

Fakulta elektrotechnická

Katedra materiálů a technologií

# DIPLOMOVÁ PRÁCE

Částečné výboje v silikonových hmotách

Autor práce: **Bc. Petr Kvasnička**

Vedoucí práce: **doc. Ing. Josef Pihera, Ph. D**

---

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická

Akademický rok: 2023/2024

# ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Petr KVASNIČKA**  
Osobní číslo: **E22N0008P**  
Studijní program: **N0713A060011 Materiály a technologie pro elektrotechniku**  
Téma práce: **Částečné výboje v silikonových hmotách**  
Zadávací katedra: **Katedra materiálů a technologií**

## Zásady pro vypracování

1. V rámci daného tématu proveďte rešerši současného stavu v oblasti silikonových materiálů vhodných pro použití v elektrotechnice včetně možných nano/mikro plniv.
2. Popište diagnostické metody vhodné pro sledování stavu a vlastností těchto materiálů s ohledem zejména na elektrické, mechanické a tepelné vlastnosti.
3. Navrhněte vhodný experiment pro sledování vybraných vlastností - zejména výbojové činnosti v různých modifikacích zalévacích silikonových hmot.
4. Ověřte navržený experiment a vyhodnoťte získaná data.



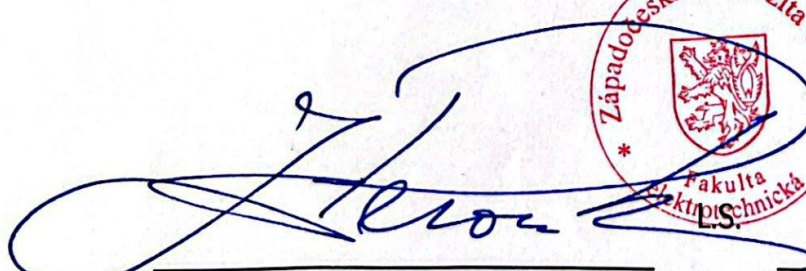

Rozsah diplomové práce: **40 – 60**  
Rozsah grafických prací:  
Forma zpracování diplomové práce: **elektronická**

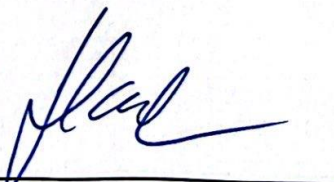
**Seznam doporučené literatury:**

1. Hauschild, W.: High-Voltage Test and Measuring Techniques, Springer 2019.
2. Küchler, A.: High-Voltage Test and Measuring Techniques, Springer 2018.
3. Stone, G.C.: Electrical insulation for rotating machines, Wiley-IEEE Press 2014.
4. Mentlík, V. et al.: Diagnostika elektrických zařízení, BEN Praha 2008, 1.vydání, ISBN 978-80-7300-232-9.
5. Kreidl, M. a kol.: Diagnostické systémy, ČVUT Praha 2001.

Vedoucí diplomové práce: **Doc. Ing. Josef Pihera, Ph.D.**  
Katedra materiálů a technologií

Datum zadání diplomové práce: **7. října 2022**  
Termín odevzdání diplomové práce: **24. května 2024**

  
  
**Prof. Ing. Zdeněk Peroutka, Ph.D.**  
děkan

  
**Prof. Ing. Aleš Hamáček, Ph.D.**  
vedoucí katedry

V Plzni dne 6. října 2023

## **Abstrakt**

S ohledem na dynamický vývoj výkonové elektroniky a používaných polovodičů, je zásadní inovovat materiály, schopné odolávat vysokým intenzitám elektrického pole a částečným výbojům. Silikonové gely jsou součástí skupiny zalévacích hmot, využívaných jako hlavní izolační systém pro výkonové a VN aplikace. Vzhledem k neustálému vývoji výkonových zařízení a zvyšování hladin provozních napětí dochází k problematice částečných výbojů na rozhraní substrát – gel – vodič. Toto rozhraní je označováno jako trojný bod, kde dochází k vysokému nárůstu intenzity elektrického pole. Existují dva typy plniv, která omezují strmý nárůst intenzity – plniva měnící a) vodivost nebo b) permitivitu v závislosti na intenzitě elektrického pole. Plniva měnící vodivost jsou zvolena pro ověření pomocí experimentu. V práci je pomocí strukturálních analýz studován zvolený materiál pro modifikaci. Je vytvořeno experimentální elektrodové uspořádání, simulující trojný bod a experimentálně je ověřena funkčnost modifikovaného materiálu.

## **Klíčová slova**

Zalévací hmoty pro výkonovou elektroniku, silikonové hmoty, dvousložkové silikonové materiály, trojný bod, nelineární dielektrika, FDC plniva, FDP plniva, fenomenologické metody, strukturální analýzy, elektrická pevnost, částečné výboje

## **Abstract**

Given the dynamic development of power electronics and semiconductors, it is essential to innovate materials capable of withstanding high electric field intensities and partial discharges. Silicone gels are part of a group of potting compounds used as the main insulation system for power and high voltage (HV) applications. Due to the continuous development of power devices and the increasing levels of operating voltages, issues arise concerning partial discharges at the interface substrate – gel – conductor. This interface is known as the triple point, where a significant increase in electric field intensity occurs. There are two types of fillers that limit the steep rise in intensity – fillers that change a) conductivity or b) permittivity depending on the electric field intensity. Conductivity-changing fillers are selected for verification through experimentation. The selected material for modification is studied through structural analyses in this work. An experimental electrode arrangement simulating the triple point is created, and the functionality of the modified material is experimentally verified.

## **Key Words**

Potting compounds for power electronics, silicone resins, two-component silicone materials, triple point, nonlinear dielectrics, FDC fillers, FDP fillers, phenomenological methods, structural analyses, dielectric strength, partial discharges

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval doc. Ing. Josefu Piherovi, Ph.D., za profesionální přístup, cenné rady a metodické vedení mé diplomové práce.

*Tato práce byla podpořena grantem Studentské grantové soutěže ZČU č. SGS-2024-008 „Materiály a technologie pro elektrotechniku“.*

## Obsah

Úvod.....	- 1 -
1 Moderní zalévací hmoty .....	- 2 -
1.1 Syntéza silikonových polymerů.....	- 2 -
1.2 Aplikace silikonových materiálů .....	- 3 -
1.2.1 Dvou-složkové silikonové hmoty vytvrzené při pokojové teplotě.....	- 4 -
1.3 Komerčně dostupné materiály .....	- 5 -
1.3.1 Shin-Etsu silicones .....	- 5 -
1.3.2 Momentive performance materials .....	- 6 -
1.3.3 Wacker Chemie AG.....	- 6 -
1.3.4 Dow Corning .....	- 7 -
2 Inovace izolačních materiálu: Odpověď na vývoj výkonové elektroniky.....	- 8 -
2.1 Nelineární dielektrika s měnící se permitivitou.....	- 9 -
2.2 Nelineární dielektrika s měnící se vodivostí .....	- 9 -
3 Sledování stavu izolačních systémů .....	- 11 -
3.1 Fenomenologický přístup diagnostiky .....	- 11 -
3.1.1 Izolační odpor .....	- 11 -
3.1.2 Ztrátový činitel, permitivita a kapacita.....	- 13 -
3.1.3 Elektrická pevnost .....	- 14 -
3.1.4 Diagnostika částečných výbojů .....	- 15 -
3.2 Strukturální přístup .....	- 15 -
3.2.1 Termogravimetrie (TG) .....	- 16 -
3.2.2 Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) .....	- 17 -
3.2.3 Dynamická mechanická analýza (DMA) .....	- 20 -
3.2.4 Širokopásmová dielektrická spektroskopie (BDS).....	- 22 -
3.2.5 Infračervená spektroskopie s Furierovou transformací (FT-IR).....	- 24 -
4 Částečné výboje.....	- 28 -
4.1 Druhy částečných výbojů .....	- 28 -
4.2 Vliv na izolační systém .....	- 28 -
4.3 Veličiny vztahující se k částečným výbojům .....	- 29 -

4.4	Základní měřicí obvod.....	- 29 -
4.5	Kalibrace měřicího obvodu .....	- 30 -
4.6	Vizualizace výbojové činnosti.....	- 30 -
5	Experimentální část .....	- 32 -
5.1	Analýza FT-IR.....	- 33 -
5.1.1	Vyhodnocení absorpčních pásem .....	- 33 -
5.2	Analýza diferenční skenovací kalorimetrie .....	- 34 -
5.3	Simultánní termická analýza .....	- 35 -
5.4	Dynamická mechanická analýza .....	- 35 -
5.5	Širokopásmová dielektrická spektroskopie .....	- 36 -
5.5.1	Analýza neupraveného materiálu Wacker SilGel 612.....	- 36 -
5.5.2	Analýza vzorků s příměsí .....	- 38 -
5.6	Sestava pro měření částečných výbojů.....	- 40 -
5.6.1	Proces zalévání .....	- 42 -
5.7	Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti .....	- 43 -
5.7.1	Vyhodnocení vzorků bez plniv.....	- 44 -
5.7.2	Vyhodnocení vzorků s příměsí ZnO.....	- 45 -
6	Diskuse výsledků.....	- 47 -
	Zhodnocení a závěr .....	- 49 -
	Literatura.....	- 51 -
	Přílohy.....	I



## Úvod

V dnešním dynamicky se rozvíjejícím světě se výkonová elektronika stává stále důležitější součástí energetické infrastruktury. S rozvojem energetiky, zejména v oblasti obnovitelných zdrojů, dochází k neustálému vývoji výkonové elektroniky. Zvyšují se požadavky na provozní hladiny, kdy jsou v provozu již polovodiče s širokým zakázaným pásem na bázi karbidu křemíku či nitridu galia, a do výzkumu se dostávají polovodiče s ještě větší šířkou zakázaného pásu jako je diamant, které umožňují mnohem vyšší provozní hladiny. Tyto vysoké provozní hladiny sebou nesou mnohem vyšší intenzity elektrického pole, čímž vzniká riziko vzniku částečných výbojů i v těchto aplikacích. Tím se dostáváme k bodu, kdy konvenční izolační materiály nebudou stačit, a tudíž je potřeba inovovat izolační materiály, které budou schopné těmto požadavkům vyhovět.

Tato diplomová práce se zabývá silikonovými zalévacími hmotami a pokládá otázku, jaké je nejvíce problematické místo v izolačním systému výkonových zařízení z hlediska náchylnosti k výbojové činnosti. Hledá odpovědi na to, jakým způsobem je tato problematika aktuálně řešena, s cílem zvolit nejlepší řešení a vytvořit experiment, který vybrané řešení potvrdí. Práce klade důraz na experimentální část. Pomocí strukturálních analýz jsou sledovány materiálové vlastnosti vybraného materiálu, který bude následně modifikován příměsemi. Tento materiál je navíc porovnáván pomocí dielektrické analýzy s modifikovaným materiálem. V závěru je vytvořen experiment, který lze snadno reprodukovat, a je měřena výbojová činnost tří různých zalévacích hmot. Zvolený materiál, podrobený materiálovým analýzám, bude modifikován tak, aby došlo k omezení výbojové činnosti.

Tato práce představuje důležitý krok směrem k inovaci izolačního materiálu schopného odolávat vyšším intenzitám elektrického pole a s tím související výbojové činnosti.

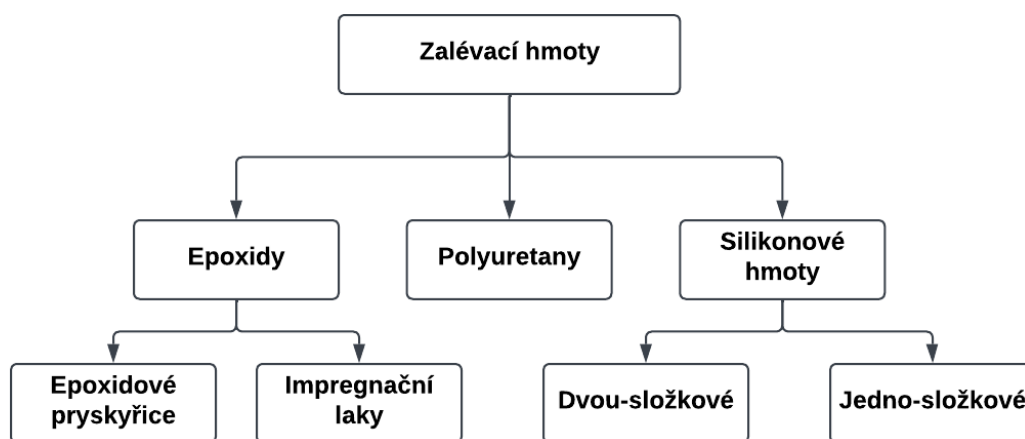
## 1 Moderní zalévací hmoty

Zalévání je proces, při kterém jsou elektronické součástky pokrývány izolačním materiálem. Cílem je zajistit nejen ochranu vůči elektrickému a mechanickému namáhání, ale také napomocť s odvodem tepla. Mezi nejčastější zalévací hmoty se řadí epoxidy, polyuretany a dynamicky se rozvíjející materiály na bázi silikonů (Obr. 1).

**Epoxidy** mají obecně známo velmi dobrou chemickou a tepelnou odolnost. Poskytují vysokou pevnost a kvalitní elektrickou izolaci. Nevýhodou je smršťování při vytvrzování, při kterém může dojít k poškození součástky a křehkost v nízkých teplotách.

Na druhou stranu, **polyuretany** jsou více flexibilní a méně namáhají zalévané součástky. Lze s nimi pracovat i v prostředí v nižších teplotách (až  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Nevýhodou však je odolnost vůči chemikáliím a teplotám nad  $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Silikonové materiály** nabízejí vynikající flexibilitu, možnost vytvrzení při pokojové teplotě a jsou použitelné v širokém rozsahu teplot od záporných do kladných. Další výhodou je odolnost vůči chemikáliím, kapalně vodě, UV záření a ozonu. Nevýhody, které stojí za zmínku, jsou problémy jako navlhavost nebo nižší tepelná vodivost.

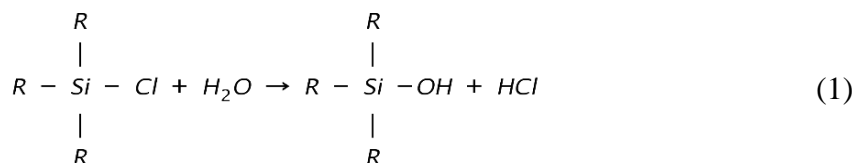


Obr. 1: Rozdělení zalévacích hmot.

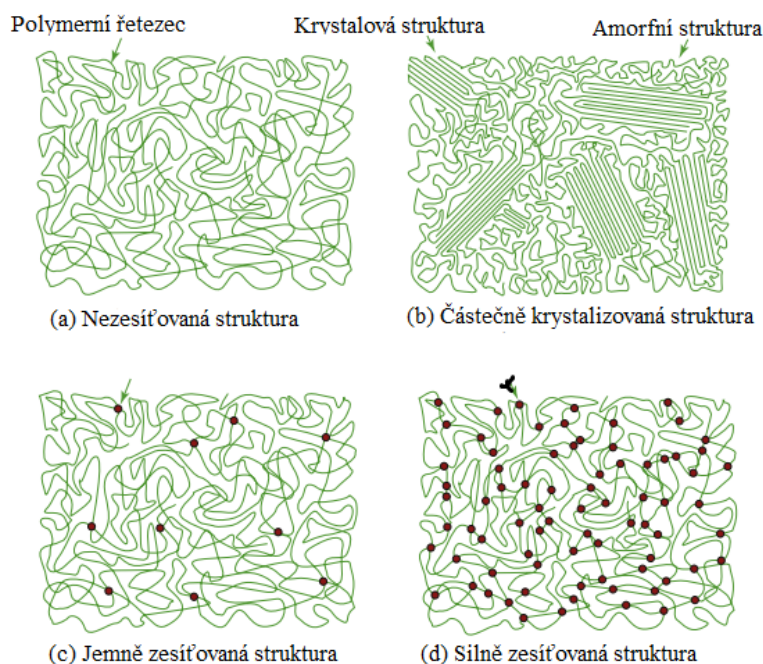
### 1.1 Syntéza silikonových polymerů

Silikony představují speciální skupinu elastomerových polymerů, které jsou charakterizovány jako jemně zesíťované polymery [1], rozdíl mezi různými druhy zesíťování je zobrazen na Obr. 2. V knize [2] je chemický proces výroby těchto organokřemičitých polymerů popsán jako hydrolyza následovaná kondenzací monomerních

alkylchlorsilanů. Působením vody a současným uvolňováním HCl vznikají z alkylchlorsilanů příslušné alkylsilanoly, viz rovnice (1).



Vznikající hydroxylové skupiny pak kondenzují, vytvářejí siloxanové vazby (– Si– O– Si–) a uvolňuje se voda.



Obr. 2: Polymerní struktury: (a) amorfní termoplast; (b) částečně krystalizovaný termoplast; (c) Elastomer; (d) termoset (převzato a přeloženo z [3]).

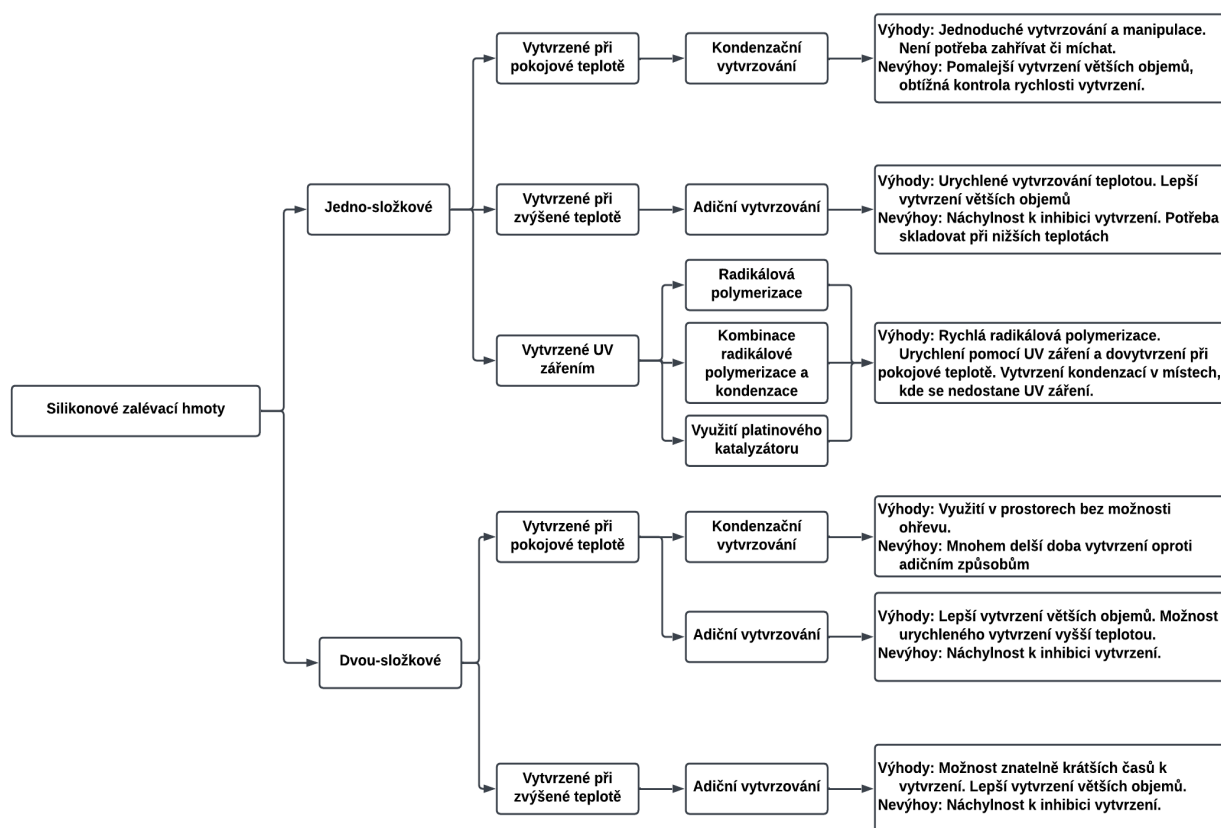
Veškeré silikonové materiály (oleje, pasty, kaučuky, pryskyřice) se shodují v následujících vlastnostech [2]:

- vysoká tepelná (-90 °C až 300 °C), chemická a oxidační odolnost
- vysoká elektrická pevnost a téměř neměnné mechanické vlastnosti v závislosti na teplotě,
- téměř neměnné dielektrické vlastnosti se změnou teploty a frekvence,
- jsou značně hydrofobní.

## 1.2 Aplikace silikonových materiálů

Silikonové hmoty se obvykle rozdělují do dvou hlavních kategorií, a to jedno-složkové a dvou-složkové (viz Obr. 3). Tyto materiály jsou obecně široce využívány vzhledem ke svým výhodným vlastnostem. Díky jejich tepelným vlastnostem jsou často používány jako těsnící

hmoty a díky vynikající adhezi také jako lepidla. Jsou schopny absorpce vibrací a mechanického namáhání, což je činí vhodnými pro různé aplikace s mechanickým namáháním. Silikony jsou také chemicky odolné, což je činí vhodnými pro použití v automobilech, kde mohou přijít do kontaktu s olejem nebo jinými chemikáliemi. Pro venkovní aplikace, například solární panely, jsou silikony preferovány pro svou odolnost vůči UV záření, ozonu a vodě. Jejich významné izolační vlastnosti umožňují použití jako zalévací hmoty pro výkonové moduly nebo jako izolační povlaky pro desky plošných spojů.



Obr. 3: Rozdělení silikonových hmot, jejich výhody a nevýhody (přeloženo a překresleno z [4] ).

### 1.2.1 Dvou-složkové silikonové hmoty vytvrzené při pokojové teplotě

Ve zkratce RTV-2 (two-component room temperature vulcanization) materiály jsou navrženy tak, že vulkanizují při pokojové teplotě, což umožňuje vytvoření elastomeru do 24 hodin od kontaktu s vlhkostí vzduchu. Existují dva způsoby zesíťovacích reakcí:

- kondenzační způsob,
- adiční způsob.

Přičemž v obou případech je výsledkem materiál v gelovitém stavu. Výběr mezi nimi závisí na jejich výhodách a nevýhodách, které jsou diskutovány v Obr. 3. Zásadní rozdíl mezi kondenzačním a adičním typem spočívá v druhu použitého katalyzátoru.

**Kondenzační způsob** využívá jako katalyzátor organocínové dikarboxyláty, které minimalizují vedlejší reakce. Nevýhodou je tvorba vedlejšího produktu - hydroxidu cínatého ( $\text{Sn}(\text{OH})_2$ ), který je však možné odstranit pomocí hydrolyzy. Hlavní výhodou je dobrá zpracovatelnost a nízké náklady, což činí tento přístup atraktivnějším než využití peroxidů, což bylo využíváno před rokem 1950 [5].

**Adiční způsob** často využívá platinový katalyzátor [6]. Materiál se skládá ze dvou základních složek – zesíťovacího činidla a katalyzátoru, přičemž obě obsahují síťovatelný polysiloxan. Lze do nich přidávat plniva, která upravují vlastnosti materiálu. Polymer začne zesíťovat pouze v kombinaci s katalyzátorem a lze ho vytvrdit i při zvýšené teplotě, což urychlí zesíťovací proces. Oproti kondenzačnímu způsobu nedochází k tvorbě vedlejších produktů. [6]

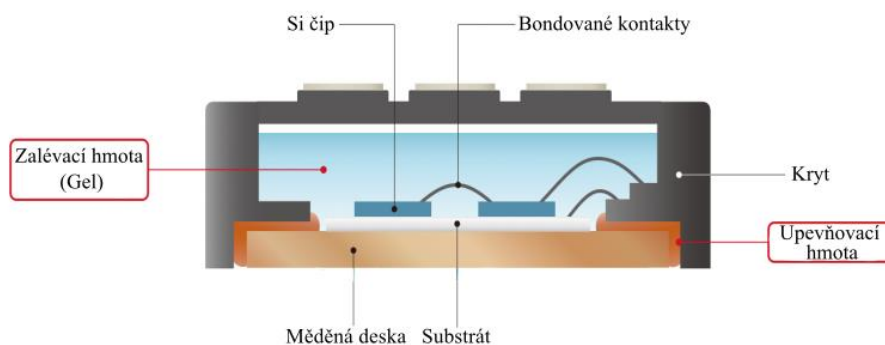
### 1.3 Komerčně dostupné materiály

V rámci komerčních materiálů je zvláštní pozornost věnována zalévacím hmotám, které jsou vytvářeny adičním způsobem na bázi polydimethyl siloxanu. Tento druh materiálů je zvláště relevantní v kontextu praktické části této diplomové práce. Mezi významné výrobce těchto materiálů jsou řazeny společnosti Wacker Chemie AG, Dow Corning, Shin-Etsu Silicones, Momentive Performance Materials a Nusil Technology.

#### 1.3.1 Shin-Etsu silicones

Silikonové hmoty nacházejí široké uplatnění nejen jako zalévací materiály, ale i v dalších aplikacích. Společnost Shin-Etsu Silicones [4], nabízí kromě zalévacích hmot také silikonové materiály určené pro upevnění komponent a zajištění tepelné vodivosti anebo izolační povlaky nanášené v tenké vrstvě po celé desce plošného spoje. V oblasti výkonové elektroniky, jako jsou IGBT moduly, se často využívá kombinace zalévací hmoty a upevňovacích materiálů (viz Obr. 4). Naopak pro desky plošných spojů jsou častěji preferovány izolační povlaky a materiály pro upevnění součástí.

Společností nabízené zalévací hmoty disponují vynikajícími dielektrickými vlastnostmi. Jejich relativní permitivita při 50 Hz se pohybuje v rozmezí 2,9 až 6, ztrátový činitel dosahuje hodnot až  $10^{-4}$  a elektrická pevnost se pohybuje od 20 do 30 kV/mm. Kromě dielektrických vlastností jsou tyto materiály rovněž nehořlavé a některé z nich mají tepelnou vodivost až  $1,6 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ , což je zajímavá vlastnost zejména pro aplikace vyžadující dobré tepelné vlastnosti.



Obr. 4: Způsob využití hmot pro výkonové moduly (převzato a přeloženo z [4]).

### 1.3.2 Momentive performance materials

Společnost Momentive [7] rozšiřuje svůj sortiment o širokou škálu produktů. Vedle silikonových materiálů nabízí i polyuretanové hmoty a pryskyřice. Mezi jejich nabídkou silikonových hmot vyniká produkt SilCool TIA222G, který disponuje tepelnou vodivostí  $2,2 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ , což je výrazně vyšší hodnota než u materiálů od společnosti Shin-Etsu. Elektrická pevnost tohoto materiálu je garantována na 20 kV/mm, avšak konkrétní údaje o dielektrických vlastnostech, jako je permitivita nebo ztrátový činitel, společnost Momentive nezveřejnila.

### 1.3.3 Wacker Chemie AG

Pro tuto práci byly vybrány materiály od společnosti Wacker Chemie AG, konkrétně Wacker SilGel 612 a Wacker SilGel 613 [8].

**Wacker SilGel 612** je dvousložkový silikonový materiál dodávaný ve dvou nádobách obsahujících zesilovací činidlo a katalyzátor. Doporučený poměr smíchání složek je 1:1 podle objemu nebo hmotnosti. Tvrdost materiálu je možné upravit snížením objemu složky B. Rychlost vytvrzení je silně závislá na teplotě, kde vytvrzení při pokojové teplotě trvá 8 hodin, při  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  již za 15 minut a při  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  za pouhých 5 minut.

**Wacker SilGel 613** se doporučuje smíchat v poměru složek 10:1. Má poloviční dobu vytvrzení při pokojové teplotě ve srovnání s Wacker SilGel 612 a při  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  dosahuje

vytvrzení za 10 minut. Tento materiál je známý svým vynikajícím mechanickým tlumením a inherentní přilnavostí.

Srovnání elektroizolačních vlastností obou materiálů je uvedeno v Tabulka 1. Oba materiály jsou využívány jako zalévací hmoty pro elektronické komponenty například v automobilovém průmyslu, pro výkonovou elektroniku nebo jako zapouzdření solárních článků.

Tabulka 1: Porovnání dielektrických vlastností materiálů od společnosti Wacker Chemie AG

	<b>Wacker SilGel 612</b>	<b>Wacker SilGel 613</b>
<b>Vnitřní rezistivita [<math>\Omega\cdot\text{cm}</math>]</b>	$10^{16}$	$10^{16}$
<b>Permitivita [-]</b>	2,7	2,7
<b>Elektrická pevnost [kV/mm]</b>	23	23
<b>Tepelná vodivost [W/mK]</b>	0,2	0,2

#### 1.3.4 Dow Corning

Od společnosti Dow Corning byl pro účely této práce vybrán dielektrický gel Sylgard 527. Jedná se o opět o dvousložkový materiál s doporučeným poměrem pro míchání 1:1 podle hmotnosti nebo objemu. Velkou výhodou tohoto materiálu je výrobcem udaná jeho samoregenerační vlastnost, která znamená, že se po narušení struktury sám zacelí. Vytvrzení probíhá již při pokojové teplotě, ale lze ho urychlit zvýšením teploty. Při teplotě 100 °C dosahuje vytvrzení doba 210 minut a při 150 °C již za 35 minut. Výrobce garantuje stabilní permitivitu od 100 Hz do 100 kHz na hodnotě 2,85. Shrnutí dielektrických vlastností je uvedeno v Tabulka 2.

Tabulka 2: Shrnutí dielektrických vlastností produktu Sylgard 527

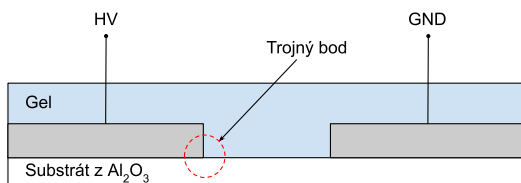
	<b>Sylgard 527</b>
<b>Vnitřní rezistivita [<math>\Omega\cdot\text{cm}</math>]</b>	$2,75 \cdot 10^{15}$
<b>Permitivita [-]</b>	2,85
<b>Elektrická pevnost [kV/mm]</b>	17
<b>Tepelná vodivost [W/mK]</b>	-



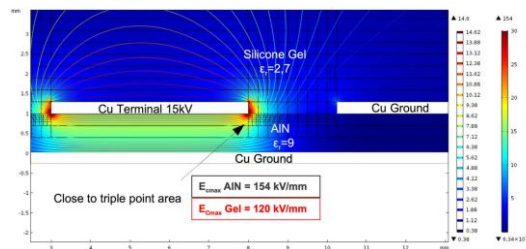
## 2 Inovace izolačních materiálu: Odpověď na vývoj výkonové elektroniky

S narůstajícími požadavky společnosti na obnovitelné zdroje energie získává stále větší význam výkonová elektronika. Jedním z důsledků tohoto vývoje je vznik bipolárních tranzistorů s izolovaným hradlem (IGBT) na bázi křemíku, pokrývající rozsah napětí od 300 V do 6,5 kV [9]. S přibývajícím dostupností polovodičů s větší šířkou zakázaného pásu (WBG) se v praxi preferují více než konvenční křemíkové polovodiče. Tyto materiály mají větší teplotní odolnost, lepší energetickou účinnost a umožňují pracovat s vyššími napěťovými úrovněmi. Jedná se o polovodivé materiály jako je galium nitrid nebo karbid křemíku. V současnosti jsou předmětem výzkumů materiály s ultra WBG, jako je diamant, oxid galitý nebo nitrid hliníku [9]. Tato nová generace polovodičů umožňuje dosahovat mnohem větších spínacích frekvencí, vyšších teplot a vyšších napěťových hladin.

Právě s rostoucími napěťovými hladinami se také zvyšuje intenzita elektrického pole, což vede k častějším částečným výbojům na rozhraní tzv. **trojného bodu** [10], [11] (vodič – substrát – dielektrikum) viz Obr. 5 a Obr. 6.



Obr. 5: Zjednodušené znázornění trojného bodu.



Obr. 6: Simulace intenzity elektrického pole na trojném bodě (převzato z [12]).

Aby došlo k omezení velikosti intenzity elektrického pole na rozhraní trojného bodu existují 4 základní způsoby:

- geometrické úpravy [13],
- použití kompozitních nelineárních dielektrik [14],
- kombinace geometrických úprav a nelineárních dielektrik [13],
- využití vysokoteplotních kapalin [15].

Pro účely této práce byla zvolena modifikace zalévací hmoty pomocí příměsí, což umožňuje vytvoření nelineárního kompozitního dielektrika. V této souvislosti se rozlišují dva typy nelineárních dielektrik:



- Nelineární dielektrika s měnící se permitivitou,
- Nelineární dielektrika s měnící se vodivostí.

## 2.1 Nelineární dielektrika s měnící se permitivitou

Z anglického názvu „field-dependent permittivity“ vyplývá, že vytvořené kompozitní dielektrikum mění svou permitivitu v závislosti na intenzitě elektrického pole [9], [16], [17]. Této schopnosti je dosaženo přidáním feroelektrických příměsí, jako je například BaTiO<sub>3</sub>, do polymeru (gelu).

Mechanismus spočívá v rozšířených polarizačních procesech, konkrétně spontánnímu uspořádání domén, které nastává s rostoucí intenzitou elektrického pole. Tento proces existuje bez nutnosti splnění perkolačního kritéria<sup>1</sup> a může se uskutečňovat při nižších intenzitách elektrického pole. Mimo elektrické vlastnosti bylo zjištěno, že přidáním příměsí byla mírně zvýšená tepelná vodivost kompozitního polymeru [18].

Požadované vlastnosti tohoto druhu příměsí zanikají, jakmile je překročena Curieova teplota, typicky kolem 130 °C pro BaTiO<sub>3</sub>. To omezuje použití v aplikacích, jako jsou IGBT tranzistory, které pracují při teplotách až 150 °C, nebo výkonové diody, které dosahují teplot až 125 °C. Tento fakt brání jejich použití ve WBG modulech, kde je operační teplota až 200 °C, což je zároveň limitní teplota pro silikonové gely. Další nevýhodou, identifikovanou v [16], je že přidání BaTiO<sub>3</sub> ve více než 15 % objemu značně zvyšuje viskozitu materiálu. A konečně, největší nevýhodou je, že polarizační děje jsou funkční pouze při střídavém napětí.

## 2.2 Nelineární dielektrika s měnící se vodivostí

Anglický termín „field-dependent conductivity (FDC)“ označuje materiál, schopný měnit svou vodivost (odpor) v závislosti na intenzitě elektrického pole. Tato technologie, princip včetně simulací je detailně popsána v odborných publikacích [9], [14], [16], [17], [19], [20], [21], [22].

---

<sup>1</sup> Perkolační kritérium označuje kritickou hodnotu určitého parametru, při které dochází k fázové změně nebo změně vlastností materiálu.

Nelineární materiály FDC se při nízké intenzitě elektrického pole chovají jako izolanty, ale s narůstající intenzitou se stávají vodiči. Jako možní kandidáti na vhodné příměsi získávají pozornost mikrovaristory oxidu zinečnatého (ZnO), především kvůli svým elektrickým vlastnostem. Alternativním materiálem je karbid křemíku.

Technologie, popsaná ve výše zmíněných publikacích, spočívá v aplikaci tenkého povlaku z FDC materiálu na oblast trojného bodu, následně zalití silikonovým gelem. Aby bylo dosaženo snížení intenzity elektrického pole, koncentrace příměsí musí překročit hranici perkolačního prahu, což umožní kontakt mezi částicemi. Jako příklad je uveden kompozit ZnO/silikon, kde perkolační práh činí 35 %, nebo ZnO/epoxid s hodnotou 20 % [22]. Efektivita je silně závislá na kontaktu a tvaru příměsí. Různé typy mohou mít odlišné perkolační prahy, což vyžaduje pečlivou kontrolu. Při dodržení teoretických předpokladů lze úspěšně dosáhnout významného snížení intenzity pole. Výhodou těchto plniv je možnost využití i při stejnosměrném napětí a využití při mnohem vyšších teplotách než BaTiO<sub>3</sub>.

*Pozn.: Pro experimentální část diplomové práce byl vybrán tento způsob omezení intenzity elektrického pole pomocí příměsí ZnO. Avšak kvůli složitosti přípravy tenké vrstvy s přesně definovanými nelineárními vlastnostmi byla tato technologie upravena. Namísto aplikace tenké vrstvy budou příměsi ZnO přimíchány přímo do silikonového materiálu, což umožní úpravu izolačního systému jako celku.*

### 3 Sledování stavu izolačních systémů

Izolační systémy hrají klíčovou roli pro zajištění bezpečného a spolehlivého provozu. Proto je nezbytné provádět průběžnou diagnostiku izolačního systému a sledovat tím jeho stav. Mezi vlastnosti izolačního systému, které lze diagnostikovat je řazené měření rezistivity, ztrátový činitel a permitivita, elektrická pevnost nebo identifikace fázových přechodů a jejich teplot, analýza tepelné historie nebo mechanických vlastností. To sledujeme dvěma přístupy – fenomenologický a strukturální.

Tato kapitola se zaměřujeme na základní fenomenologické a strukturální metody. Popisuje specifické techniky, které jsou použity k analýze vybraného silikonového materiálu. Tyto metody jsou navrženy s cílem získat hlubší pochopení chování a vlastností zkoumaného materiálu, což je klíčové pro jeho efektivní využití v praxi a pro optimalizaci jeho charakteristik.

#### 3.1 Fenomenologický přístup diagnostiky

Bavíme-li se o fenomenologickém přístupu, zajímají nás pouze reakce testovaného objektu na vnější signály, tzv. „Black box“. Tímto způsobem měříme například rezistivitu, ztrátový činitel a permitivitu, elektrickou pevnost a částečné výboje [23].

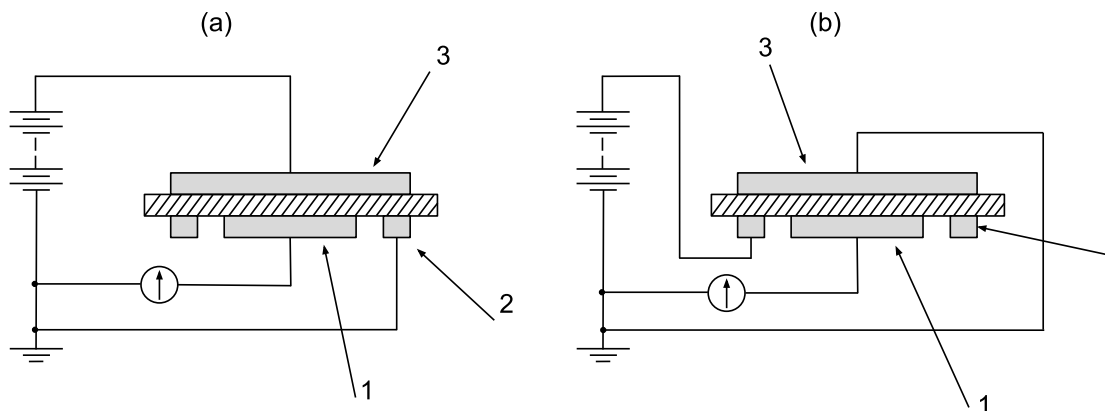
Z hlediska experimentální části je z těchto metod nejdůležitější měření částečných výbojů a elektrické pevnosti, ovšem zbylé metody jsou klíčové ke komplexnímu pochopení dielektrických vlastností.

##### 3.1.1 Izolační odpor

Podle literatury [23], [24] se metody pro měření odporu rozdělují na dvě kategorie – přímé a porovnávací. Přímá metoda využívá konstantního napětí, které je přiloženo na neznámý odpor, a následně je vypočítán protékající proud. Porovnávací metoda určuje poměr neznámého odporu a známého odporu v odporníku při konstantním napětí.

Pro porovnávací měření se nejčastěji používá Wheatstoneův můstek, který porovnává hodnotu neznámého odporu s referenčním odporem vysoké hodnoty. Nicméně, podle [24] se tato metoda nehodí pro měření, kde proud tekoucí vzorkem je časově závislý, a pro kvalitní izolanty.

Pro měření vnitřní a povrchové rezistivity se doporučuje přímá metoda, tzv. voltampérová metoda (Obr. 7), která využívá stejnosměrný zdroj napětí o běžných hladinách 100, 250, 500, 1000 V. Nicméně, volba vhodné hladiny napětí závisí na měřeném materiálu a jeho tloušťce. Výsledný odpor je dopočítán pomocí Ohmova zákona a parametrů elektrodového systému.



Obr. 7: Tři elektrodový systém pro měření odporu voltampérovou metodou pro měření (a) vnitřní a (b) povrchové rezistivity. Kde pro (a) 1 - měřicí elektroda, 2 - zemnicí elektroda a 3 - napěťová elektroda. Pro (b) 1 - měřicí elektroda, 2 - napěťová elektroda a 3 - zemnicí elektroda.

### 3.1.1.1 Absorpční a resorpční charakteristiky

Jedná se o problematiku poskytující nejdůležitějších informace o stavu izolantu, při diagnostickém měření se tato metoda využívá na začátku diagnostického řetězce [23], [24]. Tyto parametry zahrnují izolační odpor ( $R_x$ ), vnitřní ( $\rho_v$ ) a povrchovou ( $\rho_p$ ) rezistivitu, polarizační indexy  $P_{i1}$  a  $P_{i10}$  a další parametry jako redukované resorpční křivky (RRK) a plochy pod absorpčními a resorpčními křivkami. ČSN IEC 93 "Metody měření vnitřní a povrchové rezistivity tuhých elektroizolačních materiálů" a ČSN IEC 167 "Zkušební metody na stanovení izolačního odporu tuhých elektroizolačních materiálů" se věnují metodám měření vnitřní a povrchové rezistivity tuhých elektroizolačních materiálů.

Křivky RRK porovnávají směrnici lineárních náhrad redukovaných křivek, které vychází z rovnic (1) a (3). Lepší vlastnosti znamenají větší směrnici redukované křivky, a naopak se zmenšující se směrnici jsou vlastnosti horší.

$$x = \ln(t) - \ln(15) \quad (2)$$

$$y = \text{ABS} \left[ \ln \left( i_t - \ln(i_{15}) \right) \right] \quad (3)$$

Kde  $x, y$  jsou transformované souřadnice (-);  $t$  je čas v sekundách;  $i_t$  je okamžitý proud v čase  $t$  (A);  $i_{15}$  je proud v patnácté sekundě (A)

Polarizační index pak porovnává odpor v 15 a 60 sekundě podle rovnice (4). Rozdělujeme na již zmiňovaný jednodominutový  $P_{i1}$  a desetiminutový index  $P_{i10}$ .

$$P_{i1} = \frac{R_{60}}{R_{15}} = \frac{i_{15}}{i_{60}} \quad (4)$$

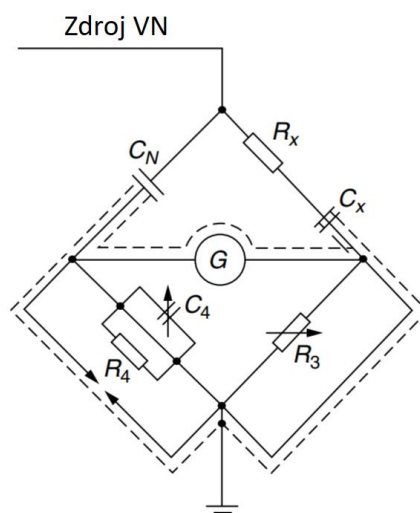
Kde  $R_{60}$ ,  $R_{15}$  jsou odpory v 60 a 15 sekundě v ( $\Omega$ ) a  $i_{15}$ ,  $i_{60}$  jsou absorpční proudy v (A)

### 3.1.2 Ztrátový činitel, permitivita a kapacita

Jedním z klíčových parametrů pro posouzení kvality izolačního systému je ztrátový činitel  $tg \delta$  a kapacita  $C$ . Před dodáním izolačního systému zákazníkovi se obvykle provádí test na tyto parametry při testovací frekvenci, která odpovídá navrženému použití zařízení. Mimo klasickou metodu je možné provést měření frekvenční závislosti a sledovat chování dielektrika ze strukturálního hlediska, což je popsáno v kapitole 5.5 Širokopásmová dielektrická spektroskopie

Důležitost ztrátového činitele souvisí zejména s tepelným průrazem. V případě, že by byly ztráty příliš vysoké, může docházet k lokálnímu přehřátí izolačního systému, což může vést ke vzniku tepelného průrazu. Zkoušky se provádějí zejména v závislosti na napětí s konstantní frekvencí. Ztrátový činitel i kapacita mají být s rostoucím napětím být konstantní. Nastane-li stav nazývaný „ionizační koleno“ tj. prudký nárůst hodnot (odklon od linearity), pak dochází k zapálení částečných výbojů, které mohou postupně vést až k průrazu izolačního systému. [23], [25], [26]

Historicky je základní a vysoce přesnou metodou pro měření ztrátového činitele  $tg \delta$  a kapacity Scheringův můstek (Obr. 8), který byl poprvé představen v roce 1920. Tento typ můstku je nutné ručně vyvažovat pomocí odporové a kapacitní dekády a dosáhnout tak vyvážením můstku, což indikuje nulový indikátor. S postupem let vývoj informačních technologií umožnil vytvořit automatický můstek, který porovnává fázový úhel mezi měřeným a referenčním signálem a není nutné jej již vyvažovat. [23], [25], [26]



Obr. 8: Zapojení Scheringova můstku (překresleno z [25]).

### 3.1.2.1 Scheringův můstek

Měřicí můstek (Obr. 8) se skládá ze dvou galvanicky oddělených částí – vysokonapěťová a vyvažovací část, spojených pomocí vzorku a kapacitního normálu. Princip spočívá v měření kapacity  $C_X$  a ztrátového úhlu  $\delta$  v porovnání s normálovým kondenzátorem. Takový kondenzátor musí mít téměř zanedbatelné ztráty v širokém frekvenčním rozsahu, uváděno  $\text{tg } \delta < 10^{-5}$  a je často naplněn oxidem uhličitým.

Po připojení sinusového napětí dochází v důsledku ztrát v dielektriku ke zpoždění proudu o úhel  $90-\delta$  vzhledem k napětí. Proud způsobí pokles napětí na odporu  $R_3$ . Tento pokles je následně nutné vyvážit pomocí odporu  $R_4$  a kapacity  $C_4$ . Pomocí rovnic (5), (6) a (7) se poté dopočítá ztrátový činitel a kapacita. [23], [25]

$$C_X = C_N \cdot \frac{R_4}{R_3} \quad (5)$$

$$R_X = R_3 \cdot \frac{C_4}{C_N} \quad (6)$$

$$\text{tg } \delta = \omega \cdot R_X \cdot C_X = \omega \cdot R_4 \cdot C_4 \quad (7)$$

### 3.1.3 Elektrická pevnost

Jedná se o destruktivní napěťovou zkoušku, pomocí které se získá nejdůležitější parametr každého elektroizolačního materiálu a elektrického zařízení. Je rozhodující při návrhu a konstrukci kteréhokoliv elektrického stroje a zařízení [23].

Elektrická pevnost, dále  $E_p$  (kV/mm), je hodnota napětí  $U_p$  (kV), při kterém dojde k průrazu dielektrika dělená jeho vlastní tloušťkou  $d$  (mm) viz rovnice (8). Základní postup,

jak elektrickou pevnost měřit je pomocí plynule zvyšovaného napětí. Jedná se o měření podle normy, kdy zvyšujeme napětí tak, aby došlo k průrazu mezi 10 a 20 sekundou [23].

$$E_p = \frac{U_p}{d} \quad (8)$$

### 3.1.4 Diagnostika částečných výbojů

Částečný výboj (ČV) je definován podle mezinárodního standardu [27] jako „*lokální elektrický výboj, který pouze částečně přemostuje izolaci mezi vodiči a může nebo nemusí nastat vedle vodiče. Částečné výboje jsou obecně následkem lokální koncentrace elektrického pole v izolaci nebo na povrchu izolace. Obvykle se tyto výboje objevují jako impulsy trvající mnohem méně než 1 μs.*“

Aktivita částečných výbojů může vést k degradaci izolačního systému a úplnému selhání zařízení. V určitých případech mohou být ČV způsobeny špatnou výrobou, tepelným stárnutím izolace nebo mechanickým namáháním. Nemusí vést přímo k selhání zařízení, ale mohou naznačovat, že dochází ke stárnutí a může být nutná údržba. Dále se měřením ČV dá určit kvalita vyrobeného izolačního systému.

Vzhledem k důležitosti částečných výbojů k tématu práce, je tato problematika diskutována v samostatné kapitole číslo 4 Částečné výboje.

## 3.2 Strukturální přístup

V předchozí kapitole byly diskutovány metody, které využívaly takzvaného „black boxu“, tedy nás zajímaly pouze reakce diagnostikovaného objektu na vstupní signál. Následující kapitoly sledují vlastnosti materiálu ze strukturálního pohledu, tedy nás zajímá, co se děje ve sktruktuře diagnostikovaného objektu. Cílem je zjištění zejména fázových změn materiálu, jako je skelný přechod, teplota tavení, teplota dekompozice, zjištění chemických vazeb nebo například chování dielektrika v elektrostatickém poli ve frekvenční závislosti.

Metody zjišťující tyto vlastnosti lze rozdělit do čtyř skupin:

- metody založené na zjišťování hmotnosti,
- metody založené na měření energie,
- metody založené na měření mechanických vlastností,
- metody založené na jiných principech.

### 3.2.1 Termogravimetrie (TG)

Jedná se o metodu založenou na měření změny hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě a času. Materiál je podroben řízenému teplotnímu ohřevu a výstupem je informace o složení vzorku a jeho chování [23]. Teplotní ohřev nejčastěji probíhá zahříváním při konstantní rychlosti ohřevu (např. 5 °C/min) – dynamické měření. Ovšem existuje i možnost tzv. izotermického měření, kdy je vzorek ohříván konstantní teplotou. Důležitým parametrem měření je dále atmosféra, při které ohřev probíhá. Ta může být reaktivní oxidační nebo inertní [23], [28].

Vzhledem ke schopnosti měřicí aparatury zaznamenat i minimální změny hmotnosti v závislosti na teplotě, díky regulaci automatickým teplotním regulátorem, jsou výsledky velmi detailní a přesné. Výsledná data jsou zaznamenána graficky ve formě termogramu, kde na ose  $y$  je hmotnostní úbytek či přírůstek vyjádřen v % či  $\mu\text{g}$  v závislosti na teplotě  $T$  (°C), či času  $t$  (s). Z křivky lze tedy určit počet rozkladných reakcí, jejich charakteristické teploty a procentuální úbytek (přírůstek) hmotnosti. Z rozkladných procesů pak lze určit stavy jako oxidace materiálu, rozklad organických látek, odpařování vlhkosti a těkavých látek. V praktické aplikaci se často lze setkat s výsledky, kdy nelze přesně definovat jednotlivé děje. Pro lepší interpretaci se využívá první derivace podle teploty nebo času, díky čemu vynikají lokální extrémy jednotlivých reakcí. [23], [28]

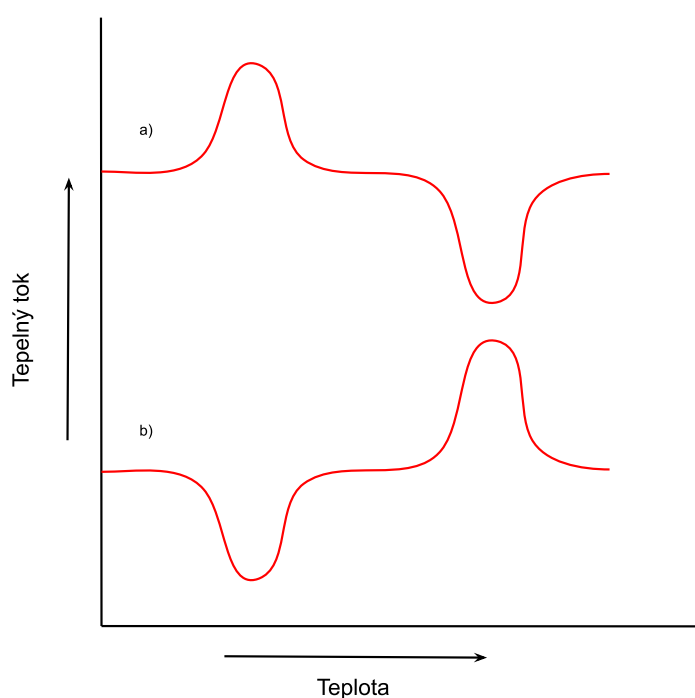
Nevýhodou termogravimetrické metody je zaznamenání pouze dějů doprovázených úbytkem hmotnosti, což nemusí být plně vypovídající. Z tohoto důvodu se obvykle kombinuje termogravimetrie s ostatními analýzami. Častěji se lze tedy setkat s metodou označovanou jako simultánní termická analýza (STA), která využívá kombinace s diferenční skenovací kalorimetrií (DSC) či diferenční termickou analýzou (DTA) [23].



### 3.2.2 Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)

Diferenční skenovací kalorimetrie zastupuje téměř nejrozšířenější metodu pro materiálovou analýzu fyzikálních dějů doprovázených exotermickou<sup>2</sup> nebo endotermickou<sup>3</sup> reakcí.

Princip spočívá v měření rozdílu energie mezi měřeným vzorkem a teplotně inertním standardem jako funkci teploty při teplotně řízeném programu, přičemž je měřen elektrický příkon potřebný k udržení izotermních podmínek [23]. Metoda DSC se dále rozděluje podle principu na Heat-flux DSC a výkonově kompenzovaná DSC. Rozdíl metod je jak v konstrukčním uspořádání, tak i ve výstupních termogramech viz Obr. 9.



Obr. 9: Jednoduché znázornění a porovnání termogramů: a) výkonově kompenzovaná DSC, b) heat-flux DSC (překresleno [23]).

#### 3.2.2.1 Heat-flux DSC

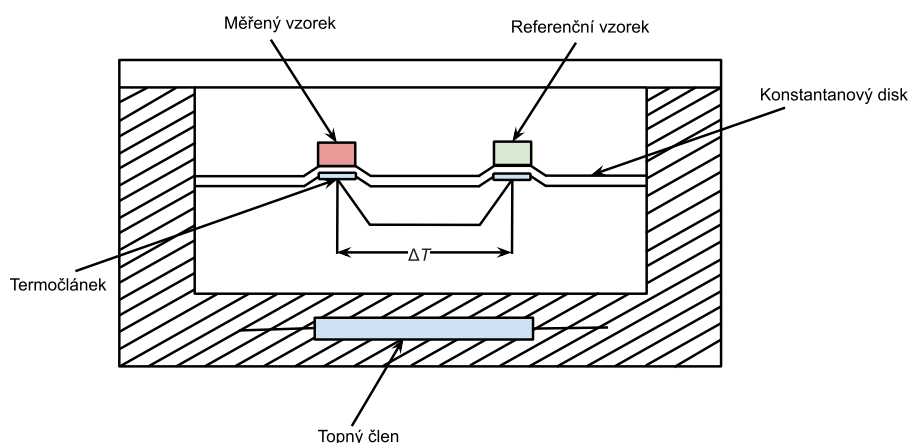
Princip metody heat-flux DSC spočívá v měření teplotního rozdílu mezi vzorkem a inertním standardem jako funkci teploty. Teplotní rozdíl je úměrný změně v tepelném toku,

<sup>2</sup> Exotermická (exotermní) reakce je reakce doprovázená uvolňováním tepelné energie, protože reaktanty mají větší energii než produkty.

<sup>3</sup> Endotermická (endotermní) reakce je reakce, při níž musíme teplo dodávat, aby reakce neustala. Je opakem exotermické.

respektive příkonu za jednotku času [23]. Na konstrukčním schématu na Obr. 10 jsou znázorněny termočlánky sledující teplotní změny měřeného i referenčního vzorku. Další neznázorněné termočlánky analyzují teplotu pece a termoelektrického disku z konstantanu<sup>4</sup>.

Vyskytne-li se v průběhu ohřevu fázová přeměna, pak probíhá exotermická nebo endotermická reakce. To je doprovázeno změnou tepelného toku protékajícího skrze konstantanový disk, což je zaznamenáno jako přírůstek teplotního rozdílu mezi diskem a pískou. Pro optimální měření musí být vzorek plochý, tenký a neměl by vážit více než 10 mg. Mezi výhody využití heat-flux DSC patří, že lze využít větší vzorky vzhledem k vysoké citlivosti a možnost měření při teplotách nad 830 °C. Mezi nevýhody patří omezení rychlosti nárůstu teploty, max 10 °C/min a potřeba kalibrace pro převod rozdílu teplot  $\Delta T$  na rozdíl entalpií<sup>5</sup> [23], [28], [29]



Obr. 10: Obecné konstrukční schéma heat-flux DSC (překresleno z [23]).

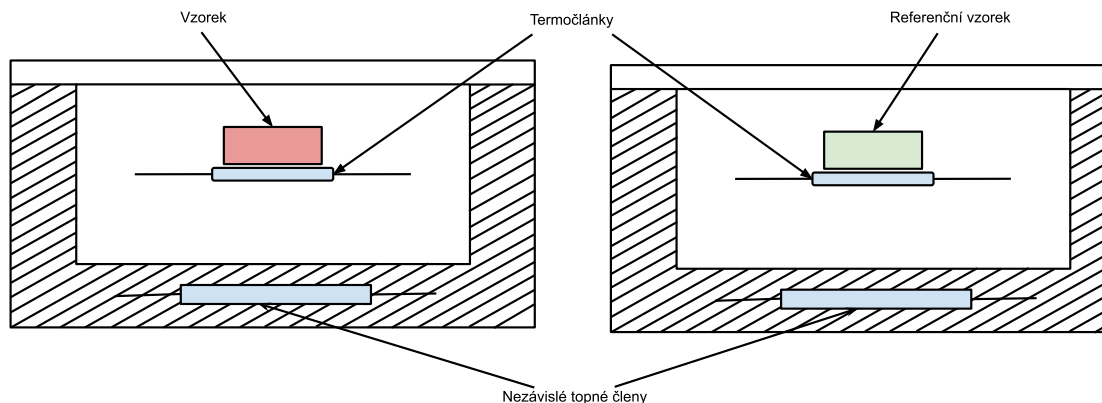
### 3.2.2.2 Výkonově kompenzovaná DSC

Princip spočívá v udržování nulového teplotního rozdílu mezi vzorkem a inertním standardem dodáváním energie z nezávislých topných členů (Obr. 11). Výhodou tohoto konstrukčního uspořádání je vysoká rychlost ohřevu i chlazení a to až 500 °C/min. Oproti heat-flux DSC má tato metoda v termogramech opačný charakter pro jednotlivé fázové přechody (Obr. 9). Pro představu endotermní přechod korespondující se zvýšením entalpie se projeví jako pík směrem nahoru (výkon je dodáván do vzorku), naopak u exotermní reakce (pokles entalpie) vykazuje pík záporný charakter [23]. Velmi velkou výhodou výkonově

<sup>4</sup> Konstantan – slitina niklu a mědi.

<sup>5</sup> Entalpie (tepelný obsah) je veličina vyjadřující energii uloženou v termodynamickém systému vyjádřenou v joulech.

kompenzované DSC je to, že nepotřebuje nutně kalibraci, díky přímo dostupným informacím o tepelném toku rovnou z topných elementů. V praxi se však kalibrace provádí, a to zejména kvůli převodu údajů do smysluplných jednotek [23]. Nevýhodou je elektronický systém, který je citlivý na velmi vysoké teploty, a tudíž nelze běžně používat pro teploty nad 830 °C. [23], [28], [29]



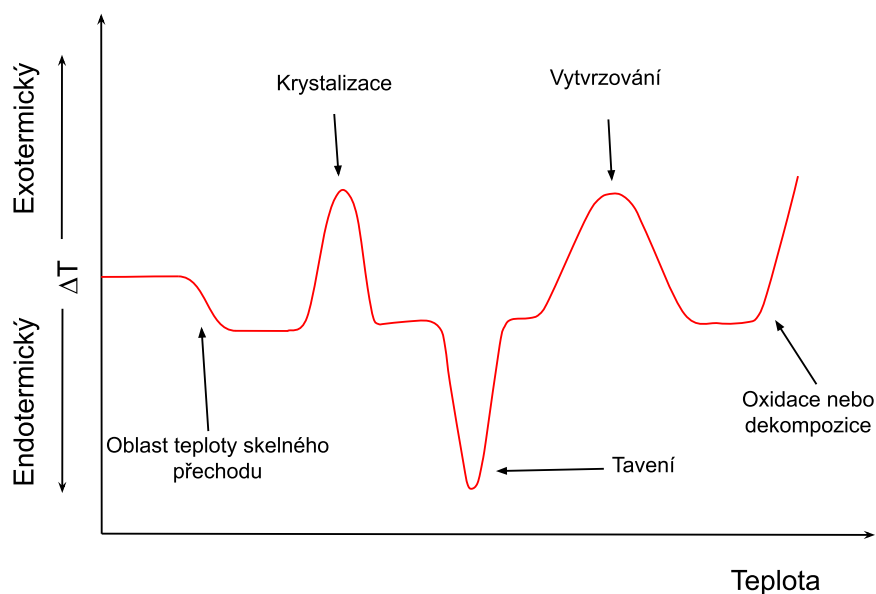
Obr. 11: Obecné konstrukční uspořádání výkonově kompenzované DSC (překresleno z [23]).

### 3.2.2.3 Detekovatelné parametry

Metody DSC jsou využívány pro získání důležitých parametrů nejen pro návrh elektrických zařízení ale také pro optimalizaci vytvrzovacího režimu nebo analýzu tepelné historie. Hlavní určované parametry jsou [23]:

- určování teploty tavení, reakčního tepla a teploty skelného přechodu,
- analýza polymerových směsí a kopolymerů,
- analýza tepelné historie a oxidační stability,
- optimalizace vytvrzovacího režimu teplem tvrzených polymerů,
- sledování technologický postupů při zpracování,
- určení reakční rychlosti, aktivační energie.

Z idealizovaného průběhu DSC (Obr. 12) lze vidět několik základních reakcí. Teplota skelného přechodu se nevyznačuje píkem, ale tzv. schodem. To je způsobeno tím, že nedochází ke změně entalpie, ale změně tepelné kapacity vzorku. S dalším zvyšováním teploty se dostaneme do oblasti, kde viskozita klesá a dochází k transformaci polymeru do krystalické struktury. Tento děj se nazývá studená krystalizace a je v podobě exotermního píku. S dalším zvyšováním se dostáváme k endotermní reakci, kdy začne krystalický materiál téct. Tato oblast je nazývána teplota tavení.[23]



Obr. 12: Idealizovaný termogram DSC zobrazující základní typy fázových změn v polymerech. (překresleno [23]).

### 3.2.3 Dynamická mechanická analýza (DMA)

Dynamická mechanická analýza sleduje viskoelastické chování materiálu zatíženého oscilující silou (obvykle sinusového charakteru) jako funkci teploty, zatímco je materiál vystaven řízenému teplotnímu ohřevu [23]. Testovaný vzorek je pevně upevněn ve vyměnitelném držáku (Obr. 13), který umožňuje namáhat vzorek na ohyb, tlak, tah apod. Jedná se o jednu z nejcitlivějších metod schopných interpretovat a charakterizovat mechanické chování materiálu [23].



Obr. 13: Typy držáků pro různé namáhání. Zleva – tahový držák, kompresní držák, tříbodový ohyb. (převzato z [30]).

Výstup analýzy je analogický k širokopásmové dielektrické spektroskopii (3.2.4). Výsledný dynamický modul se skládá z reálné části  $E'$  (MPa) a imaginární části  $E''$  (MPa). Reálná část, nazývána elastický modul, definuje elasticitu jako vratnou složku, charakterizující schopnost akumulovat energii [23], [31]. Ztrátový modul pak představuje viskozitu, která charakterizuje schopnost materiálu energii rozptýlit, respektive ztratit [23], [31]. Fázový úhel mezi moduly se pak definuje jako ztrátový činitel  $\tan \delta$  analogicky k elektrickému, ovšem nesmí být nikdy zaměněn. Čím vyšší je ztrátový činitel, tím více převládá viskózní (neelastická) složka, pokud bude hodnota nižší, poukazuje na elastický materiál. [23], [31]

Z idealizované křivky závislosti elastického modulu na teplotě (Obr. 14) lze určit děje probíhající v materiálu. V literatuře [31] a diplomové práci [32] jsou části této křivky popsány následovně:

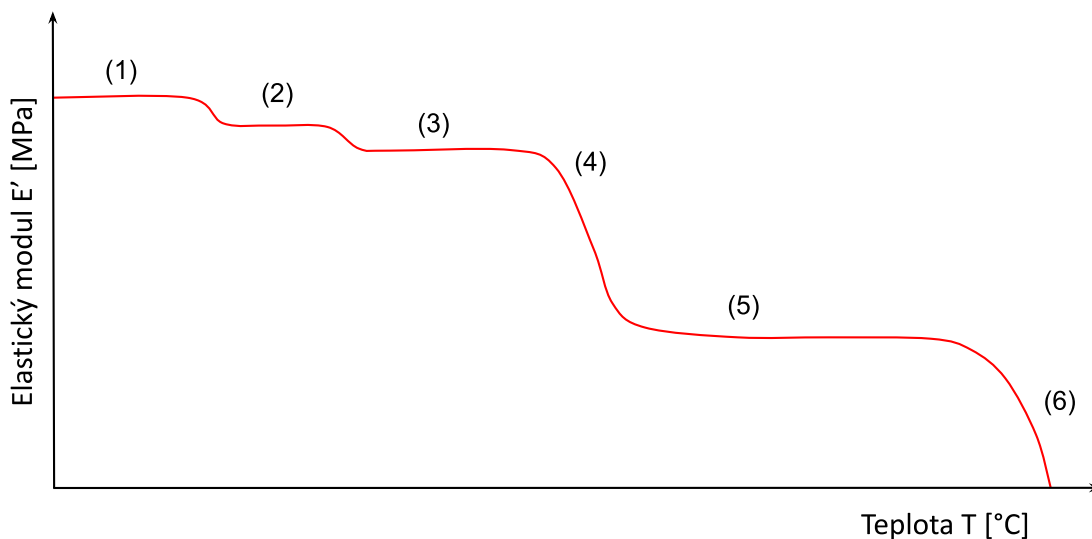
- (1) Nazývá se také  $\gamma$  přechod – Velmi nízká teplota, materiál je tuhý a sklovitý, molekuly jsou pevně spojeny.
- (2) Nazývá se také  $\beta$  přechod – materiál se uvolňuje, atomy získávají prostor k pohybu, dochází k roztahování a ohybu molekulových vazem.
- (3) – (4) Mezi těmito body má materiál takovou tuhost, kdy odolává deformaci a takovou pružnost, aby nedošlo k roztržení.
- (4) Skelný přechod  $T_g$  – řetězce v amorfních strukturách vykazují výrazný kývavý nebo rotační pohyb.
- (5) Kaučukovitý stav materiálu.
- (6) Dosažení bodu tání, materiál ztrácí kaučukovité vlastnosti a mění se v taveninu.

Mimo výše zmíněné vlastnosti lze pomocí DMA analyzovat mechanické vlastnosti. V případě takového způsobu vzniká měřením deformační křivka definující mechanické napětí a prodloužení vzorku, kdy je možné z křivky určit úměrnost poměrného prodloužení a mechanického napětí. Pak platí Hookův zákon<sup>6</sup> a z něho odvozený Youngův modul pružnosti<sup>7</sup>.

---

<sup>6</sup> Hookův zákon je základním principem elastické deformace těles. Platí pouze pro malé deformace, kdy se těleso vrací do své původní podoby, jakmile je působící síla odstraněna.

<sup>7</sup> Youngův modul pružnosti je fyzikální konstanta charakterizující tuhost (odolnost vůči deformaci) tuhých těles, zejména kovů, keramiky a polymerů.



Obr. 14: Idealizovaná křivka  $E'$  v závislosti na teplotě (překresleno z [31]).

### 3.2.4 Širokopásmová dielektrická spektroskopie (BDS)

Jedná se o spektrometrickou metodu zjišťující odezvu diagnostikovaného objektu na harmonický sinusový signál o napětí řádově jednotek voltů. Pro analýzu je využívána komplexní permitivita  $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega)$  měřitelná v širokém frekvenčním pásmu až od  $10^{-6}$  do  $10^{12}$  Hz, přičemž rozsah je silně závislý na typu použitého analyzátoru. Prakticky analyzátor získává data v časové oblasti, kterou následně pomocí Fourierovy transformace převádí do frekvenčního spektra.

Aby měření nebylo narušené žádnými vlivy, je důležité monitorovat teplotu a vlhkost a udržovat je konstantní. Pokud by vlhkost nebyla stabilní a byla vyšší než 0,5 %, mohlo by u hydrofilních materiálů, jako je například epoxid, docházet k difuzi molekul vody z materiálu na jeho povrch a tím narušit výsledky měření. Takové narušení se projeví poklesem reálné permitivity s klesající frekvencí. Podle teorie platí princip superpozice, který říká, že reálná část permitivity je celkovým součtem všech přispívajících relaxačních procesů, jež se vyskytují při všech frekvencích. Z toho důvodu by měla být permitivita s klesající frekvencí buď konstantní nebo rostoucí. Významný vliv na měření má také způsob kontaktu vzorku mezi elektrodami, kdy v závislosti na typu kontaktu může docházet k mezifázovým jevům. Nevhodná elektroda může působit jako bariéra v sérii se vzorkem, což vede k akumulaci náboje na rozhraní. Důsledkem pak je nárůst reálné části permitivity. Uváděným příkladem v [33] je nanosení stříbrné pasty na vzorek, kdy pak mohou ionty stříbra migrovat do vzorku a narušit měření. [33], [34]

### 3.2.4.1 Určení komplexní permitivity

Měření dielektrické spektroskopie je založeno na přímém měření komplexní impedance  $Z^*(\omega)$  měřeného vzorku (Obr. 15) při určité frekvenci podle následujícího postupu:

$$Z^*(\omega) = \left( \frac{U^*(\omega)}{I^*(\omega)} \right), \quad (9)$$

kde  $U^*(\omega)$  je aplikované střídavé napětí a  $I^*(\omega)$  je měřený proud.

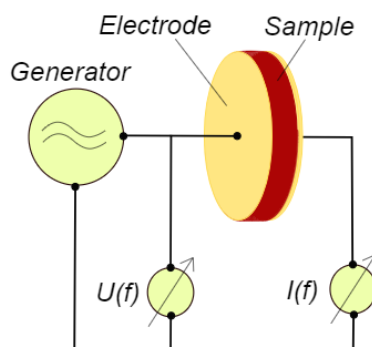
Odtud je dále vypočtená komplexní kapacita podle:

$$C^*(\omega) = C'(\omega) - jC''(\omega) = \frac{1}{(j\omega Z^*(\omega))}. \quad (10)$$

Za předpokladu paralelního uspořádání deskového kondenzátoru, které je typicky používané, se následně komplexní permitivita materiálu vypočte ze vztahu:

$$\epsilon^*(\omega) = \epsilon'(\omega) - j\epsilon''(\omega) = \epsilon_r^*(\omega) \cdot \epsilon_0 = C^*(\omega) \cdot \frac{d}{A}, \quad (11)$$

kde  $\epsilon_r^*(\omega)$  je relativní permitivita materiálu,  $d$  je tloušťka vzorku a  $A$  je plocha měřících elektrod.



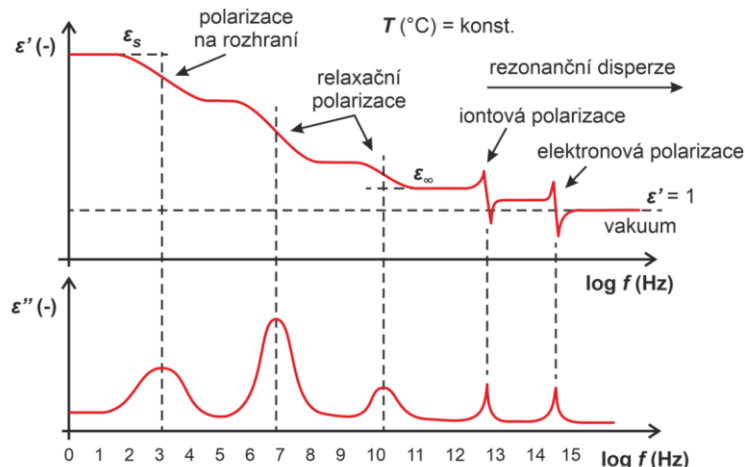
Obr. 15: Základní schéma pro širokopásmovou spektroskopii (převzato z[35])

### 3.2.4.2 Frekvenční závislost

Výsledkem dielektrické spektroskopie je již zmiňovaná závislost komplexní permitivity  $\epsilon^*(\omega)$  na frekvenci a teplotě. Tato veličina je rozložena na dvě složky –  $\epsilon'(\omega)$  a  $\epsilon''(\omega)$ , kdy první zmiňovaná je reálná část a druhá je imaginární část. Reálná složka (také relativní permitivita) definuje materiál jako míru kapacitního charakteru a schopnost se polarizovat. Oproti tomu, imaginární složka je tzv. ztrátové číslo, určující míru ztrát vznikajících v dielektriku působením střídavého pole. [24], [33], [34], [36]

Závislost obou parametrů je silně spojená s polarizačními ději, které se odehrávají v dielektrickém materiálu. Oba parametry jsou silně závislé na frekvenci střídavého napětí a teplotě. Platí, že s klesající frekvencí roste relativní permitivita, což je způsobeno tím, že k polarizacím přispívají veškeré polarizační děje. Z opačného pohledu, při rostoucí

frekvenci sledujeme pokles reálné složky, to je způsobeno tím, že jednotlivé dipóly v materiálu nestíhají reagovat na rychlé změny pole – dielektrická relaxace. Relaxační proces je charakterizován lokálními maximy závislosti  $\epsilon''$  a poklesy relativní permitivity  $\epsilon'$  (viz Obr. 16). [24], [33], [34], [36]



Obr. 16: Frekvenční spektrum polárního dielektrika při konstantním napětí a teplotě (převzato z [37]).

Další možností je vyhodnocení teplotní závislosti reálné a imaginární části permitivity případně ztrátového činitele při konstantní frekvenci. Lokální extrémy na charakteristikách imaginární části pak odpovídají pohybu elementárních dipólů v závislosti na teplotě. Tepelný pohyb buď podporuje nebo je proti pohybu vyvolávanému elektrickým polem [24].

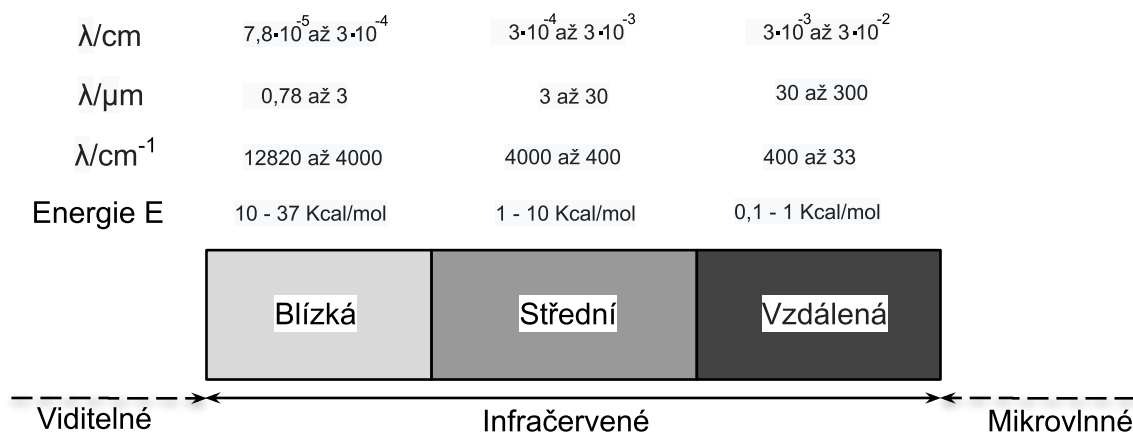
### 3.2.5 Infračervená spektroskopie s Furierovou transformací (FT-IR)

Infračervená spektroskopie je optickou nedestruktivní analytickou metodou. Analýza pomocí infračervené spektroskopie je jedna z nejčastějších technik v organické a anorganické chemii pro rychlou identifikaci testovaného vzorku a získávání informací o struktuře látek. Výhoda této metody, oproti výše uvedeným metodám, spočívá zejména v rychlé identifikaci vzorku a možnosti porovnání výsledného spektra s knihovnou již analyzovaných materiálů. Z praktického pohledu se může jednat o dodaný materiál, který je potřeba rychle ověřit uvést do výroby, pak ostatní metody mohou být zdlouhavé. [23], [32]

#### 3.2.5.1 Úvod do infračervené spektroskopie

Infračervené spektrum je částí elektromagnetického záření, nacházející se mezi viditelným a mikrovlnným zářením, která je detailněji rozdělena na blízkou, střední a vzdálenou infračervenou oblast (viz Obr. 17).





Obr. 17: Infračervená oblast elektromagnetického spektra (překresleno z [23]).

Jak je uvedeno v Obr. 17, elektromagnetické záření lze charakterizovat několika způsoby. Protože je závislost energie na vlnové délce logaritmická, používá se nejčastěji vlnočet  $\bar{\nu}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ), který lze vypočítat podle rovnice (12) jako [23]:

$$\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda}, \quad (12)$$

kde  $\bar{\nu}$  je vlnočet vyjádřený v reciprokých centimetrech ( $\text{cm}^{-1}$ ) a  $\lambda$  je vlnová délka v (cm).

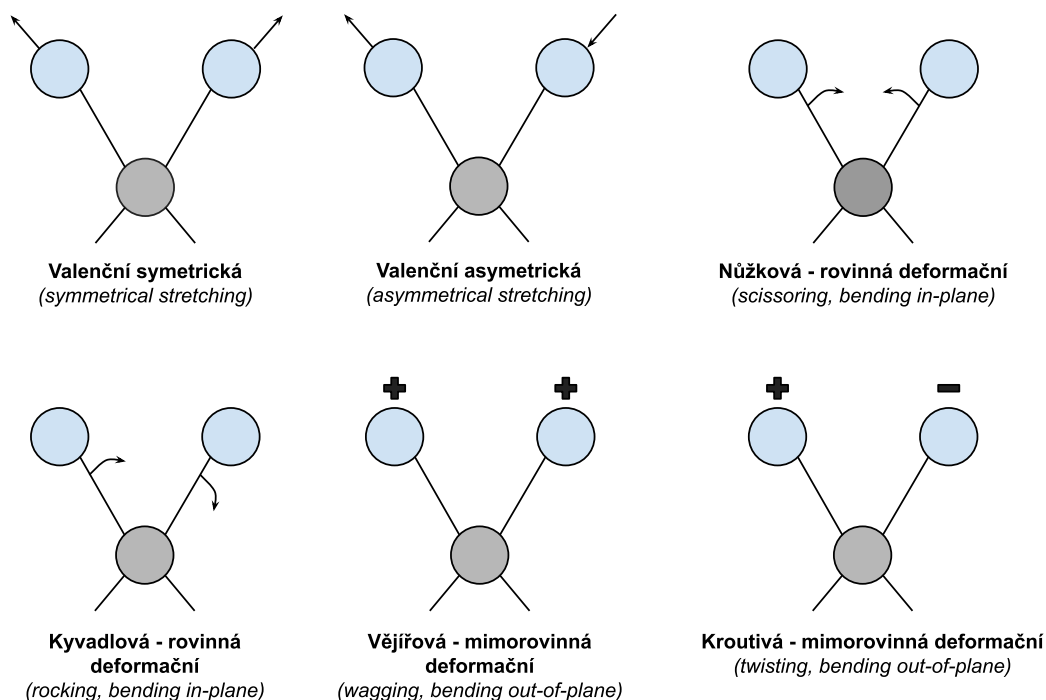
Z hlediska významnosti, je nejdůležitější střední pás s vlnočtem  $\bar{\nu}$  4000 až 400  $\text{cm}^{-1}$ . Tato oblast se zjednodušeně dá rozdělit do dvou oblastí na intervalu 4000 až 1500  $\text{cm}^{-1}$  a intervalu 1500 až 400  $\text{cm}^{-1}$ . První oblast je významná vzhledem k detekci funkčních skupin jako je například -OH, C=O, N-H nebo -CH<sub>3</sub>. Oblast v nižších vlnočtech je nazývána jako otisk prstu daného materiálu. Vzhledem k unikátnosti každého spektra, lze pak podle digitálních knihoven s již analyzovanými spektry, přesně identifikovat materiál. [23]

Dopadá-li na vzorek infračervené záření, je toto záření absorbováno jednotlivými molekulami a přeměněno na energii projevující se vibracemi těchto molekul [23]. Jednotlivé atomy v molekulách, při teplotách vyšších než absolutní nula, neustále vibrují. Je-li frekvence těchto specifických vibrací rovna frekvenci infračerveného záření, dochází k pohlcení tohoto záření molekulou. Hlavní typy vibrací molekul lze rozdělit do 2 základních skupin [23]:

- valenční vibrace (periodická změna vazebné délky),
- deformační vibrace (periodická změna vazebního úhlu).

Valenční vibrace jsou takové, při nichž se atomy vychylují ve směru vazby a mění jejich délku. Toto vychýlení může být buď symetrické nebo asymetrické. V případě deformačních

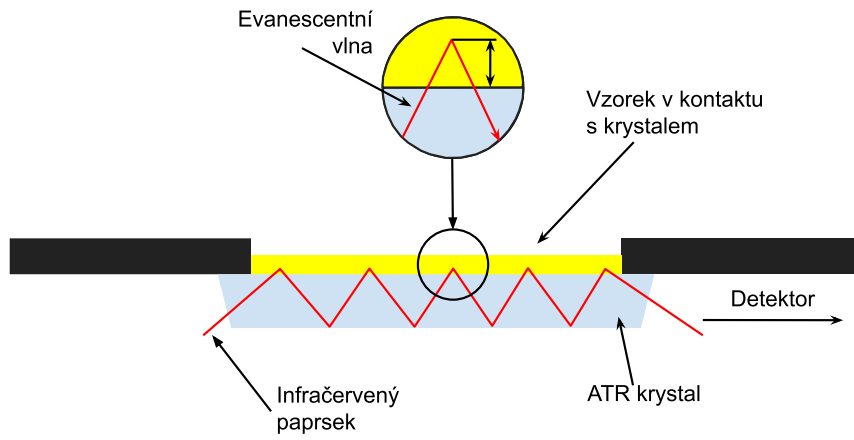
vibrační je to malinko rozsáhlejší. V tomto případě nedochází ke změně vazebné délky, ale ke změně vazebního úhlu. Zde se pak rozdělují na vibrace probíhající v rovině anebo mimo rovinu ostatních atomů. Rovinné deformační vibrace se dále dělí na nůžkové a kyvadlové. Mimorovinné vibrace se rozdělují dále na vějířové a kroutivé. Grafické znázornění vibračních pohybů je na Obr. 18.[23]



Obr. 18: Jednotlivé druhy vibračních pohybů molekuly (překresleno z [23]).

Jak již bylo zmíněné, princip měření spočívá v interakci vzorku s elektromagnetickým zářením, což způsobuje excitaci molekul na vyšší rotačně-vibrační hladiny. To pak způsobuje absorpci záření o určitých hladinách energií. Výsledkem jsou pak infračervená spektra, obsahující absorpční pásy charakterizující skupiny molekul ve vzorku. Dnes se pro měření využívá zejména metoda infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací (FT-IR), oproti klasické infračervené spektroskopii používá k získání spektra právě Fourierovu transformaci. FT-IR má několik technik měření. Mezi nejběžnější patří transmisní měření a metoda zeslabené totální reflektance (Attenuated Total Reflectance – ATR). Při první zmíněné metodě dochází během měření k absorpci části záření a detektor pak registruje změny v intenzitě infračerveného záření po průchodu vzorkem. Druhá metoda, ATR je použita v praktické části této práce. Princip je naznačen na Obr. 19, kdy dochází k násobnému úplnému odrazu záření na rozhraní vzorku a měřicího krystalu. Infračervený paprsek prochází pouze částečně do analyzovaného materiálu (cca 2  $\mu\text{m}$ ), v této vrstvě

dochází k částečné absorpci záření, což se projeví v totálně odraženém světle jako zeslabená část IR spektra. [23], [38]



Obr. 19: Princip metody ATR (překresleno [38]).

## 4 Částečné výboje

Jeden z klíčových diagnostických signálů spočívá v detekci částečných výbojů v izolačních systémech. Tyto výboje mohou být vnímány jako „počátek konce“ izolačního systému, protože jejich průběžný výskyt postupně snižuje spolehlivost a degraduje izolační systém až k úplnému selhání izolace. Zároveň detekce částečných výbojů umožňuje posuzovat kvalitu vyrobeného izolačního systému nebo postupně sledovat jeho stav v provozu. Částečné výboje jsou obvykle způsobeny koncentrací lokálního elektrického namáhání v dutinkách, na povrchu nebo v okolí vodičů, a to má vliv na izolační systém.[11], [23]

### 4.1 Druhy částečných výbojů

Částečné výboje se rozdělují do tří základních skupin podle jejich umístění [11]:

- **Vnější** částečné výboje se nacházejí v okolí elektrod, nejčastěji na elektrodách s malým poloměrem zakřivením. Tento typ výbojů je označován jako korónový výboj.
- **Vnitřní** částečné výboje, které se nacházejí uvnitř dielektrika. Nejčastěji se jedná o výboje v plynných nehomogenitách obklopený pevným nebo kapalným dielektrikem. Tím jsou myšleny dutinky (bublínky) v pevném dielektriku.
- **Povrchové** částečné výboje se nacházejí na rozhraní elektrody a pevného nebo plynného dielektrika. Tímto rozhraním je také označován trojný bod.

### 4.2 Vliv na izolační systém

Kontinuální působení částečných výbojů má na izolační systém několik vlivů – chemické, erozivní, tepelné a elektrické. Degradace je způsobena zejména dvěma nevratnými ději [23]: chemickými účinky a vlivem bombardování stěn dutinek v dielektriku částicemi, které dopadají na povrch dutinky. Vlivem bombardování totiž uvnitř nehomogenity dochází ke vzniku krystalů, které byly určeny jako hydrát kyseliny šťavelové [23]. Tyto krystaly pak vedou k větší intenzitě lokálního elektrického pole a tím ke zvýšení aktivity částečných výbojů. V případě elektrických účinků, může vysoká intenzita způsobit elektrické přemostění dutinky a vodivá dráha se pak šíří skrze dielektrikum. To má pak za následek růst elektrického stromečku. [11], [23], [39]

### 4.3 Veličiny vztahující se k částečným výbojům

Česká technická norma ČSN EN 60270 Technika zkoušek vysokým napětím – Měření částečných výbojů [40] definuje následující důležité veličiny vztažené k měření částečných výbojů.

- **Zdánlivý náboj  $q$  impulzu ČV**

Je takový náboj, který je injektován ve velmi krátkém čase mezi svorky zkoušeného objektu a způsobí stejnou výchylku jako vlastní proudový impulz částečného výboje. Jednotka je nejčastěji uváděna jako pikocoulomb (pC)

- **Četnost impulzů  $n$**

Jedná se o poměr mezi celkovým počtem impulzů ČV zaznamenaných ve vybraném časovém intervalu a dobou trvání intervalu.

- **Opakovací kmitočet impulzů  $N$**

Počet impulzů částečných výbojů za sekundu v případě stejně vzdálených impulzů.

- **Fázový úhel  $\Phi_i$  a čas  $t_i$  výskytu impulzu**

$$\Phi_i = 360 (t_i / T) \quad (13)$$

, kde  $t_i$  je čas mezi předešlým kladným průchodem napětí nulou a impulzem částečného výboje a  $T$  je perioda zkušebního napětí. Fázový úhel je vyjádřen ve stupních.

- **Zapalovací napětí částečných výbojů  $U_i$**

Je napětí, při kterém jsou poprvé ve zkoušeném objektu pozorovány opakující se částečné výboje, je-li napětí postupně zvyšováno z nižší hodnoty, při které nejsou detekovány žádné částečné výboje.

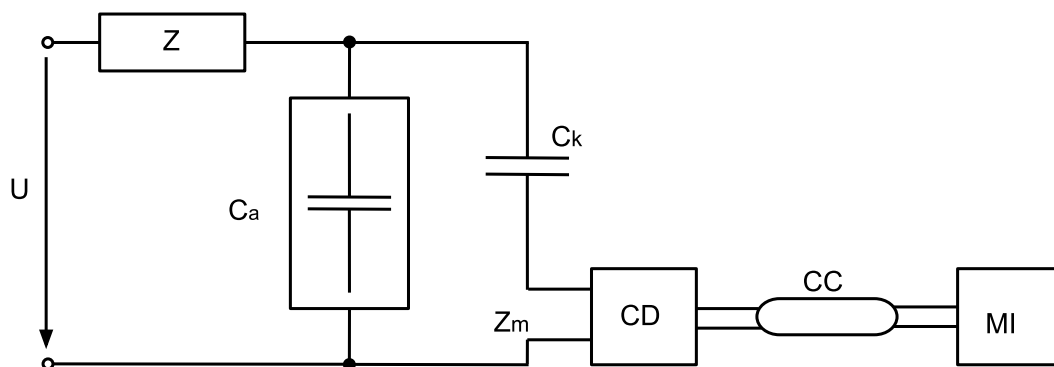
- **Zhášecí napětí částečných výbojů  $U_e$**

Je přiložené napětí, při kterém se ve zkoušeném objektu přestávají objevovat opakující se částečné výboje, je-li napětí přiložené postupně snižováno z vyšší hodnoty, při které jsou pozorované částečné výboje.

### 4.4 Základní měřící obvod

Detekce částečných výbojů je založena na měření proudových impulzů, které doprovázejí částečné výboje. Tyto impulzy lze následně snímat a vyhodnotit vhodným obvodem. Princip spočívá v tom, že částečný výboj vyvolá pokles elektrické energie, který je úměrný náboji proudového impulzu. Výboj vyvolá v obvodu vyrovnávací proud, který na svorkách měřící impedance vyvolá ekvivalentní napěťovou odezvu.

Jako jedna z nejběžnějších off-line metod je využívána globální galvanická metoda viz Obr. 20. Ta využívá měřicí impedance tvořenou RLC členem s ochrannými prvky proti přepětí a má za úkol odfiltrování superponovaných pulzů ČV od napájecí frekvence. Před každým měřením částečných výbojů, je velmi důležité provést kalibraci měřícího obvodu.



Obr. 20: Základní měřicí obvod (překresleno z [23]).

V základním měřícím obvodě jednotlivé označení odpovídá:

- U – napájecí napětí,
- Z – filtr rušení, omezení vybíjení ČV přes impedanci zdroje,
- $C_a$  – testovaný objekt,
- $C_k$  – vazební kondenzátor,
- $Z_m$  – měřicí impedance,
- CD – vazební zařízení,
- CC – spojovací stíněný kabel,
- MI – měřicí zařízení.

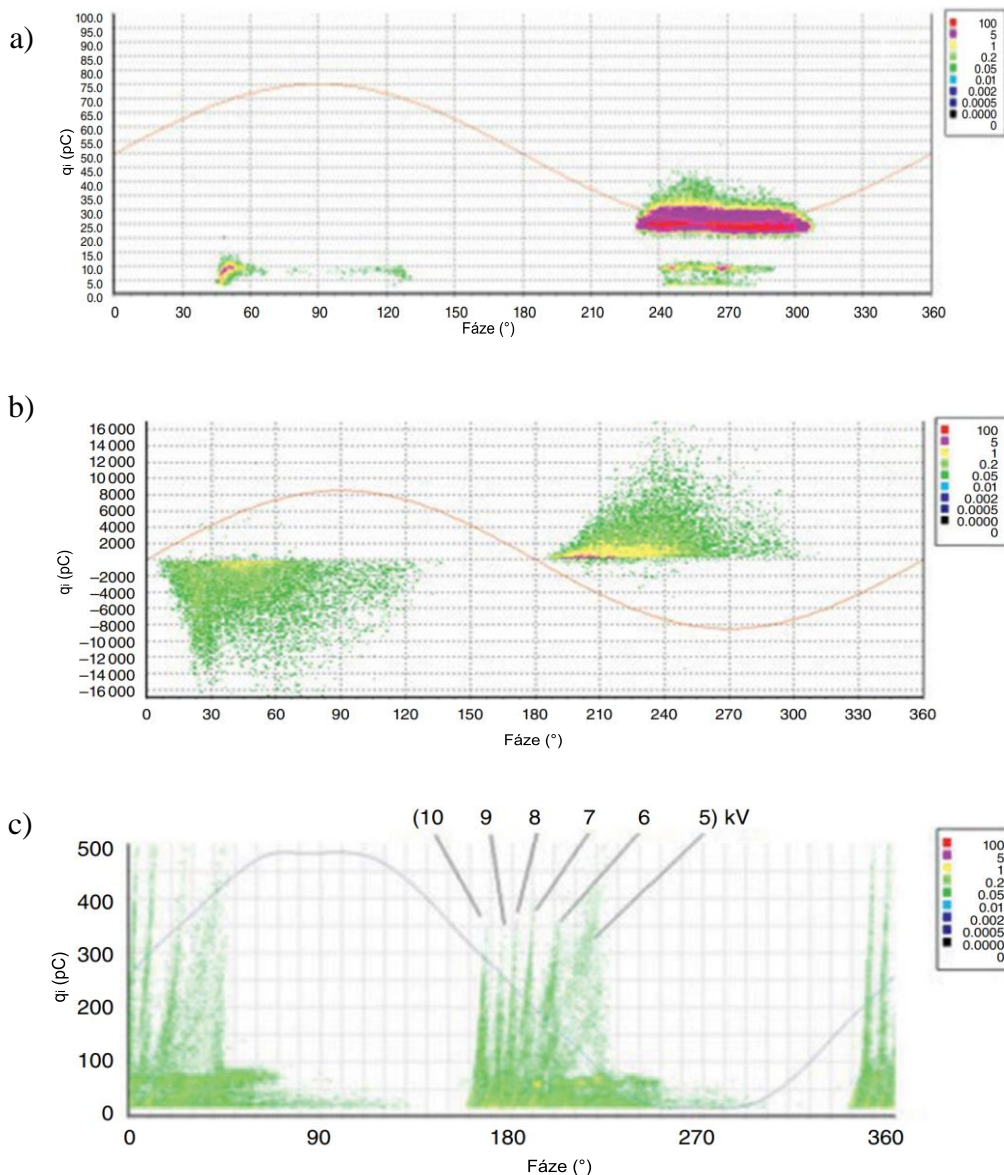
#### 4.5 Kalibrace měřícího obvodu

Aby byla zajištěna reprodukovatelnost výsledků, je důležité před každým měřením obvod zkalibrovat. Kalibrace se provádí připojením kalibračního přístroje do obvodu, přímo na měřený vzorek. Je založena na injektování kalibračního pulzu o známé velikosti do testovaného obvodu z generátoru kalibračních pulzů. Ověřuje se kvůli tomu, aby bylo zajištěné, že obvod je schopen změřit předepsanou hodnotu částečného výboje. [23]

#### 4.6 Vizualizace výbojové činnosti

Na základě pokročilých digitálních měřících systémů, které dokážou získávat a ukládat vektor veličin každého měřeného impulsu ( $q_i$ ,  $u_i$ ,  $t_i$  a  $\varphi_i$ ) lze výbojovou činnost digitalizovat do takzvaných PRPD (fázově rozložené charakteristiky částečných výbojů) diagramů [39].

Diagramy poskytují informaci o četnosti impulzů, tj. barevné body, jejich velikost z hlediska náboje a fázové rozložení. Díky specifičnosti diagramů lze ze zkušenosti odhalit, jestli se jedná o částečný výboj vnitřní, povrchový anebo korónový. Typické diagramy lze vidět na Obr. 21.



Obr. 21: Typické PRPD diagramy pro a) korónový částečný výboj, b) povrchový částečný výboj a c) vnitřní částečný výboj.

## 5 Experimentální část

Teoretická část práce byla zaměřena zejména zalévací silikonové materiály využívané pro výkonovou elektroniku. Byla provedena rešerše v oblasti možností modifikace hmot tak, aby došlo ke snížení výbojové činnosti. Dále byly diskutovány fenomenologické a strukturální metody pro analýzu materiálu. Na základě zjištěných informací bude navržen experiment, jehož cílem je modifikace vybrané silikonové hmoty tak, aby došlo k omezení výbojové činnosti.

V první části experimentu bude zvolený materiál Wacker SilGel 612 podroben strukturálním analýzám a následně bude modifikován. Příprava vzorků pro tyto analýzy je identická popsanému postupu v kapitole 5.6.1 Proces zalévání s rozdílem odlévání vzorku do formy.

Na tomto materiálu budou provedeny následující strukturální analýzy:

- FT-IR analýza,
- diferenční skenovací kalorimetrie,
- simultánní termická analýza,
- dynamická mechanická analýza,
- širokopásmová dielektrická spektroskopie.

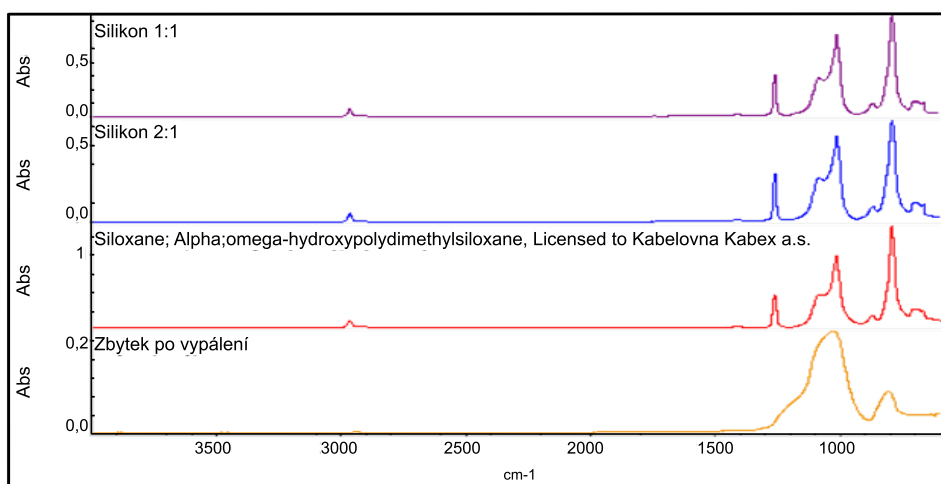
Následovat bude druhá část, kde je navrženo specifické experimentální uspořádání simulující trojný bod, tak aby byly zajištěné stejné podmínky pro všechny vzorky. Cílem experimentu bude porovnat tři různé hmoty z hlediska zapalovacího napětí a elektrické pevnosti. Následně bude materiál podrobený strukturálním analýzám modifikován pomocí polovodivých příměsí ZnO. A bude sledován ideální poměr plnění tak, aby došlo k omezení výbojové činnosti.



## 5.1 Analýza FT-IR

Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací byla prováděna pomocí spektrálního analyzátoru Nicolet 380. Pro analýzu základního materiálu byla zvolena metoda zeslabené totální reflektance s využitím krystalu ZnSe<sup>8</sup>.

Byly analyzovány vzorky materiálu Wacker SilGel 612 v poměru složek 1:1 a 2:1 (A:B). Dále byl analyzován zbytek vzorku po vypálení v rámci STA analýzy. V Obr. 22 jsou zaznamenána spektra jednotlivých vzorků v rozsahu vlnových čísel od 650 do 4000 cm<sup>-1</sup>. V Tabulka 3 jsou uvedena vyhodnocená absorpční pásma.



Obr. 22: Infračervená spektra materiálu Wacker SilGel 612 a jeho zbytku po vypálení z analýzy STA.

### 5.1.1 Vyhodnocení absorpčních pásem

Na základě naměřených spekter a porovnání se spektry v knihovně, byla zjištěna nejvyšší shoda na siloxan (97% shoda). Materiál neobsahuje žádné skupiny navíc a žádné nechybí. Pásma v oblasti 2966 cm<sup>-1</sup> a 2910 cm<sup>-1</sup> byla identifikována jako skupiny C-H<sub>3</sub>, přičemž se pravděpodobně jedná o asymetrickou a symetrickou valenční C-H vibraci [41]. Oproti tomu, v nižších vlnočtech, konkrétně 1415 cm<sup>-1</sup> a 1264 cm<sup>-1</sup> byly zaznamenány asymetrické a symetrické vibrace deformační skupiny C-H<sub>3</sub> [41]. Ostrý absorpční pík v oblastech 1130 až 1000 cm<sup>-1</sup> je spojen se skupinami Si-O-Si, které vykazují asymetrickou valenční vibraci [41], [42], [43], [44]. Absorpční pík kolem 800 cm<sup>-1</sup> by mohl odpovídat deformační vibraci Si-O [45]. Podle [45] lze dále předpokládat, že v nižších nezaznamenaných vlnočtech, okolo 460 cm<sup>-1</sup> by se mohl nacházet absorpční pás odpovídající Si-O-Si deformační vibraci.

<sup>8</sup> Krystal ZnSe – Selenid zinečnatý

U vzorku po vypálení již nejsou viditelné organické složky C-H [46], chybí spektrální pásy v oblastech okolo  $3000\text{ cm}^{-1}$ . Obsahuje pouze absorpční pás odpovídající Si-CH<sub>3</sub> v oblasti  $1000\text{ cm}^{-1}$   $1260\text{ cm}^{-1}$ [42].

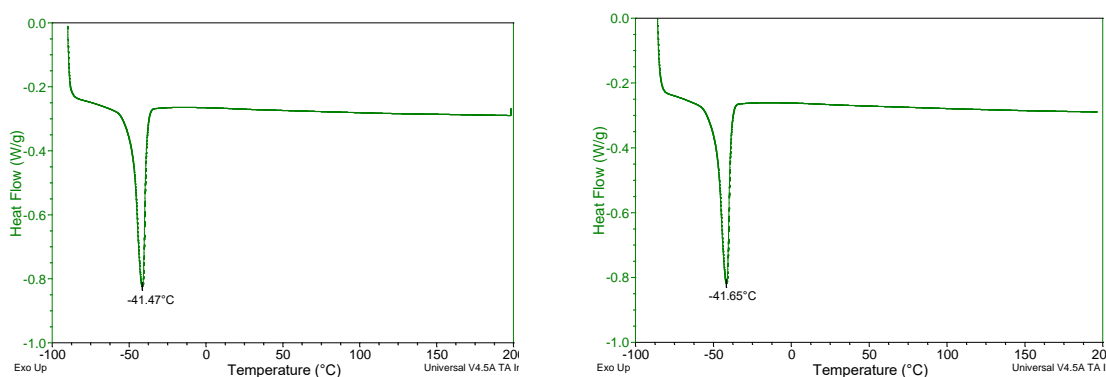
Tabulka 3: Identifikace jednotlivých vibrací a jejich charakterizace základního materiálu

Vlnočet ( $\text{cm}^{-1}$ )	Skupina	Typ vibrace	Zdroj
2966	C-H	Asymetrická valenční	[41]
2910	C-H	Symetrická valenční	[41]
1415	C-H	Asymetrická deformační	[41]
1264	C-H	Symetrická deformační	[41], [46]
1130 až 1000	Si-O-Si	Asymetrická valenční	[41], [42], [43], [44]
800	Si-O	Deformační	[45]

## 5.2 Analýza diferenční skenovací kalorimetrie

Analýza diferenční skenovací kalorimetrie byla provedena na přístroji TA Instruments DSC Q2000. Pro měření byly využity hliníkové hermetické kelímky, jako průtokový plyn byl zvolen dusík při rychlosti průtoku 50 ml/min. Teplotní rozsah byl nastaven od  $-70$  do  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  s rychlostí ohřevu  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Navážka vzorku činila přibližně 9,5 mg. Měření probíhalo v režimu opakovaného ohřevu (tzv. reheating Heat-Cool-Heat). První ohřev hodnotí vlastnosti vzorku po výrobě. Druhý ohřev hodnotí inherentní vlastnosti materiálu.

Výstupem tohoto měření bylo zjištění teploty tavení materiálu, která byla v prvním i druhém cyklu téměř identická a to  $-41,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  [47], viz Obr. 23. Pro zaznamenání teploty skelného přechodu je potřeba nižších teplot, což umožňuje Dynamická mechanická analýza.

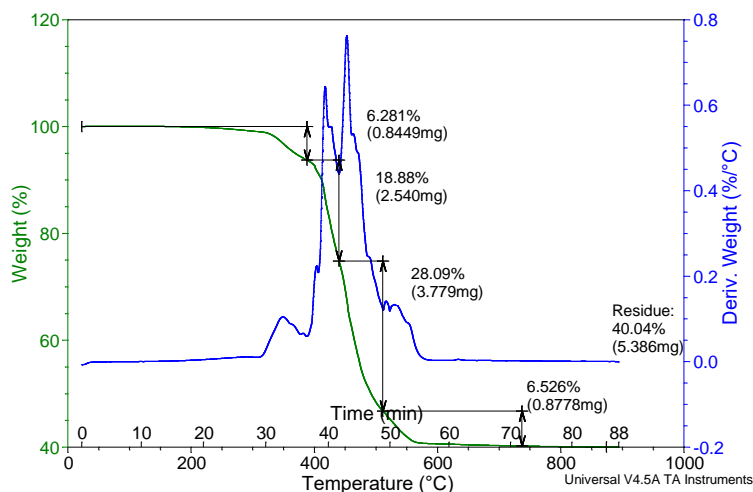


Obr. 23: DSC termogram vlevo první ohřev, vpravo druhý ohřev.

### 5.3 Simultánní termická analýza

Simultánní termická analýza byla provedena na přístroji TA Instruments SDT Q650. Vzhledem k vysokému teplotnímu rozsahu 20 až 800 °C byly využity platinové kelímky. Jako průtokový plyn byl zvolen vzduch s nastaveným průtokem na 100 ml/min a rychlostí ohřevu na 10 °C/min.

Termickou analýzou byla zjištěna tepelná stabilita polymerního materiálu do 200 °C, viz termogram Obr. 24. Při překročení teploty 200 °C dochází k postupné degradaci materiálu a hmotnostnímu úbytku. Jednotlivé děje lze od sebe oddělit pomocí derivační křivky (modrá). V rozsahu teplot 400 až 600 °C dochází k výrazné ztrátě materiálu, což může být označeno jako dekompozice materiálu [47].



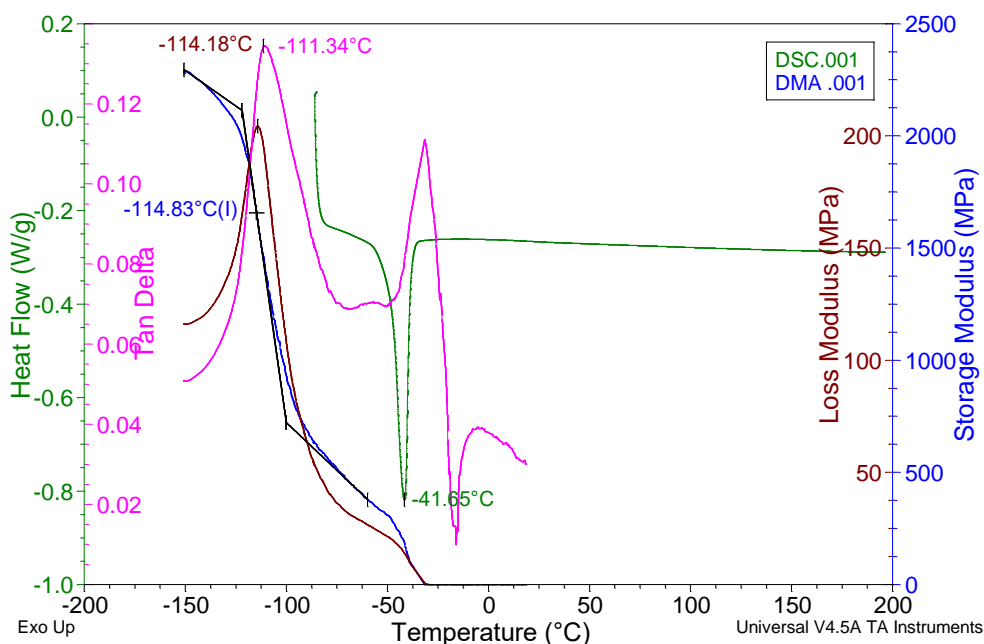
Obr. 24: TGA a DTGA signál.

### 5.4 Dynamická mechanická analýza

Na základě Analýza diferenční skenovací kalorimetrie byl u materiálu identifikován přechod v oblasti záporných teplot (-41,5°C). Dle [47] se jedná o tavení. Protože skelná transformace tohoto typu materiálu se nachází pod oblastí tavení, bylo pro určení teploty skelného přechodu nutné provést měření od nižších teplot. Pro tyto účely byla zvolena dynamická mechanická analýza s využitím chlazení pomocí tekutého dusíku (DMA), která obecně k popisu chování materiálu využívá tři signálů - storage a loss modulus ( $E'$  a  $E''$  v pořadí) a  $\tan \delta$ , které jsou popsány v kapitole 3.2.3 Dynamická mechanická analýza (DMA).

Na základě této analýzy byla identifikována tepolita skelného přechodu při teplotě -114,18°C odpovídající maximu píku loss modulu na Obr. 25. Při dalším nárůstu teploty je v oblasti kolem -40°C patrná další reakce, která koresponduje s výsledky DSC analýzy.

Následně jsou DMA signály mírně deformované, což poukazuje na možnou ztrátu odezvy na oscilující amplitudu v průběhu měření.



Obr. 25: Porovnání termogramů DMA s výsledky DSC analýzy

## 5.5 Širokopásmová dielektrická spektroskopie

Pro měření byl použit Novocontrol Alpha A analyzátor s nastaveným frekvenčním rozsahem 0,1 Hz do 10 MHz. Ohřev vzorku zajišťuje Quatro teplotní kontrolér s nastaveným rozsahem od -90 do 100 °C. Vzorky o velikosti 4 x 4 cm, v poměru složek A:B 2:1, byly připraveny a měřící napětí bylo nastaveno na 1 V<sub>rms</sub>. Při této analýze byl nejprve sledován základní materiál. Vzhledem ke korelaci mezi výbojovou činností a dielektrickými vlastnostmi byly dále sledovány materiály obsahující plniva ZnO. Například materiály s vyšším ztrátovým činitelem mohou být náchylnější k ohřevu a tím způsobit, že materiál bude náchylnější ke vzniku částečných výbojů. Z tohoto důvodu byly pro měření připraveny vzorky s 0,5 %, 1 % a 5 % wt. ZnO.

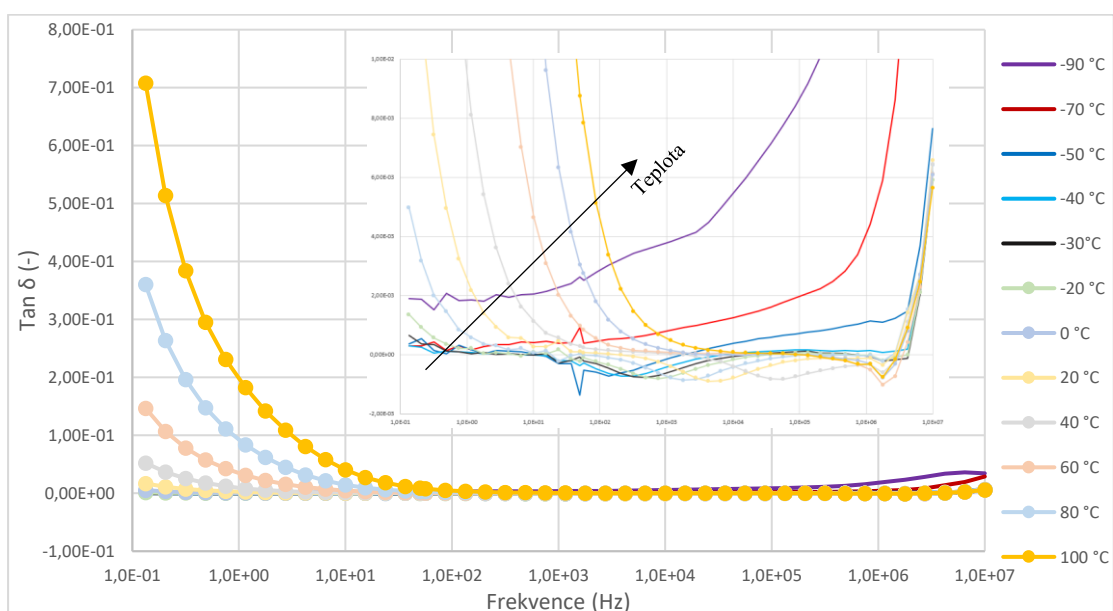
### 5.5.1 Analýza neupraveného materiálu Wacker SilGel 612

Byla vyhodnocena frekvenční závislost reálné permitivity a ztrátového činitele při teplotách od -90 do 100 °C (Obr. 26 a Obr. 27).

#### 5.5.1.1 Vyhodnocení ztrátového činitele

Začneme oblastí v Obr. 26, kdy se materiál nachází v pevném stavu po skelném přechodě (-114,5 °C) a před teplotou tavení (-40 °C). Materiál má v nízkých frekvencích ztrátový

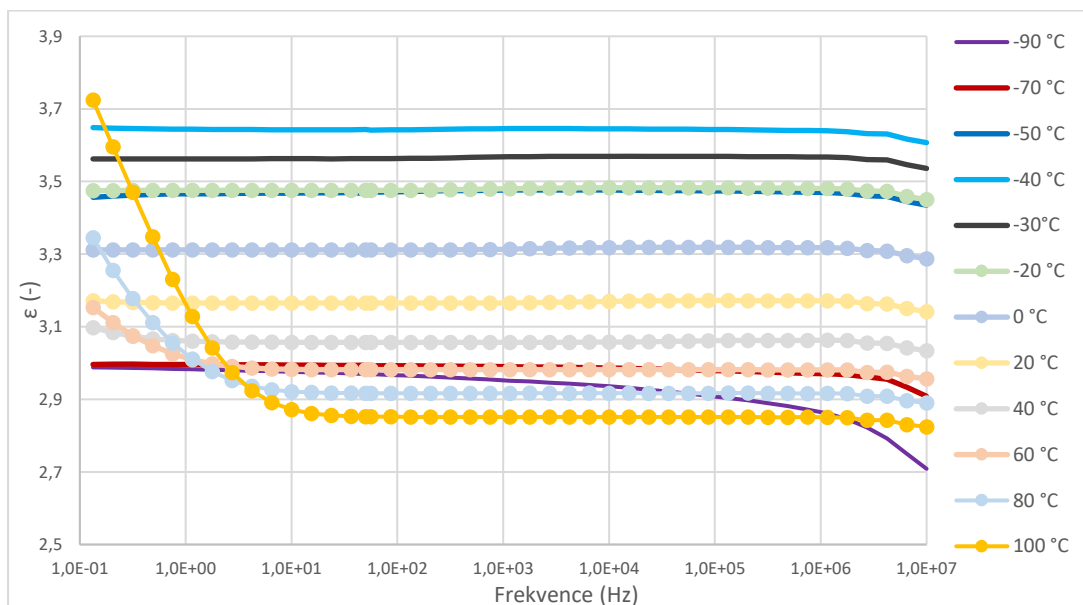
činitel v řádech nižších než  $10^{-3}$ , který se zvyšuje s rostoucí frekvencí do řádů vyšších než  $10^{-2}$ . Přiblížením se do oblasti tavení se přestává projevovat růst ztrátového činitele ve vyšších frekvencích a dochází k ustálení. Vstupem do oblasti tavení se projevují malé záporné píky v oblasti od 50 Hz do 10 kHz, které se posouvají se změnou teploty do vyšších frekvencích. Zvýšíme-li teplotu, materiál se dostává nad teplotu tavení (křivky s kolečky). V této části dominuje v nízkých frekvencích vodivostní složka materiálu, která způsobuje vysoký ztrátový činitel. V momentě ustálení dominance vodivé složky se ztrátový činitel dostává do řádů  $10^{-4}$  a opět se projevují záporné píky posouvající se s teplotou do vyšších frekvencích tak, jak je to popisováno u klasických polarizačních dějů v [24]. Za frekvencí  $10^6$  Hz je zaznamenán záporný pík, který je způsoben chybou měření přístroje.



Obr. 26: Frekvenční závislost ztrátového činitele materiálu Wacker SilGel 612

### 5.5.1.2 Frekvenční závislost reálné permitivity

Závislost reálné permitivity je zaznamenána v Obr. 27, vyhodnocovány jsou stejné teploty jako při frekvenční závislosti ztrátového činitele. Před teplotou tavení, má reálná permitivita hodnotu 3 a mírný klesající charakter s rostoucí frekvencí. S přiblížením se oblasti teploty tavení dochází ke skokové změně permitivity ze 3 při  $-70$  °C na 3,6 při  $-40$  °C. Tato změna je způsobená již analyzovaným fázovým přechodem struktury materiálu. V závislosti na frekvenci si materiál udržuje konstantní hodnoty bez významných dějů. Při překročení teploty  $40$  °C se v nižších frekvencích začíná projevovat vodivostní složka reálné permitivity, podle teoretických předpokladů, jak je popsáno v [24].



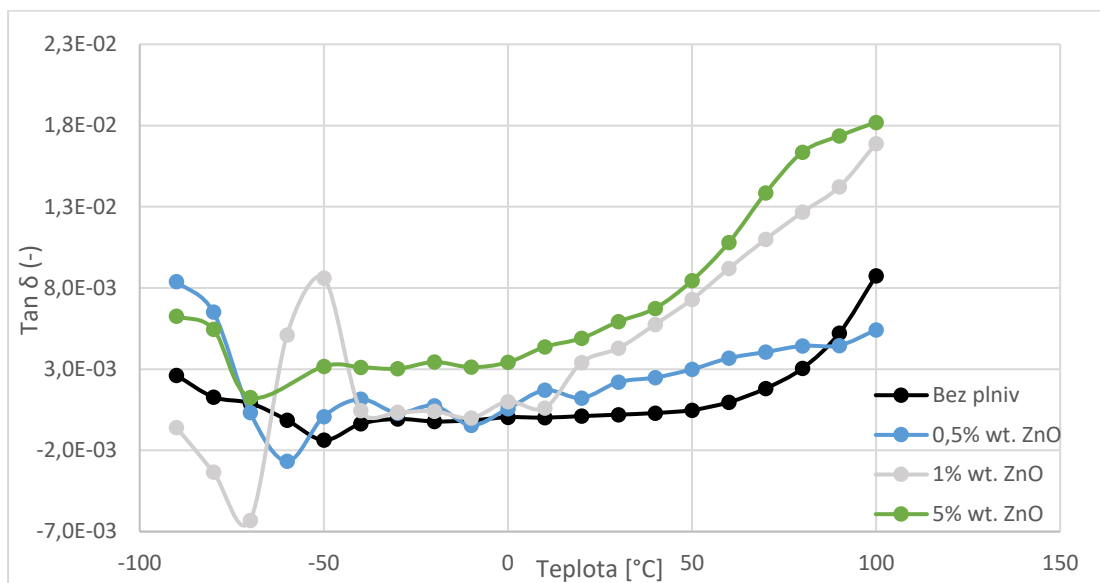
Obr. 27: Frekvenční závislost reálné permitivity materiálu Wacker SilGel 612

### 5.5.2 Analýza vzorků s příměsí

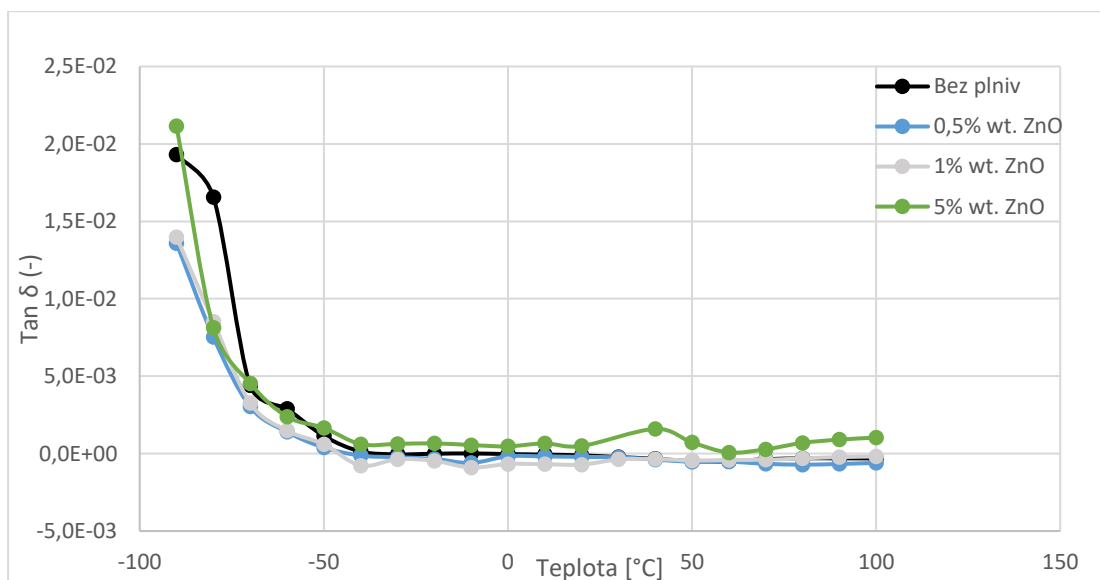
Byla provedena stejná analýza jako v předchozím případě. Vzorky s hmotnostním plněním 0,5, 1 a 5 % byly sledovány a porovnávány s materiálem bez příměsí. Následovat bude porovnání ztrátového činitele a permitivity v závislosti na teplotě při konstantní frekvenci 50 Hz a 1 MHz.

#### 5.5.2.1 Vyhodnocení závislosti ztrátového činitele

Se zvyšujícím se procentuálním plnění bylo zjištěno zvýšení vodivostní složky, která se projevuje v nižších frekvencích. Jsou pozorované stejné fázové přechody jako u vzorků bez příměsí. Podle předpokladů se u vzorků s vyšším plněním projevuje vyšší ztrátový činitel. Vzorek s 0,5 % plněním má při 50 Hz téměř o řád vyšší ztrátový činitel ( $10^{-3}$ ) než vzorek bez plniv ( $10^{-4}$ ), ovšem při teplotě vyšší než 90 °C má nižší ztrátový činitel vzorek s 0,5 % plněním, viz Obr. 28. V případě konstantní frekvence 1 MHz, viz Obr. 29, jsou průběhy všech vzorků téměř identické. U vzorku s 5 % plnění je ve vyšších teplotách, v závislosti při 50 Hz, patrný nástup polarizačního děje, který by mohl být způsoben vlivem příměsí ZnO, což by v budoucnu mohlo být podrobené dalšímu zkoumání, například vzorkem s ještě vyšším plněním.



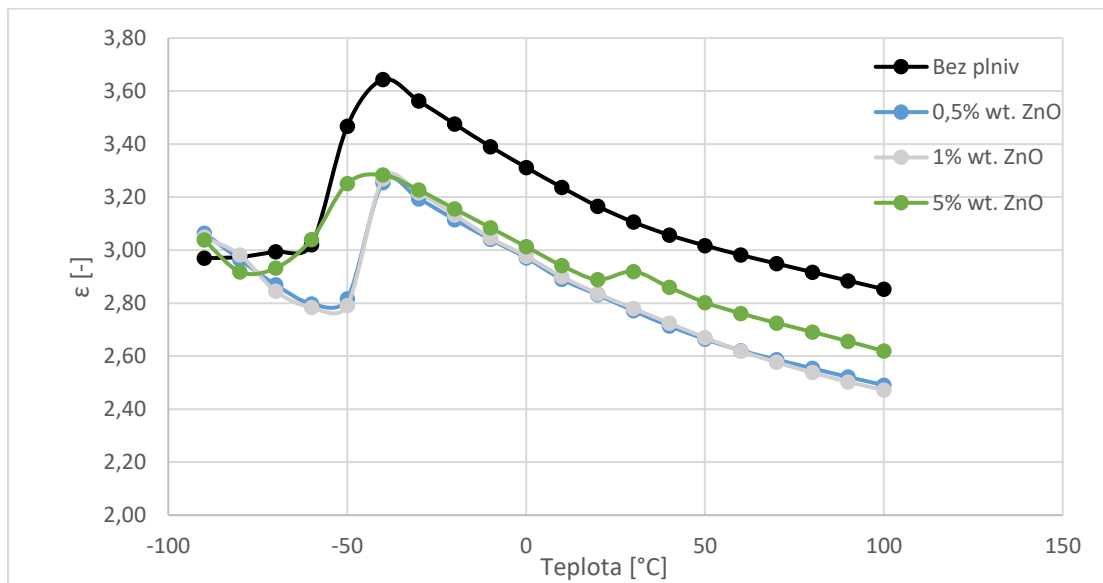
Obr. 28: Závislost ztrátového činitele na teplotě při 50 Hz pro jednotlivé vzorky.



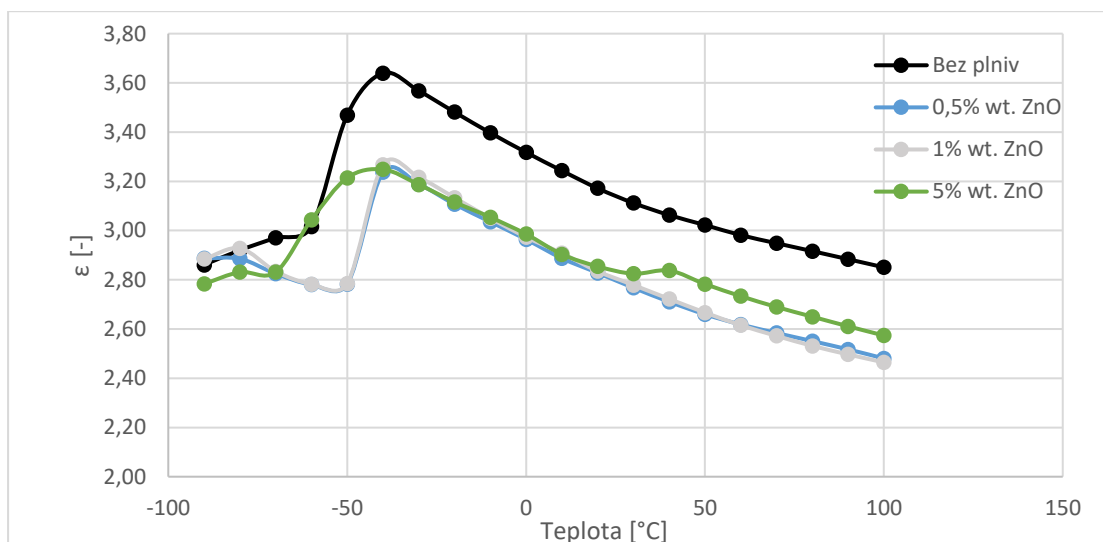
Obr. 29: Závislost ztrátového činitele na teplotě při 1 MHz pro jednotlivé vzorky.

#### 5.5.2.2 Vyhodnocení závislosti reálné permitivity

Zaznamenané průběhy reálné permitivity pro 50 Hz a 1 MHz jsou v Obr. 30 a Obr. 31. V oblasti tavení i zde dochází ke skokové změně permitivity, je to způsobené polarizačním dějem charakterizujícím tuto změnu. Stejná skoková změna byla zaznamenána i u frekvenční závislosti vzorku bez příměsí v Obr. 27. Charakter tohoto je ovlivněn vlastnostmi ZnO plniv. Významný rozdíl oproti vzorkům bez plniv spočívá ve snížení reálné permitivity.



Obr. 30: Závislost reálné permitivity při 50 Hz pro jednotlivé vzorky.



Obr. 31: Závislost reálné permitivity při 1 MHz pro jednotlivé vzorky.

## 5.6 Sestava pro měření částečných výbojů

Seznam použitých materiálů:

- substrát – keramika  $\text{Al}_2\text{O}_3$ <sup>9</sup>,
- vodivá cesta – stříbrná pasta,  $82.0 \pm 1.5$  % pevných částic, rezistivita  $\leq 4.0$   $\text{m}\Omega/\square$ <sup>10</sup>,

<sup>9</sup>  $\text{Al}_2\text{O}_3$  – chemický vzorec pro oxid hlinitý

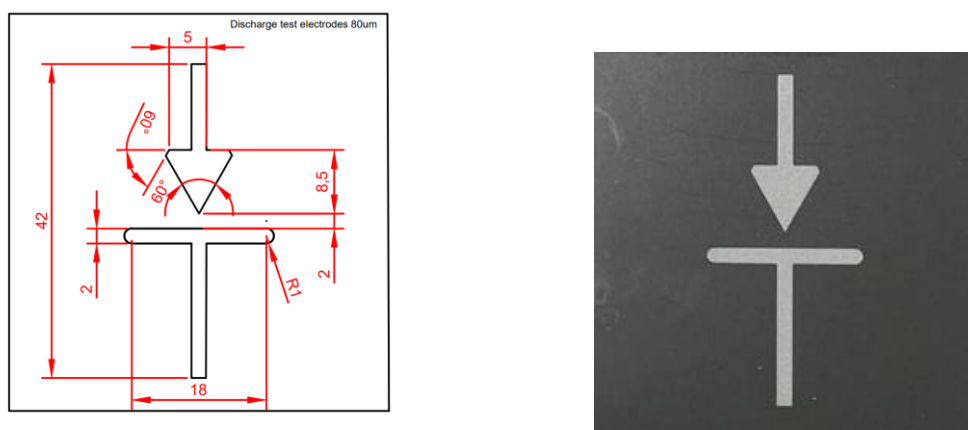
<sup>10</sup> Jednotka  $\text{m}\Omega/\square$  – označení jednotky pro povrchový odpor na čtvereční jednotku plochy. Využívá se především pro popis odporu v tenkých vrstvách materiálu.



- 3D tištěná ohrádka pro udržení zalévací hmoty,
- zalévací hmoty – Wacker SilGel 612, Wacker SilGel 613, Sylgard 527,
- polovodivá mikro-plniva ZnO o velikosti  $< 5 \mu\text{m}$ .

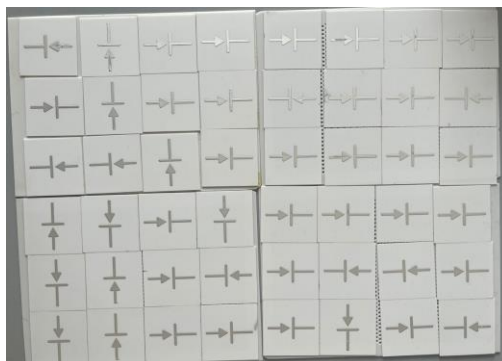
Pro uskutečnění experimentu bylo navrženo experimentální uspořádání elektrod simulující trojný bod. Elektrodotový systém byl navržen ve tvaru „ $\rightarrow \perp$ “, s přesně definovanými rozměry. Šipka představuje přívodní elektrodu a tvar „ $\perp$ “ simuluje zemní elektrodu (Obr. 32). Byly tak definované stejné podmínky pro vznik částečných výbojů a následnému přeskočení tak, aby bylo možné data statisticky porovnávat.

Podle návrhu v CAD byla vytvořena plechová šablona pro šablonový tisk. Tento způsob byl zvolen po konzultaci zejména kvůli dosažení co nejlepší kvality hrotu.



Obr. 32: Rozměry elektrodotového systému (vlevo); vytvořená šablona (vpravo).

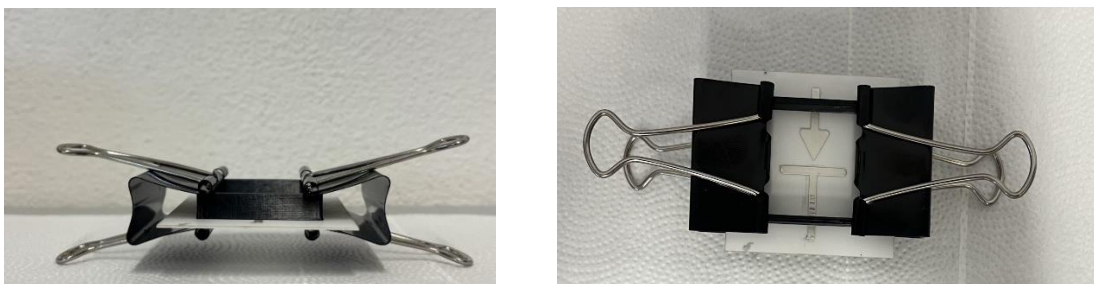
Následně substráty s natištěnou vodivou cestou byly podrobeny cyklu dvacetiminutového sušení v troubě při  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  a poté cyklu vypalování při  $850 \text{ }^\circ\text{C}$ . Vypalovací cyklus této stříbrné pasty trvá 30-60 minut, přičemž substráty jsou vystaveny teplotě  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  pouze po dobu 10 minut. Připravené substráty jsou vidět na Obr. 33.



Obr. 33: Hotové substráty po procesu vypálení.

### 5.6.1 Proces zalévání

Aby bylo možné elektrodový systém zalít silikonovým gelem, byla navržena tzv. „ohrádka“, která zabraňuje vytečení gelu a zajišťuje dostatečnou vrstvu izolačního materiálu. Pro první pokusy byla ohrádka pouze upevněna svorkami (Obr. 34), kdy adhesivní vlastnosti gelu přichytí ohrádku k substrátu. Vzhledem k velikému množství vzorků byl tento způsob nevhodný a bylo využito pro upevnění využito jednosložkové silikonové lepidlo.



Obr. 34: Upevnění ohrádky a zajištění před vytečením.

#### 5.6.1.1 Zalévání elektrodového systému bez příměsí

V této části experimentu byly porovnávány tři vybrané materiály již zmiňované v kapitole 1.3 Komerčně dostupné materiály. Od každého materiálu bylo připraveno 10 vzorků kvůli statistickému vyhodnocení. Do každého vzorku bylo naváženo zhruba 2,5 g izolačního materiálu. Doba vytvrzení ani poměr složek by dle výrobce neměl ovlivňovat výsledné vlastnosti.

Postup přípravy pro jednotlivé materiály:

#### **Wacker SilGel 612 (označení W612)**

- 1) Míchání složek A:B v poměru 1:1 podle hmotnosti.
- 2) Míchání na magnetické míchačce po dobu 5 minut při 90 otáčkách za minutu.
- 3) Promíchaný materiál byl stříkačkou nanesen na substrát podle hmotnosti 2,5 gramu.
- 4) Vakuování po dobu 20 minut.
- 5) Vyvakuované vzorky byly vytvrzovány 15 minut při 100 °C.

#### **Wacker SilGel 613 (označení W613)**

- 1) Míchání složek A:B v poměru 1:1 podle hmotnosti.
- 2) Míchání na magnetické míchačce po dobu 5 minut při 90 otáčkách za minutu.
- 3) Promíchaný materiál byl stříkačkou nanesen na substrát podle hmotnosti 2,5 gramu.

- 4) Vakuování po dobu 20 minut.
- 5) Vyvakuované vzorky byly vytvrzovány 10 minut při 100 °C.

#### **Sylgard 527 (označení S527)**

- 1) Míchání složek A:B v poměru 1:1 podle hmotnosti.
- 2) Míchání na magnetické míchačce po dobu 5 minut při 90 otáčkách za minutu.
- 3) Promíchaný materiál byl stříkačkou nanesen na substrát podle hmotnosti 2,5 gramu.
- 4) Vakuování po dobu 20 minut.
- 5) Vyvakuované vzorky byly vytvrzovány 35 minut při 150 °C.

#### *5.6.1.2 Zalévání elektrodového systému s příměsí ZnO*

V této části experimentu byl zvolený materiál Wacker SilGel modifikován. Pro omezení výbojové činnosti byla zvolena plniva ZnO [48] od společnosti Sigma-Aldrich o velikosti <5 μm, které mění svou vodivost vlivem změny intenzity elektrického pole a mají charakter varistoru [19]. Pro nalezení optimálního plnění byly zvoleny poměry 0,5 %, 1 %, 3 % a 5 %, které byly porovnávány se vzorky bez plniv.

#### **Postup přípravy vzorků s příměsí ZnO:**

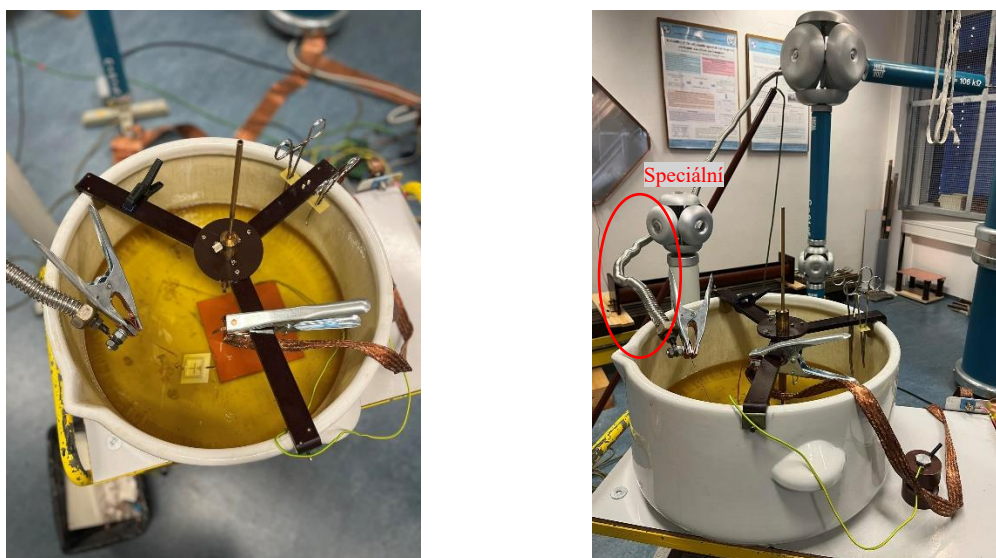
- 1) Aby došlo k co nejmenší kontaminaci plniv vlhkostí, byly vystaveny neustálému sušení při teplotě 60 °C.
- 2) Do složek A i B byl zvlášť přidán odpovídající hmotnostní poměr plniv.
- 3) Jednotlivé složky byly separátně míchány v ultrazvukové lázni bez působení tepla po dobu 40 minut.
- 4) Smíchání obou složek do jedné nádoby.
- 5) Ultrazvukové míchání po dobu 10 minut. Při delším trvání dochází k vytvrzování materiálu.
- 6) Nanesení stříkačkou na substráty podle váhy, opět 2,5 gramu.
- 7) Vakuování po dobu 20 minut.
- 8) Vytvrzení vzorků při 100 °C po dobu 15 minut.

### **5.7 Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti**

Měření probíhalo globální galvanickou metodou s analyzátozem od firmy Doble – PD Smart. Vzorky byly umístěny v oleji (Obr. 35), aby nedošlo k přeskokům vzduchem. Do

obvodu byly zapojeny speciální přírady minimalizující vliv výbojové aktivity v obvodu (Obr. 35).

Sledovaným parametrem, pro porovnání jednotlivých izolačních materiálů z hlediska výbojové činnosti, bylo zvoleno zapalovací napětí. To bylo zaznamenáno pokaždé, jakmile náboj  $Q_{iec}$  překročil hodnotu 10 pC. Jak již bylo zmíněno, polovodivé vlastnosti plniv ovlivňují vodivost izolačního systému. Vzhledem k této skutečnosti bylo napětí zvyšováno až do průrazu vzorku. Z průrazného napětí  $U_p$  (kV) byla vypočtena elektrická pevnost  $E_p$  (kV/mm), která definuje kvalitu izolačního systému.



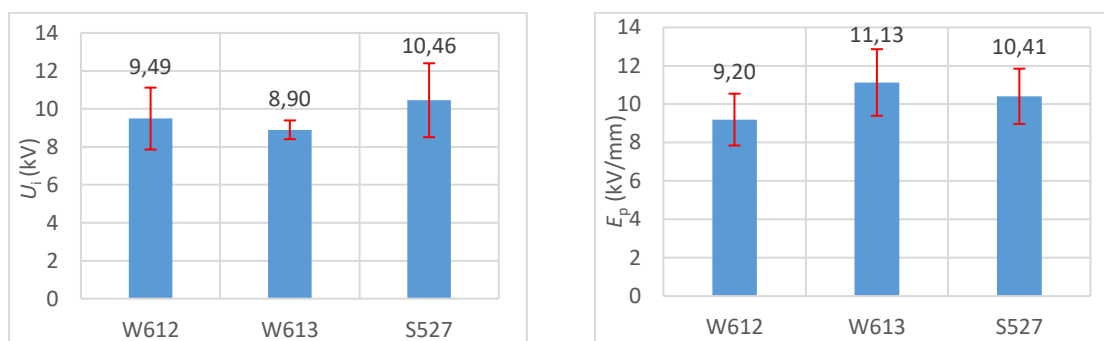
Obr. 35: Nachystaný vzorek pro měření.

### 5.7.1 Vyhodnocení vzorků bez plniv

Tři zvolené dielektrické gely byly měřeny a porovnány v Tabulka 4 a graficky v Obr. 36. Bylo zjištěno, že materiál nejlépe odolávající výbojové činnosti je S527, přičemž má ale menší elektrickou pevnost než W613. W612 a S527 mají vyšší zapalovací napětí než W613, ovšem oba mají vysokou směrodatnou odchylku Obr. 36. Naměřené hodnoty, ze kterých jsou vyvozeny střední hodnoty lze nahlédnout v Příloha A až Příloha C.

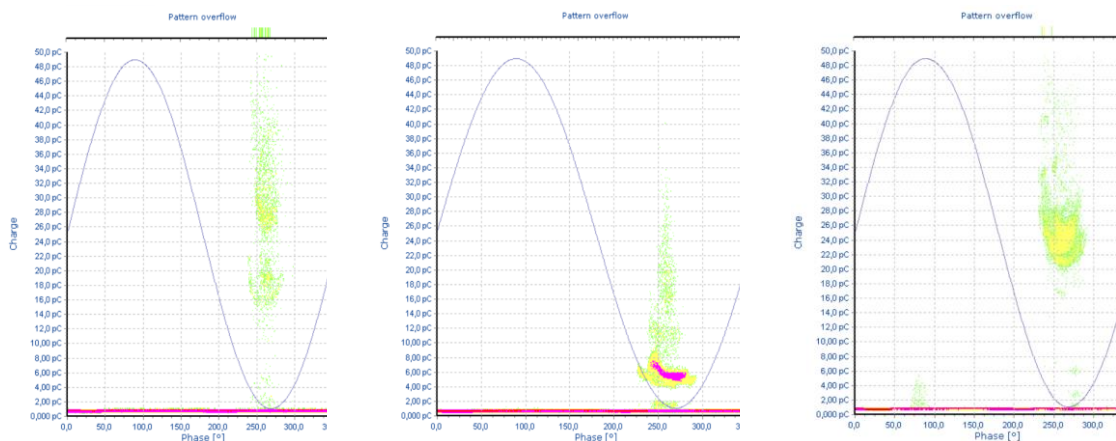
Tabulka 4: Porovnání průměrných hodnot zapalovacího napětí a elektrické pevnosti.

	W612	W613	S527
$U_i$ (kV)	9,49	8,90	10,46
Směr. odchylka	1,63	0,49	1,95
-----			
$E_p$ (kV/mm)	9,20	11,13	10,41
Směr. odchylka	1,35	1,74	1,44



Obr. 36: Grafické porovnání průměrných hodnot zapalovacího napětí (vlevo) a elektrické pevnosti (vpravo).

PRPD diagramy při zapalovacím napětí jsou znázorněny na Obr. 37. Z diagramů bylo zjištěno, že na hrotu šipky dochází ke vzniku korónového výboje. Lze očekávat, že pomocí plniv bude ovlivňován vznik korónového výboje.



Obr. 37: Porovnání PRPD diagramů jednotlivých materiálů. Zleva W612, W613, S527.

### 5.7.2 Vyhodnocení vzorků s příměsí ZnO

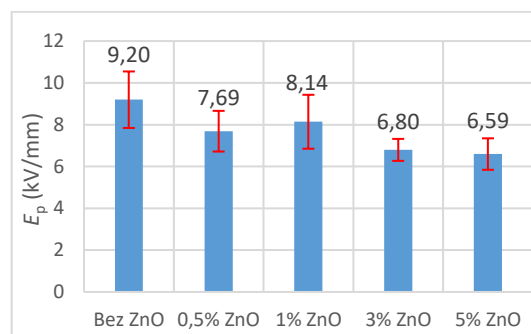
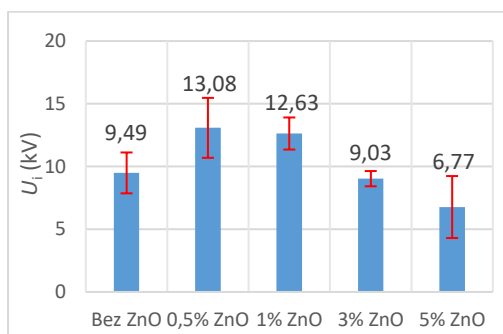
Pro modifikaci pomocí příměsí ZnO byl zvolen materiál Wacker 612. Byl sledován vliv příměsí na zapalovací napětí korónového výboje na hrotu šipky. Čtyři hmotnostní poměry byly zvoleny a bylo hledáno optimální množství plniva tak, aby došlo k co nejlepšímu zvýšení hodnoty zapalovacího napětí a zároveň k co nejmenšímu snížení elektrické pevnosti.

Z naměřených výsledků výbojové činnosti, viz Tabulka 5, bylo zjištěno, že optimální množství plniv je mezi 0,5 až 1 %. V těchto případech jsou si střední hodnoty velmi blízké a zároveň jsou i téměř totožně ve stejném rozptylu směrodatných odchylek viz Obr. 38. Oproti vzorkům bez příměsí ZnO došlo k výraznému zvýšení hodnot zapalovacího napětí, a to téměř o 4 kV. Z hlediska elektrické pevnosti jsou si tyto poměry také blízké a dochází

ke snížení elektrické pevnosti od 1 až 2 kV. Po překročení 1 % plnění dochází jak ke znatelnému snížení zapalovacího napětí, tak ke snížení elektrické pevnosti. To je pravděpodobně způsobeno znatelným ovlivněním rezistivity materiálu vlivem polovodivých vlastností příměsí. Experimentem bylo pozitivně potvrzeno tvrzení, že pomocí polovodivých plniv lze ovlivnit výbojovou činnost v izolačním systému. Veškeré naměřené hodnoty jsou k nahlédnutí v Příloha D až Příloha G.

Tabulka 5: Porovnání průměrných hodnot zapalovacího napětí materiálů s plnivý ZnO.

	<b>Bez ZnO</b>	<b>0,5 % ZnO</b>	<b>1 % ZnO</b>	<b>3 % ZnO</b>	<b>5 % ZnO</b>
U <sub>i</sub> (kV)	9,49	13,08	12,63	9,03	6,77
Směr. odchylka	1,63	2,39	1,28	0,61	2,47
-----					
Ep (kV/mm)	9,20	7,69	8,14	6,80	6,59
Směr. odchylka	1,35	0,97	1,29	0,53	0,75



Obr. 38: Grafické porovnání průměrných hodnot zapalovacího napětí a elektrické pevnosti materiálů s plnivý ZnO.



## 6 Diskuse výsledků

Cílem experimentu bylo definovat vybraný materiál z hlediska strukturálních analýz. Následně, na základě rešeršní činnosti, modifikovat tak, aby došlo k omezení výbojové činnosti. K tomu bylo zvoleno vytvoření nelineárního dielektrika s příměsí polovodivých mikročástic oxidu zinečnatého.

Pomocí analýzy FT-IR byl analyzován materiál z hlediska chemického složení. Spektrum, Obr. 22, bylo porovnáno s knihovnovými spektry a byla nalezena 97% shoda na siloxan. Dále byl sledován vzorek po analýze STA. Bylo potvrzeno, že již nejsou viditelné organické složky C-H a obsahuje pouze absorpční pás odpovídající Si-CH<sub>3</sub>. Byly vyhodnoceny jednotlivé absorpční pásy, které jsou uvedeny v Tabulka 1. Na základě metody DSC, Obr. 23, byl zjištěn fázový přechod označený jako teplota tavení v oblasti -40 °C. Ke zjištění teploty skelného přechodu byla využita metoda DMA. Ta určila skelný přechod v oblasti -114 °C, viz Obr. 25. Pomocí termické analýzy byla určena tepelná stabilita materiálu do 200 °C, viz Obr. 24, což odpovídá teoretickým předpokladům, kdy silikonové hmoty bývají využívány do těchto teplot. Širokopásmová dielektrická spektroskopie vyhodnotila dielektrické vlastnosti ve frekvenční a teplotní závislosti (Obr. 26 a Obr. 27). Byly zaznamenány fázové změny v oblasti teploty tavení při frekvenční závislosti ztrátového činitele vzorku bez plniv, viz Obr. 26 a záporné píky, které mají charakter polarizačních dějů. Ovšem tento děj, nebyl v práci detailně rozebrán. Závislost reálné permitivity také zaznamenává fázové změny materiálu v oblasti tavení, kdy dochází ke skokové změně z hodnoty 3 na 3,6. Dále byly porovnávány dielektrické vlastnosti modifikovaných materiálů s referenčním materiálem. Teplotní závislost při konstantní frekvence 50 Hz a 1 MHz byla vyhodnocena a bylo zjištěno, že přidáním příměsí dochází ke snížení permitivity. S přidáním příměsí více než 0,5 % je ztrátový činitel při 50 Hz změněn víc než o řád. V případě 1 MHz jsou hodnoty téměř totožné. Kromě oblasti v okolí teploty tavení nedochází k výrazným polarizačním dějům.

V experimentu pro měření výbojové činnosti byly nejprve porovnány tři různé gely. Nejlépe vychází gel Sylgard 527, ovšem nejlepší elektrickou pevnost má Wacker SilGel 613. Z hlediska druhu výbojové činnosti bylo zjištěno, že na hrotu přívodní elektrody je zapálen korónový výboj. Pro modifikaci byl zvolen Wacker SilGel 612, do kterého bylo přimícháno 1, 3, 5 a 0,5 % příměsí podle hmotnosti. S přidáním 3 % a více příměsí, dochází k výraznému snížení zapalovacího napětí a elektrické pevnosti. Způsobeno vlivem polovodivých

vlastností příměsí. Přidáním 0,5 a 1 % dochází ke zvýšení zapalovacího napětí až o 4 kV, což je velmi dobrý výsledek. Zároveň však dochází ke snížení elektrické pevnosti o 1 až 2 kilovolty. Je důležité mít na paměti, že se jedná o hodnoty měřené v konfiguraci hrot – deska, a tudíž vzniká ostré pole a k průrazu i zapálení dochází dříve než v reálné aplikaci, kde hrany z důvodu vysoké intenzity pole bývají geometricky upravené. Nicméně na základě vyhodnocených dat lze experiment označit za úspěšný.



## Zhodnocení a závěr

Cílem první části diplomové práce bylo provést rešerši zalévacích hmot pro elektroniku, zejména pro výkonové aplikace. Na toto téma, vzhledem k neustálému vývoji, navazuje problematika částečných výbojů v těchto aplikacích. Byla položena otázka, jaké je kritické místo izolačního systému a jak jej upravit, aby splňoval požadavky. Další částí, bylo určit vhodné diagnostické metody pro sledování stavu a vlastností těchto materiálů s ohledem zejména na elektrické, mechanické a tepelné vlastnosti. Na základě provedené rešerše, bylo cílem navrhnout vhodné experimenty pro sledování vybraných vlastností a zejména vytvořit experiment pro sledování výbojové činnosti. Výbojová činnost měla být ovlivněna jedním ze zjištěných způsobů v rešeršní části.

Provedená rešerše shrnuje využívané základní zalévací hmoty jako jsou epoxidy, polyuretany a silikony. Vzhledem k charakteru práce byly dále detailněji probírány silikonové materiály. Byla shrnuta syntéza, vlastnosti a další rozdělení na jedno a dvou složkové materiály a nakonec výhody / nevýhody silikonových hmot, viz Obr. 3. V rešerši byly také vyhledány komerční materiály vhodné jako zalévací hmoty pro výkonovou elektroniku a shrnuty jejich základní elektrické vlastnosti.

Další část rešerše odpovídá na otázku, proč je důležitá výbojová činnost ve spojení výkonovými aplikacemi a jak je možné ji omezit. Byla definována problematika trojného bodu, kde dochází k vysokému nárůstu intenzity elektrického pole na rozhraní třech materiálů s různou permitivitou. Vysoká intenzita ovlivňuje výbojovou činnost v izolačním systému, a ta zvyšujícími se nároky na vyšší napěťové hladiny, je klíčová k řešení této problematiky. Práce odpovídá na otázku, jak tuto intenzitu omezit. Byly definovány čtyři techniky a to – geometrické úpravy, kompozitní nelineární dielektrika, kombinace geometrických úprav a nelineárního dielektrika, a nakonec vysokoteplotní kapaliny, které aktuálně podléhají intenzivním výzkumům.

Následovala otázka, jakým způsobem sledovat stav a vlastnosti těchto izolačních materiálů. K tomu byly metody rozděleny na fenomenologické a strukturální. Fenomenologické diagnostické metody sledují systém jako „Black box“. Byly popsány metody založené na zjištění elektroizolačních vlastností a měření částečných výbojů, kterým byla věnována samostatná kapitola. Navazovaly metody strukturální. Tyto metody sledují stav materiálu z hlediska jeho struktury. Byly uvedeny metody založené na zjišťování

hmotnosti, měření energie, měření mechanických vlastností a metody založené na jiných principech.

Experimentální část navazuje na zjištěné teoretické poznatky z hlediska strukturálních analýz. Byl zvolen jeden materiál – Wacker SilGel 612, který byl následně podroben jednotlivým analýzám. Bylo ověřeno chemické složení materiálu, fázové přechody a tepelná stabilita materiálu. Byly vyhodnoceny frekvenční a teplotní závislosti ztrátového činitele a permitivity, kde byl sledován zejména vliv teploty tavení na dielektrické vlastnosti a změna těchto vlastností po přidání příměsí ZnO.

Dále bylo vytvořeno experimentální elektrodové uspořádání simulující trojný bod v zalévacích hmotách. Byla vytvořena šablona pro šablonový tisk, aby byl elektrodový systém co nejkvalitnější. Elektrodový systém byl vytvořen na běžně používaný keramický substrát pro výkonové aplikace. Systém byl zalit třemi různými gely a jedním vybraným modifikovaným pomocí příměsí. Tento způsob omezení výbojové činnosti byl zvolen na základě rešeršní činnosti. Tři vybrané gely byly mezi sebou porovnány a bylo zjištěno, že gel Sylgard 527 nejlépe odolává výbojové činnosti. Následně zvolený gel Wacker SilGel 612 byl modifikován příměsí a porovnán s vzorky bez příměsí. Bylo zjištěno, že přidání 0,5 až 1 % příměsí ZnO, podle hmotnosti, zvyšuje zapalovací napětí částečných výbojů až o 4 kV. Experiment potvrdil, že na základě zjištěných informací, opravdu lze omezit výbojovou činnost v silikonových hmotách.

## Literatura

- [1] V. R. Sastri, “Materials Used in Medical Devices,” in *Plastics in Medical Devices*, Elsevier, 2022, pp. 41–64. doi: 10.1016/B978-0-323-85126-8.00015-1.
- [2] E. Kučerová, *Elektrotechnické materiály*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2002.
- [3] D. Ashby, Mike; Shercliff, Hugh ;Cebon, *Materials: Engineering, Science, Processing and design*, 4th ed. Katey Birtcher, 2019.
- [4] Shin-Etsu, “Shin-Etsu Silicone: The Key to a Better Tomorrow.” [Online]. Available: <https://www.shinetsusilicone-global.com/index.shtml>
- [5] J. Cervantes, R. Zárraga, and C. Salazar-Hernández, “Organotin catalysts in organosilicon chemistry,” *Appl Organomet Chem*, vol. 26, no. 4, pp. 157–163, Apr. 2012, doi: 10.1002/aoc.2832.
- [6] G. Bahman and D. Michael, “Use of RTV silicone compositions for wound dressing,” 1999 [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/US6471985B2/en?q=US+6%2C471%2C985+B2>
- [7] Momentive, “Encapsulations, Coatings, Gels & Potting.” [Online]. Available: <https://www.momentive.com/en-us/categories/encapsulants-gels-and-potting>
- [8] Wacker Chemie, “Wacker Silicones.” [Online]. Available: <https://www.wacker.com/cms/en-us/home/home.html>
- [9] M. Ghassemi, “PD measurements, failure analysis, and control in high-power IGBT modules,” *High Voltage*, vol. 3, no. 3, pp. 170–178, Sep. 2018, doi: 10.1049/hve.2017.0186.
- [10] C. Li *et al.*, “Surface discharge characteristics of silicone gel and DBC under positive repetitive square voltage,” *Power Electronic Devices and Components*, vol. 3, p. 100021, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.pedc.2022.100021.
- [11] G. C. Stone, A. Cavallini, G. Behrmann, and C. A. Serafino, *Practical Partial Discharge Measurement on Electrical Equipment*, First. John Wiley & Sons, Inc., 2023.
- [12] H. Hourdequin, L. Laudebat, M.-L. Locatelli, Z. Valdez-Nava, and P. Bidan, “Metallized ceramic substrate with mesa structure for voltage ramp-up of power modules,” *The European Physical Journal Applied Physics*, vol. 87, no. 2, p. 20903, Aug. 2019, doi: 10.1051/epjap/2019180288.

- [13] M. M. Tousi and M. Ghassemi, “Combined geometrical techniques and applying nonlinear field dependent conductivity layers to address the high electric field stress issue in high voltage high-density wide bandgap power modules,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 27, no. 1, pp. 305–313, Feb. 2020, doi: 10.1109/TDEI.2019.008493.
- [14] O. Faruqe, F. Haque, P. Saha, A. J. Morgan, W. Sung, and C. Park, “Development of Nonlinear Resistive Field Grading Materials for Electric Field Mitigation in Power Electronic Modules,” in *2022 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE)*, IEEE, Oct. 2022, pp. 1–5. doi: 10.1109/ECCE50734.2022.9947481.
- [15] J. Muslim, O. Lesaint, R. Hanna, J. L. Reboud, and N. I. Sinisuka, “Electrical Characterization of Dibenzyltoluene Liquid at High Temperatures up to 350°C,” in *2018 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, IEEE, Oct. 2018, pp. 58–61. doi: 10.1109/CEIDP.2018.8544791.
- [16] N. Wang, I. Cotton, J. Robertson, S. Follmann, K. Evans, and D. Newcombe, “Partial discharge control in a power electronic module using high permittivity non-linear dielectrics,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 17, no. 4, pp. 1319–1326, Aug. 2010, doi: 10.1109/TDEI.2010.5539704.
- [17] B. Zhang, M. Ghassemi, and Y. Zhang, “Insulation Materials and Systems for Power Electronics Modules: A Review Identifying Challenges and Future Research Needs,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 28, no. 1, pp. 290–302, Feb. 2021, doi: 10.1109/TDEI.2020.009041.
- [18] E. A. Cherney, “Silicone rubber dielectrics modified by inorganic fillers for outdoor high voltage insulation applications,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, pp. 1108–1115, Dec. 2005, doi: 10.1109/TDEI.2005.1561790.
- [19] Z. Yuan, Y. Sun, Z. Huang, and J. Hu, “Study on ZnO-based electric field adaptively controlled structure in power electronic module,” in *18th International Conference on AC and DC Power Transmission (ACDC 2022)*, Institution of Engineering and Technology, 2022, pp. 1692–1696. doi: 10.1049/icp.2022.1345.
- [20] M. M. Tousi and M. Ghassemi, “Nonlinear Field Dependent Conductivity Materials for Electric Field Control within Next-Generation Wide Bandgap Power Electronics Modules,” in *2019 IEEE Electrical Insulation Conference (EIC)*, IEEE, Jun. 2019, pp. 63–66. doi: 10.1109/EIC43217.2019.9046601.

- [21] Z. Huang, C. Chen, Y. Kang, S. Munk-Nielsen, and C. Uhrenfeldt, “Mitigation measures of the electric field in the medium-voltage power module: Effect of voltage types and recommendations for designers,” *High Voltage*, vol. 6, no. 5, pp. 836–849, Oct. 2021, doi: 10.1049/hve2.12104.
- [22] M. M. Tousei and M. Ghassemi, “Nonlinear Resistive Electric Field Grading in High-Voltage, High-Power Wide Bandgap Power Module Packaging,” in *2019 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE)*, IEEE, Sep. 2019, pp. 7124–7129. doi: 10.1109/ECCE.2019.8913210.
- [23] P. Mentlík, Václav; Pihera, Josef; Polanský, Radek; Prosr, Pavel; Trnka, *Diagnostika elektrických zařízení*. Praha: BEN - Technická literatura, 2008.
- [24] V. Mentlík, *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - Technická literatura, 2006.
- [25] J. Kuffel, E.; Zaengl, W.S; Kuffel, *High Voltage Engineering Fundamentals*. Elsevier. doi: 10.1016/B978-0-7506-3634-6.X5000-X.
- [26] W. Hauschild and E. Lemke, *High-Voltage Test and Measuring Techniques*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014. doi: 10.1007/978-3-642-45352-6.
- [27] International Electrotechnical Commission, “IEC 60270: High-Voltage Test Techniques – Partial Discharge Measurements.,” Switzerland, 2015.
- [28] T. Musil, “Přehled moderních metod strukturální analýzy materiálů,” Diplomová práce, Západočeská univerzita v Plzni, 2012.
- [29] Z. Kang, M. He, and G. Lu, “Experimental Measurements and Thermodynamic Optimization of the NaCl+RbCl Phase Diagram,” *Materials*, vol. 15, no. 18, p. 6411, Sep. 2022, doi: 10.3390/ma15186411.
- [30] TA Instruments, “Dynamic Mechanical Analysis Basic Theory & Applications Training - Day 1.” [Online]. Available: [https://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/2020\\_DMA\\_Online\\_Training\\_Part\\_1.pdf](https://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/2020_DMA_Online_Training_Part_1.pdf)
- [31] K. P. Menard, *Dynamic mechanical analysis - A practical introduction*, First edit. Washington, D.C.: CRC Press LLC, 1999.
- [32] P. Světlík, “Možnosti využití Dynamické mechanické analýzy pro testování materiálů,” Diplomová práce, Západočeská univerzita v Plzni, 2023.
- [33] N. Chalashkanov and L. Dissado, “Dielectric Measurements in the Frequency Domain—Dos and Don’ts,” *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 38, no. 5, pp. 28–38, Sep. 2022, doi: 10.1109/MEI.2022.9858039.

- [34] F. Kremer and A. Schönhal, *Broadband Dielectric Spectroscopy*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2003. doi: 10.1007/978-3-642-56120-7.
- [35] Novocontrol Technologies, “Excellence in Broadband Dielectric Spectroscopy, Impedance Spectroscopy, Conductivity Spectroscopy.” [Online]. Available: <https://www.novocontrol.de/php/company.php>
- [36] Jiří Ulrych, “Dielektrická spektroskopie v elektrotechnologické diagnostice,” Diplomová práce, Západočeská univerzita v Plzni, 2012.
- [37] P. Kadlec, “Přednáška dielektrická spektroskopie,” *Metody materiálové analýzy v elektrotechnice*.
- [38] P. Prosr and R. Polanský, “Možnosti využití infračervené spektroskopie s Fourierovou transformací při vstupní kontrole těsnících materiálů,” *Electroscope*, vol. 2., 2012, [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/11025/681>
- [39] N. Pattanadech, R. Haller, S. Kornhuber, and M. Muhr, *Partial Discharges (PD)*. John Wiley & Sons Ltd, 2023. doi: 10.1002/9781119568414.
- [40] ČNI, “Technika zkoušek vysokým napětím - měření částečných výbojů, ČSN EN 60270,” Praha, 2001.
- [41] M. Wójcik-Bania, “TG/MS/FTIR study on thermal degradation process of clay mineral–polysiloxane nanocomposites,” *Polym Degrad Stab*, vol. 206, p. 110200, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2022.110200.
- [42] P. J. Launer and B. Arkles, “Infrared Analysis of Organosilicon Compounds: Spectra-Structure Relationships,” in *Silicon Compounds: Silanes and Silicones*, Gelest Inc., 2013. doi: 10.5281/zenodo.3696063.
- [43] J. C. Steinbach, M. Schneider, O. Hauler, G. Lorenz, K. Rebner, and A. Kandelbauer, “A Process Analytical Concept for In-Line FTIR Monitoring of Polysiloxane Formation,” *Polymers (Basel)*, vol. 12, no. 11, p. 2473, Oct. 2020, doi: 10.3390/polym12112473.
- [44] M. Wójcik-Bania, “Influence of the addition of organo-montmorillonite nanofiller on cross-linking of polysiloxanes – FTIR studies,” *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc*, vol. 252, p. 119491, May 2021, doi: 10.1016/j.saa.2021.119491.
- [45] N. K. Sethy, Z. Arif, P. K. Mishra, and P. Kumar, “Synthesis of SiO<sub>2</sub> nanoparticle from bamboo leaf and its incorporation in PDMS membrane to enhance its separation properties,” *Journal of Polymer Engineering*, vol. 39, no. 7, pp. 679–687, Jul. 2019, doi: 10.1515/polyeng-2019-0120.

- [46] C. He *et al.*, “How the Crosslinking Agent Influences the Thermal Stability of RTV Phenyl Silicone Rubber,” *Materials*, vol. 12, no. 1, p. 88, Dec. 2018, doi: 10.3390/ma12010088.
- [47] C. A. Ferreira, E. Coser, J. M. G. Angelini, J. A. D. Rossi, and M. L. B. Martinez, “Effect of artificial aging on polymeric surge arresters and polymer insulators for electricity distribution networks,” *Polímeros*, vol. 21, no. 5, pp. 436–442, Dec. 2011, doi: 10.1590/S0104-14282011005000071.
- [48] Merck, “Zinc oxide, Sigma-Aldrich.” [Online]. Available: <https://www.sigmaaldrich.com/CZ/en/product/sigald/205532>

## Přílohy

Příloha A – Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Wacker SilGel 612

U <sub>i</sub> při Q <sub>iec</sub> > 10 pC				
Pozadí < 1 pC				
W612	Vzdálenost elektrod (mm)	U <sub>i</sub> (kV)	U <sub>p</sub> (kV)	E <sub>p</sub> (kV/mm)
1	1,897	9,22	11,85	6,25
2	1,903	8,94	17,65	9,27
3	1,900	7,96	17,45	9,18
4	1,903	8,90	16,26	8,54
5	1,979	9,12	22,50	11,37
6	1,899	10,20	18,19	9,58
7	1,803	9,36	20,00	11,09
8	1,918	7,92	16,20	8,45
9	1,912	9,28	17,80	9,31
10	1,908	14,00	17,00	8,91
<b>Stř. hodnota</b>	<b>1,902</b>	<b>9,49</b>	<b>17,49</b>	<b>9,20</b>
Směr. odchylka	0,040	1,63	2,59	1,35
Minimum	1,803	7,92	11,85	6,25
Maximum	1,979	14,00	22,50	11,37
Medián	1,903	9,17	17,55	9,23



Příloha B – Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Wacker SilGel 613

Ui při $Q_{iec} > 10 \text{ pC}$				
Pozadí $< 1 \text{ pC}$				
W613	Vzdálenost elektrod (mm)	Ui (kV)	Up (kV)	Ep (kV/mm)
1	1,907	7,94	27,23	14,28
2	1,919	9,24	24,00	12,51
3	2,019	9,24	21,52	10,66
4	1,888	9,02	23,49	12,44
5	1,945	8,57	16,40	8,43
6	1,889	9,28	23,50	12,44
7	1,903	9,25	16,55	8,70
8	1,861	9,21	20,29	10,90
9	1,899	8,05	18,90	9,95
10	1,884	9,18	20,80	11,04
<b>Stř. hodnota</b>	<b>1,911</b>	<b>8,90</b>	<b>21,27</b>	<b>11,14</b>
Směr. odchylka	0,042	0,49	3,25	1,74
Minimum	1,861	7,94	16,40	8,43
Maximum	2,019	9,28	27,23	14,28
Medián	1,901	9,20	21,16	10,97

Příloha C - Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Sylgard 527

Ui při $Q_{iec} > 10 \text{ pC}$				
Pozadí $< 1 \text{ pC}$				
S527	Vzdálenost elektrod (mm)	Ui (kV)	Up (kV)	Ep (kV/mm)
1	1,900	13,00	23,41	12,32
2	1,854	12,20	24,08	12,99
3	2,014	12,00	17,23	8,56
4	1,862	8,93	19,93	10,70
5	1,900	6,40	22,39	11,78
6	1,845	10,70	19,00	10,30
7	1,906	10,80	17,45	9,16
8	1,858	9,20	18,63	10,03
9	2,005	9,02	17,41	8,68
10	1,900	12,30	18,65	9,82
<b>Stř. hodnota</b>	<b>1,904</b>	<b>10,46</b>	<b>19,82</b>	<b>10,43</b>
Směr. odchylka	0,057	1,95	2,43	1,44
Minimum	1,845	6,40	17,23	8,56
Maximum	2,014	13,00	24,08	12,99
Medián	1,900	10,75	18,83	10,16

Příloha D - Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Wacker SilGel 612 s příměsí 0,5 % ZnO

Wacker 612 - 0,5% wt ZnO				
Ui při $Q_{iec} > 10 \text{ pC}$				
Pozadí $< 1 \text{ pC}$				
W612	Vzdálenost elektrod (mm)	Ui (kV)	Up (kV)	Ep (kV/mm)
1	1,851	8,10	17,35	9,37
2	1,838	14,20	14,74	8,02
3	1,891	10,00	11,31	5,98
4	1,904	15,80	16,04	8,42
5	1,871	14,20	14,35	7,67
6	1,904	12,30	13,10	6,88
7	1,873	13,50	13,81	7,37
8	1,906	12,10	12,56	6,59
9	1,876	14,50	14,83	7,91
10	1,866	16,10	16,27	8,72
<b>Stř. hodnota</b>	<b>1,878</b>	<b>13,08</b>	<b>14,44</b>	<b>7,69</b>
Směr. odchylka	0,022	2,39	1,74	0,97
Minimum	1,838	8,10	11,31	5,98
Maximum	1,906	16,10	17,35	9,37
Medián	1,875	13,85	14,55	7,79

Příloha E - Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Wacker SilGel 612 s příměsí 1 % ZnO

Wacker 612 - 1% wt ZnO				
Ui při Q <sub>iec</sub> > 10 pC				
Pozadí <1 pC				
W612	Vzdálenost elektrod (mm)	Ui (kV)	Up (kV)	Ep (kV/mm)
1	1,933	13,10	15,57	8,05
2	1,882	13,10	19,13	10,16
3	1,924	13,10	17,06	8,87
4	1,790	13,00	15,27	8,53
5	1,928	11,70	15,03	7,80
6	1,798	13,30	13,91	7,74
7	1,802	11,40	12,02	6,67
8	1,933	14,80	17,54	9,07
9	1,903	10,00	10,26	5,39
10	1,920	12,80	17,53	9,13
<b>Stř. hodnota</b>	<b>1,881</b>	<b>12,63</b>	<b>15,33</b>	<b>8,14</b>
Směr. odchylka	0,057	1,24	2,57	1,29
Minimum	1,790	10,00	10,26	5,39
Maximum	1,933	14,80	19,13	10,16
Medián	1,912	13,05	15,42	8,29

Příloha F - Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Wacker SilGel 612 s příměsí 3 % ZnO

Wacker 612 - 3% wt ZnO				
Ui při $Q_{iec} > 10 \text{ pC}$				
Pozadí $< 1 \text{ pC}$				
W612	Vzdálenost elektrod d (mm)	Ui (kV)	Up (kV)	Ep (kV/mm)
1	1,896	9,70	13,00	6,86
2	1,925	8,60	11,00	5,71
3	1,928	8,40	13,00	6,74
4	1,884	9,60	12,40	6,58
5	1,798	9,15	12,68	7,05
6	1,928	8,78	12,30	6,38
7	1,931	8,38	14,49	7,50
8	1,855	10,30	13,10	7,06
9	1,893	8,80	12,25	6,47
10	1,969	8,60	14,94	7,59
Stř. hodnota	1,901	9,03	12,92	6,80
Směr. odchylka	0,045	0,61	1,07	0,53
Minimum	1,798	8,38	11,00	5,71
Maximum	1,969	10,30	14,94	7,59
Medián	1,911	8,79	12,84	6,80

Příloha G - Měření výbojové činnosti a elektrické pevnosti hmoty Wacker SilGel 612 s příměsí 5 % ZnO

Wacker 612 - 5% wt ZnO				
U <sub>i</sub> při Q <sub>iec</sub> > 10 pC				
Pozadí <1 pC				
W612	Vzdálenost elektrod (mm)	U <sub>i</sub> (kV)	U <sub>p</sub> (kV)	E <sub>p</sub> (kV/mm)
1	1,882	10,00	13,62	7,24
2	1,844	6,30	9,40	5,10
3	1,802	3,00	12,84	7,13
4	1,840	9,00	12,29	6,68
5	1,870	5,00	13,57	7,26
6	1,844	10,30	12,98	7,04
7	1,899	6,70	12,83	6,76
8	1,836	7,90	10,58	5,76
9	1,865	3,00	10,57	5,67
10	1,820	6,50	13,30	7,31
<b>Stř. hodnota</b>	<b>1,850</b>	<b>6,77</b>	<b>12,20</b>	<b>6,59</b>
Směr. odchylka	0,028	2,47	1,40	0,75
Minimum	1,802	3,00	9,40	5,10
Maximum	1,899	10,30	13,62	7,31
Medián	1,844	6,60	12,84	6,90