

doi:10.15199/48.2022.10.50

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

**Streszczenie.** Niniejsza publikacja zawiera badania odpowiedzi dielektrycznej suchego i zawilgoconego do 1% papieru aramidowego (Nomex) impregnowanego eksploатовanym i zregenerowanym estrem syntetycznym (Midel 7131) dla różnych wartości temperatury. Procesy relaksacyjne badano metodą FDS (Frequency Domain Spectroscopy) stosując uogólnione równanie Havriliaka-Negami. Do wykonania pomiarów użyto systemu DIRANA firmy OMICRON. Do prezentacji i analizy wyników pomiarów wykorzystano program OriginPro 2021 oraz WinFit firmy Novocontrol.

**Abstract.** This publication deals with the recognition of the influence of temperature on dielectric relaxation parameters of insulation based on aramid paper impregnated with exploited and regenerated synthetic ester. Relaxation processes were investigated by FDS (Frequency Domain Spectroscopy). DIRANA OMICRON system, OriginPro 2021 and Novocontrol WinFit with Havriliak-Negami equation were used to analyze measurement results. (Influence of temperature on the dielectric response in the frequency domain of aramid paper impregnated with exploited and regenerated synthetic ester).

**Słowa kluczowe:** ester syntetyczny, papier aramidowy, Nomex, Midel 7131.

**Keywords:** synthetic ester, aramid paper, Nomex, Midel 7131.

### Wstęp

Metody badawcze oparte o pomiar zjawisk relaksacyjnych (FDS - Frequency Domain Spectroscopy; PDC - Polarization Depolarization Current; RVM - Return Voltage Measurement) pozwalają w dostatecznym stopniu oszacować zawilgocenie klasycznej izolacji transformatorów energetycznych złożonych z preszpanu na bazie celulozy i oleju mineralnego [1]. W przypadku tych metod kluczowym elementem jest poprawna interpretacja osiągniętych wyników. Metody polaryzacyjne oceny zawilgocenia izolacji stałej dają wynik uśredniony badanego obiektu na podstawie charakterystyk wzorcowych danego zawilgocenia lub analizy ilościowej odpowiedzi dielektrycznej w danej temperaturze. Nabiera to istotnego znaczenia, gdy jednocześnie relaksuje kilka struktur dielektrycznych o różnych własnościach fizykochemicznych (olej, preszpan, granica faz papier-olej, warstwa zanieczyszczeń na celulozie) lub gdy szacowane jest zawilgocenie nowoczesnych izolacji stało-ciekłych np. papier aramidowy lub celulozowy – ester syntetyczny [2, 3]. W transformatorach izolacja stało-ciekła znacząco podnosi parametr wytrzymałości elektrycznej w porównaniu do materiałów składowych. Jednak znaczącym problemem staje się stosunkowo niska wytrzymałość termiczna izolacji celulozowej. Dlatego coraz częściej stosuje się nowoczesne konstrukcje kompozytowe. Przykładem takiego tworzywa jest papier izolacyjny wzmocniony aramidem lub Nomex wprowadzony do sprzedaży przez koncern chemiczny DuPont [4]. Natomiast oleje jako materiały izolacyjne spełniają dwie główne role: izolacji elektrycznej oraz chłodziwa. 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. MIDEŁ 7131 jest syntetycznym olejem transformatorowym na bazie estru, przystosowanym do większości typów i zastosowań transformatorów. Kolejną ważną cechą oleju MIDEŁ 7131 jest stosunkowo wysoka rozpuszczalność wody, co potwierdzają dane producenta zawarte w kartach katalogowych [5]. Wynika z nich, że zależność napięcia przebicia od stopnia zawilgocenia dla

oleju MIDEŁ 7131 jest dużo większa niż dla innych cieczy stosowanych jako płyny dielektryczne (oleje mineralne i syntetyczne oraz estry naturalne) [5].

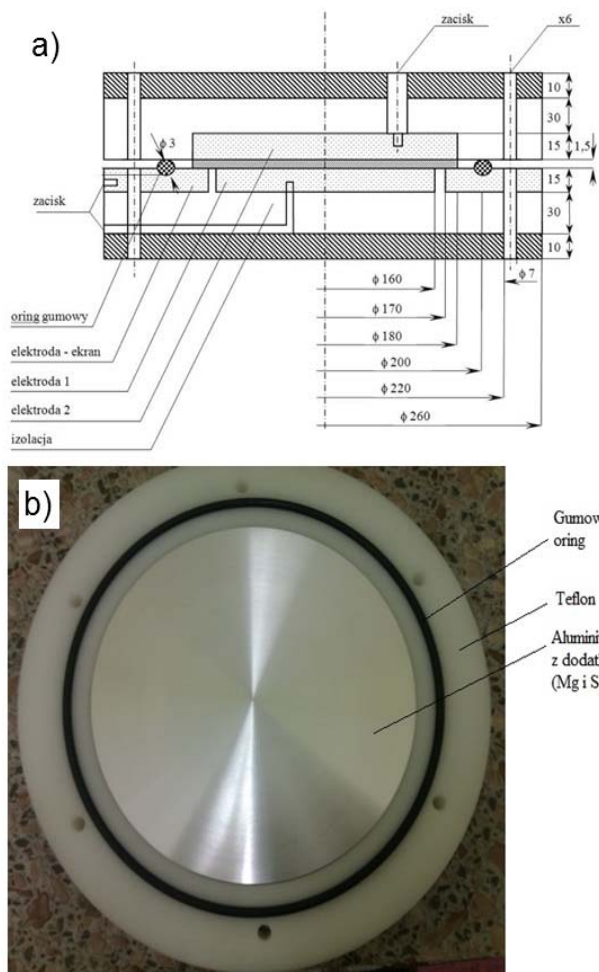
Niniejsza publikacja dotyczy wpływu temperatury na parametry relaksacyjne izolacji stało – ciekłej złożonej z suchego i zawilgoconego do 1% Nomexu impregnowanego eksploатовanym i zregenerowanym estrem syntetycznym na podstawie pomiarów metodą FDS (Frequency Domain Spectroscopy).

### Obiekt i metodyka

W celu przeprowadzenia badań wpływu temperatury i zawilgocenia impregnowanego estrem syntetycznym papieru aramidowego na podstawie pomiarów metodą spektroskopii dielektrycznej (FDS) zbudowano zespół elektrod pomiarowych (rys.1). Pomiędzy elektrodami umieszczano dwa arkusze Nomexu typu 410 o grubości 0,76 mm. Żądaną wartość zawilgocenia (0±1%) 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. Impregnację przeprowadzano w przypadku suchego papieru od razu po wyjęciu z suszarki próżniowej w hermetycznym pojemniku wypełnionym estrem syntetycznym umieszczonym w komorze klimatycznej, w temperaturze 40°C przy zawilgoceniu względnym 30% przez 14 dni. Natomiast w przypadku zawilgoconego papieru aramidowego taką samą procedurę j.w. zastosowano po uzyskaniu właściwego stopnia zawilgocenia. Następnie zespół elektrod umieszczano w komorze klimatycznej w celu wykonania pomiarów metodą spektroskopii dielektrycznej w zakresie wartości temperatury (20÷70)°C.

Medium impregnacyjne w postaci eksploатовanego estru Midel 7131 pobrano w wycofanej z eksploatacji i przeznaczonej do remontu jednostki transformatorowej zawierającej jako izolację stałą Nomex typ 410. Następnie przeprowadzono profesjonalną regenerację w/w estru i przekazano w celach badawczych do ZUT w Szczecinie. Przeprowadzono badania porównawcze zawartości gazów

rozpuszczonych w oleju metodą chromatografii gazowej (DGA) przed i po regeneracji (tab. 1).



Rys.1. Elektrody pomiarowe: projekt (a), widok (b)

Tabela 1. Wyniki pomiaru DGA estru eksploatawanego i zregenerowanego

Lp.	Parametr	Wykonano według metody	Wartości typowe wg IEC	Jednostka	Wyniki eksploatawany	Wyniki zregenerowany
1.	Wodór H <sub>2</sub>	PN-EN 60567	50 – 150	ppm	32376,4	12,7
2.	Metan CH <sub>4</sub>	PN-EN 60567	30 – 130	ppm	5121,6	1,3
3.	Etan C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	PN-EN 60567	20 – 90	ppm	1007,5	0,0
4.	Etylen C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	PN-EN 60567	60 – 280	ppm	22,7	0,0
5.	Acetylen C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	PN-EN 60567	2 – 20	ppm	8,5	0,0
6.	Propan C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	PN-EN 60567	-	ppm	790,8	0,0
7.	Propylen C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	PN-EN 60567	-	ppm	12,0	0,0
8.	Tlenek węgla CO	PN-EN 60567	400 - 600	ppm	553,9	32,6
9.	Dwutlenek węgla CO <sub>2</sub>	PN-EN 60567	3800 - 14000	ppm	3777,3	238,3

Po etapie regeneracji estru przeprowadzono pomiary podstawowych parametrów fizykochemicznych i porównano je z danymi producenta nowego estru Midel 7131 (tab. 2) [5].

Tabela 2. Wybrane parametry fizykochemiczne nowego i poddanego regeneracji eksploatawanego estru Midel 7131

Właściwości	Metoda badania	Wymagania	Nowy Midel 7131	Zregenerowany Midel 7131
<b>Fizyczne</b>				
Wygląd		Klarowny, bez zawiesiny lub osadu	Klarowny, bez zawiesiny lub osadu	Klarowny, bez zawiesiny lub osadu
<b>Chemiczne</b>				
Liczba kwasowa [mg KOH/g]	IEC 61099	Max. 0,03	<0,03	0,12
Zawartość wody [mg/kg]	IEC 814 I	Max. 200	50	33,7
<b>Elektryczne</b>				
Napięcie przebicia [kV]	IEC 156	Min. 45	>75	55
Współczynnik strat dielektrycznych tg δ, w temp. 90°C, 50 Hz	IEC 247	Max. 0,03	<0,008	0,195
Rezystywność 90°C [GΩ · m]	IEC 247	Min. 2	>20	0,768

Do prezentacji i analizy wyników pomiarów wykorzystano program OriginPro 2021 oraz WinFit firmy Novocontrol. Do wyznaczenia podstawowych parametrów funkcji relaksacyjnych w dziedzinie częstotliwości zastosowano uogólnione równanie H-N (Havriliaka-Negamiego) w postaci [6]:

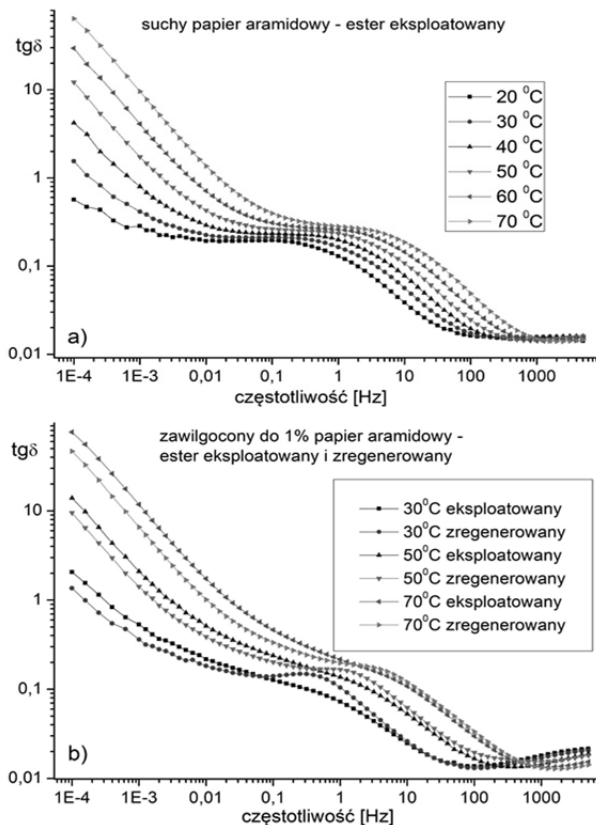
$$(1) \quad \varepsilon(\omega) = -j \left( \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0 \omega} \right)^N + \sum_{k=1}^3 \left( \frac{\Delta \varepsilon_k}{(1 + (j\omega\tau_k)^{\alpha_k})^{\beta_k}} + \varepsilon_{\infty k} \right)$$

gdzie: Δε – polaryzowalność, τ – czas relaksacji, ε<sub>∞</sub> – przenikalność optyczna, α, β – stałe H-N, σ<sub>0</sub> – parametr konduktywności zmiennoprądowej

### Wyniki

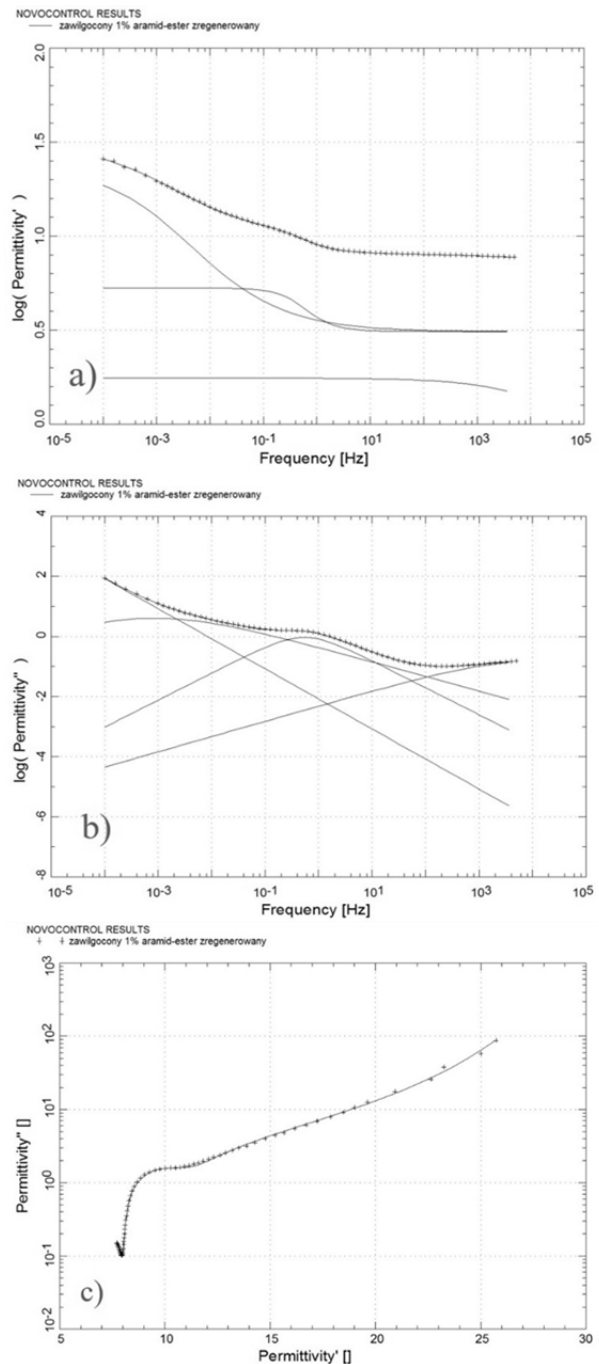
Z pomiarów otrzymano szereg charakterystyk FDS Nomexu impregnowanego estrem syntetycznym dla różnych wartości temperatury. Przykładowe wyniki pomiarów zaprezentowano na rysunku 2. Wynika z nich, że zwiększanie wartości temperatury dla próbki z suchym papierem aramidowym impregnowanym eksploatawanym estrem syntetycznym (niemal identycznie tendencje zmian zarejestrowano dla zawilgocenia 1%) powoduje największy wzrost wartości współczynnika strat dielektrycznych tgδ w zakresie LF (niskiej częstotliwości) jednocześnie przesuwając te charakterystyki w kierunku wyższych częstotliwości (rys. 2a). Jest to typowe zachowanie dla stała - ciekłego układu dielektrycznego, które można opisać prawem Arrheniusa. Zmiany tgδ dla zawilgocenia 1% w wybranych wartościach temperatury 30°C, 50°C, 70°C dla eksploatawanego i zregenerowanego estru syntetycznego zaprezentowano na rysunku 2b, gdzie głównie w zakresie LF następuje przewidywany efekt wzrostu strat dielektrycznych dla eksploatawanego medium impregnacyjnego. Natomiast w zakresie częstotliwości 0,1÷100 Hz odnotowano efekt przeciwny tzn. Nomex impregnowany zregenerowanym estrem syntetycznym wykazuje większe straty dielektryczne, co ma duże znaczenie z punktu widzenia pracy eksploatacyjnej przy częstotliwości sieciowej transformatorów zawierających omawiany typ izolacji WN. Prawdopodobnie obserwowane zjawisko wzrostu tgδ przy zregenerowanym estrze następuje z powodu skracania się stałej czasowej średnio częstotliwościowego procesu relaksacyjnego, co zostanie wykazane w dalszej części artykułu. Powyższy efekt zanika dla wyższych wartości temperatury pomiarowej, przykładowo dla 70°C wzrost strat dielektrycznych w zależności od ciekłego medium ma jedynie subtelny charakter. Zmiany współczynnika strat dielektrycznych tgδ dowodzą istnienia trzech procesów relaksacyjnych w badanym spektrum częstotliwości.

Pierwszy proces H-N1 występuje w zakresie LF (poniżej 0,01 Hz) i jest znacząco przysłonięty gwałtownymi zmianami przewodnictwa wraz ze wzrostem temperatury. Przykładowo zmiana współczynnika strat dielektrycznych  $\epsilon''$  dla częstotliwości  $10^{-4}$  Hz wynosi aż trzy rzędy wielkości. Kolejny i zarazem główny proces elektryczny H-N2 występuje w zakresie około  $0,1 \pm 1$  Hz i jest charakteryzowany przez lokalne maksimum lub punkt przegięcia na charakterystyce  $\epsilon''$ . Ponadto w zakresie HF (wysokiej częstotliwości) prawdopodobnie istnieje trzeci proces relaksacyjnego H-N3 widoczny dla 1% zawilgocenia Nomexu następujący po lokalnym minimum na charakterystykach  $\epsilon''$ . Jest on najlepiej widoczny dla niskich temperatur, gdyż zaczyna się od częstotliwości około  $10^3$  Hz dla zawilgocenia  $X=1\%$ . Stała czasowa tego procesu prawdopodobnie rośnie wraz ze wzrostem wartości temperatury i nie jest w pełni obserwowalna ze względu na ograniczony zakres pomiarowy systemu Dirana (do 5 kHz).



Rys.2. Zmiany współczynnika strat dielektrycznych  $\text{tg}\delta$  dla różnych wartości temperatury od częstotliwości dla (a) suchego Nomexu impregnowanego eksploatacyjnym estrem syntetycznym oraz (b) zawilgoczonego do 1% Nomexu impregnowanego eksploatacyjnym i zregenerowanym estrem syntetycznym

Analiza uzyskanych danych pomiarowych dla suchego i zawilgoczonego do 1% papieru aramidowego impregnowanego eksploatacyjnym i zregenerowanym estrem syntetycznym z uwzględnieniem zmian pojemności po przeliczeniu na rzeczywistą  $\epsilon'$  oraz urojoną  $\epsilon''$  część przenikalności elektrycznej dla różnej częstotliwości została przeprowadzona w programie WinFit za pomocą równania Havriliaka-Negamięgo (1). W ten sposób ilościowo oszacowano podstawowe parametry występujących relaksacji dielektrycznych badanej izolacji. Na rysunku 3 ukazano przykładowy proces aproksymacji w programie WinFit dla 1% zawilgoczonego papieru aramidowego impregnowanego zregenerowanym estrem syntetycznym dla temperatury  $40^\circ\text{C}$ .



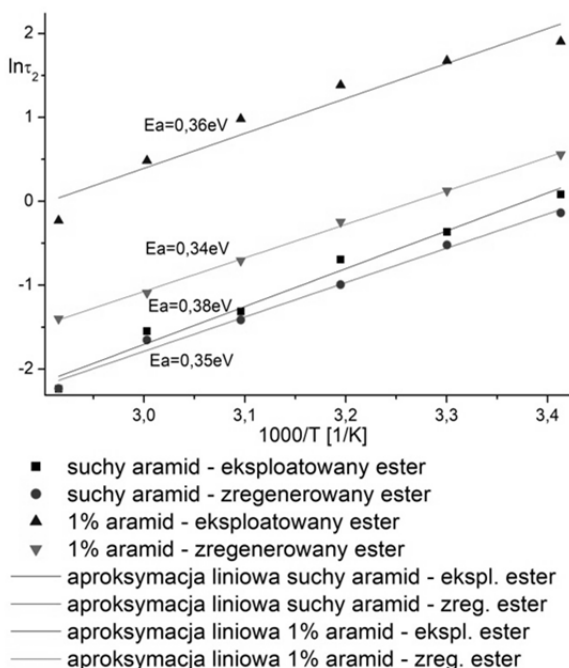
Rys.3. Analiza procesów relaksacyjnych zawilgoczonego (1%) papieru aramidowego impregnowanego zregenerowanym estrem syntetycznym dla temperatury  $40^\circ\text{C}$  z wykorzystaniem równania H-N, (a) części rzeczywistej  $\epsilon'$  przenikalności elektrycznej, (b) części urojonej  $\epsilon''$  przenikalności elektrycznej oraz (c) wykres Cole - Cole

Wybrano najbardziej czuły parametr (stała czasowa  $\tau_2$ ) analizy ilościowej na zmiany temperatury, zawilgocenia oraz rodzaj użytego ciekłego medium izolacyjnego i zaprezentowano go na rysunku 4.

Ponieważ zmiany stałej czasowej  $\tau_2$  głównego procesu relaksacyjnego H-N2 od temperatury przedstawione na wykresie Arrheniusa posiadają liniowy charakter, można w prosty sposób obliczyć jego energię aktywacji (rys.4).

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

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



Rys. 4. Wykres Arrheniusa zmian stałych czasowych średnio częstotliwościowego procesu relaksacyjnego H-N2 suchego i zawilgoconego do 1% papieru aramidowego impregnowanego eksploataowanym lub zregenerowanym estrem syntetycznym

Energia aktywacji dla suchego i zawilgoconego papieru aramidowego impregnowanego eksploataowanym lub zregenerowanym estrem syntetycznym wyliczona z parametrów równania H-N (1) dla średnio częstotliwościowego procesu relaksacyjnego wynosi  $E_a=0,34\div 0,38$  eV (rys.4). Obliczone wartości energii aktywacji są porównywalne do klasycznej izolacji stałociękiej złożonej z celulozy i mineralnego oleju, gdzie wartość ta mieści się w przedziale  $0,3\div 0,8$  eV [7, 8]. Zmiany stałej czasowej  $\tau_2$  zaprezentowane na rysunku 4 wykazują, że skraca się ona dla papieru aramidowego impregnowanego zregenerowanym estrem syntetycznym w porównaniu do eksploataowanego. Najprawdopodobniej w/w efekt powoduje wzrost strat dielektrycznych w zakresie średnich częstotliwości (rys. 2)

## Wnioski

Przeprowadzona analiza odpowiedzi dielektrycznej oraz procesów relaksacyjnych impregnowanego eksploataowanym i zregenerowanym estrem syntetycznym suchego i zawilgoconego do 1% Nomexu typu 410 wykazała, że:

- rejestrowany wzrost współczynnika strat dielektrycznych eksploataowanego medium izolacyjnego w stosunku do zregenerowanego występuje w zakresie niskich częstotliwości,

- w zakresie średnio częstotliwościowym następuje wraz z regeneracją oleju skrócenie stałej czasowej  $\tau_2$  procesu relaksacyjnego, co może skutkować wzrostem strat dielektrycznych dla częstotliwości sieciowej badanej izolacji,
- wzrost temperatury powoduje wzrost wartości współczynnika strat dielektrycznych  $\epsilon_g\delta$  w zakresie LF jednocześnie przesuwając te charakterystyki w kierunku wyższych częstotliwości. Związane jest to ze skokową zmianą przewodnictwa elektrycznego i zachowaniem opisanym przez prawo Arrheniusa,
- zaobserwowano istnienie trzech różnych procesów relaksacyjnych w badanym spektrum częstotliwości,
- na podstawie zmian stałej czasowej głównego procesu relaksacyjnego od temperatury przedstawionej na wykresie Arrheniusa obliczono wartość energii aktywacji. Wynosi ona dla suchego papieru aramidowego  $E_{suchy}=0,34 - 0,36$  eV, natomiast dla zawilgoconego do 1% papieru aramidowego  $E_{1\%}=0,35 - 0,38$  eV,
- zaprezentowane wyniki badań zjawisk relaksacyjnych stanowią bazę do przyszłej diagnostyki urządzeń wykonanych z izolacji nomex – ester syntetyczny,

**Autor:** 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] Subocz J., *Transformatory w Eksploatacji*, wydawnictwo Energo-Complex, kwiecień 2007
- [2] Walczak K., Mościcka-Grzesiak H., Przybyłek P., Morańda H., Szewczyk R., Frequency Dielectric Response of Aramid Enhanced Cellulose Paper in Aspect of Its Water Content Determination, *Przegląd Elektrotechniczny*, 97 (2021), Nr 8, 23-26
- [3] Zenker M., Mroziak A., Odpowiedź dielektryczna papieru aramidowego impregnowanego estrem syntetycznym, *Przegląd Elektrotechniczny*, 94 (2018), Nr 10, 164-167
- [4] Szewczyk R., Papier izolacyjny wzmocniony aramidem - właściwości i zastosowania, *Urządzenia dla Energetyki*, 2 (2019), 47-54
- [5] <https://www.midel.com/>; zasoby internetowe na dzień 15.06.2022
- [6] 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
- [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
- [8] Żukowski P., Rogalski P., Kołtunowicz T.N., Kierczyński K., Zenker M., Pogrebnjak A. D., Kucera M., DC and AC Test of Moisture Electrical Pressboard Impregnated with Mineral Oil or Synthetic Ester – Determination of Water Status in Power Transformer Insulation, *Energies*, 15 (2022), Iss. 8, nr 2859