

**Bolesław BRÓDKA, Piotr PRZYBYŁEK**  
POLITECHNIKA POZNAŃSKA, INSTYTUT ELEKTROENERGETYKI

## Wykorzystanie spektrofotometrii w bliskiej podczerwieni do wyznaczania zawartości wody w izolacji papierowo-olejowej

Mgr inż. Bolesław BRÓDKA

Doktorant na Wydziale Elektrycznym Politechniki Poznańskiej. Autor ponad 15 publikacji z zakresu diagnostyki układów izolacyjnych i spektroskopii absorpcyjnej.



e-mail: boleslaw.brodka@doctorate.put.poznan.pl

Dr inż. Piotr PRZYBYŁEK

Asystent w Zakładzie Wysokich Napięć i Materiałów Elektrotechnicznych. Autor ponad 25 publikacji z zakresu badań właściwości izolacji papierowo-olejowej.



e-mail: piotr.przybylek@put.poznan.pl

### Streszczenie

W artykule przedstawiono możliwości wykorzystania spektrofotometrii w bliskiej podczerwieni do wyznaczania zawilgocenia izolacji papierowo-olejowej. Wzrost zawilgocenia powoduje wzrost absorpcji. Stwierdzono liniową zależność absorpcji od zawartości wody w izolacji papierowo-olejowej.

**Słowa kluczowe:** izolacja papierowo-olejowa, zawartości wody, spektrofotometria absorpcyjna.

### Near infrared spectroscopy as diagnostic method of moisture content in paper-oil insulation

#### Abstract

In the article possibilities of using near infrared spectroscopy to evaluation of paper-oil insulation humidity are presented. The increase of water content causes the growth of absorbance. The absorbance as linear function of water content in paper-oil insulation was stated.

**Keywords:** oil-paper insulation, moisture content, absorption spectroscopy.

### 1. Wstęp

Pomiar zawartości wody w izolacji papierowo-olejowej jest aktualnym tematem, szeroko opisywanym w literaturze dotyczącej diagnostyki wysokonapięciowych układów izolacyjnych. Najwięcej uwagi poświęca się metodom pośrednim, umożliwiającym ocenę stanu zawilgocenia badanych obiektów, bez konieczności pobierania próbek papieru. Lansowane są ostatnio metody oparte na analizie odpowiedzi dielektrycznej: spektroskopia w dziedzinie częstotliwości (FDS), metoda napięcia powrotnego (RVM) oraz metoda oparta na analizie prądu polaryzacji i depolaryzacji (PDC). Bardzo duży nacisk kładzie się na wiarygodność metod. Wszystkie metody pośrednie bazują na wykorzystaniu charakterystyk wzorcowych, wyznaczanych przy użyciu wiarygodnych metod bezpośrednich traktowanych jako referencyjne. Obecnie jedną z zalecanych i najczęściej stosowanych metod referencyjnych jest bezpośrednia metoda miareczkowania Karla Fischera (KF).

Metoda KF, oprócz wielu zalet, jest czasochłonna, droga i wymaga stosowania odczynników chemicznych niebezpiecznych dla środowiska i personelu (metanol, chloroform).

W Politechnice Poznańskiej powstała propozycja opracowania nowej metody bezpośredniej zastępującej metodę KF. Szczególną uwagę zwrócono na metody spektrofotometryczne. Istnieje wiele dziedzin życia, w których wykorzystuje się spektrofotometrię. Począwszy od kryminalistyki (identyfikacja narkotyków) do ochrony środowiska. Na przykład spektrofotometria w zakresie światła widzialnego wykorzystywana jest do wyznaczania zawartości anionów i kationów w wodzie pitnej. W elektrotechnice spektrofotometria w podczerwieni służy do oceny stanu zestarzenia polietylenu[1].

Proponowana przez autorów metoda polega na wykorzystaniu spektrofotometrii absorpcyjnej w zakresie bliskiej podczerwieni do wyznaczania zawilgocenia próbek papieru nasyconego olejem mineralnym.

W ostatnich latach prowadzone są badania nad wykorzystaniem spektrofotometrii odbiciowej do wyznaczania zawilgocenia izolacji celulozowej transformatorów [2]. Zaletą tej metody jest fakt, że nie wymaga się pobierania próbek papieru z badanego obiektu, natomiast dyskutowana jest dokładność i wiarygodność metody.

Artykuł zawiera próbę znalezienia relacji między parametrami uzyskanymi z badań prowadzonych w zakresie spektrofotometrii w bliskiej podczerwieni a zawilgoceniem wyznaczonym przy użyciu metody KF.

### 2. Bezpośrednia metoda Karla Fischera

Istnieją dwie procedury pomiaru zawartości wody metodą Karla Fischera – wolumetryczna i kulometryczna. W obu przypadkach pomiar opiera się o reakcję utleniania dwutlenku siarki, w obecności wody, w wyniku działania jodu (1).



W metodzie wolumetrycznej zawartość wody w badanej próbce wyznaczana jest na podstawie odczynnika (zawierającego w swoim składzie jod) zużytego w reakcji KF. W przypadku metody kulometrycznej zawartość wody w badanej próbce jest obliczana na podstawie ładunku elektrycznego potrzebnego do wygenerowania jodu w reakcji utleniania anodowego jodku.

Aby wyznaczyć zawartość wody w próbce papieru zaimpregnowanego olejem, konieczne jest wyekstrahowanie wody z papieru. Według normy IEC 60814 ekstrakcję wody z próbki wykonać można w następujący sposób:

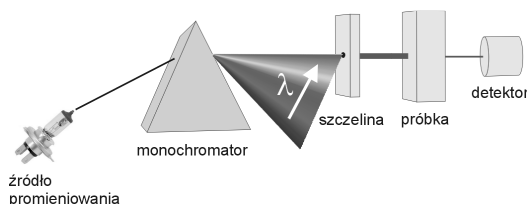
- umieszczając próbkę w naczyniu do miareczkowania, gdzie za pomocą mieszaniny metanolu i chloroformu, woda uwalniana jest z papieru. Wyekstrahowana woda ulega reakcji KF, więc rozpuszczalnik jest ciągle suchy; sprzyja to migracji wody z papieru do rozpuszczalnika;
- umieszczając próbkę w piecyku, gdzie jest wygrzewana w temperaturze 130-140°C; uwolniona woda w postaci pary wodnej transportowana jest za pomocą osuszonego azotu do naczynka, gdzie zachodzi reakcja KF.

### 3. Spektrofotometria w bliskiej podczerwieni

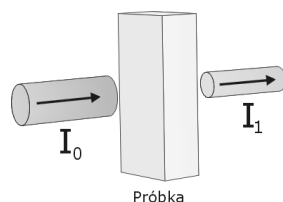
Spektrofotometria w bliskiej podczerwieni (NIR) bazuje na zjawisku pochłaniania promieniowania elektromagnetycznego przez związki chemiczne. Każda cząsteczka posiada specyficzną częstotliwość drgań oscylacyjnych, zależną od energii wiązań oraz masy. Promieniowanie elektromagnetyczne, o energii równej energii oscylacji, padając na związek chemiczny zostaje pochłonięte.

nięte, wzbudzając w nim oscylacje. Jeżeli znamy długości fali, przy której zachodzi zjawisko pochłaniania promieniowania, wówczas możemy zidentyfikować występujący związek chemiczny oraz wyznaczyć jego zawartość w badanym materiale.

Podczas wykonywania pomiaru badana substancja „prześwietlana” jest promieniowaniem podczerwonym o różnej długości fali. Zmiana długości fali odbywa się poprzez obrót monochromatora w ten sposób, aby fala o odpowiedniej długości wpadała do szczeliny i dalej przechodziła przez badany obiekt do detektora (rys. 1).



Rys. 1. Schemat blokowy spektrofotometru,  $\lambda$  – długość fali  
Fig. 1. Block scheme of spectrophotometer,  $\lambda$  – wavelength



Rys. 2. Natężenie promieniowania padające i przechodzące przez próbkę  
Fig. 2. Radiation intensity fallen and transmitted through the sample

Spektrofotometr wykonuje pomiar natężenia promieniowania monochromatycznego padającego na próbkę  $I_0$  oraz natężenia promieniowania przechodzącego przez badaną próbkę  $I_1$  (rys. 2). Wyznaczane jest w ten sposób widmo absorpcji badanej próbki w zależności od długości fali. Absorbancja wyrażana jest następującym wzorem:

$$A = \log \frac{I_0}{I_1} \quad (1)$$

gdzie:

- $A$  – absorbancja,
- $I_0$  – natężenie promieniowania padające na badaną próbkę,
- $I_1$  – natężenie promieniowania przechodzące przez badaną próbkę.

Na podstawie wielu wcześniejszych eksperymentów opracowano metodykę pomiaru zawartości wody w papierze przy użyciu spektrofotometrii NIR [3]. Stwierdzono, że w przedziale długości fali 1880-2025 zachodzi wyraźny wzrost absorbancji wraz ze wzrostem zawartości wody w papierze. Największe zmiany absorbancji obserwowane są przy długości fali 1920 nm. Obszar ten uznano za pasmo diagnostyczne wody. W celu wykluczenia wpływu obecności oleju i produktów starzenia na wynik pomiaru, badaniom poddano sam olej izolacyjny, układ papier nowy–olej oraz papier zastarzony–olej. W żadnym przypadku, obecność oleju oraz produktów starzenia papieru i oleju, nie komplikowały oceny zawartości wody w papierze.

#### 4. Aparatura badawcza i sprzęt

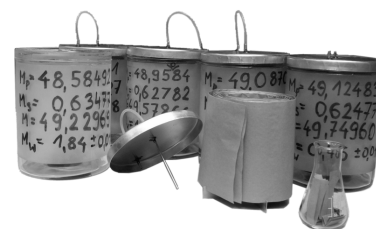
Do wykonania pomiarów spektrofotometrycznych użyto spektrofotometru firmy Jasco V570. Ma on możliwość pomiaru absorbancji w zakresie od promieniowania ultrafioletowego, poprzez światło widzialne do promieniowania w bliskiej podczerwieni (190-2500nm). Próbki papierowo-olejowe umieszczane były

w specjalnie przygotowanej kuwecie wykonanej ze szkła optycznego niepochlaniającego promieniowania w bliskiej podczerwieni. Długość drogi optycznej kuwety wynosiła 0,35 mm.

Zawartość wody w papierze, przy użyciu metody Karla Fischera, wyznaczono wykorzystując automatyczne urządzenie do miareczkowania metodą wolumetryczną TitroLine KF firmy Schott. Badana próbka umieszczana była w naczynku miareczkującym, gdzie znajdowała się mieszanina metanolu i chloroformu.

#### 5. Obiekty badań

Obiektami badań było siedem kompletów próbek różniących się zawilgoceniem. Dla każdego poziomu zawilgocenia badano po trzy próbki. Próbka o największym zawilgoceniu (6,48%) została zawilgocona w warunkach naturalnych w kontakcie z powietrzem otoczenia. Pięć kompletów próbek kondycjonowano w specjalnych pojemnikach (rys. 3) w celu uzyskania zadanej zawartości wody.

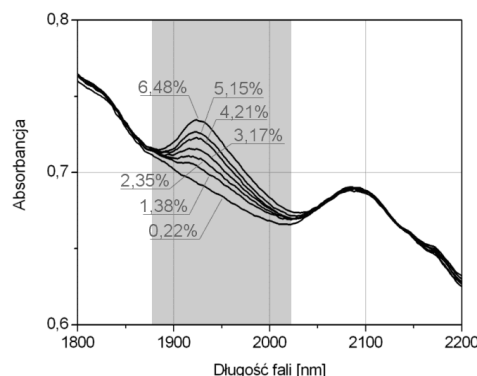


Rys. 3. Pojemniki do suszenia i kondycjonowania próbek papierowych  
Fig. 3. Chambers for drying and conditioning of paper samples

Próbki tak preparowano, aby otrzymać zawilgocenie na poziomie 1, 2, 3, 4, oraz 5%. Próbki w pojemnikach zostały wysuszone w próżni (120°C  $p < 133$  Pa, 6 h), poczym pojemniki zostały zamknięte i uszczelnione taśmą samowulkanizującą. Do pięciu pojemników wprowadzono odpowiednie ilości wody za pomocą mikrobiurety. Pojemniki pozostawiono na okres jednego tygodnia w temperaturze 30°C. Kolejnym krokiem było zalanie próbek olejem. Próbki „zerowe” przygotowano poprzez natychmiastowe zalanie olejem dobrze wysuszonych próbek.

#### 6. Wyniki badań

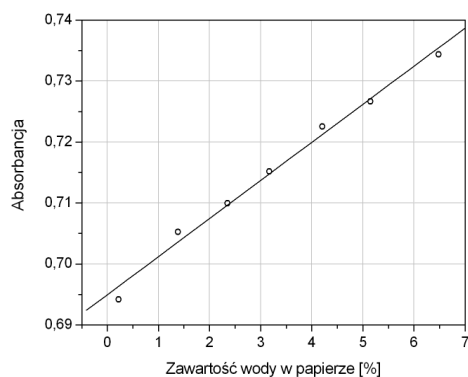
Wyniki pomiarów zawarto na rysunku 4. Przedstawiono na nim widmo absorpcji papieru nawojowego nasyconego olejem, w różnym stopniu zawilgoconego, w zależności od długości fali. Wartości zawilgoczenia podane na rysunku są wynikami pomiaru KF. Jak widać na rysunku, wzrostowi zawilgocenia papieru towarzyszy wzrost absorbancji.



Rys. 4. Absorbancja w zależności od długości fali dla różnych zawilgoczeń wody w papierze wyznaczonych metodą KF

Fig. 4. Absorbance as a function of wavelength for different water content in paper determined using KF method

Na rysunku 5 przedstawiono absorbancję w zależności od zawilgocenia w paśmie diagnostycznym wody. Jak widać zależność jest liniowa o dużym współczynniku determinacji 0,99.



Rys. 5. Absorbancja w paśmie diagnostycznym wody w zależności od zawartości wody w papierze; długość fali 1920 nm

Fig. 5. Absorbance in water diagnostic interval as a function of water content in paper; wavelength 1920 nm

## 7. Podsumowanie

Technika spektrofotometrii absorpcyjnej w bliskiej podczerwieni stanowi bardzo przydatne narzędzie wykorzystywane do oceny zawilgocenia wyrobów celulozowych.

Fakt nasycenia papieru olejem nie utrudnia wyznaczania zawartości wody w papierze. Stwierdzono również, że produkty starzenia zarówno papieru jak i oleju nie utrudniają procedury wyznaczania zawilgocenia papieru. W przyszłych pracach planuje się uwzględnić grubość papieru.

Absorbancja promieniowania NIR zależy w sposób liniowy od zawartości wody w papierze. Stwierdzono silną korelację absorbancji i zawilgocenia papieru wyrażającą się dużą wartością współczynnika determinacji równą 0,99.

Proponowana metoda będzie stosowana jako referencyjna w odniesieniu do metod pośrednich służących do wyznaczania zawilgocenia papieru opartych na analizie odpowiedzi dielektrycznej.

## 8. Literatura

- [1] Rakowska A., Kryteria oceny weryfikujące jakość polietylenu usieciowanego stosowanego jako izolacja kabli elektroenergetycznych, Politechnika Poznańska Rozprawy, Nr 357, Poznań 2000.
- [2] Baird P. J., Herman H., Stevens G.C., Non-Destructive Measurement of the Degradation of Transformer Insulating Paper, IEEE Transactions on Dielectric and Electrical Insulation, Vol 13, No. 1, Feb. 2006, pp 309-318.
- [3] Bródka B., Infrared and Near Infrared Spectroscopy as Measurement Methods of Moisture Content in Oil-Paper Insulation, APTADM 2007, September 2007.

*Artykuł recenzowany*

## INFORMACJE

# Studia Podyplomowe

Wydział Elektryczny Politechniki Śląskiej w Gliwicach, Instytut Metrologii, Elektroniki i Automatyki ogłasza nabór na Dwusemestralne Zaoczne Studia Podyplomowe

## Sieci Komputerowe i Systemy Telekomunikacyjne (SKST)

### Cel Studiów

Celem studiów jest przekazanie wiedzy teoretycznej i umiejętności praktycznych w zakresie: budowy bezpiecznych i wydajnych sieci komputerowych, konfiguracji i eksploatacji sieci komputerowych ze szczególnym uwzględnieniem sieci korporacyjnych, diagnostyki i pomiarów w sieciach komputerowych.

Zajęcia prowadzone są na Wydziale Elektrycznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach, w systemie zaocznym w każdą sobotę lub co drugi weekend (opcja do wyboru), przez dwa semestry. Zajęcia prowadzone są przez nauczycieli akademickich ze stopniem co najmniej doktora oraz przez zaproszonych Gości o uznanym dorobku i autorytecie. Studia obejmują 200 godzin dydaktycznych. Rozpoczęcie Studiów nastąpi po skompletowaniu odpowiedniej liczby kandydatów na dany rodzaj studiów.

### Organizator studiów:

Instytut Metrologii, Elektroniki i Automatyki Politechniki Śląskiej, 44-100 Gliwice, ul. Akademicka 10, tel. 032 237 12 41, fax: 032 237 20 34, e-mail: re2@polsl.pl lub agnieszka.skorkowska@polsl.pl, http://imeia.elekt.polsl.pl

### Kierownik studiów:

Dr hab. inż. Lesław TOPÓR-KAMIŃSKI, prof. Pol. Śl.

### Profil uczestnika studiów

Studia przeznaczone są dla pracowników o różnych specjalnościach z wyższym wykształceniem o kierunku elektrycznym, elektronicznym, telekomunikacyjnym lub pokrewnym, zajmujących się bądź potencjalnie zainteresowanych administracją i eksploatacją komputerowych sieci telekomunikacyjnych.