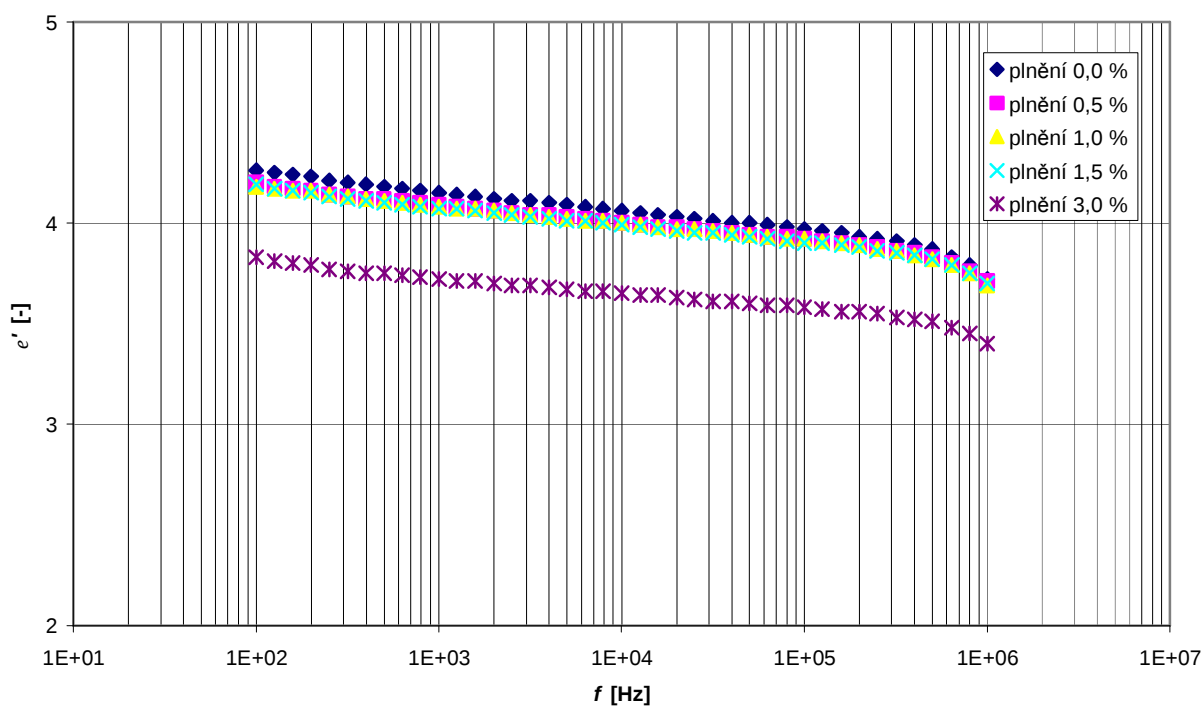
Obr. 16: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu $25\text{ }^{\circ}\text{C}$



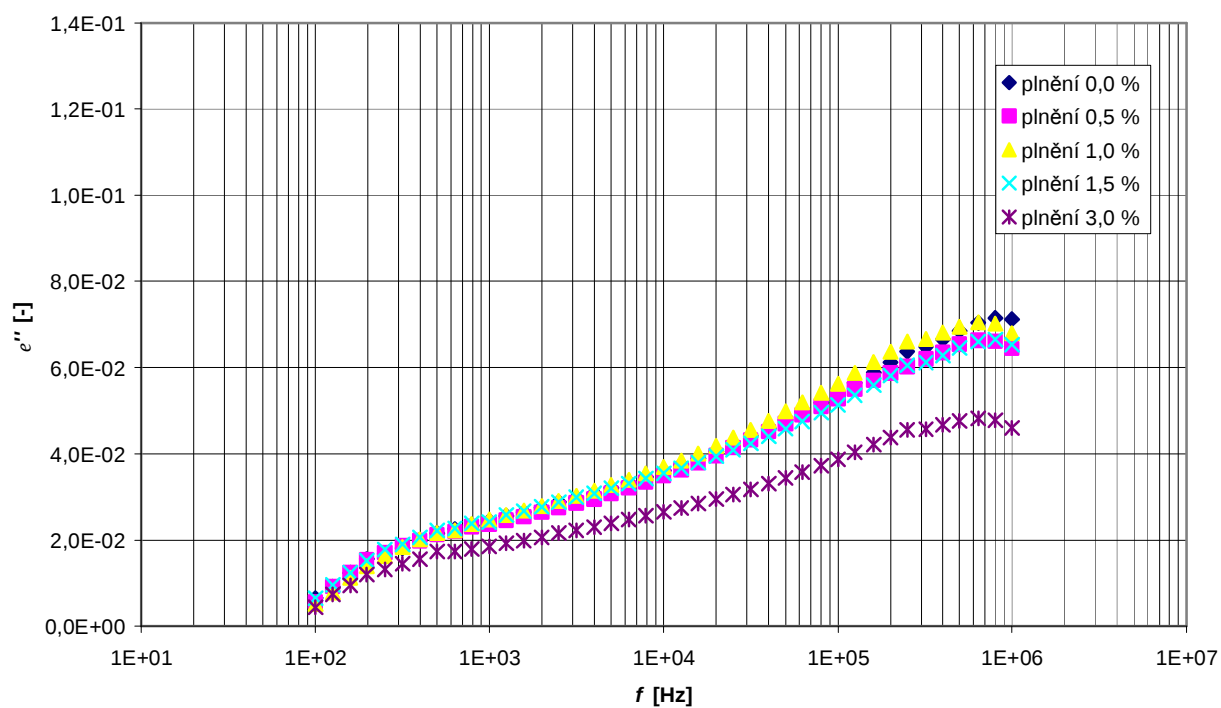
Obr. 17: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$



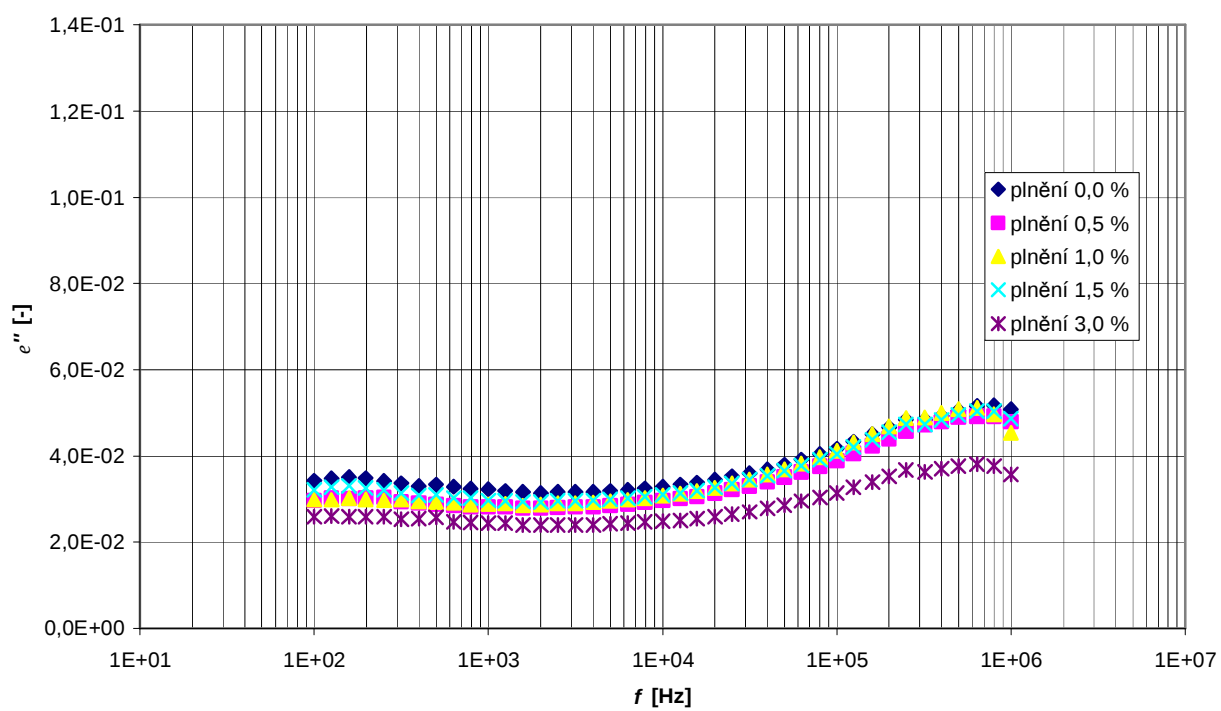
Obr. 18: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu $100\text{ }^{\circ}\text{C}$



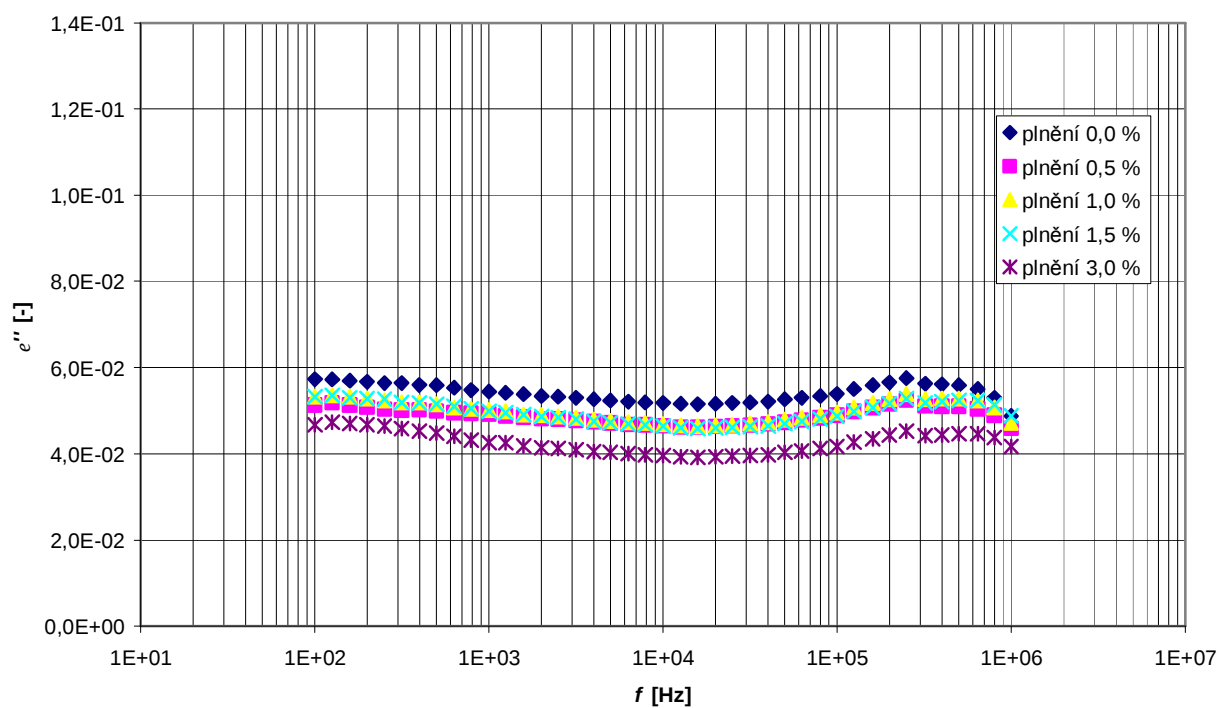
Obr. 19: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro teplotu $120\text{ }^{\circ}\text{C}$



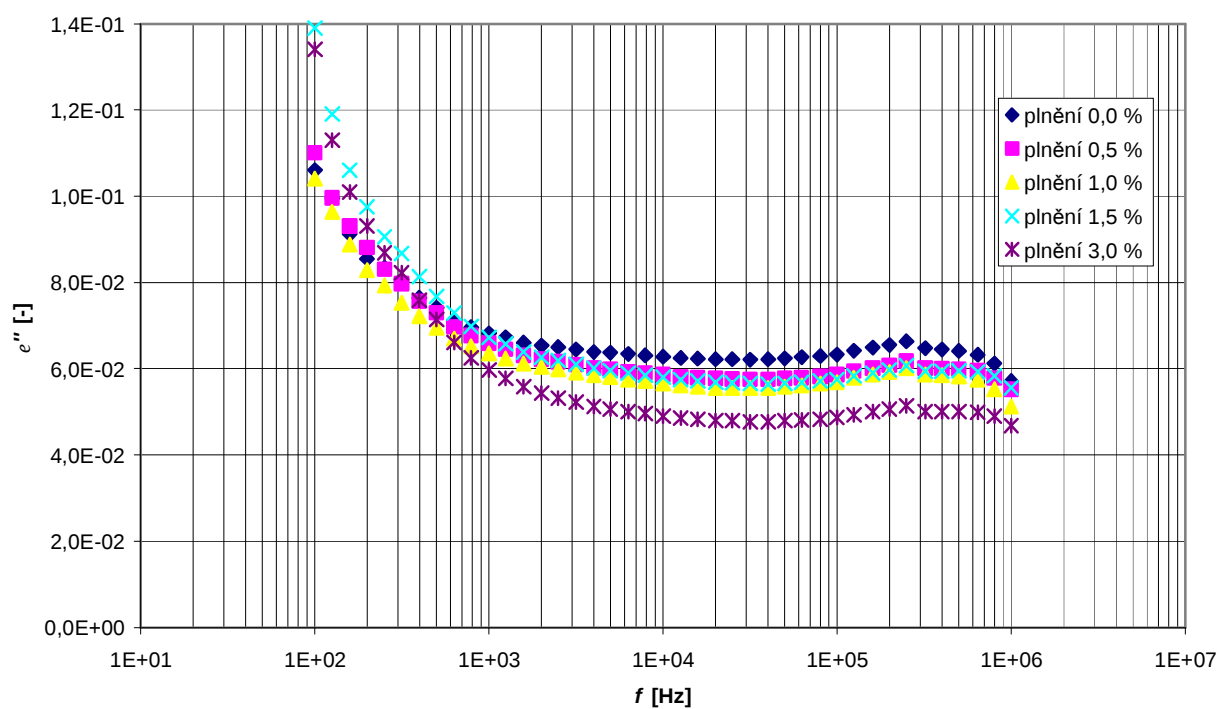
Obr. 20: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 25 °C



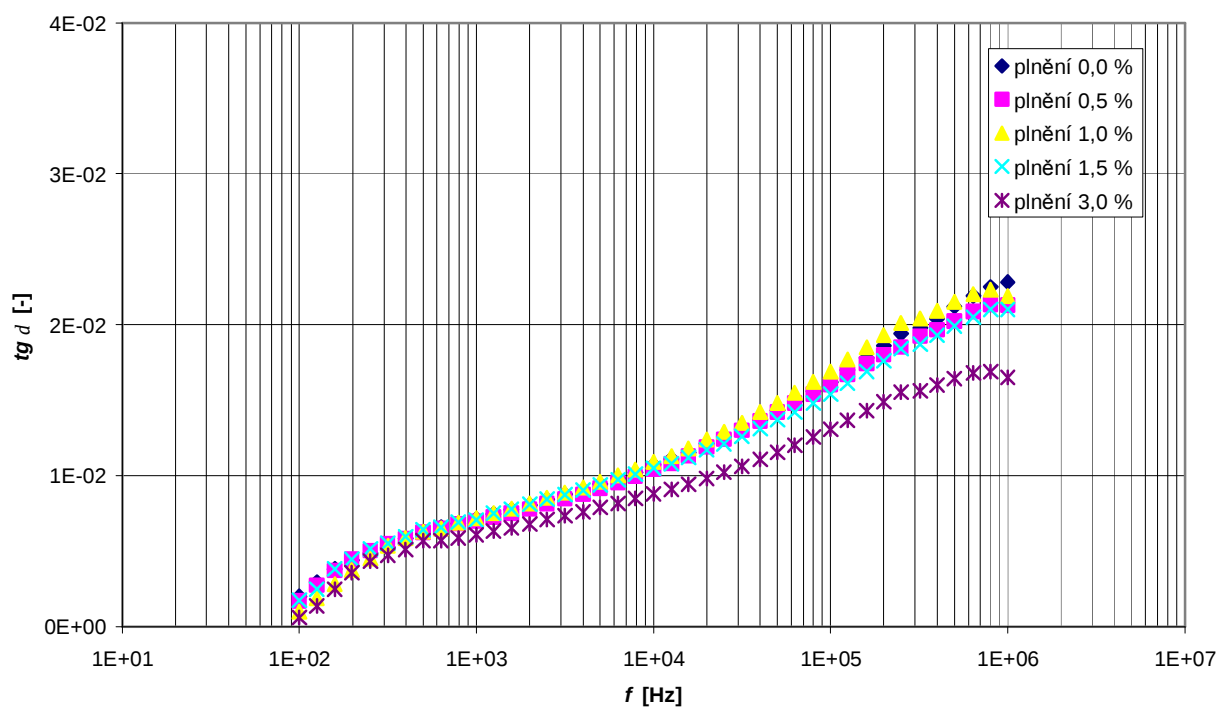
Obr. 21: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 60 °C



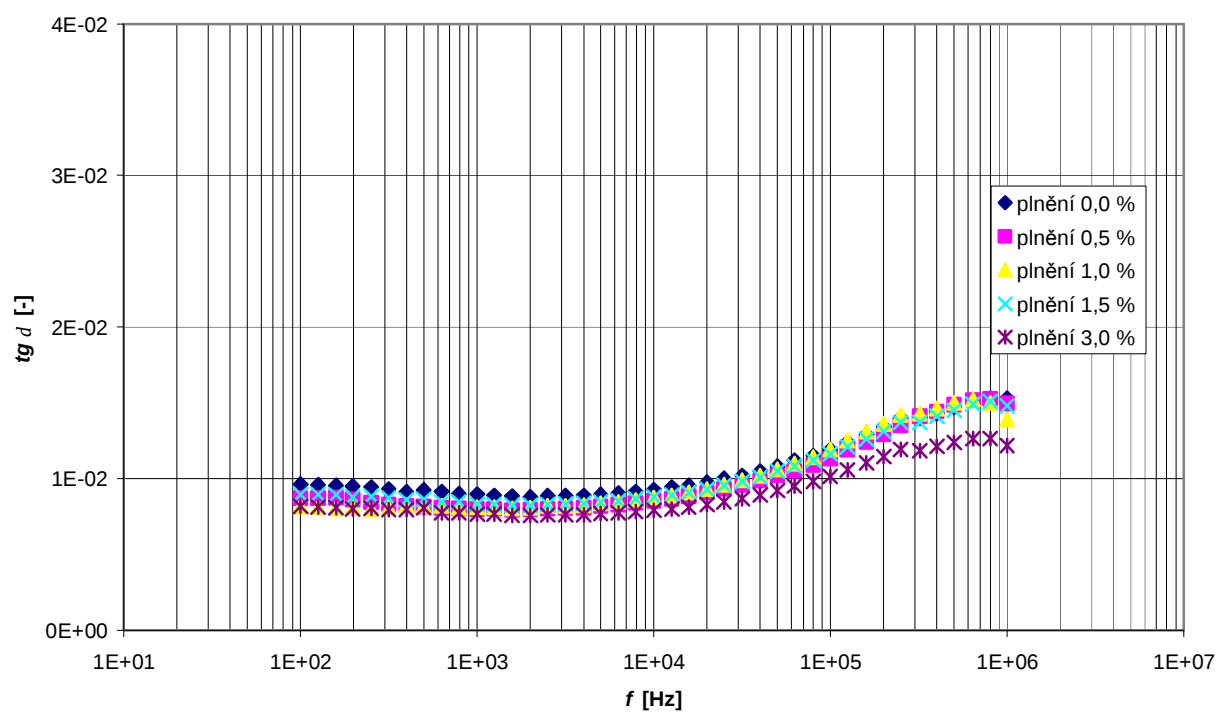
Obr. 22: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 100 °C



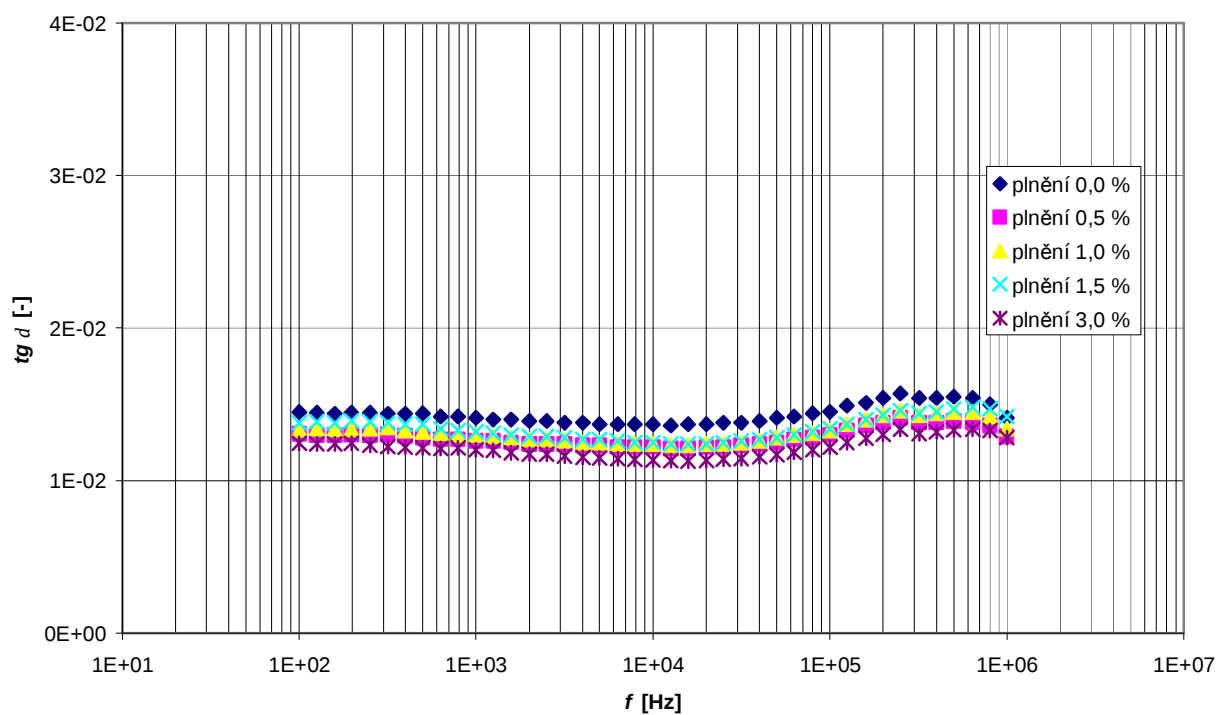
Obr. 23: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro teplotu 120 °C



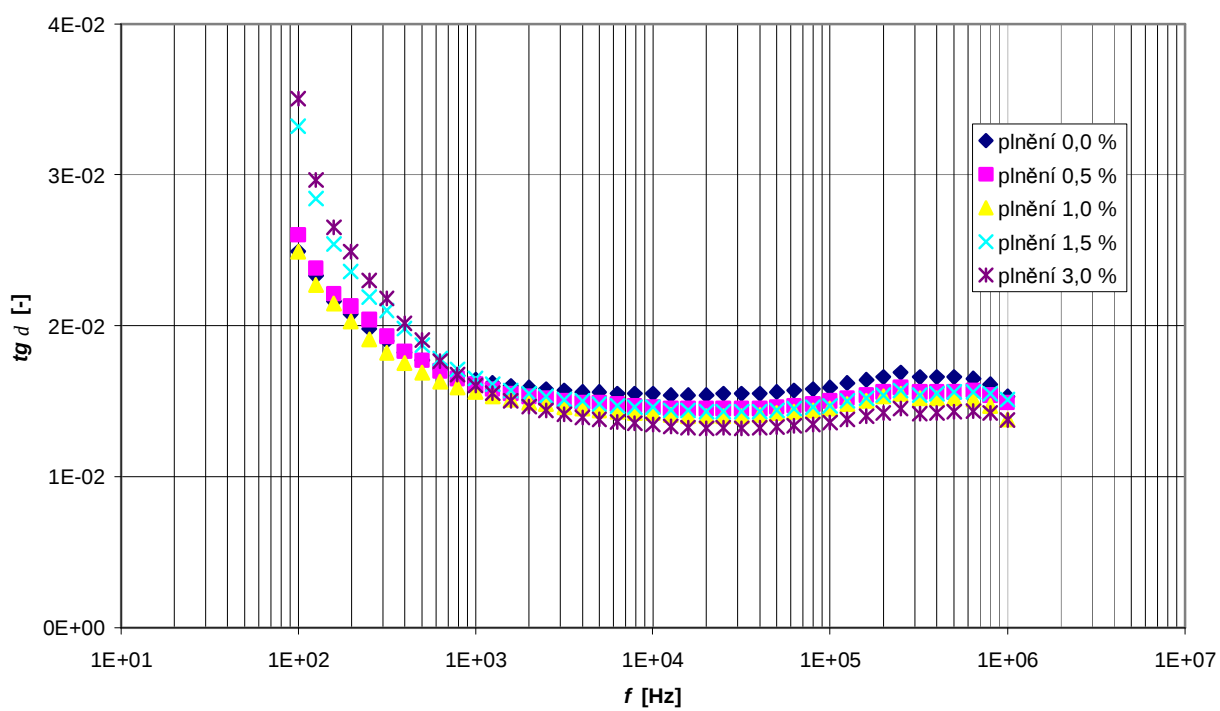
Obr. 24: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro teplotu 25 °C



Obr. 25: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro teplotu 60 °C



Obr. 26: Závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ na frekvenci pro teplotu 100 °C



Obr. 27: Závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ na frekvenci pro teplotu 120 °C

Naměřené hodnoty sledovaných veličin relativní permitivity ϵ_r , ztrátového čísla e'' a ztrátového činitele $\tan \delta$, byly vyneseny do grafických průběhů v závislosti na frekvenci. Všechny veličiny byly proměřovány při vlhkosti blízké nule v uzavřeném zařízení Tettex, čímž byl snížen vliv chyby okolního prostředí na naměřené výsledky. Vliv nanočástic na jednotlivé veličiny byl proměřován pro teploty 25, 40, 60, 80, 100 a 120 °C.

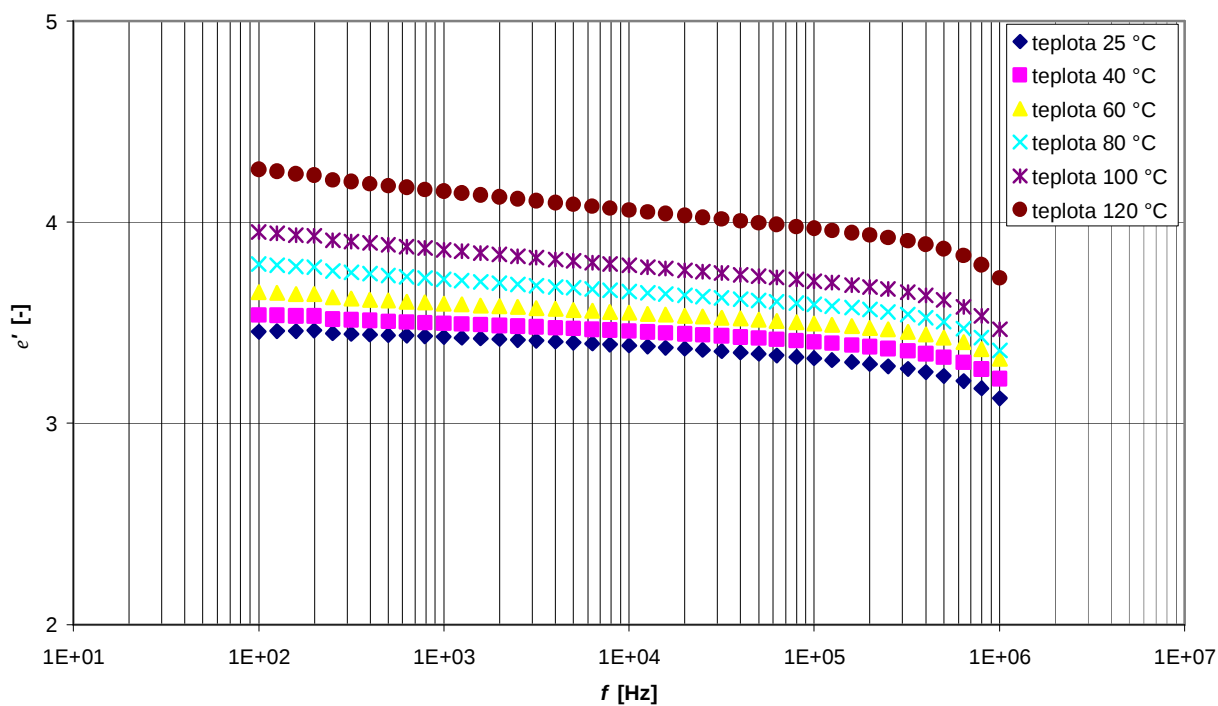
V prvním bodě byl sledován vliv hmotnostního plnění nanočásticemi Al_2O_3 na výše uvedené proměřované veličiny. V grafických závislostech na obrázcích 16 až 27 jsou zobrazeny střední hodnoty sledovaných veličin pro vybrané teploty 25, 60, 100 a 120 °C. Pro teploty 40 a 80 °C se průběhy příliš nelišily od vybraných zobrazených grafických závislostí.

Na obrázcích 16, 17, 18 a 19 jsou zobrazeny závislosti středních hodnot relativních permitivit ϵ_r na frekvenci pro dané teploty. Z průběhů je patrné, že relativní permitivita ϵ_r se pro vzorky bez plnění a vzorky s hmotnostním plněním 0,5; 1,0 a 1,5 % téměř neliší. Drobné odchylky mohou být způsobené nečistotami při výrobě a vytvrzování lakových vzorů, mírnou nehomogenitou rozmístění nanočástic v lakových vzorcích, nerovnostmi na samotných proměřovaných vzorcích a odchylkami měřicích přístrojů. Samotný vliv nanočástic oxidu hlinitého se na výsledných průbězích ale téměř neprojevuje. Střední hodnota relativní permitivity se pohybuje od 3,5 pro teplotu 25 °C až po 4,2 pro teplotu 120 °C. Růst relativní permitivity s teplotou je rovnoměrný. V závislosti relativní permitivity na frekvenci je patrný mírně klesající průběh od nižších hodnot frekvencí po frekvence vysoké, což odpovídá předpokladům pro chování dielektrika v elektrickém poli. Odlišná střední hodnota permitivity je u vzorků s hmotnostním plněním 3,0 %, která je přibližně o 0,4 nižší, než u vzorků s nižším plněním a u vzorků bez plnění. Tento pokles je patrný u všech proměřovaných teplot. Nižší hodnotu lze přisuzovat buď nerovnoměrnosti rozmístění nanočástic oxidu hlinitého v matrici vytvrzeného laku, neboť se již jednalo o poměrně velké množství nanočástic, nebo se jednalo již o dostatečné množství nanočástic k tomu, aby výrazněji ovlivnily hodnoty měřené veličiny. V prostudované literatuře se liší údaje o množství nanočástic plnění dostatečnému k tomu, aby se ovlivnilo chování lakového vzorku z hlediska mechanických, tak elektrických vlastností. Podstatný vliv má i tvar použitých nanočástic. V případě nanočástic Al_2O_3 se nepodařilo získat informace o jejich tvaru.

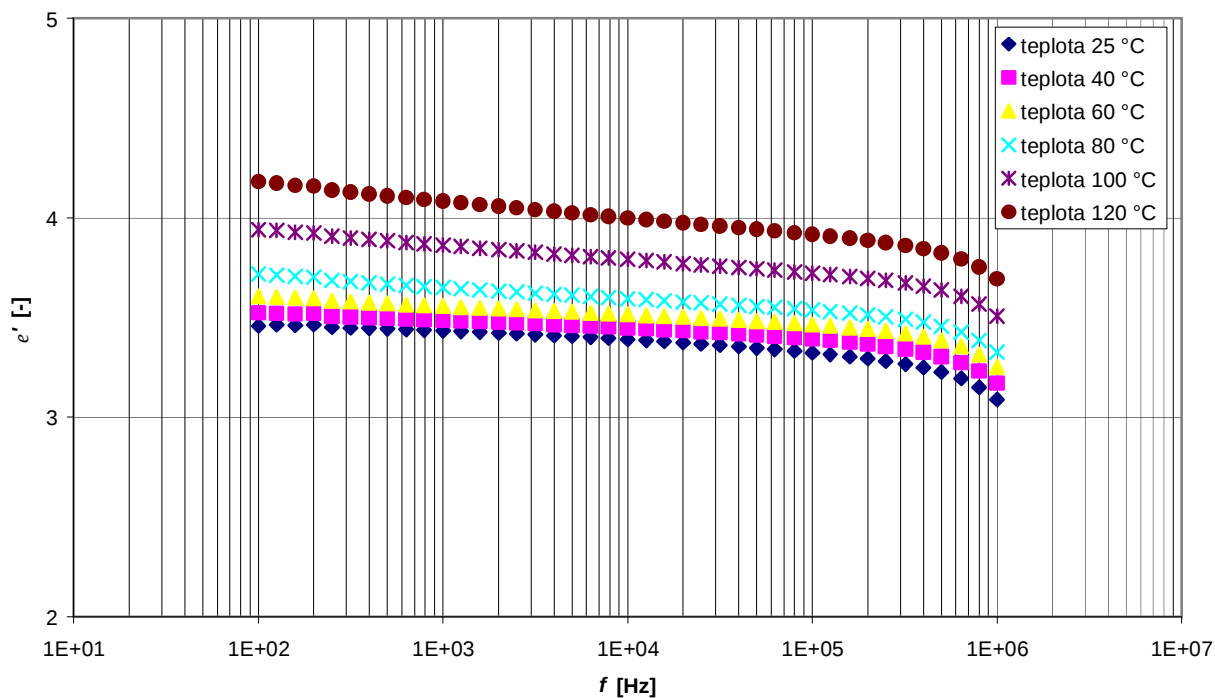
Graficky zobrazené závislosti na obrázcích 20 až 23 ukazují průběhy středních hodnot ztrátového čísla e'' na frekvenci. U vzorků bez plnění a vzorků s 0,5 až 1,5 % plněním je patrný zvětšující se rozptyl hodnot s rostoucí teplotou, který není závislý na frekvenci. U vzorků s 3,0 % hmotnostním plněním je patrná zvětšující se odchylka střední hodnoty

ztrátového čísla s rostoucí frekvencí od vzorků s nižším hmotnostním plněním u všech proměřovaných teplot. Z průběhů je dále patrné, že u všech hmotnostních plnění dochází ke snižování hodnot relaxačních maxim. Výjimku tvoří průběhy při 120 °C u nichž jsou patrná výrazná relaxační maxima v oblasti frekvencí nižších, než byl určený rozsah. Střední hodnoty ztrátových čísel ϵ'' se pohybují u nízké teploty a nízkých frekvencích od 10^{-3} až po $7 \cdot 10^{-2}$ u vysokých frekvencí. Při vysokých teplotách se hodnoty u nízkých frekvencí pohybují kolem $12 \cdot 10^{-2}$ a u vysokých frekvencí kolem $6 \cdot 10^{-2}$.

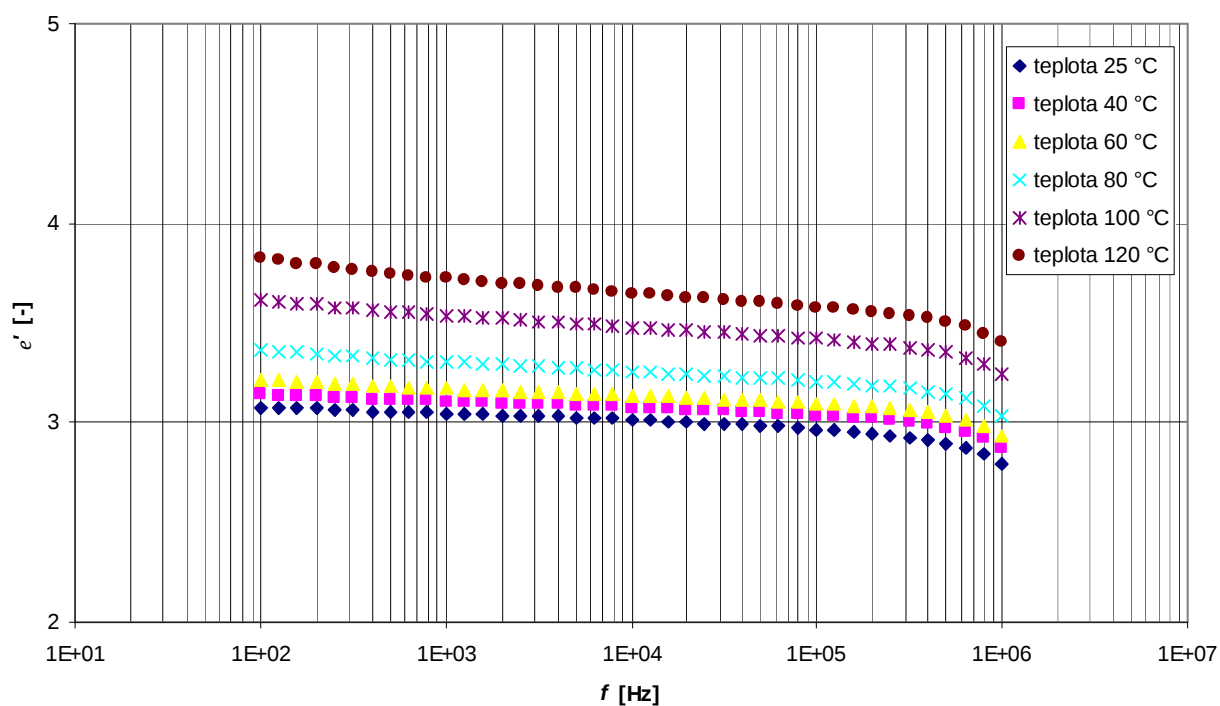
Poslední sledovaná veličina ztrátový činitel $\tan \delta$ je zobrazena na obrázcích 24 až 27. V průbězích jsou vyneseny střední hodnoty ztrátového činitele $\tan \delta$ pro jednotlivá hmotnostní plnění v závislosti na frekvenci pro čtyři vybrané teploty. Průběhy jsou podobné s průběhy ztrátových čísel ϵ'' . V případě frekvenční závislosti ztrátového činitele $\tan \delta$ je odchylka vzorku s 3,0% hmotnostním plněním zřetelná. Při teplotě 100 °C je rozdíl mezi průběhy $\tan \delta$ u jednotlivých vzorků minimální. Při teplotě 120 °C se vzorek s 3,0 % hmotnostním plněním ve frekvenčním průběhu $\tan \delta$ odlišuje. Vykazuje výrazné relaxační maximum v oblasti frekvence pod 100 Hz, mimo měřený rozsah frekvencí. Podobné chování v tomto případě vykazuje i průběh ztrátového činitele $\tan \delta$ pro vzorek s 1,5 % plněním. Střední hodnoty ztrátového činitele $\tan \delta$ se pohybují u nízké teploty a nízkých frekvencí kolem hodnoty 10^{-3} , u vysokých frekvencí jsou hodnoty přibližně $2 \cdot 10^{-2}$. Při vysokých teplotách se hodnoty u nízkých frekvencí pohybují kolem $3 \cdot 10^{-2}$ a u vysokých frekvencí kolem $1,5 \cdot 10^{-2}$.



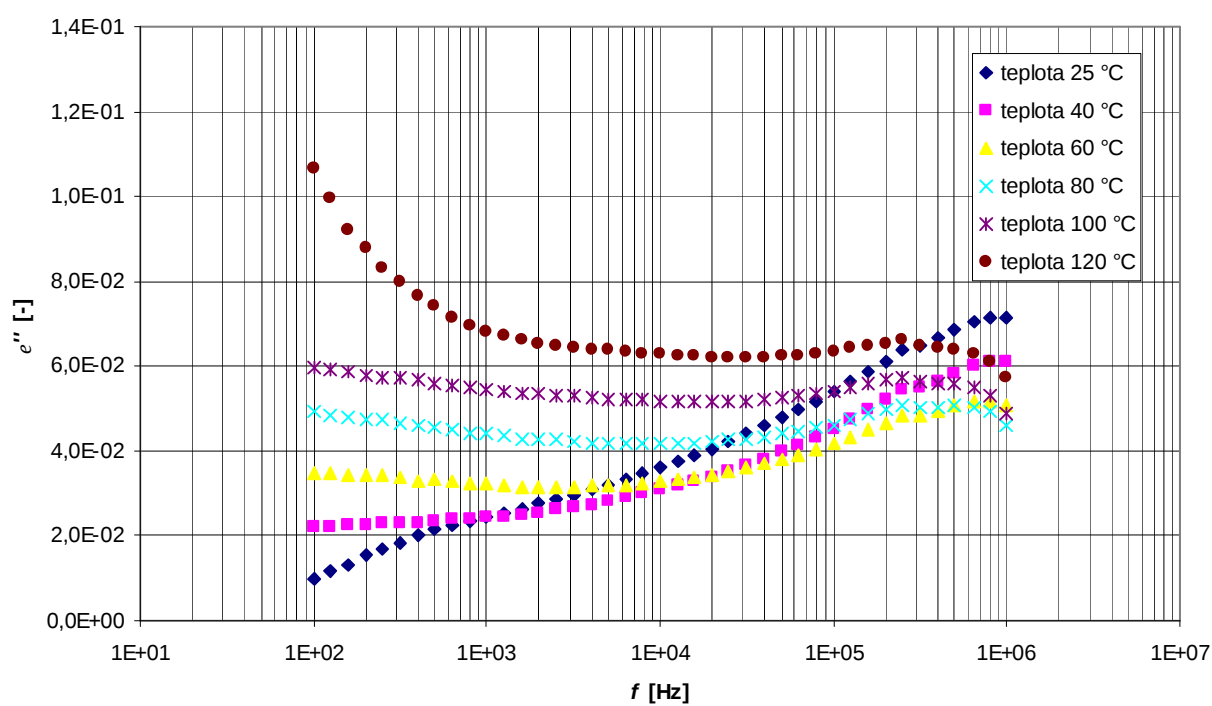
Obr. 28: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro plnění 0,0 %



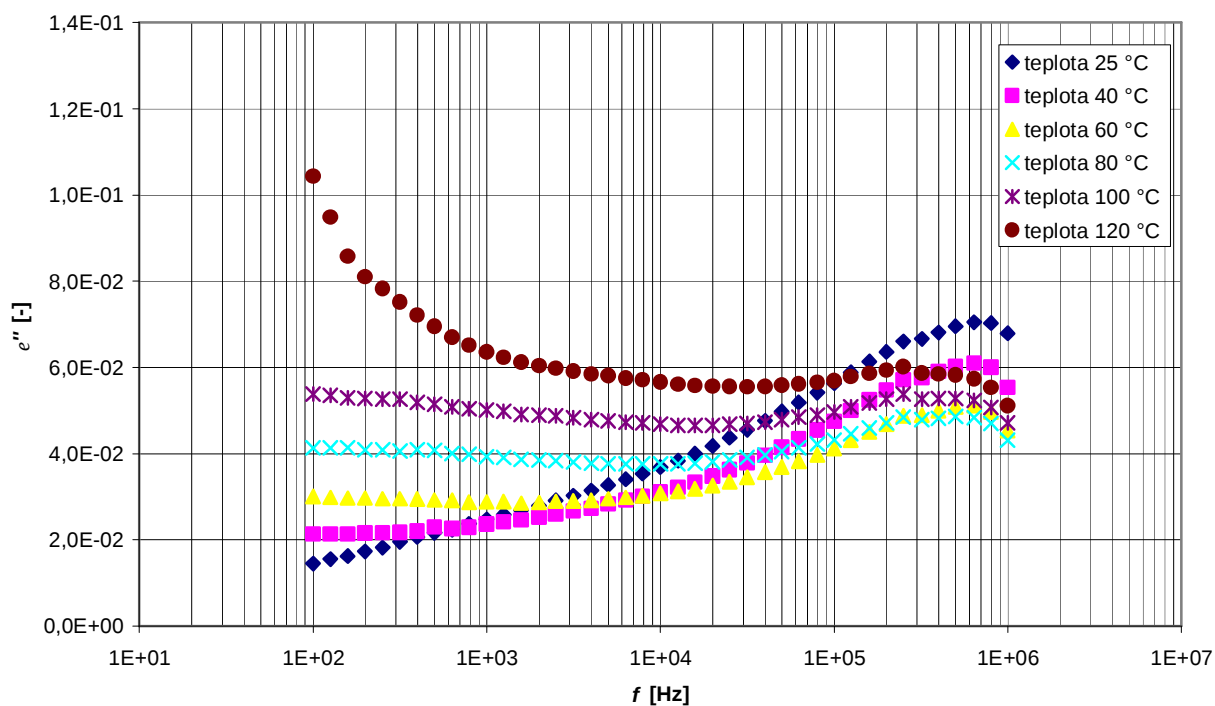
Obr. 29: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro plnění 1,0 %



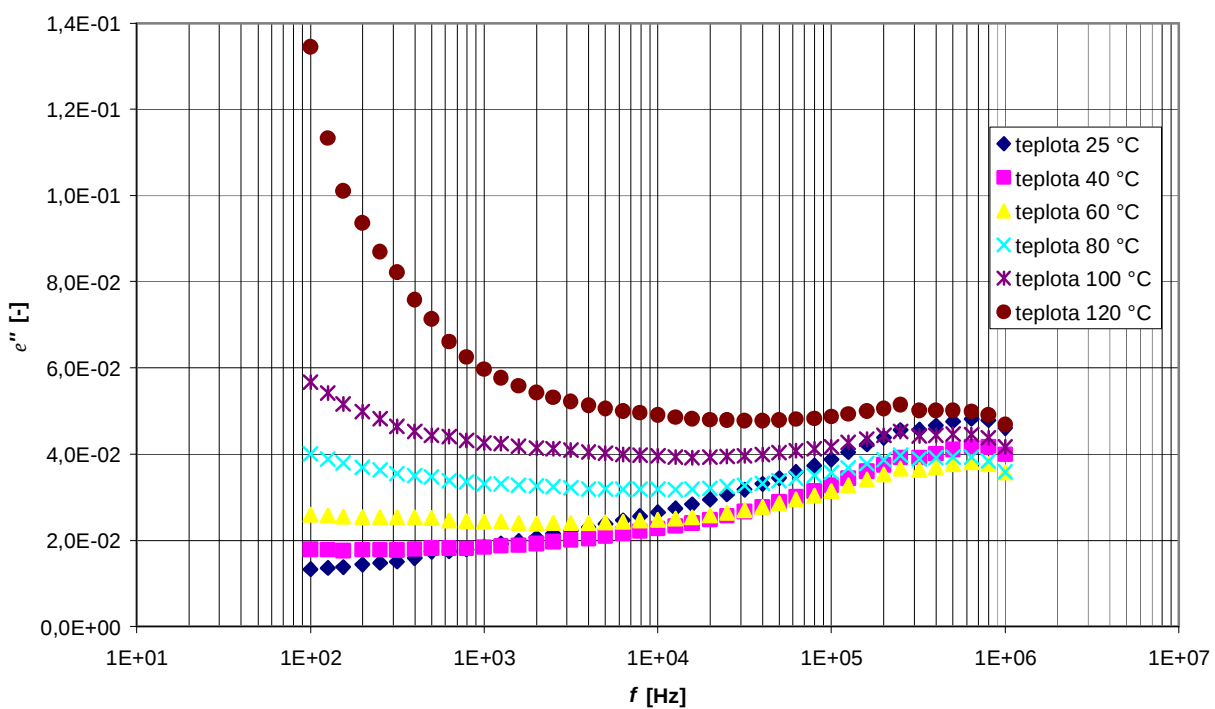
Obr. 30: Závislost relativní permitivity ϵ_r na frekvenci pro plnění 3,0 %



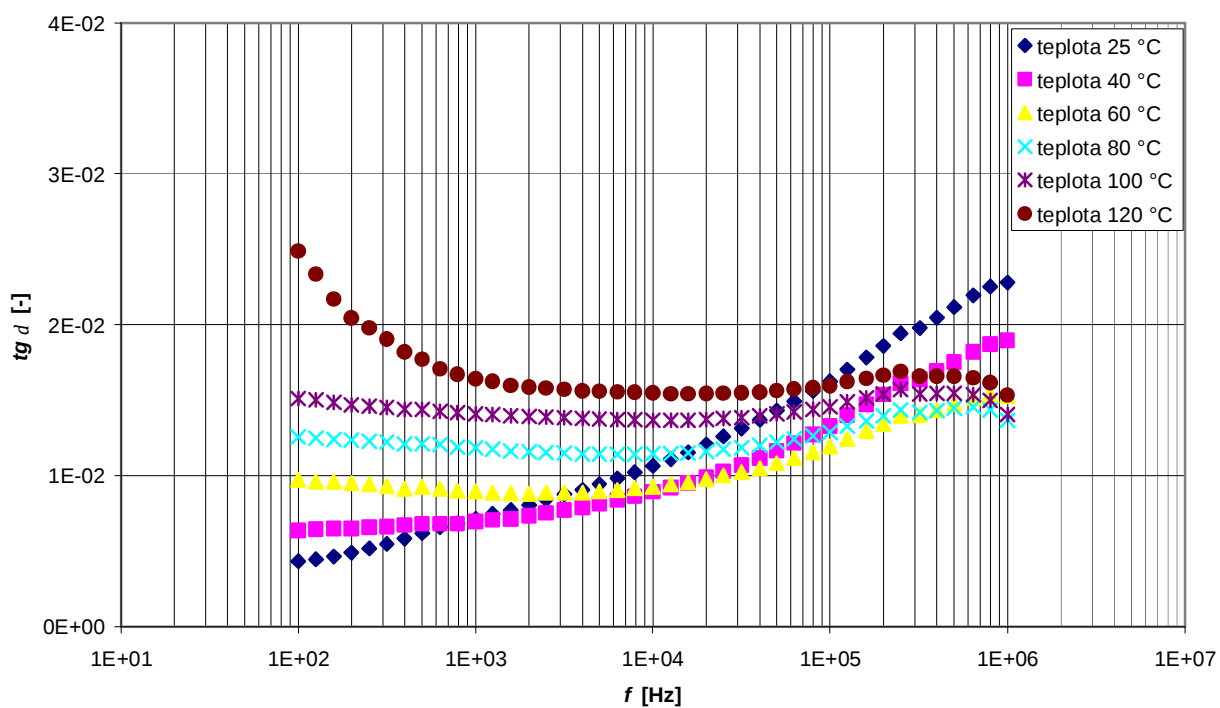
Obr. 31: Závislost ztrátového čísla ϵ'' na frekvenci pro plnění 0,0 %



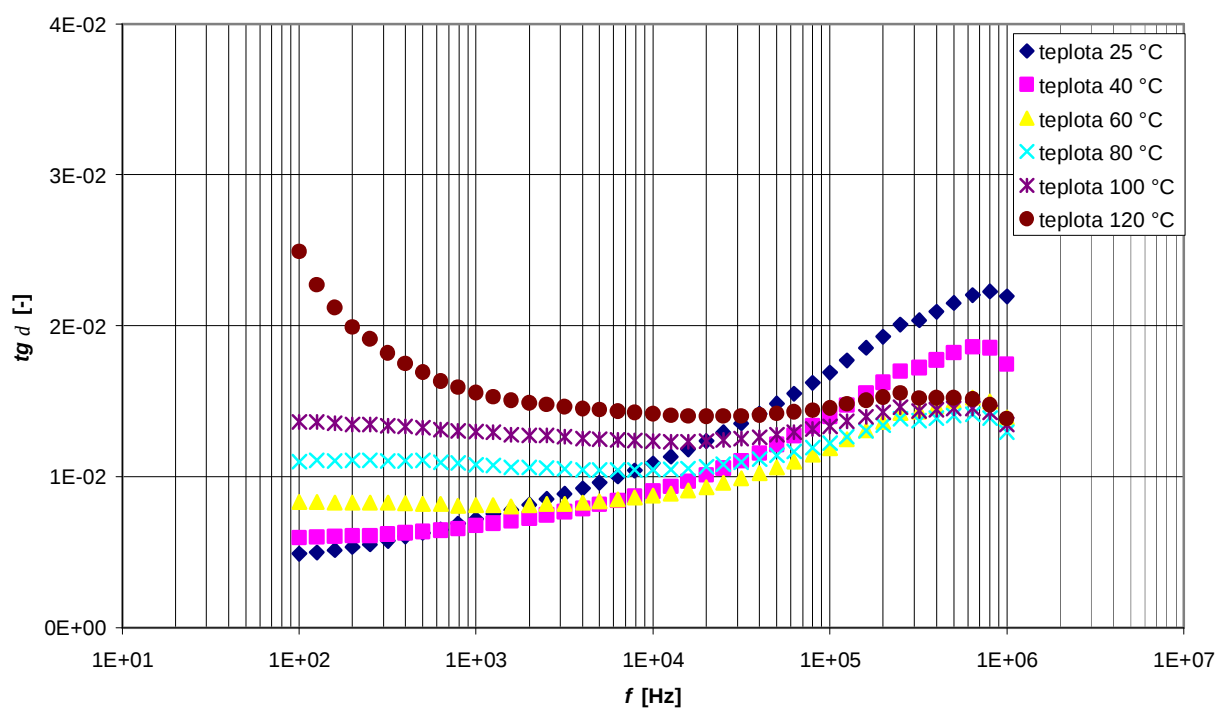
Obr. 32: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro plnění 1,0 %



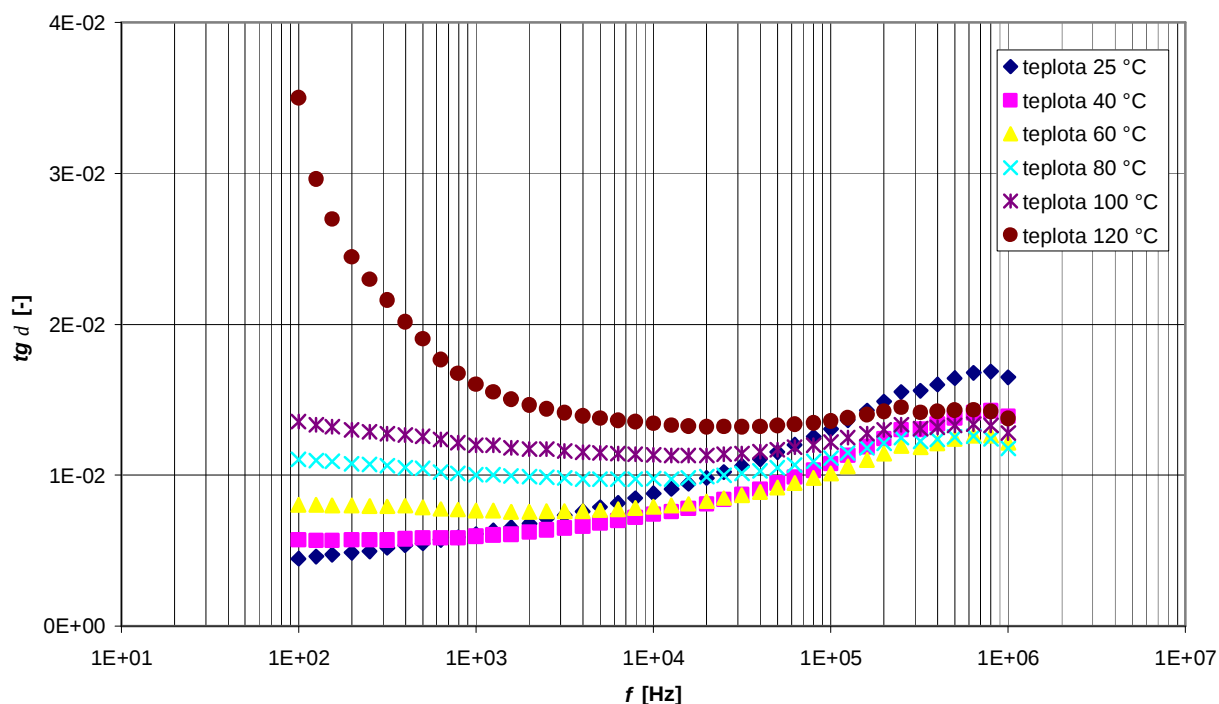
Obr. 33: Závislost ztrátového čísla e'' na frekvenci pro plnění 3,0 %



Obr. 34: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro plnění 0,0 %



Obr. 35: Závislost ztrátového činitele $tg \delta$ na frekvenci pro plnění 1,0 %



Obr. 36: Závislost ztrátového činitele $\text{tg } \delta$ na frekvenci pro plnění 3,0 %

Následující grafy znázorňují vliv teploty na výše uvedené proměřované veličiny. V grafických závislostech na obrázcích 28 až 36 jsou zobrazeny střední hodnoty sledovaných veličin pro vybrané vzorky s hmotnostními plněními 0,0; 1,0 a 3,0 %. Pro hmotnostní plnění 0,5 a 1,5% se průběhy příliš nelišily od vybraných a popisovaných grafických závislostí.

Na obrázcích 28, 29 a 30 jsou zobrazeny závislosti středních hodnot relativních permitivit ϵ_r na frekvenci pro dané hmotnostní plnění. Všechny průběhy mají mírně klesající charakter od nízkých frekvencí po frekvence vysoké. Průběhy jsou mimo velmi vysokých frekvencí lineární. Pokles středních hodnot relativních permitivit ϵ_r se začne projevovat kolem hodnoty frekvence 250 kHz. Průběhy relativních permitiv ϵ_r rostou s teplotou přibližně rovnoměrně. Odchytky jsou pravděpodobně způsobené chybami popsány výše. Frekvenční závislosti relativních permitivit ϵ_r , při nichž je parametrem teplota, se pro běžné hmotnostní plnění nanočásticemi příliš neliší. Jen u hmotnostního plnění 3,0 % je patrný celkový pokles charakteristik relativních permitivit ϵ_r přibližně o 0,4. Střední hodnoty relativních permitivit ϵ_r s teplotou rostou přibližně rovnoměrně. U vzorků bez plnění a vzorku s hmotnostním plnění 1,0% jsou hodnoty pro nízké frekvence od 3,5 do 4,2, pro vysoké frekvence jsou hodnoty od 3,2 do 3,8. Pro vzorky s hmotnostním plnění 3,0 % jsou hodnoty u nízkých frekvencí od 3,1 do 3,8 a u vysokých frekvencí od 2,8 do 3,6.

Na grafických průbězích v obrázcích 31, 32 a 33 jsou sledovány, pro teploty 25 až 120 °C, střední hodnoty ztrátových čísel ϵ'' na frekvenci, pro dané hmotnostní plnění. U všech proměřovaných vzorků je pravděpodobně relaxační maximum v oblasti frekvencí nižších, než byl rozsah přístroje, přičemž nejvýraznější je relaxační maximum pro teplotu 120 °C. Shodná relaxační maxima vykazují vzorky všech plnění v oblasti frekvence $1,5 \cdot 10^5$ Hz. Rozsah hodnot relaxačních maxim je pro hmotnostní plnění vzorků nanočásticemi 0,0 až 1,5 % přibližně $10 \cdot 10^{-2}$ u nízkých frekvencí a $2,5 \cdot 10^{-2}$ u vysokých frekvencí. U hmotnostního plnění vzorků 3,0 % je rozsah naměřených hodnot relaxačních maxim u nízkých frekvencí $12 \cdot 10^{-2}$ a u vysokých frekvencí $1,5 \cdot 10^{-2}$. U 3,0 % plněných vzorků se tedy rozsah relaxačních maxim na vysokých frekvencích od teploty 25 °C do 120 °C zmenšuje.

Na posledních třech obrázcích (34,35 a 36) jsou vyneseny grafické závislosti pro teploty 25 a 120 °C střední hodnoty ztrátových činitelů $\tan \delta$ pro dané hmotnostní plnění. U ztrátového činitele jsou sledovány podobné charakteristiky a změny jako u předchozí veličiny (ztrátového čísla ϵ'').

4 Závěr

Předložená diplomová práce se zabývá studiem vlastností kompozitních materiálů plněných nanočásticemi. Práce je rozdělena do dvou částí. V první, teoretické části práce, je popsána problematika elektroizolačních laků, kompozitních materiálů a jejich chování v elektrickém poli, dielektrických vlastností a elektrodového systému. V experimentální části diplomové práce je uveden popis výroby experimentálních vzorků a měřicího pracoviště. Dále jsou zde uvedeny a diskutovány naměřené výsledky.

V rámci diplomové práce byl nalezen optimální způsob vytvrzování experimentálních vzorků. Byly vytvořeny vzorky impregnačního laku bez plnění a s hmotnostním plněním 0,5; 1,0; 1,5 a 3,0 % nanočástic Al_2O_3 . Pro sledování vlivu nanočásticového plnění byly vybrány 3 lakové vzorky z každé sady, na kterých byly sledovány průběhy ztrátového činitele, relativní permitivity a ztrátového čísla. Všechna naměřená data byla zpracována v tabulkovém procesoru Microsoft Excel. Hodnoty byly vyneseny do grafických průběhů v závislosti na frekvenci. Veličiny byly proměřovány při relativní vlhkosti blížíící se nule v uzavřeném zařízení Tettex. Vliv plnění lakových vzorků nanočásticemi na jednotlivé dielektrické veličiny byl proměřován pro teploty 25, 40, 60, 80, 100 a 120 °C. Výsledné vybrané grafické závislosti jsou uvedeny v diplomové práci.

Na základě získaných výsledků bylo možno konstatovat, že hmotnostní plnění nanočásticemi v rozsahu 0,5 až 1,5 % nemá podstatný vliv na vyšetřované dielektrické vlastnosti. Větší vliv je patrný jen u hmotnostního plnění 3,0 %. V prostudované literatuře se liší údaje o množství nanočástic plnění dostatečného k tomu, aby bylo ovlivněno chování zkoumaných vzorků. Prokazatelnější vliv nanočásticového plnění byl v práci [15] popsán u elektrické pevnosti zkoušených vzorků. Toto měření ovšem z technických důvodů nebylo možno provést. V případě dalšího zkoumání vlivu nanočástic Al_2O_3 na elektroizolační lak by bylo vhodné se zaměřit na hmotnostní plnění nanočásticemi od 2,0 do 5,0 %, při kterých je možno očekávat rozdílné dielektrické vlastnosti elektroizolačního laku.

V práci bylo uvažováno ověření a porovnání naměřených výsledků s teoreticky vypočtenými hodnotami, získanými na základě směsných vztahů pro složené soustavy. Toto porovnání nebylo možné uskutečnit, protože se nepodařilo od dodavatele zjistit hodnotu relativní permitivity a hustotu použitého nanočásticového plniva Al_2O_3 .

Vliv nanočásticového plnění není dosud podrobně prozkoumán a jsou známy především mechanické a chemické vlastnosti zkoumaných materiálů. Na výsledné vlastnosti má významný vliv také tvar nanočástic plnění. V případě použitých nanočástic Al_2O_3 se nepodařilo získat informace o jejich tvaru.

5 Literatura

- [1] KOŘÍNEK, Z.: *Počítačová podpora, Kompozity*. České vysoké učení technické v Praze, fakulta strojní, ústav materiálového inženýrství.
<http://www.volny.cz/zkorinek/historie.pdf> (el.zdroj) [cit. 12.3.2009]
- [2] Vysoké učení technické v Brně, fakulta strojního inženýrství, ústav fyzikálního inženýrství.
<http://delta.fme.vutbr.cz/mikromechanika/kompozityA4.pdf> (el.zdroj) [cit. 8.3.2009]
- [3] Vysoké učení technické v Brně, fakulta strojního inženýrství, ústav materiálových věd a inženýrství. *Úvod do materiálových věd a inženýrství* (BUM-K)
<http://ime.fme.vutbr.cz/Files/Vyuka/BUM/11-BUM.ppt> (el.zdroj) [cit. 8.3.2009]
- [4] Informační a vzdělávací centrum kompozitních technologií
<http://www.kompozity.info/index.php?pr=15&uid=&id=> (el.zdroj) [cit. 12.3.2009]
- [5] HASSDENTEUFEL, J., DUBSKÝ, J., RAPOŠ, M., ŠANDERA, J.: *Elektrotechnické materiály*. Bratislava: ALFA, 1978.
- [6] <http://www.suma-msec.cz/nabidka/katalog/lakyimpregnanty/NH%2091%20LV.html>
(el.zdroj) [cit. 12.3.2009]
- [7] KOŘÍNEK, Z. České vysoké učení technické v Praze, fakulta strojní, ústav materiálového inženýrství.
<http://www.volny.cz/zkorinek/matrice.pdf> (el.zdroj) [cit. 12.3.2009]
- [8] JANČÁŘ, J.: *Úvod do materiálového inženýrství kompozitů*. Vysoké učení technické v Brně, fakulta chemická, ústav chemie materiálů, 1999.
http://wood.mendelu.cz/cz/sections/Props/files/verejny/MVD/Jancar%20-%20Uvod%20do%20materialoveho%20inzenyrstvi%20kompozitu/skripta_1.doc.
(el.zdroj) [cit. 4.4.2009]

- [9] WINKLER, M.: *Gelcoat polyesterových kompozitů*. Bakalářská práce 2005, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, fakulta technologická.
https://www.stag.utb.cz/apps/stag/dipfile/index.php?download_this_unauthorized=703
(el.zdroj) [cit. 8.3.2009]
- [10] ROZSÍVALOVÁ, Z., KŘIVÁK, P., VANĚK, J.: *Materiály a technická dokumentace Laboratorní cvičení*. Interní texty. Vysoké učení technické v Brně, fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
- [11] KAZELLE, J., LIEDERMANN, K., JIRÁK, J., HAVLÍČEK, S., VANĚK, J., ROZSÍVALOVÁ, Z., SEDLAŘÍKOVÁ, M.: *Elektrotechnické materiály a výrobní procesy*. Interní texty – skriptá. Vysoké učení technické v Brně, fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií.
- [12] http://cs.wikipedia.org/wiki/Oxid_hlinit%C3%BD
(el.zdroj) [cit. 4.4.2009]
- [13] http://www.sigmaaldrich.com/catalog/ProductDetail.do?N4=544833|ALDRICH&N5=SEARCH_CONCAT_PNO|BRAND_KEY&F=SPEC
(el.zdroj) [cit. 4.4.2009]
- [14] Precision LCR meter 4284A – Operation manual. Agilent technologies, Japan 2000.
<http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/04284-90040.pdf>
(el.zdroj) [cit. 20.4.2009]
- [15] IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation: *Effects of Nano- and Micro-filler Mixture on Electrical Insulation Properties of Epoxy Based Composites*. Vol.13, No.1; February 2006