

## Wpływ temperatury na odpowiedź dielektryczną w dziedzinie częstotliwości papieru aramidowego impregnowanego estrem syntetycznym

**Streszczenie.** Niniejsza publikacja dotyczy rozpoznania wpływu temperatury na parametry relaksacji dielektrycznej izolacji złożonej z papieru aramidowego (Nomex) impregnowanego estrem syntetycznym (Midel 7131). Procesy relaksacyjne badano metodą FDS (Frequency Domain Spectroscopy). Do wykonania pomiarów użyto systemu DIRANA OMICRON. Do prezentacji i analizy wyników pomiarów wykorzystano program Origin v.8.0 oraz WinFit firmy Novocontrol. Do wyznaczenia podstawowych parametrów funkcji relaksacyjnych zastosowano uogólnione równanie Havriliaka-Negamięgo.

**Abstract.** This publication deals with the recognition of the influence of temperature on dielectric relaxation parameters of insulation based on aramid paper (Nomex) impregnated with synthetic ester (Midel 7131). Relaxation processes were investigated by FDS (Frequency Domain Spectroscopy). DIRANA OMICRON system was used for the measurements, while Origin v.8.0 and Novocontrol WinFit were used to present and analyze measurement results. The generalized Havriliak-Negami equation was used to determine the basic parameters of the relaxation functions. (The influence of temperature on dielectric response in frequency domain of aramid paper – synthetic ester insulation).

**Słowa kluczowe:** relaksacja dielektryczna, papier aramidowy, ester syntetyczny, FDS.

**Keywords:** dielectric relaxation, aramid paper, synthetic ester, FDS

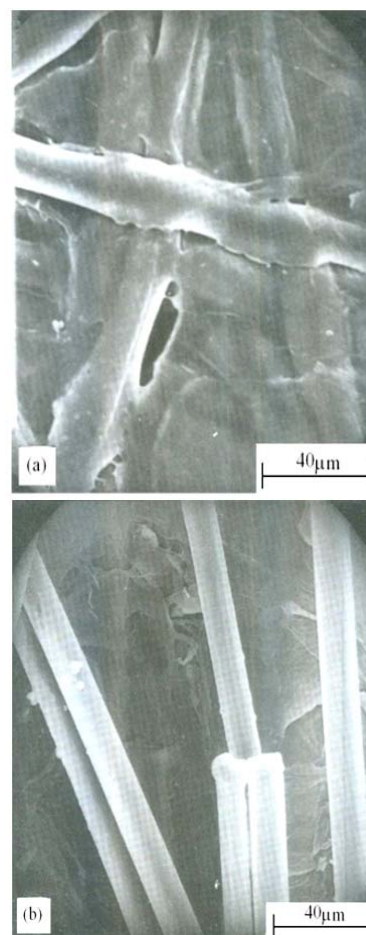
### Wstęp

W urządzeniach elektrycznych izolacja stało-ciekła stosowana jest od ponad stu lat. Połączenie papieru i oleju znacząco podnosi parametr wytrzymałości elektrycznej w porównaniu do materiałów składowych. Przykładowo wytrzymałość elektryczna papieru i oleju wynosi odpowiednio: 12 i 40 kV/mm, natomiast ten sam parametr dla układu papier-olej wynosi około 64 kV/mm. Jednak klasyczna izolacja papierowo-olejowa cechuje się stosunkowo niską wytrzymałością na narażenia termiczne. Dlatego coraz częściej stosuje się konstrukcje kompozytowe, wykorzystujące tworzywa sztuczne o właściwościach elektrycznych zbliżonych do parametrów standardowej izolacji papierowej, ale o zwiększonej odporności cieplnej. Przykładem takiego tworzywa sztucznego jest Nomex.

Nomex wprowadzony został do sprzedaży w 1967 roku przez koncern chemiczny DuPont. Materiał ten należy do rodziny tworzyw sztucznych zwanych poliamidami [1]. Włókna Nomexu przedstawiono na rysunku 1.

Papiery i preszpany z Nomexu stosowane od ponad 35 lat w transformatorach (suchych i olejowych), silnikach, generatorach i dławikach potwierdzają swoje możliwości i niezawodność w ekstremalnych warunkach. Nomex jest dopuszczony do stosowania w maszynach elektrycznych w stałych temperaturach roboczych dochodzących do 220 °C, przy prawie nie zmienionych właściwościach elektrycznych. Jest przystosowany do współpracy ze wszystkimi rodzajami płynów transformatorowych, smarów, płynów chłodzących, lakierów i jest odporny na kwasy oraz alkalia [2].

Natomiast oleje jako materiały izolacyjne stosowane są od początku rozwoju wysokonapięciowych układów izolacyjnych. Spełniać mogą dwie funkcje: izolacji elektrycznej oraz chłodziwa. Podstawowymi olejami stosowanymi w układach izolacyjnych są oleje mineralne. Dodatkowe wymagania dotyczące m.in. bezpieczeństwa pożarowego, wysokiej temperatury pracy urządzeń, wytrzymałości elektrycznej, a także ciągle zaostrzane normy środowiskowe sprawiły, że coraz większy procent wykorzystywanych płynów dielektrycznych to oleje syntetyczne. MIDEL 7131 jest syntetycznym olejem transformatorowym na bazie estru, przystosowany do większości typów i zastosowań transformatorów [3].

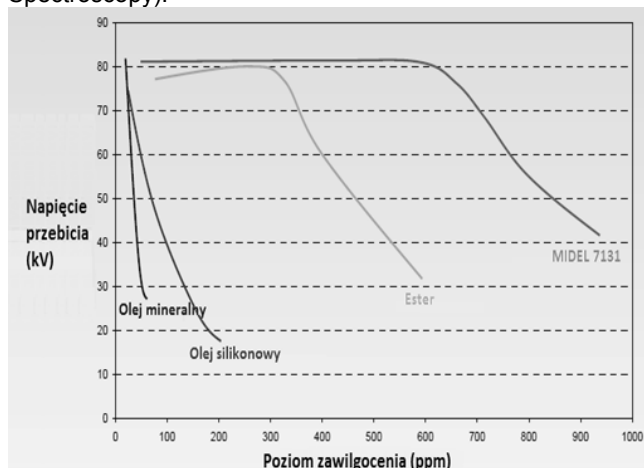


Rys.1. Zdjęcia SEM materiału Nomex typu: 410 (a) i 411(b) [2]

Kolejną ważną cechą oleju MIDEL 7131 jest stosunkowo wysoka rozpuszczalność wody. Oznacza to że może on wchłonić większą ilość wody niż olej mineralny, czy silikonowy, bez znaczącego pogorszenia właściwości dielektrycznych. Proces ten może spowolnić procesy

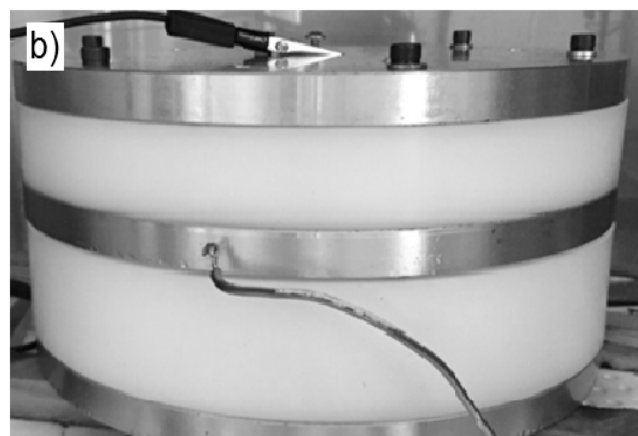
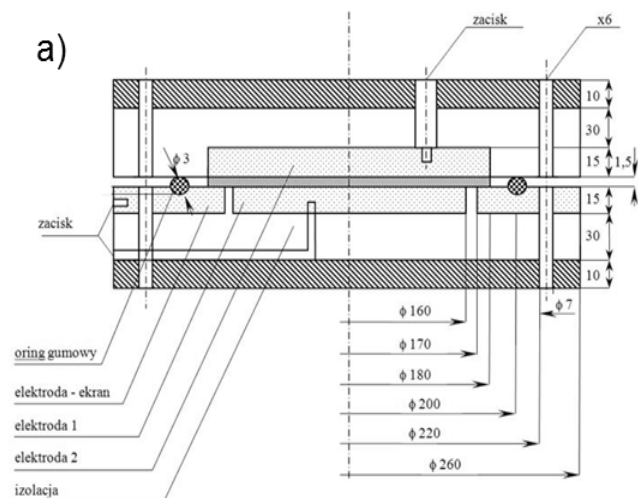
starzeniowe izolacji stałej, a także zmniejszyć ryzyko skraplania się wody na jej powierzchni przy niskich temperaturach. Rysunek 2 przedstawia zależność napięcia przebicia od stopnia zawilgocenia dla różnych cieczy stosowanych jako płyny dielektryczne. Widać wyraźnie, że MIDEŁ 7131 wielokrotnie lepiej znosi zawilgocenie niż oleje mineralne i silikonowe [3].

Niniejsza publikacja dotyczy wpływu temperatury na parametry relaksacyjne izolacji stałej – ciekłej złożonej z Nomexu impregnowanego estrem syntetycznym na podstawie pomiarów metodą FDS (Frequency Domain Spectroscopy).



Rys.2. Zależność napięcia przebicia od stopnia zawilgocenia dla oleju MIDEŁ 7131 [3]

### Obiekt i metodyka



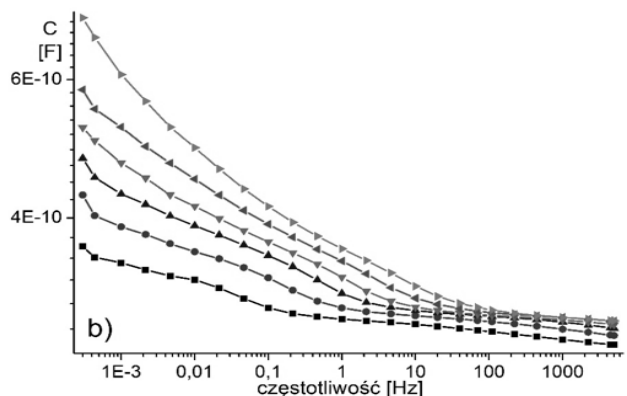
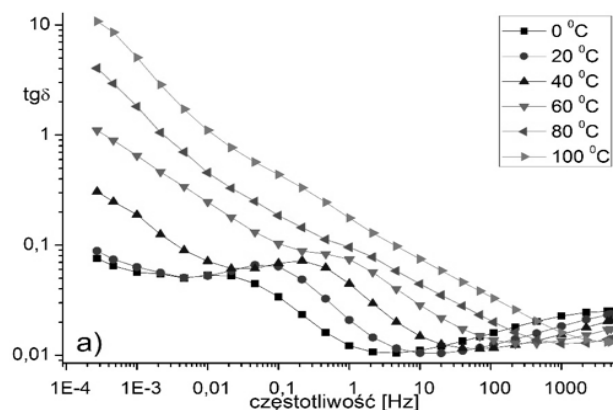
Rys.3. Elektrody pomiarowe: projekt (a), widok (b)

W celu przeprowadzenia badań wpływu temperatury impregnowanego estrem syntetycznym papieru aramidowego na podstawie pomiarów metodą spektroskopii dielektrycznej (FDS) zbudowano zespół elektrod pomiarowych (rys.3) podłączanych do systemu pomiarowego Dirana firmy Omicron. Pomiędzy elektrodami umieszczano dwa arkusze Nomexu typu 410 o grubości 0,76 mm. Żądaną wartość zawilgocenia (3%) uzyskiwano poprzez suszenie Nomexu w temperaturze 150°C w laboratoryjnej komorze próżniowej, a następnie poprzez zawilgacanie w komorze klimatycznej Feutron KPK 400, przy względnej wilgotności powietrza 90% w temperaturze 60°C. Wartość zawilgocenia ustalano na podstawie pomiaru zmiany masy. Następnie zespół elektrod z Nomexem umieszczano w komorze klimatycznej w celu wykonania pomiarów metodą spektroskopii dielektrycznej w zakresie temperatury (0÷100)°C oraz częstotliwości pomiarowej 10<sup>-4</sup>÷5·10<sup>3</sup> Hz.

Do prezentacji i analizy wyników pomiarów wykorzystano program Origin v.8.0 oraz WinFit firmy Novocontrol. Do wyznaczenia podstawowych parametrów funkcji relaksacyjnych w dziedzinie częstotliwości zastosowano uogólnione równanie H-N (Havriliaka-Negamięgo) w postaci [4]:

$$(1) \quad \varepsilon(\omega) = -j \left( \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 \omega} \right)^N + \sum_{k=1}^3 \left( \frac{\Delta \varepsilon_k}{(1 + (j\omega\tau_k)^{\alpha_k})^{\beta_k}} + \varepsilon_{\infty k} \right)$$

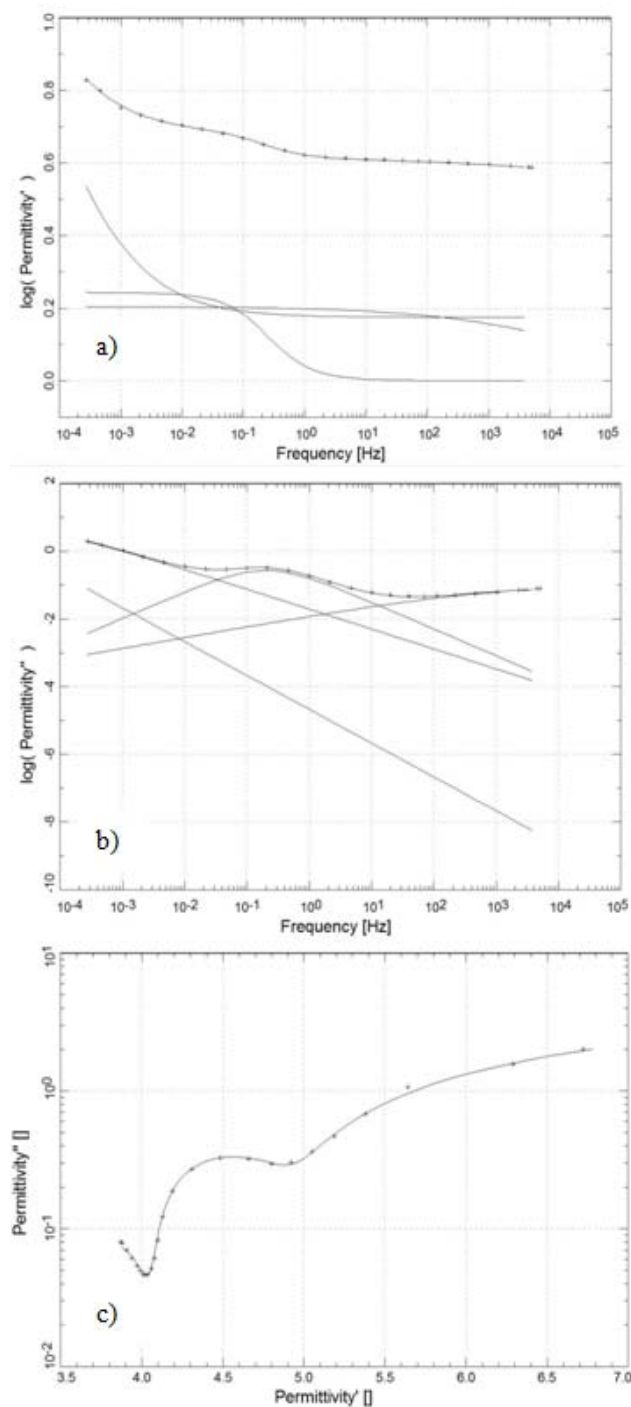
gdzie:  $\Delta\varepsilon$  – polaryzowalność,  $\tau$  – czas relaksacji,  $\varepsilon_{\infty}$  – przenikalność optyczna,  $\alpha, \beta$  – stałe H-N,  $\sigma_0$  – parametr konduktywności zmiennoprądowej



Rys.4. Charakterystyki FDS dla różnej temperatury impregnowanego estrem syntetycznym Nomexu o zawilgoceniu 3%. Zmiany współczynnika strat dielektrycznych  $\tan\delta$  (a) oraz pojemności C (b)

## Wyniki badań

Z pomiarów otrzymano szereg charakterystyk FDS Nomexu impregnowanego estrem syntetycznym dla różnej temperatury. Przykładowe wyniki pomiarów zaprezentowano na rysunku 4. Wynika z nich, że zwiększanie temperatury powoduje wzrost wartości współczynnika strat dielektrycznych  $\tan\delta$  w zakresie LF jednocześnie przesuwać te charakterystyki w kierunku wyższych częstotliwości. Związane jest to ze skokową zmianą przewodnictwa elektrycznego i zachowaniem stało - ciekłego układu dielektrycznego zgodnie z prawem Arrheniusa.



Rys. 5. Analiza procesów relaksacyjnych Nomexu z estrem syntetycznym dla temperatury 40 °C i zawilgocenia 3% z wykorzystaniem równania (1), części rzeczywistej przenikalności elektrycznej (a), części urojonej przenikalności elektrycznej (b), wykres Cole'a-Cole'a (c)

Zaobserwowano istnienie trzech różnych procesów relaksacyjnych w badanym spektrum częstotliwości. Charakterystyki współczynnika strat dielektrycznych  $\tan\delta$  dla zawilgocenia  $X = 3\%$  dla  $t = 0-60$  °C posiadają lokalne maksimum lub widoczny punkt przegięcia w zakresie częstotliwości od 0,01 do 20 Hz, co świadczy o występującym głównym procesie relaksacyjnym. Najprawdopodobniej związany jest on z zawartymi pomiędzy włóknami papieru aramidowego aglomeratami nanokropel wody połączonych za pomocą sił van der Waalsa. Ponadto w zakresie HF zaobserwowano istnienie kolejnego procesu relaksacyjnego charakteryzowanego przez lokalne maksima widoczne na charakterystykach  $\tan\delta$ . Jest on najlepiej widoczny dla niskich temperatur, gdyż zaczyna się od częstotliwości około 1000Hz dla zawilgocenia  $X=3\%$ . Stała czasowa tego procesu rośnie wraz ze wzrostem temperatury, przesuując lokalne maksima poza zakres pomiarowy miernika (rys.4a). Natomiast wzrost temperatury powoduje wzrost pojemności C w całym pomiarowym spektrum częstotliwości, co związane jest ze wzrostem ruchliwości cząsteczek polimerowych. Wartość pojemności badanych próbek maleje wraz ze wzrostem częstotliwości, co jest typowym zachowaniem dla dielektryków (rys.4b).

Tabela 1. Parametry analizy charakterystyk FDS równaniem (1) dla zawilgocenia 3%

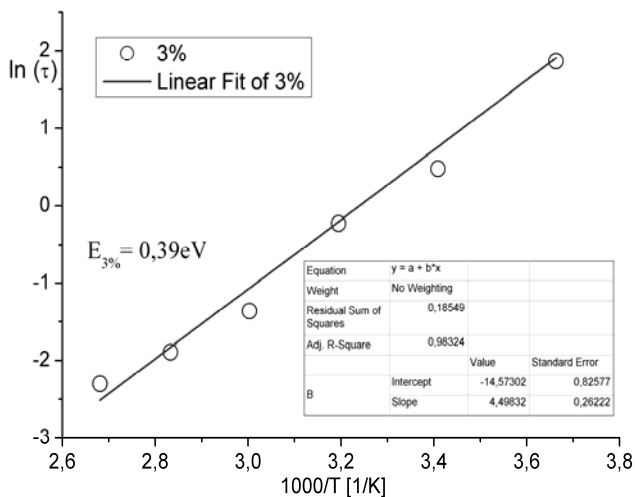
Temperatura [°C]	$\sigma_0$ [S/m]	H-N1		H-N2		H-N3	
		$\Delta\epsilon$	$\tau$	$\Delta\epsilon$	$\tau$	$\Delta\epsilon$	$\tau$
0	$2,9 \cdot 10^{-17}$	$\Delta\epsilon$	0,74	$\Delta\epsilon$	0,33	$\Delta\epsilon$	0,72
		$\tau$	1,8e2	$\tau$	6,46	$\tau$	2,4e-5
		$\epsilon_\infty$	1,2	$\epsilon_\infty$	1,1	$\epsilon_\infty$	1,0
20	$4,4 \cdot 10^{-17}$	$\Delta\epsilon$	0,84	$\Delta\epsilon$	0,65	$\Delta\epsilon$	0,64
		$\tau$	5,7e2	$\tau$	1,4	$\tau$	1,3e-5
		$\epsilon_\infty$	1,12	$\epsilon_\infty$	1,11	$\epsilon_\infty$	1,11
40	$2,7 \cdot 10^{-16}$	$\Delta\epsilon$	12	$\Delta\epsilon$	0,75	$\Delta\epsilon$	0,6
		$\tau$	5,3e2	$\tau$	0,8	$\tau$	9,6e-6
		$\epsilon_\infty$	1,45	$\epsilon_\infty$	1,1	$\epsilon_\infty$	1
60	$1,5 \cdot 10^{-15}$	$\Delta\epsilon$	12,5	$\Delta\epsilon$	0,68	$\Delta\epsilon$	0,56
		$\tau$	5,1e2	$\tau$	0,26	$\tau$	9,7e-6
		$\epsilon_\infty$	1,56	$\epsilon_\infty$	1,1	$\epsilon_\infty$	1
80	$8,9 \cdot 10^{-15}$	$\Delta\epsilon$	13	$\Delta\epsilon$	0,87	$\Delta\epsilon$	0,48
		$\tau$	1,6e2	$\tau$	0,15	$\tau$	9,7e-6
		$\epsilon_\infty$	1,3	$\epsilon_\infty$	1,1	$\epsilon_\infty$	1
100	$4,4 \cdot 10^{-14}$	$\Delta\epsilon$	27	$\Delta\epsilon$	0,6	$\Delta\epsilon$	0,68
		$\tau$	1,5e2	$\tau$	0,1	$\tau$	9,7e-6
		$\epsilon_\infty$	1,3	$\epsilon_\infty$	1,1	$\epsilon_\infty$	1
100	$4,4 \cdot 10^{-14}$	$\Delta\epsilon$	27	$\Delta\epsilon$	0,6	$\Delta\epsilon$	0,68
		$\tau$	1,5e2	$\tau$	0,1	$\tau$	9,7e-6
		$\epsilon_\infty$	1,3	$\epsilon_\infty$	1,1	$\epsilon_\infty$	1

Analiza danych pomiarowych zaprezentowanych na rysunku 4 przy pomocy równania H-N (1) pozwoliła oszacować podstawowe parametry relaksacji dielektrycznych występujących w badanym materiale. Przykładową analizę jako zrzuty ekranu programu WinFit dla temperatury 40 °C i 3% zawilgocenia pokazano na rysunku 5. Natomiast w tabelicy 1 zamieszczono otrzymane z analizy parametry procesów relaksacyjnych dla próbek o różnej temperaturze.

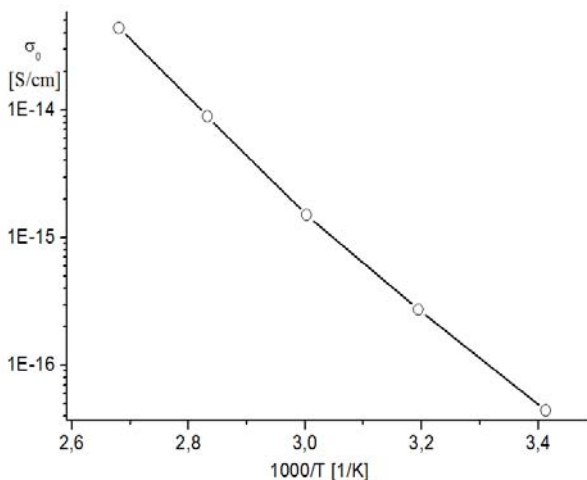
Zmiany stałej czasowej głównego procesu relaksacyjnego H-N2 od temperatury przedstawione na wykresie Arrheniusa posiadają liniowy charakter (rys.6). Z zależności (2) można w prosty sposób oszacować energię aktywacji - minimalną porcję energii pola elektrycznego aby zainicjować główny proces relaksacyjny.

$$(2) \quad E_k = 1000 \cdot \alpha \cdot k$$

gdzie:  $\alpha$  - współczynnik kierunkowy prostej,  $k$  - stała Boltzmann



Rys. 6. Wykres Arrheniusa zmian stałych czasowych głównego procesu relaksacyjnego dla zawilgocenia nomexu 3%



Rys. 7. Zmiany konduktywności zmiennoprądowej od odwrotności temperatury dla zawilgocenia nomexu 3%

Energia aktywacji dla zawilgocenia 3% papieru aramidowego  $E_{3\%}=0,39\text{eV}$ . Obliczone wartości energii aktywacji są porównywalne do klasycznej izolacji papierowo - olejowej, gdzie wartość ta mieści się w przedziale  $0,3 \div 0,45\text{eV}$  i związana jest z obecnością wody w postaci

nanokropel połączonych z celulozą wiązaniami Van der Waalsa, a przewodnictwo związane jest z „hoopingiem” jonów pomiędzy tymi kroplami [5-7]. Na rysunku 7 przedstawiono zmiany konduktywności zmiennoprądowej od odwrotności temperatury. Stosunkowo duże zmiany wartości konduktywności wynoszące od  $4,4\text{e-}17$  S/m dla temperatury  $20^\circ\text{C}$  do  $4,4\text{e-}14$  S/m dla temperatury  $100^\circ\text{C}$  w praktyce mogą ułatwiać szacowanie zawilgocenia izolacji stało-ciekłej urządzeń w różnej temperaturze na podstawie tego parametru.

## Wnioski

Zwiększanie temperatury w badanym zakresie powoduje wzrost wartości współczynnika strat dielektrycznych  $\tan\delta$  w zakresie LF jednocześnie przesuwając te charakterystyki w kierunku wyższych częstotliwości. Związane jest to ze skokową zmianą przewodnictwa elektrycznego i zachowaniem stało - ciekłego układu dielektrycznego zgodnie z prawem Arrheniusa.

Badania FDS wykazały istnienie kilku procesów dielektrycznych w badanej izolacji. Najprawdopodobniej główny proces relaksacyjny związany jest z obecnością cząsteczek wody pomiędzy włóknami papieru aramidowego.

Przeprowadzona analiza za pomocą aproksymacji równaniem (1) charakterystyk FDS pozwoliła w stosunkowo łatwy sposób oszacować energię aktywacji głównego procesu relaksacyjnego na podstawie równania (2). Było to możliwe dzięki liniowemu charakterowi tych zmian w układzie Arrheniusa.

**Autorzy:** dr inż. Marek Zenker, Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie, Wydział Elektryczny, Katedra Elektrotechnologii i Diagnostyki, ul. Sikorskiego 37, 70-313 Szczecin, tel. 91 449 47 54, e-mail: [marek.zenker@zut.edu.pl](mailto:marek.zenker@zut.edu.pl)

## LITERATURA

- [1] <http://www2.dupont.com>, stan na dzień 15 czerwca 2017
- [2] Jain A., Vijayan K., Effect of penetrants on the aramid Nomex, Bulletin of Materials Science, 23 (2000), No. 3, 211–214
- [3] <http://www.midel.com> stan na dzień 10 stycznia 2017
- [4] Havriliak S. Jr., Havriliak S. J., Dielectric and Mechanical Relaxation in Materials. Analysis, Interpretation, and Application to Polymers, Hanser Publishers, Munich, Vienna, New York, 1997
- [5] Zenker M., Analiza relaksacji modelu kanału olejowego transformatora na podstawie pomiarów PDC, Energetyka, 11 (2007), 9-13
- [6] Zenker M., Zasięg relaksacji w modelu kanałów olejowych transformatorów energetycznych na podstawie pomiarów FDS, Przegląd Elektrotechniczny, 11b (2010), 300-303
- [7] Żukowski P., Kołtunowicz T.N., Kierczyński K., Rogalski P., Subocz J., Szrot M., Gutten M., Sebok M., Jurcik J., Permittivity of a composite of cellulose, mineral oil, and water nanoparticles: theoretical assumptions, Cellulose, 23 (2016), 175-183