



COPPE/UFRJ

**AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO E MIGRAÇÃO DO SULFETO DE COBRE EM
PAPEL ISOLANTE UTILIZADO EM EQUIPAMENTOS ELÉTRICOS**

Francisco de Assis Filho

Dissertação submetida ao corpo docente do Instituto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadora: Marysilvia Ferreira da Silva

Rio de Janeiro
Setembro de 2008

AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO E MIGRAÇÃO DO SULFETO DE COBRE EM
PAPEL ISOLANTE UTILIZADO EM EQUIPAMENTOS ELÉTRICOS

Francisco de Assis Filho

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM
ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Prof^ª. Marysilvia Ferreira da Costa, D.Sc.

Prof. Celio Albano da Costa Neto, PhD

Dra. Magali Silveira Pinho, D.Sc.

Dr. Helvio Jailson Azevedo Martins, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL.

SETEMBRO DE 2008

Assis Filho, Francisco de

Avaliação da Formação e Migração do Sulfeto de Cobre em Papel Isolante Utilizado em Equipamentos Elétricos/ Francisco de Assis Filho. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2007.

XVIII, 97 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadora: Marysilvia Ferreira da Costa

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2008.

Referências Bibliográficas: p. 94-97.

1. Enxofre corrosivo. 2. Óleo mineral isolante. 3. Papel isolante elétrico. 4. Falha elétrica I. Costa, Marysilvia Ferreira da. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

Agradecimentos

Primeiramente a Deus por estar sempre do meu lado me guiando em cada passo e em cada etapa superada.

Aos meus pais, que já se foram, mas que sempre me incentivaram, por terem sido especiais, e por terem sido simplesmente o que eles sempre foram: únicos!

À minha esposa Mércia Surene e ao meu filho Diego que sempre me incentivaram, de uma forma bem diferente, a seguir em frente cedendo parte preciosa do tempo que seria dedicado a eles em prol deste trabalho.

À professora Marysilvia Ferreira pelo constante incentivo, e grande paciência.

Aos muitos amigos do CEPEL, e em especial aos pesquisadores Márcio Antônio Sens e Alexandre Neves, que muito contribuíram com valiosas sugestões e com seu tempo ofereço minha consideração.

Aos colegas dos Laboratórios de Propriedades Dielétricas e de Química Analítica do CEPEL, e em especial ao pesquisador Márcio Antônio Sens, Luiz Alberto e Raffaele que não mediram esforços em viabilizarem em tempo os ensaios necessários para este trabalho.

À minha colega de trabalho e de sala Eliane Guerra por não deixar que eu perdesse meu norte.

Em nome do funcionário Francisco de Assis Lima de Sousa Junior agradeço a secretaria do PEMM/COPPE/UFRJ, pelo profissionalismo, boa vontade e empenho.

À empresa ELETROTRAFÓ (Rio de Janeiro/RJ), em nome dos Srs. Paulo César, Custódio e Marcos Braga, que tornaram possível a montagem dos condutores empapelados utilizados neste trabalho, e pelo seu entusiasmo com o assunto.

À empresa ITAIPU BINACIONAL (Foz do Iguaçu/PR), representada pelo Eng. João Carlos Sihvenger, que forneceu o óleo corrosivo utilizado neste trabalho.

Ao Centro de Tecnologia da ELETRONORTE – Belém - PA pela realização das determinações dos teores de DBDS nas amostras de óleos.

Ao CEPEL por permitir que parte do meu tempo fosse dedicada ao meu aprimoramento acadêmico e por disponibilizar sua estrutura para o desenvolvimento desta dissertação.

Agradeço também a muitos outros amigos da minha jornada pela vida que me ajudaram a extravasar o esforço e a recarregar as energias.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M. Sc.)

AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO E MIGRAÇÃO DO SULFETO DE COBRE EM
PAPEL ISOLANTE UTILIZADO EM EQUIPAMENTOS ELÉTRICOS

Francisco de Assis Filho

Setembro/2008

Orientadora: Marysilvia Ferreira da Costa

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Recentemente, a quantidade de falhas relativamente elevadas em equipamentos elétricos, principalmente reatores, e suas conseqüências para segurança e confiabilidade do sistema elétrico brasileiro deixaram o setor em alerta, levando a investigação imediata das possíveis causas.

Constatou-se que o fenômeno de formação e deposição de sulfeto de cobre vem ocorrendo em reatores e transformadores que utilizam óleo mineral isolante com característica corrosiva e parte ativa composta de cobre nu isolado eletricamente com papel Kraft. O agente corrosivo em questão é o dissulfeto de dibenzila (DBDS).

Nesta dissertação foram realizadas simulações de envelhecimento em amostras capacitivas preparadas em laboratório. As amostras foram imersas em óleo contido em células especialmente projetadas para esta finalidade e o conjunto foi submetido à temperatura de 140 °C e esforço elétrico de 2 kV. O condutor de cobre e os materiais dielétricos foram avaliados em conjunto e individualmente, utilizando-se inspeção visual, e técnicas elétricas para determinação de capacitância e fator de dissipação no espectro de frequência, rigidez dielétrica, análise por dispersão de energia (EDS) acoplada a microscópio eletrônico de varredura (MEV), e propriedades físico-químicas dos materiais. Estas determinações agregaram informações que contribuíram no entendimento do problema.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M. Sc.)

EVALUATION OF COPPER SULFIDE FORMATION AND DEGRADATION IN
INSULATING PAPER FOR ELECTRIC EQUIPMENTS

Francisco de Assis Filho

September/2008

Advisor: Marysilvia Ferreira da Costa

Department: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Recently, a relatively high rate of failures has been observed in electrical equipments, mainly in reactors. Since this may affect the reliability and safety of the Brazilian electric power system, investigations are being undertaken, in order to find the possible causes of such failures. The formation and deposition of copper sulfide has been observed in reactors and transformers that contain insulating mineral oil with corrosive compounds, as well as an active part consisting of copper insulated by Kraft paper. Dibenzyl disulfide (DBDS) was found to be the main corrosive agent.

In the present work, aging simulations have been undertaken with capacitive samples prepared in laboratory. The samples were immersed into cells containing an oil bath. These cells were specially mounted for this purpose. The whole experimental setup was further submitted to thermal (140 °C) and electrical stresses (2 kV). Afterwards, the copper conductor and the dielectric materials were evaluated by visual inspection and by scanning electron microscopy with energy-dispersion X-ray analysis (SEM/EDS). The capacitance and dissipation factor in the frequency spectrum, and the dielectric strength were measured by means of electrical techniques. The physicochemical properties of such materials were also studied. The investigation of these samples and materials has contributed to a better understanding of the problem.

ÍNDICE

1	Introdução.....	1
2	Objetivos.....	3
3	Revisão Bibliográfica	4
3.1	Sistema Elétrico Brasileiro - Confiabilidade.....	4
3.2	Transformadores e reatores	5
3.3	Óleo mineral isolante (OMI)	8
3.4	Papel isolante elétrico.....	11
3.4.1	O papel no transformador.....	11
3.4.2	Fabricação do papel isolante elétrico.....	12
3.4.3	Degradação do papel isolante elétrico.....	16
3.5	Compostos de enxofre com características corrosivas presentes no OMI.....	19
4	Materiais e Métodos	25
4.1	Papel.....	26
4.1.1	Caracterização	26
4.1.2	Tensão de ruptura dielétrica	27
4.1.3	Grau de polimerização.....	27
4.2	Óleo mineral isolante.....	28
4.2.1	Óleo mineral isolante com característica corrosiva.....	28
4.2.2	Óleo mineral isolante sem característica corrosiva	29
4.2.3	Dibutil paracresol (DBPC)	29
4.2.4	Cromatografia em fase gasosa.....	29
4.2.5	Rigidez dielétrica do óleo.....	30
4.2.6	Corrosividade do óleo.....	30
4.2.7	Teor de DBDS	30
4.2.8	Teor de umidade do óleo	31
4.2.9	Teor de enxofre total.....	31
4.3	Análise por MEV-EDS.....	31
4.4	Fabricação e caracterização do sistema capacitivo.....	32
4.4.1	Fita laminada de cobre eletrolítico	33
4.4.2	Fios condutores para conexões elétricas das amostras capacitivas	34
4.4.3	Tensão de ruptura dielétrica das amostras capacitivas	34
4.4.4	Capacitância (C) e fator de dissipação (D) das amostras capacitivas.....	35

4.4.5	Aplicação de tensão elétrica durante envelhecimento térmico.....	35
4.5	Célula de ensaio.....	39
4.6	Empapelamento da fita de cobre para confecção das amostras capacitivas ...	40
4.7	Preparação das amostras capacitivas (AMC)	43
4.8	Secagem do papel das amostras capacitivas.....	45
4.9	Avaliação do ponto de equilíbrio de umidade da célula de ensaio (papel e óleo)	45
4.10	Influência da temperatura nas determinações de C e D durante processo de secagem e condições de não equilíbrio térmico	46
4.11	Remoção de umidade do óleo.....	47
4.12	Envelhecimento térmico e esforço elétrico das amostras capacitivas imersas em óleo	47
5	Resultados.....	49
5.1	Óleo mineral isolante.....	49
5.1.1	Corrosividade do óleo.....	49
5.1.2	Aditivação do óleo 10GBA com DBPC	49
5.1.3	Propriedades do óleo corrosivo	50
5.1.4	Propriedades do óleo não corrosivo.....	50
5.1.5	Propriedades do óleo após envelhecimento.....	50
5.1.6	Remoção de umidade e oxigênio dissolvidos no óleo Orion II.....	51
5.1.7	Cromatografia.....	52
5.1.8	Teor de DBDS	52
5.2	Inspeção visual	53
5.3	Papel isolante elétrico.....	56
5.3.1	Propriedades do papel.....	56
5.4	Grau de polimerização.....	57
5.5	Processo de secagem do papel das amostras capacitivas	57
5.6	Curvas de C e D em função da frequência	64
5.7	Microscopia	72
5.7.1	Fios condutores.....	72
5.7.2	Amostras capacitivas	73
5.8	Rigidez dielétrica.....	84
5.9	Variação das perdas dielétricas em função da frequência	88
6	Comentários e Conclusões	90

7	Sugestões para trabalhos futuros	91
8	Referências Bibliográficas.....	94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Bobina de um reator falhado na Subestação Lageado com deposição de sulfeto de cobre [1].	1
Figura 2 – Detalhe da deposição de sulfeto de cobre em condutor de cobre e no papel. Amostras retiradas de transformador que falhou devido aos efeitos do “enxofre corrosivo”. (a) parte condutor empapelado retirado da bobina; (b) início desempapelamento dos condutores; (c) e (d) condutores de cobre desempapelados. As regiões escuras indicam a presença de sulfeto nas superfícies do cobre e papel [2].	2
Figura 3 – Vista de parte de um condutor cilíndrico de cobre isolado com papel crepado [2].	2
Figura 4 - Representação das estruturas químicas típicas de grupos de moléculas presentes no OMI.	10
Figura 5 – Representação de parte da cadeia macromolecular da celulose, unidade monomérica, e estrutura química do papel.	14
Figura 6 – Esquema da reação química de cianoetilação da celulose para obtenção de papel termoestabilizado.	16
Figura 7 – Representação de algumas estruturas de compostos de enxofre que podem estar presentes no OMI.	20
Figura 8 – Representação da molécula de dissulfeto de dibenzila (DBDS).	21
Figura 9 - Padrão de cores para enxofre corrosivo conforme ASTM D 130.	22
Figura 10 – Mecanismo proposto para formação e migração do sulfeto através das camadas de papel com aplicação de temperatura e tensão elétrica com o tempo.	26
Figura 11 – Configuração para determinação da rigidez dielétrica do papel utilizando eletrodos de latão encapsulados em teflon.	27
Figura 12 – Configuração da célula de ensaio com amostra capacitiva – Corte transversal.	33
Figura 13 – Configuração para determinação da rigidez dielétrica da amostra capacitiva imersa em óleo.	35
Figura 14 - Circuito elétrico da fonte de alta tensão de 12 kV em 60 Hz utilizada para aplicação da tensão de 2 kV nas células de ensaios.	36
Figura 15 – Desenho esquemático da estufa contendo cinco células de ensaio conectadas a fonte de 2 kV.	37

Figura 16 - Desenho esquemático da alimentação da tensão elétrica de 2 kV, do sistema de aquisição de dados e do sistema de segurança das estufas contendo as células de ensaio.....	38
Figura 17 – Desenho esquemático das células de ensaios para a medição das características dielétricas (C e D) em função da frequência através de unidade de aquisição de dados.....	39
Figura 18 - Detalhe da célula de ensaio contendo amostra capacitiva e óleo.	40
Figura 19 – Detalhe do empapelamento do condutor. Observa-se a sobreposição de 50 % do papel e o ângulo de sobreposição de 75°.	41
Figura 20 – Vista do ponto de empapelamento, dos rolos de papéis, e dos tracionadores das tiras de papel.	42
Figura 21 - Soldagem de uma guia ao condutor para ser guiado pela máquina empapeladora.....	42
Figura 22 – Detalhe do empapelamento duplo do condutor.....	43
Figura 23 – Amostra capacitiva medindo 100 mm de comprimento. Vista de frente com fios condutores conectados. Amostra após 32 dias de ensaio.	44
Figura 24 - Coloração típica das lâminas de cobre após serem submetidas ao ensaio de enxofre corrosivo.....	49
Figura 25 – Identificação das camadas de papel de empapelamento das placas de cobre após envelhecimento por 32 dias a 140 °C com tensão de 2 kV.....	53
Figura 26 – Tiras de papel referentes a primeira camada de empapelamento após envelhecimento por 32 dias.....	54
Figura 27 – Face externa das placas de cobre das amostras capacitivas. São mostradas apenas uma das placas de cada amostra.	55
Figura 28 – Face interna das placas de cobre das amostras capacitivas após 32 dias de envelhecimento.....	56
Figura 29 - Curvas de capacitância em função da frequência para tempos de 180s e 380s de secagem em microondas.	59
Figura 30 – Curvas de capacitâncias em função da frequência para tempos de secagem de 8 e 14 minutos em microondas.	60
Figura 31 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 7 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.	65
Figura 32 – Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 7 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.....	65

Figura 33 – Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 8 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.	66
Figura 34 – Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 8 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.	66
Figura 35 – Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 9 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.	67
Figura 36 – Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 9 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.	67
Figura 37 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 10 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.	68
Figura 38 - Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 10 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.	68
Figura 39 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 11 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.	69
Figura 40 - Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 11 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.	69
Figura 41 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 12 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.	70
Figura 42 - Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 12 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.	70
Figura 43 – Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C.	71
Figura 44 - Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV.	71
Figura 45 - Espectro obtido por EDS da superfície terminal estanhada do fio condutor acoplado a amostra capacitiva submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV por 32 dias.....	73
Figura 46 – Fotomicrografias das fibras de papel isolante elétrico novo obtidas por técnica de MEV. Ampliações de 200X e 1.000X.....	73

Figura 47 - Espectros obtidos pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS) da superfície das placas de cobre. (a) para óleo “não corrosivo”; (b) para óleo “corrosivo”.....	74
Figura 48 - Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico com depósito de sulfeto. Amostra de papel da AMC com 32 dias de envelhecimento a 140 °C e 2 kV. Ampliação de 200X.....	75
Figura 49 - Espectro EDS para amostras de papel envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro característico do depósito na camada de papel em contato direto com a superfície de cobre entre as placas.	76
Figura 50 – Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico com depósito de sulfeto. Amostra de papel da AMC após 21 dias de envelhecimento a 140 °C e tensão de 2 kV. Ampliação de 200X.....	76
Figura 51 – Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico da AMC após envelhecimento por 32 dias a 140 °C e 2 kV. Face oposta do depósito da Figura 48 presente na camada em contato direto com superfície entre placas de cobre. Ampliação de 200X.....	77
Figura 52 - Espectro obtido por EDS das amostras de papel envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro típico da face oposta do depósito na camada de papel em contato direto com superfície de cobre entre as placas.....	78
Figura 53 – Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico da AMC após envelhecimento por 32 dias a 140 °C e tensão de 2 kV. Face oposta do depósito presente na camada em contato direto com superfície entre placas de cobre. Ampliação de 200X.....	79
Figura 54 - Espectro obtido por EDS da superfície central do cobre entre as placas, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C por 32 dias.	80
Figura 55 - Espectro obtido por EDS da superfície central do cobre entre as placas, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV por 32 dias.....	80
Figura 56 - Espectro obtido por EDS da superfície externa das placas de cobre, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C por 32 dias.	81
Figura 57 - Espectro obtido por EDS da superfície externa das placas de cobre, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV por 32 dias.....	81

Figura 58 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas por 32 dias a 140 °C. Espectro característico do depósito na camada de papel em contato direto com superfície de cobre entre as placas.	82
Figura 59 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas por 32 dias a 140 °C. Espectro típico da face oposta do depósito na camada de papel em contato direto com superfície de cobre entre as placas.	82
Figura 60 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro típico da primeira tira de empapelamento em contato com cobre referente à segunda camada de papel.....	83
Figura 61 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro típico da última camada de amarração da amostra capacitiva em contato direto com óleo.....	83
Figura 62 - Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C.	87
Figura 63 - Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV.	88
Figura 64 - Curva típica representativa do fator de dissipação com 2 e 32 dias de ensaio determinadas a temperatura de ensaio 140 °C (célula de ensaio submetida somente ao efeito da temperatura).	89

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Especificação técnica ANP para óleo mineral isolante de base naftênica, sem uso [20].	28
Tabela 2 - Propriedades físico-químicas do óleo 10GBA, naftênico.	50
Tabela 3 - Propriedades físico-químicas do óleo ORION II (não corrosivo), naftênico, novo, como recebido.	50
Tabela 4 – Características do óleo das células de ensaio após 32 dias de envelhecimento.	51
Tabela 5 – Avaliação do processo de retirada de umidade e oxigênio dissolvidos no óleo, antes e após borbulhamento de N ₂ .	51
Tabela 6 – Teores de gases dissolvidos em óleo determinados por cromatografia após 32 dias de envelhecimento.	52
Tabela 7 - Teores de DBDS nos óleos das células envelhecidas a 140 °C e 32 dias.	53
Tabela 8 - Propriedades do papel termoestabilizado determinadas para a temperatura de (24 ± 2) °C e umidade relativa de (55 ± 5) %.	56
Tabela 9 – Grau de polimerização médio das amostras de papel, retiradas das AMC, após envelhecimento por 32 dias a 140 °C e tensão de 2 kV.	57
Tabela 10 – Resultados da avaliação do processo de secagem por microondas através da determinação do grau de polimerização.	58
Tabela 11 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) da amostra capacitiva conforme montada sem secagem (original), e com tempos de 180s e 380s de secagem em microondas. Medidas realizadas após 30 minutos em repouso a temperatura ambiente.	58
Tabela 12 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) da amostra capacitiva sem secagem (original), com tempos de 8 e 14 minutos de secagem em microondas.	59
Tabela 13 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) dos corpos de prova, CP2 e CP3 no ar, sem impregnação, após 4h e 68h em repouso.	61
Tabela 14 - Avaliação do equilíbrio de umidade com o tempo, na temperatura ambiente, através dos valores de capacitância (C) e fator de dissipação (D) dos corpos de prova (CP2 e CP3) impregnados em óleo.	61
Tabela 15 – Avaliação teor de umidade do óleo em condições de equilíbrio na célula capacitiva.	62

Tabela 16 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) em função da frequência da amostra capacitiva, imersa em óleo por 24 horas em estufa a 100 °C, após 6 h e 24 h de repouso na temperatura ambiente para resfriamento e equilíbrio de umidade.	62
Tabela 17 – Medições de capacitância, em pF, após tempos de 380, 500 e 740 segundos de secagem. Determinações realizadas variando-se os intervalos em repouso para resfriamento conforme indicativo nas colunas com unidades em minutos (min).	63
Tabela 18 – Variação da capacitância (C) e do fator de dissipação(D) em relação à temperatura (fora do equilíbrio) para o protótipo CP2.	64
Tabela 19 – Resultados da capacitância e fator de dissipação da ponte de medição Wayne Kerr obtidos através da verificação com capacitor padrão.	64
Tabela 20 – Tensão de ruptura dielétrica média das tiras de papel das amostras capacitivas envelhecidas por 32 dias.	85
Tabela 21 – Tensão de ruptura dielétrica das amostras capacitivas imersas no óleo das células a temperatura ambiente após envelhecimento a 140 °C.	86

NOMENCLATURA (SIGLAS E ABREVIATURAS)

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas;
AGD – Análise de gases dissolvidos em óleo mineral isolante por cromatografia gasosa;
AMC – Amostra capacitiva;
ASTM – The American Society for Testing and Materials;
C – Capacitância;
CP – Protótipo de amostra capacitiva (ou corpo-de-prova);
D – Fator de dissipação;
DBDS – Dissulfeto de dibenzila;
DBPC – 2, 6-di-terciário-butil paracresol (dibutil paracresol);
EDS – Espectro de dispersão de energia de raios-X;
F – Farad;
FP – Fator de potência;
GP – Grau de polimerização viscosimétrico médio do papel;
Hz – Hertz;
IEC – International Electrotechnical Commission;
MEV – Microscopia eletrônica de varredura;
NBR – Norma brasileira;
OMI – Óleo mineral isolante;
RD – Rigidez dielétrica;
TI – Tensão interfacial do óleo;
V – Volt.

1 Introdução

A ocorrência recente (a partir de 2005) de falhas sucessivas em reatores e transformadores que utilizam o sistema isolante papel/óleo, levou concessionárias de energia elétrica, fabricantes de transformadores e centros de pesquisas a aprofundarem a investigação de sua causa. Foi diagnosticado que alguns tipos de óleos minerais isolantes que passaram a ser utilizados a partir de 1998 produzem, com o passar do tempo de operação, um sulfeto de cobre que se deposita sobre o condutor de cobre e no papel isolante das bobinas dos equipamentos, conforme mostrados nas Figuras 1, 2 e 3, levando à falha dos mesmos. Este sulfeto de cobre tem sido chamado pelo setor de energia elétrica de “enxofre corrosivo”.

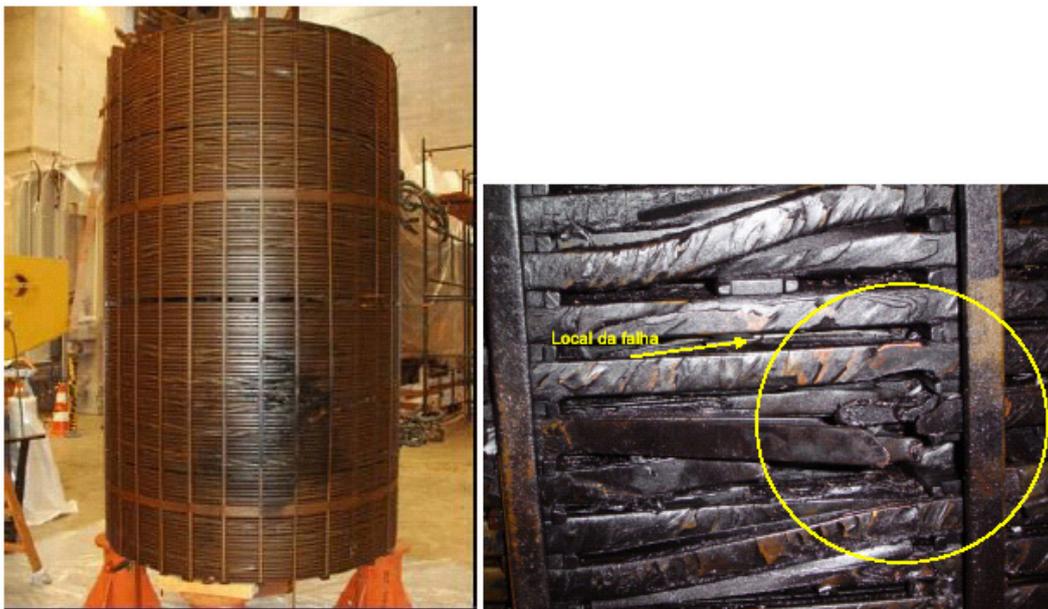


Figura 1 – Bobina de um reator falhado na Subestação Lageado com deposição de sulfeto de cobre [1].

Os transformadores de potência e reatores que utilizam o sistema isolante papel/óleo são peças vitais em Sistemas Elétricos de Potência (geração, transmissão e distribuição de energia elétrica). Suas falhas, que têm ocorrido de forma catastrófica, causam um impacto relevante, tanto na segurança operativa e confiabilidade, como no fornecimento de energia e custos envolvidos, como será visto no item 3.1.

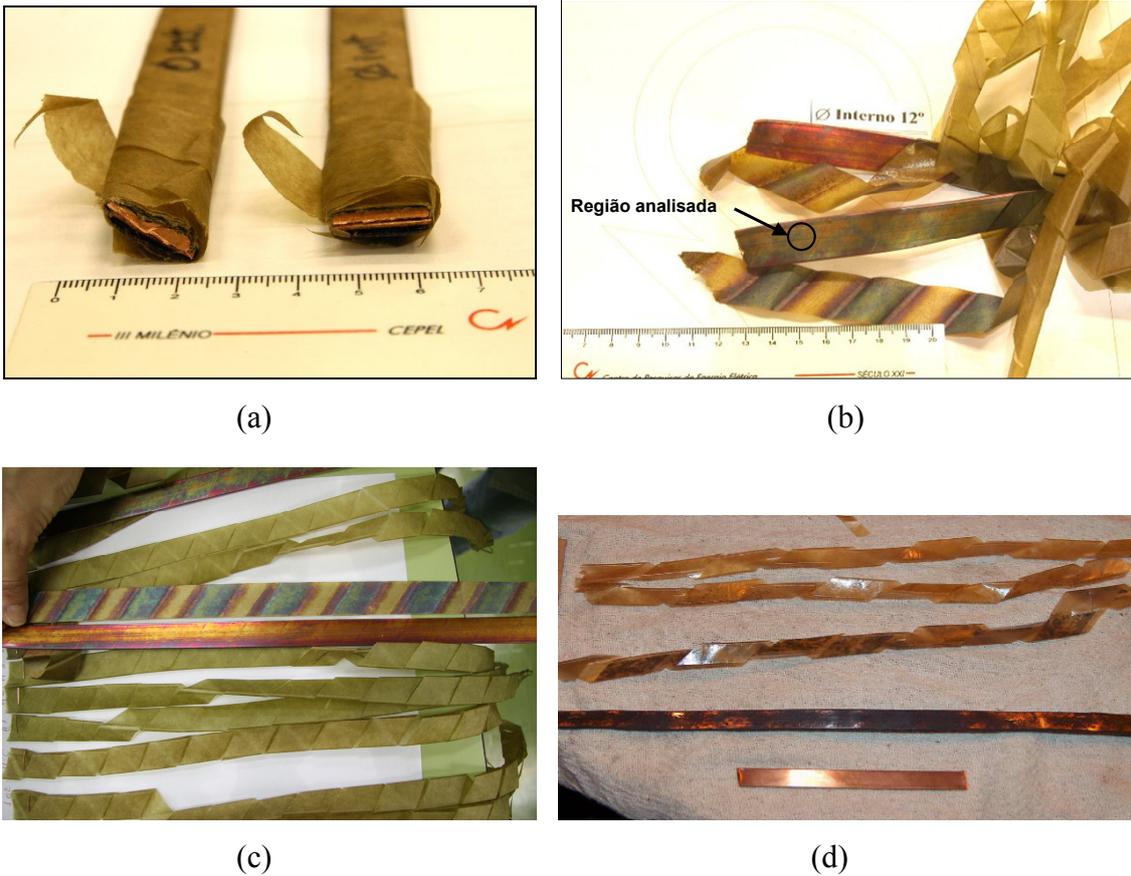


Figura 2 – Detalhe da deposição de sulfeto de cobre em condutor de cobre e no papel. Amostras retiradas de transformador que falhou devido aos efeitos do “enxofre corrosivo”. (a) parte condutor empapelado retirado da bobina; (b) início desempapelamento dos condutores; (c) e (d) condutores de cobre desempapelados. As regiões escuras indicam a presença de sulfeto nas superfícies do cobre e papel [2].

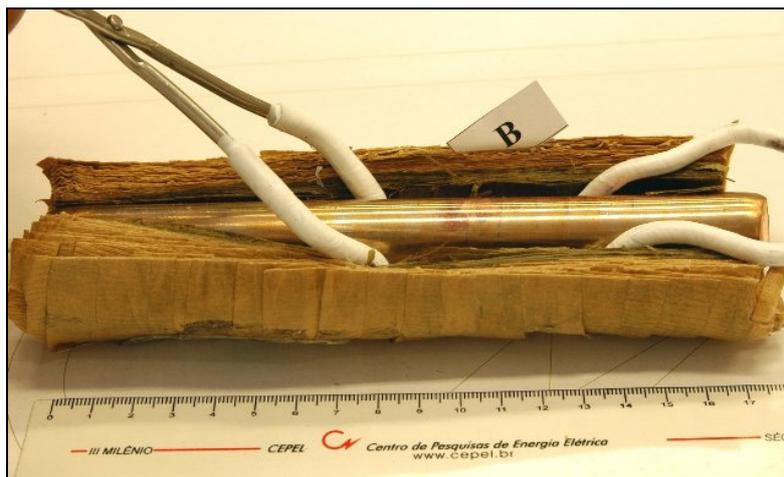


Figura 3 – Vista de parte de um condutor cilíndrico de cobre isolado com papel crepado [2].

As técnicas tradicionais de acompanhamento da condição de operação de equipamentos elétricos (ensaios físico-químicos e determinação dos teores de gases

dissolvidos no óleo) não são capazes de identificar o grau de deposição do sulfeto nas bobinas, nem o grau de comprometimento da isolação e assim fornecer indicativo da possibilidade de ocorrer uma falha.

Em 2006 confirmou-se que as principais e relevantes fontes de enxofre corrosivo nos óleos minerais isolantes são provenientes da decomposição térmica do dissulfeto de dibenzila (DBDS) presente em algumas marcas de óleos minerais isolantes [3]. Após detecção do problema, novos equipamentos elétricos estão sendo preenchidos com óleos novos sem esta característica corrosiva. Entretanto, o problema permanece para os equipamentos fabricados até meados de 2006, que foram preenchidos com óleo com características corrosivas, sendo necessário acompanhamento especial destas unidades [3].

Na revisão bibliográfica é feita uma breve descrição do sistema elétrico brasileiro, das características construtivas e importância dos reatores e transformadores. São descritos os materiais envolvidos no problema (óleo mineral isolante, cobre e papel). Por fim, aborda-se o problema do enxofre corrosivo, as ações que vêm sendo tomadas pelo setor elétrico, e possíveis soluções.

Neste estudo procura-se entender melhor os mecanismos de formação, migração e deposição dos compostos de “enxofre corrosivo”, através de simulação em laboratório do efeito conjunto da temperatura e tensão elétrica na formação e migração do sulfeto de cobre pelas camadas de papel, utilizando-se células de ensaio especialmente projetadas para este fim e amostras capacitivas fabricadas especialmente para as pesquisas.

2 Objetivos

O objetivo da presente dissertação é desenvolver uma metodologia para avaliação do efeito conjunto da temperatura e campo elétrico na formação, deposição e migração do sulfeto de cobre através das camadas de papel isolante utilizadas nas bobinas de equipamentos elétricos. Será avaliado se a temperatura e o campo elétrico aceleram este processo, promovendo o envelhecimento precoce de transformadores e reatores com risco de comprometer o fornecimento de energia elétrica.

Serão conduzidas em laboratório, sob condições controladas, a aplicação de esforços elétricos em conjunto com temperatura no sistema cobre/papel/óleo. Serão

avaliados os efeitos do par temperatura/campo elétrico na formação, deposição e migração do sulfeto de cobre. Com estas simulações pretende-se obter os perfis de deposição de “enxofre corrosivo” e compará-los com os observados em condições reais de operação [2]. Lembrando que o mecanismo de degradação da celulose por si só é complexo e, como será visto na revisão bibliográfica, depende das condições operacionais a que ela é submetida, principalmente da temperatura, e presença de oxigênio, agentes oxidantes, umidade e produtos de degradação do óleo e contaminantes.

3 Revisão Bibliográfica

3.1 Sistema Elétrico Brasileiro - Confiabilidade

A dependência crescente da sociedade na utilização de energia elétrica, exige adoção de políticas voltadas à possibilidade de obter das instalações existentes o máximo rendimento, aumentando sua eficiência, confiabilidade, garantindo sua disponibilidade e estendendo sua vida útil além dos períodos inicialmente previstos.

A confiabilidade de um sistema de suprimento de energia elétrica tem reflexos econômicos e sociais na região suprida e, no caso do Brasil, estes reflexos abrangem todo país devido às características de interligação do sistema elétrico brasileiro.

Com a reestruturação do setor de energia elétrica ocorreram alterações significativas nos projetos conceituais de instalações, com o objetivo de minimizar a indisponibilidade de equipamentos. Um exemplo desta tendência é a utilização de técnicas de intervenção em equipamentos energizados, cuja aplicação, em função dos custos envolvidos, era antes restrita a determinadas situações em que a disponibilidade do fornecimento de energia era afetada. Neste contexto, a análise dos modos de falha, as técnicas de avaliação do estado da isolação sem intervenção e de detecção de falhas incipientes assumem um papel mais amplo e relevante na filosofia de manutenção. Dentre os aspectos a serem supervisionados, a condição do isolamento de equipamentos ocupa um lugar de destaque. Nunca esquecendo que a segurança das pessoas é o aspecto preponderante, embora o impacto econômico não seja desprezível, inclusive pela propagação dos danos a equipamentos próximos [4].

Algumas características relevantes do Sistema Elétrico Brasileiro são a geração de origem predominantemente hidráulica, a geração longe dos centros de carga (linhas de transmissão extensas) e interligações entre bacias hidrográficas e entre regiões.

As principais conseqüências para o sistema, devido à presença de enxofre na forma corrosiva em óleos minerais isolantes são: redução da confiabilidade devido à interrupção do sistema; possibilidade de ocorrência de *black-outs* quando da ocorrência de falhas em reatores e transformadores; maior demora na recomposição do sistema elétrico após perturbações, inclusive com a eventual impossibilidade de religamento de algumas linhas; redução da capacidade de transporte de algumas linhas; comprometimento da otimização energética.

Para as concessionárias de energia elétrica algumas das conseqüências são os custos não previstos (serviços extraordinários de manutenção, ensaios, etc.), exposição a multas e penalidades decorrentes da não prestação de serviços adequados, ressarcimento de eventuais danos para os consumidores finais, reações desfavoráveis da opinião pública e elevados custos financeiros e judiciais [5].

Devido às conseqüências mencionadas e outros fatores faz-se necessária a redução do número de interrupções dos sistemas elétricos.

O risco da presença de “enxofre corrosivo” determina um impacto na segurança a nível nacional, relevante em termos de políticas de responsabilidades de terceiros, políticas de instalações, políticas de garantia de abastecimento e políticas quanto a falhas em equipamentos (diretas para perda do ativo e indiretas para perda de produção e penalidades), além dos danos secundários.

3.2 Transformadores e reatores

Conforme a norma IEC 60076 [6] o transformador é definido como sendo “um equipamento estático, que por indução eletromagnética, transforma tensão e corrente alternadas entre dois ou mais enrolamentos, na mesma freqüência, usualmente em valores diferentes de tensão e corrente”.

O sistema de isolamento de um equipamento elétrico convencional consiste de uma isolamento líquida e uma isolamento sólida. O papel e o óleo, além de serem os isolantes mais baratos, constituem a melhor associação custo/benefício que se conhece.

Com o passar dos anos, tanto as tecnologias de fabricação de transformadores como sua tensão elétrica e condições operacionais têm sido progressivamente modificadas, com uma redução considerável do volume de óleo utilizado por tonelada de papel, passando em linhas gerais de 2 MVA/t em 1955 para 20 MVA/t no ano

2000 [7], chegando a algumas dezenas de toneladas de papel e 100 toneladas de óleo por equipamento.

Os transformadores e reatores são máquinas elétricas estáticas constituídos por diversos componentes básicos, do ponto de vista do material [8].

Nos transformadores, a passagem da corrente elétrica pelas espiras de material condutor da bobina primária induz um campo eletromagnético no núcleo de aço silício, que por sua vez, induz uma corrente elétrica na bobina do secundário. A relação de transformação obtida será função do número de espiras existentes em cada bobina. A resistência elétrica dos condutores das bobinas causa, quando da passagem da corrente, o seu aquecimento. O calor gerado irá causar a degradação térmica do material isolante e, portanto, quanto mais eficientemente o calor for removido, maior será a vida útil do sistema. Assim, uma das funções dos líquidos isolantes é a refrigeração das espiras de material condutor (bobinas). Além disso, observa-se que quanto melhores forem às características dielétricas do fluido utilizado, mais econômico poderá ser o projeto do sistema pela redução da quantidade do isolante sólido e pela diminuição das distâncias entre espiras, entre bobinas e núcleo, e entre estes e as partes aterradas.

Quando um ciclo de carga é aplicado ao transformador de potência, as temperaturas do topo do óleo mineral isolante e do ponto mais quente do enrolamento crescem e decrescem exponencialmente. O acréscimo e decréscimo da temperatura do óleo e do enrolamento dependem de vários fatores, tais como: corrente aplicada ao enrolamento; temperatura ambiente; características de projeto; elevação de temperatura do ponto mais quente acima do ambiente; elevação de temperatura do topo do óleo em relação ao ambiente; relação entre perda no cobre e perdas no ferro; classe limite de elevação de temperatura (55 ou 65 °C) [9] [10]; tipo do sistema de resfriamento [11]; e do programa de manutenção no sentido de manter o bom desempenho dos sistemas de resfriamentos e boas características do óleo isolante.

Além destes fatores, a elevação da corrente de carga em um transformador provoca o aumento proporcional da intensidade de campo magnético interno a ele associado, acarretando a elevação das correntes induzidas em estruturas metálicas internas que causam elevações locais excessivas de temperatura e, conseqüentemente, deterioração do material isolante (celulose e líquido dielétrico) em contato com estas partes quentes.

Dada a relevância dos transformadores de potência na cadeia de geração, transmissão e distribuição de energia até o consumidor final, gerenciar sua operação é

uma tarefa vital, seja para as concessionárias de energia elétrica, seja para a indústria. Além das conseqüências desastrosas que a falha de um transformador traz, pela perda do equipamento e dos danos às instalações em que se encontra, o alto custo associado faz com que a ocorrência de paradas não programadas seja cada vez menos admitida, como já comentado no item 3.1. Deve-se, portanto, fazer o máximo possível para conhecer sua condição operativa, bem como o estado em que se encontra, em termos de manutenção.

Atualmente, a necessidade de obtenção do máximo retorno do investimento tem feito com que a expectativa de vida dos transformadores em operação cresça a cada ano, muitas das vezes, exigindo que os mesmos operem em sobrecarga. O ciclo de vida de reatores e transformadores normalmente é de 25 a 40 anos, dependendo das condições de carga, operação, manutenção, etc.

O envelhecimento de equipamentos elétricos não pode ser qualificado apenas pelo seu tempo de vida ou de operação, mas também pelos esforços elétricos (sobrecargas) a que foram submetidos em toda a sua vida útil.

Também pode existir deterioração anormal (envelhecimento acelerado), devido à escolha inadequada ou qualidade deficiente do material empregado, que deve possuir propriedades consistentes com as condições de serviço. O comprometimento da vida útil dos equipamentos elétricos depende da qualidade dos materiais dielétricos utilizados durante o processo de fabricação e das mudanças nas condições de serviço para fora dos limites da normalidade que levam a degradação acelerada dos materiais construtivos, verificadas pela alteração de algumas propriedades físico-químicas.

A forma de estocagem dos materiais isolantes, os processos de secagem durante a produção e a preservação da parte ativa durante armazenagem e transporte devem ser adequados e controlados para não causar envelhecimento precoce.

O aumento da suscetibilidade do transformador ocorre naturalmente no decorrer de sua operação, em função de diversos fatores de envelhecimento natural, mas pode acelerar-se sob a influência de agentes tais como oxigênio (ar), umidade, temperatura, contaminação, e esforços elétricos ou mecânicos. Uma falha ocorre quando, para um ou mais destes parâmetros, a sua suportabilidade é excedida em função de algum estresse operativo.

Os esforços dielétricos sofridos por transientes possuem natureza predominantemente aleatória. Por outro lado, quando os esforços dielétricos são

devidamente quantificados e associados à vida útil do equipamento, fornecem informações importantes sobre as condições em que uma falha pode ocorrer.

Assim, são vários os fatores que podem promover o envelhecimento de transformadores, atuando diretamente na velocidade de envelhecimento, acelerando a degradação física e química dos materiais. O envelhecimento é um processo contínuo que pode ter sua velocidade aumentada ou diminuída através do controle de algumas destas variáveis. A degradação do sistema isolante é o que determina o fim de vida de um transformador. Desta forma, o papel por ser um material não renovável, diferentemente do óleo, deve ter sua condição operativa prioritariamente preservada [12].

3.3 Óleo mineral isolante (OMI)

Os óleos minerais isolantes, usados desde 1890 em equipamentos elétricos, desempenham um papel importante na operação e manutenção dos transformadores e reatores. Seu estado pode ser acompanhado por meio de análises físico-químicas e de ensaios elétricos, devendo estar em conformidade com as normas e especificações (NBR 10576 [13], IEC 60296 [14] e IEC 60422 [15]).

A função do líquido isolante é garantir a operação adequada dos equipamentos elétricos atuando como agente de transferência de calor (refrigeração dos enrolamentos), isolamento elétrico e proteção do papel, sendo necessário um acompanhamento rotineiro e periódico da sua condição. Como os transformadores e reatores são máquinas “seladas” que são abertas raramente para inspeção interna, e o óleo entra em contato com todos os materiais, ele traz informações dos diversos materiais construtivos, sendo um indicador do estado geral dos mesmos e da condição de operação dos equipamentos. É possível a identificação de defeitos incipientes, antes da ocorrência de uma falha, podendo-se retirá-los de operação para manutenção, em momento oportuno, evitando-se assim um dano maior. A avaliação do óleo traz informações até mesmo na investigação pós-falha, ou após o fim da vida útil.

A deterioração do OMI pode ocorrer por diversas razões, externas e internas, devido ao próprio processo de obtenção do óleo, ao contato com outros componentes (particularmente metálicos) e com elementos resultantes do ambiente em que o óleo vai operar (elastômeros, tintas, papel), e pelas condições de uso e solicitações dos equipamentos. De todos estes, resultam produtos líquidos, sólidos (borra) e gasosos, que

diminuem a capacidade isolante do óleo, e que precisam ser eliminados por processo de regeneração [19] a uma condição que permita a sua reutilização.

Durante o período de operação, equipamentos elétricos são submetidos à ação de diversos agentes, tais como: temperatura, umidade, oxigênio, e outros agentes catalisadores de envelhecimento. Esta ação dá origem a reações químicas de degradação térmica e oxidação do OMI e do papel isolante elétrico, que se processam via radicais livres, produzindo diversos compostos de elevada polaridade, que são indesejáveis ao bom funcionamento do transformador.

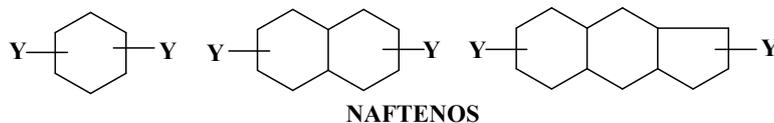
Os óleos minerais isolantes usados em equipamentos elétricos são obtidos por processos de refino e extração adequados, a partir de determinadas frações de petróleo cru. Independentemente de sua origem, naftênica ou parafínica, os óleos minerais isolantes são misturas de moléculas de hidrocarbonetos naftênicos, parafínicos e aromáticos, e de alguns compostos que contêm enxofre na sua composição (com ou sem adição de aditivos específicos). Suas características [14] [20] [21] variam conforme sua procedência e tecnologia empregada na sua produção. A Figura 4 mostra algumas estruturas químicas típicas presentes no óleo mineral isolante. Tendo em vista a presença de um elevado número de componentes em diferentes quantidades em sua composição, a caracterização de um óleo mineral para utilização como isolante não é feita pela composição da mistura do mesmo, mas por uma série de parâmetros físico-químicos que são afetados por sua composição e que apresentam reflexos em sua utilização. Assim, o estabelecimento de limites para estes parâmetros [20] tem como objetivo alcançar uma uniformidade de comportamento como isolante e referências de qualidade para sua utilização.

No mercado brasileiro, encontram-se dois tipos de óleos isolantes minerais classificados como naftênicos (óleo tipo “A”) e parafínicos (óleo tipo “B”). Esta classificação diz respeito ao petróleo básico do qual foi refinado. Para fins de manutenção e operação convencional em transformadores, pode-se considerar igualmente os dois tipos, sem necessidade de diferenciação.

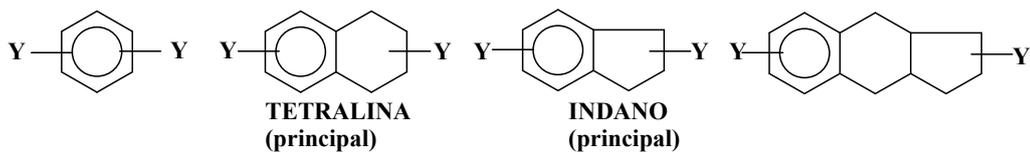
FÓRMULA ESTRUTURAL DOS COMPOSTOS

HIDROCARBONETOS

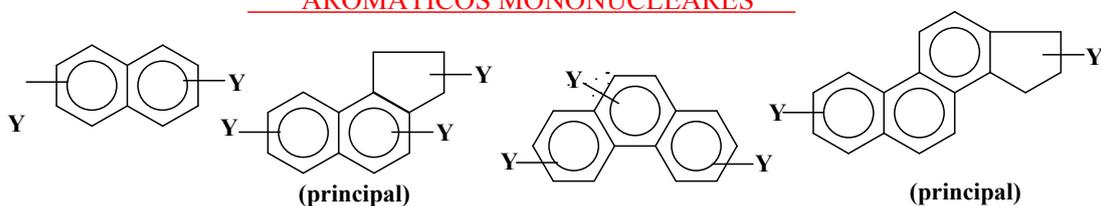
R—R
PARAFINAS
(principalmente
isoparafinas)



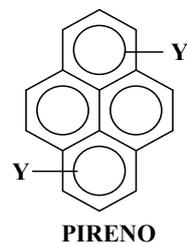
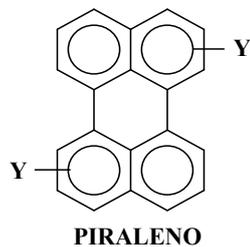
SATURADOS



AROMÁTICOS MONONUCLEARES



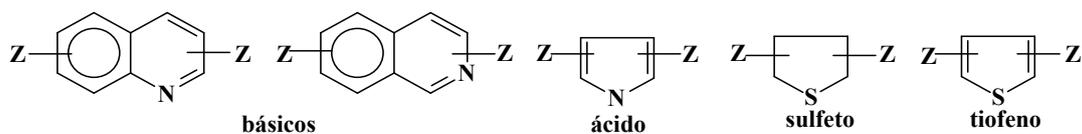
AROMÁTICOS BINUCLEARES



AROMÁTICOS TRINUCLEARES

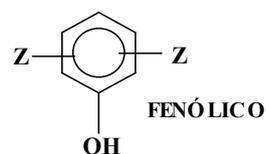
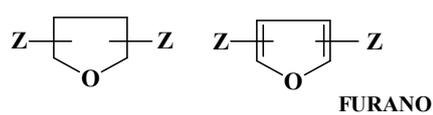
AROMÁTICOS TETRANUCLEARES (pequena quantidade)

OUTROS COMPOSTOS



COMPOSTOS DE NITROGÊNIO

COMPOSTOS DE ENXOFRE



COMPOSTOS DE OXIGÊNIO

Figura 4 - Representação das estruturas químicas típicas de grupos de moléculas presentes no OMI.

Existe relação entre as concentrações de diversas espécies químicas, com grau de refino do óleo, estabilidade à oxidação, acidez, rigidez dielétrica sob condições de impulso e tendência a evolução de gases (“*gassing*”), entre outras. Um dos objetivos do refinador do óleo é chegar a um ponto ótimo entre as propriedades químicas, físicas e elétricas, atendendo especificações técnicas [20] através de um balanço adequado [3]. Não é fácil reunir todas as características desejáveis em um só produto, sendo necessário encontrar soluções de compromisso.

3.4 Papel isolante elétrico

3.4.1 O papel no transformador

A celulose, sob a forma de papel ou papelão isolante elétrico, tem sido largamente utilizada, a nível mundial, nos transformadores, reatores, capacitores e outros equipamentos elétricos e acessórios (reguladores de tensão, buchas e cabos, por exemplo). A maioria dos materiais isolantes sólidos utilizados em transformadores é fabricada a partir da celulose.

A utilização de papel isolante na indústria elétrica tem como motivação a disponibilidade de amplas faixas de características físicas, boas propriedades elétricas e mecânicas, quando imerso no óleo ou não, fácil obtenção e um custo viável.

O papel é um produto de grande flexibilidade: pode ser obtido em espessuras variadas, ser usado em peças de pequeno diâmetro ou de ângulos de pequeno valor, tem preço baixo e estabilidade térmica em torno dos 105 °C. Sua função, no transformador, mais especificamente no enrolamento, é isolar eletricamente os condutores (fios) que fazem parte do circuito interno do equipamento, através da sobreposição de várias tiras de papel conforme visto na Figura 3.

Embora o envelhecimento dos equipamentos elétricos seja caracterizado tanto pela degradação do papel como do óleo isolante, devido às características construtivas destes equipamentos, o papel é sem dúvida, o que determina o fim-de-vida, pois constitui o isolante primário do sistema e é de difícil substituição. É um material cujas propriedades não se renovam, e pode-se afirmar que a degradação do mesmo implica em comprometimento do equipamento, uma vez que o processo envolvido na reação é irreversível, afetando diretamente a vida do transformador. Apesar de existirem algumas técnicas não invasivas, como a determinação de compostos de furanos [22] presentes no óleo, ainda é pouco o conhecimento que se tem do estágio de degradação da isolação sólida (papel) nos equipamentos elétricos em operação.

A qualidade do papel isolante é extremamente importante. Um aumento em qualidade resulta em um decréscimo correspondente na quantidade de camadas requerida, para uma dada aplicação. Em muitos tipos de equipamentos, a economia do espaço ocupado pelo papel isolante possibilita uma economia posterior em tamanho, peso e custo.

Para um funcionamento satisfatório dos equipamentos elétricos, é necessário que o papel tenha e mantenha uma ótima resistência mecânica. Quando em operação, o transformador ou reator é submetido a solicitações elétricas, a esforços mecânicos em função de curtos-circuitos na rede elétrica e a outros tipos de esforços mecânicos devido à expansão e contração normal dos componentes. Se a resistência mecânica do papel for insuficiente, devido ao envelhecimento em serviço, o papel se rompe e pode causar falha elétrica no equipamento. A norma NBR 15013 é uma das que contém especificações para as propriedades de papéis isolantes novos [23].

O dimensionamento dos isolamentos é feito considerando determinadas condições de trabalho, tais como faixa de temperatura de operação, máxima tensão contínua de trabalho, máxima tensão de impulso atmosférico suportável e ciclo de trabalho estimado.

3.4.2 Fabricação do papel isolante elétrico

O papel é fabricado a partir de fibras de celulose vegetal, dispersas em água (pasta celulósica) e drenadas para formar uma folha. A coesão das fibras umas às outras, quando a folha é seca, é quase que exclusivamente uma propriedade das fibras de celulose. A fonte principal de fibras de celulose é a madeira, dos mais diferentes tipos, e a preparação da polpa de madeira, usada para fazer o papel, é um processo que remove a maioria dos outros constituintes da planta natural (lignina, hemiceluloses, etc.), para liberar as fibras de celulose (processo “Kraft”). A lignina, que é um polímero aromático complexo encontrado na faixa de 25 % em peso, é um elemento que confere firmeza e solidez ao conjunto de fibras celulósicas da madeira [24]. As pentoses (hemiceluloses) são polissacarídeos ligados à celulose através de ligações de hidrogênio.

A resistência de uma folha seca de papel depende de muitos fatores, mas os mais significantes são as características e a resistência das próprias fibras e as forças secundárias, tais como ligações de hidrogênio e ligações de *Van der Waals*, entre as moléculas de celulose.

Existem vários métodos para a preparação de pastas celulósicas, desde os puramente mecânicos até os processos químicos (sulfato e sulfito), havendo diversas variações entre eles [24].

A seleção de cada processo depende exclusivamente do tipo de aplicação final do papel. No caso do papel isolante elétrico, emprega-se o processo “Kraft” ou sulfato [24] [25]. Neste processo, a madeira sob forma de cavacos é digerida sob pressão, com solução alcalina de sulfeto de sódio e hidróxido de sódio, e, posteriormente, neutralizada com sulfato de sódio. É um processo químico para dissolver a lignina e outras impurezas, preservando a resistência da fibra [24] [25]. Após tratamento a composição química do papel situa-se na faixa de 89 % de celulose, 7 a 8 % de pentoses e 3 a 4 % de lignina.

Devido às características dielétricas exigidas do papel isolante elétrico, este é fabricado com celulose “Kraft” natural isenta de metais e outros materiais condutores de eletricidade. A água para sua fabricação tem que ser isenta de sais minerais, e por isto o papel não é submetido ao processo de branqueamento. O papel assim obtido caracteriza-se por apresentar elevada resistência mecânica e elétrica.

Em função do número variado de papéis isolantes disponíveis no mercado, a caracterização dos mesmos torna-se fundamental para os usuários, tanto no aspecto de verificação de sua qualidade inicial, como no de comparação de desempenho frente ao envelhecimento térmico em óleo mineral isolante.

A Figura 5 ilustra parte da cadeia macromolecular da celulose indicando a unidade monomérica [26]. O tamanho das moléculas de celulose é medido pelo grau de polimerização viscosimétrico médio do papel (GP) [27], ou seja, é a média do número de unidades de glicose (anidroglicose) pelo número de moléculas de celulose.

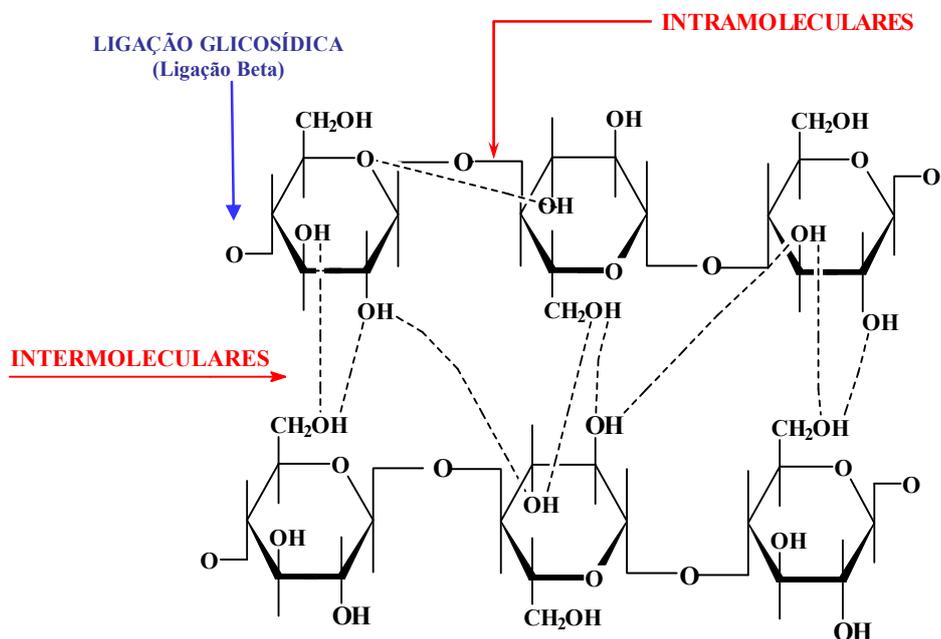
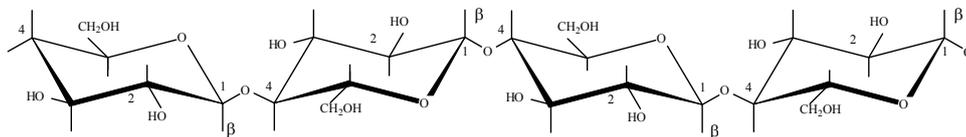
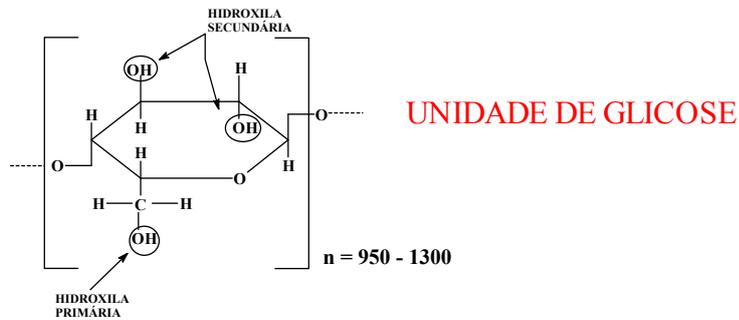
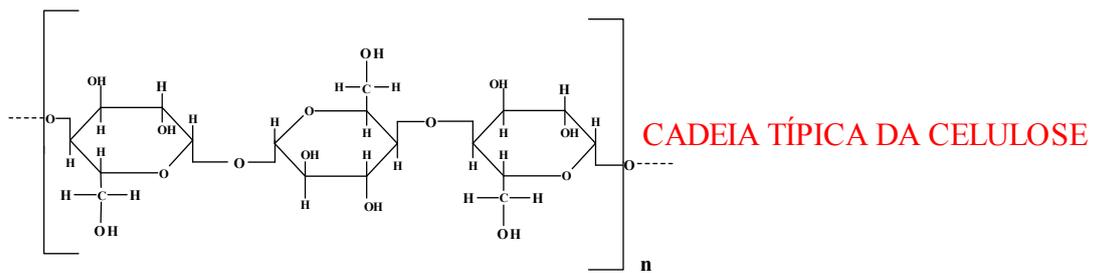


Figura 5 – Representação de parte da cadeia macromolecular da celulose, unidade monomérica, e estrutura química do papel.

Os papéis isolantes utilizados em equipamentos elétricos podem ser do tipo Kraft convencional ou termoestabilizado. O papel do tipo termoestabilizado é um papel cuja celulose sofre um processo de tratamento especial, que fornece uma vantagem térmica em relação à celulose do papel do tipo Kraft comum, melhorando o desempenho frente ao envelhecimento térmico e, conseqüentemente, aumentando a expectativa de vida do equipamento. Em alguns processos, desenvolvidos para melhorar a resistência do papel à degradação ou estabilizá-lo, a polpa é modificada quimicamente, convertendo-se alguns radicais instáveis em grupos mais estáveis, mas outros processos mais simples envolvem a adição de estabilizantes.

Os papéis termoestabilizados são utilizados há aproximadamente 50 anos. Seu uso permitiu um aumento na temperatura média de operação do enrolamento de transformadores de 55 °C para 65 °C. Dois processos básicos foram desenvolvidos para termoestabilizar o papel. Um deles é a cianoetilação ou acetilação que consiste em substituir os grupos hidroxilas menos estáveis da molécula de celulose. Isto reduz a quantidade de água formada durante o envelhecimento, aumentando a vida do papel. A celulose reage com a nitrila acrílica obtendo-se uma celulose cianoetilada parcialmente contendo cerca de 2,6 % de nitrogênio [28]. Este processo caiu em desuso devido a problemas ambientais. O processo mais utilizado atualmente, consiste em adicionar produtos químicos estabilizantes à polpa da madeira no processo de fabricação do papel. Os compostos mais usados são a dicianodiamida, uréia, melanina, policrilamida, entre outros produtos de substituição. A adição de estabilizadores tem o objetivo de evitar a reação do papel com os produtos de envelhecimento [29]. A Figura 6 ilustra a estrutura química típica e processo de obtenção do papel termoestabilizado por cianoetilação.

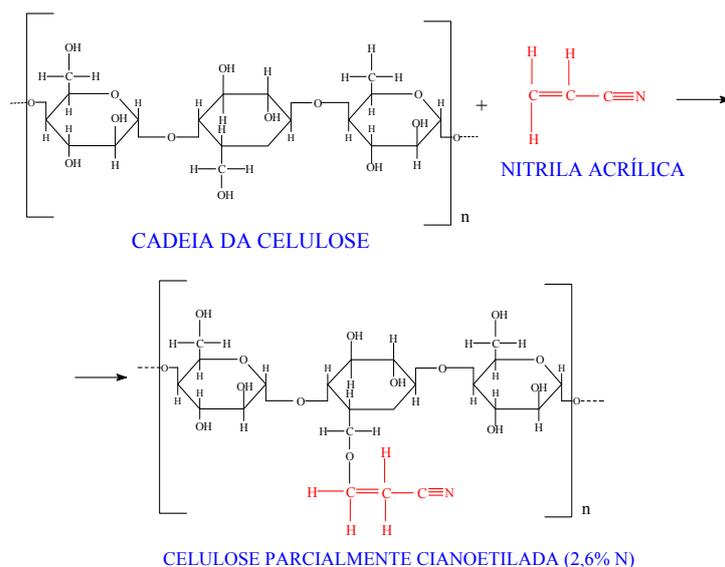


Figura 6 – Esquema da reação química de cianoetilação da celulose para obtenção de papel termoestabilizado.

3.4.3 Degradação do papel isolante elétrico

Em uma análise inicial, podem ser identificadas três etapas distintas de envelhecimento do papel:

- Envelhecimento em fábrica, durante o processo de fabricação dos equipamentos elétricos. Durante o processo de secagem há condições favoráveis à degradação do papel devido à utilização de estufas para remoção de umidade da parte ativa (bobinas). Cuidados devem ser tomados nesta etapa através do controle de algumas variáveis (temperatura, presença de oxigênio, nível de vácuo, umidade elevada, tempo de secagem) que são responsáveis pela aceleração do envelhecimento;
- Envelhecimento durante estocagem;
- Envelhecimento durante a operação do equipamento.

Alguns dos produtos da degradação, assim como a umidade e o aquecimento, podem ter seus efeitos ampliados pela aplicação de um campo elétrico. Os métodos de avaliação da degradação podem medir diretamente características intrínsecas do isolamento, produtos de sua degradação, ou ainda seus efeitos em parâmetros físicos ou químicos. Os principais métodos utilizados nas concessionárias do setor de energia elétrica são a análise de gases dissolvidos no óleo [16], ensaios físico-químicos do óleo [5], e medição de descargas parciais e fator de dissipação nos isolamentos. Existe uma

tendência de que estas medições sejam realizadas de forma contínua com o equipamento em operação [4].

O maior problema do papel está em sua elevada higroscopicidade, o que condiciona seu uso na eletrotécnica a uma impregnação adequada com óleos ou resinas. Essa elevada higroscopicidade é consequência da disposição irregular e cruzada das fibras, deixando grande número de aberturas ou interstícios no seu interior, que na impregnação, são ocupados por isolante adequado. Geralmente, apenas 40 % do volume do papel são de fibras, o restante são espaços livres.

O mecanismo de degradação da celulose depende das condições operacionais a que ela está sujeita. A degradação ocorre por cisão da ligação entre duas unidades de anidroglicose, e origina moléculas com grau de polimerização menor, afetando, portanto, as propriedades que dependem do comprimento da cadeia molecular da celulose, como a resistência mecânica do papel. Entretanto, existem três principais agentes que promovem e aceleram a degradação: temperatura elevada, oxigênio (agentes oxidantes) e umidade. Em síntese, para prolongar a vida útil do material isolante e, por conseguinte, do transformador, tem-se que buscar meios de minimizar a contribuição desses três agentes [12]. A seguir breve descrição do que leva a ocorrência destes agentes:

- Degradação térmica (devido à temperatura elevada de operação dos equipamentos elétricos) - A exposição da celulose a uma temperatura de até 200 °C, na ausência de umidade e agentes oxidantes, promove a quebra das ligações glicosídicas e a abertura dos anéis de glicose. Os produtos de decomposição são principalmente água e óxidos de carbono, além de ácidos orgânicos [25].
- Degradação oxidativa (devido à presença de oxigênio e agentes oxidantes como peróxidos e ácidos) - A celulose é altamente suscetível à oxidação. Em geral, os grupos hidroxila são oxidados a grupos carbonilas (aldeídicos) e grupos carboxilas (ácidos). Estes, por sua vez, enfraquecem as ligações glicosídicas, promovendo outras reações secundárias com rompimento da cadeia e formação de água [25].
- Degradação hidrolítica - Na presença de água ou ácidos, a ligação glicosídica é rompida, produzindo glicose livre [25]. A umidade é o agente mais significativo para degradar o papel e não se tem como evitá-la já que estará

sempre presente no sistema. Ela ocorre mesmo quando o papel está sujeito apenas às degradações térmicas e/ou oxidativas.

É importante ressaltar que os três tipos de degradação descritos não ocorrem isoladamente. O rompimento da cadeia produz glicose livre, que apresenta baixa solubilidade no óleo, e que se degrada pela influência da umidade e ácidos. Como consequência desta quebra das ligações, dá-se a liberação de certa quantidade de água, a produção de subprodutos da glicose, denominados compostos furanóicos [22] solúveis no óleo, com diminuição da resistência mecânica do papel isolante [30].

Vários fatores e características, que vão desde as fases de projeto, fabricação, ensaios de fábrica, transporte, armazenamento, montagem, operação e manutenção, podem contribuir para acelerar ou minimizar os efeitos da umidade, temperatura e teor de oxigênio na degradação do papel. A redução do efeito destes três agentes acarreta, além do aumento da vida útil do equipamento elétrico, redução dos riscos de falhas, menor tempo de manutenção para secagem e tratamento do óleo mineral isolante, minimizando assim o tempo de indisponibilidade para operação e os custos de manutenção.

A contribuição do teor de umidade e do oxigênio na aceleração do envelhecimento da celulose está fortemente ligada ao projeto do sistema de preservação (sílica gel, bolsa e membrana de borracha) e às condições de manutenção do equipamento. Já o envelhecimento pela elevação da temperatura está diretamente associado ao ciclo de carregamento do transformador e do projeto do sistema de resfriamento (convecção natural ou bombas de circulação forçada de óleo, radiadores, ventiladores, etc.).

A elevação da temperatura provoca danos irreparáveis no isolamento do equipamento elétrico, tendo em vista o caráter irreversível das reações químicas ocorridas. Estas reações vão degradar as características físicas do papel isolante (propriedades mecânicas), diminuindo o tempo de vida útil do transformador. O efeito pode ser determinado através da medição do grau de polimerização (GP) do papel [26]. Estudos publicados consideram para o papel novo, como referência para o grau de polimerização, valores maiores que 1.000 [9] [31] chegando a 1.400 unidades monoméricas. Quando o grau de polimerização se aproxima de 150 o transformador é considerado em final de vida útil [9] [31].

Os efeitos da temperatura de operação na isolamento, ao longo do tempo, podem ser medidos de várias maneiras. A Norma Brasileira NBR 5416 [9] segue uma adaptação

da “teoria de Arrhenius”, segundo a qual o logaritmo da vida da isolação é uma função do inverso da temperatura absoluta.

3.5 Compostos de enxofre com características corrosivas presentes no OMI

O termo “enxofre corrosivo” designa quais os compostos de enxofre presentes no OMI que são corrosivos sob as condições normais de temperatura de operação de equipamentos elétricos. O termo também é utilizado pelo setor de energia elétrica para designar o depósito de sulfeto de cobre sobre o condutor de cobre e do papel.

O dissulfeto de dibenzila (DBDS) até 1998 não era encontrado nos óleos minerais isolantes comercializados conforme descrito no item 1.

A presença do enxofre no OMI é originária do cru de petróleo, que pode conter porcentagens pequenas de enxofre na cadeia de compostos orgânicos e enxofre livre. O processo de refino determina as características químicas do óleo isolante. O teor de enxofre no OMI diminuiu drasticamente nos últimos anos. Após refino, a concentração de enxofre presente nos óleos minerais isolantes, dependendo do petróleo de origem e do processo e grau de refino, situa-se atualmente na faixa de 0,005 a 0,1 % m/m [32]. Na década de 50/60 estes teores encontravam-se na faixa de 0,8 a 1,5 % m/m. Mercaptanas, enxofre livre, sulfitos (ou tio-éteres), dissulfitos, tiofenos são alguns dos compostos organossulfurados presentes no óleo cujas estruturas químicas estão mostradas na Figura 7. Alguns destes compostos são estáveis e outros são reativos favorecendo a formação do enxofre na forma corrosiva. Mercaptanas e tiois são compostos reativos, pois nestas formas o átomo de enxofre está relativamente livre para se ligar a outros compostos presentes no meio.

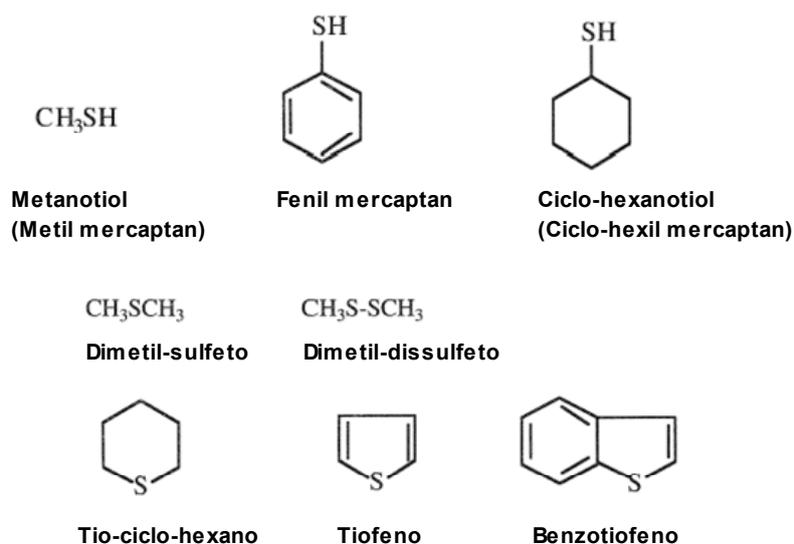


Figura 7 – Representação de algumas estruturas de compostos de enxofre que podem estar presentes no OMI.

Cabe lembrar que nem todos os compostos de enxofre são prejudiciais ao desempenho do óleo. Por exemplo, os tiofenos melhoram a estabilidade à oxidação dos óleos. Porém, alguns destes compostos sulfurados presentes no OMI, submetidos a temperaturas elevadas podem sofrer reações químicas, transformando-se em compostos nocivos. Um dos objetivos dos processos de refino existentes é remover os compostos corrosivos ou convertê-los em compostos mais estáveis, mantendo ao máximo os compostos que aumentem a resistência à oxidação. Em certas condições de uso é possível uma transformação de compostos contendo enxofre na forma “não corrosiva” para forma “corrosiva”.

As falhas nos equipamentos elétricos devidas ao “enxofre corrosivo” são normalmente de natureza elétrica. A presença de sulfeto de cobre (Figuras 1 e 2), um semicondutor, nas superfícies dos condutores e papéis, tem levado a diminuição da integridade do papel isolante, levando a falhas de curto-circuito, acompanhadas às vezes de deformação da bobina, com perda total do transformador ou reator.

O “enxofre corrosivo” presente em óleos minerais isolantes representa um perigo sério para o bom funcionamento dos equipamentos elétricos imersos em óleos usados para geração, transporte, distribuição e utilização de eletricidade. O enxofre ativo pode servir como catalisador do processo de envelhecimento do óleo com formação de colóides, acelerar a formação/crescimento de filmes e aquecimento dos

contatos elétricos, propiciar a degradação das vedações de borracha, formar compostos condutores de cobre-enxofre nas bobinas e, como consequência, falha da isolamento.

Um transformador com papel termoestabilizado pode atingir temperatura do ponto quente de 10 a 12 °C mais alta que um transformador tradicional (isolado com papel Kraft convencional) devido a maiores solicitações elétricas que este equipamento é submetido. Nessas condições a escolha de um óleo com alta estabilidade a oxidação é recomendada. A presença de enxofre corrosivo, neste caso, ainda é mais drástica já que a temperatura de operação é maior, aumentando muito a velocidade de formação de sulfetos de cobre.

O mecanismo da formação de depósitos de sulfetos no condutor e migração para o papel, bem como a forma como leva a falha dos equipamentos são pouco conhecidos. Atualmente o principal composto sulfurado contaminador (aditivo que é fonte de enxofre) do óleo é o dissulfeto de dibenzila (DBDS) [7] [33], em concentrações encontradas em óleos de equipamentos em operação de algumas dezenas de mg/kg até valores em torno de 300 mg/kg [3] . Este composto está presente em alguns tipos de óleos no mercado brasileiro e mundial. A Figura 8 ilustra a molécula de DBDS, cujas propriedades são descritas na referência [33] .

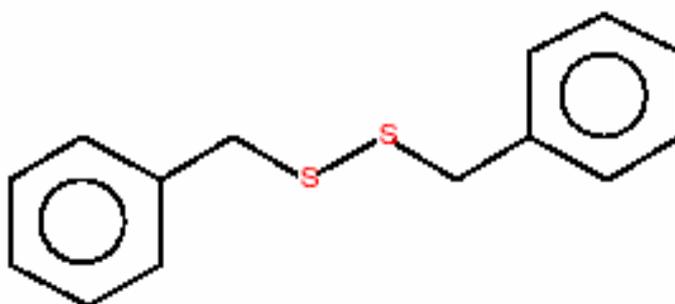


Figura 8 – Representação da molécula de dissulfeto de dibenzila (DBDS).

Existem alguns métodos de ensaios qualitativos (do tipo passa não passa) para detectar a presença de enxofre na forma corrosiva em óleos minerais isolantes. Os métodos utilizados atualmente no Brasil são os métodos da NBR 10505 [34] e da ASTM D 1275 B [35]. Estes métodos foram desenvolvidos para detectar a presença ou a tendência de óleos minerais isolantes de formarem enxofre livre (elementar) e compostos de “enxofre corrosivo”, através da colocação de lâminas de cobre em contato com o óleo a ser avaliado, nas condições descritas (150 °C por 48 horas). Após o

término do ensaio, realizam-se inspeções visuais das lâminas observando possíveis alterações de sua coloração. De forma resumida, seu escurecimento indica que o óleo é “corrosivo”, indicando formação de sulfeto de cobre. A Figura 9 mostra um dos padrões de cores utilizados, referente à norma ASTM D 130 [36], até a revisão da norma em 2006 para determinação de enxofre corrosivo.

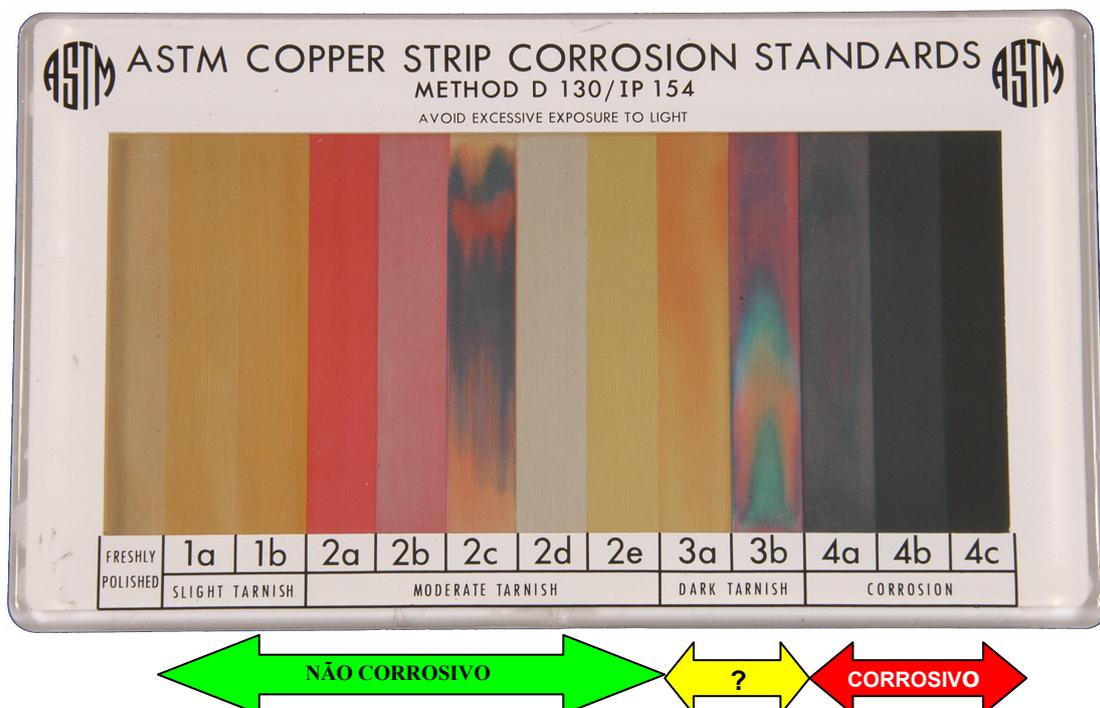


Figura 9 - Padrão de cores para enxofre corrosivo conforme ASTM D 130.

Os métodos de ensaio NBR 10505 e ASTM D 1275, para identificação de óleos com características corrosivas foram revisados em 2006. As condições de ensaios passaram a ser mais severas, passando de 19 horas de ensaio a 140 °C, para 48 horas a 150 °C [34] [35]. Além de condições de ensaio mais severas (temperatura e duração), borbulha-se nitrogênio a vazão e tempo maiores, para garantir um baixo teor de oxigênio no óleo a ser ensaiado. A entrada accidental ou presença de oxigênio a níveis de alguns milhares de mg/kg pode levar a um resultado do tipo “falso não-corrosivo”, pois não ocorrerá deposição de sulfeto na lâmina de cobre.

A análise dos depósitos sobre a superfície da lâmina de cobre e do papel por MEV-EDS confirma a presença de enxofre e cobre nos casos positivos (óleos corrosivos), e ausência de enxofre nos espectros destes materiais referentes aos óleos não corrosivos, ou devido à presença de oxigênio em níveis altos dissolvidos no OMI que mascaram os resultados.

Existem, no momento, basicamente três maneiras do setor de energia elétrica enfrentar o problema do óleo com características corrosivas, porém estas formas de abordar o problema estão sendo estudadas profundamente, necessitando também de avaliações técnico/econômicos em cada situação. Dentre elas temos a passivação, solução provisória, que consiste na adição de aditivo passivador derivado do tolutriazol (comercializado pela Ciba como Irgamet 39[®]), a níveis de 100 mg/kg [38] [39], que interrompe o processo de deposição de sulfeto (“enxofre corrosivo”) no condutor de cobre e papel. Porém ainda não se sabe por quanto tempo esta solução se mostrará eficaz. Além disso, é importante salientar que a passivação não elimina o possível dano já causado ao equipamento (depósito de sulfeto), e por quanto tempo protegerá o cobre e o papel. Um aditivo passivador não elimina compostos de “enxofre corrosivo” como os aditivos antioxidantes do tipo dissulfeto de dibenzila (DBDS) que ainda permanecem ativos e altamente corrosivos para o cobre, não conseguindo eliminar o risco devido ao “enxofre corrosivo”. Após a passivação do OMI de equipamentos em operação, se faz necessário o acompanhamento periódico, para se avaliar o consumo e eficiência deste passivador com o tempo e definir novas passivações.

Outra opção é a troca do óleo com características corrosivas por um que não se mostre corrosivo segundo o método NBR 10505 [34] ou ASTM D 1275 B [35]. Esta solução também não elimina o possível dano já causado no equipamento, porém, elimina o processo de deposição de compostos de “enxofre corrosivo” já que não mais existe a fonte de compostos de enxofre com características corrosivas. É importante ressaltar que esta alternativa necessita da retirada de operação do equipamento, para efetuar a troca do óleo de uma forma criteriosa. É necessário definir qual percentual, inferior a 10 % m/m, de óleo residual com característica corrosiva pode continuar no equipamento sem comprometimento da parte ativa.

Existe a opção de remoção do DBDS através de tratamento do OMI com adsorventes seletivos[19]. Este procedimento elimina o caráter corrosivo do óleo, mas não elimina os possíveis danos causados a parte ativa como nas técnicas descritas anteriormente.

Por fim, tem-se a alternativa de restauração ou troca da parte ativa do equipamento, com a utilização de um óleo que não se mostre corrosivo segundo o método NBR 10505 [34] ou ASTM D 1275 B [35]. Esta solução é a única que elimina os danos já causados pelo óleo com característica corrosiva. Porém, esta opção

se mostra pouco viável por se tratar de uma solução onerosa e demorada devido à necessidade de se fabricar uma nova bobina.

Em geral, compostos à base de enxofre contidos em um óleo obtido por um processo convencional, podem atuar como inibidores naturais de oxidação. Eventualmente, inibidores de oxidação à base de enxofre (a exemplo do dissulfeto de dibenzila) são sintetizados e posteriormente adicionados a alguns produtos. Este tipo de aditivo é muito utilizado em óleos lubrificantes, uma vez que possui duas atuações: auxiliam na inibição da oxidação e sua degradação produz compostos com características de extrema-pressão, através da reação do enxofre com o ferro, reduzindo o atrito e o desgaste. O emprego desses aditivos, a princípio, não é recomendado em sistemas que contenham metais à base de cobre, devido a seu elevado potencial corrosivo, o que é o caso de transformadores e reatores.

Os processos modernos de produção de óleos isolantes originam produtos com baixos teores de enxofre (eventualmente isentos de enxofre), sendo que estes compostos são quimicamente mais estáveis, possuindo um potencial corrosivo desprezível. Se por um lado esses produtos não possuem inibidores naturais de oxidação, por outro, possuem uma excepcional resposta a uma correta aditivação (inibidores fenólicos, tais como o 2, 6-di-terciário-butil paracresol, DBPC), dando origem a produtos de excelentes desempenhos, tanto do ponto de vista de sua estabilidade quanto pelas suas propriedades dielétricas.

A ação agressiva dos compostos de “enxofre corrosivo”, no caso o DBDS, presentes no óleo sobre a superfície do cobre e do papel, até o momento tem se mostrado de duas formas. A primeira, em cobre nu, com formação de sulfetos de cobre que, quando em quantidade, podem soltar-se da superfície, formando partículas condutivas dispersas no óleo, podendo vir a desencadear uma descarga elétrica. No segundo caso, temos os condutores empapelados, onde o sulfeto de cobre (parcialmente condutivo) acumula-se nos papéis isolantes até o ponto em que as propriedades dielétricas do papel ficam comprometidas podendo ocorrer descargas elétricas entre espiras. Em equipamentos sinistrados observa-se uma maior deposição de sulfeto nos pontos mais quentes das bobinas e nas camadas internas de papel, isto é, próximas ao condutor.

A taxa de formação e deposição de sulfeto nos condutores de cobre e no papel está diretamente relacionada à temperatura, que é o principal agente catalisador. O

processo de “corrosão” é profundamente influenciado pelos perfis de carga e de distribuição de temperatura do equipamento elétrico.

A presença de DBDS em concentrações que tornam o óleo corrosivo, tem sido a principal e, basicamente, a única fonte de “enxofre corrosivo” detectada nos óleos utilizados nos últimos anos.

4 Materiais e Métodos

Neste capítulo serão descritos os materiais e métodos utilizados na fabricação do sistema capacitivo bem como as técnicas de caracterização que foram utilizadas nas investigações. Todos os ensaios foram realizados nos laboratórios do CEPEL a exceção do teor de DBDS que foi realizado no laboratório da ELETRONORTE - Belém - PA.

Devido às dificuldades encontradas no mercado para obtenção de segmentos de bobinas, utilizadas na fabricação de transformadores, foi necessário definir e selecionar individualmente os materiais que compõem as bobinas e empapelar o condutor de cobre em uma máquina específica para esta finalidade chamada empapeladora (ver item 4.6).

O mecanismo proposto nesta dissertação foi baseado na formação e migração do sulfeto de cobre sob efeito de temperatura e tensão elétrica, e nas avaliações dos depósitos formados.

Foi conduzida em laboratório, sob condições controladas, a aplicação de esforços elétricos em conjunto com temperatura no sistema cobre/papel/óleo das amostras capacitivas imersas em óleo com característica corrosiva. Foram avaliados os efeitos do par temperatura/campo elétrico na formação, deposição e migração do sulfeto de cobre. Com estas simulações procurou-se obter os perfis de deposição de “enxofre na forma corrosiva” e compará-los com os observados em condições reais de operação conforme amostras obtidas de um equipamento retirado de serviço para manutenção devido à falha descrito na referência [2]. A Figura 10 ilustra o comportamento esperado. O acompanhamento do envelhecimento foi realizado através da avaliação de parâmetros químicos, físicos e elétricos.

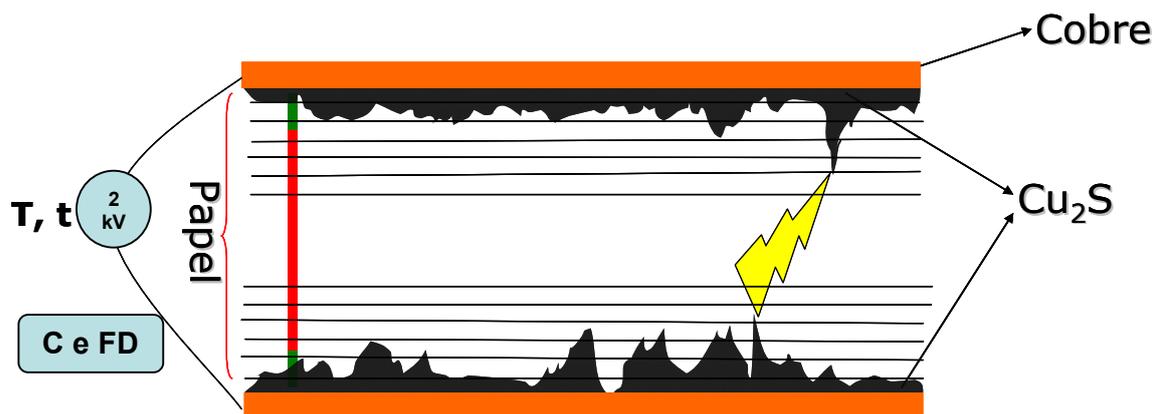


Figura 10 – Mecanismo proposto para formação e migração do sulfeto através das camadas de papel com aplicação de temperatura e tensão elétrica com o tempo.

4.1 Papel

O papel Kraft termoestabilizado novo foi o material escolhido para empapelamento dos condutores e estudo da migração dos compostos de enxofre. Este papel importado, fabricado pela Weidmann, é de uso corrente pelos fabricantes de transformadores e reatores de potência. Equipamentos que falharam devido à presença de enxofre corrosivo utilizavam papéis termoestabilizados ou convencionais.

4.1.1 Caracterização

A caracterização do papel termoestabilizado foi realizada através da determinação do teor de nitrogênio presente nas fibras. Esta determinação foi realizada pelo método de Kjeldahl [40].

Este ensaio é baseado na decomposição do papel através da digestão da amostra com ácido sulfúrico concentrado e aquecimento. O nitrogênio presente na solução ácida resultante é determinado por destilação por arraste de vapor, seguida de titulação com ácido diluído.

O método de Kjeldahl utilizado compreendia a etapa de digestão da amostra de papel para conversão do nitrogênio orgânico a íon amônio ($N-NH_4^+$) seguido da determinação do teor de $N-NH_4^+$ após destilação com álcali.

Nota: A resistência à tração não pôde ser determinada no papel das amostras capacitivas devido à presença de vincos que reduzem drasticamente o valor desta propriedade mecânica. Esta propriedade mecânica pôde ser acompanhada indiretamente pelo grau de polimerização.

4.1.2 Tensão de ruptura dielétrica

A determinação da tensão de ruptura dielétrica do papel isolante retirado das amostras capacitivas, foi realizada de acordo com a NBR 7559 [41], utilizando-se o método de ensaio de tempo curto, com taxa de elevação da tensão de 50 V/s até a perfuração da amostra. Os ensaios foram realizados na temperatura de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ e umidade relativa de $(55 \pm 5) \%$. Com a formação do enxofre corrosivo e contaminação do papel isolante tem-se uma redução nesta característica dielétrica.

A Figura 11 mostra a configuração dos eletrodos de latão, encapsulados em teflon, para determinação da rigidez dielétrica do papel.



Figura 11 – Configuração para determinação da rigidez dielétrica do papel utilizando eletrodos de latão encapsulados em teflon.

A espessura do papel isolante elétrico foi determinada de acordo com a norma NBR NM-ISO-534 [42].

4.1.3 Grau de polimerização

O papel é constituído de celulose que se apresenta sob a forma de longas cadeias de anéis de glicose. Cada fibra de celulose do papel é composta de um grupo de moléculas de glicose de diversos tamanhos dispostas lado a lado. A maneira para se determinar o tamanho médio das cadeias de celulose é através da medição do seu grau de polimerização (GP). Este ensaio determina o “número médio dos anéis de glicose” da molécula de celulose, através da medição da viscosidade da solução de uma amostra de papel dissolvida em solvente específico (etilenodiamina cúprica – ácido furóico). A determinação do GP foi realizada de acordo com a norma NBR 8148 [27].

4.2 Óleo mineral isolante

Os óleos utilizados nesta dissertação são de base naftênica, sem uso, para utilização em transformadores, conforme regulamento da Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) [20]. A Tabela 1 apresenta algumas das propriedades físico-químicas especificadas para OMI. Lembrando que óleos para utilização em equipamentos elétricos não podem apresentar característica corrosiva.

Tabela 1 – Especificação técnica ANP para óleo mineral isolante de base naftênica, sem uso [20].

Ensaio	Método	Resultado
Tensão interfacial (mN/m)	NBR 6234	40 mN/m (min.)
Índice de neutralização	NBR 14248	0,03 mgKOH/g (máx.)
Teor de água	NBR 10710	35 mg/kg (máx.)
Rigidez dielétrica (eletrodo de disco)	NBR 6869	30 kV/mm (min.)
Rigidez dielétrica (eletrodo de calota)	IEC 60156	42 kV/mm (min.)
Fator de perdas dielétricas a 25°C	NBR 12133	0,05 % (máx.)
Fator de perdas dielétricas a 100°C	NBR 12133	0, 50 % (máx.)
Cor	NBR 14483	1,0 (max.)
Densidade a 20/4 °C	NBR 7148	0,861 a 0,900
Teor de DBPC	NBR 12134 A	0,33 %massa (máx.)
Enxofre corrosivo	NBR 10505	Não corrosivo

4.2.1 Óleo mineral isolante com característica corrosiva

Foi selecionado no mercado o óleo 10GBA de base naftênica, fabricado pela Nynas, com característica corrosiva, como fonte de enxofre corrosivo. Sua corrosividade deve-se à presença do DBDS [7]. A escolha foi feita levando-se em conta principalmente seu envolvimento nas falhas relatadas em artigos técnicos disponíveis na literatura [2] envolvendo seu uso.

Para esta dissertação determinou-se as seguintes propriedades do óleo 10GBA: Tensão interfacial [44], índice de neutralização [45], teor de água [46], rigidez dielétrica [43], fator de perdas dielétricas [47], densidade [48], teor de DBPC [49], cor ASTM [50], teor de passivador [39], e enxofre corrosivo [34].

4.2.2 Óleo mineral isolante sem característica corrosiva

Dentre os óleos disponíveis no mercado, sem característica corrosiva e sem presença de compostos organossulfurados (DBDS), selecionou-se o óleo Orion II fabricado pela empresa Nynas. Determinou-se as propriedades físico-químicas relevantes deste óleo.

Este óleo foi utilizado nos ensaios preliminares de avaliação da eficiência do processo de secagem do óleo conforme item 4.11 e equilíbrio de umidade com os protótipos de amostras capacitivas (item 4.8).

4.2.3 Dibutil paracresol (DBPC)

Devido à temperatura e duração dos ensaios de envelhecimento comprometerem a estabilidade a oxidação dos óleos utilizados (não inibidos), foi utilizado o 2, 6-terciário-butil paracresol (inibidor fenólico de oxidação) na concentração máxima de 0,33 % m/m em óleo, conforme especificação do regulamento da Agência Nacional de Petróleo [20].

A preparação do óleo com 0,30 % m/m de DBPC consistiu na adição proporcional de 2,4 g de DBPC para cada litro de óleo e agitação constante por 24 horas para dissolução.

O teor de DBPC foi determinado em um espectrofotômetro de infravermelho com transformada de Fourier modelo 1750 da Perkin Elmer, na região de 3700 cm^{-1} . O método determina a quantidade de fenóis (O-H) presente na amostra de óleo comparada com óleo base.

4.2.4 Cromatografia em fase gasosa

Para determinação dos teores de gases dissolvidos no óleo mineral isolante utilizou-se a técnica “Determinação dos teores de gases dissolvidos em óleos minerais por cromatografia em fase gasosa” conforme NBR 7070 [16]. O princípio do método é baseado na extração dos gases dissolvidos no óleo e injeção em um cromatógrafo.

As análises foram realizadas em um cromatógrafo gasoso, marca Thermo Scientific, modelo Trace GC Ultra, equipado com colunas porapak-N e peneira

molecular 5 Å, e detectores de ionização de chama e condutividade térmica, utilizando argônio como gás de arraste.

4.2.5 Rigidez dielétrica do óleo

Rigidez dielétrica do óleo mineral isolante é o valor da tensão senoidal na qual ocorre a descarga disruptiva na camada de óleo situada entre dois eletrodos e em condições definidas (espaçamento e configuração de eletrodos, taxa de elevação de tensão, etc.). A rigidez dielétrica foi determinada através de um equipamento da marca BAUR, modelo DTA, configurado com eletrodos de disco conforme NBR 6869 [43].

4.2.6 Corrosividade do óleo

A corrosividade de um óleo é determinada através de métodos de ensaios qualitativos conforme normas ABNT NBR 10505 [34] e ASTM D 1275 [35] entre outras, e de acordo com as especificações.

Na prática, as cores das lâminas em alguns casos são de difícil interpretação, dando resultados “não conclusivos” ou “falsos negativos”, pelas orientações descritas nas normas técnicas de ensaio. Para facilitar a interpretação das cores optou-se por utilizar uma câmara Color-Chex com luz de espectro solar diurno fabricada pela Atlas Electric Devices Company-USA.

Para casos duvidosos e de difícil interpretação utilizou-se recursos da técnica de análise por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X acoplada à microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS) descrita no item 4.3, para identificar presença de enxofre nos depósitos sobre a placa de cobre.

4.2.7 Teor de DBDS

A determinação do teor de DBDS nas amostras de óleos minerais isolantes foi realizada através da utilização da técnica de GC-MS (cromatógrafo a gás, Varian CP-3800, acoplado a espectrômetro de massas, Varian Saturn 2000 GC-MS-MS). Foram realizadas extrações líquido-líquido através de solvente orgânico para remoção do DBDS do óleo mineral isolante, em seguida injetado diretamente no GC-MS.

O método para determinação do teor de DBDS em óleos está em fase de discussão e elaboração pelo COBEI/ABNT.

Os ensaios foram realizados no laboratório da ELETRONORTE – Belém – PA.

4.2.8 Teor de umidade do óleo

O teor de água no óleo foi determinado por Karl Fischer coulométrico de acordo com método de ensaio NBR 10710 [46].

O método para determinação do teor de água em líquidos isolantes elétricos, utiliza reagente Karl Fischer gerado por coulometria através de titulação automática.

O princípio do método envolve essencialmente a reação da água presente no óleo com iodo, dióxido de enxofre, uma base orgânica e um álcool em solvente orgânico.

As amostras de óleo para determinação da umidade das células de ensaio foram retiradas com seringas de vidro.

4.2.9 Teor de enxofre total

A determinação do teor de enxofre total no óleo mineral isolante e no papel foi realizada por via instrumental utilizando o equipamento LECO S-144DR, onde se realiza a combustão da amostra com detecção dos gases produzidos por infravermelho [51]. Esta técnica foi utilizada para quantificar o teor total de enxofre presente no óleo, e como técnica auxiliar para confirmar a presença de enxofre nos depósitos sobre a superfície do papel.

A determinação do teor de enxofre na lâmina de cobre foi realizada no equipamento LECO, CS-300 e HF 300. Este equipamento é utilizado para determinação de carbono e enxofre contido em metais, cerâmicas e outros materiais inorgânicos. A maioria dos metais e suas ligas fundem em presença de oxigênio quando submetido a uma temperatura alta.

Fundiu-se uma quantidade predeterminada de cobre contendo depósito de sulfeto no forno de indução de alta frequência (HF-300), sendo o enxofre convertido em dióxido de enxofre (SO₂) e medido por absorção infravermelha.

4.3 Análise por MEV-EDS

Foi realizada a análise química semi-quantitativa da superfície das placas de cobre das unidades capacitivas e do papel utilizando-se microscópio eletrônico de varredura Zeiss, modelo LEO 940A, com fonte de elétrons de filamento de tungstênio e microsonda acoplada com análise de energia dispersiva (EDS).

Para evitar evaporação do óleo na câmara de vácuo do MEV, o óleo impregnante do papel foi extraído por imersões sucessivas em heptano e clorofórmio, e a evaporação

dos solventes foi realizada em estufa a 90 °C por 10 minutos. No caso do cobre, sua superfície também foi lavada por imersão nos mesmos solventes. Esta lavagem das superfícies do papel e do cobre remove o óleo e possíveis depósitos de borra que tenham se formado. A borra, se presente, apresenta cor escura, a qual mascara a interpretação visual dos resultados de enxofre corrosivo.

Após remoção do óleo impregnante com solventes, as amostras de papel foram submetidas a tratamento de recobrimento superficial com carbono utilizando técnica de *sputtering* em um metalizador do tipo *sputter coater*, modelo Polaron SC500. Avaliou-se as duas faces das amostras de papel.

A técnica de microscopia tem por objetivo observar se os depósitos presentes nas superfícies do cobre e do papel são depósitos que possuem enxofre e/ou cobre na sua composição.

4.4 Fabricação e caracterização do sistema capacitivo

Para investigação do possível mecanismo de formação de sulfeto de cobre, sua deposição no cobre e no papel, e migração entre as camadas de papel, foram preparados os protótipos, CP1 e CP2, de amostras capacitivas a partir dos condutores empapelados, numa configuração semelhante àquela encontrada nos transformadores de potência, resultando num pequeno capacitor.

Convencionou-se chamar de “amostra capacitiva” (AMC) o capacitor formado por duas placas planas de cobre, empapeladas individualmente com quatro camadas de papel, sendo este conjunto, alinhado e emparelhado, empapelado face a face também com quatro camadas de papel medindo 100 milímetros de comprimento preparada conforme item 4.7.

“Célula de ensaio” é a célula de vidro especialmente confeccionada para esta finalidade conforme item 4.5 contendo a “amostra capacitiva” imersa em óleo corrosivo e as respectivas conexões elétricas com o exterior da célula.

A Figura 12 mostra a configuração da amostra capacitiva constituída por duas placas de cobre nus isolados em papel Kraft, e a célula de ensaio, constituída por um recipiente de vidro pirex, contendo óleo mineral isolante impregnando a amostra capacitiva, e os eletrodos terminais para conexão com a fonte de alta tensão.

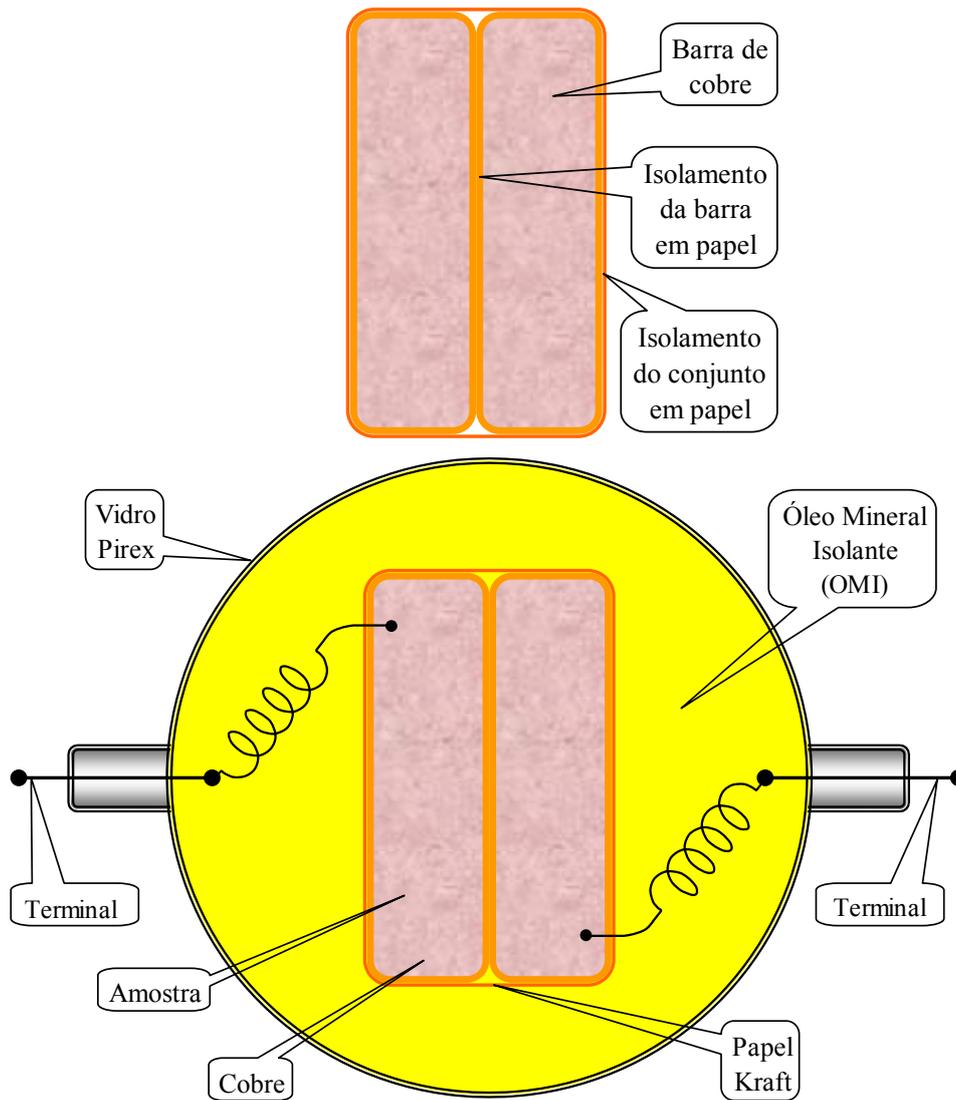


Figura 12 – Configuração da célula de ensaio com amostra capacitiva – Corte transversal.

4.4.1 Fita laminada de cobre eletrolítico

O condutor de cobre eletrolítico foi adquirido na forma de fita laminada com 18,85 mm de largura e 1,50 mm de espessura. A largura especificada para o condutor tem o objetivo de obter sensibilidade adequada nas medições elétricas. A largura e espessura eram compatíveis com a máquina empapeladora e não causavam dificuldades para o empapelamento duplo e rebobinamento do condutor conforme veremos no item 4.6. A seção reta do condutor é próxima a de um caso de falha avaliado conforme referência [2] e semelhante às utilizadas em alguns projetos de fabricação de transformadores e reatores.

4.4.2 Fios condutores para conexões elétricas das amostras capacitivas

Para as conexões das amostras capacitivas com os terminais da célula (Figura 12), e da célula com a fonte de tensão elétrica, utilizou-se fios de cobre esmaltados, disponíveis no mercado.

Selecionou-se fios condutores esmaltados para contato elétrico dentro das células de ensaio com a finalidade de evitar consumo de compostos a base de enxofre fora das amostras capacitivas devido à sua deposição nestes fios. Esta deposição alteraria a relação área superficial de cobre da amostra capacitiva com o teor de enxofre presente no óleo.

A utilização de fios de cobre esmaltados dentro das estufas, para contato elétrico dos terminais da célula de ensaio com fonte de alta tensão e aterramento, visou o isolamento elétrico, apresentando ótima estabilidade térmica às temperaturas de ensaio, além da praticidade de manuseio.

Utilizou-se fios de cobre esmaltados de 0,75 mm para realização dos contatos elétricos dentro das células de ensaio. Para contatos elétricos da célula de ensaio com fonte de tensão e aterramento, dentro das estufas, utilizou-se fios de 1,2 mm de diâmetro.

4.4.3 Tensão de ruptura dielétrica das amostras capacitivas

A tensão de ruptura dielétrica das amostras capacitivas imersas em óleo (ver item 4.7) foi determinada no equipamento de rigidez dielétrica descrito no item 4.2.5 acoplado-se conexões elétricas externas entre os terminais da célula de ensaio ao equipamento de rigidez dielétrica. A taxa de elevação de tensão elétrica aplicada foi de 0,5 kV/s.

Este ensaio foi realizado a temperatura ambiente após término do envelhecimento por 32 dias a 140 °C e 2 kV conforme Figura 13.



Figura 13 – Configuração para determinação da rigidez dielétrica da amostra capacitiva imersa em óleo.

4.4.4 Capacitância (C) e fator de dissipação (D) das amostras capacitivas

Utilizou-se uma ponte de capacitância Wayne Kerr - 3245 para determinação da capacitância e fator de dissipação em função da frequência das amostras capacitivas (tanto no ar, quanto imersas em óleo nas células de ensaio). As determinações de C e D foram realizadas na tensão de 5 Vac.

As medições de C e D foram realizadas na faixa de frequência de 100 Hz a 100 kHz por não se conhecer o comportamento elétrico dos depósitos devido ao enxofre corrosivo a partir de sua formação, e seu efeito na possível migração entre camadas de papel.

Para verificação da ponte de capacitância utilizou-se capacitor padrão a ar, fabricado pela General Radio Company, modelo 1403-A, 1000 pF \pm 0,1 %, 700 V max. Peak.

4.4.5 Aplicação de tensão elétrica durante envelhecimento térmico

O envelhecimento acelerado das amostras capacitivas, nas células de ensaio, foi conduzido em estufas com circulação forçada de ar à temperatura de $(140 \pm 2) ^\circ\text{C}$, monitoradas continuamente durante ensaio.

As amostras capacitivas de papel-óleo foram submetidas à tensão elétrica senoidal de 2 kV, na frequência de 60 Hz. Para isto, adaptou-se e calibrou-se uma fonte de alta tensão, de até 12 kV, para aplicação da tensão de ensaio de 2 kV.

Para conexão das células de ensaio à fonte de alta tensão utilizou-se cabo especial de cobre niquelado, bitola 14 AWG, com isolamento em silicone para tensões de até 15 kV, em corrente contínua, para operação em temperaturas de até 250 °C.

A Figura 14 mostra o circuito elétrico da fonte de alta tensão utilizada para alimentar as células de ensaios contendo as amostras capacitivas. No circuito da fonte estão incluídos o sistema de proteção, em caso de falha da amostra, a segurança contra abertura das estufas e contra a energização súbita. O circuito somente permite a energização da fonte se todas as estufas estiverem com as portas fechadas e o variac da fonte estiver na posição inicial, em zero volts, por segurança.

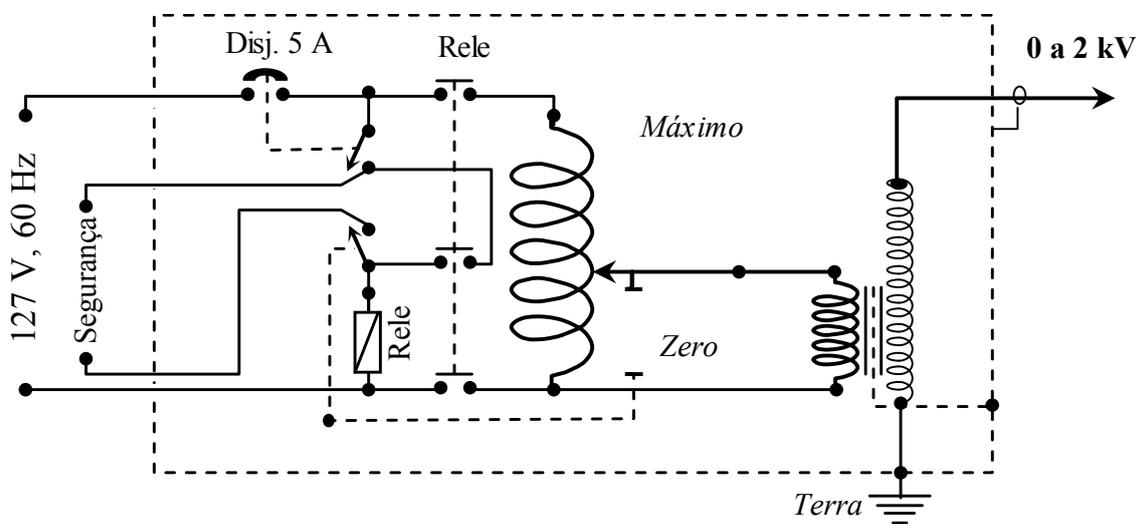


Figura 14 - Circuito elétrico da fonte de alta tensão de 12 kV em 60 Hz utilizada para aplicação da tensão de 2 kV nas células de ensaios.

As estufas foram adaptadas com sistema eletromecânico de segurança para que a alimentação da alta tensão, aplicada nas células, fosse imediatamente interrompida no momento em que as portas fossem abertas.

O sistema de aquisição de dados referente ao monitoramento contínuo da temperatura das estufas foi realizado através de termopares acoplados a uma unidade de aquisição de dados e registrados em computador.

As configurações montadas e detalhes das ligações são mostrados nos esquemas das Figuras 15, 16 e 17.

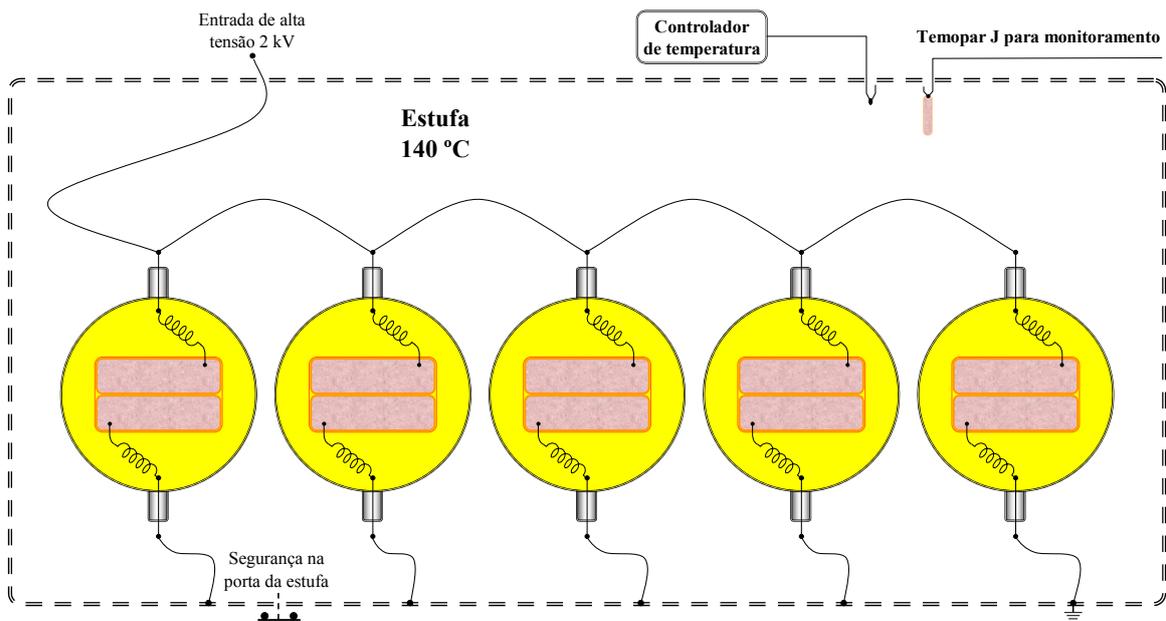


Figura 15 – Desenho esquemático da estufa contendo cinco células de ensaio conectadas a fonte de 2 kV.

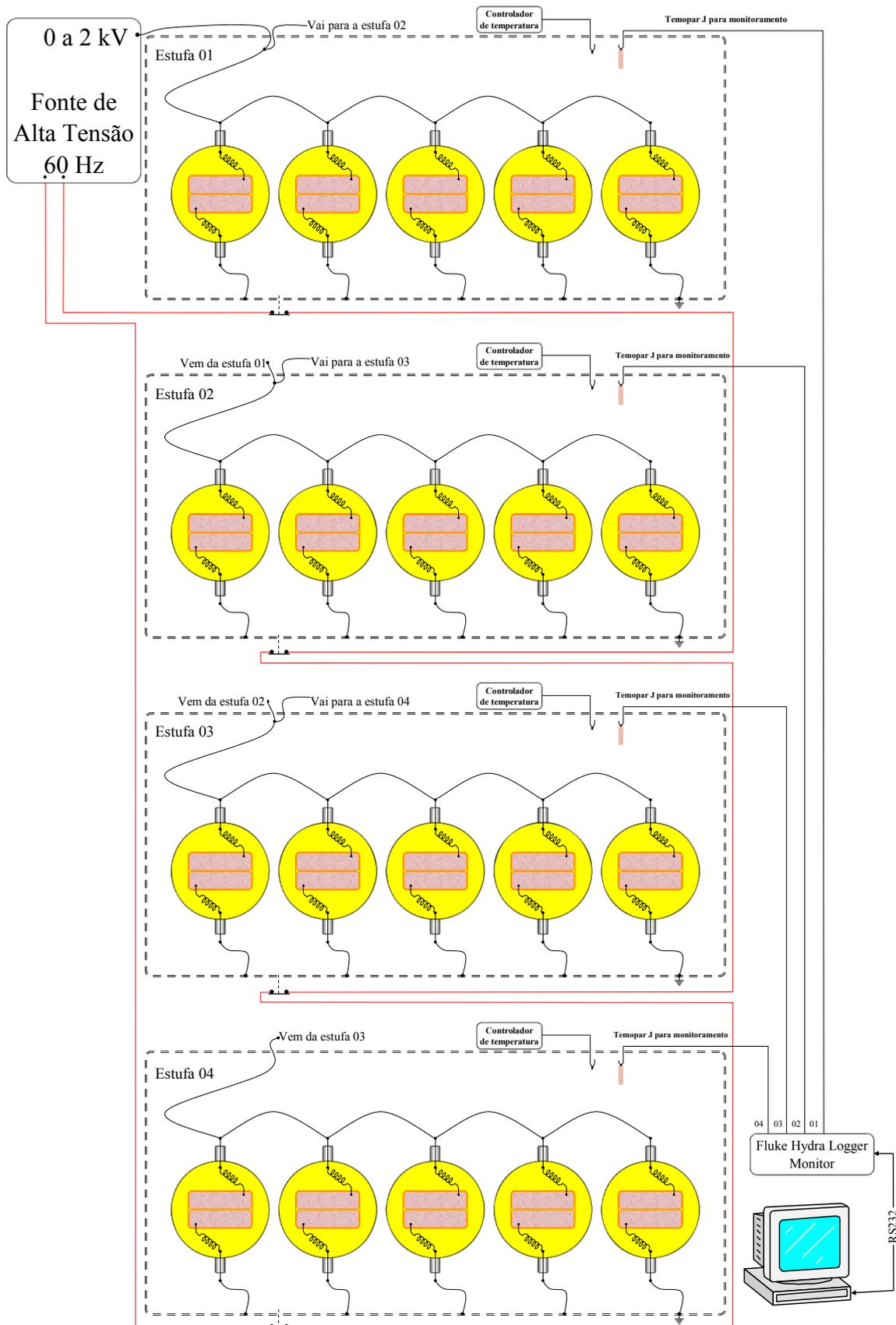


Figura 16 - Desenho esquemático da alimentação da tensão elétrica de 2 kV, do sistema de aquisição de dados e do sistema de segurança das estufas contendo as células de ensaio.

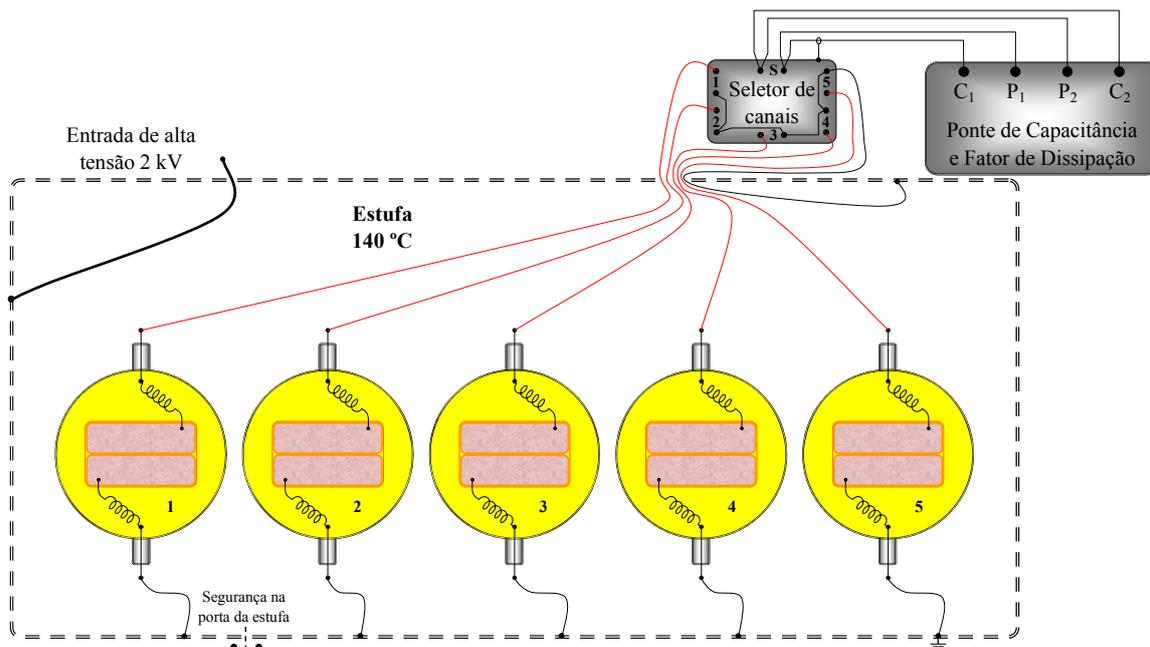


Figura 17 – Desenho esquemático das células de ensaios para a medição das características dielétricas (C e D) em função da frequência através de unidade de aquisição de dados.

4.5 Célula de ensaio

Projetou-se uma célula especial para as pesquisas, com as características construtivas descritas a seguir.

Célula confeccionada em vidro pyrex, com tampa de vidro com diâmetro de 71 x 30 mm esmerilhada, capacidade total de 1.000 mL, com duas saídas laterais para os terminais em aço (fixos em rolha de teflon) para conexão da amostra capacitiva com fonte externa de alta tensão. A tampa de vidro possui saída no topo para amostragem de óleo. Todas as vedações e a tampa de vidro apresentam saliências (em forma de ganchos) para fixação de molas de forma que as tampas e rolhas não sejam lançadas pelo excesso de pressão provocada pela liberação de gases dissolvidos no óleo durante elevação da temperatura do conjunto ou devido à formação de gases devido à temperatura de ensaio e/ou esforço elétrico.

A finalidade dessas células de vidro, contendo as amostras capacitivas imersas em óleo, é simular parte do que ocorre em transformadores e reatores em operação no campo. Este conjunto foi chamado de célula de ensaio e pode ser visto na Figura 18



Figura 18 - Detalhe da célula de ensaio contendo amostra capacitiva e óleo.

4.6 Empapelamento da fita de cobre para confecção das amostras capacitivas

Devido às dificuldades encontradas para aquisição no mercado das fitas de cobre empapeladas, foi necessário localizar empresas que fornecessem o condutor de cobre e o papel dentro das especificações necessárias, e de outra empresa que empapelasse os condutores.

A fita de cobre e o papel, conforme adquiridos, foram encaminhados à firma Eletrotrafo Comercial Elétrica Empresarial Ltda. para tratamento superficial e empapelamento.

A fita de cobre foi submetida à lixamento e adoçamento das bordas. A superfície do cobre foi limpa e desengordurada para não interferir na deposição do sulfeto na interface cobre/papel. As impurezas superficiais foram removidas com tecido de algodão, e o desengorduramento da fita de cobre foi feito com solvente a base de isoparafina 13/15.

A fita de cobre foi submetida a um processo de têmpera através de aquecimento até 850 °C em estufa. Quando o condutor de cobre ficou com aspecto rubro foi imerso imediatamente em água à temperatura ambiente.

O tratamento ácido da superfície do cobre consistiu de uma limpeza com ácido nítrico na concentração de 30 % v/v e posterior imersão em ácido crômico 30 % v/v.

Em seguida realizou-se imersão em ácido clorídrico comercial 30 % v/v. O tempo aproximado de imersão em cada ácido foi de 1 (um) minuto, e entre cada etapa foi realizada lavagem com água corrente.

Como forma de avaliar se o tratamento realizado no cobre poderia interferir no ensaio de enxofre corrosivo ou dificultar a deposição de sulfeto, uma amostra da fita de cobre tratada foi submetida ao ensaio de enxofre corrosivo, conforme NBR 10505 [34], utilizando óleo corrosivo e óleo não corrosivo, sendo obtidos os comportamentos esperados junto aos dois óleos.

Optou-se por empapelamento dos condutores individualmente, com quatro camadas de papel e empapelamento do conjunto (par de condutores empapelados), também com quatro camadas de papel. Esta quantidade de camadas facilita a migração e deposição de sulfeto na superfície do cobre, podendo-se chegar à perfuração da amostra capacitiva, o que não ocorreu nas condições de envelhecimento térmico e esforço elétrico utilizados.

Devido às características construtivas da máquina de empapelar, da geometria da fita de cobre e da largura da tira de papel optou-se por uma sobreposição de 50 % do papel. Como a máquina foi projetada para operar com condutores de largura inferior ao utilizado nesta pesquisa, a sobreposição do papel foi realizada em ângulo de 75° conforme Figura 19. Para empapelamento sem sobreposição do papel (isto é, lado a lado) a distância entre as duas guias dos dois rolos de papel e o ponto em que o papel toca o condutor deveria ser pelo menos o dobro da disponível (geometria).



Figura 19 – Detalhe do empapelamento do condutor. Observa-se a sobreposição de 50 % do papel e o ângulo de sobreposição de 75°.

Após testes e ajustes iniciais, a máquina de empapelamento foi ajustada para velocidade linear de empapelamento de aproximadamente 2 m/min, que é ajustado pela velocidade de rotação das fixadoras dos rolos de papel na faixa de 390 a 400 rpm, no caso do empapelamento do condutor individual (Figura 20). Para empapelamento do par de condutores, as velocidades decaíram para 1,7-1,8 m/min e 354 rpm, respectivamente. As guias da máquina tiveram que ser separadas porque a espessura dobrou (condutores duplos). O maior atrito causado pelo papel e a maior pressão dos condutores sobre as guias diminuíram a velocidade linear de tracionar e alinhar a fita de cobre através da empapeladora. As Figuras 21 e 22 ilustram o empapelamento duplo dos condutores.

A máquina de empapelamento utilizada foi fabricada pela AIMCO – American Insulating Machine Company, modelo 417C, nº 996, INC 1915.

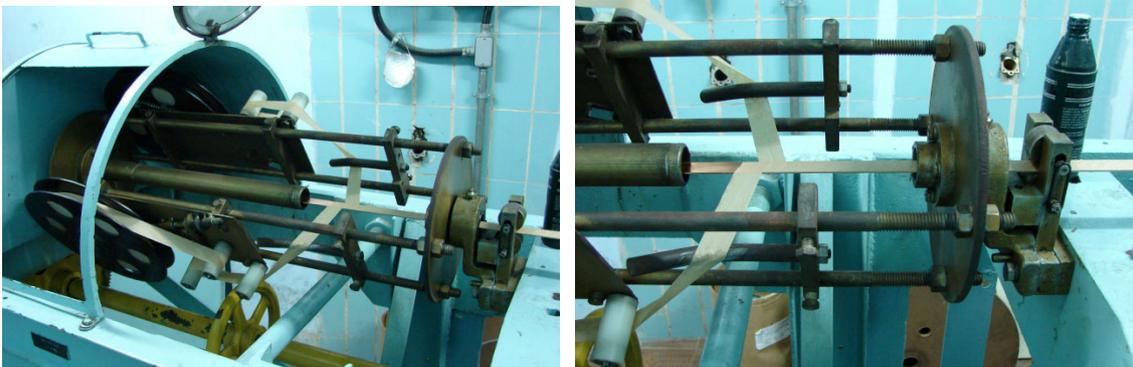


Figura 20 – Vista do ponto de empapelamento, dos rolos de papéis, e dos tracionadores das tiras de papel.



Figura 21 - Soldagem de uma guia ao condutor para ser guiado pela máquina empapeladora.



Figura 22 – Detalhe do empapelamento duplo do condutor.

4.7 Preparação das amostras capacitivas (AMC)

Após empapelamento conforme descrito no item 4.6 foram preparadas as amostras capacitivas, com superfície plana, que foram submetidas ao envelhecimento térmico e esforço elétrico.

Definiu-se o comprimento de 100 mm, para amostra capacitiva em formato plano. Com este comprimento a amostra permanece imersa no óleo dentro da célula de ensaio permitindo amostragem de óleo para determinação de umidade e teores de gases dissolvidos. Este comprimento evita exposição da amostra capacitiva à atmosfera gasosa da célula de ensaio, evitando possíveis descargas elétricas através desta. Testes preliminares indicaram que este comprimento era adequado para que as medições de capacitância tivessem sensibilidade adequada às pesquisas. Os testes preliminares foram realizados com protótipos de amostras capacitivas medindo 115 mm de comprimento utilizado na avaliação do processo de secagem conforme item 4.8.

As amostras capacitivas foram obtidas da bobina de condutor duplo empapelado, conforme item 4.6, através de corte utilizando uma guilhotina.

A colagem das bordas de papel na região de corte foi efetuada com cola a base de caseína para que o papel não desenrolasse ou afrouxasse, perdendo sua capacidade de fixação dos condutores.

Para contato elétrico da amostra capacitiva com o fio condutor foram testadas algumas técnicas (soldagem com solda a base de estanho, soldagem com solda prata com micromaçarico a acetileno, uso de arrebite de cobre, etc.). A técnica que se mostrou

mais adequada aos experimentos foi a realização de fenda lateral e prensagem do fio condutor, fornecendo uma firme conexão mecânica sem folga e ótimo contato elétrico.

Realizou-se corte de 1(mm) mm de largura e 2 mm de profundidade na lateral das placas de cobre da amostra capacitiva. Em seguida, as extremidades da amostra capacitiva foram separadas 3 mm com auxílio de alavanca com amostra fixa em espaçador ajustado a sua espessura, sem prensagem para não alterar distância de isolamento (aproximação ou afastamento das placas de cobre das amostras capacitivas, e conseqüente alteração do perfil capacitivo e da rigidez dielétrica do conjunto). Esta separação evita que aconteçam descargas elétricas, durante aplicação do esforço elétrico de 2 kV, entre as extremidades expostas da placa de cobre devido ao corte transversal. A Figura 23 ilustra a configuração da amostra capacitiva para ensaio.



Figura 23 – Amostra capacitiva medindo 100 mm de comprimento. Vista de frente com fios condutores conectados. Amostra após 32 dias de ensaio.

Após separação das extremidades das amostras capacitivas, fixou-se espaçadores poliméricos confeccionados de material compatível com óleo.

Para contato elétrico adequado removeu-se a cobertura de esmalte das extremidades do fio condutor e estanhou-se a superfície do cobre, evitando-se sua oxidação e deposição de sulfeto.

A amostra capacitiva assim preparada apresentava uma massa de cobre de 49,46 g, com área superficial de 41,3 cm², e 2,27 g total de papel, sendo 1,45 g nas tiras de empapelamento individual das placas de cobre e 0,82 g de papel nas tiras de amarração externa destas placas.

4.8 Secagem do papel das amostras capacitivas

O processo tradicional de secagem do papel das bobinas de transformadores e reatores de potência leva cerca de uma semana, requerendo utilização de estufa a vácuo.

Utilizou-se uma técnica não convencional para secagem da amostra capacitiva utilizando um forno de microondas.

A avaliação da eficiência de secagem deu-se pela determinação da capacitância e fator de dissipação de um protótipo de amostra capacitiva (CP1) medindo 115 mm de comprimento, a temperatura ambiente de 24 °C na faixa de frequência de 20 Hz a 200 kHz. Para estas determinações utilizou-se o equipamento Wayne Kerr – 3245 descrito no item 4.4.4, na tensão elétrica de 5 Vac, com configuração de circuito paralelo.

Foram utilizados alguns tempos de secagem em microondas, e após cada condição determinava-se a curva de capacitância (C) e de fator de dissipação (D) com as frequências selecionadas.

Após processo de secagem, a camada interna de papel em contato com cobre entre os condutores (onde a temperatura atingiu seu máximo) e a camada externa onde o efeito da temperatura foi menor foram avaliadas quanto ao seu grau de polimerização. Comparou-se os resultados obtidos com o grau de polimerização do papel novo, para avaliar o quanto o processo de secagem afetou a vida útil do papel (envelhecimento).

Determinou-se as curvas de capacitância e fator de dissipação em função da frequência das amostras capacitivas após cada ciclo de secagem.

O procedimento adotado consistia na montagem da amostra capacitiva dentro da célula de vidro aberta, conectada aos seus terminais para posterior aplicação de tensão elétrica. O conjunto foi submetido a 100 % da potência de um microondas por períodos de tempo previamente definidos para avaliação da secagem. Após o período de tempo definido fechou-se a célula e aguardou-se a estabilização à temperatura ambiente, e efetuou-se as determinações dos valores da capacitância e fator de dissipação da amostra capacitiva em função da frequência na faixa de 20 Hz até 200 kHz.

4.9 Avaliação do ponto de equilíbrio de umidade da célula de ensaio (papel e óleo)

O equilíbrio de umidade está baseado na umidade relativa dos materiais envolvidos, e nesta etapa avaliou-se o ponto de equilíbrio da umidade da célula de

ensaio através das determinações da capacitância e fator de dissipação em função da frequência.

Os protótipos de amostra capacitiva, CP2 e CP3, utilizados nesta etapa foram confeccionados com 100 mm de comprimento. Após medições de C e D realizadas com 4h em repouso, as células de ensaio foram colocadas abertas em câmara a vácuo por 68 horas, com posterior determinação destas propriedades.

Para avaliação do ponto de equilíbrio de umidade do papel/óleo utilizou-se o óleo Orion II com umidade original de 23 mg/kg que teve sua umidade removida conforme item 4.11.

Os protótipos acima após realização das medições com 68 horas em repouso a temperatura ambiente foram impregnados com óleo Orion II seco por borbulhamento de N₂. Após 24 horas e 42 horas em equilíbrio de umidade a temperatura ambiente determinou-se os valores de C e D em função da frequência, e retirou-se alíquotas de óleo para determinação de umidade.

Após estas determinações as células de ensaio foram colocadas em estufa a 100 °C por 24 horas para avaliação do equilíbrio de umidade a quente entre óleo e papel. Após 24 horas em estufa deixou-se as células de ensaio fechadas em repouso por 6 horas a temperatura ambiente e determinou-se C e D em função da frequência. Após estas determinações as células permaneceram em repouso por mais 18 horas a temperatura ambiente, e determinou-se os novos valores de C e D em função da frequência.

4.10 Influência da temperatura nas determinações de C e D durante processo de secagem e condições de não equilíbrio térmico

Como forma de otimizar os procedimentos durante os ensaios de envelhecimento das células de ensaio, realizou-se determinações investigativas a quente do conjunto para obtenção do comportamento (valores típicos e estabilidade) da capacitância e fator de dissipação das amostras capacitivas imersas em óleo e a quente.

A célula de ensaio ao ser retirada da estufa a 140 °C leva cerca de 6 horas para atingir a temperatura ambiente devido a massa de óleo presente. Este procedimento, se utilizado para determinação de C e D a temperatura ambiente, levaria a ciclos térmicos de grande duração para acompanhamento do envelhecimento (resfriamento e posterior aquecimento).

Determinou-se a capacitância a seco, da amostra capacitiva CP2, com 5, 10, 30 e 40 minutos de intervalo após retirada do protótipo do microondas. Nesta condição o protótipo encontra-se aquecido devido ao processo de secagem sendo então submetido a um resfriamento natural na célula de ensaio fechada.

Devido a isto a amostra capacitiva CP2 imersa em óleo, utilizada na determinação do item 4.9 foi aquecida a 100 °C, e em seguida foram realizadas medições a intervalos de 5, 30, 60, e 90 minutos com perfil de temperatura fora do equilíbrio medido no óleo. O tempo para determinação de C e D em função da frequência (20 Hz a 200 kHz) para cada determinação foi de 4 minutos.

4.11 Remoção de umidade do óleo

O processo tradicional de secagem do óleo utiliza máquinas do tipo termovácuo. Este processo remove os gases dissolvidos no óleo e remove boa parte da umidade.

Neste experimento utilizou-se uma técnica não convencional para secagem do óleo, que se mostrou rápida e eficiente, baseada no borbulhamento de nitrogênio no óleo por 30 minutos, na vazão de 1 a 1,5 L/min. Este procedimento foi adaptado da técnica de deslocamento do oxigênio dissolvido no óleo, utilizando nitrogênio de alta pureza (99,999 % de pureza), pelas normas para determinação de enxofre corrosivo [34] [35].

Utilizou-se então, óleo Orion II com umidade original de 23 mg/kg e 23.000 mg/kg de oxigênio dissolvido para avaliação da eficiência dos processos de remoção de umidade e oxigênio.

4.12 Envelhecimento térmico e esforço elétrico das amostras capacitivas imersas em óleo

Doze amostras capacitivas foram secas em microondas (conforme item 4.8) em dois ciclos com duração de cinco e dez minutos cada, e impregnadas com 700 mL de óleo mineral isolante com característica corrosiva e seco conforme item 4.11. Algumas células assim montadas tiveram sua umidade determinada obtendo-se teores de água na faixa de 1 a 4 mg/kg após 20 horas em repouso à temperatura ambiente.

Após 20 horas em repouso à temperatura ambiente, determinou-se C e D nas frequências de 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz e 100 kHz das amostras capacitivas imersas em óleo nas células de ensaio. Em seguida colocou-se as células de ensaio em estufa a 140 °C. Após 48 horas à temperatura de 140 °C, determinou-se os valores de C

e D nas frequências predeterminadas, sendo este o ponto inicial de referência das medições.

Um lote de seis células de ensaio foi submetido somente ao efeito da temperatura e outro lote de seis células ao efeito da temperatura e tensão elétrica constante de 2 kV em corrente senoidal na frequência de 60 Hz (conforme item 4.4.5).

Os experimentos foram realizados durante períodos de 7, 12, 21 e 32 dias.

Foram realizadas medições diárias da capacitância e do fator de dissipação nas frequências de 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz e 100 kHz das amostras capacitivas, na temperatura de envelhecimento (140 °C). Estas medições têm o objetivo de monitoramento de qualquer modificação significativa nas amostras capacitivas que alterem estas propriedades. A formação de contaminantes na superfície do cobre e do papel podem alterar algumas destas propriedades dielétricas monitoradas do conjunto papel-óleo. Como forma de visualizar possíveis alterações, as curvas de capacitância foram normalizadas em relação à primeira medição (48 horas a 140 °C).

Pares de células de ensaio (uma célula submetida ao efeito da temperatura, e outra à temperatura e tensão) intermediárias foram retiradas para autópsia com 7, 12 e 21 dias para avaliação do comportamento do envelhecimento e para acompanhamento da formação e evolução dos depósitos de sulfeto de cobre.

Ao término dos ciclos de ensaios de 32 dias, as seis amostras capacitivas restantes foram inspecionadas quanto às seguintes propriedades selecionadas como critério de avaliação:

- Determinação do teor de água e teores de gases dissolvidos por cromatografia através da amostragem do óleo a temperatura de 140 °C em seringas;
- Curvas de capacitância e fator de dissipação em função da frequência à temperatura ambiente;
- Determinação da rigidez dielétrica das amostras capacitivas dentro das células à temperatura ambiente;
- Curva de capacitância e fator de dissipação com a frequência à temperatura ambiente após determinação da rigidez dielétrica da amostra capacitiva;
- Determinação das propriedades físico-químicas do óleo (tensão interfacial, acidez, teor de água, fator de perdas dielétricas a 25 °C e 100 °C, cor, densidade);
- Inspeção visual das amostras e autópsia;

- Análise dimensional;
- Remoção das camadas de papel, inspeção visual e determinação da rigidez dielétrica ao longo das tiras e dos depósitos de sulfeto;
- Determinação do grau de polimerização das camadas de papel;
- Investigação dos depósitos de sulfetos nas superfícies do cobre e do papel através da técnica de análise por dispersão de energia (EDS) acoplada a MEV.

5 Resultados

5.1 Óleo mineral isolante

5.1.1 Corrosividade do óleo

A Figura 24 ilustra resultados típicos do aspecto de corrosividade do óleo Nynas 10GBA através da coloração da lâmina de cobre que também pode ser observada de acordo com padrões de cores conforme Figura 9. As primeiras três lâminas a esquerda referem-se a corrosividade do óleo, a quarta é a lâmina polida sem contato com óleo e a da direita é a lâmina em contato com óleo Orion II não corrosivo (ensaio em branco).

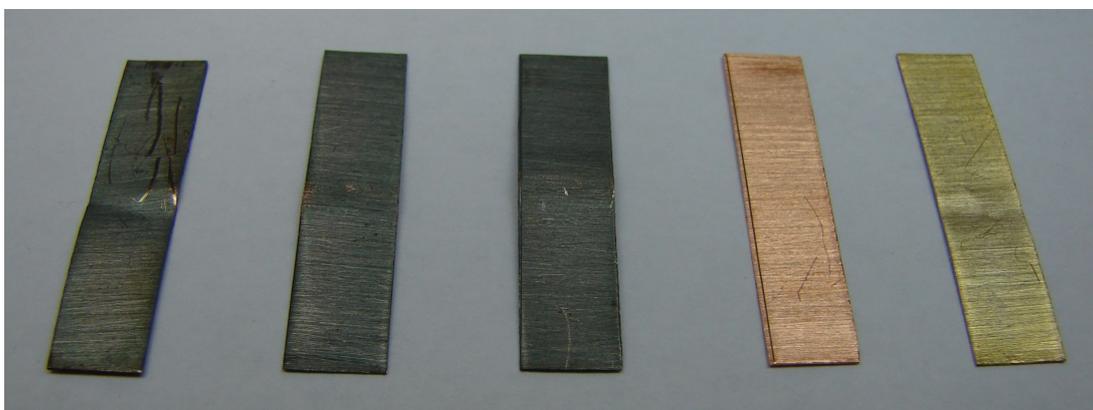


Figura 24 - Coloração típica das lâminas de cobre após serem submetidas ao ensaio de enxofre corrosivo.

5.1.2 Aditivação do óleo 10GBA com DBPC

O óleo 10GBA utilizado nos envelhecimentos térmicos e elétricos foi aditivado com 0,30 % m/m de DBPC.

5.1.3 Propriedades do óleo corrosivo

O óleo 10 GBA, utilizado nesta dissertação, foi submetido aos ensaios da Tabela 2, onde são referenciados as normas e ensaios, e mostrados os resultados obtidos.

Tabela 2 - Propriedades físico-químicas do óleo 10GBA, naftênico.

Ensaio	Método	Resultado
Tensão interfacial	NBR 6234	44,3 mN/m
Índice de neutralização	NBR 14248	< 0,01 mg KOH/g
Teor de água	NBR 10710	46 mg/kg
Rigidez dielétrica	NBR 6869	34,5 kV/mm
Fator de perdas dielétricas a 25°C	NBR 12133	0,07 %
Densidade a 25 °C	NBR 7148	0,8838 g/cm ³
Teor de DBPC	NBR 12134A	N.D.
Teor de passivador (TTA)	Método CEPEL	Ausente
Enxofre corrosivo	NBR 10505	Corrosivo
Teor de DBDS	Método ELETRONORTE	176 mg/kg
Teor de enxofre total	Método CEPEL	0,06 %

N.D. – Não detectado

5.1.4 Propriedades do óleo não corrosivo

O óleo ORION II foi submetido aos ensaios da Tabela 3, onde são referenciados as normas e ensaios, e mostrados os resultados obtidos.

Tabela 3 - Propriedades físico-químicas do óleo ORION II (não corrosivo), naftênico, novo, como recebido.

Ensaio	Método	Resultado
Tensão interfacial	NBR 6234	49,5 mN/m
Índice de neutralização	NBR 14248	< 0,01 mg KOH/g
Teor de água	NBR 10710	17 mg/kg
Rigidez dielétrica	NBR 6869	52,5 kV/mm
Fator de perdas dielétricas a 25°C	NBR 12133	< 0,01 %
Densidade a 25°C	NBR 7148	0,8758 g/cm ³
Teor de DBPC	NBR 12134A	-
Teor de passivador (TTA)	Método CEPEL	Ausente
Enxofre corrosivo	NBR 10505	Não corrosivo
Teor de DBDS	Método ELETRONORTE	N.D.

N.D. – Não detectado

5.1.5 Propriedades do óleo após envelhecimento

Após 32 dias de envelhecimento os óleos das células foram coletados com auxílio de seringas a temperatura de 140 °C para determinação do teor de água e análise cromatográfica, e o restante do óleo das células após determinação da RD das amostras

capacitivas foi transferido para frascos e posteriormente determinadas suas propriedades físico-químicas. É mostrado na Tabela 4 as propriedades físico-químicas do óleo corrosivo das células de ensaio após envelhecimento por 32 dias. As amostras capacitivas de números 7, 8 e 9 foram submetidas apenas ao efeito da temperatura de 140 °C, e as de números 10, 11 e 12 aos efeitos da temperatura de 140 °C e tensão elétrica de 2 kV.

Tabela 4 – Características do óleo das células de ensaio após 32 dias de envelhecimento.

ENSAIO	CÉLULA					
	AMC 7	AMC 8	AMC 9	AMC 10	AMC 11	AMC 12
Tensão interfacial (mN/m)	33,9	38,3	34,9	29,6	29,3	32,5
Acidez (mg KOH/g)	0,02	0,01	0,01	0,03	0,01	0,01
Água (mg/kg)	84	49	84	86	65	65
Fator de perdas dielétricas a 25 °C (%)	1,1	0,42	1,1	0,45	0,21	0,22
Fator de perdas dielétricas a 100 °C (%)	1,17	0,68	1,5	3,74	3,56	2,48
Densidade a 25°C (g/cm ³)	0,8840	0,8840	0,8840	0,8841	0,8841	0,8840
Cor	1,5	L 1,0	1,5	3,0	2,5	1,5

5.1.6 Remoção de umidade e oxigênio dissolvidos no óleo Orion II

O processo de remoção de oxigênio através do borbulhamento de nitrogênio foi adequado, havendo redução do teor de O₂ da faixa de 23.000 mg/kg (antes do borbulhamento) para 1.200 mg/kg (após borbulhamento) conforme resultados da Tabela 5.

Tabela 5 – Avaliação do processo de retirada de umidade e oxigênio dissolvidos no óleo, antes e após borbulhamento de N₂.

Teor (mg/kg)	Método	Como recebido	Após borbulhamento N ₂
O ₂	NBR 7070	23.000	1.200
H ₂ O	NBR 10710	23	< 1

Com este procedimento o teor de água do óleo determinado conforme procedimento descrito no item 4.2.8, foi reduzido de 23 mg/kg para teores abaixo do limite de detecção do método que é de 1(um) mg/kg, conforme resultados da Tabela 5.

Após repouso por 18 horas na célula de ensaio, o teor de umidade não sofreu alteração indicando que a célula é estanque a umidade a temperatura ambiente.

As determinações de umidade e teor de oxigênio mostrados na Tabela 5 foram realizadas em duplicata.

5.1.7 Cromatografia

São mostrados na Tabela 6 os resultados da determinação dos teores de gases dissolvidos no óleo das células de ensaio após 32 dias de envelhecimento.

O diagnóstico dos resultados dos teores de gases dissolvidos em óleo, conforme a literatura [17] [18], e procedimento descrito no item 4.2.4 após envelhecimento por 32 dias, indicaram normal deterioração do óleo e da celulose para as células 7, 8 e 9, submetidas ao efeito da temperatura de 140 °C, e descargas parciais envolvendo o óleo isolante para as células 10, 11 e 12, submetidas ao efeito conjunto da temperatura de 140 °C e tensão elétrica de 2 kV.

Tabela 6 – Teores de gases dissolvidos em óleo determinados por cromatografia após 32 dias de envelhecimento.

GASES (mg/kg)	CÉLULAS					
	AMC 7	AMC 8	AMC 9	AMC 10	AMC 11	AMC 12
Hidrogênio	30	110	16	1.500	2.300	3.000
Oxigênio	13.000	19.000	1.100	9.100	2.700	2.700
Nitrogênio	69.000	93.000	22.000	57.000	30.000	36.000
Metano	81	22	59	740	800	1.100
Monóxido de carbono	160	95	130	290	320	290
Dióxido de carbono	2.900	2.700	2.000	1.700	1.600	1.600
Etileno	4	2	3	43	40	57
Etano	60	10	43	660	630	880
Acetileno	ND	ND	ND	43	41	63

ND – Não detectado

As descargas parciais ocorridas nas células submetidas à tensão elétrica de 2 kV (60 Hz) e temperatura de 140 °C foram também confirmadas através de um detector ultra-sônico sensível às frequências de 34,5 a 41 kHz da J. G. Biddle - USA.

5.1.8 Teor de DBDS

Na Tabela 7 encontram-se os valores de DBDS obtidos para os óleos contidos nas células após envelhecimento a 140 °C, com e sem tensão elétrica de 2 kV, por 32 dias.

O óleo 10GBA utilizado apresentava, originalmente, teor de 176 mg/kg de DBDS.

Tabela 7 - Teores de DBDS nos óleos das células envelhecidas a 140 °C e 32 dias.

Célula	Tensão (kV)	Duração (dias)	Teor de DBDS (mg/kg)
7	-	32	138
8	-	32	135
9	-	32	123
10	2	32	109
11	2	32	110
12	2	32	115

O valor médio do teor de DBDS das células 7, 8 e 9 submetidas a temperatura de 140 °C foi de 132 mg/kg. A média dos teores de DBDS das células 10, 11 e 12 submetidas a temperatura de 140 °C e tensão elétrica de 2 kV foi de 111 mg/kg. Isto mostra que além do efeito da temperatura no consumo de DBDS, a tensão elétrica em conjunto com a temperatura aumenta este consumo da faixa de 25 % para 37 %.

5.2 Inspeção visual

A inspeção visual constatou a presença de depósito escuro apenas na primeira camada de papel das amostras capacitivas, em contato direto com superfície da placa de cobre. Sendo a maior deposição na face do papel entre as placas. Estes depósitos ocorreram apenas nas amostras submetidas ao efeito conjunto da temperatura de 140 °C e tensão de 2 kV. As Figuras 25 e 26 ilustram estas observações.

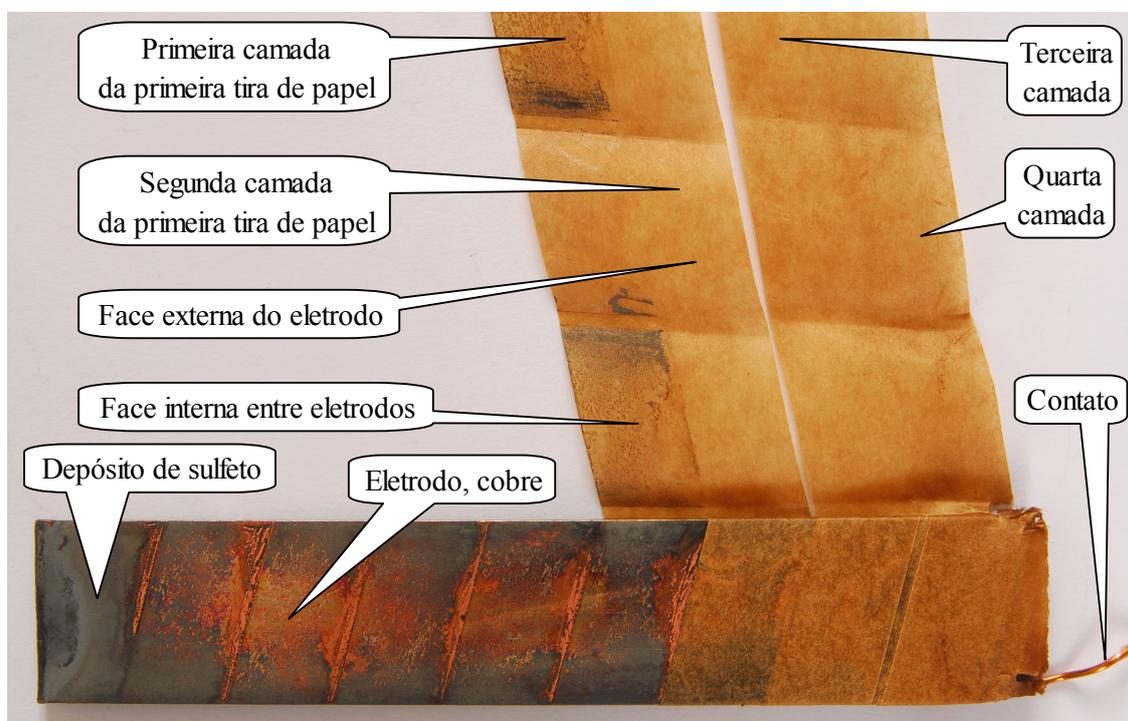


Figura 25 – Identificação das camadas de papel de empapelamento das placas de cobre após envelhecimento por 32 dias a 140 °C com tensão de 2 kV.

Observa-se na Figura 26 as tiras de papéis referentes a primeira camada de papel em contato direto com superfície de cobre. As três tiras de papel da esquerda referem-se as amostras capacitivas de números 7, 8 e 9, submetidas apenas ao efeito da temperatura de 140 °C. As tiras da direita referem-se as amostras capacitivas de números 10, 11 e 12, submetidas a temperatura de 140 °C e tensão elétrica de 2 kV.

A inspeção visual também constatou que o depósito não era visível pela face oposta do papel.

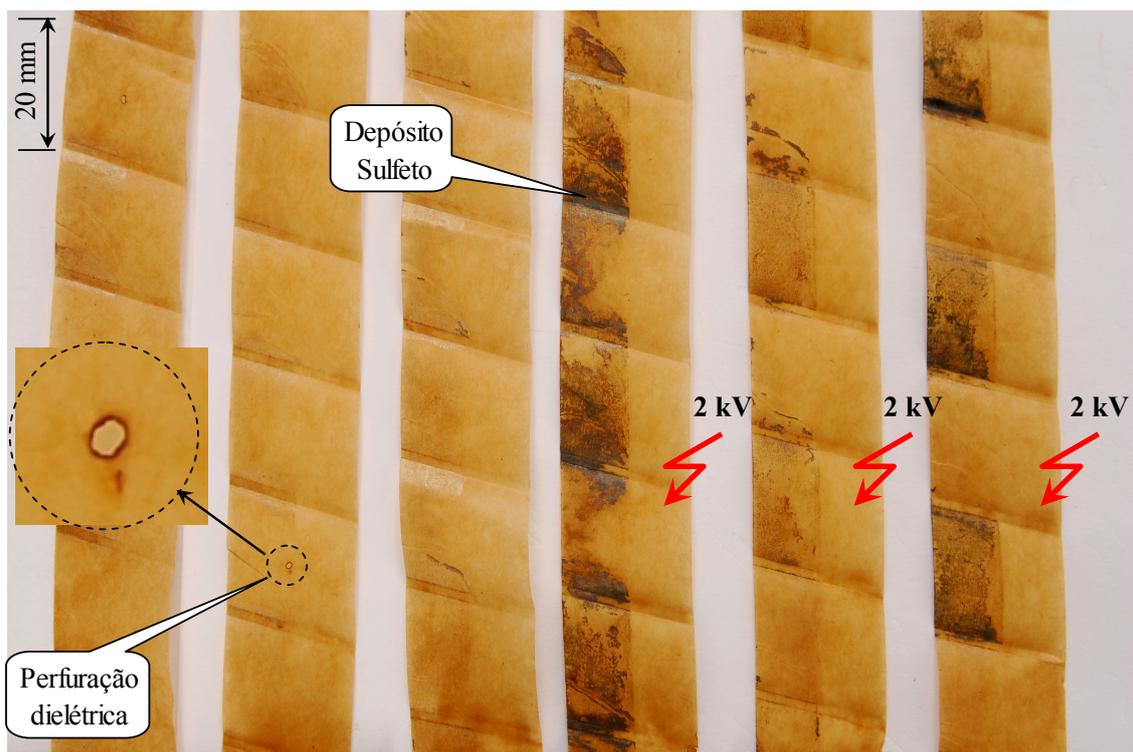


Figura 26 – Tiras de papel referentes a primeira camada de empapelamento após envelhecimento por 32 dias.

As placas de cobre, das amostras submetidas apenas ao efeito da temperatura por 32 dias, e as placas das amostras submetidas a temperatura e tensão elétrica, apresentaram deposição uniforme e contínua na superfície externa conforme observado na Figura 27. As placas identificadas por 1, 2 e 3 referem-se, respectivamente, as amostras capacitivas 7, 8 e 9 submetidas ao efeito da temperatura de 140 °C. As placas identificadas como 4, 5 e 6 referem-se as amostras capacitivas 10, 11 e 12 submetidas a temperatura de 140 °C e tensão de 2 kV. A face interna destas placas pode ser vista na Figura 28, e as respectivas tiras de papel na Figura 26.



Figura 27 – Face externa das placas de cobre das amostras capacitivas. São mostradas apenas uma das placas de cada amostra.

As superfícies entre placas apresentaram depósito descontínuo, estando a parte central das placas basicamente isenta de depósito, com o cobre preservando em algumas regiões centrais sua cor característica, conforme podemos observar na Figura 28. Estas placas referem-se a face oposta das placas mostradas na Figura 27.



Figura 28 – Face interna das placas de cobre das amostras capacitivas após 32 dias de envelhecimento.

5.3 Papel isolante elétrico

5.3.1 Propriedades do papel

Determinou-se as características relevantes do papel para esta pesquisa. Os métodos de ensaio utilizados e os resultados obtidos estão descritos na Tabela 8.

Tabela 8 - Propriedades do papel termoestabilizado determinadas para a temperatura de $(24 \pm 2) ^\circ\text{C}$ e umidade relativa de $(55 \pm 5) \%$.

Ensaio	Método	Resultado
Grau de polimerização	NBR 8148	1214
Teor de nitrogênio (%)	ASTM E 258	1,2
Rigidez dielétrica (kV/mm)	NBR 7559	13,2
Espessura (mm)	NBR-NM-ISO-534	0,054
Largura tira de papel (mm)	-	20

O teor de nitrogênio, determinado pelo método de Kjeldahl, de 1,2 % indica que o papel é termoestabilizado.

5.4 Grau de polimerização

O grau de polimerização dos papéis em contato direto com as placas de cobre das amostras capacitivas, em relação à última camada de amarração, após os 32 dias de ensaio a 140 °C e 2 kV, teve uma queda em torno de 5 % conforme resultados da Tabela 9. Estes valores foram determinados na região onde havia maior depósito de sulfeto, indicando que o processo de deposição não degrada significativamente as fibras do papel. Importante observar que estes resultados não comprometeriam a utilização deste papel em transformadores, já que os resultados obtidos estão dentro da faixa de aceitação como papel seminovo, já que normalmente os processo de secagem das bobinas de transformadores apresentam redução do valor de grau de polimerização do papel.

Tabela 9 – Grau de polimerização médio das amostras de papel, retiradas das AMC, após envelhecimento por 32 dias a 140 °C e tensão de 2 kV.

Identificação da amostra de papel	Resultado de GP (Valor médio)
Tira de empapelamento placa individual, contato direto com cobre entre placas.	804
Tira de empapelamento placa individual, contato direto com face externa da placa de cobre.	807
1ª camada de amarração externa das amostras capacitivas.	837
4ª camada de amarração externa das amostras capacitivas (contato direto com óleo).	849

5.5 Processo de secagem do papel das amostras capacitivas

O objetivo principal da secagem, em tempos variados, foi de definir quando era atingido o nível adequado de secagem das amostras capacitivas, evitando exposição desnecessária da amostra ao processo de remoção de umidade.

Comparando-se o GP dos papéis após serem submetidos ao processo de secagem em microondas com o GP do papel novo, conclui-se que o processo de retirada de umidade do papel por microondas mostrou-se adequado, não causando quebra da cadeia celulósica com conseqüente envelhecimento (perda de vida útil do papel), o que pode ser observado nos valores de GP da Tabela 10 os quais não sofreram alteração. Este processo de secagem foi adotado para secagem de todas as amostras capacitivas.

Tabela 10 – Resultados da avaliação do processo de secagem por microondas através da determinação do grau de polimerização.

Identificação da amostra de papel	Resultado de GP (Valor médio)
Papel novo (como recebido)	1214
4ª Camada de amarração externa	1210
Camada interna (entre placas) em contato direto com placa cobre	1212

Observou-se um declínio na variação de capacitância com a frequência, à medida que o protótipo da amostra capacitiva (CP1) era seco no microondas, até obter-se uma pequena variação ao atingir-se o ponto desejado de secagem, conforme pode-se observar nas Tabelas 11 e 12, e Figuras 29 e 30.

Tabela 11 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) da amostra capacitiva conforme montada sem secagem (original), e com tempos de 180s e 380s de secagem em microondas. Medidas realizadas após 30 minutos em repouso a temperatura ambiente.

Frequência	Original		180s		380s	
	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)
20	127	0,25	108	0,27	94,0	0,22
50	111	0,25	94,0	0,24	84,0	0,19
100	100	0,24	86,4	0,20	78,0	0,15
200	90,3	0,21	80,4	0,16	74,3	0,11
500	81,2	0,16	75,3	0,11	71,4	0,073
1.000	76,7	0,13	72,8	0,079	69,9	0,053
2.000	73,8	0,09	71,1	0,058	68,9	0,039
5.000	71,3	0,06	69,5	0,039	67,2	0,023
10.000	70,2	0,04	68,6	0,030	67,2	0,023
20.000	69,3	0,03	68,0	0,024	66,7	0,019
50.000	68,4	0,025	67,2	0,020	66,0	0,018
100.000	67,9	0,023	66,7	0,019	65,7	0,020
200000	67,4	0,022	66,3	0,020	66,1	0,020

É mostrado na Figura 29 os resultados apresentados na Tabela 11. As curvas dos resultados de capacitância são indicativas de que a amostra capacitiva encontra-se com umidade.

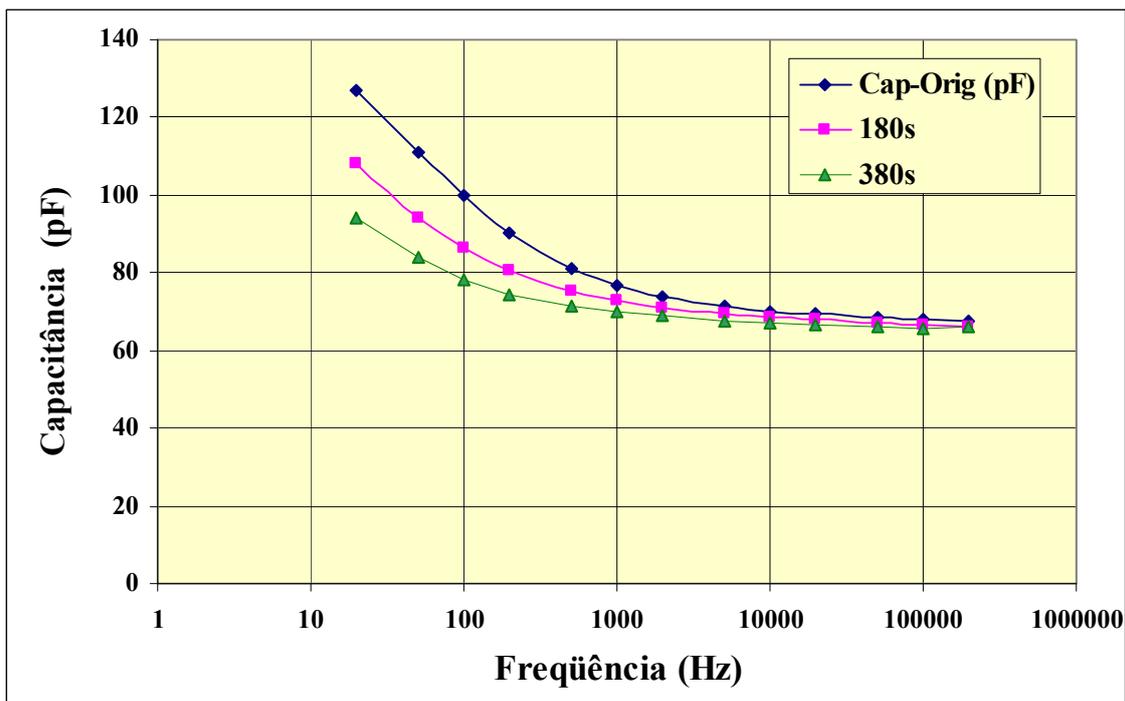


Figura 29 - Curvas de capacitância em função da frequência para tempos de 180s e 380s de secagem em microondas.

Tabela 12 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) da amostra capacitiva sem secagem (original), com tempos de 8 e 14 minutos de secagem em microondas.

Frequência (Hz)	Original		8 min *		14 min	
	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)
20	127	0,25	91,0	0,22	60,0	0,02*
50	111	0,25	81,5	0,19	60,0	0,01*
100	100	0,24	76,6	0,15	60,0	0,011
200	90,3	0,21	73,0	0,11	59,7	0,007
500	81,2	0,16	70,3	0,070	59,6	0,007
1.000	76,7	0,13	68,9	0,050	59,5	0,007
2.000	73,8	0,09	67,9	0,037	59,3	0,007
5.000	71,3	0,06	67,0	0,026	59,0	0,007
10.000	70,2	0,04	66,4	0,021	58,8	0,008
20.000	69,3	0,03	65,9	0,018	58,6	0,008
50.000	68,4	0,025	65,3	0,016	58,4	0,007
100.000	67,9	0,023	65,0	0,017	58,0	0,007
200.000	67,4	0,022	65,0	0,016	57,7	0,002

* Grande flutuação dos valores (registrado valor médio)

Como o equilíbrio de umidade depende da umidade relativa dos materiais, o conjunto (óleo/papel) foi submetido à avaliação da capacitância em função da frequência. Obteve-se uma resposta linear, indicando que a isolação sólida encontrava-se seca. Esta técnica otimizou boa parte dos trabalhos, já que as técnicas tradicionais levam algumas horas para serem efetuadas.

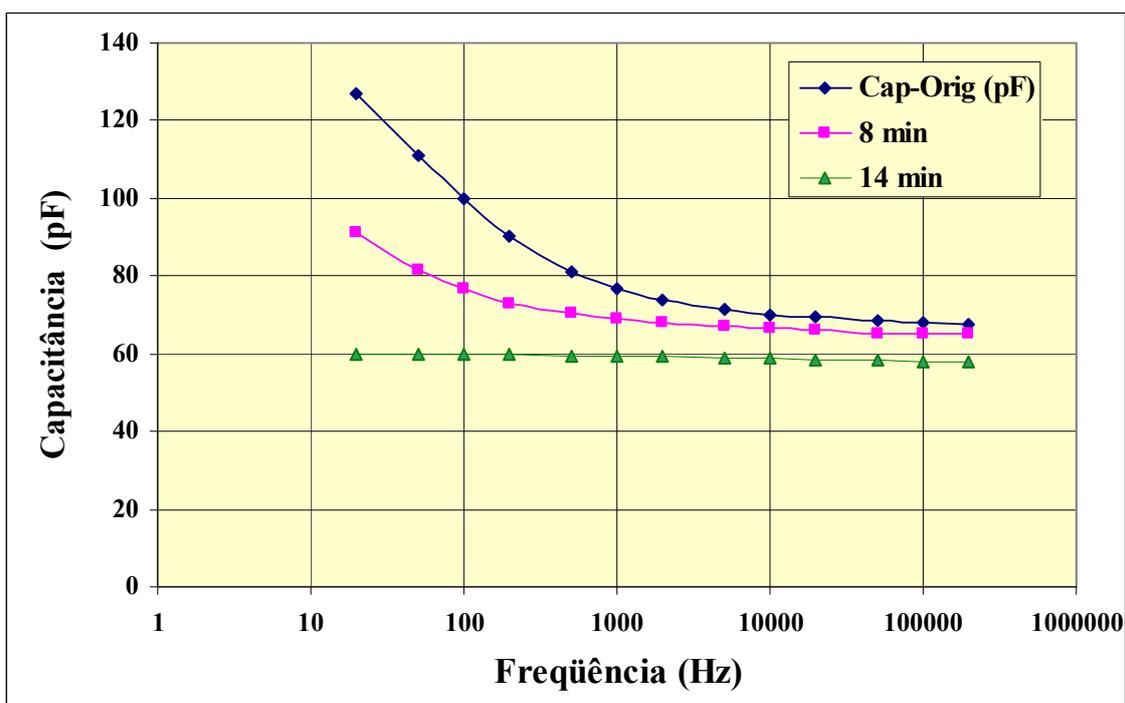


Figura 30 – Curvas de capacitâncias em função da frequência para tempos de secagem de 8 e 14 minutos em microondas.

A determinação da capacitância do CP2 no espectro de frequência, após 4 horas em repouso, apresentou comportamento típico de presença de umidade no papel, devido à secagem não ter sido eficiente ou ter ocorrido absorção de umidade durante tempo de repouso conforme podemos ver na Tabela 13. Observa-se também na Tabela 13 que após 68 horas sob vácuo as curvas de C e D mantiveram comportamento similar, não havendo retirada extra de umidade, a exceção do protótipo CP2 que teve umidade retirada após as medições de 4 horas em repouso.

Tabela 13 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) dos corpos de prova, CP2 e CP3 no ar, sem impregnação, após 4h e 68h em repouso.

Frequência (Hz)	Após 4h				Após 68h			
	CP2		CP3		CP2		CP3	
	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)
20	72,0	0,07*	65,0	0,002*	65,0	0,01*	65,0	0,01*
50	70,5	0,06*	64,5	0,018*	64,5	0,02*	65,0	0,01*
100	69,6	0,046	64,2	0,014	64,6	0,013*	64,8	0,011
200	68,8	0,031	64,0	0,010	64,4	0,009	64,7	0,007
500	68,1	0,022	63,8	0,008	64,2	0,008	64,6	0,007
1.000	67,6	0,018	63,6	0,008	64,0	0,008	64,5	0,007
2.000	67,2	0,015	63,4	0,008	63,8	0,008	64,3	0,008
5.000	66,7	0,013	63,1	0,099	63,5	0,009	63,9	0,009
10.000	66,4	0,013	62,9	0,010	63,2	0,010	63,7	0,010
20.000	66,1	0,013	62,6	0,011	63,0	0,011	63,4	0,010
50.000	65,5	0,014	62,1	0,013	62,6	0,012	63,0	0,012
100.000	65,2	0,016	61,8	0,016	62,2	0,015	62,6	0,015
200.000	64,8	0,018	61,5	0,018	61,9	0,016	62,3	0,016

* Grande flutuação dos valores (registrado valor médio)

Os protótipos CP1 e CP2, após as determinações de capacitância e fator de dissipação com 68 horas em repouso, foram impregnados e imersos em óleo Orion II seco, e após 24 e 42 horas em repouso determinou-se C e D conforme mostrado na Tabela 14.

As amostras capacitivas impregnadas com óleo apresentam um valor maior de capacitância quando comparado com os mesmos valores da AMC seca.

Tabela 14 - Avaliação do equilíbrio de umidade com o tempo, na temperatura ambiente, através dos valores de capacitância (C) e fator de dissipação (D) dos corpos de prova (CP2 e CP3) impregnados em óleo.

Frequência (Hz)	Após 24h				Após 42h			
	CP2		CP3		CP2		CP3	
	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)
20	96,0	0,004*	96,0	0,006*	97,0	0,005*	96,0	0,01*
50	96,5	0,013*	95,5	0,01*	96,5	0,013*	96,0	0,01*
100	96,2	0,012	95,4	0,01*	97,0	0,013*	96,6	0,01*
200	95,9	0,009	95,3	0,008	96,6	0,010	96,2	0,008
500	95,6	0,009	95,0	0,008	96,2	0,009	95,9	0,008
1.000	95,2	0,0091	94,7	0,009	95,8	0,010	95,5	0,009
2.000	94,8	0,010	94,3	0,009	95,4	0,010	95,2	0,009
5.000	94,3	0,011	93,8	0,011	94,8	0,011	94,7	0,010
10.000	93,9	0,012	93,3	0,012	94,4	0,011	94,2	0,011
20.000	93,4	0,013	92,8	0,013	93,9	0,012	93,7	0,013
50.000	92,8	0,015	92,2	0,015	93,4	0,015	93,2	0,015
100.000	92,1	0,017	91,5	0,018	92,6	0,017	92,4	0,017
200.000	91,5	0,020	90,9	0,020	92,0	0,018	91,8	0,018

* Grande flutuação dos valores (registrado valor médio)

É mostrado na Tabela 15 que após 24 e 42 horas em repouso o teor de umidade do óleo em contato com os protótipos da amostra capacitiva mantiveram-se menor que 1 (um) mg/kg, indicando que a célula de ensaio é estanque a umidade, e que óleo e papel encontram-se em equilíbrio de umidade.

Tabela 15 – Avaliação teor de umidade do óleo em condições de equilíbrio na célula capacitiva.

Amostra	TEOR DE UMIDADE (mg/kg)		
	Inicial	24h repouso	42h repouso
CP2	< 1	< 1	< 1
CP3	< 1	< 1	< 1

As células contendo os protótipos das amostras capacitivas, CP2 e CP3, foram colocadas em estufa a 100 °C por 24 horas para avaliação do equilíbrio de umidade a quente entre papel e óleo. São mostrados na Tabela 16 os resultados de C e D em função da frequência após 6 e 24 horas em repouso a temperatura ambiente após serem retiradas da estufa.

Tabela 16 – Capacitância (C) e fator de dissipação (D) em função da frequência da amostra capacitiva, imersa em óleo por 24 horas em estufa a 100 °C, após 6 h e 24 h de repouso na temperatura ambiente para resfriamento e equilíbrio de umidade.

Frequência (Hz)	6 h				24 h			
	CP2		CP3		CP2		CP3	
	C (pF)	D (%)						
20	99,0	0,02*	101,0	0,01*	99,0	0,015*	101,0	0,007*
50	99,5	0,004*	101,5	0,002*	99,5	0,032*	101,0	0,006*
100	100,0	0,006*	102,0	0,007*	99,6	0,076*	101,6	0,007
200	99,8	0,005	101,8	0,006	99,5	0,006	101,3	0,006
500	99,6	0,007	101,5	0,007	99,2	0,007	100,9	0,007
1000	99,2	0,008	101,1	0,008	98,8	0,008	100,6	0,008
2000	98,9	0,009	100,8	0,009	98,5	0,009	100,2	0,009
5000	98,3	0,010	100,2	0,010	98,0	0,010	99,6	0,010
10000	97,9	0,011	99,7	0,011	97,5	0,011	99,2	0,011
20000	97,4	0,012	99,2	0,012	97,1	0,012	98,7	0,013
50000	96,8	0,014	98,5	0,014	96,4	0,014	98,0	0,014
100000	96,0	0,016	97,8	0,016	95,7	0,016	97,3	0,017
200000	95,6	0,016	101,0	0,014	95,2	0,018	96,7	0,018

* Grande flutuação dos valores (registrado valor médio)

Durante as medições de capacitância e fator de dissipação observou-se flutuação para valores maiores nestes parâmetros em função de temperaturas mais elevadas e condição de não equilíbrio. Sendo o valor de capacitância mais sensível as flutuações de temperatura que o fator de dissipação. Isto ocorre porque durante a secagem da amostra

capacitiva por microondas a sua temperatura se eleva, e depois decai durante as medições. É mostrado na Tabela 17 as determinações de capacitância a seco, da amostra capacitiva CP2, com 5, 10, 30 e 40 minutos de intervalo após retirada do protótipo do microondas. Como o protótipo encontra-se aquecido devido ao processo de secagem em microondas, este ao resfriar naturalmente, na célula de ensaio fechada, apresentou variação na capacitância principalmente para as frequências mais baixas.

Tabela 17 – Medições de capacitância, em pF, após tempos de 380, 500 e 740 segundos de secagem. Determinações realizadas variando-se os intervalos em repouso para resfriamento conforme indicativo nas colunas com unidades em minutos (min).

Frequência (Hz)	380s		500s		740s	
	5 min	10 min	10 min	30 min	10 min	40 min
20	104,0	94,0	97,0	91,0	94,0	83,0
50	91,0	84,0	85,0	81,5	82,5	76,0
100	83,6	78,0	79,0	76,6	77,2	72,4
200	78,3	74,3	74,8	73,0	73,4	70,2
500	73,9	71,4	71,4	70,3	70,4	68,3
1.000	71,7	69,9	69,8	68,9	68,9	67,3
2.000	70,1	68,9	68,6	67,9	67,8	66,5
5.000	68,7	67,8	67,5	67,0	66,7	65,8
10.000	67,9	67,2	66,9	66,4	66,2	65,3
20.000	67,3	66,7	66,4	65,9	65,7	64,9
50.000	66,6	66,0	65,7	65,3	64,8	64,4
100.000	66,2	65,7	65,3	65,0	64,8	64,0
200.000	66,7	66,1	65,5	65,0	64,7	63,9

É importante mencionar que a queda de temperatura acentuada refere-se ao óleo e não a amostra capacitiva, onde as medidas de capacitância foram realizadas e que a temperatura decaiu mais lentamente.

Nas determinações de C e D conforme Tabela 18, após 5 minutos (imediato) o perfil de temperatura decaiu de 85 °C para 81,5 °C. Nas medições realizadas após 30 minutos em repouso, a variação foi de 67,5 para 65 °C. Nas determinações após 60 minutos, a temperatura variou de 53,8 para 52 °C, e por fim, após 90 minutos em repouso, variou de 45,5 para 44,5 °C.

Os resultados obtidos indicaram a necessidade de realização das determinações na temperatura de envelhecimento, evitando longos ciclos térmicos com entrada de oxigênio e umidade, o que aconteceria com o resfriamento das células até a temperatura ambiente para determinações de capacitância e fator de dissipação.

Devido às flutuações observadas ao se determinar a capacitância fora do equilíbrio térmico, optou-se pela instalação de uma unidade para aquisição externa dos dados de capacitância e fator de dissipação acoplada a estufa, conforme Figura 17, através de chave seletora de sinais. As determinações de C e D passaram a ser realizadas na temperatura de ensaio (condição de equilíbrio) sendo necessário o desligamento momentâneo da tensão elétrica durante aquisição de dados. Este processo para determinação da capacitância e fator de dissipação nas frequências de 100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz e 100 kHz leva cerca de 1 (um) minuto por célula de ensaio.

Tabela 18 – Variação da capacitância (C) e do fator de dissipação(D) em relação à temperatura (fora do equilíbrio) para o protótipo CP2.

Frequência (Hz)	Intervalos de tempo entre medições							
	Imediato		30 min		1h		1h30m	
	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)	C (pF)	D (%)
20	110,0	0,124	104,0	0,03*	102,0	0,008*	101,0	0,01*
50	105,5	0,080	103,0	0,027	101,5	0,011	101,0	0,005*
100	104,2	0,056	102,6	0,022	101,8	0,011	101,5	0,008
200	102,5	0,036	101,9	0,015	101,4	0,075	101,2	0,006
500	101,3	0,023	101,4	0,011	101,1	0,070	100,9	0,006
1.000	100,6	0,018	100,9	0,010	100,8	0,007	100,6	0,007
2.000	100,1	0,014	100,6	0,009	100,5	0,007	100,3	0,007
5.000	99,5	0,011	100,1	0,009	100,0	0,008	99,8	0,008
10.000	99,1	0,010	99,8	0,009	99,7	0,009	99,4	0,010
20.000	98,8	0,010	99,4	0,009	99,3	0,010	99,0	0,011
50.000	98,4	0,010	99,0	0,011	98,8	0,013	98,4	0,013
100.000	97,9	0,012	98,4	0,013	98,1	0,015	97,7	0,015
200.000	97,5	0,012	97,9	0,014	97,6	0,016	97,2	0,016

* Grande flutuação dos valores (registrado valor médio)

5.6 Curvas de C e D em função da frequência

Os resultados típicos obtidos na verificação da ponte de medição de capacitância e fator de dissipação utilizando capacitor padrão são apresentados na Tabela 19.

Tabela 19 – Resultados da capacitância e fator de dissipação da ponte de medição Wayne Kerr obtidos através da verificação com capacitor padrão.

Frequência (Hz)	Capacitância (nF)	Fator de dissipação (%)
100	0,9998	0,0002
1.000	1,0000	0,0000
10.000	1,0001	0,0000

Nas figuras de Figura 31 a Figura 42 são mostrados os resultados de C e D em função da frequência (100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz e 100 kHz) para 32 dias de envelhecimento. Como forma de visualizar possíveis alterações, as curvas correspondentes a capacitância foram normalizadas em relação à primeira medição (48 horas a 140 °C).

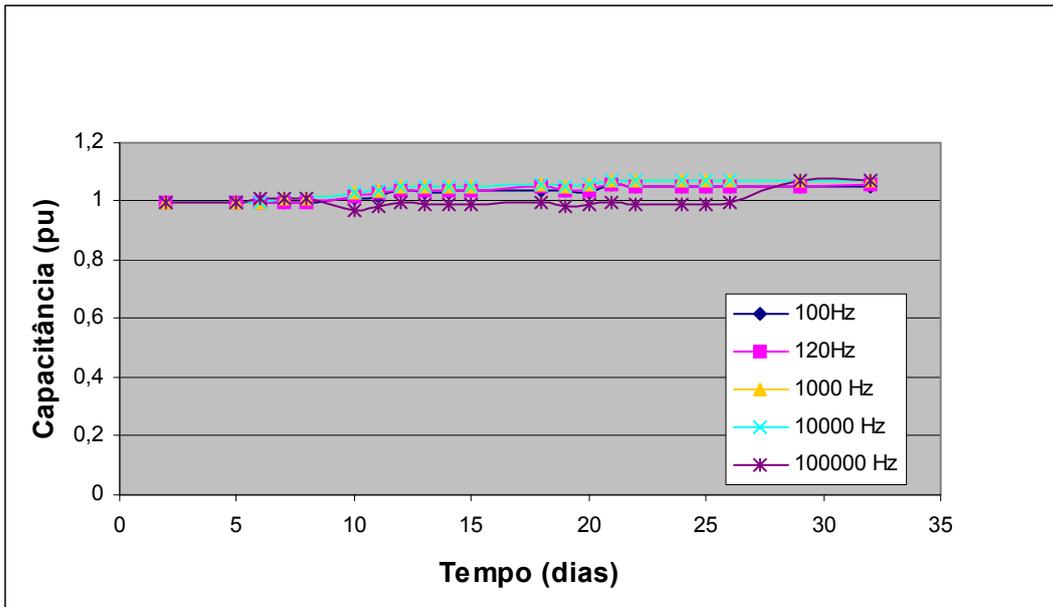


Figura 31 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 7 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.

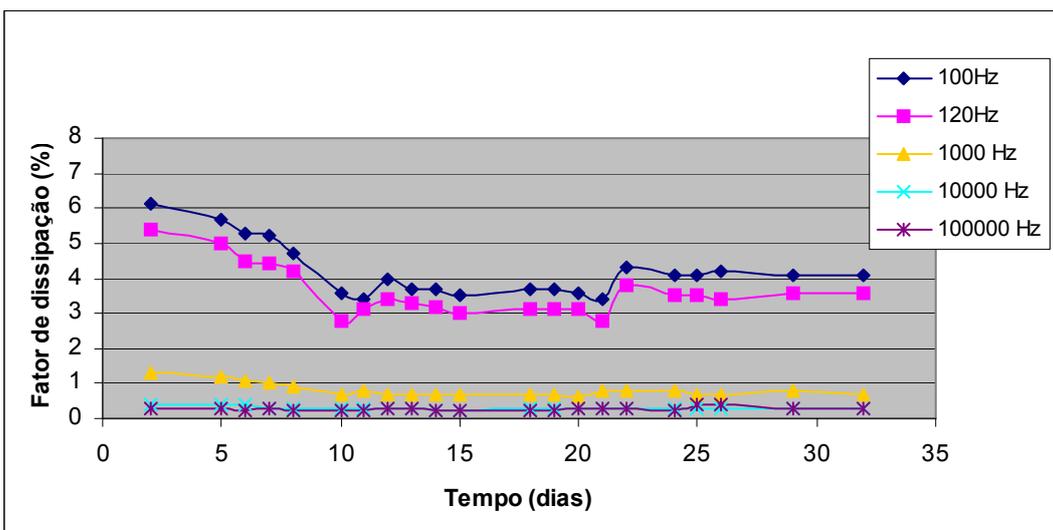


Figura 32 – Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 7 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.

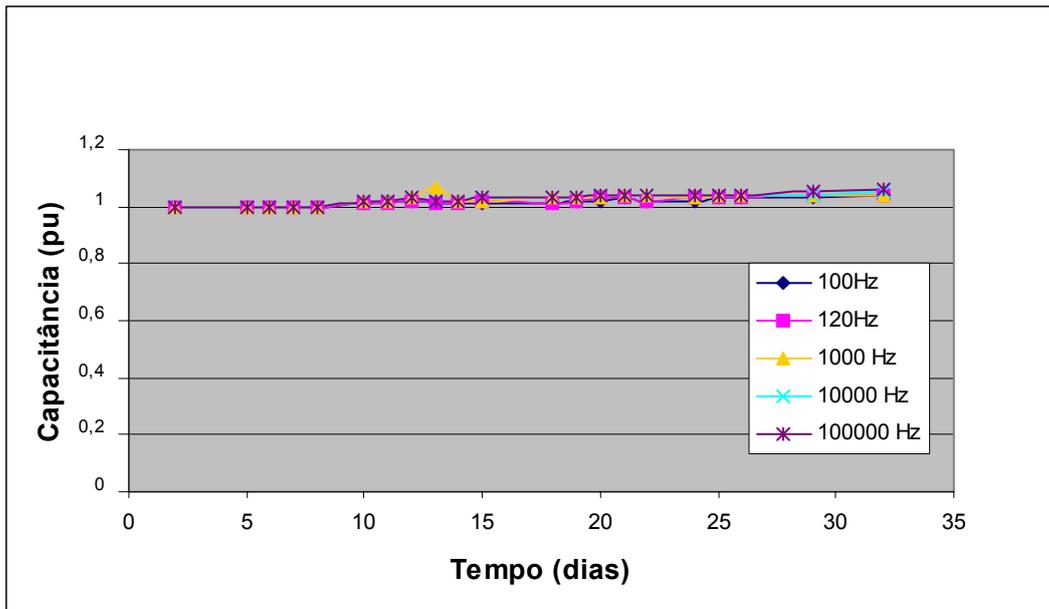


Figura 33 – Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 8 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.

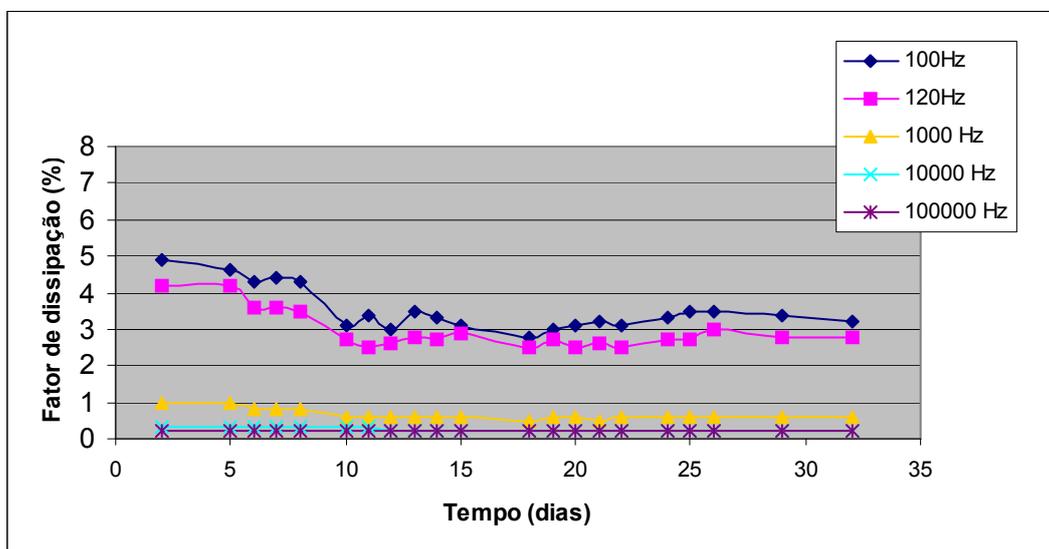


Figura 34 – Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 8 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.

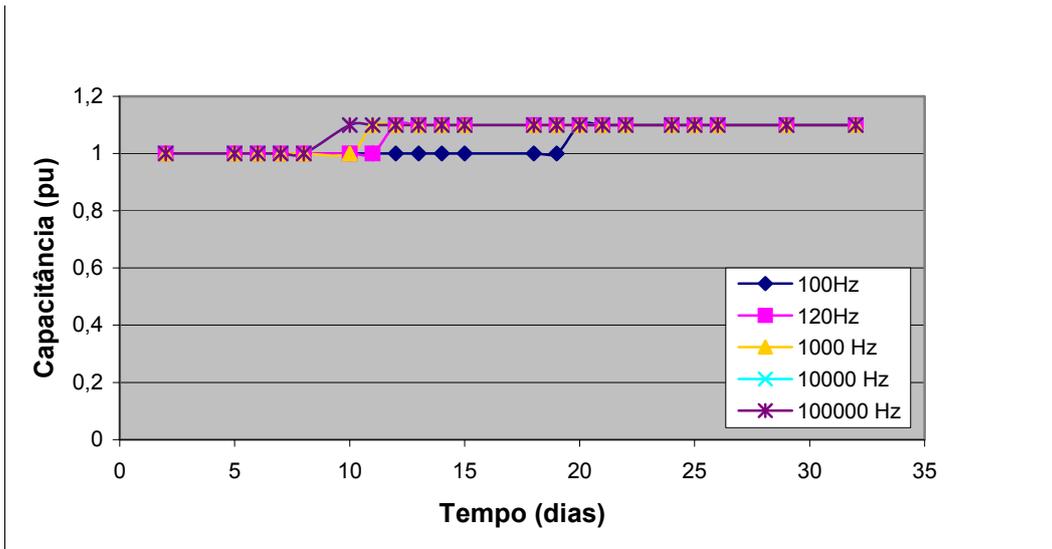


Figura 35 – Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 9 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.

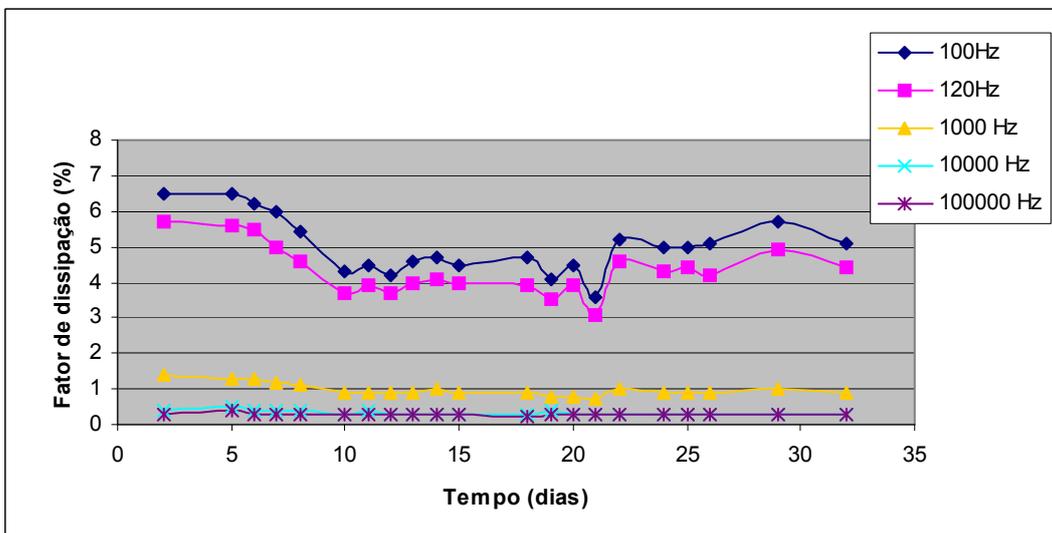


Figura 36 – Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 9 durante 32 dias de ensaio a 140 °C.

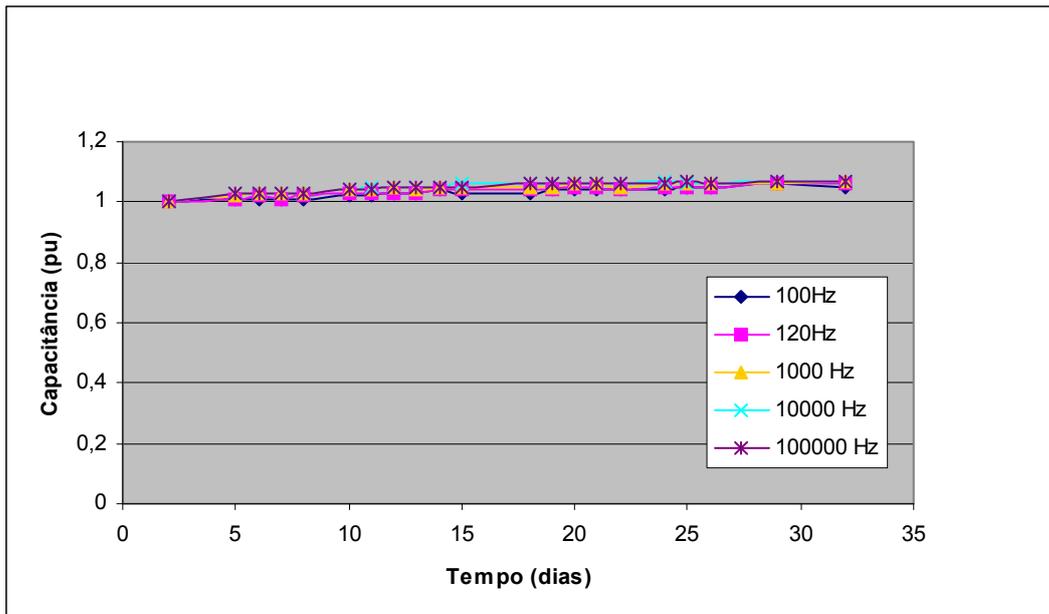


Figura 37 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 10 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.

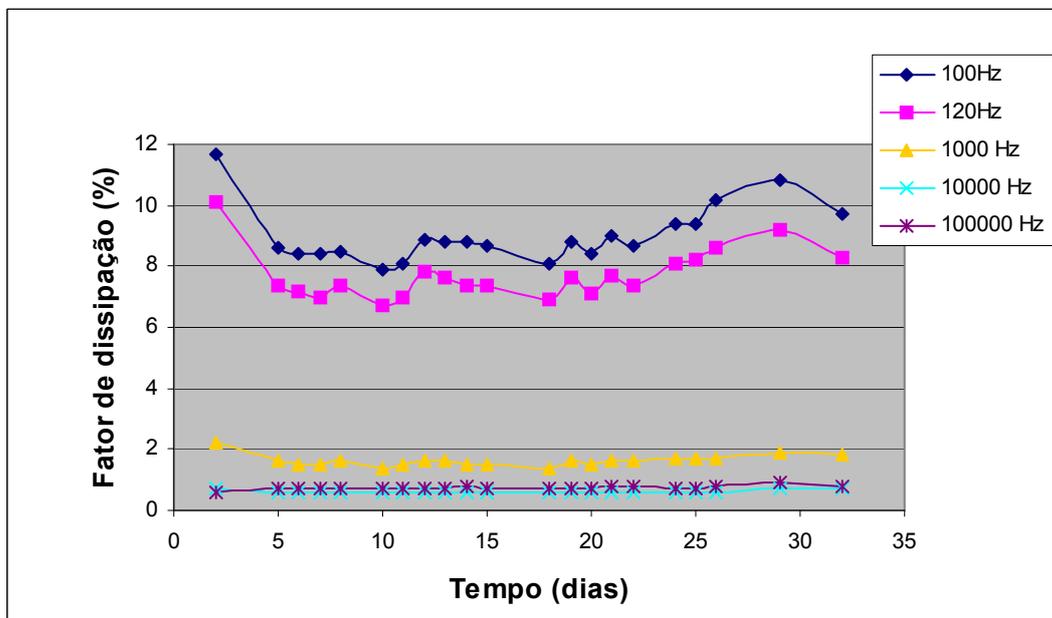


Figura 38 - Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 10 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.

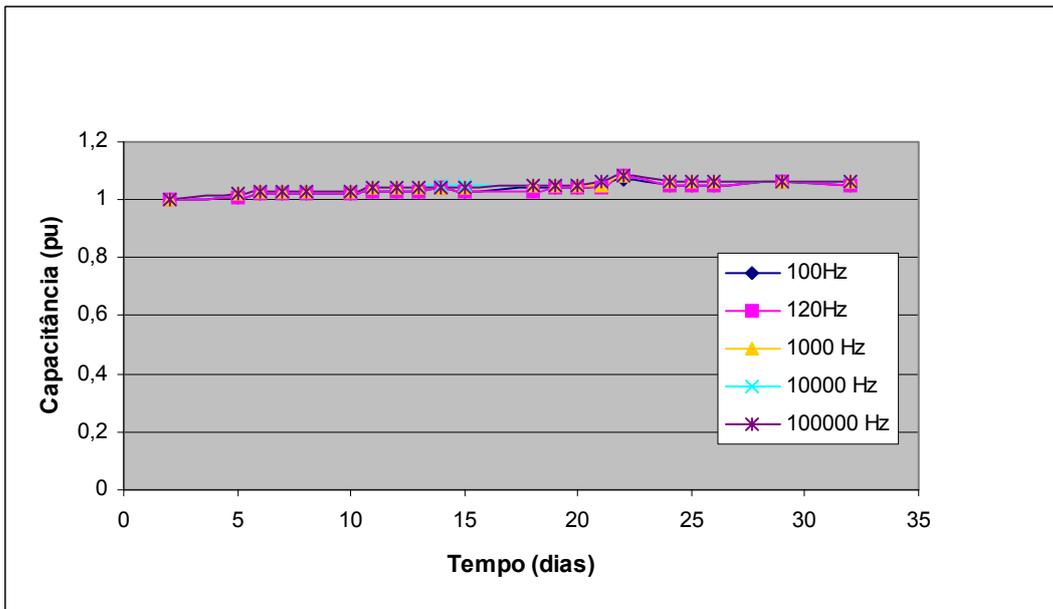


Figura 39 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 11 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.

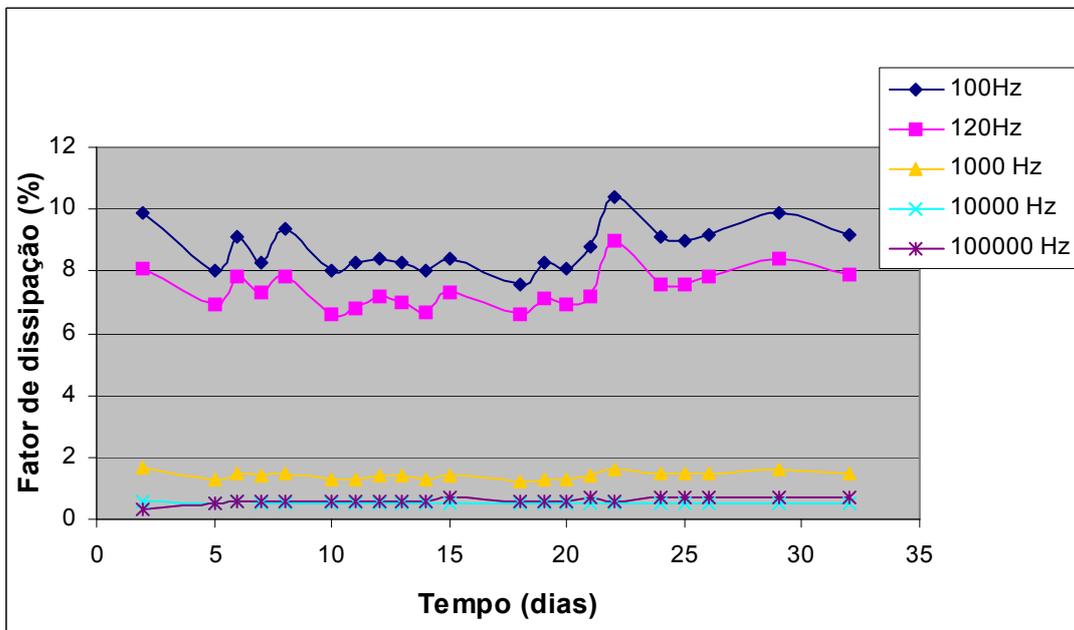


Figura 40 - Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 11 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.

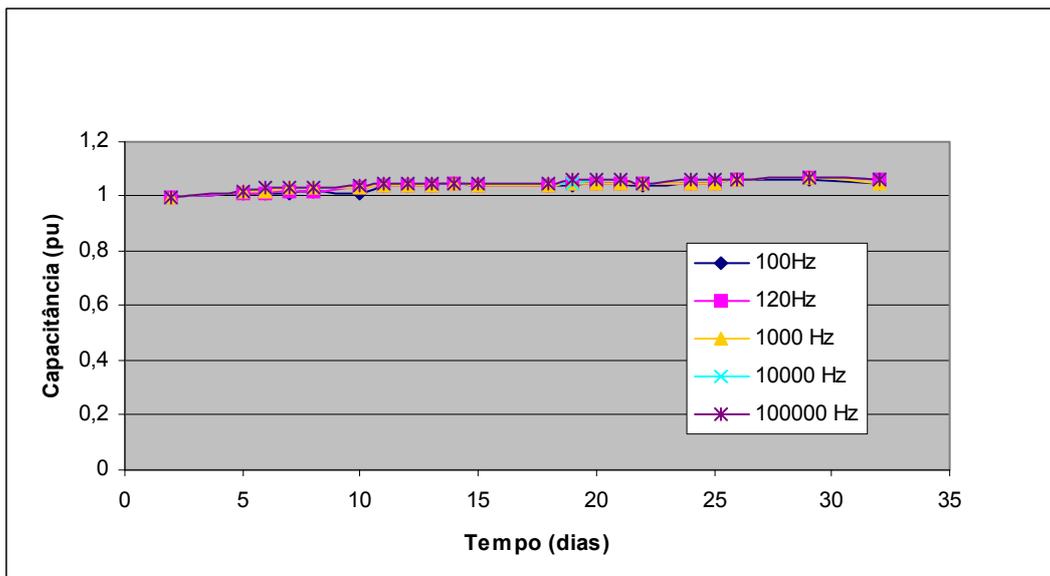


Figura 41 - Curvas de capacitância em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 12 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.

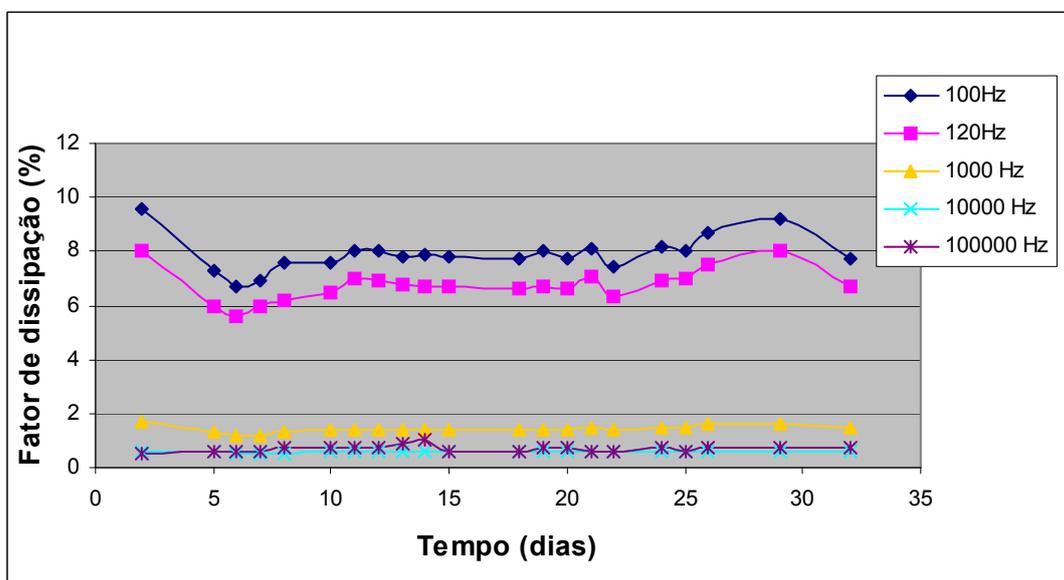


Figura 42 - Curvas de fator de dissipação em função da frequência para a célula de ensaio contendo a amostra capacitiva 12 durante 32 dias de ensaio a 140 °C e tensão de 2 kV.

O gráfico da Figura 43 mostra as curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a temperatura de 140 °C. C_0 e D_0 são as determinações antes do envelhecimento e C_{32} e D_{32} após 32 dias de ensaio.

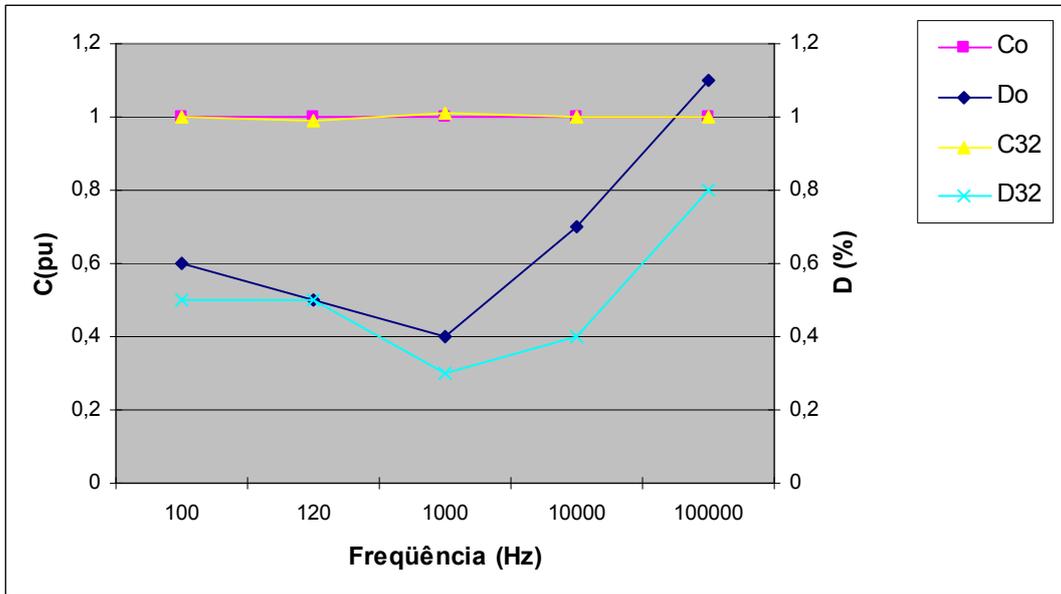


Figura 43 – Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C.

O gráfico da Figura 44 mostra as curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV. C_0 e D_0 são as determinações antes do envelhecimento e C_{32} e D_{32} após 32 dias de ensaio.

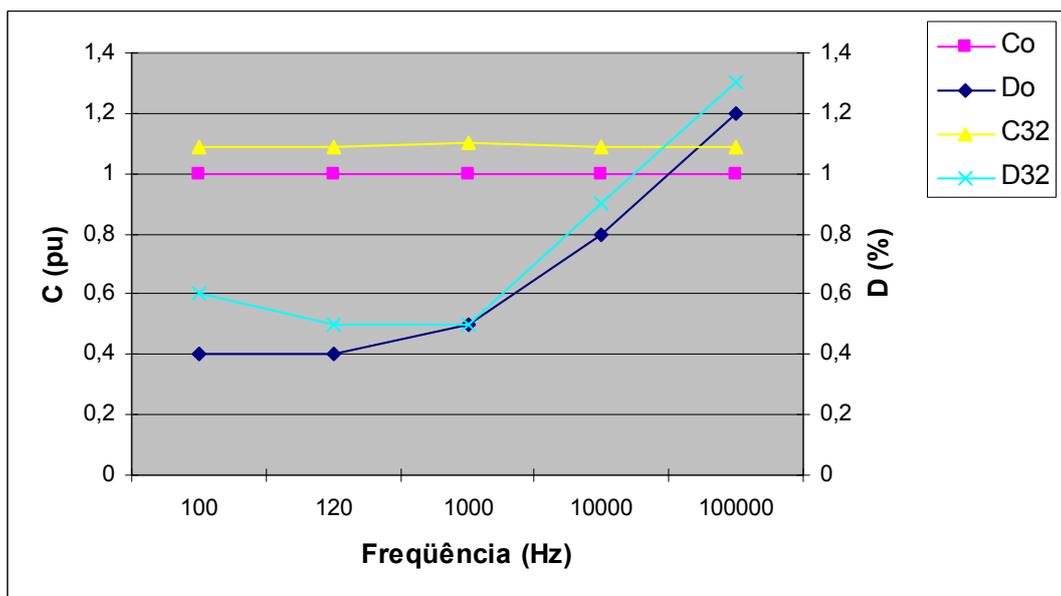


Figura 44 - Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV.

As curvas de C e D em função da frequência (100 Hz, 120 Hz, 1 kHz, 10 kHz e 100 kHz) conforme resultados mostrados nas Figura 31 a Figura 44, indicam que, para o acompanhamento do envelhecimento das amostras capacitivas imersas em óleo, nas condições de medição descritas não apresentaram variações significativas para detectar a formação e deposição de sulfetos no cobre e/ou no papel, para o arranjo avaliado durante os 32 dias de ensaio.

As curvas de capacitância em função da frequência das amostras capacitivas mostram ligeira tendência de subida (quase imperceptível) da capacitância com o tempo de envelhecimento.

Os resultados obtidos para C e D nas condições estudadas mostraram-se não conclusivos.

O fator de dissipação que também avalia defeitos internos (bolhas, carbonização), é influenciado por defeitos construtivos. Descargas parciais normais na amostra capacitiva provavelmente mascaram o efeito do depósito de sulfeto de cobre. Não foi possível separar a resposta do sulfeto dos outros efeitos.

A formação de contaminantes na superfície do cobre e do papel não alteraram significativamente estas propriedades dielétricas (C e D) monitoradas do conjunto papel-óleo.

5.7 Microscopia

5.7.1 Fios condutores

Conforme inspeção visual realizada na superfície dos fios condutores dentro das células de ensaio, após 32 dias de envelhecimento térmico e elétrico, não foi observado deposição de sulfeto na superfície do esmalte, nem nas extremidades estanhadas dos fios condutores, para contato elétrico entre corpos-de-prova e terminais da célula.

Confirmou-se tal observação através da análise de MEV-EDS da superfície estanhada, onde não detectou-se presença dos elementos cobre e enxofre conforme espectro EDS mostrado na Figura 45.

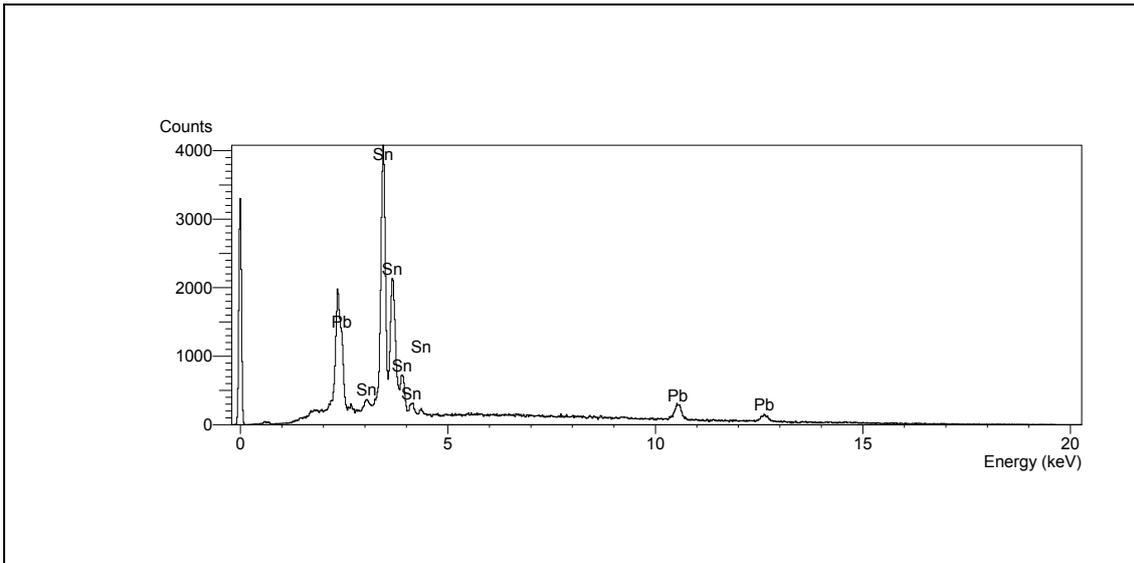


Figura 45 - Espectro obtido por EDS da superfície terminal estanhada do fio condutor acoplado a amostra capacitiva submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV por 32 dias.

5.7.2 Amostras capacitivas

O cobre e o papel das amostras capacitivas foram analisados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com sistema de microanálise por dispersão de energia de raios-X (EDS), para identificação de elementos presentes nas superfícies das mesmas.

A Figura 46 apresenta duas imagens das fibras de um papel isolante novo, sem manuseio, do tipo Kraft, obtidas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

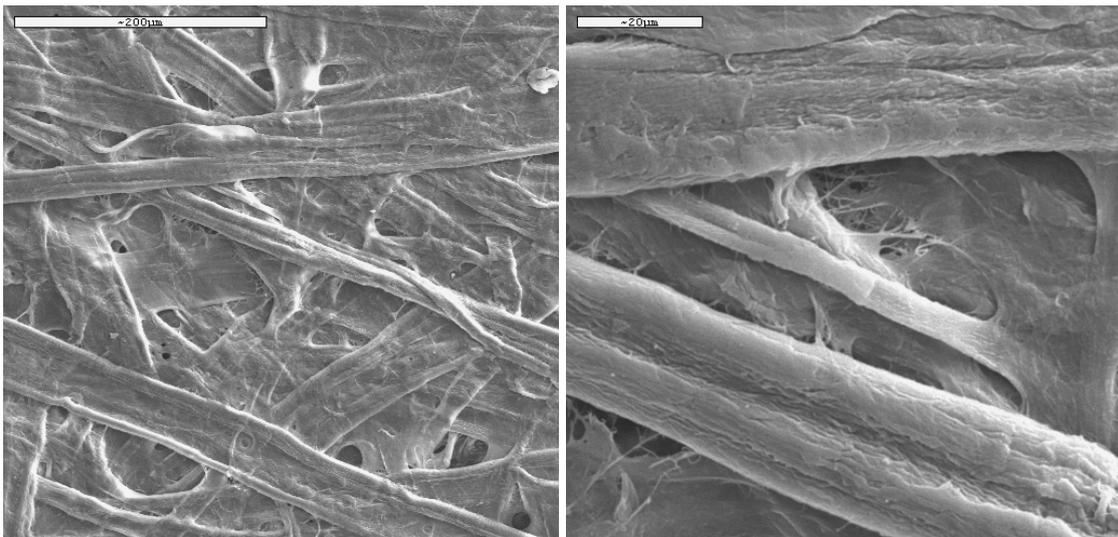


Figura 46 – Fotomicrografias das fibras de papel isolante elétrico novo obtidas por técnica de MEV. Ampliações de 200X e 1.000X.

A Figura 47 mostra os espectros de EDS característicos das superfícies do cobre com e sem depósito de sulfetos obtidos pela técnica MEV-EDS. O espectro (a) refere-se a superfície de uma placa de cobre cujo óleo é não “corrosivo”, e o espectro (b) a superfície da placa de cobre cujo óleo é “corrosivo”.

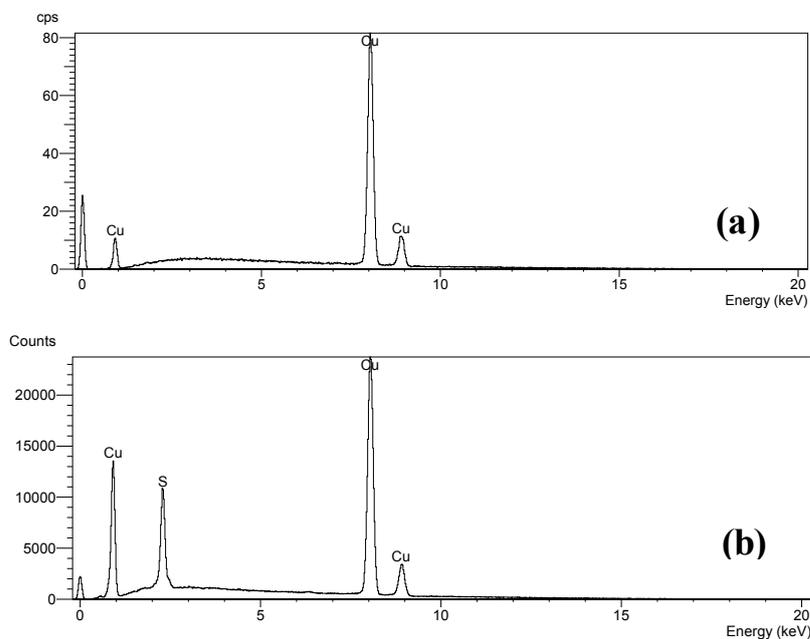


Figura 47 - Espectros obtidos pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS) da superfície das placas de cobre. (a) para óleo “não corrosivo”; (b) para óleo “corrosivo”.

Pela inspeção visual das amostras capacitivas e dos seus componentes construtivos constatou-se a presença de depósitos nas lâminas de cobre e na primeira tira de papel das amostras submetidas a temperatura e tensão. A tonalidade dos depósitos e quantidade era crescente à medida que as amostras eram envelhecidas por tempos de 7, 12, 21 e 32 dias.

As evidências de depósitos de compostos de enxofre puderam ser observadas pela alteração da cor das placas de cobre e dos papéis isolantes, tendo sido possível estabelecer uma relação semiquantitativa, da presença de enxofre nas camadas de papel, com o tempo de exposição a temperatura e do efeito da tensão elétrica.

As amostras capacitivas submetidas à tensão elétrica apresentaram presença de sulfeto no papel, ocorrendo a maior deposição na primeira camada de papel localizada entre as placas de cobre. As Figuras 48, 50, 51 e 53 mostram as imagens obtidas por MEV dos papéis após envelhecimento.

As amostras de papel das amostras capacitivas submetidas ao efeito da temperatura e tensão elétrica, apresentaram, quando comparadas com amostras submetidas apenas ao envelhecimento térmico, maior deposição de sulfeto de cobre na primeira camada de papel, em contato com placa de cobre, tanto entre placas quanto externamente a elas.

Esta presença de sulfeto de cobre pode ser confirmada pelos espectros MEV-EDS das Figuras 49 e 58 para o papel, Figuras 56 e 57 referente aos depósitos nas placas de cobre, e pela diminuição dos teores de DBDS conforme resultados mostrados na Tabela 7.

A Figura 48 mostra a face do papel com depósito de sulfeto referente a primeira camada em contato direto com superfície do cobre entre placas após 32 dias de envelhecimento a 140 °C e tensão de 2 kV. Observa-se que o depósito recobre boa parte dos vazios entre as fibras. O espectro MEV-EDS desta região é mostrado na Figura 49 e confirma a presença de enxofre e cobre.

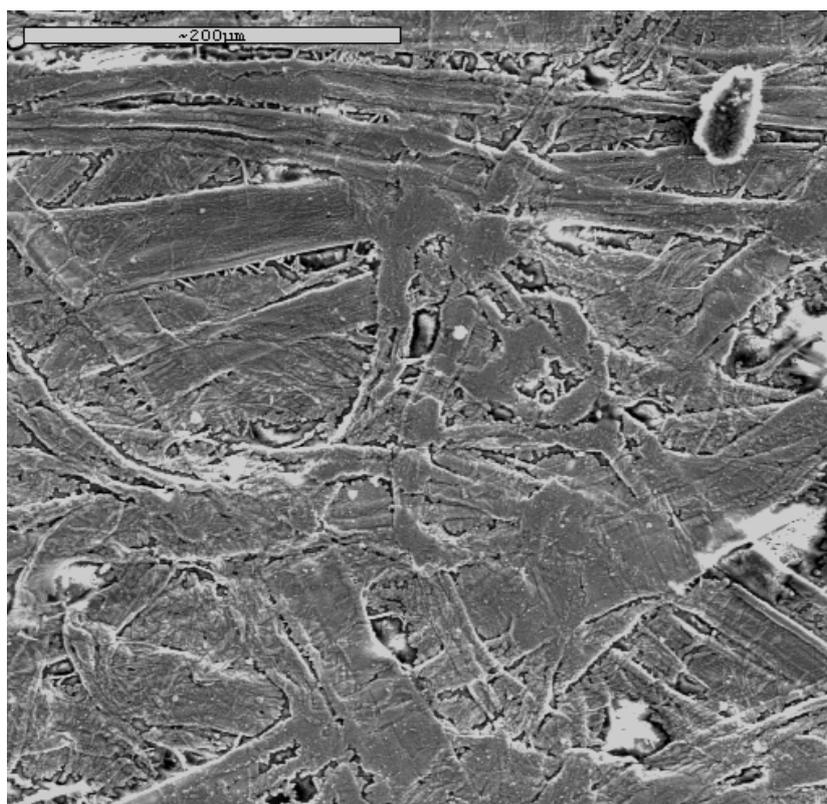


Figura 48 - Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico com depósito de sulfeto. Amostra de papel da AMC com 32 dias de envelhecimento a 140 °C e 2 kV. Ampliação de 200X.

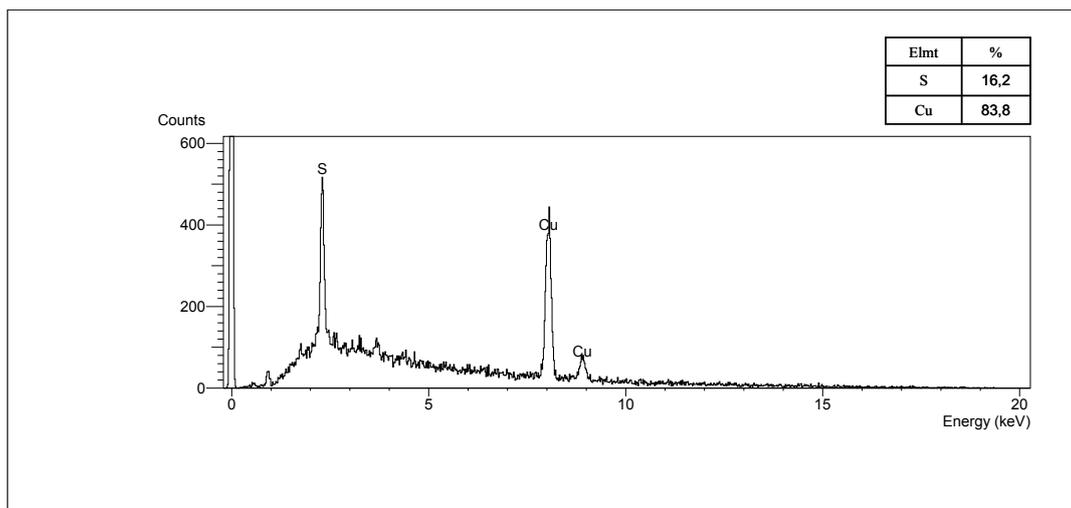


Figura 49 - Espectro EDS para amostras de papel envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro característico do depósito na camada de papel em contato direto com a superfície de cobre entre as placas.

A Figura 50 mostra a face do papel com depósito de sulfeto referente a primeira camada em contato direto com superfície do cobre entre placas após 21 dias de envelhecimento a 140 °C e tensão de 2 kV. Observa-se que o depósito recobre boa parte dos vazios entre as fibras, mas numa relação inferior ao de 32 dias (Figura 48).

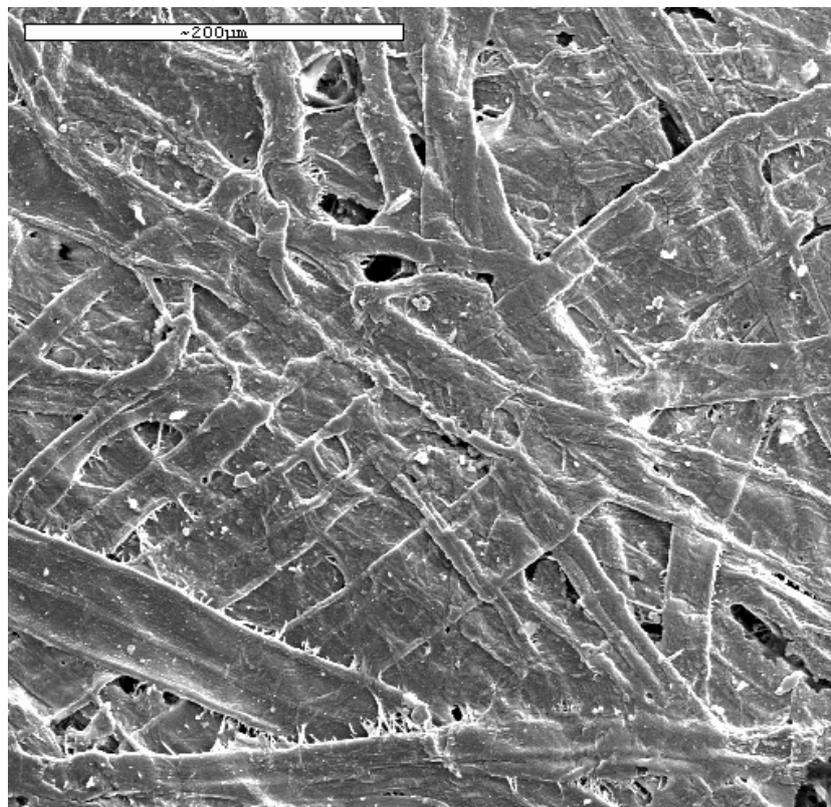


Figura 50 – Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico com depósito de sulfeto. Amostra de papel da AMC após 21 dias de envelhecimento a 140 °C e tensão de 2 kV. Ampliação de 200X.

A Figura 51 mostra a face oposta do depósito de sulfeto no papel referente à primeira camada em contato direto com superfície do cobre entre placas após 32 dias de envelhecimento a 140 °C e tensão de 2 kV (face oposta do papel da Figura 48). Observa-se que os vazios entre as fibras de papel estão em boa parte preservados, já que este papel sofreu manuseio e prensagem durante montagem das amostras capacitivas. O espectro MEV-EDS desta região é mostrado na Figura 52 onde não se encontrou indícios dos elementos enxofre e cobre.

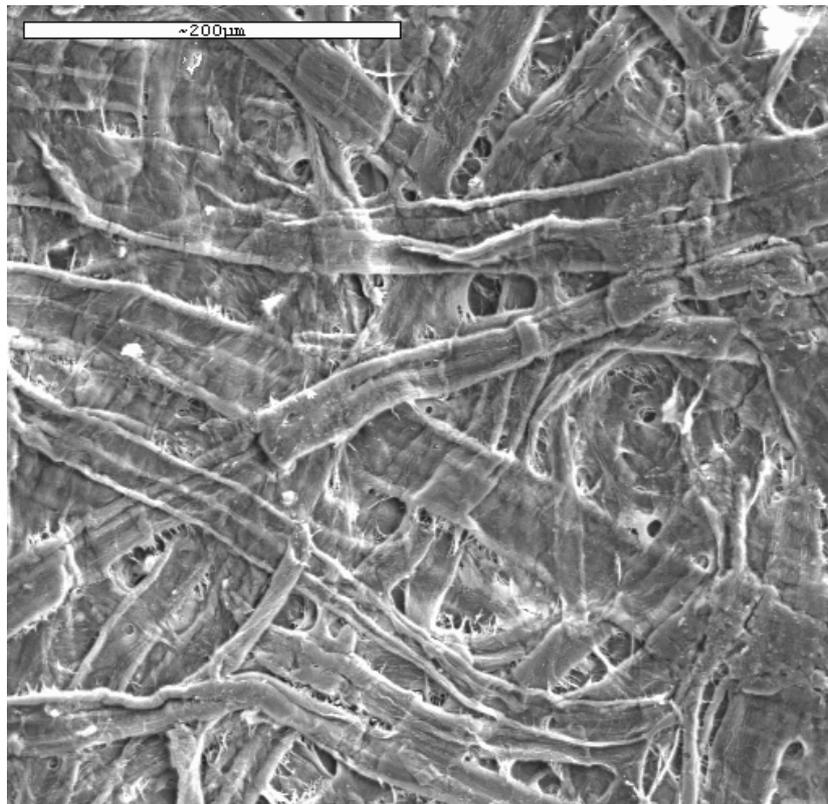


Figura 51 – Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico da AMC após envelhecimento por 32 dias a 140 °C e 2 kV. Face oposta do depósito da Figura 48 presente na camada em contato direto com superfície entre placas de cobre. Ampliação de 200X.

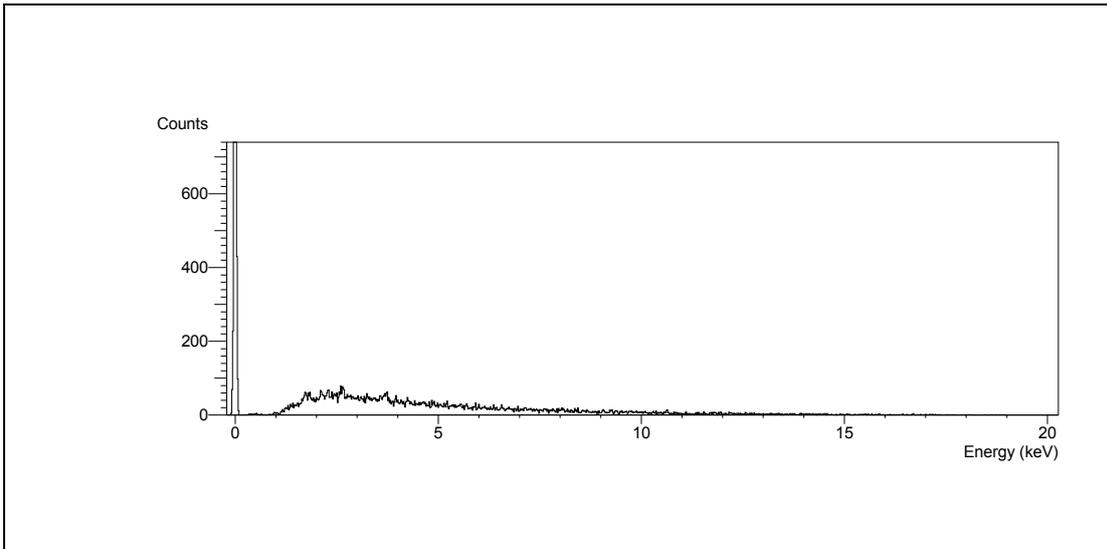


Figura 52 - Espectro obtido por EDS das amostras de papel envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro típico da face oposta do depósito na camada de papel em contato direto com superfície de cobre entre as placas.

A Figura 53 mostra a face oposta do depósito de sulfeto no papel referente a primeira camada em contato direto com superfície do cobre entre placas após 32 dias de envelhecimento a 140 °C e tensão de 2 kV. Observa-se que os vazios entre as fibras de papel estão em boa parte preservados, já que este papel sofreu manuseio e prensagem durante montagem das amostras capacitivas.

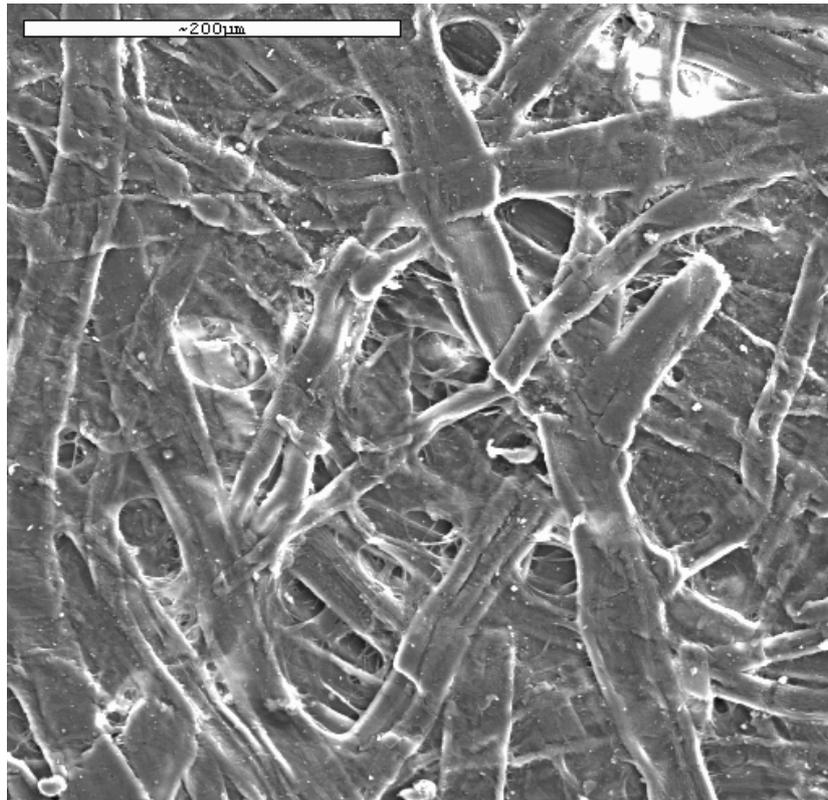


Figura 53 – Fotomicrografia de MEV típica das fibras de papel isolante elétrico da AMC após envelhecimento por 32 dias a 140 °C e tensão de 2 kV. Face oposta do depósito presente na camada em contato direto com superfície entre placas de cobre. Ampliação de 200X.

Nas Figura 54 a Figura 61, são apresentados alguns dos espectros de EDS representativos típicos, obtidos para os materiais (cobre e papel) que compuseram as amostras capacitivas, submetidas apenas ao efeito da temperatura, e submetidas aos efeitos da temperatura e tensão elétrica. Foram avaliadas 30 regiões das placas de cobre e 24 regiões das tiras de papel nas várias camadas e faces. Constatou-se presença do elemento enxofre na primeira camada de papel em contato com as superfícies de cobre, que também apresentaram evidências do elemento enxofre depositado em suas superfícies.

Observa-se pelos espectros MEV-EDS que as superfícies externas do cobre (Figuras 56 e 57) e do papel (Figuras 49 e 58) apresentaram uma quantidade muito maior de enxofre do que a da superfície central (Figuras 54 e 55). Interessante também que as amostras submetidas ao envelhecimento por temperatura e tensão tiveram um depósito maior de enxofre em suas superfícies de cobre e papel do que as envelhecidas apenas por temperatura.

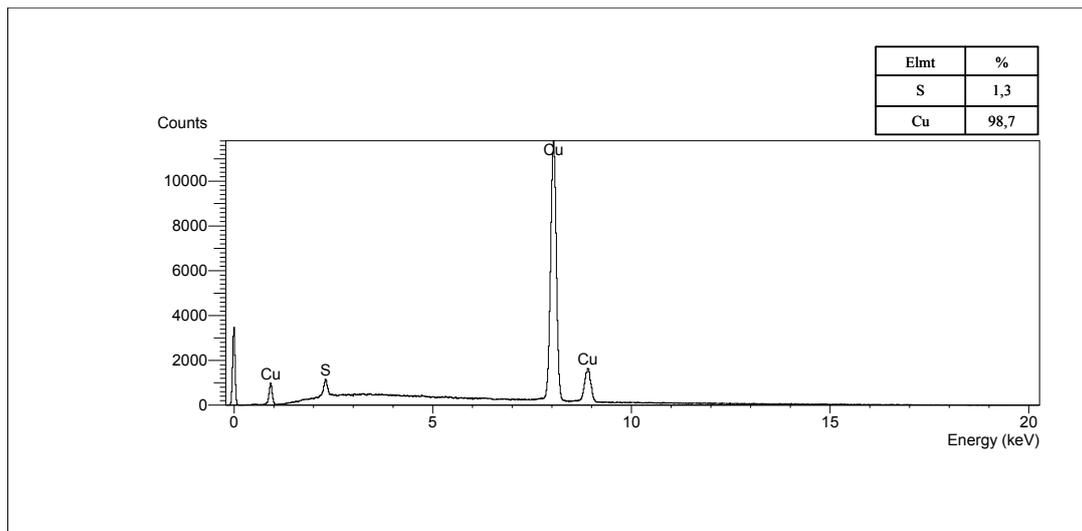


Figura 54 - Espectro obtido por EDS da superfície central do cobre entre as placas, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C por 32 dias.

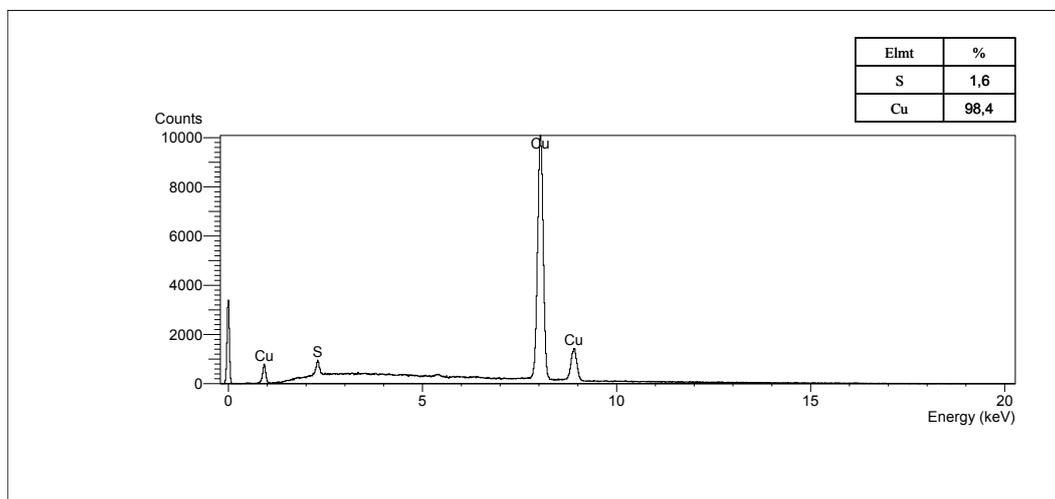


Figura 55 - Espectro obtido por EDS da superfície central do cobre entre as placas, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV por 32 dias.

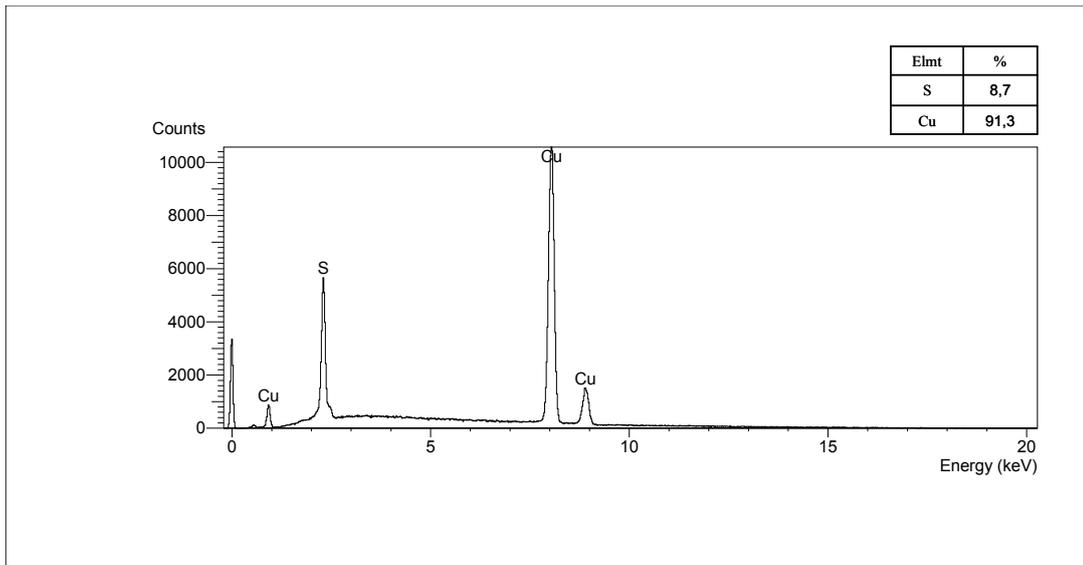


Figura 56 - Espectro obtido por EDS da superfície externa das placas de cobre, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C por 32 dias.

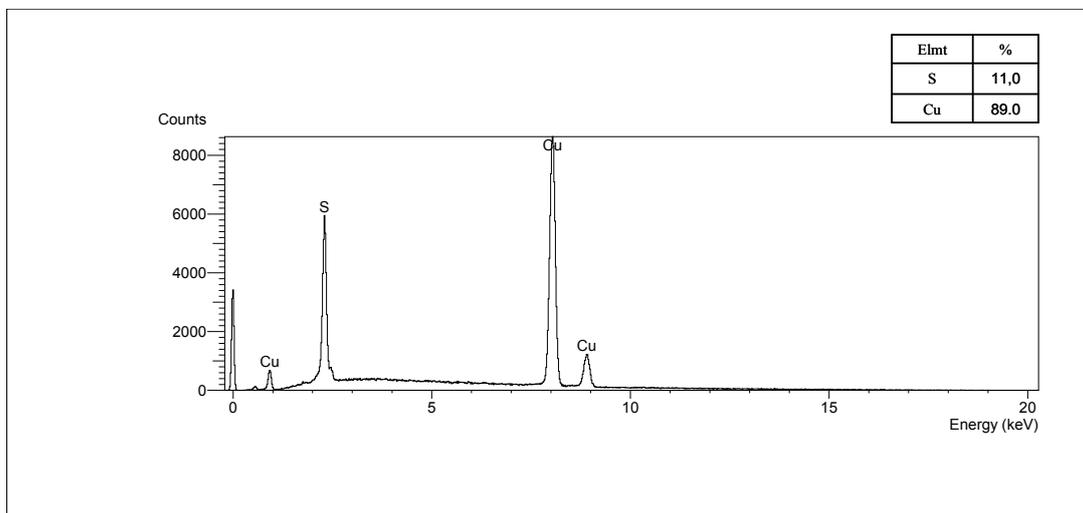


Figura 57 - Espectro obtido por EDS da superfície externa das placas de cobre, característico para amostras capacitivas submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV por 32 dias.

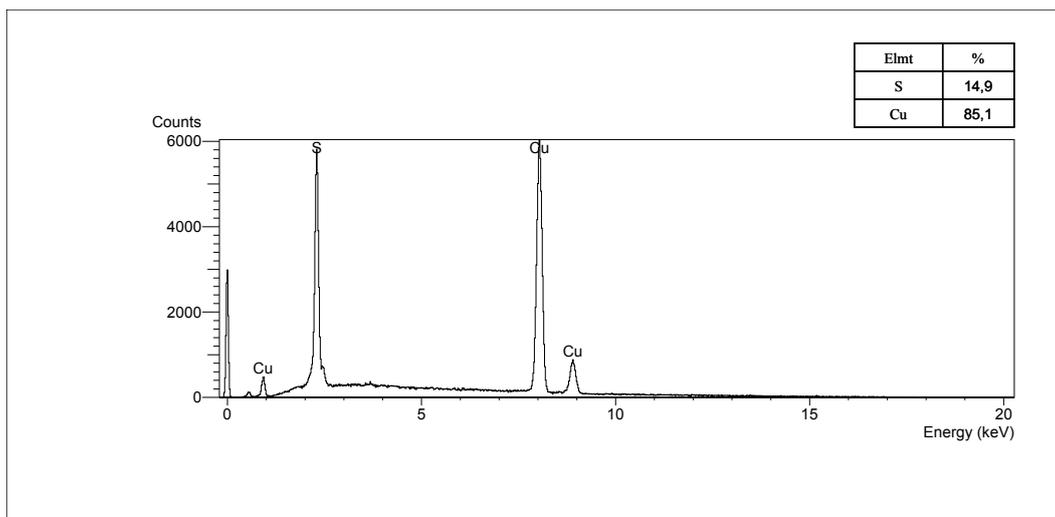


Figura 58 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas por 32 dias a 140 °C. Espectro característico do depósito na camada de papel em contato direto com superfície de cobre entre as placas.

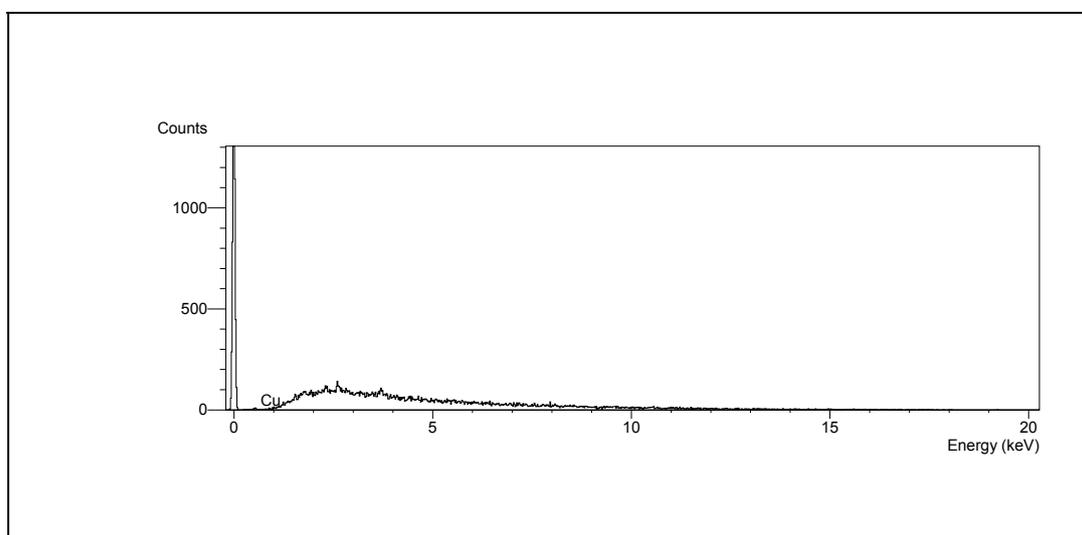


Figura 59 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas por 32 dias a 140 °C. Espectro típico da face oposta do depósito na camada de papel em contato direto com superfície de cobre entre as placas.

Comprovou-se através dos espectros MEV-EDS (Figuras 52 e 59) que não houve migração do enxofre através das fibras do papel para a face oposta do mesmo para as condições de envelhecimento a que as amostras foram submetidas neste estudo.

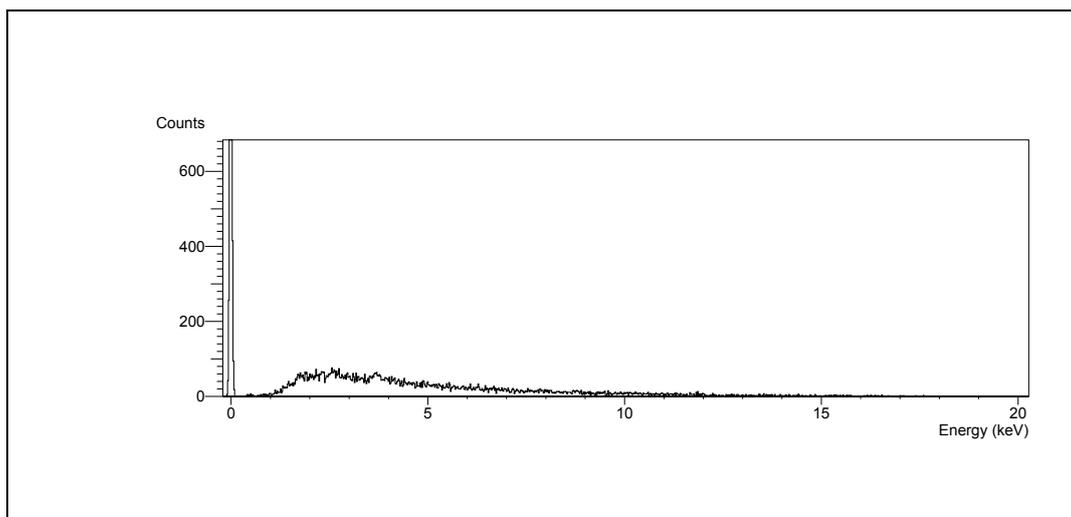


Figura 60 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro típico da primeira tira de empapelamento em contato com cobre referente à segunda camada de papel.

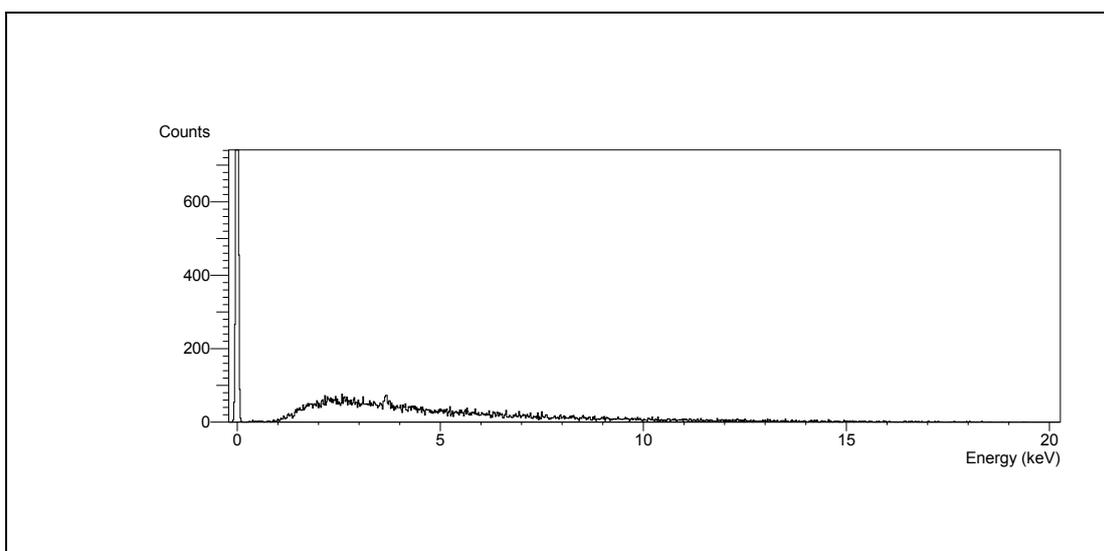


Figura 61 - Espectro obtido por EDS da superfície do papel de amostras envelhecidas a 140 °C com tensão de 2 kV por 32 dias. Espectro típico da última camada de amarração da amostra capacitiva em contato direto com óleo.

A inspeção visual e os resultados dos espectros e das análises semiquantitativas por MEV-EDS, mostraram que ocorreu maior deposição de sulfeto nos papéis em contato direto com as superfícies internas das placas de cobre, conforme observa-se nas Figuras 25 e 26.

As fotomicrografias obtidas por MEV, Figuras 48, 50, 51 e 53, juntamente com os espectros EDS, mostrados nas Figuras 49 a 61, confirmam as observações da inspeção visual de que os depósitos ocorrem apenas numa das faces do papel para as

condições de ensaio. As fotomicrografias mostram que os depósitos de sulfeto preenchem parte do espaço entre as fibras, enquanto do lado oposto ao depósito as fibras e vazios estão mais preservados. Observou-se que as regiões analisadas por MEV-EDS que apresentaram alta contagem de enxofre, correspondiam aos depósitos de sulfeto de cobre na face do papel em contato direto com placas de cobre entre condutores e que, os espectros da face oposta do papel, não apresentavam enxofre e cobre.

Para acompanhamento da evolução da formação do sulfeto de cobre nas placas de cobre das amostras capacitivas realizou-se inspeção de amostras intermediárias retiradas com 7, 12 e 21 dias. Observou-se que primeiramente ocorria formação descontínua de sulfeto de cobre na superfície da placa, e que este depósito tornava-se mais intenso à medida que o tempo de envelhecimento crescia, até tornar-se visível no papel.

Na última camada de papel de amarração da amostra capacitiva não observa-se, por inspeção visual ou pela técnica de MEV-EDS, a presença de sulfeto na coloração ligeiramente sombreada. Esta face do papel estava em contato direto com óleo, indicando que esta coloração pode ser devida aos produtos de envelhecimento do óleo, conforme constata-se para os óleos mais envelhecidos. Esta coloração das fibras era menos intensa nas células cujos óleos envelheceram menos. A rigidez dielétrica determinada para estas regiões não apresentaram diferença significativa em relação às regiões de camadas mais claras.

A análise de MEV-EDS das duas superfícies das placas de cobre das amostras capacitivas após 32 dias de envelhecimento confirmou que os depósitos escuros (Figuras 27 e 28) são de sulfeto.

Os resultados obtidos por MEV-EDS foram confirmados pela análise dos depósitos das superfícies do cobre e do papel através do LECO (item 4.2.9) onde detectou-se a presença de enxofre.

5.8 Rigidez dielétrica

Foram realizados ensaios para a verificação da rigidez dielétrica nas amostras capacitivas e nas tiras de papéis isolantes, contendo diversos graus de severidade em relação à presença de depósitos de enxofre corrosivo. Foram avaliadas camadas de papel em contato com os condutores de cobre das amostras capacitivas, até às camadas

mais externas. Cada coluna de resultados mostradas na Tabela 20, referente a uma amostra capacitiva, é a média de 8 a 10 determinações de tensão de ruptura realizadas em cada duas tiras de papel. As colunas M1 e M2 são as médias das médias referentes as tiras de 3 amostras capacitivas retiradas e avaliadas da mesma posição.

As amostras capacitivas 7, 8 e 9 foram submetidas ao efeito da temperatura de 140 °C, e as de números 10, 11 e 12 a temperatura 140 °C e tensão de 2 kV.

Não aconteceu a perfuração da amostra capacitiva nas condições de envelhecimento térmico e esforço elétrico utilizados durante os 32 dias de ensaio.

Tabela 20 – Tensão de ruptura dielétrica média das tiras de papel das amostras capacitivas envelhecidas por 32 dias.

Camada	Tensão de ruptura (V)							
	AMC 7	AMC 8	AMC 9	M1	AMC 10	AMC 11	AMC 12	M2
1	648	642	654	648	436	471	520	476
2	651	674	679	668	677	700	697	691
3	638	654	645	646	676	684	688	683
4	644	653	658	652	698	701	696	698
5	699	-	-	699	-	664	-	664
6	632	-	-	632	701	662	-	682
7	639	-	-	639	675	695	-	685

Identificação das camadas de papéis isolantes:

1 – 1ª tira de empapelamento individual da placa de cobre. Camada em contato com o cobre entre placas (camada escura).

2 – 1ª tira de empapelamento individual da placa de cobre. Segunda camada de papel entre placas.

3 – 1ª tira de empapelamento individual da placa de cobre. Camada em contato com superfície externa da placa de cobre (parte ligeiramente escura).

4 – 1ª tira de papel de empapelamento individual da placa de cobre. Segunda camada de papel, face externa da placa de cobre.

5 – Tira de amarração da AMC. 1ª camada de amarração das placas de cobre. Corresponde à 1ª e 2ª camadas de amarração (camadas internas).

6- Tira de amarração da AMC. Última tira de amarração (correspondente à 3ª e 4ª camadas).

7 – Tira de amarração da AMC. Última tira de amarração, superfície mais externa do papel (quarta camada). Camada de papel em contato direto com o óleo.

Não se observou variação significativa da tensão de ruptura entre as camadas de papel das amostras capacitivas 7, 8 e 9.

Somente as amostras capacitivas submetidas ao efeito conjunto de temperatura e tensão elétrica apresentaram variações significativas do valor da rigidez dielétrica entre a primeira camada de papel e as demais camadas. A rigidez dielétrica da primeira camada de papel, em contato direto com placas de cobre, apresentou queda média de 32 % em relação à segunda camada, conforme mostrado na Tabela 20. Ocorreu certa

dispersão nas descargas disruptivas por conta dos depósitos não serem uniformes e devido ao tamanho das amostras capacitivas, onde só eram possíveis de 8 a 12 determinações por camada da tira de papel. Na segunda camada de papel e demais, não se observaram variações significativas entre os resultados de rigidez dielétrica nos pontos analisados, indicando que não houve migração do sulfeto para estas camadas. Avaliações por MEV-EDS não detectaram presença de enxofre ou cobre a partir da segunda camada.

A contaminação do papel ocorreu na camada mais interna, mais especificamente na camada em contato direto com a superfície do cobre entre as placas da amostra capacitiva.

A rigidez dielétrica das amostras capacitivas imersas em óleo, ensaiadas na temperatura ambiente dentro das células, após 7, 12, 21 e 32 dias de envelhecimento, conforme Tabela 21, não apresentaram correlação entre si, devido à alta dispersão dos resultados, nem correlação com o grau de deposição de sulfeto nos níveis obtidos durante o experimento. Neste caso, devido a algumas variáveis, cujos resultados são mostrados na Tabela 4, tornou-se difícil uma correlação adequada, pois, apesar de algumas variações de envelhecimento nas propriedades do óleo, não se observou influência direta no comportamento da rigidez dielétrica das amostras capacitivas.

Tabela 21 – Tensão de ruptura dielétrica das amostras capacitivas imersas no óleo das células a temperatura ambiente após envelhecimento a 140 °C.

Célula, AMC nº	Tensão (kV)	Duração (dias)	Teor de água óleo (mg/kg)	Tensão de ruptura (kV)
1	-	7	98	6,9
2	2	7	88	7,2
3	-	12	49	7,5
4	2	12	65	7,7
5	-	21	57	7,4
6	2	21	91	7,9
7	-	32	84	9,1
8	-	32	49	6,9
9	-	32	84	7,4
10	2	32	86	8,8
11	2	32	65	9,9
12	2	32	65	8,3

As curvas de C e D com a frequência, antes e após ensaio de rigidez dielétrica foram semelhantes para a configuração das determinações utilizadas. Antes e após

32 dias de envelhecimento as amostras não apresentaram variações significativas de C e D conforme Figuras 62 e 63.

É mostrado na Figura 62 as curvas típicas de C e D em função da frequência, determinadas a temperatura ambiente, para célula de ensaio submetida ao efeito da temperatura de 140 °C por 32 dias, onde C₃₂ e D₃₂ são as determinações após 32 dias de ensaio e C_{RD} e D_{RD} após ensaio de rigidez dielétrica da amostra capacitiva na célula de ensaio.

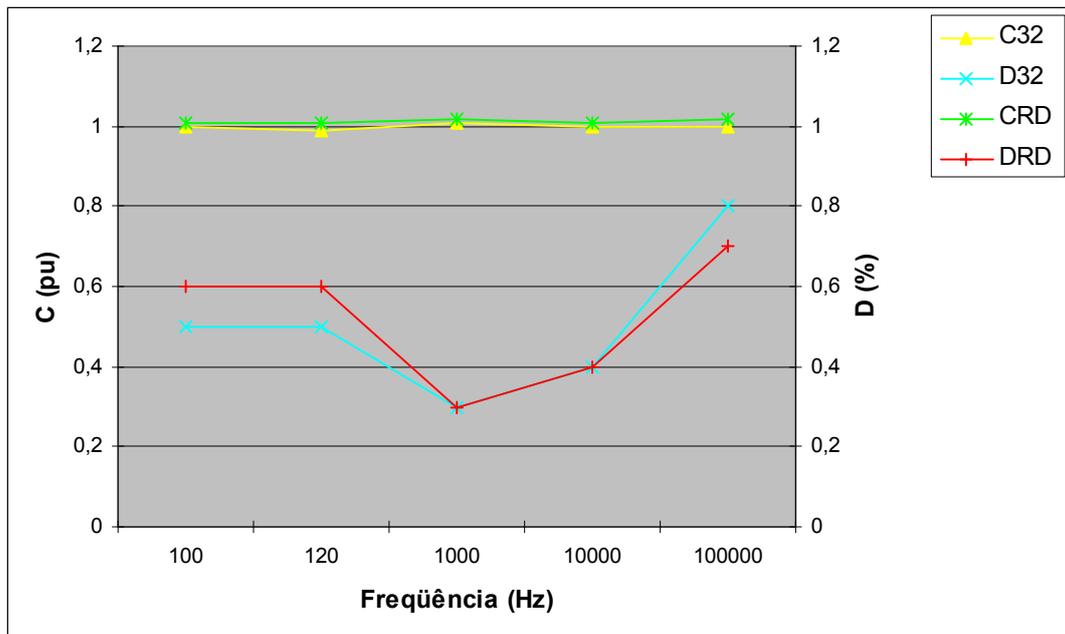


Figura 62 - Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C.

É mostrado na Figura 63 as curvas típicas de C e D em função da frequência, determinadas a temperatura ambiente, para célula de ensaio submetida ao efeito da temperatura de 140 °C e 2 kV por 32 dias, onde C₃₂ e D₃₂ são as determinações após 32 dias de ensaio e C_{RD} e D_{RD} após ensaio de rigidez dielétrica da amostra capacitiva na célula de ensaio.

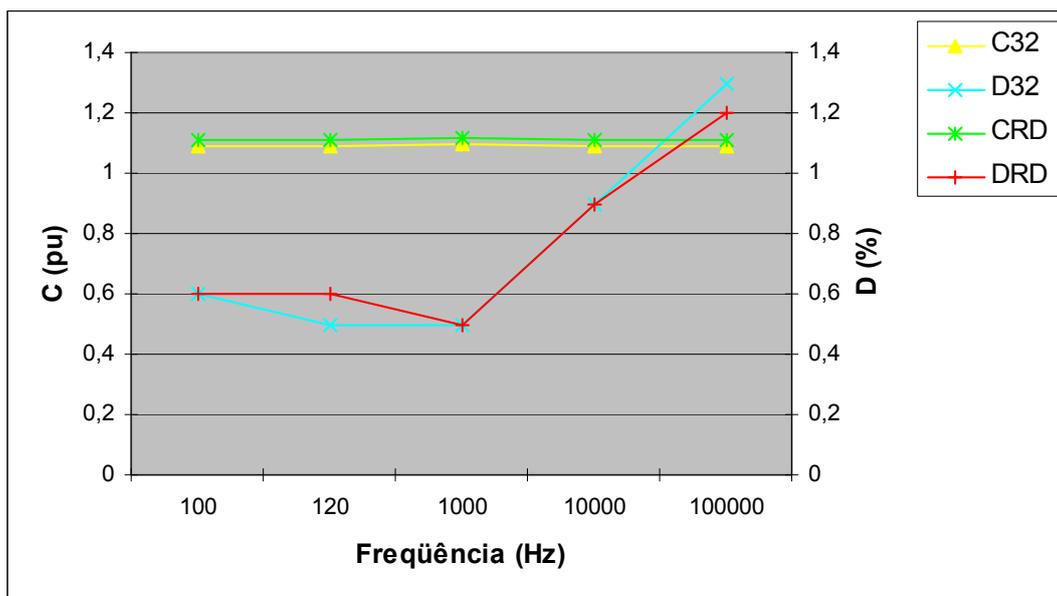


Figura 63 - Curvas típicas representativas de C e D, a temperatura ambiente, das células de ensaio submetidas a 140 °C e tensão de 2 kV.

Já a rigidez dielétrica das tiras de papéis individuais indicaram variações significativas, apenas entre as camadas em contato direto com superfície do cobre entre placas, quando comparadas com as demais. Pela evolução observada, é provável que com tempos maiores de envelhecimento seja possível detectar variações significativas na rigidez dielétrica do conjunto (amostra capacitiva).

A rigidez dielétrica do papel impregnado com óleo é ligeiramente maior que a do papel sem impregnação. Como todos os ensaios são comparativos, optou-se por utilizar os papéis impregnados, acondicionados a temperatura de (24 ± 2) °C e umidade relativa de (55-60) %.

Flutuações nos valores das descargas disruptivas das amostras de papéis também são influenciadas por pequenas variações na espessura do mesmo. Os resultados da tensão de ruptura, em volts, da Tabela 20, não foram convertidos para kV/mm, pois o papel utilizado pertencia a uma mesma folha do mesmo lote, a espessura do papel impregnado em óleo manteve-se entre 0,052 mm e 0,054 mm, e as comparações efetuadas foram relativas.

5.9 Variação das perdas dielétricas em função da frequência

As perdas dielétricas podem ter várias origens físicas. Teoricamente as perdas podem ser associadas às perdas por condução, perdas dipolares, perdas em interfaces e perdas por descargas elétricas [52].

As perdas por condução estão associadas à componente dissipativa do sistema, ou seja, àquelas associadas à resistência de isolamento do sistema. Teoricamente pode-se representar um circuito equivalente para um dielétrico real de duas maneiras, série ou paralelo [53].

No sistema série associa-se uma resistência hipotética em série com uma capacitância, em que a resistência representa a perda dissipativa do sistema. Quanto maior o valor dessa resistência maior será a perda dielétrica do sistema.

Já para o sistema paralelo associa-se uma resistência em paralelo a uma capacitância. Neste caso, quanto menor o valor dessa resistência maior será a perda dielétrica do sistema.

Admite-se que para o modelo utilizado (célula de ensaio contendo amostra capacitiva) que as perdas mais prováveis devam estar associadas às perdas dissipativas ou por condução. Se por algum motivo existir uma variação da resistência de isolamento do material dielétrico, seja em função de envelhecimento ou formação de subprodutos das reações do enxofre corrosivo com o cobre metálico, espera-se que uma alteração seja percebida na medição das perdas dielétricas. O gráfico da Figura 64 mostra o comportamento típico da variação das perdas dielétricas a 140 °C em função da frequência para amostras envelhecidas com temperatura de 140 °C após 2 dias e 32 dias.

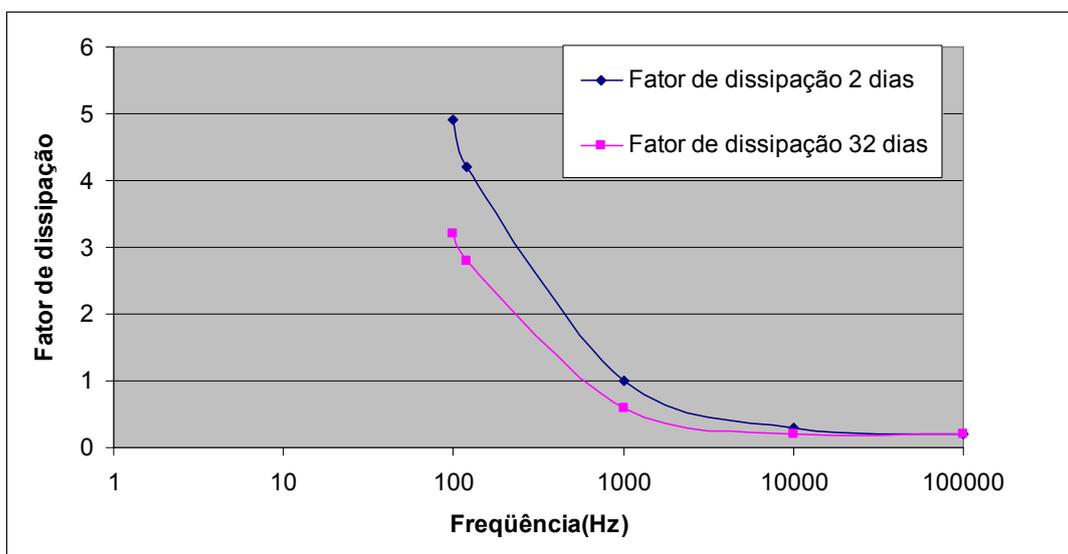


Figura 64 - Curva típica representativa do fator de dissipação com 2 e 32 dias de ensaio determinadas a temperatura de ensaio 140 °C (célula de ensaio submetida somente ao efeito da temperatura).

6 Comentários e Conclusões

As condições utilizadas para remoção de umidade do papel, utilizando forno microondas, não degradam o papel isolante, isto é, não há quebra das cadeias celulósicas.

O processo de secagem do óleo por deslocamento da umidade, a níveis de 1 (um) mg/kg, através de borbulhamento de nitrogênio A.P. mostrou-se eficaz e mais rápido que o método tradicional.

O teor de nitrogênio de 1,2 % indica que o papel é termoestabilizado.

A combinação do esforço elétrico e térmico levou a uma degradação mais acelerada do óleo (envelhecimento) do que quando submetido apenas ao efeito térmico.

O acompanhamento da capacitância em função da frequência durante processo de secagem das amostras capacitivas mostrou-se adequado. Observa-se um declínio na variação da capacitância com a frequência à medida que a amostra capacitiva é seca no microondas, até obter-se uma resposta linear com pequena variação ao atingir-se o ponto desejado de secagem.

Os óleos, contendo as amostras capacitivas, que sofreram descargas parciais quando submetidos ao esforço elétrico degradaram mais que os óleos submetidos apenas ao efeito da temperatura.

As superfícies das placas de cobre das amostras capacitivas continham depósitos de sulfeto.

Foi confirmada a presença de enxofre e cobre na primeira camada de papel isolante.

A temperatura é fator preponderante para iniciar o processo de formação de espécies corrosivas à base de enxofre.

O grau de polimerização do papel não é afetado significativamente pela deposição de sulfeto em sua superfície, indicando que este depósito não interage de forma destrutiva com as fibras, apenas se deposita.

O sulfeto de cobre se forma primeiramente na superfície do cobre e depois migra para a superfície do papel, não passando através das fibras, para as condições desta dissertação, indicando ser um processo de dentro para fora. É possível, que a passagem do sulfeto para outras camadas de papel, se dê através das interfaces do papel e não através de suas fibras.

A menor deposição de sulfeto, na região localizada entre as placas de cobre das amostras capacitivas em relação a sua superfície externa, deve-se ao fato do processo de difusão do óleo depender da impregnação do papel e do processo de difusibilidade de espécies químicas na interface sólido/líquido e sólido impregnado (no caso papel). Porém, observa-se que o efeito do campo elétrico favorece a migração do sulfeto de cobre formado na superfície do cobre para a primeira camada de papel.

O efeito do sulfeto sobre as propriedades dielétricas do sistema de isolamento elétrico da amostra capacitiva reduz em cerca de 32 % a rigidez dielétrica do papel da primeira camada em contato com cobre em relação a segunda camada e demais, indicando o efeito condutor (ou semicondutor) do depósito.

Como o depósito de sulfeto reduz significativamente o valor da rigidez dielétrica do papel, para as condições estudadas, isto pode indicar que, em operação real de transformadores e reatores, condições severas de funcionamento poderão comprometer algumas camadas de papel prejudicando sua função isolante.

Para envelhecimentos mais prolongados é possível que a deposição dos sulfetos seja mais severa e migre pelas interfaces do papel para camadas mais externas.

O consumo de DBDS foi cerca de 48 % maior nas células submetidas a esforços térmicos e elétricos quando comparados com o consumo das células submetidas apenas ao efeito da temperatura.

A RD do papel com depósito de sulfeto é cerca de 32 % inferior a dos papéis das camadas sem deposição de sulfeto, e esta redução não dependeu do grau de recobrimento.

Lotes de células envelhecidas por 46 dias apresentaram o mesmo comportamento de C e D observados para 32 dias. Não observou-se migração do depósito por entre as camadas de papel. A tensão de ruptura das tiras mantiveram o mesmo comportamento das envelhecidas por 32 dias.

7 Sugestões para trabalhos futuros

Em complementação, esta dissertação contém informações e sugestões básicas para futuras investigações relacionadas à:

Estudar óleos com teores mais elevados de DBDS e relações diferentes de área superficial de cobre, massa de papel e volume de óleo.

- Estudar o mecanismo de migração do sulfeto de cobre entre camadas de papel, aplicando vibração na amostra capacitiva, já que transformadores e reatores estão submetidos a este efeito durante operação.
- Estudar o processo de envelhecimento, com circulação de óleo, para avaliar o equilíbrio de difusibilidade (variação da concentração superficial) de algumas espécies químicas (DBDS, enxofre mercaptídico, etc.).
- Recomenda-se a continuidade das investigações dos efeitos do enxofre em outras propriedades do papel (porosidade, condutividade, etc.) e nas propriedades elétricas do filme de sulfeto depositado na superfície do cobre.
- Estudar a condutividade térmica do depósito com a finalidade de avaliar o grau de comprometimento da transferência de calor.
- Aplicar a técnica de ondas de perfil atmosférico (impulso atmosférico) nos depósitos de sulfeto presentes no papel.
- Verificar o efeito dos aditivos utilizados nos óleos para inibição do processo corrosivo, chamados passivadores.
- Monitorar concentração de íons cobre presentes no óleo.
- Avaliar o comportamento do fator de dissipação com medições em alta tensão.

Observação: A técnica utilizada nesta dissertação, para medição de C e D, foi realizada na tensão de 5 Vac. Estudos preliminares realizados nas amostras capacitivas das células de ensaio, após envelhecimento, nas tensões de 0,5 kV a 4,0 kV, com variação de 0,5 kV entre determinações, no espectro de frequência, indica um caminho promissor para se correlacionar com a evolução dos depósitos de sulfeto.

- Preparar as superfícies de cobre com deposição acelerada de sulfeto de cobre através de três processos distintos testados:
 - Submetendo a placa de cobre ao ensaio de “enxofre corrosivo” conforme norma NBR 10505;
 - Deposição através da geração química de H₂S produzido através da reação de HCl com FeS em câmara fechada contendo condutor de cobre suspenso;
 - Aplicação “manual” do sulfeto de cobre, sintetizado em laboratório através da reação de CuSO₄ e Na₂S, sobre a superfície do cobre.

Recomenda-se que o tipo e qualidade dos depósitos sejam avaliados através da técnica de MEV-EDS.

- Utilizar a técnica de filmes finos a qual confirmou a presença de Cu₂S nos depósitos de lâminas provenientes do ensaio de enxofre corrosivo conforme norma NBR 10505.

Nota: Estes procedimentos sugeridos neste item foram iniciados, sinalizando estas linhas investigativas, mas não foram incluídos no presente trabalho e recomenda-se a continuidade.

8 Referências Bibliográficas

- [1] Costa, S. – “Corrosive sulfur – Transformers failure history”, in: Anais My Transfo do Brasil 2007, pp.161-204, Rio de Janeiro, RJ, march (2007).
- [2] Ueti, Edson; Filho, F. A., Sens, M. A. – “Efeitos do enxofre corrosivo sobre as propriedades dielétricas do papel isolante”. XVIII SENDI, outubro 2008.
- [3] Informe Técnico COPEM/SCMT – 003/2007, “Enxofre corrosivo nos equipamentos do Grupo Eletrobrás” – março 2007. Elaborado pelas Empresas do Grupo ELETROBRÁS e CEPEL.
- [4] Zubes, R., Rolim, J. G., Zürn, H. H. – “Metodologias para avaliação e diagnóstico do estado de isolamentos de papel impregnado com óleo mineral”, Revista Controle & Automação, vol. 16 nº 3, 2005.
- [5] ABRATE, “Workshop da ABINEE sobre enxofre corrosivo em óleo isolante”, junho 2005.
- [6] IEC 60076- Part 1. “Power transformers”, april 2000.
- [7] Tumiatti, V., Tumiatti, M., Actis, R., Roggero. C., Maina, R., Maina, S., Kapila, S. - “The “Corrosive Sulfur Risk” and Countermeasures for Transformers & Oils: the “DBDS & corrosion Free” Program and IFED (Integrated Fingerprinting & Elemental Diagnostics) Applications”, in: Anais My Transfo do Brasil 2007, pp.161-204, Rio de Janeiro, RJ, march (2007).
- [8] Baudalf, J. – “Technological evolution in the definition of materials used in the production of EHV transformers and reactors”, in: Anais My Transfo do Brasil 2007, pp.65-70, Rio de Janeiro, RJ, march (2007).
- [9] ABNT NBR 5416. “Aplicação de cargas em transformadores de potência – Procedimento”, julho 1997.
- [10] IEEE Std C57.91-1995, “IEEE guide for loading mineral-oil-immersed transformers”, june 1995.
- [11] ABNT NBR 5356. “Transformadores de potência”, agosto 1993.
- [12] ANEEL, “Sobrecarga em transformadores potência”, Nota técnica 007/2000 SRT/ ANEEL, março 2000.
- [13] ABNT NBR 10576. “Óleo mineral isolante de equipamentos elétricos – Diretrizes para supervisão e manutenção”, novembro 2006.

- [14] IEC 60296. “Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear”, november 2003.
- [15] IEC 60422. “Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance”, october 2005
- [16] ABNT NBR 7070. “Amostragem de gases e óleo mineral isolante de equipamentos elétricos e análise dos gases livres e dissolvidos”, junho 2006.
- [17] NBR 7274. “Interpretação da análise dos gases de transformadores em serviço”, abril 1982.
- [18] IEC 599. “Interpretation of the analysis of gases in transformers and other oil-filled electrical equipment in service”, 1978.
- [19] Filho, F. A., Fleming, J. R., Serra, E. T., “Recuperação da argila para reutilização na regeneração de óleo mineral isolante”, Campinas, Brasil, outubro 2001, XVI SNPTEE.
- [20] Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), Resolução no 25, de 9 de setembro de 2005, publicada no Diário Oficial da União (DOU) de 13/09/2005, republicada no DOU de 21/09/2005, “Especificações dos óleos minerais isolantes tipo A (naftênico) e tipo B (parafínico)”.
- [21] ASTM D 3487. “Standard specification for mineral insulating oil used in electrical apparatus”, 2000.
- [22] Levy, N.M., Nakamori, A., Pereira, N., Maftoum, R.T.A., Oliveira, V.P., Bueno, E.F.B., Nachvalger, E.E., “Determinação do grau de envelhecimento relativo de transformadores de potência, através da correlação dos teores de produtos de degradação da isolação sólida e líquida”, IV Seminário de Materiais do Setor Elétrico (SEMEL), 15 a 18 de agosto de 1994, Curitiba-Brasil, pág. 349 a 354.
- [23] ABNT NBR 15013. “Papel e cartão dielétricos prensados - Especificação”, dezembro 2003.
- [24] Pirahy – Companhia Industrial de Papel – “O mundo do papel” – Rio de Janeiro, 1986.
- [25] Moraes, R. M. N. – “Estudo de envelhecimento térmico do papel isolante elétrico”. Tese em Ciência e Tecnologia de Polímeros, IMA/UFRJ, Rio de Janeiro, 1990.

- [26] Morrison, R.T.; Boyd, R.N. – “Organic chemistry”. Boston: Allyn and Bacon, Inc., 1973.
- [27] ABNT NBR 8148. “Papéis e papelões celulósicos, novos e envelhecidos, para fins elétricos – Medida do grau de polimerização viscosimétrico médio – Método de ensaio”, janeiro 2000.
- [28] Heavers, M. F. et al. “Permalex, a new insulation system”, IEEE Transactions on PAS, 64-73, 1960
- [29] Moser, H. P. Transformerboard, EHV-Weidmann Lim., St. Johnsbury, p. 122, 1979.
- [30] Morais, R.M.N., Emílio – “Envelhecimento térmico do papel isolante elétrico critérios de avaliação e mecanismos de degradação”. II SEMEL, 1990, Curitiba-Brasil.
- [31] McNutt, W.J., “Insulation thermal life considerations for transformers loadings guides”, IEEE Trans. On Power Delivery, vol. 7, no 1, janeiro 1992.
- [32] Campi, R. – “Evolution in the time of sulfur presence in insulating mineral oils”, in: Anais My Transfo do Brasil 2007, pp.319-330, Rio de Janeiro, RJ, march (2007)
- [33] Dibenzyl disulfide (3037), “The Index Merck”, edição 2004.
- [34] ABNT NBR 10505. “Óleo mineral isolante – Determinação de enxofre corrosivo”, fevereiro 2006.
- [35] ASTM D 1275. “Standard test method for corrosive sulfur in electrical insulating oils”, 2006.
- [36] ASTM D 130. “Standard test method of Detection of copper corrosion from petroleum products by the copper strip tarnish test”, 1988.
- [37] CIGRÉ, Comitê de estudos de materiais e tecnologias emergentes, GT D1.01- Líquidos isolantes, “Enxofre corrosivo em óleo mineral isolante”, Relatório técnico D1-01-002/05, outubro 2005.
- [38] CIGRÉ SC A2 TF A2.31, “Copper Sulphide in Transformer Insulation”. Electra no 224, february 2006.
- [39] Silva, L. A. F., Gonzalez, E. G. C., Filho, F. A. – “Controle da passivação do enxofre corrosivo no óleo mineral isolante” Revista Eletro Evolução, ISSN 1808 1877, no 49, pp.69-74, dezembro 2007.
- [40] ASTM E 258. “Standard test method for total nitrogen in organic materials by

- modified Kjeldahl method”, reapproved 2002.
- [41] ABNT NBR 7559. “Papel e cartão dielétricos – Determinação da rigidez dielétrica sob frequência industrial – Método de ensaio”, dezembro 2003.
 - [42] ABNT NBR NM-ISO – 534. “Papel e cartão – Determinação da espessura, densidade e volume específico”, 2006.
 - [43] ABNT NBR 6869. “Líquidos isolantes elétricos – Determinação da rigidez dielétrica (eletrodos de disco)”, dezembro 1989.
 - [44] ABNT NBR 6234. “Método de ensaio para a determinação de tensão interfacial de óleo-água (método do anel)”, MB 320, 1965.
 - [45] ABNT NBR 14248. “Produtos de petróleo – Determinação do número de acidez e basicidade – Método do indicador”, junho 2004.
 - [46] ABNT NBR 10710 – “Líquido isolante elétrico - Determinação do teor de água”, junho 2006.
 - [47] ABNT NBR 12133. “Líquidos isolantes elétricos – Determinação do fator de perdas dielétricas e da permissividade relativa (constante dielétrica)”, dezembro 1991.
 - [48] ABNT NBR 7148. “Petróleo e produtos de petróleo – Determinação da massa específica, densidade relativa e °API – Método do densímetro”, julho 2001.
 - [49] ABNT NBR 12134. “Óleo mineral isolante – Determinação do teor de 2,6-di-terciário-butil paracresol”, 1991.
 - [50] ABNT NBR 14483. “Produtos de petróleo – Determinação da cor – Método do colorímetro ASTM”, março 2000.
 - [51] ASTM D 1552. “Standard test method for sulfur in petroleum products (high-temperature method)”, 2003.
 - [52] Roland Coelho - “Physics of Dielectric”, Ed. Elsvier Scientific, 1979
 - [53] F.H. Kreuger - “Industrial High Voltage”, Delft University Press, 1992