

## Oponentský posudek disertační práce Ing. Moniky Zemanové

Název disertační práce: **Vývoj nové generace elektroizolačních materiálů využívajících netkané nanovláknenné vrstvy**

Školitel: **doc. Ing. Radek Polanský, Ph.D.**

Obor: **Elektrotechnika/Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta Elektrotechnická**

Předložená disertační práce je zaměřena na ojedinělé studium možnosti vložení do kompozitního elektroizolačního materiálu elektricky zvlákněné nanovláknenné vrstvy. Z prohledání odborných databází vyplývá, že tomuto konkrétnímu zakomponování elektricky zvlákněné nanovláknenné vrstvy do elektroizolačního kompozitního materiálu, nebyla doposud věnována přílišná pozornost. Nicméně se jistě jedná o velmi zajímavou problematiku, jejíž možnosti a výhody či nevýhody bylo vhodné prozkoumat.

Postup řešení zadaného problému a použité metody považuji za velmi vhodně zvolené. Je zřejmé, že došlo ke splnění zadaných cílů. Disertační práce je psána systematicky, přehledně, na jazykově dostatečné úrovni a až na malé výjimky (*například str. 15 nevhodná zkratka „el. koroně“; str. 26 „electrosprayig“*) se nevymyká standardu ani ve formální úpravě. Je zde třeba upozornit na neúplné či nesprávně zapsané literární zdroje, což považuji za výraznou chybu, která by se neměla stát. *U některých monografií chybí úplně jména vydavatelů atd. - například [35; 54]; u některých disertačních prací příslušnost k univerzitě atd. – například [8; 73]; u některých skript příslušnost k univerzitě, vydavatel a rok vydání – například [51] a u některých článků název časopisu a číslo – například [58].*

V teoretické části jsou představovány zejména elektroizolační systémy a jejich postupy výroby a elektrické zvláknění jako možnost výroby polymerních nanovláknenných vrstev. Nicméně zde chybí rešeršní část, která by čtenáře uvedla do problematiky aplikace elektricky zvlákněných polymerních materiálů v kompozitech obecně, neboť jak je uvedeno na str.14 elektroizolační materiály musí splňovat i požadavky na mechanickou a teplotní odolnost. V oblasti zaměřující se na mechanické či teplotní odolnosti kompozitů s polymerními nanovláknny již bylo publikováno mnoho velmi zajímavých článků jako například: *i) Palazzetti, R., Zucchelli, A.: Electrospun nanofibers as reinforcement for composite laminates materials – A review, Composite Structures, 182 (2017) 711-727; ii) Schoenmaker, B., et al.: Effect of electrospun polyamide 6 nanofibers on the mechanical properties of a glass fiber/epoxy composite, Polymer Testing, 32 (2013) 1495-1501*, které by jistě vhodně doplnily teoretickou část této disertační práce, a napomohly by v realizaci cíle 3 uvedeného na straně 31. Teoretická část také obsahuje velmi málo obrázků či schémat, které by jistě byly vhodným doplňkem textu.

Dále obsahuje teoretická část několik tvrzení, která nelze považovat za správná nebo by bylo nutné je dále dovysvětlit, protože u nich v některých případech není uveden jasný citační zdroj. Mezi tato tvrzení patří například:

- Str. 12 „Obecně však lze říci, že zmíněná polymerní nanovláknna, vynikají svojí odolností, pevností, houževnatostí a...“.
- Str. 13 „ ...,že netkaná nanovláknenná vrstva patří mezi perspektivní materiály, jejichž ojedinělých vlastností i nízké ceny...“.
- Str. 22 „To je dáno tím, že i běžná uhlíková vlákna jako např. PAN vlákna (polyakrylonitril) vykazují...“.







- Str. 23 „Surovinami pro tvorbu netkaných nanovlákných struktur jsou všechny typy kondenzovaných látek, kapalin, ...“ zdroj [52].
- Str. 24 „Polymerní nanovlákná můžeme získat nejrůznějšími postupy, ..., po přípravu z taveniny jako je např. metoda výroby pod hubicí (spun-bond).“ zdroj [51] toto neuvádí.
- Str. 24 „Niméně, jediné dva způsoby, které se používají při průmyslové výrobě velkého množství nanovláken, je rozfukování taveniny z polymeru (melt-blown) a elektrostatické zvlákňování (electrospinning).“ zdroj [51] z roku 2003 toto neuvádí (*další technologie využívané pro průmyslovou výrobu polymerních vláken jsou například Shear spinning - fa Xanofi, USA; odstředivé zvlákňování - fa Pardam, ČR*).
- Str. 25 „Produktivita tohoto postupu zvlákňování je výrazně vyšší, než jakou je možno dosáhnout u dříve používaných metod“.

Jak již bylo zmíněno výše i experimentální část práce je psána velmi přehledně a srozumitelně. Čtenáře detailně seznamuje s postupem řešení prací přípravných i hlavních a vysvětluje i podstaty jednotlivých testovacích metod. Avšak i zde se vyskytuje několik nedostatků jako například:

- Str. 32 a 33 – Zcela chybí specifikace základního materiálu prepregu sklo-slída-epoxid. Jsou zde uvedeny pouze plošné hmotnosti a tloušťky, chybí dodavatel, typ skleněné tkaniny – typ provázání, počet vláken ve svazku, průměr vláken atd.
- Str. 34 – Při vyjádření % je nutné uvádět, zda se jedná o objemová či hmotnostní procenta.
- Str. 34 – Dle mého názoru elektrickým zvlákňování byt na zařízení Nanospider nelze vyrobit přesně plošné hmotnosti 1; 3 a 5 gm<sup>-2</sup>, zároveň se plošná hmotnost ve vrstvě poměrně liší. Zde je nutné provádět u každého vzorku měření a plošnou hmotnost zapisovat po statistickém vyhodnocení dat. Dále by bylo vhodné zde uvést i další detaily nastavení výrobního zařízení jako jsou rychlost odtahu podkladového materiálu, rychlost pojezdu dávkovacího zařízení polymerního roztoku po struně, průměr dávkovacího průvlaku a tak dále.
- Str. 34 – Není specifikováno jaké technické úpravy zařízení Nanospider nebylo možné provést pro přímé nanášení nanovláken na povrch prepregu? Domnívám se, že ruční přenášení zejména u plošné hmotnosti 1 gm<sup>-2</sup> mohlo vnést do výsledné kompozitní struktury poměrně velkou chybu.
- Str. 35 – Není uvedeno z kolika snímků a celkem z kolika měření byla data týkající se průměru vláken zpracovávána. Zároveň pro zhodnocení statisticky významných rozdílů v průměrech vláken je nutné pracovat nejlépe s 95%ním intervalem spolehlivosti. Hodnocení rozdílů v průměrech vláken bez relevantního statistického hodnocení nemá smysl.
- Str. 52 a 53 obr. 17 – Není vysvětleno, jak je možné, že na lomu kompozitního materiálu složeného ze skleněných vláken, nanovláken, slídy a pryskyřice jsou vidět podélné pohledy na nanovlákná impregnovaná pryskyřicí a nic jiného, i když byl lom v kapalném dusíku proveden tak, aby byla vnitřní struktura kompozitu odkryta v celém jeho průřezu. Bylo by vhodnější uvést i snímky s menším zvětšením pro lepší ilustraci.

Výsledky experimentální činnosti autorky ukazují, že nebyl nalezen negativní vliv přídavku nanovláken do elektroizolačního kompozitu na elektrickou pevnost a na mechanické vlastnosti testované metodou DMA a Charpyho kladivem. Největším přínosem je pak snížení velikosti bublinek v kompozitu a snížení vnitřní výbojové činnosti díky aplikaci nanovlákné vrstvy, což lze považovat za významné výsledky, které jsou jistě původním a konkrétním přínosem autorky této disertační práce.

K disertační práci mám následující dotazy, které mohou být diskutovány v rámci její obhajoby:

- 1) **Jaký byl celkový objem bublinek ve vzorcích měřených metodou Micro-CT jak je popsáno v kapitole 4.3.1. a jaká je rozlišovací schopnost tohoto typu zařízení?** Z obr. 26 je zřejmé, že existují data týkající se objemů a počtů bublinek v testovaných vzorcích. Není zde, ale uveden celkový objem bublin v jednotlivých vzorcích. Je důležité prokázat, že vložení nanovlákné vrstvy do kompozitu nezvýšilo celkový objem bublin, ale došlo právě k jejich rozdělení či omezení růstu velkých bublin během vytvrzování, jak je znázorněno na obr. 25.



- 2) Jaký vliv na výsledný elektroizolační materiál by mohlo mít propojení organického a anorganického materiálu popsaného v kapitole 1.4.? Jaký přínos by mohl být očekáván, pokud by se kombinovala například elektricky zvlákněná nanovláknna a TiO<sub>2</sub>?
- 3) Jaká je cena běžně používaného elektroizolačního kompozitního materiálu sklo-slída-epoxid, který byl zde aplikován a jaký je odhad ceny nanovláknenného materiálu z PA6? Nejlépe cena za 1m<sup>2</sup>.

Publikační činnost studentky je na dostatečné úrovni. Za důležitou považuji publikaci v impaktovaném časopise, jež byla sepsána ve spolupráci se školitelem a dalšími odborníky z Katedry technologií a měření FE ZČU a která obsahuje přesně výsledky prezentované v předložené disertační práci.

**Předložená disertační práce splňuje podle mého názoru všechny podmínky na ni kladené a doporučuji ji k obhajobě.**



Doc. Ing. Eva Kuželová Košťáková, Ph.D.

Technická univerzita v Liberci

Fakulta textilní

Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

**V Liberci 22.10.2018**







Recenzní posudek na disertační práci

**Vývoj nové generace elektroizolačních materiálů využívajících netkané nanovlákněné vrstvy**

- Doktorand:** Ing. Monika Zemanová, Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická, Katedra technologií a měření.
- Školitel:** doc. Ing. Radek Polanský, Ph.D., Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta elektrotechnická, Katedra technologií a měření.
- Recenzent:** Doc. Ing. Pavel Mach, CSc., České vysoké učení technické v Praze, Fakulta elektrotechnická, Katedra elektrotechnologie.

**Aktuálnost a zaměření tématu**

Problematika nanomateriálů a jejich začleňování do technické praxe na základě vlastností, které není možné získat u materiálů v současné době používaných, je dnes vysoce aktuální. Nanomateriály dnes tvoří velice perspektivní skupinu materiálů, jejíž aplikace jsou zkoumány jak v elektrotechnice, tak v medicíně, bioinženýrských aplikacích i v řadě jiných. Téma je dobrým základem pro další pokračování prací v této oblasti technologie.

**Obsah práce**

Práce je logicky rozdělena do 5 kapitol, pak následuje Závěr. Kapitola 1 uvádí výsledky studia současného stavu dané problematiky. Jsou zde uvedeny základní typy materiálů používaných v současné době ke konstrukci izolačních systémů elektrických strojů a základní technologie zpracování těchto systémů. Jako základní oblasti pro zlepšování izolačních systémů vidí doktorandka snížení jejich vnitřních nehomogenit, zejména pórovitosti. Dutinky vedou ke vzniku částečných výbojů, které mohou jednak významně omezit dobu života izolačního systému a jednak zhoršují ztrátový činitel. V kapitole je dále poukázáno na různé typy tkaných a netkaných textilií použitelných jako základ izolačních systémů a jsou uvedeny základní typy organických a anorganických materiálů vhodných pro výrobu nanomateriálů perspektivně použitelných pro tyto systémy. Tato část práce je sice kompilačního charakteru, ale je psána se znalostí věci a bohatou citací relevantní literatury.

**Cíle práce**

V kapitole 2 jsou uvedeny cíle práce. Jsou stanoveny dobře, s potřebným disertabilním jádrem. Problémy navržené k řešení jsou zcela nové a mohou přinést originální, velice zajímavé výsledky.

**Experiment**

Kapitola 3 popisuje samotný experiment. Byl použit základní izolační materiál na bázi sklo-slída-epoxid předsušený do stavu pre-preg. Dále byly připraveny nanovlákněné vrstvy s různou hmotností z polyamidu PA6. Použití tohoto materiálu, který má vyšší teplotní odolnost, bylo nutné s ohledem na teplotu zpracování pre-pregu, která byla 165 °C. V pilotním experimentu byly použity 3 vrstvy pre-pregu a maximálně 2 nanovlákněné vrstvy, v hlavním



experimentu 4 vrstvy pre-pregu a maximálně 3 nanovláknenné vrstvy. Dále je zde také výčet diagnostických metod použitých v experimentu, z nichž některé byly v hlavním experimentu vyřazeny.

#### **Dosažené výsledky a diskuze**

V kapitole 4 autorka uvádí a diskutuje dosažené výsledky. Zařazením nanovláknenné struktury do klasického izolačního systému se snížil jeho ztrátový činitel. Překvapivým zjištěním je, že mechanické vlastnosti, zejména rázová pevnost, nebyly přidáním nanovlákniny podstatně změněny, až bych takovéto zlepšení také očekával.

#### **Přínos práce**

Za hlavní přínos práce považuji to, že bylo zjištěno, že nanovláknina rozdělí vzduchové bublinky, které při technologii resin-rich vznikají, na menší oblasti, které v podstatě kopírují strukturu nanovláknenné tkaniny. Tím se zlepšil ztrátový činitel systému (viz Obr. 18).

#### **Grafická a jazyková úroveň**

Grafická úroveň práce je na velmi dobré úrovni a názorně doplňuje řešenou problematiku. Je třeba ocenit značný počet ilustračních obrázků, které vhodně doplňují text a činí ho velmi dobře pochopitelným. Práce je psaná čtivě, je dobře strukturovaná, dosažené výsledky jsou přiměřeně zdůrazněny. Některé části práce by mohly sloužit i jako výukové materiály.

#### **Otázky k práci**

1. *Hlavním cílem práce bylo zvýšení homogenity izolačního systému. Ve struktuře s nanovláknem, stejně jako bez nich, však nehomogenity v kompozitu sklo-slída-epoxid (pre-pregu) stále zůstávají, minimálně na obou površích vytvrzeného kompozitu. Jak ovlivňují tyto nehomogenity kvalitu vytvořeného kompozitu?*
2. *Proč nebyla měřena výbojová činnost již v pilotním experimentu, ale až v hlavním?*
3. *Proč bylo použito pro určení teploty skelného přechodu elastického modulu a ne ztrátového činitele  $tg \delta$ ? Proč nebyl tento parametr sledován v hlavním experimentu?*
4. *V kap. 3.1.2 je uvedeno, že teplota tavení PA6 je udávána v rozmezí 225-235 °C. V kapitole 4.1.2 byla pomocí DSC zjištěna teplota tavení nanovláken při teplotě 210.7 °C. Vysvětlete tento rozpor.*
5. *Pro studium vzorku pomocí elektronového mikroskopu byl lom pokryt tenkou vrstvou uhlíku o tloušťce 1-10 nm (kap. 4.1.3). Proč? Má-li to být kvůli zvodivění povrchu, pak vrstva 1 nm nebude určitě spojitá a tedy náboj neodvede. Jak byla měřena (určena) tloušťka uhlíkové vrstvy?*

#### **Závěrečné hodnocení disertační práce**

V disertační práci lze ocenit to, že se autorka pustila do zcela nové problematiky zahrnující jak teoretickou studii, tak praktickou aplikaci. Dosažený výsledek lze hodnotit v každém případě pozitivně s přínosem pro praxi i daný vědní obor. Publikační aktivita doktorandky je přiměřená.

Doktorandka prokázala schopnost samostatné vědecké práce a orientaci v dané problematice, která nebyla jednoduchá. Dosáhla výborných experimentálních výsledků, které jsou v dané problematice nové a položila dobrý základ k dalšímu pokračování prací v této oblasti. Proto předloženou disertační práci, v souladu se zákonem č. 111/1998 Sb. par. 47

**doporučuji k obhajobě**

  
doc. Ing. Pavel Mach, CSc.

V Praze dne 20. 10. 2018

## Posudok dizertačnej práce

Autor: Ing. Monika Zemanová

Názov: **Vývoj nové generace elektroizolačních materiálů využívajících netkané nanovláknenné vrstvy**

Strany: 78, Obrázky: 28, Tabuľky: 6, Literatúra: 96

Dizertačná práca "Vývoj nové generace elektroizolačních materiálů využívajících netkané nanovláknenné vrstvy" pani Ing. Zemanovej bola vypracovaná na Elektrotechnickej fakulte ZČU v Plzni. Ciele (str. 31) predpokladajú inováciu klasického izolačného materiálu s využitím nanovláknenej štruktúry - vrstvy. Vzhľadom na povahu riešeného problému je práca dôležitá a venuje sa aktuálnej vedecko-technickej téme, ako to autorka sama zdôrazňuje, keďže elektroizolačný systém je napriek dlhodobej histórii konštrukcie elektrických strojov ich slabým miestom. Ciele sú ambiciózne a zvolené metódy spracovania a použité postupy spĺňajú kritériá precíznej vedeckovýskumnej práce. Nanotechnológie a nanoštruktúry poskytujú nové pohľady na tradičné technologické postupy a môžu priniesť alternatívne výsledky, prípadne alternatívne postupy.

Z hľadiska použitia izolačných materiálov v technológii elektrických strojov je dôležité, aby materiál spĺňal náročné technické požiadavky z hľadiska správnej funkcie a zároveň bol odolný voči degradačným vplyvom, aby tak bola zabezpečená dlhodobá bezporuchová prevádzka. V týchto súvislostiach autorka skúmala štrukturálne, elektrické a mechanické parametre novonavrhnutej kompozitnej izolačnej fólie s nanovrstvou, resp. nanovrstvami. Časť práce je venovaná výskumu čiastkových výbojov a ich vplyvu, ktorý je dôležitý z hľadiska dlhodobej stability elektroizolačných vlastností skúmanej materiállovej štruktúry.

Získané poznatky predstavujú významný prínos autorky pri riešení dôležitej úlohy.

Z formálneho hľadiska je dizertačná práca Ing. Zemanovej napísaná pozoruhodne prehľadne, zrozumiteľne, systematicky a s výbornou úpravou. Nemám žiadne výhrady. Použitá literatúra je rozsahom 96 citovaných prác nadpriemerná a oceňujem, že väčšina citovaných prác sú časopisecké zdroje.

Autorka udáva 26 pôvodných publikačných výstupov v domácich a zahraničných časopisoch a v zborníkoch z konferencií. Posúdenie ich dostatočnosti je záležitosťou interných kritérií ZČU v Plzni.



K práci mám niekoľko pripomienok, resp. otázok:

Str. 43 - Autorka uvádza, že za ustálený stav považuje ten po 30 minútach. Bolo by vhodnejšie ilustrovať časovú závislosť, aby si čitateľ vytvoril názor na správnosť takehoto predpokladu.

Str. 44 - Predstavuje meranie na úrovniach 500, 1000, 1500, 2000, 2500 V dost' bodov na vyhodnotenie „zlomu“ v závislosti?

Str. 49 - V čom je rozdiel v troch hodnotách  $T_g$  z priebehov  $E'$ ,  $E''$ , a  $tg\delta$ ?

Obr. 15 - Je údaj – teplota na desatiny stupňa relevantný?

Tab. 4 - Dá sa pri hodnotách  $E_p$  a uvedených smerodajných odchýlkach hovoriť o nižšej alebo vyššej elektrickej pevnosti?

Obr. 19 - Ako merala autorka teplotu s presnosťou na stotiny stupňa?

Prosím o odpoveď, v čom autorka vidí potenciál obdobných štruktúr, resp. hlavnú výhodu kompozitnej štruktúry, ktorá bola predmetom výskumu jej dizertačnej práce.

Záverom konštatujem, že dizertačná práca p. Ing. Zemanovej je vypracovaná precízne na dobrej úrovni, prináša množstvo poznatkov a aj riešení, ktoré súvisia s funkciou izolačných materiálov a izolačných systémov. Uvedené ciele sú splnené. Autorka preukazuje schopnosť vedecky pracovať a riešiť problematiku daného vedného odboru.

Rozhodnutie:

Prácu odporúčam na obhajobu a po úspešnej obhajobe odporúčam p. Monike Zemanovej udeliť titul **Ph.D.**

Bratislava, 9. októbra 2018



prof. Ing. Vladimír Šály, PhD.

STU FEI v Bratislave