

doi:10.15199/48.2022.10.49

Analiza wpływu stopnia termicznej degradacji izolacji półsyntetycznej NOMEX[®]910 syconej estrem syntetycznym na charakterystyki dyspersyjne współczynnika strat dielektrycznych w dziedzinie niskich i wysokich częstotliwości

Streszczenie. W artykule przedstawiono wyniki badań laboratoryjnych próbek izolacji celulozowo-aramidowej NOMEX[®]910 impregnowanej estrem syntetycznym MIDEL[®]7131, w postaci charakterystyk dyspersyjnych pojemności, współczynnika strat dielektrycznych oraz zespolonej przenikalności w zakresie częstotliwości napięcia pomiarowego od 10 mHz do 5 MHz. Celem badań była analiza wpływu stopnia termicznej degradacji składnika celulozowego izolacji na ww. charakterystyki. Wykazano, że wpływ ten jest istotny dla okna częstotliwości od 1 kHz do 400 kHz.

Abstract. The article presents the results of laboratory tests of samples of cellulose-aramid insulation NOMEX[®]910 impregnated with the synthetic ester MIDEL[®]7131, in the form of dispersion characteristics of capacity, loss factor and complex permittivity in the frequency range of the measurement voltage from 10 mHz to 5 MHz. The aim of the research was to analyze the impact of the degree of thermal degradation of the cellulose component of the insulation on the aforementioned characteristics. It has been shown that this influence is significant for the frequency window from 1 kHz to 400 kHz. (Analysis of the impact of the degree of thermal degradation of NOMEX[®]910 semi-synthetic insulation impregnated with synthetic ester on the dispersion characteristics of the loss factor in the low and high frequency domain).

Słowa kluczowe: izolacja celulozowo-aramidowa, ester syntetyczny, współczynnik strat dielektrycznych, przenikalność elektryczna.

Keywords: cellulose-aramid insulation, synthetic ester, dielectric loss factor, permittivity.

Wstęp

Pomimo bardzo dużego postępu technologicznego jaki dokonał się na przestrzeni ostatnich lat w zakresie wytwarzania nowoczesnych materiałów syntetycznych do zastosowań jako wysokonapięciowa izolacja w urządzeniach elektroenergetyki zawodowej, w transformatorach energetycznych dużych mocy nadal dominuje izolacja celulozowa impregnowana olejem mineralnym [1-4]. Za główne czynniki utrzymywania się takiego stanu rzeczy uznaje się znacznie wyższą cenę materiałów syntetycznych w porównaniu do izolacji klasycznej oraz brak wiedzy eksperckiej w zakresie wieloletniej eksploatacji tego typu izolacji w transformatorach mocy. O ile wielu właścicieli jednostek transformatorowych decyduje się na zastąpienie oleju mineralnego nowoczesnym biodegradowalnym estrem syntetycznym [5-6], o tyle ewentualna wymiana wyeksploatowanej stałej izolacji celulozowej podczas remontu kapitalnego transformatora jest niezwykle problematyczna, w praktyce wymagająca projektowania od nowa całego systemu izolacji. Wychodząc niejako naprzeciw oczekiwaniom rynku, firma DuPont zaproponowała nowy typ izolacji półsyntetycznej celulozowo-aramidowej NOMEX[®]910, z przeznaczeniem do zastosowań jako izolacja nawojowa impregnowana praktycznie dowolną cieczą dielektryczną, dopuszczoną do pracy w transformatorach mocy [7-8]. Papier elektrotechniczny NOMEX[®]910 łączy w sobie zalety naturalnego materiału celulozowego jaką jest wysoka wchłaniania cieczy impregnującej oraz syntetycznego materiału aramidowego w zakresie wyższej od celulozy wytrzymałości na rozzerwanie oraz znacznej odporności na wysoką temperaturę.

Zdobyta na przestrzeni dziesięcioleci wiedza ekspercka w zakresie eksploatacji izolacji celulozowo-olejowej transformatorów mocy wykazała, że największe zagrożenie dla bezpiecznej pracy izolacji stałej transformatora jest gromadząca się w niej woda oraz zmniejszająca się wytrzymałość mechaniczna na skutek rozrywania wiązań makrocząsteczek celulozy [1-4]. Za oba czynniki odpowiadają w głównej mierze procesy starzenia celulozy,

które związane się z reakcjami jej utleniania, hydrolizy i pyrolizy, temperatura zaś jest czynnikiem inicjującym oraz intensyfikującym tempo tych reakcji. O ile istnieją i są stosowane metody osuszania izolacji transformatorów mocy [5], o tyle poprawienie wytrzymałości mechanicznej celulozy wiąże się z remontem kapitalnym transformatora, tzn. odbudowaniem jej z nowych materiałów. Podstawowym celem wprowadzenia materiału NOMEX[®]910 jest wydłużenie bezpiecznej eksploatacji izolacji stałej transformatorów mocy z uwagi na jej własności mechaniczne oraz nieznaczne podniesienie klasy temperaturowej izolacji [8-9].

W artykule przedstawiono wyniki badań eksperymentalnych wykonanych na próbkach izolacji celulozowo-aramidowej NOMEX[®]910 impregnowanej popularnym estrem syntetycznym MIDEL[®]7131. Celem badań była analiza wpływu postępującej degradacji termicznej włókien celulozy na skutek wygrzewania z dostępem powietrza papieru półsyntetycznego jeszcze przed impregnacją, na charakterystyki dyspersyjne pojemności oraz współczynnika strat dielektrycznych ϵ'' w szerokim zakresie częstotliwości napięcia pomiarowego. Aby precyzyjnie ocenić ww. wpływ degradacji termicznej postanowiono badać jedynie próbki suche, gdyż obecność znacznej liczby cząsteczek wody niewątpliwie poważnie utrudniłoby prowadzone obserwacje, choćby z uwagi na jej wysoką polarność [10].

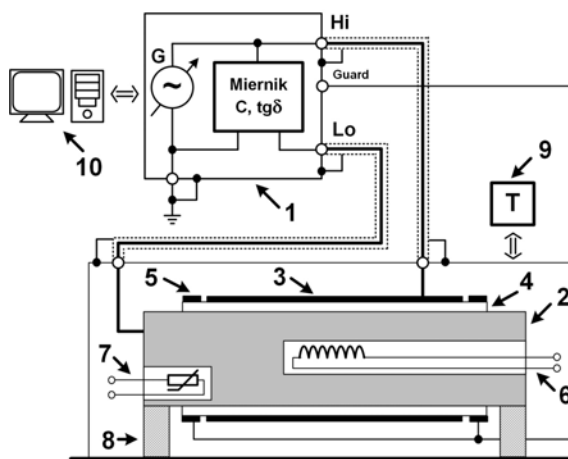
Sposób przygotowania próbek

Przygotowanie próbek do badań polegało na wycięciu z arkusza papieru elektroizolacyjnego NOMEX[®]910 o grubości 80 μ m, 5 próbek o wymiarach 1300 x 120 mm. Liczba wyciętych próbek odpowiadała liczbie przyjętych poziomów temperatury, w których przeprowadzono przyspieszone starzenia termiczne w sposób laboratoryjny, tj. 1 – próbka niestarzona, 2 – starzenie w 130°C/25 h, 2 – 150°C/25 h, 3 – 170°C/ 25 h, 4 – 190°C/25 h. Przyspieszone starzenie termiczne przeprowadzano w piecu laboratoryjnym współpracującym ze sterownikiem zapewniającym stałość nastawionej temperatury przez cały okres wygrzewania próbek. Kolejny etap polegał na suszeniu próbek w warunkach próżni przez następne 25 h.

Impregnacja papieru NOMEX®910 polegała na włożeniu wcześniej zestarzonej próbki do zlewki laboratoryjnej, wewnątrz której znajdował się podgrzany do temperatury 65°C syntetyczny ester MIDEL®7131. Następnym etapem impregnacji było poddanie tak wypełnionej zlewki laboratoryjnej pod oddziaływanie próżni przez okres kolejnych 25 h w celu jej dalszego osuszenia oraz odgazowania. Na podstawie wcześniejszych badań [4, 6] stwierdzić można, że dobrane zakresy temperatury oraz czas ich oddziaływania powodował stopniową proporcjonalną utratę stopnia polimeryzacji łańcuchów makrocząstek celulozy od wartości ok. 1000 (dla próbki nie starzonej) do ok. 200 (dla próbki zestarzonej w temperaturze 190°C przez 25 h). Taki zakres zmian stopnia polimeryzacji celulozy odpowiada okresowi życia technicznego izolacji w transformatorach mocy [11].

Układ pomiarowy

Bezpośrednio po procesie impregnacji próbki nawijano na elektrodę niskiego potencjału, którą stanowił mosiężny wałek o średnicy 40 mm oraz długości 160 mm. Wymiary próbki pozwoliły na uzyskanie 10 warstw izolacji. Następnie na zewnętrzną warstwę badanej próbki izolacji nawijano cienką folię aluminiową o szerokości 80 mm. Folia stanowiła elektrodę wysokiego potencjału. Na rysunku 1 przedstawiono ideowy przekrój poprzeczny systemu elektrod pomiarowych wraz z dołączonym układem pomiarowym.



Rys. 1. Schemat ideowy układu pomiarowego

1 – mostek elektroniczny (Hioki IM3590 lub Hioki IM3570), 2 – elektroda niskiego potencjału (wałek mosiężny), 3 – elektroda wysokiego potencjału (folia aluminiowa), 4 – nawinięta próbka izolacji, 5 – elektrody ochronne (taśma stalowa) – grzałka, 7 – czujnik temperatury, 8 – izolatory teflonowe (PTFE), 9 – układ regulacji i stabilizacji temperatury, 10 – komputer

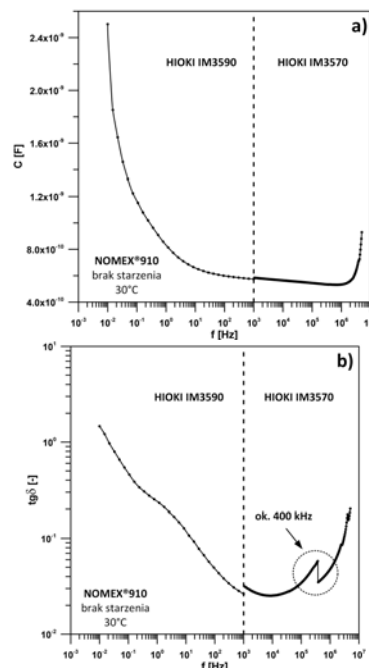
W celu zapewnienia stałej temperatury podczas wykonywania pomiarów, wałek pomiarowy wraz z nawiniętą na nim próbką izolacji oraz pozostałym układem elektrod, umieszczono w stabilizatorze temperatury, zapewniającym stałość temperatury otoczenia (z dokładnością do $\pm 1^\circ\text{C}$). Wspomniany stabilizator temperatury stanowił dedykowany hermetyczny sterylizator, którego konstrukcja została specjalnie przystosowana do wprowadzenia do jego wnętrza przewodów pomiarowych.

Do pomiarów pojemności C oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ próbek w funkcji częstotliwości wykorzystano dwa mostki elektroniczne japońskiej firmy Hioki o oznaczeniu handlowym IM3590 oraz IM3570. Pierwszy z nich oferuje zakres częstotliwości napięcia pomiarowego od 1 mHz do 200 kHz, drugi natomiast od 4 Hz do 5 MHz. W trakcie badań wykorzystano dedykowane

przewody pomiarowe firmy Hioki o oznaczeniu handlowym L2000, dla których producent deklaruje zakres pomiarowy od napięcia stałego do częstotliwości 8 MHz.

Wyniki badań

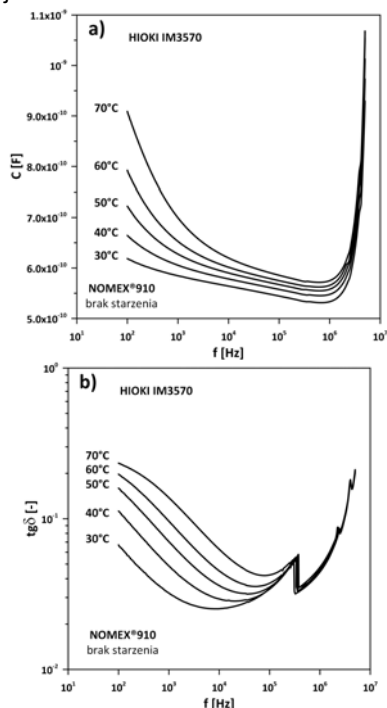
Dla wszystkich stopni degradacji termicznej celulozy opisanych we wcześniejszym rozdziale, wykonano pomiary pojemności C oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ w następujących zakresach częstotliwości napięcia pomiarowego: 1 – od 10 mHz do 1 kHz (miernik IM3590), 2 – od 1 kHz do 5 MHz (miernik IM3570). Każda z próbek była mierzona dla kilku wartości temperatury izolacji, tj. 30°C, 40°C, 50°C, 60°C oraz 70°C. Zakres temperatury odpowiada typowym warunkom rzeczywistej eksploatacji tego typu izolacji spotykanym w transformatorach elektroenergetycznych mocy [1, 3-4, 10-11]. Na rysunku 2 przedstawiono przykładową charakterystykę pojemności C oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ dla próbki niestarzonej w temperaturze pomiaru 30°C.



Rys. 2. Pojemność C (a) oraz współczynnik strat dielektrycznych $tg\delta$ (b) papieru izolacyjnego NOMEX®910 w funkcji częstotliwości w zakresie od 0,01 Hz do 5 MHz (ciecz impregnująca: ester syntetyczny MIDEL®7131)

Widoczna na rysunku 2 pionowa linia przerywana wyznacza częstotliwość 1 kHz, przy której dokonywano zamiany miernika Hioki IM3590 na Hioki IM3570. Na rysunku 2b oznaczono częstotliwość ok. 400 kHz, przy której zaobserwowano gwałtowne obniżenie wartości współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$. Fakt ten obserwowano dla wszystkich próbek, tzn. niezależnie od stopnia termicznej degradacji celulozy, jak również niezależnie od temperatury pomiaru. Dokonano również chwilowej wymiany przewodów pomiarowych na Hioki 9140, również bez istotnych zmian w tym punkcie częstotliwości. Podobnie, kontrolne pomiary wykonane na próbkach z izolacją w pełni aramidową (NOMEX®410) oraz w pełni celulozową (Tervakoski Tertrans N125), nie przyniosły wyjaśnienia spadku wartości współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ dla ww. częstotliwości napięcia pomiarowego. Pozostaje domniemywać, że opisywana sytuacja jest wynikiem działania ustroju pomiarowego miernika Hioki IM3570, gdy mierzona pojemność badanego obiektu jest w granicach ok. 500 pF.

Na rysunku 3 przedstawiono wpływ temperatury pomiaru na charakterystyki dyspersyjne pojemności C oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ dla próbki niestarzonej.

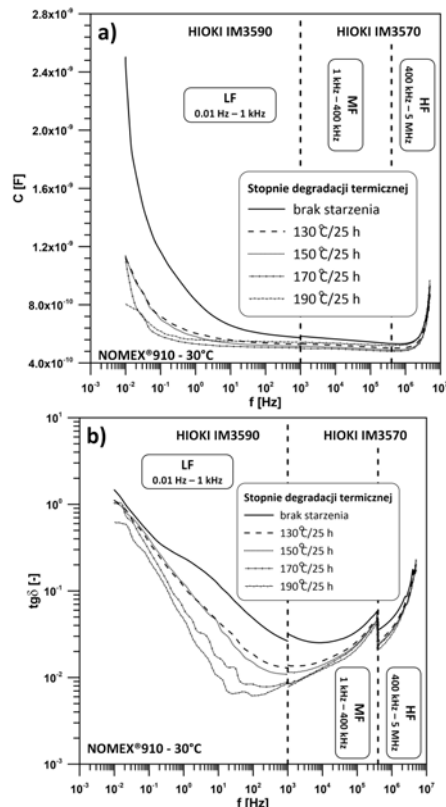


Rys.3. Wpływ temperatury na charakterystyki dyspersyjne pojemności C (a) oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ (b) papieru izolacyjnego NOMEX®910 (ciecz impregnująca: ester syntetyczny MIDEL®7131)

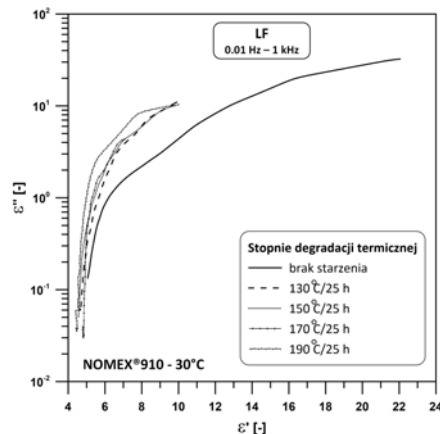
Analizę oddziaływania temperatury wykonano dla każdej z badanych próbek, tzn. również dla tych poddanych procesowi starzenia, obserwując na charakterystykach dyspersyjnych niemalże identyczną tendencję, jak przedstawia to rysunek 3. W przypadku pojemności C , w zakresie częstotliwości napięcia pomiarowego do 1 MHz, zaobserwowano praktycznie proporcjonalny wzrost pojemności próbki wraz z rosnącą temperaturą. W oknie częstotliwości od ok. 1 kHz do ok. 1 MHz, malejąca wraz z rosnącą temperaturą lepkość estru MIDEL®7131, ułatwia proces polaryzacji dipolowej tej cieczy. Szacunkowo można przyjąć, że przyrost pojemności osiąga ok. 10% przy temperaturze próbki 70°C, w odniesieniu do temperatury bazowej 30°C. Dla częstotliwości poniżej 1 kHz, zaczynają dominować polaryzacje zdecydowanie dłużej relaksujące, związane z dipolową budową materiałów stałych, tzn. celulozy oraz aramid. Tutaj, wzrost pojemności związany jest z rosnącą wraz temperaturą przenikalnością elektryczną tych materiałów [12-13]. W przypadku analizy zmian współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ (Rys. 3b), rosnąca temperatura zwiększa przewodnictwo jonowe estru oraz przewodnictwo elektronowe dielektryków stałych, czyli celulozy i aramid. Ponadto, rosną straty związane z relaksacją dipolową, na skutek większych drgań termicznych cząsteczek, szczególnie wolno relaksujących łańcuchów celulozy oraz aramid.

Na rysunku 4 przedstawiono wpływ stopnia degradacji termicznej łańcuchów makrocząsteczek celulozy papieru półsyntetycznego NOMEX®910, na charakterystyki dyspersyjne pojemności C oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$. Ze względu na złożoność dielektrycznej budowy wewnętrznej badanych próbek izolacji, postanowiono wydzielić trzy okna częstotliwości, dla których dokonano osobnej analizy. Pierwsze okno częstotliwości oznaczone symbolem LF , wyznaczało zakres od 10 mHz do

1 kHz, gdzie w spektrum polaryzacji dominują cząsteczki wolno relaksujące dielektryków stałych. W oknie LF pomiary wykonywano wykorzystując mostek IM3590. Drugie okno częstotliwości oznaczone symbolem MF , wyznaczało zakres od 1 kHz do 400 kHz. Wybór częstotliwości 400 kHz podyktowany był wcześniej opisaną obserwacją, związaną najprawdopodobniej z ustrojem pomiarowym miernika. Ostatnie, trzecie okno częstotliwości oznaczone symbolem HF , wyznaczało zakres od 400 kHz do 5 MHz. W oknach MF oraz HF pomiary wykonywano mostkiem IM3570.



Rys.4. Wpływ stopnia termicznej degradacji papieru izolacyjnego NOMEX®910 na charakterystyki dyspersyjne pojemności C (a) oraz współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ (b) w temperaturze 30°C (ciecz impregnująca: ester syntetyczny MIDEL®7131)



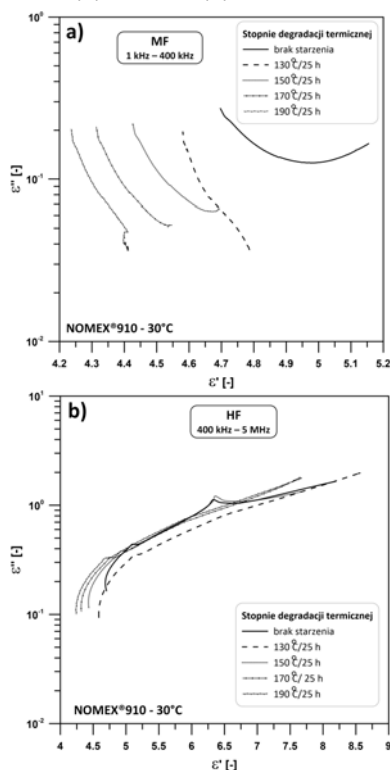
Rys.5. Wpływ stopnia termicznej degradacji papieru izolacyjnego NOMEX®910 na charakterystyki przenikalności zespolonej w temperaturze 30°C (ciecz impregnująca: ester syntetyczny MIDEL®7131; okno częstotliwości: LF)

Aby kompleksowo ocenić wpływ stopnia degradacji termicznej celulozy na pojemność C oraz współczynnik strat dielektrycznych $tg\delta$ w ww. oknach częstotliwości, postanowiono przeliczyć charakterystyki z rysunku 4 na odpowiadające im charakterystyki zespolonej przenikalności elektrycznej, które analizowano w układzie

Cole-Cole, tzn. $\varepsilon''=f(\varepsilon')$. Rysunek 5 przedstawia ww. charakterystykę dla okna częstotliwości *LF*.

Analizując charakterystyki z rysunku 5 zauważyć można, że jakkolwiek stopień degradacji termicznej celulozy separuje charakterystyki $\varepsilon''=f(\varepsilon')$ od próbki niestarzonej. Tym samym, skracanie się łańcuchów makrocząsteczek celulozy zmienia raczej w niewielkim zakresie rozkład ich czasów relaksacji w oknie częstotliwości *LF*. Wyjątkiem jest najwyższy stopień degradacji, tj. 190°C/25 h, jednak wówczas rozpad ww. łańcuchów jest na tyle duży, że strukturę papieru NOMEX®910 spajają praktycznie jedynie włókna aramidowe. W eksploatacji oznacza to bliski koniec życia technicznego takiej izolacji.

Rysunek 6 przedstawia charakterystyki $\varepsilon''=f(\varepsilon')$ dla okna częstotliwości *MF* (a) oraz *HF* (b).



Rys.6. Wpływ stopnia termicznej degradacji papieru izolacyjnego NOMEX®910 na charakterystyki przenikalności zespolonej w temperaturze 30°C (ciecz impregnująca: ester syntetyczny MIDEŁ®7131; okna częstotliwości: *MF* (a) oraz *HF* (b))

Charakterystyki prezentowane na rysunku 6a dowodzą, że stopień degradacji termicznej celulozy próbek izolacji NOMEX®910 impregnowanej estrem syntetycznym MIDEŁ®7131, powoduje wyraźną separację pomiędzy przebiegami $\varepsilon''=f(\varepsilon')$, praktycznie proporcjonalną do stopnia tej degradacji. Oznacza to, że skracanie długości łańcuchów makrocząsteczek celulozy wywołuje istotne zmiany w rozkładzie czasów ich relaksacji dipolowej, a dominujące stałe czasowe tych procesów przesuwają się w stronę czasów krótszych, co z kolei objawia się najsilniej w oknie średnich częstotliwości *MF*, tj. od 1 kHz do 400 kHz. W oknie wysokich częstotliwości *HF* (Rys. 6b), wpływ stopnia termicznej degradacji celulozy jest pomijalny, mieszczący się w granicach błędów pomiarowego zastosowanej aparatury.

Wnioski

Mając na uwadze, że podstawowym celem zastosowania obustronnej cienkiej powłoki aramidowej w półsyntetycznym papierze elektrotechnicznym NOMEX®910

jest wzmocnienie wytrzymałości mechanicznej materiału, która ulega pogorszeniu wraz ze zmianami strukturalnymi celulozy wywołanymi przez procesy starzeniowe, badania diagnostyczne analizujące w sposób kompleksowy opisywane zagadnienia mają niewątpliwie swoje uzasadnienie aplikacyjne. W trakcie badań dowiedziono, że zmiany dominujących czasów relaksacji powiązanych z degradowaną termicznie celulozą najsilniej objawiają się w zakresie częstotliwości napięcia pomiarowego od 1 kHz do 400 kHz. Do analizy opisywanego zjawiska można wykorzystać zespoloną przenikalność elektryczną, w układzie współrzędnych typu Cole-Cole. Oczywiście do ew. aplikacyjności tej obserwacji w diagnostyce transformatorów energetycznych jest jeszcze bardzo daleko, choćby z uwagi na fakt, że stosowana aktualnie diagnostyczna aparatura pomiarowa dla współczynnika strat dielektrycznych $tg\delta$ oferuje zazwyczaj graniczną częstotliwość napięcia pomiarowego do 1 kHz.

Autor: dr hab. inż. Stefan Wolny, Politechnika Opolska, Katedra Elektroenergetyki i Energii Odnawialnej, ul. Prószkowska 76, 45-758 Opole, E-mail: s.wolny@po.edu.pl

LITERATURA

- [1] Gielniak J., Graczkowski A., Moranda H., Przybyłek P., Walczak K., Nadolny Z., Moscicka-Grzesiak H., Feser K., Gubanski S.M., Moisture in cellulose insulation of power transformers-statistics, *IEEE Trans. on Dielectr. and Electr. Insul.*, 20 (2013), nr 3, 982-987
- [2] Zhukowski P., Subocz J., Kołtunowicz T.N., Analiza odpowiedzi dielektrycznej w dziedzinie częstotliwości zawilgoconego oraz impregnowanego olejem preszpanu elektrotechnicznego, *Przegląd Elektrotechniczny*, 88 (2012), nr 11b, 251-254
- [3] Zenker M., Spektroskopia dielektryczna układu papier-olej z osadami na celulozie, *Przegląd Elektrotechniczny*, 86 (2010), nr 11b, 82-85
- [4] Wolny S., Aging degree evaluation for paper-oil insulation, carried out using the recovery voltage method, *IEEE Trans. on Dielectr. and Electr. Insul.*, 22 (2015), nr 5, 2455-2462
- [5] Przybyłek P., Walczak K., Sikorski W., Mościcka-Grzesiak H., Moranda H., Cybulski M., Experimental Validation of a Method of Drying Cellulose Insulation in Distribution Transformers Using Circulating Synthetic Ester, *IEEE Access*, (2021), nr 9, 150322-150329, DOI: 10.1109/ACCESS.2021.3125840
- [6] Krotowski A., Wolny S., Analysis of Polarization and Depolarization Currents of Samples of NOMEX®910 Cellulose-Aramid Insulation Impregnated with Synthetic Ester, *Energies*, 15 (2021), nr 9, 3107, DOI: 10.3390/en15093107
- [7] <https://safety.dupont.com/Nomex-910-transformer-insulation>
- [8] Moranda H., Mościcka-Grzesiak H., Przybyłek P., Walczak K., Szweczyk R., Comparative Tests of Partial Discharges in Nomex®910 Paper and Cellulose Paper, *Energies*, 13 (2020), nr 3, DOI: 10.3390/en13030647
- [9] Wolny S., Krotowski A., Analysis of Polarization and Depolarization Currents of Samples of NOMEX®910 Cellulose-Aramid Insulation Impregnated with Mineral Oil, *Energies*, 13 (2020), nr 22, DOI: 10.3390/en13226075
- [10] Wolny S., Adamowicz A., Lepich M., Influence of Temperature and Moisture Level in Paper-Oil Insulation on the Parameters of the Cole-Cole Model, *IEEE Trans. on Power Delivery*, 29 (2014), nr 1, 246-250
- [11] Lundgaard L.E., Hansen W., Linhjell D., Painter T.J., Aging of Oil-Impregnated Paper in Power Transformers, *IEEE Trans. on Power Delivery*, 19 (2004), nr 1, 230-239
- [12] 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
- [13] Nuriel H., Kozlovich N., Feldman Y., Marom G., The dielectric properties of nylon 6,6/aramid fibre microcomposites in the presence of transcrystallinity, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31 (2000), nr 1, 69-78