

Fakulta elektrotechnická
Katedra materiálů a technologií

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vícevrstvé elektroizolační kompozity pro vysokonapěťové aplikace

Autor práce: **Bc. Ondřej Musil**
Vedoucí práce: **Ing. Petr Kadlec Ph.D.**

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická
Akademický rok: 2022/2023

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Bc. Ondřej MUSIL**
Osobní číslo: **E21N0023P**
Studijní program: **N0713A060011 Materiály a technologie pro elektrotechniku**
Téma práce: **Vícevrstvé elektroizolační kompozity pro vysokonapěťové aplikace**
Zadávací katedra: **Katedra materiálů a technologií**

Zásady pro vypracování

1. Realizujte rešerši současného stavu kompozitních materiálů tvořených prepregy na bázi reaktoplastické pryskyřice. Zaměřte se primárně na vícesložkové prepregy tvořené reaktoplastickou pryskyřicí, vláknovou výztuží a případně další složkou (slídový papír pro vysokonapěťové aplikace).
2. Popište výhody a nevýhody doplnění standardních prepregů o samostatné vláknenné vrstvy a fólie na bázi polyimidů či dalších termoplastů při výrobě vícevrstevných kompozitů primárně pro elektroizolační systémy. Věnujte pozornost využití vhodných nanovláken a nanočástic. Zaměřte se na hodnocení dielektrických a mechanických vlastností a na náročnost postupu výroby.
3. Navrhněte vlastní skladbu série vzorků vícevrstevných kompozitů tvořených prepregy a doplňujícími vrstvami (polymerní fólie, vrstva nanočástic atd.), realizujte jejich výrobu a proveďte měření vybraných materiálových parametrů.
4. Zhodnoťte na základě provedených měření vzorků kompozitů vhodnost použití jednotlivých doplňujících vrstev.
5. Navrhněte experiment zrychleného stárnutí a realizujte jej pro vyrobené vzorky vrstvených kompozitů. Po provedeném stárnutí opět proveďte měření vybraných materiálových parametrů a zhodnoťte jejich změnu oproti stavu před vystavením vzorků zrychlenému stárnutí.

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

Seznam doporučené literatury:

1. H. Lengersfeld, F. Wolff-Fabris, J. Krämer, J. Lacalle a V. Altstädt, Composite Technology: Prepregs and Monolithic Part Fabrication Technologies. Munich: Hanser, 2016. ISBN 978-1-56990-599-9.
2. X. Huang, T. Tanaka, Polymer Composites for Electrical Engineering. Hoboken: John Wiley & Sons, 2021. ISBN 978-1-119-71965-6.
3. L. A. Dissado, J. C. Fothergill, Electrical Degradation and Breakdown in Polymers. London: The Institution of Engineering and Technology, 1992. ISBN 978-0-86341-196-0.
4. G. W. Ehrenstein, S. Pongratz, Resistance and Stability of Polymers. Munich: Hanser, 2013. ISBN 978-3-446-41645-1.
5. elektronické informační zdroje (SUMMON –vyhledávací nástroj knihovny ZČU, případně přímo Science Direct, IEEE Explore atd.).

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Petr Kadlec, Ph.D.**
Katedra materiálů a technologií

Datum zadání diplomové práce: **7. října 2022**
Termín odevzdání diplomové práce: **26. května 2023**

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

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

V Plzni dne 7. října 2022

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá problematikou elektroizolačních kompozitů s vícevrstvou strukturou, které mohou nalézt uplatnění primárně ve vysokonapěťových aplikacích. Předkládaná práce navazuje na bakalářskou práci s cílem navrhnout a analyzovat takové modifikace stávajících tříložkových kompozitů, které by mohly pozitivně ovlivnit dielektrické, ale i další vlastnosti kompozitů. Nejprve je věnována pozornost historickému vývoji a současnému stavu polymerních vysokonapěťových izolací. Dále navazuje rešerše a navrhování možností úprav kompozitů vedoucích obecně ke zlepšení jejich užitných vlastností pro aplikace primárně v elektroizolačních systémech elektrických strojů. Práce dále shrnuje poznatky o perspektivních materiálech z oblasti polymerních fólií a částicových plniv. V druhé části práce jsou uvedeny informace o realizovaných experimentech včetně popisu laboratorní výroby vzorků obsahujících perspektivní materiály zmíněné v teoretické části práce. Následně jsou prezentovány výsledky měření vybraných dielektrických parametrů vyrobených vzorků a ty jsou zhodnoceny. Pro vybrané modifikované kompozity byl navržen a realizován experiment zrychleného tepelného stárnutí, který byl vyhodnocen na základě sledovaných dielektrických parametrů. Ze získaných dat jsou určeny perspektivní materiály z oblasti částicových plniv a polymerních fólií vhodné k dalšímu výzkumu, případně možnému budoucímu použití.

Klíčová slova

Elektrické izolace, vysokonapěťové izolace, kompozity, elektroizolační fólie, prepreg, pryskyřice, plnivo, částice, nanočástice, mikročástice, elektrická pevnost, vnitřní rezistivita, permitivita, ztrátový činitel, resin-rich, zrychlené stárnutí, teplotní třída, halloysite, nitrid boru, oxid hlinitý, slída.

Abstract

The master thesis focuses on the issue of electrical insulating composites with multilayer structure, which can be used primarily in high-voltage applications. The presented work is a continuation of the bachelor thesis with the aim to propose and analyse such modifications of existing three-component composites, which could positively affect the dielectric and other properties of the composites. Firstly, attention is paid to the historical development and current state of polymeric high-voltage insulations, followed by research and suggesting possibilities of modifications of composites leading to a general improvement of their performance for applications primarily in the insulation systems of electrical machines. The work also summarizes the research on promising materials in the field of polymer films and particle fillers. The second part of this thesis presents information on the experiments carried out, including a description of the laboratory preparation of samples containing the promising materials mentioned in the theoretical part of the thesis. Subsequently, the results of measurements of selected dielectric parameters of the prepared samples are presented and evaluated. For the selected modified composites, an accelerated thermal aging experiment was designed and carried out, which was evaluated on the basis of the observed dielectric parameters. From the obtained data, promising materials in the field of particle fillers and polymer films suitable for further research or possible future applications are identified.

Key Words

Electrical insulation, high voltage insulation, composites, electrical insulating films, prepreg, resin, filler, particles, nanoparticles, microparticles, dielectric strength, volume resistivity, permittivity, loss factor, resin-rich, accelerated aging, temperature class, halloysite, boron nitride, alumina, mica.

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval kolegům a kolegyním z Katedry materiálů a technologií, díky kterým jsem se cítil být na katedře vždy vítán, měl jsem možnost realizovat své nápady i nad rámec diplomové práce či být zapojen do výzkumu. Jmenovitě především Ing. Petru Kadlecovi, Ph.D. za výborné vedení, dlouhodobou podporu, důvěru, motivaci a možnost odborných diskuzí či konzultací ve všech směrech. Rád bych závěrem poděkoval své rodině a blízkým za neutuchající podporu, porozumění, pomoc a motivaci v průběhu celého studia.

Tato práce byla podpořena grantem Studentské grantové soutěže ZČU č. SGS-2021-003 „Materiály, technologie a diagnostika v elektrotechnice“.

Obsah

Úvod.....	- 9 -
1 Hlavní izolační systém vysokonapěťových elektrických strojů.....	- 11 -
1.1 Historický vývoj izolačního systému.....	- 11 -
1.2 Technologie Resin-Rich.....	- 11 -
1.3 Technologie VPI.....	- 13 -
1.4 Současný stav vývoje izolačního systému.....	- 14 -
1.5 Možné vylepšení stávajících řešení.....	- 15 -
1.6 Polymerní fólie.....	- 17 -
1.6.1 Polyethyltereftalátové fólie.....	- 18 -
1.6.2 Polyethylennaftalátové fólie.....	- 18 -
1.6.3 Polyimidové fólie.....	- 20 -
1.6.4 Polyamidové fólie.....	- 21 -
1.7 Částicová plniva.....	- 22 -
1.7.1 Tubulární halloysit.....	- 23 -
1.7.2 Nitrid boritý.....	- 25 -
1.7.3 Oxid hlinitý.....	- 27 -
1.7.4 Slída.....	- 28 -
2 Experimentální část.....	- 30 -
2.1 Příprava referenčních vzorků.....	- 30 -
2.2 Příprava vzorků s polymerními fóliemi.....	- 34 -
2.3 Příprava vzorků s nanočásticovými a mikročásticovými plnivy.....	- 35 -
2.4 Měření dielektrických parametrů vzorků.....	- 42 -
2.4.1 Metodika měření a zpracování dat.....	- 43 -
2.4.2 Vyhodnocení naměřených dat vzorků před stárnutím.....	- 45 -
2.5 Experiment zrychleného tepelného stárnutí.....	- 47 -
2.5.1 První fáze experimentu.....	- 48 -
2.5.2 Druhá fáze experimentu.....	- 49 -
2.5.3 Třetí fáze experimentu.....	- 50 -
2.5.4 Vyhodnocení experimentu zrychleného stárnutí.....	- 51 -
Zhodnocení a závěr.....	- 56 -

Literatura.....	- 58 -
Přílohy.....	- 71 -
Příloha 1 – Slídové papíry	- 72 -
Příloha 2 – Doplnující experiment kompatibility rozpouštědel a částic.....	- 74 -
Příloha 3 – Dokumentace navrženého přípravku pro experiment sedimentace.....	- 75 -
Příloha 4 – Časový průběh sedimentace částic v různých rozpouštědlech.....	- 78 -
Příloha 5 – Záznam úbytku hmotnosti vzorků při experimentu zrychleného stárnutí-	80 -
Příloha 6 – Sledování zbarvení vzorků při experimentu stárnutí.....	- 81 -
Příloha 7 – Použité přístrojové vybavení.....	- 83 -
Příloha 8 – Tabulky naměřených dat	- 86 -

Seznam symbolů a zkratek

Symboly

Zkratka	Popisek	Jednotka
ρ	Vnitřní rezistivita	$\Omega\cdot\text{cm}$
ε'	Reálná složka komplexní permitivity	-
ε''	Imaginární složka komplexní permitivity	-
$\text{tg}\delta$	Ztrátový činitel	-
λ	Vlnová délka	nm

Zkratky

Zkratka	Popisek
<i>HNT</i>	Halloysit v tubulární formě (Halloysite nanotubes)
<i>CNT</i>	Uhlíkové nanotrubičky (Carbon nanotubes)
<i>TiO₂</i>	Oxid titaničitý
<i>SiO₂</i>	Oxid křemičitý
<i>Al₂O₃</i>	Oxid hlinitý
<i>Fe₂O₃</i>	Oxid železitý
<i>MgO</i>	Oxid hořečnatý
<i>Na₂O</i>	Oxid sodný
<i>K₂O</i>	Oxid draselný
<i>CaO</i>	Oxid vápenatý
<i>BN</i>	Nitrid boritý
<i>EtOH</i>	Ethanol
<i>IPA</i>	Izopropylalkohol
<i>Ace</i>	Aceton
<i>DMAc</i>	Dimethyl acetamid
<i>DH₂O</i>	Demineralizovaná voda
<i>BDS</i>	Širokopásmová dielektrická spektroskopie
<i>SEM</i>	Skenovací elektronový mikroskop
<i>VN</i>	Vysoké napětí
<i>PET</i>	Polyethylentereftalát
<i>PEN</i>	Polyethylen-naftalát
<i>PI</i>	Polyimid
<i>PA</i>	Polyamid

Úvod

Elektrické izolace jsou základním prvkem veškerých elektrických zařízení a strojů. Elektrická izolace poskytuje ochranu živých částí, odděluje části s různými potenciály a představuje izolační bariéru. Tato izolační bariéra musí zajistit dostatečné elektroizolační vlastnosti tak, aby byla zajištěna funkčnost zařízení a nedošlo k poruchovým, nebezpečným, nebo zdraví ohrožujícím stavům. Design elektrických izolací i použité materiály se liší v závislosti na napěťové hladině i v závislosti na prostředí, kam jsou izolace navrhovány.

Elektrické izolace jsou velmi namáhaným prvkem celého zařízení či stroje a je velmi důležité izolace navrhovat tak, aby odolaly působení všech faktorů, které je v daném prostředí nutno uvažovat. Elektrické izolace nejsou namáhány pouze elektricky, ale jsou namáhány také tepelně, mechanicky a chemicky. Tyto faktory působí na elektrickou izolaci současně a dochází tak ke kombinovanému namáhání, což znamená, že celkové namáhání je výraznější než v případě samotného elektrického namáhání.

V elektroizolačních systémech velkých točivých strojů a některých transformátorů jsou elektrické izolace vodičů tvořeny tříslložkovými kompozitními materiály. Tyto kompozitní materiály se skládají nejčastěji z reaktoplastické pryskyřice, která má v kompozitním materiálu roli matrice, skleněných vláken, které působí v kompozitu jako výztuž, a slídového papíru, který představuje elektroizolační bariéru.

V elektrických strojích vzniká při provozu vlivem ztrát odpadní teplo, které je potřeba ze stroje efektivně odvádět. Z toho důvodu by bylo ideální, pokud by izolace byla tenká a umožňovala snadný odvod tepla. Tenčí izolace také znamená možnost zmenšení rozměrů stroje a finanční úsporu. V průběhu let byla izolace vodičů ve strojích postupně ztenčována v závislosti na vývoji nových technologií a materiálů a tento trend stále přetrvává. Je tak stále nutné hledat nové směry a vyvíjet nové elektroizolační systémy, které by odolávaly veškerému kombinovanému namáhání ve stroji, bylo by možné ztenčit stěnu izolace a zachovat elektroizolační vlastnosti a nezhorsit jejich požadované parametry.

Zajímavými kandidáty pro vývoj moderních elektrických izolací se jeví termoplastické a reaktoplastické fólie z materiálů s vysokou elektrickou pevností. V dnešní době je také zaznamenáván velký pokrok v přípravě mnoha druhů nanočástic a nanovláken. Tyto materiály jsou velmi perspektivní v oblasti elektrotechniky díky svým jedinečným vlastnostem a jejich možné použití je zkoumáno i v elektroizolačních systémech jako aditiva pro polymerní kompozitní materiály.

Tato práce se zabývá aplikací vybraných polymerních fólií a částicových plniv do konvenčních tříslžkových kompozitních materiálů za účelem zlepšení jejich elektroizolačních vlastností.

1 Hlavní izolační systém vysokonapět'ových elektrických strojů

1.1 Historický vývoj izolačního systému

Elektroizolační materiály využívané ve vysokonapět'ových elektrických strojích, jako jsou generátory, motory a transformátory prošly výrazným vývojem. Je obecně známým faktem, že kvalita stroje je výrazně ovlivněna provedením jeho elektroizolačního systému, bez kterého nemůže stroj fungovat. S tím souvisí také výkonová zatížitelnost, použitelná napět'ová hladina, životnost a v neposlední řadě také rozměry stroje. U točivých strojů probíhal největší vývoj v oblasti elektroizolačního systému statorového vinutí [1, 2].

V průběhu vývoje elektroizolačních systémů strojů bylo jejich postupné zlepšování limitováno v dané době dostupnými materiály, jejich cenou a možnostmi jejich průmyslového zpracování a využití ve strojích. Zpočátku byly využívány výhradně organické materiály, které nemají přílišnou tepelnou odolnost a nejsou příliš odolné vůči mechanickému a elektrickému zatížení. Jednou z prvních elektrických izolací statorového vinutí velkých strojů byla hustá bavlněná páska impregnovaná přírodním vysychavým olejem, který se oxidací na vzduchu mění na tvrdý a pevný [1].

V průběhu první světové války se v odvětví statorových vinutí velkých točivých strojů začalo využívat izolace na bázi asfaltu (bitumen) v kombinaci s úlomky slídy obklopeného z obou stran celulózovým papírem. Impregnace probíhala technologií dnes známou jako vakuově tlaková impregnace – VPI (viz dále). Běžným typem elektroizolačního systému byl až zhruba do 80. let 20. století u mnoha výrobců systém skládající se z úlomků slídy a vysychavého roztoku asfaltové pryskyřice modifikované rozpouštědly vyráběné z ropy [1]. V 50. letech 20. století byl vyvinut slídový papír, který byl pro další vývoj zásadní (více o slídě a slídovém papíru viz Příloha 1)[3]. V 60. letech 20. století se začala využívat skleněná tkanina s částečně vytvrzenou pryskyřicí a byla vytvořena technologie zpracování elektroizolačního systému označovaná jako Resin-Rich [1, 3].

1.2 Technologie Resin-Rich

Technologie nazývaná Resin-Rich (technologie bohatá na pryskyřici) je založena na ovíjení tyčových vodičů elektrického vysokonapět'ového stroje páskou tvořenou kompozitním materiálem [4]. Zmíněným kompozitním materiálem je ve většině případů tkanina ze skleněných vláken (či polymerní fólie) a slídový papír s pryskyřicí jako nosnou a

pojící složkou [5]. Obsažená pryskyřice se nachází v částečně vytvrzeném stavu označovaném také jako B-stav (B-stage) [6]. Materiál pro ovíjení cívek je vyráběn v podobě listů, které jsou v průběžné výrobě dále děleny na pásy různých šířek [7]. Samotná páska musí být po výrobě uchována v chladu, aby nedocházelo k jejímu samovolnému dotvrzování [3]. Doba skladování pásek v B-stavu je maximálně 6 měsíců [8]. Množství pryskyřice obsažené v páskách se pohybuje v rozmezí 30 až 40 % [9]. Po ovinutí páskou je část vinutí vložena do vyhřívaného hydraulického lisu a probíhá proces dotvrzení pryskyřice (viz Obr. 1)[10]. Příkladem vytvrzovacího procesu může být postup uvedený výrobcem Cogebi, který udává postup pro vytvrzování hlavní izolace tak, že cívka ovinuta páskou je vložena do hydraulického lisu, který je předehřátý na 60 °C a lisem je aplikován malý tlak. Poté se programově zvýší teplota na 95 až 100 °C a po dosažení stanovené teploty je aplikován plný tlak. Dále se několik minut udržuje teplota i tlak a následně se teplota zvýší na 165 °C. Poté, co je dosaženo nastavené teploty, probíhá vytvrzování po dobu 1 hodiny. Po vytvrzení se teplota lisu sníží na 60 °C a poté se cívka vyjme z lisu. Je také uvedeno, že měřením ztrátového činitele během procesu vytvrzování lze dobu vytvrzování optimalizovat [5].

Výhodou této technologie je, že díky separátní výrobě izolace jednotlivých cívek je případná oprava stroje finančně méně náročná (například oproti GVPI viz dále). Další výhodou je možnost výroby izolačního systému vodiče po částech a použití různých pásek pro hlavní drážkovou izolaci a vývody čel vinutí, což u systému VPI možné není [11]. Nevýhodou však je, že oproti technologii VPI může izolační systém obsahovat více vzduchových bublin a dutin, které mohou způsobovat částečné výboje v izolaci [12].



Obr. 1: Proces vytvrzování izolace cívky ve vyhřívaném lisu, převzato z [13].

1.3 Technologie VPI

Technologie výroby izolačních systémů nazývaná VPI (Vacuum Pressure Impregnation, vakuově tlaková impregnace) se v mnohých ohledech liší od již popsané technologie Resin-Rich. Cívky stroje jsou stejně jako u technologie Resin-Rich ovinuty kompozitní páskou nejčastěji obsahující skleněnou tkaninu a slídový papír [14]. Na rozdíl od technologie Resin-Rich není páska „bohatá na pryskyřici“, ale obsahuje pouze minimum pryskyřice a často se pásy nazývají suché nebo se lze v literatuře setkat s označením Resin-Poor system (systém chudý na pryskyřici) [3, 15]. Množství pryskyřice v páskách pro VPI je do 7 % [9]. Cívka je po ovinutí částečně vytvrzena v peci, přičemž dojde k odpaření vlhkosti a těkavých látek. Následně dojde k přesunu z pece do tlakové nádoby, ze které je vyčerpán vzduch (proto vakuová technologie), a je tak omezena tvorba vzduchových bublinek. Do tlakové nádoby je dále přivedena zahřátá pryskyřice v tekutém nízko-viskózním stavu. Poté je v tlakové nádobě zrušen podtlak a zaveden přetlak buď dusíkové atmosféry nebo vzduchu, čímž dojde k hloubkové tlakové impregnaci navinuté pásky přivedenou pryskyřicí. Impregnace cívek po celé délce je kontrolována kapacitním měřením a poté co je dosaženo kompletního prosycení izolačního systému pryskyřicí, je přebytečná pryskyřice vypuštěna zpět do skladovací nádrže. Cívka je následně vyjmuta z tlakové nádoby a přesunuta zpět do pece, kde při nastaveném programu dojde k vytvrzení pryskyřice [3, 14].

Touto technologií je také možné vytvářet izolace nejen samotných cívek strojů, ale při dostatečně velkém přístrojovém vybavení je možné provádět izolace celého stroje najednou. Rozdíl je v tom, že cívky jsou ovinuty páskou a založeny do např. statoru stroje a ten je poté zaizolován stejným procesem jako celek. Tato modifikace se označuje jako technologie GVPI (Global Vacuum Pressure Impregnation, globální vakuově tlaková impregnace) [12]. Na následujícím Obr. 2 je tato technologie zachycena. Velkým problémem tohoto řešení je náročná oprava, případně převinutí stroje [11].

Problematické je použití polymerních fólií v kompozitních páskách obecně pro technologii VPI, jelikož neporézní polymerní fólie zabrání pronikání pryskyřice do hloubky izolačního návinu a mohou tak vznikat suchá místa [10]. Pryskyřice proniká do izolace cívky dvěma způsoby. Prvním z nich je průnik přímo skrz izolační návin kolmým směrem k vodiči. Druhý způsob, který je velmi důležitý u strojů pro vyšší napětí, které mají větší tloušťky návinu, spočívá v zatečení pryskyřice od konců podél vodiče. Pronikání pryskyřice do izolačního návinu je značně ovlivněno typem slídového papíru, viskozitou pryskyřice, stupněm vakua a velikostí aplikovaného tlaku [16].



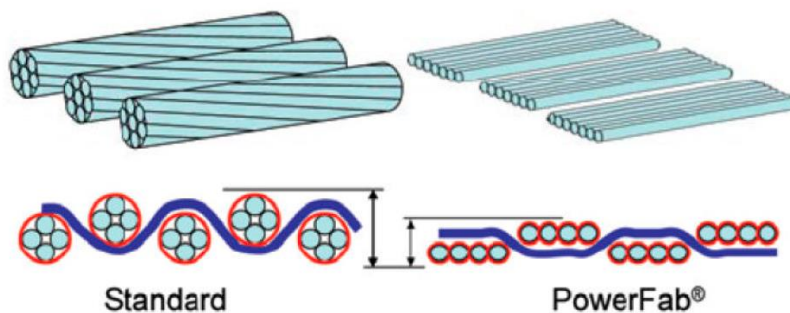
Obr. 2: Ukázka impregnace celého statoru (pomocí GVPI), převzato z [17].

1.4 Současný stav vývoje izolačního systému

V současné době jsou stále nepřekonané a dominantní obě technologie jak Resin-Rich, tak VPI. Oproti jejich počátkům však došlo k pokroku zejména v automatizovaném ovíjení vodičů, v oblasti nástrojového a přístrojového vybavení a materiálové optimalizaci [3]. Pro výrobu elektroizolačních systémů velkých generátorů jsou používány různé druhy epoxidových pryskyřic a technologie Resin-Rich i VPI. Pro motory jsou používány buď polyesterové nebo epoxidové pryskyřice a výrobci téměř výhradně využívají technologii GVPI [2]. Výrobci dnes nabízejí široké spektrum pásek pro obě technologie a do jejich nabídky se dostávají i pásy s různými polymerními fóliemi, které doplňují nebo přímo nahrazují tkaniny ze skleněných vláken.

Používaná skleněná vlákna také prošla optimalizací. Např. společnost Isovolta představila nový typ skleněné tkaniny pod názvem Powerfab. Páska s touto tkaninou je dostupná ve variantě pro technologii VPI (Porofab) a také Resin-Rich (Calmicafab). Výhodou této pásky je, že jednotlivé svazky spředených skleněných vláken nemají klasický kruhový průřez, ale jsou ploché (viz následující Obr. 3). Tím došlo ke snížení tloušťky výsledné izolace a zvětšení kontaktní plochy vláken a slídového papíru [18].

Vývoj v oblasti izolačních systémů neustal a mnoho odborných prací včetně této se zabývá hledáním způsobů dalšího možného zlepšení (viz následující kapitola).



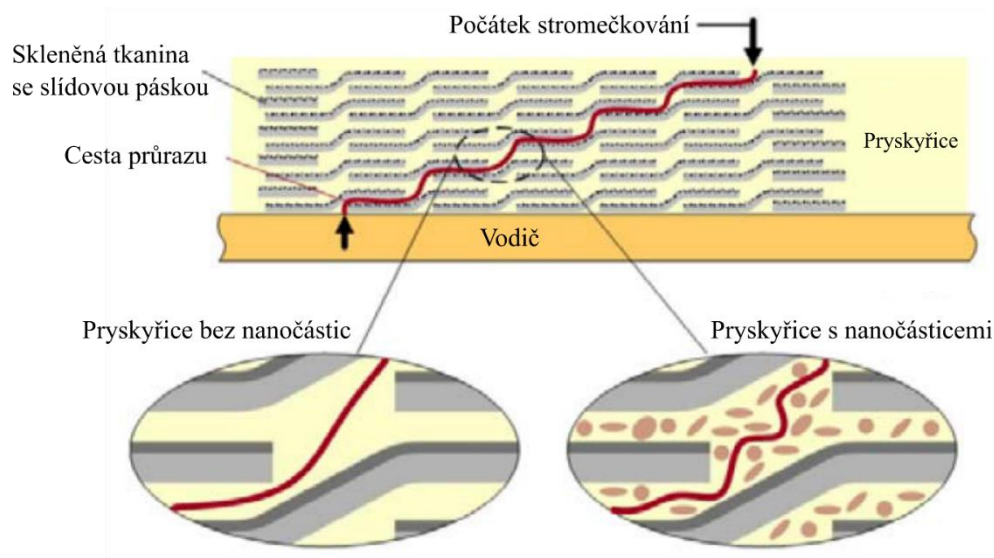
Obr. 3: Konvenční vlákna kruhového průřezu a vlákna plochá, převzato z [19].

1.5 Možné vylepšení stávajících řešení

S rostoucími nároky na moderní elektroizolační systémy, mezi které patří vylepšení odvodu tepla, dlouhá životnost, vysoká rezistivita a elektrická pevnost a nízké ztráty, je nutné inovovat s ohledem na moderní přístupy zpracování materiálů a využití jejich moderních forem (např. nanovlákna, nanočástice). Jednou z možných inovací prezentované v odborné publikaci Polanský a kol. (2018) [20] je využití netkané nanovláknenné vrstvy zakomponované do kompozitního materiálu, kde tato vrstva pozitivně ovlivňuje distribuci vzduchových bublin v kompozitu, čímž byla výrazně potlačena aktivita částečných výbojů v elektrické izolaci. Poznatky prezentované ve zmíněné odborné publikaci jsou dále zkoumány v bakalářské práci [8].

Trendem v oblasti elektrických izolací je použití částicových plniv. Využití částicových plniv bylo testováno a publikováno v mnohých odborných publikacích [21–23]. V publikaci Hildinger a kol. (2012) [23] jsou prezentovány výsledky komplexního testování elektrických a tepelných parametrů po zakomponování sférických nanočástic SiO_2 do vzorků hlavního izolačního systému točivého stroje. Při laboratorních testech bylo zjištěno výrazné potlačení částečných výbojů v izolaci oproti referenčním vzorkům a byla také zjištěna zvýšená tepelná vodivost o 15 % oproti referenci. Při testování životnosti při 2,5násobku jmenovitého napětí vyšla životnost vzorků s nanočásticemi oproti referenčním vzorkům 13násobná [23]. Ke zlepšení dielektrických parametrů elektroizolačního materiálu při použití částicového plniva může dojít díky prodloužení proudové dráhy prosakujícím proudem skrz izolaci, čehož je dosaženo právě přidáním částicového plniva. Jak bylo zmíněno ve výše zmíněné

publikaci [23], částice omezí tzv. stromečkování¹ v izolaci (viz Obr. 4). Omezení růstu stromečku a aktivity částečných výbojů v izolaci vedoucí k delší životnosti potvrzuje i odborná publikace od Chen a kol. (2021) [24].



Obr. 4: Grafické znázornění růstu elektrického stromečku v elektrické izolaci s nanočásticemi a bez nich, převzato a přeloženo z [23].

Je zřejmé, že oproti konvenčnímu řešení dochází těmito přístupy k zesložitování struktury.

Následující kapitoly jsou věnovány fóliím a částicovým plnivům, považovaným pro vysokonapěťové izolace za perspektivní.

¹ Elektrické stromečkování (anglicky electrical treeing) je jev, který se vyskytuje u VN izolací. Elektrické stromečky jsou sítí velmi tenkých kanálků, které v izolaci vznikají jako důsledek její nedokonalosti. Těmito nedokonalostmi mohou být nečistoty, dutiny, defekty. Stromečkování prochází těmito oblastmi vlivem nadměrného namáhání elektrickým polem (zvýšená intenzita). Stromovitá struktura roste až do bodu, kdy překlene celou tloušťku izolace a tím dojde k jejímu průrazu.[146]

1.6 Polymerní fólie

Polymerní fólie vhodné pro využití ve vysokonapětových izolačních systémech elektrických strojů jsou dnes již standardně nabízenými produkty mnoha světových výrobců. Dostupné produkty obsahující kombinaci polymerní fólie se slídovým papírem a reaktoplastickou pryskyřicí pro VN (vysokonapětové) aplikace jsou např. následující:

- DL86-VD5 – páska s nekalcinovaným slídovým papírem, epoxidovou pryskyřicí a výztuží z polyethyltereftalátové (PET) fólie od výrobce Okabe Mica Co., Ltd. [25],
- Relastik – páska v nabídce s kalcinovaným nebo nekalcinovaným slídovým papírem a epoxidovou pryskyřicí na PET fólii od výrobce Cogebi (v nabídce také páska Relanex s možností PET fleece²) [26],
- ISONOM PREG – páska obsahující slídový papír, PET nebo PI fólii, Nomex a epoxidovou pryskyřicí od výrobce Isovolta [27],
- CALMICA – páska s nekalcinovaným nebo kalcinovaným slídovým papírem, pryskyřicí a PET folií od výrobce NipponRika [28].

Většina výrobců nabízí pásy jak pro technologii VPI, tak pro technologii Resin-Rich. Jak je z uvedených příkladů pásek vidět, tak převážné množství dnes nabízených produktů obsahující fólie využívá hlavně PET fólii. Toto pramení i z historického vývoje, kde byla ve snaze finančních úspor hledána náhrada za skleněná vlákna a PET fólie se osvědčila jak dostatečnými mechanickými vlastnostmi pro ovíjení tyčí, tak i vysokou elektrickou pevností [29]. Kombinace požadovaných vlastností s nízkou cenou znamenala rozšíření fólie v hlavních izolačních systémech strojů. Z výše uvedeného výčtu nabízených pásek je také patrné, že někteří výrobci mají v nabídce izolační pásy pro hlavní izolační systémy VN strojů s polyimidovou fólií, nicméně stále se jedná o finančně nákladný produkt a oproti častěji používaným PET fóliím má PI fólie smysl hlavně pro izolační systémy pro vyšší teplotní třídy strojů. Mezi tři největší společnosti zabývající se výrobou polymerních fólií

² Fleece používaný v izolačních systémech je vyroben z náhodně orientovaných skleněných nebo polyesterových vláken. Jedná se o porézní strukturu, která je schopna pojmout a udržet pryskyřici a zajistit výbornou přilnavost ke slídovému papíru či dalším vrstvám. Je také snadno prostupná pro impregnaci elektroizolačního systému technologií VPI.[18]

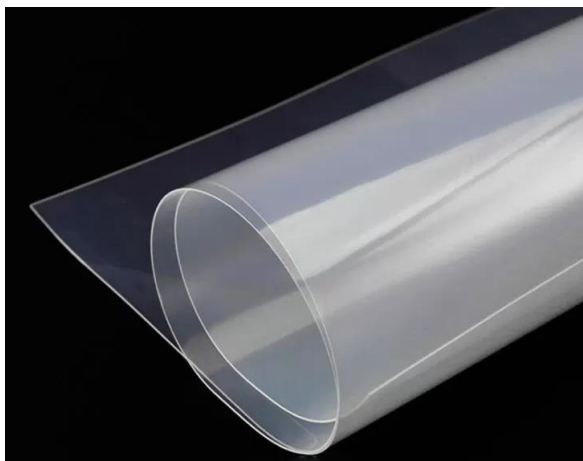
patří DuPont Teijin Films, Mitsubishi Polyester (jeden z největších výrobců PET) a společnost Tekra GPC [30].

V následující části kapitoly bude věnována pozornost materiálům používaným nebo použitelným jako fólie v izolačních systémech.

1.6.1 Polyethylentereftalátové fólie

Polyethylentereftalát (PET) je termoplastický polymer, který v závislosti na použité technologii výroby může být buď v amorfním, nebo semikrystalickém stavu [31, 32]. Tento materiál vyniká mnohými vlastnostmi jako je vysoká pevnost v tahu, rozměrová stálost, nízká sorpce vlhkosti, chemická odolnost, odolnost vůči UV záření a je použitelný v širokém teplotním intervalu [33]. V materiálovém listu pro PET fólii Mylar A od výrobce DuPont je uveden rozsah pracovních teplot od $-73,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $149\text{ }^{\circ}\text{C}$ a k tavení dochází při teplotě $254\text{ }^{\circ}\text{C}$ [34]. Při teplotách nad $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ dochází u materiálu k tepelné degradaci [35].

Z hlediska dielektrických parametrů je PET výborným materiálem využívaným například ve vysokonapěťových izolacích, jak bylo zmíněno v úvodu kapitoly, ale také ve fóliových kondenzátorech díky možnosti metalizace [36, 37]. Dále je možné PET fólii využít ve flexibilní elektronice (primárně ve funkci nosného substrátu) [38]. Udávaná hodnota elektrické pevnosti pro produkt Mylar je 276 kV/mm pro AC a 433 kV/mm pro DC použití [35, 39]. Při teplotě $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ a frekvenci 1 kHz udává materiálový list hodnotu relativní permitivity $3,2$ a ztrátový činitel $0,005$ [39]. Udávaná vnitřní rezistivita při $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ je $10^{19}\text{ }\Omega\text{-cm}$ [39]. Na následujícím Obr. 5 je ukázka PET fólie.



Obr. 5: Ukázka PET fólie, převzato z [40].

1.6.2 Polyethylennaftalátové fólie

Polyethylennaftalát (PEN) je stejně jako PET termoplastický polymer nejčastěji v polykrystalické nebo krystalické formě [41, 42]. Jedná se o fólie, které jsou v porovnání

s PET dražší, nicméně některé jejich vlastnosti jsou výrazně lepší [43]. Výrobce DuPont Teijin Films považuje PEN fólie za mezistupeň mezi materiály PET a PI jak z hlediska užitných vlastností, tak i finanční náročnosti použití [44].

Vlastnosti tohoto materiálu jsou velmi podobné jako u PET a též vyniká svou vysokou pevností v tahu, malou tepelnou smrštitivostí, nízkou sorpcí vlhkosti a vysokou rozměrovou stálostí [45]. Oproti PET je pro PEN typická vyšší odolnost vůči chemikáliím, vyšší odolnost vůči UV záření a delší životnost [46, 47]. Další výhodou je vyšší udávaná teplotní odolnost a vyšší teplota tavení, která je 265 °C [44]. Maximální teplota pro dlouhodobé použití (stanovená testovací metodou UL746B) je oproti PET také vyšší a dle materiálového listu fólie Kaladex od výrobce DuPont Teijin Films (viz Obr. 6) je pro aplikace s mechanickým namáháním 160 °C a pro aplikace s elektrickým namáháním 180 °C [44]. Z hlediska parametrů důležitých pro elektrotechniku je konkrétně pro PEN fólii Kaladex udávána relativní permitivita 3,22 při teplotě 23 °C a při frekvenci 1 kHz, ztrátový činitel je při stejných podmínkách měření 0,0042, což je méně než u PET fólie Mylar [44]. Hodnota elektrické pevnosti je udávána odlišně pro různé tloušťky fólií a hodnoty se pohybují v rozsahu od 163 kV/mm pro fólii o tloušťce 125 μm až do 390 kV/mm pro fólii o tloušťce 16 μm [44]. Hodnota vnitřní rezistivity měřená při 25 °C je $10^{18} \Omega \cdot \text{cm}$ [44].

Mezi oblastí aplikace PEN fólií v elektrotechnice patří elektrické izolace, flexibilní plošné obvody a fóliové kondenzátory. Pro oblast vysokonapěťových kondenzátorů má firma DuPont Teijin Films v nabídce vylepšenou variantu PEN fólie Kaladex HV s vyšší hodnotou elektrické pevnosti a vyšší tepelnou odolností [44]. V oblasti nových technologií se také používají pro bateriový průmysl, v elektromobilitě a palivových článcích.[44]



Obr. 6: Ukázka PEN fólie Kaladex, převzato z [48].

1.6.3 Polyimidové fólie

Polyimidové (PI) fólie jsou speciální polymerní fólie typické žluté barvy původně vyvinuté společností DuPont pod názvem Kapton. Mezi další výrobce se řadí například UBE Industries s produktem UPILEX [49]. Polyimidové fólie vynikají svým rozsahem provozních teplot. Tento rozsah je od $-269\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ konkrétně pro produkt Kapton HN [50]. Protože se jedná o reaktoplastický³ polymer, tak tyto fólie nemají teplotu tavení a při rostoucí teplotě již dochází pouze k dekompozici materiálu. Může tak být využit i v aplikacích, kde je dosahováno teplot, při kterých již není možné využít jiné fóliové polymery. Mezi ostatní výborné vlastnosti udávané pro materiál Kapton (platné i pro ostatní PI fólie) patří vynikající odolnost vůči chemikáliím (zatím neexistuje žádné známé organické rozpouštědlo schopno narušit fólii), samozhášivost (dosahuje nejvyšší třídy V-0 dle UL-94) a výborné elektroizolační vlastnosti [51]. Oproti výše zmíněnému PET je však PI zhruba 10x dražší [52]. Na trhu existují tři základní druhy fólie Kapton pod označením HN (základní fólie), HPP-ST (podobné vlastnosti jako HN, ale s vyšší rozměrovou stálostí a modifikovaným povrchem pro lepší přilnutí) a FN (typ HN s FEP⁴ pryskyřicí pro těsnění aplikovanou z jedné nebo obou stran). Dále mimo tyto tři typy jsou dostupné ještě speciální modifikace, z nichž pro elektrotechniku jsou významné například ty s antistatickou úpravou, zvýšenou teplotní vodivostí a odolností vůči koroně [51].

Zmíněné vlastnosti umožňují, aby byl tento materiál použit pro nejnáročnější aplikace s velkým rozsahem provozních teplot, mechanického, chemického a elektrického namáhání. Typické použití je například ve vesmírných programech, automobilovém průmyslu, elektronice a mikroelektronice a vysokonapěťových elektroizolačních systémech [52–54].

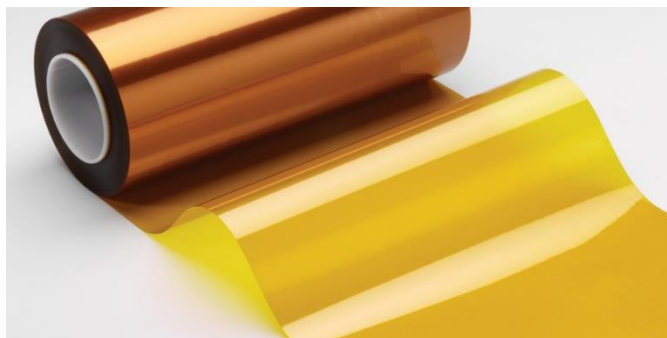
Z technického datového listu pro fólie Kapton HN jsou zjištěny důležité hodnoty elektrické pevnosti, relativní permitivity a ztrátového činitele. Elektrická pevnost se pohybuje v rozsahu od 154 kV/mm pro tloušťku fólie $125\text{ }\mu\text{m}$ až do 303 kV/mm pro tloušťku fólie $25\text{ }\mu\text{m}$. Relativní permitivita je při $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ a frekvenci 1 kHz v rozsahu 3,4 až 3,5 v závislosti na tloušťce fólie a ztrátový činitel měřený při stejných podmínkách dosahuje hodnot v rozsahu 0,0018 až 0,0026 opět v závislosti na tloušťce fólie. Hodnota

³ Dle dostupných materiálových listů pro zmíněné komerčně dostupné fólie se jedná o reaktoplasty. Polyimidy se ale mohou vyskytovat také jako termoplasty, přičemž jejich termoplastický a reaktoplastický charakter závisí na způsobu chemického uspořádání hlavního řetězce [147].

⁴ FEP je zkratka pro fluorovaný ethylen-propylen [148].

vnitřní rezistivity se pohybuje v rozmezí 10^{17} až $1,5 \cdot 10^{17} \Omega \cdot \text{cm}$ v závislosti na tloušťce testované fólie [50].

Na následujícím Obr. 7 je ukázka PI fólie s typickou nažloutlou barvou a měděným vzhledem při návinu na roli.



Obr. 7: Ukázka fólie Kapton od společnosti DuPont, převzata z [55].

1.6.4 Polyamidové fólie

Polyamid (PA) je semikrystalický termoplastický polymer běžně se vyskytující pod obchodním názvem nylon [56]. V současné době existuje mnoho druhů polyamidů a jednotlivé druhy se od sebe v názvu odlišují čísly, která znamenají počet atomů uhlíku ve stavebních jednotkách řetězců [8]. Počet atomů uhlíku ovlivňuje vlastnosti každého druhu polyamidu [57]. Vlastnosti polyamidu jsou také značně ovlivněny jeho stupněm krystalinity, který se odvíjí od technologie zpracování [58]. Mezi nejčastěji komerčně využívané varianty polyamidu patří PA 6, PA 66, PA 12 a PA 63 [59]. Obecně mají polyamidy dobré elektroizolační vlastnosti, nízkou odolnost vůči chemikáliím, vysokou navlhavost a výborné mechanické vlastnosti [60].

Z technického datového listu [60] dodavatele GoodFellow pro fólii PA 6 lze získat hodnoty elektrických parametrů důležitých pro elektrotechnické aplikace. Udávaná hodnota elektrické pevnosti je 25 kV/mm, hodnota vnitřní rezistivity je $5 \cdot 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$, relativní permitivita (při testovací frekvenci 1 MHz) je 4 a ztrátový činitel při stejné testovací frekvenci je 0,2. Udávané rozmezí pracovních teplot je od $-40 \text{ }^\circ\text{C}$ do $160 \text{ }^\circ\text{C}$.

V oblasti elektrotechniky mohou být polyamidové fólie použity v moderních fóliových vysokonapěťových kondenzátorech [61]. Lze také dohledat odborné publikace zabývající se přípravou nanokompozitních polyamidových fólií s dielektrickými vlastnostmi [62, 63]. Mimo fólií se lze v elektrotechnice setkat s polyamidovými pryskyřicemi, jejichž typickými aplikacemi jsou těla jističů, svorkovnic a relátek [64]. Ukázka PA fólie je na následujícím Obr. 8.



Obr. 8: Ukázka PA fólie v návínu na roli, převzato z [65].

1.7 Částicová plniva

V současné době se mnoho vědeckých týmů věnuje začlenění částicových plniv do elektroizolačních kompozitních materiálů se snahou vylepšit jejich elektroizolační vlastnosti [66-69], zlepšit odvod tepla z kompozitu použitím tepelně vodivých částic [70], nebo zvýšit schopnost retardace hoření výsledného materiálu [71, 72].

Nejčastěji používaná nanočásticová (někdy i mikročásticová) plniva zmiňovaná a používaná ve vysokonapěťové technice jsou nitrid hlinitý (AlN), nitrid boritý (BN), oxid křemičitý (SiO₂), oxid hlinitý (Al₂O₃), oxid titaničitý (TiO₂), karbid křemíku (SiC) a oxid zinečnatý (ZnO) [69, 73– 75].

Částice mohou být považovány za mikročástice, pokud se jejich rozměry pohybují v rozmezí 1–1000 μm [76]. To znamená, že žádný z rozměrů částice by neměl přesáhnout daný rozsah. Za nanočástice jsou považovány částice s rozmezím velikostí 1–100 nm [77]. Výhoda, kterou mají nanočástice oproti mikročásticím je ta, že jejich poměr povrchu k objemu je výrazně větší. V odborné publikaci od Vahabi a kol. (2020), která se zabývá oheň-retardačními schopnostmi částicových plniv uvádí, že v případě použití mikročástic je nutné do materiálu přidávat až 65 hm% plniva pro zajištění vylepšení vlastností. Při použití nanočástic ke stejnému účelu publikace uvádí, že množství, které je nutné použít, může být nižší než 5 hm% [72].

Přidání další složky do materiálu ale může zásadně ovlivnit permitivitu a ztrátový činitel celého elektroizolačního systému. Pro izolační systémy je vždy požadována co nejnižší hodnota permitivity a ztrátového činitele použitých materiálů. Pokud by izolační systém vykazoval zvýšenou polárnost, vznikaly by v něm ztráty, které by byly přeměňovány na

teplo a izolační systém by následně degradoval a mohlo by dojít až k jeho selhání a následně k poruchovému stavu celého elektrického zařízení.

Singha a kol. (2008) v publikaci popsal vliv nanočástic na výslednou permitivitu kompozitního materiálu. Permitivita materiálu, a tudíž i ztrátový činitel souvisí úzce s množstvím nanočástic v kompozitu a s jejich povrchem (rozhraním částice a pryskyřice) [78]. Dále také závisí na velikosti částic a na druhu použitého plniva [73].

Wang a kol. (2012) publikoval ve své práci zjištění, že existuje určitá mezní úroveň plnění (práh), do které nanočástice nemají na permitivitu kompozitu výrazný vliv. Pokud je ale úroveň plnění nad určitou prahovou hodnotou, pak permitivita s vyšší úrovní plnění narůstá. V rámci prezentovaného výzkumu byly použity nanočástice SiO_2 , s prahovou hodnotou 1 hm% a Al_2O_3 , pro které prahová hodnota byla 0,5 hm%. Toto poukazuje na fakt, že prahová hodnota je závislá na druhu nanočásticového plniva [79].

Přítomnost nanočástic v kompozitním materiálu dále také ovlivní rozložení a akumulaci prostorového náboje, což může ovlivnit vnitřní rozložení elektrického pole v kompozitu a může dále vést ke vzniku částečných výbojů [73]. Nicméně Wang a kol. ve své odborné publikaci uvádí, že byla pozorována nižší akumulace prostorového náboje ve vzorku nanokompozitu tvořeného epoxidovou pryskyřicí s nanočásticemi než v referenčním vzorku z čisté epoxidové pryskyřice [79]. Jev byl vysvětlen tak, že přítomnost nanočástic zřejmě posiluje ionizační proces uvnitř vzorku, zejména při vyšších úrovních plnění.

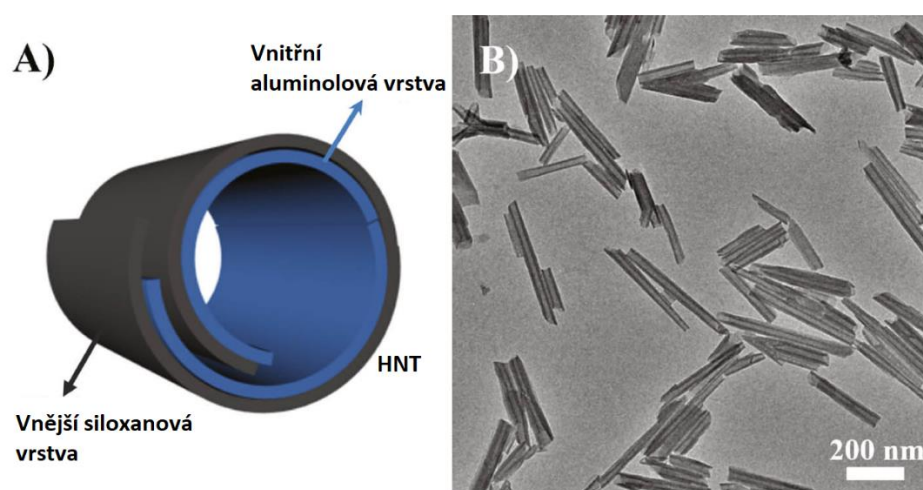
Nicméně vliv nanočástic na rozložení prostorového náboje v závislosti na pryskyřici, druhu částic a jejich chemické struktuře je potřeba dále zkoumat [73].

V následujících částech kapitoly je věnována pozornost částicovým plnivům, která byla následně použita v experimentální části.

1.7.1 Tubulární halloysit

Hallosit v tubulární formě (ve formě nanotrubic) nazývaný standardně také Halloysite nanotubes (HNT) je typem fylosilikátu, který se jeví pro oblast elektrotechniky jako perspektivní primárně z hlediska použití jako oheň-retardačního plniva v polymerních materiálech. Využití HNT v oblasti elektrotechniky je zkoumáno např. pro výrobu kabelových izolací [80, 81], nicméně v oblasti polymerních kompozitů pro vysokonapěťové točivé stroje s epoxidovou pryskyřicí nebyl jakýkoliv publikovaný výzkum dohledán. Halloysit je přírodní jílový minerál, který se v přírodě formuje při zvětrávání vyvřelých hornin. Při zvětrávání se rozpadá sodný živec na kaolinit a halloysit, což jsou oba minerály kaolinové skupiny [82]. Chemická struktura halloysitu je stejná jako u kaolinitových

nanojílů, nicméně halloysit se od kaolinitu liší jednou vrstvou molekul vody [83]. Nanočástice halloysitu mohou mít různé tvary, mezi které patří například destičky, trubice, sféry a pseudosféry, vlákna nebo válečky [84]. Mezi nejčastěji používané patří spirálovité nanotrubičky [83]. Halloysit vzniká společně s kaolinitem primárně ve formě destiček. Vzhledem k odlišné struktuře halloysitu obsahující molekuly vody dochází postupně ke vzájemnému působení mezi jednotlivými hlinito-křemičitými vrstvami, což má za následek svinutí destiček halloysitu do spirálovité trubice (viz Obr. 9) [82]. Geometrie HNT se tak velmi podobá uhlíkovým nanotrubičkám (CNT – carbon nanotubes), Délka trubic halloysitu se může pohybovat od 0,2 do 2 μm , vnitřní průměr trubice má rozměr 10 až 40 nm a vnější průměr trubice 40 až 70 nm [85].



Obr. 9: Ukázka vrstevnaté struktury HNT (a) a HNT při analýze SEM (b), převzato z [86].

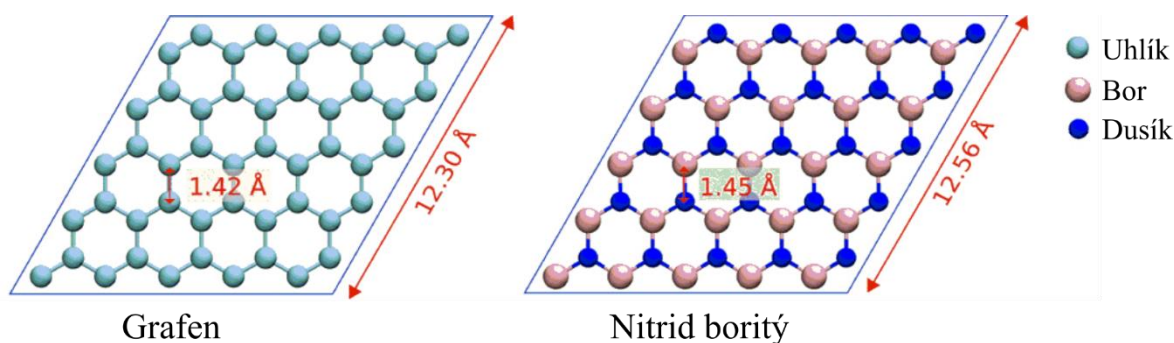
Z chemického hlediska má vnější povrch HNT podobné vlastnosti jako SiO_2 (převažují siloxany, Si-O-Si) a vnitřní povrch spirálovité trubice má vlastnosti jako Al_2O_3 (převažují aluminoly, Al-OH) [85, 87]. Podle dostupných datových listů se halloysite nanotrubičky skládají převážně právě z těchto sloučenin ve vyšším procentním zastoupení. Jako další se v chemické struktuře vyskytují v malém množství (pod 1 %) TiO_2 , MgO , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO [88].

Někteří autoři [89, 90] zkoumali využití HNT plniv v epoxidových pryskyřicích z hlediska mechanických vlastností a bylo zjištěno, že toto spojení materiálů pro kompozit funguje a je dosaženo menšího koeficientu teplotní roztažnosti a také vyšší rázové houževnatosti při zachování mechanických vlastností a teplotní stability. Nicméně, jak již bylo zmíněno výše, tak jakýkoliv výzkum v oblasti elektroizolačních materiálů pro VN aplikace nebyl dohledán. Mnoho studií [85, 91–93] se také zabývá tématem zlepšení teplotní stability a vlivu HNT na oheň-retardační schopnosti kompozitních materiálů skládajících se

nejen z reaktoplastických pryskyřic, ale i z termoplastických materiálů. Lze též dohledat patent, který chrání složení směsi retardérů hoření tvořené z trubičkových jílových minerálů (zahrnující HNT) v kombinaci s konvenčními retardéry hoření [94].

1.7.2 Nitrid boritý

Jedná se o synteticky připravovanou krystalickou sloučeninu strukturně podobnou grafitu. Oproti grafitu se její krystalová mřížka skládá z atomů boru (B) a atomů dusíku (N), které se ve struktuře vyskytují střídavě (viz Obr. 10) [95].



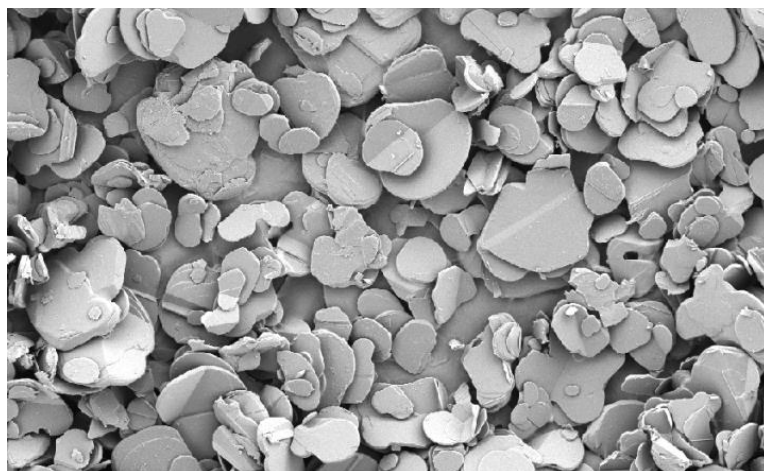
Obr. 10: Ukázka ideální jedno-atomární destičky grafenu (vlevo) a nitridu boritého (vpravo) s označením rozměrů v angströmech, převzato a upraveno z [96].

Nitrid boritý se vyskytuje v několika krystalických formách a to sice jako kubický nitrid boritý označovaný jako c-BN analogický k diamantu, hexagonální nitrid boritý s označením h-BN analogický k h-grafitu, dále také jako wurtzit s označením w-BN, rhombohedral s označením r-BN a existuje také v amorfni formě pod označením a-BN [95]. Nejstabilnější forma krystalické struktury je h-BN (viz Obr. 11). Díky své vysoké podobnosti s grafitem může být h-BN dodáván v jedno-atomárních destičkách podobných grafenu⁵ označených jako BNNS, nanotrubičkách (BNNT), nanopáskách (BNNR), nanoprášku (BNNP), nanovlákech (BNNF) a také jako fullereny⁶ [95, 97].

⁵ Grafen je dvourozměrný materiál s hexagonální krystalovou mřížkou tvořenou atomy uhlíku. Ve své nejčistší formě je pouze jeden atom tenký. Je považován za revoluční materiál s vysokou elektrickou i tepelnou vodivostí, mechanickou pevností a výhodnými optickými vlastnostmi.[149]

⁶ Fulleren je název původně používaný pro alotrop uhlíku, skládající se pouze z uhlíkových atomů uspořádaných do tvaru koule s penta a heptagonálním rozložením [150]. Tohoto uspořádání je možné dosáhnout i pro nitrid boritý, jehož fullerenová struktura je složena z atomů dusíku a boru. Na sympoziu týkající se boru v roce 1999 bylo rozhodnuto o zachování názvu fulleren i pro struktury tvořené jinými atomy, než je uhlík [151]. Nejznámější uhlíkový fulleren je C₆₀ (číslo 60 značí počet atomů uhlíku), ale existují i verze s vyšším i nižším počtem.[152]

Mezi důležité vlastnosti nitridu boru patří vysoká tepelná vodivost (250 – 400 W/mK pro h-BN)[98], nízká elektrická vodivost, vysoká elektrická pevnost (>10 kV/mm)[99] a nízký ztrátový činitel (~4)[99].



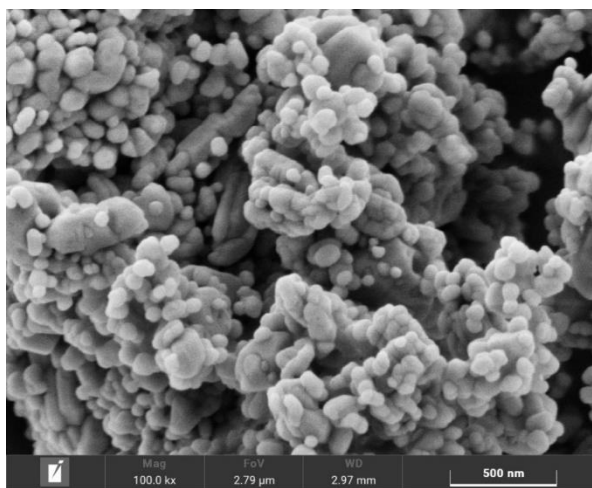
Obr. 11: Ukázka krystalické formy h-BN, převzato z [99].

Využitím vysoké tepelné vodivosti nitridu boru se aktivně zabývá mnoho studií (například [98, 100–102]), kde zamýšlené použití je v kompozitních materiálech s vylepšenou tepelnou vodivostí. Díky své vysoké tepelné vodivosti a kompatibilitě s polymery je možné je využít například pro pouzdra výkonových součástek, které vyzařují velké množství odpadního tepla [103]. Toto zjištění vede k možnosti uvažovat o aplikaci plniva na bázi BN jako další složky hlavního izolačního systému velkých elektrických strojů, kdy by díky nízké elektrické vodivosti a vysoké tepelné vodivosti bylo teoreticky možné ztenčit izolační stěnu vinutí při zachování dielektrických parametrů a současném zlepšení odvodu tepla ze stroje. Wang a kol. (2014)[104] prezentuje nanokompozitní materiál tvořený epoxidovou pryskyřicí a BN nanodestičkami, pro který byla dosažena tepelná vodivost 5,24 W/mK při 70 %hm podílu plniva. Udávaná tepelná vodivost je o 1600 % vyšší než u čisté epoxidové pryskyřice [104]. Přidáním jakékoliv další složky do kompozitního materiálu dochází k ovlivnění dielektrických parametrů, jako je například permitivita. V publikaci od Tsekmes a kol. (2015)[105] je zmíněn vliv přidání c-BN plniva do epoxidové pryskyřice na permitivitu. Bylo zjištěno, že při malých hmotnostních podílech plniva vzorky vykazují nižší relativní permitivitu než v případě čisté epoxidové pryskyřice, ale se zvyšujícím se podílem plniva relativní permitivita roste nad hodnotu čisté epoxidové pryskyřice. Práh, kdy permitivita začne opět růst a převyšovat čistou epoxidovou pryskyřici v článku není, nicméně z prezentovaných grafů lze předpokládat hodnotu mezi 1 až 5 hm% [105].

1.7.3 Oxid hlinitý

Oxid hlinitý (Al_2O_3) je anorganickou sloučeninou přirozeně se vyskytující nejčastěji v krystalické formě v minerálech, například v korundu nebo bauxitu [106]. S touto sloučeninou je ve výzkumné sféře ve velké míře experimentováno ať již v oblasti elektrotechniky [107, 108], chemie [109], strukturální mechaniky [110] nebo biomedicíny [111], nejčastěji ve formě prášku viz Obr. 12.

Mezi nejdůležitější vlastnosti patří nízká elektrická vodivost (jedná se o izolant), dobrá tepelná vodivost a vysoká teplota tání [112]. Konkrétní hodnoty se vždy liší podle čistoty výsledného produktu, nicméně elektrická pevnost se pohybuje kolem 10 kV/mm, relativní permitivita kolem 9 a tepelná vodivost od 4 do 29 W/mK [113].

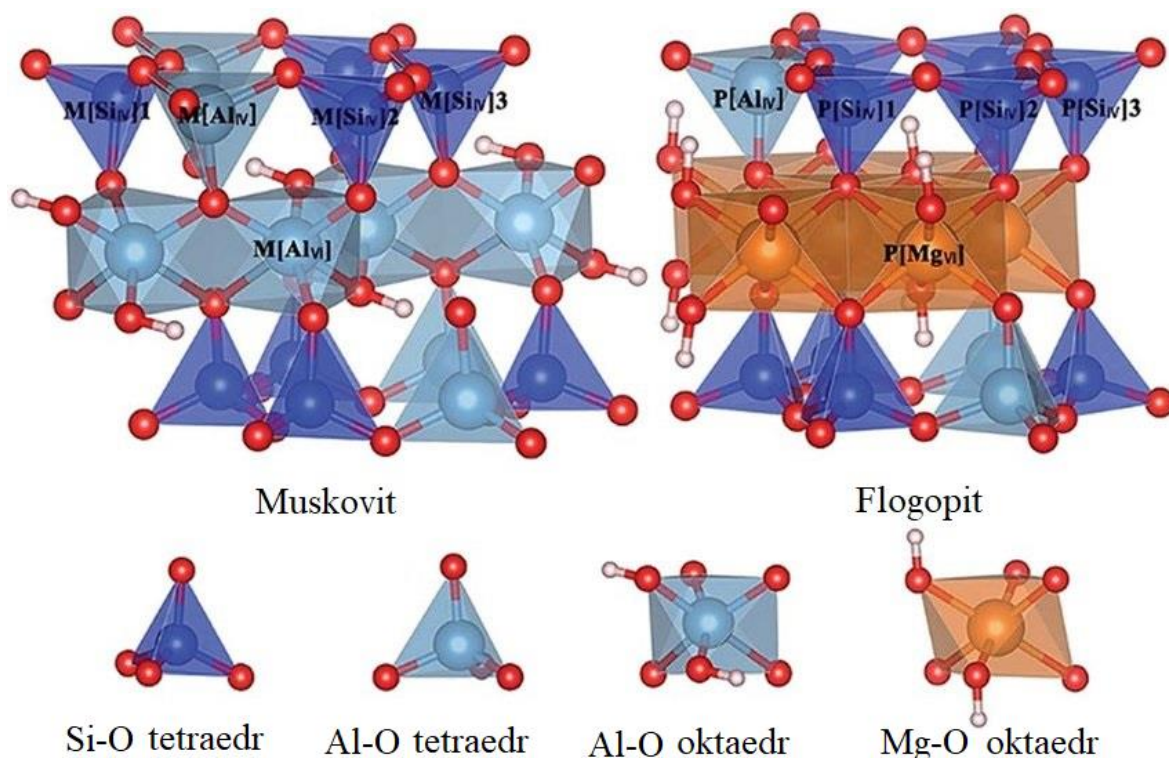


Obr. 12: Ukázka prášku Al_2O_3 pod SEM, převzato z [114].

Stejně jako u nitridu boru, tak i u oxidu hlinitého existují studie zabývající se použitím materiálu jako plniva pro vylepšení vlastností izolací v silnoproudých aplikacích. Vylepšení vlastností často spočívá ve zvýšení tepelné vodivosti izolačního materiálu. V publikaci od Trnka a kol. (2016)[70] je zmiňováno testování vzorků izolace točivých strojů s přidaným mikroplnivem Al_2O_3 . Myšlenka přidání mikroplniva spočívala ve zvýšení tepelné vodivosti izolační stěny a ve zlepšení odvodu tepla ze stroje, což bylo potvrzeno simulací pomocí metody konečných prvků. Vyrobene vzorky byly testovány na elektrickou pevnost, ztrátový činitel a vnitřní rezistivitu. U vzorků došlo k nárůstu ztrátového činitele společně s rostoucí úrovní plnění. Rezistivita a elektrická pevnost neměla jasný trend, nicméně u některých úrovní plnění došlo k poklesu a u jiných naopak k nárůstu.

1.7.4 Slída

Slída je obecný název pro skupinu 37 různých minerálů s vrstvenou deskovitou strukturou skládající se převážně z křemíku, hliníku, hořčíku a draslíku [115, 116]. Komerčně nejvyužívanější a nejdůležitější jsou i z pohledu elektrotechniky muskovit (muscovite) a flogopit (phlogopite). U muskovitu v chemickém složení chybí hořčík a převažuje hliník ($\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$). U flogopitu se v chemickém složení naopak hořčík vyskytuje ($\text{KMg}_3(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), jak je vidět i na následujícím Obr. 13 [117].



Obr. 13: Chemická struktura muskovitu (vlevo) a flogopitu (vpravo), převzato a přeloženo z [118].

Při vzájemném srovnání muskovitu a flogopitu lze pozorovat několik dalších rozdílů. Muskovit má zbarvení lehce nažloutlé nebo je úplně bezbarvý a flogopit má jantarovou až hnědočervenou barvu. Z hlediska hustoty jsou oba druhy stejné [119]. Pro elektrotechniku je slída důležitým materiálem, protože dosahuje vysoké elektrické pevnosti, malých dielektrických ztrát, má vysokou rezistivitu a vyznačuje se odolností vůči obloukovému a koronovému výboji bez trvalého poškození [120]. Mezi obecné vlastnosti slídy vhodné pro použití v elektrotechnice patří jednoduchost zpracování. Slída je také považována za netoxickou, neabsorbuje vlhkost, je chemicky odolná a téměř nepodléhá stárnutí [121].

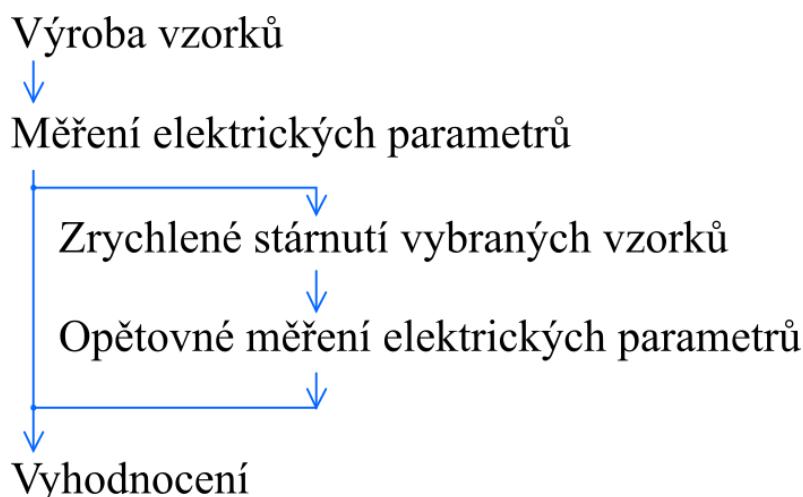
Udávaná elektrická pevnost pro muskovit je 180 – 250 kV/mm a pro flogopit je 150 – 190 kV/mm [116]. Důležitým parametrem je také maximální pracovní teplota, která je u muskovitu přibližně od 500 do 600 °C a u flogopitu přibližně od 800 do 1000 °C [122].

Další důležitý parametr pro využití slídy v elektrotechnice je relativní permitivita. Zde jsou si oba zmíněné druhy slídy velmi podobné, konkrétně je pro muskovit relativní permitivita 6 – 7 a pro flogopit 5 – 6 [122]. Flogopit má také nepatrně vyšší koeficient lineární teplotní roztažnosti oproti muskovitu. Z pohledu ceny je muskovit levnější a proto je také oproti flogopitu častěji využíván [119]. Pro aplikace v elektrotechnice převažuje použití muskovitu a flogopit je naopak nejčastěji využíván pro vysokoteplotní aplikace [123, 124].

V elektrotechnice se slída používá například v hlavních izolacích točivých strojů a transformátorů (ve formě slídového papíru viz Příloha 1), jako izolace mezi lamelami komutátorů, pro kabelové izolace odolné vůči ohni, jako dielektrikum v kondenzátorech, v elektronice, u vyhřívacích elementů nebo jako izolační přepážky v bateriových sestavách [116, 120, 125, 126].

2 Experimentální část

Experimentální část práce se věnuje charakterizaci vícevrstvých kompozitních materiálů pro izolační systémy vysokonapěťových elektrických strojů, které obsahují perspektivní složky na bázi polymerní fólie nebo částicového plniva. Samotné charakterizaci předchází laboratorní výroba vzorků pro testování. Tyto vzorky jsou tvořeny prepregy pro technologii Resin-Rich a polymerními fóliemi teoreticky představenými v kapitole 1.6 nebo částicovými plnivy teoreticky představenými v kapitole 1.7. Dále je prezentován návrh a realizace experimentu zrychleného tepelného stárnutí. Danému experimentu byly podrobeny vybrané kompozity, u kterých byly porovnány sledované materiálové charakteristiky před a po zrychleném tepelném stárnutí. Posloupnost provedení experimentální části je znázorněna na následujícím Obr. 14.



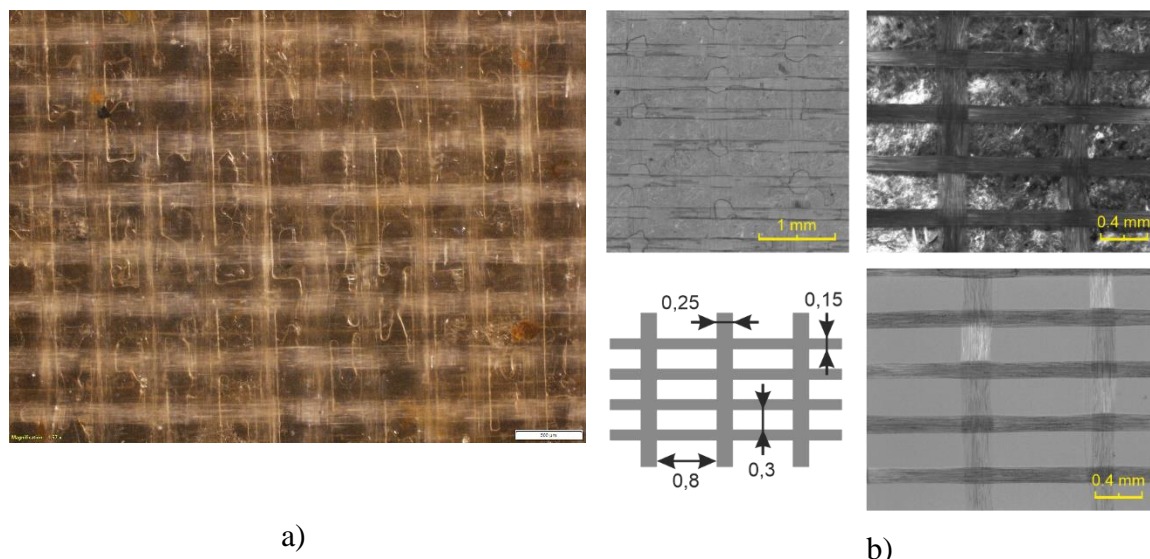
Obr. 14: Znázornění zvoleného postupu v experimentální části.

2.1 Příprava referenčních vzorků

Při návrhu experimentu bylo nejprve nutné vyrobit tzv. referenční vzorky, tj. vzorky, které se skládají pouze ze základních použitých materiálů a neobsahují žádné jiné doplňující složky.

Pro experiment byl vybrán v návaznosti na předchozí bakalářskou práci [8] materiál Relanex ve formě prepregů od dodavatele Cogebi (viz Obr. 15). Prepregy jsou určeny pro izolační systém s teplotní třídou F (155 °C) a pro zpracování technologií Resin-Rich.

Relanex je dodáván v tloušťce $0,22 \pm 0,035$ mm, obsah slídy je 160 ± 12 g/m², obsah pryskyřice je 108 ± 13 g/m² a celková plošná hustota je 301 ± 27 g/m². Dle výrobce obsahuje nekalcinovaný slídový papír.



Obr. 15: Použitý materiál Relanex: a) snímek vytvrzeného kompozitu b) detailní snímky prepregu se snímky po vypálení epoxidové pryskyřice při vysoké teplotě a náčrso rozměrů skleněné tkaniny. Snímky byly pořízeny optickým mikroskopem Olympus SZX10 s optikou DFPL 0,75X-4.

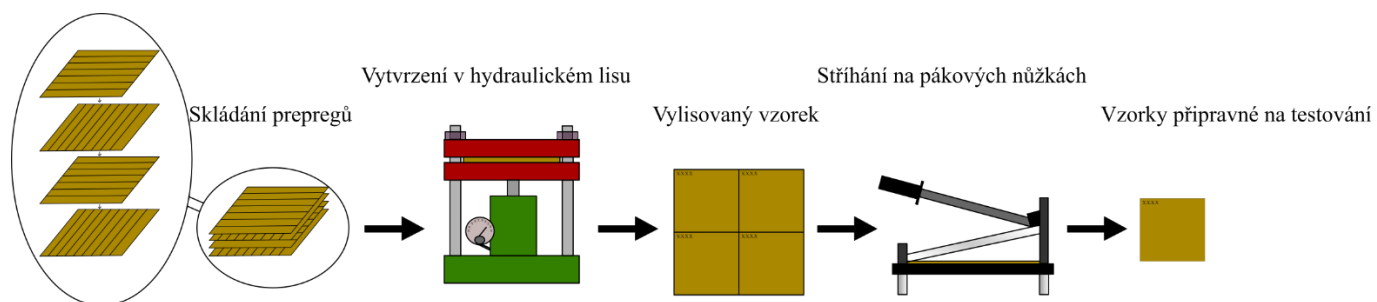
Využívaný prepreg byl nařezán na listy o rozměrech 25×25 cm, které byly před zpracováním uchovávány v mrazničce při teplotě -18 °C, aby nedocházelo k samovolnému dotvrzování pryskyřice. Několik hodin před zpracováním byly prepregy z mrazničky vyjmuty. Tento krok byl před přípravou důležitý pro zajištění dostatečného času pro vyrovnání teplot a omezení srážení vlhkosti, které by vedlo k následnému znehodnocení připravovaných vzorků.

Prepregy Relanexu na sebe byly skládány se vzájemným pootočením o 90 ° vždy tak, aby směry osnov skleněných vláken výztuže obsažené v prepregu byly na sebe kolmé. Vždy také bylo dodrženo skládání tak, že spodní prepreg byl otočen hrubou stranou směrem k podložce a lesklou stranou vzhůru. Každý další prepreg byl s příslušným natočením pokládán vždy lesklou stranou dolů. Po každém položení prepregu byl celý sendvič uválcován dřevěným válečkem pro zajištění co nejlepšího přilnutí a pro případné vytlačení vzduchových bublin u prepregů, které se k sobě lepily.

Výsledný sendvič byl uložen do teflonového listu, který pak byl vložen do vyhřívaného hydraulického lisu Carver Laboratory Press Model 2518. Teflonový list byl nutný, aby vytékající pryskyřice neznečistila a nezalepila hydraulický lis a také, aby bylo možné vzorky snadno vyjmout, protože k teflonovému listu nepřilnou. Do teflonového listu byly vloženy distanční podložky ke každému rohu sendviče pro zajištění rovnoměrné tloušťky výsledného kompozitu. Pro efektivní využití hydraulického lisu byly zároveň připravovány dva vzorky kompozitních materiálů. Z toho důvodu byla na spodní vzorek v lisu umístěna ocelová deska

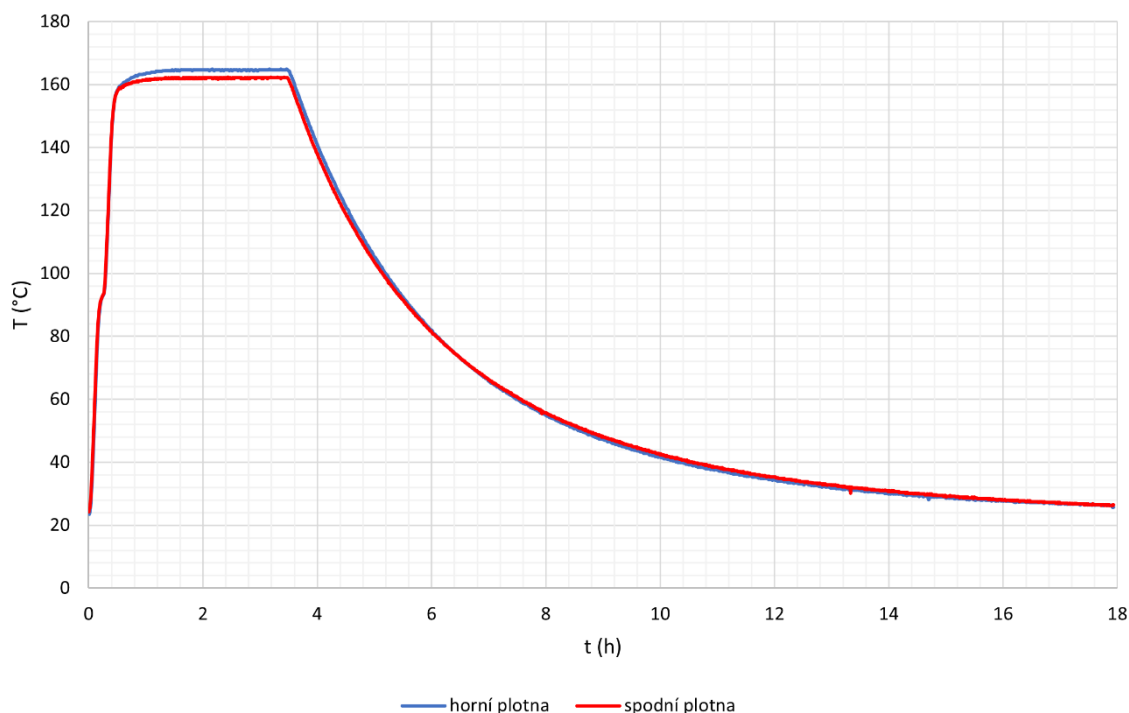
o tloušťce zhruba 10 mm, která zajistila oddělení obou vzorků a vytvoření pevného podkladu.

Po vložení prepregových sendvičů do lisu byl hydraulický lis dotažen na lehký dotek ploten se vzorkem a byl spuštěn program vyhřívání. Vyhřívací program ploten lisu byl nastaven dle pokynů dodavatele prepregů tak, že nejprve došlo k postupnému zvýšení teploty na 100 °C, na které bylo setrváno 5 minut a poté se začala podle programu zvyšovat teplota vyhřívání ploten na 165 °C. Po 15 minutách od zapnutí vyhřívání lisu, kdy došlo k nárůstu na teplotu 165 °C, byl lis dotažen na přitlačnou sílu 65 kN. Postup výroby vzorků je graficky shrnut na následujícím Obr. 16.



Obr. 16: Grafické znázornění postupu výroby referenčních vzorků.

Vytvrzovací proces v lisu trval přibližně 3 hodiny a poté bylo programově vypnuto vyhřívání a lis samovolně chladl na laboratorní teplotu. Teplotní rampa hydraulického lisu byla ověřena měřením pomocí přístroje UNI-T UT71D s termočlánkem typu K pro horní i spodní plotnu lisu a je zobrazena na Obr. 17. Jak je z grafu vidět, průběh teploty je pro obě plotny stejný a jediná odlišnost je v maximální teplotě, která se mezi plotnami liší o zhruba o 2,5 °C. Každý vyrobený vzorek byl dále pákovými nůžkami po označení rozstříhán na 4 menší vzorky o rozměrech 10×10 cm, které byly připraveny k měření.

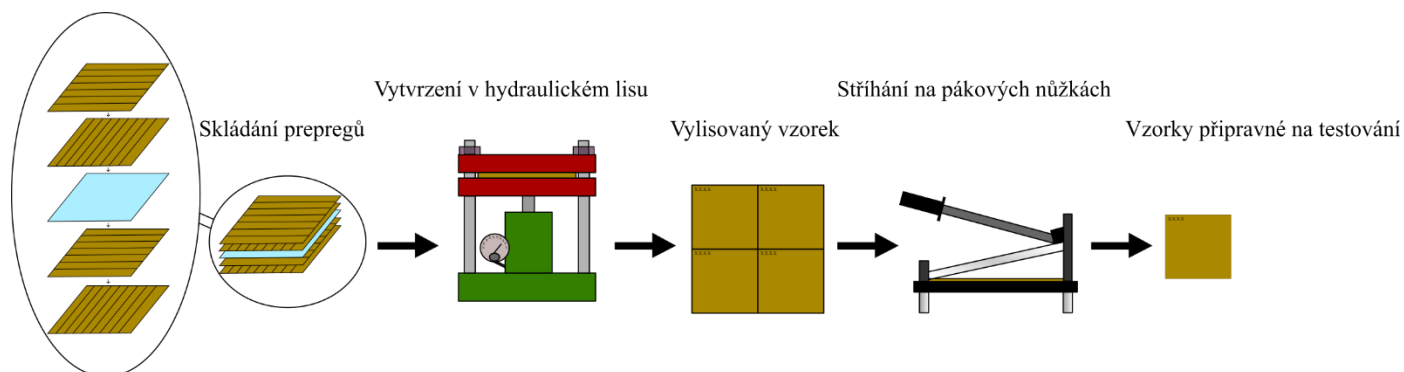


Obr. 17: Průběhy teploty v čase na obou plotnách vyhřívaného hydraulického lisu při nastaveném programu vytvrzování vzorků.

V reakci na recenzi článku [127] autorského týmu z roku 2022 byly připraveny i další vzorky s natočením prepregů o 30° a 45° pro věrnější simulaci elektroizolačního systému vysokonapěťových strojů. Postup výroby byl stejný jako u klasických vzorků, pouze došlo k přesnému natočení na sebe kladených prepregů o určitý úhel. Proběhl dílčí experiment ověření referenčních vzorků mezi sebou, zda se sledované elektrické parametry mění v závislosti na natočení na sebe skládaných prepregů. Bylo zjištěno, že vliv natočení jednotlivých prepregů nemá vliv na výsledné sledované parametry vzorků. Při laboratorní výrobě je vhodnější skládání prepregů s natočením o 90° ať už z důvodu menšího množství odpadu, tak i z důvodu snadnějšího zpracování. Při výrobě vzorků byl tedy následně používán pouze systém skládání s natočením o 90° .

2.2 Příprava vzorků s polymerními fóliemi

Příprava vzorků doplněných o polymerní fólie byla velmi podobná přípravě referenčních vzorků. Na následujícím Obr. 18 je zobrazen proces výroby.



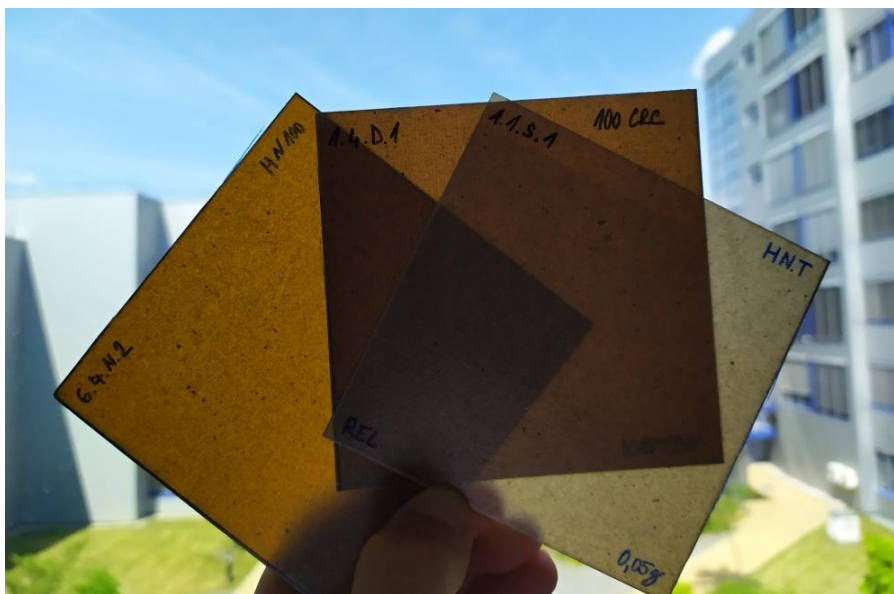
Obr. 18: Grafické znázornění postupu výroby vzorků s polymerními fóliemi (ukázka pro výrobu vzorku s jednou vrstvou fólie uprostřed).

Použité fólie byly vždy řezány na přibližný rozměr prepregů a byly vloženy mezi jednotlivé prepregy ve skladbě. Byly vyrobeny vzorky s různým počtem polymerních fólií pro zjištění chování v kompozitním materiálu jednak při výrobě (delaminace) a také pro zjištění jejich vlivu na elektroizolační vlastnosti. Použité fólie byly Kapton 100HN (PI), Kapton 100CRC (PI), Teonex Q51 (PEN), Mylar A30 (PET) a PA6 fólie. Dodavatelé těchto fólií a také jejich tloušťky jsou v následující Tab. 1.

Tab. 1: Seznam použitých polymerních fólií, jejich výrobců a tlouštěk.

Výrobce	Název	Tloušťka fólie (μm)
DuPont™	Kapton 100HN	25
DuPont™	Kapton 100CRC	25
DuPont™	Teonex Q51	25
DuPont™	Mylar A30	30
Goodfellow	PA 6	15

U vzorků s Kaptonem 100CRC (s protikorozivní úpravou povrchu) bylo zjištěno, že dochází k horší adhezi k prepregům a po lisování dochází k výraznější delaminaci. U Kaptonu 100HN se problém s delaminací po lisování neprojevil. Výborná adheze k prepregům byla také v případě výroby vzorků s fóliemi PEN, PEN a PA6. Ukázka vyrobených vzorků je na následujícím Obr. 19.



Obr. 19: Vyrobené vzorky s PI fólií (vlevo a uprostřed) a s HNT plnivem (vpravo).

2.3 Příprava vzorků s nanočásticovými a mikročásticovými plnivy

Nanášení nanočásticových plniv na prepregy a následná výroba nebyly tak přímočaré jako při využití fólií. Bylo nejprve nutné provést rešerši, vytipovat vhodná částicová plniva, a otestovat vhodná rozpouštědla, ve kterých mohly být částice rozptýleny. Následně bylo potřeba zajistit způsob ideálně homogenního nanesení částic na prepregy při dodržení bezpečnostních opatření spojených s prací s nanočásticemi a mikročásticemi.

Jako první probíhaly experimenty s nanočásticemi hallositu (HNT). Pro experimentální výrobu vzorků se dále (mimo HNT) podařilo zajistit nanočástice oxidu hlinitého (Al_2O_3), nitridu boru (BN) a mikročástice slídy. Základní informace o použitých částicových plnivech jsou obsaženy v následující Tab. 2 a snímek použitých částic následuje na Obr. 20.

Tab. 2: Seznam použitých částicových plniv, jejich dodavatelů a průměrné velikosti částic.

Dodavatel	Název	Průměrná velikost částic (nm)
I-Minerals Inc. USA	Ultra Hallopure Halloysite (HNT)	15-20 × 2000
Nanostructured & Amorphous Materials Inc.	Aluminum Oxide (Al_2O_3)	10
Nanostructured & Amorphous Materials Inc.	Boron Nitride (BN)	137
HPF Minerals (Quarzwerke Group)	Tremica 1473 - 010 AST (Muscovite)	3000



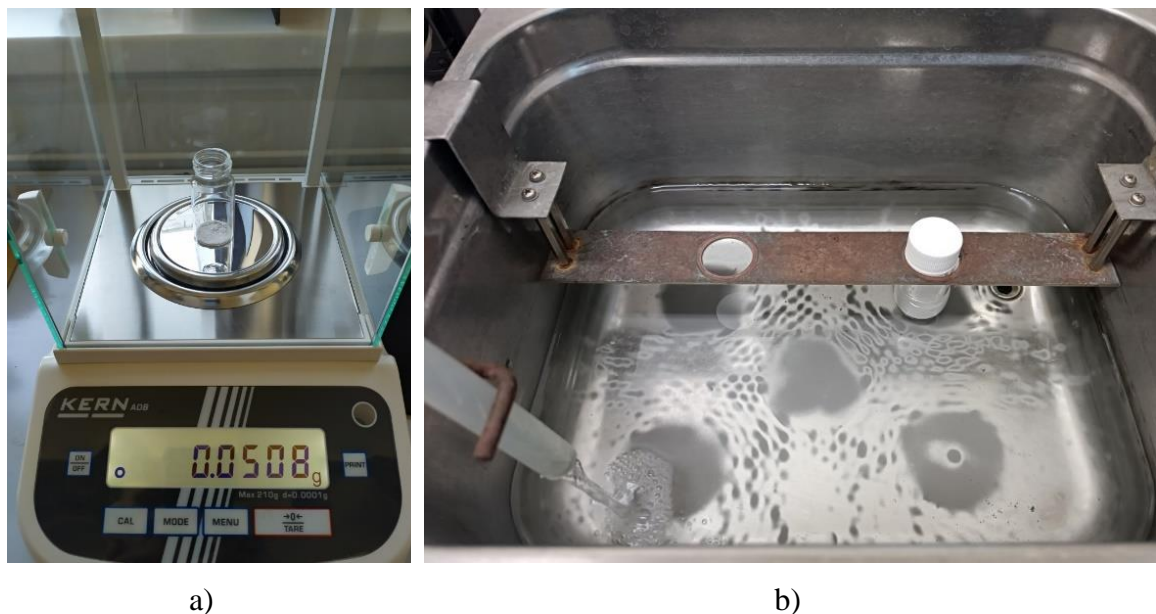
Obr. 20: Snímek použitých částicových plniv vedle sebe, zleva: HNT, BN, Slída, Al_2O_3 .

Z rešerše na téma laboratorního nanášení nanočástic na povrch bylo z odborných publikací [128–131] zjištěno, že pro nanášení se nejčastěji používá technologie z kapalně fáze, nejčastěji metoda airbrush. V návaznosti na zjištění bylo nutné stanovit optimální rozpouštědlo pro rozptýlení vybraných částic. Z následné rešerše vhodných rozpouštědel pro HNT bylo zjištěno z odborných publikací [84, 87, 128, 132], že se k rozptýlení HNT používá středně až vysoce polárních rozpouštědel.

Zvolená rozpouštědla pro testování byla ethanol (EtOH), isopropylalkohol (IPA), aceton (Ace), dimethyl acetamid (DMAc) a demineralizovaná voda (DH_2O). V první části testování byla hledána optimální koncentrace částic v daných roztocích, kde by částice sedimentovaly co nejpomaleji a bylo by je možné rovnoměrně rozptýlit v rozpouštědle a následně nanést.

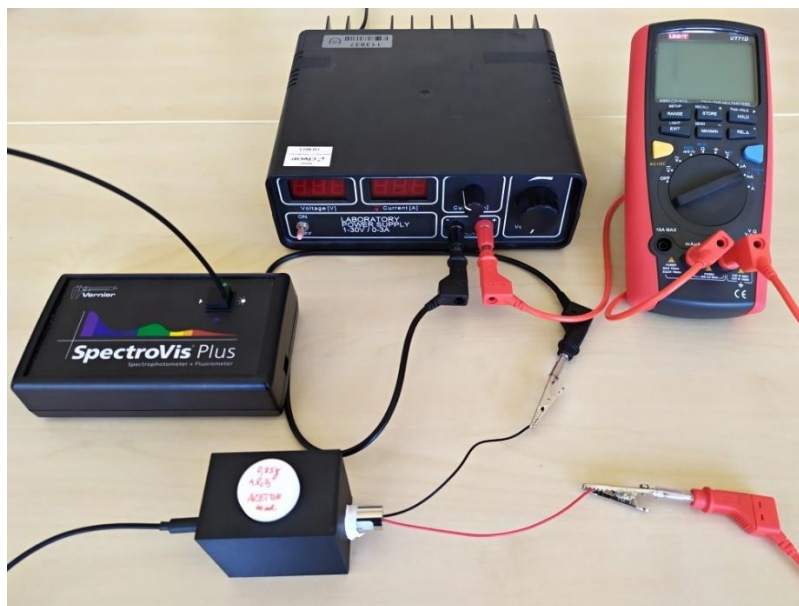
Testování probíhalo tak, že byly připraveny nádobky, do nichž byly přidány částice o dané hmotnosti a následně bylo injekční stříkačkou přidáno 10 ml rozpouštědla. Částice v nádobce byly nejprve ručně mechanicky rozmíchány a poté bylo do nádobky vloženo magnetické míchátko a na magnetické míchačce WiseStir MSH-20D probíhalo míchání při 1350 ot/min po dobu 5 minut. Ihned po míchání bylo vyjmuta magnetické míchátko a vzorek byl vložen do ultrazvukové míchačky Polsonic Sonic-10 (zobrazené na následujícím Obr. 21 b), kde byl ponechán 5 minut. Následně byla zhodnocena míra rozmíchání a sedimentace pouze vizuálně. Počáteční hmotnost přidávaných částic byla 0,1 g. Jelikož docházelo k téměř okamžité viditelné tvorbě aglomerátů, sedimentaci a nedošlo k rozmíchání částic (zbytky na dně nádobky), byla hmotnost postupně upravována směrem dolů až do nalezení optima.

Z testovaných variant se jako nejvhodnější jeví využití 0,05 g nanočástic na 10 ml roztoku (navážení částic na analytické váze Kern ADB 200-4 je na následujícím Obr. 21 a). Výstupem z tohoto dílčího experimentu byla také tabulka kompatibility jednotlivých částic a rozpouštědel z hlediska rozmíchatelności a rychlosti sedimentace. Tato tabulka je uvedena v Příloze 2.



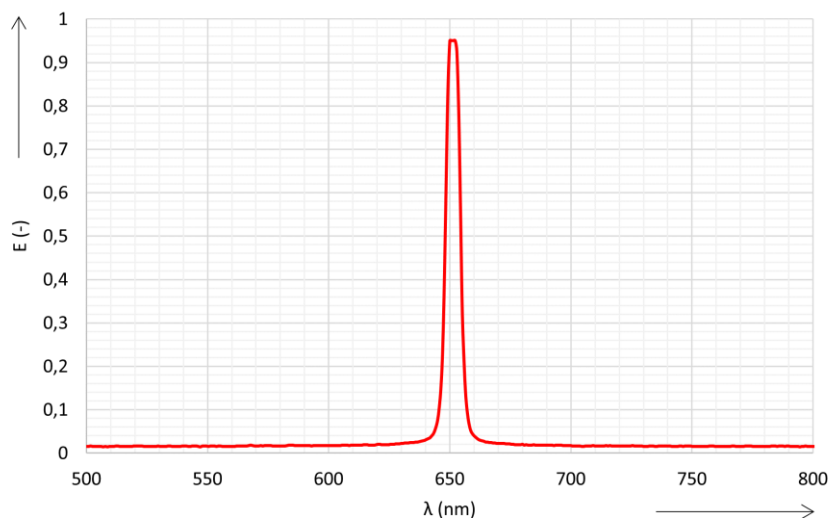
Obr. 21: Proces navážení a míchání částic: a) navážení přesné hmotnosti částic na analytické váze, b) proces míchání v ultrazvukové míchačce.

Po nalezení optimální koncentrace částic bylo hledáno optimální rozpouštědlo. Jelikož časy sedimentace byly výrazně delší než při vyšších koncentracích částic, bylo třeba jemnějšího rozlišení a zároveň vyloučení lidského faktoru, tak byl sestaven experiment s pomocí spektrofotometru Vernier SpectroVis Plus (viz následující Obr. 22). Ve volně dostupném online programu Onshape byl navržen přípravek pro umístění nádoby s testovaným vzorkem, na kterou z jedné strany dopadal laserový paprsek z laserového modulu MXD1230 a z druhé strany byla snímána intenzita procházejícího světla přes obsah nádoby optickým vláknem spektrofotometru. Přípravek byl vytištěn na 3D tiskárně a po zkušebním použití proběhla optimalizace a následovný tisk již plně vyhovujícího přípravku. Kompletní dokumentace navrženého přípravku je uvedena v Příloze 3.



Obr. 22: Uspořádání pro měření časového profilu sedimentace částic s využitím navrženého přípravku.

V programu dodaném ke spektrofotometru bylo zvoleno měření intenzity světla v závislosti na čase a intenzita byla snímána pouze na jedné vlnové délce – na vlnové délce laseru, která byla přístrojem nejprve ověřena a stanovena na 651 nm (viz Obr. 23).

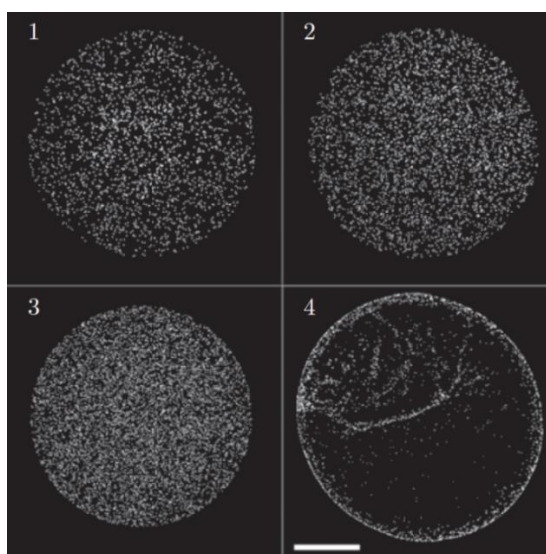


Obr. 23: Ověření spektra vyzařovaného laserovým modulem.

Následně byly připravovány roztoky s částicemi a jednotlivými rozpouštědly a ihned po rozmíchání vkládány do měřícího přípravku. Demineralizovaná voda byla nakonec z experimentu vyřazena, jelikož se při jejím použití vyskytuje problém s dlouhou dobou odpařování při nanášení. Při nanesení většího množství vody dochází k tvorbě shluků částic na povrchu, než se voda odpaří. Zároveň tím také dochází k tvorbě tzv. coffee rings, což jsou útvary zanechané na povrchu po schnutí. Tím, jak se kapičky vody odpařují od krajů se masa

kapky ze středu přesouvá ke kraji a případné částice stahuje ke krajům s sebou a tím dochází k nerovnoměrnému rozprostření a tvorbě prstenců [133]. K tomuto jevu dojde při vypařování všech kapalin, nejenom vody, nicméně u vody je tento jev nejvýraznější kvůli dlouhým dobám odpařování při laboratorní teplotě.

Z toho důvodu byly v dalším průběhu experimentu používány pouze těkavé látky s rychlým odparem. Na následujícím Obr. 24, který je převzatý z odborné publikace [133], je fluorescenční mikroskopií zobrazena distribuce částic po nakápnutí na povrch. Na dílčích obrázcích 1 až 3 došlo k nakápnutí na hydrogel⁷ a k absorbování rozpouštědla (vody). V případě obrázku 4 bylo nakápnutí částic v rozpouštědle provedeno na neabsorbující materiál (sklo) a je názorně vidět nerovnoměrná distribuce částic po odparu rozpouštědla.



Obr. 24: Ukázka tvorby tzv. coffee rings při odparu rozpouštědla, převzato z [133]

Ze zjištěných průběhů a časů vyplynulo, že optimální rozpouštědlo je ethanol, naopak dimethyl acetamid a aceton jsou nepoužitelné (průběhy uvedeny v Příloze 4). Z dalšího testování také vyplynulo, že předchozí mechanické rozmíchání na magnetické míchače před mícháním ultrazvukem nemá v tak nízko viskózním rozpouštědle vliv a může být z procesu vynecháno, čímž dojde k výrazné úspoře času.

Tato sekvence experimentů byla stanovena a provedena nejdříve s nanočásticemi HNT, jelikož byly jako jediné k dispozici ihned po sestavení experimentu a vzhledem k časové

⁷ Hydrogely jsou trojrozměrné zesíťované polymerní struktury schopné absorbovat velké množství vody. Jsou nerozpustné a v přírodě se vyskytují jako kolagen nebo želatina, nicméně jsou často připravovány synteticky. Enviromentálně citlivé hydrogely mohou být použity k různým aplikacím díky své schopnosti změny objemu v reakci na změnu prostředí. Využití je například v senzorech, biosenzorech, aktuátorech, fyziologických membránách a dalších.[153]

náročnosti bylo nutné stanovit postup co nejdříve a pro další dodané částice postup již jen replikovat.

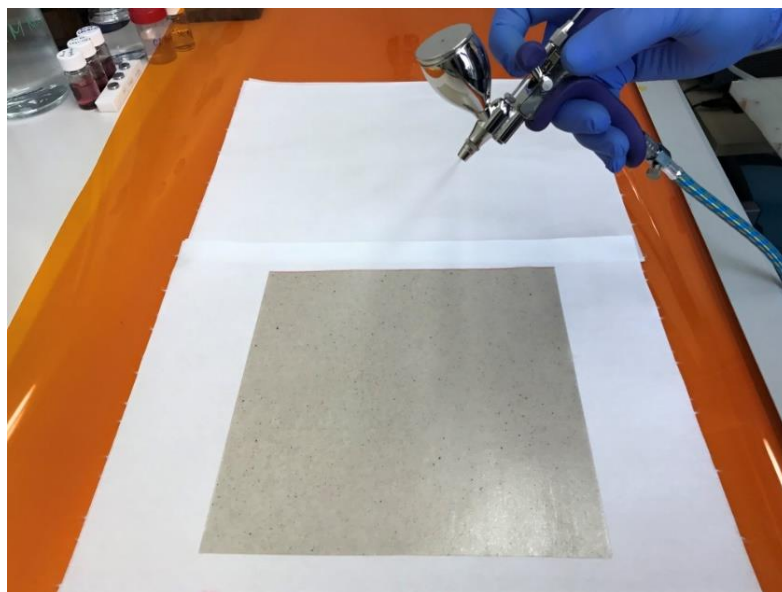
Pro nanočástice Al_2O_3 byl opakován stejný experiment pro zjištění optimálního rozpouštědla. Koncentrace nanočástic již byla ponechána stejná jako u HNT tj. 0,05 g/10 ml. Z experimentu pro Al_2O_3 byla zjištěna naprosto jiná dynamika sedimentace nanočástic oproti HNT, což ovšem může souviset s rozdílnou velikostí nanočástic. Pro Al_2O_3 vyšlo jako optimální rozpouštědlo isopropylalkohol, nicméně výsledek byl jen o málo lepší než pro ethanol. Sedimentace byla u obou tak pomalá, že rozdíl byl zanedbatelný, a proto byl pro zachování stejných podmínek experimentu zvolen opět ethanol. Bylo opět zjištěno, že aceton je jako rozpouštědlo pro tento typ částic nevhodný.

Pro nanočástice nitridu boru (BN) nebyla ani po 20 minutách patrná žádná výrazná sedimentace pro rozpouštědla IPA, ethanol a dimethyl acetamid. Pro aceton byl zaznamenán mírně rostoucí trend, nicméně i tento byl naprosto zanedbatelný v porovnání s ostatními druhy částic.

Pro částice slídy vyšlo jako optimální rozpouštědlo z hlediska sedimentace isopropylalkohol, nicméně opět pouze v zanedbatelné míře oproti ethanolu. Nepoužitelné rozpouštědlo byl aceton a také dimethyl acetamid.

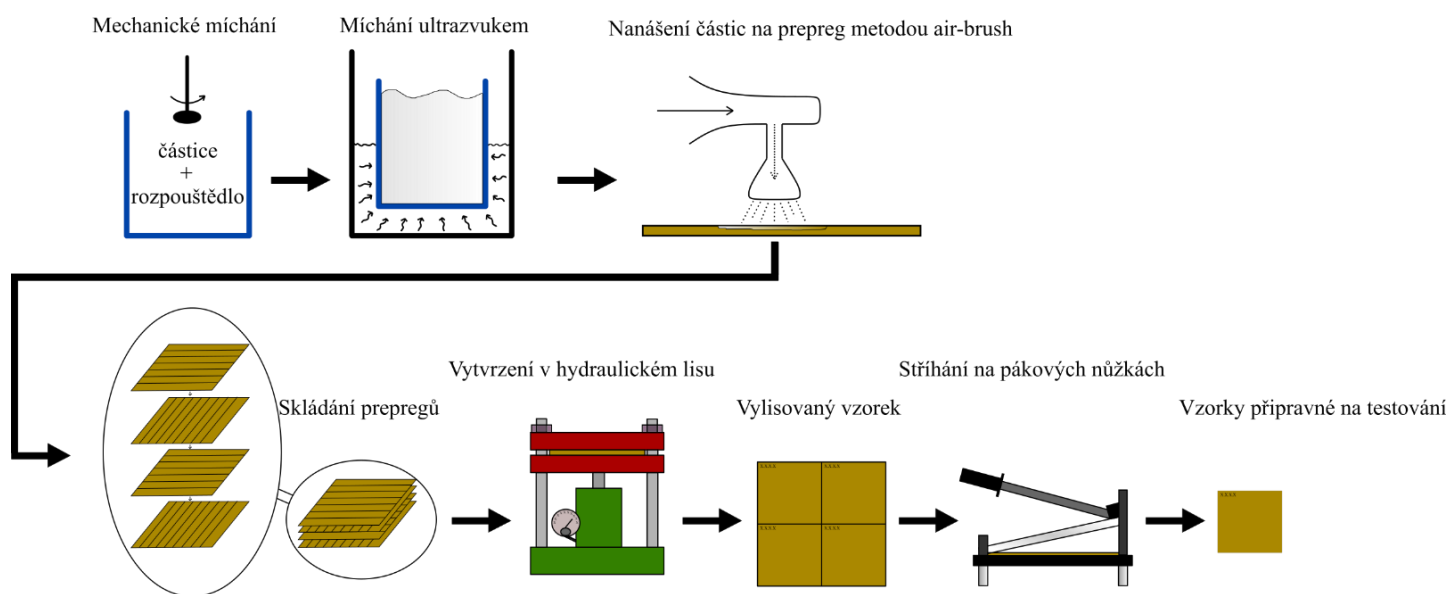
Pro nanášení všech typů zvolených částic byl na základě provedeného experimentu vybrán jako optimální rozpouštědlo ethanol. Podmínky experimentu tudíž zůstaly zachovány stejné pro všechny druhy nanášených částic.

Částice byly na povrch prepregů nanášeny z kapalně fáze airbrush pistolí Harder & Steenbeck Colani s použitou tryskou 0,8 mm viz následující Obr. 25.



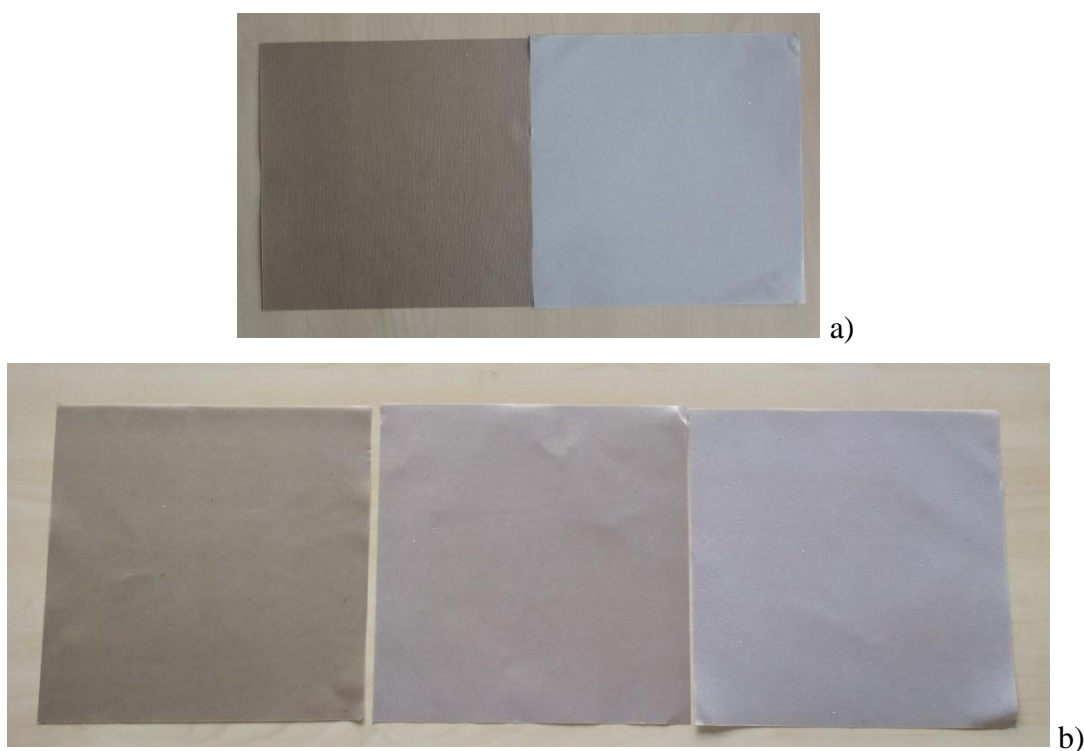
Obr. 25: Snímek z procesu nanášení částic pomocí metody airbrush.

Nanášení airbrush pistolí probíhalo v laboratoři s odtahem a za použití ochranné celoobličejové masky 3M 6800 s filtry 3M 6099. Částice byly nanášeny rovnými tahy přes prepreg se začátkem a koncem mimo prepreg a jednotlivé tahy měly minimální překryv. Na prepreg byla vždy nanášena jedna vrstva (pokrytí celého prepregu jednou vrstvou) a poté bylo vyčkáno do zaschnutí a následně byla aplikována další vrstva. Při výrobě vzorků se zamýšleným vyšším obsahem částicového plniva bylo nanášeno více vrstev na daný prepreg. Grafické znázornění postupu výroby je na následujícím Obr. 26.



Obr. 26: Grafické znázornění postupu výroby vzorků s částicovými plnivými.

Po nanesení částic byly prepregy opět zpracovány stejným způsobem jako referenční vzorky a vzorky s fóliemi, tj. seskládány na sebe a vloženy do lisu s použitím stejného přítlaku ploten a stejného teplotního programu. Na následujícím obrázku je ukázka zbarvení prepregů po aplikování částicových plniv a před dalším zpracováním. Na Obr. 27 a) je vlevo prepreg v dodaném stavu a vpravo prepreg po aplikaci maximálního množství (8x0,05 g) nitridu boru. Na Obr. 27 b) je vlevo prepreg v dodaném stavu, uprostřed prepreg po aplikaci maximálního množství (8x0,05 g) Al_2O_3 a vpravo prepreg po aplikaci maximálního množství (8x0,05 g) HNT.



Obr. 27: Prepregy po nanesení částicových plniv: a) vlevo prepreg v dodaném stavu a vpravo prepreg po aplikaci maximálního množství (8x0,05 g) nitridu boru, b) vlevo prepreg v dodaném stavu, uprostřed prepreg po aplikaci maximálního množství (8x0,05 g) Al_2O_3 a vpravo prepreg po aplikaci maximálního množství (8x0,05 g) HNT.

2.4 Měření dielektrických parametrů vzorků

Po fázi výroby vzorků následovalo měření vybraných dielektrických parametrů, které by poskytly informace o změnách v této oblasti. Uvedené změny dielektrických vlastností experimentálně upravených kompozitních materiálů oproti referenčním vzorkům poskytují důležité informace o vhodnosti těchto úprav, a hlavně o celkovém vlivu přidaného materiálu na výsledné elektroizolační vlastnosti kompozitu.

Vybrané dielektrické parametry byly měřeny na všech nově vyrobených vzorcích a poté na těch stejných vzorcích vystavených zrychlenému tepelnému stárnutí. Tímto přístupem

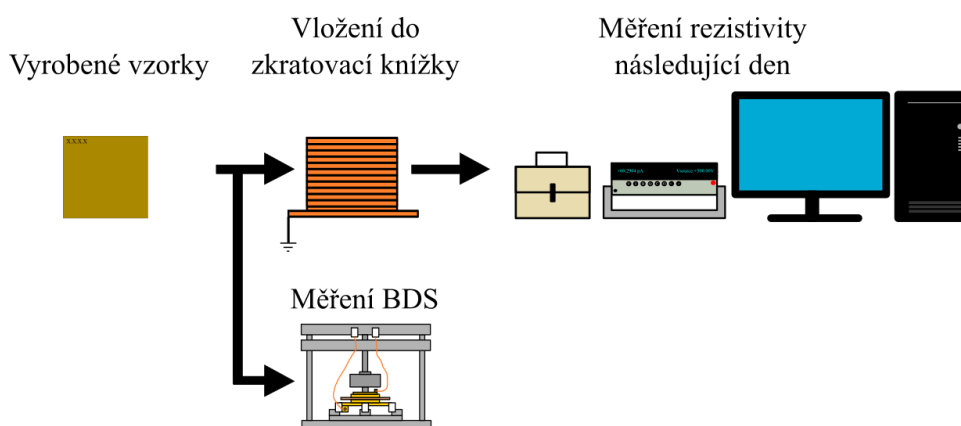
bylo možné následně porovnávat změnu dielektrických parametrů upravených vzorků vůči referenci (před stárnutím), změnu dielektrických parametrů upravených vzorků vůči referenci (po stárnutí) a také vlastnosti jednotlivých vzorků po stárnutí mezi sebou.

Z dielektrických parametrů byla měřena vnitřní rezistivita vzorků a také bylo provedeno měření širokopásmovou dielektrickou spektroskopií (BDS).

Měření vnitřní rezistivity je základním měřením pro elektroizolační materiály a poskytuje základní informaci o stavu elektroizolačního systému. Využití tohoto měření po zakomponování jednotlivých doplňujících složek umožňuje hodnotit, zda nedošlo k výraznému narušení elektroizolační schopnosti a zvýšení prosakujícího proudu izolací. Širokopásmová dielektrická spektroskopie poté umožňuje zjistit chování kompozitního materiálu v elektrickém poli při různých frekvencích (případně i různých teplotách) a určit míru dielektrických ztrát, které by v provozu vedly k zahřívání izolace a možné degradaci.

2.4.1 Metodika měření a zpracování dat

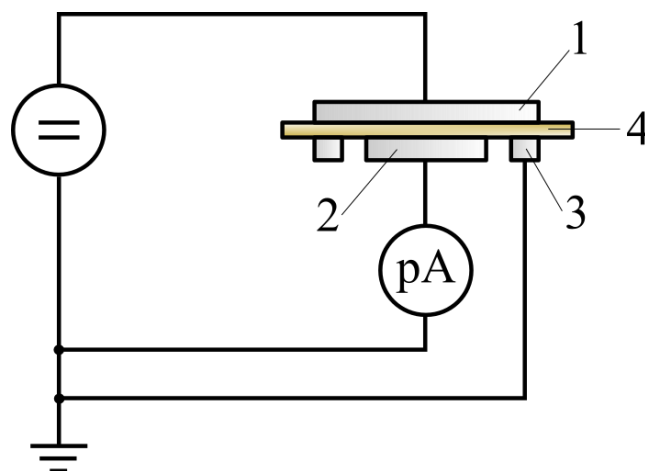
Měření vnitřní rezistivity vzorků předcházelo vložení do zkratovací knížky tvořené z tenkého měděného plechu, který byl uzemněn pro odvedení případného naakumulovaného náboje z kompozitních vzorků. Případný náboj by mohl ovlivnit výsledky měření. Vzorky byly do zkratovací knížky vloženy vždy v den předcházející měření tak, aby doba setrvání ve zkratovací knížce byla alespoň 12 h. Časy ponechání vzorků ve zkratovací knížce byly dodržovány stejné, aby opět nedošlo k možnému zkreslení výsledků. Další den proběhlo měření vnitřní rezistivity, jak je zobrazeno na Obr. 28.



Obr. 28: Grafické znázornění procesu měření.

Měření vnitřní rezistivity vzorků probíhalo v tříelektrodovém systému Keithley 8009 a pro měření byl použit elektrometr Keithley 6517A, který zároveň sloužil jako zdroj napětí (snímky použitého přístrojového vybavení viz Příloha 7). V tříelektrodovém systému byly

dvě elektrody měrné a jedna ochranná viz následující Obr. 29. Při vkládání vzorků do elektrodového systému byl používán uzemňující náramek pro snížení rizika opětovného nabití vzorku při manipulaci.



Obr. 29: Nákres zapojení elektrodového systému pro měření vnitřní rezistivity, kde 1 je nechráněná (napěťová) elektroda, 2 je chráněná elektroda, 3 je ochranná elektroda a 4 je měřený vzorek. Na obrázku je dále stejnosměrný zdroj napětí a pikoampérmetr.

Měření probíhalo při napětí 500 V a celková doba měření byla 45 minut. Z celkové doby měření bylo prvních 10 minut určeno pro vybíjení vzorku, dále 30 minut probíhalo měření absorpce a 5 minut měření resorpce.

Záznam z měření obsahoval záznamy hodnot proudu s vzorkovací periodou 2 s. Vyhodnocována byla pouze zaznamenaná absorpce. Posledních 100 hodnot proudu z dat absorpce bylo zprůměrováno a z této průměrné hodnoty proudu a známého napětí při měření byl pomocí Ohmova zákona dopočítán elektrický odpor vzorku. Dále pomocí vztahu udaného výrobcem na elektrodovém systému, který již zohledňoval geometrii elektrod, byla dopočítána vnitřní rezistivita daného měřeného vzorku. K výpočtu rezistivity bylo nutné změřit tloušťku vzorku. Z důvodu možné variability tloušťky vzorku v různých částech byla tloušťka měřena na pěti místech, konkrétně uprostřed a v rozích. Tloušťky byly měřeny pomocí mikrometru Insize 3539-253A. Tloušťky byly následně zprůměrovány a získaná hodnota byla použita pro výpočet.

$$\rho = \left(\frac{22,9}{d}\right) \cdot R \quad (\Omega \cdot \text{cm}), \quad (1)$$

kde ρ je vnitřní rezistivita ($\Omega \cdot \text{cm}$), d je průměrná tloušťka vzorku v cm a R je vypočítaný elektrický odpor vzorku.

Vzorky z každé série byly měřeny s četností 4 a hodnoty rezistivit byly poté zprůměrovány a byly dopočítány statistické parametry, konkrétně směrodatná odchylka a variační koeficient, pro možnost dalšího hodnocení dat.

Měření širokopásmovou dielektrickou spektroskopií probíhalo vždy na jednom vzorku z každé série. Pro měření byl použit měřicí systém Alpha-A od výrobce Novocontrol Technologies. Měření probíhalo při laboratorní teplotě 25 °C stejně jako při měření vnitřní rezistivity. Měření bylo prováděno ve frekvenčním pásmu od 0,5 Hz do 1 MHz a aplikované napětí bylo 1 Vrms. Použité elektrody byly pozlacené o průměru 30 mm. Vyhodnocovaná data byla primárně pro frekvenci 50 Hz, která je pro průmyslové využití klíčová. Z měření byla získána data reálné a imaginární složky komplexní relativní permitivity a z nich byl dopočítán ztrátový činitel $tg\delta$ podle následujícího vztahu.

$$tg\delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (-), \quad (2)$$

kde $tg\delta$ je ztrátový činitel, ϵ'' je imaginární složka komplexní permitivity a ϵ' je reálná složka komplexní permitivity.

2.4.2 Vyhodnocení naměřených dat vzorků před stárnutím

Na následujícím Obr. 30 a Obr. 31 je zobrazeno grafické srovnání naměřených dat vnitřní rezistivity a ztrátového činitele pro testované vzorky. Referenční materiál v dodaném stavu bez jakýchkoli úprav je v grafech vždy nejvíce vlevo a je zvýrazněn červenou barvou.

Z grafu naměřených dat pro vnitřní rezistivitu je patrné, že téměř s každým přídavkem jiného materiálu ať již částicového plniva či fólie byla vnitřní rezistivita ovlivněna negativně. Z objektivního hlediska však toto negativní ovlivnění není zásadní, neboť k rozptylu hodnot dochází v rámci jednoho řádu a nejedná se tedy o výrazné zhoršení vlastností.

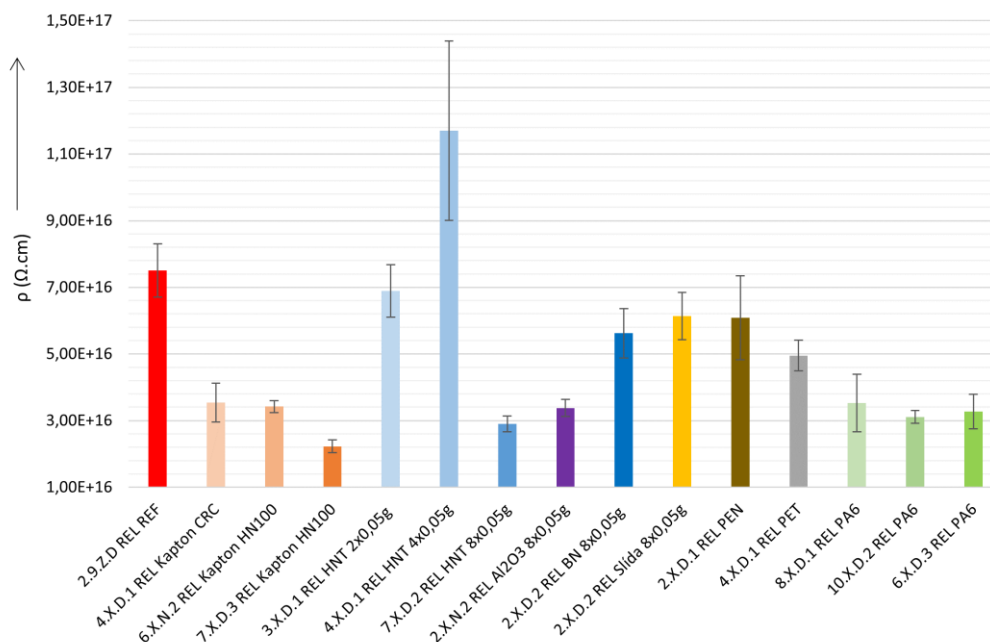
Zajímavým úkazem je výrazné navýšení hodnoty vnitřní rezistivity pro vzorek s obsahem HNT plniva s úrovní plnění 4x0,05 g. Tato hodnota i při uvážení směrodatné odchylky převyšuje ostatní vzorky. Z celkového trendu dat rezistivity vzorky s plnivem HNT se zdá, že existuje určitá prahová hodnota úrovně plnění spojená s negativním ovlivněním rezistivity. V případném navazujícím výzkumu by bylo přínosné vyzkoušet zjemnění kroku mezi jednotlivými úrovněmi plnění a určení prahové hodnoty. Pro ostatní plniva byly testovány pouze nejvyšší úrovně plnění přidávaných plniv, a tak platnost této teorie nemůže být ověřena i pro ostatní částicová plniva.

Při porovnání pouze nejvyšších úrovní plnění mezi jednotlivými vzorky, vychází, že nejvyšší rezistivity dosahuje vzorek s mikročásticemi slídy (žlutá), následuje nitrid boru (tmavě modrá), Al_2O_3 (fialová) a poté HNT (modrá).

U fóliových plniv PA6 (zelená) a Kaptonu (oranžová) je možné pozorovat srovnání vývoje rezistivity s počtem aplikovaných vrstev fólie (u Kaptonu vlivem jiné povrchové

úpravy u jedné sady vzorků pouze přibližně). Z tohoto srovnání vyplývá, že oproti očekávání nedochází ke zvýšení rezistivity se zvyšujícím se počtem vrstev polymerní fólie. Naopak lze pozorovat, že u tří aplikovaných vrstev dochází oproti jedné aplikované vrstvě k mírnému poklesu rezistivity vzorku.

Při srovnání hodnot rezistivit vzorků s pouze jednou vrstvou polymerní fólie vychází, že nejvyšší hodnoty rezistivity dosahuje vzorek s fólií PEN (hnědá), následně PET (šedá), poté PA6 (při započítání kladné směrodatné odchylky) a dále Kapton.



Obr. 30: Vyhodnocení měření vnitřní rezistivity u vzorků před stárnutím.

Pro potřeby elektroizolačních systémů je požadavek na co nejmenší hodnoty ztrátového činitele (co nejmenší dielektrické ztráty). Každé snížení tohoto parametru oproti referenčnímu vzorku je proto vítanou změnou.

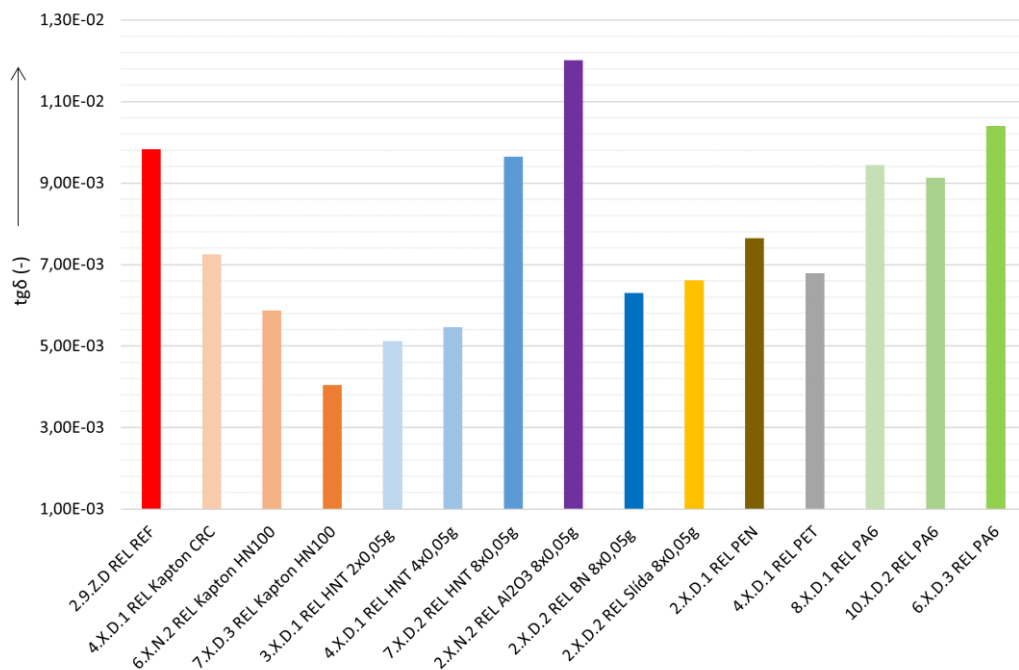
Při prvotním pohledu na získaná data ztrátového činitele na následujícím Obr. 31 je patrné, že pouze u dvou vzorků dochází ke zhoršení ztrátového činitele oproti referenci, a to sice u plniva Al_2O_3 a poté pro vzorek s třemi vrstvami fólie PA6. Všechny vzorky obsahující fólie PA6 se buď blíží hodnotě ztrátového činitele reference, nebo ji v jednom případě převyšují. Toto může být spojeno s navlhavostí materiálu PA6, kdy při vyšším počtu vrstev fólie může dojít k převýšení reference, jelikož voda je vysoce polární. Při možném dalším budoucím kroku výzkumu by mohlo být perspektivní provést vysušení fólií před aplikací a pozorování možných změn parametru.

Jak je vidět ze srovnání vzorků obsahujících plnivo HNT, tak pro nejnižší a střední úroveň plnění dojde ke snížení ztrátového činitele a jeho hodnota je pro obě sady vzorků velmi

blízká. Nicméně pro nejvyšší úroveň plnění HNT dochází k výraznému nárůstu ztrátového činitele s hodnotou téměř srovnatelnou s referenčním vzorkem. Při uvažování dat získaných z měření rezistivity lze odhadovat, že ideální úroveň plnění pro HNT leží mezi úrovněmi 2x0,05 g a 4x0,05 g. Tento odhad lze formulovat na základě pozorovatelného mírně rostoucího trendu ztrátového činitele se zvyšující se úrovní plnění až do určité hodnoty, kdy dojde k výraznému nárůstu a také stejného trendu v oblasti vnitřní rezistivity, kdy poté naopak dojde k prudkému poklesu.

Při porovnání hodnot ztrátového činitele pouze pro maximální úrovně plnění vychází, že nejnižší hodnoty dosahují vzorky s přidaným nitridem boru, dále slídou, HNT a poté Al_2O_3 .

Ze srovnání vzorků s fóliemi obsahujícími pouze jednu vrstvu fólie vyplývá, že nejnižší hodnoty ztrátového činitele dosahují vzorky s fólií PET, poté Kapton, dále PEN, a nakonec již zmíněné PA6. Tabulky obsahující všechny naměřené hodnoty jsou obsaženy v Příloze 8.

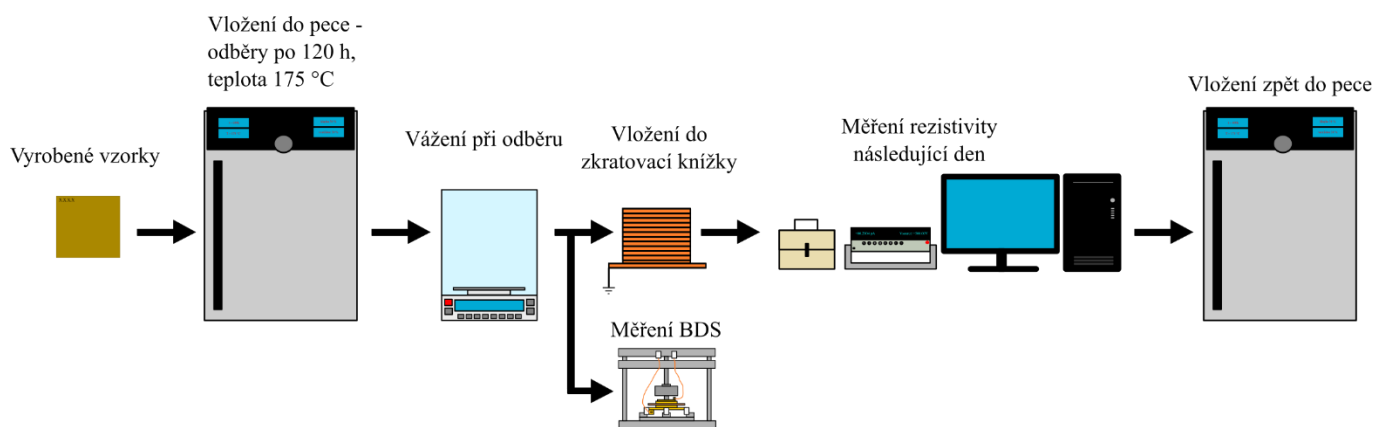


Obr. 31: Vyhodnocení měření ztrátového činitele u vzorků před stárnutím.

2.5 Experiment zrychleného tepelného stárnutí

Po výrobě vzorků a měření jejich dielektrických parametrů následoval experiment zrychleného tepelného stárnutí. Cílem bylo zjištění tepelné stability kompozitního systému doplněného o polymerní fólii nebo částicové plnivo v porovnání s referenčním kompozitem zejména také s ohledem na možnou delaminaci u fóliových vzorků. Z důvodu většího

množství vyrobených vzorků nebylo z časového hlediska možné provést experiment zrychleného stárnutí pro všechny připravené kompozity, a proto byly do experimentu zahrnuty pouze některé vybrané. Experiment proběhl ve třech fázích, kdy první fáze byla testovací a následující dvě již měly definovaný postup zobrazený na následujícím Obr. 32.



Obr. 32: Grafické znázornění postupu při experimentu zrychleného tepelného stárnutí.

2.5.1 První fáze experimentu

V první fázi byly použity separátní referenční vzorky nezahrnuté do výsledků měření a práce jako takové. Cíl této fáze byl zjistit přibližné chování vzorků v peci a zhodnotit optimální nastavení teploty a doby stárnutí. Poté byl z těchto výsledků společně s výsledky z provedené rešerše navrhnout ostrý experiment, jež byl druhou a třetí fází experimentu zrychleného stárnutí.

Při návrhu teploty bylo vycházeno z normy a také z odborných publikací zahrnujících zrychlené stárnutí. Jak již bylo zmíněno, použité prepregy kompozitního materiálu byly výrobcem stanoveny pro teplotní třídu F, což značí, že jejich maximální teplota pro nepřetržitě použití je 155 °C [134]. Na základě tohoto bylo stanoveno, že teplota zrychleného tepelného stárnutí bude volena vyšší, než je teplotní třída materiálu, aby bylo dosaženo změn materiálu v omezeném čase stárnutí, který diplomová práce poskytovala. Z odborných publikací zahrnujících stárnutí epoxidových pryskyřic vyplynulo, že při jiných výzkumech teplotní stárnutí probíhalo v rozsazích již od 90 °C, nicméně délky experimentu byly mnohdy přes 1000 h [44, 45].

Pro nastavení podmínek byla využita odborná publikace autora Gao a kol. (2013)[137], která se zabývá zrychleným tepelným stárnutím epoxidové pryskyřice a následnou charakterizací vzorků po stárnutí. V publikaci prezentované stárnutí probíhalo při třech teplotách a z experimentu vyplývá, že potřebný čas pro významnější změnu sledovaného

parametru s vyšší teplotou dramaticky klesá. Například pokles hmotnosti vzorku o stanovených 1,19 % nastal při teplotě 145 °C po 1008 h, při teplotě 160 °C po 816 h a pro teplotu 175 °C po 504 h [137].

Podle výsledků ze zmíněné odborné publikace byla navržena doba stárnutí vzorků v peci (Memmert SF 75plus) pro potřeby diplomové práce na 600 h při teplotě 175 °C.

Vzorky byly před vložením do pece popsány třemi druhy různých popisovačů, pro případ, že by některý z nich nevydržel podmínky experimentu v peci. U některých vzorků bylo také provedení značení odštížením jednoho rohu vzorku. Před vložením do pece byly vzorky zváženy a při každém odběru byla opět zaznamenávána hmotnost pro možnost sledování úbytku hmotnosti vzorků.

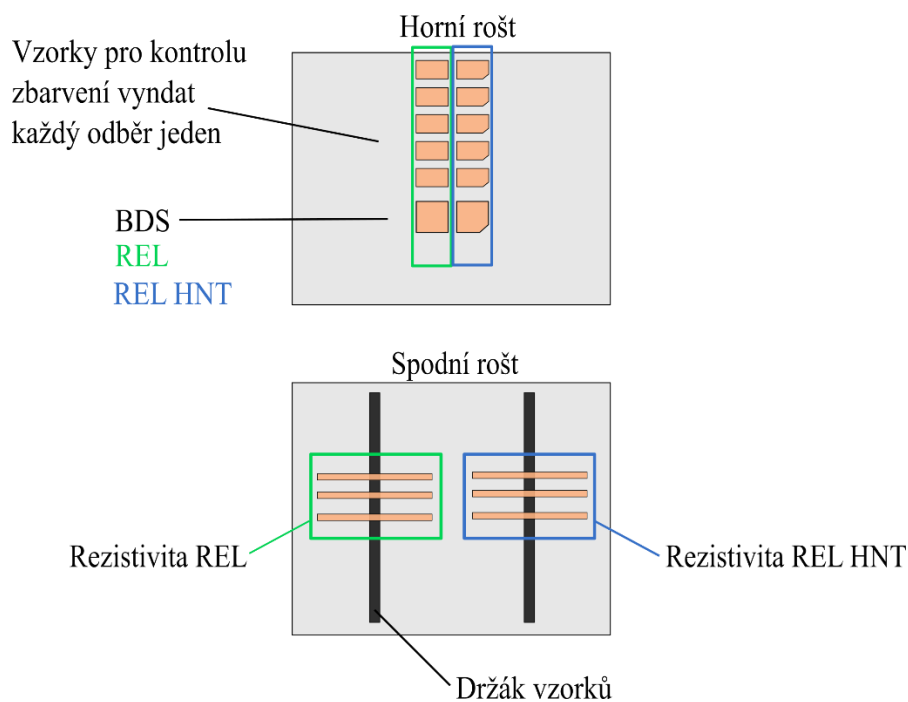
2.5.2 Druhá fáze experimentu

Ve druhé fázi experimentu byly testovány dvě různé sady vzorků. Omezení na dvě sady s četností tří vzorků bylo zvoleno z důvodu nutnosti odměření dielektrických parametrů v den následující po vyndání vzorků z pece, přičemž měření vnitřní rezistivity pro jeden vzorek trvá 45 minut. Omezení tedy bylo voleno čistě z důvodu časových možností.

Vzorky pro měření rezistivity byly při každém stanoveném odběru změřeny a následně vráceny do pece k dalšímu stárnutí. Takto bylo možné sledování změny parametrů v čase jednotlivých odběrů. U vzorků byla při jednotlivých odběrech sledována a zaznamenávána jejich hmotnost pro další vyhodnocení (viz Příloha 5). Mimo vzorky na měření rezistivity byly v peci stárnuty vzorky pro měření širokopásmovou dielektrickou spektroskopií a dále vzorky pro kontrolu zbarvení (viz Příloha 6).

Vzorky pro měření širokopásmovou dielektrickou spektroskopií byly připraveny v rozměrech 35×35 mm a od každého testovaného kompozitu byl na tuto analýzu použit jeden vzorek, který byl při každém odběru změřen a následně vrácen k dalšímu stárnutí. Počet vzorků pro kontrolu zbarvení se shodoval s počtem odběrů, což znamenalo, že při každém odběru byl jeden vzorek vyjmut a již nevrácen do pece. Tímto způsobem vznikla sada vzorků se zbarvením měnícím se podle odběrů.

Vzorky vybrané pro tuto fázi experimentu zahrnovaly Relanex v dodaném stavu bez jakýchkoli modifikací a Relanex s aplikovanými nanočásticemi HNT s úrovní plnění 2x0,05 g. Rozkreslení rozmístění vzorků v peci je na následujícím Obr. 33.



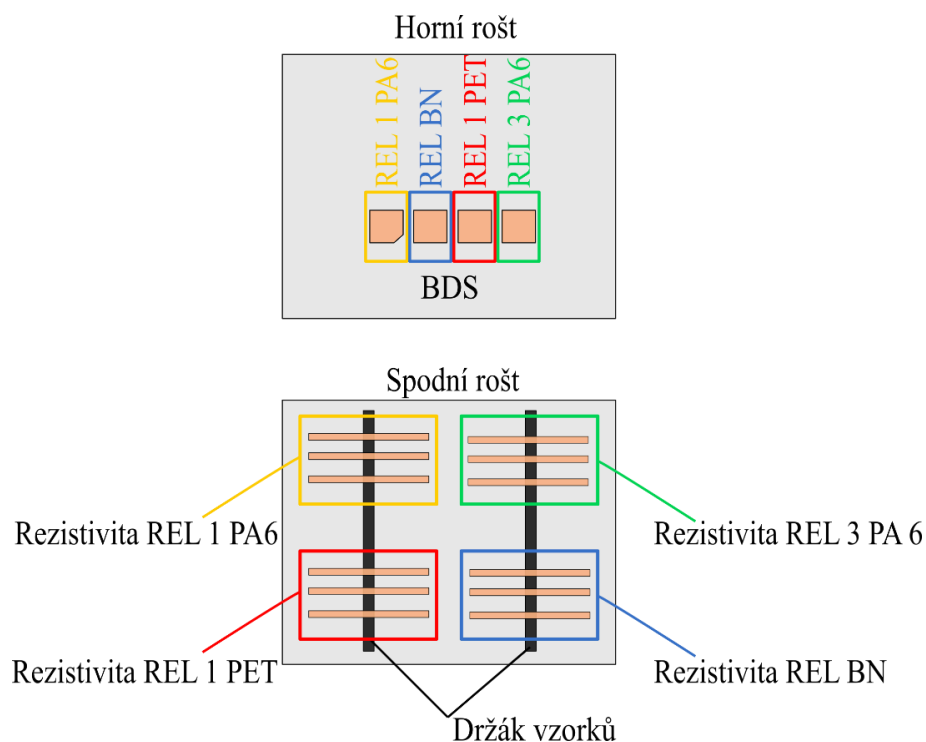
Obr. 33: Nákres rozmístění vzorků v peci při druhé fázi experimentu.

Po proběhnutí druhé fáze experimentu zrychleného stárnutí byla všechna naměřená data vyhodnocena a poté byla zahájena třetí fáze.

2.5.3 Třetí fáze experimentu

Ve třetí fázi experimentu probíhalo stárnutí dalších sad vzorků, nicméně po vyhodnocení druhé fáze experimentu bylo usouzeno, že je možné realizovat dvanáct měření trvajících 45 minut za den, a proto byly stárnuty 4 sady vzorků. Z výsledků druhé fáze bylo vyhodnoceno, že již není potřeba připravovat vzorky pro kontrolu zbarvení. Do pece tak byly vloženy pouze vzorky pro měření rezistivity opět s četností 3 na sadu a vzorky pro širokopásmovou dielektrickou spektroskopii, vždy jeden od každé sady. Stejně jako u druhé fáze experimentu byla při jednotlivých odběrech vzorků zjištěna a zaznamenána hmotnost všech vzorků.

Vzorky vybrané pro třetí fázi experimentu zahrnovaly Relanex s aplikovanými nanočásticemi BN, Relanex s jednou vrstvou fólie PET, Relanex s jednou vrstvou fólie PA6 a Relanex se třemi vrstvami fólie PA6. Rozkreslení rozmístění vzorků v peci je na následujícím Obr. 34.



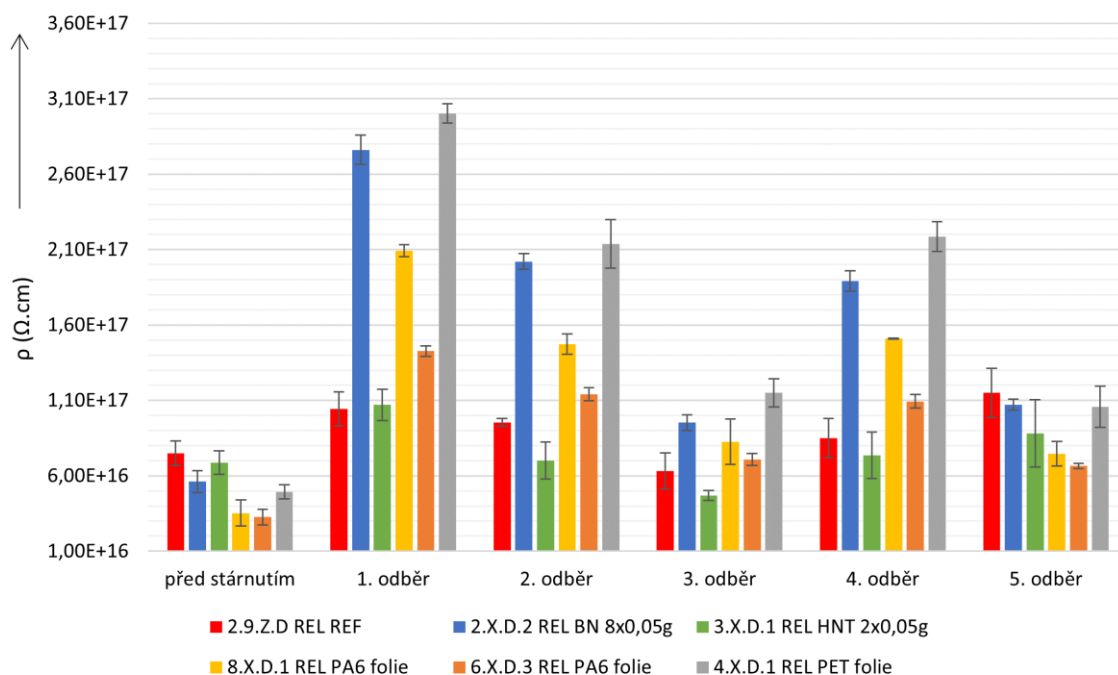
Obr. 34: Náskres rozmístění vzorků v peci při třetí fázi experimentu.

2.5.4 Vyhodnocení experimentu zrychleného stárnutí

Výsledky vyhodnocení měření vnitřní rezistivity a ztrátového činitele v rámci experimentu zrychleného tepelného stárnutí jsou graficky zobrazeny v souhrnných grafech na následujících stranách. Pro větší přehlednost jsou dále zahrnuty i grafy pro jednotlivé parametry týkající se výhradně polymerních fólií a částicových plniv.

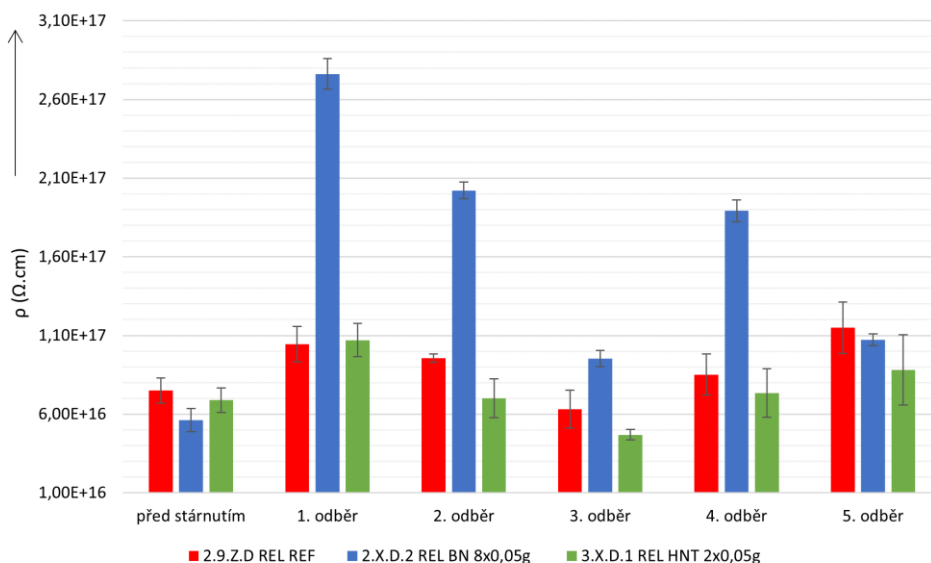
Na následujícím Obr. 35 jsou zobrazena výsledná souhrnná data z měření vnitřní rezistivity všech vzorků. Referenční sada vzorků je opět označena červenou barvou a zachována vlevo. Graf zobrazuje hodnoty rezistivity vzorků v jednotlivých odběrech (tj. vždy po 120 h).

Z grafu je patrné, že při procesu stárnutí došlo ve všech případech ke zvýšení hodnoty vnitřní rezistivity. Prvotní nárůst hodnot při 1. odběru lze přisuzovat vysušení vzorků, odparu těkavých látek a případně také dotvrzení pryskyřice. Poté je až do 3. odběru pozorován pokles hodnot vnitřní rezistivity. Nicméně při 4. odběru došlo opět k nárůstu hodnot, kdy hodnoty byly srovnatelné s hodnotami při 2. odběru a poté následoval opět pokles u 5. odběru pro většinu vzorků. Příčinu výskytu tohoto jevu se nepodařilo v literatuře dohledat a objasnit.



Obr. 35: Vyhodnocení měření vnitřní rezistivity pro vzorky po experimentu zrychleného stárnutí.

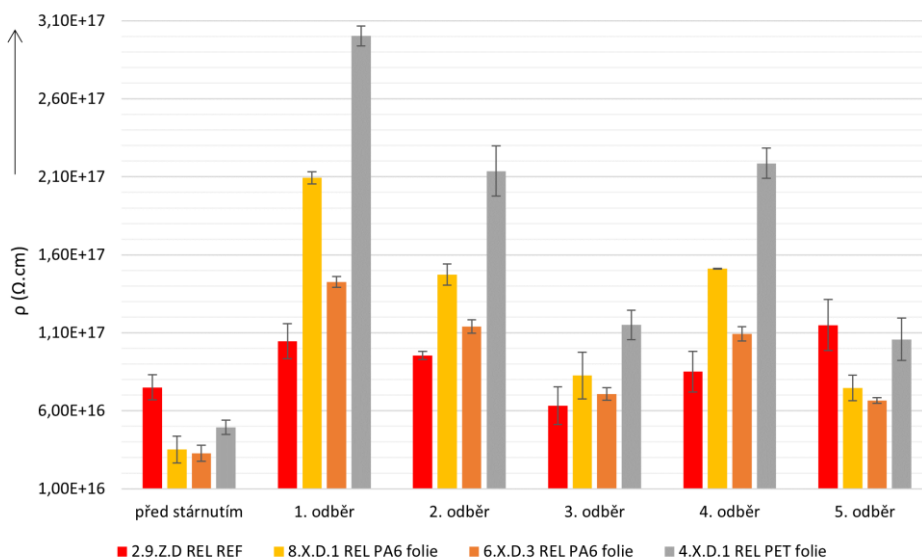
Na následujícím Obr. 36 jsou zobrazeny hodnoty vnitřní rezistivity pro vzorky s částicovými plnivými a referenční vzorek. Z hodnot je patrné, že z hlediska stability kompozitu a zvýšení hodnoty vnitřní rezistivity není HNT v testované úrovni plnění vhodným, jelikož jeho přidáním je z hlediska vnitřní rezistivity dosaženo spíše poklesu i během procesu stárnutí. Naopak vzorky s částicovým plnivem BN, které před stárnutím dosahovaly nižších hodnot vnitřní rezistivity než vzorek referenční a vzorek s HNT, dosahovaly během stárnutí výrazně vyšších hodnot než ostatní vzorky. V možném budoucím rozšířeném experimentu by bylo vhodné porovnat vzorky se všemi testovanými plnivými o různých úrovních plnění (shodných mezi vzorky navzájem) pro vytvoření ucelnějšího pohledu do problematiky.



Obr. 36: Vyhodnocení měření vnitřní rezistivity pro vzorky s částicovými plnivý po experimentu zrychleného stárnutí.

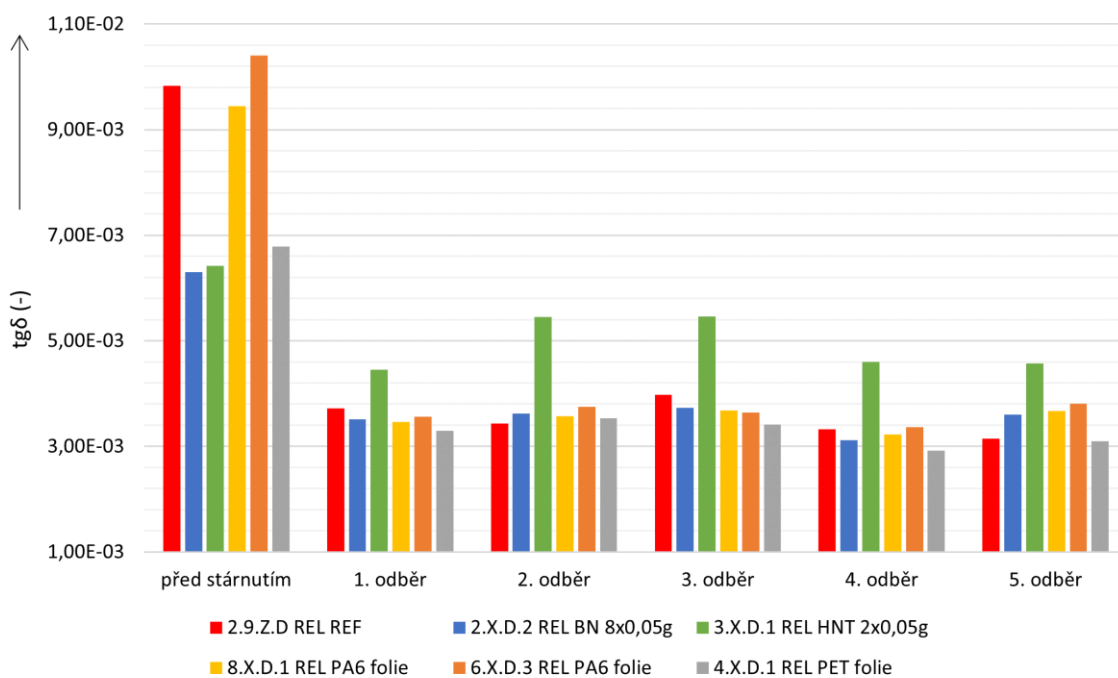
Na následujícím Obr. 37 jsou zobrazena data z měření vnitřní rezistivity pro referenční vzorek a vzorky s polymerními fóliemi.

Z grafu jsou patrné rozdíly mezi vzorky s různým počtem vrstev fólie PA6. Vzorky s jednou vrstvou folie PA6 dosahovaly vyšších hodnot vnitřní rezistivity než vzorky se třemi vrstvami již před stárnutím a během stárnutí došlo ke zvýraznění rozdílu hodnot. Toto zjištění opět poukazuje na fakt, že s použitím více vrstev polymerní fólie nedochází k očekávanému nárůstu hodnot vnitřní rezistivity.



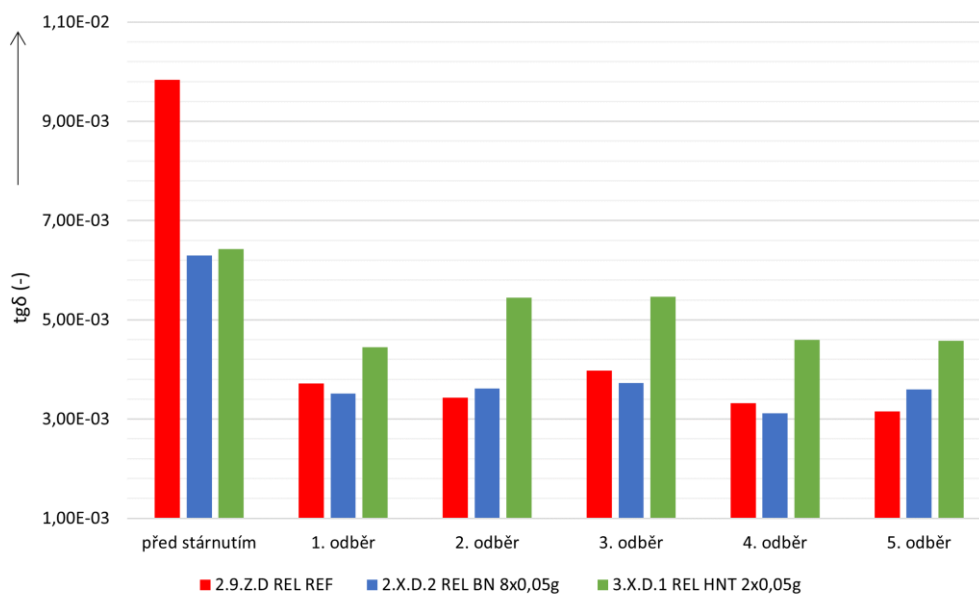
Obr. 37: Vyhodnocení měření vnitřní rezistivity pro vzorky s polymerními fóliemi po experimentu zrychleného stárnutí.

Na Obr. 38 níže jsou zobrazeny souhrnné výsledky z měření ztrátového činitele. Na první pohled je patrné, že vzorky před stárnutím dosahovaly vyšších hodnot ztrátového činitele než při následujících odběrech po stárnutí. Toto zjištění podporuje teorii o odpaření vlhkosti a těkavých látek ze vzorků společně s možným dotvrzením pryskyřice. Z grafu je možné pozorovat již téměř neměnný trend změny ztrátového činitele během stárnutí.



Obr. 38: Vyhodnocení měření ztrátového činitele pro vzorky po experimentu zrychleného stárnutí.

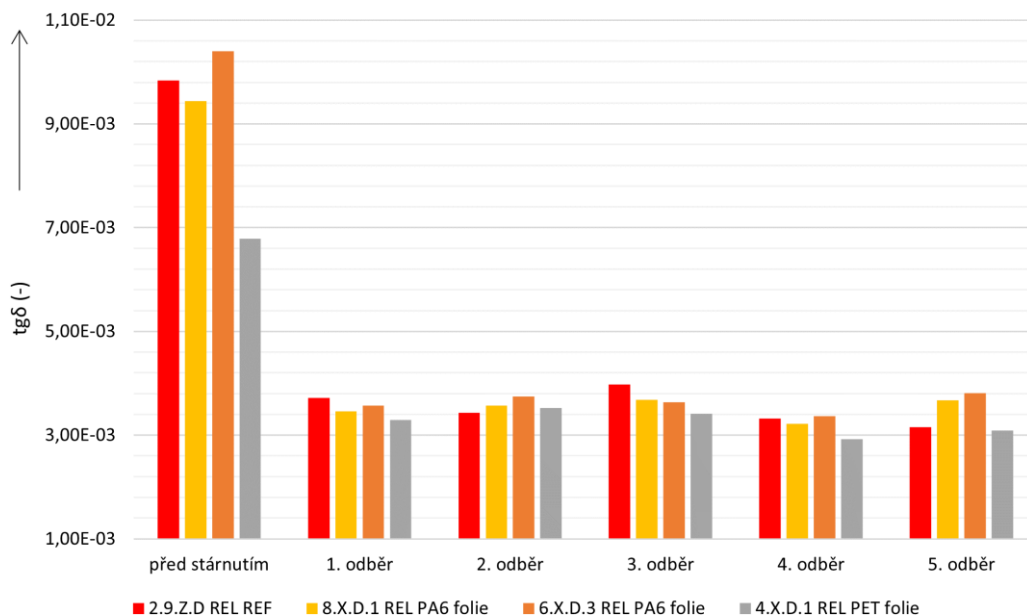
Při pohledu na hodnoty ztrátového činitele pouze pro vzorky s částicovými plnivy na Obr. 39 lze pozorovat, že došlo k výraznému snížení hodnoty ztrátového činitele pro referenční vzorek, která zpočátku výrazně převyšovala vzorky s plnivy. Také je pozorovatelné, že hodnoty ztrátového činitele pro vzorky s HNT jsou při měření po všech odběrech v rámci stárnutí výrazně vyšší než hodnoty pro ostatní materiály. Tuto skutečnost lze zdůvodnit tak, že před prvním odběrem došlo k odpaření vlhkosti a dalším jevům, jak bylo zmíněno výše, a hodnota ztrátového činitele poklesla. Toto nastalo u všech vzorků, nicméně u vzorku s HNT se projevila polárnost plniva, která převyšovala ostatní vzorky. Tuto teorii potvrzuje fakt, že hodnoty ztrátového činitele se dále během stárnutí již výrazně nemění.



Obr. 39: Vyhodnocení měření ztrátového činitele pro vzorky s částicovými plnivými po experimentu zrychleného stárnutí.

Z hodnot ztrátového činitele pro vzorky obsahující polymerní fólie (Obr. 40) není oproti plnivům patrný žádný významný rozdíl mezi jednotlivými vzorky.

Ze získaných dat lze vyvodit, že ze vzorků obsahující polymerní fólie před stárnutím i během stárnutí dosahuje nejnižší hodnoty ztrátového činitele vzorek obsahující fólii PET.



Obr. 40: Vyhodnocení měření ztrátového činitele pro vzorky s polymerními fóliemi po experimentu zrychleného stárnutí.

Zhodnocení a závěr

Předkládaná diplomová práce se v teoretické části zabývala krátkým shrnutím historického vývoje vysokonapěťových elektroizolačních systémů. Při následné rešerši současného stavu byla zjištěna a uvedena v současnosti komerčně využívaná řešení. V rozšiřující rešerši byly prezentovány možné přístupy, které by mohly vést k vylepšení parametrů elektroizolačních systémů ať již v souvislosti s odvodem tepla nebo zlepšením elektrických parametrů.

Ukazuje se, že možnosti použití částicových plniv ve vysokonapěťových izolacích nejsou v současné době dostatečně hluboce probádány a je tak v této oblasti velký prostor pro další výzkum a vývoj. Je však nutné brát v potaz akumulaci prostorového náboje, možnou aktivitu částečných výbojů či polárnost případných částic.

Naopak polymerní fólie jsou v materiálech pro výrobu vysokonapěťových elektroizolačních systémů již hojně zastoupeny. V této oblasti má do budoucna smysl řešit optimalizaci počtu vrstev polymerních fólií v izolačním systému, jejich tloušťku a také případnou povrchovou úpravu. Oblast polymerních fólií sice tedy neposkytuje tak rozsáhlé možnosti dalšího výzkumu, nicméně stále existuje prostor pro optimalizaci stávajících řešení.

Na základě realizované rešerše v teoretické části byly vytipovány perspektivní materiály, jejichž vliv na elektroizolační vlastnosti byl dále zkoumán v experimentální části. Například použití či experimentální začlenění tubulárního hallositu do vysokonapěťového izolačního systému v době psaní práce nebylo v literatuře možné dohledat a tato práce tak může být jednou z prvních, která se problematikou zabývá.

Z výsledků experimentální části práce vyplývá, že při použití částicového plniva v elektroizolačním systému pravděpodobně existuje určitá prahová hodnota, kdy je použítá úroveň plnění nejvhodnější. Poté by mělo opět docházet ke zhoršení vlastností. Tento jev byl pozorován při měření vnitřní rezistivity na vzorcích s různými úrovněmi plnění halloysitem. Bohužel u ostatních částicových plniv byly vyrobeny vzorky pouze s jednou úrovní plnění, a tudíž nebylo možné teorii podložit dalšími výsledky. Tato teorie nicméně otevírá možnost dalšího výzkumu.

Částicová plniva se s ohledem na získané výsledky ukázala být zajímavým kandidátem na vylepšení elektroizolačních vlastností kompozitů. Z testovaných částicových plniv se zdá být nejvhodnější použití nitridu boru. Vzorky obsahující nitrid boru po vysušení po prvním odběru při zrychleném tepelném stárnutí vykazovaly hodnoty rezistivity výrazně převyšující

referenční sadu vzorků a zároveň nedošlo ke zhoršení ztrátového činitele. Naopak méně vhodné se zdá být plnivo na bázi tubulárního halloysitu, u něhož se projevuje vyšší polárnost a vzorky vykazují zvýšení ztrátového činitele i oproti referenční sadě. Závěry nicméně nelze formulovat na základě pouze měření provedených v diplomové práci. Tato měření však mohou dobře posloužit k naplánování a realizaci komplexní analýzy kompozitů s vybranými plnivy.

V průběhu výroby vzorků s částicovými plnivy bylo dosaženo závěru, že navržený postup výroby je vhodný pouze v laboratorním měřítku, a nikoliv v průmyslu. Jedná se o technologicky a časově náročnou výrobu, které předcházela rešerše a dílčí experiment sedimentace částic. Do budoucna tedy také vyvstává otázka případné průmyslové výroby systémů na bázi prepregů s obsahem částicového plniva.

Z výsledků měření vzorků obsahující polymerní fólie lze také usuzovat, že větší počet vrstev použité fólie nevede k dosažení lepších dielektrických parametrů. Z dat lze usuzovat, že nejvhodnější je použití jedné či maximálně dvou vrstev polymerní fólie. S ohledem na získaná data lze za vhodného kandidáta pro elektroizolační systémy považovat fólii PET (která je již dnes komerčně využívána) a do budoucna by bylo vhodné se blíže zaměřit na možnost využití fólie PEN.

Literatura

- [1] E. A. Boulter a G. C. Stone, „Historical development of rotor and stator winding insulation materials and systems", *IEEE Electr. Insul. Mag.*, roč. 20, č. 3, s. 25–39, 2004, doi: 10.1109/MEI.2004.1307083.
- [2] G. Stone, I. Culbert, E. Boulter, a H. Dhirani, *Electrical Insulation for Rotating Machines (Design, Evaluation, Aging, Testing and Repair)*. IEEE Press, 2014.
- [3] G. C. Stone a G. H. Miller, „Progress in rotating-machine insulation systems and processing", *IEEE Electr. Insul. Mag.*, roč. 29, č. 4, s. 45–51, 2013, doi: 10.1109/MEI.2013.6545259.
- [4] L. Raju, „Epoxy resin rich system for electrical machines", in *1983 EIC 6th Electrical/Electrical Insulation Conference*, 1983, s. 430–438, doi: 10.1109/EEIC.1983.7465115.
- [5] Cogebi, „Resin Rich izolační systém pro vysokonapěťová vícezávitová cívková vinutí točivých strojů třídy F (155 C)". 2009.
- [6] Department of defense United States of America, *Composite materials handbook*, roč. 3. United States of America: Approved for public release; distribution unlimited, 2002.
- [7] J. Roberts, „Resin Rich Mica Tape", US Patent 4704322, 1987.
- [8] O. Musil, „Elektroizolační reaktoplastické kompozity s konvenční vláknovou výztuží doplněnou nanovláknem", *Západočeská univerzita v Plzni*, 2021.
- [9] V. Mentlík, *Dielektrické prvky a systémy*. Praha: BEN - technická literatura, 2006.
- [10] R. Draper, F. Ramsauer, a G. Lemesch, „Insulation Comparison-VPI produced versus Resin Rich", 2018.
- [11] Preformed Windings Limited, „Resin Rich v VPI". [Online]. Dostupné z: <https://www.preformedwindings.com/products/hvcoils/resin-rich-vs-vpi/>.
- [12] National Electric Coil, „Different Methods Affect Winding Cost & Reliability". [Online]. Dostupné z: <https://www.national-electric-coil.com/manufacturingmethods.php>.
- [13] PARTZSCH Elektromotoren GmbH, „Three-phase diamond coil windings". [Online]. Dostupné z: <https://en.partzsch.de/diamond-coils>.
- [14] N. Andraschek, A. J. Wanner, C. Ebner, a G. Riess, „Mica/epoxy-composites in the electrical industry: Applications, composites for insulation, and investigations on failure mechanisms for prospective optimizations", *Polymers (Basel)*, roč. 8, č. 5,

- 2016, doi: 10.3390/polym8050201.
- [15] R. C. Chauhan, M. Singh, a B. Singh, „Rotating machine insulation materials and techniques - An overview", *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, roč. 7, č. 5–6, s. 370–374, 2000.
- [16] J. A. Nurse, „Modern global vacuum and pressure insulation systems for large high voltage machines", *Proc. Electr. Insul. Conf.*, s. 737–741, 1997, doi: 10.1109/eic.1997.651292.
- [17] Magneto Electric Service Co. Ltd., „Vacuum Pressure Impregnation". [Online]. Dostupné z: <https://www.magnetoelectric.com/service/vacuum-pressure-impregnation/>.
- [18] P. Marek, W. Grubelnik, a B. Koerbler, „A new approach in insulation systems for rotating machines", *SDEMPED 2005 - Int. Symp. Diagnostics Electr. Mach. Power Electron. Drives*, s. 97–102, 2005, doi: 10.1109/DEMPED.2005.4662516.
- [19] M. Ghassemi, „High power density technologies for large generators and motors for marine applications with focus on electrical insulation challenges", *High Volt.*, roč. 5, č. 1, s. 7–14, 2020, doi: 10.1049/hve.2019.0055.
- [20] R. Polanský, P. Prosr, M. Zemanová, J. Pihera, T. Džugan, a J. Chvojka, „Electrospun nanofibres as a tool for controlling the gas bubble size distribution in fibre/thermoset-matrix composites", *Compos. Sci. Technol.*, roč. 163, č. May, s. 96–104, 2018, doi: 10.1016/j.compscitech.2018.05.019.
- [21] E. J. Kadim, Z. A. Noorden, Z. Adzis, a N. Azis, „Nanoparticles Application in High Voltage Insulation Systems", *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, roč. 28, č. 4, s. 1380–1399, 2021, doi: 10.1109/TDEI.2021.009531.
- [22] T. Hildinger a J. R. Weidner, „Progress in development of a nanocomposite stator winding insulation system for improved generator performance", *2017 IEEE Electr. Insul. Conf. EIC 2017*, č. June, s. 139–142, 2017, doi: 10.1109/EIC.2017.8004655.
- [23] P. Gröpper, T. Hildinger, F. Pohlmann, a J. R. Weidner, „Nanotechnology in high voltage insulation systems for large electrical machinery - First results", *44th Int. Conf. Large High Volt. Electr. Syst. 2012*, 2012.
- [24] S. Chen, S. Rowland, J. Carr, M. Storm, K. L. Choy, a A. J. Clancy, „The importance of particle dispersion in electrical treeing and breakdown in nano-filled epoxy resin", *Int. J. Electr. Power Energy Syst.*, roč. 129, č. June 2020, s. 106838, 2021, doi: 10.1016/j.ijepes.2021.106838.
- [25] OKABE MICA CO. LTD., „Mica tape for electric insulation". [Online]. Dostupné z:

- <https://okabe-mica.com/product/piece10/>.
- [26] Cogebi, „Mica Solutions for High-Voltage Rotating Machines". 2020, [Online]. Dostupné z: <https://www.cogebi.com/mica-products/high-voltage/resin-rich>.
- [27] Isovolta, „Produktflyer". 2015, [Online]. Dostupné z: https://www.isovolta.com/bilder/Isovolta_Produktflyer_Transformer_2015.pdf.
- [28] NipponRika, „High Voltage Insulating Materials". [Online]. Dostupné z: <https://www.nipponrika.jp/test/en/solution/components/isovolta/index.html>.
- [29] J. E. Neal, „The use of polyester film in HV rotating machine insulation", in *Proceedings:Electrical Electronics Insulation Conference and Electrical Manufacturing & Coil Winding Conference*, 1995, s. 583–587, doi: 10.1109/EEIC.1995.482497.
- [30] Polymer Database, „Crow’s top 3 Plastic Film Suppliers (Polyester, Polycarbonate and Speciality Films)". [Online]. Dostupné z: [https://polymerdatabase.com/PolymerBrands/Major Film suppliers.html](https://polymerdatabase.com/PolymerBrands/MajorFilmSuppliers.html).
- [31] PolymerFilms, „PET (Polyethylene Terephthalate)". 2022, [Online]. Dostupné z: <https://www.polymerfilms.com/product/pet/>.
- [32] Croylek, „What is Polyester Film (PET) and What Is It Used For?" 2022, [Online]. Dostupné z: <https://croylek.com/blog/what-is-polyester-film>.
- [33] Müller Ahlhorn, „Mylar® A polyester film". [Online]. Dostupné z: <https://www.mueller-ahlhorn.com/en/mylar-a-polyesterfolie/>.
- [34] MatWeb Material Property Data, „DuPont Teijin Films Mylar® A Polyester Film, 300 Gauge". [Online]. Dostupné z: <https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=fea958bbe78645f7a648d6385950129e&ckck=1>.
- [35] ESPE Manufacturing CO. INC, „Material Spotlight: MYLAR®". 2021, [Online]. Dostupné z: <https://www.espemfg.com/mylar-electrical-insulation/>.
- [36] Electronics Notes, „Polyester Capacitor: Mylar PET". [Online]. Dostupné z: https://www.electronic-notes.com/articles/electronic_components/capacitors/polyester.php.
- [37] Polymer Database, „Polyester Films". [Online]. Dostupné z: [https://polymerdatabase.com/Films/PET Films.html](https://polymerdatabase.com/Films/PETFilms.html).
- [38] M. T. DeMeuse, „Other polymers used for biaxial films", *Biaxial Stretching Film*, s. 47–58, 2011, doi: 10.1533/9780857092953.1.47.
- [39] LaminatedPlastics, „Technical data sheet of Mylar (Polyester film)", s. 73, [Online].

- Dostupné z: <https://laminatedplastics.com/mylar.pdf>.
- [40] AntiFog PET Film, „Transparent Anti-Fog PET film Plastic Fogless PET sheet for Face Shields". [Online]. Dostupné z: https://www.antifogpetfilm.com/photo/pl29900989-transparent_anti_fog_pet_film_plastic_fogless_pet_sheet_for_face_shields.jpg.
- [41] AZO Materials, „Polyethylene Naphthalate (PEN) - Data Supplied by Goodfellow". 2003, [Online]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1933>.
- [42] Müller Ahlhorn, „PEN film". [Online]. Dostupné z: <https://www.mueller-ahlhorn.com/en/products-materials/material/flexible-electrical-insulating-materials/pen-foil/>.
- [43] Tekra Fundamentals, „What are the Differences between PEN Film and PET Film? Tekra Fundamentals", s. 1–2.
- [44] DuPont Teijin Films, „Kaladex ® PEN Films". 2021, [Online]. Dostupné z: <https://europe.duponttejinfilms.com/media/2612/df-kaladex-brochure-2021.pdf>.
- [45] Polymer Database, „POLYETHYLENE NAPHTHALATE FILMS". [Online]. Dostupné z: https://polymerdatabase.com/Films/PEN_Films.html.
- [46] NSB Polymers, „Polyethylene Naphthalate (PEN)". 2019, [Online]. Dostupné z: <https://nsb-polymers.de/en/pen-polyethylene-naphthalate/>.
- [47] Teijin, „Polyethylene Naphthalate (PEN) Resin Teonex®". [Online]. Dostupné z: <https://www.teijin-resin.com/products/teonex>.
- [48] Achilles, „Kaladex 2000 – PEN Film". 2023, [Online]. Dostupné z: <https://achilles.com.vn/en/san-pham/kaladex-2000-pen-film/>.
- [49] L. W. McKeen, „Polyimides", in *Film Properties of Plastics and Elastomers*, 4. vyd., Elsevier eBooks, 2017.
- [50] DuPont™, „Technical Data Sheet POLYIMIDE FILM", roč. 5213, s. 1–4, 2019, [Online]. Dostupné z: <http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/membranes-and-films/polyimide-films/documents/DEC-Kapton-HN-datasheet.pdf>.
- [51] Dupont (USA), „DuPont Kapton", 2012, [Online]. Dostupné z: <http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/membranes-and-films/polyimide-films/documents/DEC-Kapton-summary-of-properties.pdf>.
- [52] Dunmore, „Polyimide Film". [Online]. Dostupné z: <https://www.dunmore.com/technical/polyimide-film.html>.
- [53] S. Chisca, I. Sava, V. E. Musteata, a M. Bruma, „Dielectric and conduction properties

- of polyimide films", *Proc. Int. Semicond. Conf. CAS*, roč. 2, č. April 2021, s. 253–256, 2011, doi: 10.1109/SMICND.2011.6095784.
- [54] Dielectric Manufacturing, „Kapton® (Unfilled Polyimide)". 2019, [Online]. Dostupné z: <https://dielectricmfg.com/knowledge-base/kapton/>.
- [55] DuPont™, „Kapton® Polyimide films". [Online]. Dostupné z: <https://www.dupont.com/electronic-materials/kapton-polyimide-film.html>.
- [56] F. Cardarelli, *Materials handbook*, 2. vyd. Springer-Verlag London Limited, 2000.
- [57] RTP Company, „Nylon 6 (PA) — Polyamide 6". <https://www.rtpcompany.com/products/product-guide/nylon-6-pa-polyamide-6/>.
- [58] J. A. Brydson, „18 - Polyamides and Polyimides", J. A. B. T.-P. M. (Seventh E. Brydson, Ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999, s. 478–530.
- [59] Ensinger, „PA - Polyamide". [Online]. Dostupné z: <https://www.ensingerplastics.com/en/shapes/engineering-plastics/pa-polyamide>.
- [60] GoodFellow, „Polyamides - Nylon 6 - Film PA6". .
- [61] O. G. Gnonhoue, A. Velazquez-Salazar, É. David, a I. Preda, „Review of technologies and materials used in high-voltage film capacitors", *Polymers (Basel)*, roč. 13, č. 5, s. 1–19, 2021, doi: 10.3390/polym13050766.
- [62] R. S. Ernest Ravindran, P. Thomas, a S. Renganathan, „Studies on the structural, thermal, and dielectric properties of fabricated Nylon 6,9/CaCu₃Ti₄O₁₂ nanocomposites", *Sci. Eng. Compos. Mater.*, roč. 24, č. 2, s. 185–194, 2017, doi: 10.1515/secm-2014-0342.
- [63] A. Mahadevegowda, C. Johnston, a P. S. Grant, „Nylon-6 based nanocomposite films for capacitor applications", *2017 IEEE 17th Int. Conf. Nanotechnology, NANO 2017*, s. 1031–1034, 2017, doi: 10.1109/NANO.2017.8117497.
- [64] DuPont, „DuPont NHFR Polymers for Electrical and Electronic Applications", s. 1–14, 2016.
- [65] Wenzhou Ruiyann Industry Co. Ltd, „Nylon Film". [Online]. Dostupné z: <https://boppfilmchina.com/portfolio/nylon-film/>.
- [66] K. Elanseralathan, M. Dharani, E. Arularasi, N. Vaitheeshwari, a P. Manimaran, „Effect of Filler Concentration on Breakdown in Polymer Nano-Composites". 2016 3rd International Conference on Electrical Energy Systems, s. 302–305, 2016, doi: 10.1109/ICEES.2016.7510658.
- [67] S. P. Kuruvilla, N. M. Renukappa, a J. Sundara Rajan, „Development of epoxy with nano and micro fillers for core insulation of composite insulators", *Proc. 2019 Int.*

- Conf. High Volt. Eng. Technol. ICHVET 2019*, 2019, doi: 10.1109/ICHVET.2019.8724139.
- [68] G. Iyer, R. S. Gorur, a A. Krivda, „Evaluating nano composites for high voltage applications”, *Annu. Rep. - Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena, CEIDP*, s. 569–572, 2012, doi: 10.1109/CEIDP.2012.6378844.
- [69] L. Rajkonwar, R. T. Arun Ram Prasath, D. Jasper, a N. K. Roy, „Studies on Epoxy Based TiO₂ Nano-filler for High Voltage Application”, *2018 International Conference on Power, Energy, Control and Transmission Systems (ICPECTS)*. IEEE, s. 128–132, 2018, doi: 10.1109/ICPECTS.2018.8521635.
- [70] T. Tomaskova, A. Shlykevich, J. Hornak, P. Trnka, a M. Gutten, „The high voltage electrical insulation systems with higher thermal conductivity”, *Proc. 2016 IEEE Int. Conf. Dielectr. ICD 2016*, roč. 2, s. 938–941, 2016, doi: 10.1109/ICD.2016.7547771.
- [71] E. Jasinski, V. Bounor-Legaré, A. Taguet, a E. Beyou, „Influence of halloysite nanotubes onto the fire properties of polymer based composites: A review”, *Polym. Degrad. Stab.*, roč. 183, 2021, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2020.109407.
- [72] H. Vahabi, R. Sonnier, A. Taguet, B. Otazaghine, M. R. Saeb, a G. Beyer, *Halloysite nanotubes (HNTs)/polymer nanocomposites: thermal degradation and flame retardancy*. INC, 2020.
- [73] I. Pleșa, P. V. Noțingher, S. Schlögl, C. Sumereder, a M. Muhr, „Properties of polymer composites used in high-voltage applications”, *Polymers (Basel)*., roč. 8, č. 5, 2016, doi: 10.3390/polym8050173.
- [74] L. Y. Zhang, M. Xu, W. D. Li, Z. Liu, a G. J. Zhang, „Fabrication and characterization of BaTiO₃/Al₂O₃/epoxy composites with tunable dielectric permittivity”, *ICHVE 2016 - 2016 IEEE Int. Conf. High Volt. Eng. Appl.*, s. 2–5, 2016, doi: 10.1109/ICHVE.2016.7800923.
- [75] M. M. S. Shirazi, H. Borsi, a E. Gockenbach, „Effect of TiO₂ nanofillers on electrical, thermal and mechanical parameters of epoxy resin”, *Conf. Rec. IEEE Int. Symp. Electr. Insul.*, s. 69–72, 2012, doi: 10.1109/ELINSL.2012.6251428.
- [76] M. Lengyel, N. Kállai-Szabó, V. Antal, A. J. Laki, a I. Antal, „Microparticles, microspheres, and microcapsules for advanced drug delivery”, *Sci. Pharm.*, roč. 87, č. 3, 2019, doi: 10.3390/scipharm87030020.
- [77] S. Suri, G. Ruan, J. Winter, a C. E. Schmidt, *Microparticles and Nanoparticles*, Third Edit., č. 2000. Elsevier, 2013.
- [78] S. Singha a M. J. Thomas, „Reduction of permittivity in epoxy nanocomposites at low

- nano-filler loadings", *Annu. Rep. - Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena, CEIDP*, s. 726–729, 2008, doi: 10.1109/CEIDP.2008.4772804.
- [79] Q. Wang a G. Chen, „Effect of Nanofillers on the Dielectric Properties of Epoxy Nanocomposites", 2012, doi: 10.12989/amr.2012.1.1.093.
- [80] P. Kadlec, M. Čermák, P. Prosr, a R. Polanský, „Investigation of filling level and processing technology influences on dielectric behavior of PE/HNT nanocomposites", *Annu. Rep. - Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena, CEIDP*, roč. 2016-Decem, s. 563–566, 2016, doi: 10.1109/CEIDP.2016.7785489.
- [81] P. Kadlec, M. Cermak, a R. Polansky, „Influence of Halloysite nanotubes in low-density polyethylene on electric polarization", *Proc. 2015 16th Int. Sci. Conf. Electr. Power Eng. EPE 2015*, s. 620–625, 2015, doi: 10.1109/EPE.2015.7161071.
- [82] I-Minerals Inc., „Halloysite". [Online]. Dostupné z: <https://imineralsinc.com/our-products/halloysite>.
- [83] A. Kausar, „Review on Polymer/Halloysite Nanotube Nanocomposite", *Polym. - Plast. Technol. Eng.*, roč. 57, č. 6, s. 548–564, 2018, doi: 10.1080/03602559.2017.1329436.
- [84] E. Joussein, S. Petit, J. Churchman, B. Theng, D. Righi, a B. Delvaux, „Halloysite clay minerals — a review", *Clay Miner.*, roč. 40, č. 4, s. 383–426, 2005, doi: 10.1180/0009855054040180.
- [85] E. S. Goda, K. R. Yoon, S. H. El-sayed, a S. E. Hong, „Halloysite nanotubes as smart flame retardant and economic reinforcing materials: A review", *Thermochim. Acta*, roč. 669, č. September, s. 173–184, 2018, doi: 10.1016/j.tca.2018.09.017.
- [86] H. Zhang, „Selective modification of inner surface of halloysite nanotubes: a review", roč. 6, č. 6, s. 573–581, 2017, doi: doi:10.1515/ntrev-2017-0163.
- [87] K. Song, *Micro- and nano-fillers used in the rubber industry*. Elsevier Ltd, 2017.
- [88] I-Minerals Inc., „HaloPure® developmental product data". 2021, [Online]. Dostupné z: imineralsinc.com.
- [89] Y. Ye, H. Chen, J. Wu, a L. Ye, „High impact strength epoxy nanocomposites with natural nanotubes", *Polymer (Guildf)*., roč. 48, č. 21, s. 6426–6433, 2007, doi: 10.1016/j.polymer.2007.08.035.
- [90] M. Liu, B. Guo, M. Du, X. Cai, a D. Jia, „Properties of halloysite nanotube-epoxy resin hybrids and the interfacial reactions in the systems", *Nanotechnology*, roč. 18, č. 45, 2007, doi: 10.1088/0957-4484/18/45/455703.
- [91] Z. Jia, Y. Luo, B. Guo, B. Yang, M. Du, a D. Jia, „Reinforcing and flame-retardant

- effects of halloysite nanotubes on LLDPE", *Polym. - Plast. Technol. Eng.*, roč. 48, č. 6, s. 607–613, 2009, doi: 10.1080/03602550902824440.
- [92] D. Marset *et al.*, „The effect of halloysite nanotubes on the fire retardancy properties of partially biobased polyamide 610", *Polymers (Basel)*., roč. 12, č. 12, s. 1–21, 2020, doi: 10.3390/polym12123050.
- [93] H. Vahabi, M. R. Saeb, K. Formela, a J. M. L. Cuesta, „Flame retardant epoxy/halloysite nanotubes nanocomposite coatings: Exploring low-concentration threshold for flammability compared to expandable graphite as superior fire retardant", *Prog. Org. Coatings*, roč. 119, č. February, s. 8–14, 2018, doi: 10.1016/j.porgcoat.2018.02.005.
- [94] R. C. Daly a A. Wagner, „Fire and Flame Retardant Polymer Composites: US 2009 / 0312954 A1 (Patent Application Publication)", 12/126,035, 2009.
- [95] J. Joy, E. George, P. Haritha, S. Thomas, a S. Anas, „An overview of boron nitride based polymer nanocomposites", *J. Polym. Sci.*, roč. 58, č. 22, s. 3115–3141, 2020, doi: 10.1002/pol.20200507.
- [96] Y. S. Al-Hamdani, D. Alfè, O. A. von Lilienfeld, a A. Michaelides, „Tuning dissociation using isoelectronically doped graphene and hexagonal boron nitride: Water and other small molecules", *J. Chem. Phys.*, roč. 144, č. 15, s. 154706, dub. 2016, doi: 10.1063/1.4945783.
- [97] American Chemical Society, „Boron nitride". 2020, [Online]. Dostupné z: <https://www.acs.org/content/acs/en/molecule-of-the-week/archive/b/boron-nitride.html>.
- [98] J. S. Lewis, Z. Barani, A. S. Magana, F. Kargar, a A. A. Balandin, „Thermal and electrical conductivity control in hybrid composites with graphene and boron nitride fillers", *Mater. Res. Express*, roč. 6, č. 8, s. 1–32, 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab2215.
- [99] Saint-Gobain, „Boron Nitride". 2022, [Online]. Dostupné z: <https://www.bn.saint-gobain.com/>.
- [100] H. Kuwahara, *Creation of Boron Nitride Nanotubes and Possibility for a Series of Advanced Nanocomposite Materials*. Elsevier B.V., 2018.
- [101] W. L. Song *et al.*, „Polymer/boron nitride nanocomposite materials for superior thermal transport performance", *Angew. Chemie - Int. Ed.*, roč. 51, č. 26, s. 6498–6501, 2012, doi: 10.1002/anie.201201689.
- [102] S. Moradi, Y. Calventus, F. Román, P. Ruiz, a J. M. Hutchinson, „Epoxy composites

- filled with boron nitride: cure kinetics and the effect of particle shape on the thermal conductivity", *J. Therm. Anal. Calorim.*, roč. 142, č. 2, s. 595–605, 2020, doi: 10.1007/s10973-020-09743-3.
- [103] Y. Tsuji *et al.*, „Adhesion of epoxy resin with hexagonal boron nitride and graphite", *ACS Omega*, roč. 4, č. 3, s. 4491–4504, 2019, doi: 10.1021/acsomega.9b00129.
- [104] Z. Wang, Y. Fu, W. Meng, a C. Zhi, „Solvent-free fabrication of thermally conductive insulating epoxy composites with boron nitride nanoplatelets as fillers", *Nanoscale Res. Lett.*, roč. 9, č. 1, s. 1–7, 2014, doi: 10.1186/1556-276X-9-643.
- [105] I. A. Tsekmes, P. H. F. Morshuis, J. J. Smit, a R. Kochetov, „The influence of interfaces and water uptake on the dielectric response of epoxy-cubic boron nitride composites", *J. Mater. Sci.*, roč. 50, č. 11, s. 3929–3941, 2015, doi: 10.1007/s10853-015-8940-1.
- [106] Matmatch GmbH, „Aluminium Oxide: Properties, Production, and Applications". Leopoldstraße 250 A, 80807 Munich, 2022, [Online]. Dostupné z: <https://matmatch.com/learn/material/aluminium-oxide>.
- [107] A. Lontrasová, „Epoxy Resin with Aluminium Oxide Nanofiller and its Dielectric Properties", č. 1, s. 728–732.
- [108] J. H. Ryu, Y. G. You, S. W. Kim, J. H. Hong, J. H. Na, a S. H. Jhang, „Effect of Al₂O₃ deposition on carrier mobility and ambient stability of few-layer MoS₂ field effect transistors", *Curr. Appl. Phys.*, roč. 20, č. 2, s. 363–365, 2020, doi: 10.1016/j.cap.2019.12.002.
- [109] E. S. Lokteva *et al.*, „Hydrodehalogenation of 4-chlorophenol and 4-bromophenol over Pd–Fe/Al₂O₃: influence of catalyst reduction conditions", *Mendeleev Commun.*, roč. 32, č. 2, s. 249–252, 2022, doi: 10.1016/j.mencom.2022.03.032.
- [110] O. M. Yousri, M. H. Abdellatif, a G. Bassioni, „Effect of Al₂O₃ Nanoparticles on the Mechanical and Physical Properties of Epoxy Composite", *Arab. J. Sci. Eng.*, roč. 43, č. 3, s. 1511–1517, 2018, doi: 10.1007/s13369-017-2955-7.
- [111] P. Hassanpour *et al.*, „Biomedical applications of aluminium oxide nanoparticles", *Micro Nano Lett.*, roč. 13, č. 9, s. 1227–1231, 2018, doi: 10.1049/mnl.2018.5070.
- [112] Aluminum Manufacturers, „Aluminum Oxide". [Online]. Dostupné z: <https://www.aluminummanufacturers.org/aluminum-sulfate/aluminum-oxide/>.
- [113] STC Superior Technical Ceramics, „Standard Alumina (74%, 95%, 96%, 98%)". 600 Industrial Park Rd. St.Albans, VT 05478, 2022, [Online]. Dostupné z: <https://www.ceramics.net/ceramic-materials-solutions/aluminas/std-alumina>.

- [114] US Research Nanomaterials, „Aluminum Oxide Al₂O₃ Nanopowder". [Online]. Dostupné z: <https://www.us-nano.com/inc/sdetail/208>.
- [115] Asheville Mica Company, „About Mica". 2022, [Online]. Dostupné z: <https://www.ashevilmica.com/what-is-mica/>.
- [116] OKABE MICA CO. LTD., „What is Mica?" 1-8-7, Nakama, Nakama-shi, Fukuoka 809-0034, Japan, [Online]. Dostupné z: https://okabe-mica.com/about/#about_01.
- [117] Cogebi, „What is Mica?" 2022, [Online]. Dostupné z: <https://www.cogebi.com/what-is-mica>.
- [118] Q. Zheng, Y. Zhang, N. Xue, T. Liu, a J. HUANG, „Vanadium occupation and its leachability differences in trioctahedral and dioctahedral mica", *RSC Adv.*, roč. 9, s. 27615–27624, zář. 2019, doi: 10.1039/C9RA05753F.
- [119] Jason Cole - University of Waterloo, „Micas". <https://uwaterloo.ca/earth-sciences-museum/resources/detailed-rocks-and-minerals-articles/micas>, 2001.
- [120] Inderchand Rajgarhia & Sons Pvt. Ltd., „Introduction to MICA". 48 Elliot Road, Kolkata-700016, India, [Online]. Dostupné z: http://www.icrmica.com/icrmica_mica_introduction.html.
- [121] Elmelin Electrical Insulation Solutions, „Comparing the properties of common electrical insulation materials".
- [122] Axim Mica, „Muscovite or Phlogopite? Which Mica is best for your Application?" Farmingdale, NY 11735, 2020, [Online]. Dostupné z: <https://aximmica.com/muscovite-or-phlogopite-which-mica-is-best-for-your-application/>.
- [123] Axim Mica, „How are Mica Sheets formed?" 2021, [Online]. Dostupné z: <https://aximmica.com/how-are-mica-sheets-formed/>.
- [124] Sitaram Group, „Mica & Its Applications". 2020, [Online]. Dostupné z: <https://www.sitaramgroup.co.in/mica-applications.html>.
- [125] Ascable-Recael, „Cables with Mica insulation". Barcelona – Spain, 2020, [Online]. Dostupné z: <https://www.ascable-recael.com/cables-with-mica-insulation/?lang=en>.
- [126] Elmelin, „What is Mica?" London, 2021, [Online]. Dostupné z: <https://elmelin.com/what-is-mica/>.
- [127] P. Kadlec, O. Musil, V. Nikolic, a R. Polansky, „Effect of inhomogeneities in epoxy-glass-mica composites on conductive channel formation", *2022 IEEE Electr. Insul. Conf. EIC 2022*, č. June, s. 111–114, 2022, doi: 10.1109/EIC51169.2022.9833188.
- [128] K. Song, R. Polak, D. Chen, M. F. Rubner, R. E. Cohen, a K. A. Askar, „Spray-Coated

- Halloysite-Epoxy Composites: A Means to Create Mechanically Robust, Vertically Aligned Nanotube Composites", *ACS Appl. Mater. Interfaces*, roč. 8, č. 31, s. 20396–20406, 2016, doi: 10.1021/acsami.6b06174.
- [129] H. Zhang, Y. Liu, M. Kuwata, E. Bilotti, a T. Peijs, „Improved fracture toughness and integrated damage sensing capability by spray coated CNTs on carbon fibre prepreg", *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, roč. 70, s. 102–110, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.11.029.
- [130] K. Feng, G. Y. Hung, J. Liu, M. Li, C. Zhou, a M. Liu, „Fabrication of high performance superhydrophobic coatings by spray-coating of polysiloxane modified halloysite nanotubes", *Chem. Eng. J.*, roč. 331, č. July 2017, s. 744–754, 2018, doi: 10.1016/j.cej.2017.09.023.
- [131] D. Chen *et al.*, „Spray-deposited Ag nanoparticles on micro/nano structured Ti6Al4V surface for enhanced bactericidal property and cytocompatibility", *Surf. Coatings Technol.*, roč. 431, č. December 2021, s. 128010, 2022, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.128010.
- [132] J. Wang, L. Zhang, a C. Li, „Superhydrophobic and mechanically robust polysiloxane composite coatings containing modified silica nanoparticles and PS-grafted halloysite nanotubes", *Chinese J. Chem. Eng.*, 2022, doi: 10.1016/j.cjche.2021.12.017.
- [133] F. Boulogne, F. Ingremeau, J. Dervaux, L. Limat, a H. A. Stone, „Homogeneous deposition of particles by absorption on hydrogels", *Epl*, roč. 112, č. 4, 2015, doi: 10.1209/0295-5075/112/48004.
- [134] Český normalizační institut, „ČSN EN 60085 ed.2 Elektrická izolace - tepelné hodnocení a značení". 2008.
- [135] Y. Ohki a N. Hirai, „Thermal ageing of soft and hard epoxy resins", *High Volt.*, č. June, 2022, doi: 10.1049/hve2.12259.
- [136] E. Le Bourhis *et al.*, „Characterization of the ageing of an epoxy resin using high temperature nanoindentation", *Mater. Tech.*, roč. 107, č. 2, s. 0–5, 2019, doi: 10.1051/mattech/2019004.
- [137] N. Gao, W. Zhang, Z. Liu, K. Huang, H. Jin, a C. Wu, „Study on thermal aging characteristics of epoxy resin/inorganic filler composites for the fully casting bus bar", *Annu. Rep. - Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena, CEIDP*, s. 77–80, 2013, doi: 10.1109/CEIDP.2013.6747101.
- [138] Elmelin Electrical Insulation Solutions, „Manufacturing Mica Sheets". 2018, [Online]. Dostupné z: <https://elmelin.com/manufacturing-mica-sheets/>.

- [139] Electrolock, „Mica Tapes for Medium and High Voltage Coils". [Online]. Dostupné z: <https://www.electrolock.com/mica-tapes-for-medium-and-high-voltage-coils/>.
- [140] A. Towne a T. Bambicino, „Process for Manufacturing Mica Sheet Composites", US Patent US3880972, 1975.
- [141] IDT Industrial and Sealing Technology GmbH, „Mica – the hidden champion for high-temperature applications". 2022, [Online]. Dostupné z: <https://idt-gaskets.com/company/news/mica-the-hidden-champion-for-high-temperature-applications>.
- [142] R. Omranipour, M. K. W. Stranges, F. A. Plummer, a J. E. Hayward, „Performance of calcined and uncalcined VPI mica tapes for high voltage AC stator winding insulation", *Conf. Rec. IEEE Int. Symp. Electr. Insul.*, roč. 2006, s. 340–343, 2006, doi: 10.1109/elinsl.2006.1665327.
- [143] Lamp & Home Outlet Store, „Mica Mineral Mined From The Earth". [Online]. Dostupné z: <https://www.lampshadepro.com/mica-mineral-mined-from-the-earth.html>.
- [144] L. LingShouHuaJing Mica Co., „Dry ground mica". [Online]. Dostupné z: https://www.diytrade.com/china/pd/5938848/dry_ground_mica.html.
- [145] Ningbo Rising Trading Co. Ltd., „High temperature resistant mica paper insulating mica sheet for Hot Air Gun Soldering Stations Grilling Heater 330mm*110mm". [Online]. Dostupné z: https://www.alibaba.com/product-detail/high-temperature-resistant-mica-paper-insulating_62389800384.html.
- [146] I. Nurul Hidayah a M. Mariatti, „Thermoplastic Elastomer for High Voltage Engineering Applications", M. S. J. B. T.-E. of M. P. and P. Hashmi, Ed. Oxford: Elsevier, 2022, s. 450–460.
- [147] Omnexus, „Comprehensive Guide on Polyimide (PI)". [Online]. Dostupné z: <https://omnexus.specialchem.com/selection-guide/polyimide-pi-plastic>.
- [148] Chemours Company FC.LLC., „Teflon™ FEP Resins". [Online]. Dostupné z: <https://www.teflon.com/en/products/resins/fep-resins>.
- [149] J. Štulík, O. Musil, F. Josefík, a P. Kadlec, „Graphene-Based Temperature Sensors—Comparison of the Temperature and Humidity Dependences", *Nanomaterials*, roč. 12, č. 9, 2022, doi: 10.3390/nano12091594.
- [150] A. D. Darwish, „Fullerenes", *Annu. Reports Prog. Chem. - Sect. A*, roč. 109, č. May 2015, s. 436–452, 2013, doi: 10.1039/c3ic90012f.
- [151] L. Chkhartishvili, „Boron nitride nanostructures: Molecules, sheets, tubes, fullerenes

- (An overview)", *Nano Stud.*, roč. 2, s. 139–174, pro. 2010.
- [152] R. Mishra a J. Militky, *Carbon-based nanomaterials*. Elsevier Ltd., 2008.
- [153] N. A. Peppas, B. V Slaughter, a M. A. Kanzelberger, „Hydrogels“, K. Matyjaszewski a M. B. T.-P. S. A. C. R. Möller, Ed. Amsterdam: Elsevier, 2012, s. 385–395.

Přílohy

V následující části se nachází data, doplňující informace, grafy, tabulky, fotografie a obrázky, které jsou pro diplomovou práci neméně důležité, nicméně například vzhledem k jejich rozsahu či doplňujícímu charakteru je nebylo možné ani vhodné začlenit do hlavních částí práce. Jedná se například o doplňující informace k jednotlivým výzvám, které během práce vyvstaly (např. experiment sedimentace, navržení a design přípravku). Přílohy jsou řazeny chronologicky tak, jak je na ně odkazováno v hlavních částech práce a každá z kapitol příloh obsahuje samostatný doplněk k hlavní části.

Příloha 1 – Slídové papíry

Pro konvenční využití v oblasti vysokonapěťových elektroizolačních systémů je nutné zpracování surové slídy do formy slídového papíru. V závislosti na technologii zpracování lze slídové papíry dělit na ty z kalcinované slídy a nekalcinované slídy.

Při výrobě nekalcinovaného slídového papíru jsou větší kusy slídy vysokotlakým vodním paprskem nebo mechanickou cestou rozčleněny na jednotlivé větší destičky [138, 139]. Destičky slídy jsou poté tříděny podle velikosti pro zajištění konzistentní velikosti částic použitých ve slídovém papíru [139]. Následně je slída ponořena do nádoby obsahující vodu a tixotropní koloidní činidlo. Tixotropní koloidní činidlo je využito pro zajištění pseudoplastických vlastností a udržení slídových destiček ve stabilní suspenzi. Patent US3880972A udává, že jedním z vhodných činidel je vysokomolekulární lineární polysacharid [140]. Směs slídových destiček, vody a činidla je poté vylita do speciální formy, která má na dně mřížové síto. Poté je ze spodní strany formy vytvořen podtlak pro odsátí kapaliny. Vytvořený list se následně nechá vyschnout a poté je ve vyhřívaném hydraulickém listu vytvořen slídový papír. Slídový papír může být vyroben buď jako suchý, nebo může být při lisování v hydraulickém lisu prosycen pryskyřicí [140].

Při výrobě kalcinovaného slídového papíru jsou kusy slídy vsypány do vysokoteplotní rotační pece (rotační kalcinátor) a následně jsou podrobeny řízenému teplotnímu programu. Při vystavení slídy nad její teplotu kalcinace (nad 600 °C pro muskovit a nad 1000 °C pro flogopit [141]) dochází k tepelnému rozbíjení některých mezimolekulárních vazeb a z celku dochází k odlupování velmi malých destiček. Následná technologie výroby do podoby slídového papíru je stejná jako u nekalcinovaného slídového papíru [139].

Oba druhy slídových papírů, případně částic jsou ve vysokonapěťových izolacích použitelné, nicméně vhodnost použití jednotlivých druhů se liší v závislosti na vybrané technologii zpracování izolačního systému (Resin-Rich a VPI) [139]. V odborné publikaci od Omaranipour a kol. z roku 2006 je porovnávána vhodnost použití kalcinované a nekalcinované slídové pásky pro vysokonapěťové izolační systémy vyráběné metodou VPI. Bylo zjištěno, že v případě použití pásky z kalcinované slídy dochází k pomalé penetraci pryskyřice do slídové pásky a omezené impregnaci. Tento jev je dán velikostí slídových destiček (částic) ve slídové pásce. Při použití kalcinované slídy jsou částice menší a impregnace je obtížnější, naopak při použití nekalcinované slídy jsou částice větší a pryskyřice tak lépe proniká do pásky [142]. Využití nekalcinovaných slídových pásek

primárně pro technologii výroby VPI a kalcinovaných spíše pro technologii Resin-Rich dokládá i zdroj [139].

Na následující sérii obrázků Obr. 41 je (zleva) slída v surovém stavu, následně namletá a poté jako slídový papír.



Obr. 41: Slída v různých stavech, zleva: slída v surovém stavu (převzato z [143]), slída v namletém stavu (převzato z [144]), slída ve formě slídového papíru (převzato z [145]).

Příloha 2 – Doplnující experiment kompatibility rozpouštědel a částic

Tato příloha zobrazuje výsledek navrženého a provedeného experimentu sedimentace částic ve vybraných rozpouštědlech. Výsledkem je tabulka hodnotící kompatibilitu jednotlivých rozpouštědel a částic s ohledem na koncentraci (v 10 ml rozpouštědla). Barevnou stupnicí je zhodnocena rozmíchatelnost částic v rozpouštědle a pak také časová sedimentace, kdy časová sedimentace byla požadována co nejpomalejší.

Tab. 3: Kompatibilita jednotlivých druhů částic a rozpouštědel.

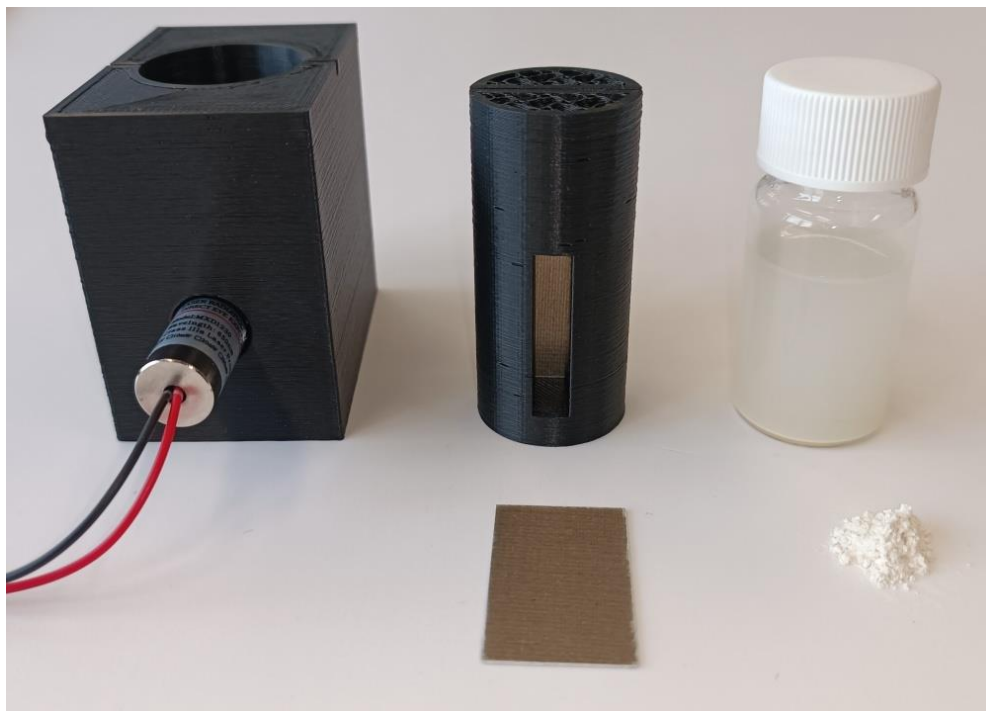
rozpouštědlo	částice	koncentrace (%)	Rozmíchatelnost	Časová sedimentace
ethanol	HNT (halloysite nanotubes)	5	špatné	špatné
ethanol		2,5	dobré	špatné
aceton		1	výborné	špatné
ethanol		1	výborné	špatné
aceton		0,5	výborné	špatné
ethanol		0,5	výborné	špatné
IPA		0,1	výborné	špatné
aceton		0,1	výborné	špatné
ethanol		0,1	výborné	špatné
DMAc		0,1	výborné	špatné
IPA		2,5	výborné	špatné
aceton		2,5	výborné	špatné
ethanol		2,5	výborné	špatné
DMAc		2,5	výborné	špatné
IPA		0,5	výborné	špatné
aceton		0,5	výborné	špatné
ethanol		0,5	výborné	špatné
DMAc		0,5	výborné	špatné
demi voda		0,5	výborné	špatné
IPA		1	výborné	špatné
aceton	1	výborné	špatné	
ethanol	1	výborné	špatné	
DMAc	1	výborné	špatné	
IPA	Al ₂ O ₃	0,5	výborné	výborné
aceton		0,5	výborné	výborné
ethanol		0,5	výborné	výborné
DMAc		0,5	výborné	výborné
IPA	BN (nitrid boru)	0,5	výborné	výborné
aceton		0,5	výborné	výborné
ethanol		0,5	výborné	výborné
DMAc		0,5	výborné	výborné
IPA	Slída	0,5	výborné	výborné
aceton		0,5	výborné	výborné
ethanol		0,5	výborné	výborné
DMAc		0,5	výborné	výborné

legenda

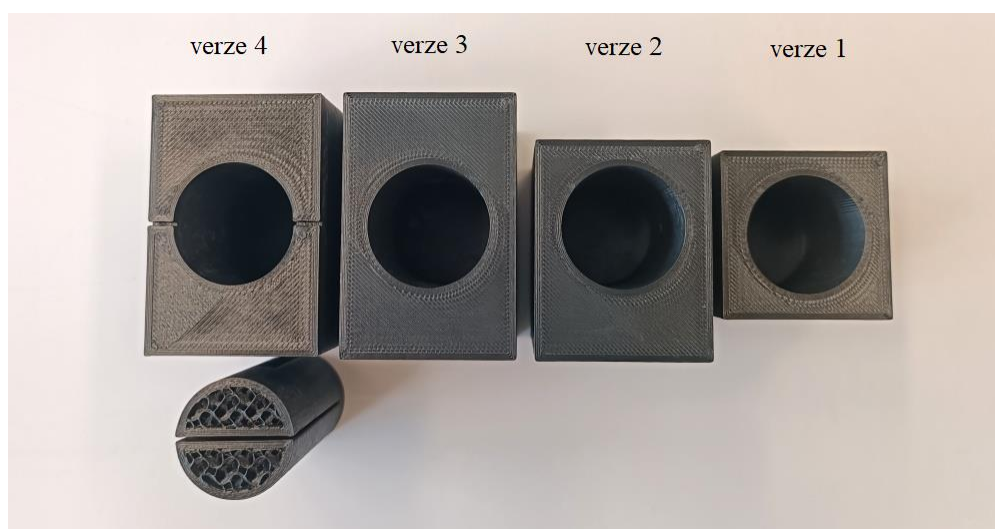
- výborné
- dobré
- špatné
- nevyhovující

Příloha 3 – Dokumentace navrženého přípravku pro experiment sedimentace

Příloha obsahuje fotografie a technické výkresy přípravku navrženého pro provedení experimentu časové sedimentace částic ve vybraných rozpouštědlech.

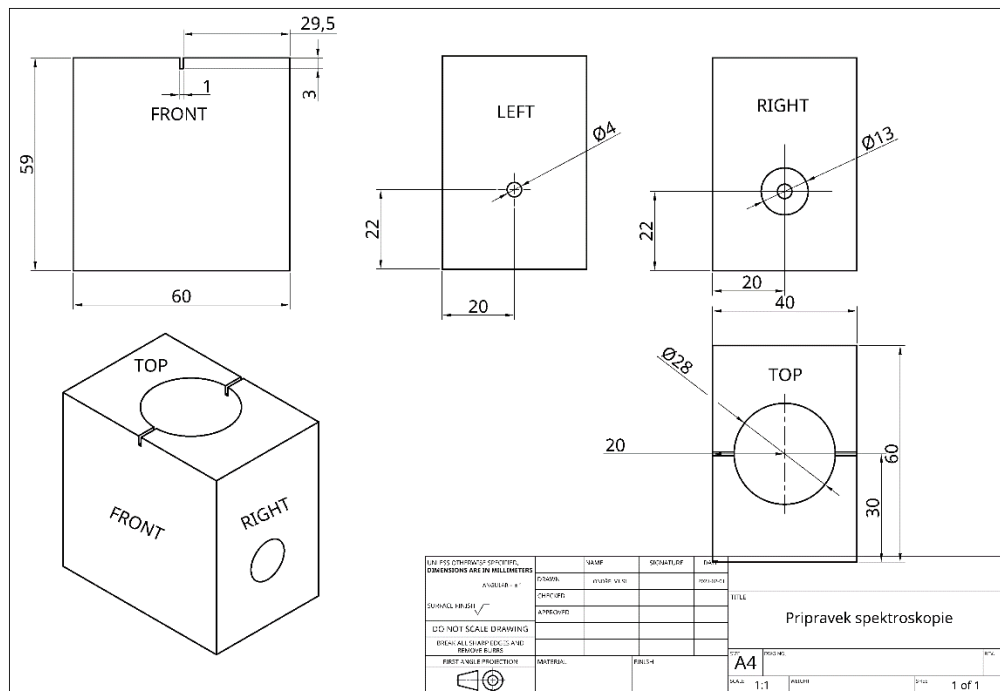


Obr. 42: Aktuální verze modulárního přípravku pro analýzu kapalných a pevných vzorků.

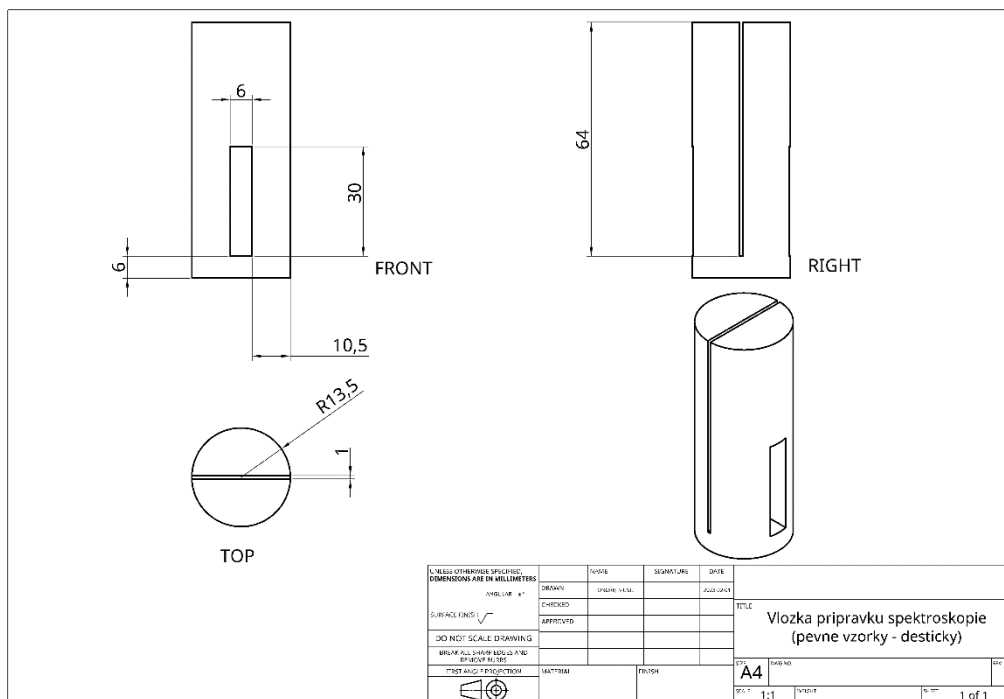


Obr. 43: Jednotlivé verze přípravku v průběhu vývoje.

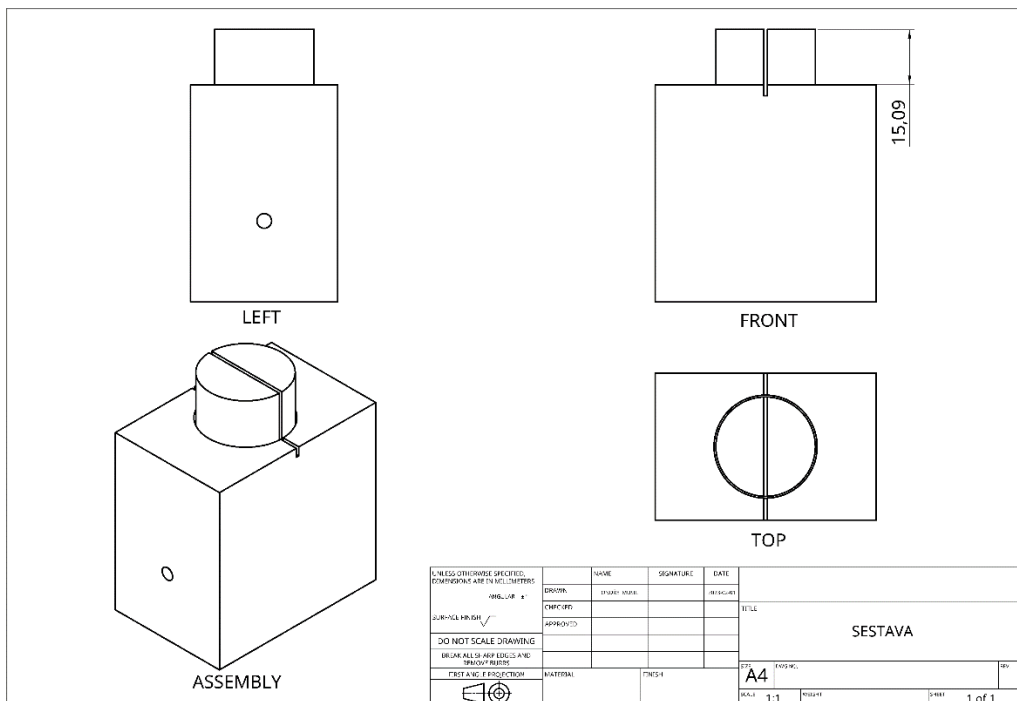
PŘÍLOHA 3 – DOKUMENTACE NAVRŽENÉHO PŘÍPRAVKU PRO EXPERIMENT
SEDIMENTACE



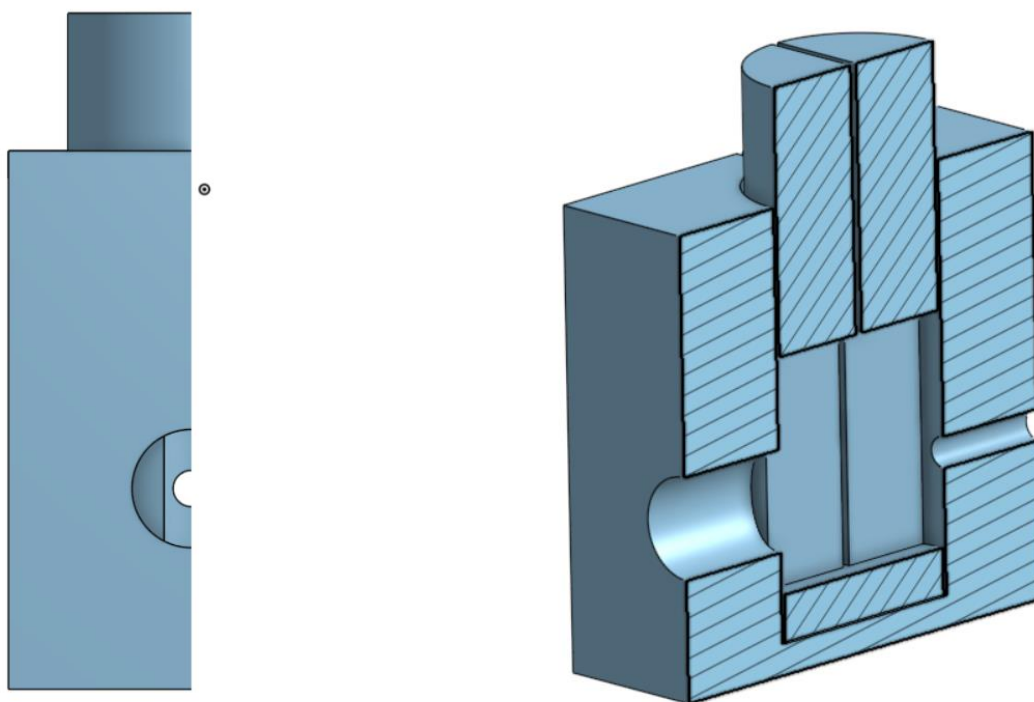
Obr. 44: Technická dokumentace aktuální verze přípravku.



Obr. 45: Technická dokumentace válcové vložky pro analýzu pevných vzorků.



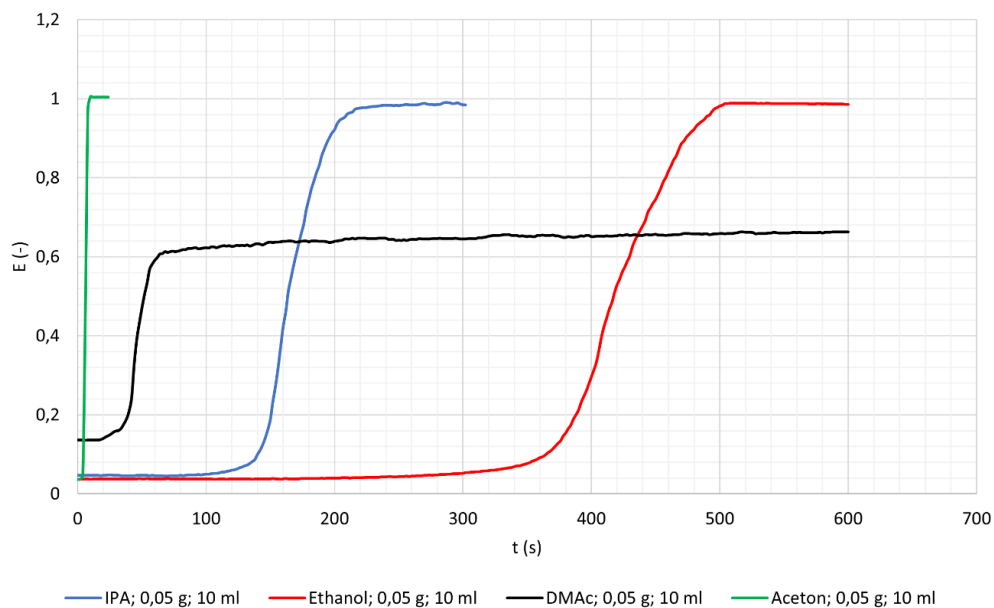
Obr. 46: Ukázka sestavy modulárního systému.



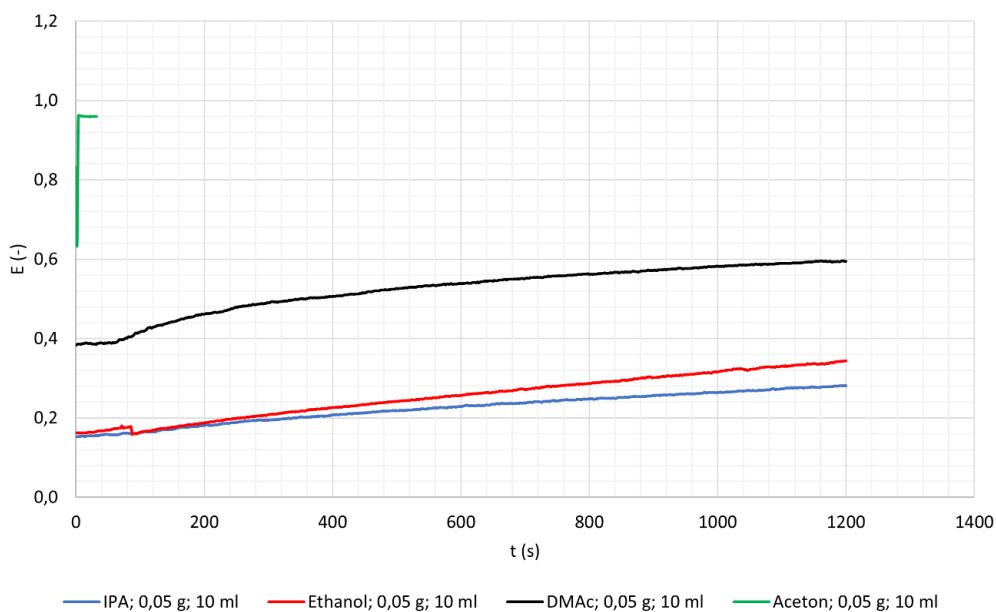
Obr. 47: Ukázka sestavy v řezu pro kontrolu přesahů a dráhy laserového paprsku.

Příloha 4 – Časový průběh sedimentace částic v různých rozpouštědlech

V této příloze jsou shrnující grafy průběhů časové sedimentace jednotlivých druhů částicových plniv ve vybraných rozpouštědlech. Na základě těchto výsledků bylo vybráno optimální rozpouštědlo a vytvořena barevná stupnice tabulky kompatibility.

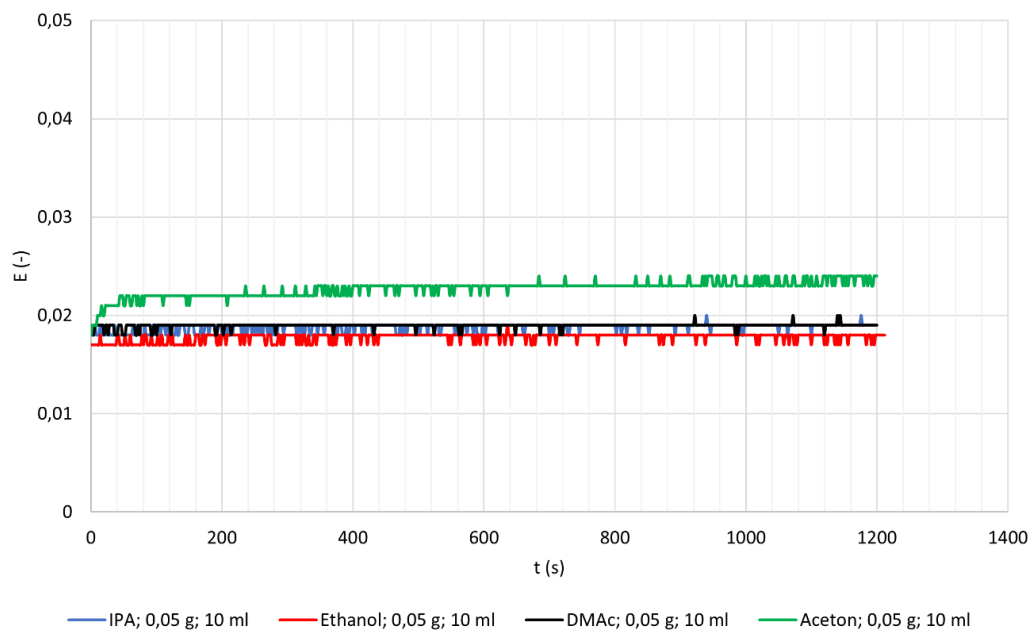


Obr. 48: Časový profil sedimentace pro částice HNT.

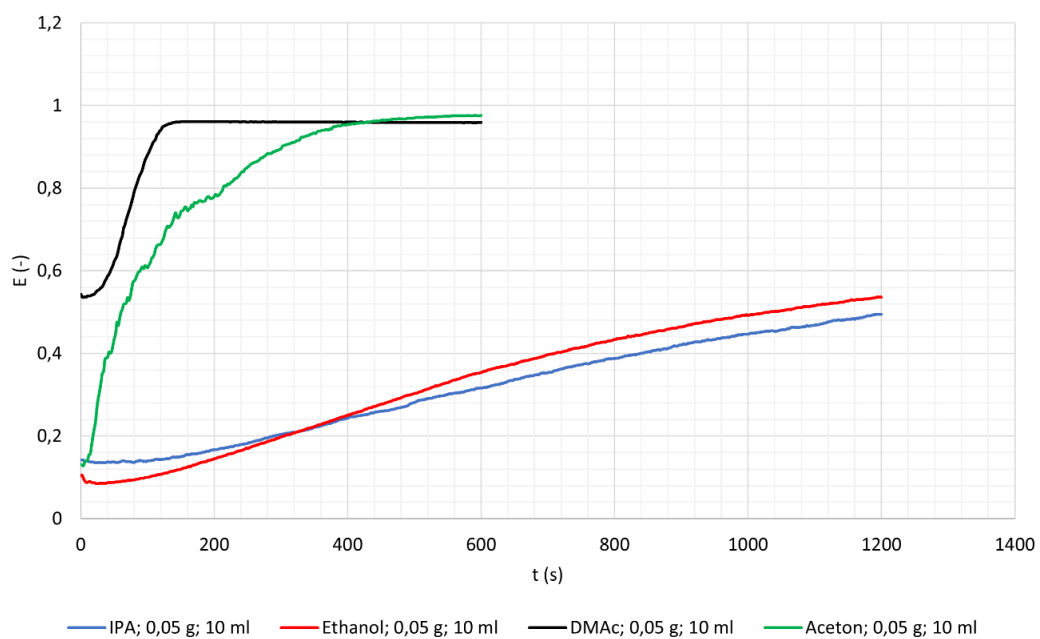


Obr. 49: Časový profil sedimentace pro částice Al₂O₃.

PŘÍLOHA 4 – ČASOVÝ PRŮBĚH SEDIMENTACE ČÁSTIC V RŮZNÝCH ROZPOUŠTĚDLECH



Obr. 50: Časový profil sedimentace pro částice BN.



Obr. 51: Časový profil sedimentace pro částice slidy.

Příloha 5 – Záznam úbytku hmotnosti vzorků při experimentu zrychleného stárnutí

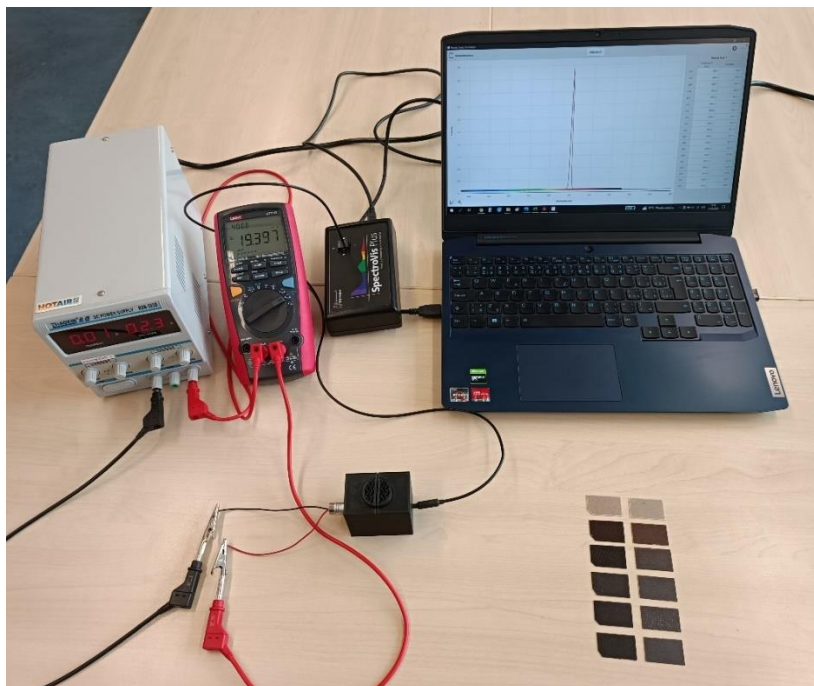
Příloha obsahuje data ze záznamu úbytku hmotnosti při jednotlivých časových odběrech (po 120 h) vzorků vystavených zrychlenému tepelnému stárnutí.

Tab. 4: Záznam úbytků hmotnosti vzorků.

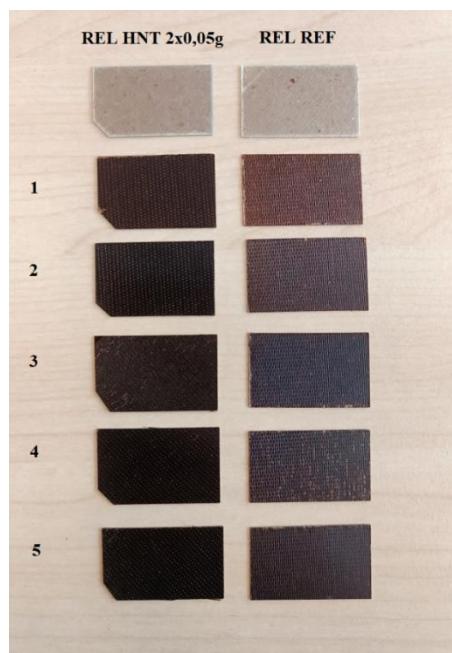
Vzorek	Procentní úbytek hmotnosti				
	1. odběr	2. odběr	3. odběr	4. odběr	5. odběr
3.1.D.1 REL 2x0.05 g HNT	0,355	0,627	0,838	1,034	1,270
3.2.D.1 REL 2x0.05 g HNT	0,305	0,583	0,795	0,993	1,199
3.3.D.1 REL 2x0.05 g HNT	0,38	0,697	0,933	1,055	1,299
2.9.1.D REL REF	0,329	0,618	0,818	1,011	1,103
2.9.2.D REL REF	0,329	0,614	0,812	0,986	1,161
2.9.3.D REL REF	0,426	0,73	0,952	1,002	1,343
2.2.D.2 REL 8x0,05g BN	0,188	0,331	0,419	0,579	0,670
2.3.D.2 REL 8x0,05g BN	0,198	0,324	0,447	0,596	0,712
2.4.D.2 REL 8x0,05g BN	0,199	0,341	0,465	0,620	0,726
4.2.D.1 REL PET	0,178	0,29	0,395	0,521	0,616
4.3.D.1 REL PET	0,193	0,312	0,422	0,555	0,655
4.4.D.1 REL PET	0,197	0,315	0,427	0,557	0,657
6.2.D.3 REL PA6	0,299	0,459	0,596	0,746	0,848
6.3.D.3 REL PA6	0,339	0,498	0,653	0,809	0,928
6.4.D.3 REL PA6	0,337	0,496	0,655	0,810	0,934
8.2.D.1 REL PA6	0,212	0,34	0,466	0,614	0,725
8.3.D.1 REL PA6	0,222	0,353	0,486	0,635	0,753
8.4.D.1 REL PA6	0,219	0,35	0,475	0,618	0,727

Příloha 6 – Sledování zbarvení vzorků při experimentu stárnutí

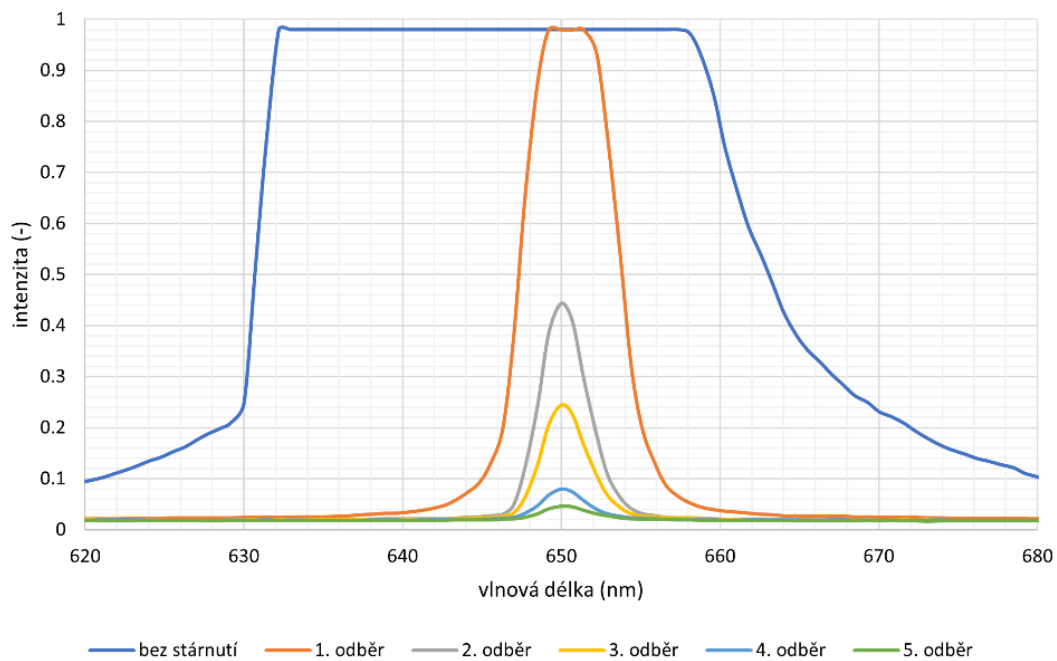
Příloha obsahuje dokumentaci samostatného dílčího experimentu sledování zbarvení vzorků při jednotlivých odběrech při tepelném stárnutí. Výsledkem jsou grafy zobrazující změnu intenzity procházejícího záření vzorkem při jednotlivých odběrech.



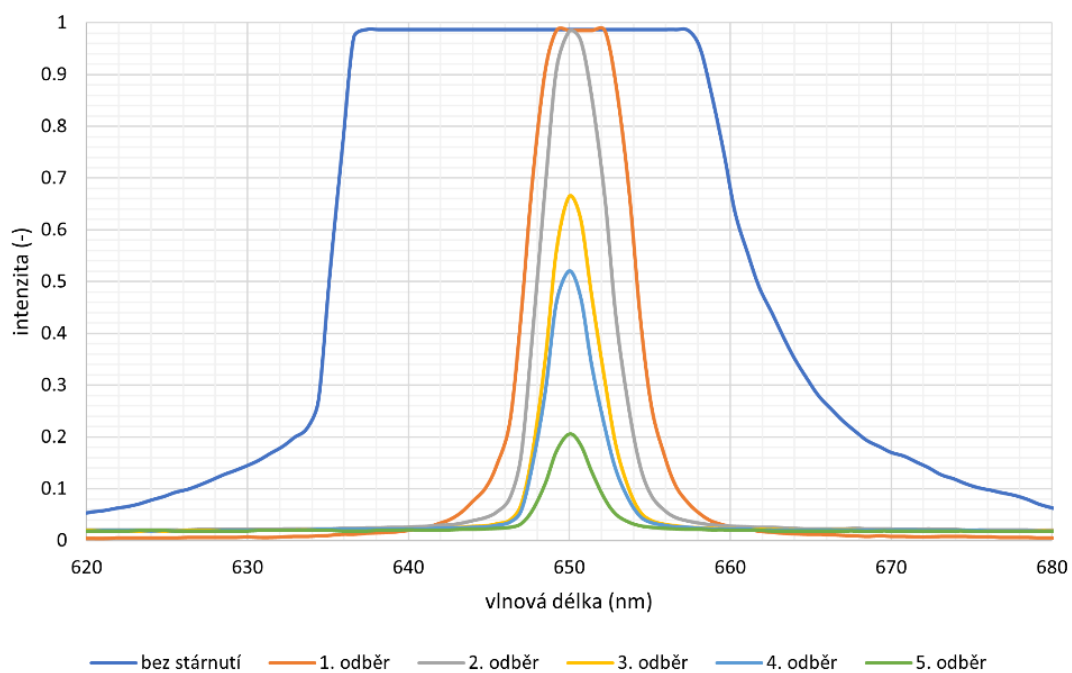
Obr. 52: Uspořádání pro měření útlumu intenzity světelného záření procházejícího vzorkem.



Obr. 53: Vzorky pro kontrolu zbarvení z experimentu zrychleného stárnutí, čísla značí jednotlivé odběry.



Obr. 54: Získané spektrum útlumu intenzity procházejícího záření vzorkem pro vzorek REL HNT 2x0,05 g.



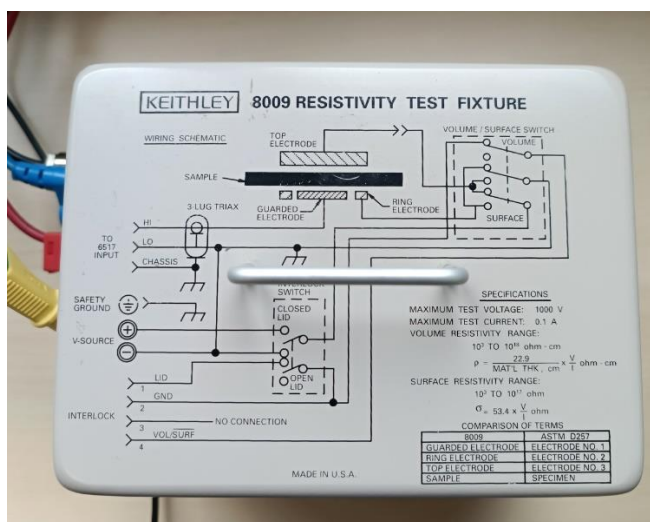
Obr. 55: Získané spektrum útlumu intenzity procházejícího záření vzorkem pro vzorek REL REF.

Příloha 7 – Použité přístrojové vybavení

Tato příloha obsahuje fotodokumentaci přístrojového vybavení použitého při jednotlivých měřeních.



Obr. 56: Stanoviště pro měření rezistivity (zleva): se zkratovací knížkou, obslužným PC, elektrodovým systémem a elektrometrem se zabudovaným zdrojem napětí.



a)

b)

Obr. 57: Detail elektrodového systému Keithley 8009: a) s nákresem zapojení v zavřeném stavu, b) v otevřeném stavu.



Obr. 58: Ukázka stanoviště pro měření permitivity a ztrátového činitele (BDS).



Obr. 59: Detail systému BDS s elektrodovým systémem pro upnutí vzorku.

Příloha 8 – Tabulky naměřených dat

Tato příloha obsahuje souhrnné tabulky naměřených dat jak pro nestárnuté vzorky, tak pro vzorky z experimentu zrychleného tepelného stárnutí.

Tab. 5: Souhrnná tabulka naměřených dat pro vzorky nevystavené experimentu zrychleného stárnutí

Označení	Materiálová skladba	Vnitřní rezistivita průměr ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Směrodatná odchylka ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Variační koeficient (%)	ϵ' (-) (50 Hz, 25°C)	ϵ'' (-) (50 Hz, 25°C)	$\text{tg}\delta$ (-) (50 Hz, 25 °C)
2.9.Z.D REL REF	pouze 4x Relanex (reference)	7,50E+16	8,00E+15	10,67	4,21	4,14E-02	9,83E-03
4.X.D.1 REL Kapton CRC	REL, REL, Kapton 100CRC, REL, REL	3,54E+16	5,84E+15	16,47	4,18	3,03E-02	7,25E-03
6.X.N.2 REL Kapton HN100	REL, Kapton HN100, REL, REL, Kapton HN100, REL	3,42E+16	1,75E+15	5,11	3,95	2,32E-02	5,87E-03
7.X.D.3 REL Kapton HN100	REL, Kapton HN100, REL, Kapton HN100, REL, Kapton HN100, REL	2,23E+16	1,97E+15	8,84	3,88	1,57E-02	4,05E-03
3.X.D.1 REL HNT 2x0,05g	REL, REL+2x0,05g HNT v Ethanolu, REL, REL	6,89E+16	7,84E+15	11,38	4,18	2,14E-02	5,12E-03
4.X.D.1 REL HNT 4x0,05g	REL, REL+2x0,05g HNT v Ethanolu, REL+2x0,05g HNT v Ethanolu, REL	1,17E+17	2,69E+16	22,96	4,17	2,28E-02	5,47E-03
7.X.D.2 REL HNT 8x0,05g	REL, REL+4x0,05g HNT v Ethanolu, REL+4x0,05g HNT v Ethanolu, REL	2,90E+16	2,32E+15	8,01	4,24	4,09E-02	9,65E-03
2.X.N.2 REL Al ₂ O ₃ 8x0,05g	REL, REL+4x0,05g Al ₂ O ₃ v Ethanolu, REL+4x0,05g Al ₂ O ₃ v Ethanolu, REL	3,38E+16	2,55E+15	7,54	4,32	5,19E-02	1,20E-02
2.X.D.2 REL BN 8x0,05g	REL, REL+4x0,05g BN v Ethanolu, REL+4x0,05g BN v Ethanolu, REL	5,62E+16	7,38E+15	13,13	4,08	2,57E-02	6,30E-03
2.X.D.1 REL PEN	REL, REL, PEN, REL, REL (fólie PEN)	6,09E+16	1,25E+16	20,60	4,03	3,08E-02	7,64E-03
4.X.D.1 REL PET	REL, REL, PET, REL, REL (fólie PET)	4,95E+16	4,60E+15	9,29	4,08	2,77E-02	6,79E-03
8.X.D.1 REL PA6	REL, REL, PA6, REL, REL (fólie PA6)	3,53E+16	8,60E+15	24,37	4,12	3,89E-02	9,44E-03
10.X.D.2 REL PA6	REL, PA6, REL, REL, PA6, REL (fólie PA6)	3,11E+16	1,92E+15	6,18	4,04	3,69E-02	9,13E-03
6.X.D.3 REL PA6	REL, PA6, REL, PA6, REL, PA6, REL (fólie PA6)	3,27E+16	5,16E+15	15,78	3,99	4,15E-02	1,04E-02

Tab. 6: Souhrnná tabulka naměřených dat pro vzorky vystavené experimentu zrychleného stárnutí.

Označení	Materiálová skladba	Stárnutí	Vnitřní rezistivita průměr ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Směrodatná odchylka ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Variační koeficient (%)	ϵ (-) (50 Hz, 25°C)	ϵ'' (-) (50 Hz, 25°C)	$\text{tg}\delta$ (-) (50 Hz, 25°C)
2.X.D.2 REL BN 8x0,05g	REL, REL+4x0,05g BN v Ethanolu, REL+4x0,05g BN v Ethanolu, REL	před stárnutím	5,62E+16	7,38E+15	13,13	4,08	2,57E-02	6,30E-03
		1. odběr	2,76E+17	9,75E+15	3,53	4,1	1,44E-02	3,51E-03
		2. odběr	2,02E+17	5,24E+15	2,59	4,06	1,47E-02	3,62E-03
		3. odběr	9,53E+16	5,15E+15	5,41	4,05	1,51E-02	3,73E-03
		4. odběr	1,89E+17	6,83E+15	3,61	3,98	1,24E-02	3,12E-03
5. odběr	1,07E+17	3,68E+15	3,43	3,97	1,43E-02	3,60E-03		
6.X.D.3 REL PA6 folie	REL, PA6, REL, PA6, REL, PA6, REL (folie PA6)	před stárnutím	3,27E+16	5,16E+15	15,78	3,99	4,15E-02	1,04E-02
		1. odběr	1,43E+17	3,54E+15	2,48	3,87	1,38E-02	3,57E-03
		2. odběr	1,14E+17	4,30E+15	3,77	3,79	1,42E-02	3,75E-03
		3. odběr	7,07E+16	3,98E+15	5,63	3,82	1,39E-02	3,64E-03
		4. odběr	1,09E+17	4,51E+15	4,12	3,77	1,27E-02	3,37E-03
5. odběr	6,66E+16	1,75E+15	2,63	3,78	1,44E-02	3,81E-03		
4.X.D.1 REL PET folie	REL, REL, PET, REL, REL (folie PET)	před stárnutím	4,95E+16	4,60E+15	9,29	4,08	2,77E-02	6,79E-03
		1. odběr	3,00E+17	6,35E+15	2,12	4,01	1,32E-02	3,29E-03
		2. odběr	2,14E+17	1,61E+16	7,52	3,94	1,39E-02	3,53E-03
		3. odběr	1,15E+17	9,44E+15	8,21	3,93	1,34E-02	3,41E-03
		4. odběr	2,19E+17	9,76E+15	4,46	3,9	1,14E-02	2,92E-03
5. odběr	1,06E+17	1,37E+16	12,91	3,88	1,20E-02	3,09E-03		
8.X.D.1 REL PA6 folie	REL, REL, PA6, REL, REL (folie PA6)	před stárnutím	3,53E+16	8,60E+15	24,37	4,12	3,89E-02	9,44E-03
		1. odběr	2,09E+17	3,88E+15	1,85	3,99	1,38E-02	3,46E-03
		2. odběr	1,47E+17	6,73E+15	4,57	3,89	1,39E-02	3,57E-03
		3. odběr	8,26E+16	1,51E+16	18,22	3,91	1,44E-02	3,68E-03
		4. odběr	1,51E+17	3,69E+14	0,24	3,85	1,24E-02	3,22E-03
5. odběr	7,46E+16	8,18E+15	10,95	3,87	1,42E-02	3,67E-03		
2.9.Z.D REL REF	pouze 4x Relanex (reference)	před stárnutím	7,50E+16	8,00E+15	10,67	4,21	4,14E-02	9,83E-03
		1. odběr	1,05E+17	1,13E+16	10,78	4,01	1,49E-02	3,72E-03
		2. odběr	9,55E+16	2,65E+15	2,77	3,93	1,35E-02	3,44E-03
		3. odběr	6,32E+16	1,20E+16	19,05	3,95	1,57E-02	3,97E-03
		4. odběr	8,51E+16	1,31E+16	15,34	3,88	1,29E-02	3,32E-03
5. odběr	1,15E+17	1,64E+16	14,25	3,84	1,21E-02	3,15E-03		
3.X.D.1 REL HINT 2x0,05g	REL, REL+2x0,05g HINT v Ethanolu, REL, REL	před stárnutím	6,89E+16	7,84E+15	11,38	4,39	2,82E-02	6,42E-03
		1. odběr	1,07E+17	1,05E+16	9,78	4,18	1,86E-02	4,45E-03
		2. odběr	7,01E+16	1,23E+16	17,61	4,46	2,43E-02	5,45E-03
		3. odběr	4,69E+16	3,36E+15	7,18	4,12	2,25E-02	5,46E-03
		4. odběr	7,35E+16	1,54E+16	20,98	4	1,84E-02	4,60E-03
5. odběr	8,81E+16	2,22E+16	25,22	4	1,83E-02	4,58E-03		