

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta elektrotechnická
Katedra materiálů a technologií

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Prostorový náboj v elektroizolačních systémech

Autor práce: **Pavel Sláma**
Vedoucí práce: **Prof. Ing. Pavel Trnka Ph.D.**

Plzeň 2023

Podklad pro zadání DIPLOMOVÉ práce studenta

Jméno a příjmení: **Bc. Pavel SLÁMA**
Osobní číslo: **E21N0027P**
Adresa: **Sídlíště 404, Vlachovo Březí, 38422 Vlachovo Březí, Česká republika**
Téma práce: **Prostorový náboj v elektroizolačních systémech**
Téma práce anglicky: **Space charge in electrical insulation systems**
Jazyk práce: **Čeština**
Vedoucí práce: **Prof. Ing. Pavel Trnka, Ph.D.**
Katedra materiálů a technologií

Zásady pro vypracování:

1. Popište polarizační mechanismy v dielektrících.
2. Rozeberte detailně vznik prostorového náboje s ohledem na různé materiály.
3. Popište metody měření prostorového náboje, přímé i nepřímé.
4. Změřte prostorový náboj dodaných vzorků.
5. Zhodnoťte vhodnost metod, jejich výpovědi schopnost a porovnejte výsledky naměřené na vzorcích.

Seznam doporučené literatury:

1. Raju, G.G. *Dielectrics in Electric Field*. CRC Press, 2017. ISBN 9781315350424.
2. Mentlík, Václav. *Dielektrické proky a systémy*. 1. vyd. Praha : BEN – technická literatura, 2006. ISBN 80-7300-189-6.
3. Elektronické informační zdroje.

Podpis studenta:

Datum:

Podpis vedoucího práce:

Datum:

Abstrakt

Tato práce se zabývá dielektrickou polarizací a jejím rozdělením do různých typů. Dále se zaměřuje na tvorbu prostorového náboje a metody jeho měření, jako jsou TP, LIPP, PPS a zejména metoda pulzní elektroakustická (PEA). V experimentální části jsou představeny jednotlivé vzorky a popisuje se měřicí zařízení založené na principu pulzní elektroakustické metody (PEA), které slouží k určení distribuce prostorového náboje v dodaných polymerních vzorcích. Na závěr jsou provedená měření a jejich výsledky vyhodnoceny, a nakonec proběhne představení případných plánů do budoucna.

Klíčová slova

polarizace, deformační polarizace, relaxační polarizace, piezoelektrická polarizace, pyroelektrická polarizace, spontánní polarizace, feroelektrické materiály, elektronová polarizace, elektronová kvazielastická polarizace, iontová polarizace, iontová kvazielastická polarizace, atomová polarizace, pružná dipólová polarizace, iontová relaxační polarizace, iontová tepelně aktivovaná polarizace, dipólová relaxační polarizace, dipólová tepelně aktivovaná polarizace, migrační polarizace, prostorový náboj, homo-náboj, hetero-náboj, metoda tepelných pulzů, metoda laserem indukovaného tlakového puls, metoda piezoelektrického tlakového skoku, metoda pulzně elektroakustická

Abstract

This paper deals with dielectric polarization and its division into different types. Furthermore, it focuses on the space charge generation and its measurement methods such as TP, LIPP, PPS and in particular the pulsed electroacoustic (PEA) method. In the experimental part, individual samples are presented and a measurement device based on the pulsed electroacoustic (PEA) method is described to determine the space charge distribution in the supplied polymer samples. Finally, the measurements performed and their results are evaluated, and lastly, possible future plans are presented.

Keywords

polarization, deformational polarization, relaxational polarization piezoelectric polarization, pyroelectric polarization, spontaneous polarization, ferroelectric materials, electron polarization, electron quasielastic polarization, ionic polarization, ionic crystals, ionic quasielastic polarization, atomic polarization, elastic dipole polarization, ionic relaxation polarization, ionic thermally activated polarization, dipole relaxation polarization, dipole thermally activated polarization, interfacial polarization, space charge, homo-charge, hetero-charge, thermal pulse method, laser induced pressure pulse method, piezoelectric pressure step method, pulsed electroacoustic method

Poděkování

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu diplomové práce, Prof. Ing. Pavlu Trnkovi, Ph.D., za jeho trpělivost, připomínky a odbornou pomoc, jak během psaní DP, tak během studia. Dále bych rád poděkoval svým kolegům a přátelům za jejich podporu, nápady a připomínky. V neposlední řadě bych chtěl také poděkovat své rodině za podporu a motivaci, která mi byla poskytnuta.

Obsah

Úvod	7
1 Polarizace	8
1.1 Piezoelektrická polarizace	9
1.2 Spontánní polarizace	10
1.3 Pyroelektrická polarizace	10
1.4 Deformační polarizace	11
1.4.1 Elektronová polarizace	11
1.4.2 Iontová polarizace	12
1.4.3 Pružně dipólová polarizace	13
1.5 Relaxační polarizace	13
1.5.1 Iontová relaxační polarizace	13
1.5.2 Dipólová relaxační polarizace	14
1.6 Migrační polarizace	15
2 Prostorový náboj	17
2.1 Metody měření prostorového náboje	20
2.1.1 Metoda tepelných pulzů (TP)	21
2.1.2 Metoda laserem indukovaného tlakového pulsu (LIPP)	22
2.1.3 Metoda piezoelektrického tlakového skoku (PPS)	23
2.1.4 Metoda pulzně elektroakustická (PEA)	25
3 Měření prostorového náboje	30
3.1 Měřené vzorky	30
3.2 Měřicí zařízení - PEA	30
3.3 Změřená a vyhodnocená data	32
3.3.1 Pryskyřice s nanoplňivem	32
3.3.2 Polymerní fólie	36
4 Závěr	44
Seznam použité literatury	45
Seznam použitých symbolů a zkratk	48
Seznam příloh	50

Úvod

Je známo, že akumulace prostorového náboje v izolačních materiálech může ovlivnit jejich výkon a průrazné vlastnosti. Prostorový náboj hraje dominantní roli v aplikacích stejnosměrného napětí, ale nelze ho zcela ignorovat ve střídavých aplikacích.

Je důležité vědět, jak se prostorový náboj chová v závislosti na použitých materiálech. Tento fakt získává větší význam se zvyšující se použitím vysokonapěťových stejnosměrných elektrických sítí. Měření prostorového náboje nám může poskytnout informace o degradaci, která probíhá vlivem faktorů, jako je teplota, vlhkost, mechanické namáhání nebo elektrické napětí. Měření prostorového náboje nám může pomoci sledovat vývoj rozložení náboje v materiálu, což umožňuje nahlédnout do procesu stárnutí a potenciálních mechanismů degradace.

Akumulace prostorového náboje může dále vést k vytvoření oblastí s vysokou intenzitou elektrického pole uvnitř dielektrického materiálu. To může vést k elektrickému průrazu. Poznání a měření prostorového náboje nám může pomoci vyhodnotit schopnost dielektrika odolávat vysokým elektrickým polím a zabránit průrazu.

Cílem této diplomové práce je popsat polarizační děje v dielektrikách, vysvětlit co je to prostorový náboj a jak se rozděluje. Dalším cílem je popsat některé z metod měření prostorového náboje s výjimečnou pozorností na metodu pulzně elektroakustickou (PEA), která je použita v experimentální části.

V experimentální části této práce je pak cílem změřit distribuci prostorového náboje uvnitř dodaných vzorků, jimiž jsou vzorky z epoxidové pryskyřice a vzorky z polymerních fólií a porovnat je mezi sebou.

1 Polarizace

Jako polarizaci označujeme jev, který nastává při vložení dielektrika do elektrického pole. Při tomto jevu se vytváří elektrický dipólový moment v dielektrickém materiálu. Schopnost materiálu se polarizovat a průběh této polarizace závisí na struktuře a stavbě dielektrika. Dipólový moment může vznikat i bez použití elektrického pole. I v tomto případě se jedná o dielektrickou polarizaci. Na jev polarizace se lze dívat buď z makroskopického nebo mikroskopického hlediska. [1][2]

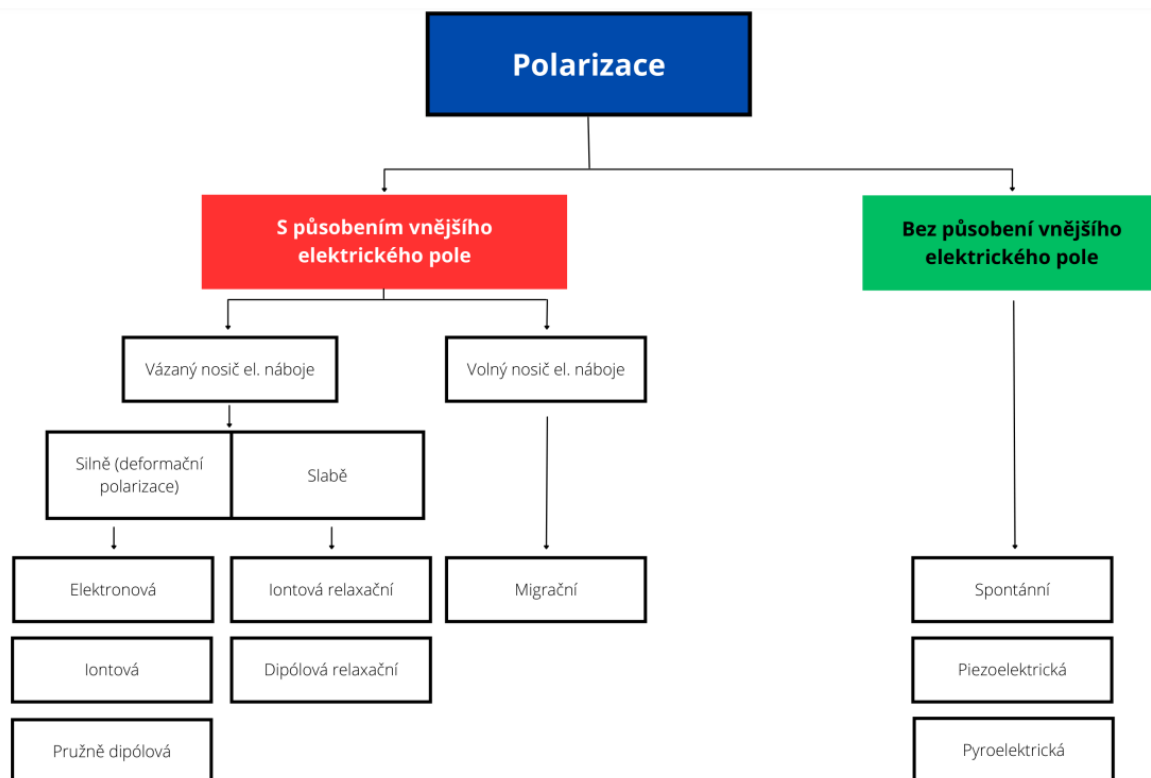
Pro makroskopické hledisko platí, že dielektrický materiál vnímáme jako celek. Na dielektrikum koukáme jako na těleso o daných rozměrech a sledujeme jeho dielektrické vlastnosti v závislosti na různých veličinách (teplota, napětí, atp.) bez ohledu na to, co přesně se v dielektriku děje. Pro hodnocení polarizace dielektrika se zde definuje vektor polarizace \mathbf{P} . Vztah mezi tímto vektorem \mathbf{P} a intenzitou elektrického pole \mathbf{E} je:

$$P = \kappa \epsilon_0 E, \quad (1.1)$$

kde $\kappa(-)$ vyjadřuje dielektrickou susceptibilitu - koeficient polarizace, ϵ_0 je permitivita vakua $8,854e^{-12} \text{ Fm}^{-1}$ [1][3]. Vnímání dielektrika z makroskopického hlediska nám silně usnadňuje práci.

V rámci mikroskopického hlediska se děj polarizace může rozdělit na několik dílčích mechanismů. Nejdříve je nutné rozdělit polarizační mechanismy podle jejich závislosti na existenci vnějšího elektrického pole. Protože ne všechna dielektrika potřebují vnější elektrické pole k polarizaci. V těchto případech dochází k vytvoření dipólového momentu za pomoci jiných mechanismů. Příkladem lze uvést mechanické namáhání u piezoelektrik. Polarizace, které probíhají při umístění dielektrika do elektrického pole, lze rozdělit podle vaznosti nosiče elektrického náboje na volné a vázané. Právě pohyb volných nosičů elektrického náboje je jednou z nutných, ne však dostačujících podmínek vzniku prostorového náboje. [1]

Pokud je polarizace výsledkem posunu silně vázaných nosičů elektrického náboje, nazývá se deformační polarizace, někdy také pružná nebo rychlá polarizace. Pokud je výsledkem přítomnosti elektrického pole posun slabě vázaných nosičů náboje, hovoříme o relaxační polarizaci, někdy nazývané tepelná polarizace. Kromě silně a slabě vázaných nosičů se na polarizačních jevech podílejí také volné nosiče. Polarizace spojené s pohybem volných nosičů se nazývají migrační polarizace nebo objemové polarizace či polarizace prostorového náboje. [1]



Obrázek 1.1: Diagram rozdělení polarizací [1]

1.1 Piezoelektrická polarizace

Piezoelektrická polarizace je jev, při kterém určité materiály generují elektrický náboj, jsou-li vystaveny mechanickému namáhání nebo deformaci [1][4][5]. Tyto materiály se běžně označují jako piezoelektrika. Mechanické namáhání působící na krystalový vzorek vytvoří celkovou polarizaci, a tedy i napětí na tomto krystalu [4]. Piezoelektrická polarizace je jev reverzibilní. To znamená, že při přiložení elektrického napětí na piezoelektrický materiál dochází k jeho deformaci [1][4]. Piezoelektrika mohou být pouze materiály, jejichž molekuly nejsou centrosymetrické [1][4].

Mezi piezoelektrické materiály patří krystaly, keramika a některé polymery. Při působení mechanické síly na tyto materiály dochází k deformaci mřížkové struktury, což vede k oddělení nábojů v materiálu. Elektrický náboj generovaný materiálem může být kladný nebo záporný v závislosti na směru a velikosti působícího napětí nebo deformace [1]. Naopak při působení elektrického pole na piezoelektrický materiál dochází k jeho mechanické deformaci, která vede ke změně tvaru [1][4][5].

Přirozenou piezoelektricitu objevili bratři Curieové již v roce 1880 u několika krystalických materiálů. Nejznámějším je křemen (krystalický oxid křemičitý). Má poměrně nízký, ale stabilní piezoelektrický výkon, asi 2 pC/N [5]. Piezoelektrické materiály se široce používají v různých aplikacích, například v ultrazvukových snímačích pro lékařské zobrazování, v sonarových zařízeních [6] a při získávání energie [7]. Používají se také

ve snímačích vibrací a akcelerometrech pro měření zrychlení a pohybu a v aktuátorech pro přesné řízení pohybu a polohování [5].

1.2 Spontánní polarizace

Spontánní polarizace je reverzibilní jev, který se vyskytuje v některých materiálech, kde může být přítomen čistý dipólový moment i bez vnějšího elektrického pole [1][4]. Slovo spontánní může znamenat, že polarizace má nenulovou hodnotu v nepřítomnosti přiloženého elektrického pole [4]. Slovo reverzibilní označuje směr spontánní polarizace, který může být obrácen přiloženým polem v opačném směru. Spontánní polarizace P_s obvykle rychle roste při překročení bodu přechodu a poté postupně dosahuje hodnoty nasycení při nižších teplotách [4].

Ve své klasické podobě vyskytuje v elektretech [1]. Ty jsou schopné udržovat ve svém okolí konstantní elektrické pole. Spontánní polarizace se dosahuje v elektretech vhodným tepelným zpracováním dielektrika za současného působení elektrického pole (elektroelektrety) nebo světla (fotoelektrety) [1]. Rozhodující je, že stav polarizace se udržuje poměrně dlouhou dobu. Struktura elektret je navíc necentrosymetrická, což znamená, že můžeme sledovat i piezoelektrický jev [1].

1.3 Pyroelektrická polarizace

Pyroelektrická polarizace je jev, při kterém některé materiály při změně teploty generují elektrický náboj. Dle literatury se pyroelektrické materiály, tedy i pyroelektrická polarizace, zařazují pod spontánní polarizaci [1]. Při změně teploty těchto materiálů se deformuje struktura jejich krystalové mřížky, což vede k oddělení nábojů a vzniku elektrického dipólového momentu.

Předpona pyro- v termínu pyroelektrika znamená v řečtině teplo [4]. Tento jev je také reverzibilní. To znamená, že teplo může být generováno elektrinou vznikající v důsledku změny stavu elektrické polarizace, jako jsou elektrotermický a elektrokaldorický jev. Pyroelektrický jev byl ve skutečnosti objeven mnohem dříve. Theophrast objevil pyroelektrický jev v turmalínu v roce 314. PŘ. N. L. [4]

Například feroelektrické materiály mají asymetrickou krystalovou strukturu, která vede k trvalému dipólovému momentu. Směr dipólového momentu lze přepínat působením vnějšího elektrického pole [1][4], díky čemuž jsou feroelektrické materiály užitečné v řadě aplikací včetně ukládání dat, elektrooptiky a piezoelektrických převodníků. Nejjednodušší metodou měření spontánní polarizace je Sawyerova a Towerova metoda [4].

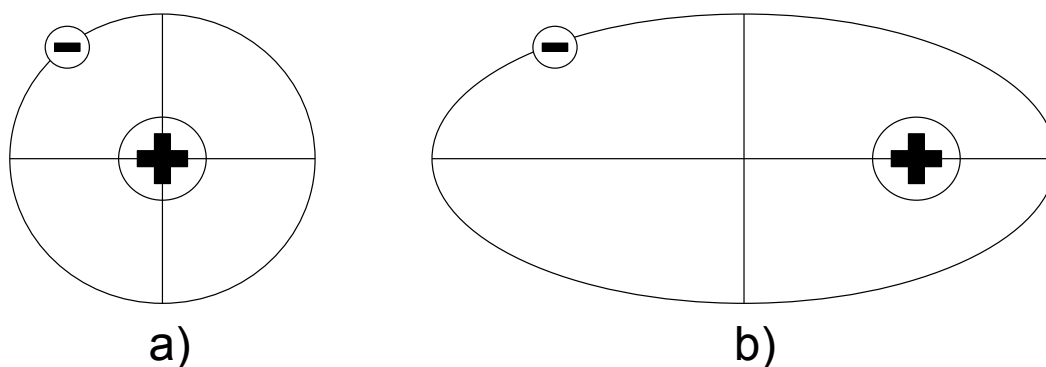
Pyroelektrické materiály se používají v řadě aplikací, například v infračervených detektorech, termokamerách a teplotních čidlech [8][9]. Používají se také ve vysoce

přesných systémech řízení teploty, například v kryogenním a leteckém průmyslu, kde je přesné řízení teploty rozhodující pro úspěch mise [9].

1.4 Deformační polarizace

Jak již bylo zmíněno, deformační polarizace je polarizace, která je výsledkem posunu silně vázaných nosičů elektrického náboje. Považuje se polarizaci bezztrátovou. Nosičem náboje je u nich buď to elektron, iont či stálý dipól [1]. Kvůli silné vazbě nosičů elektrického náboje je jejich pohyb velmi minimální [1] - všechny deformační polarizace probíhají velmi rychle a rychle se také vrací do stabilního stavu po vyjmutí z vnějšího elektrického pole. I přesto, že pohyb a tedy i posun nosičů náboje je zde pouze minimální, tak ovlivnění výsledné polarizace je značné. Příčinou tohoto jevu je velké množství ovlivňovaných nosičů náboje [1]. Pod deformační polarizace se řadí níže uvedné polarizace, tedy elektronová, **iontová a pružně dipólová polarizace**.

1.4.1 Elektronová polarizace



Obrázek 1.2: Znázornění elektronové polarizace atomu vodíku a) bez působení vnějšího pole, b) s působením vnějšího pole [1]

Elektronová polarizace je bezetrátový jev způsobený působením elektrického pole na atom [1]. To znamená, že k němu dochází ve všech materiálech, bez ohledu na jejich skupenství [1]. Bez působení elektrického pole se atom nachází v takovém stavu, kdy se těžiště kladného náboje (jádro) i těžiště záporného náboje (elektronový obal) nachází v jednom bodě [1][2]. Po přiložení elektrického pole pak dochází k posunu dráhy pohybu elektronů, tedy i těžiště záporného náboje tak, že se již s těžištěm kladného náboje nepřekrývá (znázorněno na obr. 1.2). Velikost tohoto posunu je přímo závislá na intenzitě elektrického pole [1][2]. Největším posunem jsou zasaženy valenční elektrony. Odůvodněno je to jejich slabšími vazbami vůči jádru atomu [1]. Vzhledem k velikosti atomů je zjevné, že vzájemný posuv těžišť nábojů bude minimální. Z toho vyplývá také fakt, že se spotřebuje pouze minimální množství energie. S tím souvisí také rychlost, s kterou k této polarizaci dochází a to sice v řádech 10^{-16} až 10^{-13} sekundy [1]. Právě protože je elektronová polarizace takto rychlá, tak platí, že na běžných frekvencích je frekvenčně nezávislá. Dále je také teplotně nezávislá - polarizační děj probíhá pouze uvnitř atomů [1].

1.4.2 Iontová polarizace

Iontová polarizace je opět bezetrátový jev, spadající mezi deformační polarizace, kde jak název napovídá, hrají klíčovou roli ionty a iontové vazby. Ty jsou stavebními prvky iontových krystalů [1]. Tento typ polarizace není univerzální pro všechna dielektrika (jako např. elektronická polarizace) a je charakteristický pouze pro ta dielektrika, v nichž je iontový charakter vazeb v molekulách nebo v krystalové mřížce [3]. Rozdíl oproti elektronové polarizaci je v existenci dipólových momentů i bez působení vnějšího elektrického pole [1][3]. Existence těchto dipólových momentů je důsledkem struktury dielektrika tvořené iontovými krystaly [1]. Přiložením vnějšího elektrického pole začne docházet k pružnému posunutí iontů (pružné - ionty jsou v krystalové mřížce vázány silně) [1]. Tento posun znamená posun dipólů a změnu jejich směru [1].

Průběh a doba ustálení iontové polarizace je o něco pomalejší než u polarizace elektronové. Pohybují se v rozmezí 10^{-13} – 10^{-12} s [1][3]. Proto je stejně jako elektronová polarizace na běžných frekvencích frekvenčně nezávislá [1].

Odstranění vnějšího elektrického pole způsobí to, že polarizace velmi rychle zmizí a dielektrikum se vrátí do rovnovážného (nepolarizovaného) stavu. Kationty a anionty se vrátí do své stabilní (rovnovážné) polohy v místech krystalové mřížky působením sil odpuzování elektronového obalu. [3]

Iontová polarizace se vyskytuje i u materiálů s přechodnou vazbou mezi vazbou iontovou a kovalentní [1]. V tomto případě se jedná o atomovou polarizaci [1]. V některých zahraničních publikacích se dokonce termín atomová polarizace a iontová polarizace zaměňují.

1.4.3 Pružně dipólová polarizace

Pružně dipólová polarizace je jev vyskytující se v pevných látkách v nichž jsou molekuly vázány pružnými vazbami [1]. Tyto vazby jsou tak silné, že jsou možné pouze malé posuvy [1]. Tato polarizace je velice podobná iontové polarizaci - působením vnějšího elektrického pole dojde ke změně směrů a velikosti dipólových momentů a doby ustálení se také pohybují v intervalu $10^{-13} - 10^{-12}$ s [1]. Stejně jako elektronová a iontová polarizace, je také tato polarizace bezeztrátová, protože vazba mezi molekulami je dostatečně pevná, lze považovat za teplotně nezávislou [1].

1.5 Relaxační polarizace

Rozdílem polarizací relaxačních a deformačních je hlavně v síle vazby nosičů elektrického náboje. Jak již bylo uvedeno, deformační polarizace mají vazby nosičů velmi silné. V tom spočívá rozdíl právě od relaxační polarizace, kde jsou nosiče náboje vázány relativně slabě [1][3]. Na tuto skutečnost navazují rozdíly v ovlivnitelnosti nosných částic. Tyto částice jsou v tomto případě **ionty nebo dipóly**. Patří sem tedy **polarizace relaxační iontová a relaxační dipólová**. Faktory, které ovlivňují schopnost materiálu se polarizovat, je u těchto polarizací jak teplota, tak frekvence elektrického pole [1]. V literatuře je lze najít označené i jako **polarizace tepelně aktivované** [3].

1.5.1 Iontová relaxační polarizace

Iontová relaxační (tepelně aktivovaná) polarizace je způsobena tepelným přeskokováním volně vázaných iontů (obvykle iontů příměsí) v lokálních oblastech krystalové mřížky [3]. Je tedy teplotně závislá [1] a to tak, že se zvyšující teplotou se zvětšuje pravděpodobnost přechodu částice. Proto je taková polarizace charakteristická pro pevná dielektrika s velkou koncentrací defektů v jejich struktuře [3]. Může se jednat například o skla, keramiku a sklokeramiku [1][3]. Tato dielektrika mají vysokou koncentraci strukturních defektů: skla se obecně vyznačují uspořádáním iontů na pouze krátkou vzdálenost, keramika má neuspořádané hranice mezi krystalicity, zatímco u pyrokeramiky je pravidelné uspořádání iontů porušené [3].

Iontová relaxační polarizaci však lze pozorovat i v monokrystalech - v blízkosti strukturních defektů [3]. Ionty, které se nacházejí v mezerách, stejně jako iontové vakance (prázdná místa v pravidelné struktuře) mohou lokálně měnit své místo pod vlivem chaotických tepelných fluktuací. Při těchto pohybech, které jsou omezeny strukturními defekty (např. dislokacemi), překonávají ionty potenciálové bariéry a zůstávají po určitou dobu ve svých nových polohách, což představuje elektrické dipóly [3]. V nepřítomnosti vnějšího elektrického pole je však tento lokálně omezený pohyb nabí-
tých částic neuspořádaný, náhodný a obvykle nemůže vést k makroskopické polarizaci.

Pravděpodobný počet přechodů částic z polohy A do polohy B rovnicí:

$$n_Z = (n_0/6)f_0e^{-W/(kT)}, \quad (1.2)$$

kde $n_0 [m^{-3}]$ je počet slabě vázaných iontů na jednotku objemu a $f_0 [Hz]$ je vlastní frekvence změny polohy kolem rovnovážné polohy [1][3]. Hodnota $1/6$ vznikla z předpokladu, že částice kmitají všesměrově (osy x, y, z), ale v rovnici předpokládáme pohyb pouze v jedné ose, to znamená, že bereme pouze $1/3$ případů. Dále také předpokládáme pohyb pouze v jednom směru této osy, tedy $1/6$ [1][3]. V případě že není přiložené vnější elektrické pole a teplota v bodě A i v bodě B je stejná, lze předpovídat, že pravděpodobnost přeskočení z bodu A do bodu B bude stejná, jako pravděpodobnost přeskočení z bodu B do bodu A. Materiál by se v tom případě jevil jako nepolarizovaný.

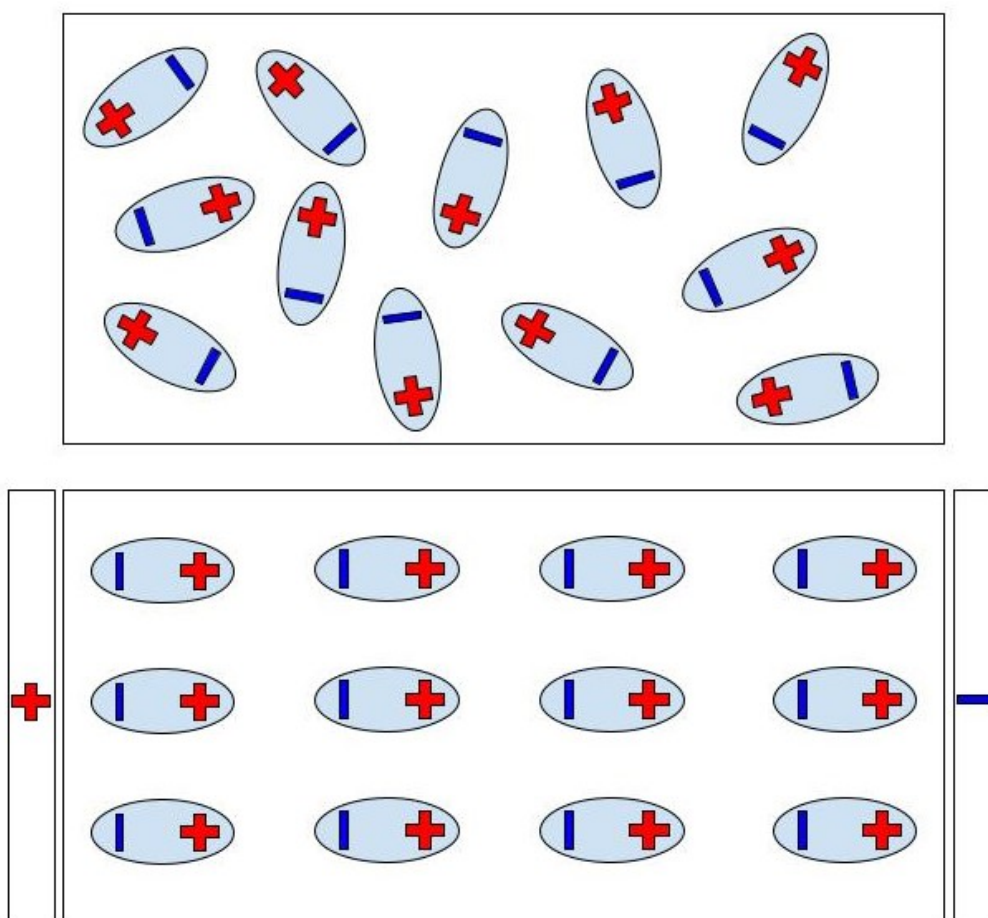
Vnější elektrické pole mění rozložení iontů v blízkosti míst s mřížkovými defekty, což má za následek vznik elektricky indukované polarizace [3]. Jinak řečeno k iontovým přeskokům dochází neustále, ale s přítomností vnějšího elektrického pole se mění výkon nutný k těmto přeskokům v závislosti na směru intenzity elektrického pole, tudíž se mění i pravděpodobnost přeskočení v závislosti na směru elektrického pole. To způsobí vznik polarizace.

Doba odezvy tohoto druhu polarizace (relaxační doba τ) silně závisí na teplotě [1], zvláště u krystalové struktury a typu defektů (nebo nečistot) [3]. Obvykle se při běžné teplotě (300 K) relaxační doba rovná $10^{-4} - 10^{-8}$ s [3]. Tento čas je příliš dlouhý na to aby se iontová polarizační polarizace dala považovat za frekvenčně nezávislou [1]. Zpoždění polarizace vždy vede ke zvýšení absorpce elektrické energie [1][3]. Proto může být tepelně aktivovaná polarizace příčinou dielektrických ztrát na rádiových frekvencích u běžně používaných dielektrik, jako jsou keramika, skla a sklokeramika [3].

1.5.2 Dipólová relaxační polarizace

Dipólová relaxační polarizace je jev, který se vyskytuje v polárních látkách (látky mající permanentní dipólový moment) jejichž elementární dipólové momenty jsou slabě vázány [1][2]. To znamená, že se vlivem elektrického pole mohou poměrně snadno natáčet do směru odpovídajícího směru siločar působícího pole [1]. Pohyb tohoto natáčení je omezen teplotním pohybem částic, polarizace je tedy závislá na teplotě [1]. Mezi další názvy pod kterými se tato polarizace dá nalézt je **orientační polarizace**, nebo také **dipólová tepelná polarizace**. Když vnější elektrické pole chybí ($E=0$), dipóly jsou orientovány náhodně a celkový elektrický moment na jednotku objemu je nulový [1][2][3]. Pokud je přiloženo elektrické pole ($E > 0$), pak se v procesu tepelného chaotického pohybu část dipólů orientuje podél pole, což má za následek vznik nového rovnovážného stavu - polarizace [3]. Přitom se termodynamická rovnováha ustálí: v důsledku tepelných pohybů (vibrací, rotací) dipólů, které získají orientaci příznivou

pro pole. Tepelné fluktuace však brání úplné a stabilní orientaci všech dipólů v elektrickém poli, takže se v průměru orientuje pouze malá část dipólů [3]. Nejdříve by tedy se zvyšující teplotou, také rostla polarizovatelnost (větší teplota znamená menší mezimolekulární síly). V další fázi by polarizovatelnost začala klesat (větší teplota - větší energie pro tepelný chaotický pohyb) [1]. Čím síla elektrického pole (F), tím větší je množství orientovaných dipólů na jednotku objemu a tím větší je tepelně aktivovaná polarizace dipólů [3]. Střední elektrický moment, počítaný na jednu molekulu, je úměrný hodnotě působícímu lokálnímu elektrickému poli F (pokud toto pole není příliš velké) [3].



Obrázek 1.3: Znázornění dipólové polarizace bez působení vnějšího pole (nahore) s působením vnějšího pole (dole)

1.6 Migrační polarizace

Migrační polarizace je jev, kterého se účastní volné nosiče elektrického náboje [1]. Volnými nosiči nosiči mohou být ionty, elektrony i díry. Migrační polarizace je nejpomalejší ze všech uvedených dielektrických polarizací. Je natolik pomalá, že se stává

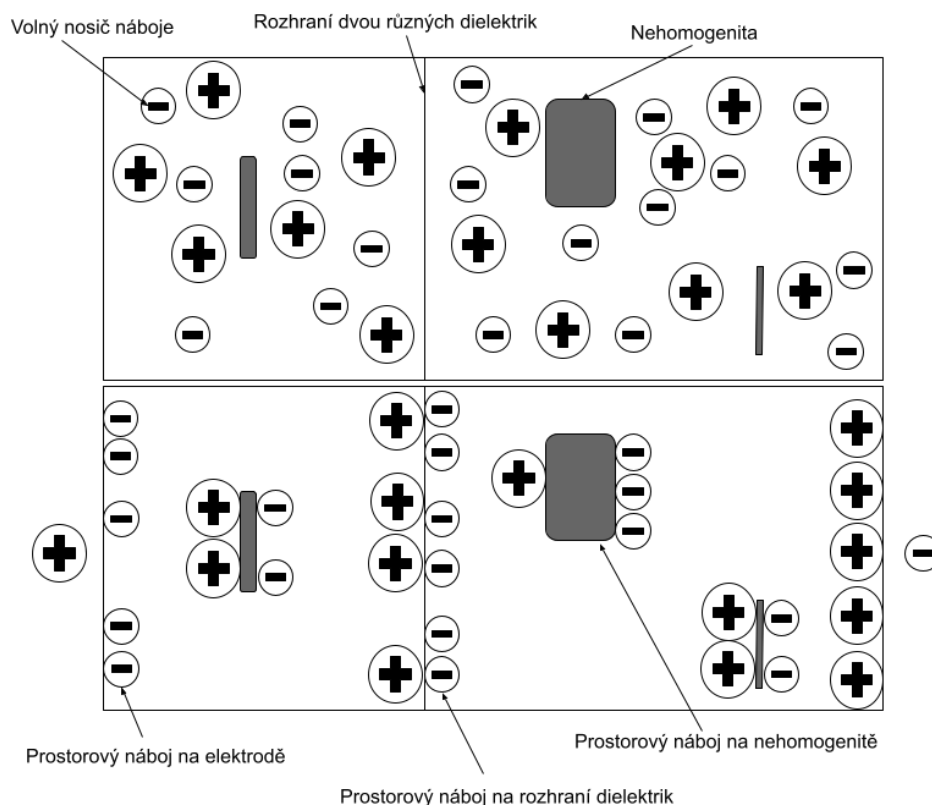
významnou až na nízkých frekvencích a sítích pracujících se stejnosměrným napětím [1]. Jedná se také o polarizaci ztrátovou, stejně jako v případě polarizací relaxačních [1]. Migrační polarizace je jednou z podmínek tvorby prostorového náboje, který bude blíže přiblížen v další kapitole.

2 Prostorový náboj

V mnoha praktických situacích vzniká prostorový náboj, když se materiál nebo zařízení elektricky nabije v důsledku procesů, které budou blíže popsány níže. Například když je na izolační materiál, jako je plast nebo keramika, přivedeno vysoké napětí, může se v materiálu nahromadit přebytek elektronů a vytvořit záporně nabitou oblast známou jako záporný prostorový náboj. Naopak, pokud materiál elektrony ztrácí, vytváří kladně nabitou oblast známou jako kladný prostorový náboj. Tyto nabitě oblasti vytvářejí elektrická pole, která interagují s nabitými částicemi v okolí. Touto interakcí by mohla být ohrožena schopnost materiálů plnit svoji funkci nebo naopak, využití těchto lokálních elektrických polí by mohlo mít kladný vliv na schopnosti materiálů plnit svůj účel. Prostorový náboj může mít například negativní vliv vodivostní charakter, tedy i na hodnoty elektrické pevnosti materiálů [1]. Kromě toho, že vznikají lokální elektrická pole v materiálech, prostorový náboj může sloužit i jako ukazatel degradace materiálů (vznik dutinek, znečištění, atp.).

Jak již bylo zmíněno v předchozí kapitole, tvorba prostorového náboje je důsledek působení migrační polarizace. Pro tvorbu prostorového náboje je tedy nutnou podmínkou přítomnost volných nosičů elektrického náboje (ionty, díry a elektrony) v materiálu [1][2][10]. Druhou podmínkou pro vznik prostorového náboje je obsah makroskopických nehomogenit uvnitř materiálu. Právě o tyto nehomogenity (při přiložení napětí) se pohybující nosiče elektrického náboje začnou "zachytávat" a tím začne vznikat jiná prostorová hustota elektrického náboje [1]. Mezi zmíněné nehomogenity patří různé defekty v objemu materiálu [1] nebo i rozhraní mezi jednotlivými materiály. Akumulace prostorového náboje tedy probíhá i na rozhraní vodič-dielektrikum. Důvod tohoto "zachytávání" jsou rozdílné pohyblivosti nosičů elektrického náboje v závislosti na materiálu, skrze který se pohybují. K prostorovému náboji dochází tedy vždy, když se rychlost akumulace náboje liší od rychlosti jeho odstraňování [2].

Nejvíce se prostorový náboj projevuje pro vysokonapěťové zařízení při používání stejnosměrného napětí. Dále také může projevovat u střídavého napětí, ale pouze na nižších frekvencích. Závislost rozložení prostorového náboje je na veličinách, jako je teplota, velikost přiloženého napětí a rozložení elektrického pole v materiálu. Velikost přiloženého napětí ovlivňuje velikost vzniklého prostorového náboje. Kromě toho se také v rozdílných hladinách velikosti napětí mohou projevovat různé podstaty jeho vzniku. Příkladem může být vznik prostorového náboje pro přiložené nízké napětí u polymerů, kde se na formování podílí především nosiče náboje disociované v objemu polymeru. Pro přiložené vysoké napětí se zase na formování více podílí vstříkované elektrony z katody a jejich extrakce na anodě (extrakce elektronů - vstříkování děr). [1]

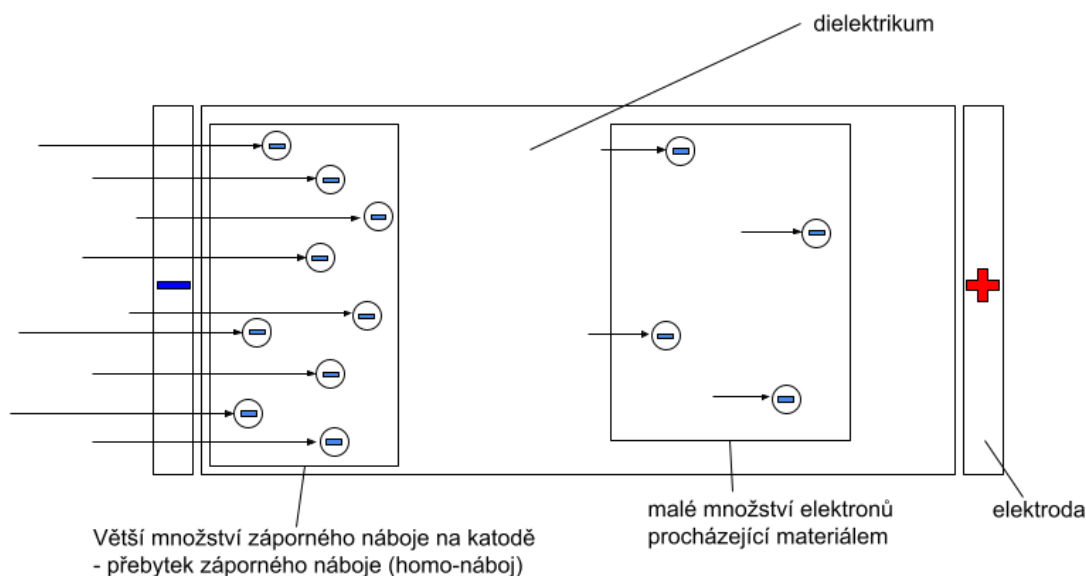


Obrázek 2.1: Znázornění působení el. pole na volné nosiče el. náboje v dielektriku [1]

Právě v polymerech je nutné podotknout, že hlavním zdrojem volných nosičů náboje je právě jejich vstříkování z katody [1]. Dalšími vlivy, které působí na rozložení prostorového náboje je složení sledovaných materiálů. Například rozložení prostorového náboje v PE (polyetylen) silně závisí na aditivech, vedlejších produktech síťovacích reakcí, oxidačních produktech apod. [11]. To se však netýká pouze PE, ale i ostatních polymerů [1]. Polymerní struktury, jako je lineární řetězec, větvený řetězec, ko-monomer a krystalinita, také různými způsoby ovlivňují tvorbu a transport prostorového náboje [12]. Pro polymery obecně platí, že jejich hlavním nosičem náboje bývají elektrony a ne ionty [1]. U výše zmíněného polyethylenu se jako hlavní nosič el. náboje angažují elektrony, u jiných polymerů (např. FEP - Fluorovaný ethylen-propylen) zase díry [1]. Základní jev pro vstříkování elektronů způsobuje tepelná emise. Ta se dá zvýraznit přiložením elektrického pole. To však neznamená, že polymerech se nikdy neangažují ionty jako nosiče náboje. Příkladem je uváděn XLPE (síťovaný polyetylen), kde lze pozorovat vznik prostorového náboje i při relativně malém napětí - tedy při napětí, kdy dominantním dějem ještě nemůže být vstříkování elektronů z katody. V tomto případě prostorový náboj tvoří ionty vedlejších produktů (nečistoty a vlhkost) [1][2][11] a náboj má tedy iontovou podstatu.

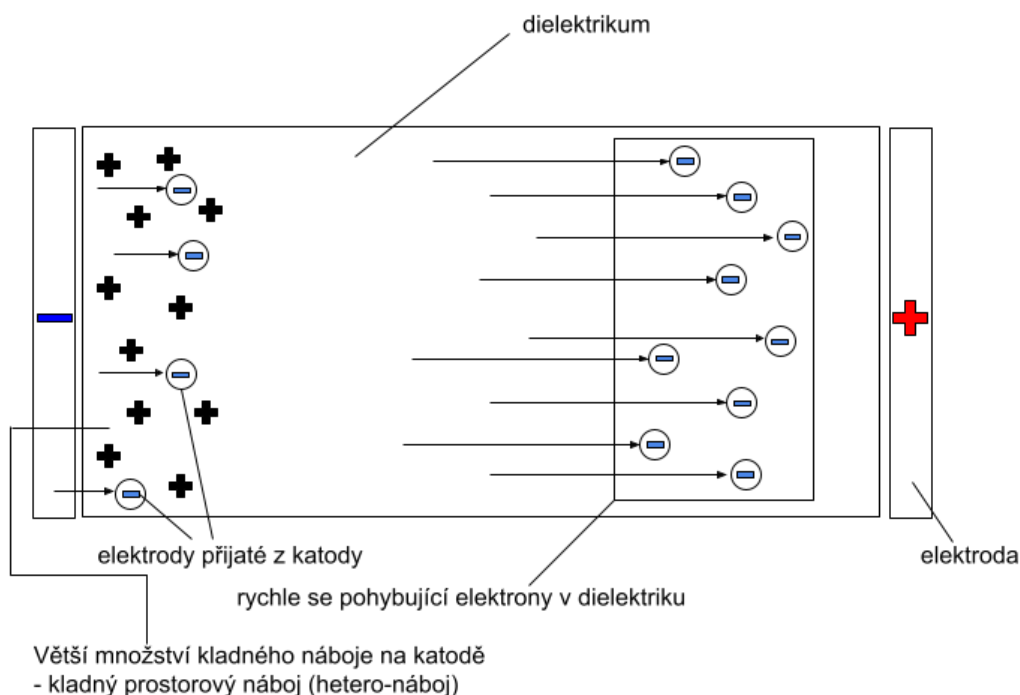
Prostorový náboj je možné v blízkosti elektrod rozdělit na homo-náboj a hetero-

náboj [1][12]. Vznik těchto nábojů souvisí právě s pohyblivostí nosičů el. náboje pohybovat se dielektrikem v porovnání s jejich schopností se pohybovat elektrodami. První z nich, tedy tzv. homo-náboj vzniká v blízkosti rozhraní katody a dielektrického materiálu, když schopnost katody emitovat elektrony je větší než jejich schopnost dielektrika je absorbovat. Tento jev je jednoduše znázorněn na obrázku 2.2. To má za následek akumulaci elektronů u rozhraní katoda-dielektrikum a tedy vznik záporného prostorového náboje [1]. Vliv tohoto náboje je, že dochází ke zmenšení intenzity elektrického pole v blízkosti katody [1][2]. Drobná vrstva homo-náboje poté vniká i v oblasti anody [1], kde se akumulují díry a zvyšuje se zde kladný prostorový náboj.



Obrázek 2.2: Vznik homo-náboje v blízkosti rozhraní katoda-dielektrikum [1]

Druhý z nich, tedy tzv. hetero-náboj vzniká v blízkosti rozhraní katody, když schopnost katody emitovat nosiče elektrického náboje je nižší, než schopnost dielektrického materiálu je absorbovat. Tento jev je jednoduše znázorněn na obrázku 2.3. Tím v blízkosti katody vzniká kladný prostorový náboj, který značně zesiluje elektrické pole na katodě [1][2]. Zesílení pole způsobuje zvýšení katodové emise elektronů, čímž se zmenšuje kladný prostorový náboj v její blízkosti a to až do ustálení [1]. Vrstvička hetero-náboj vzniká i v blízkosti anody. Vznik hetero či homo náboje na katodě však nemusí znamenat jejich vznik ve stejný čas na anodě [1]. Je důležité poznamenat, že nahromadění prostorového náboje na rozhraní elektroda-dielektrikum vede také ke zvýšení ϵ' i ϵ'' v důsledku mezifázové polarizace [2].



Obrázek 2.3: Vznik hetero-náboje v blízkosti rozhraní katoda-dielektrikum [1]

2.1 Metody měření prostorového náboje

Jak již bylo zmíněno, akumulace prostorového náboje v izolačních materiálech může ovlivnit jejich funkčnost a hodnoty průrazného napětí. Prostorový náboj hraje dominantní roli v aplikacích stejnosměrného napětí, ale nelze jej zcela ignorovat ve střídavých aplikacích. Je tedy důležité mít možnost jeho měření a vyhodnocování.

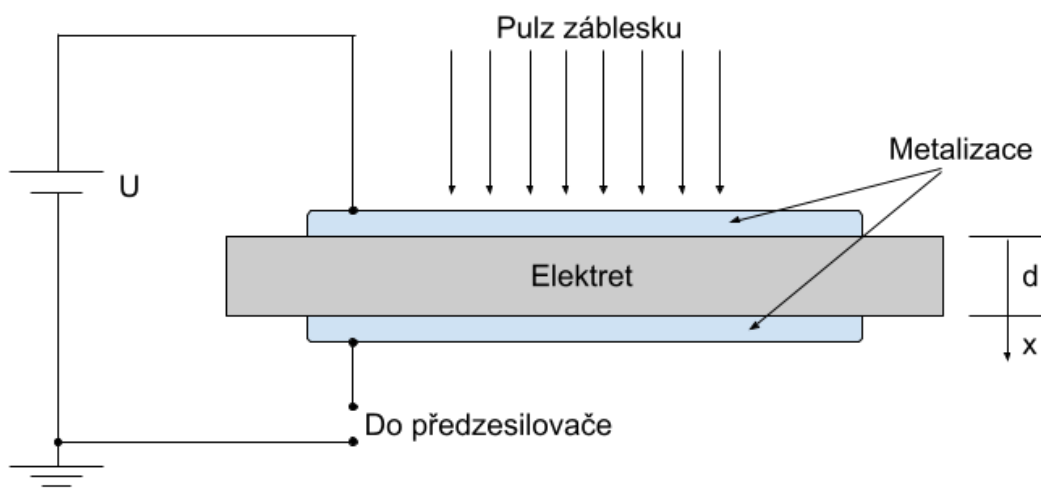
Cíle měření prostorového náboje lze stanovit následovně [2]:

- Měření intenzity prostorového náboje a jeho polarity s cílem porozumět změnám elektrického pole uvnitř dielektrika v důsledku aplikovaného vnějšího elektrického pole.
- Určení hloubky vrstvy prostorového náboje a rozložení náboje v této vrstvě.
- Určení mechanismu polarizace a její úlohy při akumulaci náboje.
- Interpretovat nárůst prostorového náboje z hlediska mechanické a chemické struktury polymeru.

Ještě než se pustíme do jednotlivých metod, je nutné podotknout, že jeden z dalších jevů, ovlivňující měření jednotlivými metodami, je materiál použitých elektrod [1][13].

2.1.1 Metoda tepelných pulzů (TP)

Popis této metody vychází z popisu, který byl představen v [2]. Metodu tepelných impulzů (TP) poprvé navrhl Collins a s vylepšeními ji použilo několik autorů. Diagram zapojení je znázorněn na obrázku 2.4. Princip této metody spočívá v tom, že na jeden konec elektrody se aplikuje TP pomocí světelného záblesku. Collins používal pulz záblesku, který trval 8 μs . TP prochází tloušťkou polymeru a rozptyluje se podél své dráhy. Proud měřený jako funkce času se analyzuje za účelem určení rozložení náboje v objemu dielektrika. Elektret, nebo-li měřený vzorek, by měl být metalizován z obou stran (tloušťka vrstvy 40 nm) nebo pouze z jedné strany se vzduchovou mezerou mezi elektretem a měřicí elektrodou na druhé straně. Touto metodou jsou změny napětí na



Obrázek 2.4: Diagram pro metodu TP [14]

vzorku kapacitně vázány na elektrodu. Mezera mezi elektrodou a elektretem by měla být malá, aby se zvýšila vazba. Teplo se šíří vzorkem a změny napětí na dielektriku, $V(t)$, způsobené nerovnoměrnou tepelnou roztažností a místní změnou permitivity, se měří jako funkce času. Používá se externí zdroj napětí, aby bylo dosaženo podmínky nulového pole, která je nutná pro rovnici 2.2. Bezprostředně po aplikaci tepelného impulzu jsou změny teploty v elektretě ohraničeny na region v bezprostřední blízkosti zahřívání povrchu. Rozsah ohřívání oblasti lze zmenšit použitím TP s kratší dobou trvání. Proces pokovování zadržuje teplo a podíl zadrženého tepla lze zmenšit zmenšením tloušťky pokovení. V ideálním případě krátkého impulzu a tenké metalizované vrstvy je změna napětí po aplikaci tepelného impulzu dána vztahem:

$$\rho_T = \int_0^d \rho(x) dx, \quad (2.1)$$

kde $\rho_T[C/m^3]$ vyjadřuje celkovou hustotu el. náboje. Určení celkového náboje v elektretě nevyžaduje proces dekonvoluce. Pozorované vlastnosti elektretu obecně souvisí s vnitřním rozložením náboje $\rho(x)$ a polarizace $P(x)$ prostřednictvím integrálu přes tloušťku vzorku. Rozdíl potenciálů V_o napříč elektretem za podmínek otevřeného obvodu (nulové vnější pole) je dán vztahem:

$$V_0 = \frac{1}{\epsilon_s \epsilon_0} \int_0^d [x\rho(x) + P(x)] dx, \quad (2.2)$$

kde ϵ_s je statická dielektrická konstanta (stejnoseměrné napětí), ϵ_0 je permitivita vakua $8,854e^{-12} Fm^{-1}$, kde $\rho(x)[C/m^3]$ vyjadřuje hustotu el. náboje a $d[m]$ je tloušťka vzorku. Ze vzorce 2.2 ne po několik úpravách dostaneme na:

$$\Delta V(t) = \frac{\alpha_P}{\epsilon_s \epsilon_0} \int_0^d [P(x)\Delta T(x, t)] dx, \quad (2.3)$$

kde $\alpha_P [-]$ je teplotní koeficient polarizace. Vzorec 2.3 platí pouze pro elektret (testovaný vzorek) s nulovým vnitřním elektrickým polem.

Collins použil k vyhodnocení integrálu v rovnici 2.2 součtový postup. Spojité rozložení náboje $\rho(x)$ je nahrazeno souborem N diskretních vrstev náboje ρ_n s těžištěm každé vrstvy ve středním bodě vrstvy a se souřadnicí $x_j = (j - 1/2)d/N$, přičemž $j = 1, 2, \dots, N$. Integrál s horní mezí d v rovnici 2.2 se nahradí sumací až po příslušnou vrstvu x_j . Rovnice 2.2 se pak zjednoduší na:

$$\Delta V(t) = \frac{(\alpha_P - \alpha_e)}{\epsilon_s \epsilon_0} \sum_{j=1}^N \rho_j \left(\sum_{i=1}^j T_i \right), \quad (2.4)$$

kde $\alpha_e [-]$ je teplotní koeficient dielektrické konstanty. Za předpokladu diskretního rozložení náboje se tvar napěťového impulsu vypočítá podle rovnice 2.4 a porovná se s naměřeným tvarem impulsu. Postup se opakuje, dokud není dosaženo uspokojivé shody. Collinsův postup nevede k jednoznačnému rozložení náboje, protože se jedná o proces dekonvoluce. Tato technika byla použita na fluoroethylenpropylenové (FEP, teflonové) elektrety a bylo zjištěno, že hloubka získané vrstvy náboje je uspokojivá. Seggern zkoumal Collinsovu techniku TP a diskutoval o přesnosti této metody. Tvrdí, že počítačové simulace ukazují, že jedinou přesnou informací, kterou tato metoda poskytuje, je rozložení náboje a několik prvních Fourierových koeficientů.

2.1.2 Metoda laserem indukovaného tlakového pulsu (LIPP)

Pro LIPP metodu se je jedna strana vzorku, který obsahuje prostorový náboj, ozářena krátkým laserovým světelným pulzem a následnou laserovou ablací je vytvořen tlak. Při průchodu velmi úzké stlačené oblasti vzorkem se ve vnějším obvodu indukuje

proud v důsledku nerovnoměrných změn rozměru a permitivity odrážejících rozložení prostorového náboje. Je-li tloušťka stlačené oblasti malá, je profil proudové odezvy přímo úměrný rozložení náboje, včetně nábojů na elektrodách. [14] Kovová vrstva na jedné straně dielektrika absorbuje energii, když na ni dopadá laserové světlo. To způsobí napěťové efekty a vznikne tlakový puls o délce < 500 ps, který se šíří vzorkem rychlostí zvuku. Na obrázku 2.5 je znázorněno experimentální uspořádání, které použili Sessler et al. [15]. Metoda používá jednostranně metalizované vzorky a na nemetalizovaném konci jsou nabíjeny korónovým výbojem. Laserové světelné pulsy, zaměřené na pokovený povrch, o délce trvání 30-70 ps a energii 1-10 mJ, jsou generovány Nd:YAG laserem [2][14]. Právě laser Nd:YAG se používá pro metodu LIPP nejčastěji [16]. Vzorky měly na jedné straně jako elektrodu polovodičovou vrstvu pokrytou uhlíkem a na druhé straně vakuově nanesenou Au elektrodu [14]. Běžně se pro tuto metodu používají odpařené elektrody, kovové desky a polovodičové elektrody. [16].

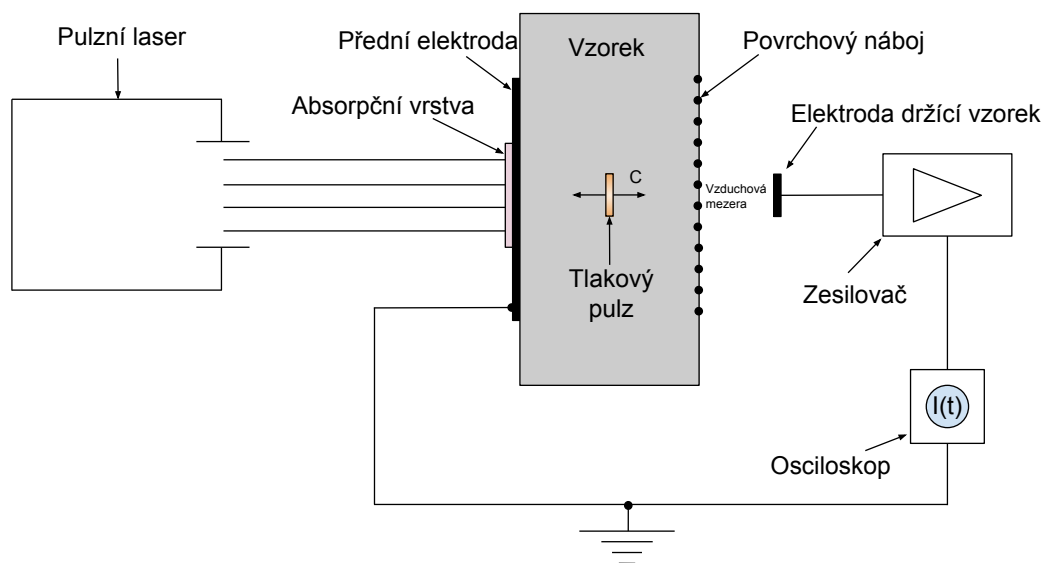
Odpařené elektrody - když je velmi tenká odpařovaná elektroda použitá jako absorpční vrstva, je možné provést měření s velmi vysokým rozlišením [16]. To však přichází s nevýhodou - tyto elektrody velmi jednoduše poškodí, takže nemůže být použitý laser s vysokým výkonem [16]. To znamená, že odpařené elektrody se používají jen pro relativně tenké vzorky, tzn. tloušťka $10 \mu m$ až pár $100 \mu m$ [16].

Metalické elektrody - tato elektroda je vhodná k použití v kombinaci s vysokovýkonovým laserem a relativně tlustými vzorky, tzn. tloušťka $100 \mu m$ až několik mm [16]. Měření na nich může být opakované vícekrát, což umožňuje snížení šumu a zlepšit tak poměr signál ku šumu (S/N) [16].

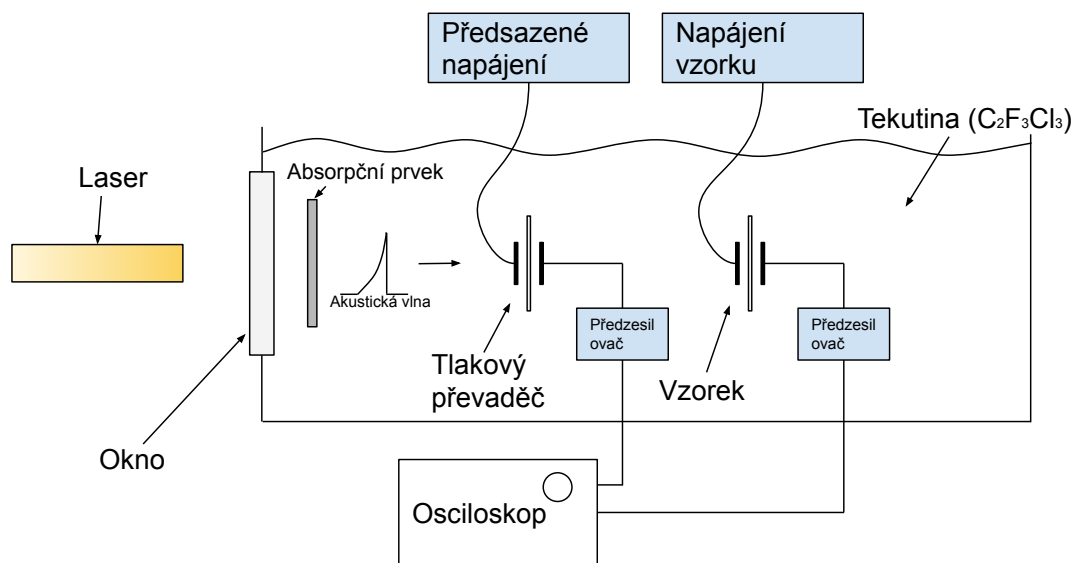
Polovodičové elektrody - k analýze vlivu polovodičové elektrody nebo vlivu polovodičových materiálů jak se používají v napájecích kabelech, polovodičový list může být také použit jako absorpční materiál. Ten může být použit opakovaně, ale jeho prostorové rozlišení je malé (přes $50 \mu m$) [16]. To je způsobeno útlumem a rozptylem akustického tlakového pulzu v polovodičovém materiálu.

2.1.3 Metoda piezoelektrického tlakového skoku (PPS)

Tato metoda je založena na šíření akustické krokové vlny generované elektrickým buzením piezoelektrické křemenné desky [14]. Obrázek 2.6 ukazuje experimentální sestavu použitou Gerhardem-Multhauptem a jeho kolegy [14]. Čtvercový impuls o délce 100 ns a amplitudě 400 až 600 V byl generován výbojem koaxiálního kabelu, který byl spuštěn relátkem. Sekvence kladného a záporného napěťového kroku se používá k pohonu piezoelektrické křemenné destičky o tloušťce 3 mm a průměru 25 mm. K propojení výsledných tlakových kroků do vzorku se používá vrstva křemíkového oleje o tloušťce 100 až 200 nm. Druhý povrch nemetalizovaného vzorku je v kontaktu s vodivým pryžovým kotoučem. Odezva vzorku se zjišťuje mezi pryžovou elektrodou a



Obrázek 2.5: Diagram pro metodu LIPP pro jednostranně pokovené vzorky [14]



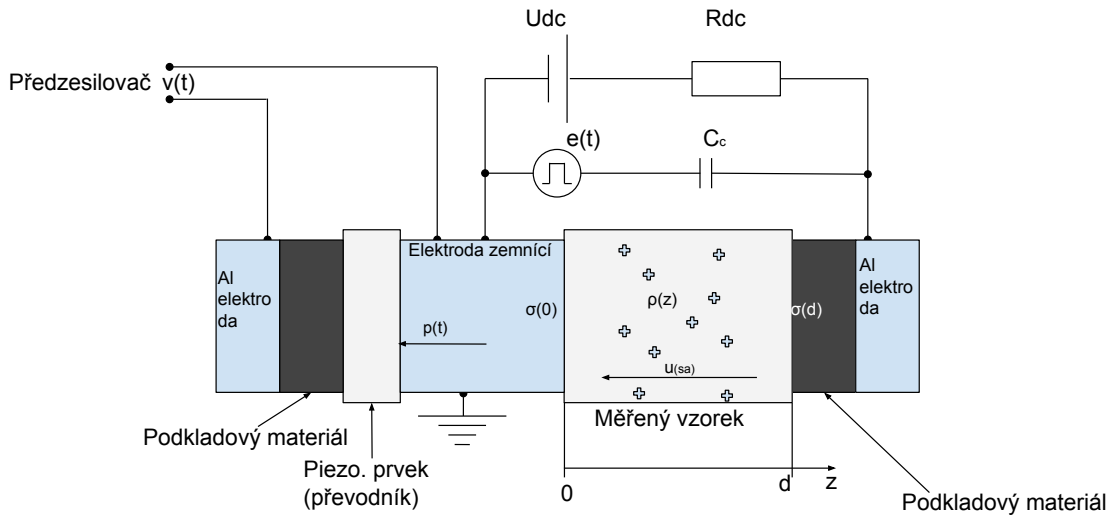
Obrázek 2.6: Schematické uspořádání metody piezoelektricky generovaného tlakového skoku [14]

uzemněnou křemennou metalizací směřující ke vzorku [14].

Šíření krokové vlny vzorkem vede ke stlačení objemu vzorku za čelem krokové vlny. V nabitěm a zkratovaném vzorku vznikají elektrická pole mezi nábojovými vrstvami a doprovodné indukční náboje na elektrodách. Napětí na vzorku však musí být nulové. Nehomogenní stlačení vzorku vyvolané šířením tlakového kroku tedy vyžaduje dočasné přeskupení indukčních nábojů, které se projeví jako proud mezi elektrodami vzorku [14].

2.1.4 Metoda pulzně elektroakustická (PEA)

Princip pulzně elektroakustické metody (PEA) je následovný. Elektrický impuls aplikovaný na dielektrikum s uloženým nábojem vyvolá akustický impuls, který vychází z prostorového náboje [2]. Dielektrikum se udává jako vzorek s tloušťkou d a s distribucí prostorového náboje $\rho(z)$ [16]. Pulzní elektrické pole $e(t)$ je externě navedeno na vzorek a způsobuje tak excitační elektrickou sílu na každém z nábojů [16]. Tato síla způsobí drobný pohyb na každém z nábojů. Tento pohyb vytvoří akustickou tlakovou vlnu, označovanou jako $p(t)$, jejíž výpočet je k vidění v 2.5 a která je proporcionalní k distribuci prostorového náboje $\rho(z)$ ve vzorku [16]. K detekci této akustické tlakové vlny se používá piezoelektrický převodník [16][17]. Ten převádí akustickou tlakovou vlnu na elektrický signál $q(t)$, jehož závislosti jsou napsány ve vzorcích 2.6 [16]. Rovnice 2.5 a 2.6 byly získány pro případ akustické shody mezi zkušebním vzorkem a podkladovým materiálem vysokonapěťové elektrody [16].



Obrázek 2.7: Diagram pro metodu PEA [16][18]

$$p(t) = \frac{Z_{Al}}{Z_{sa} + Z_{al}} \times \left[\sigma(0)e(t) + u_{sa} \int_{-\infty}^{\infty} [\rho(\tau)e_p(t - \tau)] d\tau + \sigma(d)e\left(t - \frac{d}{u_{sa}}\right) \right], \quad (2.5)$$

$$q(t) = \frac{2Z_p}{Z_{Al} + Z_p} \frac{u_p}{b} \int_{-\inf}^{\inf} [h(\tau)p(t - \tau)] d\tau, \quad (2.6)$$

kde Z_{Al} je akustická impedance zemnicí elektrody, Z_{sa} je akustická impedance měřeného vzorku, Z_p je akustická impedance piezoelektrického převaděče, u_{sa} je rychlost šíření zvuku uvnitř měřeného vzorku, u_p je rychlost šíření zvuku piezoelektrického převaděče o tloušťce b , $\sigma(0)$ je povrchový náboj na zemnicí elektrodě a $\sigma(d)$ je povrchový náboj na vysokonapěťové elektrodě [16]. Distribuci pole elektrického ve vzorku $E(z)$ lze potom vyjádřit podle rovnice 2.7. Distribuce el. potenciálu jde dále získat dle rovnice 2.8 [16].

$$E(z) = \frac{1}{\epsilon_r \epsilon_0} \int_0^d \rho(z) dz, \quad (2.7)$$

$$V(z) = \int_0^d E(z) dz. \quad (2.8)$$

Měření by obecně mělo mít nároky na přesnost a dále by se všechna měření měla dát reprodukovat. Rozlišení možného prostorového náboje je hlavně rozhodováno dobou trvání ΔT_p , tedy dobou trvání budícího (excitujícího) elektrického pulzu. Jak je ukázáno v rovnici 2.5, signál distribuce prostorového náboje je integrál dekonvoluce obdélníkového pulzu $e_p(t)$ a obdélníkového signálu prostorového náboje $\rho(z)$. Jinak řečeno, průběhy signálu nejsou ideálního obdélníkového tvaru, ale jsou lichoběžníkové. Dále je tu fakt, že náboje na elektrodách jsou povrchové náboje a signálové průběhy z povrchových nábojů jsou obdélníkového tvaru s limitovanou šířkou [16]. Dalším pravidlem je, že celkový náboj v uzavřeném obvodu musí být nulový a to znamená, že suma prostorového náboje ve vzorku a povrchové náboje na elektrodách musí být nulová [16]. Nyní se bude předloženo porovnání čtyř různých rozlišení signálů. Pro první rozlišení, tedy $\frac{\Delta z}{d} = 1\%$, signál povrchového napětí je velmi velký a v porovnání s ním je signál prostorového náboje ve vzorku velmi malý. Pro tento případ je velmi obtížné detekovat prostorový náboj, pokud je zobrazován na stejném displeji jako povrchový náboj elektrod [16]. Pro další případ uvažujeme rozlišení $\frac{\Delta z}{d} = 8\%$. To způsobí, že se signál povrchového náboje rozšíří a sníží (předpokládány povrch průběhu signálu by se neměl měnit), a signál prostorového náboje se stane lichoběžníkovým, což představuje značný rozdíl oproti původnímu obdélníkovému signálu [16]. Doporučené hodnoty $\frac{\Delta z}{d}$ z publikace [16], které jsou doporučeny na základě zkušeností autorů, jsou vhodné hodnoty $\frac{\Delta z}{d}$ mezi 2% a 5%. Obecně, indikace absolutního rozlišení nábojové distribuce 1 μm nebo 50 μm (tj. absolutní prostorové rozlišení) není dostatečná a je potřeba indikace tloušťky vzorku. Proto je vhodnější používat relativní indikaci rozlišení (v procentech) [16]. Při předpokladu, že tloušťka vzorku je d a doba trvání pulzního napětí je ΔT_p .

Potom je relativní prostorové rozlišení dáno rovnicí 2.9.

$$\eta = \frac{\Delta T_p}{d/u_{sa}} \times 100\%, \quad (2.9)$$

kde termín d/u_{sa} ve jmenovateli je doba přenosu akustického pulzu skrze měřený vzorek. Termín u_{sa} představuje rychlost šíření zvuku v měřeném vzorku. Příklad může být polyethylen (PE), ve kterém je rychlost šíření zvuku 1950 m/s [16].

Když je akustický pulz detekován piezoelektrickým převodníkem signálů, používá se dodatečná dekonvoluce akustického pulzu $p(t)$ z elektrického náboje a převodník $h(\tau)$ pro detekci signálu náboje $q(t)$, jak je uvedeno v rovnici 2.6 [16]. Prostorové rozlišení je také ovlivňováno tloušťkou b piezoelektrického prvku (převodníku). Když je velmi tenký, jeho vliv na rozlišení se stává menším [16]. V publikaci [16] je dále uveden následující příklad výpočtu pro vzorek polyethylenu o tloušťce 1 mm , s použitým relativním rozlišením 5% a dobou budícího elektrického pulzu (buzení elektroakustického pulzu) dlouhou 25 ns . Doba tohoto budícího pulzu se nechá získat díky rovnici 2.10 (rychlost šíření zvuku uvnitř PE vzorku je 1950 m/s).

$$\Delta T_p = \eta \times \frac{d}{u_{sa}} = 0,05 \times \frac{10^{-3}}{1950} = 25 \times 10^{-9} = 25 \text{ ns}. \quad (2.10)$$

Jedním z prvků viditelných na diagramu 2.7 je kondenzátor C_c . Jeho úloha spočívá v tom, aby zabránil stejnosměrnému napětí být aplikováno jinde než na vzorku. To protože vnitřní odpor generátoru pulzů je mnohem menší než sériový odpor R_{dc} , většina napětí je aplikována na odpor R_{dc} . Po přidání kondenzátoru C_c (s několika nF) mezi pulzní generátor a vzorek, se většina stejnosměrného napětí aplikuje na vzorek [16]. Hodnota kapacity tohoto vazebního kondenzátoru C_c musí být zvolena tak, aby většina pulzního napětí šla do měřeného vzorku, který má kapacitu C_{sa} [16]. Tato podmínka je splněna při dodržení podmínky v rovnici 2.11.

$$C_c \geq 100 \times C_{sa} \quad (2.11)$$

Například kapacitu C_{sa} zkušební vzorku lze vypočítat pro PE ($\epsilon_r = 2,3$), $d = 1,0 \text{ mm}$ a plochu elektrody (S) $4,0 \text{ cm}^2$.

$$C_{sa} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r S}{d} = \frac{8,854 \times 10^{-12} \times 2,3 \times 4 \times 10^{-4}}{10^{-3}} = 8,1 \text{ pF}, \quad (2.12)$$

$$\text{tzn. } C_c = 100 \times 8,1 \text{ pF} \approx 1000 \text{ pF} \quad (2.13)$$

Jak bylo zjištěno v rovnici 2.13 vazební kondenzátor by měl mít kapacitu $C_c = 1000 \text{ pF}$ [16].

Impulsní napětí nelze na vzorek přivést, pokud v obvodu není sériový odpor R_{dc} . To je platí pro měřicí obvod pro metodu PEA zobrazeného na obrázku 2.7 [16]. Není-li v

obvodu R_{dc} , jsou kapacita C_{sa} vzorku (několik pF) a ekvivalentní kapacita stejnosměrného zdroje (asi několik mF) paralelní a celková kapacita je několik mF [16]. Většina impulzního napětí bude přivedena na vazební kondenzátor C_c (několik nF) [16]. Impulsní napětí tedy nemůže být přivedeno na vzorek. Pokud se do obvodu mezi vzorek a zdroj stejnosměrného napětí vloží vhodný odpor R_{dc} , bude se pulzní napětí dělit o kapacitu C_{sa} vzorku a vazební kapacitu C_c . Proto lze na vzorek přivést impulzní napětí, protože hodnota C_c je mnohem větší než hodnota C_{sa} [16]. Hodnota sériového odporu R_{dc} se určí takto: Impulsní proud z impulzního napětí teče dvěma směry, přes vzorek C_{sa} a přes stejnosměrný zdroj přes sériový odpor R_{dc} [16]. K měření prostorového náboje přispívá pouze proud, který teče do vzorku. Hodnota odporu R_{dc} by měla být dostatečně velká, aby většina pulzního proudu tekla do vzorku, a nikoli do stejnosměrného zdroje [16]. Další role sériového odporu R_{dc} je chránit stejnosměrný zdroj vysokého napětí a elektrody, kdyby došlo k průrazu vzorku [16].

Existují také nároky na piezoelektrický převodník. Převodník je vložen mezi 2 elektrody a akustický pulz projde skrz něj. To způsobí generaci elektrického signálu v převodníku. Tento proces je popsán rovnicí 2.6 [16]. Z této rovnice vychází také požadavky na tloušťku piezoelektrického převodníku. Pro metodu PEA je doba trvání akustického pulzu je minimálně stejně dlouhá jako doba trvání aplikovaného elektrického pulzu. Tloušťka převodníku b se dá určit použitím rovnice 2.14, kde ΔT_p je délka působení napěťového pulzu a u_b je rychlost zvuku v tomto převodníku.

$$\frac{b}{u_b} \leq \Delta T_p \quad (2.14)$$

Například pokud je jako snímač(převodník) zvolena PVDF fólie, ve které je rychlost zvuku 2600 m/s, lze vypočítat její potřebnou tloušťku b . Její vypočítaná tloušťka by mohla být $b = 30 \mu m$ z výpočtu 2.15.

$$b \leq \Delta T_p u_b = 25 \times 10^{-9} \times 2600 = 65 \mu m. \quad (2.15)$$

Pokud se v případě tenkého snímače liší akustická impedance mezi snímačem(převaděčem) a elektrodami, dochází k odrazu akustického signálu v důsledku nesouladu akustické impedance. V tomto případě je obtížné měřit signál elektrického náboje $q(t)$, aniž by došlo ke zkreslení akustické tlakové vlny. Když se akustický impuls $p_0(t)$ šíří přes první rozhraní (přední rozhraní) zemnicí elektrody a snímače(převaděče), část pokračuje přes rozhraní a část se odráží. Když akustický impuls vychází ze snímače(převaděče), dojde k druhému odrazu na druhém rozhraní (zadní rozhraní) snímače a hliníkové elektrody. Odražený akustický impuls způsobí mnoho dalších odrazů uvnitř snímače a vyvolá zbytečný náboj na povrchu snímače [16]. Poměr přenosu akustického impulsu na rozhraní je dán akustickými impedancemi použitých materiálů [16]. K potlačení tohoto

jevu se tedy impedančně přizpůsobuje snímač(převodník) s elektrodami. V praxi se však odrazu nelze zcela vyhnout. Proto se k odstranění malých vícenásobných odrazů používá zpracování signálu založené na technice dekonvoluce [16]. Proces dekonvoluce a kalibrace pro měření provedené v této DP je blíže přiblížen v následující kapitole 3.2.

3 Měření prostorového náboje

3.1 Měřené vzorky

Na obrázcích níže v podkapitole 3.3, jsou k vidění distribuce prostorového náboje a elektrického pole ve vzorcích materiálů jako jsou tenké (kolem 0,125 mm) fólie polymerů a poté relativně tlustších (kolem 1 mm) vzorků z epoxidové pryskyřice s nanočásticovým plnivem SiO_2 o různých koncentracích. Všechna měření proběhla za téměř stejných vnějších podmínek.

Fóliové vzorky byly tvořeny termoplastické polymery, konkrétně se jednalo o Polypropylen (PP), polyether-etherketon (PEEK), Polyethylentereftalát (PET), a též o fluorovaný polymer Polytetrafluorethylen (PTFE).

Vzorky z epoxidové pryskyřice již byly připravené v minulosti kolegou, který je připravoval v rámci své DP [19]. Jak je uvedeno v [19], tyto vzorky jsou nanokompozity, kde nosnou část tvoří epoxidová zálévací hmota EC141 společně s tvrdidlem W241 a to ve hmotnostním poměru 2 : 1. Jako plnivo byly použité již zmíněné nanočástice SiO_2 o velikosti 20 nm [19]. Z této práce byly použité jen některé vzorky a to s ohledem na jejich tloušťku (souvisí s metodou měření), počet (souvisí s dobou jednoho měření) a poškození. Poškození je myšleno, že některé byly měřeny v práci [19] destruktivními metodami (průraz el. proudem). Za pomoci této filtrace byly vybrány vzorky ze sérií, kde hmotnostní obsah nanočástic představoval 3 %, 1,25 %, 0,5 % a 0,25 %. Blíže budou probrány až v sekci s daty 3.3.

3.2 Měřicí zařízení - PEA

Měření probíhalo na měřicím zařízení, které funguje na principu pulze akustické metody (PEA). Měřicí ústrojí je složeno z:

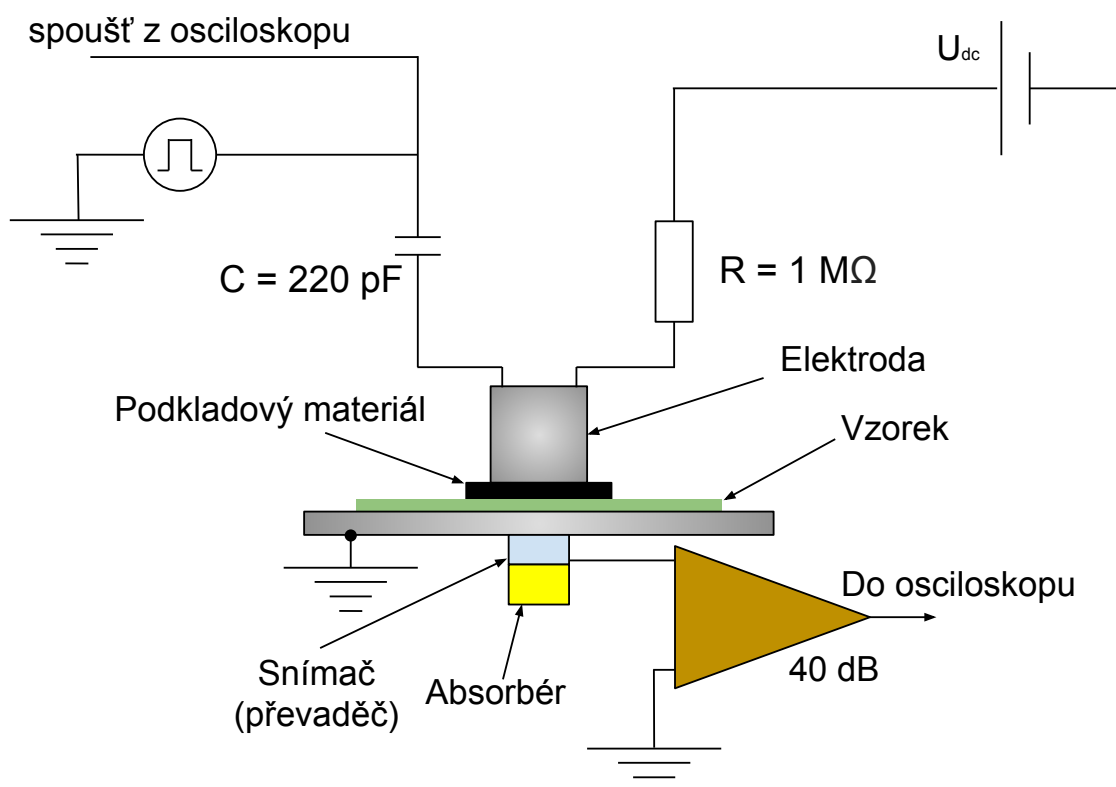
- měřicí cely pro ploché vzorky,
- 18/24 V stejnosměrného generátoru pro napájení zesilovačů v měřicí cele,
- zdroje stejnosměrného vysokého napětí (0-30 kV)
- pulzního zdroj napětí (0-500 V)
- digitálního osciloskop (zastává také funkci PC).

Pro použití měřicího ústrojí jsou potřeba:

- silikonový olej (bez ohledu na stupeň polarizace)

- podkladový materiál (průměr 10 mm, tloušťka 0,5 mm)
- izopropyl alkohol a netkané utěrky k čištění zkoumaných vzorků
- dynamometrický klíč, schopný kontrolovat krouticí moment 15 až 30 N·m (velikost matice: 27 mm)

Podkladový materiál je obvykle umístěn mezi horní mosaznou elektrodou a vzorkem, aby se snížil rozdíl zvukové impedance mezi dvěma různými materiály a umožnilo se dobré šíření akustické tlakové vlny generované napěťovým impulsem, jak bylo zmíněno v kapitole 2.1.4.



Obrázek 3.1: TechImp PEA - schéma pro použitý měřicí systém

Měřicí cela je cylindrického tvaru a umožňuje vložení vzorků s poloměrem až 40 mm. Je vhodné používat však vhodné používat vzorky, které nevyužívají celý limit poloměru 40 mm (ale např 38 mm). To je dáno zjednodušenou manipulací se vzorky. Vzorky však nesmí mít moc malý poloměr, vznikla by hrozba výboje kolem měřeného vzorku. Maximální tloušťka vzorků je dána jako 2 mm. Vzhledem k maximálnímu napětí stejnosměrného zdroje 30 kV tedy měřicí cela umožňuje měřit vzorky přiloženým elektrickým polem o hodnotě až 15 kV/mm, pro nejtlustší vzorky. S tenčími vzorky se samozřejmě

tato hodnota zvedá. Jako senzor slouží piezoelektrický snímač PVDF, jehož vlastnosti jsou popsány v tabulce 3.1.

Tabulka 3.1: Vlastnosti piezoelektrického snímače PVDF

Vlastnost	Symbol	Hodnota	Jednotky
Tloušťka	b	9	μm
Piezoelektrická konstanta	d_c	-33E-3	$(\text{C}/\text{m}^2)/(\text{N}/\text{m}^2)$
Kapacita	C_p	379E-12	F/cm^2
Akustická impedance	Z_p	3,90E+06	$\text{kg}/(\text{s}\cdot\text{m}^2)$
Hustota	ρ	1780	kg/m^3
Rychlost zvuku	V_p	2200	m/s

3.3 Změřená a vyhodnocená data

Veškerá měření probíhala pod stejným pulzním napětím, se stejnou hodnotou elektrického namáhání 25 kV/mm. Tato hodnota elektrického namáhání byla zvolena z důvodu největší tloušťky vzorku téměř 1,2 mm. To protože zdroj stejnosměrného napětí je omezený na 30 kV. Hodnota elektrického namáhání 25 kV/mm je tedy maximum, které můžeme použít, aby byla tato hodnota pro všechny stejná (porovnatelnost). Doba měření byla také pro všechny vzorky stejná. V čase 2-3 sekundy se spustil vysokonapěťový DC zdroj. Jeho vypnutí následovalo po 2 hodinách, tedy nejdříve v 7202 sekundě. Po vypnutí zdroje se ještě chvíli zaznamenávali hodnoty (minimálně 10 sekund). Po skončení se data přenesla z osciloskopu na PC, kde byla dále zpracována.

3.3.1 Pryskyřice s nanoplňivem

Následující data byla získána pro vzorky tvořené pryskyřicí s nanočásticemi SiO_2 , zmíněné v 3.1. V tabulce 3.2 jsou k vidění data z měření dielektrických vlastností těchto vzorků a také jsou zde uvedeny jejich tloušťky. Tyto tloušťky jsou měřené jiné než byly použité pro výpočet permitivit vzorků. Pro výpočet permitivit byla použita tradiční pětibodová metoda. Elektroda pro měření prostorového náboje se však přikládá pouze na střed vzorku. Proto jsou v tabulce 3.2 uvedeny hodnoty tloušťky ve středu vzorků.

Pro veškerá data platí to, že katoda je v grafu na místě maximálního záporného náboje (pro vzorky z epoxy. pryskyřice se hodnota až na výjimky pohybuje kolem 0,11 cm) a anoda je v hodnotě nula vodorovné osy, tedy maximální hodnotě kladného náboje. Toto maximum je způsobeno rozhraním dvou materiálů s velkými elektrickými vlastnostmi (hliníková elektroda, měřená pryskyřice a podkladový materiál - uhlík). Rozhraní materiálů podle [1] považujeme za nehomogenity.

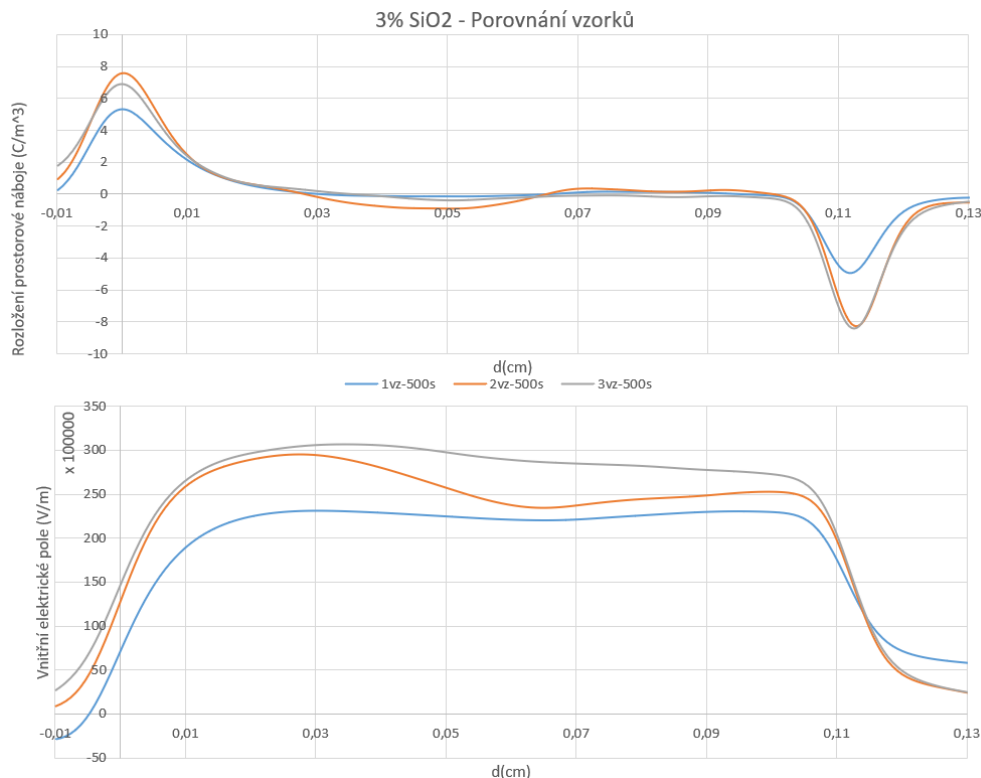
Tabulka 3.2: Změřené hodnoty pro vzorky s obsahem nanočástic SiO_2

Vzorek	U	tan δ	C	Permitivita	Teplota izolace	Tloušťka
3%-vz1	499,9 V	0,0038	47,21 pF	3,596	21,5 °C	1,117 mm
3%-vz2	500,2 V	0,0046	59,83 pF	4,234	21,5 °C	1,085 mm
3%-vz3	500,0 V	0,00479	57,97 pF	4,168	21,6 °C	1,071 mm
1,25%-vz1	500,1 V	0,00495	51,80 pF	3,545	21,7 °C	1,118 mm
1,25%-vz2	500,2 V	0,00517	55,21 pF	3,827	21,4 °C	1,198 mm
0,5%-vz1	500,0 V	0,00474	60,16 pF	3,953	21,6 °C	1,083 mm
0,5%-vz2	499,9 V	0,00445	50,72 pF	3,559	21,6 °C	1,061 mm
0,5%-vz3	501,0 V	0,00591	56,88 pF	3,83	21,6 °C	1,188 mm
0,25% - vz1	499,9 V	0,00301	155,20 pF	4,383	22,3 °C	0,365 mm
0,25% - vz2	499,8 V	0,00454	55,40 pF	3,785	22,3 °C	1,149 mm
0,25% - vz3	500,1 V	0,00369	55,99 pF	3,66	22,4 °C	1,016 mm

Jak je vidět na obrázcích níže v této kapitole distribuce prostorového náboje se mezi 500 sekundou a 7000 sekundou příliš nemění a změna velikosti prostorového náboje se s delší dobou trvání měření projevila jen minimálně. Z pravidla lze na každém ze vzorků pozorovat drobný pokles hodnoty prostorového náboje, jak plyne čas. To znamená že nejvyšší hodnota prostorového náboje se na vzorcích projevuje v 500 s a poté postupně klesá.

Z grafů distribuce je možné určit také charakter prostorového náboje u rozhraní elektroda-dielektrikum. Tento charakter byl představen v kapitole 2, a je to tzv. homonáboj. Je tak usouzeno z faktu nahromaděného kladného náboje u anody. U katody pravděpodobně dochází ke stejnému jevu, ale z grafů není příliš vidět, protože je zakrytý povrchovým nábojem. Toto vyhodnocení platí pro všechny vzorky pryskyřice s obsahem nanočástic. Uvnitř objemu dielektrika nedochází k téměř žádné výrazné akumulaci prostorového náboje. Pro vzorek 2 je akumulace vidět nejlépe, projevila se zde akumulace záporného prostorového náboje, nejvíce výrazná zhruba od 0,3 mm až do 0,6 mm. V 0,6 mm se pak změnil na drobnou akumulaci kladného náboje a to téměř až ke katodě. Graf distribucí v různých časech pro tento vzorek je vidět v příloze A2.

Při porovnání vzorku 2 se vzorky 1 a 3 na obrázcích 3.2 a 3.3 je rozdíl velikostí nábojů uvnitř vzorků relativně velký. Tento rozdíl je znatelný i v grafech distribuce pro vnitřního elektrického pole. Důvod tohoto rozdílu by bylo vhodné více prozkoumat. Nyní však lze diskutovat o možné vyšší lokální koncentraci nanočástic (nehomogenit), které by způsobily výraznější akumulaci nosičů elektrického náboje a tedy vznik prostorového náboje. Dalším důvodem by mohla být nedokonalost na vzorku, vzduchová mezera a nebo nečistota uvnitř objemu.



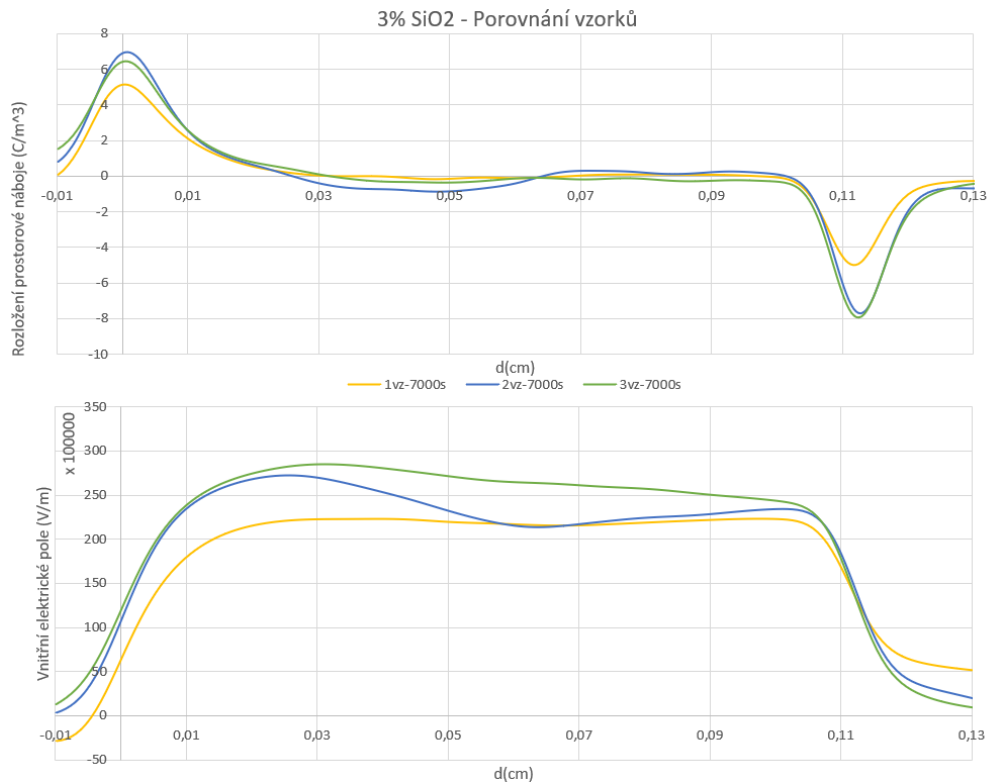
Obrázek 3.2: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pro všechny 3 vzorky s obsahem nanočástic SiO₂ = 3% v čase 500 s od zapnutí DC zdroje

Na obrázku 3.4 jsou vidět porovnané grafy distribucí prostorového náboje a elektrického pole pro oba vzorky pryskyřice s obsahem nanočástic SiO₂ = 1,25%. Porovnání v tomto případě proběhlo pro čas 500 s a 7000 s v jednom grafu, kvůli menšímu počtu vzorků.

Porovnávání pokračuje vzorky z pryskyřic s obsahem nanočástic SiO₂ = 0,5%. Grafy jejich distribucí prostorového náboje a elektrického pole jsou k vidění na obrázcích 3.5 a 3.6. Prostorový náboj uvnitř těchto vzorků měl velmi podobnou distribuci jako byla u vzorků s obsahem nanočástic SiO₂ = 3%

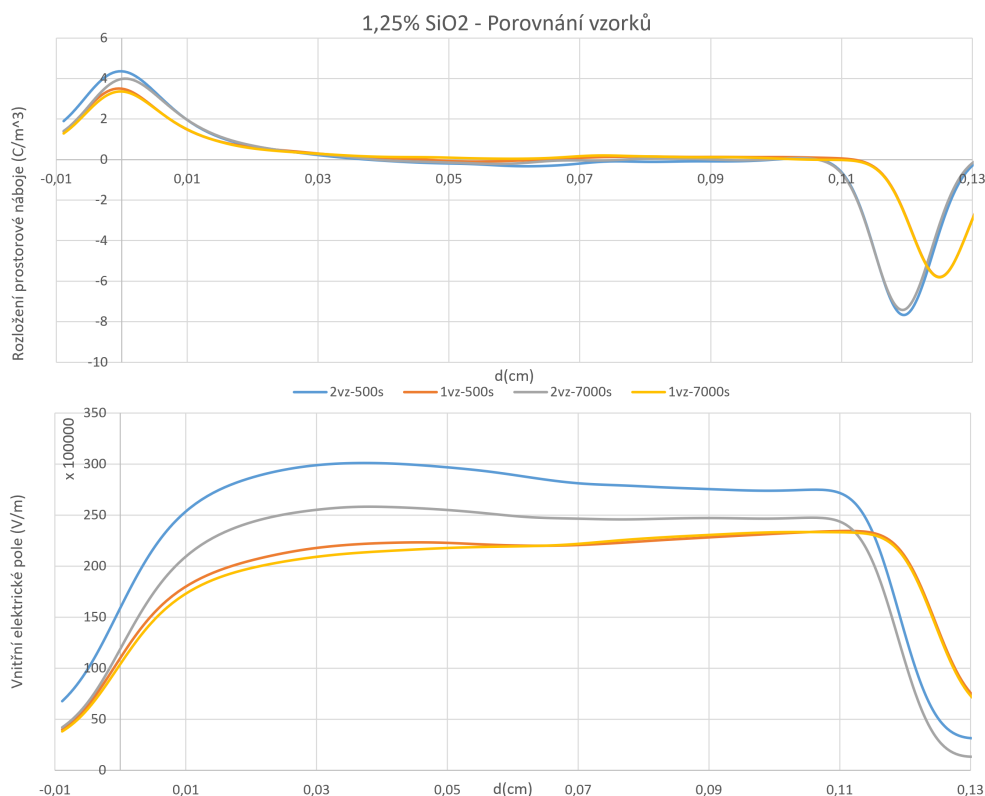
Grafy na obrázku 3.7 zobrazují distribuci el. pole a prostorového náboje ve vzorcích 2 a 3 pro sérii vzorků pryskyřice s koncentrací nanoplniva SiO₂ = 0,25%. Vzorek číslo jedna není zahrnut, vzhledem k jeho pravděpodobně špatně provedenému zpracování. Vzorek jedna série SiO₂ = 0,25% se liší od zbylých dvou v sérii tak, že má velmi nerovnoměrnou tloušťku a část vzorku mezi elektrodami byla velmi tenká. Nešel proto vhodně porovnat se vzorky 2 a 3 této série ani s ostatními vzorky. Jeho pravděpodobně špatně vyhodnocenou distribuci el. pole a prostorového náboje je najít v příloze, konkrétně se jedná o obrázek A9.

Nakonec je vhodné jednotlivé série pryskyřičných vzorků porovnat mezi sebou. Pro účely tohoto porovnání se z každé série vybral jeden vzorek v závislosti na jeho tloušťce. Vybrané vzorky s jejich distribucemi el. pole a prostorového náboje jsou k vidění na



Obrázek 3.3: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pro všechny 3 vzorky s obsahem nanočástic $\text{SiO}_2 = 3\%$ v čase 7000 s od zapnutí DC zdroje

obrázku 3.8 pro 500 sekundu a obrázku 3.9 pro 7000 sekundu od doby spuštění stejnosměrného vysokého napětí. Z těchto grafů je vidět, že se distribuce a velikosti prostorového náboje, nezávisí na koncentraci nanočástic uvnitř vzorků. To však neodpovídá teoretickým předpokladům, který je, že větší počet nanočástic (nehomogenit) by měl způsobovat větší akumulaci nosičů prostorového náboje. Nabízí se tedy několik teorií, které by mohli vysvětlovat tento odklon od teoretických předpokladů. Porovnáme-li však výsledky našeho měření s různými publikacemi, kde se také měřil epoxidové pryskyřice, uvidíme, že u některých se prostorový náboj objevil mnohem výrazněji, již při slabším elektrickém poli [17]. V dané publikaci však není dostupná informace o množství nanočástic v měřeném vzorku a pravděpodobně s rozdílnou velikostí od našich nanočástic (20 nm). Dále zde také není informace o době měření. Je tedy možné, že jejich koncentrace je mnohem větší než naše, nebo jsme měřili příliš krátkou dobu. V publikaci [20] zase používaly čisté epoxidové pryskyřice bez nanočástic. Jejich výsledky by zase nasvědčovaly tomu, že jsme použili moc nízké stejnosměrné napětí. V jejich publikaci používali na pryskyřice až 120 kV/mm, tedy skoro pět krát větší napětí než našich 25 kV/mm. Přestože používali takto velké napětí, jejich prostorový náboj se projevil pouze na elektrodách a jen minimálně v objemu vzorku (způsobeno pravděpodobně vysokou kvalitou vzorků s nízkým obsahem nehomogenit - nečistot). Toto by ovšem mohlo být způsobeno poměrně krátkým desetiminutovým měřením.



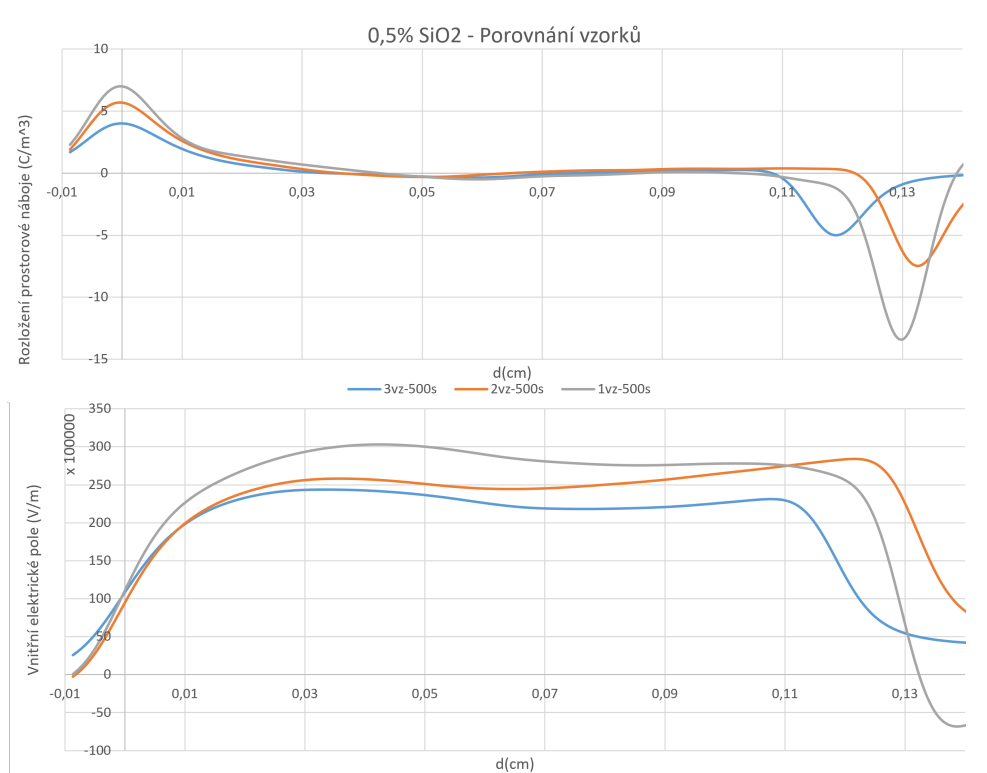
Obrázek 3.4: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole pro oba vzorky s obsahem nanočástic SiO₂ = 1,25%

3.3.2 Polymerní fólie

Následující část se bude zabývat změřenými daty pro polymerní fólie. Mezi těmito fóliemi je vzorek z polyethylentereftalátu(PET), pro který je graf distribuce prostorového náboje a elektrického pole k vidění na obrázku 3.10. Další ze vzorků byl tvoří fólie polyether-etherketon(PEEK) s grafy distribucí na obrázku 3.11. Vzorek fólie z polypropylenu(PP) má graf s distribucemi el. pole a prostorového náboje na obrázku 3.12. Poslední z fóliových vzorků je fólie z materiálu fluorovaného polymeru polytetrafluorethylen(PTFE). Parametry těchto vzorků jsou k vidění v tabulce 3.3.

Tabulka 3.3: Změřené hodnoty pro fóliové vzorky

Vzorek	U	tan δ	C	Permitivita	Teplota izolace	Tloušťka
PET	499.9 V	0,00133	345.10 pF	2,413	22.0 °C	0,126 mm
PTFE	500.2 V	0,00024	244.76 pF	1,791	22.0 °C	0,130 mm
PEEK	499.8 V	0,0011	342.15 pF	2,493	22.0 °C	0,130 mm
PP	500.0 V	0,00172	263.48 pF	1,86	22.1 °C	0,125 mm

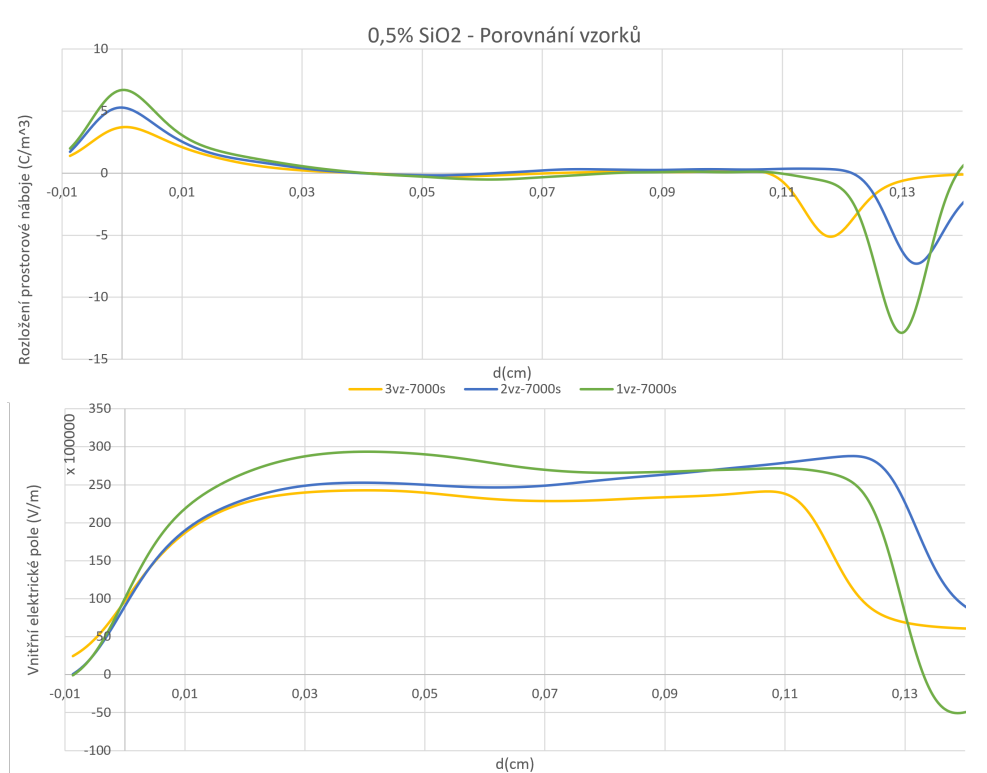


Obrázek 3.5: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického 3 vzorky s obsahem nanočástic $\text{SiO}_2 = 0,5\%$ v čase 500 s od zapnutí DC zdroje

Grafy na obrázku 3.10 ukazují, že u elektrod dochází, stejně jako u pryskyřic, k vzniku homo-náboje, protože blízkosti anody se hromadí kladný náboj. Je také vidět, že se od zhruba 0,016 mm do tloušťky 0,06 mm akumuluje záporný prostorový náboj a poté až ke katodě je jeho hodnota téměř nulová. To by nasvědčovalo nehomogenitám na jedné straně vzorku. Ty můžou být způsobeny nedokonalým způsobem výroby této fólie, nebo následným poškozením (např. ohybem) fólie. Pro prozkoumání jevu prostorového náboje ve fólii PET existuje i tato publikace [21]. Ovšem ve zmíněné publikaci bylo měření provedeno pro vysoké teploty (až $150\text{ }^\circ\text{C}$). Další publikace zabývající se PET fóliemi je [22], ovšem podmínky se opět (vzorky o tloušťce 0,02 mm) příliš liší k porovnání s našimi distribucemi.

V grafech na obrázku 3.11 je vidět distribuce prostorového náboje a elektrického pole uvnitř vzorku PEEK. Jak je vidět na grafech na obrázcích 3.14 a 3.15, je velmi podobná distribuci u PET fólie. To by znamená, že na tomto vzorku zase dochází k homo-náboji u anody. Důvody této distribuce mohou být stejné jako právě u PET fólie. To by mohlo také nasvědčovat tomu, že tyto fólie byly vyráběny stejným výrobcem. K porovnání se nám nabízí publikace [23], kde jim vyšel prostorová náboj uvnitř vzorku velmi rozdílně (osciluje kolem nulové hodnoty). To však může být způsobeno slabším polem 10 kV/mm . Další důvod by mohl být, že v publikaci před měřením vzorek vysušily v peci.

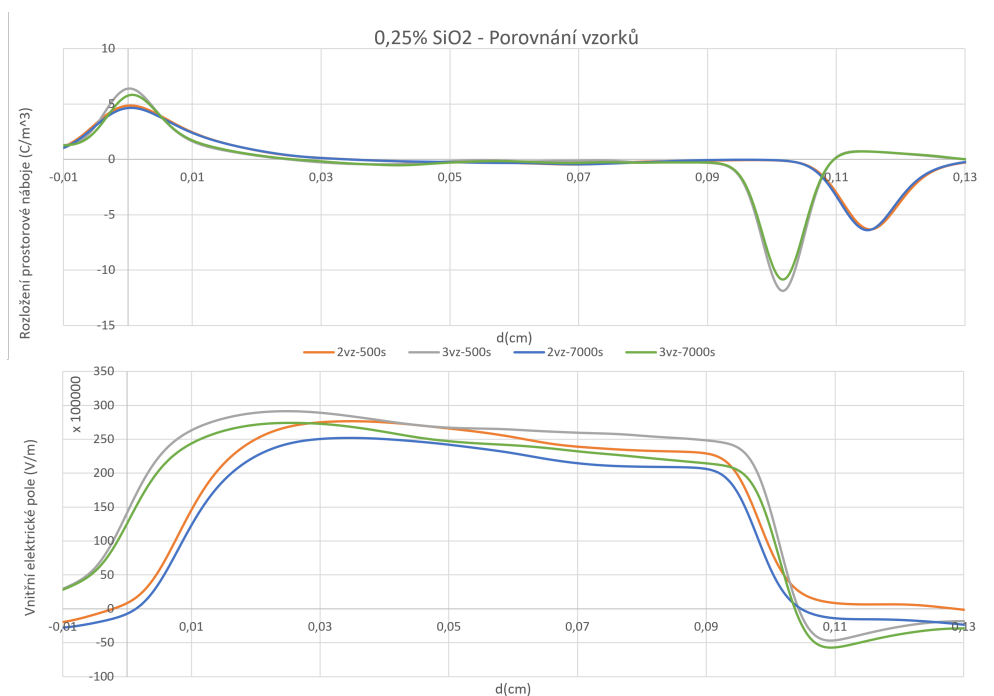
Další z měřených vzorků byla fólie PP. Grafy distribucí pro ní jsou na obrázku 3.12.



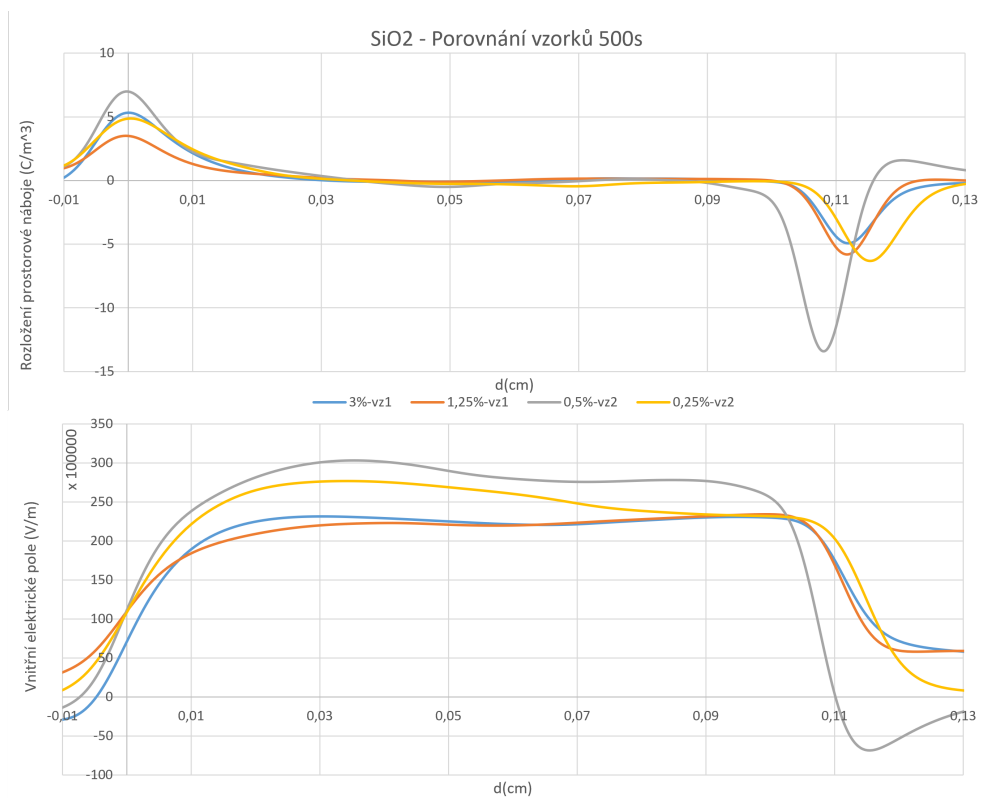
Obrázek 3.6: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorky s obsahem nanočástic $\text{SiO}_2 = 0,5\%$ v čase 7000 s od zapnutí DC zdroje

U anody obět dochází k homo-náboji. Tento kladný prostorový náboj se drží až do tloušťky 0,015 mm od anody, kde přechází v záporný prostorový náboj. Stejně jako v předchozích dvou vzorcích, tedy PET a PEEK fólií dochází k téměř úplnému zániku prostorového náboje zhruba od půlky vzorku až ke katodě. K porovnání s distribucí znázorněnou na obrázku 3.12, lze použít publikace [24], kde měření proběhlo na téměř stejně tlustém vzorku, ale za vyším hodnot DC napětí (50 kV/mm). Přesto jejich výsledky pro pokojovou teplotu vyšly distribučně velmi podobně jako distribuce získané v této práci. Jediný rozdíl je v množství nahromaděného náboje u elektrod.

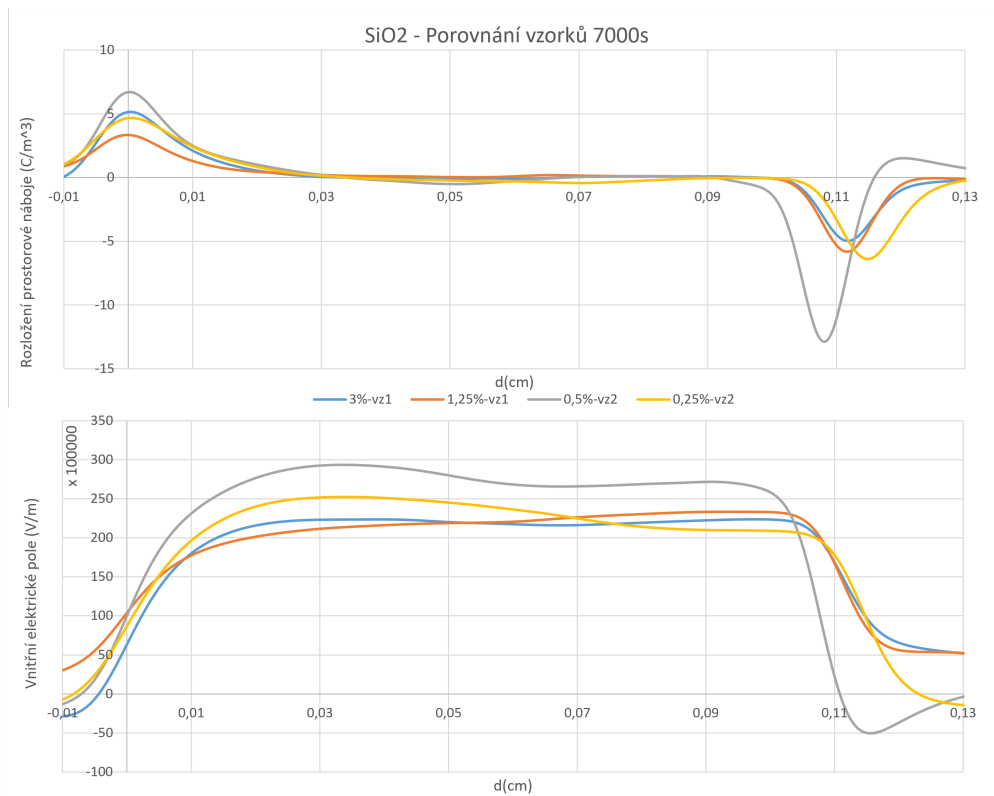
Poslední ze vzorků je PTFE fólie. Na anodě se opět drží kladný prostorový náboj, jedná se tedy opět o homo-náboj. Rozdíl však nastává v hloubce tohoto kladného náboje. Tento kladný prostorový náboj se drží až do 0,036 mm od anody, kde se přemění na záporný prostorový náboj. Zde je další rozdíl oproti ostatním fóliím a to ten, že se tento drobný záporný náboj drží až ke katodě. V publikaci [25] však vyšly jiné distribuce. V této publikaci měli o něco tlustší vzorky (téměř 0,25 mm). Přes velkou podobnost podmínek, v publikaci [25] vyšly velmi rozdílné výsledky.



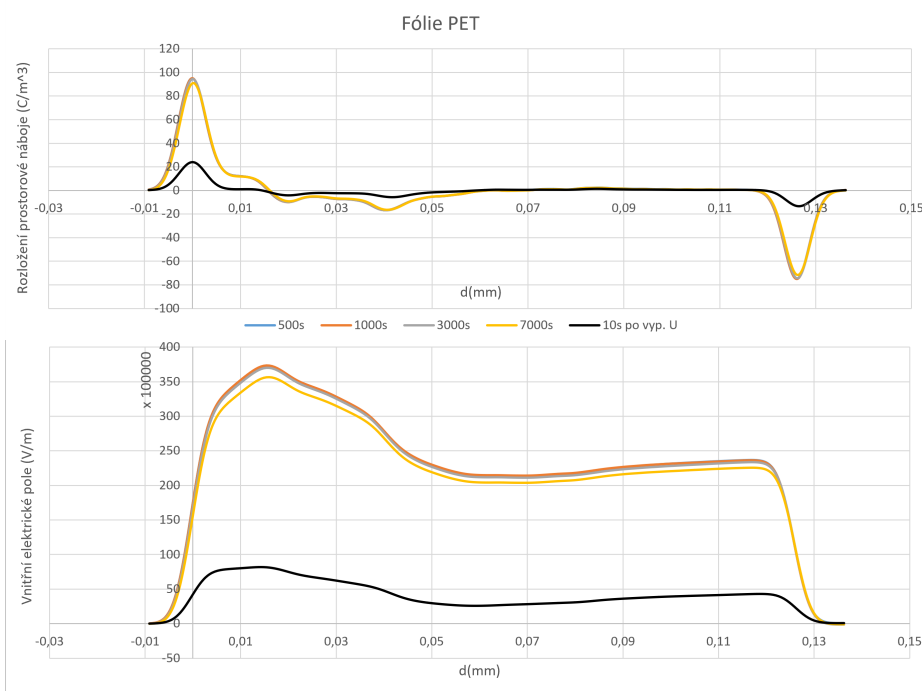
Obrázek 3.7: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole pro 2 a 3 vzorek s obsahem nanočástic $\text{SiO}_2 = 0,25\%$



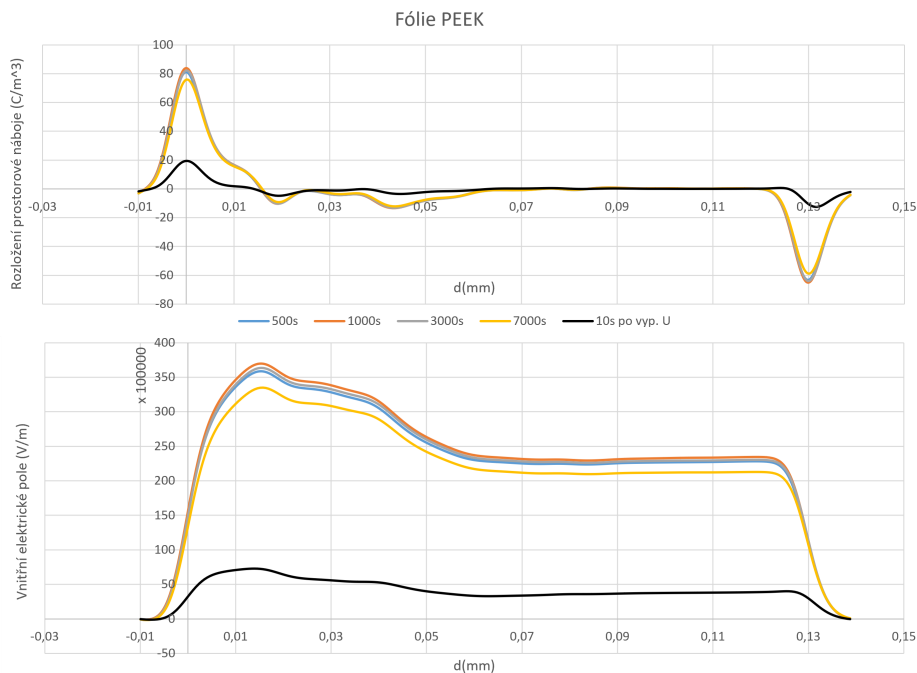
Obrázek 3.8: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole pro 500 sekundu u vybraných vzorků z všech sérií nanokompozitní pryskyřice



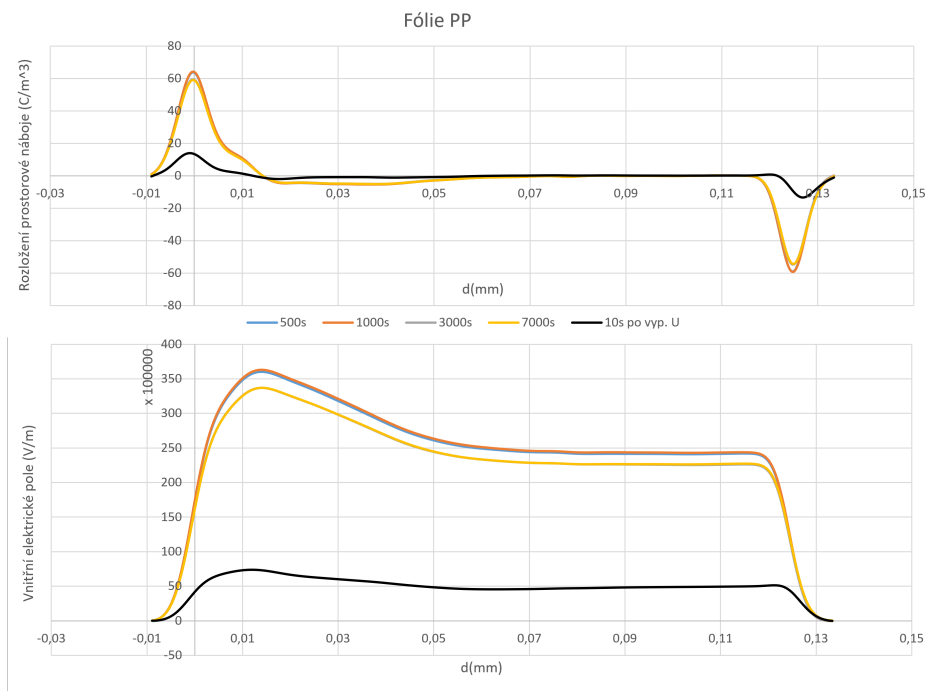
Obrázek 3.9: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole pro 7000 sekundu u vybraných vzorků z všech sérií nanokompozitní pryskyřice



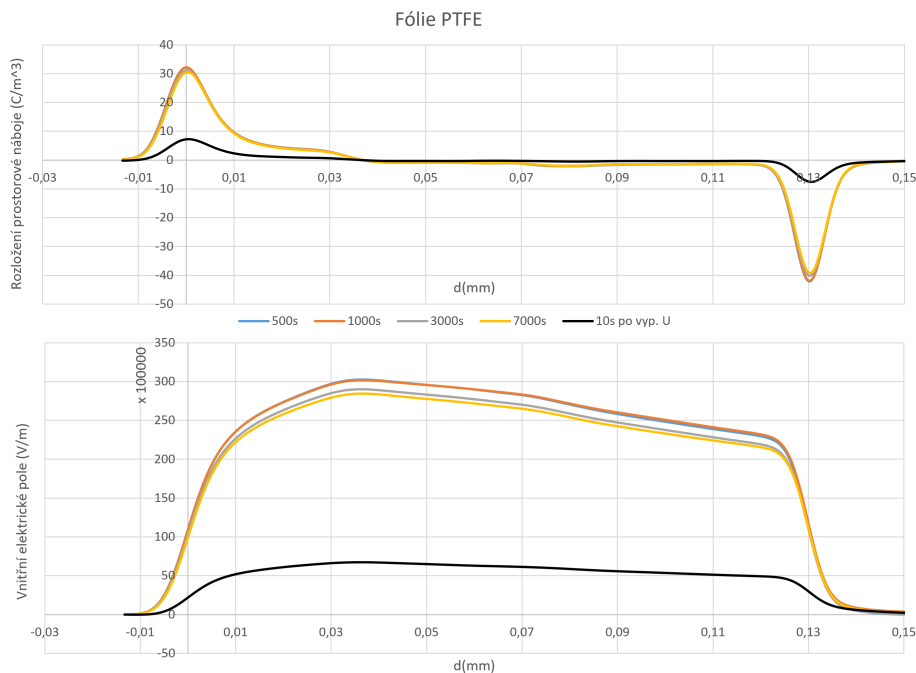
Obrázek 3.10: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku fólie PET



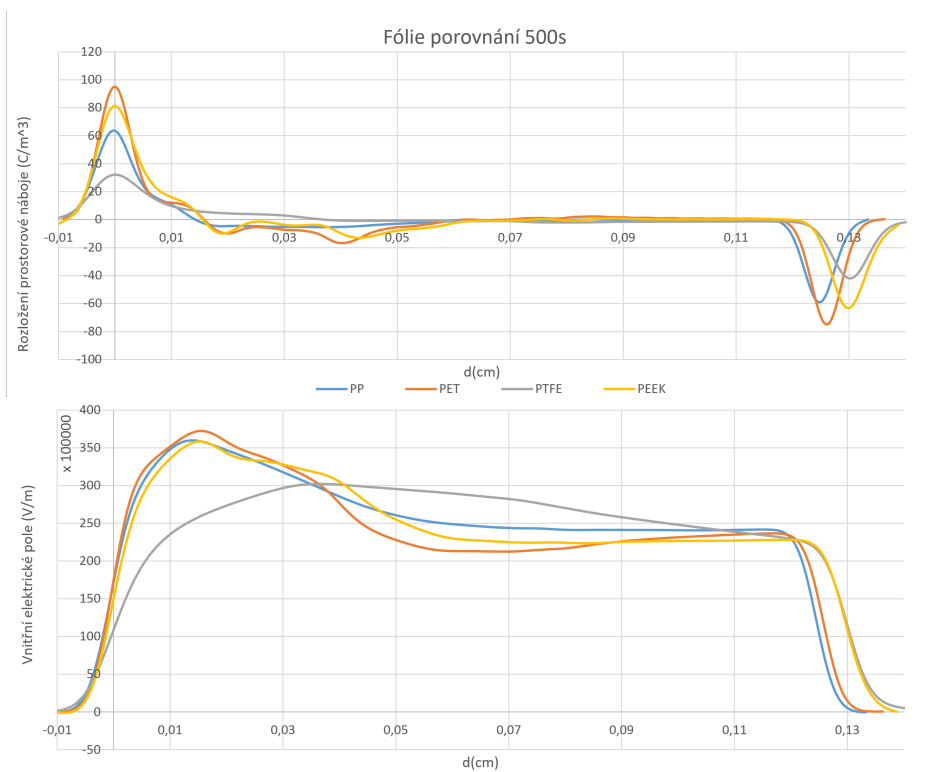
Obrázek 3.11: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku fólie PEEK



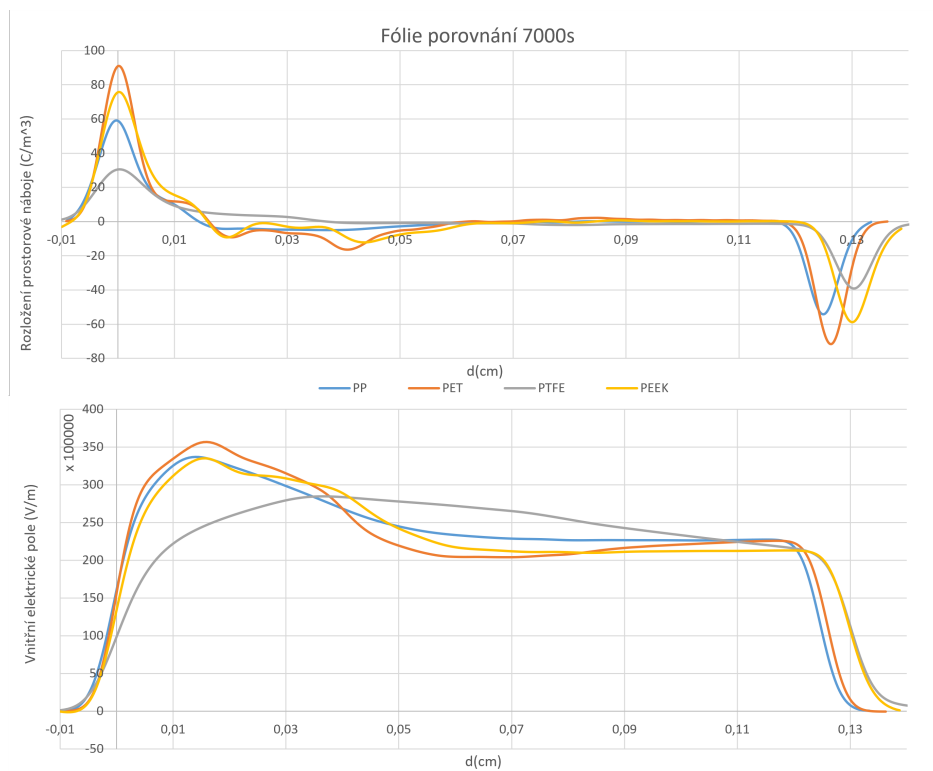
Obrázek 3.12: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku fólie PP



Obrázek 3.13: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku fólie PTFE



Obrázek 3.14: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole pro fóliové vzorky v čase 500 s



Obrázek 3.15: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole pro fóliové vzorky v čase 7000 s

4 Závěr

Teoretická část práce je rozdělená na 2 kapitoly. První z nich se zabývá dielektrickou polarizací a jejím rozdělením na různé typy podle podmínek této polarizace (jestli je potřeba přítomnosti vnějšího elektrického pole nebo ne) a dál se rozděluje podle vaznosti nosičů elektrického náboje.

Druhá kapitola se zabývá prostorovým nábojem a metodami jeho měření. Prvně jsou představeny cíle měření prostorového náboje a poté následuje představení 4 metod jeho měření. Konkrétně se jedná o metodu tepelných pulzů (TP), metodu laserem indukovaného tlakového puls (LIPP), metodu piezoelektrického tlakového skoku (PPS) a metodu pulzně elektroakustickou (PEA). Popis metody PEA je podrobnější z důvodu využití této metody v experimentální části této práce.

V experimentální části práce jsou nejdříve představeny měřené vzorky. U vzorků z epoxidové pryskyřice je nejdříve vysvětlen jejich původ a způsob filtrace k měření. Další část experimentální části má za úkol představit použitou měřicí soustavu a poukázat na limity, které obsahuje (např. tloušťka vzorku, velikost vzorku, pulzní napětí, atd.). Účel poslední části z experimentální části práce je ukázat výsledky měření a pokusit se je popsat. Pro epoxidové pryskyřice s koncentrací nanočásticového plniva SiO_2 byly výsledky výrazně jiné i pro jednu sérii vzorků. Hlavní důvod pravděpodobně spočíval v jejich výrobě. Mezi další faktory spadá stáří těchto vzorků, a případné poškození při manipulaci s nimi. I přes tyto potíže se u nich lze udělat několik závěrů. Prostorový náboj se v čase u pryskyřicových vzorků měnil pouze minimálně. To by mohlo být způsobeno špatným výběrem měřeného časového intervalu. Další z faktů je, že prostorový náboj se ve vzorcích akumuloval hlavně kolem elektrod, ale jinak byl až na výjimky téměř nulový. Zde by důvodem mohl být nízký počet nehomogenit. Jinak řečeno koncentrace nanočástic byly tak malé, že přiložené napětí 25 kV/mm nestačilo na vytvoření viditelného elektrického náboje jinde než v blízkosti elektrod.

Dalšími ze vzorků byly polymerní fólie, u kterých byly pozorovány některé jevy, které byly pozorovány také u pryskyřic. To sice, že prostorový náboj se s průběhem času měnil jenom minimálně. U fólií PET a PEEK byly navíc v grafech distribuce na první pohled vidět určité výkyvy v prostorovém náboji, které svědčí o nehomogenitách uvnitř vzorků. Vzhledem k tomu, že všechny 4 vzorky mají zhruba stejnou tloušťku, jejich vyhodnocení je značně zjednodušeno.

V budoucím postupu k tématu měření prostorového náboje by bylo vhodné soustředit se na specifický typ vzorků a provádět měření za různých podmínek, například při různých teplotách, různých tloušťkách, etc. Stejně tak by bylo vhodné zkoumat vliv jiných velikostech stejnosměrných napětí a dalších faktorů.

Seznam použité literatury

- [1] Mentlík, V. (2006). Dielektrické prvky a systémy. Praha BEN - technická literatura. ISBN 80-7300-189-6
- [2] Raju, G.G. (2017) Dielectrics in Electric Field. CRC Press. ISBN 9781315350424
- [3] Poplavko, Y. (2018). Electronic Materials: Principles and Applied Science. Elsevier. ISBN 9780128157800
- [4] Kao, K. C. (2004). Dielectric Phenomena in Solids. Academic Press. ISBN 9780123965615,
- [5] Regtien, P. P., & Dertien, E. (2018). Sensors for Mechatronics. Elsevier.
- [6] Tressler, J.F. (2008). Piezoelectric Transducer Designs for Sonar Applications. In: Safari, A., Akdoğan, E.K. (eds) Piezoelectric and Acoustic Materials for Transducer Applications. Springer, Boston, MA. https://doi.org/10.1007/978-0-387-76540-2_11
- [7] Piezoelectric Generators. (n.d.). PIEZO.COM. <https://piezo.com/pages/piezoelectric-generators>
- [8] Paschotta, R. (2023, May 18). Pyroelectric detectors. 2023 RP Photonics AG. https://www.rp-photonics.com/pyroelectric_detectors.html
- [9] Lee, M., Guo, R. & Bhalla, A. Pyroelectric Sensors. Journal of Electroceramics 2, 229–242 (1998). <https://doi.org/10.1023/A:1009922522642>
- [10] Macdonald, J. R. (1976). Space Charge Polarisation. In Springer eBooks (pp. 149–183). https://doi.org/10.1007/978-94-010-1889-0_6
- [11] T. Mizutani, "Space charge measurement techniques and space charge in polyethylene," in IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 1, no. 5, pp. 923-933, Oct. 1994, doi: 10.1109/94.326659.
- [12] Aida, F., Wang, S., Michitomo, F., Tanimoto, G., & Yasutaka, F. (1997). Study of the mechanism of space charge formation in polyethylene. Journal of Electrostatics, 42(1–2), 3–15. [https://doi.org/10.1016/s0304-3886\(97\)00151-4](https://doi.org/10.1016/s0304-3886(97)00151-4)
- [13] Yang, Q., Jin, Y., Sima, W., & Liu, M. (2016). Effect of the electrode material on the breakdown voltage and space charge distribution of propylene carbonate under impulse voltage. AIP Advances, 6(4), 045215. <https://doi.org/10.1063/1.4948441>

-
- [14] Ahmed, N. U., & Srinivas, N. (1997). Review of space charge measurements in dielectrics. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, 4(5), 644–656. <https://doi.org/10.1109/94.625650>
- [15] G. M. Sessler, B. Hahn, and D. Y. Yoon, (1986) "Electrical Conduction in Polyimide Films," *J. Appl. Phys.*, Vol. 60 (1), 318–326
- [16] Takada, T., Holboell, J., Toureille, A., Densley, J., Hampton, N., Castellon, J., Hegerberg, R., Hendriksen, M., Montanari, GC., Nagao, M., & Morshuis, PHF. (2006). Guide for space charge measurements in dielectrics and insulating materials. *Electra*, 224, 52-63.
- [17] A. Thabet and J. Fothergill, "Space-charge measurement in composite dielectrics," 2008 12th International Middle-East Power System Conference, Aswan, Egypt, 2008, pp. 71-74, doi: 10.1109/MEPCON.2008.4562405.
- [18] N. Adachi, Xiaokui Qin, Y. Tanaka and T. Takada, "Comparison between the PEA method and the PWP method for measuring space charge distributions in solid insulation," Proceedings of 1998 International Symposium on Electrical Insulating Materials. 1998 Asian International Conference on Dielectrics and Electrical Insulation. 30th Symposium on Electrical Insulating Ma, Toyohashi, Japan, 1998, pp. 227-230, doi: 10.1109/ISEIM.1998.741726.
- [19] Tomáš Kubeš . Možnosti modifikace epoxidové směsi nanometrickým plnivem. Diplomová práce, Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická, Katedra materiálů a technologií, Plzeň, 2020. Vedoucí Hornak Jaroslav.
- [20] K. Sato, S. Konishi, H. Miyake and Y. Tanaka, "Measurement of Space Charge Distribution in Epoxy Resin Package at High Temperature under High DC Stress," 2019 IEEE International Workshop on Integrated Power Packaging (IWIPP), Toulouse, France, 2019, pp. 30-35, doi: 10.1109/IWIPP.2019.8799088. Použít na diskuzi na další pokračování práce
- [21] S. Ishizaki, K. Miyatake, Y. Tanaka and T. Takada, "Space charge accumulation process in PET film at high temperature under high electric stress," Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Cancun, Mexico, 2002, pp. 660-663, doi: 10.1109/CEIDP.2002.1048883.
- [22] P. Enrici and P. Ropa, "Space charge in PET investigated by joint use of the new system of characterization. Another application of the thermal step method," 2000 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (Cat. No.00CH37132), Victoria, BC, Canada, 2000, pp. 728-731 vol.2, doi: 10.1109/CEIDP.2000.884061.

- [23] Liu, Z., Wang, L., Hou, X., & Wu, J. (2020). Investigation on dielectrical and space charge characteristics of peek insulation used in aerospace high voltage system. *Ieej Transactions on Electrical and Electronic Engineering*, 15(2), 172–178. <https://doi.org/10.1002/tee.23042>
- [24] T. Mizutani, E. Nakane, K. Kaneko and M. Ishioka, "Space charge dynamics in polypropylene,"The 17th Annual Meeting of the IEEE Lasers and Electro-Optics Society, 2004. LEOS 2004., Boulder, CO, USA, 2004, pp. 33-36, doi: 10.1109/CE-IDP.2004.1364182.
- [25] W. Sima, B. Cai, Q. Peng, P. Sun and X. Jiang, "Effects of electric field and temperature on space charge characteristics in double-layered polytetrafluoroethylene films,"in *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 25, no. 4, pp. 1518-1525, August 2018, doi: 10.1109/TDEI.2018.007077.

Seznam použitých symbolů a zkratek

Parametr	Jednotka	Popis
A	m^2	plocha vzorku
b	m	tloušťka piezoelektrického prvku
d	m	tloušťka vzorku
C_c	F	kapacita vazebního kondenzátoru
C_{sa}	F	kapacita vzorku
E	(V/m)	intenzita elektrického pole
f_0	Hz	vlastní frekvence
n_0	m^{-3}	počet slabě vázaných iontů na jednotku objemu
n_Z	–	pravděpodobný počet přechodů
P	(C/m^2)	vektor polarizace
P_S	(C/m^2)	spontánní polarizace
R_{dc}	Ω	sériový odpor pro PEA
$\tan \delta$	–	ztrátový činitel
U	(V)	napětí
u_p	(m/s)	rychlost šíření zvuku uvnitř piezoelektrického převaděče(snímače)
u_{sa}	(m/s)	rychlost šíření zvuku uvnitř měřeného vzorku
Z_{Al}	$(\text{Pa} \cdot \text{s}/\text{m})$	akustická impedance hliníkové elektrody
Z_{sa}	$(\text{Pa} \cdot \text{s}/\text{m})$	akustická impedance měřeného vzorku
α_e	–	teplotní koeficient dielektrické konstanty
α_P	–	teplotní koeficient polarizace
ΔT_p	m	šířka napěťového pulzu
ϵ_0	F/m^2	permitivita vakua
ϵ_r	–	relativní permitivita
ϵ'	–	reálná část komplexní relativní permitivity
ϵ''	–	imaginární část komplexní relativní permitivity
ϵ_S	–	statická dielektrická konstanta
κ	–	dielektrická susceptibilita
ρ_T	C/m^3	celkovou hustotu elektrického náboje
σ	C/m^2	povrchový náboj
τ	s	relaxační doba

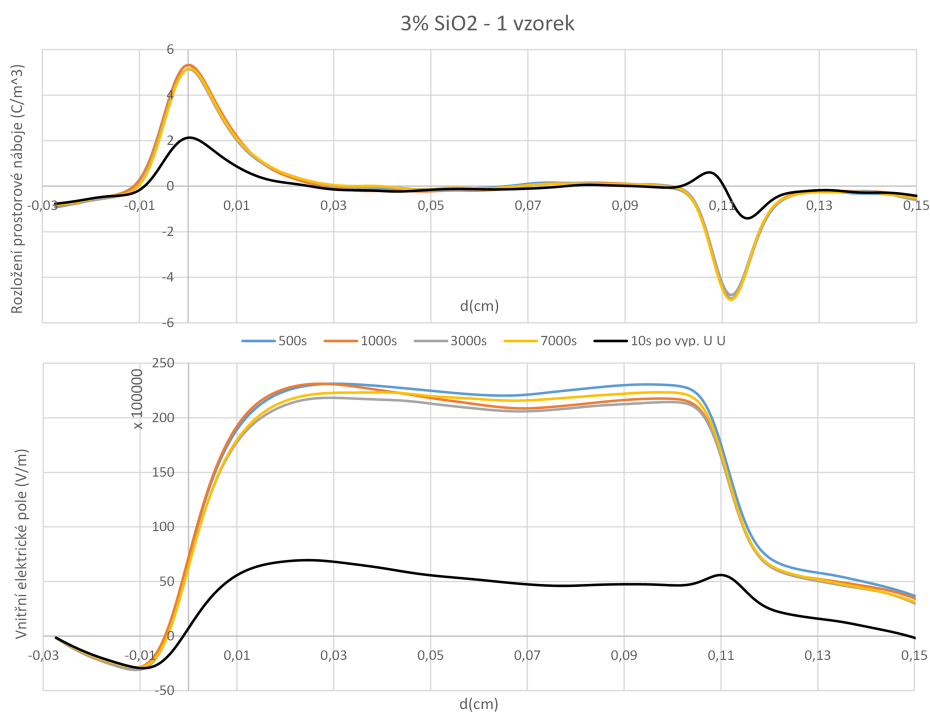
Zkratka	Význam
FEP	fluorovaný ethylen-propylen)
LIPP	metoda laserem indukovaného tlakového pulsu
PE	polyethylen
PEA	metoda pulzně elektroakustická
PEEK	polyether-etherketon
PP	polypropylen
PPS	metoda piezoelektrického tlakového skoku
PTFE	polytetrafluorethylen
TP	metoda tepelných pulzů
XLPE	síťovaný polyethylen

Přílohy

Seznam příloh

Příloha A - obrázky s grafy distribucí el. pole a prostorového náboje pro pryskyřičné vzorky s obsahem nanočástic SiO_2

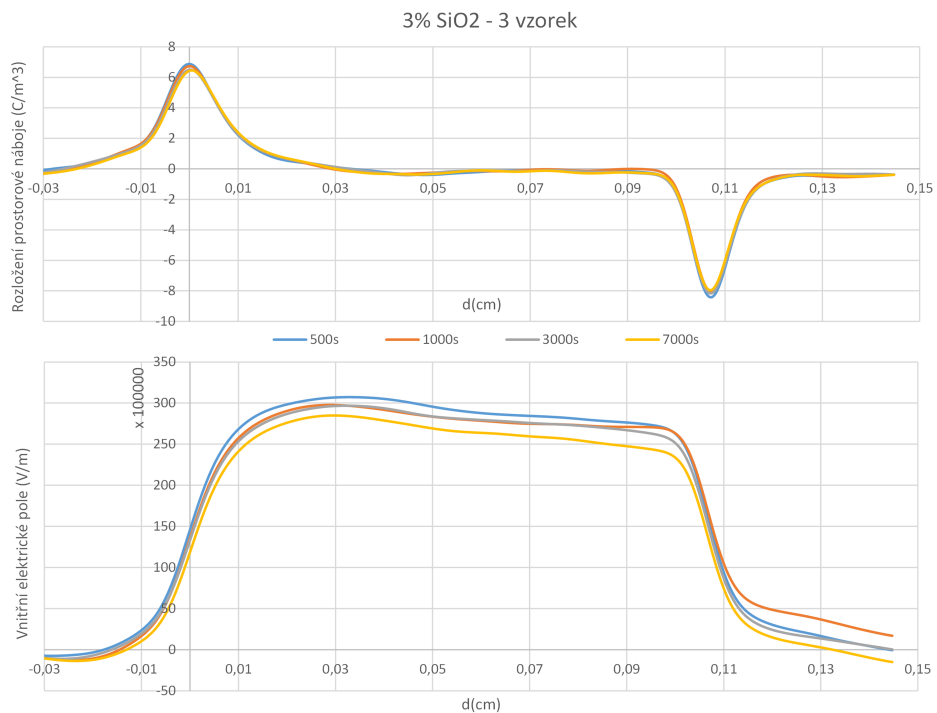
Příloha B - použité vybavení



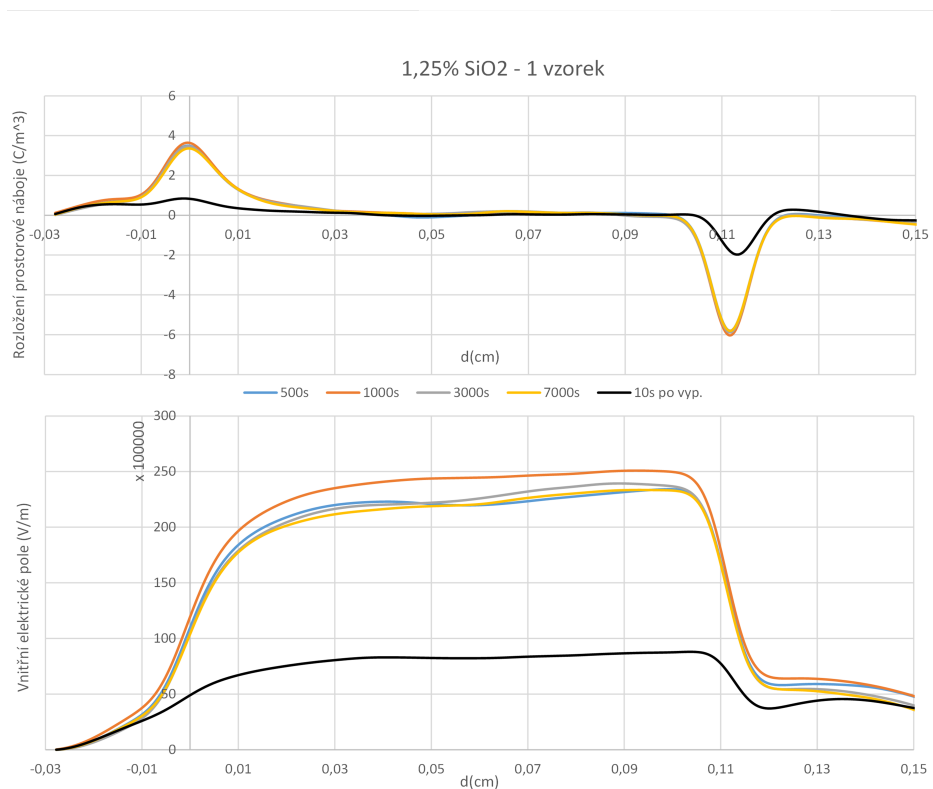
Obrázek A1: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 1 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 3\%$



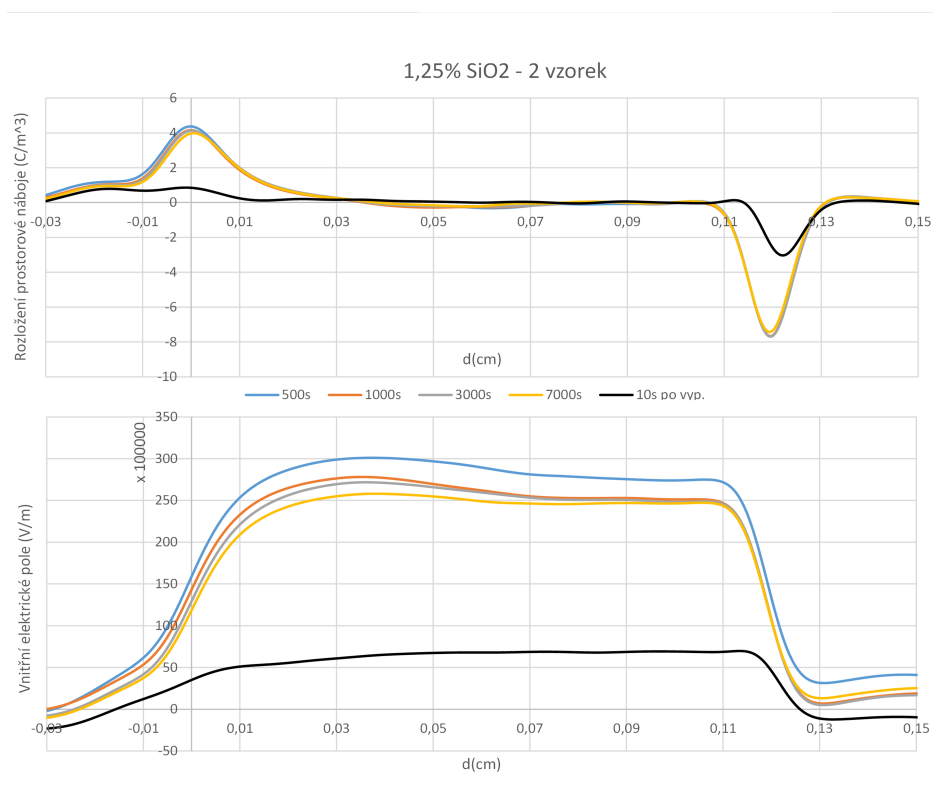
Obrázek A2: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 2 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 3\%$



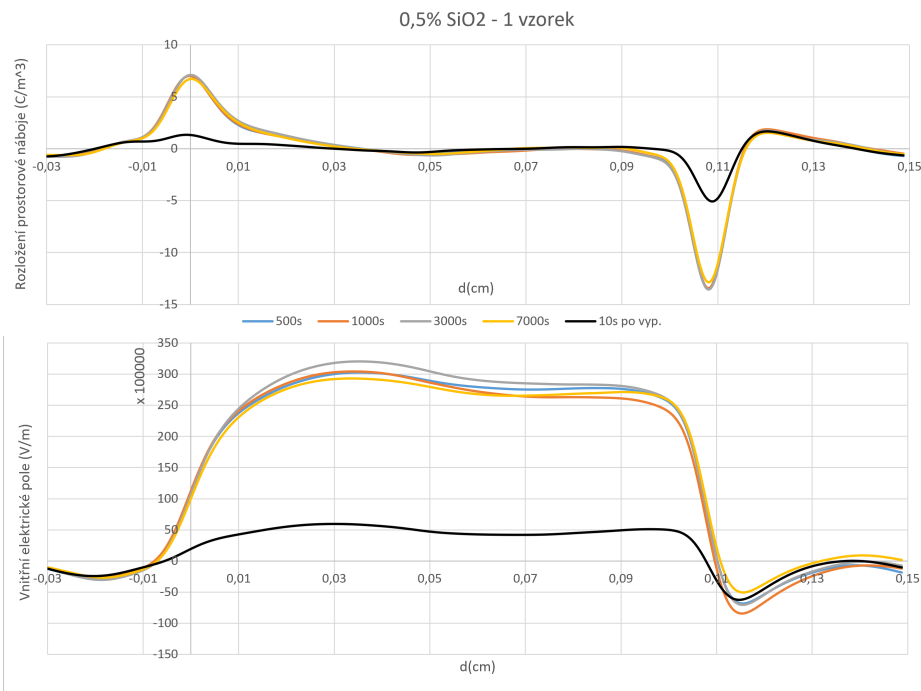
Obrázek A3: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 3 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 3\%$



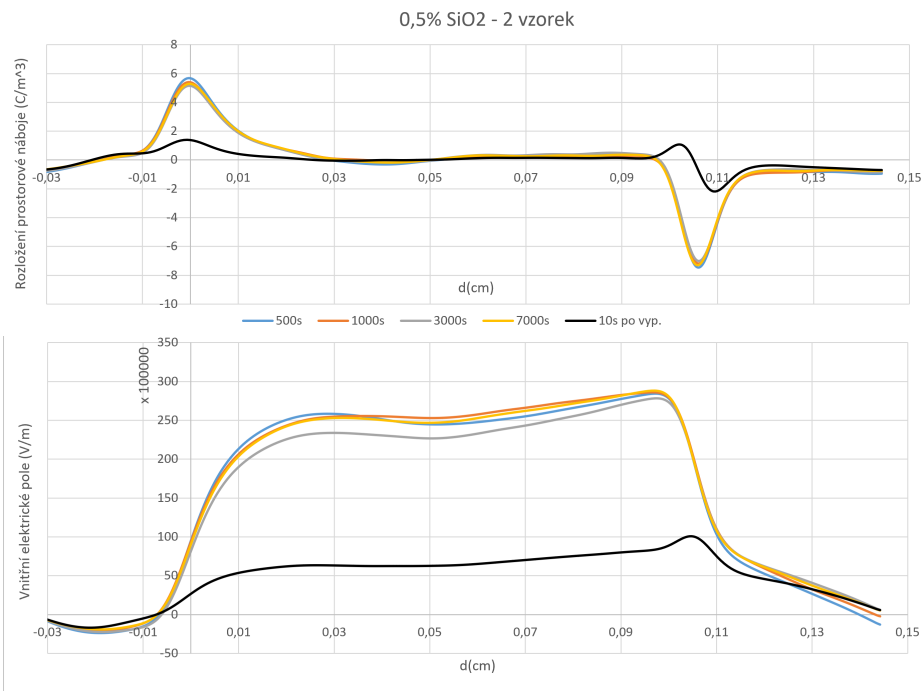
Obrázek A4: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 1 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 1,25\%$



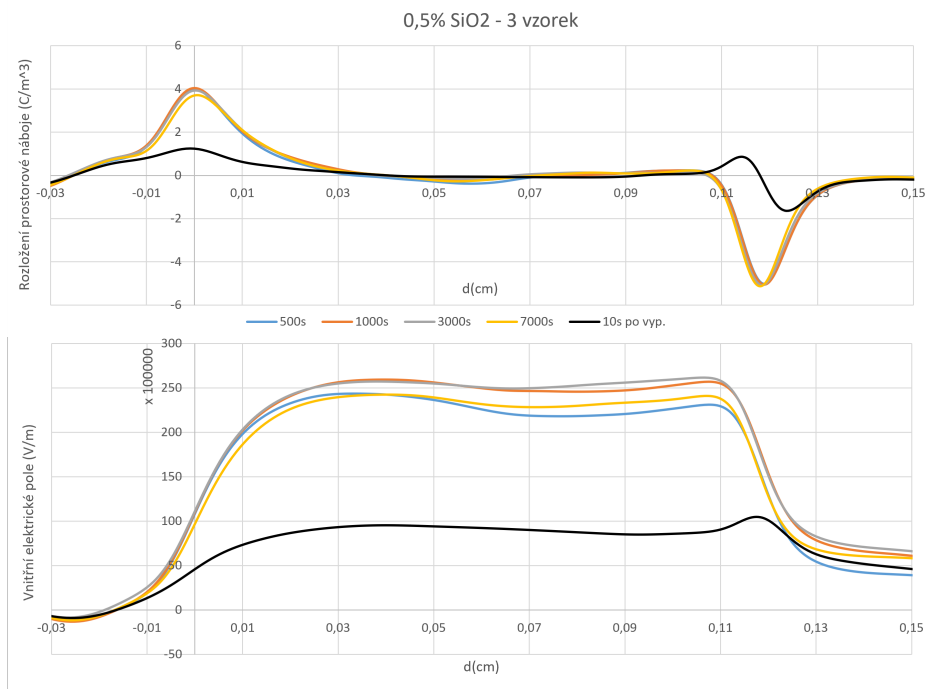
Obrázek A5: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 2 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 1,25\%$



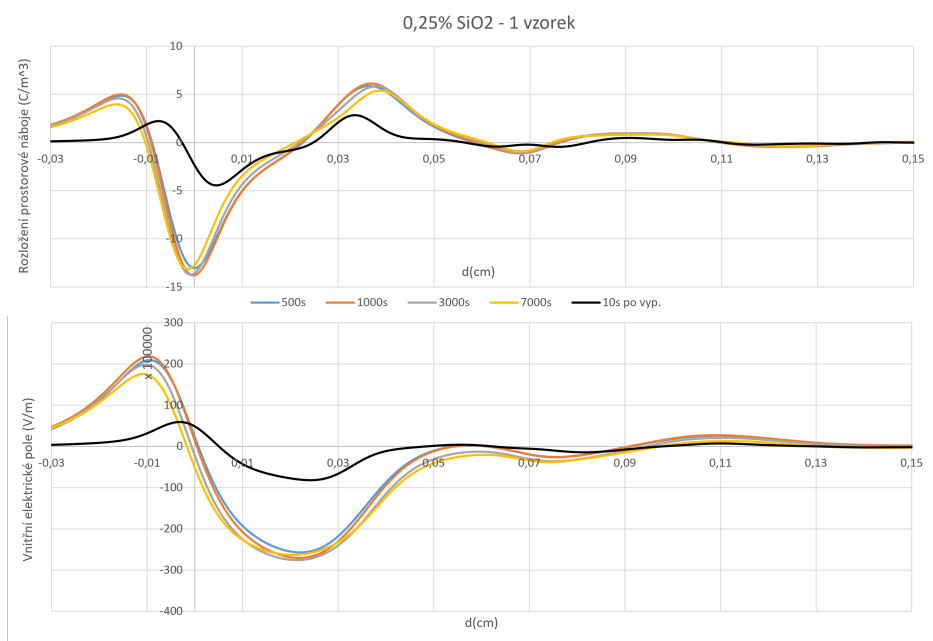
Obrázek A6: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 1 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,5\%$



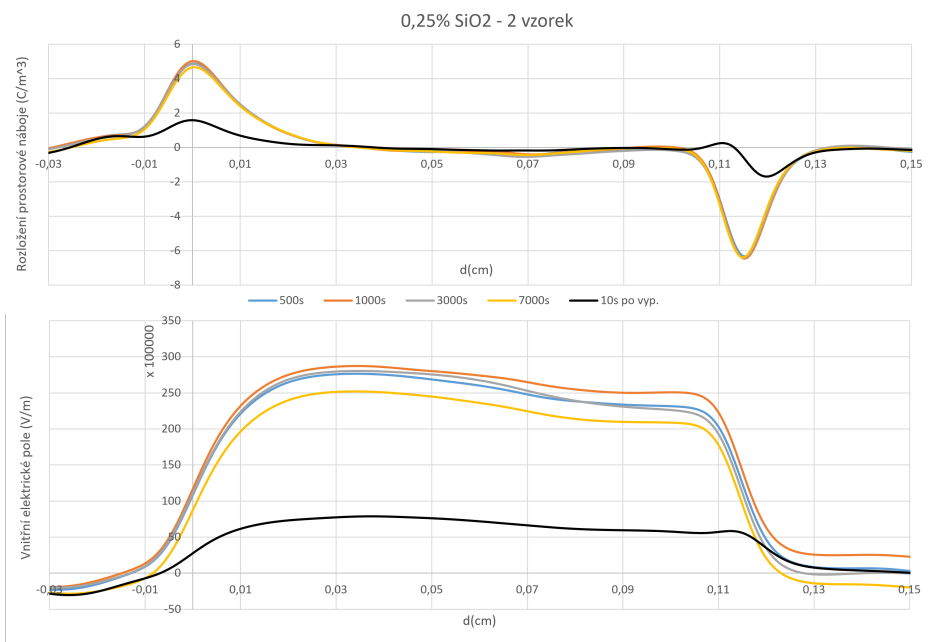
Obrázek A7: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 2 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,5\%$



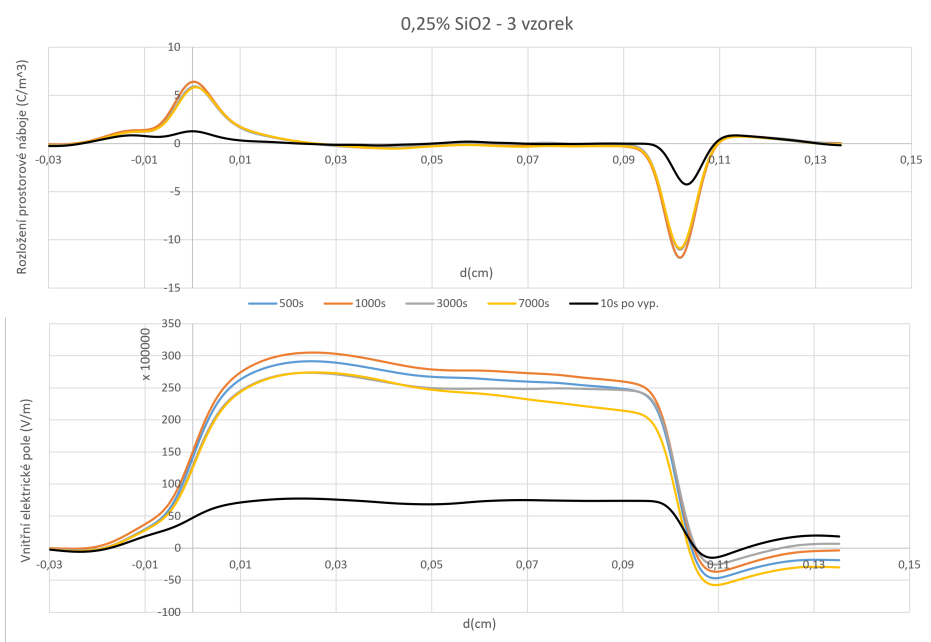
Obrázek A8: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 3 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,5\%$



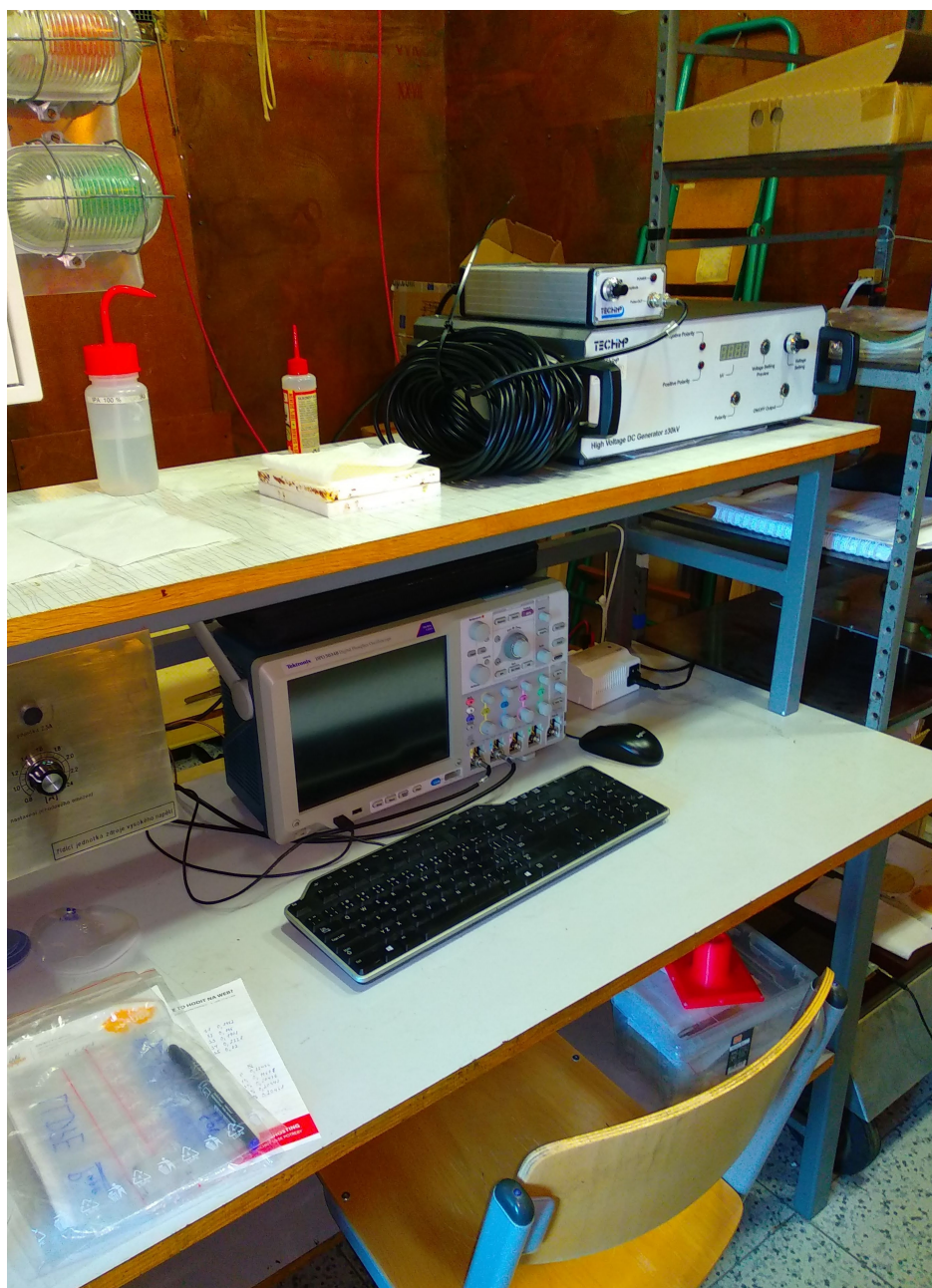
Obrázek A9: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 1 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,25\%$



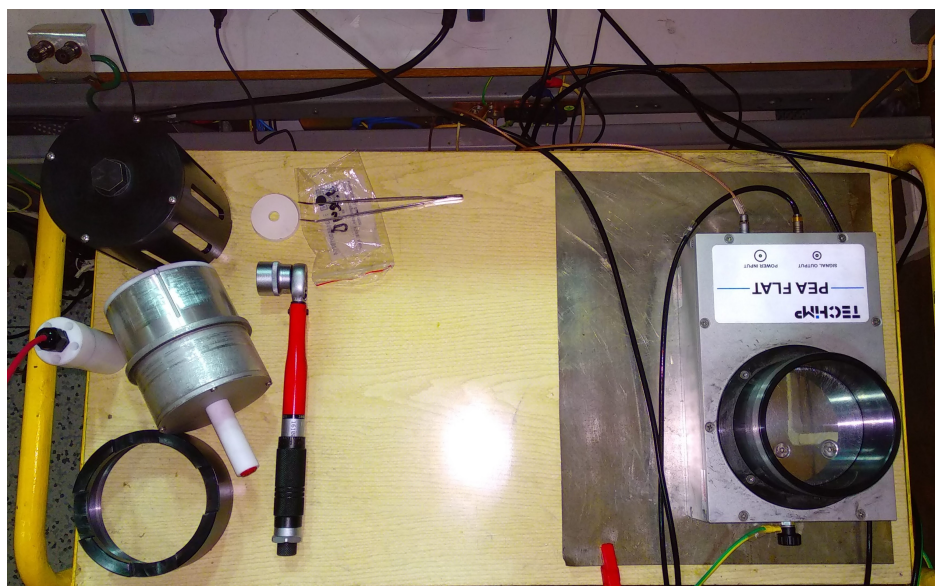
Obrázek A10: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 2 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,25\%$



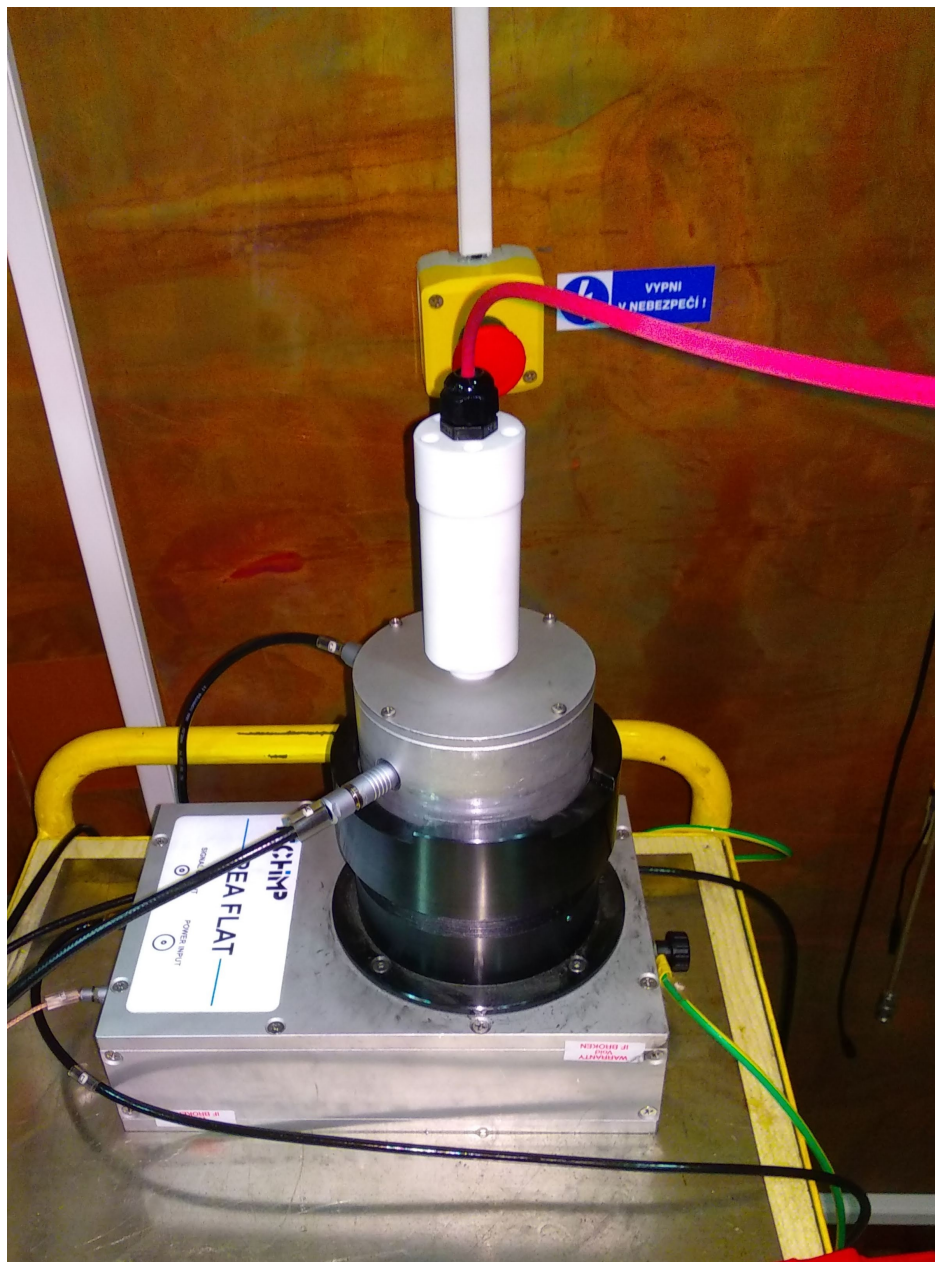
Obrázek A11: Vyhodnocené průběhy prostorového náboje a vnitřního elektrického pole vzorku 3 s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,25\%$



Obrázek B1: Fotka z pracoviště, přední část



Obrázek B2: Fotka z pracoviště, měřící cela s vybavením ke složení elektrod. systému



Obrázek B3: Složená měřící cela, připravená k měření



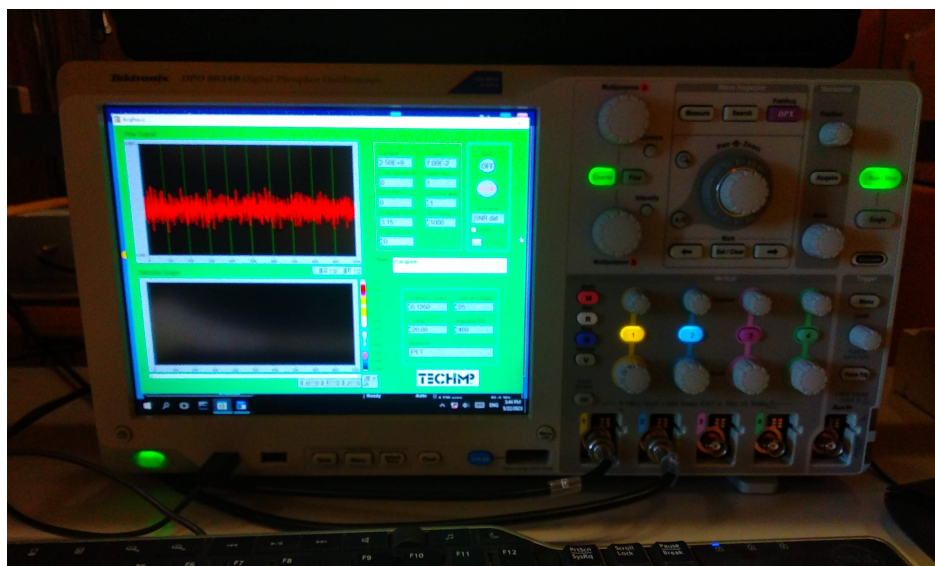
Obrázek B4: Napájení zesilovačů měřící cely



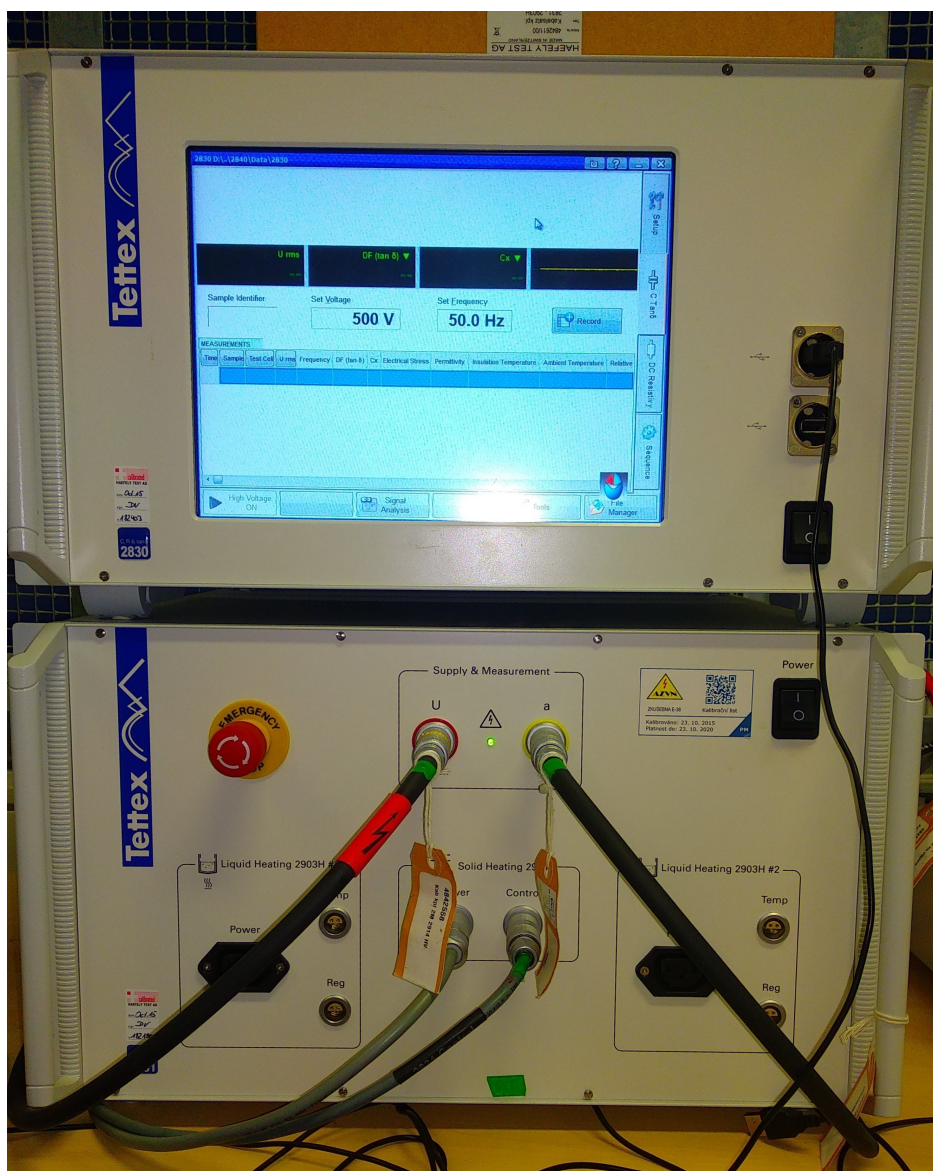
Obrázek B5: Zdroje elektrického napětí, větší - DC zdroj, menší na DC zdroji - zdroj pulzního napětí, zepředu



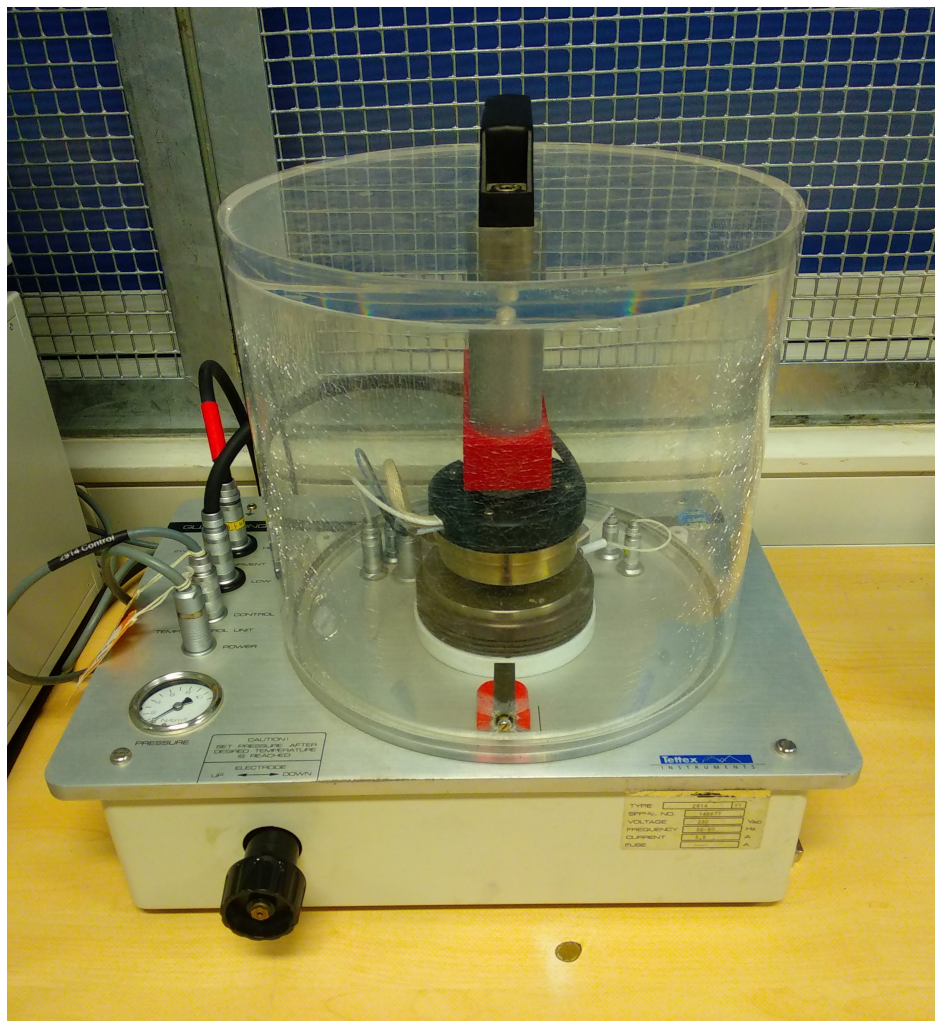
Obrázek B6: Zdroje elektrického napětí, větší - DC zdroj, menší na DC zdroji - zdroj pulzního napětí, zezadu



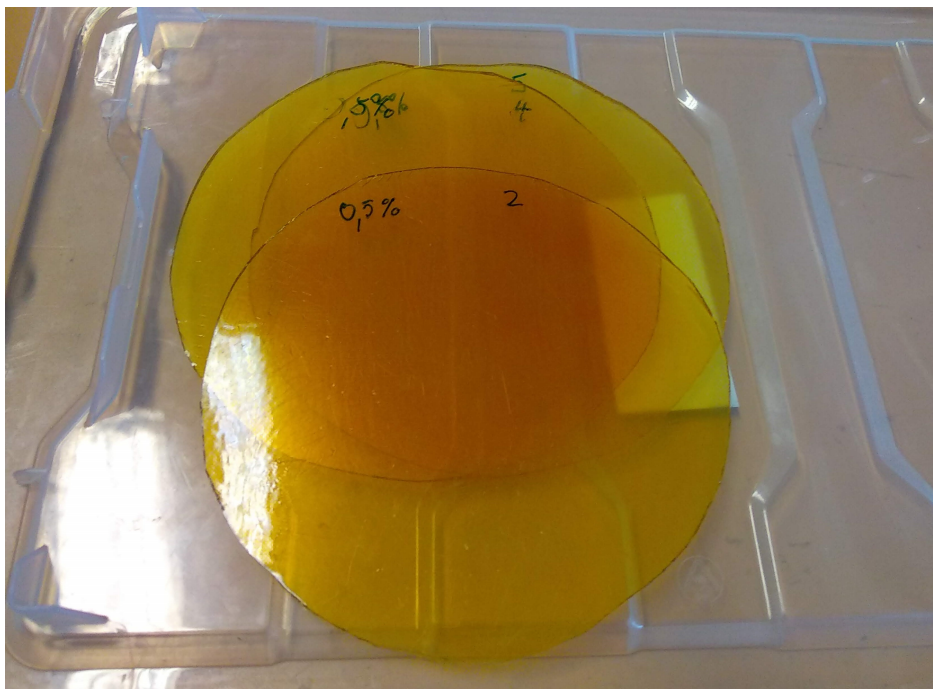
Obrázek B7: Osciloskop se spuštěným software v LabView na provedení měření



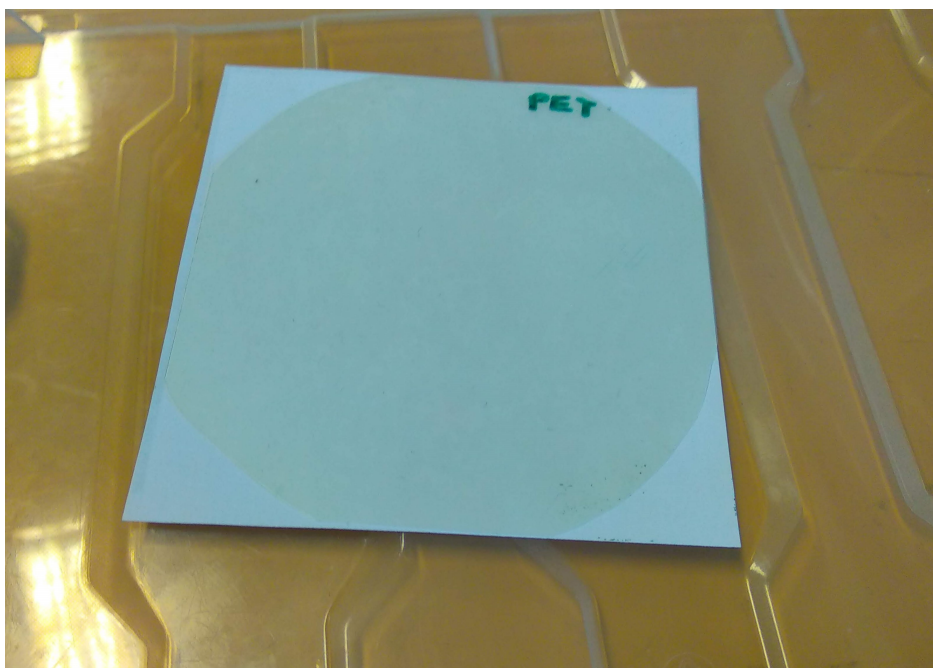
Obrázek B8: Automatický můstek (Tetex) pro měření permitivity



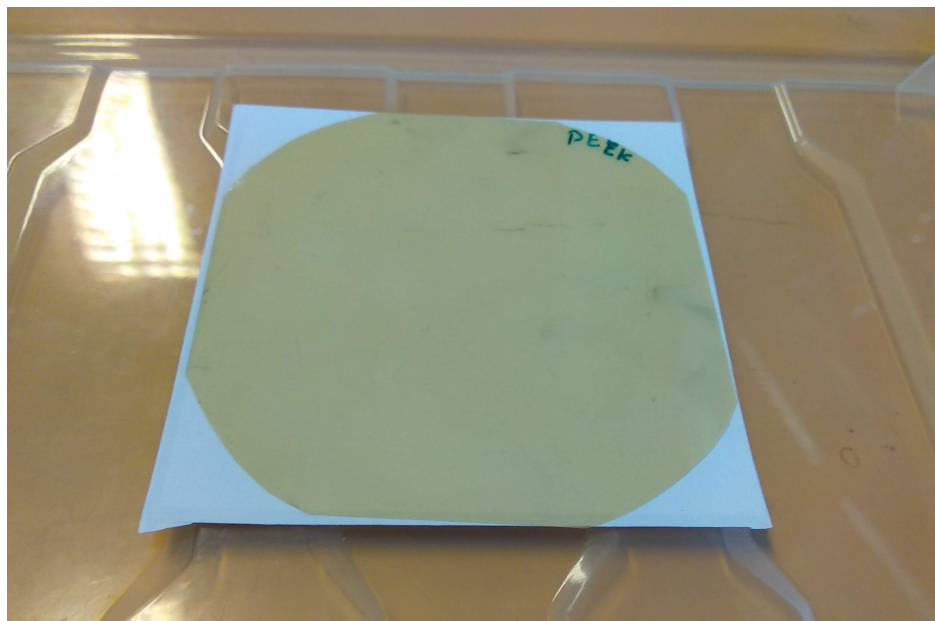
Obrázek B9: Elektrodotový systém pro automaticky můstek (Tetex) pro měření permittivity



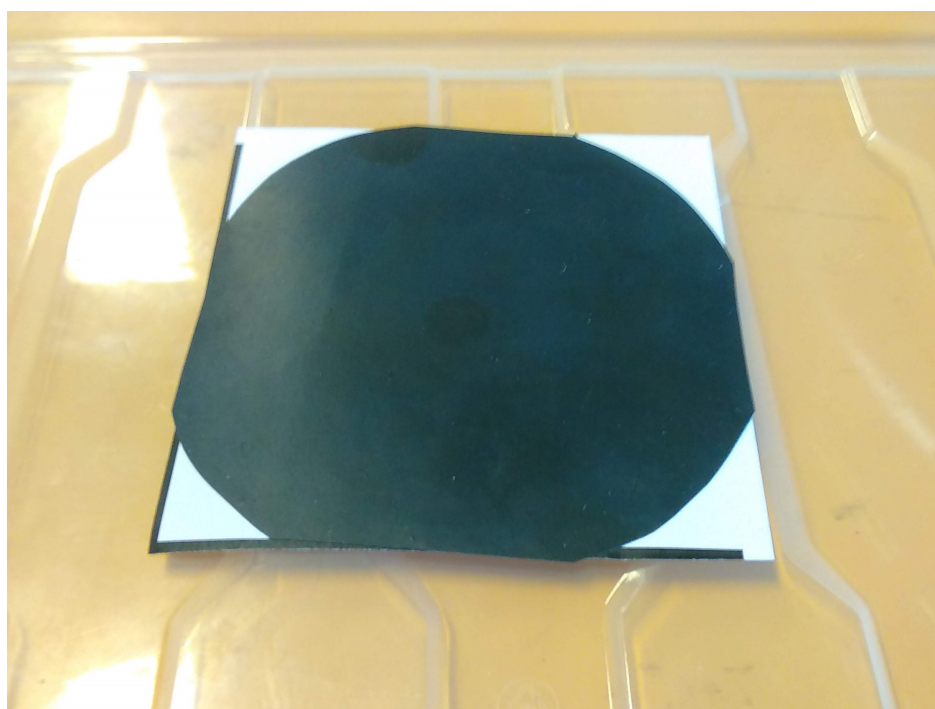
Obrázek B10: Fotka měřené série pryskyřičných vzorků s obsahem nanočástic $SiO_2 = 0,5\%$



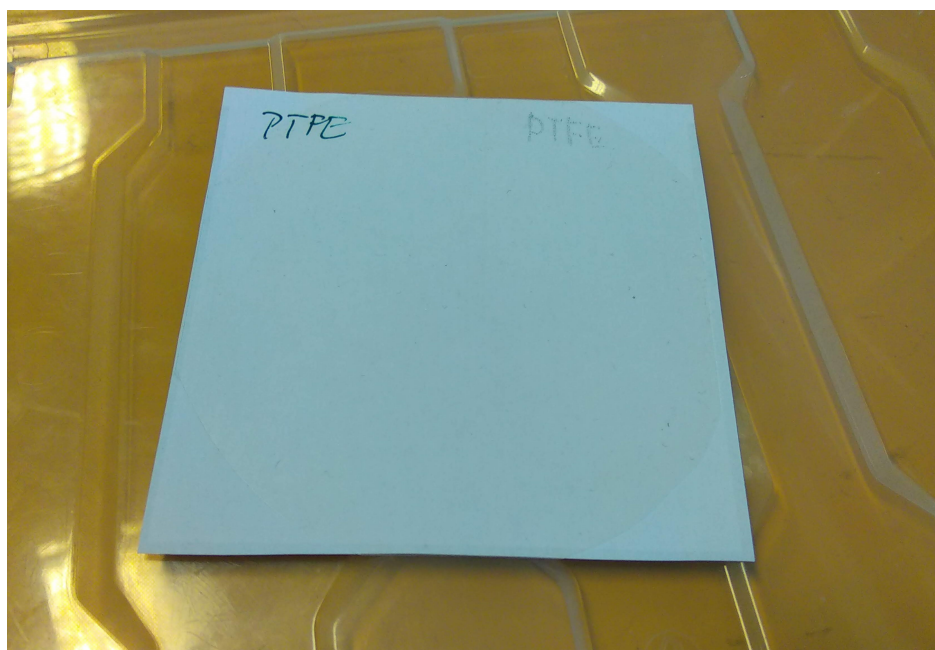
Obrázek B11: Fotka měřeného vzorku PET fólie



Obrázek B12: Fotka měřeného vzorku PEEK fólie



Obrázek B13: Fotka měřeného vzorku PP fólie



Obrázek B14: Fotka měřeného vzorku PTFE fólie