

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ
KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ

DISERTAČNÍ PRÁCE

PLZEŇ, 2018

Ing. Jaroslav HORNAK

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ
KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ

DISERTAČNÍ PRÁCE

k získání akademického titulu doktor
(ve zkratce Ph.D.) v oboru

Elektrotechnika

Ing. Jaroslav Hornak

Interakce nehomogenního dielektrika
s elektrickým polem

Školitel: doc. Ing. Pavel Trnka, Ph.D.

Datum státní doktorské zkoušky: 30. 10. 2015

Datum odevzdání práce: srpen 2018

Plzeň, 2018

PROHLÁŠENÍ O DUŠEVNÍM VLASTNICTVÍ

Tímto předkládám k posouzení a obhajobě disertační práci zpracovanou během doktorského studia na Fakultě elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni. Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně s použitím literatury a zdrojů uvedených v seznamu na konci této práce.

V Plzni, 29. 8. 2018

Jaroslav Hornak

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych rád poděkoval svému školiteli doc. Ing. Pavlu Trnkovi, Ph.D. za odbornou pomoc, cenné rady a připomínky při psaní této práce, ale také za trpělivou a stálou péči věnovanou po dobu celého studia. Dále bych rád poděkoval panu Jaroslavu Bartoňovi za jeho pomoc při realizaci diagnostické jednotky a prof. Ing. Václavu Mentlíkovi, CSc. za odborné konzultace. Mé další poděkování patří kolegům Ing. Petru Kadlecovi, Ing. Tomáši Džuganovi, Ph.D. a Ing. Josefu Piherovi, Ph.D. z Katedry technologií a měření za jejich nezištnou pomoc při realizaci některých experimentálních měření. V neposlední řadě bych své díky směřoval k doc. Ing. Pavolu Šuttovi, Ph.D., prof. Ing. Miroslavu Guttenovi, Ph.D. a Zoltánu Ádámu Tamusovi, Ph.D. za vstřícný přístup a experimentální výpomoc. Závěrem bych rád poděkoval své rodině a blízkým za jejich neutuchající podporu a motivaci během celého studia.

Tato kvalifikační práce vznikla s podporou Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy ČR v rámci projektu RICE – Nové technologie a koncepce pro intelligentní systémy, číslo projektu LO1607, a byla podpořena grantem Studentské grantové soutěže ZČU č. SGS-2018-016 Diagnostika a materiály v elektrotechnice.

INTERAKCE NEHOMOGENNÍHO DIELEKTRIKA S ELEKTRICKÝM POLEM

Dielektrické materiály rozdílných podob a skupenství jsou nedílnou součástí vysokonapěťových aplikací. Z hlediska spolehlivosti se jedná o nejslabší článek spolehlivostního řetězce celého zařízení. Z toho důvodu je třeba věnovat pozornost zlepšování jejich materiálových vlastností (elektrických, mechanických či fyzikálně-chemických), což vede ke snížení pravděpodobnosti poruchy celého zařízení. Současné možnosti v oblasti návrhu a diagnostiky dielektrických materiálů umožňují aktuálně využívat a studovat materiály obsahující složky až nanometrických rozměrů.

Předkládaná disertační práce se zabývá studiem chování nehomogenních dielektrik v interakci s vnějším elektrickým polem s následnou syntézou nového izolačního systému. Úvodní kapitoly disertační práce jsou zaměřeny na základní fyzikální aspekty dielektrických materiálů a definici současně řešených problematických oblastí. V návaznosti na tento úvodní základ jsou dále definovány dva původní diagnostické systémy a vybrány základní složky nového izolačního systému. Ten je složen z epoxidové pryskyřice na bázi bisphenol-A diglycidyl ether, nanoplniva oxidu hořečnatého s vlastní technologií povrchové úpravy a polyetylen naftalátové nosné složky. Vzhledem k tomu, že jedním ze stěžejních aspektů při aplikaci plniva nanometrických rozměrů je jeho správná disperze, je pozornost také věnována novým způsobům diagnostiky vlivu povrchové úpravy plniva. V návaznosti na definované cíle práce je navržený izolační systém konfrontován s běžně používanými třísložkovými izolačními systémy s cílem ověření vyšší úrovně vnitřní homogenity.

INTERACTION OF INHOMOGENEOUS DIELECTRIC WITH AN ELECTRIC FIELD

Dielectric materials of different forms and states are an inseparable part of high voltage applications. From the point of reliability, it is the weakest part of the reliability chain of the whole device. For this reason, there is necessary to take the effort to the improvement of material parameters (electrical, mechanical or physical-chemical). It leads to the reduction of the probability of failure of the entire device. Current trends in the field of design and diagnostics allow the usage and study of the materials containing components up to nanometric dimensions.

This dissertation deals with the study of the behavior of inhomogeneous dielectrics in interaction with the external electric field with the subsequent synthesis of the new insulation system. The introductory chapters of the dissertation are focused on the basic physical aspects of dielectric materials and the definition of currently solved problematic areas. In connection with this research base, two original diagnostic systems are defined and the basic components of the new insulation system are selected. It consists of epoxy resin based on bisphenol-A diglycidyl ether, magnesium oxide nanofiller with its own surface treatment technology and polyethylene naphthalate carrier component. Since one of the crucial aspects of nanometric filler application is its proper dispersion, attention is also paid to new ways of diagnosing the effect of surface treatment of the filler. Following the defined objectives of the work, the proposed insulation system is confronted with commonly used three-component insulating systems in order to verify a higher level of internal homogeneity.

113 pages 69 figures 9 tables 30 pages of appendices

University of West Bohemia, Faculty of Electrical Engineering, 2018

INTERACTION DE DIÉLECTRIQUE NON HOMOGÈNE AVEC UN CHAMP ÉLECTRIQUE

Les matériaux diélectriques de différentes formes font partie intégrante des applications haute tension. En termes de fiabilité, c'est le maillon le plus faible de la chaîne de fiabilité de l'ensemble du dispositif. Pour cette raison, une attention particulière devrait être accordée à l'amélioration de leurs propriétés matérielles (électrique, mécanique, physico-chimique). Cela réduit la probabilité de défaillance de l'appareil. Opportunités actuelles dans la conception et le diagnostic de matériaux diélectriques permettent d'utiliser et d'étudier des matériaux qui contiennent des composants de dimensions nanométriques.

Cette dissertation étudie le comportement de diélectriques non homogènes en interaction avec le champ électrique externe, suivi de la synthèse d'un nouveau système d'isolation. Les chapitres introductifs de la dissertation sont axés sur les aspects physiques de base des matériaux diélectriques et la définition des problèmes actuellement résolus. En liaison avec la base de recherche, deux systèmes de diagnostic originaux sont définis et les composants de base du nouveau système d'isolation sont sélectionnés. Il est composé de résine époxy à base bisphénol-A diglycidyl éther, nanoparticule d'oxyde de magnésium, composant de polyéthylène naphtalate. Une dispersion correcte est essentielle quand le remplisseur de dimension nanométriques est appliqué. L'attention est donc consacrée à de nouvelles façons de diagnostiquer les effets du traitement de surface de la charge. En relation avec les objectifs du travail le système d'isolation proposé est comparé aux systèmes d'isolation à trois composants couramment utilisés pour vérifier un niveau plus élevé d'homogénéité interne.

113 pages 69 descriptions 9 tableaux 30 pages d'appendices

L'Université de Bohême de l'Ouest, Faculté de Génie Électrique, 2018

OBSAH

Úvod	13
1 Současný stav problematiky	14
1.1 Makro- a mikrostrukturní izolační systémy	15
1.2 Nanostrukturní izolační systémy	17
1.3 Definice problematických aspektů nehomogenních systémů	18
2 Cíle disertační práce	22
3 Dielektrikum ve vnějším elektrickém poli	25
3.1 Nosiče elektrického náboje	25
3.2 Polarizace dielektrických materiálů	25
3.3 Dělení polarizačních mechanismů	27
4 Důsledky migrace nosičů náboje dielektrikem	31
4.1 Charakteristika chování volných nosičů náboje	31
4.2 Prostorový náboj v makroskopicky homogenním dielektriku	33
4.3 Prostorový náboj v nehomogenním dielektriku	35
4.4 Analýza vlivu velikosti náboje a přiloženého napětí	37
5 Charakterizace procesu návrhu, vývoje a ověření nanostrukturního mikrokompozitu	39
6 Nástroje pro analýzu jednotlivých fází kompozitu a ověření úrovně disperze plniva	41
6.1 Širokopásmová dielektrická spektroskopie	41
6.2 Rentgenová difrakční analýza	42
6.3 Analýza odolnosti v silně nehomogenním elektrickém poli	44
6.4 Metoda napěťové odezvy a prodloužené napěťové odezvy	46
6.5 Metoda redukovaných resorpčních křivek	47
7 Syntéza vnitřní struktury nanostrukturního mikrokompozitu	49
7.1 Pojivo	49
7.2 Plnivo a jeho povrchová úprava	53
7.3 Nosná složka	63
7.4 Proces výroby finálního kompozitu	66
8 Diagnostické postupy pro ověření vyšší homogeneity kompozitu	69
8.1 Dielektrické vlastnosti	69
8.2 Interakce se stejnosměrným elektrickým polem	70
8.3 Interakce se střídavým elektrickým polem	77
9 Přínosy disertační práce	85
Závěr	88
Použitá literatura	90

Publikace autora	107
Příloha A: Měřicí zařízení a technologické vybavení	114
Příloha B: Návrh a konstrukce diagnostické jednotky PEA	121
Příloha C: Naměřené a vypočítané hodnoty	127

POUŽITÉ SYMBOLY A ZKRATKY

Symboly proměnných a konstant

Symbol	Jednotka	Význam
a	(m)	strana částice
A	(m^2/g)	specifický povrch částice
b	(m)	tloušťka piezoelektrického prvku
C	(F)	kapacita
C^*	(F)	komplexní kapacita
C_o	(F)	geometrická kapacita dielektrika
C_C	(F)	vazební kapacita
C_{pi}	(F)	kapacita polarizační větve
C_{sa}	(F)	kapacita vzorku
d	(m)	průměr
\mathbf{d}_0	(m)	orientovaná vzdálenost posunutí nábojů
d_1, d_2	(m)	tloušťka vrstvy
$d_p,$	(m)	vzdálenost mezi česticemi
D_μ	(m)	velikost krystalitu
\mathbf{E}	(V/m)	intenzita elektrického pole
Ea	(eV)	elektronová afinita
E_L	(V/m)	intenzita vnitřního lokálního pole
E_{\max}	(V/m)	maximální intenzita elektrického pole
E_p	(kV/mm)	elektrická pevnost
E_{PDIV}	(V/m)	zapalovací intenzita částečných výbojů
E_T	(V/m)	mezní hodnota intenzity elektrického pole
F	(-)	hmotnostní podíl
$\mathbf{F}(x)$	(N)	síla
f	(g)	hmotnost častic
f_p	(Hz)	hlavní frekvenční složka U_p
$i(t)$	(A)	časově proměnný proud
I_o	(A)	amplituda proudu
i_{15}	(A)	proud v 15. sekundě
I_e	(eV)	ionizační energie
i_r	(A)	resorpční proud
i_t	(A)	proud v čase t
\mathbf{J}	(A/m ²)	proudová hustota
n	(m ⁻³)	množství indukovaných dipólových momentů

Symbol	Jednotka	Význam
P	(C/m ²)	vektor polarizace
$p(t)$	(Pa)	časově proměnná akustická vlna
PD_{EV}	(V)	zhášecí napětí částečných výbojů
PD_{IV}	(V)	zapalovací napětí částečných výbojů
q	(C)	elementární náboj
Q_{iec}	(C)	náboj částečných výbojů
r	(m)	poloměr částice
R_o	(Ω)	odpor dielektrika
R_{DC}	(Ω)	sériový rezistor
r_e	(m)	hranice polarizované a nepolarizované oblasti
r_i	(m)	hranice mezi oblastí iontové a elektronové polarizace
r_p	(m)	poloměr polaronu
R_{pi}	(Ω)	odpor polarizační větve
S	(m ²)	plocha povrchu částice
S_d	(V/s)	směrnice vybíjecího napětí
S_r	(V/s)	směrnice zotaveného napětí
t	(s)	čas
t_{dch}	(s)	čas vybíjení
T_g	(°C)	teplota skelného přechodu
$\operatorname{tg} \delta$	(-)	ztrátový činitel
t_{ch}	(s)	čas nabíjení
t_{idp}	(s)	čas určení vybíjecího napětí
t_{rup}	(s)	čas měření zotaveného napětí
U	(V)	napětí
$u(t)$	(V)	časově proměnné napětí
u_{Al}	(m/s)	akustická rychlosť v hliníku
U_o	(V)	amplituda napětí
$U_o(t)$	(V)	výstupní napěťový signál
u_b	(m/s)	akustická rychlosť v piezo-elektrického prvku
U_{cpi}	(V)	zbytkové napětí kapacity C_{pi}
$U_d(t)$	(V)	vybíjecí napětí
U_{DC}	(V)	stejnosměrné napětí
U_{sa}	(V)	napětí na vzorku
U_e	(eV)	kinetická energie
U_{emg}	(eV)	elektromagnetická energie
U_{emch}	(eV)	elektromechanická energie
$U_p(t)$	(V)	pulzní napětí
$U_r(t)$	(V)	zotavené napětí
u_{sa}	(m/s)	akustická rychlosť
U_t	(eV)	energie potřebná k zachycení elektronu
V	(m ³)	objem částice
W	(eV)	vazebná energie
X_c	(g)	množství vazebného činidla
X_n	(A)	diskrétní hodnota proudu
α	(-)	parametr šířky frekvenčního spektra

Symbol	Jednotka	Význam
α_p	(F/m ²)	polarizovatelnost
β	(-)	parametr asymetrie disperzní křivky
β_f^c	(-)	Cauchyho složka integrální šířky rozšíření difrakční čáry
β_f^g	(-)	Gaussova složka integrální šířky rozšíření difrakční čáry
β_{VR}	(A/V·s)	polarizační vodivost
γ_{VR}	(A/V·s)	měrná vodivost
γ_x	(m)	vlnová délka záření
ΔT_p	(m)	šířka napěťového pulzu
ϵ^*	(-)	komplexní relativní permitivita
ϵ'	(-)	reálná část komplexní relativní permitivity
ϵ''	(-)	imaginární část komplexní relativní permitivity
ϵ_0	(F/m ²)	permitivita vakua
ϵ_∞	(-)	optická relativní permitivita
ϵ_c	(-)	mikrodeformace
ϵ_r	(-)	relativní permitivita
$\epsilon_{r1}, \epsilon_{r2}$	(-)	relativní permitivita vrstvy
ϵ_{ra}	(-)	relativní permitivita vzduchu
ϵ_s	(-)	statická relativní permitivita
η	(-)	Schwaigerův faktor
η_r	(%)	relativní rozlišení
θ	(°)	Braggův úhel
ϑ	(%)	variační koeficient
κ	(-)	dielektrická susceptibilita
μ	(V/m·s)	pohyblivost nosiče náboje
μ_i	(C·m)	indukovaný dipólový moment
σ	(dle proměnné)	směrodatná odchylka
ρ	(C/m ³)	hustota prostorového náboje
ρ_f	(g/cm ³)	hustota částice
ρ_m	(g/cm ³)	hustota matrice
ρ_v	(Ω·m)	vnitřní rezistivita
τ	(s)	relaxační doba
τ_{pi}	(s)	časová konstanta i-tého polarizačního procesu
φ	(rad)	úhel tečny ke křivce modifikovaného diagramu
ω	(m ² /g)	smáčivost vazebného činidla

Zkratky

Zkratka	Význam
BDS	širokopásmová dielektrická spektroskopie
BME	Technická a hospodářská univerzita v Budapešti
ČV	částečné výboje
EVR	metoda prodloužené napěťové odezvy
FT	Fourierova transformace
FWHM	plná šířka v polovině maximální hodnoty
GND	uzemnění

Zkratka	Význam
HV	vysoké napětí
ICDD	International Centre for Diffraction Data
LIPP	metoda laserem indukovaného tlakového pulzu
PEA	pulzní elektroakustická metoda
PWP	metoda pulzní tlakové vlny
RR	resin-rich
RRK	redukované resorpční křivky
RTG	rentgen
SCLC	proud omezený prostorovým nábojem
TP	metoda tepelného pulzu
TTB	Time to Breakdown - doba do průrazu
UNIZA	Žilinská univerzita v Žiline
VPI	vakuově tlaková impregnace
VR	metoda napěťové odezvy
XRD	rentgenová difrakční analýza
ZČU	Západočeská univerzita v Plzni

Chemické názvosloví

Zkratka	Význam
Al_2O_3	oxid hlinitý
BN	nitrid boritý
Cr	chrom
Cu	měď
GLYMO	glycidoxypyropyltrimethoxysilan
LiNbO_3	lithium niobát
MgO	oxid hořečnatý
PE	polyetylen
PEN	polyetylen naftalát
PET	polyetylen tereftalát
PTFE	Polytetrafluoretylen
PVDP	polyvinyliden fluorid
SiO_2	oxid křemičitý
TiO_2	oxid titaničitý
XLPE	zesíťovaný polyetylen
ZnO	oxid zinečnatý

ÚVOD

DIELEKTRICKÉ materiály a systémy jsou nedílnou součástí značného množství vysokonapěťových aplikací v oblasti výroby či distribuce elektrické energie. Z pohledu spolehlivosti je izolační systém nejslabším článkem spolehlivostního řetězce celého zařízení [1]. Z toho důvodu je velká pozornost věnována zlepšování materiálových vlastností (elektrických, mechanických či fyzikálně-chemických), což vede ke snížení pravděpodobnosti poruchy celého zařízení.

Jedním ze způsobů, jak požadovaných zlepšení dosáhnout, je použití kompozitních materiálů [2], kde je využíván efekt synergie jednotlivých složek. To znamená, že účinek společného působení je větší, než algebraický součet účinků ze samostatného působení jednotlivých složek kompozitu [3]. Jedná se zejména o třísložkové kompozitní materiály složené z matrice, plniva a nosné složky [4].

Vedle synergického účinku se u kompozitních dielektrických systémů vyskytují i problematické aspekty. U stávajících třísložkových izolačních systémů se jedná zejména o nehomogenitu izolačního systému, která má za následek možné zvýšené lokální elektrické namáhání v důsledku rozdílnosti materiálových konstant jednotlivých složek kompozitu [5] a dále také o tzv. mezifázový efekt [6]. V tomto případě hraje velkou roli rozhraní plniva a matrice [7], či matrice a nosné složky [8], což má za následek ovlivnění nejen dielektrických vlastností kompozitu.

Pro popis chování nehomogenních systémů v interakci s vnějším elektrickým polem a jejich možnému zlepšování je nutné využít nejen stávajících diagnostických metod, ale je potřeba zahrnout i postupy a metody, kterými jsou právě tyto děje, závisející na homogennosti dielektrika, charakterizovány ve větší míře. Jedná se zejména o metody charakterizující dielektrické systémy při interakci se stejnosměrným napětím (měření zbytkového prostorového náboje [9], stanovení mezní hodnoty prostorového náboje z vodivostního proudu [10], napěťová odezva [11], matematické zpracování resorpčních proudů [12]) či analýza částečných výbojů [13] při střídavém napětí.

Dlouhodobým působením stejnosměrného napětí dochází ke značnému nabíjení izolačních materiálů a k formování náboje v jejich struktuře, což má negativní vliv na jejich životnost [14]. Proto je studium dějů vznikajících v nehomogenní struktuře látky při namáhání stejnosměrným napětím velice aktuální problematikou [15–18].

Vzhledem k výše uvedenému, je předložená práce zaměřena na návrh a diagnostiku nehomogenních dielektrických systémů se snahou o zvýšení úrovně jejich vnitřní homogeneity. Výsledkem je nový nanostrukturní mikrokompozit s potenciálem využitelnosti v elektrotechnické praxi.

1

SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY

OBLAST pevných kompozitních dielektrických materiálů prošla za posledních 70 let značným vývojem. V případě elektroizolačních systémů byla na počátku využívána přírodní vlákna z materiálů, jako jsou hedvábí, celulóza a len, přičemž byla impregnována přírodními laky ze stromů, rostlin a hmyzu, nebo také ropnými deriváty [19].

Posunem v technologii kompozitních izolačních materiálů točivých strojů bylo použití slídových lístků v nezměněné formě s celulózovým podkladem s šelakovým či asfaltovým pojivem [20]. Tento druh izolace je také známý pod pojmem mikafólium nebo jako měkký izolační systém. Nespornou výhodou měkkých systémů byla jejich elasticita a schopnost vyplnit drážku stroje, a to zcela bez mezer [21]. Mezi nevýhody, které zapříčinily jeho následnou nahradu, patří omezení z hlediska provozní teplotní třídy a napěťové úrovni.

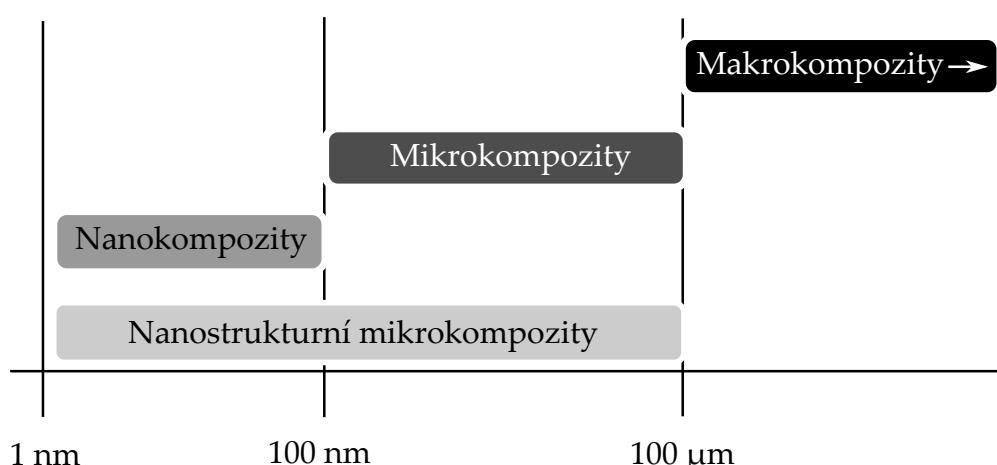
Dalším z milníků v této oblasti bylo použití slídového papíru, v polovině 20. století, jako součást izolačního materiálu [22]. Přibližně ve stejné době dochází k rozvoji, výzkumu a aplikaci v oblasti pryskyřic, kdy dříve využívané šelakové a asfaltové laky jsou pozvolna nahrazeny syntetickými pryskyřicemi. Nejčastějšími zástupci pro elektrotechnické aplikace jsou polyesterové [23], epoxidové [24] a ve specifických případech i silikonové [25] pryskyřice. Přírodní vlákna byla postupem času také nahrazena. Jako výztuže se v současnosti využívají skleněná vlákna, polyetylen tereftalátové či polyetylen naftalátové fólie [26]. Tyto tzv. tvrdé izolační systémy mohou být provozovány při vyšších teplotách a napětích. Jejich nevýhodou může být fakt, že dostatečně nevyplňují drážku stroje, což může v některých případech vést ke vzniku drážkových částečných výbojů.

Z historického pohledu na vývoj kompozitních dielektrik bylo dalším významným počinem použití plniva nanometrických rozměrů na počátku 90. let 20. století [27]. V roce 1994 definuje Lewis ve svém článku [28] unikátnost nanodielektrik. Poté se nanodielektrické systémy stávají objektem zájmu vědců a odborníků z celého světa, kteří diskutují o dalších možnostech modifikací a potenciálních aplikací [29]. Nejčastějšími studovanými plnivy polymerních matric jsou jednoduché oxidy (SiO_2 [30], Al_2O_3 [31], ZnO [32], TiO_2 [33], BN [34], MgO [35]) a vrstvené [36] nebo trubicové [37] nanojíly.

1.1 MAKRO- A MIKROSTRUKTURNÍ IZOLAČNÍ SYSTÉMY

Makrostrukturální izolační systém - makrokompozit - může být definován jako systém obsahující ve své struktuře složky o rozměrech větších než $100 \mu\text{m}$ v příčném směru [38]. Analogicky lze takto definovat i pojem mikrokompozit ($< 100 \text{ nm}$). Vzhledem k rozdílům použitých komponent se tyto pojmy týkají běžně používaných třísložkových izolačních systémů pro elektrické točivé stroje, jejichž základní technologie jsou uvedeny v následujícím textu.

Úroveň homogeneity vnitřní struktury může být pro potřeby této práce definována dle Obrázku 1. Náhradou jednoho makro-, či mikroskopického rozhraní (např. dispergovanou nanosložkou), může být docíleno vzniku tzv. nanostrukturálního mikrokompozitu [29], který kombinuje složky obou charakteristických rozměrů (Kapitola 7).



Obrázek 1: Rozdělení kompozitů z hlediska velikosti přidaných fází [29, 38]

TECHNOLOGIE VAKUOVĚ TLAKOVÉ IMPREGNACE

U vakuově tlakové impregnace (Vacuum Pressure Impregnation - VPI) je základem savá slídová páska (složená z nosné složky, pojiva a plniva) a vhodný impregnant. Nosná složka je velmi často bud' polyimidová nebo skleněná tkanina [39]. Jako plnivo se používá nekalcinovaná slída ve formě rekonstruovaného slídového papíru [40]. Pojivo, kterého je pro možnosti dalšího mechanického zpracování použito přibližně 7 %, musí vhodně interagovat s následně aplikovaným impregnantem [41]. Vhodnými ipregnanty pro VPI technologii jsou nejčastěji nenasycené polyestery a polyesterimidy, epoxidové pryskyřice, nebo směsi epoxidu a polyesteru [42].

Výhodou této technologie je vyšší míra homogeneity výsledného izolačního systému vinutí. Ta je zaručena tím, že dochází k impregnaci vinutí do kompaktního celku. Naopak za nevýhodu lze považovat vysokou cenu technického vybavení a fakt, že v případě poruchy není téměř možné komponent opravit, či vyměnit. [43, 44]

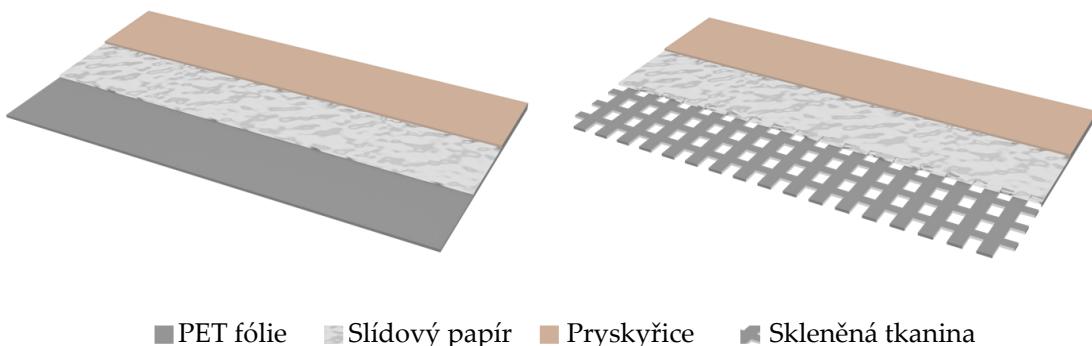
RESIN-RICH TECHNOLOGIE

V českém překladu se jedná o technologii „bohatou na pryskyřici“. Základními aspekty jsou tříložkový kompozit a technologie výroby. Jako pojivo se zde nejčastěji využívá novolak-epoxidová, cykloalifatická nebo alifatická pryskyřice v poměru $\approx 30\text{--}40\%$ [45]. Nosná složka je velmi často skleněná tkanina nebo polyetylen tereftalátová (PET) fólie. V současnosti se provádí také rovnání vláken do roviny, čímž klesne jejich tloušťka (např. Calmicafab® [26]). Jako plnivo zde slouží rekonstruovaná slída ve formě kalcinovaného slídového papíru [46]. Technologie spočívá v navýjení pásek v tzv. předtvrzeném stavu B. Jednotlivé cívky jsou poté ve formách vytvrzeny a po odplynění a vychladnutí mohou být monovány do stroje [47].

Kladnou vlastností systému resin-rich je snadná opravitelnost. V případě poruchy je zde možnost vadnou cívku snadno vyjmout a vyměnit. Nevýhodu oproti VPI představuje fakt, že nelze zkrátit délku cívek při zachování výkonu stroje a nižší míra homogeneity výsledného izolačního systému. [43, 44]

KOMERČNĚ DOSTUPNÉ MATERIÁLY PRO RESIN-RICH TECHNOLOGIE

Izolační systémy točivých strojů na bázi Resin-rich jsou produkovány obecně ve dvou podobách s různými obchodními názvy určených výrobcem. Základní diference je v nosné složce, kterou může být buď skleněná tkanina (např. Relanex® [48], Samicatherm® [49], Calmicaglas® [50]) nebo polymerní fólie (např. Relastik® [51], Samicatherm® P [49], Calmica® [53]), která zkracuje dobu vytvrzovacího procesu. Dielektrickou bariéru tvoří v obou výše uvedených případech kalcinovaný slídový papír impregnovaný novolak-epoxidovou pryskyřicí. Vnitřní struktura stávajících kompozitů je znázorněna na Obrázku 2.



Obrázek 2: Vnitřní struktura stávajících tříložkových materiálů

Charakteristika pomocí základních dielektrických parametrů (ztrátový činitel $\tg \delta$, vnitřní rezistiva ρ_v , elektrická pevnost E_p) obou vybraných, komerčně dostupných, kompozitů je uvedena v Tabulce 1. Tyto kompozity jsou v další části

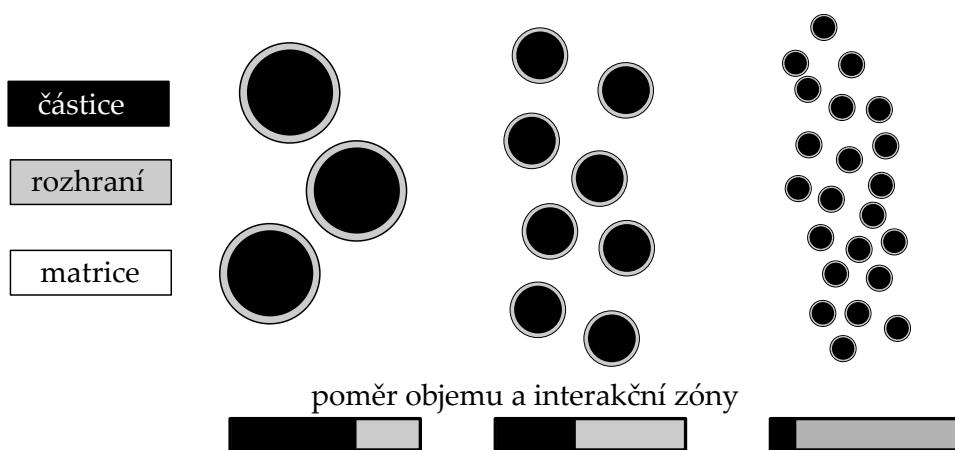
práce konfrontovány s navrženým dielektrickým systémem pro ověření zvýšení úrovně homogeneity v Kapitole 8.

Tabulka 1: Porovnání kompozitů se skleněnou tkaninou a PET fólií [48, 51]

Kompozit se skleněnou tkaninou		
E_p (kV/mm)	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	$\tg \delta$ (-)
35	$1 \cdot 10^{13}$	0,015
Kompozit s polyetylén tereftalátovou fólií		
E_p (kV/mm)	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	$\tg \delta$ (-)
50	$1 \cdot 10^{13}$	0,015

1.2 NANOSTRUKTURNÍ IZOLAČNÍ SYSTÉMY

Jak již bylo uvedeno, současné trendy směřují k využití materiálů obsahujících plnivo nanometrických rozměrů (10^{-9} m). Obecně lze říci, že se jedná o dvoufázové kompozity složené z kontinuální (matrice) a dispergované (plnivo) fáze. Unikátnost vlastností je dána jejich fyzikální podstatou, která vychází z jejich prostorového vymezení [54]. Jednou z unikátních vlastností nanodielektrik je specifická plocha povrchu. Jedná se o celkovou plochu částice vztaženou na jednotku hmotnosti nebo objemu [55]. To znamená, že s klesajícím rozměrem částice dochází ke zvětšení interakční zóny (Obrázek 3) [56, 57].



Obrázek 3: Závislost plochy povrchu a objemu na velikosti nanočástice (překresleno z: [57])

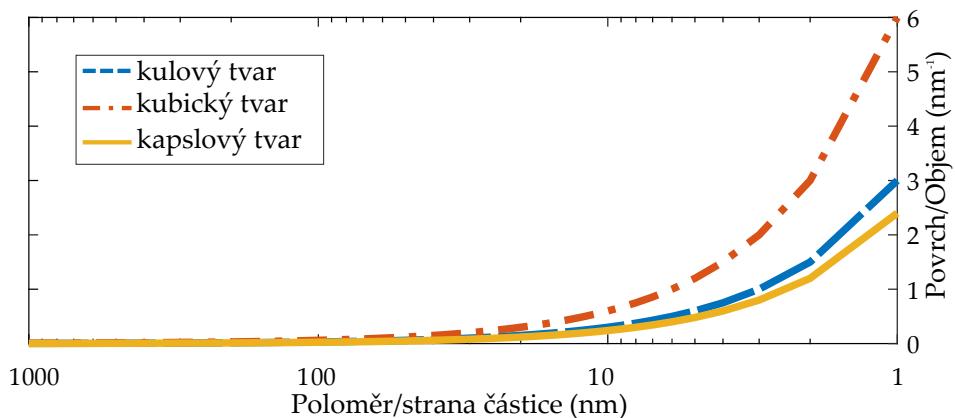
Vzhledem k matematicko-fyzikální podstatě problému, je také poměr plochy povrchu k objemu částice závislý na geometrickém tvaru částice, což znázorňují rovnice pro kruhový (1), kubický (2) a kapslový (3) tvar

$$\frac{S}{V} = \frac{4 \cdot \pi \cdot r^2}{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r^3} = \frac{3}{r}, \quad (1)$$

$$\frac{S}{V} = \frac{6 \cdot a^2}{a^3} = \frac{6}{a}, \quad (2)$$

$$\frac{S}{V} = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot (2r + d)}{\pi \cdot r^2 (\frac{4}{3} \cdot r + d)} = \frac{8 \cdot \pi \cdot r^2}{\frac{10 \cdot \pi \cdot r^3}{3}} = \frac{12}{5r}, \quad (3)$$

kde S je plocha povrchu částice (m^2), V je objem částice (m^3), r je poloměr částice (m), a je strana částice (m) a pro kapslový tvar je uvažováno $d=2r$. Poměr plochy povrchu S a objemu V v závislosti na poloměru, resp. na hraně částice vycházející z rovnic (1–3) je také znázorněn na Obrázku 4.



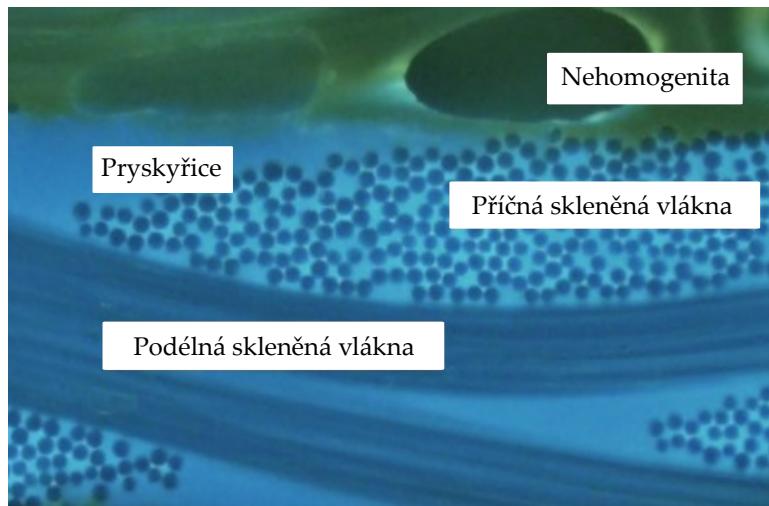
Obrázek 4: Závislos S/V na rozměru a tvaru částice

1.3 DEFINICE PROBLEMATICKÝCH ASPEKTŮ NEHOMOGENNÍCH SYSTÉMŮ

V úvodu definovaný synergický efekt je nespornou výhodou v globálním pohledu na charakteristiku daného vícesložkového systému. Některé parametry však mohou být přidáním jedné nebo více složek do matrice negativně ovlivněny. Definice základních problémů, které jsou mnohdy opomíjeny, jsou uvedeny v následujícím textu. Samozřejmě i v nehomogenních dielektrických systémech probíhají také jednotlivé polarizační mechanismy, které dle svého charakteru více, čí méně přispívají k dielektrickým ztrátám. Polarizačním mechanismům je věnována Kapitola 3.

SILNĚ NEHOMOGENNÍ VNITŘNÍ STRUKTURA

Tento problém se vyskytuje především u makrokompozitních materiálů. U těch sice díky synergismu dochází ke zlepšení vybraných vlastností, ale vlivem odlišných materiálových konstant může docházet ke zvýšenému lokálnímu namáhání [58]. Taktéž se mohou na rozhraní zachytit volné nosiče náboje, které mohou svým účinkem zvyšovat lokální namáhání v místě rozhraní [59]. Tato problematika je diskutována blíže v Kapitole 4. Mikroskopický snímek vnitřní struktury makrostrukturního kompozitu je znázorněn na Obrázku 5.



Obrázek 5: Mikroskopický snímek nehomogenního dielektrika

Dalším problematickým aspektem je oblast mezifáze, tj. oblast mezi plnivem a matricí, resp. matricí a nosnou složkou [60]. Teorie uváděné v [61] shrnují, že vlastnosti mezifáze jsou dány především jejich vzájemnými povrchovými energiemi. U materiálů s nízkou adhezí mezi jednotlivými fázemi dochází velmi snadno k vzájemnému odtržení – delaminaci. Tento jev může být ještě zvýrazněn v případě zvýšeného mechanického či tepelného namáhání materiálu [62]. Delaminace má za následek iniciaci částečných výbojů, které negativně ovlivňují stav dielektrického systému a mohou být doprovodným mechanismem pro další degradační děje. Jednou z možností, jak snížit počet makroskopických rozhraní, je použití plniva ve formě nanočástic namísto slídového papíru, který je i sám ve své podstatě silně nehomogenní.

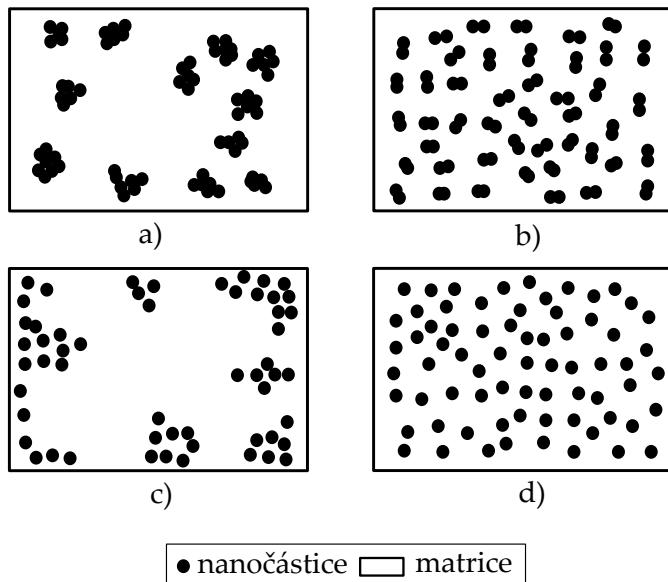
DISPERZE PLNIVA A VLIV INTERAKČNÍ ZÓNY

Tato problematika se týká zejména oblasti nanotechnologií. S přihlédnutím k faktu, že používaná plniva pro elektrotechnické aplikace jsou ve velké míře anorganického původu, je velmi těžké dosáhnout dostatečné disperze za běžných podmínek [63]. Možnosti disperze plniva jsou znázorněny na Obrázku 6.

Pro maximální využití potenciálu nanokompozitních materiálů je nutné zajistit správnou, tedy rovnoměrnou, disperzi nanočástic v matrici (Obrázek 6, d). V případě, že jsou nanočástice v materiálu rozptýleny rovnoměrně, lze dle (4) určit vzdálenost mezi částicemi d_p (m) jako

$$d_p = r \cdot \left\{ \left[\frac{4 \cdot \pi}{3} \cdot \left(1 + \frac{1-F}{F} \cdot \frac{\rho_f}{\rho_m} \right) \right]^{\frac{1}{3}} - 2 \right\}, \quad (4)$$

kde r (m) je poloměr nanočástice, F (-) je hmotnostní podíl nanočástic v matrici a ρ_f a ρ_m (g/m^3) je hustota nanočástic, resp. matrice [63].



Obrázek 6: Možnosti disperze plniva v matrici - a) minimální, b) částečná, c) nerovnoměrná, d) dostatečná [63]

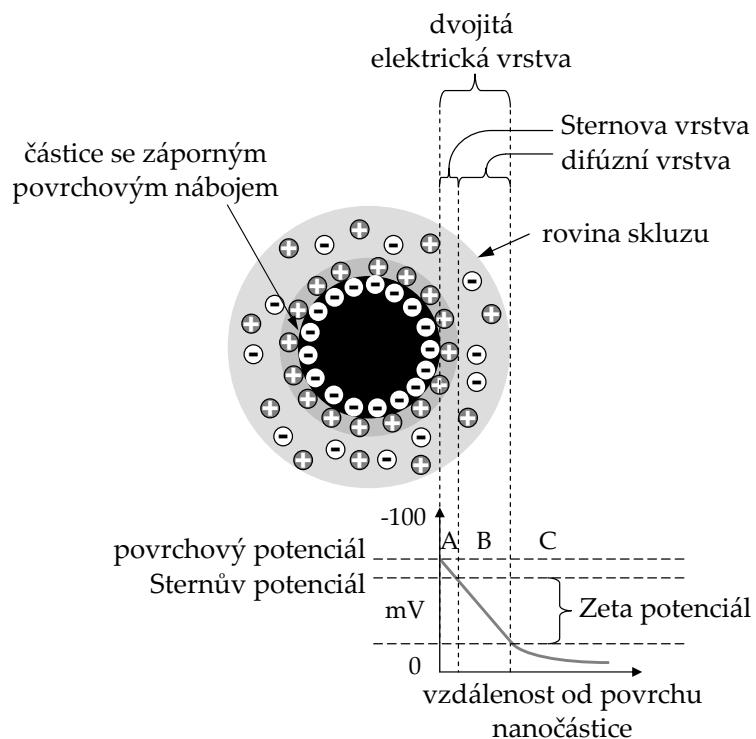
Cestou, jak lze rovnoměrné disperze dosáhnout, je funkcionálizace povrchu nanočastic vazebným činidlem, např. na bázi silanu. Vhodné vazebné činidlo je však nutné zvolit i v závislosti na charakteru matrice kompozitního materiálu. Přehled používaných vazebných činidel na bázi silanu je uveden v Tabulce 2.

Tabulka 2: Nejčastěji využívaná vazebná činidla na bázi silanu [64–66]

Název	Lineární vzorec	Vhodný pro
Trichlorovinylsilan	$\text{H}_2\text{C}=\text{CHSiCl}_3$	Polyester
Triethoxyvinylsilan	$\text{H}_2\text{C}=\text{CHSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	Polyester
γ -Glycidoxypropyltrimethoxysilan	$\text{C}_9\text{H}_{20}\text{O}_5\text{Si}$	Polyester, epoxid
γ -Aminopropyltrimethoxysilan	$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Epoxid
[β -(3,4-Epoxy)cyclohexyl]-ethyl]trimethoxysilan	$\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Si}$	Polyester, epoxid, polykarbonát
γ -Mercaptopropyltrimethoxysilan	$\text{HS}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Kaučuk

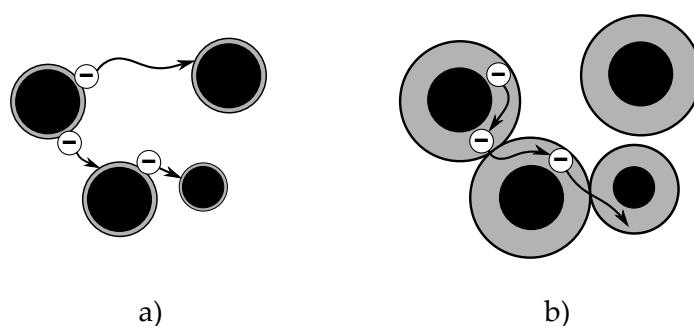
Problematika mezifáze je velmi specifickou oblastí, která může být charakterizována pomocí několika modelů a teorií [7]. Nejznámější je model dvojitě elektrické vrstvy [67] (Obrázek 7) a tzv. "Multi-Core" model [68], které se vzájemně doplňují.

Při nesprávně provedené disperzi plniva může docházet k překrytí interakčních vrstev na jeho povrchu, což může vést k značnému ovlivnění výsledných parametrů kompozitu zvýšenou vodivostí oblastí dvojitě elektrické vrstvy. Povrchově neupravená plniva mají taktéž sklony k absorpci vlhkosti, která také negativně přispívá k ovlivnění dielektrických parametrů.



Obrázek 7: Charakter náboje v blízkosti částice (převzato z: [57])

V tomto případě je předpoklad tří vrstev v okolí částice. První vrstva (A) obsahuje přibližně 5 – 10 molekul H_2O pevně spojených s povrchem částice, přičemž rozměr jedné molekuly je 0,278 nm [69]. Druhá vrstva (B) H_2O může být slabě vázána van der Waallsovými vazbami. Třetí vrstva (C) je tvořena vodou, která je obsažena v polymerním základu. Především první a druhá vrstva přispívá k tvorbě vodivých kanálů pro nosiče náboje (Obrázek 8) [70]. Problematika povrchové úpravy nanočástic vhodným vazebním činidlem je blíže diskutována a analyzována v Kapitole 7.2.



Obrázek 8: Pohyb nosičů náboje v okolí nanočástice - a) bez překrytí, b) s překrytím [70]

2

CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

KOMPOZITNÍ materiály jsou nedílnou součástí značného množství technologických a průmyslových odvětví. Vedle neustálého zlepšování jejich jednotlivých vlastností je hlavní snahou elektrotechnologického vědního oboru, jako celku, návrh vícesložkového materiálu, který je ve své struktuře mikroskopicky homogenní. Cílem tedy je, aby v jeho vnitřní struktuře nedocházelo k významným deformacím intenzity elektrického pole, např. z důvodu akumulovaného náboje nebo vlivem rozdílných permitivit jednotlivých složek kompozitu. Vzhledem k fyzikální podstatě problému, charakteru v současné době používaných technologických postupů výroby, povaze samotných základních materiálů a na ně kladených požadavků, je tato myšlenka v plné míře nerealizovatelná. V souladu se základními problematickými aspektky a v návaznosti na dlouholeté zkušenosti a činnosti vykonané na oddělení Elektrotechnologie, Katedry technologií a měření v souvislosti s diagnostikou a návrhem kompozitních dielektrik jsou v této práci vedeny snahy o částečnou homogenizaci vnitřní struktury. Ta spočívá v eliminaci alespoň jednoho makro-, či mikroskopického rozhraní, při zachování dostatečných elektroizolačních vlastností. V předložené disertační práci jsou uvedeny poznatky související s nahradou silně nehomogenního rozhraní v podobě slídového papíru, dispergovanou nanosložkou (Oxid hořečnatý) v polymerním reaktoplastickém základu s využitím původního souboru diagnostických metod.

S přihlédnutím k výše uvedeným faktům a problematickým oblastem definovaných v Kapitole 1, mohou být cíle disertační práce shrnuty do následujících bodů společně s metodickým postupem vedoucím k jejich splnění.

1. Definice problematických aspektů nehomogenních dielektrických systémů s ohledem na charakter prostorového vymezení jednotlivých složek.
 - Zpracování literární rešerše s ohledem na historický vývoj v oblasti kompozitních materiálů se zaměřením na materiály pro elektrické točivé stroje.
 - Vymezení nejzásadnějších aktuálních problematických aspektů z oblasti kompozitních materiálů.
2. Studium chování dielektrických systémů dle základních makroskopických a mikroskopických pohledů v interakci s vnějším elektrickým polem.

- Charakteristika polarizačních mechanismů probíhajících ve vnitřní struktuře.
 - Studium možností injektování, pohybu a zachycení nosičů náboje ve vnitřní struktuře.
3. Sledování úrovně deformací vnitřní intenzity elektrického pole vícesložkových dielektrických systémů za přítomnosti akumulovaného náboje a technologických nedokonalostí reprezentovaných defekty obsahujícími vzduch.
- Sestavení zjednodušených modelů pro počítačové modelování.
 - Ilustrace vlivu akumulovaného náboje, nehomogenit a jejich kombinace na deformaci vnitřní intenzity elektrického pole.
4. Stanovení souboru metod vhodných pro popis chování nehomogenních dielektrických systémů v interakci s elektrickým polem a hledání nových možností z různých oblastí elektrotechnické diagnostiky pro jejich vzájemné propojení.
- Stanovení diagnostického systému pro charakteristiku jednotlivých složek kompozitu.
 - Definice postupů pro ověření základních dielektrických vlastností v návaznosti na normy ČSN.
 - Návrh unikátního diagnostického systému pro ověření vyšší úrovně homogenity.
5. Návrh a konstrukce diagnostické jednotky pro sledování změn akumulovaného náboje v dielektrických systémech.
- Návrh parametrů klíčových prvků diagnostické jednotky.
 - Vlastní výroba a kompletace jednotlivých částí diagnostické jednotky.
 - Realizace ověřovacích měření.
6. Zvýšení úrovně disperze plniva v polymerním základu a vlastní modifikace povrchu vybrané nanosložky.
- Volba vhodného vazebného činidla na základě použité matrice a plniva.
 - Rozbor procesu funkcionalizace povrchu z hlediska probíhajících chemických reakcí.
7. Unikátní fenomenologická analýza vlivu disperze plniva na projevy dielektrické odezvy napětí a proudů.
- Návrh unikátního souboru diagnostických metod na základě získaných znalostí a fyzikálních předpokladů.
 - Ověření vlivu povrchové úpravy nanoplniva pomocí standardní hodnoticí techniky.
 - Srovnání získaných experimentálních výsledků s teoretickými předpoklady.
8. Návrh modifikace vnitřní struktury kompozitního materiálu s vyšší úrovní homogenity.

- Výběr vhodných složek kompozitního materiálu.
 - Stanovení optimálního stupně plnění polymerního základu.
 - Experimentální měření v návaznosti na cíl práce č. 4.
 - Precizace procesu výroby finálního kompozitu.
9. Verifikace dosažení vyšší úrovně homogeneity navrženého materiálu stanoveným souborem metod.
- Experimentální měření v návaznosti na cíl práce č. 4.
 - Matematické zpracování a analýza získaných experimentálních dat.
 - Porovnání získaných výsledků vybraných materiálů s navrženým nanostrukturním mikrokompozitem.

3

DIELEKTRIKUM VE VNĚJŠÍM ELEKTRICKÉM POLI

INTERAGUJE-LI dielektrikum s vnějším elektrickým polem, dochází v tomto materiálu k polarizačním dějům. Tyto polarizační jevy jsou úměrně spjaty s poměrným posunutím pozitivních a negativních částic, orientací stávajících dipólů, popřípadě se zachycením volných nosičů náboje na rozhraních nebo porušených vazbách při působení vnějšího elektrického pole [71, 72]. V následujících podkapitolách budou stručně popsány základní pohledy na polarizaci dielektrik a jednotlivé polarizační mechanismy.

3.1 NOSIČE ELEKTRICKÉHO NÁBOJE

Nejdůležitějšími nosiči elektrického náboje z hlediska polarizace jsou protony a elektrony. Jedná se o základní částice, které jsou obsaženy ve všech atomech. Jsou to elementární náboje q (C) stejné velikosti ($1,602 \cdot 10^{-19}$ C), opačné polarity a různé hmotnosti [71]. Ve všech neutrálních atomech je počet elektronů roven počtu protonů. Elektrony se nacházejí v elektronovém obalu a protony v elektronovém jádře společně s neutrony. Záporné nebo kladné ionty vznikají tak, že neutrální částice buďto přijme nebo odevzdá elektron. V prvním případě (vznik záporného iontu – aniontu) je tento jev nazýván jako elektronová afinita E_a (eV) a je doprovázen uvolněním příslušné energie [73, 74]. V případě, že dojde k odtržení elektronu, stane se částice kladným iontem – kationtem. K odtržení elektronu je nutno dodat příslušné množství ionizační energie I_e (eV) [73, 74].

3.2 POLARIZACE DIELEKTRICKÝCH MATERIÁLŮ

Při hodnocení polarizačních jevů, tedy jevů vznikajících v dielektrických materiálech při jejich interakci s elektrickým polem, se lze na tuto problematiku dívat ze dvou hledisek. Prvním úhlem pohledu je makroskopické hledisko, při kterém jsou zkoumány vnější projevy polarizace. Mikroskopickým hlediskem jsou naopak sledována pružná posunutí vázaných nábojů a natáčení permanentních dipólových momentů [72, 75].

MAKROSKOPICKÉ HLEDISKO

Výsledkem polarizačního procesu je vázaný náboj na povrchu dielektrického materiálu. Dielektrikum jako celek získá dipólový moment. Pro hodnocení polarizace je možno využít vektor polarizace \mathbf{P} (C/m^2). Ten je definován jako objemová hustota dipólového momentu nejčastěji pro homogenní materiály nebo alespoň pro homogenní oblast makroskopických rozměrů [72, 76]. Pro vyjádření vztahu mezi vektorem polarizace a intenzitou elektrického pole \mathbf{E} (V/m) lze vycházet ze vztahu (5)

$$\mathbf{P} = \kappa \cdot \epsilon_0 \cdot \mathbf{E}, \quad (5)$$

kde κ (-) je dielektrická susceptibilita (koeficient polarizace) a ϵ_0 (F/m^2) je permittivita vakua [72, 75]. Jednou z nejdůležitějších veličin při použití tohoto přístupu je relativní permitivita ϵ_r (-). Ta udává schopnost dielektrického materiálu se polarizovat a v návaznosti na vztah (5) lze vyjádřit jako (6)

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon_0 \cdot \mathbf{E} + \kappa \cdot \epsilon_0 \cdot \mathbf{E}}{\epsilon_0 \cdot \mathbf{E}} = 1 + \kappa. \quad (6)$$

Vznik vázaného náboje lze zjednodušeně demonstrovat na deskovém kondenzátoru. V prvním případě je mezi jeho deskami (elektrodami) vakuum. Při připojení stejnosměrného napětí U (V) dojde k přitečení volného náboje na elektrody. Velikost volného náboje je dána velikostí přiloženého napětí a také kapacitou kondenzátoru C (F) [72, 75].

Odpojením zdroje stejnosměrného napětí a nahrazením vakua dielektrikem s relativní permitivitou ϵ_r , dojde k jeho polarizaci vlivem elektrického pole v kondenzátoru. V tomto případě dojde ke vzniku vázaného náboje, který je situován v blízkosti elektrod. Tento náboj na sebe částečně váže volný náboj, což má za následek pokles napětí na elektrodách, z čehož plyne i pokles intenzity elektrického pole mezi deskami kondenzátoru oproti předchozímu případu [72]. V případě, že je dielektrikum vsunuto mezi elektrody bez odpojení stejnosměrného zdroje napětí, dojde taktéž ke vzniku vázaného náboje v blízkosti elektrod. Tentokrát však nedochází k poklesu napětí ani intenzity elektrického pole, jelikož kondenzátor je stále připojen ke zdroji napětí, který vyrovnává rozdíl způsobený vázaným nábojem na povrchu vsunutého dielektrika [72, 75].

MIKROSKOPICKÉ HLEDISKO

V tomto případě je pozornost zaměřena na jevy vznikající uvnitř dielektrika. Jedná se o vznik indukovaných dipólových momentů a o orientaci stávajících permanentních dipólových momentů. Základní charakterizující veličina je polarizovatelnost α_p (F/m^2) [72, 75]. Indukované dipólové momenty μ_i ($C\cdot m$) vznikají vychýlením splývajících těžišť nosičů kladného a záporného elektrického náboje do nových rovnovážných poloh. Indukovaný dipólový moment lze popsat vztahem (7)

$$\mu_i = \alpha_p \cdot \mathbf{E}_L = q \cdot \mathbf{d}_0, \quad (7)$$

kde \mathbf{E}_L (V/m) intenzita vnitřního lokálního pole (Lorenzova pole), která je složená ze středního vnějšího makroskopického pole a vektorového součtu

elektrických polí všech částic, q (C) je velikost náboje a \mathbf{d}_0 (m) je orientovaná vzdálenost posunutí nábojů. Po vyjmutí z vnějšího elektrického pole tyto dipólové momenty zanikají a nosiče elektrického náboje zaujmou původní rovnovážné polohy [72, 75]. Permanentní dipólové momenty jsou obsaženy v dielektriku vlivem chemických vazeb. Tyto dipólové momenty se při interakci s elektrickým polem orientují v jeho směru působení a jejich přítomnost zvyšuje lokální elektrické pole v dielektriku [72, 75]. Vektor polarizace při uvažování mikroskopického pohledu lze definovat jako (8)

$$\mathbf{P} = \mu_i \cdot n = n \cdot \alpha_p \cdot \mathbf{E}_L, \quad (8)$$

kde n (m^{-3}) je množství indukovaných dipólových momentů [72, 75].

3.3 DĚLENÍ POLARIZAČNÍCH MECHANISMŮ

Vzhledem k tomu, že polarizačních jevů vznikajících v dielektrickém materiálu je celá řada, je nutno tyto polarizace odlišovat.

■ Polarizace vznikající bez působení vnějšího pole:

- spontánní polarizace,
- piezoelektrická polarizace,
- pyroelektrická polarizace.

■ Polarizace vznikající vlivem působení vnějšího pole:

- silně vázané nosiče náboje:
 - elektronová polarizace,
 - iontová polarizace,
 - polarizace pružně vázaných dipólových momentů,
- slabě vázané nosiče náboje:
 - iontová relaxační polarizace,
 - dipólová relaxační polarizace,
- volné nosiče náboje
 - migrační polarizace,
 - polarizace prostorovým nábojem. [71, 72, 75]

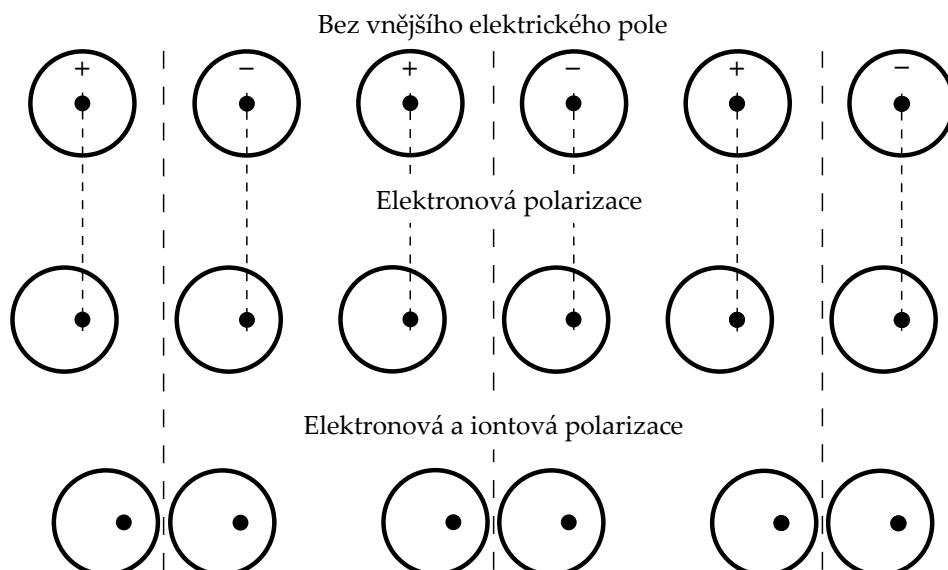
Jak je výše uvedeno, u některých materiálů může docházet k polarizaci i bez působení vnějšího elektrického pole. Schopnost se takto polarizovat je dána strukturou dané látky, popřípadě i jejím vhodným zpracováním [72, 77]. V následující části kapitoly budou stručně popsány principy polarizací vznikajících interakcí dielektrického materiálu s elektrickým polem, na kterých se podílejí vázané nosiče náboje.

ELEKTRONOVÁ POLARIZACE

Tento druh polarizace se vyskytuje ve všech látkách všech materiálů [72]. Tato polarizace je v literatuře uváděna také jako optická polarizace [71]. Přiložením vnějšího elektrického pole dochází k posunutí těžiště záporného nosiče náboje a atom získá indukovaný dipólový moment [71]. Nejvýrazněji se posunou těžiště valenčních elektronů [71]. Výsledná polarizace je přímo úměrná relativní permitivitě [77]. Tato polarizace je při běžných kmitočtech frekvenčně nezávislá, mohou však nastat případy, kdy dojde ke změnám v závislosti na frekvenci [77]. Tato polarizace je bezeztrátová a její doba ustálení se pohybuje v rozmezí 10^{-13} až 10^{-16} s [72]. Grafické znázornění posunutí těžiště elektronového obalu vlivem vnějšího elektrického pole je na Obrázku 9.

IONTOVÁ POLARIZACE

Iontová polarizace se vyskytuje převážně u iontových krystalů [71,72,77]. Vlivem struktury daných látek se v jejím objemu vyskytují již permanentní dipólové momenty [71, 72]. Tyto dipólové momenty však nepřispívají k polarizaci bez působení vnějšího elektrického pole [71]. Při vložení dielektrika do vnějšího elektrického pole dochází k pružnému posunutí iontů, což vede ke změnám jednotlivých dipólů a ke kmitům krystalové mřížky [71, 72]. Tato polarizace je bezeztrátová, frekvenčně nezávislá a její doba ustálení se pohybuje v rozsahu 10^{-12} až 10^{-13} s [72]. Rozdíl doby ustálení oproti elektronové polarizaci je dán hmotností iontů, které jsou přibližně 10^3 krát těžší než elektrony [71]. Princip iontové polarizace s posunutým elektronovým obalem vlivem elektronové polarizace je znázorněn na Obrázku 9.



Obrázek 9: Příklad lineárního řetězce atomů a znázornění elektronové a iontové polarizace [71]

POLARIZACE PRUŽNĚ VÁZANÝCH DIPÓLOVÝCH MOMENTŮ

Tento druh polarizace se vyskytuje v pevných látkách obsahujících molekuly vázané pružnými vazbami. Princip mechanismu je téměř totožný s iontovou polarizací [72].

IONTOVÁ RELAXAČNÍ POLARIZACE

Tento jev se vyskytuje u látek obsahující ionty, které jsou spojeny netěsnými vazbami s okolními částicemi látky. Nosiče elektrického náboje se pohybují svým tepelným pohybem mezi dvěma energeticky rovnocennými polohami. Tento princip je popsán matematicky pomocí dvojité potenciálové jámy [72]. V případě, že na dielektrikum nepůsobí elektrické pole, je rozložení nosičů náboje v objemu dielektrika rovnoměrné, všechny přechody jsou stejně pravděpodobné a dielektrikum nevykazuje z makroskopického hlediska známky polarizace [72]. Pravděpodobnost přechodu je dána Boltzmannovým rozdělením [71, 72]. Vlivem vnějšího elektrického pole však dojde ke změnám energetických úrovní a některé polohy jsou pro přechod energeticky výhodnější a tím je i vyšší pravděpodobnost jejich obsazení nosičem elektrického náboje [71, 72]. Tento polarizační jev je časově proměnný, k ustálené hodnotě se blíží asymptoticky a je charakterizován relaxační dobou τ (s) [71, 72].

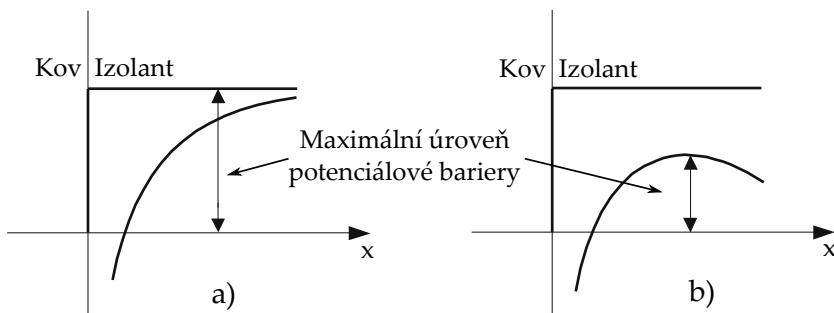
DIPÓLOVÁ RELAXAČNÍ POLARIZACE

Tento polarizační jev se vyskytuje v dipolárních látkách [71]. To jsou látky, ve kterých jsou obsaženy permanentní dipólové momenty a nastávají v nich společně s dipólovou relaxační polarizací i elektronové a iontové polarizace [71]. Nejčastěji se jedná o plyny a kapaliny, v některých případech i o pevné látky [71]. V přítomnosti elektrického pole budou permanentní dipoly orientovány stejným směrem jako působící elektrické pole a většina z nich zaujme energeticky výhodnější polohy [71, 72]. Vznikající tepelný pohyb však působí proti změně směru jejich natáčení [71, 77]. Tato polarizace je tepelně závislá [71, 72, 77]. Dipólová relaxační polarizace bývá velmi často nazývána jako orientační, popřípadě Debeyova polarizace [71, 72, 77]. I tento případ lze popsát principem dvojité potenciálové jámy, jen jsou zde místo dvou možných poloh nosiče uvažovány dvě možné orientace dipólového momentu [72].

MIGRAČNÍ POLARIZACE

V předchozím textu byly stručně popsány polarizace vznikající v důsledku vázaného náboje. Vzhledem k zaměření práce je pozornost věnována především migračním polarizacím a polarizacím prostorovým nábojem. Na těchto polarizačních mechanismech se podílejí jak volné, tak i vázané nosiče elektrického náboje. Tento druh polarizace se nejčastěji vyskytuje v amorfních nebo polykristalických látkách, popř. v materiálech obsahujících elektronové pasti [71, 72]. U krystalických látek jejich rozrušení k zachycení nosičů náboje tolík nepřispívá.

Prostorový náboj je spojen se ztrátou energie a jeho vliv s rostoucí frekvencí klesá [72, 78, 79]. Nosiče elektrického náboje (elektrony, díry, ionty) mohou být vstřikovány několika způsoby. Nejčastějším způsobem je vstřikování elektronů z katody nebo jejich extrakce na anodě (vstřikování děr). Ke vstřikování dochází nejčastěji vlivem Schottkyho nebo tepelné emise, při níž dochází k překonání potenciálové bariéry na rozhraní elektrod a materiálu vlivem přítomnosti elektrického pole (Obrázek 10) [77, 80, 81]. Dalším způsobem je vstřikování nosičů elektrického náboje přímým tunelováním [82] nebo Fowler-Nordheimovým tunelováním [83]. Rozložení vstřikovaného náboje nezávisí pouze na polaritě elektrody, ale i na materiálu elektrod, času působení nebo na samotné vnitřní struktuře dielektrického materiálu [71, 72, 78, 79]. V tomto případě lze uvažovat například ohmickou vodivost, či omezenou vodivost prostorovým nábojem (SCLC) [83, 84].



Obrázek 10: Změny potenciálové bariéry v důsledku připojení vnějšího elektrického pole - a) bez přivedeného napětí, b) s přivedeným napětím [77]

4

DŮSLEDKY MIGRACE NOSIČŮ NÁBOJE DIELEKTRIKEM

V předchozí části práce byly stručně popsány polarizační mechanismy. Vzhledem k faktu, že polymerní základy využívané v elektroizolační technice jsou z velké míry amorfní, a tudíž mohou ve své struktuře obsahovat volné nosiče náboje, je pozornost věnována především dějům jež jsou právě s pohybem volných nosičů spjaty.

4.1 CHARAKTERISTIKA CHOVÁNÍ VOLNÝCH NOSIČŮ NÁBOJE

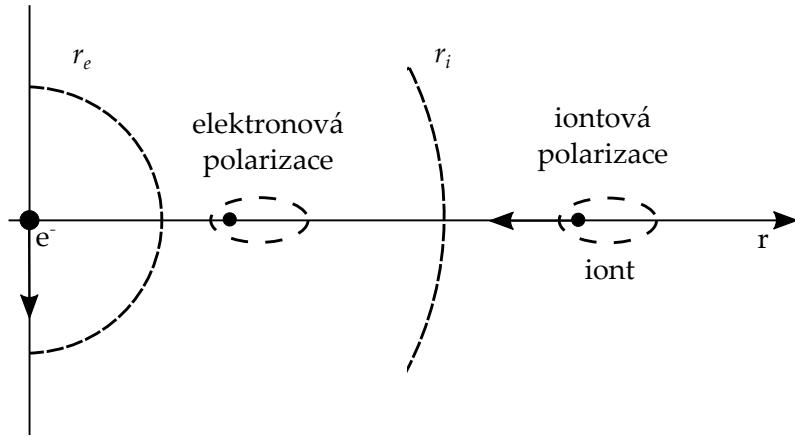
Rozložení náboje může být formováno tokem volného náboje nebo rozložením zachyceného (dříve volného) náboje. Dle [85] je vliv volných nosičů náboje na nabíjení dielektrika znatelně menší než vliv zachyceného (dříve volného) náboje ve struktuře látky. Pohyb nosiče náboje v pevném dielektriku se řídí soustavou základních rovnic (9–11), které popisují chování nosičů náboje v prostoru a čase

$$\nabla \mathbf{J} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0, \quad (9)$$

$$\mathbf{J} = \mu \cdot \rho \cdot \mathbf{E}, \quad (10)$$

$$\nabla \mathbf{E} = \frac{\rho}{\epsilon_0}, \quad (11)$$

kde \mathbf{J} (A/m^2) je proudová hustota, ρ (C/m^3) je hustota prostorového náboje, t (s) je čas, μ ($\text{m}^2/(\text{V} \cdot \text{s})$) je pohyblivost nosičů náboje, \mathbf{E} (V/m) je intenzita elektrického pole a ϵ_0 (F/m) je permitivita vakua [79, 86]. Elektron procházející pevnou látkou způsobí v okolí kladných nábojů jejich přiblížení a naopak u záporných jejich oddalení [87]. To má za následek narušení krystalové mřížky a vznik polarizované oblasti, která se pohybuje společně s elektronem. Posuv elektronu materiélem způsobí, že dříve zpolarizovaná oblast se vrátí do původního stavu [87]. V případě, že se nosič náboje pohybuje v polarizovatelném materiu, je polarizovatelnost jednotlivých atomů závislá na jejich vzdálenosti od náboje (Obrázek 11) [88]. V blízkosti náboje ($r < r_e$, kde r (m) je vzdálenost od náboje a r_e (m) je hranice mezi polarizovanou a nepolarizovanou oblastí) téměř k polarizaci nedochází. Když $r > r_e \wedge r < r_i$, dochází ke vniku elektronové polarizace (r_i je hranice mezi oblastí elektronové a iontové polarizace) [80, 83, 84]. Iontová polarizace vzniká, když $r > r_i$ [85, 87, 88].



Obrázek 11: Polarizace kolem pohyblivého nosiče náboje [85]

ELEKTROSTATICKÝ PŘÍSTUP NAVÁZÁNÍ ELEKTRONU

Při interakci elektronu se zpolarizovaným materiálem může dojít k jeho zachycení. Lze uvažovat polarizovanou oblast – polaron [85] – s poloměrem r_p (m), ve které existuje vázaný nosič náboje q (C). Vazebná energie W (eV) polaronu je dána vztahem (12)

$$W = -\frac{1}{4\pi} \cdot \left(\frac{1}{\epsilon_\infty} - \frac{1}{\epsilon_s}\right) \cdot \frac{q^2}{r_p}, \quad (12)$$

kde ϵ_∞ (-) je optická relativní permitivita ϵ_s (-) je statická relativní permitivita daného materiálu [85, 87]. Ze vztahu (12) vyplývá, že čím menší je rozměr polaronu, tím větší je jeho vazebná energie ve struktuře materiálu [85, 87].

KVANTOVĚ MECHANICKÝ PŘÍSTUP NAVÁZÁNÍ ELEKTRONU

Při uvažování kvantově mechanického přístupu lze zmínit např. navázání elektronu s polem elektronové polarizace. V případě, že je rychlosť elektronu taková, že doba přechodu elektronu krystalovou mřížkou je větší než doba ustálení elektronové polarizace vyvolané tímto elektronem, lze říci, že elektronová polarizace téměř dokonale kopíruje pohyb tohoto elektronu [85]. Dalším způsobem je zachycení elektronu v interakci s fononem (množstvím vibrační energie v krystalové mřížce [89]).

ENERGIE SPOJENÁ SE ZACHYCENÍM POHYBLIVÉHO ELEKTRONU

Náboj, který je injektován do dielektrického materiálu, získá kinetickou energii U_e (eV) díky vnějšímu elektrickému poli, které na materiál působí. Interakce s fononem má za následek zachycení a tvorbu prostorového náboje z důvodu ztráty energie [78, 85, 87]. Vzhledem k výše uvedenému přístupu mohou být elektrony polarizovány pouze v oblasti s poloměrem r (m), který je dán podmínkou (13)

$$r > r_e \quad (13)$$

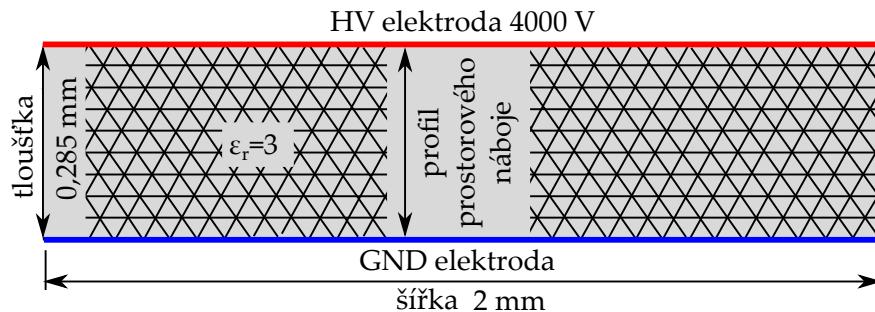
kde r_e (m) je hranice mezi polarizovanou a nepolarizovanou oblastí. V případě, že kinetická energie U_e je velmi vysoká, hranice polarizované oblasti $r_e \rightarrow \infty$, z čehož vyplývá, že nedochází k polarizaci a elektrony se pohybují jako ve vakuu. Pokud je ale kinetická energie velmi malá, stává se elektron těžší částicí a pohybuje se v kompletně polarizovaném médiu [78,85]. Celková energie U_t (eV) potřebná k zachycení náboje se skládá ze tří částí, elektromagnetické energie U_{emg} (E_x, P) (eV), elektromechanické energie $U_{emch}(r)$ (eV) a vazebné energie W (eV), a lze ji vyjádřit jako (14)

$$U_t = \int_0^\infty \delta U_{emg} 4\pi r^2 dr + \int_0^\infty \delta U_{emch} 4\pi r^2 dr + W, \quad (14)$$

kde δU_{emg} je elektromagnetická hustota zachyceného náboje a δU_{emch} elektromechanická hustota zachyceného náboje [78,85].

4.2 PROSTOROVÝ NÁBOJ V MAKROSKOPICKY HOMOGENNÍM DIELEKTRIKU

Prostorový náboj se v homogenních dielektrických systémech může vyskytovat v několika formách. Pro tuto studii byl sestaven zjednodušený model v programu COMSOL Multiphysics, který je ve své nejzákladnější podobě znázorněn na Obrázku 12.



Obrázek 12: Fragment modelu základního homogenního vzorku s vygenerovanou trojúhelníkovou sítí

Nejčastěji vyskytující se charakterysty prostorového náboje jsou popsány v následujícím textu společně s ilustrací jejich vlivu na vybrané parametry ve srovnání s dielektrikem bez prostorového náboje. Hodnoty profilů prostorového náboje jsou použity dle studií [90–93] a jsou znázorněny na Obrázku 13.

KLADNÝ PROSTOROVÝ NÁBOJ

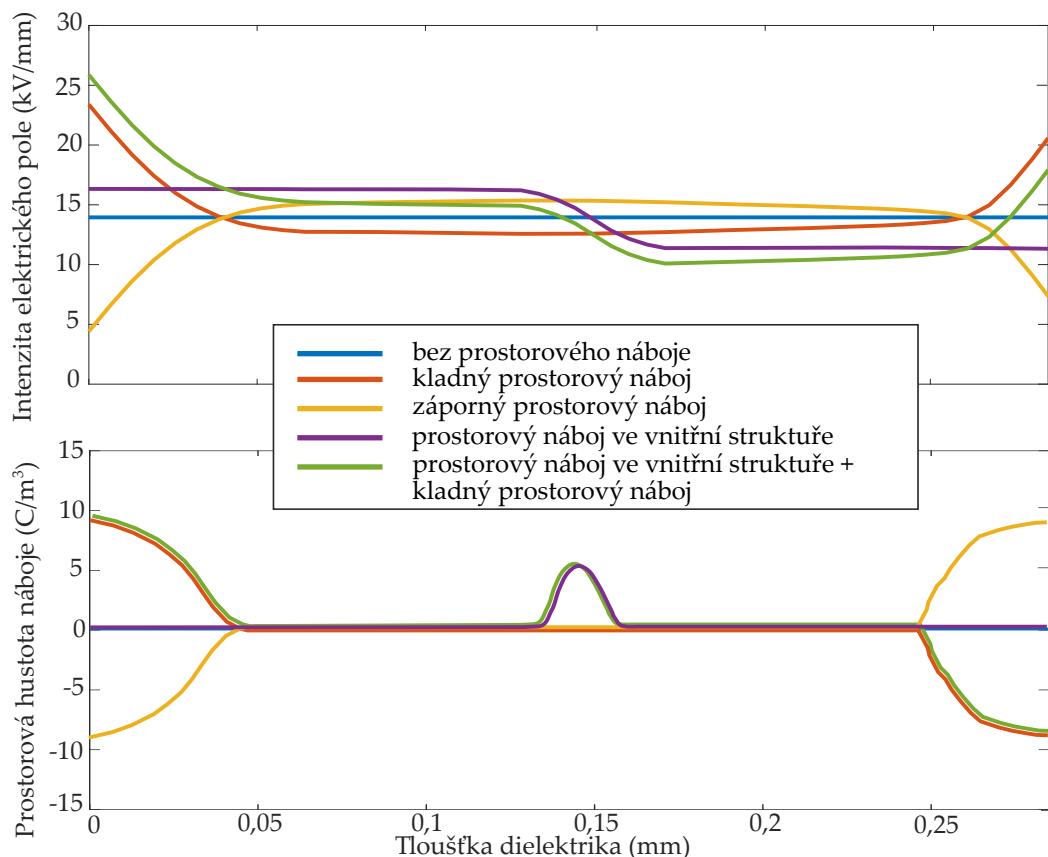
Prostorový náboj má několik příčin vzniku. Velmi často je v dielektrických systémech přítomen kladný prostorový náboj v oblasti elektrod, tzv. heteronáboj. Heteronáboj je způsoben vyšší pohyblivostí elektronů v porovnání s nižší schopností katody tyto elektrony emitovat. V tomto případě dochází k našromázdění kladných nosičů náboje v oblasti blízko katody [72,85]. Tento druh prostorového náboje se nejčastěji vyskytuje v materiálech jako je polyetylen (PE), polyetylen tereftalát (PET), polyetylen naftalát (PEN) [72].

ZÁPORNÝ PROSTOROVÝ NÁBOJ

V porovnání s předchozím případem je vstřikování elektronů z katody značně rychlejší. To má za následek přebytek nosičů elektrického náboje v objemu dielektrika a jejich shromažďování v oblasti elektrody se stejnou polaritou (tzv. homo-náboj) [72, 85]. K akumulaci záporného prostorového náboje dochází nejčastěji např. v zesíťovaném polyetylenu (XLPE) [72].

PROSTOROVÝ NÁBOJ VE VNITŘNÍ STRUKTUŘE

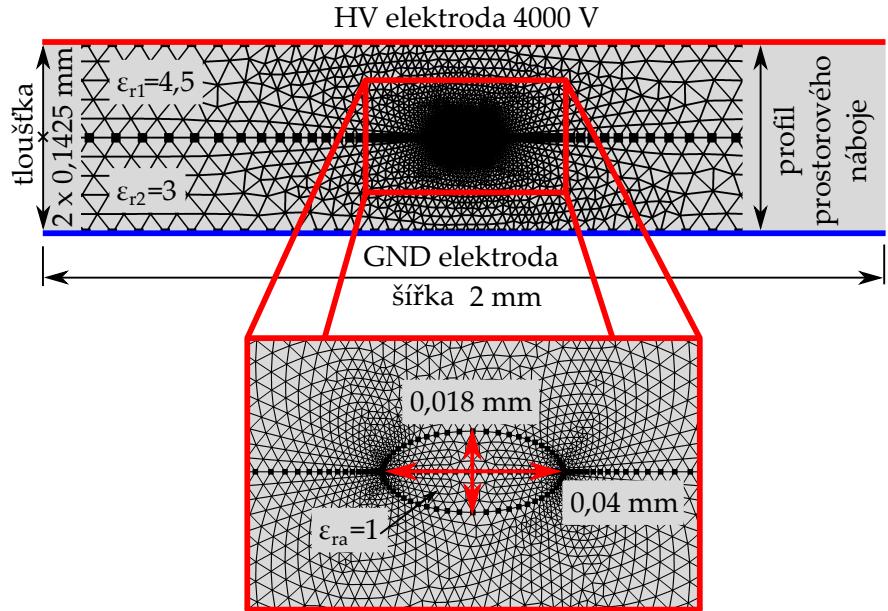
V některých případech může docházet k akumulaci náboje nejen v blízkosti elektrod, ale také v objemu dielektrického materiálu. K tomuto jevu může docházet například vlivem zachycení elektronů na defektech krystalové mřížky nebo v elektronových pastích, v amorfních nebo polykrystalických látkách [71, 72]. Jednotlivé druhy prostorového náboje a jejich vliv na deformaci intenzity elektrického pole E jsou znázorněny na Obrázku 13.



Obrázek 13: Deformace intenzity elektrického pole v závislosti na druhu prostorového náboje

4.3 PROSTOROVÝ NÁBOJ V NEHOMOGENNÍM DIELEKTRIKU

Rozložení intenzity elektrického pole v nehomogenním dielektriku je v ideálním případě závislé na permitivitách jednotlivých složek. Parametry použité pro zjednodušené modelování jsou znázorněny na Obrázku 14.



Obrázek 14: Fragment modelu základního nehomogenního vzorku s vygenerovanou trojúhelníkovou sítí

Chování kompozitního dielektrika lze například popsat pomocí Maxwell-Wagnerova planárního modelu [94], či dalších, obecně méně známých, modelů [95–97]. Rozložení intenzity elektrického pole pro dvouvrstvé dielektrikum je dáné dle [98] rovnicemi (15) a (16):

$$\mathbf{E}_1 = \frac{U_{DC} \cdot \epsilon_{r2}}{d_1 \cdot \epsilon_{r2} + d_2 \cdot \epsilon_{r1}}, \quad (15)$$

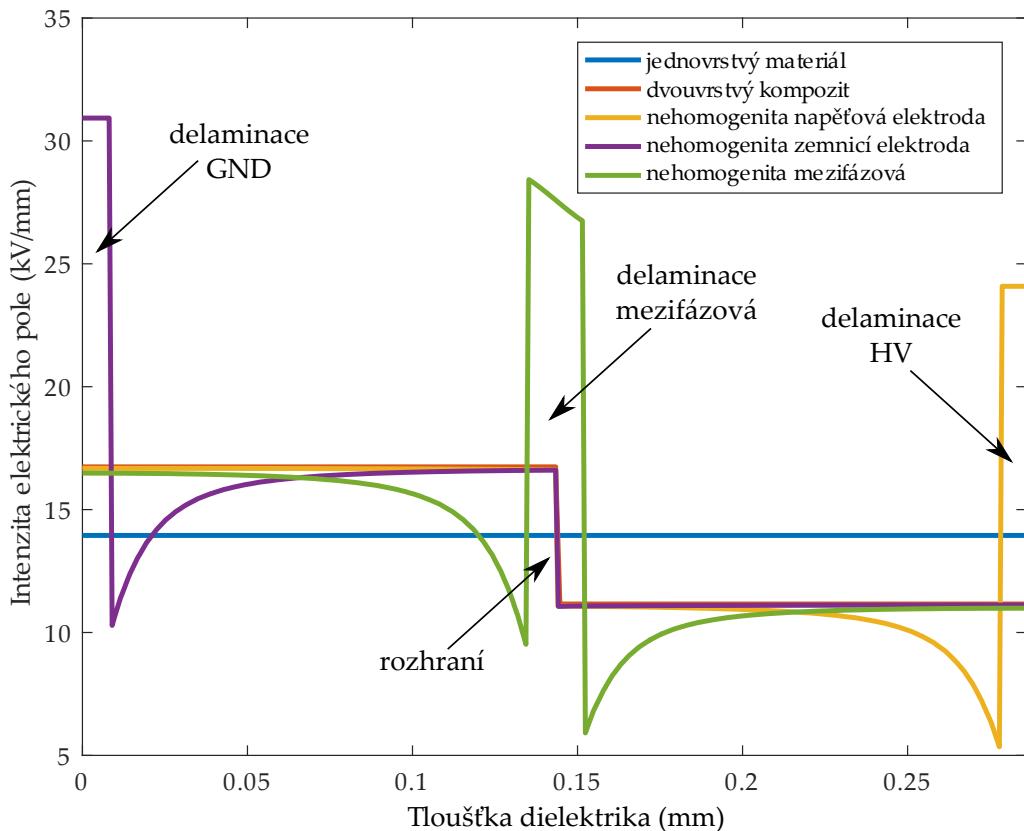
$$\mathbf{E}_2 = \frac{U_{DC} \cdot \epsilon_{r1}}{d_1 \cdot \epsilon_{r2} + d_2 \cdot \epsilon_{r1}}, \quad (16)$$

kde d_1, d_2 (m) jsou tloušťky jednotlivých vrstev, $\epsilon_{r1}, \epsilon_{r2}$ (-) jsou permitivity jednotlivých složek a U_{DC} (V) je hodnota přiloženého napětí a kdy je uvažován stav s nulovou hustotou prostorového náboje.

NEHOMOGENNÍ DIELEKTRIKUM BEZ PROSTOROVÉHO NÁBOJE

V návaznosti na předchozí text je vhodné znázornit vliv nehomogenity ve vnitřní struktuře na rozložení elektrického pole. Pro toto porovnání je uvažováno několik druhů defektů (Obrázek 15). Jedná se o delaminaci v oblasti elektrod nebo mezi jednotlivými fázemi materiálu ($\epsilon_{ra} = 1$). V těchto případech je

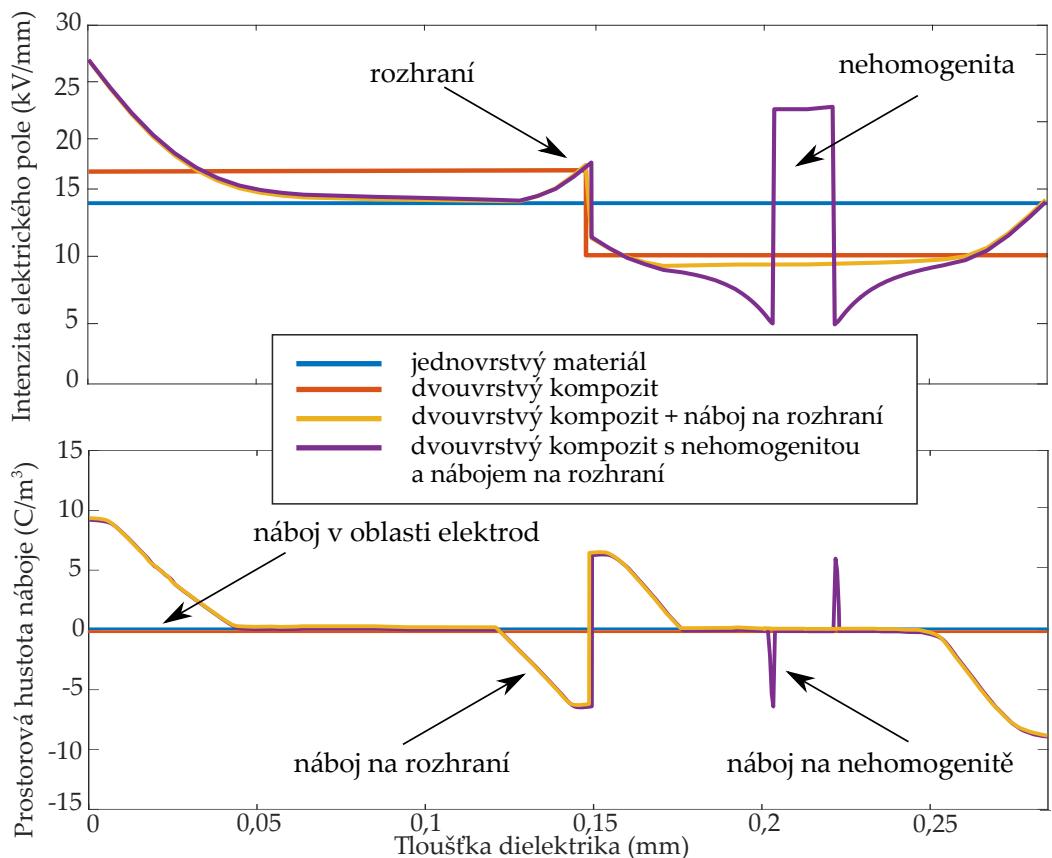
opět uvažován stav bez akumulovaného prostorového náboje ($\rho = 0 \text{ C/m}^3$). V případě nehomogenit v oblasti elektrod je rozměr v porovnání s tímto případem v ose y poloviční.



Obrázek 15: Deformace intenzity elektrického pole v závislosti na druhu nehomogenity

NEHOMOGENNÍ DIELEKTRIKUM S PROSTOROVÝM NÁBOJEM

Prostorový náboj na rozhraní (nehomogenitách) je v literatuře uváděn také pod názvem mezivrstvová polarizace [99]. Prostorový náboj v tomto případě vzniká v důsledku zachycení pohyblivých nosičů náboje na rozhraní dvou materiálů – nehomogenitách – s různou permitivitou a vodivostí [71, 72, 87], je spojen se ztrátou energie a jeho vliv s rostoucí frekvencí klesá [72, 78]. Při nízkých hodnotách prostorového náboje převažuje dominance rozložení intenzity elektrického pole vlivem permitivit jednotlivých materiálů. Graficky je rozložení intenzity elektrického pole porovnáno na Obrázku 16. Z uvedených výsledků je jasné patrné, že vlivem výše uvedených aspektů dochází k výraznému nerovnoměrnému namáhání dielektrika, které může vést až k jeho nevratnému poškození, např. elektro-teplelným průrazem. Z tohoto důvodu je nutno vždy zajistit co největší homogenitu celého systému, včetně dokonalého technologického postupu výroby.

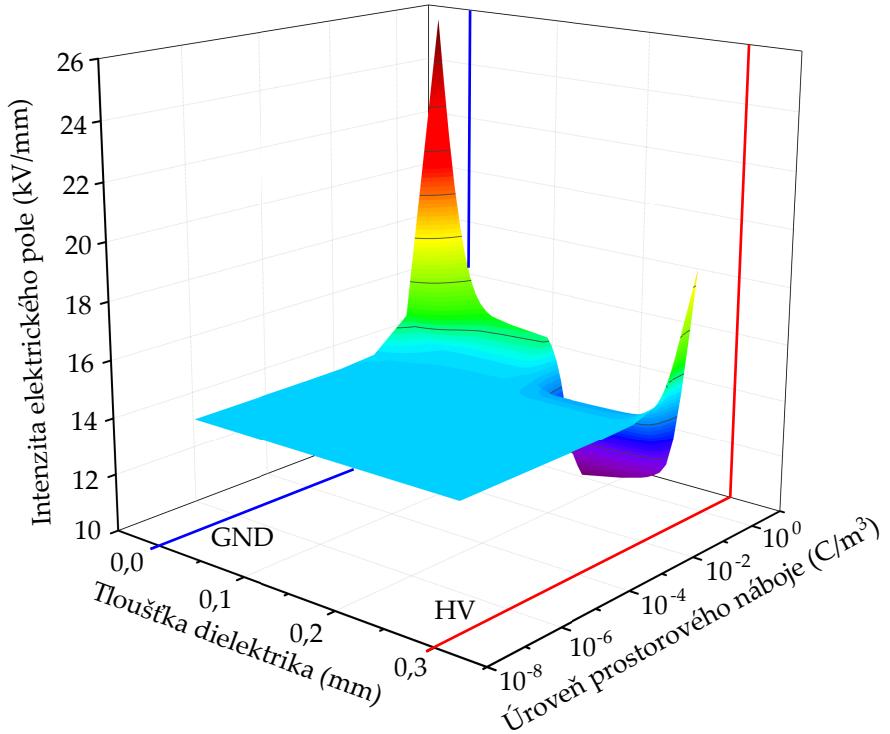


Obrázek 16: Deformace intenzity elektrického pole v závislosti na tloušťce dielektrika

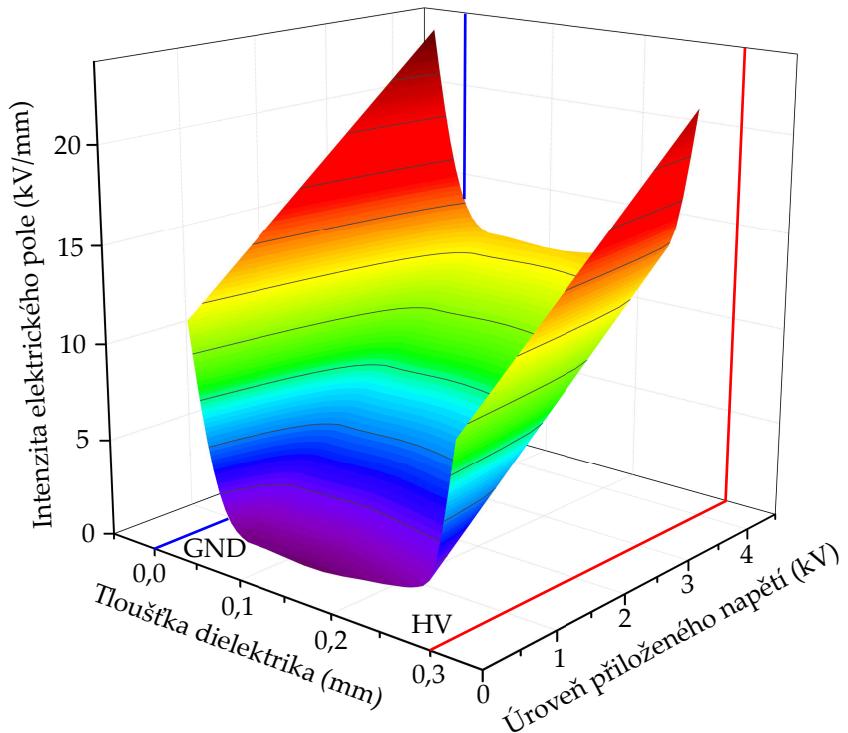
4.4 ANALÝZA VLIVU VELIKOSTI NÁBOJE A PŘILOŽENÉHO NAPĚtí

Vliv na lokální změny intenzity elektrického pole má mnoho faktorů. Vedle již uvedených druhů prostorového náboje a defektů, se jedná především o jejich velikost nebo také úroveň přiloženého napětí. Z uvedených zjednodušených modelových příkladů je zřejmé, že čím větší je hodnota prostorového náboje zachyceného v dielektrickém materiálu, tím větší je rozdíl lokálního namáhání dielektrika. V grafickém znázornění na Obrázku 17 jsou napěťově špičky u prostorového náboje nižšího řádu skryty z důvodu logaritmického měřítka grafu. Z Obrázku 18 je patrné, že vlivem změny napěťové hladiny dochází k pomyslnému posunutí maximálních hodnot intenzity elektrického pole, kdy tato skutečnost vykazuje v ideálním případě lineární trend.

Závěrem této kapitoly je nutné poznamenat, že se jedná o zjednodušený model, který však velmi vhodně charakterizuje povahu chování nehomogenních dielektrických systémů a jejich nerovnoměrné napěťové namáhání. Dokládá totiž důležitost faktu, že dielektrikum s nižším počtem makroskopických rozhraní (vrstvy, defekty) a s vyšší odolností vůči akumulování náboje, je méně lokálně namáháno, což potvrzuje jeden z problematických aspektů definovaných v Kapitole 1.



Obrázek 17: Závislost intenzity elektrického pole na úrovni prostorového náboje při konstantní napěťové hladině



Obrázek 18: Závislost intenzity elektrického pole na přiloženém napětí při konstantní hladině prostorového náboje

CHARAKTERIZACE PROCESU NÁVRHU, VÝVOJE A OVĚŘENÍ NANOSTRUKTURNÍHO MIKROKOMPOZITU

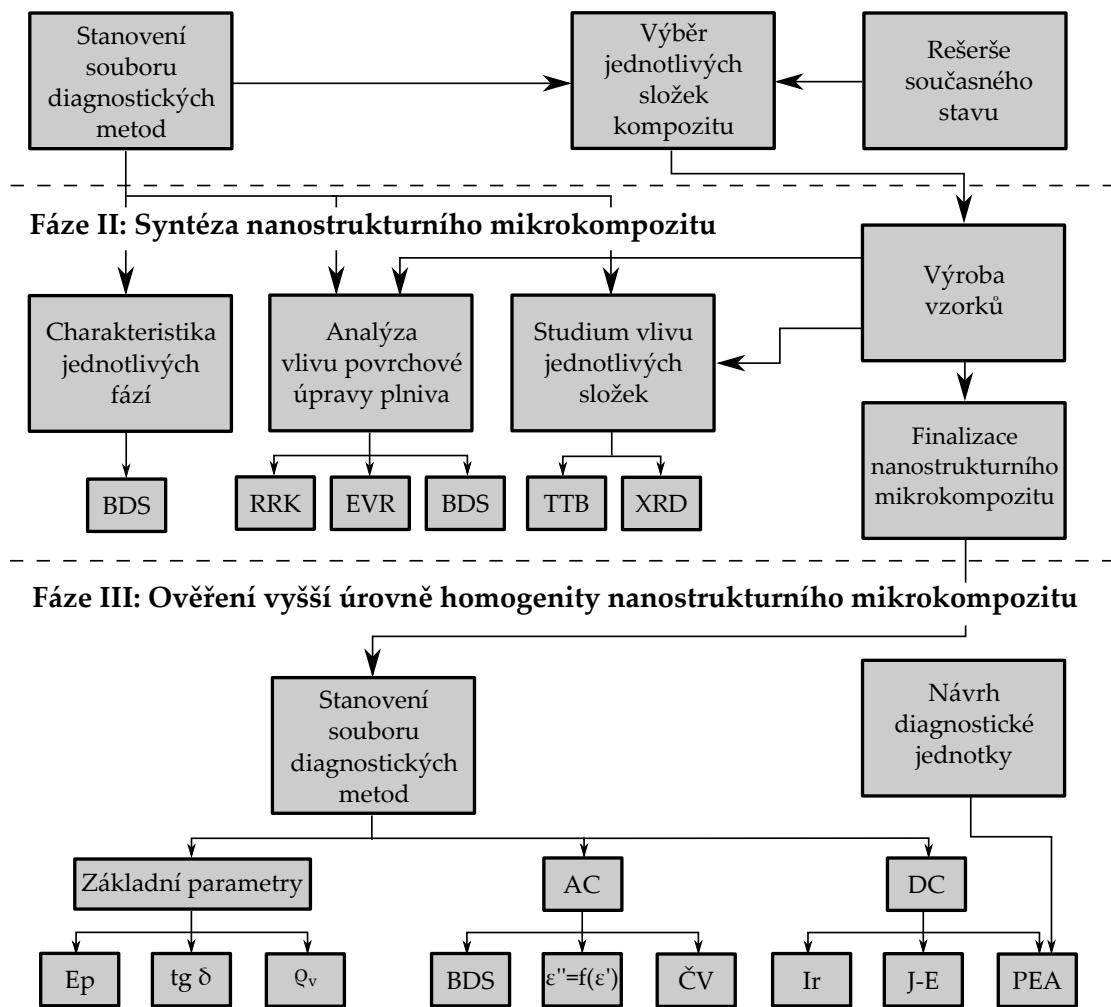
Následující část práce představí základní myšlenku návrhu a vývoje nanostrukturního mikrokompozitu s následným ověřením jeho vyšší úrovně vnitřní homogenity. Vzhledem k tomu, že experiment návrhu, vývoje a ověření je velmi rozsáhlý, je nutné jej pro lepší orientaci rozdělit do třech dílčích fází (Obrázek 19). Originálností tohoto výzkumu je stanovení dvou souborů diagnostických metod, tzv. diagnostických systémů.

První diagnostický systém je využit ve fázi návrhu a vývoje (Kapitola 6) a slouží společně s rešeršním základem k nalezení a charakterizaci základních komponent nanostruktturního mikrokompozitu. Jak je z diagramu na Obrázku 19 patrné, jednotlivé procesy jsou vzájemně provázány. Z tohoto důvodu jsou některé výsledky diskutovány již při výběru jednotlivých složek kompozitu (Kapitola 7). Tento diagnostický systém je rozdělen do tří dílčích podskupin. Jedná se o diagnostiku jednotlivých fází [širokopásmová dielektrická spektroskopie (BDS)], analýzu vlivu vazebného činidla [metoda redukovaných resorpčních křivek (RRK), metoda napěťové odezvy (VR), resp. její prodloužená verze (EVR) a širokopásmová dielektrická spektroskopie] a analýzu vlivu jednotlivých fází [rentgenová difrakční analýza (XRD) a odolnost v silně nehomogenním elektrickém poli (TTB)]. Původnost tohoto diagnostického systému dokládá fakt, že metoda redukovaných resorpčních křivek a metoda napěťové odezvy, resp. prodloužené napěťové odezvy, jsou použity vůbec poprvé v souvislosti s analýzou vlivu vazebného činidla na dielektrické vlastnosti kompozitu, přičemž získané výsledky spolu vzájemně silně korespondují. Ze získaných poznatků je možné určit optimální složení nanostruktturního mikrokompozitu a definovat proces výroby testovacích vzorků.

Pro ověření vyšší úrovně homogenity navrženého nanostruktturního mikrokompozitu je definován druhý diagnostický systém. Ten lze rozdělit do dvou základních částí, a to dle druhu působícího napětí. Stejnosměrné napěťové zkoušky zahrnují analýzu resorpčních proudů pomocí matematických operací (I_r), analýzu závislosti vodivostního proudu na přiloženém napětí ($J-E$) a analýzu zbytkového náboje (PEA). K tomuto účelu bylo navrženo a sestaveno diagnostické zařízení. Skupinu zkoušek střídavým napětím tvoří širokopásmová

dielektrická spektroskopie, analýza částečných výbojů (ČV) a matematické zpracování frekvenčních závislostí komplexní relativní permitivity do modifikovaných diagramů ($\epsilon''=f(\epsilon')$). Získané výsledky navrženého nanostrukturálního mikrokompozitu jsou konfrontovány s výsledky běžně používaných třísložkových kompozitů. Pro celistvost tohoto výzkumu jsou srovnány i základní dielektrické parametry jednotlivých materiálů [elektrická pevnost (EP), ztrátový činitel ($\operatorname{tg} \delta$), vnitřní rezistivita (ρ_v)].

Fáze I: Návrh a vývoj nanostrukturálního mikrokompozitu



Obrázek 19: Diagram návrhu, vývoje a ověření nanostrukturálního mikrokompozitu

6

NÁSTROJE PRO ANALÝZU JEDNOTLIVÝCH FÁZÍ KOMPOZITU A OVĚŘENÍ ÚROVNĚ DISPERZE PLNIVA

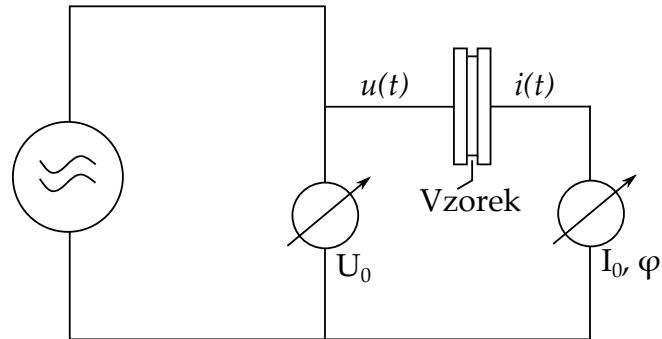
Vtéto části textu jsou popsány nástroje analýzy jednotlivých fází (složek) kompozitu. Vedle dnes častěji využívaných diagnostických metod, jako je širokopásmová dielektrická spektroskopie nebo rentgenová difrakční analýza, jsou zde popsány principy měřicích postupů méně používaných metod, kterými jsou analýza redukovaných resorpčních křivek a metoda napěťové odezvy, resp. její prodloužená verze. Pro analýzu napěťové odolnosti bylo zvoleno silně nehomogenní elektrické pole. Tento soubor metod a technik slouží velmi dobře k posouzení vhodnosti výběru správného komponentu kompozitního materiálu v návaznosti na doposud získané poznatky. Zajímavostí je, že v této kapitole jsou shrnutý postupy měření ze tří Evropských pracovišť (Česká republika - ZČU, Slovenská republika - UNIZA a Maďarsko - BME), které se vzájemně doplňují.

6.1 ŠIROKOPÁSMOVÁ DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

Dielektrická spektroskopie, jak název napovídá, je technika pro analýzu dielektrických vlastností v širokém rozsahu frekvencí. Základy této metodě položili Clausius, Mossoti, Maxwell nebo později Debey, Kirkwood a Wood, kteří přispěli velkou měrou k popisu chování dielektrických materiálů v elektrickém nestacionárním poli [100]. Základními parametry pro vyhodnocení jsou amplitudy proudu I_o (A), napětí U_o (V) a jejich vzájemný fázový posun ϕ ($^\circ$) [101]. Pro analýzu vlastností bylo využito dvou měřicích zařízení. Jedná se o laboratorní zařízení Novocontrol Alpha A a přenosnou diagnostickou jednotku IDAX 350.

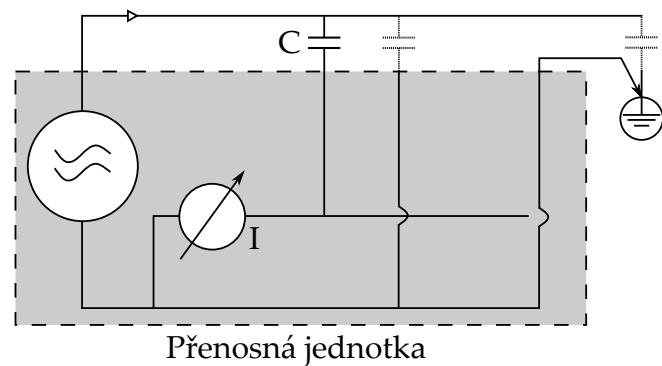
Principem metody měření u aparatury Novocontrol Alpha A je přivedení střídavého napětí požadované frekvence na vzorek a měření napětí $u(t)$ a proudu $i(t)$. Z těchto parametrů poté může být určena amplituda proudu I_o a fázový úhel základní harmonické $i^*(t)$ pomocí Fourierovy transformace (FT) ze signálu $i(t)$. Mimo to dojde k potlačení všech frekvenčních složek signálu $i(t)$, kromě úzkého pásma frekvencí se středem kolem frekvence generátoru, což má za následek redukci rušení a zvýšení citlivosti měřicího systému [102]. Princip této metody je graficky znázorněn na Obrázku 20. Pro toto měření bylo použito plochých vzorků ($40 \times 40 \times 0,3 \pm 0,1$ mm) a měření probíhalo v rozsahu frekvencí 0,5 Hz až

1 MHz a rozsahu teplot -60 °C až 100 °C při napětí 1 V. Fotografie laboratorního zařízení je uvedena v Příloze A.



Obrázek 20: Blokové schéma Novocontrol Alpha A [102]

Přenosná měřicí jednotka IDAX 350 je určena primárně pro analýzu izolačních systémů v transformátorech, generátorech, průchodkách nebo kabelech. V porovnání s předchozím případem, kdy je určována impedance, je zde primárním parametrem komplexní kapacita (C^*), z níž je poté určován ztrátový činitel ($\operatorname{tg} \delta$) a permitivita (ϵ_r) [103]. Vnitřní zapojení diagnostické jednotky je znázorněno na Obrázku 21. V tomto případě byly použity plošné vzorky ($100 \times 100 \times 1 \pm 0,1$ mm) v rozsahu frekvencí 0,001 Hz do 10 kHz při okolních podmínkách Standardního prostředí B dle ČSN EN 60212 [104]. Fotografie měřicí aparatury je uvedena v Příloze A.



Obrázek 21: Blokové schéma IDAX 350 [103]

6.2 RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA

Rentgenová difrakční analýza je metoda sloužící pro analýzu vnitřní struktury látek, přičemž základem této metody je fakt, že rozměry krystalové mřížky jsou blízké vlnové délce rentgenového záření. Při této metodě je buďto práškový nebo plošný vzorek ozářen monochromatickým svazkem rentgenového záření, který se pružně rozptyluje na elektronech měřeného krystalu [105]. Difrakce

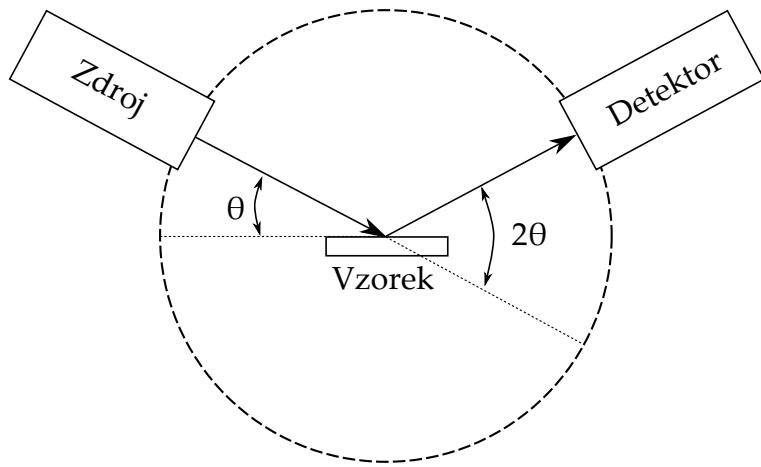
rentgenových paprsků vyplývá z kombinace rozptýlení jednotlivých atomů a interferencí vln rozptýlených těmito atomy [106]. Sledováním difraktovaného záření lze charakterizovat vnitřní strukturu pomocí intenzit a polohy (úhlu) jednotlivých difrakcí. Pro analýzu dispergovaného plniva byl proveden výpočet velikosti krystalitů D_μ (nm) a mikrodeformací ϵ_c (–), což je dán vztahy (17) a (18)

$$D_\mu = \frac{\gamma_x}{\beta_f^c \cdot \cos \theta}, \quad (17)$$

$$\epsilon_c = \frac{\beta_f^g}{4 \cdot \cos \theta}, \quad (18)$$

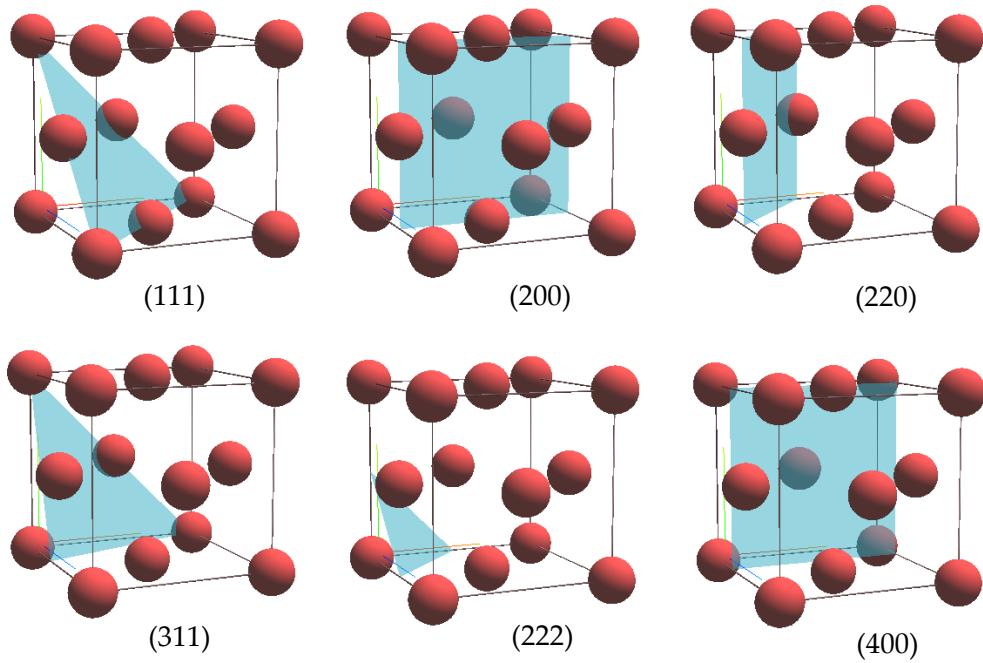
kde β_f^c a β_f^g je Cauchyho složka, resp. Gaussova složka integrální šířky fyzikálního rozšíření difrakční čáry, γ_x (m) je vlnová délka záření a θ (°) je Braggův úhel [107].

Měření experimentálních vzorků ($40 \times 40 \times 0,3 \pm 0,1$ mm) byla provedena na automatickém práškovém rentgenovém difraktometru Panalytical X'Pert Pro za použití měděné RTG lampy ($\lambda_{K\alpha} = 0,1540598$ nm, 40 kV, 30 mA) a polovodičového ultra-rychlého detektoru PIXcel. Měření bylo provedeno v geometrickém Bragg-Bretanově uspořádání (Obrázek 22). Výsledky z difraktometru byly vyrovnaný křivkami Pearson VII, které nejlépe popisují profil reálně naměřených difrakčních linií. Zařízení PIXcel je uvedeno v Příloze A.



Obrázek 22: Princip rentgenové difrakční analýzy [107]

Pro úplnost je nutno zmínit také tzv. Millerovy indexy. Jedná se o systém značení rovin uvnitř prostorové krystalické mřížky. Toto značení je založeno na nalezení průsečíků s třemi krystalografickými osami, tj. hranami základní buňky. Průsečíky jsou analyzovány ve smyslu délky hrany nebo rozměru základní buňky. Reciproké hodnoty těchto průsečíku jsou převedeny společným dělitellem na co nejmenší celé číslo. Značí se h, k, l a v kulatých závorkách je jimi definována rovina ($(h k l)$) [108]. Vyobrazení vybraných rovin, vyskytujících se v dalším textu práce, je znázorněno na Obrázku 23.



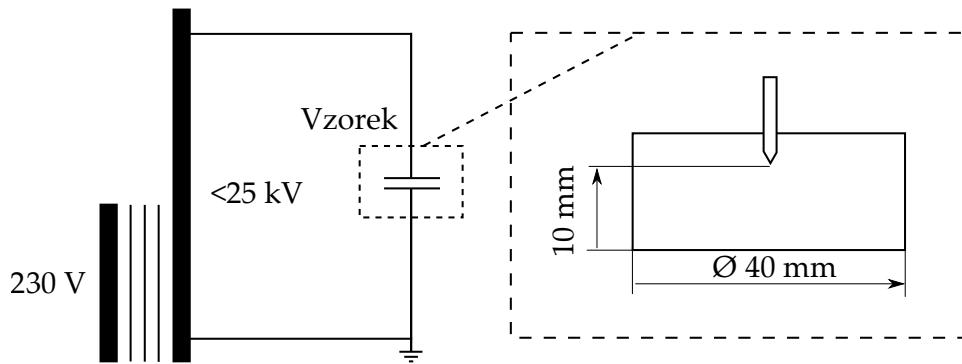
Obrázek 23: Roviny odpovídající Millerovým indexům v kubické plošně centrovane struktuře [109]

6.3 ANALÝZA ODOLNOSTI V SILNĚ NEHOMOGENNÍM ELEKTRICKÉM POLI

Elektrické pole, vznikající v blízkosti vodivých částí s nízkým poloměrem zakřivení, může být definováno, díky svému charakteru, jako silně nehomogenní [110]. To znamená, že v daném místě maximální intenzita elektrického pole několinásobně překračuje hodnoty intenzity elektrického pole v porovnání se zbírající části izolačního systému [111]. Tento jev má za následek snížení spolehlivosti a omezení životnosti izolačního systému, který je dimenzován na nižší úroveň namáhání. Jako příklad lze uvést námi provedenou studii [112], kde byl sledován vliv defektu vodiče velkého točivého stroje na deformaci intenzity elektrického pole v místě poškození.

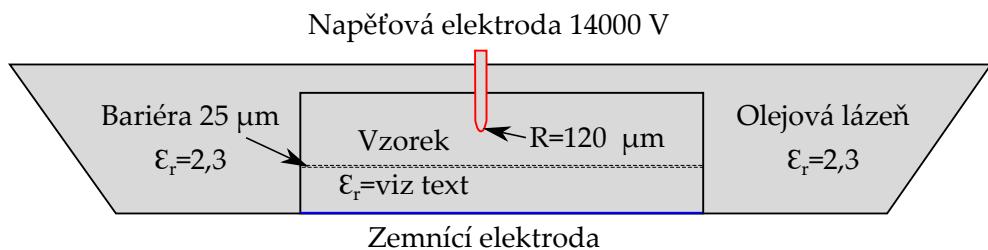
Pro samotnou analýzu byly vytvořeny speciální válcové vzorky (rozměry uvedeny na Obrázku 24) a použity ocelové jehly s průměrem hrotu $\approx 240 \mu\text{m}$. Vzhledem k faktu, že použitý epoxidový základ je vytvrzován při zvýšené teplotě, bylo nutné použít speciální silikonové formy včetně zařízení pro přesné nastavení vzdálenosti mezi elektrodami. Jednotlivé vzorky byly následně vystaveny vysokonapěťové expozici za použití zdroje 230 V / 25 kV. U každého vzorku byl na hrotovou elektrodu připojen vodič, kterým bylo přivedeno střídavé napájecí napětí 14 kV efektivní hodnoty o frekvenci 50 Hz. Druhá elektroda (měděná páška) byla propojena vodičem se zemí. Kvůli možnému povrchovému přeskoku napětí byly vzorky ponořeny do olejové lázně eliminující tento jev. Použité přístrojové vybavení je vyobrazeno v Příloze A. Všechny experimenty byly prováděny při podmínkách standardního prostředí B. Hlavním parametrem pro tento výzkum bylo určení minimální doby do průrazu, tedy stanovení doby

vzniku průrazného kanálu u prvního náhodného vzorku z testovaného výběru, v závislosti na přidaných složkách (1 sada obsahovala 5 vzorků).



Obrázek 24: Princip měření a rozměry vzorků

Pro zjištění lokálních maxim intenzity elektrického pole byl použit zjednodušený model v programu COMSOL Multiphysics (Obrázek 25 se zachováním skutečných rozměrů vzorků a jehel. Při samotném výpočtu byla brána v potaz relativní permitivita samotné pryskyřice ($\epsilon_r = 2,95$), pryskyřice s dispergovaným plnivem ($\epsilon_r = 3,43$) i dielektrické bariéry ($\epsilon_r = 2,3$).



Obrázek 25: Zjednodušený model pro určení míry homogenity elektrického pole

Ze získaných hodnot intenzity elektrického pole byla následně určena míra homogenity elektrického pole η (-), tzv. Schwaigerův faktor, dle vztahu (19)

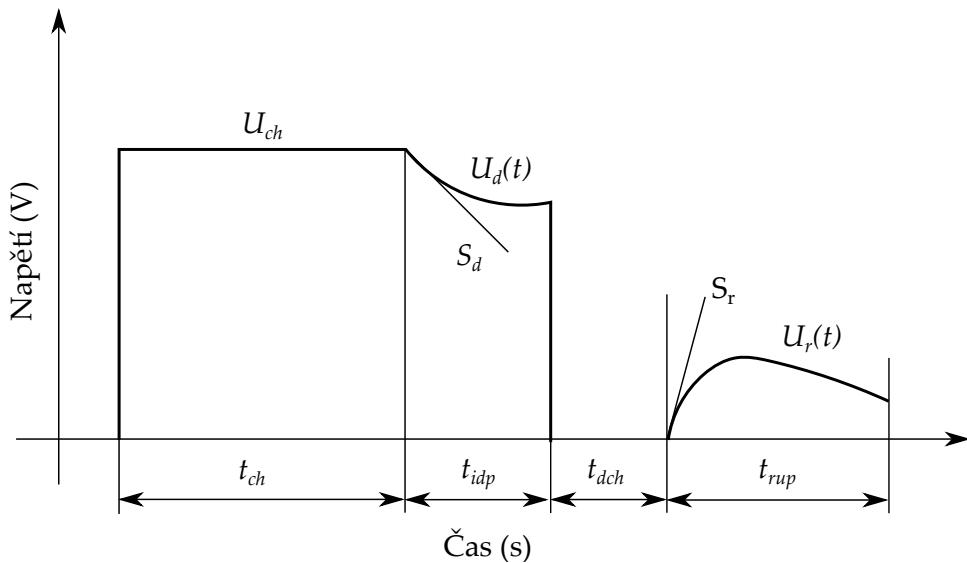
$$\eta = \frac{U}{d} \cdot \frac{1}{E_{\max}}, \quad (19)$$

kde U (V) je přiložené napětí, d (m) je vzdálenost elektrod a E_{\max} (V/m) je maximální hodnota intenzity elektrického pole v daném uspořádání [113]. U všech tří uvažovaných variant byla intenzita elektrického pole $E_{\max} = 1,1 \cdot 10^7$ V/m. Tímto krokem bylo zjištěno, že pole je v tomto případě opravdu silně nehomogenní a to přibližně $\eta=0,12$ pro všechny výše uvedené případy. V ideálním případě deskového uspořádání je $\eta=1$ [114].

Zobrazení průrazného kanálu bylo realizováno pomocí počítačového tomografu v|tome|x 240 CT se 180 kV generátorem and 1 MPixelovým detektorem. Měřicí proud byl 260 μ A a napětí paprsku 70 kV.

6.4 METODA NAPĚŤOVÉ ODEZVY A PRODLOUŽENÉ NAPĚŤOVÉ ODEZVY

Metoda napěťové odezvy byla vyvinuta na Technické a hospodářská univerzitě v Budapešti pro výzkum kabelů s izolačním systémem olej-papír [115]. S postupem času a s vývojem nových izolačních systémů byla i tato metoda využívána v souladu s aktuálními trendy [116]. V tomto případě byla využita pro analýzu vlivu vazebného činidla na níže uvedené parametry, což je původním výsledkem této disertační práce. Základem měření je analýza směrnic vybíjecího a zotaveného napětí. Časový diagram pro měření je znázorněn na Obrázku 26. Po nabíjení v čase $t_{ch}=1000$ s je na izolačním materiálu změřeno vybíjecí napětí $U_d(t)$ v čase $t_{idp}<0,5$ s. Po 5 sekundách zkratování (t_{dch}) je na nabité izolaci měřeno zotavené napětí $U_r(t)$ v intervalu $t_{rup}=(0,1\dots 2$ s) [115–117].



Obrázek 26: Časový diagram metody napěťové odezvy [117]

Směrnice vybíjecího napětí, značená jako S_d (V/s), je přímo úměrná vodivosti analyzovaného dielektrického materiálu a lze charakterizovat rovnicí (20)

$$S_d = \frac{\gamma_{VR} \cdot U_0}{\epsilon_0}, \quad (20)$$

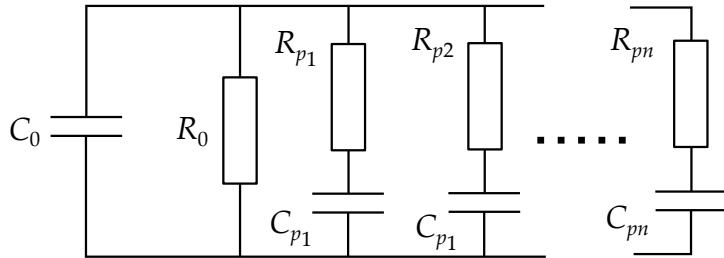
kde U_0 (V) je přiložené napětí v okamžiku nabíjení a γ_{VR} (A/V·s) je měrná vodivost izolačního systému. Na druhé straně směrnice zotaveného napětí, značená S_r (V/s), je přímo úměrná intenzitě polarizačních procesů a je dána rovnicí (21)

$$S_r = \frac{\beta_{VR} \cdot U_0}{\epsilon_0}, \quad (21)$$

kde β_{VR} (A/V·s) je polarizační vodivost, charakterizující intenzitu polarizačních procesů. Měřením těchto dvou směrnic lze tedy snadno charakterizovat dva fyzikální děje odehrávající se ve struktuře dielektrika [115].

V případě, že dojde ke změně doby nabíjení resp. vybíjení, mohou být pozorovány různé polarizační mechanismy. Z tohoto důvodu byla metoda napěťové

odezvy "prodloužena" [117]. Navíc lze rozložení časových konstant relaxačních polarizací vypočítat a odhadnout pomocí iterační metody [117]. Při tomto výpočtu se používá ekvivalentní obvod izolace s R-C větvemi (Obrázek 27).



Obrázek 27: Ekvivalentní obvod izolačního systému [117]

Podle tohoto obvodu lze počáteční strmost zotaveného napětí izolace vypočítat jako součet zotavených napětí pro každou polarizační R-C větev (22)

$$S_r = \sum_{i=1}^n S_{ri} = \sum_{i=1}^n \frac{U_{Cpi}}{\tau}, \quad (22)$$

kde relaxační doba τ (s) a zbytkové napětí U_{Cpi} (V) kapacity C_{pi} po nabíjení a vybíjení jsou dány vztahy (23) a (24)

$$\tau = R_{pi} \cdot C_0, \quad (23)$$

$$U_{Cpi} = U_{ch} \cdot \left(1 - e^{-\frac{t_{ch}}{\tau_{pi}}} \cdot e^{\frac{t_{dch}}{\tau_{pi}}}\right), \quad (24)$$

kde U_{ch} (V) je nabíjecí napětí, t_{ch} (s) je čas nabíjení, t_{dch} (s) je čas vybíjení a τ_{pi} (s) je časová i-tého polarizačního procesu dána vztahem (25)

$$\tau_{pi} = R_{pi} \cdot C_{pi}. \quad (25)$$

Iterační metoda stanovuje poměr kapacit C_{pi} a C_0 pro polarizační procesy v intervalu od 0,1 do 10000 s.

Ploché vzorky ($100 \times 100 \times 1 \pm 0,1$ mm) byly před měřením kondicionovány (25°C , 35 % RH) a poté byl umístěny mezi válcové elektrody s průměrem 35,6 mm. Nabíjecí napětí bylo stanovenno na 1000 V a nabíjecí čas byl 4000 s. Zotavené napětí bylo měřeno 20 krát v rozsahu 1 až 2000 s. Měřicí pracoviště je zobrazeno v Příloze A.

6.5 METODA REDUKOVANÝCH RESORPČNÍCH KŘIVEK

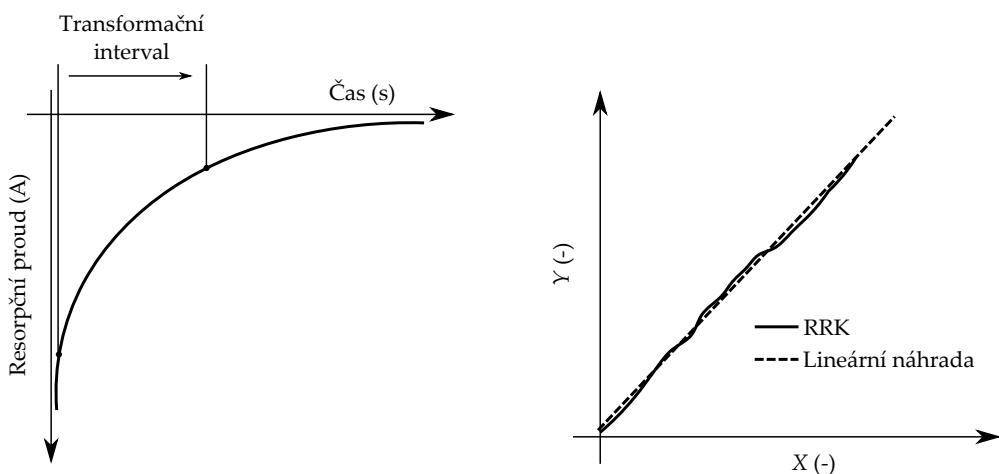
Dielektrická absorpcce je nestacionární děj probíhající v dielektriku při přiložení stejnosměrného napětí, přičemž dielektrický materiál není schopen následovat skokovou změnu napětí. To znamená, že nabité dielektrika trvá určitou dobu, což je charakterizováno tzv. relaxační konstantou. To samé platí pro jev vybíjení [71, 72]. V tomto případě je pozornost věnována právě vybíjecímu jevu a jeho

projevu v časově proměnném resorpčním proudu. Resorpční proud může být poté matematicky upraven do podoby redukovaných resorpčních křivek (RRK) [12, 118]. Matematické transformace jsou dány rovnicemi (26) a (27)

$$X = \ln(t) - \ln(15), \quad (26)$$

$$Y = ABS[\ln(i_t) - \ln(i_{15})], \quad (27)$$

kde X a $Y(-)$ jsou transformované osy, t (s) je čas, i_t (A) je proud v čase t a i_{15} (A) je proud v 15. sekundě. Hlavním parametrem pro hodnocení výsledku je směrnice lineární náhrady z transformovaných bodů. Obecně platí, že čím vyšší je směrnice lineární náhrady, tím více brání materiál akumulaci náboje ve své struktuře. Důležité je také správně zvolit transformační interval. Obecně je používán interval od 15 do 300 sekund. Procedura transformace je znázorněna na Obrázku 28.



Obrázek 28: Transformace resorpčního proudu do RRK

Pro toto měření byl použit elektrometr KEITHLEY 6517A s elektrodovým systémem KEITHLEY 8009. Ploché vzorky ($100 \times 100 \times 1 \pm 0,1$ mm) byly před měřením kondicovány jako v předchozím případě (25°C , 35 % RH) a zkraťovány (24 h) pro odvedení elektrostatického náboje. Při samotném měření bylo na vzorky nejprve přivedeno stejnosměrné napětí o velikosti 1000 V po dobu 3600 s. Po odpojení stejnosměrného napětí byl měřen resorpční proud až do 600 s. Průběh proudu byl zaznamenáván pomocí skriptu VEE Pro. Transformační interval byl v tomto případě stanoven v rozmezí 15 až 300 s. Vhodnost zvoleného intervalu ilustrují statistické ukazatele v Příloze C. Tato metoda pro ověření vlivu vazebného plniva dosud nebyla použita. Z tohoto důvodu lze tvrdit, že výsledky prezentované v další části textu jsou původním přínosem této disertační práce. Měřící pracoviště je znázorněno v Příloze A.

7

SYNTÉZA VNITŘNÍ STRUKTURY NANOSTRUKTURNÍHO MIKROKOMPOZITU

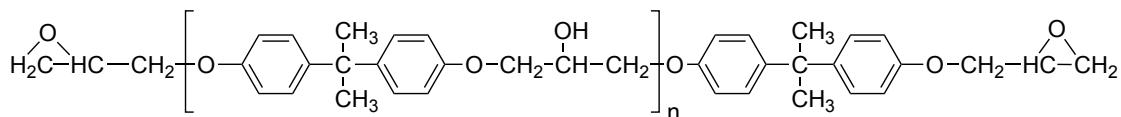
V následující kapitole jsou popsány jednotlivé složky a jejich parametry s využitím diagnostických postupů definovaných v Kapitole 6. Pozornost je dále věnována i analýze vlivu povrchové úpravy plniva na dielektrické vlastnosti kompozitu.

7.1 POJIVO

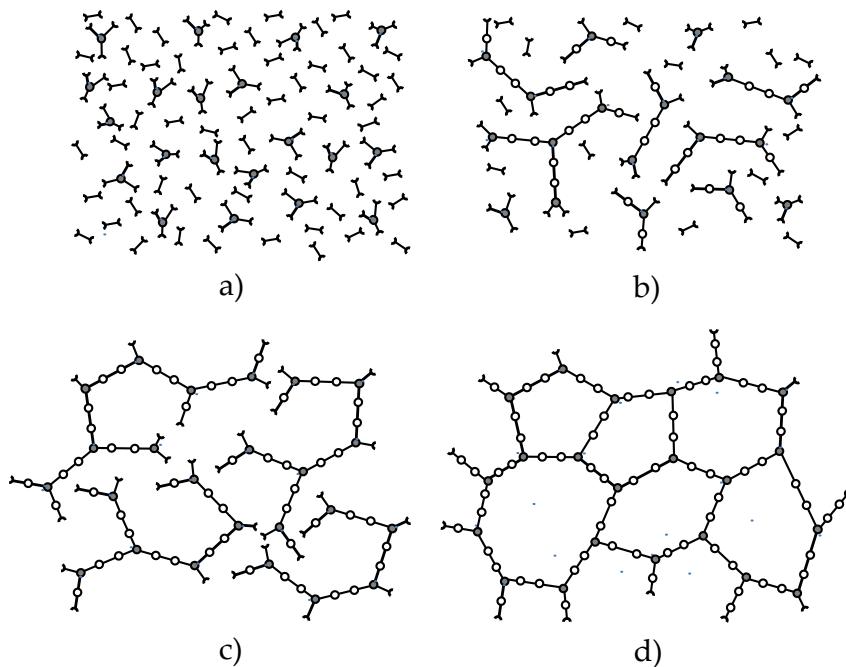
Pojivo, nebo také matrice, je jakýkoliv materiál nebo látka, která spojuje či prosyuje jednotlivé fáze kompozitu, což vede k vytvoření soudržného celku. Základním požadavkem pro vhodné pojivo je úroveň jeho soudržnosti s plnivem a nosnou složkou a dále také smáčivost a chemická inertnost na oblasti mezifáze jednotlivých složek [56].

ZÁKLADNÍ VLASTNOSTI A APLIKAČNÍ VÝHODY POJIVA

Vhodným pojivem byla zvolena průmyslová pryskyřice Epoxylite 3750 LV od společnosti Elantas na bázi Bisphenol-A Epichlorohydrin, což jsou základní složky pro polymerizaci Bisphenol-A Diglycidyl Ether (Obrázek 29). Vybraná pryskyřice je v průmyslu využívána díky svým vlastnostem [119], mezi něž patří např. nízká viskozita při zpracování a vysoká vazebná pevnost. Příkladem použití může být impregnace vinutí elektrických strojů vakuově tlakovým způsobem. Doba gelace zvolené pryskyřice je 8 ± 2 min při 160°C . Doba vytvrzení se pohybuje v rozmezí od 4 do 6 hodin při 140°C nebo 3 až 4 hodiny hodiny při 160°C [119]. Proces reakce vytvrzení je ilustrován na Obrázku 30.



Obrázek 29: Strukturní vzorec Bisphenol-A Diglycidyl Ether [120]



Obrázek 30: Průběh reakce vytváření epoxidové pryskyřice - a) monomery v dodaném stavu, b) tvorba lineárních řetězců, c) úroveň gelace, d) plně vytvářený stav (převzato z: [121])

Hustota epoxidové pryskyřice Epoxylite 3750 LV je $1,12 \text{ g/cm}^3$. Dle výrobce [119] je tato pryskyřice vhodná pro točivé stroje spadající do teplotní třídy H (180°C), což specifikuje norma ČSN EN 60085 [122]. Dalším důležitým aspektem pro další výzkum je fakt, že pryskyřice neobsahuje ve své struktuře přídavná rozpouštědla [119], která by mohla negativně reagovat s povrchem plniva a nosné složky.

Základní dielektrické parametry pryskyřice 3750 LV jsou znázorněny v Tabulce 3, přičemž měření probíhalo dle principů uvedených v normách ČSN (ČSN IEC 250 [123], ČSN IEC 93 [124], ČSN EN 60243-1 [125]) za podmínek standardního prostředí B. Vzhledem k tomu, že se jedná o obecně známé postupy, nejsou již v textu blíže popisovány. Dílčí hodnoty jsou uvedeny v Příloze C.

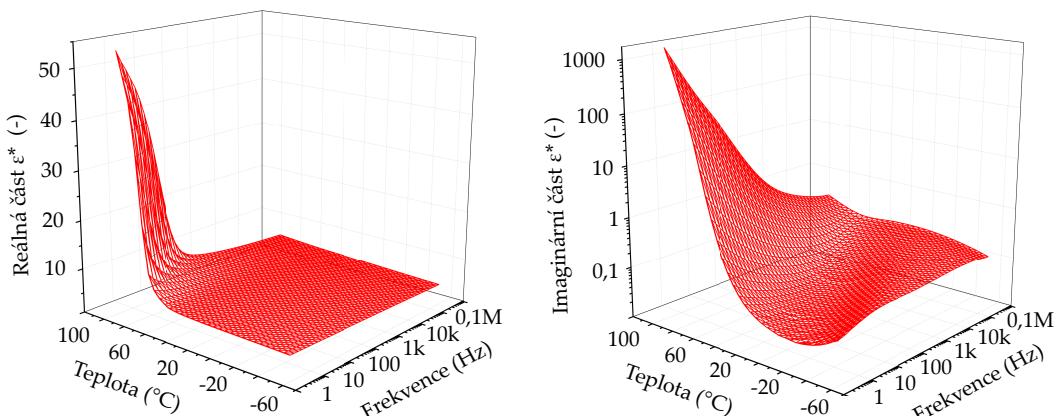
Tabulka 3: Měřené dielektrické vlastnosti pryskyřice 3750 LV

Parametr	Hodnota	Parametr	Hodnota
$\tg \delta (-)^*$	0,00332	$\rho_v (\Omega \cdot \text{m})^{**}$	$6,28 \cdot 10^{12}$
$\epsilon_r (-)^*$	2,95	$p_{ii} (-)^{**}$	1,57
$C (\text{pF})^*$	48	$E_p (\text{kV/mm})$	37,02

* 500 V, AC; ** 500 V, DC

ŠIROKOPÁSMOVÁ DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

Vedle základních dielektrických parametrů, uvedených v Tabulce 3, byla epoxidová pryskyřice charakterizována i z hlediska frekvenčně-teplotních závislostí obou složek komplexní relativní permitivity (ϵ^*) za pomocí širokopásmové dielektrické spektroskopie (Novocontrol Alpha A). Chování reálné a imaginární části komplexní relativní permitivity je znázorněno na Obrázku 31. Z naměřených hodnot je patrné, že vybraná pryskyřice vykazuje stabilitu relativní permitivity při standardních provozních podmínkách. Při pohledu na ztrátové číslo je ale patrné, že je zde i vedle mírných relaxací způsobených segmentálními pohyby malých molekulárních jednotek, postranních řetězců a aromatických substitučních skupin [126] i výrazná vodivostní složka, která je teplotně závislá.



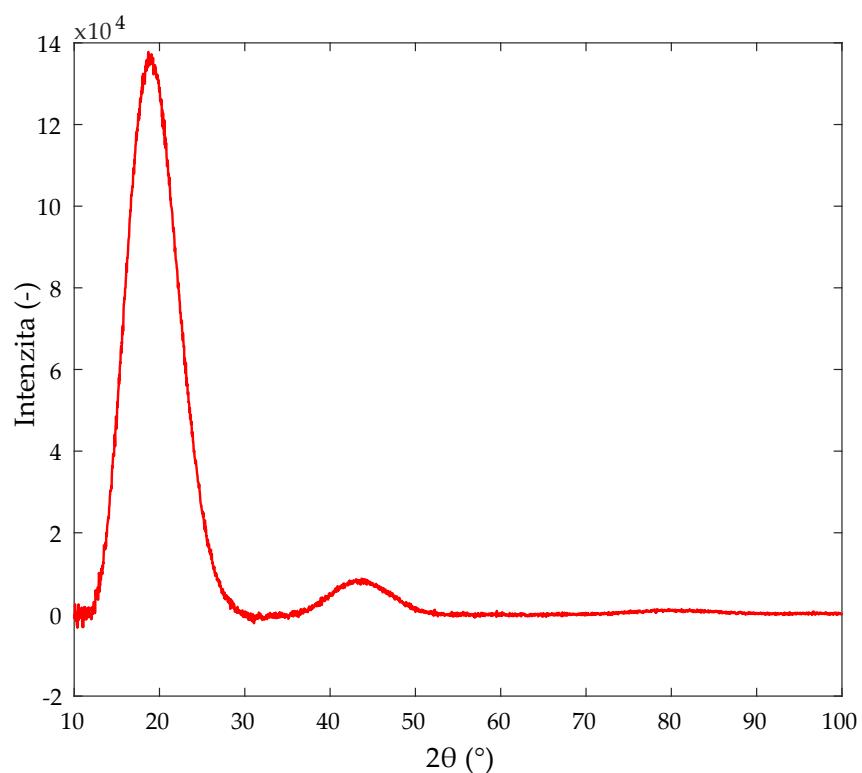
Obrázek 31: Frekvenčně-teplotní závislost složek komplexní relativní permitivity

RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA

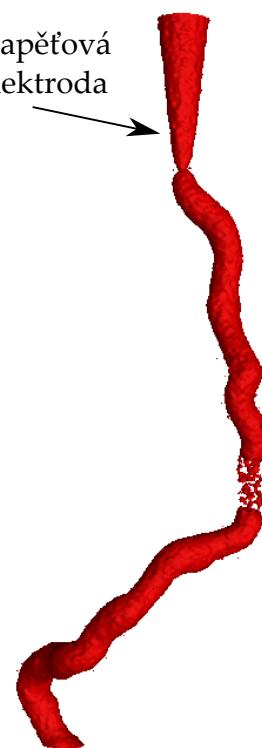
Z provedených šetření pomocí rentgenové difrakční analýzy je patrné, že se jedná o amorfní materiál. To symbolují velmi široké difrakce (6 – 8 stupňů ve škále difrakčních úhlů 2θ), které jsou znázorněny na Obrázku 32. Tyto difrakce, resp. jejich pozice na ose x , odpovídají výsledkům prezentovaných studií [127, 128] a mohou být použity pro další materiálové srovnání.

ANALÝZA ODOLNOSTI V SILNĚ NEHOMOGENNÍM ELEKTRICKÉM POLI

V rámci provedených šetření byl brán zřetel také na schopnost epoxidové matrice odolávat silně nehomogennímu elektrickému poli, resp. jejich následkům v podobě degradace výbojovou činností. Obrázek 33 znázorňuje průrazný kanál pomocí CT technologie, přičemž minimální doba do úplného průrazu byla 6,82 hodiny při podmínkách uvedených v Kapitole 6.3. Na tomto obrázku je patrný slabý průrazný kanál bez zjevného větvení. To lze přisuzovat silné vazebné pevnosti matrice v dokonale vytvrzeném stavu.



Obrázek 32: Difraktogram pryskyřice Epoxilite 3750 LV



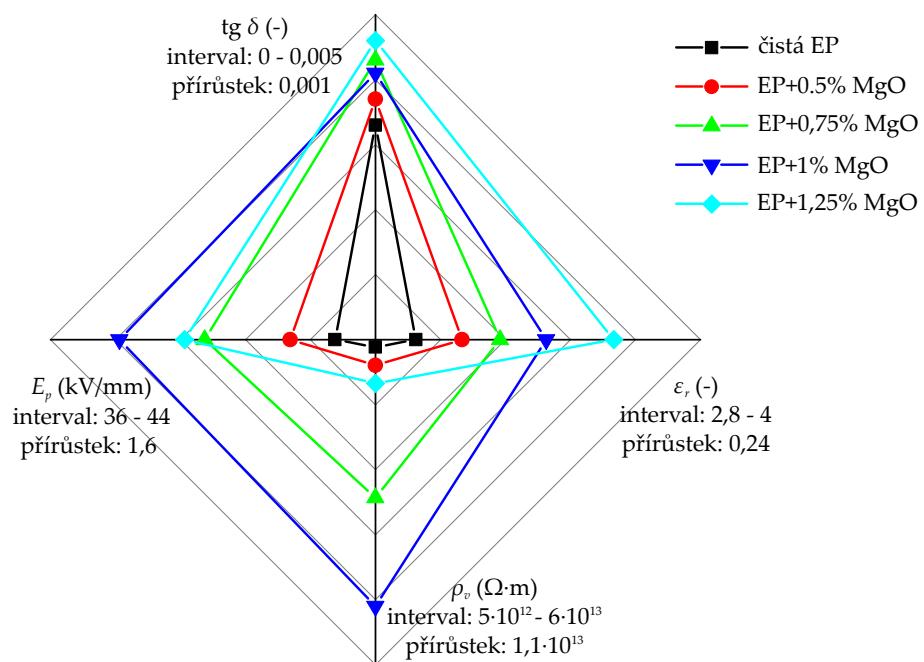
Obrázek 33: Vizualizace průrazného kanálu v pryskyřici Epoxilite 3750 LV

7.2 PLNIVO A JEHO POVRCHOVÁ ÚPRAVA

Plnivem se rozumí částice přidáváné do základního materiálu - pojiva, nejčastěji z důvodu zlepšení některých jeho vlastností. Dle marketingové studie [129] je ročně využito více než 50 milionů tun plniv v různých aplikačních oblastech.

ZÁKLADNÍ VLASTNOSTI A APLIKAČNÍ VÝHODY PLNIVA A POVRCHOVÉ ÚPRAVY

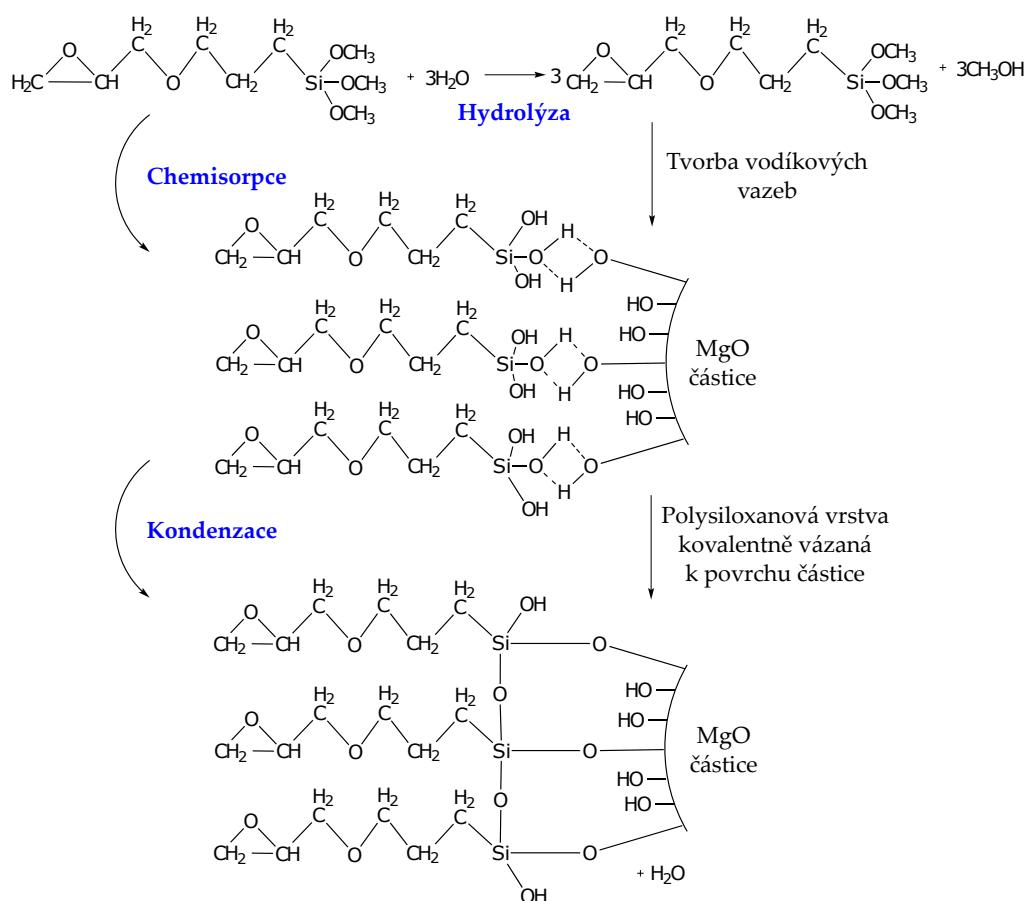
Jako plnivo navrhovaného kompozitu byl z důvodu své chemické a fyzikální stability, žáruvzdornosti a také díky svým výborným elektroizolačním vlastnostem zvolen oxid hořecnatý (MgO) ve formě nanočástic s průměrnou velikostí 20 nm od společnosti NanoAmor [130], který se v přírodě vyskytuje jako minerál periklas [131]. Vedle uvedených materiálových vlastností se vyznačuje i relativně nízkou cenou. Teorie uvedené v [35] vyzdvihují pozitivní vliv oxidu hořecnatého nanometrických rozměrů na redukci náboje zachyceného ve vnitřní struktuře materiálu při objemu plnění od 0,5 – 2 %. S přihlédnutím k provedeným předběžným měřením základních elektrických vlastností (Obrázek 34 a Příloha C) a výše prezentovaným poznatkům byl optimální hmotnostní poměr stanoven na 1 % hmotnosti. Objemová hustota použitých MgO nanočástic je $0,3 \text{ g/cm}^3$. Specifická plocha povrchu nanočástice je $60 \text{ m}^2/\text{g}$. V závislosti na rovnici (4) by při správně provedené disperzi nanočástic byla jejich průměrná vzdálenost přibližně 30 nm. Dle [57] doplňují vhodnost použití další parametry, jako je šířka zakázaného pásu 7,8 eV a vnitřní rezistivita větší než $10^{17} \Omega\cdot\text{m}$, což je z běžně používaných oxidů nejvyšší hodnota.



Obrázek 34: Pavučinový graf základních dielektrických parametrů pro různé úrovně plnění

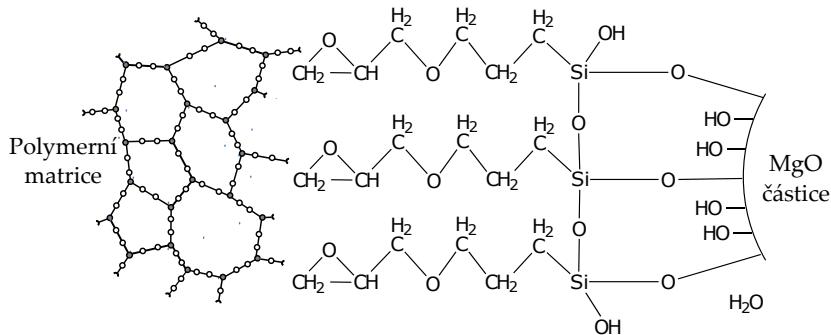
Jak již bylo definováno v Kapitole 1.3, pro zvýšení úrovně disperze plniva je možné použít vazebné činidlo např. na bázi silanu. V obecném tvaru lze silanová činidla zapsat jako $R(CH_2)_nSiX_3$, kde základem molekuly silanu je křemík Si a dva funkční substituenty (R, X), které zajišťují vazebný efekt mezi anorganickým plnivem a organickou matricí [132]. Substituent X reprezentuje hydrolyzovatelné skupiny (např. methoxy, ethoxy, alkoxy) a substituent R reprezentuje organofunkční skupinu připojenou k atomu křemíku hydrolyticky stabilní vazbou [133]. Většina vazebných činidel obsahuje tři hydrolyzovatelné skupiny X a jednu organofunkční skupinu R [134].

Reakce vybraného vazebného činidla (γ -Glycidoxypipropyltrimethoxysilan) s oxidem hořečnatým je znázorněna na Obrázku 35. Po hydrolyze hydrolyzovatelné skupiny dochází ke vzniku odpovídající molekuly silanolu. Dále následuje proces chemisorpce, což vede k tvorbě vodíkové vazby mezi molekulami silanolu a $-OH$ skupinami na povrchu nanoplniva [134]. Vlivem kondenzační reakce dochází ke vzniku kovalentně vázané polysiloxanové vrstvy na povrchu nanoplniva za současného uvolnění vody [135].



Obrázek 35: Zjednodušená reakce γ -Glycidoxypipropyltrimethoxysilanu s povrchem oxidu hořečnatého [137–139]

Volné organofunkční skupiny, které v důsledku působení odpudivých sil směřují od nanočástice, poté snáze reagují v interakci s matricí a dochází k vytvoření kovalentní vazby [136] (Obrázek 36).



Obrázek 36: Interakce vazebného činidla s polymerní matricí [121, 137–139]

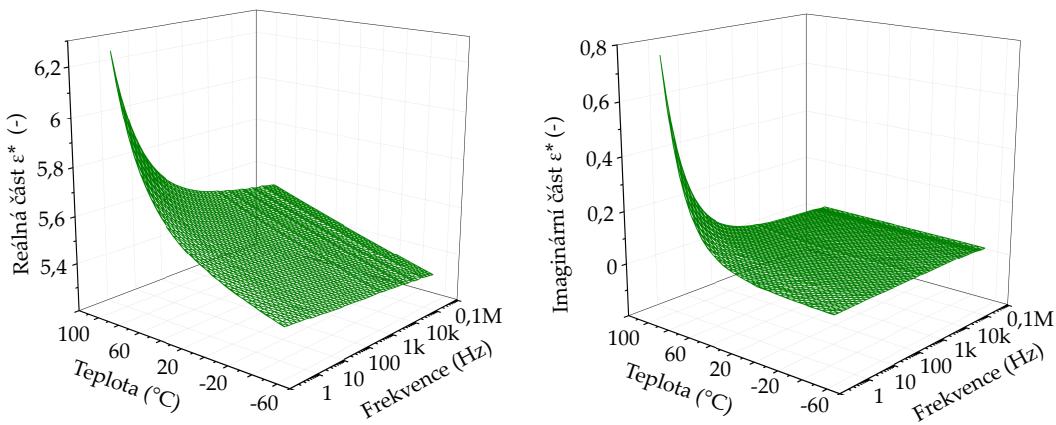
Pro schopnost reagovat s různými druhy pojiv byl pro tento výzkum vybrán již dříve uvedený γ -Glycidoxypyropyltrimethoxysilan od společnosti Sigma-Aldrich, dále v textu uváděn symbolem GLYMO. Jedná se o vazebné činidlo ze skupiny epoxisilanů, konkretně o organofunckní trialkoxisilan využívající vysokou reakceschopnost mezi epoxidovými kruhy a amino skupinami [132]. Hustota zvoleného vazebného činidla je $1,07 \text{ g/cm}^3$ a jeho smáčivost je $331 \text{ m}^2/\text{g}$ [140]. Pro určení správného množství vazebného činidla lze vycházet z rovnice (28)

$$X_c = \frac{A}{w} \cdot f, \quad (28)$$

kde X_c (g) je množství vazebného činidla k vytvoření minimální vrstvy, A (m^2/g) je specifický povrch nanočástice, w (m^2/g) je smáčivost vazebného činidla a f (g) je hmotnost nanočástic [66]. V návaznosti na rovnici (28) bylo určeno množství GLYMO jako 18,12 % z celkové hmotnosti nanočástic. Pro zvýšení elektrokinetického potenciálu povrchu může být na nanoplivo nejdříve aplikována kyselelnina mravenčí [35, 121] nebo kyselelnina fluorovodíková [141]. Tyto kyselelniny však do samotného výzkumu zahrnuty nebyly a jsou v textu uváděny pouze pro úplnost.

ŠIROKOPÁSMOVÁ DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

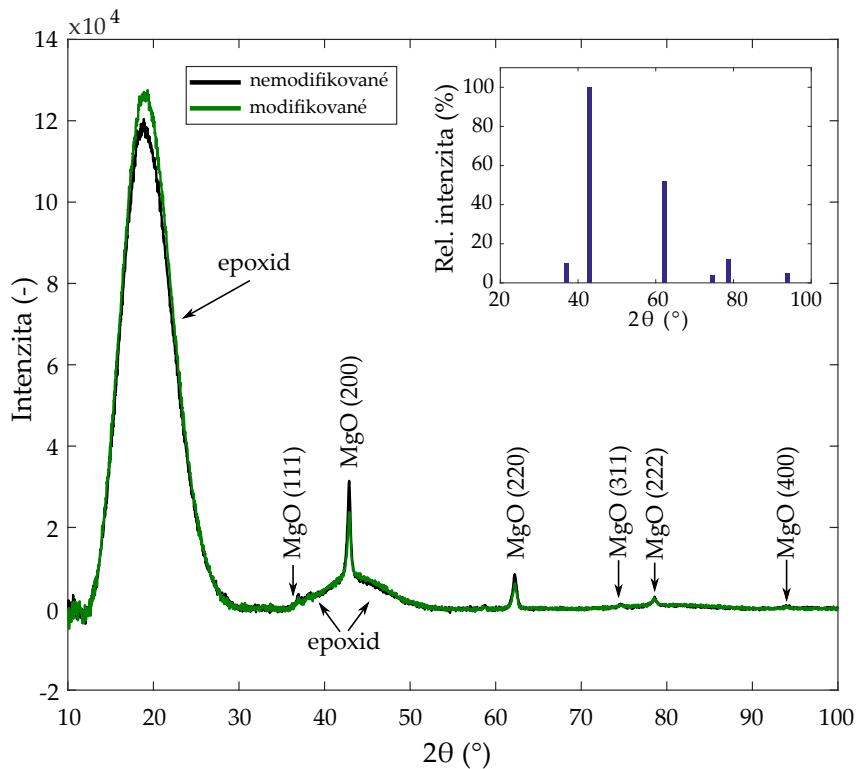
Díky technologické vybavenosti pracoviště Katedry technologií a měření bylo možné analyzovat chování složek komplexní relativní permitivity i u samotného plniva bez matrice (Obrázek 37). To bylo za pomoci ručního lisu slisováno do tvaru pelet a následně diagnostikováno při stejných podmínkách jako v předchozím případě. Vzhledem k tomu, že se jedná o původní výsledek, může být znalost chování práškového plniva oxidu hořečnatého v závislosti na frekvenci a teplotě pro vědní obor velmi přínosná. Změny obou parametrů jsou nejvýraznější opět při nízkých frekvencích a vyšších teplotách (vodivostní složka). Nedochází však k takovému nárůstu jako u samotné epoxidové matrice a nejsou zde viditelné polarizační mechanismy, což svědčí o nepolárnosti daného materiálu. Tato skutečnost je důležitá také tím, že výrazně lepší teplotní stabilita plniva může redukovat vlastnosti výše uvedeného epoxidového základu [142].



Obrázek 37: Frekvenčně-teplotní závislost složek komplexní relativní permitivity

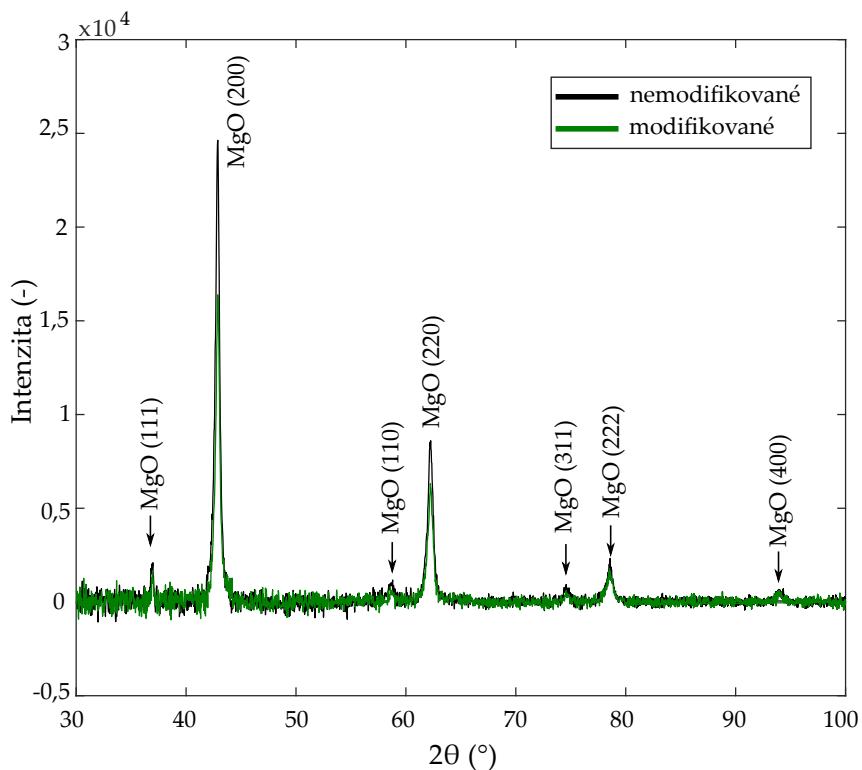
RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA

Pomocí rentgenové difrakční analýzy byly také studovány vzorky polymerního základu s dispergovaným plnivem. Díky této technice je možné sledovat, zda přidáním jednotlivých složek nedochází k nežádoucím chemickým reakcím [143]. V porovnání s předchozím případem (Obrázek 32) jsou navíc patrné úzké difrakční linie odpovídající standardu MgO podle ICDD databáze (Obrázek 38).



Obrázek 38: Difraktogram MgO v epoxidové matrici a jeho XRD standard [144]

Na tomto difraktogramu, jsou výrazněji zaznamenány pouze difrakční linie MgO (200) a (220). Ostatní linie jsou slabé, nebo je nepozorujeme vůbec. Analýza profilu difrakčních linií (200) prokázala, že velikost oblastí koherentního rozptylu rentgenového záření (krystalitů) je ve všech případech cca 23 – 25 nm a mikrodeformace je relativně nízká (0,0022 – 0,0025). Matematickou úpravou a dekonvoluci difrakce epoxidové matrice lze mírně zvýraznit i ostatní difrakční linie MgO (Obrázek 39). Pro případ povrchově upravených nanočástic je viditelný mírný pokles intenzity u difrakčních linií v porovnání s neupravenými částicemi, což může potvrzovat teorii tvorby polysiloxanové vrstvy na povrchu částice [145, 146]. Stejný tvar značí, že přidáním vazebného činidla nedošlo ke změně struktury MgO [147]. Z provedených šetření je také patrné, že plniva je uvnitř matrice přibližně 1 %, což také značí dobrou úroveň disperze.



Obrázek 39: Difraktogram MgO bez difrakce epoxidové matrice

ANALÝZA ODOLNOSTI V SILNĚ NEHOMOGENNÍM ELEKTRICKÉM POLI

Přidáním nanočástic oxidu hořecnatého do epoxidového základu došlo ke značnému prodloužení minimální doby do průrazu. V tomto případě došlo k průrazu po 32,143 hodinách. Zvýšení doby do průrazu zmiňují například i další studie [148–151]. Při analýze pomocí CT technologie (Obrázek 40) je viditelné, že docházelo k počátku tenkého větvení v oblasti hrotu, které dále však není CT technologií zobrazeno. Hrubšímu větvení zabráňují silné chemické vazby a interakce mezi pryskyřicí a plnivem, což podporuje odolnost vůči částečným výbojům [152, 153]. Obecně také vedou k omezení pohybu volných

nosičů náboje, což má za následek zvýšení schopnosti neutralizace kladných a záporných nosičů náboje injektovaných do dielektrika [154]. Autoři studie [155] se domnívají, že přidáním nanoplniva bude výsledné rozložení intenzity elektrického pole v blízkosti hrotu rovnoměrnější, jelikož nosiče náboje emitované z hrotu jehly mohou být snadněji zachyceny. To má za následek formování prostorového náboje stejné polarity jako má napěťová elektroda. Tento efekt vede ke značnému snížení intenzity elektrického pole v oblasti napěťové elektrody, což bylo obecně potvrzeno modelovými příklady v Kapitole 4.



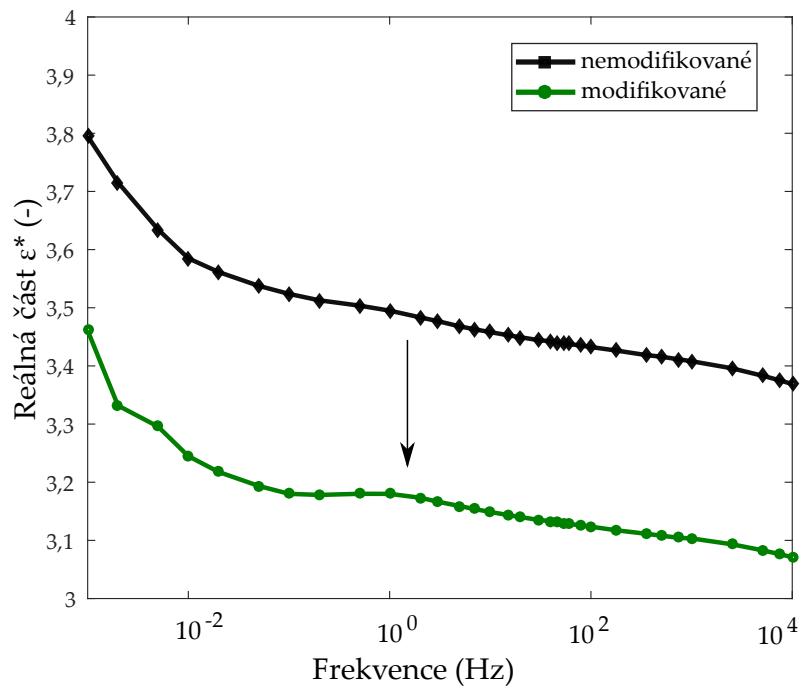
Obrázek 40: Vizualizace průrazného kanálu v pryskyřici s dispergovaným plnivem MgO

VЛИV FUNKCIONALIZACE POVРCHU NA VLASTNOSTI KOMPOZITU

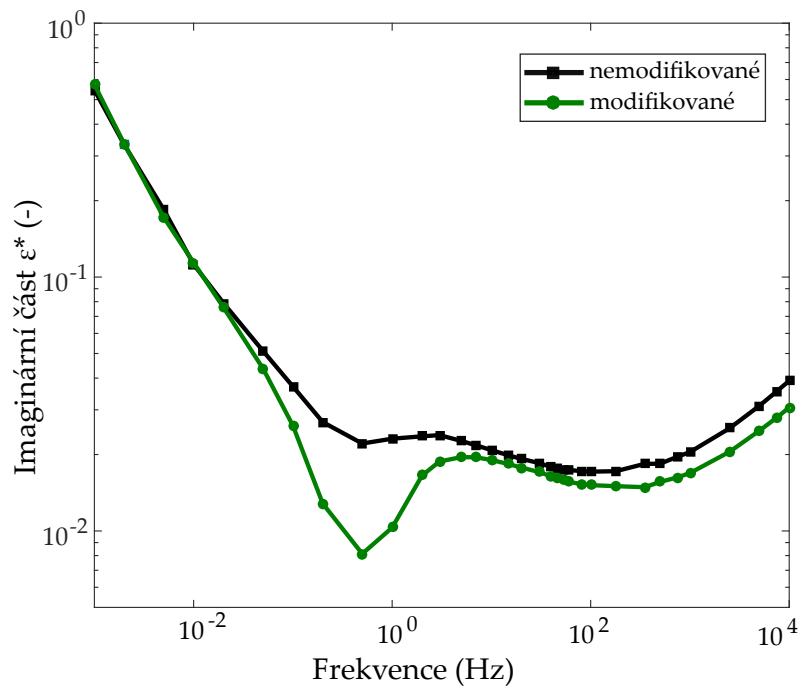
Vliv vazebného činidla byl sledován pomocí několika metod uvedených v předchozí kapitole. Plnivo s aplikovaným vazebným činidlem dispergované v epoxidovém základu bylo srovnáváno s kompozitem obsahujícím plnivo bez povrchové úpravy.

Širokopásmová dielektrická spektroskopie

První ze zmíněných diagnostických metod je analýza složek komplexní relativní permitivity. Toto měření bylo provedené na univerzitě v Žilině v laboratořích Katedry měření a aplikované elektrotechniky v rámci praktické stáže v programu ERASMUS+. Měření probíhalo při podmírkách standardního prostředí B s využitím přenosné diagnostické jednotky IDAX. Frekvenční závislosti pro jednotlivé parametry komplexní relativní permitivity jsou znázorněny na Obrázku 41 a 42.



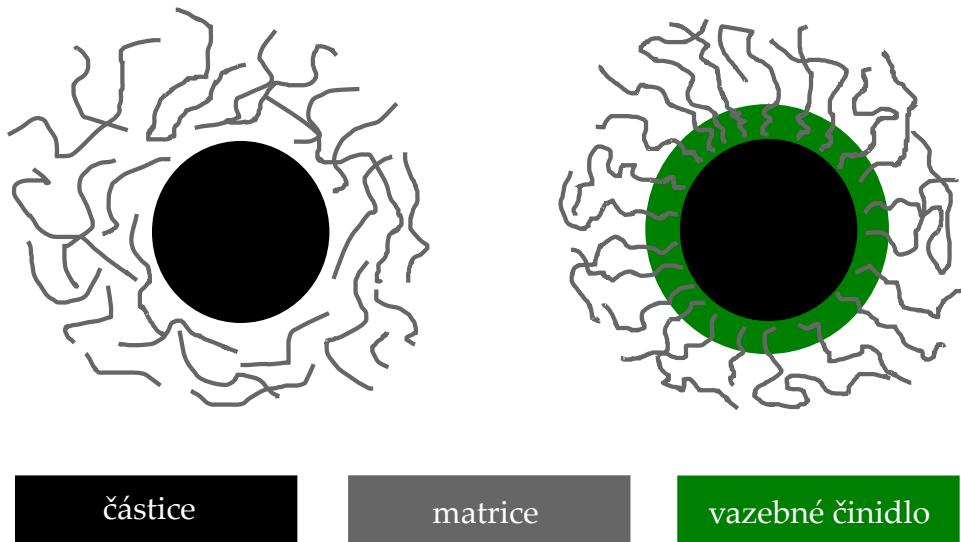
Obrázek 41: Vliv povrchové úpravy plniva na frekvenční závislosti reálné části komplexní relativní permitivity



Obrázek 42: Vliv povrchové úpravy plniva na frekvenční závislosti reálné části komplexní relativní permitivity

Díky modifikaci povrchu nanočastic došlo k poklesu reálné části ϵ^* v průměru o 8 %. Tento parametr charakterizuje míru polarizovatelnosti matrice, plniva

a jejich vzájemného rozhraní. Zmíněný pokles může být způsoben změnou stupně zesítění vlivem reakce polymerních skupin, které reagují s molekulami vazebného činidla na povrchu nanočástice a vytváří lineární polymerní řetězce v oblasti mezifáze [156] (Obrázek 43).



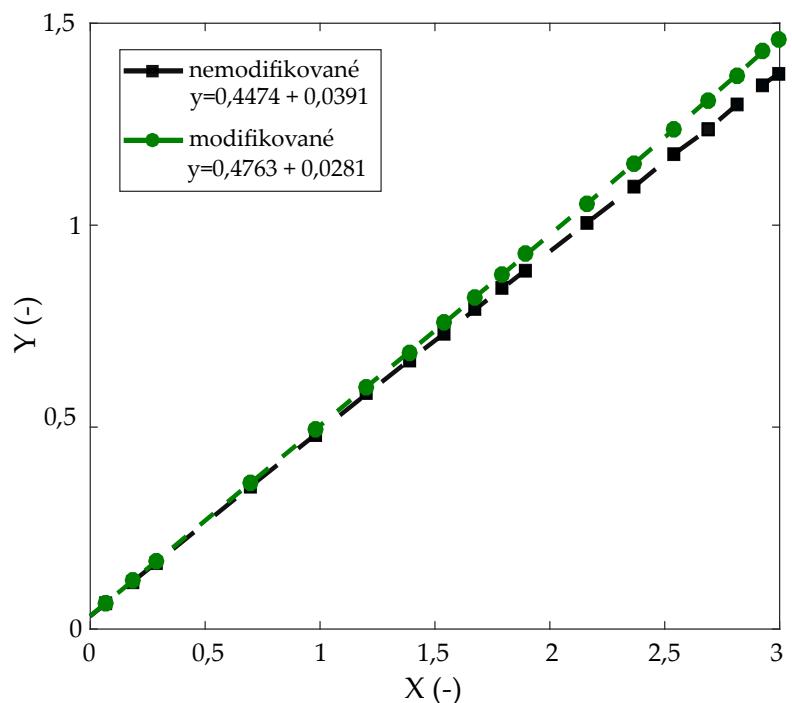
Obrázek 43: Interakce polymerního základu s modifikovaným a nemodifikovaným povrchem nanočastic [156]

Nižší hodnota relativní permitivity zaručuje i nižší úroveň lokálního namáhání elektroizolačního systému např. v případě nedokonalého technologického procesu výroby izolačního systému elektrických strojů a zařízení, což je diskutováno v Kapitole 4.3. Výsledky dále ukazují, že ztrátové číslo kompozitu není přidáním vazebného činidla negativně ovlivněno, což potvrzují i další dosud provedené studie [156, 157].

Metoda redukovaných resorpčních křivek

Dalším nástrojem, který byl využit pro studium vlivu povrchové úpravy jsou redukované resorpční křivky vyvinuté na Katedře technologií a měření, FEL ZČU v Plzni. Průměrné hodnoty resorpčních proudů byly transformovány do redukovaných resorpčních křivek (Obrázek 44) dle rovnic 26 a 27.

Z výsledků je zřejmé, že i v případě tohoto parametru je patrný vliv povrchové úpravy, který symbolizuje vyšší směrnice lineární náhrady redukované resorpční křivky. To může být způsobeno lepší disperzí nanočastic mající za následek zvýšení odolnosti vůči injektování a generování nosičů náboje v objemu dielektrika [63]. Dalším důvodem je zvýšení hustoty hlubokých elektro-nových pastí, ve kterých mohou zachycené nosiče náboje rekombinovat [158, 159]. To má za následek redukci zbytkového náboje po odpojení stejnosměrného napětí.



Obrázek 44: Vliv povrchové úpravy na dielektrickou resorpci vyjádřenou pomocí redukovaných resorpčních křivek

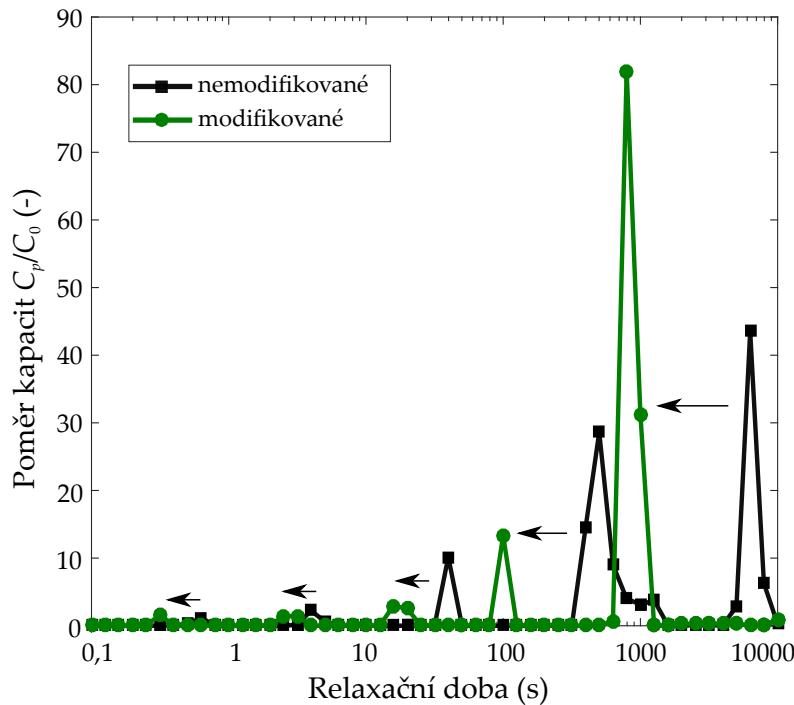
Metoda napěťové odezvy a prodloužené napěťové odezvy

Jak již bylo uvedeno dříve, jedná se o metodu vyvinutou na Technické a hospodářské univerzitě v Budapešti za účelem diagnostiky kabelových izolací. V tomto případě byla tato metoda využita pro analýzu vodivosti a stupně polarizace materiálů s povrchově upraveným plnivem a plnivem bez povrchové úpravy. Originálnost tohoto měření je v tom, že pro dielektrika obsahující plnivo nanometrických rozměrů bylo použito poprvé. Z hodnot S_d a S_r (měřeno po jedné sekundě vybíjení) je patrné, že vodivost materiálu a stupeň polarizace je v případě kompozitu s povrchově upravenými nanočásticemi nižší, což znázorňuje Tabulka 4.

Tabulka 4: Výsledky měření prodloužené napěťové odezvy

Vzorek	S_d (V/s)	S_r (V/s)
Nemodifikovaný	3,20	16,48
Modifikovaný	2,25	15,33

Vedle metody napěťové odezvy lze využít i její modifikaci, a to metodu prodloužené napěťové odezvy, jejíž princip je blíže popsán v Kapitole 6.4. Touto metodou lze analyzovat časové konstanty relaxačních dob polarizačních mechanismů pomocí iteračních výpočtů. Obrázek 45 znázorňuje rozložení relaxačních dob jednotlivých polarizačních mechanismů.



Obrázek 45: Změny relaxačních dob polarizačních mechanismů

Z tohoto obrázku je jasně patrný vliv vazebného činidla, kdy jeho aplikací došlo ke snížení relaxačních dob jednotlivých polarizací. Nejmarkantnější je posun polarizačního mechanismu majícího relaxační dobu 6309 s. Tento polarizační mechanismus byl přidáním vazebného činidla posunut na 794 s, což je přibližně 8 krát nižší relaxační doba než v předchozím případě. Z hlediska teorie fyziky dielektrik [71, 72] je známo, že čím delší je relaxační doba, tím větší jsou dielektrické ztráty. Tento nejvýraznější polarizační mechanismus má ovšem téměř dvojnásobnou intenzitu oproti původnímu stavu. Nicméně z celkového pohledu na problematiku však jasné vyplývá přínos ve zkrácení relaxačních dob u všech pěti detekovaných polarizačních mechanismů.

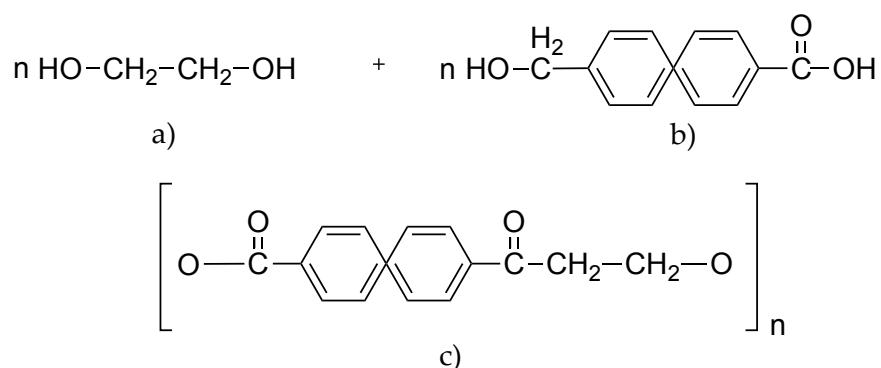
Všechna provedená šetření dokázala, že vlivem vazebného činidla bylo dosaženo zlepšení sledovaných parametrů. U hodnot reálné složky komplexní relativní permitivity došlo k její redukci o 8 %. Dále došlo ke zvýšení směrnice lineární nahradu u redukované resorpční křivky přibližně o 6 %. Vedle toho došlo také ke značnému snížení vodivosti S_d a redukci stupně polarizace S_r o 9 %. Další analýzou bylo zjištěno značné snížení relaxačních dob jednotlivých polarizačních mechanismů. Při pohledu na výše uvedená procentuální vyjádření lze konstatovat, že výsledky provedených měření spolu velmi dobře korespondují a lze je považovat za relevantní. Přítomnost vazebného činidla byla navíc potvrzena i pomocí rentgenové difrakční analýzy. Výsledky měření základních dielektrických parametrů, uvedených v Příloze C, také podporují výše uvedené poznatky.

7.3 NOSNÁ SLOŽKA

Nosnou složkou, neboli také výztuží, se rozumí část kompozitního materiálu mající primárně za úkol zvýšení mechanické pevnosti a tuhosti materiálu [160]. V elektrotechnických aplikacích se může nosná složka chovat částečně také jako dielektrická bariéra. Toto tvrzení platí hlavně u systémů obsahujících fóliovou nosnou složku.

ZÁKLADNÍ VLASTNOSTI A APLIKAČNÍ VÝHODY NOSNÉ SLOŽKY

V současné době disponuje trh relativně širokým spektrem výztuží. Pro elektrotechnické aplikace se jedná zejména o tkané, fóliové či vlákenné výztuže. Vhodnou nosnou složkou byla z důvodu zajištění vysoké elektrické pevnosti výsledného kompozitu zvolena polyetylen naftalátová (PEN) fólie Teonex® Q51 jmenovité tloušťky 25 µm od společnosti Teijin DuPont. Elektrická pevnost fólie PEN Teonex® Q51 je dle výrobce [161] 300 kV/mm (platí pro 25 µm). Strukturní vzorec PEN je znázorněn na Obrázku 46.



Obrázek 46: Strukturní vzorce - a) ethylenglykol, b) naftalen dikarboxilová kyselina, c) polyetylen naftalát [162]

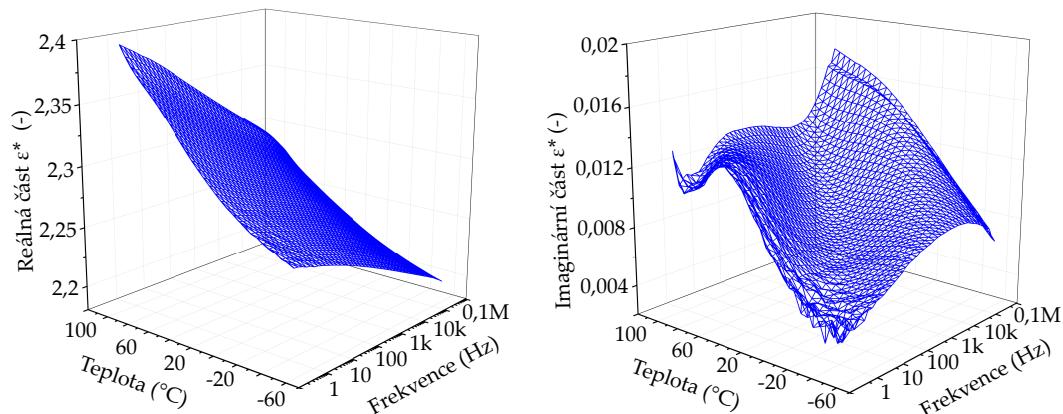
Polyetylen naftalát je lineární polyester s výbornými elektrickými a mechanickými vlastnostmi. Základními materiály pro jeho produkci jsou naftalen dikarboxilová kyselina a ethylenglykol [163]. V porovnání s PET, který je běžně využíván jako nosná složka, vykazuje PEN výrazně lepší vlastnosti. Jedná se o vyšší chemickou a hydrolytickou odolnost, vyšší Youngův modul, nižší propustnost plynových složek, nižší extrakci oligomerů a vyšší teplotu skelného přechodu [164–167]. Tyto rozdílné materiálové vlastnosti jsou dány odlišností ve struktuře chemické látky. Zatímco PET obsahuje ve svém základu kyselinu tereftalovou, jenž má pouze jedno benzenové jádro, PEN obsahuje naftalen dikarboxilovou kyselinu, jenž má dvě spojená benzenová jádra (naftalen) [164]. Díky výrazně lepším vlastnostem se stává vhodnou náhradou běžně používaného polyetylen tereftalátu nejen v elektrotechnickém průmyslu [168], což prezentuje i srovnávací Tabulka 5.

Tabulka 5: Vlastnosti PET a PEN fólií (převzato z: [169])

Parametr	PEN fólie	PET fólie
Hustota (g/cm^3)	1,36	1,40
Youngův modul (kg/mm^2)	620	545
Teplota tání ($^{\circ}\text{C}$)	273	264
Teplota skelného přechodu ($^{\circ}\text{C}$)	113	69
Dlouhodobá teplotní odolnost ($^{\circ}\text{C}$)	155	120
Koeficient teplotní roztažnosti (%)	0,9	1,5
Propustnost vodní páry ($\text{g}/\text{m}^2, 24 \text{ h}$)	6,7	21,3
Relativní permitivita (-)	3	3,2
Ztrátový činitel (-)	0,03	0,02
Elektrická pevnost	340	325
Vnitřní rezistivita ($\Omega \cdot \text{m}$)	$10 \cdot 10^{15}$	$7 \cdot 10^{15}$

ŠIROKOPÁSMOVÁ DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

Pomocí širokopásmové dielektrické spektroskopie (Novocontrol Alpha-A) bylo analyzováno chování také u nosné složky. Z Obrázku 47 je zřejmé, že se jedná o velmi frekvenčně-teplotně stabilní materiál, což značí minimální změny reálné části komplexní relativní permitivity. U imaginární části komplexní relativní permitivity lze pozorovat několik relaxačních mechanismů, což odpovídá obecnému chování termoplastických materiálů [170].



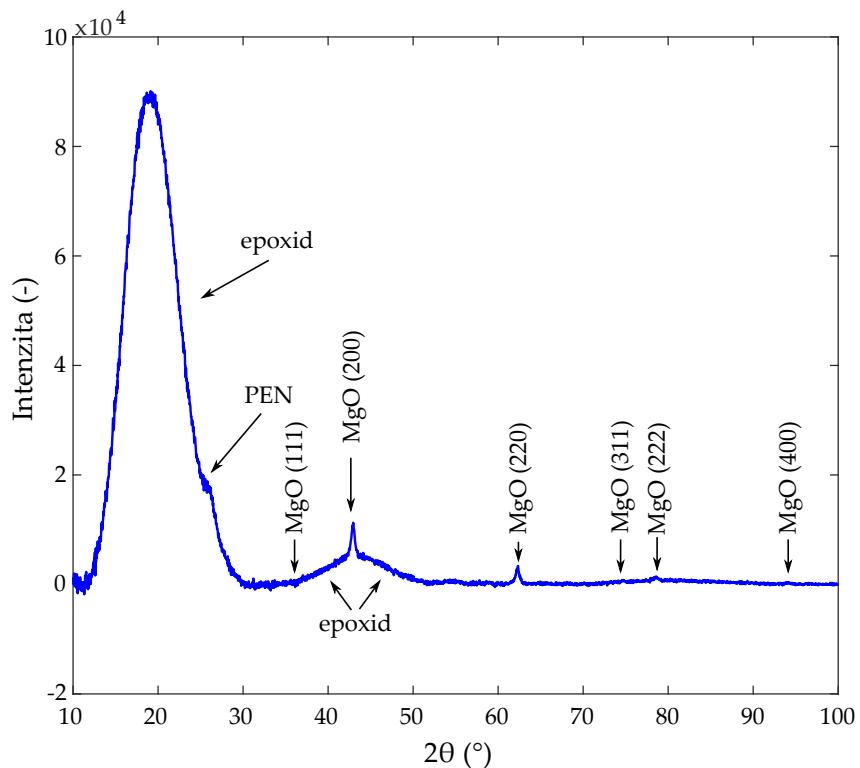
Obrázek 47: Frekvenčně-teplotní závislost složek komplexní relativní permitivity

Relaxační polarizace při nízkých teplotách lze přisuzovat lokálnímu pohybu esterových a naftalenových skupin v řetězci, které svým účinkem mírně přispívají k dielektrickým ztrátám [171]. Relaxace v oblasti vysokých teplot je způsobena Brownovým mikropohybem segmentů řetězce [172] a je úzce spjata

s teplotou skelného přechodu (T_g). Tyto pohyby způsobují konformační změny řetězce v amorfních oblastech [173], což vede k již uvedeným změnám dielektrických a mechanických vlastností. Autoři studie [174] se domnívají, že aplikací teploty vyšší než je teplota skelného přechodu, dojde ke snížení amplitudy této relaxační polarizace z důvodu snížení amorfní fáze v důsledku zvýšení stupně krystalinity materiálu, což zahrnuje další strukturální změny.

RENTGENOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA

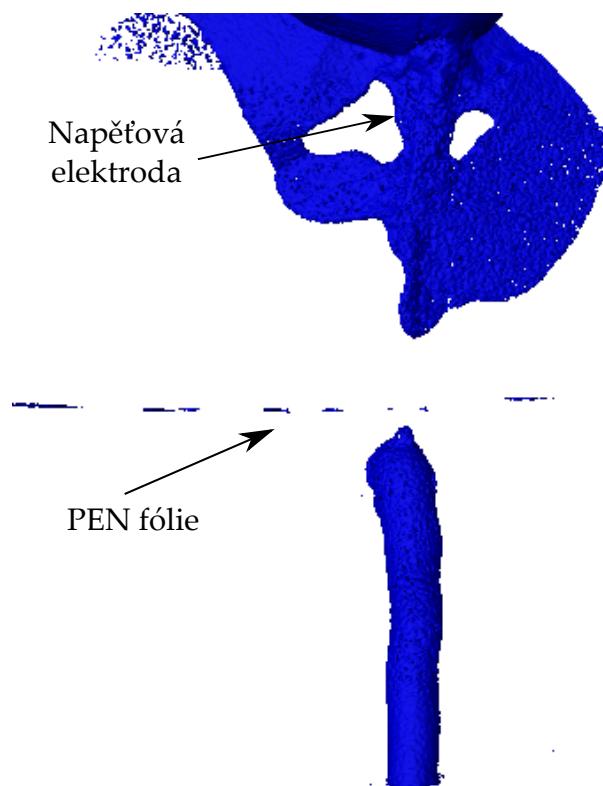
Rentgenová difrakční analýza byla provedena také pro kompozity složené z epoxidové pryskyřice s dispergovaným povrchově upraveným plnivem MgO s PEN fóliovou nosnou složkou. Z výsledků zobrazených na Obrázku 48 je nejzřetelněji viditelný rozdíl v oblasti první široké difrakce epoxidové matrice a dále také v poklesu difrakčních čar oxidu hořečnatého. Při srovnání pozice této difrakční změny se studií [175], lze rozeznat chování odpovídající biaxialnímu polyetylenu naftalátu (cca 26 stupňů ve škále difrakčních úhlů 2θ). Poklesy intenzit jednotlivých difrakcí jsou dány přítomností PEN fólie, jelikož došlo ke změnám objemových poměrů. V tomto případě tedy difraktogram na Obrázku 48 reprezentuje všechny složky navrženého nanostrukturního mikrokompozitu (*Epoxilite 3750 LV + 1% oxid hořečnatý + γ -Glycidoxypropyltrimethoxysilan + polyetylén naftalát*).



Obrázek 48: Difraktogram 3750 LV s dispergovaným MgO a nosnou složkou PEN

ANALÝZA ODOLNOSTI V SILNĚ NEHOMOGENNÍM ELEKTRICKÉM POLI

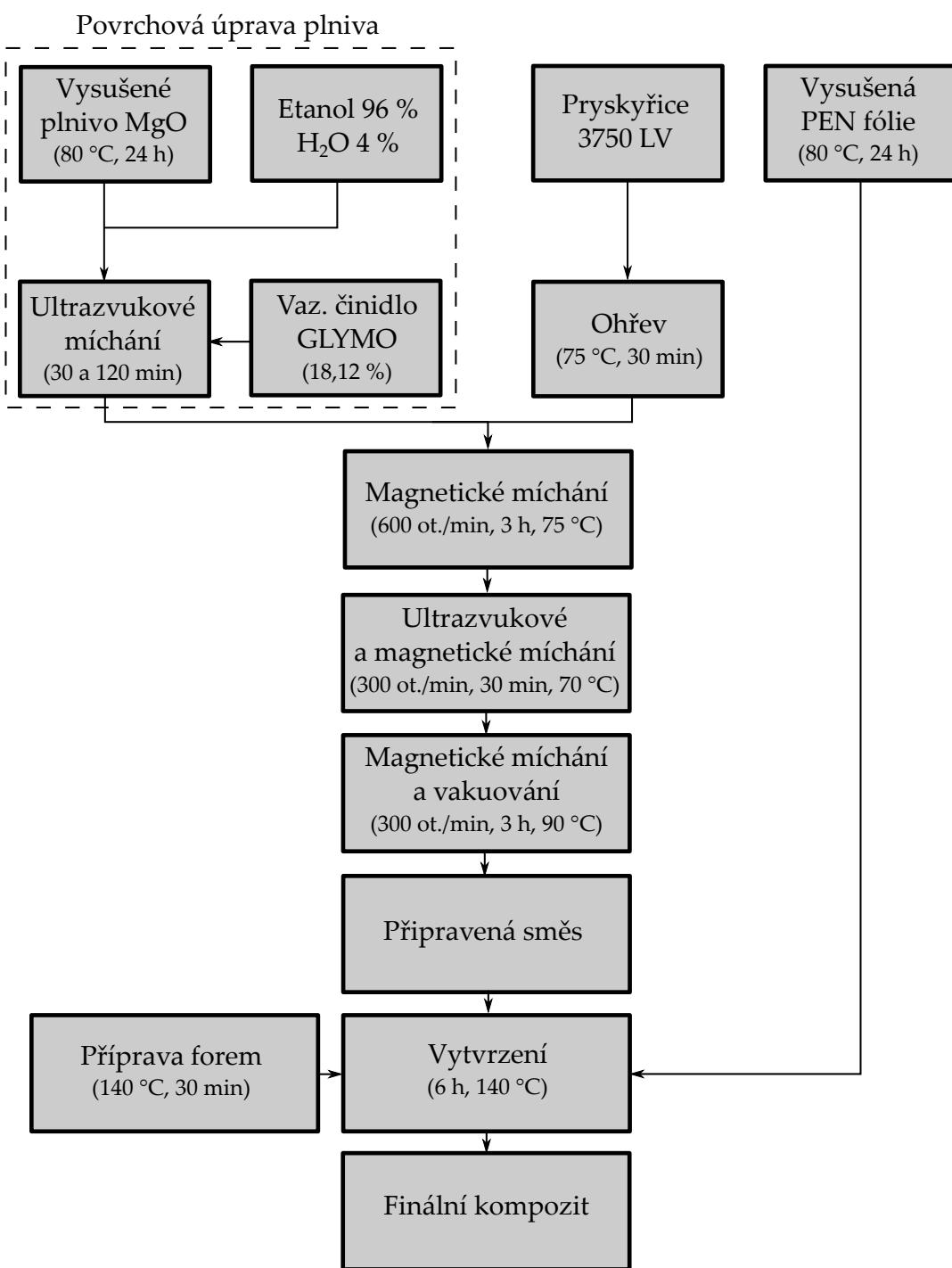
Pro doplnění kompletního srovnání byla provedena také analýza odolnosti v silně nehomogenním elektrickém poli. V tomto případě byla minimální doba do průrazu nejdelší (44,129 hodin). Celkový projev průrazného kanálku byl v tomto případě nejvíce strukturovaný, což znázorňuje Obrázek 49. Je zde patrné, že docházelo k výrazné degradaci hlavně v části nad nosnou složkou. Zajímavě působí skutečnost, že zde není viditelný průrazný kanál v části nosné složky. Tato absence průrazu indikuje fakt, že v této části je kanál znatelně menšího průřezu a není pomocí CT detekován. V námi provedené studii [176], kde byl sledován vliv nanovlákkenné netkané výztuže simulující funkci dielektrické bariéry, však tento jev nebyl pozorován. Lze se domnívat, že fóliové nosné složky přispívají ke zvýšení elektrické odolnosti kompozitu ve větší míře než vlákenné a tkané výztuže.



Obrázek 49: Vizualizace průrazného kanálu v pryskyřici s dispergovaným plnivem MgO a fólií PEN

7.4 PROCES VÝROBY FINÁLNÍHO KOMPOZITU

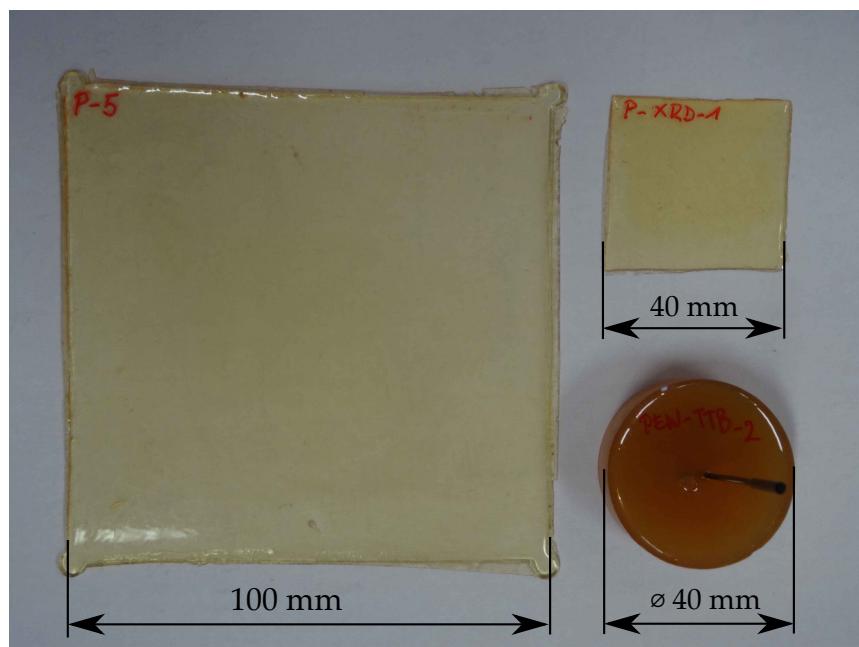
V předchozí části práce byly popsány jednotlivé složky kompozitu společně s jejich aplikačními výhodami. V této podkapitole bude pozornost věnována samotné výrobě finálního kompozitního materiálu. Proces výroby lze rozdělit do několika fází, což znázorňuje blokový diagram na Obrázku 50.



Obrázek 50: Blokový diagram pro postup výroby nanostrukturálního mikrokompozitu

Oxid hořecnatý umístěný v Petriho miskách byl vysoušen v horkovzdušné sušce společně s listy polyetylen naftalátové fólie (80 °C, 24 h) pro eliminaci vlivu vlhkosti. Epoxidová pryskyřice Epoxilite 3750 LV byla dlouhodobě skladována při teplotě 7 °C pro zajištění výrobcem uvedené trvanlivosti. Vysušené nanočástice byly přidány do roztoku 96 % etanol 4 % H₂O (10 ml) a ultrazvukově míchány (30 min). Do směsi bylo následně přidáno modifikační činidlo GLYMO (18,12 %) s opětovnou aplikací ultrazvukového míchání (2 h). Mezitím byla epo-

xidová pryskyřice zahřáta na teplotu 75 °C, čímž byla zajištěna nižší viskozita pro následné zpracování. Povrchově upravené nanočástice byly následně přidány do již zahřáté epoxidové pryskyřice a následně magneticky míchány (600 ot./min, 3 h, 75 °C). Po aplikaci ultrazvukového a magnetického míchání (300 ot./min, 30 min, 70 °C) následoval proces vakuování za sníženého magnetického míchání (300 ot./min, 3 h, 90 °C), kdy teplota 90 °C zajistila odpaření etanolu z epoxidové směsi. Ta byla poté postupně aplikována do předehřátých teflonových forem se silikonovým rámem a s fóliovou nosnou složkou. Předehřátí teflonových forem eliminuje vliv jejich povrchové vlhkosti a zajistí lepší přilnavost silikonového rámu. Značná pozornost při výrobě byla věnována zajištění homogennosti vnitřní struktury vzorku odstraněním vzniklých vzduchových bublin. Takto připravené vzorky bylo poté možno vytvrdit v horkovzdušné sušce (140 °C, 6 h). Vzorky pro různé zkoušky jsou zobrazeny na Obrázku 51.



Obrázek 51: Vzorky pro experimentální měření s rozmiery

8

DIAGNOSTICKÉ POSTUPY PRO OVĚŘENÍ VYŠŠÍ HOMOGENITY KOMPOZITU

Vyšší homogenita kompozitního izolačního systému je požadovaným parametrem v mnoha aplikačních aspektech, což vyplývá i z dříve uvedeného textu. Pro ověření vyšší homogeneity navrhovaného kompozitního materiálu, v porovnání s vybranými stávajícími třísložkovými izolačními systémy, byl navržen původní diagnostický systém, který zahrnuje zkoušky stejnosměrným i střídavým napětím. Vedle toho jsou sledovány i základní dielektrické parametry. Pro lepší přehlednost jsou porovnávané materiály značeny podle následujícího klíče:

- Epoxilite 3750 LV + MgO + GLYMO + PEN: A; červená,
- slídový kompozit se fóliovou nosnou složkou: B; modrá,
- slídový kompozit se skleněnou tkaninou: C; zelená.

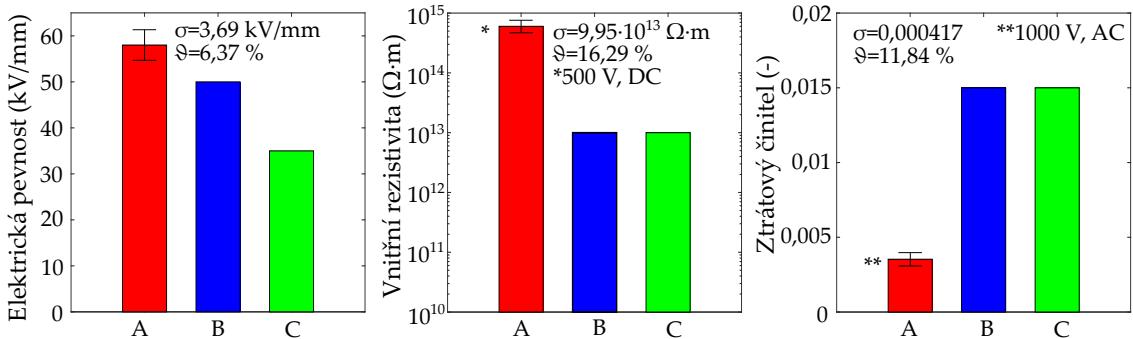
Vzhledem k tomu, že v tomto případě se již jedná o komparační výzkum, jsou v jednotlivých podkapitolách také srovnávány a diskutovány dosažené výsledky.

8.1 DIELEKTRICKÉ VLASTNOSTI

V této části práce jsou srovnány průměrné hodnoty základních dielektrických parametrů (ztrátový činitel, vnitřní rezistivita a elektrická pevnost) navrhovaného nanostrukturálního mikrokompozitu s katalogovými hodnotami běžně užívaných třísložkových izolačních systémů, které jsou uvedeny v Tabulce 1.

Všechna provedená měření probíhala v souladu s mezinárodními technickými standardy (ČSN IEC 250 [123], ČSN IEC 93 [124] a ČSN EN 60243-1 [125]) za podmínek standardního prostředí B na plochých kompozitních vzorcích ($100 \times 100 \times 1 \pm 0,1$ mm). Použitá měřicí zařízení jsou uvedena v Příloze A.

Ze srovnání na Obrázku 52 je jasné patrné, že navržený materiál svými vlastnostmi přesahuje ve všech případech uvedené katalogové hodnoty běžně používaných kompozitních materiálů. Základní statistické ukazatele (směrodatná odchylka a variační koeficient) dokládají nízkou míru variability výsledných parametrů (Příloha C).



Obrázek 52: Srovnání základních dielektrických parametrů [48,51]

8.2 INTERAKCE SE STEJNOSMĚRNÝM ELEKTRICKÝM POLEM

Jak již bylo uvedeno v předchozích kapitolách, interakce se stejnosměrným elektrickým polem vede ke značnému nabíjení dielektrických materiálů. Z tohoto důvodu bylo využito technik sledujících jak nabíjení dielektrika, tak i jeho vybíjení.

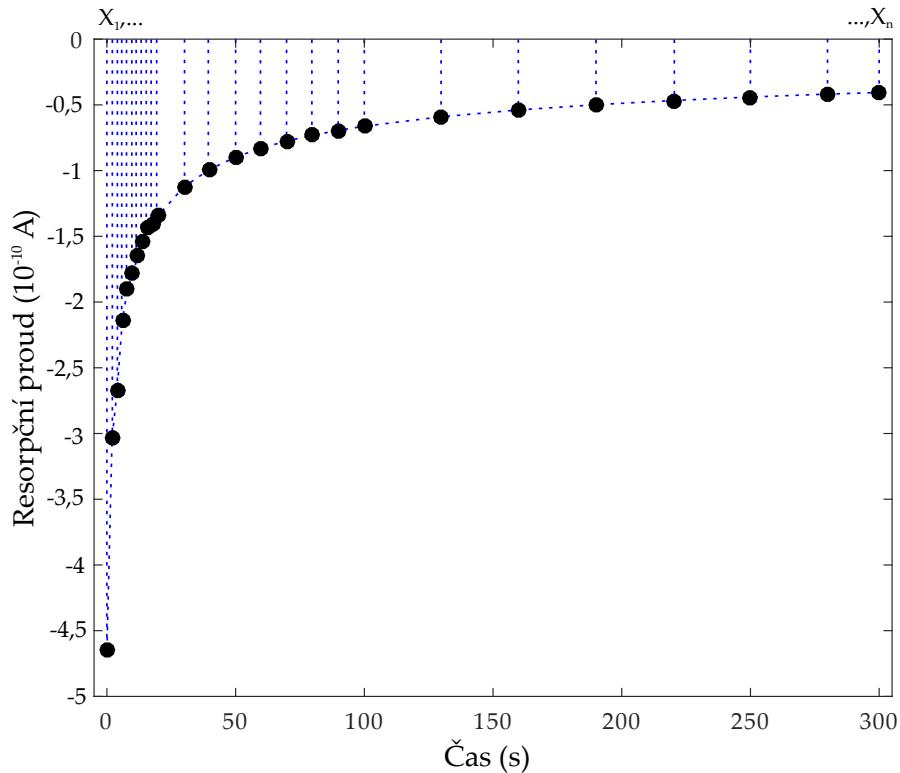
MATEMATICKÉ ZPRACOVÁNÍ RESORPČNÍCH PROUDŮ

Cílem této podkapitoly je představit metody analýzy dielektrické resorpce, které nejsou využívány v takové míře, jako již dříve uvedené redukované resorpční křivky (Kapitola 6.5). Jmenovitě se jedná o analýzu plochy nad resorpční křivkou a stanovení časové konstanty tečnou ke křivce resorpčního proudu. Tyto postupy již zmiňují autoři publikace [118] v souvislosti s analýzou dielektrické absorpce. Pro analýzu schopnosti nanostrukturálních mikrokompozitních dielektrik odvádět nahromaděný náboj však tyto techniky nebyly doposud použity.

Pro toto měření byl použit elektrometr KEITHLEY 6517A a elektrodový systém KEITHLEY 8009 Resistivity Fixture. Oba parametry byly určovány při aplikaci stejnosměrného napětí o intenzitě elektrického pole $E=1$ kV/mm, po době nabíjení $t_{ch}=3600$ s. Automatický záznam proudu byl zajištěn pomocí skriptu v programu VEE Pro. Vzorky ($100 \times 100 \times 0,2 \pm 0,05$ mm) byly před měřením zkratovány (24 h) v přípravku určeném k odvedení elektrostatického náboje (zkratovací knížka). Základní myšlenky těchto analytických postupů jsou uvedeny v následujícím textu.

Určení plochy nad křivkou

Určení plochy nad křivkou přináší informaci o schopnosti daného materiálu odvádět akumulovaný náboj, který zde byl nahromaděn vlivem napěťového působení. Skutečnost, že byl interval analýzy stanoven v rozmezí o až 300 s, umožňuje zahrnout i chování dielektrické resorpce v době těsně po odpojení od zdroje stejnosměrného napětí. Grafické znázornění matematického zpracování je ilustrováno na Obrázku 53.



Obrázek 53: Charakteristika resorpčního proudu s vyznačením lichoběžníkových oblastí

Vzhledem k tomu, že se jedná o diskrétní hodnoty ($X_1 \dots X_d$), lze plochu nad křivkou definovat pomocí několika lichoběžníků [177]. Ty jsou poté použity pro odhad integrálu dle vztahu (29)

$$\int_{X_1}^{X_n} f(x)dx \approx \sum_{i=1}^{n-1} (X_{i+1} - X_i) \cdot \frac{1}{2} \cdot [f(X_{i+1}) + f(X_i)]. \quad (29)$$

Výsledné hodnoty ploch nad křivkou resorpčního proudu získané výpočtem v softwaru OriginPro jsou uvedeny v Tabulce 6.

Tabulka 6: Srovnání ploch nad resorpční křivkou

A	B	C
$2,04 \cdot 10^{-8}$	$5,89 \cdot 10^{-8}$	$9,32 \cdot 10^{-8}$

Z výsledků je evidentní, že navržený nanostrukturální mikrokompozit má po odpojení od stejnosměrného zdroje napětí nejvyšší schopnost odvádět náboj akumulovaný ve vnitřní struktuře. Tento rozdíl lze přisuzovat náhradě silně nehomogenního rozhraní v podobě slídového papíru nanometrickým plnivem oxidu hořečnatého v optimálním hmotnostním poměru. Jeho vhodnou disperzí dojde k vytvoření mělkých elektronových pastí [178], které mohou částečně modifikovat původní energetické poměry ve vnitřní struktuře materiálu. Diference hodnot

u běžně používaných kompozitů může být dána rozdílností vlastní struktury nosné složky a její adhezí s pojivem, resp. slídovým papírem.

Určení časové konstanty tečnou

V návaznosti na provedená měření mohou být získaná data analyzována i další technikou. Sestrojením tečny ke křivce resorpčního proudu lze stanovit dle [72, 118] tzv. časovou konstantu dielektrika τ (s), která je také dána součinem odporu R_o (Ω) a kapacity C (F) dielektrika. Časové konstanty získané z tečen resorpčních proudů, které byly protnuty v softwaru OriginPro jsou srovnány v Tabulce 7.

Tabulka 7: Srovnání časových konstant

A	B	C
5,8 s	7,2 s	8,8 s

Výsledky analýzy vykazují podobný charakter, jako v předchozím případě. Lze tedy usuzovat, že rozdílnost parametrů může být způsobena stejnými příčinami.

ANALÝZA ZÁVISLOSTI VODIVOSTI NA INTENZITĚ ELEKTRICKÉHO POLE

Základem tohoto přístupu je analýza vlivu prostorového náboje na změnu J -E charakteristiky vybraných dielektrických systémů. Přítomnost prostorového náboje modifikuje rozložení vnitřního elektrického pole, což má za následek přechodnou odchylku proudové hustoty J (A/m^2) od Ohmova zákona, jak uvádějí některé již provedené studie [84, 179, 180]. Při dosažení ustáleného stavu platí, že $\text{div } J$ je rovna nule. Pro ploché paralelní elektrody lze proudovou hustotu zapsat zjednodušeně [181] jako (30)

$$J = \frac{\rho_v}{E}, \quad (30)$$

kde ρ_v ($\Omega \cdot m$) je vnitřní rezistivita dielektrika, která je dána vztahem (31)

$$\rho_v = \frac{U \cdot A}{i_v \cdot d}, \quad (31)$$

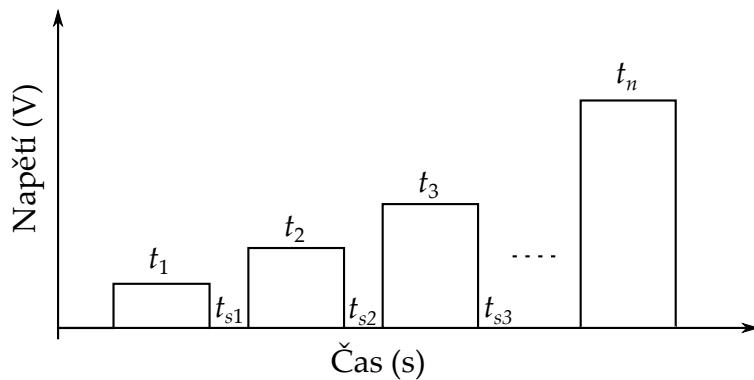
kde U (V) je přiložené stejnosměrné napětí, A (m^2) je efektivní plocha elektrod, i_v (A) je vodivostní proud v ustáleném stavu a d (m) je tloušťka dielektrika. Z podmínky kontinuity vychází, že hustota náboje ($\rho_m(x)$) se mění až do doby, než je dosaženo ustáleného stavu. Tato podmínka má přímou závislost na rozložení intenzity elektrického pole a na hustotě pohyblivé složky prostorového náboje [179] (32)

$$E \propto J [\rho_m(x)]^{-1}. \quad (32)$$

Kombinace vztahu (32) s rovnicí (11) vede k nelineární závislosti proudu na aplikované intenzitě elektrického pole. Pokud je hustota náboje rovna nule, není

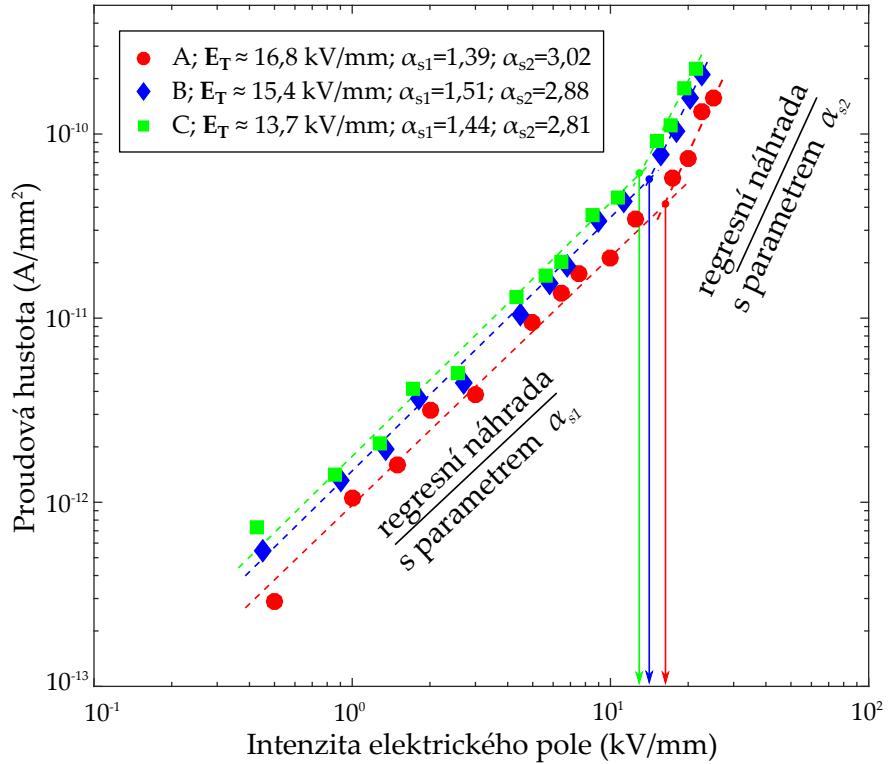
zde žádný prostorový náboj a elektrické pole je homogenní (lineární oblast Ohmova zákona) [179]. V případě, že dojde k zachycení prostorového náboje ve vnitřní struktuře materiálu, je napěťová závislost proudu závislá na rozložení úrovní jednotlivých energetických hladin uvnitř materiálu. V této fázi dojde k narušení elektrického pole, což vede ke značné změně J-E charakteristiky.

Z důvodu analýzy ustálených vodivostních proudů při vyšších napěťových úrovních muselo být modifikováno stávající měřicí pracoviště pro analýzu dielektrické absorpcie/ resorpce. Pro měření byl použit stejnosměrný zdroj KEITHLEY 248 s rozsahem 0 - 5 KV, analogový multimeter KEITHLEY 610C a námi vytvořený mosazný tříelektrodový systém (plocha měřicí elektrody $3,14 \text{ cm}^2$). Ten byl pro eliminaci vnějšího rušení umístěn ve stínícím boxu. Měření probíhalo při podmírkách Standardního prostředí B. Měřicí pracoviště je uvedeno v Příloze A. Vzorky ($40 \times 40 \times 0,2 \pm 0,05 \text{ mm}$) byly před měřením zkratovány (24 h) ve zkratovacích knížkách. Samotné měření probíhalo dle procedury znázorněné na Obrázku 54, přičemž byla dána doba nabíjení $t_n = 3600 \text{ s}$ a doba vybíjení $t_{sn} = 1200 \text{ s}$.



Obrázek 54: Diagram měřicí procedury

Jednotlivé závislosti vodivostního proudu jsou zobrazeny na Obrázku 55. Pro možnost absolutního srovnání vlastností sledovaných kompozitů jsou jednotlivé napěťové hladiny převedeny na hodnoty intenzity elektrického pole E (kV/mm). Nelineární regresní analýzou (Příloha C) byly stanoveny parametry α_{s1} a α_{s2} charakterizující pravděpodobný způsob injektovaní nosičů náboje. Mezní hodnota intenzity elektrického pole, při které dochází ke změně charakteru proudové hustoty, v tomto případě pravděpodobně vlivem proudů limitovaných prostorovým nábojem (u SCLC je $\alpha_{s2} \geq 2$ [182]), je označena jako E_T (kV/mm). Jak ukazují výsledky měření, u kompozitního materiálu bez slídového papíru došlo ke zvýšení této mezní hodnoty o několik kV/mm. Stanovení průsečíku regresních náhrad je uvedeno v Příloze C. Zajímavě působí fakt, že oblast popisovaná parametrem α_{s1} nevykazuje charakter ohmické vodivosti ($\alpha_{s1} = 1$). Výsledný vodivostní proud může být v tomto případě ovlivněn různými faktory, mezi které patří již zmíněná nehomogenní vnitřní struktura a z ní plynoucí nerovnoměrné rozložení energetických hladin, nebo nedokonale ustálený stav vodivostního proudu v době jeho odečítání.



Obrázek 55: Závislost vodivostního proudu na intenzitě elektrického pole

Ze získaných hodnot lze dále také určit pohyblivost nosičů náboje [183] μ ($\text{m}^2/(\text{V} \cdot \text{s})$) dle vztahu (33) v závislosti na materiálových vlastnostech a přiloženém elektrickém napětí

$$\mu = \frac{8 \cdot J \cdot d^3}{9 \cdot V^2 \cdot \epsilon}. \quad (33)$$

Z výsledků uvedených v Tabulce 8 je patrná mírná odlišnost v pohyblivosti nosičů náboje analyzovaných materiálů, která se po překročení mezní hodnoty začíná zvyšovat, což potvrzuje i studie [184]. Vyšší pohyblivost nosičů náboje [185] u běžně používaných materiálů je dána jejich vyšší vodivostí.

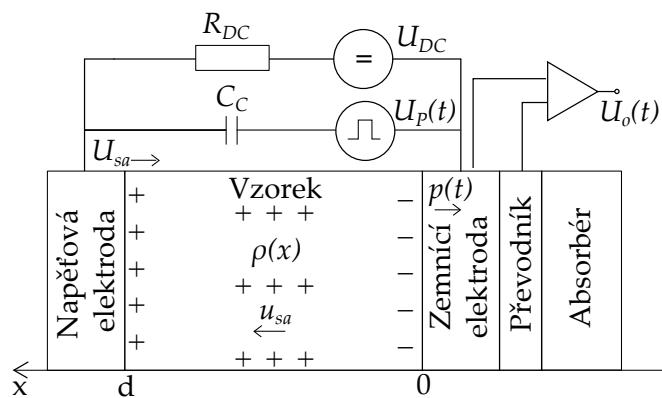
Tabulka 8: Srovnání pohyblivostí nosičů náboje

Napětí (V)	Pohyblivost nosičů náboje ($\text{m}^2/(\text{V} \cdot \text{s})$)		
	A	B	C
1000	$1,90 \cdot 10^{-15}$	$3,15 \cdot 10^{-15}$	$4,07 \cdot 10^{-15}$
2000	$1,06 \cdot 10^{-15}$	$2,51 \cdot 10^{-15}$	$2,85 \cdot 10^{-15}$
4000	$9,18 \cdot 10^{-16}$	$1,99 \cdot 10^{-15}$	$2,19 \cdot 10^{-15}$
5000	$1,28 \cdot 10^{-15}$	$2,52 \cdot 10^{-15}$	$2,88 \cdot 10^{-15}$

Je nutno zmínit fakt, že hodnoty mezní intenzity elektrického pole se sice vyskytují až za hranicí běžných provozních intenzit (<3 kV/mm [186]), ale jak již bylo uvedeno v Kapitole 6.3, v některých případech však tato intenzita elektrického pole může být několikanásobně převýšena.

ZBYTKOVÝ PROSTOROVÝ NÁBOJ

Pro sledování rozložení prostorového náboje se využívá několika metod. Z hlediska historického vývoje měření povrchového či prostorového náboje, lze zmínit první pokusy, při nichž bylo dielektrikum rozřezáno na tenké destičky. Na takto upravený materiál byl následně nanesen prášek citlivý na polaritu náboje a výsledný nahromaděný prostorový náboj byl sledován pomocí lidského zraku [72]. V současnosti jsou metody měření více sofistikované a založeny na jiných principech. Mezi nejpoužívanější metody měření prostorového náboje patří metoda laserem indukovaného tlakového pulzu – LIPP [187], metoda pulzní tlakové vlny - PWP [188], metoda tepelného pulzu - TP [189] nebo pulzní elektroakustická metoda - PEA [190], jejíž princip je znázorněn na Obrázku 56 a popsán v následujícím textu.



Obrázek 56: Schématické znázornění principu měření

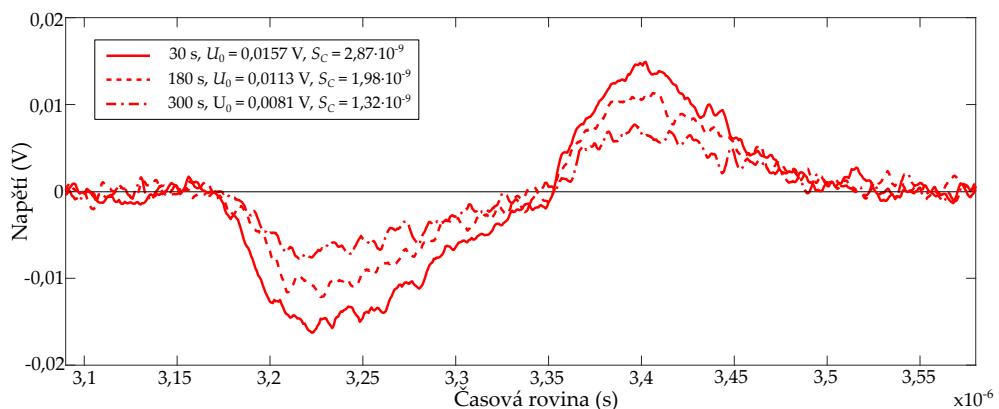
Při působení stejnosměrného napětí U_{DC} (V) na plošný vzorek, dojde k akumulaci prostorového náboje $\rho(x)$ (C/m^3) v jeho vnitřní struktuře. Přivedením vysokonapěťového pulzu $U_p(t)$ (V) na vzorek, vznikne síla $F(x)$ (N) působící na náboj dle Coulombova zákona. Důsledkem tohoto jevu je mírné vychýlení vázaných nosičů náboje ze svých pozic, což vede ke generování akustické vlny $p(t)$ (Pa), která je přímo úměrná rozložení prostorového náboje $\rho(x)$ a její rychlosť je dána akustickou rychlosťí u_{sa} (m/s) daného materiálu. Tato akustická vlna prochází dále zemnicí elektrodou až do piezoelektrického převodníku z polyvinyliden fluoridu (PVDF). Akustická vlna je tímto převodníkem převedena na napěťový signál $U_o(t)$ (V). V porovnání s PWP metodou zde neslouží piezoelektrický člen jako generátor tlakové vlny, ale jako detektor signálu [72, 191].

Takto získaný elektrický signál je zesílen a následně zobrazen na obrazovce digitálního osciloskopu. Vazební kondenzátor C_C (F) zajišťuje galvanické oddělení mezi zdrojem stejnosměrného napětí a pulzním generátorem, rezistor R_{DC} (Ω) v sérii s vysokonapěťovým obvodem způsobuje omezení proudu [72, 191].

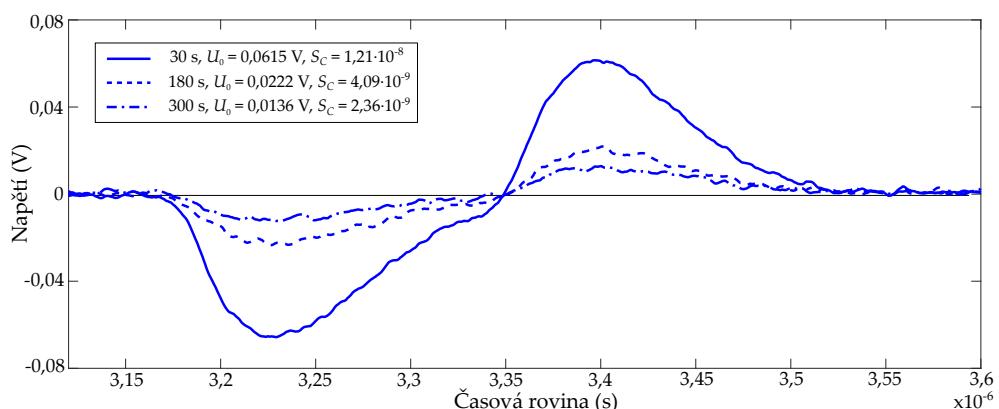
Vzhledem k vysoké pořizovací ceně tohoto zařízení byla navržena a sestavena diagnostická jednotka pracující na tomto principu. Nutno zmínit, že z důvodu nižší rozlišovací schopnosti, způsobené nevhodným pulzním zdrojem, je jednotka zatím využitelná pouze pro srovnávací měření absolutních hodnot, nikoliv

pro přesnou detekci polohy akumulovaného náboje. Samotný návrh zařízení a jednotlivých komponent je popsán v Příloze B.

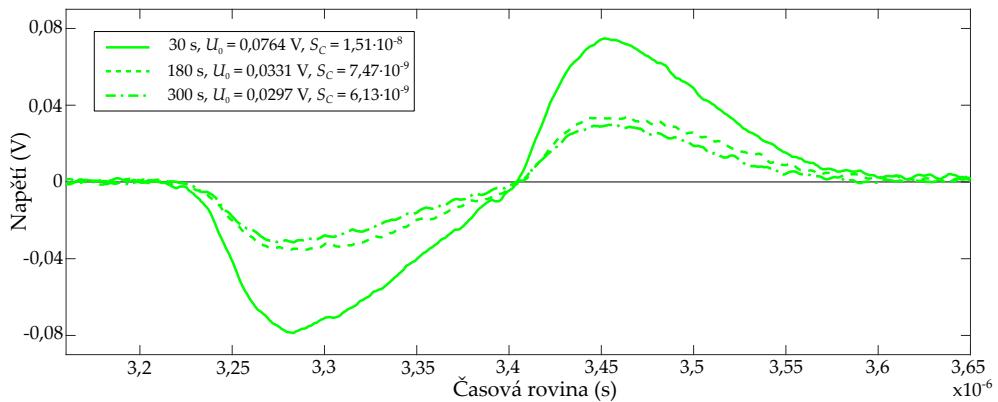
Měření probíhalo za podmínek Standardního prostředí B. Pracoviště pro měření prostorového náboje je znázorněno v Příloze A. Vzorky ($60 \times 60 \times 0,2 \pm 0,05$ mm) byly před měřením zkratovány (24 h) ve zkratovacích knížkách. K měření byl použit stejnosměrný zdroj KEITHLEY 248 s rozsahem o - 5 KV, digitální osciloskop DSO-X 2002A (70 MHz, 2 GSa/s), navržená diagnostická jednotka a pulzní zdroj DEI PVX-4110 (použitá konfigurace: 125 ns, 1kHz, 400 V). Jednotlivé vzorky byly napěťově namáhány 3600 s na hranici 17,5 kV, což je předpokládaná mezní hodnota pro akumulaci prostorového náboje navrženého nanostrukturního mikrokompozitu, která byla získána měřením v předchozí části práce. Po fázi nabíjení probíhala analýza zbytkového náboje. Vývoj jednotlivých napětí, charakterizujících odezvu akumulovaného náboje v dielektrickém materiálu po odpojení stejnosměrného elektrického pole, je znázorněn na Obrázcích 57 - 59.



Obrázek 57: Vývoj změn akumulovaného náboje při měření PEA metodou pro navržený nanostrukturní mikrokompozit



Obrázek 58: Vývoj změn akumulovaného náboje při měření PEA metodou pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou



Obrázek 59: Vývoj změn akumulovaného náboje při měření PEA metodou pro běžně užívaný materiál s pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

Po odpojení od zdroje stejnosměrného napětí došlo k reverzaci napěťových špiček. Dle jejich polarity [192] lze usuzovat, že se jedná o tzv. homo-náboj, který byl již zmíněný v Kapitole 4. Z výsledků měření je patrné, že navržený nanostrukturální mikrokompozit vykazuje větší odolnost vůči akumulaci náboje v jeho vnitřní struktuře, což potvrzuje úroveň amplitudy v čase 30 s.

Pro možnost dalšího porovnání byla provedena analýza absolutní plochy výstupního signálu, která je uvedena v legendách jednotlivých grafů. Hlavním srovnávacím parametrem je ale již zmíněná amplituda napěťového signálu. Jak již bylo uvedeno, z důvodu nízké rozlišovací schopnosti se jedná pouze o srovnávací měření. Toto měření však svým charakterem odpovídá výsledkům prezentovaným u analýzy resorpčních proudů.

8.3 INTERAKCE SE STŘÍDAVÝM ELEKTRICKÝM POLEM

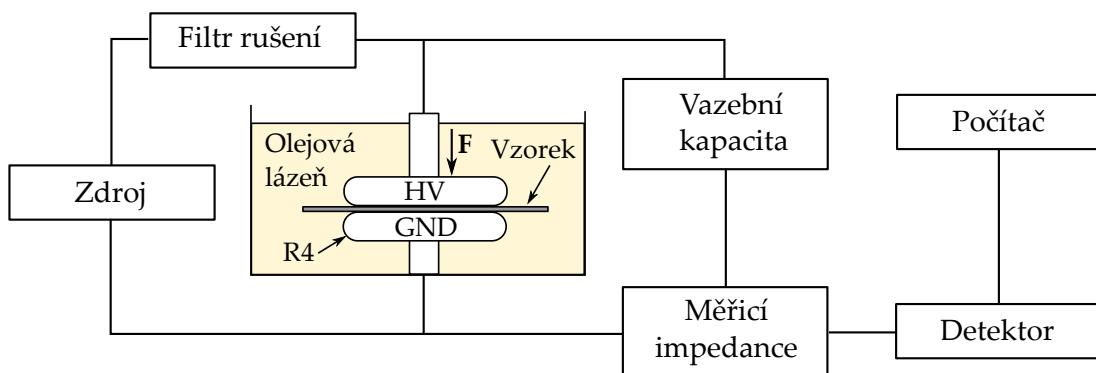
S přihlédnutím k potenciálnímu využití navrženého nanostrukturálního mikrokompozitu je nutné charakterizovat jeho chování i v interakci se střídavým elektrickým polem. V návaznosti na téma disertační práce lze pro posouzení vyšší úrovně homogeneity využít analýzu částečných výbojů a širokopásmovou dielektrickou spektroskopii, díky které lze pozorovat nejen frekvenčně-teplotní závislosti, ale také určit relaxační konstanty z $\epsilon'' = f(\epsilon')$ diagramů.

ANALÝZA ČÁSTEČNÝCH VÝBOJŮ

Jak již bylo uvedeno v dřívějším textu, při výrobě či mechanickém namáhání mohou v izolačním materiálu vznikat nehomogenity vyplněné vzduchem. Tyto defekty mohou přispívat svým charakterem k vnitřní výbojové činnosti. Z tohoto důvodu je analýza částečných výbojů vhodným nástrojem pro ověření úrovně vnitřní homogeneity izolačních systémů, resp. nástrojem pro vzájemné porovnání.

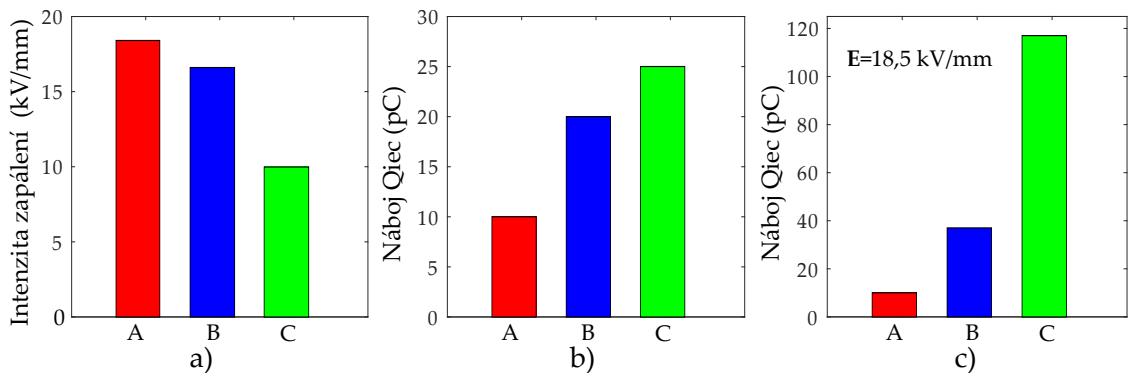
Obecně je výboj definován jako částečné přemostění izolace mezi dvěma vodiči s různým potenciálem a jsou důsledkem lokálního elektrického namáhání [118, 199]. Podle Paschenova zákona nedochází k přeskoku při stejné hodnotě působícího napětí ve všech dutinkách současně. Přeskok je závislý především na velikosti jednotlivých dutinek [200]. Při průrazu se molekuly vzduchu rozpadnou na kladné a záporné ionty. Takto vzniklé elementy se pohybují v elektrickém poli opačným směrem, až do okamžiku, než se svým pohybem dostanou na stěnu dutinky. To má za následek nahromadění náboje a vznik vnitřního elektrického pole opačné polarity, než má vnější elektrické pole. K výbojům dochází až do doby, než se na stěnách vytvoří tak velký náboj, že napětí dutinky klesne pod hodnotu zhášecího napětí PD_{EV} (kV) [195]. V případě, že nedojde ke zvýšení napětí vnějšího elektrického pole, náboj na dutince se zmenšuje a napětí na dutince roste. V případě dosažení zapalovacího napětí PD_{IV} (kV) dojde opět k výbojové činnosti. Rychlosnížení náboje akumulovaného na dutince závisí na povrchovém odporu dutinky a vnitřním odporu izolantu. Pokud ale zvýšíme hodnotu napětí vnějšího elektrického pole, dojde ke zvýšení hodnoty zapalovacího napětí a počátku výbojové činnosti [118, 195].

Vzorky ($60 \times 60 \times 0,2 \pm 0,05$ mm) byly pro eliminaci povrchových výbojů, které by mohly energeticky překrýt vnitřní výbojovou aktivitu [201, 202], ponořeny do olejové lázně a přitlačeny konstantní silou F (N) pomocí speciálního elektrodrového přípravku. K měření byl použit vysokonapěťový zdroj High Volt ≤ 200 kV, vazební kondenzátor LDIC 1000 pF $\pm 10\%$, měřicí impedance LDM-5/U 50Ω , měřicí a vyhodnocovací zařízení PD Smart, kalibrátor pulzů LDC-5/S3 a elektrody se zaoblenou hranou omezující vliv korónových výbojů. Měřicí pracoviště je uvedeno v Příloze A. Experimentální měření bylo provedeno použitím globální metody měření v souladu s normou ČSN EN 60270 [196] v zapojení s paralelní měřicí impedance (Obrázek 60).



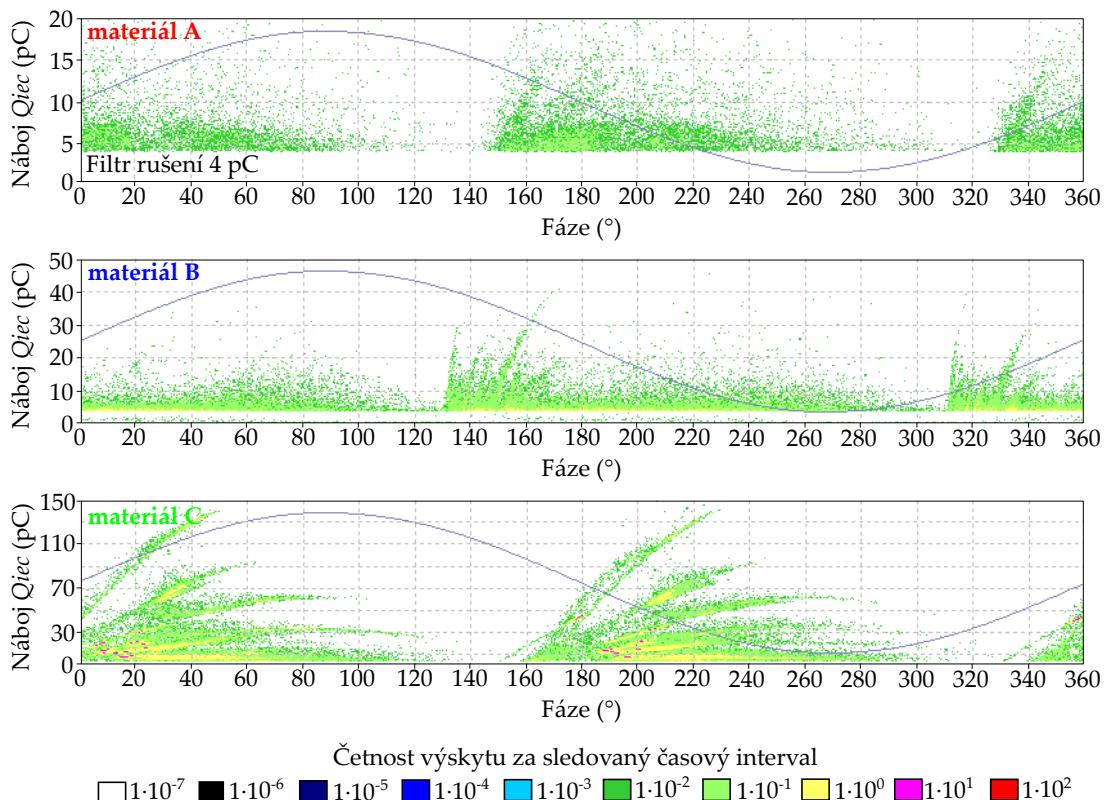
Obrázek 60: Schématické znázornění principu měření [197]

Pro lepší možnost porovnání bylo pro potřeby této práce zapalovací napětí PD_{IV} nahrazeno intenzitou zapálení E_{PDIV} (kV/mm). Hodnoty náboje Q_{iec} (pC) stanovené při intenzitě zapálení byly odečteny v čase ustálení (1 min). V návaznosti na výsledky měření E_{PDIV} byla stanovena srovnávací hodnota intenzity elektrického pole na 18,5 kV/mm. Výsledky sledovaných parametrů jsou znázorněny na Obrázku 61.



Obrázek 61: Analýza částečných výbojů - a) zapalovací intenzita elektrického pole, b) náboj při zapálení částečných výbojů, c) náboj při stanovené hodnotě intenzity elektrického pole 18,5 kV/mm

Z výsledků je jasné patrné, že v případě srovnání nábojů na intenzitě 18,5 kV/mm je pro navržený kompozit hodnota náboje Q_{iec} o 27 pC nižší v porovnání s kompozitním materiélem obsahujícím PET fólii a o 107 pC nižší než v případě kompozitu se skleněnou tkaninou. Charakter výbojové činnosti při intenzitě 18,5 kV/mm je znázorněna formou fázově rozložených diagramů částečných výbojů (Obrázek 62).

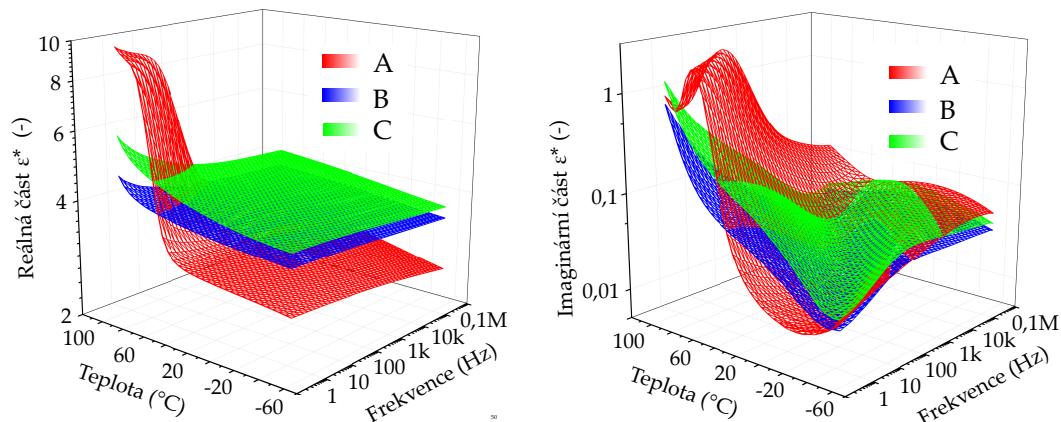


Obrázek 62: Fázově rozložené diagramy částečných výbojů při 18,5 kV/mm

Z nich je zřejmé že se jedná o vnitřní částečné výboje. Rozdílnost výbojové činnosti lze přičíst právě silné nehomogenitě vnitřní struktury, případně nedokonalé adhezi mezi jednotlivými částmi běžně používaných kompozitních materiálů. Zde mohou vzniknout drobné, plynem plněné, oblasti již při samotném procesu výroby izolačního systému [198–200]. Postupným zvyšováním přiloženého napětí byla u navrženého nanostrukturního mikrokompozitu zjištěna téměř lineární závislost aktivity částečných výbojů, což dokazuje rekonstruovaný graf napěťové závislosti náboje Q_{ieC} uvedený v Příloze C.

ŠIROKOPÁSMOVÁ DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

Pro charakteristiku teplotně-frekvenčních závislostí bylo provedeno i měření pomocí širokopásmové dielektrické spektroskopie. Tyto výsledky neposkytují přímo srovnání z hlediska vnitřní homogenity systémů, ale přináší přehled o chování navrženého nanostrukturního kompozitu v závislosti na frekvenci a teplotě, což může být dalším důležitým aspektem pro jeho potenciální využití v praxi. Výsledky složek komplexní relativní permitivity jsou srovnány na Obrázku 63.



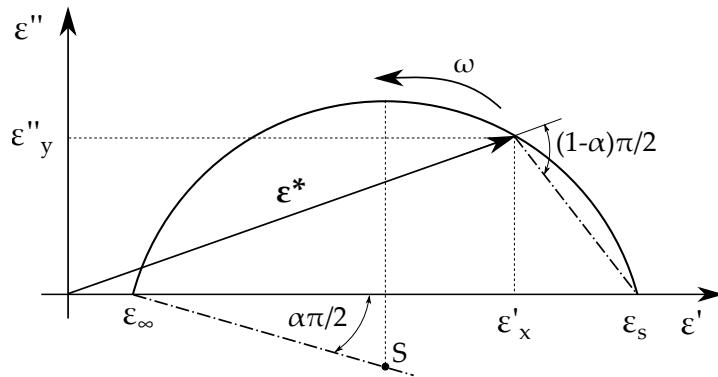
Obrázek 63: Frekvenčně-teplotní závislost složek komplexní relativní permitivity

Z nich je patrné, že navržený nanostrukturní mikrokompozit vykazuje stabilitu reálné složky komplexní relativní permitivity v oblasti nižších teplot a ve většině frekvenčního spektra. Mírný nárůst v oblasti nízkých frekvencí a vyšších teplot lze přisuzovat charakteru použité epoxidové pryskyřice. Avšak při porovnání s výsledky, které jsou prezentovány v Kapitole 7, je zde viditelné marnatní zlepšení sledovaných parametrů z důvodu přidání jednotlivých složek do základního materiálu. V případě ztrátového čísla lze pozorovat, že se jednotlivé plochy křivek z velké míry překrývají.

Pro stanovení a srovnání relaxačních konstant hodnocených materiálů byly vytvořeny z výše prezentovaných výsledků širokopásmové dielektrické spektroskopie diagramy závislostí reálné a imaginární části komplexní relativní permitivity ve frekvenčním rozsahu [72]. Obecně je vhodné sledovat proces dielektrické relaxace v oblasti nízkých teplot, kde jsou tyto jevy výraznější a snáze zaznamenatelné [203]. V případě, že se jedná od ideální dielektrikum, nastává v něm pouze jeden polarizační mechanismus, který popisuje tzv. Deyeova rovnice [204](34)

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + j \cdot \omega \cdot \tau}, \quad (34)$$

kde ϵ_s (-) je statická relativní permitivita, ϵ_∞ je optická permitivita a τ (s) je teplotně závislá relaxační doba. V případě jednoho polarizačního mechanismu platí, že tvar diagramu je kruhový (Obrázek 64) a je často uváděn pod názvem Cole-Cole diagram [205].



Obrázek 64: Cole-Cole diagram s vyznačenými parametry [203]

V reálném dielektrickém materiálu však dochází k vodivostním jevům a mnoha skupinám polarizačních mechanismů. To vede k částečné deformaci kruhového tvaru diagramu. Mezi nejznámější, takto deformované diagramy, patří Cole-Davidson [206] nebo Havriliak-Negami [207] diagram. Komplexní relativní permitivita je v níže uvedených případech určována podle Havriliak-Negamiho rovnice (35), která blíže odpovídá skutečným naměřeným hodnotám, než již dříve uvedená ideální Debbyeho rovnice (34)

$$\epsilon^* = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{(1 + (j \cdot \omega \cdot \tau)^{1-\alpha})^\beta}, \quad (35)$$

kde α (-) je parametr, který charakterizuje šířku relaxačního spektra ($0 < \alpha < 1$) a β (-) je parametr charakterizující asymetrii disperzní křivky ($0 < \beta < 1$). Reálná a imaginární složka komplexní relativní permitivity může být dále určena dle následujících vztahů (36) a (37)

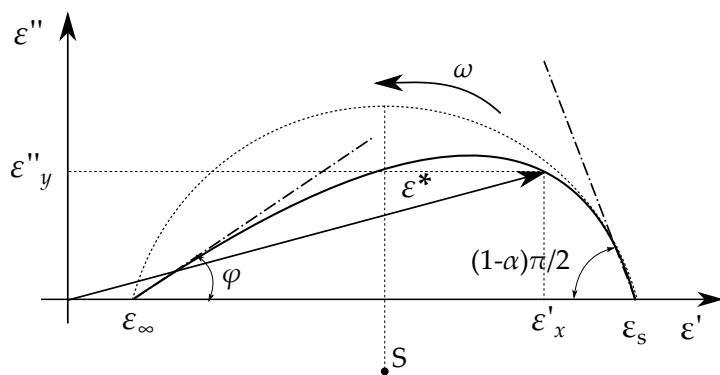
$$\epsilon' = \epsilon_\infty + (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \cdot \frac{\cos(\beta \cdot \varphi)}{\left[1 + 2 \cdot \omega^\alpha \cdot \tau^\alpha \cdot \cos\left(\frac{\alpha \cdot \pi}{2}\right) + \omega^{2 \cdot \alpha} \cdot \tau^{2 \cdot \alpha}\right]^{\frac{\beta}{2}}} \quad (36)$$

$$\epsilon'' = (\epsilon_\infty - \epsilon_s) \cdot \frac{\sin(\beta \cdot \varphi)}{\left[1 + 2 \cdot \omega^\alpha \cdot \tau^\alpha \cdot \cos\left(\frac{\alpha \cdot \pi}{2}\right) + \omega^{2 \cdot \alpha} \cdot \tau^{2 \cdot \alpha}\right]^{\frac{\beta}{2}}}, \quad (37)$$

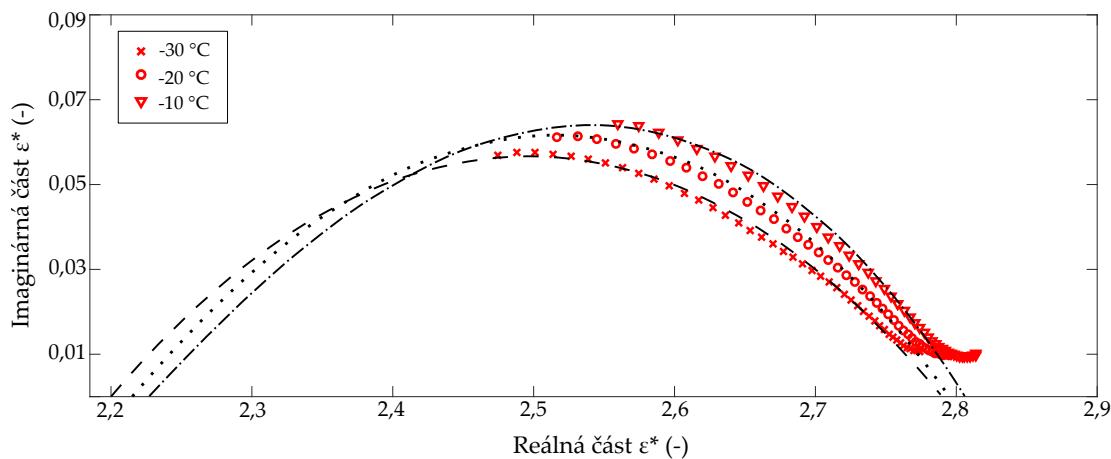
kde φ (rad) je úhel tečny ke křivce modifikovaného diagramu a je určován dle vztahu (38) [208, 209]

$$\varphi = \arctan \cdot \frac{\omega^\alpha \cdot \tau^\alpha \cdot \sin\left(\frac{\alpha \cdot \pi}{2}\right)}{1 + \omega^\alpha \cdot \tau^\alpha \cdot \cos\left(\frac{\alpha \cdot \pi}{2}\right)}. \quad (38)$$

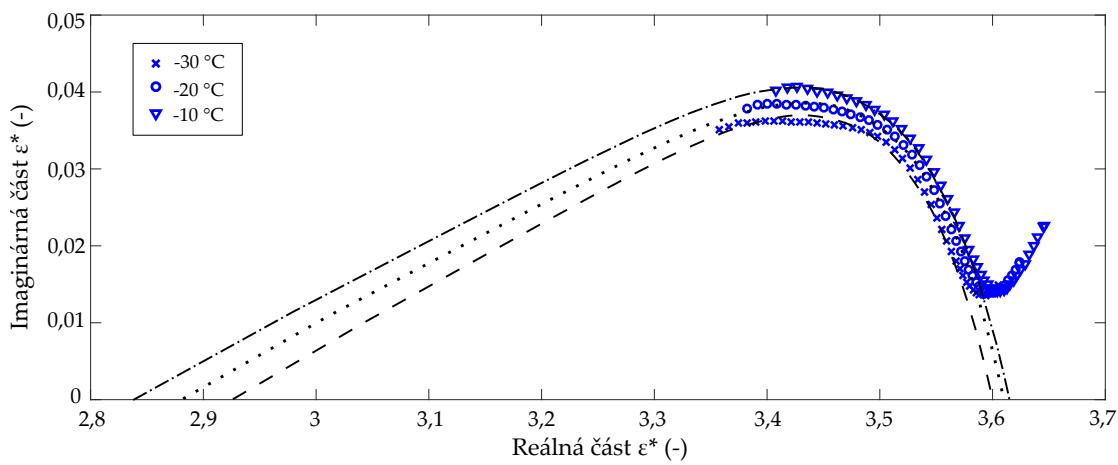
Výše uvedené parametry jsou znázorněny v Havriliak-Negamiho diagramu na Obrázku 65. Jednotlivé měřené a odhadované křivky jsou zobrazeny na $\epsilon''=f(\epsilon')$ diagramech (Obrázky 66-68) pro studované materiály a teploty (-30, -20 a -10 °C). Ověření odhadu křivek modifikovaných $\epsilon''=f(\epsilon')$ diagramů je uvedeno v Příloze C.



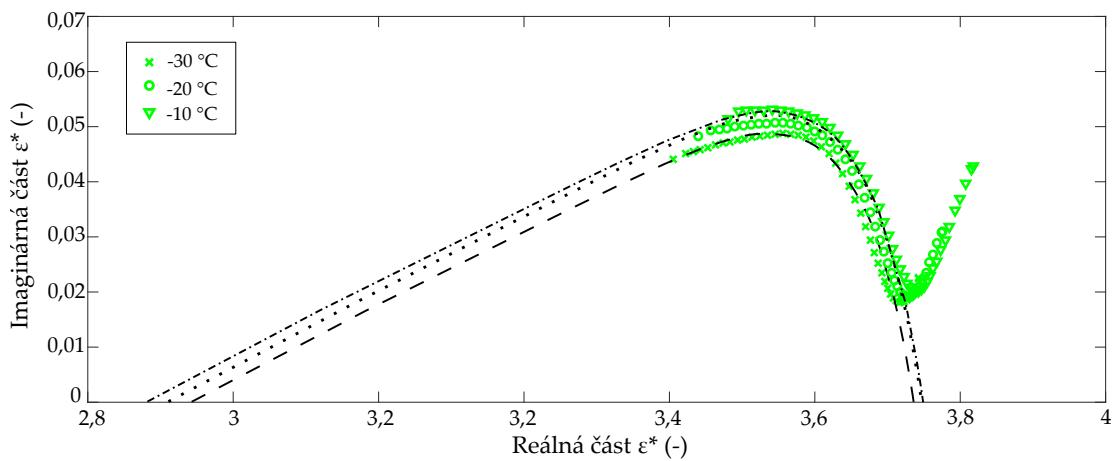
Obrázek 65: Havriliak-Negamiho diagram s vyznačenými parametry [208, 210]



Obrázek 66: $\epsilon''=f(\epsilon')$ diagram pro navržený nanostrukturní mikrokompozit



Obrázek 67: $\epsilon''=f(\epsilon')$ diagram pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou



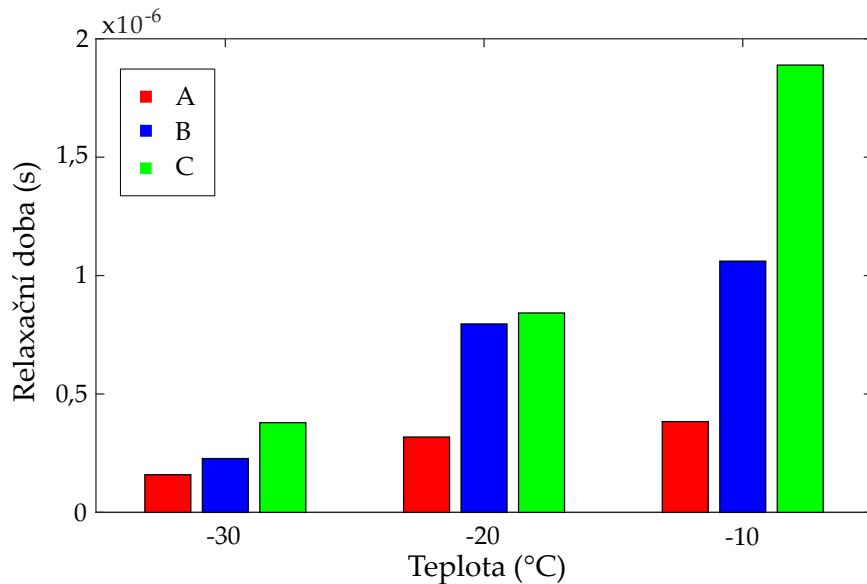
Obrázek 68: $\epsilon''=f(\epsilon')$ diagram pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

Proložením měřených hodnot křivkou dle výše uvedených rovnic byly získány hodnoty statické a optické relativní permitivity a parametrů α , β a τ . Jednotlivé parametry jsou zobrazeny v Tabulce 9.

Tabulka 9: Parametry charakterizující dielektrickou relaxaci

Teplo	α (-)	β (-)	τ (s)	ϵ_s (-)	ϵ_∞ (-)	Materiál
-30 °C	0,2435	0,975	$1,591 \cdot 10^{-7}$	2,79	2,2	A
	0,385	0,135	$2,274 \cdot 10^{-7}$	3,6	2,92	B
	0,464	0,0901	$3,789 \cdot 10^{-7}$	3,945	2,93	C
-20 °C	0,283	0,832	$3,183 \cdot 10^{-7}$	2,795	2,215	A
	0,386	0,127	$7,958 \cdot 10^{-7}$	3,61	2,87	B
	0,475	0,0902	$8,421 \cdot 10^{-7}$	3,947	2,9	C
-10 °C	0,301	0,69	$3,835 \cdot 10^{-7}$	2,811	2,205	A
	0,385	0,126	$1,061 \cdot 10^{-6}$	3,615	2,83	B
	0,478	0,0872	$1,889 \cdot 10^{-6}$	3,949	2,865	C

Z výsledného zobrazení $\epsilon''=f(\epsilon')$ diagramů jsou patrné jevy spjaté s Maxwell-Wagnerovou polarizací v oblasti nízkých frekvencí. Tyto děje jsou s největší pravděpodobností způsobeny vlivem rozhraní mezi matricí, nosnou složkou a plnivem [211]. Při porovnání výsledků je viditelné, že u navrženého nanostrukturálního mikrokompozitu je tento jev minimální. Z vyobrazených diagramů je patrné, že u běžně používaných materiálů dochází k většemu množství polarizačních dějů, což symbolizuje míra jejich deformace. Z naměřených výsledků je také patrné, že vlivem zvyšující se teploty dochází k nárůstu relaxačních časů (Obrázek 69), přičemž toto zvýšení je nejmarkantnější v případě materiálu s skleněnou nosnou složkou.



Obrázek 69: Závislost relaxačních dob na teplotě

PŘÍNOSY DISERTAČNÍ PRÁCE

JEDNÍM z hlavních cílů disertační práce byl **návrh nového izolačního systému** s vyšší úrovní homogeneity jeho vnitřní struktury, který bude svými základními dielektrickými vlastnostmi srovnatelný s běžně používanými třísložkovými systémy. K jeho splnění, a i ke splnění ostatních cílů, bylo postupováno dle několika rovin, které jsou společně s přínosy práce uvedeny v následujícím textu.

Z rešeršního základu, zpracovaného v **úvodu do problematiky** a z definice **současných problematických aspektů** (**Kapitola 1**) kompozitních izolačních systémů, mohl být proveden výběr základních složek nového izolačního systému. Vzhledem k rozměrovým rozdílnostem jednotlivých použitých složek se jedná o tzv. **nanostrukturální mikrokompozit**, kombinující prvky mikromentrických a nanometrických rozměrů.

Stěžejním přínosem disertační práce je samotná **syntéza nanostrukturálního mikrokompozitu** (**Kapitola 7**). Navržený nanostrukturální mikrokompozit se skládá z epoxidové matrice Epoxilite 3750 LV, oxidu hořečnatého s **vlastní technologií povrchové úpravy** a z fóliové nosné složky z polyetylen naftalátu. Vlastní povrchová úprava plniva je provedena pomocí γ -glycidoxypyropyltrimethoxysilanu, který **zvyšuje schopnost mísitelnosti** anorganického plniva v epoxidové matrici, což je **diskutováno na fyzikálně-chemickém základu**. Kombinace jednotlivých komponent zajišťuje výslednému materiálu velice dobré dielektrické vlastnosti ($\tg \delta$ v řádu 10^{-3} , ρ_v v řádu $10^{14} \Omega \cdot \text{m}$ a $E_p=58 \text{ kV/mm}$) dle **mezinárodních technických standardů**. Nutno dodat, že použitá pryskyřice je **bezrozpuštědlová** a tedy šetrnější k životnímu prostředí.

Ve fázi návrhu nanostrukturálního kompozitu byl pro analýzu jednotlivých složek **definován první původní diagnostický systém** (**Kapitola 6**). Tento diagnostický systém charakterizuje jednotlivé složky a jejich vliv na celkové vlastnosti kompozitu. V této části práce lze nalézt několik původních výsledků, které jsou přínosem předložené disertační práce.

Mezi ty nejzásadnější patří **charakteristika dielektrických vlastností oxidu hořečnatého** nanometrických rozměrů za použití širokopásmové dielektrické spektroskopie. Tento originální výsledek může být dále využit např. u analytických výpočtů při návrhu nových kompozitních dielektrických systémů.

Velmi cenným výstupem předložené disertační práce je také představení vlastní teorie, založené na **vazbě mezi úrovní disperze plniva v polymerním základu a dielektrickou odezvou napětí a proudů**. Bylo dokázáno, že přidání výše uvedeného vazebného činidla během procesu výroby vedlo ke zlepšení sledovaných dielektrických parametrů u metody napěťové odezvy, resp. její prodloužené verze a metody redukovaných resorpčních křivek. Přítomnost vazebného činidla byla dále ověřena pomocí rentgenové difrakční analýzy. Provedená měření vykazují velmi příznivou shodu výsledků. Nutno podotknout, že se jedná o výsledky získané ve **spolupráci s Technickou a hospodářskou univerzitou v Budapešti** a vzájemné porovnání těchto dvou diagnostických postupů bylo realizováno vůbec poprvé. Dalším přínosem této myšlenky je **nízká cena instrumentálního vybavení** v porovnání s cenou robustních vizualizačních přístrojů. Mírnou nevýhodou může být fakt, že není možné určit konkrétní míru disperze plniva, jako u konvenčních zobrazovacích technik, ale jen její úroveň.

Důležitým faktorem, který vyplývá z textu disertační práce, je nutnost dokonalého technologického provedení kompozitního izolačního systému. Pomocí zjednodušených **simulačních výpočtů (Kapitola 4)** bylo ilustrováno, jakým způsobem mohou technologické nedokonalosti přispívat k nerovnoměrnému elektrickému namáhání. To je vedle teploty jeden z nejzásadnějších degradačních faktorů. Vedle zmíněných výsledků byl znázorněn také **vliv prostorového náboje** v závislosti na jeho typu, poloze a úrovni. Za přínosné lze tedy považovat doporučení, že úroveň vnitřní homogeneity je důležitým parametrem, který by neměl být opomíjen již při samotném návrhu izolačního systému.

Pro ověření vyšší úrovně vnitřní homogeneity navrženého nanostrukturálního kompozitu byl definován **druhý originální diagnostický systém (Kapitola 8)**. Jednotlivé diagnostické postupy byly voleny tak, aby charakterizovaly chování materiálu, v co nejširším spektru vlastností a v návaznosti na teoretické poznatky o **chování dielektrických systémů v interakci s vnějším elektrickým polem (Kapitoly 3 a 4)**. Přínosem disertační práce je představení a experimentální ověření původního souboru zkoušek stejnosměrným a střídavým napětím.

Výsledky vybraných měření byly dále **matematicky zpracovány** pro získání dalších důležitých parametrů, mezi něž patří například relaxační konstanty, pohyblivosti nosičů náboje nebo plochy nad resorpční křivkou. V souvislosti s řešenou problematikou byla navržena a sestavena **diagnostická jednotka pro sledování akumulovaného náboje (Příloha B)**, která je však zatím použitelná pouze pro srovnávání absolutních hodnot výstupního signálu z důvodu nevhodného pulzního zdroje. Pro potřeby této práce se však jedná o dostatečný parametr. Navržený nanostrukturální mikrokompozit byl využitím všech diagnostických metod **porovnán s běžně dostupnými izolačními systémy**, složenými z rekonstruované slídy ve formě papíru, novolak-epoxidové matrice a tkané, resp. fóliové nosné složky. Výsledky, jenž byly získány experimentálním měřením dokazují, že zde **existuje možnost eliminace slídového papíru** za současného zlepšení některých elektrických vlastností.

Za původní lze v předložené práci považovat:

- stanovení původního diagnostického systému pro návrh, syntézu a charakterizaci nanostrukturálního mikrokompozitu,
- syntéza nanostrukturálního mikrokompozitu s vhodnou nosnou složkou a optimálním stupněm plnění,
- precizace procesu povrchové úpravy nanoplchniva a samotné výroby vzorků,
- představení teorie vlivu úrovně disperze plniva na dielektrickou odezvu napětí a proudu,
- návrh a konstrukce diagnostické jednotky pro sledování akumulovaného náboje,
- stanovení původního diagnostického systému pro ověření vyšší úrovně vnitřní homogenity s využitím matematického zpracování sledovaných fено menologických signálů,
- experimentální verifikace správnosti navržených postupů a diagnostických metod.

ZÁVĚR

PŘEDLOŽENÁ disertační práce se zabývá návrhem nového třísložkového dielektrika a studiem interakcí nehomogenního dielektrika s vnějším elektrickým polem. Právě nehomogenní struktura běžně používaných kompozitních materiálů přispívá k jeho nerovnoměrnému napěťovému namáhání, což je vedle teploty jeden z nejzáhadnějších degradačních faktorů.

Na rozdělení kompozitních izolačních systémů lze nahlížet z několika možných pohledů. Uvažujeme-li velikost jejich dílčích komponent, lze je charakterizovat předponami makro-, mikro-, či nano-, jak již bylo definováno v Kapitole 1. V předložené disertační práci je představen návrh a následná diagnostika nového třísložkového nanostrukturálního mikrokompozitu s využitím originálního souboru diagnostických postupů.

Základ navrženého materiálu tvoří bezrozpuštědlová epoxidová pryskyřice Epoxilite 3750 LV, která je v průmyslu běžně využívána k impregnaci točivých strojů především díky nízké viskozitě a silné vazebné pevnosti. Plnivem je oxid hořečnatý, přičemž optimální hmotnostní poměr byl stanoven experimentálními zkouškami na jedno hmotnostní procento. Jedná se o jednoduchý oxid s nejvyšší vnitřní rezistivitou z běžně používaných oxidů. Jako nosná složka a zároveň také jako dielektrická bariera byla použita polyetylen naftalátová fólie, která ve většině důležitých aspektů předčí běžně používanou polyethylen tereftalátovou fólii. Během samotné syntézy nanostrukturálního mikrokompozitu bylo použito několik diagnostických postupů pro charakteristiku jeho jednotlivých složek. Přinosem pro vědní obor je stanovení frekvenčně-teplotní závislosti složek komplexní relativní permitivity samotného oxidu hořečnatého.

V předložené disertační práci je vedle studia základních dielektrických parametrů věnována pozornost hlavně novým diagnostickým technikám, jejich modifikacím a z nich vyplývajícím souvislostem. Jedná se zejména o analýzu vlivu povrchové úpravy nanoplнiva. Bylo dokázáno, že povrchová úprava má vliv na proudovou a napěťovou odezvu dielektrika, což lze přisuzovat zvýšení úrovně disperze částic v polymerním základu. Tato elektrická měření mohou být realizována za zlomek ceny v porovnání se standardními technikami. Nutno dodat, že tyto unikátní výsledky byly dosaženy v rámci mezinárodní spolupráce s Technickou a hospodářskou univerzitou v Budapešti a Žilinskou univerzitou v Žilině, přičemž autor práce je hlavním iniciátorem této myšlenky.

Samotný navržený nanostrukturální mikrokompozit byl také podroben souboru vybraných elektrických zkoušek. Ze zkoušek stejnosměrným napětím lze uvést analýzu závislosti vodivostních proudů na úrovni přiloženého napětí, matematické zpracování resorpčních proudů a měření zbytkového náboje. Zkoušky

střídavým napětím charakterizovaly výbojovou činnost dielektrika a frekvenčno-teplotní závislosti a z nich určované parametry. Tyto zkoušky byly doplněny o analýzu základních dielektrických vlastností (ztrátový činitel, vnitřní rezistivita a elektrická pevnost). Všechny výše uvedené zkoušky byly pro možnost srovnání provedeny i pro dva zástupce běžně užívaných třísložkových systémů. Z nich jasně vyplývá, že existuje možnost eliminace slídového papíru, přičemž může vést v některých případech i k dosažení lepších izolačních vlastností.

V řešené problematice návrhu, vývoje a diagnostiky vícesložkových izolačních systémů je stále velké množství oblastí, které jsou s nástupem nanostrukturálních materiálů doposud neobjasněné a částečně neproveditelné. Velkou výzvou v této oblasti může být například návrh samotné technologie výroby kontinuálního dielektrického systému ve formě pásky a jeho ověření v reálnějších provozních podmínkách.

Dalším možným a již zevrubně studovaným směrem, kterým je možné se díky poznatkům v této disertační práci vydat, je analytické modelování a predikce relativní permitivity v závislosti na stupni plnění kompozitu. Díky znalosti chování oxidu hořecnatého bylo dokázáno, že běžně používané modely nejsou platné pro plniva nanometrických rozměrů. Při dlouhodobém studiu s vhodným výběrem experimentálních dat však může dojít k jejich značnému zpřesnění.

POUŽITÁ LITERATURA

- [1] MENTLÍK, V., P. TRNKA, M. TRNKOVÁ a L. ŠAŠEK. *Splehlivostní aspekty elektrotechnologie*. Praha: BEN - technická literatura, 2011.
- [2] CHUNG, D. D. L. *Composite Materials: Science and Applications*. 2 ed. New York: Springer, 2010.
- [3] WANG, W. a Y. YANG. The synergistic effects of the micro and nano particles in micro-nano composites on enhancing the resistance to electrical tree degradation. *Scientific Reports*. 2017, 7(1), 8762-8781.
- [4] LAFFOON, C. M., C. F. HILL, G. L. MOSES a L. J. BERBERICH. A new high-voltage insulation for turbine-generator stator windings. *Transactions of the American Institute of Electrical Engineers*. 1951, 70(1), 721-730.
- [5] SUN, Y., S. MA a S. A. BOGGS. Mechanism for composite materials with dielectric constant which increases with electric field. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2015, 22(3), 1719-1722.
- [6] NELSON, J. K. *Dielectric Polymer Nanocomposites*. New York: Springer, c2010.
- [7] LEWIS, T. J. Interfaces are the dominant feature of dielectrics at the nanometric level. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2004, 11(5), 739-753.
- [8] HULL, D. a T. W. CLYNE. *An Introduction to Composite Materials*. 2. ed. New York: Cambridge University Press, 1996.
- [9] THABET, A. a J. FOTHERGILL. Space-charge measurement in composite dielectrics. In: *2008 12th International Middle-East Power System Conference*. IEEE, 2008, s. 71-74.
- [10] AUGE, J. L., C. LAURENT, D. FABIANI a G. C. MONTANARI. Investigating dc polyethylene threshold by space charge. Current and electroluminescence measurements. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2000, 7(6), 797-803.
- [11] TAMUS, Z. A. a I. BERTA. Application of voltage response measurement on low voltage cables. In: *2009 IEEE Electrical Insulation Conference*. IEEE, 2009, s. 444-447.

- [12] ŠEBÍK, P. Charakter resorpčních křivek jako parametr pro určení obsahu vody ve foliových izolantech v nevytvrzeném stavu. In: *Diagnostika '93*. 1993, s. 163-166.
- [13] MORSHUIS, P. H. F. Degradation of solid dielectrics due to internal partial discharge: some thoughts on progress made and where to go now. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2005, **12**(5), 905-913.
- [14] MAZZANTI, G., G. C. MONTANARI a L. A. DISSADO. Electrical aging and life models: the role of space charge. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2005, **12**(5), 876-890.
- [15] SAHA, D., A. G. ANISIMOV, R. M. GROVES, I. A. TSEKMES, P. H. F. MORSHUIS a R. KOCHETOV. Epoxy-hBN nanocomposites: A study on space charge behavior and effects upon material. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2017, **24**(3), 1718-1725.
- [16] LUO, S., S. WANG, Y. TU, C. WANG a S. QIN. Direct current electrical characteristics of nano-CB/LDPE composite. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2017, **24**(3), 1390-1395.
- [17] STEVENS, G. C., N. A. FREEBODY, A. HYDE, et al. Balanced nanocomposite thermosetting materials for HVDC and AC applications. In: *2015 IEEE Electrical Insulation Conference (EIC)*. IEEE, 2015, s. 193-196.
- [18] PANDEY, J. C. a N. GUPTA. Space charge estimation in epoxy-based nano-dielectrics using complementary techniques. *2015 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2015, s. 499-502.
- [19] BOULTER, E. A. a G. C. STONE. Historical development of rotor and stator winding insulation materials and systems. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 2004, **20**(3), 25-39.
- [20] OBURGER, W. *Die Isolierstoffe der Elektrotechnik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1957.
- [21] ROTH, A. *Hochspannungstechnik*. Vienna: Springer Vienna, 1959.
- [22] ANDRASCHEK, N., A. WANNER, C. EBNER a G. RIESS. Mica/epoxy-composites in the electrical industry: Applications, composites for insulation, and investigations on failure mechanisms for prospective optimizations. *Polymers*. 2016, **8**(5), 201-.
- [23] GOETTER, R. a M. WINKELER. New developments in unsaturated polyester resins used for electrical insulation. In: *Electrical Insulation Conference and Electrical Manufacturing and Coil Winding Conference*. IEEE, 2001, s. 51-56.
- [24] ZHIDONG, J., Y. HAO a H. XIE. The degradation assessment of epoxy/mica insulation under multi-stresses aging. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 2006, **13**(2), 415-422.

- [25] MILLER, G. H. Silicone resin rich mica paper laminates for class H operation and radiation resistance. In: *1975 EIC 12th Electrical/Electronics Insulation Conference*. IEEE, 1975, s. 273-275.
- [26] GRUBELNIK, W., J. ROBERTS, B. KOERBLER a P. MAREK. A new approach in insulation systems for rotating machines. In: *Electrical Insulation Conference and Electrical Manufacturing Expo, 2005*. IEEE, 2005, s. 97-102.
- [27] JOHNSTON, D. R. a M. MARKOVITZ. *Corona-resistant insulation, electrical conductors covered therewith and dynamoelectric machines and transformers incorporating components of such insulated conductors*. 4760296 US Patent. Uděleno 26. 7. 1988.
- [28] LEWIS, T.J. Nanometric dielectrics. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 1994, 1(5), 812-825.
- [29] TANAKA, T. a T. IMAI. Advances in nanodielectric materials over the past 50 years. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 2013, 29(1), 10-23.
- [30] HARVÁNEK, L. a V. MENTLÍK. New complex nanocomposite DGEBA. In: *2016 Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [31] TOMÁŠKOVÁ, T., Š. BLÁHA, A. SHLYKEVICH, P. TRNKA a M. GUTTEN. Effect of micro-filler of aluminium oxide on the mechanical, electrical and thermal properties of electrical insulation systems. In: *2016 18th European Conference on Power Electronics and Applications (EPE'16 ECCE Europe)*. IEEE, 2016, s. 1-10.
- [32] SINGHA, S. a M.J. THOMAS. Influence of filler loading on dielectric properties of epoxy-ZnO nanocomposites. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2009, 16(2), 531-542.
- [33] IMAI, T., F. SAWA, T. OZAKI, Y. INOUE, T. SHIMIZU a T. TANAKA. Roles of fillers on properties of nano-TiO₂ and Micro-SiO₂ filler mixed composites. In: *2007 IEEE International Conference on Solid Dielectrics*. IEEE, 2007, s. 407-410.
- [34] TSEKMES, I. A., R. KOCHETOV, P. H. F. MORSHUIS a J. J. SMIT. DC breakdown strength of epoxy-boron nitride nanocomposites: Trend and reproducibility. In: *2015 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2015, s. 479-482.
- [35] ANDRITSCH, T., R. KOCHETOV, P. H. F. MORSHUIS a J. J. SMIT. Dielectric properties and space charge behavior of MgO-epoxy nanocomposites. In: *2010 10th IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*. IEEE, 2010, s. 1-4.
- [36] VESELÝ, O. a V. MENTLÍK. Cable insulation properties changes through nanofillers: Nanoclays as a counterpart to the traditional fire retardants. In:

2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE). IEEE, 2016, s. 1-4.

- [37] POLANSKÝ, R., P. KADLEC, Z. KOLSKÁ a V. ŠVORČÍK. Influence of de-hydration on the dielectric and structural properties of organically modified montmorillonite and halloysite nanotubes. *Applied Clay Science*. 2017, **147**, 19-27.
- [38] TOTTEN, G. E. a D. S. MACKENZIE. *Handbook of Aluminum*. New York: Marcel Dekker, 2003.
- [39] CHABRA, O. P. a M. C. KUMAR. Techno-scientific aspects of epoxy mica vacuum pressure impregnation insulation system for rotating electrical machines and generators. In: *2000 IEEE International Symposium on Electrical Insulation (ISEI)*. IEEE, 2000, s. 24-27.
- [40] CIULLO, P. A. *Industrial Minerals and Their Uses: a Handbook and Formulary*. Westwood, N.J.: Noyes Publications, 1996.
- [41] ROBERTS, J. W. An advancement in mica paper VPI tapes. In: *1983 6th Electrical/Electronical Insulation Conference (IEC)*. IEEE, 1983, s. 417-421.
- [42] SCHMIDLIN, B. a K. BRANDENBERGER. Development of an impregnating resin having improved VPI properties. In: *1985 17th Electrical/Electronics Insulation Conference (EIC)*. IEEE, 1985, s. 100-104.
- [43] BRUTSCH, R. a M. CHAPMAN. Insulating systems for high voltage rotating machines and reliability considerations. In: *2010 IEEE International Symposium on Electrical Insulation (ISEI)*. IEEE, 2010, s. 1-5.
- [44] STONE, G. C. *Electrical Insulation for Rotating Machines: Design, Evaluation, Aging, Testing, and Repair*. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2004.
- [45] NEAL, J. E. Development of resin rich and impregnated insulation systems and their application to high voltage electrical rotating machines. In: *1969 9th Electrical Insulation Conference (EIC)*. IEEE, 1969, s. 8-12.
- [46] DEUTSCHMANN, G. a K. KRASSNITZER. Influence of mica paper type and construction on the dielectric properties of VPI and resin rich high voltage insulation. In: *Proceedings of the 20th Electrical/Electronics Insulation Conference (EIC)*. IEEE, 1991, s. 60-64.
- [47] FROST, N. E., M. WILLIAMSON a G. H. HAL MILLER. Experiences with resin rich mica taping materials. In: *2016 IEEE Electrical Insulation Conference (EIC)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [48] COGEBI. *Relanex® 45.011: Flexible Mica Tapes and Foils*. Katalogový list.
- [49] VonRoll. *Mica tapes: Samicatherm® 366.28-02*. Katalogový list.
- [50] Isovolta. *Calmicaglas® o893*. Katalogový list.

- [51] COGEBI. *Relastik® 45.013: Flexible Mica Foils*. Katalogový list.
- [52] VonRoll. *Mica Tapes: Samicatherm® P 315.20-02*. Katalogový list.
- [53] Isovolta. *Calmica® 70 086*. Katalogový list.
- [54] FOJTÍK, A. *Nano - fascinující fenomén současnosti: nanočástice, nanostruktury a nanotechnologie - důmyslné formy hmoty : od objevu fenoménu po biomedicínské aplikace*. Praha [i.e. Dobřany]: COMTES FHT, 2014.
- [55] NIČ, M., J. JIRÁT, B. KOŠATA, A. JENKINS a A. MCNAUGHT. Specific surface area in surface chemistry. *IUPAC Compendium of Chemical Terminology*. Research Triangle Park, NC: IUPAC, 2009.
- [56] HARVÁNEK, L. *Nanomateriály pro elektrotechniku*. Plzeň, 2017. Disertační práce. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Václav Mentlík.
- [57] ANDRITSCH, T. *Epoxy based nanodielectrics for high voltage DC-applications – synthesis, dielectric properties and space charge dynamics*. Delft, 2010. Disertační práce. Delft University of Technology. Vedoucí práce Johan J. Smith.
- [58] MEZIANI, M., A. MEKHALDI a M. TEGUAR. Effect of space charge layers on the electric field enhancement at the physical interfaces in power cable insulation. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2016, 23(6), 3725-3733.
- [59] IDDRISSU, I., S. M. ROWLAND a A. TZIMAS. The impact of interfaces and space charge formation on breakdown strength of epoxy resin. In: *2014 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2014, s. 90-93.
- [60] SCHRIJVER, C., A. HERDEN a H. KARNER. A time based model for the dielectric ageing of Fibre Reinforced Polymers (FRP) and its verification in a numerical simulation. In: *1996 Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 1996, s. 398-403.
- [61] HULL, D. a T. W. CLYNE. *An introduction to composite materials*. 2nd ed. New York: Cambridge University Press, 1996.
- [62] KIMURA, K. a Y. KANEDA. The role of microscopic defects in multistress aging of micaceous insulation. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 1995, 2(3), 426-432.
- [63] CHEN, G., S. LI a L. ZHONG. Space charge in nanodielectrics and its impact on electrical performance. In: *2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*. IEEE, 2015, s. 36-39.
- [64] HAN, G., Ch. ZHANG, D. ZHANG, K. UMEMURA a S. KAWAI. Upgrading of urea formaldehyde-bonded reed and wheat straw particleboards using silane coupling agents. *Journal of Wood Science*. 1998, 44(4), 282-286.

- [65] LUSTICKÁ, I., E. VYSKOČILOVÁ-LEITMANNOVÁ a L. ČERVENÝ. Funkcionalizace mezoporézních silikátových materiálu. *Chemické listy*. 2013, **107**(2013), s. 114-120.
- [66] SHOKOOHI, S., A. AREFAZAR a R. KHOSROKHAVAR. Silane coupling agents in polymer-based reinforced composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2008, **27**(5), 473-485.
- [67] LEWIS, T. J. Interfaces: nanometric dielectrics. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2005, **38**(2), 202-212.
- [68] TANAKA, T., M. KOZAKO, N. FUSE a Y. OHKI. Proposal of a multi-core model for polymer nanocomposite dielectrics. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2005, **12**(4), 669-681.
- [69] BUTYRSKAYA, E. V., L. S. NECHAEVA, V. A. SHAPOSHNIKOV a V. F. SELEMENEV. Determining role of hydrogen bonding in electrically driven membrane transport: Quantum-chemical and molecular dynamics study. *Petroleum Chemistry*. 2015, **55**(10), 918-926.
- [70] ZOU, CH., J. FOTHERGILL a S. ROWE. The effect of water absorption on the dielectric properties of epoxy nanocomposites. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2008, **15**(1), 106-117.
- [71] KAO, K. *Dielectric Phenomena in Solids: with Emphasis on Physical Concepts of Electronic Processes*. Boston: Academic Press, 2004.
- [72] MENTLÍK, V. *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - technická literatura. Praha: BEN - technická literatura, 2006.
- [73] RAZEGHI, M. *Fundamentals of Solid State Engineering*. 3. ed. New York, NY: Springer, 2009.
- [74] HASSDENTEUFEL, J. a K. KVĚT. *Elektrotechnické materiály*. Praha: SNTL, 1967.
- [75] SOLYMAR, L. a D. WALSH. *Electrical Properties of Materials*. 7. ed. New York: Oxford University Press, 2004.
- [76] MACDONALD, R. Space charge polarisation. *Electrode Processes in Solid State Ionics Theory and Application to Energy Conversion and Storage Proceedings of the NATO Advanced Study Institute Held at Ajaccio (Corsica)*. Dordrecht: Springer Netherlands, 1975.
- [77] PATTERSON, J. D. a B. C. BAILEY. *Solid-state Physics Introduction to the Theory*. 2. ed. Berlin: Springer, 2010.
- [78] LI, J., Y. ZHANG, Z. XIA, X. QIN a Z. PENG. Action of space charge on aging and breakdown of polymers. *Chinese Science Bulletin*. 2001, **46**(10), 796-800.

- [79] CHEN, G. a S. H. LOI. Space charge modelling in solid dielectrics under high electric field based on double charge injection model. *MRS Fall Meeting*. Boston, 2005.
- [80] NEAGU, E. R. Charge-carrier injection and extraction at metal—dielectric contact under an applied electric field. *Indian Journal of Pure and Applied Physics*. 2008, **46**(11), 809-814.
- [81] BARNIKAS, K. *Electrical Properties of Solid Insulating Materials - Molecular Structure and Electrical Behavior*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 2011.
- [82] LIM, E. a R. ISMAIL. Conduction mechanism of valence change resistive switching memory: A survey. *Electronics*. 2015, **4**(3), 586-613.
- [83] MORRIS, J. E. a K. INIEWSKI. *Nanoelectronic Device Applications Handbook*. Boca Raton: CRC Press, 2017.
- [84] CHIU, F. A review on conduction mechanisms in dielectric films. *Advances in Materials Science and Engineering*. 2014, **2014**, 1-18.
- [85] BLAISE, G. a W. J. SARJEANT. Space charge in dielectrics. Energy storage and transfer dynamics from atomistic to macroscopic scale. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 1998, **5**(5), 779-808.
- [86] HARE, R. a C. BUDD. Modelling space charge and field in solid dielectrics. *1992 6th International Conference on Dielectric Materials, Measurements and Applications (ICDMMA)*. IEEE, 1992, s. 81-84.
- [87] RAJU, Gorur G. *Dielectrics in Electric Fields*. Second edition. Boca Raton: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2016.
- [88] BLAISE, G. New approach to flashover in dielectrics based on a polarization energy relaxation mechanism. *IEEE Transactions on Electrical Insulation*. 1993, **28**(4), 437-443.
- [89] SCHWABL, F. *Advanced Quantum Mechanics*. 4. ed. Berlin: Springer, 2008.
- [90] FUKUNAGA, K. Progress and Prospects in PEA Space Charge Measurement Techniques. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 2008, **24**(3), 26-37.
- [91] IDDRISSU, I., S. M. ROWLAND a A. TZIMAS. The impact of interfaces and space charge formation on breakdown strength of epoxy resin. In: *2014 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2014, s. 90-93.
- [92] YONG-CHANG, Z. a T. DE-MIN. The new theory of measurement technique of space charge distribution in solid dielectrics by electro-acoustic method. In: *1992 IEEE International Symposium on Electrical Insulation (ISEI)*. IEEE, 1992, s. 303-306.

- [93] XIA,J., Y. ZHANG, F. ZHENG, Z. AN a J. ZHU. Numerical simulation of space charge packet behavior in low-density polyethylene under DC stress. In: *2008 International Symposium on Electrical Insulating Materials (ISEIM)*. IEEE, 2008, s. 195-198.
- [94] WAGNER, K. W. Explanation of the dielectric fatigue phenomena on the basis of Maxwell's concept. *Arch. Electro. Technol.* 1914, 2, 371-.
- [95] FRICKE, H. A mathematical treatment of the electric conductivity and capacity of disperse systems I. The electric conductivity of a suspension of homogeneous spheroids. *Physical Review*. 1924, 24(5), 575-587.
- [96] HANAI, T. Dielectric theory on the interfacial polarization for two-phase mixtures. *Bulletin of the Institute for Chemical Research: Kyoto University*. 1962, 39(6), 341-367.
- [97] ROGTI, F. a M. FERHAT. Maxwell-Wagner polarization and interfacial charge at the multi-layers of thermoplastic polymers. *Journal of Electrostatics*. 2014, 72(1), 91-97.
- [98] COELHO, R. *Physics of Dielectrics for the Engineer*. 1. ed. Amsterdam: Elsevier, 1979.
- [99] ZHOU W., G. XIANG a D. RUI. Application of dielectric interlayer polarization in dielectric testing. In: *2001 International Symposium on Electrical Insulating Materials (ISEIM)*. Inst. Electr. Eng. Japan, 2001, s. 248-250.
- [100] KREMER, F. Dielectric Spectroscopy: Old Spectroscopic Technique Agains New. *Dielectric Newsletter*. 1994, 1, 3-4.
- [101] SCHAUMBURG, F. Modern Measurement Techniques in Broadband Dielectric Spectroscopy. *Dielectric Newsletter*. 1994, 1, 4-7.
- [102] SCHAUMBURG, F. New Integrated Dielectric Analyzer Extends Accuracy and Impedance Range For Material Measurements. *Dielectric Newsletter*. 1999, 11, 4-6.
- [103] MEGGER. *IDAX 300/350 Insulation Diagnostic Analyzer*. Katalogový list.
- [104] ČSN EN 60212. *Standardní podmínky používané před zkoušením a během zkoušení pevných elektroizolačních materiálů*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2011.
- [105] KRATOCHVÍL, B., M. HUŠÁK, J. BRYNDA a J. SEDLÁČEK. Co nabízí současná rtg strukturní analýza. *Chemicke Listy*. 2008, 102(10), 889-901.
- [106] GUINIER, A. *X-ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies*. Dover, 1994.
- [107] NETRVALOVÁ, M. *Studium morfologie povrchu a optických vlastností transparentních vodivých oxidů*. Plzeň, 2012. Disertační práce. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Pavol Šutta.

- [108] RAJPUT, R. K. *A Textbook of Electrical Engineering Materials*. Nové Dillí: Laxmi Publications, 2003.
- [109] CALISTRY. *Miller Indices Visualizer: Lattice Plane*. [online]. [cit. 2018-5-24]. Dostupné z: <http://calistry.org/calculate/latticePlanesMillerIndices>
- [110] ARORA, R. a W. MOSCH. *High Voltage and Electrical Insulation Engineering*. Hoboken, NJ: J. Wiley, 2010.
- [111] TALAAT, M. Influence of transverse electric fields on electrical tree initiation in solid insulation. In: *2010 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*. IEEE, 2010, s. 1-4.
- [112] HORNAK, J. a P. TRNKA. Defects of electrical insulation systems with focus on FEM modeling. In: *2017 6th International Youth Conference on Energy (IYCE)*. IEEE, 2017, 2017, s. 1-4 .
- [113] HABIB, M. A., M. A. G. KHAN, M. K. HOSSAIN a S. A. HOSSAIN. Investigation of electric field intensity and degree of uniformity between electrodes under high voltage by Charge Simulation Method. In: *2014 17th International Conference on Computer and Information Technology (ICCIT)*. IEEE, 2014, s. 185-191.
- [114] ARORA, R. a W. MOSCH. *High Voltage Insulation Engineering: Behaviour of Dielectrics, Their Properties and Applications*. Nové Dillí: New Age International Publishers, 1995.
- [115] NÉMETH, E. Measuring voltage response: a non-destructive diagnostic test method HV of insulation. *IEE Proceedings - Science, Measurement and Technology*. 1999, **146**(5), 249-252.
- [116] CSANYI, G. M. a Z. A. TAMUS. Investigation of dielectric properties of mixed PILC and XLPE cable insulation by the extended Voltage Response Method. In: *2017 6th International Youth Conference on Energy (IYCE)*. IEEE, 2017, 2017, s. 1-4.
- [117] CSANYI, G. M., Z. A. TAMUS a T. IVANCSY. Investigation of dielectric properties of cable insulation by the extended voltage response method. In: *2016 Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2016, 2016, s. 1-4.
- [118] MENTLÍK, V., J. PIHERA, R. POLANSKÝ, P. PROSR a P. TRNKA. *Diagnos-tika elektrických zařízení*. Praha: BEN - technická literatura, 2008.
- [119] ELANTAS. *Epoxilite 3750 LV*. Elantas Electrical Insulations. Katalogový list.
- [120] DART, R. C. *Medical toxicology*. 3. ed. Philadelphia: Lippincott, Williams & Wilkins, 2004.
- [121] KOCHETOV, R. *Thermal and Electrical Properties of Nanocomposites, Including Material Processing*. Delft, 2012. Disertační práce. Delft University of Technology. Vedoucí práce Johan J. Smith.

- [122] ČSN EN 60085 ed. 2. *Elektrické izolace - Tepelné hodnocení a značení*. Praha: Český normalizační institut, 2008.
- [123] ČSN IEC 250. *Doporučené postupy ke stanovení permitivity a ztrátového činitele elektroizolačních materiálů při průmyslových, akustických a rozhlasových kmitočtech včetně metrových vlnových délek*. Praha: Český normalizační institut, 1998.
- [124] ČSN IEC 93. *Skúšky tuhých elektroizolačních materiálov. Metódy merania vnútornej resistivity a povrchovej resistivity tuhých elektroizolačných materiálov*. Praha: Český normalizační institut, 1993.
- [125] ČSN EN 60243-1 ed. 2. *Elektrická pevnost izolačních materiálů - Zkušební metody. Část 1, Zkoušky při průmyslových kmitočtech*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2014.
- [126] WANG, O. B., K. U. JANG, J. O. LEE a Y. H. BAEK. Thermally stimulated current of epoxy composites due to structural change and interfacial state. In: *1994 4th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*. IEEE, 1994, s. 290-293.
- [127] ABDULLAH, S. I. a M. N. M. ANSARI. Mechanical properties of graphene oxide (GO)/epoxy composites. *HBRC Journal*. 2015, 11(2), 151-156.
- [128] KHEZRI, T, M. SHARIF a B. POURABAS. Polythiophene-graphene oxide doped epoxy resin nanocomposites with enhanced electrical, mechanical and thermal properties. *RSC Advances*. 2016, 6(96), 93680-93693.
- [129] CERESANA. *Market Study: Fillers*. 4. ed. Constance: Ceresana, 2016.
- [130] Nanostructured & Amorphous Materials, Inc. *Magnesium Oxide (MgO, 99%, 20 nm)*. Katalogový list.
- [131] MARFUNIN, A. S. *Advanced Mineralogy: Volume 1 Composition, Structure, and Properties of Mineral Matter: Concepts, Results, and Problems*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1994.
- [132] MITTAL, K. L. *Silanes and Other Coupling Agents*. Leiden: VSP, 2009.
- [133] ROTHON, R. N. *Particulate-Filled Polymer Composites*. 2. ed., Shrewsbury: Rapra Technology, 2003.
- [134] XIE, Y., C. A. S. HILL, Z. XIAO, H. MILITZ a C. MAI. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2010, 41(7), 806-819.
- [135] PLUEDDEMANN, E. P. Adhesion through silane coupling agents. *The Journal of Adhesion*. 2008, 2(3), 184-201.
- [136] MERHARI, L. *Hybrid Nanocomposites for Nanotechnology: Electronic, Optical, Magnetic and Biomedical Applications*. New York: Springer, 2009.

- [137] YU, Z.Q., Y. WU, B. WEI a H. BAIER. Boride ceramics covalent functionalization and its effect on the thermal conductivity of epoxy composites. *Materials Chemistry and Physics*. 2015, **164**, 214-222.
- [138] MANDHAKINI, M., T. LAKSHMIKANDHAN, A. CHANDRAMOHAN a M. ALAGAR. Effect of nanoalumina on the tribology performance of C₄-ether-linked bismaleimide-toughened epoxy nanocomposites. *Tribology Letters*. 2014, **54**(1), 67-79.
- [139] LI, L., B. LI, J. DONG a J. ZHANG. Roles of silanes and silicones in forming superhydrophobic and superoleophobic materials. *Journal of Materials Chemistry A*. 2016, **4**(36), 13677-13725.
- [140] Sigma-Aldrich (*3-Glycidyloxypropyl)trimethoxysilane*. Katalogový list.
- [141] FOXTON, R. M., M. NAKAJIMA, J. TAGAMI a H. MIURA. Effect of acidic pretreatment combined with a silane coupling agent on bonding durability to silicon oxide ceramic. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 2005, **73B**(1), 97-103.
- [142] CRISSAFIS, K. a D. BIKIARIS. Can nanoparticles really enhance thermal stability of polymers? Part I: An overview on thermal decomposition of addition polymers. *Thermochimica Acta*. 2011, **523**(1-2), 1-24.
- [143] IREZ, A.B., E. BAYRAKTAR a I. MISKIOGLU. Design and mechanical-physical properties of epoxy-rubber based composites reinforced with nanoparticles. *Procedia Engineering*. 2017, **184**, 486-496.
- [144] ŠUTTA, P. Ústní sdělení, docent, Centrum nových technologií (NTC), Západočeská univerzita v Plzni, 5. 12. 2017.
- [145] MANI, P., A. K. GUPTA a S. KRISHNAMOORTHY. Efficiency of some silane coupling agents and of the method of their application in polyester resin concrete. *Journal of Materials Science*. 1983, **18**(12), 3599-3605.
- [146] CHEN, H., J. ZHENG, L. QIAO, Y. YING, L. JIANG a S. CHE. Surface modification of NdFe₁₂N_x magnetic powder using silane coupling agent KH550. *Advanced Powder Technology*. 2015, **26**(2), 618-621.
- [147] AHANGARAN, F., A. HASSANZADEH a S. NOURI. Surface modification of Fe₃O₄@SiO₂ microsphere by silane coupling agent. *International Nano Letters*. 2013, **3**(1), 1-5.
- [148] NYAMUPANGEDENGU, C. a D. R. CORNISH. Time-evolution phenomena of electrical tree partial discharges in Magnesia, Silica and Alumina epoxy nanocomposites. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2016, **23**(1), 85-94.
- [149] TANAKA, T. Nanodielectrics: How does the presence of interfaces influence behaviour? In: *2011 International Conference on Power and Energy Systems (ICPES)*. IEEE, 2011, s. 1-4.

- [150] DING, H. Z. a B. R. VARLOW. Effect of nano-fillers on electrical treeing in epoxy resin subjected to AC voltage. In: *2004 17th IEEE Lasers and Electro-Optics Society (LEOS)*. IEEE, 2004, s. 332-335.
- [151] ALAPATI, S. a M. JOY THOMAS. Influence of nano-fillers on electrical treeing in epoxy insulation. *IET Science, Measurement & Technology*. 2012, **6**(1), 21-.
- [152] DANIKAS, M. G. a T. TANAKA. Nanocomposites-a review of electrical treeing and breakdown. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 2009, **25**(4), 19-25.
- [153] KOZAKO, M., N. FUSE, Y. OHKI, T. OKAMOTO a T. TANAKA. Surface degradation of polyamide nanocomposites caused by partial discharges using IEC (b) electrodes. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2004, **11**(5), 833-839.
- [154] WANG, Y., K. XIAO, C. WANG, L. YANG a F. WANG. Study on dielectric properties of TiO₂/XLPE nanocomposites. In: *2016 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE)*. IEEE, 2016, 2016, s. 1-4.
- [155] YANG, W., X. YANG, M. XU, P. LUO a X. CAO. The effect of nano SiO₂ additive on electrical tree characteristics in epoxy resin. In: *2013 Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2013, s. 683-686.
- [156] KOCHETOV, R., T. ANDRITSCH, P. H. F. MORSHUIS a J. J. SMIT. Anomalous behaviour of the dielectric spectroscopy response of nanocomposites. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2012, **19**(1), 107-117.
- [157] LI, H., CH. WANG, Z. GUO, H. WANG, Y. ZHANG, R. a Z. PENG. Effects of silane coupling agents on the electrical properties of silica/epoxy nanocomposites. In: *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2016, s. 1036-1039.
- [158] TANAKA, T. a T. IMAI. *Advanced Nanodielectrics: Fundamentals and Application*. Singapore: Pan Stanford Publishing, 2017.
- [159] ZEPENG, L. V., X. WANG, K. WU, X. CHEN, Y. CHENG a L. A. DISSADO. Dependence of charge accumulation on sample thickness in Nano-SiO₂ doped LDPE. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2013, **20**(1), 337-345.
- [160] LEE, S. M. *Handbook of Composite Reinforcements*. Hoboken: John Wiley, 1992.
- [161] Teijing DuPont Films Japan. *Teonex® Q51*. Katalogový list.
- [162] WOŹNIAK-BRASZAK, A., K. JURGA, G. NOWACZYK, M. DOBIES, M. SZOSTAK, J. JURGA a S. JURGA. Characterization of poly(ethylene 2,6-naphthalate)/polycarbonate blends by DSC, NMR off-resonance and DMTA methods. *European Polymer Journal*. 2015, **64**, 62-69.

- [163] LEE, K. K., B. H. CHO a Y. W. KIM. *Process for preparing polyethylene naphthalate*. 1993. US 5294695 A. Uděleno 15. březen 1994. Zapsáno 15. březen 1993.
- [164] ANDERSON, D. W. a M. HANNA. Effects of CFC and HFC refrigerants and ester lubricants on polyester insulation materials. In: *Proceedings: Electrical Electronics Insulation Conference and Electrical Manufacturing & Coil Winding Conference*. Electr. Manuf. & Coil Winding Assoc, 1995, s. 431-435.
- [165] ZHANG, H. a I. M. WARD. Kinetics of Hydrolytic Degradation of Poly(ethylene naphthalene-2,6-dicarboxylate). *Macromolecules*. 1995, **28**(23), 7622-7629.
- [166] SADANOBU, J. a H. INATA. The Properties of Poly(Ethylene Naphthalate) (PEN) and its Application. *Science and Technology of Polymers and Advanced Materials*. Boston, MA: Springer US, 1998. s. 141-151.
- [167] HINE, P. J., A. ASTRUC a I. M. WARD. Hot compaction of polyethylene naphthalate. *Journal of Applied Polymer Science*. 2004, **93**(2), 796-802.
- [168] LILLWITZ, L. D. Production of dimethyl-2,6-naphthalenedicarboxylate: precursor to polyethylene naphthalate. *Applied Catalysis A: General*. 2001, **221**(1-2), 337-358.
- [169] YASUFUKU, S. Application of poly(ethylene naphthalate) films to electrical and audio-visual uses in Japan. *IEEE Electrical Insulation Magazin*. 1996, **12**(6), 8-14.
- [170] MUSA, S. M. *Nanoscale Spectroscopy with Applications*. Boca Raton, Florida: CRC/Taylor & Francis Group, 2014.
- [171] ULRYCH, J., R. POLANSKÝ a J. PIHERA. Dielectric analysis of polyethylene terephthalate (PET) and polyethylene naphthalate (PEN) films. In: *2014 15th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2014, 2014, s. 411-415.
- [172] HARDY, L., A. FRITZ, I. STEVENSON, G. BOITEUX, G. SEYTRE a A. SCHÖNHALS. Dielectric relaxation behaviour of poly(ethylene naphthalene 2,6 dicarboxylate) (PEN). *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2002, **305**(1-3), 174-182.
- [173] HARDY, L., I. STEVENSON, G. BOITEUX, G. SEYTRE a A. SCHÖNHALS. Dielectric and dynamic mechanical relaxation behaviour of poly(ethylene 2,6 naphthalene dicarboxylate). I. Amorphous films. *Polymer*. 2001, **42**(13), 5679-5687.
- [174] EZQUERRA, T. A., F. J. BALTÀ-CALLEJA a H. G. ZACHMANN. Dielectric relaxation of amorphous random copolymers of poly(ethylene terephthalate) and poly(ethylene-2,6-naphthalene dicarboxylate). *Acta Polymerica*. **44**(1), 18-24.

- [175] BLANTON, T. N. An X-ray diffraction study of poly(ethylene-2,6-naphthalate), PEN. *Powder Diffraction*. 2002, **17**(2), 125-.
- [176] HARVÁNEK, L, J. HORNAK, V. MENTLÍK a A. ČEJKOVA. The effect of fillers and barrier on electrical tree. In: *2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [177] OriginLab® Corporation. Help Online - Origin Help - Integrate [online]. [cit. 2018-01-24]. Dostupné z: <https://www.originlab.com/doc/Origin-Help/Math-Integrate>
- [178] WANG, Q. a G. CHEN. Effect of nanofillers on the dielectric properties of epoxy nanocomposites. *Advances in materials Research*. 2012, **1**(1), 93-107
- [179] DISSADO, L. A., C. LAURENT, G. C. MONTANARI a P. H. F. MORSHUIS. Demonstrating a threshold for trapped space charge accumulation in solid dielectrics under dc field. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2005, **12**(3), 612-620.
- [180] GUILLERMIN, CH., P. RAIN a S. W. ROWE. Transient and steady-state currents in epoxy resin. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2006, **39**(3), 515-524.
- [181] IDA, N. *Engineering Electromagnetics*. New York, NY: Springer New York, 2000.
- [182] VIK, R. Vliv elektrického pole na vodivost nedopovaného polyanilinu. *Electroscope*. 2009, **2009**(3), 1-4.
- [183] MONTANARI, G.C., G. MAZZANTI, F. PALMIERI a A. MOTORI. Investigation of charge transport and trapping in LDPE and HDPE through space charge and conduction current measurements. In: *2001 IEEE 7th International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*. IEEE, 2001, s. 240-244.
- [184] CASTELLON, J., H. NGUYEN, S. AGNEL, A. TOUREILLE, M. FRECHETTE, S. SAVOIE, A. KRIVDA a L.E. SCHMIDT. Electrical properties analysis of micro and nano composite epoxy resin materials. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2011, **18**(3), 651-658.
- [185] ZOU, CH., J. C. FOTHERGILL, S. ZHANG a X. ZHOU. DC conduction mechanisms in epoxy nanocomposites under the humid environment. In: *2010 10th IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*. IEEE, 2010, s. 1-4.
- [186] MAYOUX, C. Degradation of insulating materials under electrical stress. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2000, **7**(5), 590-601.
- [187] CARTWRIGHT, G.A., R.N. HAMPTON, A.E. DAVIES, S.G. SWINGLER, D. PATEL a S.M. MOODY. The laser induced pressure pulse technique for space charge measurements-a user's perspective. In: *IEEE 5th International Conference on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics (ICCBSD)*. IEEE, 1995, s. 595-599.

- [188] LEWINER, J., S. HOLE a T. DITCHI. Pressure wave propagation methods: a rich history and a bright future. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2005, **12**(1), 114-126.
- [189] ZHENG, F., Ch. LIU, Ch. LIN, Z. AN, Q. LEI a Y. ZHANG. Thermal pulse measurements of space charge distributions under an applied electric field in thin films. *Measurement Science and Technology*. 2013, **24**(6), 065603-.
- [190] FUKUNAGA, K. Progress and prospects in PEA space charge measurement techniques. *IEEE Electrical Insulation Magazine*. 2008, **24**(3), 26-37.
- [191] AHMED, N.H. a N.N. SRINIVAS. Review of space charge measurements in dielectrics. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 1997, **4**(5), 644-656.
- [192] JONUZ-ALIJAGIC, B. *Dielectric properties and space charge dynamics of polymeric high voltage DC insulating materials*. Delft, 2007. Disertační práce. Delft University of Technology. Vedoucí práce Johan J. Smith.
- [193] ILLIAS, H. A., M. E. OTHMAN, M. A. TUNIO, A. H. A. BAKAR, H. MOKHLIS, G. CHEN, P. L. LEWIN a A. M. ARIFFIN. Measurement and simulation of partial discharge activity within a void cavity in a polymeric power cable model. In: *2013 IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*. IEEE, 2013, s. 105-108.
- [194] DENSLEY, R. J. a T. S. SUDARSHAN. Partial discharge characteristics of solid insulation containing spherical cavities of small diameter. In: *1976 Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 1976, s. 281-288.
- [195] TRNKA, P., J. PIHERA, M. SVOBODA a J. SOUČEK. New challenges in partial diacharge measurements. In: *2013 IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*. IEEE, 2013, s. 75-78.
- [196] ČSN EN 60270. *Technika zkoušek vysokým napětím - Měření částečných výbojů*. Praha: Český normalizační institut, 2001.
- [197] PIHERA, J., R. POLANSKY, M. ZEMANOVA, P. PROSR a J. CHVOJKA. Partial discharges of nonwoven nanofibers composite. In: *2016 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2016, s. 183-186.
- [198] THOMASON, J.L. The interface region in glass fibre-reinforced epoxy resin composites: 1. Sample preparation, void content and interfacial strength. *Composites*. 1995, **26**(7), 467-475.
- [199] GROSS, D.W. a B.A. FRUTH. Distortion of phase resolved partial discharge pattern due to harmonics and saturation. In: *1998 Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 1998, s. 416-419.

- [200] AGUIAR DO NASCIMENTO, D., Y. IANO, H. J. LOSCHI, L. A. DE SOUSA FERREIRA, J. A. D ROSSI a C. DUARTE PESSOA. Evaluation of partial discharge signatures using inductive coupling at on-site measuring for instrument transformers. *International Journal of Emerging Electric Power Systems*. 2018, **19**(1), 1-19.
- [201] HERATH, H.M.M.G.T., J.R.S.S. KUMARA, M.A.R.M. FERNANDO, K.M.K.S. BANDARA a I. SERINA. Comparison of supervised machine learning techniques for PD classification in generator insulation. In: *2017 IEEE International Conference on Industrial and Information Systems (ICIIS)*. IEEE, 2017, s. 1-6.
- [202] HUI MA, J., C. CHAN, T. K. SAHA a Ch. EKANAYAKE. Pattern recognition techniques and their applications for automatic classification of artificial partial discharge sources. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*. 2013, **20**(2), 468-478.
- [203] KADLEC, P., M. ČERMAK a R. POLANSKÝ. Influence of Halloysite nanotubes in low-density polyethylene on electric polarization. In: *2015 16th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2015, s. 620-625.
- [204] ALGER, M. *Polymer Science Dictionary*. 2. ed. London: Chapman & Hall, 1996.
- [205] COLE, K. S. a R. H. COLE. Dispersion and absorption in dielectrics I. Alternating current characteristics. *The Journal of Chemical Physics*. 1941, **9**(4), 341-351.
- [206] DAVIDSON, D. W. a R. H. COLE. Dielectric relaxation in glycerol, propylene glycol, and n-propanol. *The Journal of Chemical Physics*. 1951, **19**(12), 1484-1490.
- [207] HAVRILIAK, S. a S. NEGAMI. A complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes in some polymers. *Polymer*. 1967, **8**, 161-210.
- [208] HAO, D. a D. LI. Determination of dynamic mechanical properties of carbon black filled rubbers at wide frequency range using Havriliak–Negami model. *European Journal of Mechanics - A/Solids*. 2015, **53**, 303-310.
- [209] BARNES, F. R. a B. GREENEBAUM. *Handbook of Biological Effects of Electromagnetic Fields*. Boca Raton, FL: CRC Press, 2007.
- [210] ULRYCH, J. *Aspekty aplikace fluidních systémů*. Plzeň, 2017. Disertační práce. Západočeská univerzita v Plzni. Vedoucí práce Václav Mentlík.
- [211] SUBOCZ, J. Dielectric spectroscopy of composite insulating materials. In: *2001 IEEE 7th International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*. IEEE, 2001, s. 333-336.

- [212] GALLOT-LAVALLÉE, O., G. TEYSSÈDRE, C. LAURENT a S ROWE. Space charge behaviour in an epoxy resin: the influence of fillers, temperature and electrode material. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2005, **38**(12), 2017-2025.
- [213] TAKADA, T., J. HOLBOELL, A. TOUREILLE, J. DENSLEY, N. HAMPTON, J. CASTELLON, R. HEGERBERG, M. HENRIKSEN, G.C. MONTANARI, M. NAGAO, P. MORSHUIS. Space charge measurement in dielectrics and insulating materials. *CIGRE Task Force D1.12.01-288.2006*. Paříž: Conseil International des Grands Réseaux Électriques, 2006.
- [214] PENTTINEN, A. *Design of Pulsed Electroacoustic Measurement System for Space Charge Characterisation*. Lappeenranta, 2012. Diplomová práce, Lappeenranta University of Technology. Vedoucí práce Xiaobing Dong.
- [215] FOSTER, F.S., K.A. HARASIEWICZ a M.D. SHERAR. A history of medical and biological imaging with polyvinylidene fluoride (PVDF) transducers. *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*. 2000, **47**(6), 1363-1371.
- [216] ALISON, J. M. A high field pulsed electro-acoustic apparatus for space charge and external circuit current measurement within solid insulators. *Measurement Science and Technology*. 1998, **9**(10), 1737-1750.
- [217] DENNISON, J. R. a L. H. PEARSON. Pulsed electroacoustic (PEA) measurements of embedded charge distributions. In: *Nanophotonics and Macrophotronics for Space Environments VII*. 2013, s. 1-11.

PUBLIKACE AUTORA

KVALIFIKAČNÍ PRÁCE A PRÁCE KE STÁTNÍ DOKTORSKÉ ZKOUŠCE

- [A1] HORNAK, J. *Lékařská technika*. Bakalářská práce, Vedoucí práce David Pánek, Západočeská univerzita v Plzni, 2012.
- [A2] HORNAK, J. *Vliv čištění na stav izolačního systému elektrických zařízení*. Diplomová práce, Vedoucí práce Václav Mentlík, Západočeská univerzita v Plzni, 2014.
- [A3] HORNAK, J. *Nehomogenní dielektrikum v elektrickém poli*. Písemná práce ke státní doktorské zkoušce, Školitel práce Pavel Trnka, Západočeská univerzita v Plzni, 2015.

IMPAKTOVANÉ ČASOPISY

- [A4] HORNAK, J., P. TRNKA, P. KADLEC, O. MICHAL, V. MENTLÍK, P. ŠUTTA, G. M. CSÁNYI a Z. Á. TAMUS. Magnesium oxide nanoparticles: dielectric properties, surface functionalization and improvement of epoxy-based composites insulating properties. *Nanomaterials*, 2018, 8(6), 381. **JCR: 71/285, Q1, IF: 3,504**.
- [A5] HORNAK, J., V. MENTLÍK, P. TRNKA a M. GUTTEN. Vliv funkcionálizace povrchu oxidu hořečnatého na dielektrické vlastnosti kompozitního dielektrika. *Chemické listy*, 2018, 112(4), 246-249. **JCR: 166/171, Q4, IF: 0,260**.
- [A6] MENTLÍK, V., P. TRNKA, J. HORNAK a P. TOTZAUER. Development of a biodegradable electro-insulating liquid and its subsequent modification by nanoparticles. *Energies*, 2018, 11(3), 508. **JCR: 48/97, Q2, IF: 2,676**.
- [A7] KINDL, V., B. SKALA, R. PECHÁNEK, V. KŮS a J. HORNAK. Low-pass filter for HV partial discharge testing. *Sensors*. 2018, 18(2), 482. **JCR: 16/61, Q2, IF: 2,475**.
- [A8] SOUČEK, J., P. TRNKA a J. HORNAK. Proposal of physical-statistical model of thermal aging respecting threshold value. *Energies*. 2017, 10(8), 1120. **JCR: 45/92, Q2, IF: 2,262**.

- [A9] MENTLÍK, V., P. TRNKA, L. HARVÁNEK, J. HORNAK a L. MATĚJKOVÁ. Electrical and thermo-mechanical properties of DGEBA cycloaliphatic diamine nano PA and SiO₂ composites. *Journal of Electrical Engineering and Technology*. ve stavu "přijato". JCR: 226/260, Q4, IF: 0,597.

RECENZOVANÉ NEIMPAKTOVANÉ ČASOPISY

- [A10] MENTLÍK, V., P. TRNKA a J. HORNAK. Nová elektroizolační kapalina a možnosti jejího nasazení do praxe. *Elektro: odborný časopis pro elektrotechniku*. 2018, 27(1), 6-10.
- [A11] HORNAK, J. a P. TRNKA. Diverzita prostorového náboje a její vliv na chování dielektrika v elektrostatickém poli. *Elektrorevue*. 2017, 19(4), 126-133.
- [A12] HORNAK, J. a P. TRNKA. Konstrukční návrh a realizace diagnostické jednotky pro sledování rozložení prostorového náboje v dielektrických materiálech. *Electrooscope*. 2017, 2017(1), 1-6.
- [A13] HARVÁNEK, L., J. HORNAK a P. TRNKA. Elektrické stromečky - paralela k bleskům? *Elektro: odborný časopis pro elektrotechniku*. 2016, 26(7), 6-9.

PŘÍSPĚVKY NA MEZINÁRODNÍCH ZAHRANIČNÍCH KONFERENCÍCH

- [A14] HORNAK, J., O. MICHAL, P. TRNKA, P. KADLEC, V. MENTLÍK a P. TOTZAUER. Verification of relative permittivity models for composite nanodielectrics at elevated temperatures. In: *2018 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE)*. IEEE, 2018, ve stavu "přijato".
- [A15] HORNAK, J., P. TRNKA, V. MENTLÍK, O. MICHAL a P. TOTZAUER. Different approaches for mathematical evaluation of resorption currents in nanodielectrics. In: *2018 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE)*. IEEE, 2018, ve stavu "přijato".
- [A16] PIHERA, J., J. HORNAK, L. KUPKA, E. MÜLLEROVÁ a R. HALLER. Modified pulse sequence analysis for PD measurement at DC. In: *2018 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2018.
- [A17] TRNKA, P., P. TOTZAUER, V. MENTLÍK, J. HORNAK, O. MICHAL a J. LEFFLER. Aging of electrical insulating system based on organic ester. In: *2018 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2018.
- [A18] HORNAK, J., P. KADLEC a P. TRNKA. Complex analysis of novel insulation material for rotating machines based on polymer/MgO. In: *2017 6th International Youth Conference on Energy (IYCE)*. IEEE, 2017, s. 1-4.

- [A19] HORNAK, J. a P. TRNKA. Defects of electrical insulation systems with focus on FEM modeling. In: *2017 6th International Youth Conference on Energy (IYCE)*. IEEE, 2017, s. 1-4. **Příspěvek oceněn cenou "Best Poster Award".**
- [A20] TOTZAUER, P., P. TRNKA, V. MENTLÍK, J. HORNAK, P. KADLEC, J. ULRYCH a J. PIHERA. A study of various inhibitor mixtures in natural ester oil. In: *2017 IEEE 19th International Conference on Dielectric Liquids (ICDL)*. IEEE, 2017, s. 1-4.
- [A21] TRNKA, P., V. MENTLÍK, P. TOTZAUER, J. HORNAK, J. a J. PIHERA. Natural ester oils - additional features. In: *2017 20th International Symposium on High Voltage Engineering (ISH)*. Tucumán: National University of Tucumán, 2017. s. 1-5.
- [A22] PIHERA, J., O. KOZÁK, J. HORNAK, L. KUPKA a R. HALLER. Partial discharges evaluation method at HVDC conditions. In: *2017 20th International Symposium on High Voltage Engineering (ISH)*. Tucumán: National University of Tucumán, 2017. s. 1-5.
- [A23] HORNAK, J., L. HARVÁNEK, P. TRNKA a V. MENTLÍK. Dielectric parameters of polymer/SiO₂ composite with different carrier. In: *2016 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE)*. IEEE, 2016, s. 1-4. **Příspěvek oceněn cenou "Student's Best Paper Award".**
- [A24] TOTZAUER, P., J. HORNAK, P. TRNKA, L. HARVÁNEK, V. MENTLÍK a J. ULRYCH. Diagnostics of composite insulation materials for simple online diagnostics tools. In: *2016 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [A25] TRNKA, P., J. SOUČEK, J. HORNAK a P. TOTZAUER. EIS aging estimation and threshold values. In: *2016 IEEE International Conference on High Voltage Engineering and Application (ICHVE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [A26] HARVÁNEK, L. J. HORNAK, V. MENTLÍK, P. TRNKA a T. DŽUGAN. Influence of nano and microparticles on the development of electrical trees. In: *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2016, s. 92-95.
- [A27] TRNKA, P. J. HORNAK, V. MENTLÍK, L. HARVÁNEK a J. PIHERA. Behavior of alternative electro insulating liquid at solidification process. In: *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2016, s. 1175-1178.
- [A28] HARVÁNEK, L., V. MENTLÍK, P. TRNKA a J. HORNAK. Effect of electrical/thermal aging on dielectric properties of polymer/SiO₂ nanocomposites. In: *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2016, s. 732-735.
- [A29] MENTLÍK, V., J. HORNAK, P. TRNKA a L. HARVÁNEK. Effects of individual chemical cleaning detergents on conditions of winding surface. In: *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2016, s. 768-771.

- [A30] TOMÁŠKOVÁ, T., A. SHLYKEVICH, J. HORNAK, P. TRNKA a M. GUTTEN. The high voltage electrical insulation systems with higher thermal conductivity. In: *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*. IEEE, 2016, s. 938-941.
- [A31] PIHERA, J., P. TRNKA, O. KOZÁK a J. HORNAK. Pulse sequence analysis of corona discharge at DC voltage. In: *2016 Diagnostic of Electrical Machines and Insulating Systems in Electrical Engineering (DEMISEE)*. IEEE, 2016, s. 71-76.
- [A32] HALLER, R., R. HAMAR, J. HORNAK a P. TRNKA. Aspects of PD measurement in hybrid gaseous insulation at DC voltage. In: *2016 International Conference on Condition Monitoring and Diagnosis (CMD)*. IEEE, 2016, s. 932-937.
- [A33] TRNKA, P., V. MENTLÍK, J. HORNAK, P. TOTZAUER a A. ČEJKOVÁ. Natural esters as insulating fluids: some other features. In: *2016 ELEKTRO*. IEEE, 2016, s. 641-644.
- [A34] TRNKA, P., J. HORNAK, M. SVOBODA a J. PIHERA. Partial discharges under DC voltage in paper-oil insulating system. In: *2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*. IEEE, 2015, s. 436-439.
- [A35] MENTLÍK, V., P. TRNKA, M. SVOBODA, J. HORNAK, J. SOUČEK a L. HARVÁNEK. Natural esters as a part of HV transformer insulation system. In: *2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*. IEEE, 2015, s. 148-151.
- [A36] MENTLÍK, V., P. TRNKA, M. SVOBODA, J. HORNAK, P. TOTZAUER a L. HARVÁNEK. Aging phenomena of paper-oil insulating system under different voltage stress. In: *2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*. IEEE, 2015, s. 548-551.

PŘÍSPĚVKY NA MEZINÁRODNÍCH TUZEMSKÝCH KONFERENCÍCH

- [A37] J. HORNAK, P. TRNKA, E. JAHODA a J. KÚDELČÍK. Interaction of three-phase insulating composites with DC field. In: *2018 International Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2018. ve stavu "přijato".
- [A38] KÚDELČÍK, J., E. JAHODA, M. GUTTEN, J. HORNAK a P. TRNKA. Dielectric spectroscopy of nanocomposites. In: *2018 International Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2018. ve stavu "přijato".
- [A39] GUTTEN, M., D. KORENČIAK, R. JANURA a J. HORNAK. Analysis of transformer moisture by proposed electronic system using time method RVM. In: *2018 International Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2018. ve stavu "přijato".

- [A40] GUTTEN, M., M. ŠIMKO, D. KORENČIAK, M. CHUPÁČ a J. HORNAK. Application of frequency method for analysis of power autotransformers. In: *2018 International Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2018. ve stavu "přijato".
- [A41] HIRMAN, M., F. STEINER, J. HORNAK, J. PIHERA a P. ROUS. Influence of increased voltage on the characteristics of printed circuit board protective coatings. In: *2018 International Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2018. ve stavu "přijato".
- [A42] KÚDELČÍK, J., E. JAHODA, J. HORNAK a P. TRNKA. The Influence of nanoparticles in the epoxy resin on dielectric parameters and partial discharges. In: *2018 ELEKTRO*. IEEE, 2018, s. 1-5.
- [A43] KÚDELČÍK, J., E. JAHODA, J. HORNAK, O. MICHAL a P. TRNKA. Partial discharges and dielectric parameters of epoxy resin filled with nanoparticles. In: *2018 19th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2018, s. 343-348.
- [A44] MICHAL, O., V. MENTLÍK, P. TRNKA, J. HORNAK a P. TOTZAUER. Dielectric properties of biodegradable vegetable oil based nanofluid. In: *2018 19th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2018, s. 363-366.
- [A45] HORNAK, J., P. KADLEC, P. TOTZAUER, P. TRNKA a M. GUTTEN. Dielectric spectroscopy and absorption/resorption analysis of composite dielectric with MgO filler. In: *2017 18th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2017, s. 1-4.
- [A46] HORNAK, J., P. TRNKA, P. TOTZAUER, a M. GUTTEN. The effect of space charge accumulation in high voltage insulation systems. In: *2017 18th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2017, s. 1-4.
- [A47] TOTZAUER, P., P. TRNKA, J. HORNAK, P. KADLEC a J. PIHERA. Antioxidant variations in the nature ester oil. In: *2017 18th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2017, s. 1-4.
- [A48] HORNAK, J., L. HARVÁNEK, P. TRNKA a V. MENTLÍK. Possibilities of modification of polymer/SiO₂ composite by various types of carrier. In: *2016 Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [A49] TOTZAUER, P., J. HORNAK a P. TRNKA. Ageing of used composite insulation systems under different voltage stress. In: *2016 Conference on Diagnostics in Electrical Engineering (Diagnostika)*. IEEE, 2016, s. 1-3. **Příspěvek oceněn cenou "Best Poster".**
- [A50] HARVÁNEK, L., J. HORNAK, V. MENTLÍK a A. ČEJKOVÁ. The effect of fillers and barrier on electrical tree. In: *2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.

- [A51] HORNAK, J., L. HARVÁNEK, P. TOTZAUER a P. TRNKA. Influence of thermal aging on electrical properties of inhomogeneous dielectric material. In: *2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [A52] TOTZAUER, P., J. HORNAK a P. TRNKA. The benefits of using online diagnostic tools for portable diagnostic device : with focus on accelerated ageing and partial discharge. In: *2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [A53] PIHERA, J., R. HALLER, O. KOZÁK a J. HORNAK. Corona pulse sequence analysis at DC voltage. In: *2016 17th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2016, s. 1-4.
- [A54] SOUČEK, J., J. HORNAK, M. SVOBODA, M. GUTTEN a T. KULTUNOWITZ. Comparison of the electrical properties of canola oil with commercially available mineral oil. In: *2015 16th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2015, s. 634-637.
- [A55] TRNKA, P., J. SOUČEK, J. HORNAK, M. SVOBODA, T. KULTUNOWITZ a M. GUTTEN. Statistical approach to endurance models: data processing using regression models. In: *2015 16th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*. IEEE, 2015, s. 238-241.
- [A56] SOUČEK, J., J. HORNAK, V. MENTLÍK, P. TRNKA a M. SVOBODA. Diagnosis of dissipation factor and breakdown voltage of alternative insulating liquids. In: *19th International Symposium on High Voltage Engineering (ISH)*. Západočeská univerzita v Plzni, 2015, s. 1-4.
- [A57] MENTLÍK, V., P. TRNKA, M. SVOBODA, J. HORNAK a J. SOUČEK. Environmentally friendly electroinsulating fluids: perspective ways. In: *19th International Symposium on High Voltage Engineering (ISH)*. Západočeská univerzita v Plzni, 2015, s. 1-4.
- [A58] SVOBODA, M., P. TRNKA, L. HARVÁNEK a J. HORNAK. Reliability of electrical insulating systems: statistical approach to empirical endurance models. In: *19th International Symposium on High Voltage Engineering (ISH)*. Západočeská univerzita v Plzni, 2015, s. 1-5.
- [A59] MENTLÍK, V., P. TRNKA, M. SVOBODA, J. HORNAK a J. SOUČEK. Biodegradable esters: aspects of applicability criteria determination. In: *Proceedings of the 19th International Symposium on High Voltage Engineering (ISH)*. Západočeská univerzita v Plzni, 2015, s. 1-6.

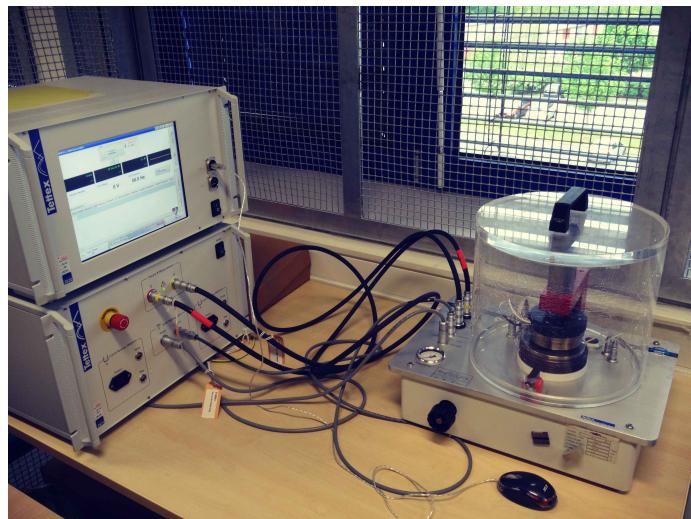
PŘÍSPĚVKY NA TUZEMSKÝCH KONFERENCÍCH

- [A60] J. HORNAK. Homogenizace vnitřní struktury třísložkového kompozitního dielektrika. In: *Elektrotechnika a informatika 2017. Elektrotechnika, elektronika, informatica*, 2017, s. 1-4.

tronika, elektroenergetika. Západočeská univerzita v Plzni, 2017. s. 19-22.
Příspěvek oceněn cenou "The Best Student Paper Award".

- [A61] J. HORNAK. Diagnostická jednotka PEA pro měření prostorového náboje v dielektrických materiálech. In: *Elektrotechnika a informatika 2016. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika.* Západočeská univerzita v Plzni, 2016, s. 31-34.
- [A62] J. HORNAK. Parametry klíčových prvků diagnostické jednotky pro sledování rozložení prostorového náboje. In: *Elektrotechnika a informatika 2015. Elektrotechnika, elektronika, elektroenergetika.* Západočeská univerzita v Plzni, 2015, s. 51-54.
- [A63] J. HORNAK. Vliv čištění na stav izolačního systému elektrických zařízení. In: *Elektrotechnika a informatika 2014. Část 1., Elektrotechnika.* Západočeská univerzita v Plzni, 2014, s. 33-36.

PŘÍLOHA A: MĚŘICÍ ZAŘÍZENÍ A TECHNOLOGICKÉ VYBAVENÍ



Obrázek P.1: Automatický můstek pro měření dielektrických ztrát a permitivity



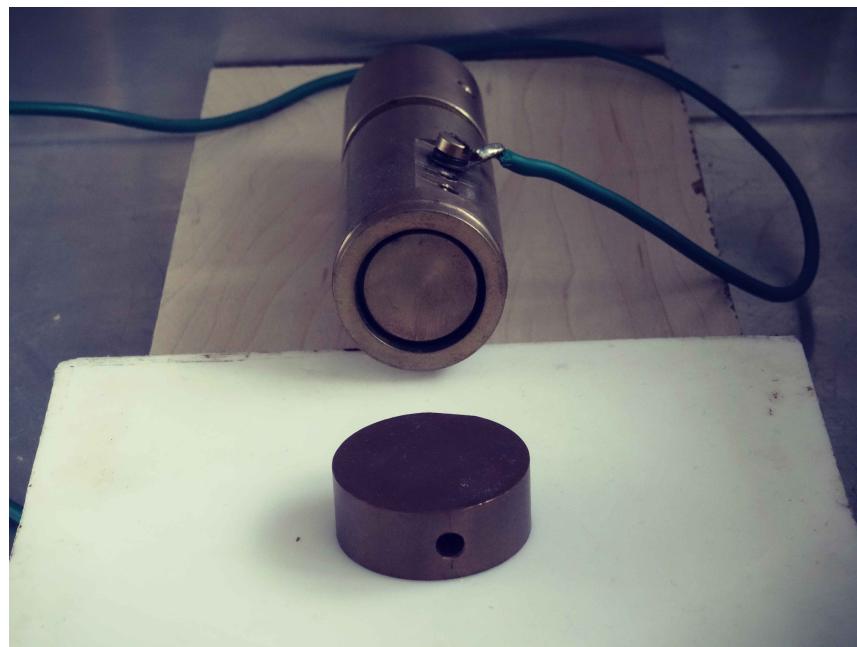
Obrázek P.2: Vysokonapěťový prostor laboratoře



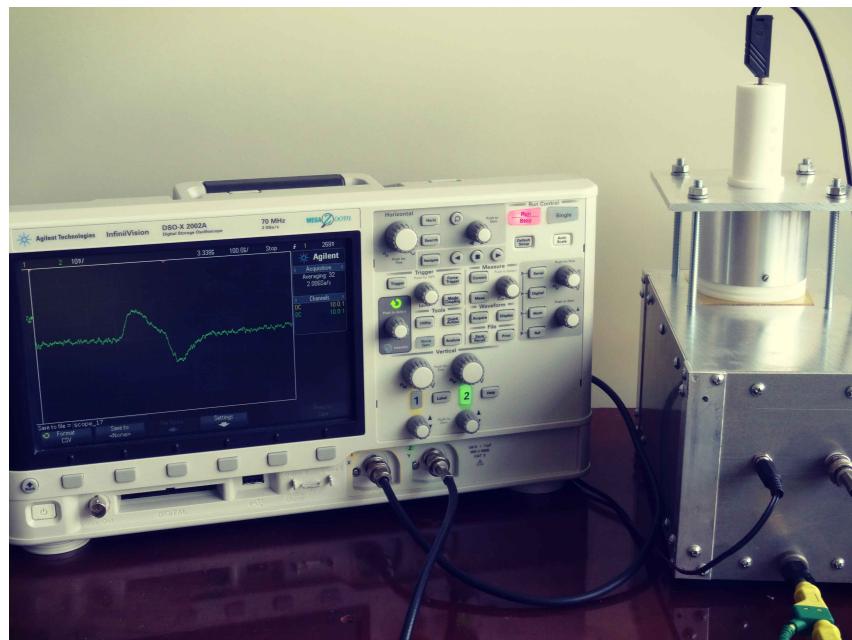
Obrázek P.3: Pracoviště pro měření vnitřní rezistivity



Obrázek P.4: Pracoviště pro analýzu vodivostních proudů



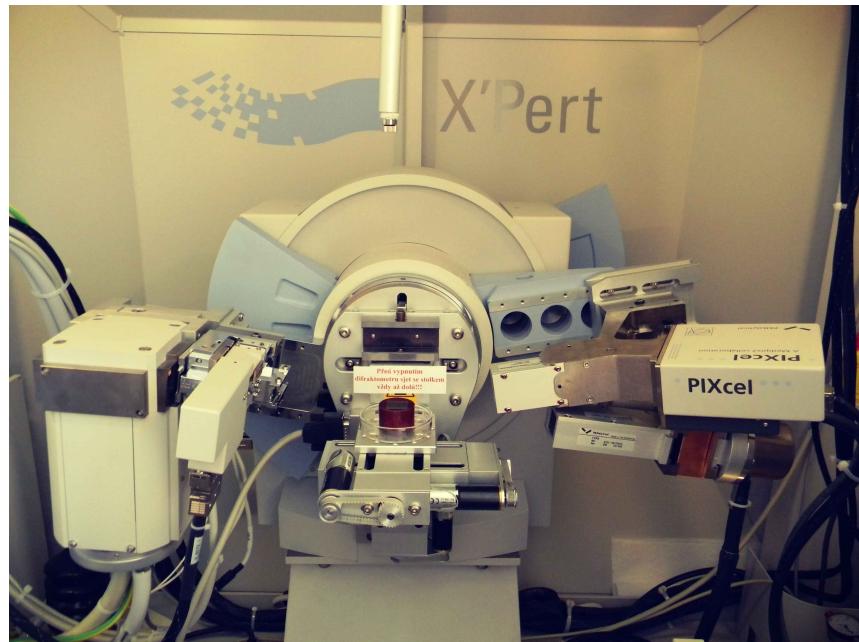
Obrázek P.5: Elektrodový systém pro měření vodivostních proudů



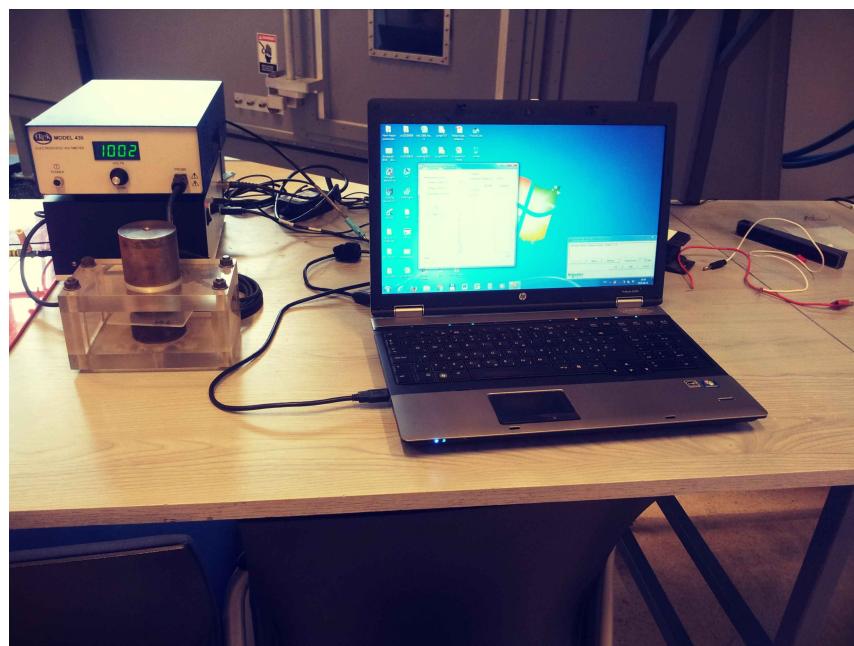
Obrázek P.6: Pracoviště pro analýzu zbytkového náboje



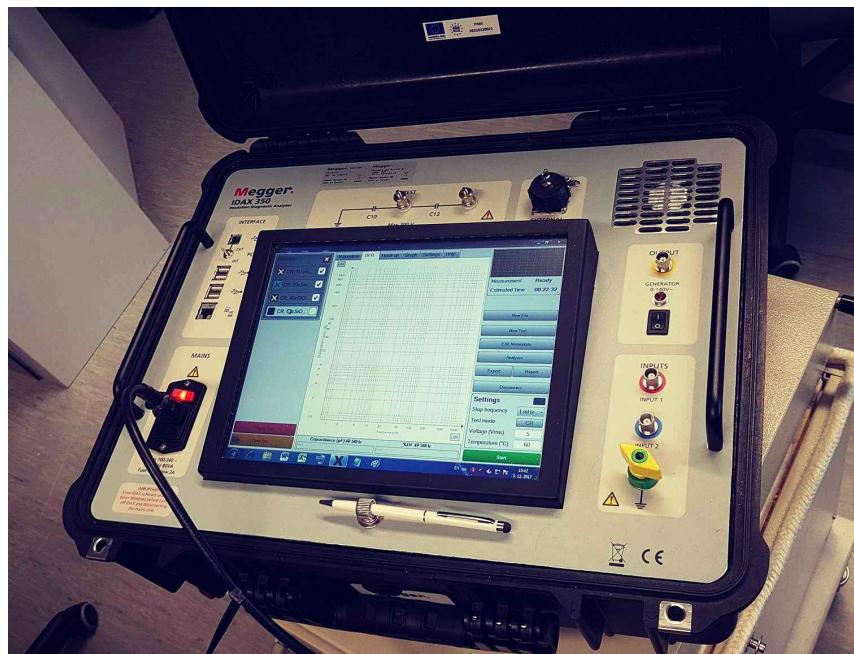
Obrázek P.7: Zařízení pro rentgenovou difrakční analýzu



Obrázek P.8: Vnitřní uspořádání lampy a detektoru



Obrázek P.9: Pracoviště pro měření napěťové odezvy v Budapešti



Obrázek P.10: Zařízení pro měření frekvenčních závislostí dielektrických parametrů v Žilině



Obrázek P.11: Zařízení pro měření frekvenčních závislostí dielektrických parametrů Novocontrol



Obrázek P.12: Vybavení pro výrobu a homogenizaci pelet



Obrázek P.13: Zdroj pro dlouhodobé napěťové stárnutí



Obrázek P.14: Pracoviště pro měření částečných výbojů

PŘÍLOHA B: NÁVRH A KONSTRUKCE DIAGNOSTICKÉ JEDNOTKY PEA

Pro možnost návrhu jednotlivých parametrů je třeba znát šířku napěťového pulzu ΔT_p (s). Ta se u běžně používaných PEA měřicích systémů pohybuje v rozmezí od 5 do 200 ns. Amplituda napěťových pulzů se pohybuje v rozmezí 200 V až 2 kV. Stejnosměrné napětí využívané k nabíjení vzorků je nejčastěji voleno v rozmezí 5 až 10 kV.

Pro další výpočty je uvažována hodnota $\Delta T_p = 10$ ns, plocha vysokonapěťové elektrody $S=3,14 \text{ cm}^2$ a vzorek epoxidové pryskyřice tloušťky $d=0,5 \text{ mm}$ mající hodnotu akustické rychlosti $u_{sa}=2400 \text{ m/s}$ [212] a hodnotu relativní permitivity $\epsilon_r=3,5$.

RELATIVNÍ ROZLIŠENÍ MĚŘICÍ JEDNOTKY

Relativní rozlišení měřicí jednotky η_r udává možnou odchylku výsledného signálu od skutečného místa akumulace prostorového náboje v ose x a je dáno šírkou napěťového pulzu, tloušťkou vzorku a okamžitou akustickou rychlostí daného materiálu [213]

$$\eta_r = \frac{\Delta T_p}{\frac{d}{u_{sa}}} \cdot 100. \quad (\text{P.1})$$

Po dosazení je výsledné prostorové rozlišení přibližně 5 procent. Ze vztahu (P.1) jasně vyplývá, že při použití tlustších vzorků je relativní rozlišení nižší a naopak. Jedná se tedy o proměnnou hodnotu v závislosti na výše uvedených parametrech. Absolutní rozlišení pro výše uvedený vzorek tl. 0,5 mm lze poté určit přibližně jako 25 μm .

VAZEBNÍ KONDENZÁTOR

Vazební kondenzátor je důležitou součástí měřicí jednotky. Zprostředkovává vodivé spojení mezi pulzním generátorem a napěťovou elektrodou, zároveň odděluje pulzní generátor od zdroje stejnosměrného napětí a tím umožňuje stejnosměrné napěťové působení na materiálový vzorek. Hodnota kapacity vazebního kondenzátoru C_C (F) musí být zvolena mnohonásobně vyšší, než je kapacita měřeného vzorku C_{sa} (F), aby rozdíl mezi hodnotou pulzního napětí a napětí procházejícím vzorkem, byl minimální. Obecně platí vztah (P.2)

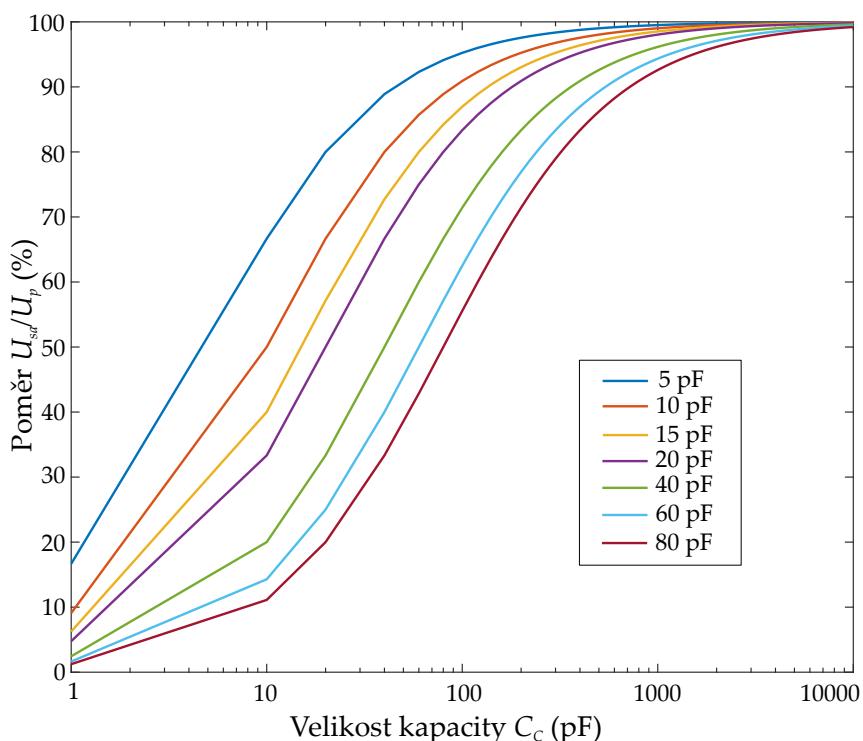
$$C_C \geq 100 \cdot C_{sa}, \quad (\text{P.2})$$

přičemž kapacita vzorku C_{sa} může být definována jako (P.3)

$$C_{sa} = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot \frac{S}{d}, \quad (\text{P.3})$$

kde ϵ_0 (F/m) je permitivita vakua, ϵ_r (-) je relativní permitivita vzorku, S (m^2) plocha elektrod a d (m) tloušťka vzorku. Pro výše definované parametry je hodnota kapacity vzorku epoxidové pryskyřice 19,5 pF, z čehož následně vyplývá volba hodnoty vazebního kondenzátoru. V tomto případě může být použit např. vysokonapěťový keramický kondenzátor použitelný do 10 kV s kapacitou v řádu jednotek nF. Kondenzátory mající kapacitu ≥ 10 nF by mohly způsobovat parazitní jevy ovlivňující výsledný signál [213]. Obrázek P.15 znázorňuje poměr skutečného napětí působícího na vzorek (U_{sa}) k hodnotě pulzního napětí (U_p) v závislosti na kapacitě vzorku a hodnotě vazební kapacity. Samotný výpočet U_{sa} je dán [213, 214] rovnicí (P.4)

$$U_{sa} = \frac{U_p \cdot C_C}{C_C + C_{sa}}. \quad (\text{P.4})$$



Obrázek P.15: Podíl U_{sa}/U_p pro volbu vazební kapacity C_C v závislosti na kapacitě vzorku C_{sa}

S přihlédnutím k výše uvedeným skutečnostem je jednotka osazena vysokonapěťovým keramickým diskovým kondenzátorem s kapacitou 2200 pF.

SÉRIOVÝ REZISTOR

Rezistor v sérii s vysokonapěťovým zdrojem je zařazen pro omezení proudu tekoucího od pulzního generátoru k vysokonapěťovému zdroji a také k ochraně vysokonapěťového zdroje v případě průrazu testovaného vzorku. Minimální hodnotu sériového rezistoru lze určit ze vztahu (P.5)

$$R_{DC} \geq 500 \cdot \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot f_p \cdot C_{sa}}, \quad (\text{P.5})$$

kde f_p (Hz) je hlavní frekvenční složka napěťového pulzu [213] dána vztahem (P.6)

$$f_p = \frac{1}{2 \cdot \Delta T_p}. \quad (\text{P.6})$$

Výsledná minimální hodnota sériového rezistoru je v tomto případě $81 \text{ k}\Omega$. Je nutno brát v potaz, že takto určená hodnota odporu je platná pro výše uvedenou kapacitu vzorku a šířku pulzu. Pro zahrnutí širšího spektra kapacit vzorků, šířek napěťových pulzů a také pro ochranu měřicího obvodu při průrazu vzorku je však vhodnější použít vysokonapěťový rezistor s vyšší hodnotou elektrického odporu např. jednotkách $\text{M}\Omega$ a s příkonem v jednotkách W. Pro omezení povrchové výbojové činnosti při vysokém napěťovém působení je vhodné využít rezistor s délkou od 4 do 8 cm [213]. Proto byla jednotka osazena odporem 15 $\text{M}\Omega$, 5 W, 10 kV.

PIEZOELEKTRICKÝ ČLEN

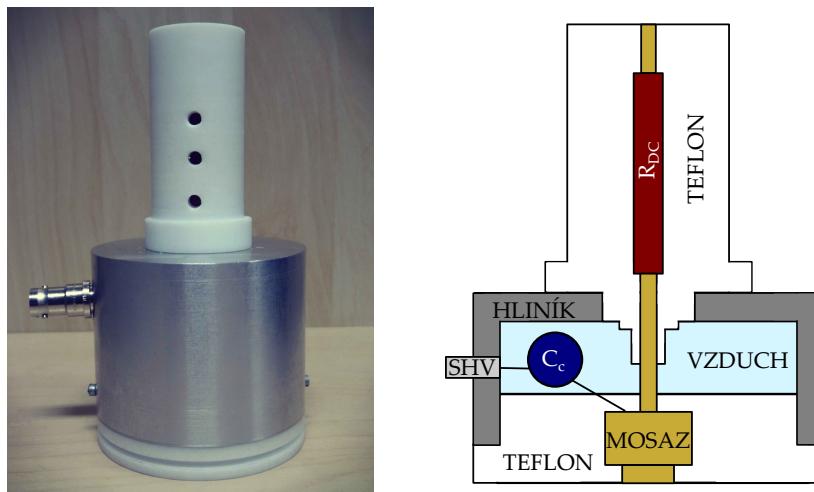
V současnosti se jako piezoelektrický člen nejčastěji používá tenký PVDF film, který nahradil dříve využívaný piezoelektrický krystalický materiál LiNbO_3 . PVDF má široký frekvenční rozsah a nízkou akustickou impedanci. Tloušťku b (m) piezo-elektrického materiálu lze určit ze vztahu (P.7) [213]

$$b \leq \Delta T_p \cdot u_b, \quad (\text{P.7})$$

kde u_b (m/s) je akustická rychlosť piezoelektrického převodníku (u PVDF 2200 m/s [215]). Pro šířku napěťového pulzu 10 ns je minimální tloušťka PVDF převodníku 22 μm . Pro vyšší citlivost měřicího systému je možno použít komerčně dostupný oboustranně pokovený PVDF materiál tloušťky 9 μm .

VYSOKONAPĚŤOVÁ ELEKTRODA

Vysokonapěťová elektroda slouží k přivedení vysokonapěťového pulzu a stejnosměrného napětí na vzorek. Jak již bylo uvedeno, vazební kondenzátor zajišťuje galvanické oddělení mezi zdrojem stejnosměrného napětí a pulzním generátorem a rezistor v sérii s vysokonapěťovým obvodem způsobuje omezení proudu. Vysokonapěťová elektroda je dle předchozích výpočtů osazena sériovým vysokonapěťovým rezistorem 15 $\text{M}\Omega$, 5 W, 10 kV umístěným v PTFE válci s otvory zajišťujícími odvod tepla, a vazebním keramickým kondenzátorem 2200 pF, 10 kV, spojeným s SHV konektorem a mosaznou napěťovou částí elektrody. Uspořádání elektrody je znázorněno na Obrázku P.16.



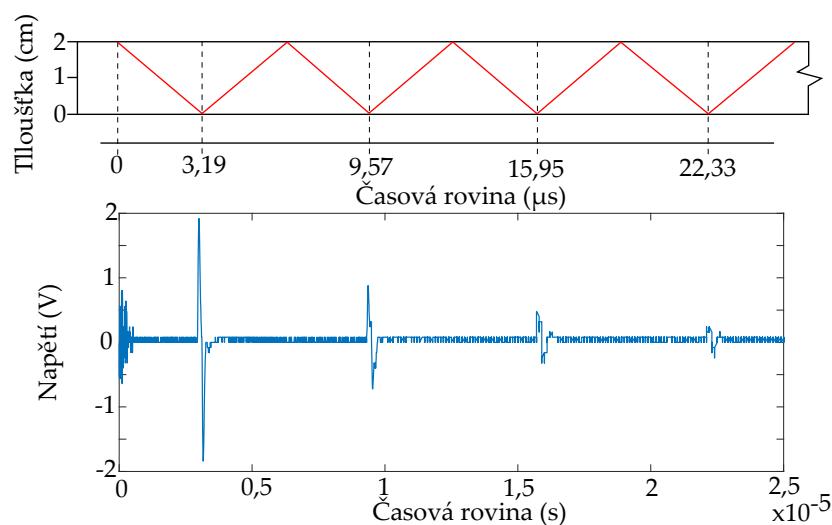
Obrázek P.16: Vysokonapěťová elektroda

ZEMNICÍ ELEKTRODA

Aluminiová zemnicí elektroda umožnuje průchod akustické vlny, která je způsobena interakcí zachyceného elektrického náboje s vysokonapěťovým pulzem. Odražená akustická vlna by mohla způsobit ovlivnění měřeného signálu, proto je tloušťka elektrody stanovena na 20 mm [214, 216, 217], což zaručuje dostatečné zpoždění znova odraženého utlumeného signálu. Čas průchodu akustické vlny elektrodou je dán výpočtem (P.8)

$$t_{Al} = \frac{d_{Al}}{u_{Al}} = \frac{0,02}{6260} = 3,19 \mu s, \quad (P.8)$$

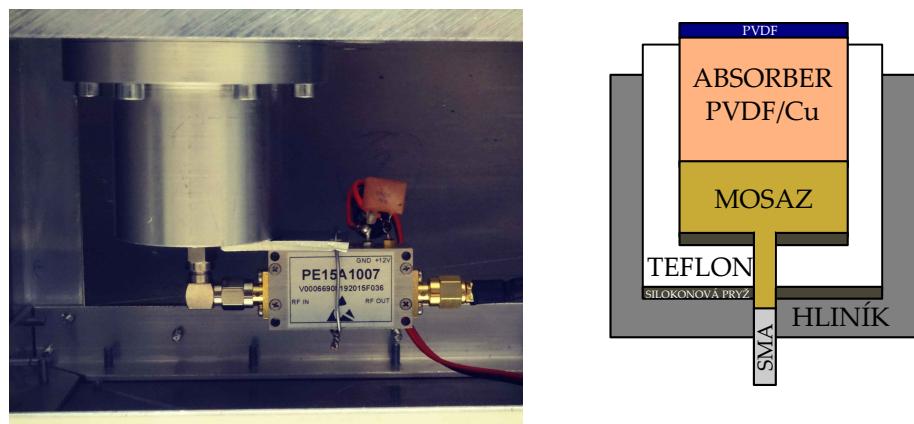
kde $u_{Al}=6260$ m/s, $d_{Al}=0,02$ m, a znázorněn na Obrázku P.17 grafickým výstupem napěťového signálu.



Obrázek P.17: Chování akustické vlny

DETEKTOR AKUSTICKÉ VLNY

Pro převod akustické vlny na elektrický signál je použit PVDF piezoelektrický převodník tloušťky 9 µm s Cr/Al povrchovou úpravou. Pro tlumení odrazu je pod piezoelektrickým převodníkem umístěn absorbér akustické vlny - váleček PVDF tloušťky 20 mm, s povrchovou úpravou Cu zaručující vodivé spojení mezi piezoelektrickým převodníkem a výstupem na zesilovač. Vnější část detektoru tvoří izolační válec z PTFE a Al stínění, které je spojeno se zemnicí elektrodou. Pro připojení k zesilovači je použit SMA konektor. Pro zesílení získaného signálu je nainstalován širokopásmový nízkošumový zesilovač Pasternack 9 kHz – 3 GHz se ziskem 32 dB. Uspořádání detektoru je znázorněno na Obrázku P.18.



Obrázek P.18: Detektor akusté vlny

ŠASI JEDNOTKY

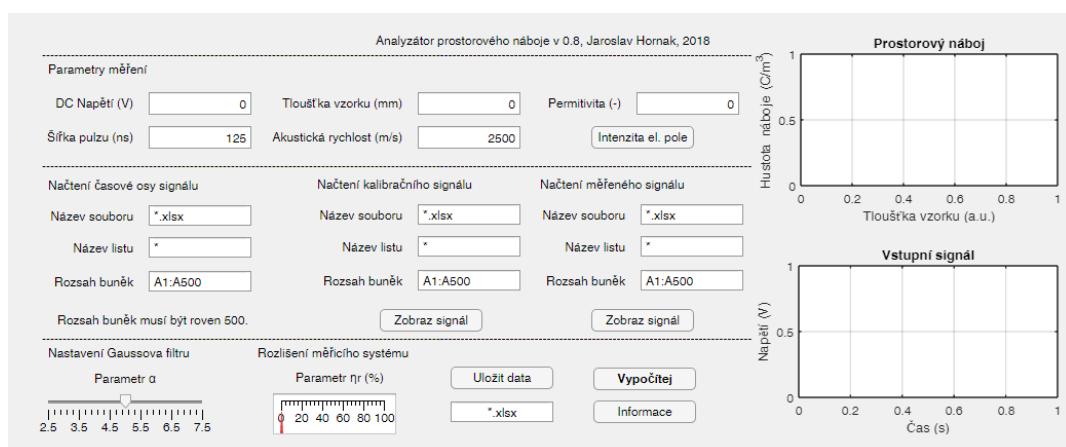
Pro omezení vnějších vlivů a rušení je spodní část jednotky obsahující zemnicí elektrodu a detektor umístěna do aluminiového šasi, které je vybaveno napájecím konektorem pro nízkošumový vysokofrekvenční zesilovač, BNC konektorem pro možnost zobrazení elektrického signálu na obrazovku osciloskopu a zemnicím konektorem. Kompletní konstrukce je vyobrazena na Obrázku P.19.

VYHODNOCOVACÍ PROSTŘEDÍ

Pro další zpracování získaného napěťového signálu bylo vyvinuto vyhodnocovací prostředí v aplikaci Matlab AppDesigner s pracovním názvem "Analyzátor prostorového náboje". Navržený nástroj umožňuje převod napěťového signálu na hodnotu prostorového náboje v závislosti na zadaných parametrech měření, což je znázorněno na Obrázku P.20. Vedle okamžitého zobrazení základních signálů je možno analyzované záznamy také uložit pro další možné zpracování. Vzhledem k tomu, že je nástroj stále ve vývoji, nejsou v práci uváděny zdrojové kódy aplikace.



Obrázek P.19: Kompletní PEA jednotka



Obrázek P.20: Vyhodnocovací prostředí

PŘÍLOHA C: NAMĚŘENÉ A VYPOČÍTANÉ HODNOTY

V následujícím textu jsou uvedeny dílčí výsledky jednotlivých měření s použitím základních statistických ukazatelů. Výsledky byly získány měřením při podmínkách Standardního prostředí B dle ČSN EN 60212 [104] v souladu s technickými normami ČSN IEC 250 [123], ČSN IEC 93 [124], ČSN EN 60243-1 [125] a ČSN EN 60270 [196].

VLIV PLNIVA NA DIELEKTRICKÉ VLASTNOSTI

Tabulka P.1: Základní dielektrické vlastnosti a statistické ukazatele pro 0 a 0,5 procentní plnění oxidem hořečnatým

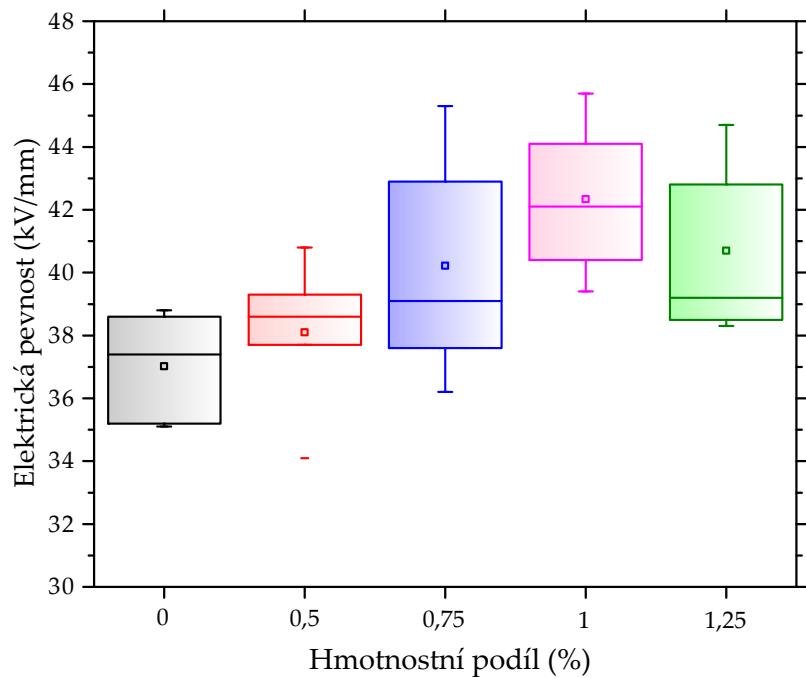
Čistá epoxidová pryskyřice				
Č. měření	E_p (kV/mm)	$\operatorname{tg} \delta (-)^*$	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)**	$\varepsilon_r (-)^*$
1	35,2	0,0034	$5,44 \cdot 10^{12}$	3,02
2	38,6	0,0037	$7,39 \cdot 10^{12}$	2,74
3	37,4	0,0031	$6,01 \cdot 10^{12}$	2,82
4	38,8	0,0033	$7,83 \cdot 10^{12}$	3,28
5	35,1	0,0031	$4,75 \cdot 10^{12}$	2,89
Průměr	37,02	0,00332	$6,28 \cdot 10^{12}$	2,95
Sm. odchylka	1,6005	0,000223	$1,16 \cdot 10^{12}$	0,188892
Variační koef.	4,32%	6,71%	18,50%	6,40%
Epoxidová pryskyřice + 0,5 % MgO				
Č. měření	E_p (kV/mm)	$\operatorname{tg} \delta (-)$	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	$\varepsilon_r (-)$
1	40,8	0,0045	$1,28 \cdot 10^{13}$	2,86
2	38,6	0,0036	$8,19 \cdot 10^{12}$	3,25
3	34,1	0,0039	$6,27 \cdot 10^{12}$	3,23
4	37,7	0,0032	$9,83 \cdot 10^{12}$	3,17
5	39,3	0,0034	$9,71 \cdot 10^{12}$	3,09
Průměr	38,1	0,00372	$9,36 \cdot 10^{12}$	3,12
Sm. odchylka	2,24232	0,000453	$2,14914 \cdot 10^{12}$	0,141421
Variační koef.	5,89%	12,19%	22,96%	4,53%

* 500 V, AC; ** 500 V, DC

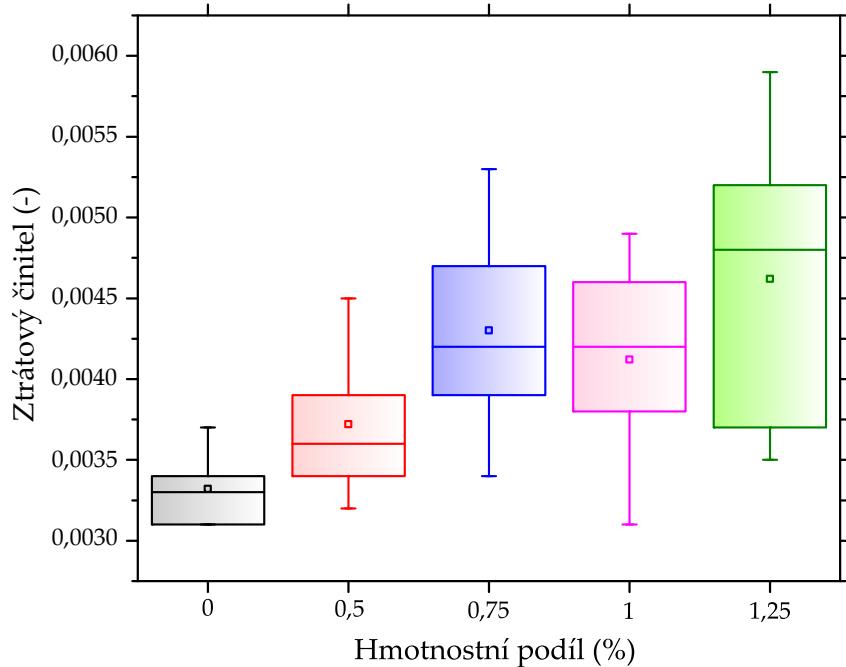
Tabulka P.2: Základní dielektrické vlastnosti a statistické ukazatele pro 0,75; 1 a 1,25 procentní plnění oxidem hořečnatým

Epoxidová pryskyřice + 0,75 MgO				
Č. měření	E_p (kV/mm)	$\operatorname{tg} \delta$ (-)	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	ε_r (-)
1	45,3	0,0034	$5,22 \cdot 10^{13}$	3,37
2	37,6	0,0053	$1,19 \cdot 10^{13}$	3,14
3	42,9	0,0042	$3,13 \cdot 10^{13}$	3,08
4	39,1	0,0039	$9,92 \cdot 10^{12}$	3,68
5	36,2	0,0047	$5,35 \cdot 10^{13}$	3,03
Průměr	40,22	0,0043	$3,18 \cdot 10^{13}$	3,26
Sm. odchylka	3,384317	0,000654	$1,88 \cdot 10^{13}$	0,240083
Variační koef.	8,41%	15,21%	59,10%	7,36%
Epoxidová pryskyřice + 1 % MgO				
Č. měření	E_p (kV/mm)	$\operatorname{tg} \delta$ (-)	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	ε_r (-)
1	44,1	0,0046	$7,12 \cdot 10^{13}$	3,66
2	40,4	0,0031	$3,62 \cdot 10^{13}$	3,31
3	45,7	0,0042	$4,40 \cdot 10^{13}$	3,44
4	42,1	0,0049	$7,43 \cdot 10^{13}$	3,19
5	39,4	0,0038	$2,47 \cdot 10^{13}$	3,57
Průměr	42,34	0,00412	$5,01 \cdot 10^{13}$	3,434
Sm. odchylka	2,317412	0,000631	$1,95 \cdot 10^{13}$	0,170012
Variační koef.	5,47%	15,30%	38,99%	4,95%
Epoxidová pryskyřice + 1,25 % MgO				
Č. měření	E_p (kV/mm)	$\operatorname{tg} \delta$ (-)	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	ε_r (-)
1	39,2	0,0059	$7,96 \cdot 10^{12}$	3,84
2	38,3	0,0048	$1,23 \cdot 10^{13}$	3,52
3	44,7	0,0052	$2,16 \cdot 10^{13}$	3,76
4	42,8	0,0037	$9,34 \cdot 10^{12}$	3,38
5	38,5	0,0035	$1,07 \cdot 10^{13}$	3,91
Průměr	40,7	0,00462	$1,24 \cdot 10^{13}$	3,682
Sm. odchylka	2,579147	0,000906	$4,83 \cdot 10^{12}$	0,20024
Variační koef.	6,34%	19,62%	39,01%	5,44%

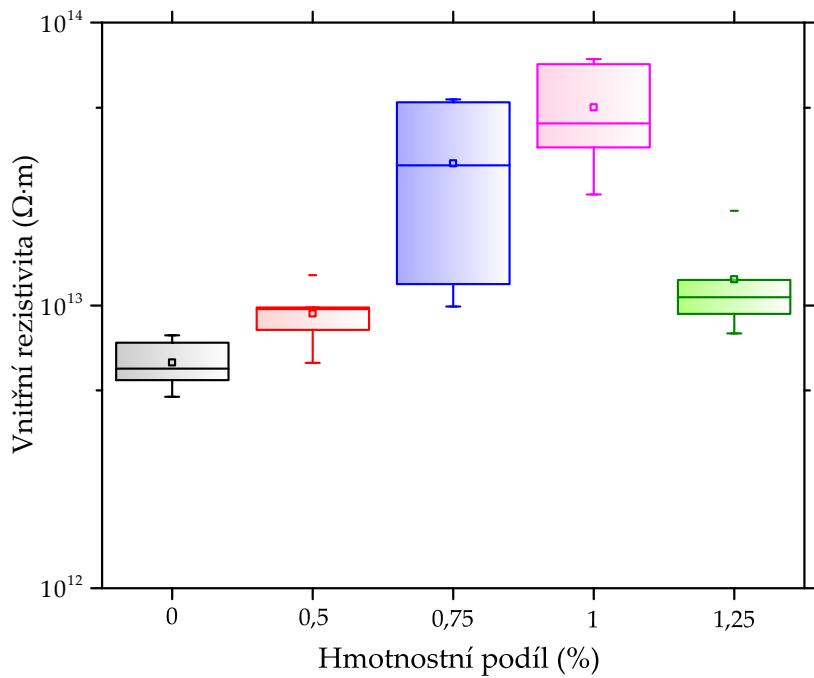
* 500 V, AC; ** 500 V, DC



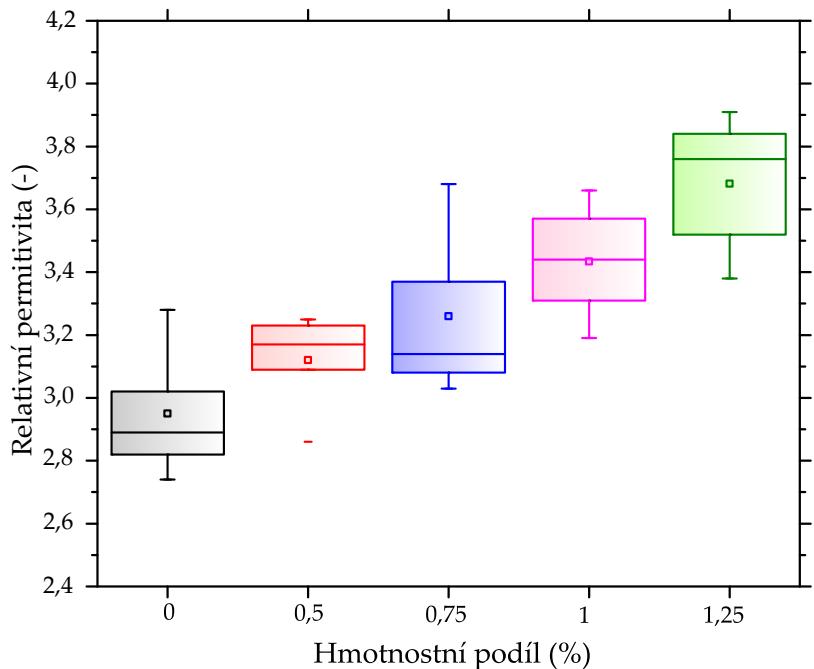
Obrázek P.21: Krabicové grafy pro výsledky elektrické pevnosti



Obrázek P.22: Krabicové grafy pro výsledky ztrátového činitele



Obrázek P.23: Krabicové grafy pro výsledky vnitřní rezistivity



Obrázek P.24: Krabicové grafy pro výsledky relativní permitivity

VLIV POVRCHOVÉ ÚPRAVY PLNIVA NA DIELEKTRICKÉ VLASTNOSTI KOMPOZITU

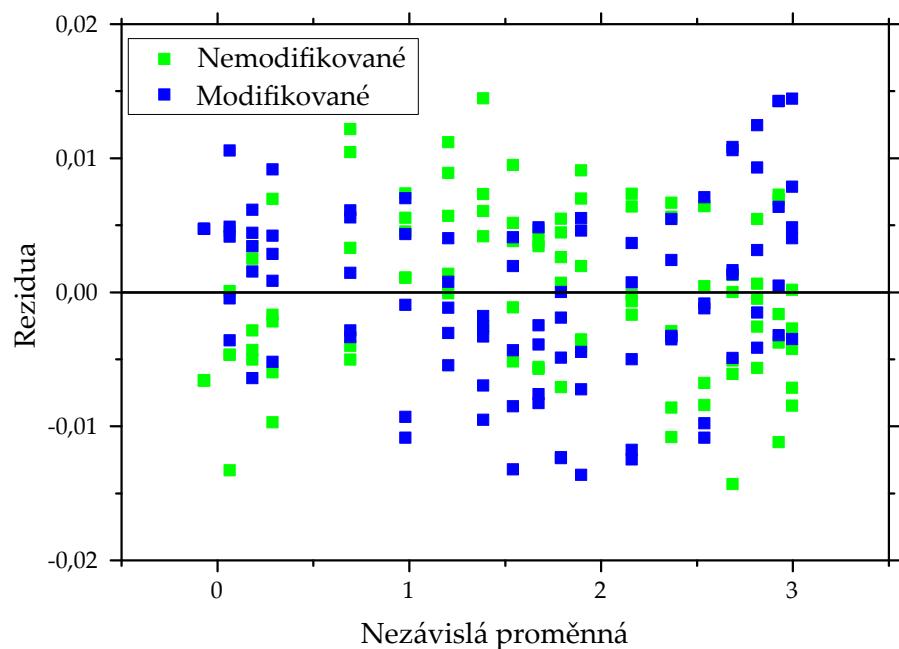
Tabulka P.3: Transformované hodnoty pro redukované resorpční křivky

Nemodifikovaný povrch MgO					
X (-)	Y1 (-)	Y2 (-)	Y3 (-)	Y4 (-)	Y5 (-)
-0,06899	0	0	0	0	0
0,06454	0,06175	0,05312	0,07098	0,06175	0,0665
0,18232	0,11634	0,11418	0,12264	0,11489	0,12169
0,28768	0,16422	0,15671	0,16473	0,16044	0,17337
0,69315	0,35141	0,34308	0,36028	0,3441	0,35856
0,98083	0,48156	0,47811	0,48258	0,47812	0,4844
1,20397	0,58271	0,5784	0,58592	0,57694	0,5882
1,38629	0,66479	0,65599	0,66605	0,66289	0,67319
1,54045	0,73161	0,72665	0,73729	0,72263	0,73297
1,67398	0,79108	0,78193	0,79143	0,78206	0,79224
1,79176	0,84303	0,84112	0,8459	0,83335	0,84487
1,89712	0,88958	0,8841	0,89461	0,88356	0,89672
2,15948	1,00499	1,00452	1,01159	1,00352	1,01254
2,36712	1,09534	1,08745	1,10387	1,08963	1,10493
2,53897	1,17569	1,16849	1,18169	1,16684	1,18166
2,68558	1,23584	1,23485	1,24222	1,22663	1,24097
2,81341	1,29775	1,29568	1,29887	1,2926	1,30368
2,92674	1,34739	1,34526	1,3563	1,33784	1,35589
2,99573	1,37571	1,3728	1,37723	1,37147	1,38011

Modifikovaný povrch MgO					
X (-)	Y1 (-)	Y2 (-)	Y3 (-)	Y4 (-)	Y5 (-)
-0,06899	0	0	0	0	0
0,06454	0,06306	0,05845	0,06948	0,05531	0,06379
0,18232	0,11846	0,11659	0,11946	0,10864	0,12118
0,28768	0,1681	0,16004	0,16946	0,16609	0,17439
0,69315	0,35988	0,35509	0,36401	0,35558	0,36453
0,98083	0,49456	0,4862	0,50251	0,48464	0,49983
1,20397	0,60066	0,5988	0,60261	0,59637	0,60585
1,38629	0,6854	0,67918	0,68691	0,68174	0,68617
1,54045	0,75782	0,74894	0,7641	0,75364	0,76624
1,67398	0,82188	0,8175	0,82331	0,81816	0,83062
1,79176	0,87702	0,86952	0,87999	0,86959	0,88192
1,89712	0,92765	0,91846	0,93669	0,92484	0,93762
2,15948	1,05211	1,04463	1,06077	1,04535	1,05783
2,36712	1,15278	1,15251	1,1615	1,15272	1,15844
2,53897	1,23671	1,22814	1,245	1,22707	1,23708
2,68558	1,30941	1,30911	1,31861	1,30286	1,31838
2,81341	1,37182	1,36717	1,38114	1,36455	1,37798
2,92674	1,42906	1,41947	1,43695	1,42317	1,43693
2,99573	1,4604	1,45959	1,46999	1,45206	1,46344

Tabulka P.4: Statistické parametry regresní analýzy

Vzorek	Směrnice	Úsek na ose Y	Pearsonův koeficient	Koeficient determinace	Reziduální součet čtverců
Nemodifikované	0,4474	0,0391	0,99991	0,99981	0,00354
Modifikované	0,4763	0,0281	0,9999	0,9998	0,00418



Obrázek P.25: Graf reziduů pro ověření vhodnosti zvoleného transformačního intervalu

Tabulka P.5: Základní dielektrické vlastnosti a statistické ukazatele pro 1 procentní plnění oxidem hořečnatým s povrchovou úpravou

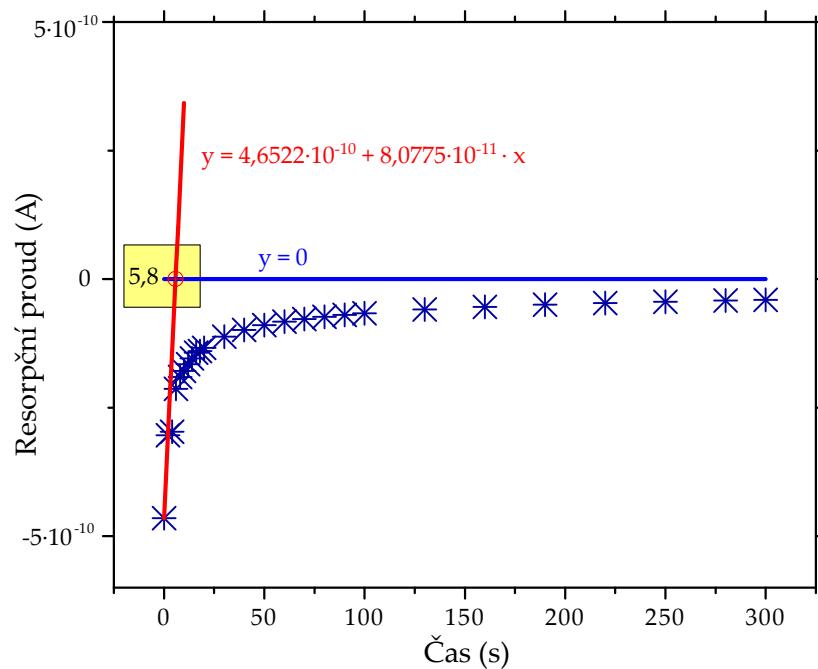
Č. měření	E_p (kV/mm)	$\operatorname{tg} \delta$ (-)	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)	ε_r (-)
1	45,6	0,0035	$9,34 \cdot 10^{14}$	2,87
2	44,4	0,0044	$5,83 \cdot 10^{14}$	3,25
3	43,7	0,0024	$6,74 \cdot 10^{14}$	3,34
4	40,2	0,0037	$8,26 \cdot 10^{14}$	2,98
5	41,8	0,0041	$5,57 \cdot 10^{14}$	3,31
Průměr	43,14	0,00362	$7,15 \cdot 10^{14}$	3,15
Sm. odchylka	1,917916	0,000685	$1,44 \cdot 10^{14}$	0,189209
Variační koef.	4,45%	18,93%	20,21%	6,01%

ZÁKLADNÍ DIELEKTRICKÉ VLASTNOSTI NANOSTRUKTURNÍHO MIKROKOMPOZITU

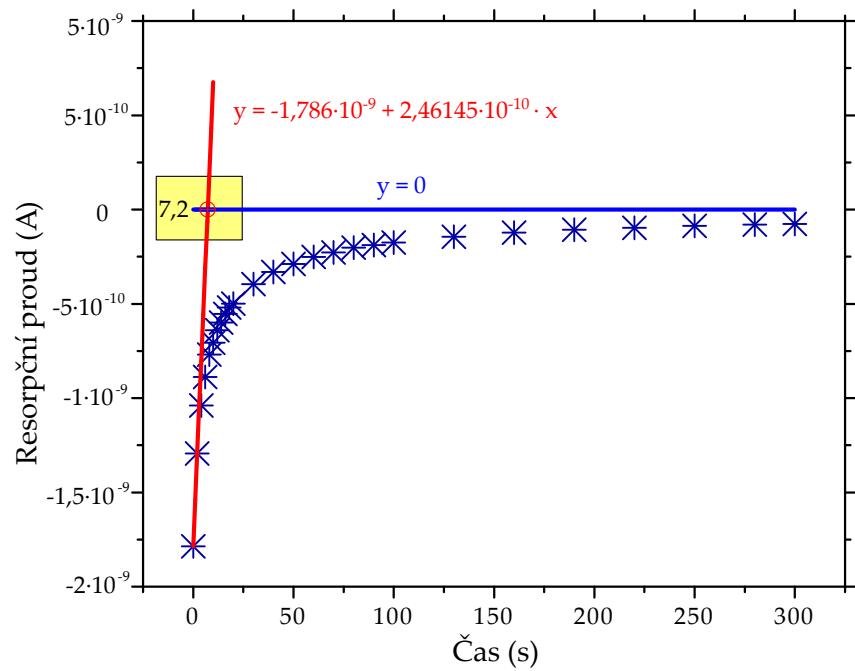
Tabulka P.6: Základní dielektrické vlastnosti a statistické ukazatele pro navržený nanostrukturní mikrokompozit

Č. měření	E_p (kV/mm)	$\tg \delta (-)$	ρ_v ($\Omega \cdot \text{m}$)
1	63,3	0,0033	$7,76 \cdot 10^{14}$
2	58,8	0,0038	$4,84 \cdot 10^{14}$
3	53,2	0,0032	$6,23 \cdot 10^{14}$
4	54,7	0,0031	$5,37 \cdot 10^{14}$
5	60,4	0,0042	$6,33 \cdot 10^{14}$
Průměr	58,08	0,00352	$6,11 \cdot 10^{14}$
Sm. odchylka	3,69	0,000417	$9,95 \cdot 10^{14}$
Variační koef.	6,37%	11,84%	16,29%

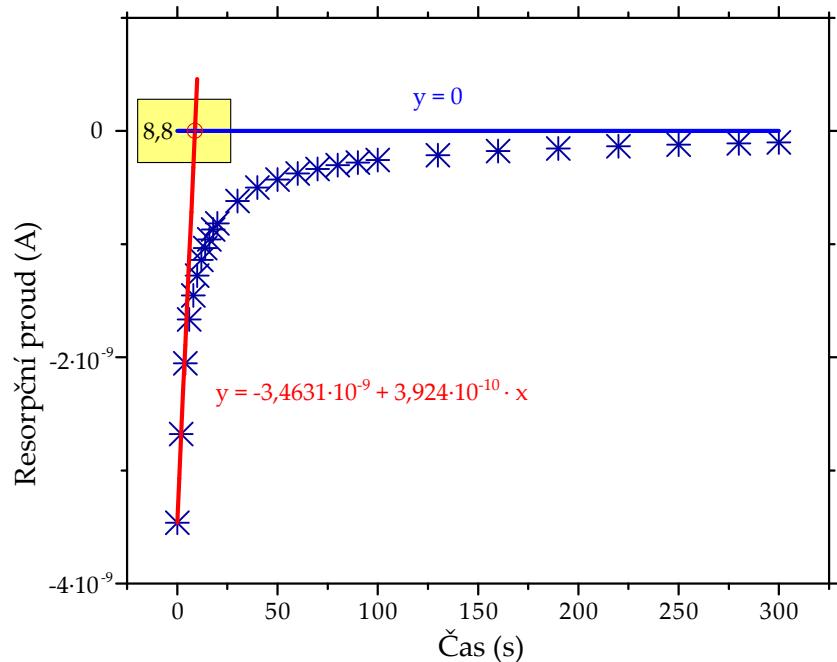
STANOVENÍ ČASOVÉ KONSTANTY Z RESORPČNÍHO PROUDU



Obrázek P.26: Stanovení časové konstanty pro navržený nanostrukturní mikrokompozit



Obrázek P.27: Stanovení časové konstanty pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou



Obrázek P.28: Stanovení časové konstanty pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

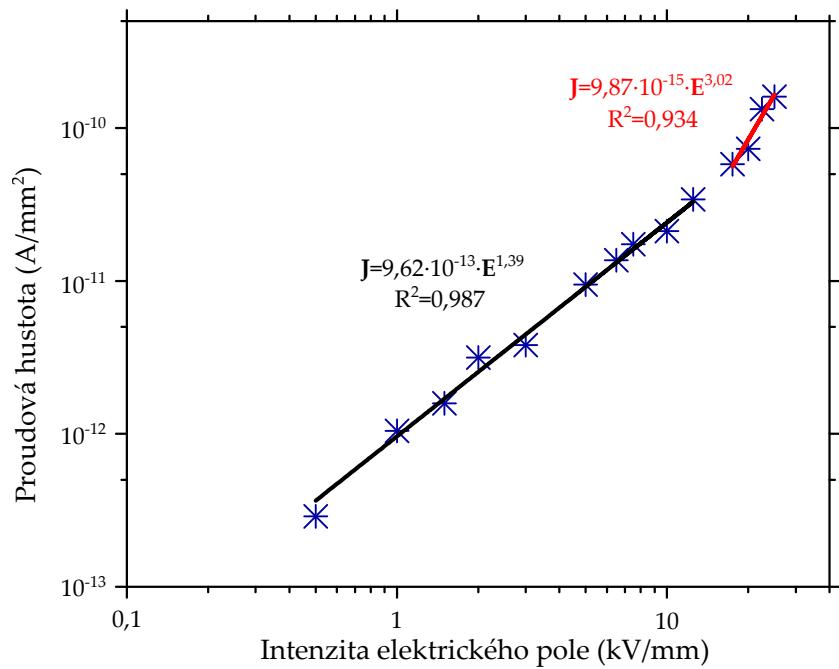
ANALÝZA VODIVOSTNÍCH PROUDŮ

Tabulka P.7: Vodivostní proudy a základní statistické ukazatele pro navržený nanostrukturální mikrokompozit

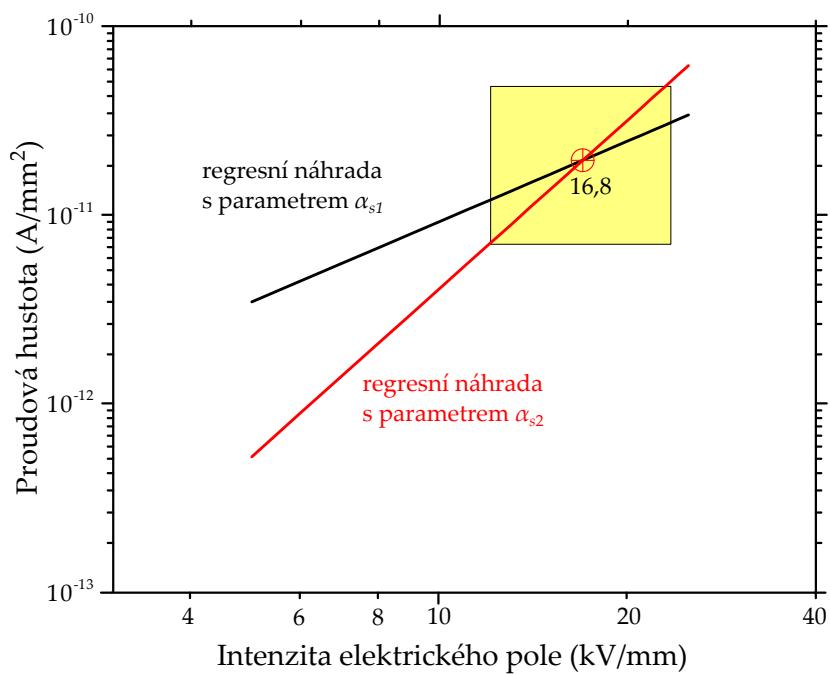
U (V)	i_{v1} (A)	i_{v2} (A)	i_{v3} (A)	Průměr (A)	Sm. odch. (A)	Var. koef. (%)
100	$8,5 \cdot 10^{-14}$	$1,2 \cdot 10^{-13}$	$1,25 \cdot 10^{-13}$	$1,1 \cdot 10^{-13}$	$1,779 \cdot 10^{-14}$	16,18%
200	$3,7 \cdot 10^{-13}$	$4,25 \cdot 10^{-13}$	$4,0 \cdot 10^{-13}$	$3,98 \cdot 10^{-13}$	$2,248 \cdot 10^{-14}$	5,64%
300	$6,6 \cdot 10^{-13}$	$5,55 \cdot 10^{-13}$	$5,9 \cdot 10^{-13}$	$6,02 \cdot 10^{-13}$	$4,365 \cdot 10^{-14}$	7,26%
400	$1,0 \cdot 10^{-12}$	$1,45 \cdot 10^{-12}$	$1,15 \cdot 10^{-12}$	$1,2 \cdot 10^{-12}$	$1,871 \cdot 10^{-13}$	15,59%
600	$1,2 \cdot 10^{-12}$	$1,65 \cdot 10^{-12}$	$1,5 \cdot 10^{-12}$	$1,45 \cdot 10^{-12}$	$1,871 \cdot 10^{-13}$	12,90%
1000	$3,3 \cdot 10^{-12}$	$3,85 \cdot 10^{-12}$	$3,65 \cdot 10^{-12}$	$3,6 \cdot 10^{-12}$	$2,273 \cdot 10^{-13}$	6,31%
1300	$4,9 \cdot 10^{-12}$	$5,4 \cdot 10^{-12}$	$5,3 \cdot 10^{-12}$	$5,2 \cdot 10^{-12}$	$2,160 \cdot 10^{-13}$	4,15%
1500	$6,25 \cdot 10^{-12}$	$6,9 \cdot 10^{-12}$	$6,65 \cdot 10^{-12}$	$6,6 \cdot 10^{-12}$	$2,677 \cdot 10^{-13}$	4,06%
2000	$7,75 \cdot 10^{-12}$	$8,35 \cdot 10^{-12}$	$8,05 \cdot 10^{-12}$	$8,05 \cdot 10^{-12}$	$2,449 \cdot 10^{-13}$	3,04%
2500	$1,15 \cdot 10^{-11}$	$1,4 \cdot 10^{-11}$	$1,35 \cdot 10^{-11}$	$1,3 \cdot 10^{-11}$	$1,080 \cdot 10^{-12}$	8,31%
3500	$2,05 \cdot 10^{-11}$	$2,35 \cdot 10^{-11}$	$2,2 \cdot 10^{-11}$	$2,2 \cdot 10^{-11}$	$1,225 \cdot 10^{-12}$	5,57%
4000	$2,55 \cdot 10^{-11}$	$3,1 \cdot 10^{-11}$	$2,7 \cdot 10^{-11}$	$2,78 \cdot 10^{-11}$	$2,321 \cdot 10^{-12}$	8,34%
4500	$4,95 \cdot 10^{-11}$	$5,3 \cdot 10^{-11}$	$4,9 \cdot 10^{-11}$	$5,05 \cdot 10^{-11}$	$1,780 \cdot 10^{-12}$	3,52%
5000	$5,6 \cdot 10^{-11}$	$6,4 \cdot 10^{-11}$	$6,25 \cdot 10^{-11}$	$6,08 \cdot 10^{-11}$	$3,472 \cdot 10^{-12}$	5,71%

Tabulka P.8: Parametry určené z vodivostních proudů pro navržený nanostrukturální mikrokompozit

U (V)	i_v (A)	ρ_v ($\Omega \cdot m$)	J (A/mm ²)	μ (m ² /(V·s))
100	$1,1 \cdot 10^{-13}$	$1,73 \cdot 10^{15}$	$2,89 \cdot 10^{-13}$	$5,810 \cdot 10^{-15}$
200	$3,98 \cdot 10^{-13}$	$9,54 \cdot 10^{14}$	$1,05 \cdot 10^{-12}$	$5,260 \cdot 10^{-15}$
300	$6,02 \cdot 10^{-13}$	$9,48 \cdot 10^{14}$	$1,58 \cdot 10^{-12}$	$3,531 \cdot 10^{-15}$
400	$1,2 \cdot 10^{-12}$	$6,34 \cdot 10^{14}$	$3,16 \cdot 10^{-12}$	$3,961 \cdot 10^{-15}$
600	$1,45 \cdot 10^{-12}$	$7,86 \cdot 10^{14}$	$3,81 \cdot 10^{-12}$	$2,127 \cdot 10^{-15}$
1000	$3,6 \cdot 10^{-12}$	$5,28 \cdot 10^{14}$	$9,47 \cdot 10^{-12}$	$1,901 \cdot 10^{-15}$
1300	$5,2 \cdot 10^{-12}$	$4,75 \cdot 10^{14}$	$1,37 \cdot 10^{-11}$	$1,625 \cdot 10^{-15}$
1500	$6,6 \cdot 10^{-12}$	$4,32 \cdot 10^{14}$	$1,74 \cdot 10^{-11}$	$1,549 \cdot 10^{-15}$
2000	$8,05 \cdot 10^{-12}$	$4,72 \cdot 10^{14}$	$2,12 \cdot 10^{-11}$	$1,063 \cdot 10^{-15}$
2500	$1,3 \cdot 10^{-11}$	$3,66 \cdot 10^{14}$	$3,42 \cdot 10^{-11}$	$1,099 \cdot 10^{-15}$
3500	$2,2 \cdot 10^{-11}$	$3,02 \cdot 10^{14}$	$5,79 \cdot 10^{-11}$	$9,486 \cdot 10^{-15}$
4000	$2,78 \cdot 10^{-11}$	$2,73 \cdot 10^{14}$	$7,32 \cdot 10^{-11}$	$9,188 \cdot 10^{-16}$
4500	$5,05 \cdot 10^{-11}$	$1,69 \cdot 10^{14}$	$1,33 \cdot 10^{-10}$	$1,317 \cdot 10^{-15}$
5000	$6,08 \cdot 10^{-11}$	$1,56 \cdot 10^{14}$	$1,60 \cdot 10^{-10}$	$1,285 \cdot 10^{-15}$



Obrázek P.29: Mocninná regrese pro navržený nanostrukturní mikrokompozit



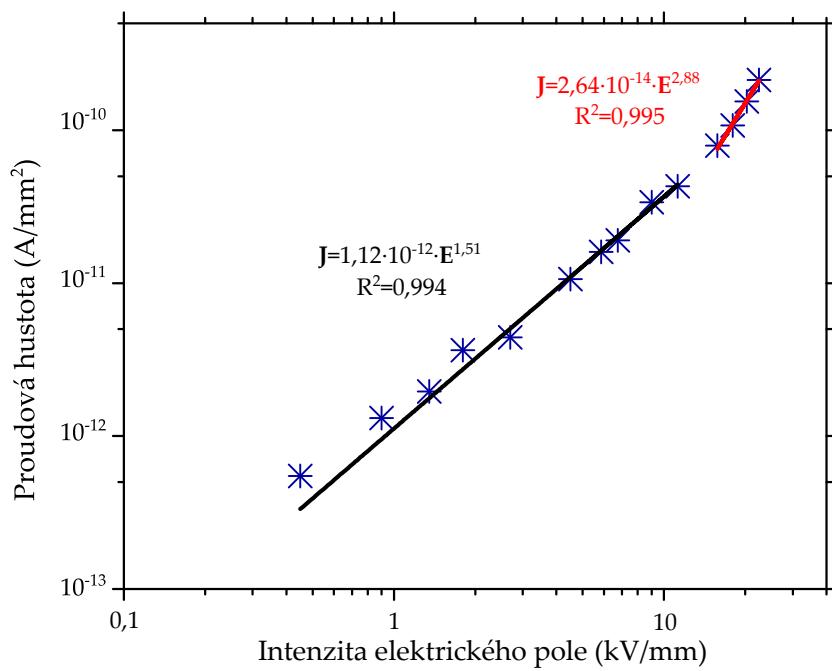
Obrázek P.30: Rekonstrukce regresních náhrad pro určení průsečíku pro navržený nanostrukturní mikrokompozit

Tabulka P.9: Vodivostní proudy a základní statistické ukazatele pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou

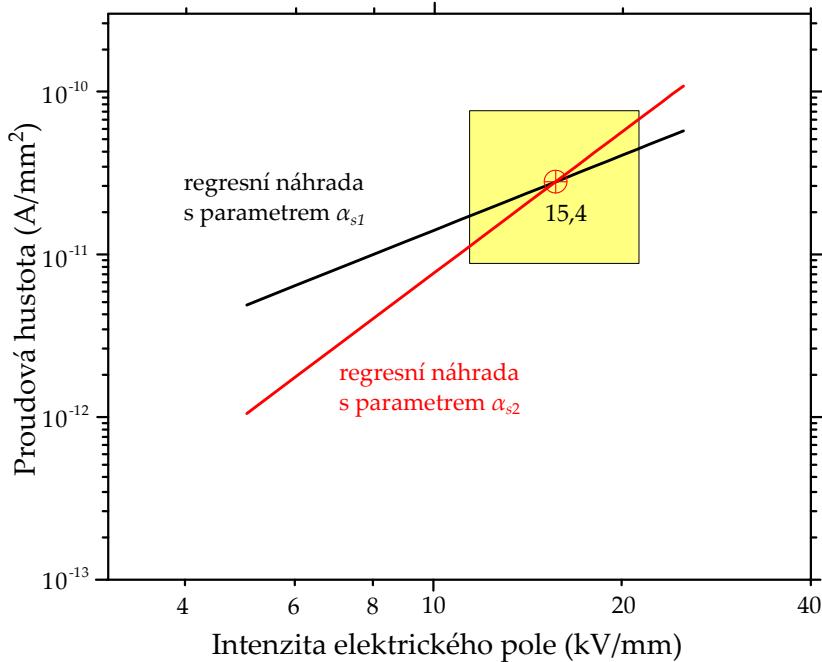
U (V)	i_{v1} (A)	i_{v2} (A)	i_{v3} (A)	Průměr (A)	Sm. odch. (A)	Var. koef. (%)
100	$2,3 \cdot 10^{-13}$	$1,85 \cdot 10^{-13}$	$2,15 \cdot 10^{-13}$	$2,10 \cdot 10^{-13}$	$1,871 \cdot 10^{-14}$	8,91%
200	$5,6 \cdot 10^{-13}$	$4,4 \cdot 10^{-13}$	$5,1 \cdot 10^{-13}$	$5,03 \cdot 10^{-13}$	$4,922 \cdot 10^{-14}$	9,78%
300	$8,35 \cdot 10^{-13}$	$6,9 \cdot 10^{-13}$	$7,25 \cdot 10^{-13}$	$7,5 \cdot 10^{-13}$	$6,178 \cdot 10^{-14}$	8,24%
400	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$1,25 \cdot 10^{-12}$	$1,35 \cdot 10^{-12}$	$1,4 \cdot 10^{-13}$	$1,472 \cdot 10^{-13}$	10,51%
600	$1,95 \cdot 10^{-12}$	$1,55 \cdot 10^{-12}$	$1,60 \cdot 10^{-12}$	$1,7 \cdot 10^{-12}$	$1,780 \cdot 10^{-13}$	10,47%
1000	$4,85 \cdot 10^{-12}$	$3,25 \cdot 10^{-12}$	$4,15 \cdot 10^{-12}$	$4,08 \cdot 10^{-12}$	$6,549 \cdot 10^{-13}$	16,04%
1300	$6,85 \cdot 10^{-12}$	$5,75 \cdot 10^{-12}$	$5,85 \cdot 10^{-12}$	$6,15 \cdot 10^{-12}$	$4,967 \cdot 10^{-13}$	8,08%
1500	$8,05 \cdot 10^{-12}$	$6,65 \cdot 10^{-12}$	$7,20 \cdot 10^{-12}$	$7,30 \cdot 10^{-12}$	$5,759 \cdot 10^{-13}$	7,89%
2000	$1,5 \cdot 10^{-11}$	$1,1 \cdot 10^{-11}$	$1,3 \cdot 10^{-11}$	$1,3 \cdot 10^{-11}$	$1,633 \cdot 10^{-12}$	12,56%
2500	$1,85 \cdot 10^{-11}$	$1,4 \cdot 10^{-11}$	$1,7 \cdot 10^{-11}$	$1,65 \cdot 10^{-11}$	$1,871 \cdot 10^{-12}$	11,34%
3500	$3,55 \cdot 10^{-11}$	$2,65 \cdot 10^{-11}$	$2,95 \cdot 10^{-11}$	$3,05 \cdot 10^{-11}$	$3,742 \cdot 10^{-12}$	12,27%
4000	$4,75 \cdot 10^{-11}$	$3,4 \cdot 10^{-11}$	$4,25 \cdot 10^{-11}$	$4,13 \cdot 10^{-11}$	$5,573 \cdot 10^{-12}$	13,48%
4500	$6,1 \cdot 10^{-11}$	$5,2 \cdot 10^{-11}$	$6,1 \cdot 10^{-11}$	$5,92 \cdot 10^{-11}$	$5,265 \cdot 10^{-12}$	8,90%
5000	$7,5 \cdot 10^{-11}$	$7,95 \cdot 10^{-11}$	$7,7 \cdot 10^{-11}$	$8,17 \cdot 10^{-11}$	$6,511 \cdot 10^{-12}$	7,97%

Tabulka P.10: Parametry určené z vodivostních proudů pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou

U (V)	i_v (A)	ρ_v ($\Omega \cdot m$)	J (A/mm ²)	μ (m ² /(V·s))
100	$2,10 \cdot 10^{-13}$	$8,23 \cdot 10^{14}$	$5,47 \cdot 10^{-13}$	$1,624 \cdot 10^{-14}$
200	$5,03 \cdot 10^{-13}$	$6,87 \cdot 10^{14}$	$1,31 \cdot 10^{-13}$	$9,731 \cdot 10^{-15}$
300	$7,5 \cdot 10^{-13}$	$6,91 \cdot 10^{14}$	$1,95 \cdot 10^{-12}$	$6,444 \cdot 10^{-15}$
400	$1,4 \cdot 10^{-12}$	$4,94 \cdot 10^{14}$	$3,65 \cdot 10^{-12}$	$6,767 \cdot 10^{-15}$
600	$1,7 \cdot 10^{-12}$	$6,10 \cdot 10^{14}$	$4,43 \cdot 10^{-12}$	$3,652 \cdot 10^{-15}$
1000	$4,08 \cdot 10^{-12}$	$4,23 \cdot 10^{14}$	$1,06 \cdot 10^{-11}$	$3,158 \cdot 10^{-15}$
1300	$6,15 \cdot 10^{-12}$	$3,65 \cdot 10^{14}$	$1,60 \cdot 10^{-11}$	$2,814 \cdot 10^{-15}$
1500	$7,30 \cdot 10^{-12}$	$3,55 \cdot 10^{14}$	$1,90 \cdot 10^{-11}$	$2,509 \cdot 10^{-15}$
2000	$1,3 \cdot 10^{-11}$	$2,66 \cdot 10^{14}$	$3,39 \cdot 10^{-11}$	$2,513 \cdot 10^{-15}$
2500	$1,65 \cdot 10^{-11}$	$2,62 \cdot 10^{14}$	$4,30 \cdot 10^{-11}$	$2,042 \cdot 10^{-15}$
3500	$3,05 \cdot 10^{-11}$	$1,98 \cdot 10^{14}$	$7,94 \cdot 10^{-11}$	$1,925 \cdot 10^{-15}$
4000	$4,13 \cdot 10^{-11}$	$1,67 \cdot 10^{14}$	$1,08 \cdot 10^{-10}$	$1,998 \cdot 10^{-15}$
4500	$5,92 \cdot 10^{-11}$	$1,31 \cdot 10^{14}$	$1,54 \cdot 10^{-10}$	$2,260 \cdot 10^{-15}$
5000	$8,17 \cdot 10^{-11}$	$1,06 \cdot 10^{14}$	$2,13 \cdot 10^{-10}$	$2,526 \cdot 10^{-15}$



Obrázek P.31: Mocninná regrese pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou



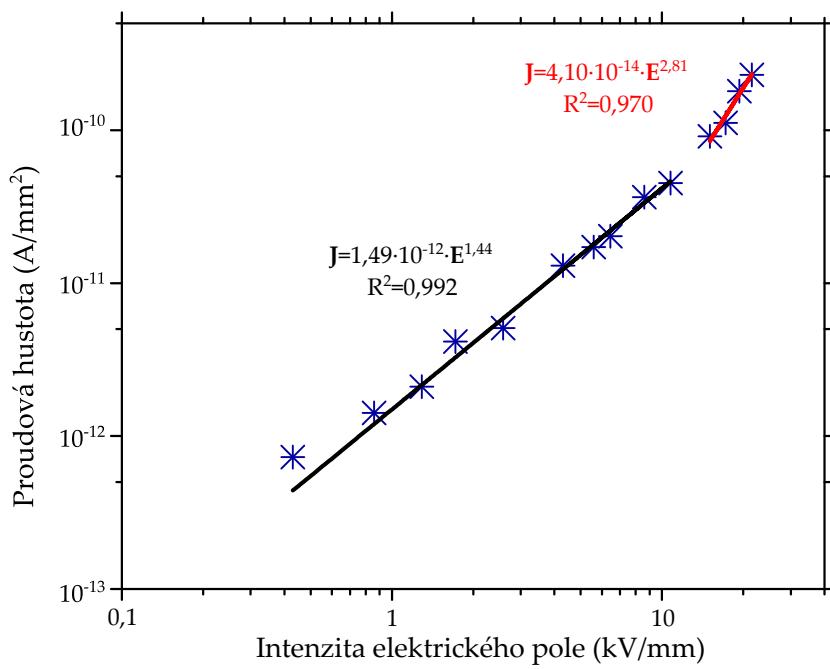
Obrázek P.32: Rekonstrukce regresních náhrad pro určení průsečíku pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou

Tabulka P.11: Vodivostní proudy a základní statistické ukazatele pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

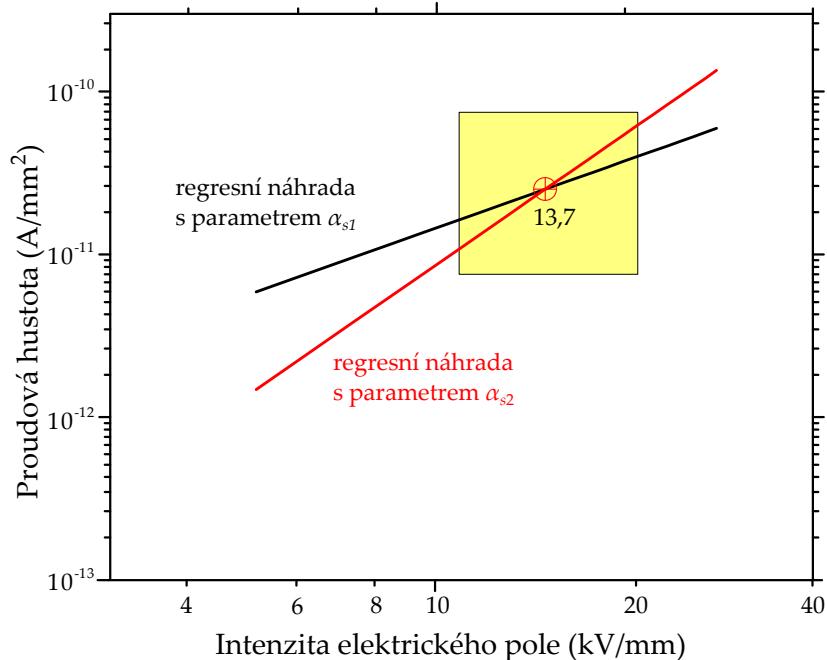
U (V)	i_{v1} (A)	i_{v2} (A)	i_{v3} (A)	Průměr (A)	Sm. odch. (A)	Var. koef. (%)
100	$2,2 \cdot 10^{-13}$	$5,4 \cdot 10^{-13}$	$8,0 \cdot 10^{-13}$	$2,8 \cdot 10^{-13}$	$1,925 \cdot 10^{-13}$	68,76%
200	$4,8 \cdot 10^{-13}$	$6,2 \cdot 10^{-13}$	$5,35 \cdot 10^{-13}$	$5,45 \cdot 10^{-13}$	$5,759 \cdot 10^{-14}$	10,57%
300	$7,2 \cdot 10^{-13}$	$9,4 \cdot 10^{-13}$	$7,7 \cdot 10^{-13}$	$8,1 \cdot 10^{-13}$	$9,416 \cdot 10^{-14}$	11,63%
400	$1,45 \cdot 10^{-12}$	$1,7 \cdot 10^{-12}$	$1,64 \cdot 10^{-12}$	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$1,066 \cdot 10^{-13}$	6,67%
600	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$2,05 \cdot 10^{-12}$	$2,2 \cdot 10^{-12}$	$1,95 \cdot 10^{-12}$	$2,550 \cdot 10^{-13}$	13,07%
1000	$4,45 \cdot 10^{-12}$	$5,05 \cdot 10^{-12}$	$5,5 \cdot 10^{-12}$	$5,0 \cdot 10^{-12}$	$4,301 \cdot 10^{-13}$	8,60%
1300	$5,95 \cdot 10^{-12}$	$7,35 \cdot 10^{-12}$	$6,5 \cdot 10^{-12}$	$6,6 \cdot 10^{-12}$	$5,759 \cdot 10^{-13}$	8,73%
1500	$7,55 \cdot 10^{-12}$	$8,15 \cdot 10^{-12}$	$7,7 \cdot 10^{-12}$	$7,8 \cdot 10^{-12}$	$2,550 \cdot 10^{-13}$	3,27%
2000	$1,25 \cdot 10^{-11}$	$1,45 \cdot 10^{-11}$	$1,5 \cdot 10^{-11}$	$1,4 \cdot 10^{-11}$	$1,080 \cdot 10^{-13}$	7,72%
2500	$1,4 \cdot 10^{-11}$	$2,1 \cdot 10^{-11}$	$1,7 \cdot 10^{-11}$	$1,73 \cdot 10^{-11}$	$2,867 \cdot 10^{-12}$	16,54%
3500	$3,1 \cdot 10^{-11}$	$3,4 \cdot 10^{-11}$	$4,0 \cdot 10^{-11}$	$3,5 \cdot 10^{-11}$	$3,742 \cdot 10^{-12}$	10,69%
4000	$3,7 \cdot 10^{-11}$	$4,4 \cdot 10^{-11}$	$4,8 \cdot 10^{-11}$	$4,3 \cdot 10^{-11}$	$4,546 \cdot 10^{-12}$	10,57%
4500	$6,85 \cdot 10^{-11}$	$7,25 \cdot 10^{-11}$	$6,7 \cdot 10^{-11}$	$6,93 \cdot 10^{-11}$	$2,321 \cdot 10^{-12}$	3,35%
5000	$7,75 \cdot 10^{-11}$	$9,45 \cdot 10^{-11}$	$9,35 \cdot 10^{-11}$	$8,85 \cdot 10^{-11}$	$7,789 \cdot 10^{-12}$	8,80%

Tabulka P.12: Parametry určené z vodivostních proudů pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

U (V)	i_v (A)	ρ_v ($\Omega \cdot m$)	J (A/mm ²)	μ ($m^2/(V \cdot s)$)
100	$2,8 \cdot 10^{-13}$	$5,90 \cdot 10^{14}$	$7,28 \cdot 10^{-13}$	$2,282 \cdot 10^{-14}$
200	$5,45 \cdot 10^{-13}$	$6,07 \cdot 10^{14}$	$1,42 \cdot 10^{-12}$	$1,110 \cdot 10^{-14}$
300	$8,1 \cdot 10^{-13}$	$6,12 \cdot 10^{14}$	$2,11 \cdot 10^{-12}$	$7,334 \cdot 10^{-15}$
400	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$4,14 \cdot 10^{14}$	$4,15 \cdot 10^{-12}$	$8,132 \cdot 10^{-15}$
600	$1,95 \cdot 10^{-12}$	$5,09 \cdot 10^{14}$	$5,07 \cdot 10^{-12}$	$4,414 \cdot 10^{-15}$
1000	$5,0 \cdot 10^{-12}$	$3,31 \cdot 10^{14}$	$1,30 \cdot 10^{-11}$	$4,074 \cdot 10^{-15}$
1300	$6,6 \cdot 10^{-12}$	$3,26 \cdot 10^{14}$	$1,72 \cdot 10^{-11}$	$3,182 \cdot 10^{-15}$
1500	$7,8 \cdot 10^{-12}$	$3,18 \cdot 10^{14}$	$2,03 \cdot 10^{-11}$	$2,825 \cdot 10^{-15}$
2000	$1,4 \cdot 10^{-11}$	$2,36 \cdot 10^{14}$	$3,64 \cdot 10^{-11}$	$2,852 \cdot 10^{-15}$
2500	$1,73 \cdot 10^{-11}$	$2,38 \cdot 10^{14}$	$4,51 \cdot 10^{-11}$	$2,260 \cdot 10^{-15}$
3500	$3,5 \cdot 10^{-11}$	$1,65 \cdot 10^{14}$	$9,11 \cdot 10^{-11}$	$2,328 \cdot 10^{-15}$
4000	$4,3 \cdot 10^{-11}$	$1,54 \cdot 10^{14}$	$1,12 \cdot 10^{-10}$	$2,190 \cdot 10^{-15}$
4500	$6,93 \cdot 10^{-11}$	$1,07 \cdot 10^{14}$	$1,80 \cdot 10^{-10}$	$2,790 \cdot 10^{-15}$
5000	$8,85 \cdot 10^{-11}$	$9,34 \cdot 10^{14}$	$2,30 \cdot 10^{-10}$	$2,885 \cdot 10^{-15}$



Obrázek P.33: Mocninná regrese pro běžně užívaný materiál s pro běžně užívaným materiálem se skleněnou tkaninou



Obrázek P.34: Rekonstrukce regresních náhrad pro určení průsečíku pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

ANALÝZA ČÁSTEČNÝCH VÝBOJŮ

Tabulka P.13: Parametry částečných výbojů pro navržený nanostrukturální mikrokompozit

Č. měření	E _{PDIV} (kV/mm)	Q _{iec} (pC)	Q _{iec*} (pC)
1	17,3	7	
2	19,5	13	10,33
3	18,7	11	
Průměr	18,5	10,33	
Sm. odchylka	0,9092	2,4944	-
Variační koef.	4,91%	24,14%	

*průměrná hodnota náboje Q_{iec} při E = 18,5 kV/mm

Tabulka P.14: Parametry částečných výbojů pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou

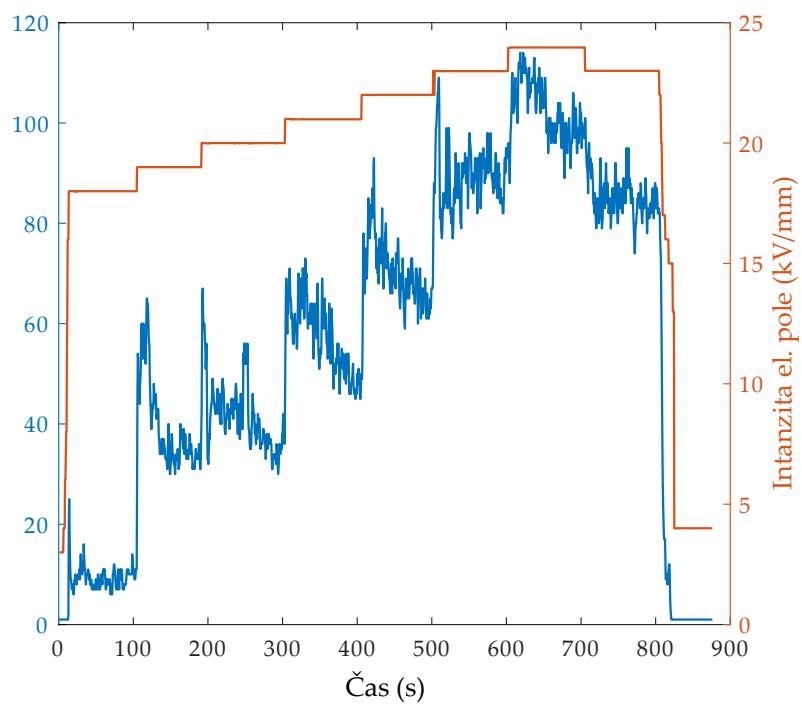
Č. měření	E _{PDIV} (kV/mm)	Q _{iec} (pC)	Q _{iec*} (pC)
1	15,2	22	43
2	17,7	24	35
3	16,8	15	33
Průměr	16,57	20,33	37
Sm. odchylka	1,0339	3,8586	4,3205
Variační koef.	6,24%	18,98%	11,68%

* měřeno při E = 18,5 kV/mm

Tabulka P.15: Parametry částečných výbojů pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

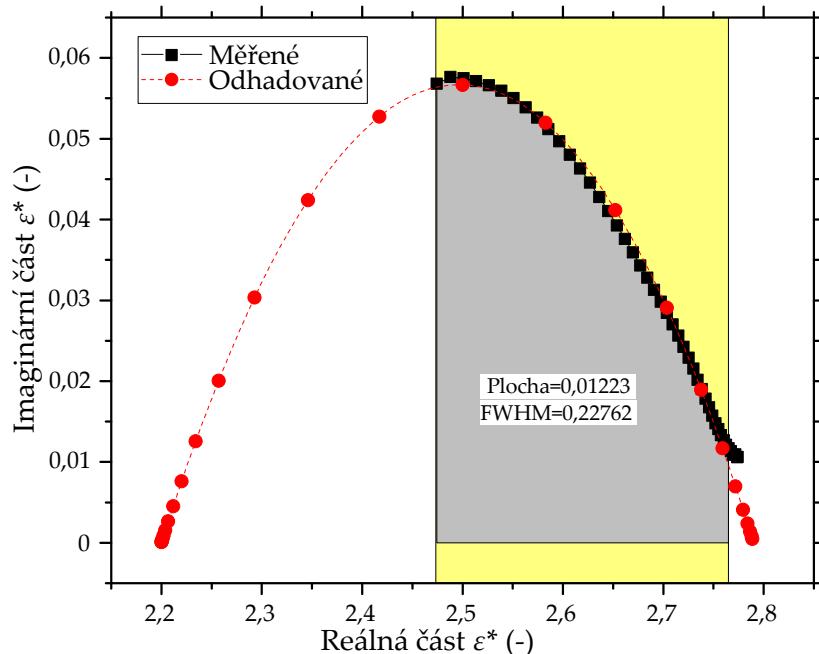
Č. měření	E _{PDIV} (kV/mm)	Q _{iec} (pC)	Q _{iec*} (pC)
1	12,1	28	134
2	8,6	22	106
3	9,4	24	112
Průměr	10,03	24,67	117,33
Sm. odchylka	1,4974	2,4944	12,0370
Variační koef.	14,92%	10,11%	10,26%

* měřeno při E = 18,5 kV/mm



Obrázek P.35: Ilustrace napěťové závislosti náboje Q_{iec} pro nanostrukturální mikrokompozit

ANALÝZA ODHADOVANÝCH NÁHRAD MODIFIKOVANÝCH DIAGRAMŮ



Obrázek P.36: Znázornění způsobu hodnocení odhadu křivek $\epsilon'' = f(\epsilon')$ pomocí určení ploch pod křivkou

Tabulka P.16: Parametry hodnocení modifikovaných diagramů pro navržený nanostrukturní mikrokompozit

Křivka	-30 °C		- 20 °C		- 10 °C	
	Plocha	FWHM*	Plocha	FWHM	Plocha	FWHM
Měřená	0,01223	0,22762	0,01132	0,19784	0,01007	0,15414
Odhadovaná	0,01223	0,20567	0,01146	0,12136	0,01012	0,11133
Rozdíl	0%	9,6 %	1,2 %	38,6 %	0,4 %	27,8 %

*FWHM – Full Width Half Minimum - plná šířka v polovině maximální hodnoty

Tabulka P.17: Parametry hodnocení modifikovaných diagramů pro běžně užívaný materiál s PET nosnou složkou

Křivka	-30 °C		- 20 °C		- 10 °C	
	Plocha	FWHM	Plocha	FWHM	Plocha	FWHM
Měřená	0,00724	0,20064	0,00694	0,17980	0,00642	0,15869
Odhadovaná	0,00708	0,18155	0,00681	0,16260	0,00624	0,11810
Rozdíl	2,2 %	9,5 %	1,9 %	9,6 %	2,8 %	25,6 %

Tabulka P.18: Parametry hodnocení modifikovaných diagramů pro běžně užívaný materiál se skleněnou tkaninou

Křivka	-30 °C		- 20 °C		- 10 °C	
	Plocha	FWHM	Plocha	FWHM	Plocha	FWHM
Měřená	0,01263	0,26745	0,01233	0,24304	0,01162	0,23033
Odhadovaná	0,01262	0,24176	0,01254	0,21351	0,01120	0,16028
Rozdíl	0,08 %	9,6 %	1,7 %	12,2 %	3,6 %	30,4 %