

Teorie a praxe termogravimetrické analýzy

R. Polanský

Katedra technologií a měření, Fakulta elektrotechnická, ZČU v Plzni,

Univerzitní 26, Plzeň

E-mail : rpolansk@ket.zcu.cz

Anotace:

Článek se zabývá jednou z nejstarších technik termické analýzy – termogravimetrickou analýzou. Tuto techniku přibližuje jak po stránce teoretické, tak i z pohledu její každodenní praxe. Poukazuje tak na problematiku termických analýz využitelných v elektrotechnologické diagnostice. Všem těmto analýzám je společné, že sledují fyzikální a chemické změny vznikající v látce jako funkci teploty. Jejich aplikace v rámci elektrotechnologické diagnostiky je logickým krokem vyplývajícím ze současného stavu na poli materiálového inženýrství.

ÚVOD

Se vzrůstajícími nároky na spolehlivost elektrických zařízení roste i důraz na vydatnost a kvalitu informací o vlastnostech a chování elektroizolačních materiálů, které tvoří nezbytnou součást těchto zařízení. Čím více informací lze o těchto materiálech získat a čím jsou kvalitnější, tím více můžeme následně ovlivnit spolehlivost elektrických zařízení, a to jak ve fázi jejich výroby, tak i v provozu.

Termogravimetrická analýza je schopna poskytnout poněkud odlišný úhel pohledu na vlastnosti elektroizolačních materiálů než běžně používané fenomenologické metody (měření vnitřní a povrchové rezistivity, měření ztrátového činitele, měření elektrické pevnosti apod.). Tímto „jiným“ úhlem pohledu je pohled přímo do vnitřní struktury zkoumaných materiálů.

STRUČNÁ HISTORIE

Termogravimetrická analýza, často označovaná také jako **termogravimetrie** (*Thermogravimetry* – TG), je dle *Mezinárodní konfederace termické analýzy* (*International Confederation of Thermal Analysis* – ICTA) technika, při níž je měřena hmotnost látky jako funkce teploty, zatímco je látka vystavena řízenému teplotnímu programu. Termogravimetrie má velký význam v oblasti materiálového inženýrství a lze ji zařadit mezi tzv. **termické analýzy** (metody zaznamenávající fyzikální a chemické změny vznikající v látce jako funkci teploty).

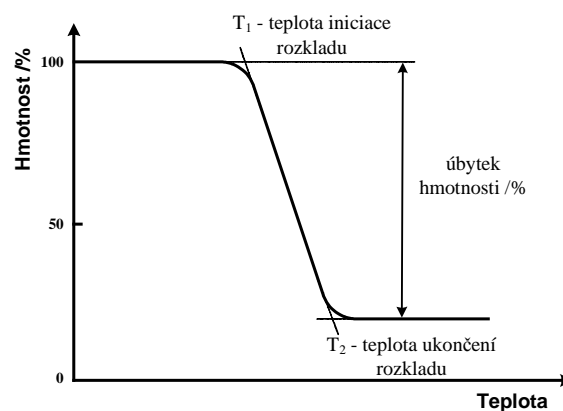
Vznik termogravimetrie byl předurčen touhou po získání přesných údajů o dehydrataci a oxidaci látek, či po přesném určení teploty, při které se látka začíná tepelně rozkládat. Všechny tyto informace byly velmi důležité hlavně v metalurgii. Zmínky o vynášení křivek zobrazujících závislost hmotnosti materiálu na čase, bod po bodu, sahají až do 19. století a počátku 20. století. Tyto, z dnešního pohledu již primitivní techniky byly založeny na vážení vzorku běžnými váhami, na kterých byl umístěn zchlazený či ohřátý vzorek.[1] Termováhy jako takové byly pravděpodobně poprvé použity **Brillem** v roce 1905,

který spojil váhy i elektrickou pístku v jeden celek a použil je k záznamu termogravimetrických křivek uhlíčitánů.[2] Samotný výraz „termováhy“ byl prvně použit **Hondou** v roce 1915. Byl to on, kdo jako první sestrojil aparaturu, která byla hodna tohoto označení.[1] Termováhy byly časem dále zdokonalovány a na jejich vývoji se podílelo v průběhu let mnoho vědců, např. **Guichard, Vallet, Chevenard, Duval** a jiní. První kvalitní, vysoce citlivé a komerčně dostupné termováhy se začaly široce používat až na začátku 60. let dvacátého století.[3]

PRINCIP METODY

Aparatura pro termogravimetrii je schopna velmi přesně zaznamenat jakékoli, byť i malé změny v hmotnosti testovaného vzorku v závislosti na teplotě, která je regulována automatickým teplotním regulátorem. Výsledný záznam, nazývaný termogram, je závislostí této změny vyjádřená v %, příp. v **mg** vynášená na **ose y** a teploty **T** /°C nebo času **t** /s vynášená na **ose x**.

Ukažme si nyní příklad termogramu získaného termogravimetrickou analýzou. Termogram na obr. 1 zobrazuje typický jedнокrokový rozklad.

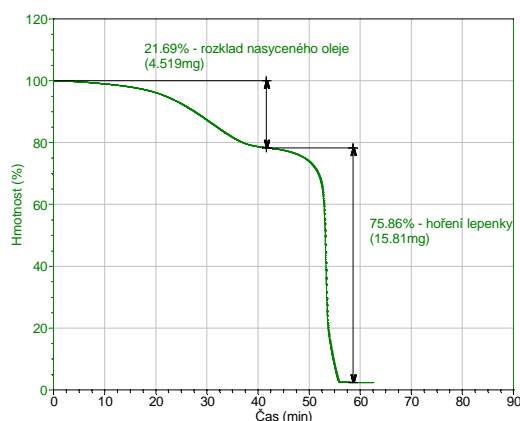


Obr. 1: Příklad TG křivky jedнокrokového rozkladu

Tuto rozkladnou reakci charakterizují dvě teploty (**T₁**, **T₂**). První můžeme nazvat teplotou iniciace rozkladu a druhou teplotou ukončení rozkladné reakce. **T₁** je nejnižší teplotou, při které je aparatura schopna

detekovat odklon od (do té doby) rovné linie termogramu. Podobně, teplota T_2 reprezentuje nejnižší teplotu, při které proces, který je zodpovědný za úbytek hmotnosti, odeznívá. Hodnoty teplot T_1 a T_2 nelze brát jako absolutní, poněvadž jejich velikost je závislá na experimentálních podmínkách (rychlost nárůstu teploty, velikost navážky vzorku, atmosféra v pícce apod.).[4]

Termogravimetrická křivka je tedy schopna říci, kolik rozkladných reakcí ve vzorku probíhá, při jakých teplotách tyto reakce začínají a končí a konečně kolik procent hmotnosti při každé konkrétní reakci ubývá (či přibývá). Pro doplnění si uvedme také typický termogram v případě, že rozklad vzorku probíhá ve více než jednom kroku.

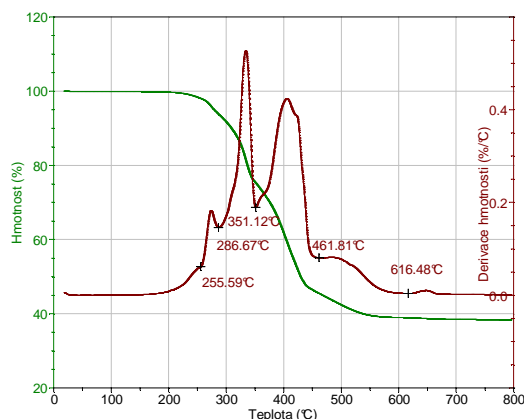


Obr. 2: Termogravimetrická analýza transformátorové lepenky nasyceného olejem

Uvedený termogram zobrazuje termogravimetrickou analýzu transformátorového izolačního systému (systému olej-lepenka). V tomto případě odpovídá první pokles hmotnosti rozkladu oleje (od počátku analýzy do 235 °C) a druhý, strmý pokles, mezi teplotami 235 až 316 °C, hoření samotné lepenky. Ne vždy jsou jednotlivé kroky (reakce) takto ideálně separovány. Samozřejmě může v mnohých případech dojít k jejich překrývání.

Jak bylo již zmíněno, velikosti jednotlivých charakteristických teplot, ale i délka „prodlevy“ mezi nimi, jsou závislé na experimentálních podmínkách. Ne vždy se proto podaří získat ideální termogravimetrickou křivku s jasně oddělenými oblastmi rozkladu. V těchto případech může při vyhodnocení pomoci derivace křivky TG (tzv. derivační termogravimetrie - DTG). Příklad použití derivační termogravimetrie ukazuje obr. 3.

Jak na obrázku vidíme, původní termogravimetrická křivka obsahovala mnoho nevýrazných reakcí, jejichž přesné vyhodnocení by bylo značně obtížné a nepřesné. Pokud si ale vyneseme první derivaci této křivky, lze z jejích výrazných lokálních extrémů snadno separovat jednotlivé reakce. S takto nevýraznými TG křivkami se můžeme setkat hlavně při analýzách polymerních materiálů.



Obr. 3: Použití DTG – rozklad oheň retardujícího ethylen-vinyl-acetátu

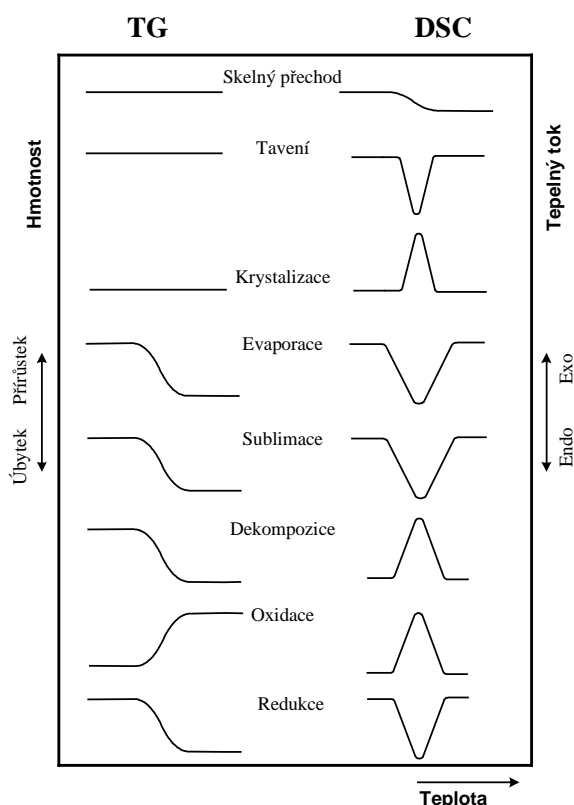
Při aplikaci TG je nutné si uvědomit, že s její pomocí lze zaznamenat pouze chemické reakce, které jsou doprovázeny úbytkem hmotnosti. A i při těchto reakcích nám termogravimetrie samotná řekne jen velmi málo o jejich charakteru, proto je v praxi často kombinována s ostatními analýzami.

V tomto ohledu vycházejí výrobci aparatur uživatelům vstříc a můžeme se na trhu setkat s tzv. **simultánní termickou analýzou (STA - Simultaneous Thermal Analysis)**, která kombinuje termogravimetrii např. s diferenční skenovací kalorimetrií (DSC) či s diferenční termickou analýzou (DTA). Výhodou tohoto uspořádání je, že můžeme měřit oběma analýzami najednou a za stejných experimentálních podmínek. Porovnání výsledků TG a DSC či DTA je ihned dostupné a lze tak výrazně šetřit čas potřebný k analýze. Nevýhodou ovšem zůstává kompromisní konstrukční řešení těchto aparatur, které ubírá na citlivosti jednotlivým analýzám.

Kombinací výsledků zmíněných metod lze odhalit i reakce, které nejsou doprovázeny změnou hmotnosti (tavení, krystalizace, skelný přechod...). Jednoduchý návod, jak identifikovat povahu jednotlivých reakcí, pokud máme výsledky z TG a DSC, ukazuje obr. 4.

Dalším podstatným a důležitým zdrojem informací o povaze testovaných materiálů jsou plynné produkty jejich tepelného rozkladu. Tento fakt přímo vybízí k použití TG v kombinaci s různými spektrometry či chromatografy. Kombinace těchto technik je často obecně nazývána **analýzou uvolněných plynů (EGA - Evolved Gas Analysis)**. Jako příklad uvedme tyto kombinace:[4]

- **TG+MS** – termogravimetrie v kombinaci s hmotnostní spektrometrií,
- **TG+FT-IR** – termogravimetrie v kombinaci s infračervenou spektrometrií s Fourierovou transformací,
- **TG+GC** – termogravimetrie v kombinaci s plynovou chromatografií.



Obr. 4: Chování křivek TG a DSC při různých fyzikálně-chemických procesech [4]

KONSTRUKČNÍ USPOŘÁDÁNÍ

Přístroje pro termogravimetrii (termováhy) jsou velmi přesné váhy, které jsou v současné době založené převážně na tzv. **kompensačním principu**, který spočívá v automatickém elektromagnetickém vyrovnávání změny hmotnosti vzorku. Díky tomuto principu lze velmi jednoduše tyto změny převádět přímo na elektrický signál.

Přestože každý výrobce přístrojů pro termogravimetrii má své unikátní konstrukční řešení, lze říci, že se můžeme na trhu setkat v principu s dvojím uspořádáním termovah - horizontálním a vertikálním (častější). Každé má své výhody i konstrukční komplikace a je pouze na uživateli, kterému uspořádání dá přednost.[5]

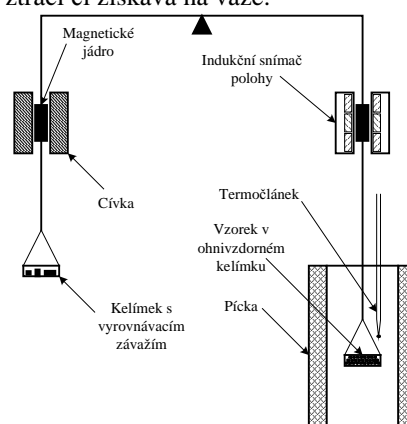
Každý přístroj pro termogravimetrii by měl být složen z těchto základních komponent:[6]

- velmi citlivé mikrováhy schopné detekovat co možná nejmenší změnu v hmotnosti (řádově desítky mikrogramu);
- výkonná pívka schopná ohřívát vzorek v celém potřebném teplotním intervalu definovanou rychlostí ohřevu (nejčastěji se používá teplotní rozsah od teploty okolí do 1500 °C a rychlost ohřevu 5-10 °C/min). Jelikož se v některých krajních případech můžeme setkat i s velmi vysokými rychlostmi ohřevu (i 100 °C/min), neměla by být pívka masivní konstrukce;
- programátor teploty, obvody regulace teploty a další nezbytné elektronické obvody;

- pneumatický systém pro dynamické proplachování pece a prostoru vzorku;
- zařízení pro zpracování dat.

Navíc mohou být přístroje vybaveny také více vstupy pro různé proplachovací plyny a softwarově řízeným přepínačem těchto plynů, či dalším volitelným vybavením.

Typické uspořádání aparatury pro termogravimetrickou analýzu ukazuje obr. 5. Vzorek (ve formě prášku) je umístěn v ohnivzdorném kelímku (nejčastěji keramickém či platinovém). Kelímek se nachází v horké zóně pece a je zavěšen na vahadle vysoce přesné váhy. Termočlánek je v bezprostřední blízkosti vzorku, není s ním však v kontaktu, a nepřekáží tudíž vahadlu ve volném pohybu. Váha je elektronicky kompenzována, z tohoto důvodu se kelímek nepohybuje, ani když vzorek ztrácí či získává na váze.



Obr. 5: Příklad konstrukčního uspořádání TG aparatury [7]

Pokud má vzorek tendenci ke změně váhy, je tato změna ihned zaznamenána snímačem polohy, který je propojen s cívkou na protější straně váhy. Proud tekoucí cívkou vyvine sílu a vyrovná protipohybem váhu do nulové polohy. Velikost proudu potřebná k tomuto pohybu je úměrná velikosti změny hmotnosti vzorku. Celý vnitřní prostor pece je, z důvodu ochrany aparatury před potenciálně korozivními plyny uvolňovanými ze vzorku, proplachován plynem.[7]

Výše popsané univerzální uspořádání aparatury pro termogravimetrii odpovídá dnes nejčastěji používanému principu.

Než konstrukce dospěla do dnešní podoby, prošla mnoha modifikacemi. Některé z nich byly úspěšné a zásadní pro další vývoj, některé naopak. Podrobně se popísem mnoha zásadních typů termovah (termováhy dle **Guicharda**, **Longchambona**, **Chevenarda** apod.) jak z hlediska jejich principu, tak z hlediska dopadu na historii zabýval např. **Duval** ve své knize *Inorganic Thermogravimetric Analysis* [1].

VLIV PODMÍNEK MĚŘENÍ

Termogravimetrii (ostatně jako všechny termické analýzy) nelze striktně pokládat za techniku, u které není třeba brát ohled na experimentální podmínky a výsledné křivky rovnou považovat za jistý, nikdy

neměnný „otisk prstu“ zkoumaného materiálu. Stanovení optimálních podmínek měření pro každý konkrétní materiál obvykle vyžaduje mnoho pečlivé práce a předběžných testů. Takto získané optimální podmínky měření musí být poté striktně dodržovány, pouze tak můžeme porovnávat TG křivky napříč různými experimenty. Termogravimetrické křivky jsou závislé nejčastěji na těchto faktorech:[3, 4]

- hmotnost vzorku,
- objem a fyzikální forma vzorku,
- míra udusání vzorku,
- tvar a vlastnosti držáku vzorku,
- vlastnosti atmosféry v peci,
- citlivost termováhy,
- rychlost ohřevu vzorku a mnoho dalších,

Některé faktory jsou vázány na každou konkrétní termováhu (citlivost termováhy, tvar a vlastnosti držáku vzorků...) a není tedy těžké je dodržet neměnné pro všechny vzorky. Na druhou stranu mnoho dalších (velikost a tvar částic vzorku, míra udusání vzorku, rozpustnost uvolňovaných plynů ve vzorku apod.) je velmi těžko reprodukovatelných.[3] Rozeberme si nyní některé vlivy měření trochu podrobněji.

Vliv rychlosti ohřevu vzorku

Vliv rychlosti ohřevu vzorku na velikost charakteristických teplot rozkladu byl v minulosti velmi pečlivě studován. Pro jedнокrokovou endotermní reakci zavedli **Simons** a **Newkirk** [9] následující poučky pro změny v teplotách T_1 a T_2 jako funkci rychlého (F) či pomalého (S) ohřevu. Pro teplotu počátku reakce (T_1) platí:

$$(T_1)_F > (T_1)_S \quad (1)$$

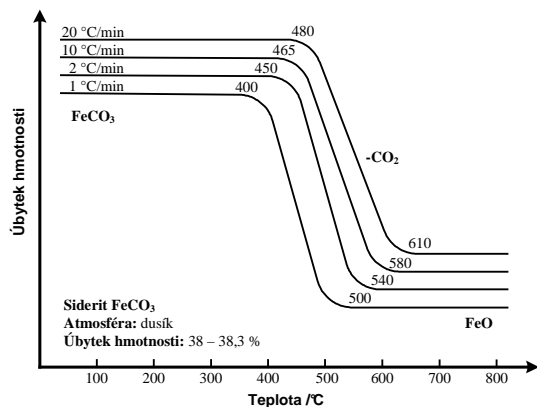
Pro teplotu ukončení reakce (T_2):

$$(T_2)_F > (T_2)_S \quad (2)$$

Pro teplotní interval rozkladu ($T_2 - T_1$) platí:

$$(T_2 - T_1)_F > (T_2 - T_1)_S \quad (3)$$

Situaci demonstrují výsledky studie provedené **Kotrou a kol.** [8] a popsané **Wendlantem** v knize *Thermal Analysis* [3] na obr. 6.

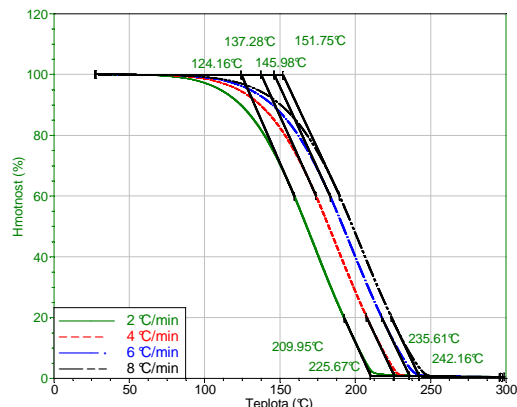


Obr. 6: Vliv rychlosti ohřevu na termogravimetrické křivky Sideritu (Kotra a kol. [8])

Obrázek zobrazuje TG křivky Sideritu (FeCO_3 - uhličitan železnatý) naměřené při různých

rychlostech ohřevu, od 1 až do 20 °C/min v dusíkové atmosféře. Teploty T_1 se v závislosti na rychlosti ohřevu mění v intervalu od 400 do 480 °C, teploty T_2 od 500 do 610 °C.

Experimentální ověření teorií **Simonse** a **Newkirka** ukazuje také obr. 7 zobrazující tepelný rozklad transformátorového oleje Technol při rychlostech ohřevu 2, 4, 6 a 8 °C.



Obr. 7: Termogravimetrické křivky transformátorového oleje Technol pro rychlost ohřevu: 2, 4, 6 a 8 °C/min

Teplota počátku rozkladu se vlivem rychlosti ohřevu mění od 124,16 do 151,75 °C; teploty ukončení reakce od 209,95 do 242,16 °C. Naměřená data shrnuje následující tabulka.

Tab. 1: Rozklad oleje Technol při různých rychlostech ohřevu

Rychlost ohřevu °C/min	T_1 /°C	T_2 /°C	$(T_2 - T_1)$ /°C
2	124,16	209,95	85,79
4	137,28	225,67	88,39
6	145,98	235,61	89,63
8	151,75	242,16	90,41

Vliv atmosféry pece

Objasnění vlivu atmosféry pece na výsledný tvar termogravimetrických křivek bylo v minulosti věnováno snad nejvíce studií ze všech. Vliv atmosféry na TG křivky závisí obecně na těchto třech faktorech:[3]

- typu reakce,
- vlastnostech produktů rozkladu,
- typu atmosféry.

Termogravimetrie jako taková může být prováděna v různých atmosférických podmínkách, od termogravimetrie za vysokého tlaku (až do 300 MPa) nebo za vakua (až 10^{-3} Pa) až po termogravimetrii za běžného atmosférického tlaku, ale s přítomností různých přidavných poplachových plynů (inertních, korozivních, oxidujících nebo redukujících). Pro práci za vysokého tlaku nebo za vakua musí být samozřejmě aparatura patřičným způsobem vybavena (speciální kovový kryt, vysokotlaká těsnění, difúzní vývěva apod.).[4]

Přidavné plyny používané na proplachování prostoru pece a okolí vzorku můžeme rozdělit na **plyny reagující** a na **plyny nereagující se vzorkem**. Do

první skupiny patří např. *helium*, které se používá pouze pro standardizaci měřících podmínek. Do druhé třídy řadíme např. *kyslík*, který může hrát podstatnou roli při rozkladu vzorku. Atmosféra pece může být také **statická** či **dynamická**.

Spektrum plynů používaných při termogravimetrických měřeních je velmi pestré, používá se např. *vzduch*, *Ar*, *Cl₂*, *CO₂*, *H₂*, *HCN*, *He*, *N₂*, *O₂* a *SO₂*. Použití silně agresivních plynů jako *Cl₂*, *HCN* nebo *SO₂* je třeba konzultovat nejprve s výrobcem aparatury.

Změny v chování atmosféry za různých experimentálních podmínek mohou být příčinou mylných a matoucích výsledků. Jmenujme si alespoň některé základní příčiny:[3, 4]

- **Vztlakový efekt** - jelikož je hustota plynu funkcí teploty, tlaku i samotné povahy plynu, může plyn použitý k proplachu aparatury změnit v průběhu zkoušky svoji hustotu. Toto je nazýváno tzv. *vztlakovým efektem* a vzorky, které jsou náchylné kromě změny hmotnosti také ke změně objemu, jsou tímto efektem snadno ovlivnitelné.
- **Teplotní gradient v píce aparatury** – vzniká díky nerovnoměrnému ohřevu prostoru pece a způsobí (při nízkém okolním tlaku) turbulence v poplachovém plynu. Působení teplotního gradientu roste se vzrůstající teplotou.
- **Kondenzace molekul rozkladných plynů na povrchu kelímku** – vzniká v případě, že pracujeme za podmínek vakua (< 0,1 Pa) s vysokými rychlostmi ohřevu. U vzorků, které produkují rozkladné plyny, může za těchto podmínek docházet ke kondenzaci molekul.

Všechny zmíněné efekty se mohou ve výsledku projevit jako falešná změna hmotnosti vzorku. Proti prvním dvěma zmíněným se můžeme bránit pouze tím, že provedeme zkoušku nejprve s inertním vzorkem stejného tvaru, to nám pomůže získat křivku rušivého „pozadí“, poté zopakujeme zkoušku za stejných podmínek se samotným vzorkem a následně od získané TG křivky odečteme naměřené pozadí. Kondenzaci molekul plynů na povrchu kelímku lze eliminovat použitím menších rychlostí ohřevu.[4]

Vliv hmotnosti vzorku

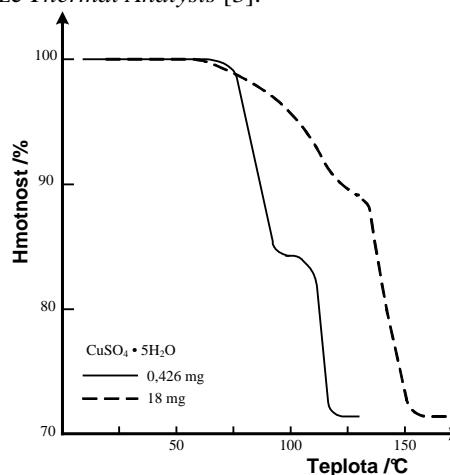
Hmotnost vzorku (a tudíž i jeho objem) má značný vliv na velikost teploty, při které začíná rozklad. S odkazem na studii **Coatse** a **Redferna** [10] lze říci, že hmotnost vzorku může ovlivnit výsledný tvar křivky TG celkem třemi způsoby:

- Hmotnost vzorku ovlivňuje velikost odchylky teploty vzorku od teploty pece. Čím vyšší je hmotnost vzorku, tím větší je tato odchylka.
- Hmotnost ovlivňuje stupeň difúze plynných produktů rozkladu skrze volný prostor v okolí pevných částic vzorku (za statických podmínek může být atmosféra bezprostředně obklopující reagující částice ovlivňována právě množstvím vzorku).

- V případě, že má vzorek nízkou tepelnou vodivost, může docházet ke vzniku výrazného teplotního gradientu uvnitř vzorku. Čím vyšší je hmotnost vzorku a nižší jeho tepelná vodivost, tím je tento gradient vyšší.

Pokud je při termogravimetrii použito příliš velké navážky vzorku, hrozí, že budou na výsledné TG křivce potlačeny přechodné fáze rozkladu.

Kvantifikovat pojem „příliš velká navážka“ je velmi obtížné, poněvadž vždy záleží na vlastnostech konkrétního materiálu, a proto, jak bylo řečeno v úvodu této kapitoly, je vždy nezbytné provést mnoho pečlivých úvodních měření a zjistit, jaká hmotnost vzorku je optimální. Navážky se obecně pohybují řádově v jednotkách až maximálně desítkách miligramů. Pro ukázkou je na obr. 8 uveden příklad vlivu hmotnosti vzorku na výsledný tvar termogravimetrické křivky, který uvádí **Wendlandt** v knize *Thermal Analysis* [3].



Obr. 8: Porovnání vlivu hmotnosti vzorku na tvar termogravimetrické křivky – rozklad $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Wendlandt [3])

Z výsledného tvaru obou křivek vidíme, že v případě navážky 18 mg byla výrazně potlačena přechodná fáze rozkladu.

APLIKACE TERMOGRAVIMETRIE V ELEKTROTECHNOLOGICKÉ DIAGNOSTICE

Termogravimetrie je vhodná pro analýzu všech materiálů, které v průběhu ohřevu uvolňují nebo vážou plynné látky. V elektrotechnologické diagnostice lze její hlavní přínos spatřovat v oblasti analýzy polymerních izolačních materiálů. S její pomocí lze např.: [5, 6]

Identifikovat polymery a velmi rychle určit jejich teplotní stabilitu – v případě, že zachováme pokud možno stejné měřicí podmínky (stejná rychlost ohřevu, stejná atmosféra i její rychlost proudění, stejná geometrie i množství vzorku), lze takto získané termogramy použít ke vzájemnému porovnávání a tvorbě určité „databáze“ polymerů.

Analýzovat různá aditiva v polymerech – aditiva se v polymerech obecně používají ke zlepšení jejich

chemických a fyzikálních vlastností (stabilizátory, UV stabilizátory, změkčovadla, retardéry hoření, plniva atd.). Jejich přítomnost ale může v mnohých případech negativně ovlivnit i jiné vlastnosti – mohou např. za přítomnosti vody a při vyšších provozních teplotách migrovat k povrchu apod. Termogravimetrie, ve spojení s ostatními termickými analýzami, může být v tomto ohledu velmi dobrým pomocníkem při vývoji efektivních polymerních systému.

Určit množství těkavých látek a vlhkosti uvnitř vzorku – určení obsahu vlhkosti (příp. těkavých látek) ve vzorku je jedna z hlavních aplikací termogravimetrické analýzy. V mnohých oblastech průmyslu může způsobit např. i malé množství vlhkosti v použitých materiálech vážné problémy. Pokud analyzovaný materiál rychle ohřejeme na teplotu cca 105 °C a poté udržujeme teplotu izotermní, odstraníme tím veškerou vlhkost ze vzorku a na termogramu zaznamenáme zřetelný úbytek hmotnosti, který je již velmi snadné vyhodnotit.

Určit teplotu oxidace kovů – jeden z mála případů, kdy dochází ke zvýšení hmotnosti vzorku v průběhu ohřevu, je právě oxidace kovů; s pomocí termogravimetrie lze tuto teplotu velmi jednoduše zaznamenat a vyhodnotit.

Analyzovat kinetické parametry probíhající chemických reakcí – podobně jako DSC se i termogravimetrie používá k určení kinetických parametrů chemických reakcí (velikost aktivační energie, předexponenciálního faktoru a řádu reakce).

ZÁVĚR

Článek si kladl za cíl ukázat jednu z mnoha alternativ, které má současná elektrotechnologická diagnostika k dispozici při studiu procesů probíhající ve vnitřní struktuře elektroizolačních materiálů.

O termogravimetrii můžeme říci, že patří mezi metody termické analýzy, které si již našly své pevné místo v elektrotechnologické diagnostice, což dokazují četné publikace, např. [11-13]. Vzhledem k její podstatě se bude jistě i do budoucna jednat o stále perspektivní metodu, jelikož její možnosti lze jednoduše rozšiřovat, například právě připojením na přístroje umožňující analýzu uvolněných plynů. Také podmínky měření lze poměrně jednoduše měnit a můžeme tak simulovat různé situace, které mohou při budoucím provozu testovaných materiálů nastat.

PODĚKOVÁNÍ

Práce vznikla v rámci řešení výzkumného záměru MSM 4977751310 - Diagnostika interaktivních dějů v elektrotechnice.

LITERATURA

[1] DUVAL, C. *Inorganic thermogravimetric analysis*. [s.l.] : Elsevier Publishing Company, 1963. 368 s.

- [2] SZABADVÁRY, F., BUZÁGH-GERE, É. Historical development of thermoanalytical methods. *Journal of thermal analysis*. 1979, vol. 15, no. 2, s. 390-398.
- [3] WENDLANDT, W.W. *Thermal Analysis*. 3rd edition. USA : John Wiley & Sons Ltd., 1985. 421 s.
- [4] HATAKEYAMA, T., QUINN, F.X. *Thermal Analysis : Fundamentals and Applications to Polymer Science*. 2nd edition. Chichester : John Wiley & Sons Ltd., 1999. 189 s.
- [5] VANÍČEK, J. *Metody termické analýzy : přednášky*. Liberec : TÚ Liberec, [199-]. 7 sv. (5, 5, 5, 6, 5, 4, 4 s.). Dostupný z WWW: <http://www.ft.vslib.cz/databaze/skripta/list_aut.cgi?aut=49&skr=87&pro=>>.
- [6] DEAN, J.A. *Analytical Chemistry Handbook*. [s.l.] : McGraw-Hill Companies, 2004. Thermal analysis, s. 15.1-15.17.
- [7] SPEYER, R.F. *Thermal analysis of materials*. New York : Marcel Dekker, Inc., c1994. 298 s.
- [8] KOTRA, R. K., GIBSON, E. K., URBANCIC, M. A. *Ikarus*. 1982, vol. 51, s. 593.
- [9] SIMONS, E. L., NEWKIRK, A. E. *Talanta*. 1964, vol. 11, s. 549.
- [10] COATS, A. W., REDFERN, J. P. *Analyst*. 1963, vol. 88, s. 906.
- [11] MENTLÍK, V.; PROSR, P.; PIHERA, J.; POLANSKÝ, R. „New Possibilities of the Oil-paper Insulating Systéme“. In *Proceedings of the 20th Nordic Insulation Symposium*. Trondheim : Tapir Academic Press, 2007. s. 157-160. ISBN 978-82-519-2232-6.
- [12] MENTLÍK, V.; POLANSKÝ, R.; PROSR, P.; PIHERA, J. „Behaviour of Poly(ethylene:Vinyl Acetate) and Polyether Urethane-Urea during Thermal Decomposition“. In *Proceedings of the 2007 IEEE International conference on solid dielectrics*. Winchester : IEEE, 2007. s. 333-336. ISBN 1-4244-0750-8.
- [13] MENTLÍK, V.; POLANSKÝ, R.; PROSR, P. „The release of volatiles during the thermal stress of electric insulating materiále“. In *2006 Annual report conference on electrical insulation and dielectric phenomena*. Kansas City : IEEE DEIS, 2006. s. 485-488. ISBN 1-4244-0547-5.