

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего  
образования  
«НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

На правах рукописи



Аникеева  
Мария Александровна

**ИССЛЕДОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ ДЛЯ  
ВЫСОКОВОЛЬТНОГО МАСЛОПОЛНЕННОГО  
ЭЛЕКТРООБОРУДОВАНИЯ**

Специальность 05.14.12 – «Техника высоких напряжений»

Диссертация на соискание учёной степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:  
доктор физ. – мат. наук, профессор  
**Коробейников Сергей Миронович**

Новосибирск – 2016

## Оглавление

<b>Введение .....</b>	<b>4</b>
<b>Глава 1 Свойства электроизоляционных жидкостей .....</b>	<b>10</b>
1.1 Свойства и применение минеральных масел и силиконовых электроизоляционных жидкостей .....	10
1.2 Характеристики жидкостей, альтернативных нефтяным трансформаторным маслам.....	14
1.3 Практическое применение растительных масел в силовых трансформаторах .....	44
1.4 Выводы по главе и постановка задач исследований .....	49
<b>Глава 2 Исследование электротехнических и физико-химических свойств рапсового масла как диэлектрической жидкости .....</b>	<b>50</b>
2.1 Общие физико-химические показатели товарного рапсового масла .....	50
2.2 Показатели, слабо зависящие от природы диэлектрика .....	54
2.3 Электротехнические показатели рапсового масла. Свойства масла, зависящие от присутствия посторонних примесей .....	58
2.4 Сравнительная характеристика полученных данных по рапсовому маслу с установленными требованиями для трансформаторных масел и неиспользованных натуральных эфиров, предназначенных для трансформаторов и подобного им электрооборудования	74
2.5 Выводы по главе .....	77
<b>Глава 3 Определение растворимости диагностических газов в диэлектрических жидкостях.....</b>	<b>79</b>
3.1 Газостойкость электроизоляционных жидкостей .....	79
3.2 Методы исследования, основные этапы работы .....	81

3.3	Ход выполнения работ, результаты .....	83
3.4	Обработка результатов и определение коэффициентов растворимости.....	88
3.5	Выводы по главе .....	92
<b>Глава 4 Исследование стабильности против окисления рапсового масла как диэлектрической жидкости для высоковольтного оборудования .....</b>		<b>93</b>
4.1	Стабильность масел против окисления .....	93
4.2	Определение стабильности рапсового масла стандартным методом для минеральных масел .....	98
4.3	Определение перекисного числа рапсового масла .....	99
4.4	Определение стабильности против окисления рапсового масла по международному стандарту для диэлектрических жидкостей на растительной основе .....	101
4.5	Физико-химические испытания ингибированного рапсового масла.....	103
4.6	Выводы по главе .....	107
<b>Заключение .....</b>		<b>110</b>
<b>Список литературы.....</b>		<b>112</b>
<b>Приложение А Акты о внедрении научных положений и выводов диссертации.....</b>		<b>125</b>
<b>Приложение Б Протоколы высоковольтных испытаний .....</b>		<b>127</b>

## ВВЕДЕНИЕ

Электрооборудование высокого и сверхвысокого напряжения, в котором трансформаторное масло применяется в качестве основной изолирующей и охлаждающей среды, занимает доминирующее положение в электроэнергетике уже более века. Во многом это объясняется прекрасными физико-химическими и диэлектрическими свойствами трансформаторного масла. Исследованиями свойств трансформаторных масел, разработками их новых марок и повышением эксплуатационных качеств много лет занимались и занимаются коллективы ВТИ им. Ф.Э. Дзержинского, ВЭИ им. В.И. Ленина, ОРГРЭС, ВНИИЭ и других организаций, а также ведущие специалисты: Р.А. Липштейн, М.И. Шахнович, Т.И. Морозова, Д.В. Шуварин, В.Г. Аракелян, В.В. Бузаев и др.

Немалое количество работ было посвящено трансформаторному маслу как среде, обладающей ценными диагностическим признаками и обеспечивающей эксплуатационников информацией о техническом состоянии оборудования. Были подготовлены многие нормативные документы, ставшие настольными книгами в десятках физико-химических лабораторий, была разработана серия аналитических приборов и методик. Большую роль в этих достижениях сыграли коллективы ВНИИЭ, ВЭИ, ОРГРЭС, НИЦ «ЗТЗ-сервис», НПО «Электрум», службы энергосистем (Ленэнерго, Свердловэнерго, Иркутскэнерго) и ведущие специалисты: В.В. Соколов, Б.В. Ванин, И.В. Давиденко, Ю.Н. Львов, М.Ю. Львов, Л.А. Дарьян, Н.И. Калачёва, А.Ф. Курбатова, В.А. Туркот, Л.А. Бережной, В.Н. Козлов и др.

Для понимания диэлектрических свойств чрезвычайно важны исследования механизма электрического пробоя жидких диэлектриков, развитые в исследованиях отечественных учёных В.С. Комелькова, В.Я. Ушакова, В.В. Лопатина, Г.С. Кучинского, С.М. Коробейникова, Ю.К. Стишкова. Ряд закономерностей старения масла под действием частичных разрядов были выявлены в работах Г.С. Кучинского, А.Е. Монастырского и др.



Использование минеральных трансформаторных масел оправдано хорошими диэлектрическими свойствами, хорошими свойствами теплопередачи, стабильностью против окисления, совместимостью с целлюлозной изоляцией и низкой ценой.

Однако использование минерального масла представляет значительную угрозу для окружающей среды из-за его стойкости к разложению микроорганизмами. Плохая биоразлагаемость создаёт сложности в утилизации отработавшего свой срок службы масла. Кроме того, из-за относительно невысоких температур вспышки и горения минеральных масел оборудование, заполненное ими является пожароопасным и требует значительных усилий по обеспечению взрыво- и пожаробезопасности. По указанным причинам в 80-х годах прошлого века начался новый этап в разработке альтернативных диэлектрических жидкостей, быстро разлагаемых микроорганизмами и имеющих повышенные температуры вспышки и воспламеняемости. В качестве изолирующих жидкостей, альтернативных минеральному маслу, рассматриваются силиконовое масло и эстеры. На их основе созданы электроизоляционные жидкости растительного происхождения - Envirotemp FR3, Midel 7131eN, Biotemp, успешно работающие в силовых трансформаторах. Разумеется, сведения о составе этих жидкостей и технологии их изготовления являются конфиденциальными по коммерческим соображениям.

В России масштаб разработок экологически дружественных диэлектрических жидкостей заметно уступает зарубежному. В периодических изданиях практически отсутствуют сведения об исследованиях, проводимых в указанном направлении. Даже о единственной запатентованной Ю.В. Торшиным и его коллегами разработке, никаких сведений за исключением описания патента, неизвестно. Вместе с тем решение проблемы становится всё более необходимым, поэтому *создание отечественных изоляционных жидкостей из растительного сырья и промышленное освоение их производства весьма и весьма актуальны.*

**Объектами исследования** является товарное рапсовое масло и его смеси с ингибиторами окисления.

**Предметом исследования** являются характеристики рапсового масла и его смеси с ингибиторами как жидкостей, имеющих перспективы применения в электрооборудовании в качестве изолирующей и охлаждающей среды.

**Связь темы диссертации с общенаучными программами.** Работа выполнялась в соответствии с научными направлениями технического комитета ТС 10 – Fluids for electrotechnical applications (Жидкости электротехнического назначения) Международной электротехнической комиссии (МЭК).

**Идея работы** заключается в использовании отечественного продукта на основе рапсового масла в качестве жидкого диэлектрика в высоковольтном электрооборудовании.

**Целью работы** является исследование физико-химических и электрофизических свойств рапсового масла как альтернативы минеральному трансформаторному маслу в электротехническом оборудовании.

Для достижения этой цели в работе ставились и решались следующие научно-технические задачи:

- провести обзор исследований изоляционных жидкостей, альтернативных трансформаторному маслу и сделать выбор базовой жидкости для использования в маслонаполненном высоковольтном оборудовании.
- исследовать исходные свойства базовой жидкости как диэлектрика;
- разработать методику и провести исследования по растворимости газов в выбранной жидкости;
- провести исследования стабильности к окислению, подобрать ингибиторы и экспериментально доказать их эффективность;
- исследовать свойства ингибированной жидкости.

**Методы исследования.** В процессе выполнения исследований проводился анализ и обобщение литературных данных по тематике исследований, выбор базовой жидкости и ингибиторов, синтез на их основе жидкости с заданными свойствами. При обработке экспериментальных результатов применялись методы математической статистики.

**На защиту выносятся:**

1. Уточнённые результаты испытаний электрофизических и физико-химических свойств рапсового масла как жидкого диэлектрика.
2. Результаты экспериментального определения коэффициентов растворимости газов в рапсовом масле.
3. Рекомендации по выбору наиболее эффективной антиокислительной присадки для рапсового масла.
4. Способ определения стабильности против окисления диэлектрической жидкости на растительной основе с помощью методики определения перекисного числа.

**Достоверность и обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций.** Достоверность обеспечена применением в экспериментах аттестованного испытательного оборудования, поверенных измерительных приборов, стандартизованных методик физико-химического и хроматографического анализа жидких диэлектриков, стандартизованных методов высоковольтных испытаний и использованием общепринятых методов статистической обработки результатов испытаний.

Обоснованность выводов и рекомендаций работы подтверждена публикациями и обсуждениями результатов исследований на международных и российских научно-технических форумах.

**Научная новизна работы** характеризуется следующими новыми научными положениями:

- впервые получены данные по коэффициентам растворимости диагностических газов в рапсовом масле;
- в результате экспериментальных исследований впервые предложен метод определения стабильности против окисления рапсового масла, основанный на контроле перекисного числа, что может послужить основанием корректировки традиционного метода определения антиокислительной стабильности для жидкой электрической изоляции на растительной основе;

– на основе полученных данных предложена наиболее эффективная антиокислительная присадка для изоляции на основе рапсового масла - 2-додецилтиометилгидрохинон.

**Теоретическая значимость работы** заключается в расчёте коэффициентов растворимости газов в рапсовом масле и жидкости Midel, а также сравнении их с имеющимися нормативными данными по трансформаторному маслу.

**Практическая значимость результатов работы** заключается в расширении номенклатуры изоляционных жидкостей, применяемых в высоковольтном оборудовании.

**Апробация работы.** Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих форумах: II Всероссийской конференции с международным участием «Инновационная энергетика», г. Новосибирск, 2010 г.; XI международной научной конференции «Современные проблемы электрофизики и электрогидродинамики» МРЕЕ, Петергоф, 2015 г.; 3, 4, 7, 10-м научно-практических семинарах Общественного Совета специалистов Сибири и Дальнего Востока по диагностике электрических установок, Новосибирск 2006, Ангарск 2008, Белокуриха 2009, Новосибирск 2015; Международном форуме по стратегическим технологиям IFOST-2016 Новосибирск, 2016; научно-технических семинарах НСПБ «Электросетьсервис ЕНЭС», 2004, 2008, 2012, 2013 гг.

**Личный вклад.** Постановка научно-исследовательских задач, научные положения, выносимые на защиту, выполнены совместно с Коробейниковым С.М., решения задач, основные выводы и рекомендации диссертации принадлежат автору. Проведение работ по изучению стабильности рапсового масла и сравнению антиоксидантов выполнены совместно с НИИ химии антиоксидантов на базе НГПУ (г. Новосибирск). Непосредственное проведение, обработка и обобщение полученных данных принадлежат автору. Личный вклад в работах, опубликованных в соавторстве, составляет в среднем не менее 60 %.

**Публикации.** Содержание работы изложено в 11 научных трудах, в том числе, в 4-х статьях периодических изданий по перечню Высшей аттестационной

комиссии РФ, трудах 2-х международных и 5-ти российских конференций и научно-практических семинаров.

**Структура и объём диссертации.** Диссертация состоит из введения, 4-х глав, заключения, списка литературы из 115 наименований и 2-ух приложений. Содержание изложено на 130 страницах машинописного текста, который поясняется 35 рисунками и 22 таблицами.

### **1.1 Свойства и применение минеральных масел и силиконовых электроизоляционных жидкостей**

История возникновения электроизоляционных жидкостей тесно связана с историей изобретения трансформаторов и других электрических аппаратов, где они используются. С момента своего изобретения трансформатор претерпел много изменений, как по части появления новых функций, так и по части размеров с тем, чтобы «успевать» за быстрым прогрессом в системах передачи и распределения электрической энергии. Но одно осталось неизменным с момента первого практического применения в 1890 г. в Германии – использование минерального масла как изолирующей и охлаждающей среды [71]. В большинстве силовых трансформаторов и по сегодняшний день преимущественно используется минеральное (трансформаторное) масло, получаемое перегонкой и последующей очисткой сырой нефти представляющее собой смесь углеводородов в тех или иных пропорциях в зависимости от месторождения нефти [1,3]. Характеристики трансформаторных масел нормируются во многих нормативных документах, и на их основе созданы многие виды диагностических испытаний и физико-химических анализов [4 – 15].

Стремление создать термически и химически стойкие соединения, практически не стареющие в процессе эксплуатации в конце 30-х гг. XX века привело к возникновению на рынке синтетических электроизоляционных жидкостей полихлорированных дифенилов (аскарелей – за рубежом и совтола – в СССР), термически и химически стойких соединений с высокой диэлектрической проницаемостью. Некоторое время они использовались в электротехнике в качестве огнебезопасной изолирующей и охлаждающей жидкости, т.к. обладают высокой температурой вспышки и негорючи, вплоть до температуры кипения. Кроме того, они химически настолько стабильны, что их старение в процессе эксплуатации практически исключено. Однако эти жидкости легко

аккумулируются в живых организмах и трудно выводятся из них. Кроме того, из аскарей при окислении и высокой температуре выделяются высокотоксичные вещества. Именно по этой причине трансформаторы, залитые совтолом или аскарелем, полностью запрещены повсеместно.

Для замены хлорированных дифенилов были разработаны новые синтетические не содержащие хлора биологически безопасные углеводороды – заменители аскарей для конденсаторов (баулектроль 4900, дитолиловый эфир и др.). Для трансформаторов разрабатываются как содержащие (например, тетрахлорэтан), так и не содержащие хлор жидкости (высокотемпературные углеводородные масла – НТК, силиконовые или кремнийорганические жидкости, сложные эфиры на базе карбоксилатэфира).

За рубежом для заполнения пожаробезопасных трансформаторов применяются кремнийорганические жидкости (США, Канада, Япония) и сложный эфир Мидел 7131 (Европа). В нашей стране были проведены исследования по выбору подходящей жидкости для заливки пожаробезопасных трансформаторов. В результате этих исследований в качестве основного претендента была выбрана малогорючая жидкость ПЭТ (эфир пентаэритрита и синтетических жирных кислот), стоимость которой более чем в 2 раза выше стоимости минерального масла, но ниже, чем стоимость кремнийорганической жидкости, также примерно в 2 раза [2].

*Трансформаторные масла* значительно отличаются по составу. Химические характеристики масла зависят от входящих в его состав компонентов, которые присутствуют в количествах от нескольких процентов до микро количеств, измеряемых в *ppm* и *ppb* (*part per million* и *part per billion*, т.е. одна миллионная и одна миллиардная части). Компоненты, присутствующие в количествах измеряемых процентами, определяют основные химические и физические характеристики масла и реакции, протекающие в нём [5].

В качестве сырья для получения трансформаторных масел используются дистилляты, выкипающие из нефти при температуре (280 – 420) °С. Нефтеперерабатывающая промышленность выпускает несколько сортов

трансформаторных масел. Они различаются по используемому сырью и способу получения. Все отечественные трансформаторные масла, поступающие на энергопредприятия, содержат ингибитор окисления. В качестве ингибиторов чаще всего используется ионол, а также различные амины и некоторые ароматические соединения. Избыток антиокислительной присадки может отрицательно сказаться на газообразовании и диэлектрических свойствах масла. Наоборот, недостаточные концентрации или исчерпывание действия антиоксиданта приводят к ускорению окислительных процессов с повышением кислотности, уменьшению поверхностного натяжения и образованию шлама.

Масло марки ТКп (ТУ 38.101890–81) вырабатывают из малосернистых нафтенных нефтей методом кислотной очистки. Рекомендуемая область применения — оборудование напряжением до 500 кВ включительно.

Масло селективной очистки (ГОСТ 10121–76) производят из сернистых парафинистых нефтей методом фенольной очистки с последующей низкотемпературной депарафинизацией. Рекомендуемая область применения — оборудование напряжением до 220 кВ включительно.

Масло Т-1500У (ТУ 38.401-58-107-97) вырабатывают из сернистых парафинистых нефтей с использованием процессов селективной очистки и гидрирования. Обладает улучшенной стабильностью против окисления, имеет невысокое содержание сернистых соединений, низкое значение тангенса угла диэлектрических потерь. Рекомендовано к применению в электрооборудовании напряжением до 500 кВ и выше.

Масло ГК (ТУ 38.1011025–85) вырабатывают из западно-сибирских сернистых парафинистых нефтей с использованием процесса гидрокрекинга и каталитической депарафинизации. На момент начала производства масло марки ГК отвечало требованиям стандарта МЭК 296:1982 к маслу класса II А вообще и с большим запасом качества по окислительной стабильности и тангенса угла диэлектрических потерь в частности. Ужесточение требований к трансформаторным маслам произошло в новой редакции стандарта (МЭК 60296 ред. 4), опубликованном в 2012 г. Масло ГК полностью соответствует этим



требованиям. Уникальная базовая основа масла ГК позволяет сократить использование присадок: ингибиторов, пассиваторов (деактиваторов) и депрессантов.

Стабильность против окисления трансформаторного масла марки ГК после двадцати лет эксплуатации находится на уровне показателей свежего (не работавшего) масла. Последнее позволяет предположить, что срок службы этого масла может достигать 40 и более лет. Масло ГК рекомендовано к применению в электрооборудовании высших классов напряжения.

Масло ВГ (ТУ 38.401978–98) вырабатывают из парафинистых нефтей с применением гидрокаталитических процессов. Обладает хорошими диэлектрическими свойствами, высокой стабильностью против окисления и рекомендовано к применению в электрооборудовании высших классов напряжений.

Масло АГК (ТУ 38.1011271–89) вырабатывают из парафинистых нефтей с применением гидрокаталитических процессов. Обладает хорошими диэлектрическими свойствами, высокой стабильностью против окисления. Предназначено для применения в трансформаторах арктического исполнения [4].

В последние годы в практике с целью улучшения условий охлаждения трансформаторов имеется тенденция использовать в них масла с пониженной вязкостью. Этого достигают сужением фракционного состава при некотором одновременном снижении температуры вспышки. Особое внимание обращается на улучшение изоляционных свойств масел – уменьшение тангенса угла диэлектрических потерь и гигроскопичности, а также снижение выделения газов при разложении жидких диэлектриков в коронном разряде.

*Кремнийорганические (силиконовые) жидкости* – это линейные полидиметилсилоксаны, основа молекулы которых состоит из связи кремния и водорода с двумя остатками метила. Они предназначены для замены аскарелей в конденсаторах и силовых трансформаторах, когда к последним предъявляются повышенные требования в отношении пожарной безопасности. Силиконовые жидкости отличаются от аскарелей токсикологической, физиологической и

экологической безопасностью. Термически (до 300<sup>0</sup>С) и химически они очень устойчивы, поэтому в условиях эксплуатации не стареют и обладают хорошими диэлектрическими свойствами. Полидиметилсилоксаны не только физически растворяют воду, но и химически её адсорбируют. Однако, эти жидкости гораздо дороже, чем минеральные масла, хуже передают тепло, имеют заметно больший коэффициент теплового расширения и меньшую электрическую прочность при больших расстояниях между электродами.

Малогорючая жидкость – сложный эфир ПЭТ 5-9 СЖК (эфир пентаэритрита и синтетических жирных кислот), разработанный для заливки в трансформаторы. По основным физико-химическим параметрам эта жидкость не уступает трансформаторному маслу. Однако эфир ПЭТ гигроскопичен и его насыщенное влагосодержание существенно выше, чем у трансформаторного масла, что опасно для изоляции [2].

## **1.2 Характеристики жидкостей, альтернативных нефтяным трансформаторным маслам**

Использование минеральных трансформаторных масел оправдано хорошими диэлектрическими свойствами, хорошими свойствами теплопередачи, стабильностью против окисления, совместимостью с целлюлозной изоляцией и низкой ценой. Однако использование минерального масла представляет значительную угрозу для окружающей среды из-за его стойкости к разложению микроорганизмами. Плохая биоразлагаемость создаёт сложности в утилизации отработавшего свой срок службы масла. Кроме того, из-за относительно невысоких температур вспышки и горения минеральных масел оборудование, заполненное ими является пожароопасным и требует значительных усилий по обеспечению взрыво- и пожаробезопасности. По указанным причинам в 80-х годах прошлого века начался новый этап в разработке альтернативных диэлектрических жидкостей, быстро разлагаемых микроорганизмами и имеющих повышенные температуры вспышки и воспламеняемости.

Выполнить обзор публикаций по данному направлению, с одной стороны не трудно, потому что их количество относительно невелико, – немногим более сотни. С другой стороны, информация, которую можно получить из публикаций не даёт возможности прямого использования даже в научных исследованиях, не говоря уже о применении в практике, в силу конфиденциальности сведений о составе и технологии изготовления исследованных жидкостей. Основная польза этой информации ограничена методическими вопросами: какие свойства жидкостей надо исследовать, и по каким методикам это можно делать, на что обращать внимание, с чем можно смириться и т.д.

Наиболее часто в зарубежных публикациях, посвящённых изолирующим жидкостям, альтернативным минеральному маслу, упоминаются силиконовое масло и, так называемые, эстеры. Последний термин нуждается в пояснении, поскольку в терминологии имеет место некоторая путаница. Так в первые годы под термином «эстер» понимали растительные масла, а спустя некоторое время общую группу эстеров разделили на натуральные и синтетические. Возникла эта путаница, по-видимому, из-за ведомственной разобщённости разработчиков. Дело в том, что промышленность реагировала на запрос общественности в части замены на биоразлагаемые аналоги в первую очередь *горюче-смазочных материалов*. Современная технология позволяет создавать полностью биологически разлагаемые смазочные масла на основе эстеров. По своей химической природе эстеры представляют собой *сложные эфиры*, поэтому далее мы будем называть их эфирами.

*Синтетические эфиры* представляют собой производные карбоновых или минеральных оксикислот. Как смазочные материалы синтетические эфиры обладают рядом преимуществ перед минеральными маслами, но их стоимость в несколько раз дороже минеральных масел. Поэтому их содержание в моторных маслах обычно ограничено несколькими процентами.

Сырьём для производства *натуральных эфиров* служат жирные растительные масла. Из множества растительных масел наиболее распространёнными являются касторовое, кокосовое, конопляное, кукурузное,

кунжутное, льняное, пальмовое, подсолнечное, рапсовое, соевое, хлопковое. Исследованиям электроизоляционных жидкостей, предназначенных для замены трансформаторных минеральных масел, посвящено много публикаций, из которых для обзора были использованы:

- три стандарта международной электротехнической комиссии [16 – 18] и стандарт американского института инженеров электриков (IEEE) [19];
- доклады на сессиях и коллоквиумах СИГРЭ 1998 – 2014 гг. [20 – 38];
- доклады на симпозиумах по технике высоких напряжений [39 – 50];
- доклады на других международных конференциях [51 – 60];
- статьи в журналах [61 – 69];
- рекламные материалы фирм – разработчиков и патенты [70 – 77].

По тематической направленности публикации по новым электроизоляционным жидкостям можно разделить на следующие группы:

- теплофизические характеристики (вязкость, теплоёмкость, теплопроводность, температура вспышки и температура воспламеняемости) обсуждаются в [16 – 21, 24, 26, 29, 31, 32, 37, 43, 53, 58, 63, 70 – 73];
- электрические характеристики (электрическая прочность, диэлектрические потери, удельное сопротивление, частичные разряды и др. исследовались авторами [22, 26, 31, 37, 40 – 43, 47 – 50, 62 – 65, 67, 69 – 73];
- результаты хроматографического анализа газов, растворённых в альтернативных жидкостях в результате старения при воздействии температуры и частичных разрядов (ЧР) приведены в [27, 28, 33, 38, 44, 46, 47, 53, 56, 57, 61];
- стабильность к окислению, устойчивость к старению, включая старение целлюлозы в исследуемой жидкости, совместимость с другими материалами исследовались в [23, 34, 37, 38, 45, 51 – 55, 60, 63, 68];
- особенности проектирования трансформаторов с новыми жидкостями и опыт эксплуатации опытных образцов обсуждаются в [25, 29, 30, 33, 35 – 37, 39, 66, 70 – 73];
- составы, компоненты, технологии приготовления [45, 74 – 77].

Первое биоразлагаемое масло было введено в эксплуатацию в 1999 г., а серийно освоенными являются три электроизоляционные жидкости растительного происхождения: Envirottemp FR3, Midel 7131eN, Biotemp [57, 70 – 75]. Основные их свойства в сравнении с традиционным минеральным маслом приведены в таблице 1.1.

Ещё несколько жидкостей находятся на стадии исследований [23, 40, 77] или проверки в эксплуатации трансформаторов, заполненных ими [35].

Таблица 1.1 – Типовые свойства электроизоляционных жидкостей

Свойства электроизоляционных жидкостей	Biotemp	Midel 7131	Envirottemp FR3	Нефтяное масло
<i>Электроизоляционные</i>				
Напряжение пробоя, кВ	45	> 75	56	30
$\text{tg } \delta$ , %, при 25 °С	0,15	< 0,03	0,08	< 0,05
Относительная диэлектрическая проницаемость	3,2	3,2	3,2	2,2
<i>Физические</i>				
Вязкость, сСт, при 100 °С	10	-	8	3
40 °С	45	44	34	12
0 °С	300	-	-	76
Температура вспышки, °С	330	330	316	145
Температура воспламенения, °С (по ASTM D92)	360	322	330	160
Удельная теплоёмкость, кал/г·град	0,47	0,45	0,48	0,43

Продолжение таблицы 1.1				
Температура застывания, °C (по ASTM D97)	-15...-25	-20	-21	-40
Плотность, г/см <sup>3</sup>	0,91	0,97	0,92	0,91
<i>Экологические</i>				
Биоразлагаемость в водной среде, % (21- дневный тест СЕС-L-33- А-93/94)	97,0	> 95,0	> 95,0	25,2

Из данных, приведённых в таблице 1.1, видно, что жидкости растительного происхождения имеют ряд преимуществ в сравнении с минеральными. Они обладают лучшими электрическими характеристиками, такими как пробивное напряжение и диэлектрическая проницаемость, более высокими температурами вспышки и воспламенения, а также быстрее разлагаются в окружающей среде. Однако натуральные эфиры имеют высокую температуру застывания, что ограничивает их область применения, либо требует добавки специальных присадок. Эфиры также имеют более высокую вязкость, следовательно, при заполнении трансформатора требуются предосторожности, для гарантии растворения попавших в масло пузырьков воздуха, и необходимо увеличение времени для пропитки жидкостью бумаги и прессованного картона.

Кроме этого проблемой использования изоляционных жидкостей растительного происхождения является недостаточная стабильность к окислению. Все производимые серийно эфиры содержат замедлители окисления (ингибиторы) и используются в герметичных трансформаторах с плёночной защитой, исключающих контакт жидкости с воздухом.

Поскольку химическая структура и свойства эфиров сильно отличаются от свойств минеральных масел, то специфика, критерии работы и оценки состояния маслонаполненного оборудования не могут быть непосредственно перенесены на

силовые трансформаторы, заполненные альтернативными жидкостями. Для детального исследования поведения биоразлагаемых масел в трансформаторах в ряде работ проводились эксперименты по определению их электрических, тепловых и окислительных свойств, а кроме того измерялись характеристики частичных разрядов, газовыделение, совместимость с другими материалами и др. Рассмотрим более подробно результаты известных исследований.

*Электрическая прочность* является основным параметром, по которому выбирают масла для использования в силовом трансформаторе. На величину электрической прочности масла могут влиять много факторов, таких как размер, концентрация и природа растворимых (вода, газообразные включения) либо нерастворимых (металлические и неметаллические частицы, волокна) примесей. Помимо состояния непосредственно материала изоляции, влияет и состояние испытательной ячейки, материал, форма и форма поля электродов и промежутка, обработка электродов, скорость подъёма напряжения и время между двумя последовательными подачами напряжения также очень влияют на электрическую прочность масла. Напряжения пробоя натурального эфира (состав неизвестен) и минерального масла, согласно [40], при вероятности 1% ( $U_{1\%}$ ), 50% ( $U_{50\%}$ ) и среднеквадратическое отклонение ( $\sigma$ ) при различных испытательных условиях приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Электрическая прочность жидкостей при разных условиях испытаний

Условия испытания	минеральное масло			эфир		
	$U_{1\%}$ , кВ	$U_{50\%}$ , кВ	$\sigma$ , кВ	$U_{1\%}$ , кВ	$U_{50\%}$ , кВ	$\sigma$ , кВ
Однородное переменное поле, расстояние между электродами 2 мм	45,1	66,4	9,14	53,0	70,6	7,59
Неоднородное переменное поле (радиус иглы 100 мкм), расстояние между электродами 30 мм	43,8	56,0	5,21	45,4	55,6	4,39

Продолжение таблицы 1.2						
Неоднородное переменное поле (радиус иглы 3 мкм), расстояние между электродами 30 мм	44,2	55,5	4,88	43,0	48,4	2,32
Неоднородное переменное поле (радиус иглы 3 мкм), расстояние между электродами 40 мм	56,1	63,0	3,21	53,3	57,0	1,57
Разряд по поверхности картона, толщиной 5 мм при импульсном напряжении	61,1	121,4	25,90	82,6	132,5	21,45

Из таблицы 1.2 видно, что эфир имел большую электрическую прочность в однородном электрическом поле, но в неоднородном поле (система электродов игла-плоскость) его пробивное напряжение снижается более существенно, чем у минерального масла. Однако эфир обладал меньшим среднеквадратическим отклонением, по сравнению с минеральным маслом. Это означает, что при подобных или меньших значениях пятидесятипроцентного разрядного напряжения, выдерживаемое напряжение растительных масел может превышать значения для минеральных масел.

При испытаниях на импульсном напряжении по сравнению с минеральным маслом растительное обладает меньшим напряжением пробоя при обеих полярностях; особенно очевидно различие при положительной полярности. В зависимости от расстояния между электродами отношение между ними изменяется от 0,6 до 0,95 [40]. Причиной этого является меньшее напряжение начала разрядных процессов в растительном масле, а также распространение стримера с большей скоростью и на большие расстояния. Быстрое распространение разряда в масле в длинных промежутках может привести к пробоем на стандартном грозовом импульсе напряжения (1,2/50 мкс), обычно используемом для испытаний оборудования высокого напряжения.



В [58] установлено, что длины стримеров  $L_f$  в обработанных растительных маслах очень близки к тем, что измерялись в пищевых маслах. Длина положительных стримеров больше, чем отрицательных.

В [31] исследования электрических характеристик двух эфиров и минерального масла были проведены в квазиоднородном и неоднородном электрических полях на переменном и импульсном (грозовом) напряжениях. Были изучены напряжение начала разряда и распространение стримера в чисто жидких диэлектриках и на границе раздела жидкость/картон.

На переменном напряжении и в квазиоднородном электрическом поле прочность эфиров близка к прочности минерального масла, но эфиры менее чувствительны к загрязнению частицами целлюлозы. Напряжение пробоя эфиров и минерального масла начинают снижаться, когда относительная влажность воздуха превышает 20 %.

В неоднородном электрическом поле напряжение возникновения ЧР в эфирах близко к таковому в минеральном масле, независимо от наличия или отсутствия картонных барьеров, параллельных вектору поля. При увеличении напряжения сверх возникновения частота повторения ЧР для эфиров увеличивается гораздо быстрее, с напряжением, чем в минеральном масле, что обусловлено ростом числа ЧР в полупериодах отрицательной полярности. Введение картонных барьеров усиливает ЧР по их поверхности, особенно в полупериоды напряжения отрицательной полярности, сдвигая фазовые границы к небольшим углам и в эфирах, и в минеральном масле.

На грозовом импульсе напряжение пробоя эфиров в квазиоднородном электрическом поле сопоставимо с минеральным маслом. Методы испытаний (скорость подъёма напряжения, метод «вверх- вниз», многоуровневые методы) имеют заметное влияние на абсолютные значения напряжения пробоя, но рейтинг жидкостей по электрической прочности не зависит от метода испытаний.

В неоднородном электрическом поле напряжения начала разряда близки друг к другу во всех трёх жидкостях. Однако при одинаковом уровне напряжения стримеры в эфирах длиннее и распространяются быстрее, чем в минеральном

масле. Соответственно, напряжение пробоя эфиров ниже, чем у минерального масла, и разница увеличивается с увеличением длины разрядных промежутков. Чтобы компенсировать влияние, могут потребоваться дополнительные картонные барьеры, установленные в больших изоляционных промежутках в направлении, перпендикулярном к полю.

Из-за большей диэлектрической проницаемости биоразлагаемое масло обладает большей электрической прочностью при воздействии разряда по поверхности электротехнического картона, пропитанного маслом (скользящий разряд), поскольку в этом случае электрическое поле более однородно, чем в случае с минеральным маслом. Кроме того, электрическая прочность увеличивается с увеличением влагосодержания (разумеется, в некотором диапазоне) разлагаемого микроорганизмами масла, что противоположно тенденции для минерального масла. Это происходит вследствие большего предела насыщаемости растительного масла влагой.

Авторы [42] отметили, что прочность эфира остаётся стабильной, при многократных пробоях, из чего можно сделать вывод о том, что пробой не вызывает значительного разложения эфира и выделения продуктов распада. Однако прочность эфира серьёзно снижается при увлажнении. При нагреве из эфира удаляется влага и пробивное напряжение возрастает.

В [48] экспериментально установлено, что электрическая прочность ( $U_{50\%}$ ) эфира FR3 заметно выше, чем минерального масла независимо от степени однородности поля. Ещё более важным является тот факт, что напряжения пробоя  $U_{1\%}$  и  $U_{10\%}$  в натуральном эфире также больше, чем в минеральном масле.

Частные значения напряжения пробоя натурального эфира не соответствуют Гауссовскому распределению и лучше подходят под распределение Вейбулла. В случае минерального масла напряжение пробоя соответствует нормальному закону только в равномерном поле, а в неоднородном поле точки лучше соответствуют распределению Вейбулла.

Авторы [49] провели испытания эфиров и минерального масла в однородном поле с четырьмя степенями загрязнения (низкий, нормальный,

маргинальный и высокий) и двумя степенями увлажнения (сухие и влажные) на грозовом импульсном напряжении в однородном поле.

Результаты показали, что при одном уровне загрязнения и увлажнения напряжение пробоя при вероятности 50% эфиров сопоставимы с минеральным маслом. Загрязнение частицами целлюлозы и увлажнение статистически могут снизить импульсное напряжение пробоя эфиров и минерального масла, а совокупное влияние влаги и целлюлозных частиц на напряжение пробоя эфиров и минерального масла является более значительным, чем раздельное влияние частицы целлюлозы или влаги. Для сильно загрязненных и увлажнённых образцов, снижение может составлять 19,5%, 15,4% и 23,6% для синтетического эфира, натурального эфира и минерального масла, соответственно.

Близкие к перечисленным закономерности электрического пробоя наблюдались в работах [20 – 24, 30, 37, 47, 59, 65].

*Диэлектрические потери* характеризуют возможность изоляции выдержать прикладываемое напряжение без перегрева в пределах достаточно длительного периода. Потери при синусоидальном напряжении частоты  $f$  и пульсации  $\omega = 2\pi f$ , характеризуются углом диэлектрических потерь или  $\tan \delta$ . Эти потери состоят из двух частей: потери проводимости на низких частотах (которые возникают за счет проводимости), и потери поляризации на более высоких частотах (которые связаны с диэлектрической проницаемостью). При помощи частотной характеристики  $\tan \delta$  жидкости можно определить доминирующий механизм потерь при данных условиях (частота, температура, влажность, и т.д.). Сравнение поведения  $\tan \delta$  минерального и растительного масла, проведенное в [26], при широком диапазоне отражено на рисунке 1.1.

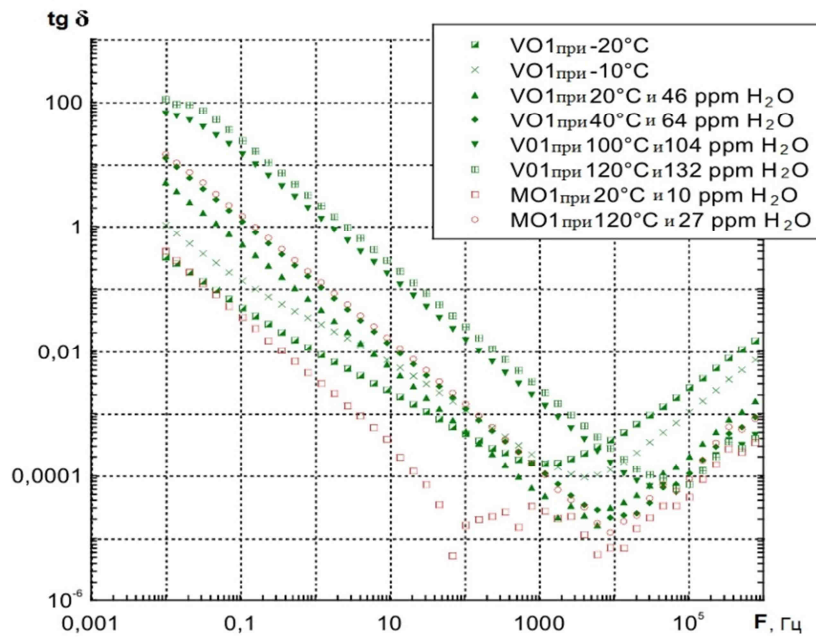


Рисунок 1.1 – Зависимость тангенса дельта от частоты при различных температурах для растительного (VO1) и минерального масла (MO1)

В нём можно выделить две ветви: правая – потери проводимости и левая – потери поляризации. Как видно, биоразлагаемые масла обладают приблизительно в 10 раз большими потерями проводимости при одинаковой температуре, поскольку содержат большее количество полярных групп. Потери проводимости являются главным препятствием для применения растительных масел в некотором оборудовании (например, заполнение кабелей или конденсаторов), но не в случае трансформатора, где диэлектрические потери незначительны по сравнению с магнитными или тепловыми потерями. Потери поляризации также выше в биоразлагаемом масле, чем в минеральном масле, за счёт большей диэлектрической проницаемости.

В [41] отмечено, что картон, пропитанный натуральным эфиром с низким содержанием влаги, имеет более высокие значения  $\epsilon$  и  $\text{tg } \delta$  в диапазоне низких частот при различных температурах по сравнению с картоном, пропитанным минеральным маслом с низким содержанием влаги. Результаты моделирования на X-Y модели показали, что когда при малом содержании влаги в твёрдой изоляции различие диэлектрических потерь с использованием натурального эфира и

минерального масла более заметно при высокой температуре, при высоком содержании влаги в бумаге нет большой разницы между двумя пропитками.

В [50] установлено, что картон, изготовленный на основе целлюлозы, пропитанный в различных жидкостях, имеет различные диэлектрические характеристики, которые зависят от энергии активации, изменяющейся в зависимости от типа диэлектрической жидкости для пропитки.

Пик релаксации в частотных зависимостях  $\operatorname{tg} \delta$  и мнимой части диэлектрической проницаемости  $\varepsilon''$  сдвигается в область более высоких частот при увеличении температуры  $T$  (рисунок 1.2) в соответствии с уравнением Аррениуса

$$\sigma = \sigma_0 \cdot e^{-E_a/kT}, \quad (1.1)$$

где  $E_a$  – энергия активации и  $k$  – постоянная Больцмана.

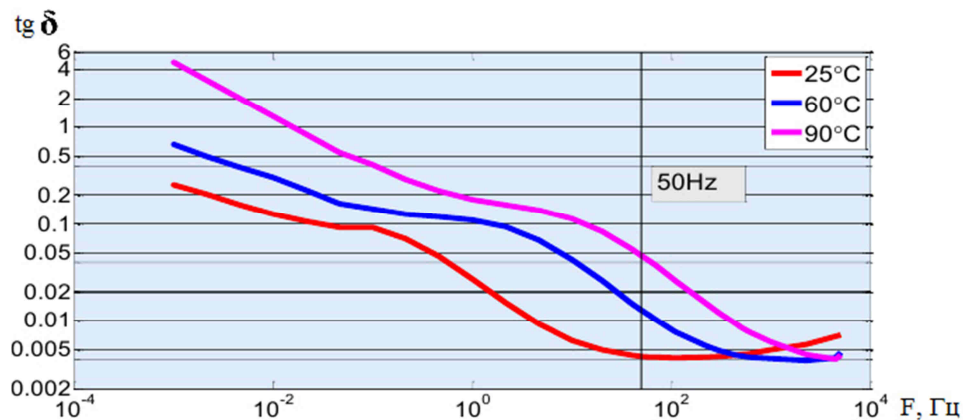


Рисунок 1.2 – Частотные зависимости тангенса угла диэлектрических потерь картона, пропитанного синтетическим эфиром при разных температурах

Соответственно, можно рассчитать энергии активации по измерениям проводимости на постоянном напряжении или измерений зависимости  $\operatorname{tg} \delta$  при нескольких температурах

$$\ln \left( \frac{\sigma_1}{\sigma_2} \right) = \frac{E_a}{k} \left( \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \quad (1.2)$$

Установлено, что картон, пропитанный синтетическим эфиром, имеет меньшие энергии активации, чем пропитанный минеральным маслом.

Полученные в исследованиях энергии активации могут использоваться для расчёта диэлектрических свойств изоляции при различных частотах и температуре, что может быть полезным для конструирования изоляции.

*Характеристики частичных разрядов (ЧР).* Согласно [73] ЧР в изоляционной жидкости на растительной основе Envirotemp™ FR3™ имеют меньшее значение кажущегося заряда, но большую частоту повторяемости импульсов по сравнению с минеральным маслом (в том же диапазоне влагосодержания). Коронные разряды загораются, главным образом, на положительном полупериоде ближе к пику волны напряжения. Интенсивность разрядов увеличивается с увеличением влагосодержания масла, что соответствует и случаю с минеральным маслом. Если значение кажущегося заряда ЧР, как полагают, является определяющим фактором в оценке электрической прочности, то эфир будет в состоянии выдерживать большее электрическое напряжение без пробоя, чем минеральное масло, даже при большем влагосодержании.

Исследования ЧР в альтернативных жидкостях проводились также в [27, 28, 46, 47, 56, 57]. В целом, следует отметить невысокую информативную ценность приведённых в этих работах сведений. Из-за разобщённости в методиках проведения экспериментов, различия в электродных системах, условиях проведения испытаний их результаты имеют частный характер. Ясно только, что из-за большой вязкости, образующиеся в эфирах пузырьки, растворяются медленнее, и ЧР в них имеют возможность развиваться.

*Термодинамические характеристики растительных масел.* Основной механизм отвода тепла от нагретых частей трансформатора – конвекция охлаждающей жидкости. Согласно термодинамическим законам, теплопередача от тела к жидкости определяется следующими физическими свойствами:

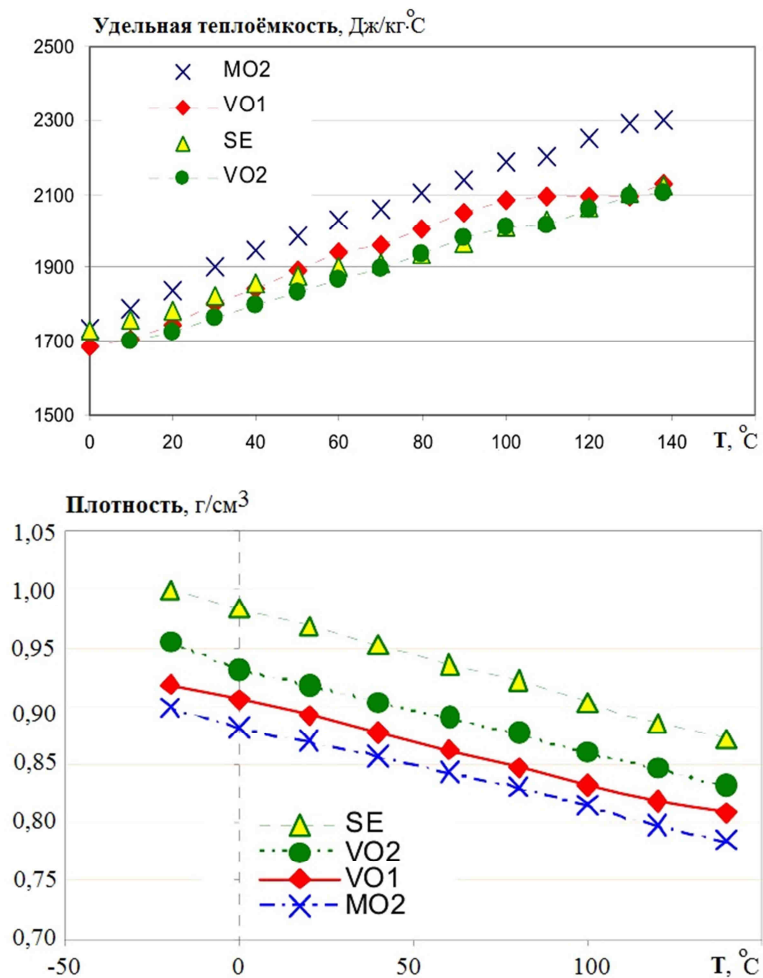
– *кинематическая вязкость* определяет способность жидкости перемещаться в область с определенной температурой. Чем ниже кинематическая вязкость, тем выше теплопередача конвекцией;

– *удельная теплоемкость* определяет, сколько энергии материал может поглотить при данной температуре. Температура масла с высокой теплоемкостью увеличивается медленнее;

– *плотность* определяет изменение объема масла как функции температуры и таким образом изменяет конвекцию между теплыми и холодными зонами;

– *теплопроводность* определяет способность материала провести высокую температуру от одной точки до другой в его объеме. Чем выше теплопроводность, тем более однородна будет температура масла в трансформаторе. Это означает, что высокая температура будет отводиться дальше и легче от нагретых частей.

Зависимости этих характеристик жидкостей от температуры, согласно [26], приведены на рисунках 1.3 и 1.4.



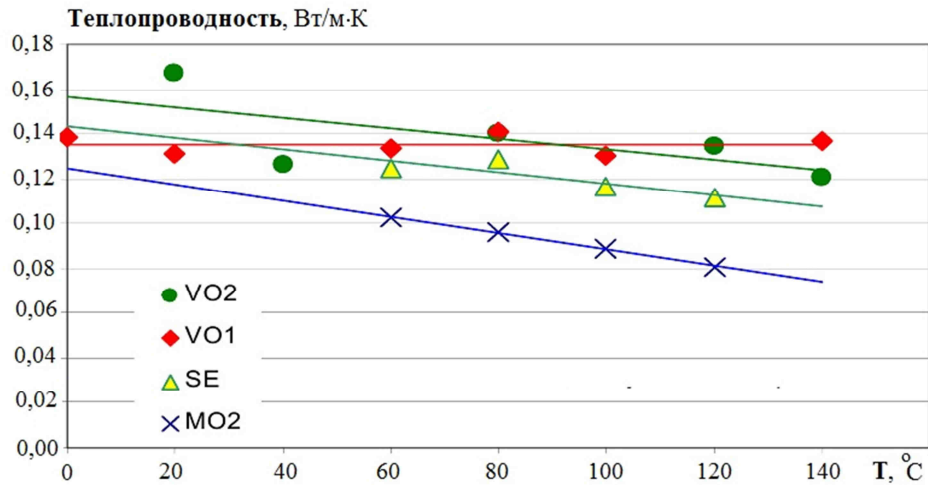


Рисунок 1.3 – Зависимости тепловых характеристик растительных (VO1, VO2), минеральных (MO1, MO2) и силиконового (SE) масел от температуры

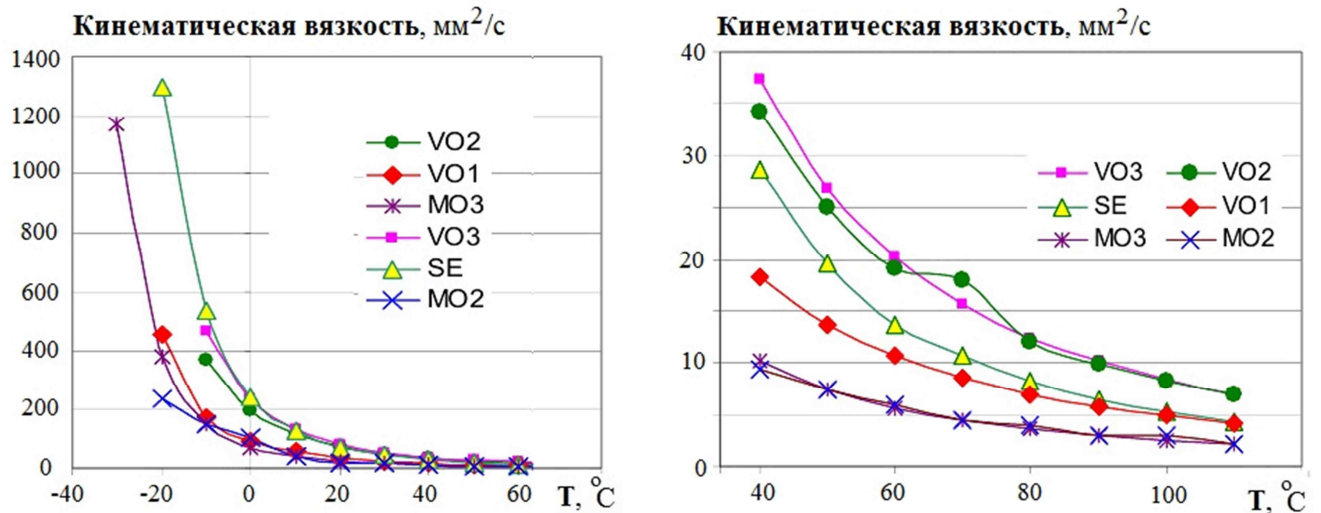


Рисунок 1.4 – Зависимости кинематической вязкости растительных (VO1, VO2), минеральных (MO2, MO3) и силиконового (SE) масел от температуры

Видно, что растительное масло обладает меньшей удельной теплоемкостью и большей плотностью, теплопроводностью и вязкостью, чем минеральное масло. Следовательно, минеральное масло более эффективно при естественной циркуляции, тогда как растительные масла лучше отводят тепло при принудительной циркуляции.

Проведённые на трансформаторе мощностью 50 МВА испытания, описанные в [25], показали, что большая вязкость растительных масел приводит к



повышению температуры масла в верхней части бака, понижению в нижней части, и увеличению разности между температурами в верхних и нижних слоях. Кроме того жидкости растительного происхождения приводят к повышению температуры обмоток и магнитопровода, поэтому при проектировании конструкции трансформатора необходимо учитывать все теплофизические процессы, происходящие в масле.

В результате сравнения в [25] теплофизических свойств электроизоляционных жидкостей были сформированы следующие выводы:

- за исключением нижней части бака температура природных эфиров выше, чем минерального масла
- при системе охлаждения ONAF температура выше, чем при системе ONAN;
- в целом, чем больше мощность трансформатора, тем больше температура его обмоток при заполнении природным эфиром по сравнению с минеральным маслом;
- наиболее сильно подвергается нагреву горячая точка обмотки, она может иметь температуру на 20 и более градусов больше, чем в минеральном масле.

*Окислительная стабильность растительных масел.* Важным фактором, определяющим состояние изоляционной жидкости, является стабильность к окислению. Она зависит от наличия окислительной среды, например воздуха. Температура также является важным фактором, влияющим на реакции окисления. Окисление происходит как в оборудовании с открытым дыханием, так и в оборудовании закрытого типа, но с разной интенсивностью. Поскольку растительные масла лучше разлагаемы микроорганизмами, чем минеральные масла, то они имеют и более низкую стабильность против окисления. Это вынуждает производителей использовать герметичную конструкцию трансформатора, либо добавлять в масло различные ингибиторы окисления, которые тоже должны быть максимально экологичны.

После старения различных масел в присутствии медного катализатора при 120°C в течение 164 часов с определённой скоростью подачи кислорода (0,15 л/ч), согласно [24], измеренные значения кислотного числа и тангенса дельта

приведены на рисунке 1.5. Из него видно, что наибольшей стабильностью против окисления обладает силиконовое масло, в то время как растительное масло окисляется намного больше нормированного уровня (пунктирная линия). Добавление в масло антиокислительной присадки позволяет снизить окисление до уровня, близкого к норме.

В [45] механизм старения описан языком химических реакций. В доказательство этого механизма проведено разделение общего количества кислот, возникающих при старении, на две группы и установлено, что бумага в натуральном эфире содержит меньшее количество низкомолекулярных кислот по сравнению с минеральным маслом. Большая часть кислот относится к высокомолекулярным кислотам.

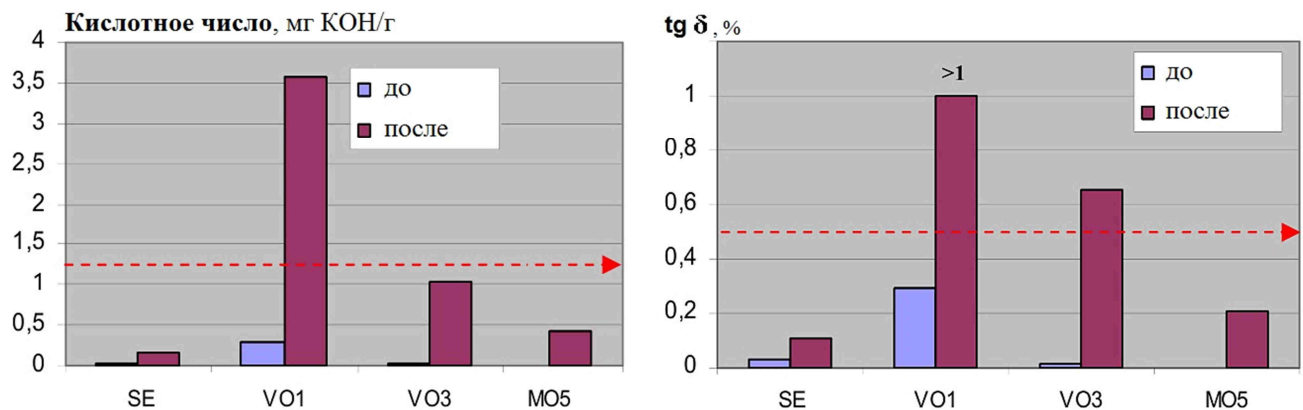


Рисунок 1.5 – Кислотное число и тангенс дельта до и после испытаний на старение по МЭК 61125С для различных типов масел: SE – силиконовое; VO1 – растительное неингибированное; VO3 – растительное ингибированное; MO5 – минеральное

*Влагосодержание растительных масел.* Растительные масла имеют более высокие пределы насыщения (порядка 1000 ppm), чем минеральные масла (до 60 ppm). За счёт лучшей растворимости воды больше её остаётся в жидкости и меньше попадает в бумагу (рисунок 1.6).

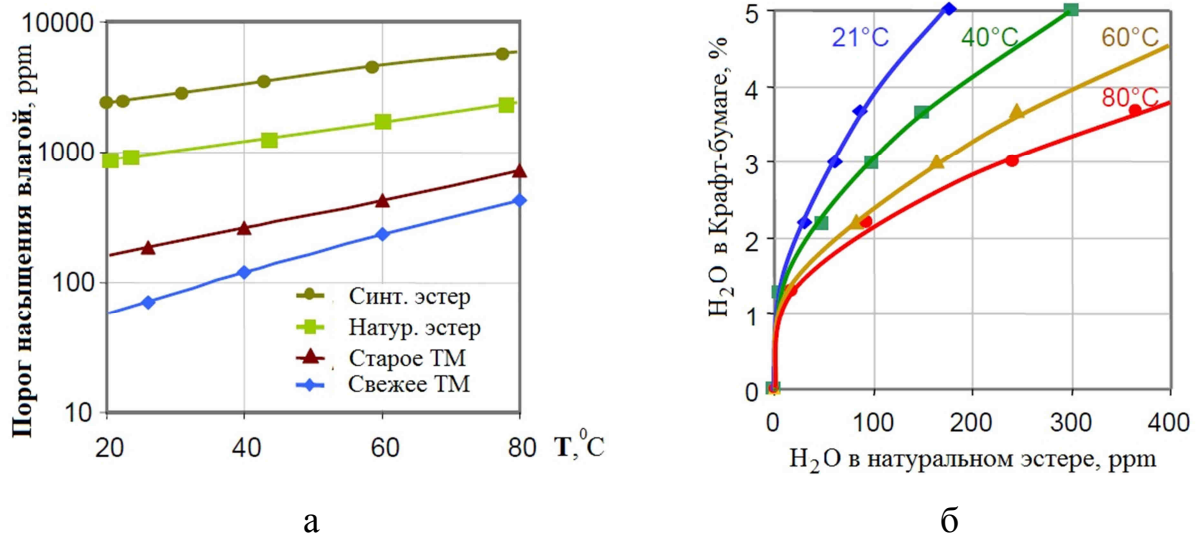


Рисунок 1.6 – Порог растворимости воды в жидкостях (а) и влагосодержание бумаги в зависимости от содержания влаги в натуральном эфире (б)

Бумага стареет медленнее в эфирах, чем в минеральном масле, а электрическая прочность эфиров почти не меняется после старения (рисунок 1.7).

Исследование, основанное на измерении предела прочности на разрыв и измерении степени полимеризации, приведенное в [34], показало, что погруженная в растительное масло бумага служит вдвое дольше аналогичной бумаги, находящейся в среде минерального трансформаторного масла (рисунок 1.8).

В [60] было отмечено заметное ухудшение свойств растительных масел при нагреве, особенно рапсового и подсолнечного, а их очистки не вызывает улучшения свойств. Было доказано, что подсолнечное масло не подходит для трансформаторов из-за излишней его «осушающей» способности.

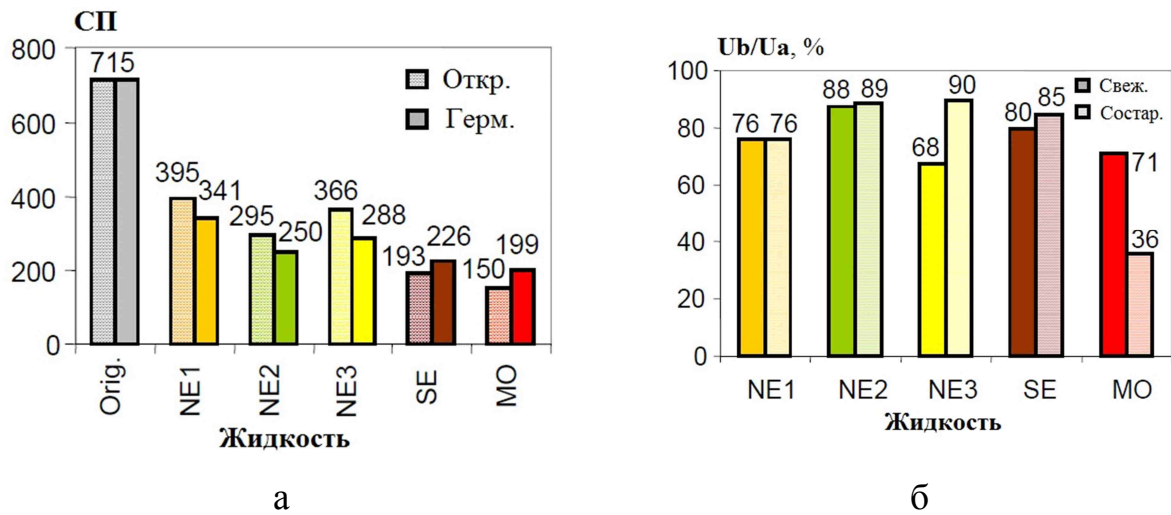


Рисунок 1.7 – Изменение степени полимеризации бумаги при старении в различных жидкостях и относительное изменение напряжения пробы жидкостей после старения

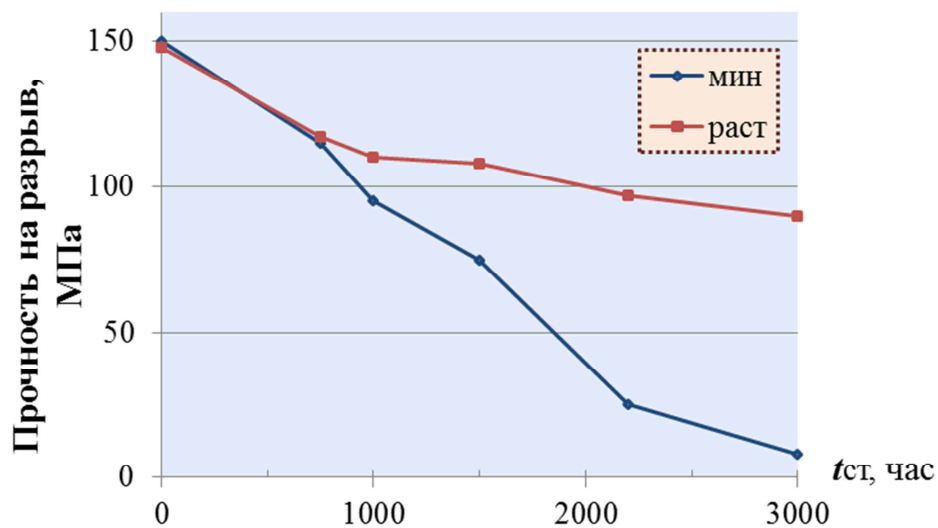


Рисунок 1.8 – Сравнение предела прочности бумаги, состаренной в растительном и в минеральном масле

*Газовыделение растительного масла.* Для определения существующих в маслонаполненном оборудовании дефектов в настоящее время активно используется анализ растворенных в масле газов. Суть метода заключается в том, что развитие дефектов чаще всего связано с возникновением очагов местного нагрева или очагов местных электрических разрядов, под воздействием которых масло и другие материалы начинают разлагаться с выделением различных газов,

характерных для каждого типа дефекта. Для сравнения газов, выделяющихся в минеральном и растительном маслах, в [26] были проведены исследования с моделированием трех основных типов дефектов трансформатора: частичные разряды малой интенсивности, горение дуги либо ЧР большой интенсивности и перегрев.

На рисунках 1.9 и 1.10 приведены результаты хроматографического анализа растворённых газов (далее - ХАРГ), показывающие следствия перегрева масел при температурах 90°C и 150°C [61].

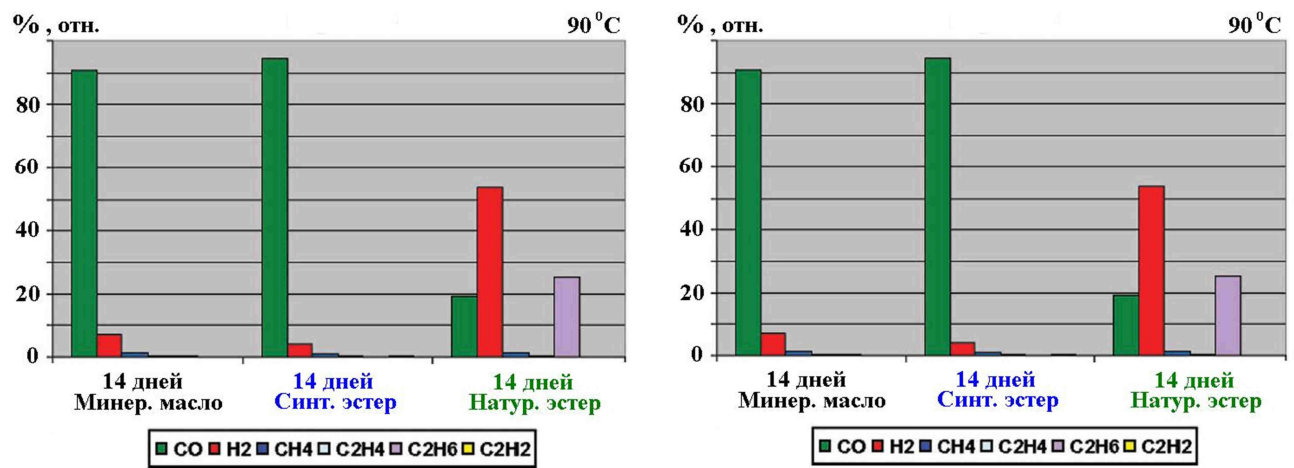


Рисунок 1.9 – Относительное содержание растворенных газов в изоляционных жидкостях после испытаний при 90°C и 150°C

При 90°C (максимальная температура нормального эксплуатационного режима в трансформаторах) ни в одной из трех жидкостей не выделяется этилен, который обычно характеризует тепловые дефекты. Поэтому можно ожидать, что масла будут стабильны при этой температуре. Во время испытания, проведенного при 150°C, в маслах выделились этилен и метан, что говорит о перегреве масла. В растительном масле в значительных количествах образуется этан, чего не наблюдается в минеральном и синтетическом масле.

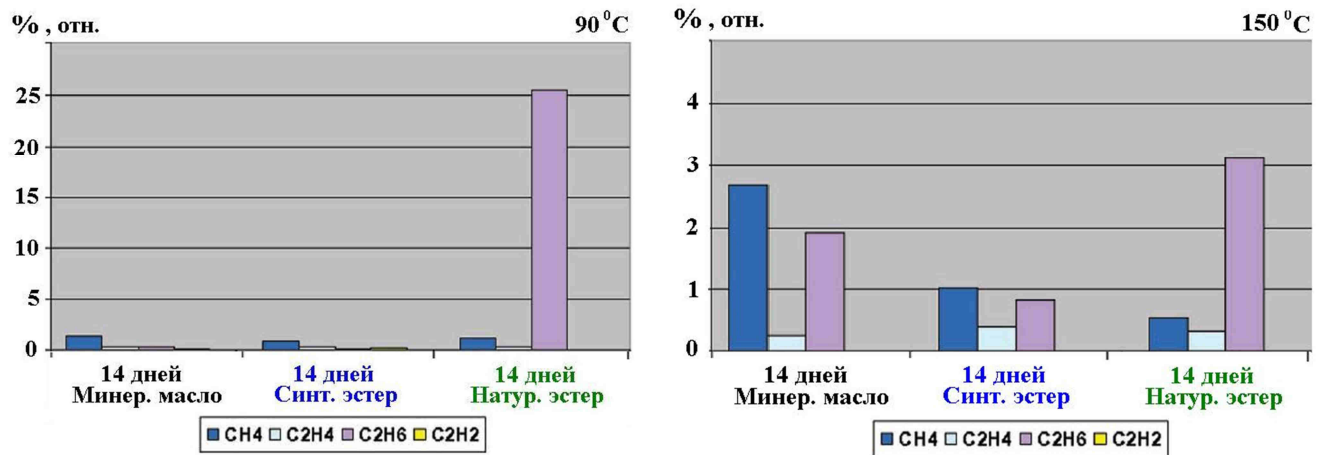


Рисунок 1.10 – Относительное содержание растворенных газов в изоляционных жидкостях (без H<sub>2</sub> и CO<sub>2</sub>) после испытаний при 90°C и 150°C

После подобного испытания при наличии в масле бумажной изоляции доминирующим газом для минерального масла является окись углерода. Оксид и диоксид углерода являются ключевыми показателями деградации целлюлозы, как в минеральном масле, так и в растительном. Однако в растительном масле концентрация окиси углерода аналогична опыту без бумаги, что указывает на сохранение целостности бумаги.

При воздействии на масло дугового разряда малой мощности наибольшую концентрацию во всех типах масла имеет ацетилен. Он обычно и является основным показателем для этого типа дефекта. Однако при одинаковой энергии разряда в трех маслах, концентрация ацетилена в минеральном масле в (5 – 10) раз выше, чем в синтетическом и растительном маслах. При воздействии на масла частичных разрядов (разряд коронного типа) основным выделившимся газом для всех образцов является водород. На рисунке 1.11 приведено относительное газосодержание различных типов масел после воздействия дугового разряда малой мощности и «холодного» коронного разряда.

Авторами [46] были проведены измерения ЧР с шестью видами экологических эфирных масел, изготовленных по заводской технологии; таких как три вида алкиловых эфиров жирных кислот, синтезированных из пальмового масла (Pastel M12, Pastel 2H-08, Pastel M182), метиловые эфиры жирных кислот, синтезированные из соевого масла (Soyben methyl ester oil) и масла рисовых

отрубей (Rise brain methyl ester oil), а также, для сравнения, - рапсовое масло. Кроме того, после воздействия ЧР был проведён ХАРГ (рисунок 1.12).

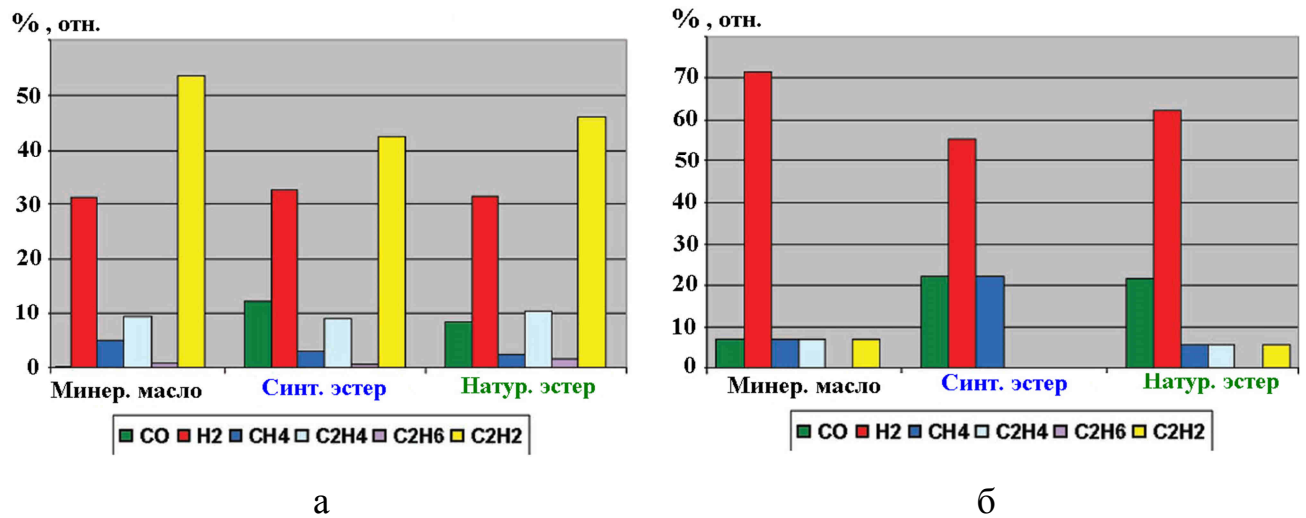


Рисунок 1.11 – Относительное содержание растворённых газов в изоляционных жидкостях после воздействия дуг малой мощности (а) и коронных разрядов (б)

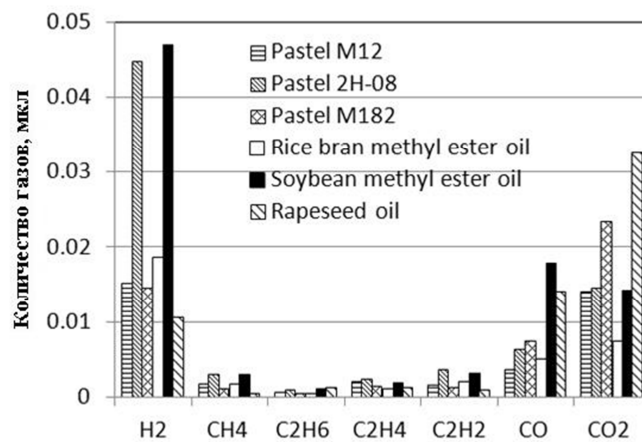


Рисунок 1.12 – Результаты хроматографического анализа газов, выделившихся при горении частичных разрядов в жидкостях

Полученные результаты можно резюмировать следующим образом. Количество импульсов и средняя величина кажущегося заряда ЧР зависят от структуры эфиров при одних и тех же условиях испытаний. Было установлено, что количество импульсов ЧР меньше для эфирных масел с большой молекулярной массой и двойными связями в углеводородной части.

Отмечено, что возникновение ЧР в эфирах с высокой вязкостью инициировалось пузырьками, рождающимися из газов при их разложении. Было установлено, что при ЧР выделяется, преимущественно, водород и практически нет ацетилена. Были также установлены заметные концентрации СО и СО<sub>2</sub>.

Результаты испытаний показывают, что выделяемые в маслах газы могут использоваться для интерпретации АРГ. Однако скорость генерации растворённых газов в натуральных маслах меньше по сравнению с минеральным маслом. Сокращение общего объёма газа затруднит выявление неисправностей на ранней стадии при практическом применении. При тепловых воздействиях биоразлагаемое масло генерирует значительное количество этана, который в сочетании с этиленом необходимо использовать в качестве показателя тепловых дефектов в оборудовании. Для дугового разряда ключевым газом в растительных маслах является ацетилен, для ЧР – водород, как и для минеральных масел. В [27] было установлено, что при увлажнении в эфирах образуется меньшее количество газов. Эта тенденция, противоположна тому, что происходит в минеральном масле.

В [29] при нагреве (до 150 °С) установлены следующие особенности.

1) Наиболее важным ключевым газом для термических и окислительных процессов в натуральных эфирах является этан, независимо от происхождения жидкости. Этот эффект должен рассматриваться как своего рода итог распределённого газообразования, и является результатом перекисного окисления липидов. Даже свежие или мало использованные жидкости содержат некоторые концентрации этана, которые отражают условия нормальной эксплуатации.

2) Пероксиды есть во всех изоляционных жидкостях с вязкостью «растительных масел», и являются хорошими индикаторами процессов окисления этих жидкостей.

3) Изолирующие жидкости имеют свои конкретные образы перегрева, причём газообразование связано не только с состоянием оборудования, но и с окислительными процессами в изоляционных жидкостях. Эти диагностические



«отпечатки пальцев» могут использоваться для оценки состояния жидкости для трансформаторов в эксплуатации.

В [56] также отмечается, что ключевые газы при искрении и перегреве в эфирах иные, чем те, что указываются в идентификации дефектов для минерального масла. При перегреве в одинаковых условиях количества газа сильно отличаются от минерального масла.

Общий вывод говорит о необходимости пересмотра существующих методик интерпретации дефектов для оборудования, заполненного эфирами.

*К дружественным с позиций экологии свойствам эфиров* можно отнести биоразлагаемость и высокие температуры вспышки и горения. Последние затрудняют возникновение и развитие пожаров, экологические последствия которых близки к катастрофическим, если говорить о возгорании трансформаторов большой мощности. Так или иначе, указанные свойства упоминаются практически во всех цитируемых нами работах.

Наглядные результаты получены авторами [29]. Сравнение температур вспышки и поддержки горения различных жидкостей приведено на рисунке 1.13, а кривые биоразлагаемости – на рисунке 1.14.

В соответствии с данными по температуре вспышки проведены оценки энергии, необходимой для реализации факта вспышки. Для нагрева одного литра жидкости от температуры, например,  $T_0 = 70$  °С до температуры вспышки  $T_f$ , необходима энергия около 170 кДж для минерального масла и около 500 кДж для синтетического эфира (1.3)

$$W = \rho \cdot V \cdot c(T_f - T_0), \quad (1.3)$$

где  $\rho$  – плотность,  $V$  – объём,  $c$  – удельная теплоёмкость жидкости.

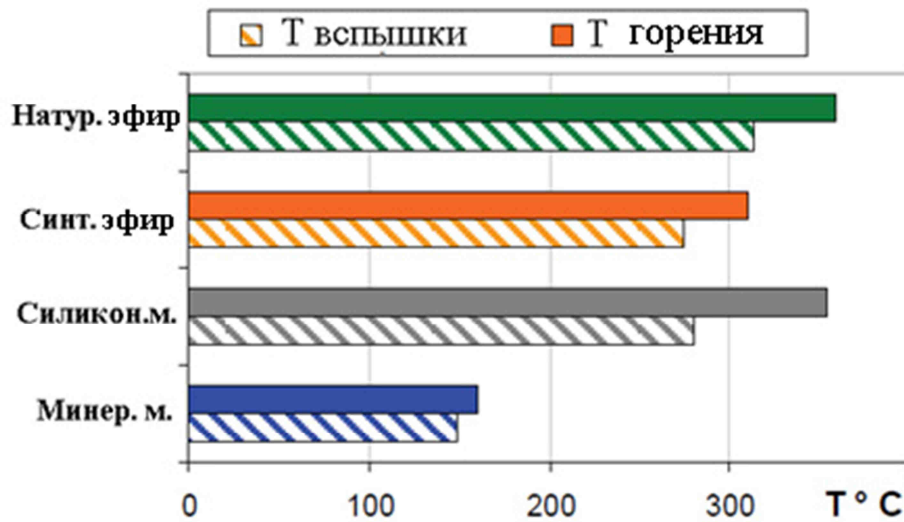


Рисунок 1.13 – Температуры вспышки и поддержки горения различных жидкостей

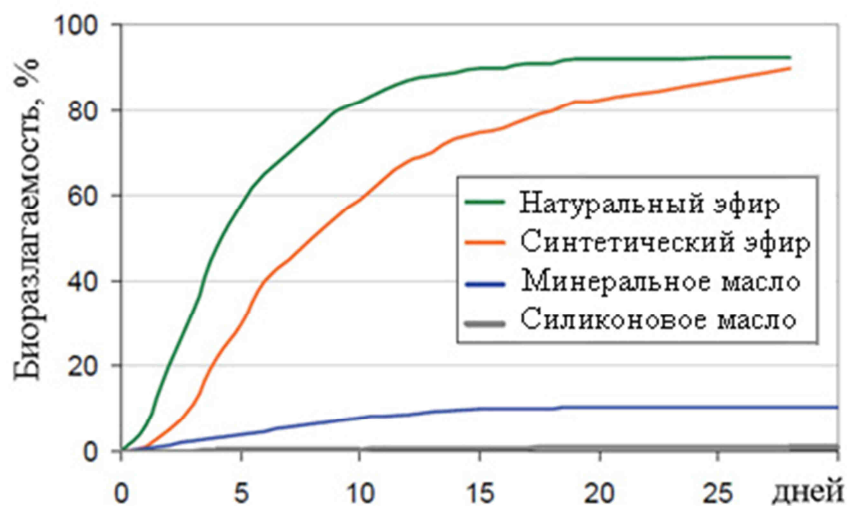


Рисунок 1.14 – Кривые биоразлагаемости изолирующих жидкостей

В [32] подчёркивается, что использование трудно воспламеняющихся эфиров в трансформаторе может повысить безопасность пользователей. Поэтому в общей стоимости нужно учесть стоимость таких элементов, как системы пожаротушения, расстояния между трансформаторами особенно при внутренней установке. Использование эфиров в трансформаторе позволяет сократить стоимость противопожарных мероприятий, путём исключения части оборудования для подавления огня и сокращения расстояния между оборудованием.

В методическом плане в [50] обращено внимание на тот факт, что с углами наклона плоскости свыше  $15^\circ$  не всегда сохраняется надежность оценки скорости распространения пламени.

*Совместимость материалов* с альтернативными жидкостями является следующей важной темой для конструирования трансформаторов. В [29] были проведены испытания широкого спектра материалов (например, прокладки, резиновые мешки, эмаль и т.д.) на совместимость с эфирами, путём ускоренного старения при  $(120 - 140)^\circ \text{C}$  в течение двух недель. Увеличение хрупкости материала или значительные изменения параметров жидкости (цвет, кислотное число и т.д.) расценивалось как несовместимость испытуемых материалов с эфирами при высоких температурах. Такими, например, оказались только прокладки из нитрильного каучука.

*Немногие сведения о составах и технологиях изготовления жидкостей.* По химической структуре натуральные сложные эфиры относятся к жирам, представляющим собой триглицериды – сложные эфиры трёхатомного спирта глицерина и трёх высокомолекулярных жирных кислот (рисунок 1.15)

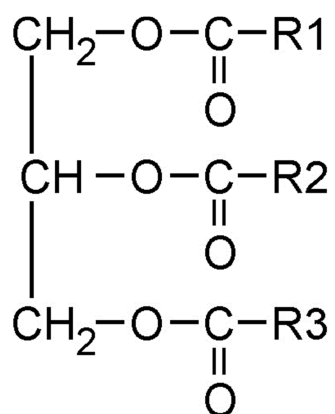


Рисунок 1.15 – Типовая структура триглицеридов

Жирные кислоты имеют, как правило, неразветвленную цепь из атомов углерода – радикалы R1, R2, R3. Длина этих цепочек C8 – C22, в которой может содержаться от нуля до трех двойных связей [78]. Количественный и качественный состав жирных кислот определяется растительным сырьём, из которого было получено масло. Соответственно, эксплуатационные свойства

различных эфирных масел могут отличаться друг от друга. В первую очередь это касается антиокислительной способности масел.

Сложные эфиры растительного происхождения обладают намного худшей стабильностью к окислению по сравнению с минеральными маслами, что можно объяснить неопределённым характером большей части жирных кислот. В основном это моно- (одна двойная связь  $C=C$ ) и полиненасыщенные жирные кислоты (две и более двойных связи). Количество насыщенных жирных кислот в растительных маслах относительно невелико.

Согласно классической теории окисления углеводородов в жидкой фазе [79], наличие двойной связи способствует окисляемости углеводородных цепочек. Таким образом, чем меньше двойных связей будет в молекулах жирных кислот, тем большей стойкостью к окислению будет обладать такое масло. Следует заметить, что в свежих минеральных изоляционных маслах неопределённые углеводороды практически отсутствуют [80].

В результате экспериментов по длительному искусственному старению различных видов растительных масел при различных температурах было получено, что базовый химический состав масел сильно влияет на их склонность к окислению [81]. Авторами была предложена классификация 224 натуральных масел по количественному содержанию в них олеиновой кислоты. Было получено, что чем больше олеиновой кислоты (точнее, радикального остатка этой кислоты) входит в состав сложных эфиров масел, тем стабильнее такое масло к окислению. Из мононенасыщенных кислот в растительных маслах наиболее часто встречается именно олеиновая кислота (рисунок 1.16).

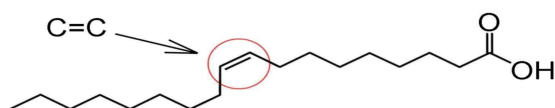


Рисунок 1.16 – Структурная формула олеиновой кислоты: кружком выделена двойная связь  $C=C$

Остальные жирные кислоты в большинстве своем являются полиненасыщенными. Результат, полученный в [81], является вполне очевидным

– чем больше олеиновой кислоты содержится в сложных эфирах растительных масел, тем меньше доля полиненасыщенных жирных кислот (с несколькими двойными связями  $C=C$ ), обладающих худшей стойкостью к окислению. Однако оценивать стабильность масел по содержанию в нем олеиновой кислоты не всегда удобно, поскольку это требует проведения хроматографического анализа.

Основной причиной низкой устойчивости натуральных сложных эфиров к окислению является неопределенность молекул жирных кислот, входящих в состав триглицеридов. Следовательно, содержание непредельных углеродных цепочек  $C=C$  в молекулах триглицеридов является более точным критерием стабильности против окисления изоляционных масел на основе натуральных сложных эфиров.

Для определения количества непредельных связей в молекулах триглицеридов по мнению автора [82] наиболее удобно использовать методы оптической спектроскопии. Полученные им результаты спектрального анализа полностью согласуются с классификацией антиокислительной стойкости натуральных эфирных масел по содержанию в них олеиновой кислоты [81]. Льняное масло, содержащее наименьшее количество олеиновой кислоты, обладает самой низкой стойкостью к окислению. Наибольшее количество олеиновой кислоты в составе оливкового масла, что определяет его наибольшую стойкость к окислению. Подсолнечное масло и по содержанию олеиновой кислоты и по интенсивности полосы поглощения на длине волны  $4665\text{ см}^{-1}$  занимает промежуточное положение.

В [29] натуральные эфиры разделяют на эфиры, содержащие насыщенные, одинарные, двойные и тройные ненасыщенные жирные кислоты. Насыщенные жирные кислоты являются химически стабильными, но имеют высокую вязкость. Тройные ненасыщенные жирные кислоты имеют меньшую вязкость, но они очень неустойчивы к окислению. Для достижения приемлемого значения стабильности к окислению натуральных эфиров, необходимо добавить подходящие антиоксиданты. Кроме DBPC (2,6-ди-tert-бутил-пара-крезол) в эксплуатации в качестве антиоксидантов используют сложные фенолы и амины.

Чтобы избежать неприемлемого увеличения проводимости, общее количество антиоксидантов ограничивается 1% и менее. Жидкости с высоким процентным содержанием одинарных ненасыщенных жирных кислот оказались подходящие для применения.

Жидкость Biotemp –производится из высокоолеинового растительного масла [71]. Жидкость имеет высокие диэлектрические характеристики в сочетании с отличной термостабильностью и чрезвычайно низкую горючесть: температура вспышки 330 °С, воспламенения – 360 °С. Biotemp вполне совместима с твёрдыми изоляционными материалами и, согласно [20], за 21 день биологически разлагается на 97 %, что указывает на его высокую экологичность. Несомненным преимуществом данного масла является и то, что оно производится из возобновляемых природных ресурсов. Оно ингибировано и соответствует американским стандартам ASTM D2440 и ASTM D3487 (стандартные методы испытаний стойкости изоляционных минеральных масел к окислению) – как не содержащее полихлорированных бифенилов (ПБ).

Наиболее подробные сведения относительно состава растительного диэлектрика содержатся в российском патенте [77], принадлежащем Торшину Ю.В., Менахину Л.П., Шарковскому В.А.. В качестве основы композиции используется растительное масло: рапсовое, подсолнечное, кукурузное или смесь этих масел, которые имеют высокий уровень содержания жирных эфиров олеиновой кислоты.

Масло предварительно очищают от примесей: рафинируют, отбеливают, дезодорируют. В состав масла для повышения уровня диэлектрических свойств и окислительной стабильности вводится комплекс специальных добавок, которые впервые применены в данном техническом решении: ингибиторы окисления совместно с синергистами, хелатирующими агентами для связывания катионов металлов, антибактериальные вещества. Для снижения вязкости и температуры застывания в состав композиции вводятся низковязкие разбавители:

1. В качестве ингибиторов окисления (первичных стабилизаторов) применены алкилфенолы (2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол, 3-трет-бутил-4-

оксианизол, 2-трет-бутил-4-оксианизол и их смеси) и 4-гидроксидифениланилин в количестве  $(0,1 \div 0,5)$  мас. %.

2. В качестве синергистов применены диалкилсульфиды: бис(стеарилпропионат) сульфид, бис(лаурилпропионат) сульфид, 4,4'-диаминодифенилсульфид и их смеси в количестве  $(0,1 \div 0,5)$  мас. %.

3. В качестве хелатирующих агентов применены 8-оксихинолин, 8-оксихинальдин, антраниловая кислота, дисалицилиденалкилдиамины в количестве  $(0,1 \div 0,5)$  мас. %.

4. В качестве антисептиков применены 8-оксихинолин, 8-оксихинальдин, бензойная кислота в количестве  $(0,05 \div 0,5)$  мас. %.

Усиление ингибирующего эффекта добавок достигается за счет одновременного введения синергистов (вторичных стабилизаторов) и хелатирующих веществ, которые совместно усиливают действие основных ингибиторов (первичных стабилизаторов). Следует отметить особую роль хелатов (8-оксихинолина и 8-оксихинальдина), которые являются одновременно и хелатирующими агентами, и антисептиками. Для поддержания низкого уровня вязкости и уменьшения температуры застывания масла в качестве разбавителей применены низковязкие сложные эфиры на основе фталевой кислоты и первичных насыщенных спиртов. Спирты содержат в молекулярной цепи  $(2 \div 8)$  атомов углерода. Эфиры вводили в количестве  $(5,0 \div 20,0)$  мас. %. Смешивание масла с добавками осуществляется в реакторе, снабженном мешалкой и обогревом.

Эта работа представляет значительный интерес, и при дальнейшем внедрении растительных масел в электроэнергетику результаты работы стоит принимать во внимание, однако в ней совершенно не рассмотрены вопросы поведения газов, диагностики маслонаполненного электрооборудования. Вызывает вопросы и методика определения стабильности против окисления.

### **1.3 Практическое применение растительных масел в силовых трансформаторах**

В [29] показано, что сравнение различных изоляционных жидкостей требует привлечения многих параметров. В результате обобщения имеющихся данных авторы предложили обращать внимание на следующие факты:

- из-за большого разброса электрической прочности при конструировании обмоток и изоляционных барьеров нужно ориентироваться на уровни напряжения пробоя, соответствующие вероятности 1 %;
- ввиду гораздо более высокой влагеёмкости, взаимодействие эфиров с целлюлозой должно рассматриваться весьма тщательно;
- при расчёте распределения температуры должны тщательно рассматриваться физические параметры жидкостей;
- производственные процессы должны быть адаптированы к эфирам, чтобы убедиться, что все части изоляции полностью пропитываются и используются только материалы, которые полностью совместимы с эфирами.

Компанией Siemens уже были успешно испытаны трансформаторы, заполненные эфирами, мощностью до 135 МВА и напряжением 245 кВ.

Зарубежные компании уже начали широкое применение электроизоляционных жидкостей растительного происхождения в эксплуатируемых трансформаторах. Например, компанией AREVA были разработаны два трансформатора на 90 МВА/ 132 кВ и 40МВА/110 кВ. Один из разработанных трансформаторов показан на рисунке 1.17 [24].

Для этих трансформаторов потребовались лучшая герметизация и вакуумно-плотное исполнение РПН. Для компенсации недостаточного теплоотвода трансформатор спроектирован с усиленной системой охлаждения. Это, безусловно, повысило стоимость изделия, но зато по прогнозу компании трансформаторы не нужно было обслуживать в течение всего срока их службы.

В Бразилии компания коммунального электроснабжения CEMIG совместно с компанией ABB разработали проект модернизации одного трансформатора 15 МВА, 138/13,8 кВ, тип охлаждения ONAF [71]. Использование передовых



технологий, в том числе гибридной твёрдой изоляции (DuPont Nomex плюс бумага) в сочетании с растительным маслом Biotemp в качестве изолятора и охлаждающей жидкости в трансформаторах, позволило довести номинальную мощность с 15 до 25 МВА. Помимо этого модернизированные трансформаторы теперь имеют исключительно высокую стойкость к аварийным перегрузкам – до 170 % от номинальной мощности без снижения срока службы.



Рисунок 1.17 – Внешний вид опытного трансформатора 40МВА/110 кВ с наполнением натуральным эфиром *Envirotemp FR3*

Применение растительного масла в таком трансформаторе дало следующие преимущества:

- увеличение номинальной мощности и перегрузочной способности;
- высокую надёжность трансформатора;
- высокую техническую готовность трансформатора, благодаря снижению объёма его технического обслуживания;
- снижение затрат на установку и монтаж электрооборудования;
- снижение противопожарных требований к месту установки;

- существенное снижение риска загрязнения почвы и подпочвенных вод;
- выброс нетоксичных побочных продуктов при взрыве трансформатора в отличие от взрыва трансформатора, заполненного минеральным маслом.

Усовершенствованный трансформатор был подвержен ряду испытаний:

- испытания на воздействие грозового перенапряжения (полной и срезанной волной) и коммутационного перенапряжения на все выводы обмоток трансформатора;
- испытания на длительное воздействие индуктированного напряжения, включая измерения ЧР – до и после тепловых испытаний (в ходе которых измерялось увеличение температуры масла и обмоток), а также испытания на нагрев при перегрузках;
- измерения уровня шума в режиме холостого хода и под нагрузкой, в том числе измерения спектральной плотности шума в пределах одной октавы;
- испытание на продолжительную аварийную перегрузку;
- снятие частотной характеристики трансформатора и др.

Текущий контроль всех диэлектрических и тепловых испытаний осуществлялся посредством анализа концентраций растворенных в масле газов. Анализ показал, что существенных изменений концентраций газов за время испытаний трансформатора не произошло, что однозначно показало улучшение характеристик, а, значит, и повышение надёжности трансформатора.

Одним из преимуществ использования растительного масла в трансформаторе фирмы АВВ было и упрощение транспортировки. Нефтяное масло разрешено перевозить только в отдельных ёмкостях. Перевозка же трансформатора с растительным маслом может производиться и после его заполнения. Затраты и количество оформляемых документов при этом снижаются.

Коммерческая эксплуатация трансформатора началась с конца июля 2006 г. С тех пор почти ежедневно трансформатор работает в режиме перегрузки до 42 МВА в пике, что составляет 170 % от номинальной нагрузки [71]. Текущий контроль работы трансформатора осуществляется с помощью системы

оперативного мониторинга, а также путём стандартных проверок масла, постоянного контроля нагрева масла и обмоток, а также периодического инфракрасного сканирования. Полученные до сего времени результаты свидетельствуют о том, что характеристики трансформатора очень устойчивы даже в условиях практически постоянных и значительных перегрузок.

Он-лайн мониторинг содержания влаги и хроматографический анализ газов, проведённые авторами [33], доказали высокую эффективность системы азотной защиты эфир от попадания атмосферной влаги. Скорость диффузии азота через диафрагму в трансформаторное масло оценивается в несколько сотен и несколько тысяч *ppm* в год.

Наличие второго датчика влаги дало понимание распределения и перераспределения влаги, которые имели место внутри различных частей бака трансформатора с течением времени. Наличие второго датчика влаги также обеспечило уверенность в долгосрочной работоспособности обоих датчиков влажности. За 8 лет работы трансформатора концентрация влаги в масле непрерывно уменьшалась, причём с более высокой скоростью в верхней части бака и медленнее – в нижней части бака.

По этой причине, состояние динамического равновесия – (1) между маслом и твёрдой изоляцией в верхней и нижней частях изоляционных конструкций и (2) между поверхностными и внутренними слоями изоляции – пока не установлено. Были установлены следующие шесть одновременных процессов, связанных с динамикой изменения концентрации влаги.

1. Первоначально, датчики влаги медленно корректировали сами себя под очень сухое масло после их выдержки в воздухе во время транспортировки.

2. Влага из поверхности изоляции медленно диффундировала в сухие внутренние слои изоляции. Диффузия влаги с поверхности к внутренним слоям изоляции – самый важный фактор, определяющий снижение растворённой влаги в масле при длительной эксплуатации.

3. Имеет место непрерывный ежедневный обмен влаги между поверхностными слоями изоляции и маслом.

4. Благодаря непрерывной циркуляции масла влага в твёрдой изоляции медленно перераспределяется между более горячими верхними и более холодными нижними частями изоляции;

5. Азотная защита достаточно эффективно предотвращает проникновение атмосферной влаги в трансформаторное масло;

6. Гипотетически было также возможно, что со временем вода в растительном масле подвергнется гидролизу.

Процесс 1 завершается в течение первых дней или недель работы трансформатора. Имеющиеся данные не позволяют нам прийти к уверенному выводу о продолжительности процесса 2: вполне возможно, что этот процесс еще не завершен. Процессы, 3, 4 и 5 имели место в течение всего 8-летнего периода эксплуатации. Возможный 6-й процесс рассматривается как значимый для будущей эксплуатации фактор.

В [35] обобщён опыт использования натуральных эфиров в более чем 20 силовых трансформаторах распределительной сети. Предварительные электрические испытания натуральных эфиро-наполненных трансформаторов показали различия по сравнению с минеральным маслом. Эти различия не влияют на поведение во время заводских испытаний трансформаторов, но принимаются во внимание в диагностических признаках. Более высокая вязкость натурального эфира привела к большей температуре по сравнению с минеральным маслом, и эта разница увеличивалась при увеличении мощности трансформатора (МВА) и потерь (кВт). Поэтому уравнения теплопередачи были соответствующим образом скорректированы для новых, а также перезаполненных, трансформаторов. Отмечено также, что выделение газа во время заводских температурных испытаний трансформаторов, наполненных натуральным эфиром больше, чем в их двойниках, заполненных минеральным маслом.

#### **1.4 Выводы по разделу и постановка задач исследований**

Таким образом, по зарубежным публикациям и появляющимся отечественным исследованиям выявлен нарастающий интерес к проблеме использования натурального растительного сырья для производства диэлектрических жидкостей.

Преимущества растительных масел в качестве изоляционных жидкостей заключаются в их отличной биоразлагаемости, в получении из возобновляемых природных ресурсов, в отсутствие токсичности, высоких температурах воспламенения и вспышки, а также в низкой стоимости по сравнению с другими веществами с высокой температурой воспламенения, такими как синтетические сложные эфиры. Все эти факторы охраны окружающей среды, здоровья и безопасности поддерживают идею применения жидких диэлектриков на основе растительных масел [77].

В статьях описаны исследования некоторых свойств растительных диэлектриков, сопоставление их с традиционными минеральными жидкостями. Однако в опубликованных материалах не достаточно обстоятельно проанализирован опыт применения подобных жидкостей в эксплуатации. Не раскрывается (по коммерческим соображениям) состав и технология изготовления данных диэлектриков.

В связи с вышесказанным возник интерес в подобных исследованиях для пользы отечественной энергетики:

1. Провести выбор базовой жидкости для использования в маслонаполненном высоковольтном оборудовании.
2. Провести исследования по изучению исходных свойств базовой жидкости как диэлектрика.
3. Разработать методику и провести исследования по растворимости газов в выбранной жидкости.
4. Провести исследования стабильности к окислению, подобрать ингибиторы и экспериментально доказать их эффективность.
5. Провести исследования ингибированной жидкости.

## Глава 2 ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ РАПСОВОГО МАСЛА КАК ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ЖИДКОСТИ

Интерес к свойствам рапсового масла среди исследователей возрастает. Об этом говорят появляющиеся печатные работы, статьи и патенты по изучению этих свойств и особенностей масла, приведённые, в том числе, в главе 1. Несмотря на то, что некоторые данные о свойствах интересующей нас жидкости можно найти в литературных источниках, была поставлена задача исследования некоторых свойств этого масла с точки зрения возможности его использования в качестве жидкого диэлектрика на оборудовании и с помощью методов, применяемых для традиционных минеральных масел.

В данной главе рассматриваются основные показатели рапсового и трансформаторного масел, а также методы и аппаратура для физико-химических анализов электроизоляционных жидкостей. Для экспериментального определения характеристик рапсового масла были использованы существующие на данный момент методы и аппаратура для анализов трансформаторных масел, имеющих минеральную основу. Экспериментальная часть работы проводилась автором на базе аккредитованной испытательной лаборатории Филиала АО «Электросетьсервис ЕНЭС» - СПб «Электросетьремонт» (на момент проведения работ – Филиала ОАО «Электросетьсервис ЕНЭС» - Новосибирская СПБ, а затем СПБ «Электросетьремонт»).

### **2.2 Общие физико-химические показатели товарного рапсового масла**

Растительные масла состоят главным образом (на 95–97 %) из триацилглицеридов — сложных эфиров глицерина и различных жирных кислот, а также моно- и диацилглицеридов. Ацилглицериды, в свою очередь, содержат в своем составе молекулы различных жирных (карбоновых) кислот, связанных с

молекулой глицерина  $C_3H_5(OH)_3$  [83]. Основными компонентами рапсового масла являются ненасыщенные и насыщенные жирные кислоты в составе ацилглицеридов, незначительную часть составляют остальные компоненты (фосфолипиды, стерин, пигменты, витамины, углеводороды, белки, свободные жирные кислоты и др.).

В период с 2002 по 2012 гг. несколько раз происходили замены стандартов на товарное рапсовое масло. Так, сначала характеристики производимых в нашей стране масел нормировались ГОСТом 8988-2002 «Масло рапсовое. Технические условия» [84]. Данный стандарт устанавливал величины физико-химических характеристик масла, приведённые в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Физико-химические показатели рапсового масла

Наименование показателя	норма для рапсового масла			
	рафинированного		нерафинированного	
	дезодори- рованного марки П	недезодори- рованного марки СК	марки Р	марки Т
Перекисное число, ммоль активного кислорода/кг, не более	10	10	10	не определя- ется
Цветное число, мг йода, не более	-	30	85	95
Кислотное число, мг КОН/г, не более	0,6	0,4	4,0	6,0
Массовая доля влаги и летучих веществ, %, не более	0,15	0,15	0,25	0,25

Продолжение таблицы 2.1				
Массовая доля нежирных примесей, не более	отсутствие	отсутствие	0,15	0,20
Температура вспышки экстракционного масла, °С, не ниже	240	230	230	230

Затем данный ГОСТ был отменён и ему на смену введён ГОСТ Р 53457-2009 [85]. С 2012 г. по настоящее время действует ГОСТ 31759-2012 «Масло рапсовое. Технические условия» [86]. Претерпели изменения классификация марок и некоторых показателей качества масла (таблицы 2.2 и 2.3).

Таблица 2.2 – Марки рапсового масла

Марка рапсового масла	Назначение
Рафинированное дезодорированное высшего сорта	Для непосредственного употребления в пищу и производства пищевых продуктов
Рафинированное дезодорированное первого сорта	Для непосредственного употребления в пищу и производства пищевых продуктов
Рафинированное недезодорированное	Для промышленной переработки
Нерафинированное	Для промышленной переработки

Так как работы по исследованию свойств масла велись на протяжении нескольких лет, объектами исследования сначала были выбраны масла, соответствующие предыдущим (уже не действующим) ГОСТам (1-я партия). Большая часть показателей масла была затем повторно исследована на рафинированном дезодорированном рапсовом масле, соответствующем ГОСТ



31759-2012 (2-я партия). Масло 2-й партии имело следующие показатели, представленные производителем в Удостоверении качества:

- кислотное число – 0,11 мл КОН/г;
- перекисное число – 0,93 ммоль/кг;
- массовая доля влаги и летучих веществ – 0,02%;
- массовая доля эруковой кислоты в масле, %, к сумме жирных кислот – не более 2%.

Из всех кислот, входящих в состав рапсового масла, эруковая считается опасной для употребления в пищу в определённых концентрациях. Поэтому «пищевые» марки масел проходят специальную подготовку и контроль по данному показателю.

Таблица 2.3 – Физико-химические показатели рапсового масла

Наименование показателя	Значение показателя рапсового масла марок			
	рафинированного			Нерафиниро- ванного
	Дезодорированного		Недезодо- рирован- ного	
	высшег о сорта	первого сорта		
Кислотное число, мг КОН/г, не более	0,30	0,40	0,40	6,0
Массовая доля нежировых примесей, %, не более	Отсутствие			0,20
Массовая доля фосфора, мг/кг, не более	20			800
- в пересчете на стеароолеолецитин, %, не более	0,05			2,0
Мыло (качественная проба)	Отсутствие			Не нормируется
Массовая доля влаги и летучих веществ, %, не более	0,10			0,30
Массовая доля эруковой кислоты, % к сумме жирных кислот, не более	2			5
Температура вспышки экстракционного масла, °С, не ниже	Не нормируется			225

Продолжение таблицы 2.3		
Перекисное число, ммоль активного кислорода/кг, не более	4,0	10,0
Анизидиновое число, не более	3,0	Не нормируется

## 2.2 Показатели, слабо зависящие от природы диэлектрика

### Цвет и мутность

*Цвет* определялся по [87], на компараторе для определения цвета (рисунок 2.1,а). Цвет масла составил 0,5 единиц (1-я и 2-я партии).

*Мутность* масла была определена через значение оптической плотности масла при длине волны пропускаемого света 490 нм на приборе КФК-3 (рисунок 2.1,б) по методике, описанной в [88]. Этот показатель говорит о накоплении в масле коллоидных частиц и определяется для герметичных вводов. Мутность рапсового масла составила  $9,95 \text{ м}^{-1}$  (1-я партия) и  $8,37 \text{ м}^{-1}$  (2-я партия). Это хороший показатель качества, если учесть, что граничное допустимое значение для трансформаторного масла, при котором коллоидные частицы достигают опасной для эксплуатации величины 100 А, составляет  $40 \text{ м}^{-1}$ .



а



б

Рисунок 2.1 – Внешний вид компаратора цветности AF650 (а) и фотоэлектрического фотометра КФК-3 (б)

## Плотность

Плотность масла измерялась с помощью ареометра (рисунок 2.2,а) с диапазоном значений от 880 до 940 кг/м<sup>3</sup>.



а



б

Рисунок 2.2 – Определение плотности масла ареометром (а) и специальной насадкой при помощи тензиометра (б)

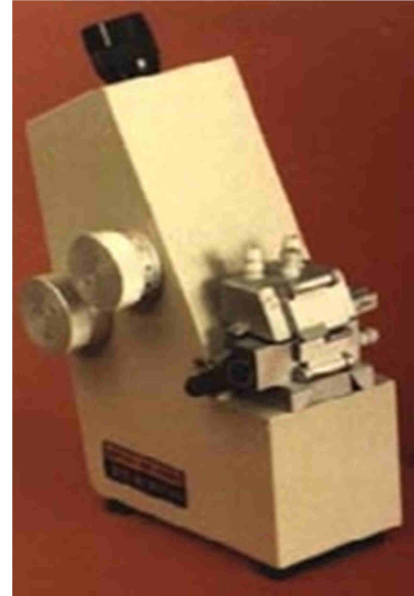
При  $T = + 20^{\circ}\text{C}$  она составила 918 кг/м<sup>3</sup>, при  $T = + 24^{\circ}\text{C}$  – 916 кг/м<sup>3</sup>. В ходе определения поверхностного натяжения масла тензиометром (рисунок 2.2,б) плотность рапсового масла была определена повторно и при  $T = + 20^{\circ}\text{C}$  её величина оказалась той же:  $\rho = 918 \text{ кг/м}^3$ . Как и у большинства жидкостей при повышении температуры плотность масла снижается.

## Диэлектрическая проницаемость

Относительная диэлектрическая проницаемость характеризует свойства диэлектрической среды к поляризации под действием электрического поля. В статическом электрическом поле для большинства твёрдых и жидких диэлектриков значение  $\epsilon$  лежит в интервале от 2 до 8. Значение  $\epsilon$  велико для веществ с молекулами, обладающими большим электрическим дипольным моментом. Для трансформаторных масел  $\epsilon = 2,2\text{--}2,4$  [89]. Исследование диэлектрических свойств рапсового масла проводилось на тестере трансформаторного масла BAUR DTL (рисунок 2.3,а).



а



б

Рисунок 2.3 – Внешний вид тестера трансформаторного масла (а) и рефрактометра ИРФ-454Б2М (б)

Измерения проводилось при  $90^{\circ}\text{C}$  в соответствии с [90]. Диэлектрическая проницаемость для товарного рапсового масла составила  $\varepsilon = 2,83$  (1-я партия) и  $\varepsilon = 2,84$  (2-я партия).

### Показатель преломления

По Максвеллу диэлектрическая константа неполярных жидкостей почти не отличается от квадрата показателя преломления:

$$\varepsilon = n_D^2. \quad (2.1)$$

Наличие разницы между этими величинами говорит о появлении полярных молекул, коллоидных частиц и шлама. Для контроля процесса образования шлама на практике пользуются коэффициентом Вермана,  $K_v$ .

$$K_v = \varepsilon - n_D^2. \quad (2.2)$$

Если  $K_v < 0,05$ , то содержание полярных окисленных углеводородов не угрожает выпадением кислого шлама на бумажные обмотки твердой изоляции

[91]. Напротив, при  $K_v \geq 0,05$ , в масле происходит процесс образования коллоидных структур.

Для расчёта коэффициента Вермана и для сравнительного анализа с традиционным минеральным маслом был определён показатель преломления рапсового масла на рефрактометре (рисунок 2.3,б).

Показатель преломления рапсового масла при  $22,4\text{ }^{\circ}\text{C}$  составил  $n_D = 1,4743$ , а рассчитанное значение коэффициента Вермана составило  $K_v = 0,67$ , что на порядок больше указанного выше граничного значения  $0,05$  для трансформаторного масла.

### **Вязкость**

Кинематическая вязкость рапсового масла была определена при разных температурах ( $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). При определении вязкости использовался крио-термостат «КРИО-ВИС-Т-06-01» (рисунок 2.4); вискозиметр капиллярный стеклянный ВПЖ-2 (внутренний диаметр капилляра  $0,73\text{ мм}$ ) и секундомер СОП пр-2а-2-010 «Агат» 4282Н.



Рисунок 2.4 – Крио-термостат «КРИО-ВИС-Т-06-01» с установленным вискозиметром

Кинематическая вязкость жидкости определялась по формуле:

$$V = T \cdot K \cdot \frac{g}{9,807}, \quad (2.3)$$

где  $K$  – постоянная вискозиметра = 0,03127 мм<sup>2</sup>/с<sup>2</sup>;  $T$  – время истечения жидкости, с;  $V$  – кинематическая вязкость жидкости, мм<sup>2</sup>/с;  $g$  – ускорение свободного падения в месте измерений, м/с<sup>2</sup>.

Приняв отношение  $g / 9,807$  за 1, получили значения вязкости, приведённые в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Результаты измерения вязкости рапсового масла при разных температурах

Температура, °С	20	30	40
Время истечения, с	2271	1513	1059
Кинематическая вязкость, мм <sup>2</sup> /с	71,01	48,42	33,11

Из полученных результатов видно, что вязкость рапсового масла уменьшается примерно в 1,5 раза при повышении температуры масла на 10 °С.

### **2.3 Электротехнические показатели рапсового масла. Свойства масла, зависящие от присутствия посторонних примесей**

#### **Пробивное напряжение**

Пробивное напряжение является важнейшим показателем качества масла, который характеризует способность жидкого диэлектрика выдерживать электростатическое напряжение без пробоя, то есть определяет безаварийную работу всей системы изоляции оборудования. Определение значений пробивного напряжения по [92] зависит от температуры испытуемого масла. Сухое и чистое масло обладает высоким пробивным напряжением. Наличие в масле очень

небольшого количества влаги и различных примесей резко снижает его электрическую прочность.

Определение величины электрической прочности масла производилось при помощи аппарата АИМ-90. В соответствии со стандартной методикой были измерены шесть значений напряжения пробоя. Результаты измерений пробивного напряжения товарного рапсового масла приведены в таблице 2.5.

Таблица 2.5 – Пробивное напряжение рапсового масла ( $U_{пр.}$ ), кВ

№ партии	№ пробоя							Коэффициент вариации $k_V$ , %
	1	2	3	4	5	6	$U_{ср}$	
1-я	60	57	66	63	56	60	<b>60,3</b>	<b>2,5</b>
2-я	68	71	75	71	62	77	<b>70,6</b>	<b>3,1</b>

Полученное среднее значение пробивного напряжения рапсового масла достаточно велико в сравнении с нефтяными трансформаторными маслами и удовлетворяет требованиям [6] для масел, подготовленных к заливке в электрооборудование любых классов напряжения. Рассчитанный коэффициент вариации показывает, что разброс значений пробивного напряжения относительно среднего весьма невелик, следовательно, масло обладает стабильными электрическими характеристиками. Небольшие значения  $k_V$  говорят также о достоверности проведённого измерения.

### Тангенс угла диэлектрических потерь

Диэлектрические потери в изоляционной жидкости обусловлены поляризацией молекул и проводимостью диэлектрика [3]. Диэлектрические потери для свежего масла характеризуют его качество и степень очистки, а в эксплуатации – степень загрязнения и старения масла. Повышенные диэлектрические потери масла приводят к снижению изоляционных

характеристик трансформатора в целом. Тангенс угла диэлектрических потерь ( $tg \delta$ ) является показателем качества масла, чувствительным к присутствию в масле различных загрязнений (коллоидных мелкодисперсных частиц, растворимых металлоорганических соединений, различных продуктов старения масла и твердой изоляции). При частоте 50 Гц величина  $tg \delta$  практически определяется только проводимостью, т.е. на изменение  $tg \delta$  влияют только те виды загрязнения, которые повышают его электропроводность. Определение  $tg \delta$  позволяет выявить незначительные изменения свойств масла даже при очень малой степени загрязнения, которые не определяются химическими методами контроля. Как правило, измерения проводятся при температуре 90 °С, а при необходимости при нескольких значениях температуры (например, при 20, 50 и 70 °С). Определение тангенса угла диэлектрических потерь масла со снятием прямой и обратной температурной зависимости производилось согласно [92] на автоматизированной установке АСТ-2М (рисунок 2.5).

Принцип действия установки АСТ-2М основан на синхронном измерении активной и ёмкостной составляющей комплексного сопротивления трансформаторного масла, залитого в испытательную ячейку. Программой, управляющей работой установки АСТ-2М, предусмотрено измерение значений  $tg \delta$  каждый градус при нагреве образца масла и при остывании.



Рисунок 2.5 – Автоматический комплекс АСТ-2М для измерения  $tg \delta$  масел

Значения тангенса угла диэлектрических потерь рапсового масла, приведённые на рисунке 2.6 и в таблице 2.6, велики в сравнении с данными для трансформаторных масел.



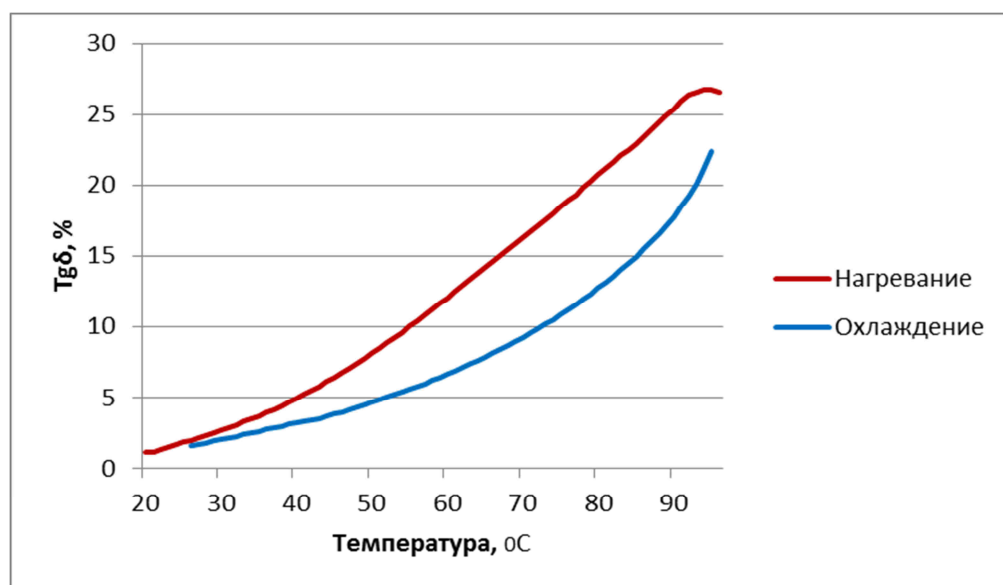


Рисунок 2.6. – Температурная зависимость  $\text{tg}\delta$  рапсового масла

Высокое значение тангенса можно объяснить наличием в масле большого числа полярных продуктов, а также влаги. При охлаждении масла значения тангенса несколько снижаются из-за частичного испарения влаги из масла и снижения вязкости масла. Определённая неустойчивость тангенса угла диэлектрических потерь может быть связана с высоким содержанием воды, что означает высокую степень растворимости воды в рапсовом масле.

Проведенная вакуумная сушка масла привела к уменьшению влажности, примерно на 25 %, что, в свою очередь, привело к значительному уменьшению тангенса диэлектрических потерь, до приемлемых значений - **5%**.

Таблица 2.6 – Результаты измерения диэлектрических потерь рапсового масла,  $\text{tg } \delta$ , %

Партия масла	Цикл	Температура, T °C			
		26	50	70	90
1	Нагрев	-	6,1	10,8	18,9
	Охлаждение	-	3	7,4	14,1
2	Нагрев	1,98	8,11	16,31	25,41
	Охлаждение	1,62	4,66	9,24	17,79

### Удельное объёмное сопротивление

Удельное объёмное сопротивление,  $\rho$ , является величиной, обратной проводимости вещества. Измерения проводились на тестере трансформаторного масла BAUR DTL (рисунок 2.3,а) по методике МЭК 247 [90]. При  $T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$  удельное объёмное сопротивление составило  $1,74 \times 10^9\text{ Ом}\cdot\text{м}$  (для 1-ой партии масла),  $\rho = 2,24 \times 10^9\text{ Ом}\cdot\text{м}$  (для 2-ой партии масла).

### Количественное содержание воды в масле (влагосодержание)

Одним из основных источников ухудшения изоляционных свойств является содержащаяся в масле вода. Анализ на влагосодержание позволяет более точно оценить и прогнозировать диэлектрические свойства масла.

Вода, присутствующая в масле, может находиться в *связанной, растворённой и эмульсионной* формах, которые находятся между собой в состоянии динамического равновесия.

Содержание связанной воды определяется фракционным составом масла и примесей, которые присутствуют в масле при его изготовлении, или образуются в результате старения масла. При этом образуются ассоциаты воды растворённой формы, например, с альдегидами, кетонами, спиртами и другими продуктами окисления или примесями.

Растворённая вода представляет собой истинный раствор, т.е. молекулы воды располагаются между молекулами углеводородов масла, не взаимодействуя с ними. Растворимость воды в трансформаторном масле невелика (не более 50 г/т при комнатной температуре) и в обычных условиях эксплуатации в трансформаторе влагосодержание составляет не более 30 г/т. Главными факторами, от которых зависит растворимость воды в масле, являются температура масла, исходный химический состав масла и степень старения масла. Чем выше температура масла, тем больше воды растворяется в нем.

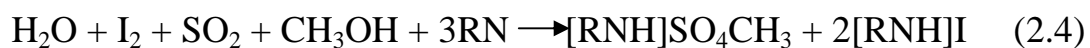
При снижении температуры масла растворимость воды снижается, и освободившиеся молекулы воды сливаются в мельчайшие (от единиц до десятков микрон) капли, образуя эмульсию. Появление эмульгированной воды приводит к

резкому ухудшению диэлектрических свойств масла и, в первую очередь, к снижению электрической прочности конструкции в целом. По мере увеличения количества водной эмульсии мелкие капли воды сливаются в более крупные, которые под действием силы тяжести опускаются на дно аппарата, так как удельный вес воды больше, чем удельный вес масла. На поверхности раздела жидких и твёрдых элементов конструкции при этом образуется так называемая *слоевая* вода. Свободная вода, осевшая на дне бака трансформатора, не влияет на снижение электрической прочности масла, но при определенных условиях может перейти в растворимое и эмульгированное состояние, либо проникнуть в находящиеся вблизи изоляционные материалы, что недопустимо в эксплуатации [93].

Измерение влагосодержания масла осуществлялось на влагомере ВТМ-2 и титраторе Фишера фирмы Metler Tolloedo (рисунок 2.7) согласно [94].

ВТМ-2 предназначен для измерения массовой доли влаги в трансформаторном масле и представляет собой лабораторный цифровой показывающий прибор циклического действия. Работа влагомера основана на извлечении влаги из точно дозированной пробы масла сухим газом-носителем в десорбционной колонке и последующем электролизе ее в кулонометрической ячейке. Газ-носитель с извлеченной влагой непрерывно подается в кулонометрическую ячейку, где влага поглощается гигроскопической пленкой  $P_2O_5$  и подвергается электролизу. Количество электричества, затраченное на электролиз, является мерой концентрации влаги в масле. Влагомер состоит из двух блоков: блока измерений и генератора сухого воздуха.

Принцип работы титратора основан на кулонометрическом титровании по методу Фишера. В основе анализа содержания воды лежит реакция взаимодействия воды с йодом и двуокисью серы в присутствии спирта (метанола) и основания



Генерация йода происходит электрохимически, в процессе анодного окисления на генерирующем электроде



До тех пор, пока в анолите присутствует вода, генерированный йод будет вступать в реакцию по (2.4), причём  $\text{I}_2$  и  $\text{H}_2\text{O}$  реагируют друг с другом в соотношении 1:1. Согласно закону Фарадея образующееся количество йода пропорционально количеству электричества ( $10,72 \text{ мКл} = 1 \text{ мкг } \text{H}_2\text{O}$ ). Поэтому расход тока является мерой содержания воды.

После того, как вся вода прореагирует, в анодной области образуется небольшой избыток йода, который регистрируется поляризованным измерительным электродом, отключающим при этом ток, подаваемый на электроды электролизёра.



а



б

Рисунок 2.7 – Приборы для определения влагосодержания масла BTM-2 (а) и титратор «DL32» (б)

Результаты определения влагосодержания рапсового масла приведены в таблице 2.7.

Таблица 2.7 – Влагосодержание рапсового масла, г/т

№ партии	Влагомер BTM-2	Титратор DL32
Партия 1	<b>178,2</b>	<b>235,0</b>
Партия 2	<b>51,0</b>	<b>54,1</b>

### Температура вспышки в закрытом тигле

Температура вспышки в закрытом тигле – температура, при которой пары масла, нагреваемого в закрытом сосуде, образуют с воздухом смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени. Температура вспышки характеризует наличие в масле летучих веществ и зависит от упругости насыщенных паров масла. Нижний предел температуры вспышки регламентируется в основном не противопожарными соображениями, а возможностью получения масел с достаточно низкой упругостью паров, позволяющей эффективно дегазировать и осушать их [3].

Измерение температуры вспышки в закрытом тигле осуществлялось с помощью автоматического регистратора «Вспышка-А» (рисунок 2.8) согласно [95]. В данном аппарате масло заливается в закрытый тигель и нагревается автоматически со скоростью  $(5-6) ^\circ\text{C}$  в минуту. Диапазон измерения температуры вспышки в закрытом тигле от  $30$  до  $260 ^\circ\text{C}$ . Сходимость метода измерения температуры вспышки в закрытом тигле при температуре свыше  $104 ^\circ\text{C}$  составляет  $\pm 5 ^\circ\text{C}$ , воспроизводимость  $\pm 8 ^\circ\text{C}$ . Принцип действия регистратора заключается в нагреве масла в открытом или закрытом тиглях с установленной скоростью до вспышки паров нефтепродукта над его поверхностью и фиксацией температуры вспышки.



Рисунок 2.8 – Регистратор АТВ «Вспышка-А» для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом и открытом тигле

Регистратор состоит из металлического корпуса, внутри которого находится блок нагревателя и поджига, выпрямительный блок, понижающий трансформатор, и блоков электроники и термостатирования.

Блок нагрева и поджига в свою очередь состоит из разрядника высоковольтной искры, измерительной термопары, термопары фиксации момента вспышки, нагревателя, двигателя, посредством которого осуществляется ввод и вывод тигля с пробой нефтепродукта в рабочую камеру, вкладышей для организации режима «открытый» и «закрытый» тигель.

Сущность метода заключается в определении самой низкой температуры горючего вещества, при которой в условиях испытания над его поверхностью образуется смесь паров и газов с воздухом, способная вспыхивать в воздухе от источника зажигания, но скорость их образования еще недостаточна для последующего горения.

Для данного регистратора предусмотрен режим ориентировочного ускоренного определения температуры вспышки. Этот режим был выбран для первоначального определения данного показателя для рапсового масла, т.к. мы не имели достаточно точных данных о его значении. Затем были проведены повторные измерения с установлением предварительной температуры (249 °C). Результаты оказались приемлемыми:  $T_{всп} = 251$  °C и  $T_{всп} = 256$  °C для первой и второй партии масел. Отметим, что они сопоставимы с данными по температуре вспышки натуральных эфиров и жидкостей, на основе этих эфиров, приведёнными в главе 1, а также удовлетворяют требованиям по данному параметру, указанному в ГОСТе на рапсовое масло.

### **Содержание механических примесей**

При определении содержания примесей в масле определяются количество частиц и распределение их по размерным диапазонам. Эти сведения позволяют более точно оценить степень опасности загрязнения масла. Определение класса чистоты жидкостей, а также количества частиц загрязнения и их размеров производилось на анализаторе загрязнения жидкостей АЗЖ-975 (рисунок 2.9).



Рисунок 2.9 – Измеритель частиц загрязнения АЗЖ-975 в комплекте с вакуумным насосом и ресивером

Анализатор АЗЖ-975 состоит из двух блоков:

- первичного преобразователя с конусной воронкой для залива пробы и приемным стаканом для проконтролированной жидкости;
- блока электроники, предназначенного для электропитания ПП, обработки аналогового сигнала и отображения информации о концентрации и дисперсном составе механических примесей.

Анализатор работает по принципу изменения световых потоков, рассеянных частицами загрязнений. Анализируемая жидкость прокачивается по измерительному каналу малого диаметра, с одной стороны которого установлен излучатель с оптической системой, а с другой – фотоприемник с оптической системой (рисунок 2.10).

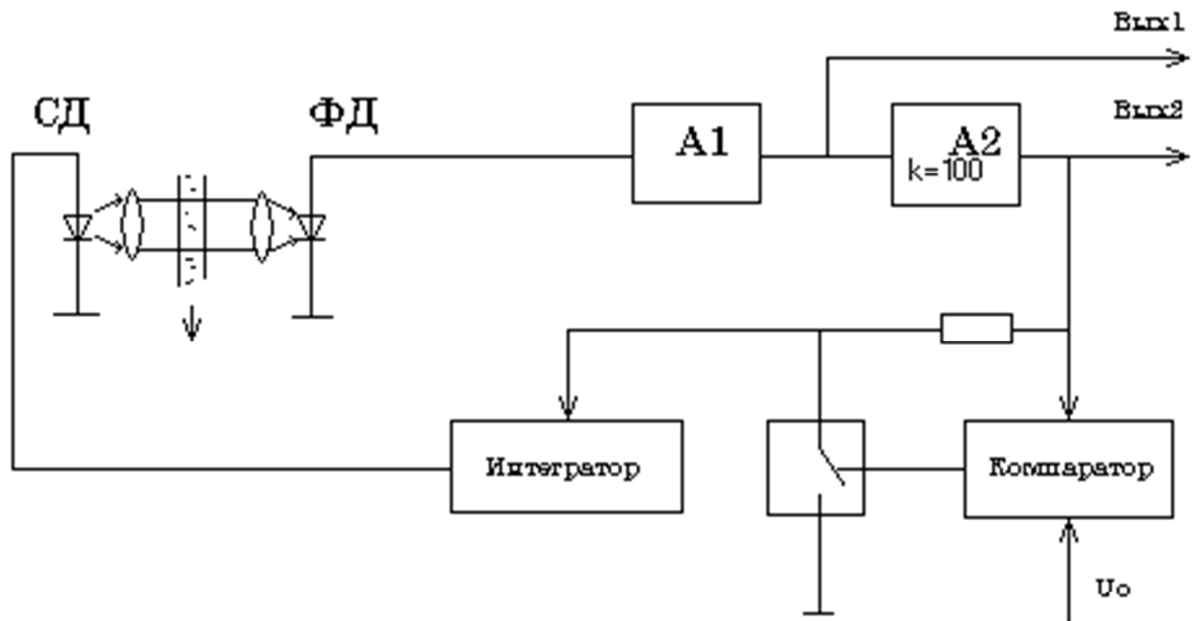


Рисунок 2.10 – Функциональная схема первичного преобразователя АЗЖ-975

Поскольку направление потока жидкости перпендикулярно оси измерительной системы «излучатель-фотоприемник», то в месте их пересечения образуется дополнительный объем. При наличии оптической неоднородности в измерительном объеме происходит рассеяние света во всех направлениях. Измеряя с помощью фотоприемника интенсивность рассеянного света, можно получить информацию о параметрах частиц загрязнений. Определение размера частиц производится по амплитуде электрического импульса, снимаемого с выхода фотоприемника. Каждому размеру частицы соответствует своя амплитуда сигнала. Таким образом, селектируя импульсы по амплитуде, можно подсчитать число частиц определенного размера.

Класс чистоты масла определялся согласно [96]. Измеренное количество частиц, содержащееся в пробе, и класс чистоты масла приведен в таблице 2.8.

Следует отметить также, что определение природы частиц загрязнения является более важной информацией для диагностирования оборудования, чем только количественные характеристики. Например, наличие металлических частиц представляет большую опасность, чем наличие волокон целлюлозы, наличие мелких частиц (менее 5 мкм) менее опасно, чем более крупных, и т.п. Кроме того, определение природы частиц указывает направление поиска



источника загрязнения и характер дальнейших действий. Природу частиц выявляют с помощью микроскопа, рассматривая их внешний вид на фильтровальной бумаге.

Таблица 2.8 – Класс промышленной чистоты рапсового масла

Размер частиц, мкм	2-5	5-10	10-25	25-50	50-100	>100
Проба 1 (1-я партия)	34319	4105	427	42	36	6
	Класс промышленной чистоты: <b>11</b>					
Проба 2 (1-я партия)	34915	4045	478	30	25	5
	Класс промышленной чистоты: <b>11</b>					
Проба 1 (2-я партия)	-	232098	43131	326	84	11
	Класс промышленной чистоты: <b>13</b>					
Проба 2 (2-я партия)	-	227515	42092	191	16	1
	Класс промышленной чистоты: <b>13</b>					

### Кислотное число

Кислотное число масла – это количество миллиграммов едкого калия (КОН), необходимое для нейтрализации всех свободных кислот, содержащихся в одном грамме масла. Этот показатель свидетельствует о содержании в масле любых кислых веществ. Увеличение значения кислотного числа свидетельствует об окислении масла, которое может вызвать коррозию конструктивных элементов, образование мыл с ионами металлов, и развитие коллоидно-дисперсных процессов, ведущих к снижению электрической прочности масла. Кислоты из-за своей полярности могут также способствовать увеличению поглощения воды бумажной изоляцией.

Кислотное число рапсового масла определялось по ГОСТ 5985-79 [97]. Сущность метода заключается в титровании кислых соединений испытуемого продукта спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии цветного

индикатора и определении для масел и смазок кислотного числа, выраженного в мг КОН/г масла. Расчет кислотного числа производился по выражению

$$КЧ = \frac{T_{\text{КОН}} \cdot V_{\text{КОН}}}{m}, \quad (2.6)$$

где  $V_{\text{КОН}}$  – объем гидроксида калия, необходимого для нейтрализации кислот в масле;  $T_{\text{КОН}}$  – титр 0,05-н спиртового раствора гидроксида калия;  $m$  – навеска пробы масла. Результаты опыта приведены в таблице 2.9.

Таблица 2.9 – Кислотное число рапсового масла

№ партии исследуемого масла	№ пробы	$V_{\text{КОН}}$ , мл	КЧ, мгКОН/г
Партия 1	1	0,32	<b>0,041</b>
	2	0,31	<b>0,040</b>
Партия 2	1	0,74	<b>0,080</b>
	2	0,74	<b>0,080</b>

### Содержание водорастворимых кислот

Содержание водорастворимых кислот (ВРК) или реакция водной вытяжки – это количество миллиграммов едкого калия, необходимое для нейтрализации водорастворимых кислот, содержащихся в одном грамме масла. Анализ проводится для определения в масле низкомолекулярных кислот, которые являются наиболее агрессивными и вызывают коррозию металлов и старение бумажной изоляции. Их наличие свидетельствует о достаточно глубоком разложении масла. Низкомолекулярные кислоты растворяются в воде. Сущность метода заключается в извлечении водорастворимых кислот и щелочей из нефтепродуктов (в нашем случае из рапсового масла) дистиллированной водой с последующим титрованием водной вытяжки из масла [98]. Расчёт содержания ВРК производился по формуле:

$$\frac{T(\text{КОН}) \times (V_1 - V_2)}{20} \times 1,15 = \text{ВРК}, \quad (2.7)$$

где Т (КОН) – титр 0,025-н спиртового раствора гидроокиси калия, мг/см<sup>3</sup>;

V1 – объём 0,025н раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование 20 г экстракта, см<sup>3</sup>;  $V2 = V_{100} \times 20 / 100$  - объём 0,025н раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование 20 г дистиллированной воды (холостой пробы), см<sup>3</sup>; 20 – навеска масла, пропорциональная массе экстракта, взятого на титрование, при соотношении масла и экстрагента 1:1, г; 1,15 – поправочный коэффициент для приведения результатов анализа однократной экстракции при комнатной температуре к исчерпывающей.

Содержание ВРК рапсового масла оказалось ниже уровня погрешности методики определения ( $< 0,005$  мг КОН/г масла), а именно **0,002 мг КОН/г масла**.

### **Поверхностное натяжение на границе вода-масло**

Поверхностное натяжение на границе раздела фаз трансформаторных масел с водой является интегральным показателем качества свежих, подготовленных к заливке в электрооборудование и эксплуатационных трансформаторных масел. Значение показателя поверхностного натяжения уменьшается с ростом концентраций в масле растворенной воды, кислых и окисленных (омыленные вещества с карбонильными группами, сложные эфиры и т.д.) полярных продуктов старения бумажной изоляции и масла, коллоидных соединений металлов конструкционных материалов и других загрязнителей, включая возможное образование растворимого шлама и осадка. Поверхностное (межфазное) натяжение - стремление вещества (жидкости или твердой фазы) уменьшить избыток своей потенциальной энергии на границе раздела с другой фазой (поверхностную энергию), определяется как работа, затрачиваемая на создание единицы площади поверхности раздела фаз, дж/м<sup>2</sup> (н/м) [99]. Поверхностное натяжение рапсового масла измерялось методом отрыва платинового кольца с применением автоматического тензиометра марки Sigma702ET (рисунок 2.11).

Поверхностное натяжение на границе вода-рапсовое масло составило в среднем **24,9 мН/м**.

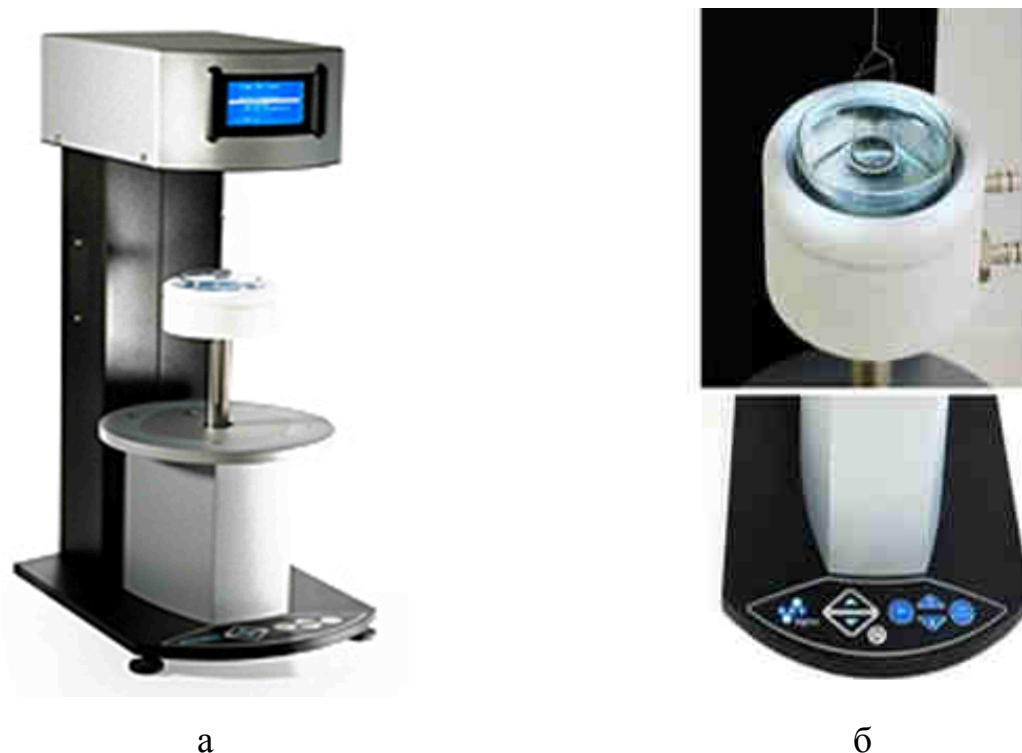


Рисунок 2.11 – Внешний вид прибора Sigma702ET (а) и платиновое кольцо в ёмкости с жидкостью (б)

### **Температура застывания**

Температура застывания – это температура, при которой масло загустевает настолько, что при наклоне пробирки с охлажденным маслом под углом  $45^\circ$  его уровень останется неизменным в течение 1 мин. Свежее трансформаторное масло не должно застывать при температуре  $-45^\circ\text{C}$ ; в южных районах страны разрешается применять масло с температурой застывания  $-35^\circ\text{C}$ . Для эксплуатационных масел допускается ряд отступлений от нормированной температуры застывания в зависимости от того, находится ли масло в трансформаторе или выключателе, работает в закрытом помещении или же на открытом воздухе. Для специальных арктических сортов трансформаторного масла температура застывания уменьшается до  $-60^\circ\text{C}$ , однако при этом понижается и температура вспышки до  $(90-100)^\circ\text{C}$ .

Сущность методов определения температуры застывания заключается в предварительном нагреве образца испытуемого жидкости с последующим охлаждением её с заданной скоростью до температуры, при которой образец

остаётся неподвижным. Указанную температуру принимают за температуру застывания. По данным из разных источников температура застывания рапсового масла составляет **от 0 °С до – 10 °С** [100] и даже **до – 23 °С** [101].

### Содержание серы

Содержание серы измеряется, как правило, лишь в процессе отработки технологии производства трансформаторного масла. Сера имеет свойство вступать в реакцию с медью, образуя нафтенаты серы. Нафтенаты серы представляют собой коллоидные шарики размером около микрона, которые осаждаются на внутренних стенках фарфора (особенно это опасно для маслонаполненных вводов), могут привести к разрядам по внутренней поверхности и взрыву ввода [102].

Согласно стандарту [84] устанавливались уровни содержания серы в рапсовом масле, приведённые в таблице 2.10.

Таблица 2.10 – Рекомендуемые содержания серы в рапсовом масле

Вид масла и его назначение	Рекомендуемый уровень, млн <sup>-1</sup> (мг/кг), не более
Для переработки на пищевые продукты:	
нерафинированное марки Р	30
рафинированное недезодорированное	
марки СК:	
для гидрирования	6
для дезодорации	15
Для технических целей:	
нерафинированное марки Т	50
рафинированное недезодорированное	
марки СК для гидрирования	6

## **2.4. Сравнительная характеристика полученных данных по рапсовому маслу с установленными требованиями для трансформаторных масел и неиспользованных натуральных эфиров, предназначенных для трансформаторов и подобного им электрооборудования**

Для оценки приемлемости значений показателей рапсового масла в качестве жидкого диэлектрика при использовании в высоковольтном электрооборудовании был проведён сравнительный анализ полученных данных и установленных норм для этих показателей отечественного трансформаторного масла.

Свежие трансформаторные масла, а также подготовленные к заливке, после заливки в электрооборудование и эксплуатационные должны удовлетворять требованиям РД 34.45-51.300-97 «Объем и нормы испытаний электрооборудования»[6]. Требования для неиспользованных природных сложных эфиров, предназначенных к использованию в трансформаторах и подобном электрооборудовании описаны в ИЕС 62770 [103]. Сравнительная характеристика показателей качества свежих электроизоляционных жидкостей и полученных результатов испытаний рапсового масла приведена в таблице 2.11.

Таблица 2.11 - Требования к качеству электроизоляционных жидкостей и результаты исследования свойств рапсового масла

Показатель качества масла и номер стандарта на метод испытания	Предельно допустимое значение показателя качества				Фактическое значение
	Трансформаторное масло			Свежий натуральный эфир	Товарное рапсовое масло
	Свежее	Подготовленное к заливке	Эксплуатационное		
Пробивное напряжение по ГОСТ 6581-75, кВ, не менее	-	55	45	35	60 / 70
Кислотное число по ГОСТ 5985-79, мгКОН/г, не более	0,01 – 0,02	0,02	0,25	0,06	0,04 / 0,08
Температура вспышки в закрытом тигле по ГОСТ 6356-75, ISO 2719, °С, не ниже	95 – 135	135	125	250	256
Влагосодержание по ГОСТ 7822-75, ИЕС60814, г/т, не более	-	25	25-30	200	178 / 51
Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С по ГОСТ 6581-75, ИЕС 60247, %, не более	0,5-2,2	2,0	10	5,0	18,9 / 25,4
Содержание водорастворимых кислот и щелочей по ГОСТ 6307-75 (качественно)	отсутствие	отсутствие	отсутствие	отсутствие	отсутствие
Содержание водорастворимых кислот по [98] мг КОН/г, не более	-	-	0,014	-	0,002
Класс чистоты по ГОСТ 17216-71, по ГОСТ 6307-75 - содержание механических примесей	отсутствие	12 отсутствие	13	-	11/13 отсутствие
Температура застывания по ГОСТ 20287-91, ISO 3016, °С, не выше	От -45 до -60	-60 (для арктич. масел)	-	Max. -10 <sup>0</sup> С	от 0 до -23 (из литер. источников)

Продолжение таблицы 2.11					
Вязкость кинематическая, мм <sup>2</sup> /с, ГОСТ 33-82, ISO 3104 не более при температуре: 40 °С -30 °С	3,5; 11 1200-1600	--	-	Max. 50 -	33 -
Плотность при 20 °С, по ГОСТ 3900-85, ISO 3675 или ISO 12185 кг/м <sup>3</sup> , не более	885–900	-	-	Max. 1000	918
Цвет на колориметре ЦНТ, единицы ЦНТ, не более	1 – 1,5	-	-	-	0,5
Содержание общей серы, по ГОСТ 19121-73, %, не более; коррозионная сера, DBDS (дибензилдисульфид), ИЕС 62535, ИЕС 62697-1	0,3 – 0,6 - -	-	-	- коррозионная, ниже предела обнаружения	0,0006 – 0,0050 [84]) -
Мутность, МУ, Приказ РАО ЕЭС России № 497 от 07.08.2007г., м <sup>-1</sup>	-	-	40	-	9,95 / 8,37
Диэлектрическая проницаемость, ИЕС 60247	2,2 – 2,4 [90]	-	2,1 (из протокола)	-	2,8
Удельное объёмное сопротивление, ИЕС 60247, Ом×м	-	-	1,66×10 <sup>12</sup> (из протокола)	-	1,74×10 <sup>9</sup> / 2,24×10 <sup>9</sup>
Показатель преломления, ГОСТ 18995.2-73	-	-	1,4685 (из протокола)	-	1,4743
Поверхностное натяжение, мН/м, СТО 56947007-29.180.010.070-201, не менее	40	-	22	-	24,9



## 2.5 Выводы по главе

1. Проведены исследования основных показателей товарного рапсового масла, необходимые для эксплуатации в энергетическом оборудовании.

Применялись методики испытаний для трансформаторных масел.

2. Результаты сравнивались с граничными показателями для свежих и эксплуатационных трансформаторных масел отечественного производства, а также зарубежных жидких диэлектриков на растительной основе.

3. Исследуемое рапсовое масло без специальной подготовки обладает высокими значениями пробивного напряжения, температуры вспышки в закрытом тигле, хорошими оптическими показателями (цвет, мутность, показатель преломления). В масле практически отсутствуют водорастворимые кислоты и щёлочи, содержание общей серы незначительно. По данным показателям исследуемое масло удовлетворяет нормам на свежее и подготовленное к заливке в оборудование трансформаторное масло.

4. В связи с достаточно большой вязкостью и, как следствие, высокой температурой застывания, из-за имеющихся полярных веществ, в том числе воды, объект исследования не соответствует нормам на свежее, подготовленное к заливке в оборудование и, отчасти (по тангенсу  $\delta$ ) – на эксплуатационное трансформаторное масло.

5. В сравнении с зарубежными нормами для жидких диэлектриков на основе сложных натуральных эфиров рапсовое масло удовлетворяет практически всем показателям, за исключением диэлектрических потерь,  $tg \delta$ .

6. Вполне приемлемые для эксплуатируемого высоковольтного маслonaполненного оборудования результаты пробивного напряжения совсем не коррелируют с большими значениями влагосодержания. Этот факт объясняется свойством природных сложных эфиров растворять в себе большое количество влаги (до 1000 ppm по литературным источникам), которая не оказывает влияния на электрическую прочность диэлектрика. Электрическая прочность снижается с ростом эмульсионной воды [104]. Кроме этого известно, что с увеличением вязкости диэлектрика прочность его увеличивается [89]. Поэтому достаточно

большое значение электрической прочности увлажненного рапсового масла по сравнению с электрической прочностью минерального масла представляется правдоподобным, т.к. вязкость рапсового масла примерно в 3 раза превосходит вязкость минерального масла.

7. При испытании рапсового масла на влагосодержание были использованы два прибора, один из которых (ВТМ-2) определял только растворённую влагу в масле, второй – растворённую и связанную (титратор «DL32»). Разница в измерениях одного масла на разных приборах позволяет определить количество связанной воды.

8. Полученные значения кислотного числа рапсового масла незначительно превышают нормируемые для свежих нефтяных трансформаторных масел значения, следовательно, рапсовое масло не содержит в себе большого количества свободных органических кислот.

9. Учитывая более высокую вязкость рапсового масла при определении класса промышленной чистоты жидкости, рекомендуется «отстаивать» пробу некоторое время для выхода пузырьков из толщи жидкости, которые могут ошибочно считываться прибором как частицы загрязнения. С другой стороны, в [105] для трансформаторного масла было экспериментально исследовано и показано, что количество микропузырьков в нём зависит от наличия механических загрязнений, что, скорее всего, имеет место быть и в рапсовом масле.

10. Проведённые первые эксперименты с рапсовым маслом показали, что характеристики масла могут быть доведены до технически применимых в трансформаторах. Обращает внимание отсутствие исследований газосодержания и особенностей газообразования в данном масле, измерения окислительной стабильности и поиска антиокислительной присадки, препятствующей быстрому окислению диэлектрика в условиях работы высоковольтного оборудования, чему будут посвящены последующие главы настоящей работы.

## Глава 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ДИАГНОСТИЧЕСКИХ ГАЗОВ В ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ЖИДКОСТЯХ

Глава посвящена изучению одного из важнейших для эксплуатации маслонаполненного высоковольтного оборудования свойств диэлектрической жидкости – растворимости газов. Экспериментальная часть выполнена автором на базе испытательной лаборатории Филиала АО «Электросетьсервис ЕНЭС» - СПб «Электросетьремонт» (г. Новосибирск).

### 3.1 Газостойкость электроизоляционных жидкостей

Для современных трансформаторов характерна высокая рабочая напряженность электрического поля. В ряде конструкций трансформаторов высокого напряжения используют изоляцию кабельного типа, что позволяет говорить о сближении условий работы масла в трансформаторах, кабелях и конденсаторах. В связи с этим к изоляционному маслу предъявляется новое требование — поглощать, а не выделять газы под воздействием электрического поля [3].

При старении в электрическом поле некоторые сорта масел выделяют газы. Это очень вредно, так как пузырьки газов могут стать очагами ионизации. Важным условием эксплуатации электроизоляционных жидкостей в высоковольтном оборудовании является газостойкость – способность не выделять газов при старении в электрическом поле или даже поглощать ранее выделившиеся газы. Помимо газов, поглощённых, например, трансформаторным маслом в результате соприкосновения его поверхности в расширителе трансформатора с воздухом или азотом, в масле могут содержаться и другие газы, являющиеся продуктами ускоренного старения изоляции из-за ее чрезмерного нагрева, а также продуктами разложения под действием частичных разрядов и других отклоняющихся от нормы процессов. Повышение газостойкости масел может снизить опасность электрического пробоя [110].

Важным свойством, характеризующим газостойкость изоляционных жидкостей, является *растворимость* газов в них. Растворимость газов в жидкости происходит при распределении молекул газов среди молекул жидкости. Сведения о закономерностях растворения газов в изоляционном масле крайне необходимы при выборе рациональных технологических режимов обработки этого масла, а также при расчётах герметичных трансформаторов. Для характеристики растворимости данного газа в масле служит *коэффициент растворимости* [3] Оствальда (Кр), равный отношению концентрации газа в масле к равновесной концентрации того же газа в пространстве над маслом.

Принимая факт, что растворимость газов в жидкости можно выразить, используя разные коэффициенты растворимости (Оствальда, Бунзена, распределения и др.), мы будем понимать, согласно работе Л.А.Дарьяна [14], под термином коэффициента растворимости - коэффициент Оствальда (в нашем случае соответствующий коэффициенту распределения насыщенных растворов).

Как известно, коэффициенты растворимости газов зависят от природы газа, температуры, типа (состава) изоляционной жидкости, а также степени ее старения. Коэффициенты растворимости газов для трансформаторных масел представлены в СТО 56947007- 29.180.010.094 – 2011 [106]. Коэффициенты определены экспериментально в ходе специально проведённых исследовательских работ. В частности, в [107] приведены результаты уточнённых значений коэффициентов растворимости исследованных газов для различных современных марок трансформаторных масел в диапазоне температур 20–45 °С.

Были проведены несколько серий экспериментов по изучению газового состава товарного рапсового масла, и его способности растворять некоторые газы, принятые считать *диагностическими* в высоковольтной электроэнергетике. *Диагностические газы* – это газы, растворившиеся в изоляционной жидкости или выделившиеся в газовое реле, по составу и концентрациям которых судят о развивающемся или уже имеющемся дефекте в активной части высоковольтного оборудования и (или) его бумажной изоляции.

С помощью анализа растворённых газов в трансформаторах можно обнаружить две группы дефектов: перегревы токоведущих соединений и элементов конструкции остова и электрические разряды в масле. Например, появление высоких концентраций *водорода* в трансформаторном масле может быть следствием частичных, искровых и дуговых разрядов, *ацетилена* – электрической дуги, искрения. Высокие концентрации *этилена* могут свидетельствовать о нагреве масла и бумажно-масляной изоляции выше 600°C, а *оксида* и *диоксида углерода* – о старении и увлажнении масла и/или твердой изоляции [7].

Однако возникает вопрос, будут ли те же газы, а именно, водород, метан, этан, этилен, ацетилен являться диагностическими для электрооборудования, заполненного рапсовым маслом? Для ответа на вопрос, следует обратиться к сопоставлению составов рапсового и минерального масел. Основными компонентами минерального масла являются насыщенные циклопарафины  $C_nH_{2n}$  и насыщенные парафины  $C_nH_{2n+2}$  средней молекулярной массой (220 – 340) а.е. [89]. Как уже отмечалось в главе 2, основными компонентами рапсового масла являются жирные кислоты (например, эруковая кислота  $CH_3-(CH_2)_7-CH=CH-(CH_2)_{11}-COOH$ , олеиновая  $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COOH$ , линолевая  $CH_3(CH_2)_3-(CH_2CH=CH)_2(CH_2)_7COOH$  кислоты) в составе ацилглицеридов, в которых эти кислоты связаны с молекулами глицерина  $C_3H_5(OH)_3$ . Из состава видно, что оба масла имеют валовой элементный состав близкий друг к другу, соответственно все вышеперечисленные газы будут образовываться в процессе разложения рапсового масла, и их появление будет указывать на определённые неблагоприятные процессы в маслonaполненном электрооборудовании [108].

### 3.2 Методы исследования, основные этапы работы

При проведении испытаний, в том числе при определении растворимости газов в рапсовом масле был применён *газохроматографический метод*. Анализы масла проводились на газохроматографическом комплексе «Кристалл 5000М» (ЗАО СКБ «Хроматэк» г. Йошкар-Ола). Комплекс включает в себя

непосредственно сам хроматограф с находящимися внутри него в специальных термостатах хроматографическими колонками и детекторами, компрессор воздуха, генератор водорода, газовые магистрали, а также компьютер со специальным программным обеспечением «Хроматэк Аналитик», позволяющим управлять всеми частями комплекса и обрабатывать полученные результаты, компрессор воздуха, генератор водорода, газовые магистрали, а также компьютер со специальным программным обеспечением «Хроматэк Аналитик», позволяющим управлять всеми частями комплекса и обрабатывать полученные результаты. Для работы хроматографического комплекса необходима подача через газовые магистрали инертного газа – аргона.

Хроматографический анализ растворённых в масле газов проводился в следующем режиме работы хроматографического комплекса:

- время анализа – 13 минут;
- ДТП (детектор по теплопроводности):  $t^0 = +200^{\circ}\text{C}$ , расход аргона – 10 мл/мин;
- ПИД (пламенно-ионизационный детектор):  $t^0 = +200^{\circ}\text{C}$ , расход водорода – 20 мл/мин, воздуха – 250 мл/мин;
- термостат колонок:  $t^0 = +40^{\circ}\text{C}$ , колонка 1 – расход аргона – 25 мл/мин, колонка 2 – расход аргона – 10 мл/мин;
- метанатор (устройство, преобразующее оксид и диоксид углерода в метан посредством гидрирования и дальнейшего детектирования на ПИД):  $t^0 = +325^{\circ}\text{C}$ .

Для проведения экспериментов была использована поверочная газовая смесь (далее ПГС) производства ООО «Мониторинг» (г. С.-Петербург).

При отборе масла и газа применялись пробоотборники (рисунок 3.182) с трёхходовыми кранами «ELCHROM», согласно [106].

Разные температурные режимы обеспечивались с помощью хладотермостата воздушного ХТ-3/40-1, а также специального оборудования (кондиционер, увлажнитель воздуха). Контроль значений окружающей среды

(температура, влажность, атмосферное давление) осуществлялся с помощью научного прибора для контроля окружающей среды Testo 622.

Материал для исследования – рапсовое масло рафинированное, дезодорированное.

При подготовке хроматографических проб масла использовался *метод равновесного извлечения газов* в изолированное от атмосферы газовое пространство. Метод заключается в извлечении инертным газом растворённых в масле газов до их равновесного распределения между жидкой (масло) и газовой фазами. Равновесное извлечение водорода, оксида углерода, диоксида углерода, метана, ацетилен, этилена, этана, кислорода и азота из масла проводят в пробоотборниках. Перед проведением процедуры выделения газов из масла пробоотборники были выдержаны в условиях лаборатории не менее двух часов [106]. Основные этапы проведения работ:

1. Получение первоначальных сведений о газовом составе рапсового масла.
2. Проверка времени достижения равновесия между газовой и жидкой фазой (или определение времени извлечения газов из масла). Исследование достаточности времени извлечения газов из масла.
3. Определение коэффициентов растворимости газов в рапсовом масле при комнатной температуре, при температуре  $+40^{\circ}\text{C}$ .
4. Определение коэффициентов растворимости газов в электроизоляционной жидкости Мидел 7131.

### **3.3 Ход выполнения работ, результаты**

Согласно методу равновесного извлечения газов в изолированное от атмосферы газовое пространство, описанному в [106], был подготовлен образец и проведён анализ растворённых газов исходного рапсового масла для получения первоначальных сведений о газовом составе (таблица 3.1):

Таблица 3.1 – Результаты анализа растворённых в масле газов исходного рапсового масла

Название компонента	Водород (H <sub>2</sub> )	Оксид углерода (CO)	Диоксид углерода (CO <sub>2</sub> )	Этилен (C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> )	Этан (C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> )	Метан (CH <sub>4</sub> )	Ацетилен (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )
Концентрация, % объёма	<b>0,00142</b>	<b>0,00123</b>	<b>0,01158</b>	<b>0,00027</b>	<b>0,00146</b>	<b>0,00011</b>	<b>0,00000</b>

Опираясь на результаты измерения вязкости рапсового масла, полученные в главе 2, можно предположить, что традиционного времени на перемешивание жидкости в устройстве для достижения равновесия (УДР) (рисунок 3.1) с газовой смесью окажется недостаточно, чтобы установилось равновесие согласно упомянутому методу. Поэтому было запланировано проведение эксперимента по установлению времени равновесия между газовой и масляной фазами.

Посредством дегазации были достигнуты минимальные значения концентраций диагностируемых газов в масле пробоотборников, близкие к пределам обнаружения хроматографа. Дегазация исходного масла проводилась упомянутым методом равновесного извлечения газов в изолированное от атмосферы газовое пространство: в пробоотборник с 10 мл масла было добавлено 10 мл инертного газа – аргона. Затем смесь перемешивалась в УДР, после чего проводился анализ полученной газовой фазы при пропускании её через колонку хроматографа. При этом происходило выделение растворённых газов из масла путём диффузии.





Рисунок 3.1 – Внешний вид устройства УДР для достижения равновесия с установленными пробоотборниками

Данная процедура повторялась с этим же пробоотборником несколько раз до получения минимальных значений концентраций газов. Уровень дегазации рапсового масла можно оценить сравнением данных колонки 2 таблицы 3.2 (концентрации газов в исходном масле) с данными колонок 3 – 6 той же таблицы (концентрации газов в пробоотборниках после дегазации).

Таблица 3.2 – Сопоставление уровней концентраций растворенных газов до и после дегазации

Название компонента	Концентрации газов в исходном товарном масле	Концентрации газов после дегазации, % об.			
		Пробо-отборник 1	Пробо-отборник 2	Пробо-отборник 3	Пробо-отборник 4
<b>H<sub>2</sub></b>	<b>0,00142</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0,00009</b>	<b>0,00005</b>
<b>CO</b>	<b>0,00123</b>	<b>0,00010</b>	<b>0,00031</b>	<b>0,00049</b>	<b>0,00012</b>
<b>CO<sub>2</sub></b>	<b>0,01158</b>	<b>0,00441</b>	<b>0,00544</b>	<b>0,00720</b>	<b>0,00347</b>
<b>CH<sub>4</sub></b>	<b>0,00011</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0,00001</b>	<b>0</b>

Продолжение таблицы 3.2					
$C_2H_4$	<b>0,00027</b>	<b>0,00001</b>	<b>0,00001</b>	<b>0,00001</b>	<b>0,00001</b>
$C_2H_6$	<b>0,00146</b>	<b>0,00005</b>	<b>0,00011</b>	<b>0,00030</b>	<b>0,00016</b>
$C_2H_2$	<b>0,00000</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
$O_2$	<b>2,30468</b>	<b>0,07022</b>	<b>0,46714</b>	<b>0,70218</b>	<b>0,0693</b>
$N_2$	<b>14,74366</b>	<b>0,14073</b>	<b>1,80944</b>	<b>2,47859</b>	<b>0,27707</b>

С помощью баллона, заполненного аттестованной смесью диагностических газов с известной концентрацией (ПГС), была собрана установка по насыщению дегазированного рапсового масла диагностируемыми газами (рисунок 3.2).

Соотношение масляной и газовой фазы также составило 1:1 по объему. Смесь газов из ПГС под давлением 9 МПа выталкивала притёртый стеклянный поршень пробоотборника до необходимого объёма (10 мл).

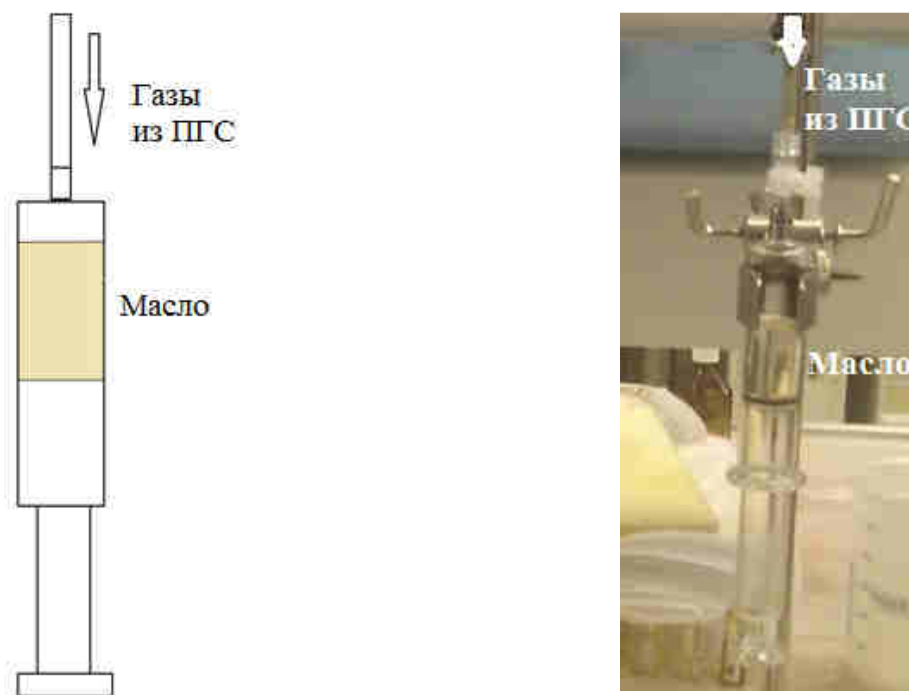


Рисунок 3.2 – Процесс добавления газов ПГС в рапсовое масло

После заполнения пробоотборников с маслом смесью газов, пробы были подвергнуты перемешиванию в устройстве УДР в течение разных промежутков времени – 10, 20, 30 и 40 минут. Затем был проведён анализ полученных смесей.

Результаты показали, что традиционного времени на перемешивание (для трансформаторного масла это 10-ти минутный период установления равновесия) с газовой фазой достаточно, чтобы установилось равновесие между жидкой и газовой фазой, т.к. уровень концентраций не снижается при 20, 30 и 40 минутах обработки смеси в УДР (таблица 3.3 и рисунки 3.3, 3.4).

Методика определения коэффициента растворимости  $K_r$  заключалась в следующем. После добавления газовой смеси в пробоотборник начинался процесс растворения газов в масле, при этом концентрация газа в газовой части пробоотборника уменьшалась, а в масляной – увеличивалась. Считалось, что равновесие по каждому газу устанавливается независимо друг от друга.

При этом содержание газа в масле можно было не определять экспериментально, а воспользоваться тем обстоятельством, что в состоянии равновесия количество газа в масле просто должно быть равным разности количеств газа в исходной смеси и в надмасляном промежутке.

Таблица 3.3 – Концентрации газов в пробоотборниках при комнатной температуре

Название компонента	Концентрации газов в градуировочной смеси	Время перемешивания, мин.			
		10	20	30	40
<b>H<sub>2</sub></b>	<b>0,00991</b>	<b>0,00927</b>	<b>0,00918</b>	<b>0,00953</b>	<b>0,00945</b>
<b>CO</b>	<b>0,04677</b>	<b>0,04167</b>	<b>0,04117</b>	<b>0,04247</b>	<b>0,04193</b>
<b>CH<sub>4</sub></b>	<b>0,01083</b>	<b>0,00815</b>	<b>0,00800</b>	<b>0,00820</b>	<b>0,00809</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub></b>	<b>0,00879</b>	<b>0,00344</b>	<b>0,00334</b>	<b>0,00346</b>	<b>0,0034</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>6</sub></b>	<b>0,0047</b>	<b>0,00177</b>	<b>0,00159</b>	<b>0,00168</b>	<b>0,00158</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub></b>	<b>0,00094</b>	<b>0,00023</b>	<b>0,00026</b>	<b>0,00025</b>	<b>0,00023</b>
<b>CO<sub>2</sub></b>	<b>0,40094</b>	<b>0,17129</b>	<b>0,16735</b>	<b>0,1712</b>	<b>0,16987</b>
<b>O<sub>2</sub></b>	<b>0,99648</b>	<b>1,18373</b>	<b>1,33159</b>	<b>0,8912</b>	<b>0,8584</b>
<b>N<sub>2</sub></b>	<b>2,94263</b>	<b>3,76035</b>	<b>4,44444</b>	<b>2,79578</b>	<b>2,71031</b>

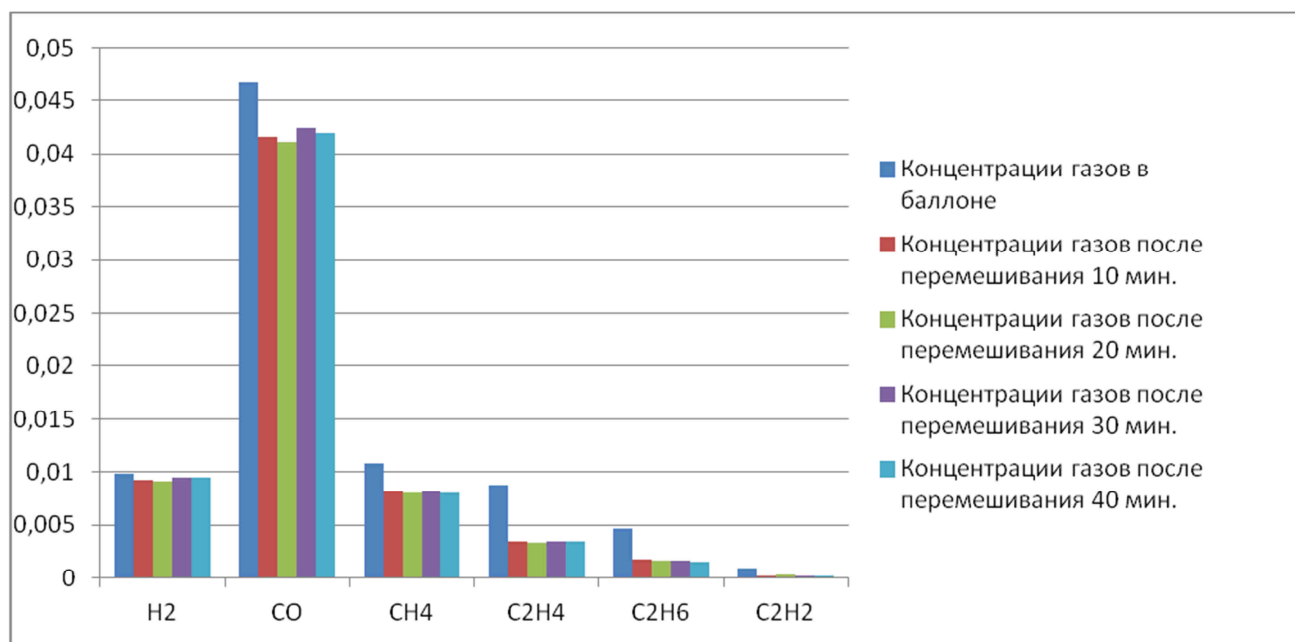


Рисунок 3.3 – Концентрации газов в пробоотборниках при комнатной температуре (для H<sub>2</sub>, CO, CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)

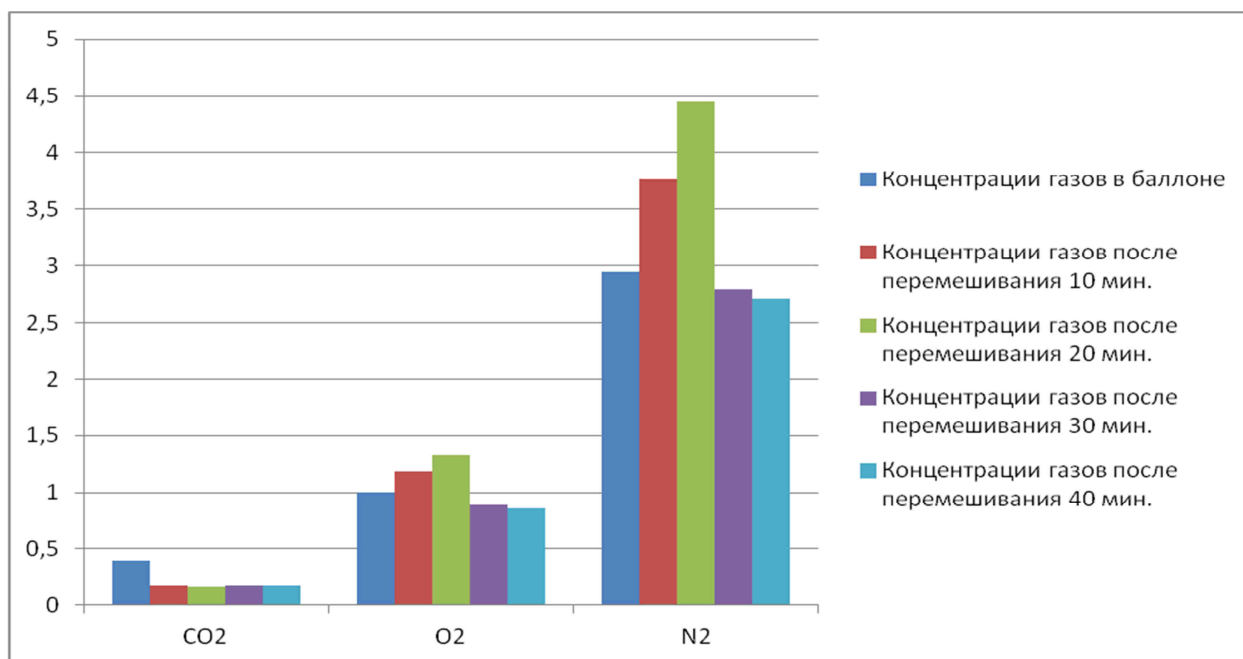


Рисунок 3.4 – Концентрации газов в пробоотборниках при комнатной температуре (для CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>)

### 3.4 Обработка результатов и определение коэффициентов растворимости.

В работе использовалась оригинальная методика, основанная на одновременном растворении **всех** газов и также, одновременном определении **всех** коэффициентов растворимости. Основанием для такого ресурсо- и время сберегающего подхода было то, что в соответствии с законом Генри, газы растворяются независимо друг от друга. Каждое измерение повторялось четыре раза, полученные значения усреднялись и определяли концентрации. Считая, что равновесие газа, растворенного в масле и находящегося в газовой фазе устанавливается для каждого из газов, можно показать, что в пренебрежении газосодержанием в дегазированном масле, коэффициент растворимости  $K_{p_i}$  определяется как

$$K_{p_i} = \frac{A_i + B_i}{B_i}, \quad (3.1)$$

где  $A_i$  – концентрация  $i$ -газа в ПГС, а  $B_i$  – концентрация  $i$ -газа в надмасляном пространстве.

Учет газов, оставшихся после дегазации в масле, с концентрацией  $C_i$ , можно провести с помощью модификации выражения (3.1) [108]

$$K_{p_i} = \frac{A_i - B_i}{B_i} + \frac{C_i}{B_i}. \quad (3.2)$$

Данные для определения необходимых величин были получены непосредственно с помощью газового хроматографа, а сопоставление результатов позволило оценить значение этих величин для исследуемых жидкостей.

Результаты расчетов коэффициентов растворимости диагностируемых газов при комнатной температуре (близкой к  $+20^{\circ}\text{C}$ ) приведены в таблице 3.4 для четырёх пробоотборников. В шестой колонке показаны значения коэффициентов растворимости, усредненные до двух значащих цифр.

Таблица 3.4 – Коэффициенты растворимости газов в рапсовом масле при температуре +20<sup>0</sup>С

Название компонента	Коэффициент растворимости				Среднее значение $K_p$
	пробо-отборник №1	пробо-отборник №2	пробо-отборник №3	пробо-отборник №4	
<b>H<sub>2</sub></b>	<b>0,048677</b>	<b>0,079521</b>	<b>0,06904</b>	<b>0,039874</b>	<b>0,06</b>
<b>CO</b>	<b>0,11543</b>	<b>0,136021</b>	<b>0,12239</b>	<b>0,101248</b>	<b>0,12</b>
<b>CH<sub>4</sub></b>	<b>0,33869</b>	<b>0,35375</b>	<b>0,328834</b>	<b>0,320732</b>	<b>0,34</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub></b>	<b>1,585294</b>	<b>1,631737</b>	<b>1,555233</b>	<b>1,540462</b>	<b>1,58</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>6</sub></b>	<b>1,974684</b>	<b>1,955975</b>	<b>1,655367</b>	<b>1,797619</b>	<b>1,85</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub></b>	<b>3,086957</b>	<b>2,615385</b>	<b>3,086957</b>	<b>2,76</b>	<b>2,89</b>
<b>CO<sub>2</sub></b>	<b>1,360276</b>	<b>1,395817</b>	<b>1,340709</b>	<b>1,341939</b>	<b>1,36</b>
<b>O<sub>2</sub></b>	<b>0,160857</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>0,118133</b>	<b>0,14</b>
<b>N<sub>2</sub></b>	<b>0,085717</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>0,052526</b>	<b>0,07</b>

Подобным образом были определены коэффициенты растворимости для этих же газов при температуре +40 <sup>0</sup>С. В таблице 3.5 показаны только средние значения коэффициентов.

Для сравнения были также определены данные показатели для диэлектрической жидкости – сложного синтетического эфира Мидел 7131, широко применяющегося в Европе более 30 лет. Эта жидкость находит применение в распределительных, силовых трансформаторах и другом электрооборудовании, прежде всего, благодаря своей пожаробезопасности, отсутствием токсичности и полной биоразлагаемости [72].

Таблица 3.5 – Сравнение коэффициентов растворимости газов в разных видах жидких диэлектриков

Название компонента	Коэффициенты растворимости газов в жидкостях			
	Трансф. масло при +20 °С [106]	Рапсовое масло при +20 °С	Рапсовое масло при +40 °С	Мидел 7131 при +20 °С
<b>H<sub>2</sub></b>	<b>0,05</b>	<b>0,06</b>	<b>0,04</b>	<b>0,08</b>
<b>CO</b>	<b>0,12</b>	<b>0,12</b>	<b>0,10</b>	<b>0,10</b>
<b>CH<sub>4</sub></b>	<b>0,40</b>	<b>0,34</b>	<b>0,30</b>	<b>0,33</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>4</sub></b>	<b>1,75</b>	<b>1,58</b>	<b>1,34</b>	<b>1,61</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>6</sub></b>	<b>2,78</b>	<b>1,85</b>	<b>1,07</b>	<b>1,96</b>
<b>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub></b>	<b>1,20</b>	<b>2,89</b>	<b>2,00</b>	<b>3,27</b>
<b>CO<sub>2</sub></b>	<b>1,08</b>	<b>1,36</b>	<b>1,10</b>	<b>1,67</b>
<b>O<sub>2</sub></b>	<b>0,15</b>	<b>0,14</b>	<b>0,16</b>	<b>0,15</b>
<b>N<sub>2</sub></b>	<b>0,09</b>	<b>0,07</b>	<b>0,05</b>	<b>0,08</b>

Анализ полученных данных показывает, что растворимость газов в рапсовом масле в зависимости от температуры ведет себя примерно так же, как и растворимость газов в минеральном трансформаторном масле. Более того, значения коэффициентов растворимости основных «диагностических» газов близки к аналогичным коэффициентам трансформаторного масла [109]. Исключениями являются пониженная растворимость этана, а также повышенная растворимость ацетилена и углекислого газа. Что касается растворимости газов в Мидел 7131, их значения близки к соответствующим значениям для рапсового масла. Близость значений коэффициентов позволяет надеяться, что диагностика высоковольтного электрооборудования, заполненного как рапсовым маслом, так и Мидел 7131 не будет принципиально отличаться от диагностики традиционного маслonaполненного электрооборудования.

### **3.5 Выводы по главе**

Сравнительные эксперименты по изучению газового состава товарного растительного масла на лабораторном оборудовании предоставили первые опорные сведения для дальнейшего изучения газовой выделенности при различных видах воздействия.

Проведены измерения коэффициентов растворимости основных диагностических газов в рапсовом масле и жидкости Мидел 7131.

Показано, что растворимость газов в рапсовом масле в зависимости от температуры ведет себя примерно так же, как и растворимость газов в минеральном трансформаторном масле. Более того, значения коэффициентов растворимости основных диагностических газов близки к аналогичным коэффициентам трансформаторного масла. Исключениями являются пониженная растворимость этана, а также повышенная растворимость ацетилена и углекислого газа.



## Глава 4 ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ ПРОТИВ ОКИСЛЕНИЯ РАПСОВОГО МАСЛА КАК ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ЖИДКОСТИ ДЛЯ ВЫСОКОВОЛЬТНОГО ОБОРУДОВАНИЯ

В главе приводятся результаты сравнительного исследования неингибированного и ингибированного рапсового масла с добавлением разных антиоксидантов с целью подбора наиболее эффективного из них, а также рассматриваются разные методы оценки окислительной стабильности и возможность их применения к диэлектрикам на растительной основе. Испытания рапсового масла без присадки и с присадкой на физико-химические показатели выполнены автором на базе испытательной лаборатории Филиала АО «Электросетьсервис ЕНЭС» - СПб «Электросетьремонт» (г. Новосибирск). Эксперименты по исследованию эффективности разных присадок для рапсового масла проведены в лаборатории НИИ химии антиоксидантов на базе Новосибирского государственного педагогического университета. Испытания рапсового масла на стабильность против окисления по методу, описанному в МЭК 1125, выполнены в испытательной лаборатории ОАО ПЭСК-1 (г. Новосибирск).

### 4.1 Стабильность масел против окисления

Одной из основных причин порчи растительных и минеральных масел является окислительная деструкция. Окисление представляет собой цепной свободно-радикальный процесс, который приводит к появлению в органических материалах пероксидных соединений, а на более поздних стадиях – альдегидов, кетонов, спиртов и низкомолекулярных кислот. Наиболее уязвимы в этом отношении масла, содержащие остатки моно- и полиненасыщенных жирных кислот. Перекисное окисление инициирует целый каскад неблагоприятных превращений, которые оказывают влияние на структуру, цвет, физико-химические свойства и приводит к ухудшению потребительских качеств масел.

Все производимые за рубежом растительные масла для энергетического оборудования включают в себя замедлители окисления (ингибиторы), и чаще всего используются в закрытых (герметичных) трансформаторах, исключаящих контакт с воздухом.

Устойчивость изоляционных масел к окислению характеризуется таким показателем как *стабильность против окисления*.

Стабильность масла против окисления определяется кислотным числом, количеством летучих низкомолекулярных кислот и осадка, образующихся при окислении. Условия испытания (температура, время окисления, расход кислорода и катализатор) предусматриваются в нормативно-технической документации на масла различного назначения [8]. При испытании изоляционных масел на стабильность имитируется воздействие неблагоприятных факторов, имеющих место в электрооборудовании, таких как: повышенная температура, контакт с металлическими материалами, наличие воздуха. В некоторых случаях в программу испытания на стабильность добавляется фактор воздействия высокого напряжения.

Стабильность товарных масел может быть улучшена за счёт углубления очистки и применения соответствующих присадок к маслам. Эффективность действия большинства присадок типа антиокислителей проявляется в различной степени в зависимости от химической структуры масла [3].

Отечественный стандарт не подразумевает применение растительных масел как диэлектриков. В связи с этим был проведён сравнительный анализ основных отечественных и зарубежных методов испытания диэлектрических жидкостей на стабильность против окисления, отражённый в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Сравнение нормативных документов по стабильности масел к окислению

Признаки для сравнения	ГОСТ 981-75 [8]	МЭК 1125 [16]		
<b>Область применения</b>	Распространяется на нефтяные масла с присадками и без присадок	<b>Метод А.</b> Для оценки окислительной стабильности неиспользованных неингибированных минеральных масел при ускоренных испытаниях	<b>Метод В.</b> Для оценки окислительной стабильности неиспользованных ингибированных минеральных масел при ускоренных испытаниях	<b>Метод С.</b> Для оценки окислительной стабильности неиспользованных неингибированных и ингибированных органических жидкостей при ускоренных испытаниях

Продолжение таблицы 4.1.				
<b>Условия проведения окисления:</b>	Предусматриваются в НТД на масла различного назначения. Если НТД отсутствуют, то применяются следующие параметры:	Приведены ниже		
– масса пробы	$30 \pm 0,1$ г	$25 \pm 0,1$ г		
– окислитель	кислород	кислород	воздух	
– скорость подачи газа	200 мл/мин	$1 \pm 0,1$ л/ч ( $\approx 16,7$ мл/мин)	$0,15 \pm 0,015$ л/ч ( $\approx 2,5$ мл/мин)	
– температура	$120^{\circ}\text{C}$	$100^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$	$120^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$	$120^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$
– продолжительность испытания	14 ч	164 ч	не определена	164 ч и более (до значимой степени ухудшения состояния)

Продолжение таблицы 4.1.			
– катализатор	медная пластинка с надетой на неё стальной спиралью (для трансформаторных масел – без спирали)	образец меди с площадью поверхности $9,7 \pm 0,1 \text{ мм}^2$	образец меди с площадью поверхности $28,6 \pm 0,3 \text{ см}^2$
<b>Измеряемые показатели после окисления</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– кислотное число;</li> <li>– летучие низкомолекулярные кислоты;</li> <li>– осадок.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– растворимые кислоты;</li> <li>– летучие кислоты;</li> <li>– тангенс угла диэлектрических потерь, удельное объёмное сопротивление и диэлектрическая проницаемость – по МЭК 247 при <math>90^\circ\text{C}</math></li> </ul>	

Для растительных масел распространённым методом определения окисляемости является метод определения перекисного числа, описанный в [111]. Стандарт распространяется на растительные масла и животные жиры и устанавливает метод определения перекисного числа в растительных маслах и животных жирах различной степени очистки в диапазоне от 0,1 до 45 моль активного кислорода на килограмм масла или жира.

Были запланированы испытания стабильности рапсового масла разными методами, а также проведены физико-химические испытания ингибированного и неингибированного масла.

#### **4.2. Определение стабильности рапсового масла стандартным методом для минеральных масел**

Определение стабильности против окисления товарного рапсового масла без ингибирования присадками осуществлялось по ГОСТ 981-75 (для свежих трансформаторных масел). Условия проведения окисления приведены в самом нормативном документе [8] и кратко описаны в таблице 4.1.

При окислении рапсового масла в таких довольно жёстких условиях в течение 2-3 часов происходит полимеризация масла – оно темнеет и становится желатиноподобным. На рисунке 4.1 представлен внешний вид данного масла до окисления и после 3-х часов окисления.



Рисунок 4.1 – Внешний вид рапсового масла, окисленного в жёстких условиях (слева) и этого же масла до окисления (справа)

### 4.3 Определение перекисного числа рапсового масла

Определение перекисного числа исследуемой жидкости как способа оценки её окислительной стабильности осуществлялось согласно методу из ГОСТ Р 51487-99 [111].

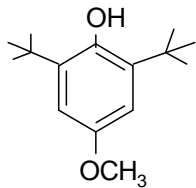
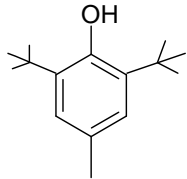
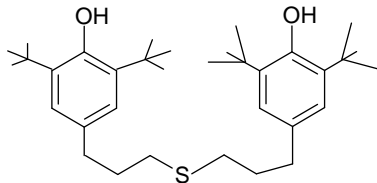
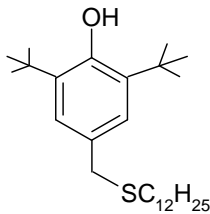
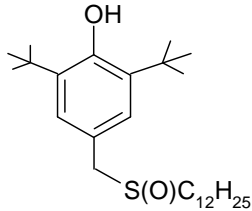
Для продления сроков хранения масложирового сырья и защиты его от порчи широко используются различные фенольные антиоксиданты, среди которых наиболее распространёнными являются токоферолы, бутилгидроксанизол (БОА), бутилгидрокситолуол (ионол), аскорбиновая и лимонная кислоты, кверцитин. Данные соединения малотоксичны и недороги, однако, по ингибирующей активности они значительно уступают полифункциональным соединениям, таким как серосодержащие фенольные антиоксиданты ТБ-3 и тиофан [112,113].

Была проведена работа по сравнительному исследованию антиоксидантной активности группы монофункциональных и серосодержащих фенольных антиоксидантов на модели термического автоокисления рапсового масла. В качестве антиоксидантных добавок к рапсовому маслу были выбраны известные монофункциональные фенольные антиоксиданты – ионол и бутилоксианизол, а также группа серосодержащих антиоксидантов.

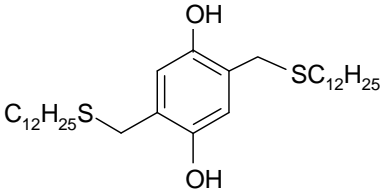
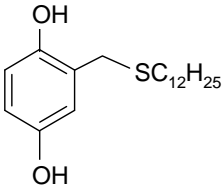
Окисление рапсового масла проводили при 80 °С в чашках Петри. Проба весом 25 г масла с растворённой в нём навеской антиоксиданта переносили в чашку Петри и помещали в термостат. Концентрация ингибиторов составляла 0,1 и 0,2 %. В контрольную пробу ингибитор не добавлялся. В течение эксперимента отбирали пробы масла массой 1 г и определяли концентрацию пероксидных соединений йодометрическим методом. Об антиокислительной эффективности соединений судили по величине периода индукции, который определяли как время достижения перекисного числа 0,1 ммоль ( $\frac{1}{2}$ O)/г.

Полученные значения периодов индукции окисления рапсового масла приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Периоды индукции окисления рапсового масла с разными антиоксидантами

Наименование антиоксиданта	Период индукции, сутки	
	0,1 % массы	0,2 % массы
Контрольное масло (без добавок)	3 – 4	
Бутилоксианизол 	-	7
Инол 	4-5	5
Тиофан 	-	13
Тиофан М 	16-17	43
Тиофан М (о) 	-	42



Продолжение таблицы 4.2		
2,5-бис(додецилтиометил)гидрохинон 	33-34	64
2-додецилтиометилгидрохинон 	51	87-88

#### 4.4 Определение стабильности против окисления рапсового масла по международному стандарту для диэлектрических жидкостей на растительной основе

Определение стабильности против окисления по МЭК 61125:1992 [16] (метод *С* с учётом условий, указанных в МЭК 62770:2013) рапсового масла проводилось с добавлением присадки 2-додецилтиометилгидрохинона. Условия проведения окисления представлены в указанном документе, а также кратко отмечены в таблице 4.1.

Поскольку аппаратура для окисления масел во многом сходна с традиционным отечественным аппаратом АПСМ, то было принято решение проводить испытание на этом приборе, изменив некоторые условия. Аппарат АПСМ-1 предназначен для контроля трансформаторных, турбинных и других нефтяных масел. Внешний вид аппарата приведен на рисунке 4.2.



Рисунок 4.2 – Внешний вид аппарата АПСМ-1

Условия испытания масла:

- масса масла –  $25\text{г} \pm 0,1\text{г}$ ;
- окисляющий газ – кислород (в стандарте МЭК – воздух);
- скорость подачи кислорода –  $0,15 \pm 0,015$  л/час;
- температура:  $+ 120 \pm 0,5$  °С;
- катализатор: пластинка из меди М1 (ГОСТ 859)  $10\text{мм} \times 70\text{мм} \times 0,3\text{мм}$ ;
- продолжительность испытания составила 48 часов (4 дня по 12 часов) и выполнялось по следующему графику:
  - окисление начато 19.01.2015г. в 7.00 часов, окисление закончено 19.01.2015г. в 19.00 часов;
  - окисление начато 20.01.2015г. в 7.00 часов, окисление закончено 20.01.2015г. в 19.00 часов;
  - окисление начато 21.01.2015г. в 7.00 часов, окисление закончено 21.01.2015г. в 19.00 часов;
  - окисление начато 22.01.2015г. в 7.00 часов, окисление закончено 22.01.2015г. в 19.00 часов.

Определение низкомолекулярных летучих кислот проводилось в следующие моменты времени и имело итогом следующие результаты:

- 19.01.2015 г. 13.00час – 0,02 (0,0155) мг КОН/1г масла;
- 21.01.2015 г. 19.00час – 0,03 (0,0260) мг КОН/1г масла;
- 22.01.2015 г. 19.00час – 0,00 (0,0025) мг КОН/1г масла.

Определение растворимых кислот проводилось 23.01.2015 г. с 7.00 до 8.00 часов и показало 14,2 мг КОН/1г масла.

Определение осадка проводилось 23.01.2015 г. с 7.00 до 12.00 часов и имело итогом такой результат: осадок составил менее 0,002 % по массе.

Итоговые результаты испытания:

- летучие низкомолекулярные кислоты: 0,05 мг КОН/1г масла;
- растворимые кислоты: 14,2 мг КОН/1г масла;
- осадок – менее 0,002 %.

Согласно требованиям , указанным в [6] для наиболее распространённого трансформаторного масла марки ГК характеристики стабильности следующие:

- масса летучих кислот – 0,04 мг КОН/г масла;
- содержание осадка – 0,015 % массы;
- кислотное число окисленного масла – 0,10 мг КОН/г масла;
- индукционный период – 150 часов.

Из сравнения приведённых данных можно сделать вывод о том, что показатели рапсового масла удовлетворяют требованиям [6] для наиболее распространённого трансформаторного масла марки ГК, кроме одного показателя – кислотного числа окисленного масла.

#### **4.5 Физико-химические испытания ингибированного рапсового масла**

Для резкого замедления окислительных процессов при эксплуатации оборудования в трансформаторное масло на стадии изготовления вводится антиокислительная присадка ионол (или агидол-1). Со временем под действием процессов окисления содержание присадки в масле снижается, что характеризует остаточный срок службы масла. При снижении концентрации ионола до критического уровня его антиокислительные свойства утрачиваются.

В целях замедления процессов окисления в растительных маслах применяются разнообразные антиоксиданты, в том числе и ионол.

В рамках данной работы была проведена подготовка образцов рапсового масла с различными антиоксидантами, а затем выполнены сравнительные испытания показателей качества как изоляционной жидкости для высоковольтного маслonaполненного оборудования.

### **Подготовка образцов**

Для подготовки образцов была использована методика из Методических указаний по эксплуатации трансформаторных масел [114]. По данной методике рассчитано количество ионола, необходимое для добавления в 1 кг масла для стабилизации процессов окисления. Обычно в процессе изготовления современного трансформаторного масла в него добавляется присадка в количестве не менее 0,2 % массы. Чтобы приготовить раствор ионола в масле с концентрацией 0,3 % масс., необходимо рассчитать навеску кристаллического ионола:

$$P = \frac{Qn}{100}, \quad (4.1)$$

где  $Q$  – общая масса масла для растворения ионола, т;  $n$  – концентрация ионола.

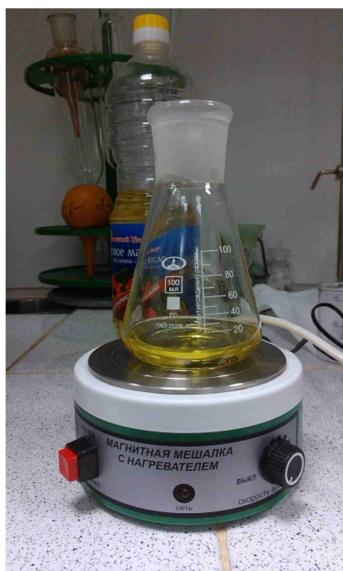
Навеску масла для приготовления концентрированного 20%-го раствора определяли аналогичным образом:

$$q = \frac{P(100-N)}{N}, \quad (4.2)$$

где  $P$  – масса кристаллического ионола, т;  $N$  – концентрация концентрированного раствора, %.

Масса ионола в результате расчетов составила 3 г, масса масла для получения концентрированного раствора составила 12 г.

Время растворения ионола в рапсовом масле составило примерно 30 минут при постоянном перемешивании и подогреве до температуры  $(40 - 50) ^\circ\text{C}$  (рисунок 4.3). Сначала кристаллы превратились в рыхлые хлопья, а затем полностью растворились без осадка.



а



б

Рисунок 4.3 – Этапы приготовления ингибированного масла: а – растворение кристаллов ионола при нагревании концентрированного раствора; б – добавление концентрированного раствора в общий объём масла

Подобным образом были подготовлены образцы масла и с другими антиоксидантами концентрацией 0,1 % масс. и 0,2 % масс. Для сравнительных испытаний были подготовлены и образцы с ионолом таких же концентраций.

#### **Определение физико-химических показателей рапсового масла с антиокислительными присадками**

Для проведения испытаний было использовано то же оборудование и материалы, что и при испытаниях чистого рапсового масла (без добавок).

В таблице 4.3 приведены результаты физико-химических испытаний ингибированного рапсового масла.

Таблица 4.3 - Физико-химические показатели рапсового масла с добавлением антиокислительных присадок

Определяемый показатель	без присадок	с ионолом	с 2-додецилтио-метилгидро-хиноном
Цвет, ед.	<b>0,5</b>	<b>0,5</b>	<b>0,5</b>
Показатель преломления	<b>1,4743</b>	<b>1,4742</b>	<b>1,4742</b>
Мутность, м <sup>-1</sup>	<b>8,37</b>	<b>8,40</b>	<b>7,88</b>
Класс промышленной чистоты	<b>13</b>	<b>-</b>	<b>13</b>
Влагосодержание, г/г	<b>1) 178,2 (ВТМ) 235,0 (титратор) 2) 51,0 (титратор) 81,1 (ВТМ)</b>	<b>1) 178,3 (ВТМ) 235,3(титратор) - -</b>	<b>1) 179,6 (ВТМ) 234,9 (титратор) 2) 54,1 (титратор) 84,2 (ВТМ)</b>
Кислотное число, мг КОН/г масла	<b>0,08</b>	<b>-</b>	<b>0,09</b>
Водорастворимые кислоты	<b>0,0019</b>	<b>-</b>	<b>0,0015</b>
Водорастворимые кислоты и щёлочи (качественно)	<b>отсутствие</b>		
Поверхностное натяжение	<b>24,9</b>	<b>-</b>	<b>23,9</b>
Плотность, г/см <sup>3</sup>	<b>0,918</b>	<b>0,915</b>	<b>0,914</b>
Температура вспышки в закрытом тигле	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>256</b>

Электрические испытания рапсового масла с присадками были проведены по ГОСТ 6581-75 и МЭК 247; их результаты сведены в таблицу 4.4.

Таблица 4.4 – Электрическая прочность и диэлектрические характеристики рапсового масла с антиокислительными присадками (0,3 % масс.)

Объект испытаний – рапсовое масло	Показатель масла			
	Пробивное напряжение (среднее значение), кВ	Тангенс угла диэлектрических потерь при 90 °С, %	Относительная диэлектрическая проницаемость	Удельное объёмное сопротивление, Ом×м
Без добавок	1) 60,2	18,90	2,83	1,74×10 <sup>9</sup>
	2) 70,6	25,41	2,84	2,24×10 <sup>9</sup>
С ионолом	1) 64,8	19,44	2,85	1,58×10 <sup>9</sup>
С 2-додецилтио-метилгидрохиноном	1) 64,3	19,42	2,84	3,00×10 <sup>9</sup>
	2) 76,6	25,06	2,84	1,46×10 <sup>9</sup>

#### 4.6 Выводы по главе.

Проведены измерения физико-химических и диэлектрических параметров, в том числе электрической прочности рапсового масла с антиокислительной присадкой и без неё.

Разными методами оценена стабильность данной жидкости против окисления. Показано, что стандартный метод окисления (для свежих

трансформаторных масел) не подходит для масел из растительного сырья ввиду особенностей их химического состава.

Измерения показали, что пробивное напряжение рапсового масла соответствует нормам на свежее трансформаторное масло для оборудования всех классов напряжения. Высокое значение тангенса угла диэлектрических потерь можно объяснить наличием высокомолекулярных триглицеридов, характерных для растительных масел, а также воды. Представляет интерес, что вполне приемлемые для эксплуатируемого высоковольтного МНО результаты пробивного напряжения совсем не коррелируют со значениями влагосодержания. Однако известно, что с увеличением вязкости диэлектрика прочность его увеличивается. Поэтому достаточно большое значение электрической прочности увлажненного рапсового масла по сравнению с электрической прочностью минерального масла представляется правдоподобным, т.к. вязкость рапсового масла примерно в 3 раза превосходит вязкость минерального масла (см. главу 1).

Не выявлено существенного ухудшения физико-химических показателей масла при добавлении присадок.

Содержание ионола в эксплуатационном масле и стабильность против окисления являются наиболее точными показателями, характеризующими срок службы трансформаторного масла. В ходе анализа периода индукции при определении перекисного числа среди группы обнаружен наиболее оптимальный антиоксидант для рапсового масла.

Тот факт, что неингибированное рапсовое масло быстро окисляется, представляется достаточно очевидным в силу молекулярной структуры масла. Основными компонентами минерального масла являются насыщенные циклопарафины  $C_nH_{2n}$  и насыщенные парафины  $C_nH_{2n+2}$  со средней молекулярной массой 220-340 а.е. [3]. В рапсовом масле основными компонентами являются эфиры эруковой кислоты  $CH_3-(CH_2)_7-CH=CH-(CH_2)_{11}-COOH$ , а также олеиновой  $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COOH$  и линолевой  $CH_3(CH_2)_3-(CH_2CH=CH)_2(CH_2)_7COOH$  кислот [89], т.е. веществ, содержащих молекулы с легко реагирующими двойными связями.



Полученные данные по определению перекисного числа рапсового масла с добавлением разных антиоксидантов в разных концентрациях свидетельствуют о том, что все исследованные серосодержащие антиоксиданты по способности ингибировать окисление рапсового масла значительно превосходят монофункциональные соединения (ионол, бутиоксианизол). Наибольшие значения периодов индукции окисления были получены для 2-додецилтиометилгидрохинона [115].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведены исследования основных показателей товарного рапсового масла, необходимые для его возможного применения в энергетическом оборудовании. Установлено, что рапсовое масло без специальной подготовки обладает высокими значениями пробивного напряжения и температуры вспышки в закрытом тигле, а по содержанию водорастворимых кислот, щелочей, и общей серы оно удовлетворяет нормам на свежее и подготовленное к заливке в оборудование трансформаторное масло.

Вместе с тем, в связи с достаточно большой вязкостью и высокой температурой застывания, имеющимся полярным продуктам, в том числе воды, стандартное товарное рапсовое масло не соответствует нормам на свежее, на подготовленное к заливке в оборудование и, отчасти (по тангенсу  $\delta$ ), на эксплуатационное трансформаторное масло.

2. В сравнении с зарубежными нормами для жидких диэлектриков на основе сложных натуральных эфиров рапсовое масло удовлетворяет практически всем показателям, за исключением диэлектрических потерь  $tg \delta$ .

3. Предложено объяснение противоречия между высокими значениями пробивного напряжения и большими значениями влагосодержания. Отчасти это связано с большей, чем у трансформаторного масла, вязкостью рапсового масла. Однако главным фактором является способность рапсового масла (как и других природных сложных эфиров) растворять в себе большое количество влаги, которая в растворённом состоянии не оказывает влияния на электрическую прочность диэлектрика.

4. Проведены измерения коэффициентов растворимости основных диагностических газов в рапсовом масле. Установлено, что растворимость газов в зависимости от температуры ведет себя примерно так же, как и растворимость газов в минеральном трансформаторном масле. Более того, значения коэффициентов растворимости основных диагностических газов близки к

аналогичным коэффициентам трансформаторного масла. Исключениями являются пониженная растворимость этана, а также повышенная растворимость ацетилена и углекислого газа.

5. Разными методами оценена стабильность ингибированной жидкости против окисления. Показано, что стандартный метод окисления (для свежих трансформаторных масел) не подходит для масел из растительного сырья ввиду особенностей их химического состава.

6. Исследования перекисного числа рапсового масла с добавлением разных антиоксидантов в разных концентрациях свидетельствуют о том, что все исследованные серосодержащие антиоксиданты по способности ингибировать окисление рапсового масла значительно превосходят монофункциональные соединения (ионол, бутиоксианизол). Наибольшие значения периодов индукции окисления были получены для 2-додецилтиометилгидрохинона.

7. Проведены измерения физико-химических и диэлектрических параметров, в том числе электрической прочности ингибированного рапсового масла с антиокислительной присадкой и без неё. Не выявлено существенного ухудшения физико-химических показателей масла при добавлении присадок.

8. Относительно других растительных масел, рапсовое масло обладает более высокой стойкостью к окислению. Оно пригодно для использования в не слишком суровых зимних условиях. Однако, опираясь на зарубежный опыт, отмеченный в главе 1, а также на собственные исследования, следует рассматривать варианты применения этого диэлектрика на растительной основе в герметичном маслonaполненном электрооборудовании (со специальной защитой), классом напряжения не выше 110кВ. Предлагается применять рапсовое масло в качестве изоляционной жидкости преимущественно в южных районах нашей страны, где средняя температура зимой не опускается ниже  $-10^{\circ}\text{C}$ , либо в трансформаторах, установленных в закрытых помещениях.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. СО 153-34.20.501-2003. Правила технической эксплуатации электрических станций и сетей Российской Федерации. Утверждены приказом Минэнерго РФ от 19.06.2003 № 229. Зарегистрированы в Минюсте РФ 20.06.2003, регистрационный № 4799 – 2009 - 292с.
2. Силовые трансформаторы. Справочная книга / Под ред. С. Д. Лизунова, А. К. Лоханина. – М.: Энергоиздат, 2004. – 616 с.
3. Липштейн, Р.А. Трансформаторное масло. / Р.А. Липштейн, М.И. Шахнович– 3-е изд. – М.: Энергоатомиздат. – 1983. – 296 с.
4. СТО 70238424.27.100.053 – 2013. Энергетические масла и маслохозяйства электрических станций и сетей. Организация эксплуатации и технического обслуживания. Нормы и требования. – М.: НП «ИНВЭЛ», 2013.– 163 с.
5. Шуварин, Д.В. Электроизоляционные, турбинные и промышленные масла / Материалы н. – практ. конф. «Нефтяные масла в электроэнергетике: актуальные вопросы применения и контроля качества», Москва, май 2015. - [Электронный ресурс].– Режим доступа: <http://twi.mpei.ac.ru/atc/#oil2015> (Дата обращения: 01.06.2015).
6. РД 34.45-51.300-97.Объем и нормы испытаний электрооборудования» / под общей редакцией Б. А. Алексеева, Ф. Л. Когана, Л. Г. Мамиконянца. – 6-е изд. – М.: НЦ ЭНАС, 1998. – 256 с.
7. СО 153-34.0-46.302-00. Методические указания по диагностике развивающихся дефектов трансформаторного оборудования по результатам хроматографического анализа газов, растворенных в масле. – М.: РАО «ЕЭС России» - 41 с.
8. ГОСТ 981 – 75. Масла нефтяные. Метод определения стабильности против окисления. – М.: Комитет по стандартизации и метрологии СССР. – 1975. – 10 с.

9. Давиденко, И.В. Системы диагностирования высоковольтного маслонаполненного силового электрооборудования: Учебное пособие / И.В. Давиденко, В.Н. Осотов. – Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ. – 2003. – 117 с.
10. Давиденко, И.В. Разработка системы многоаспектной оценки технического состояния и обслуживания высоковольтного маслонаполненного электрооборудования: диссертация на соискание учёной степени д-ра техн. наук: 05.14.12 / Давиденко Ирина Васильевна. – Новосибирск, 2009. – 407 с.
11. Туркот, В.А. Трансформаторное масло как диагностическая среда в высоковольтном оборудовании / Материалы н. – практ. конф. «Нефтяные масла в электроэнергетике: актуальные вопросы применения и контроля качества», Москва, май 2015. – [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://twf.mpei.ac.ru/atc/#oil2015> (Дата обращения: 01.06.2015).
12. Бережной, В.Н. Трансформаторное масло: инструмент оценки состояния трансформатора/В.Н. Бережной ...// Методы и средства оценки состояния энергетического оборудования. Выпуск 16. – С.-Пб.: ПЭИПК, 2001. –С. 16 – 22.
13. Кучинский, Г.С. Изоляция установок высокого напряжения. / Г.С. Кучинский, В.Е. Кизеветтер, Е.С. Пинталь; под общ.ред. Г.С. Кучинского – М.: Энергоатомиздат, 1987. – 368 с.
14. Дарьян, Л.А. Научные основы физико-химической диагностики высоковольтного маслонаполненного электрооборудования с изоляцией конденсаторного типа: Диссертация на соискание ученой степени д-ра техн. наук: 05.14.12 / Дарьян Леонид Альбертович. – Новосибирск, 2009. – 437 с.
15. Вдовико, В.П. Частичные разряды в диагностировании высоковольтного оборудования / В.П. Вдовико. – Новосибирск: Наука, 2007. – 155 с.
16. IEC 61125: Unused hydrocarbon-based insulating liquids – Test methods for evaluating the oxidation stability. – 1<sup>st</sup>Ed. – Geneva, IEC Central Office. – 1992. – 47 с.
17. IEC 60296: Fluids for electrotechnical application – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear. –Edition 4.0. – Geneva, IEC Central Office. – 2012. – 23 с.

18. IEC 60296: Fluids for electrotechnical application – Unused natural esters for transformers and similar electrical equipment. – Edition 1.0. – Geneva, IEC Central Office. – 2013. – 34 c.

19. IEEE Guide for Acceptance and Maintenance of Natural Ester Fluids in Transformers, IEEE Std C57.147. – 2008. – pp. 1 – 31.

20. Oommen, T.V. Biodegradable Insulating Fluid from High Oleic Vegetable Oils/ T.V. Oommen, C.C. Claiborne / Proc. of 37<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 1998. – Paper 15–302.

21. Oommen, T.V. Vegetable oils for liquid-filled transformers / T.V. Oommen // IEEE Electrical Insulation Magazine, №1, том 18, 2002. – C.6 – 11.

22. Hammer, M. Electrical properties of rape-seed oil / M. Hammer, R. Badent, A.J. Schwab / Proc. Int. Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2002. – pp. 83 – 86.

23. Blackburn, E. Australian experience with the development, ageing and maintenance of vegetable- based insulating oils /E.Blackburn, K. Budin [и др.] / Proc. of 41<sup>st</sup> CIGRE Session, Paris, 2006. – Paper D1–301.

24. Tenbohlen, S. Application of vegetable oil-based insulating fluids to hermetically sealed power transformers / S. Tenbohlen, M. Koch [и др.] / Proc. of 42<sup>nd</sup> CIGRE Session, Paris, 2008. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 102.

25. Girgis, R. Detailed performance of a 50 MVA transformer filled with a natural ester fluid versus mineral oil / R. Girgis, M. Bernesjo, G. K. Frimpong / Proc. of 43<sup>rd</sup> CIGRE Session, Paris, 2010. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 107.

26. Perrier, C. M. Comparison between mineral and ester oils / C. Perrier, M. Ryadi [и др.] / Proc. of 43<sup>rd</sup> CIGRE Session, Paris, 2010.– [Электронный ресурс].– Paper D1 – 102.

27. Phung, B.T. Partial discharge and dissolved gas analysis of common fault types in bio-degradable oil transformers / B.T. Phung, N.A. Muhamad, T.R. Blac / Proc. of 43<sup>rd</sup> CIGRE Session, Paris, 2010.– [Электронный ресурс]. – Paper D1 – 208.

28. Atanasova-Hoehlein, I. Diagnostic Markers for Oxidation Condition of Mineral Oil and Ester Insulating Fluids / N. Atanasova-Hoehlein, T. Hammer, M.

Schaefer / Proc. of 43<sup>rd</sup> CIGRE Session, Paris, 2010. – [Электронный ресурс]. – Paper D1 – 213.

29. Pukel, G. J. Power transformers with environmentally friendly and low flammability ester liquids / G. J. Pukel, R. Schwarz [и др.] / Proc. of 44<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2012. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 201.

30. Hajek, J. Considerations for the Design, Manufacture, and Retro – filling of Power Transformers with High Fire Point, Biodegradable Ester Fluids / J. Hajek, J. Kranenborg [и др.] / Proc. of 44<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2012. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 203.

31. Wang, Z.D. Ester Insulating Liquids for Power Transformers/ Z.D. Wang, Q. Liu [и др.] / Proc. of 44<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2012. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 209.

32. Lashbrook, M. The use of ester transformer fluids for increased fire safety and reduced costs / M. Lashbrook, M. Kuhn/ Proc. of 44<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2012. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 210.

33. Davydov, V. G. Factory and Field Experience with Monitoring of Vegetable Oil Transformer / V. G. Davydov, T. Zielinski, L. McPherson / Proc. of 45<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2014. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 301.

34. Perrier, C. Ageing phenomena of cellulose/oil insulation in natural ester and mineral oil / C. Perrier, M-L. Coulibaly [и др.] / Proc. of 45<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2014. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 302.

35. Castellanos, J.G. Experience with application of natural-ester filled HV transformers in Mexico / J.G. Castellanos/ Proc. of 45<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2014. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 306.

36. Ocón, R. Experience with the first 230 kV SHELL type autotransformer retro-filled with natural ester on Mexican grid / R. Ocón, R. Montes [и др.] / Proc. of 45<sup>th</sup> CIGRE Session, Paris, 2014. – [Электронный ресурс]. – Paper A2 – 307.

37. Wang, Z. New insulation fluids: use of environmentally friendly fluids in power transformers / Z. Wang, A. Darwin, R. Martin / Proc. of CIGRE colloquium, Brugge 2007. – Paper 29.

38. Imamovic, D. Partial discharge and dissolved gas analysis in bio-degradable transformer oil / D. Imamovic, K.X. Lai [и др.] / Proc. of CIGRE colloquium, Brugge 2007. – Paper 16.

39. Martin, D. The Use of Natural and Synthetic Ester-Based Transformer Oils in Power Transformers / D. Martin, Z. D. Wang, I. Cotton / Proceedings of the 14<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Beijing, China, 2005. – [Электронный ресурс]. – Paper C – 11.

40. Vucovich, D. Comparative evaluation of breakdown strength of natural esters and mineral oil /D. Vucovich, S. Tenbohlen / Proceedings of the 16<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Cape Town, 2009. – [Электронный ресурс]. – Paper C – 14.

41. Hao, J. A comparative study of moisture and temperature effect on the frequency dielectric response behavior of pressboard immersed in natural ester and mineral oil / J. Hao, Z. Ma [и др.] / Proceedings of the 17<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Gannover, 2011. – [Электронный ресурс]. – Paper D – 014.

42. Pyrgioti, E. P. Breakdown strength measurements of biodegradable insulating oils under elevated power frequency voltage / E. P. Pyrgioti, V. P. Charalambakos [и др.] / Proceedings of the 17<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Gannover, 2011. – [Электронный ресурс]. – Paper D – 018.

43. Ariastina, W. G. A comparative study of partial discharge behavior in oil impregnated insulation systems / W. G. Ariastina, B. T. Phung, T. R. Blackburn / Proceedings of the 17<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Gannover, 2011. – [Электронный ресурс]. – Paper D – 044.

44. Zafeiris, K. Investigation on natural ester fluids concerning gassing and compatibility with transformer materials / K. Zafeiris, Y. Bertrand [и др.] / Proceedings of the 17<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Gannover, 2011. – [Электронный ресурс]. – Paper E – 037.

45. Azis, N. Acid generation study of natural ester / N. Azis, Z. D. Wang/ Proceedings of the 17<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Gannover, 2011. – [Электронный ресурс]. – Paper E – 048.



46. Tsuchie, M. Study on partial discharge and generated gasses of natural ester oils having different molecular structures /M. Tsuchie, M. Hikita/ Proceedings of the 18<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Seoul, 2013. – [Электронный ресурс]. – Paper OD5 – 02.

47. Murdiya, F. AC creeping discharge over pressboard surface in vegetable-based oils / F. Murdiya, R. Hanaoka [и др.] / Proceedings of the 18<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Seoul, 2013. – [Электронный ресурс]. – Paper OE6 – 01.

48. Peppas, G. D. Investigation of statistical breakdown in mineral and natural ester oils under ac voltage / G. D. Peppas, E.C. Pyrgioti [и др.] / Proceedings of the 18<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Seoul, 2013. – [Электронный ресурс]. – Paper OE6 – 02.

49. Lu, W. Combined effect of cellulose particle and moisture on lightning impulse breakdown voltages of ester transformer liquids / W. Lu, Q. Liu, Z.D. Wang / Proceedings of the 18<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Seoul, 2013. – [Электронный ресурс]. – Paper OE6 – 03.

50. Pratomosiwi, F. Dielectric response of pressboard impregnated in mineral oil and synthetic ester / F. Pratomosiwi, N. Pattanadech [и др.] / Proceedings of the 18<sup>th</sup> Int. Symp. on High Voltage Engineering, Seoul, 2013. – [Электронный ресурс]. – Paper OE6 – 04.

51. McShane, C.P. Aging of kraft paper in natural dielectric fluid / C.P. McShane, K.J. Rapp [и др.] / Proceedings of the 14<sup>th</sup> Int. conf. on dielectric liquids (ICDL 2002), Graz (Austria), 2002. – pp.173 – 177.

52. McShane, C.P. Aging of paper insulation retrofilled with natural ester dielectric fluid /C.P. McShane, J.L. Corkran [и др.] / Proceedings of the Electrical Insulation and Dielectric Phenomena conference, 2003.– pp.124 – 127.

53. Okubo, H. Technical development and future perspectives on the application and performance of dielectric liquids / H. Okubo / Proceedings of the 14<sup>th</sup> Int. conf. on dielectric liquids (ICDL 2002), Graz (Austria), 2002. – pp.231 – 236.

54. Hosier, I.L. Studies on the aging behavior of various synthetic and natural insulation oils / I.L. Hosier, A.S. Vaughan, S.G. Swingler / Proc. of the IEEE conf. on dielectric liquids, 2008. – pp. 331 – 334.

55. Gasser, H.P. Aging of Pressboard in Different Insulating Liquids/H.P. Gasser [и др.] / IEEE Intern.Conf. on Dielectric Liquids, 2011. – pp. 1 – 5.

56. Muhamad, N.A. Dissolved Gas Analysis of Faults in Biodegradable Oil Transformer Insulating Systems / N.A. Muhamad, B.T. Phung [и др.] / Intern. Conf. on Condition Monitoring and Diagnosis, Beijing, China, April 21-24, 2008. – [Электронный ресурс]. – Paper G – 08.

57. Yan, W. Comparison of Partial Discharge Patterns between Mineral and Biodegradable Oil Insulation Systems / W. Yan, B.T. Phung, T.R. Blackburn // Proceedings of the 2010 Intern.Conf. on Condition Monitoring and Diagnosis, September 6 – 11, 2010, Tokyo, Japan. – [Электронный ресурс]. – Paper A3 – 2.

58. Sugawa, O. Development of Evaluation Method for Combustion Properties of Insulation Fluids for Transformers / O. Sugawa, T.Imamura [и др.] /Proc. of the Intern. Conf. on Condition Monitoring and Diagnosis, September 6-11, 2010, Tokyo, Japan. – [Электронный ресурс]. – Paper P1-62.

59. Dang, V.-H. Comparative of Streamer Propagation between Natural Esters Applications and Nutrition Esters under Lightning Impulse Voltage / V.-H. Dang, A. Beroual, C. Perrier / Proc. of the Intern. Conf. on Condition Monitoring and Diagnosis, September 6-11, 2010, Tokyo, Japan. – [Электронный ресурс]. – Paper P1 – 63.

60. Prosr, P. Study of Behaviour of Vegetable and Petroleum Based Dielectric Fluids during Thermal Ageing /Prosr P., Mentlík V. [и др.] / Proc. of the Intern. Conf. on Condition Monitoring and Diagnosis, September 6-11, 2010, Tokyo, Japan. – [Электронный ресурс]. – Paper P1 – 72.

61. Imad-Ullah-Khan. Dissolved Gas Analysis of Alternative Fluids for Power Transformers / Imad-Ullah-Khan, Z. Wang [и др.] // IEEE Electrical Insulation Magazine, No 5, 2007. – pp. 5-14.

62. Saha, T.K. Investigation of polarisation and depolarisation current measurements for the assessment of oil-paper insulation of aged transformers / T.K

Saha, P. Purkait // IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation.–2004. – V. 11(1). – pp. 144 – 154.

63. Perrier, C. Experimental investigations on insulating liquids for power transformers: mineral, ester and silicon oils /C. Perrier, A. Beroual // IEEE Electr. Insul. Mag. – 2009. – Vol.25, No.6. – pp. 6 – 13.

64. Liu, Q. Streamer characteristic and breakdown in synthetic and natural ester transformer liquids under standard lightning impulse voltage/ Q. Liu, Z. D. Wang // IEEE Trans. on Dielect. & Electr. Insul. – 2011. – Vol. 18, No.1.–pp. 285 – 294.

65. Rapp, K. J. Lightning Impulse Testing of Natural Ester Fluid Gaps and Insulation Interfaces/ K. J. Rapp [и др.] // IEEE Trans. on Dielect. & Elect. Insulation. – 2009. – Vol.16, No.6.– pp.1595 – 1603.

66. McShane, C. P. Relative properties of the new combustion – resist vegetable –oil – based dielectric coolants for distribution and power transformers / C.P.McShane // IEEE Trans. on Industry Applications. – 2001. – Vol. 37.– pp. 1132 – 1139.

67. Martin, D. Statistical Analysis of the AC Breakdown Voltages of Ester Based Transformer Oils /D. Martin, Z. D. Wang // IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation. – 2008. – Vol. 15, No. 4. – pp. 1044 – 1050.

68. Tenbohlen, S. Aging performance and moisture solubility of vegetable oils for power transformers / S. Tenbohlen, M. Koch // IEEE Trans. Power Del. – 2010. – Vol. 25, No. 2. – pp. 825-830.

69. Arazoe, S. Electrical characteristics of natural and synthetic insulating fluids / S. Arazoe, D. Saruhashi [и др.] // IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul. – 2011. – Vol. 18. – pp. 506 – 512.

70. BIOTEMP®. Biodegradable Dielectric Insulating Fluid [Электронный ресурс].–Режим доступа: [www.abb.com/transformers](http://www.abb.com/transformers) (Дата обращения: 01.06.2015).

71. Мендес, Х.К. Более рациональное использование растительного масла ABB BIOTEMP в высоковольтных силовых трансформаторах / Х.К Мендес, А.С.Г. Рейс, Е.К. Ногава /ABB Review. – 2007. – No 3. – pp. 53 – 57.

72. MIDEL 7131 SyntheticEster. - [Электронный ресурс].– Режим доступа: <http://www.midel.com> (Дата обращения: 01.06.2015).

73. Envirotemp™ FR3™ fluid [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.envirotempfluids.com/> (Дата обращения: 01.06. 2015).
74. Патент US 2002109128 (A1), класс H01B 3/20, опубл. 15.08.2002 г.
75. Патент WO 0078900 (A1), класс H01B 3/20, опубл. 28.12.2000 г.
76. Патент US 2006030499 (A1), класс H01B 3/20, опубл. 09.02.2006 г.
77. Патент RU 2405223 H01F27/12; H01B3/20; H01B 3/46. Электроизоляционная жидкая композиция на основе растительного масла /Торшин Ю.В. , Менахин Л.П., Шарковский В.А. заявитель и патентообладатель ФГУП ВЭИ им. В.И. Ленина; Бюл. № 23(II ч.). – 6 с.: ил.
78. McShane, C.P. Vegetable-oil-based dielectric coolants // IEEE Industry Applications Magazine. – 2002. – Vol. 8, Iss. 3. – pp. 34 – 41.
79. Иванов, К.И. Промежуточные продукты и промежуточные реакции автоокисления углеводородов / К.И. Иванов. – М. – Л.: Гостоптехиздат. – 1949. – 192 с.
80. Петров, А.А. Углеводороды нефти. – М.: Наука. – 1984. – 263 с.
81. Viertel, J. Thermal aging and degradation of thin films of natural ester dielectric liquids / J. Viertel, K.Ohlsson, S. Singha // Proc. of IEEE International Conference on Dielectric Liquids (ICDL). – Trondheim. – 2011. – pp. 315 – 318.
82. Гарифуллин, М.Ш. Контроль технического состояния маслонаполненного трансформаторного электрооборудования методами оптической спектроскопии: диссертация на соискание учёной степени д-ра техн. наук: 05.11.13 / Гарифуллин Марсель Шарифьянович. – Казань, 2014. – 288 с.
83. Марков, В.А. Состав и теплота сгорания биотоплив, получаемых из растительных масел / В.А. Марков, С.А. Нагорнов, С.Н. Девянин // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. – Сер. «Естественные науки». – 2012. – № 2. – С. 65 –80.
84. ГОСТ 8988-2002. Масло рапсовое. Технические условия. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. – 23с.
85. ГОСТ 53457-2009. Масло рапсовое. Технические условия. – М.: Стандартиформ, 2010. – 15с.

86. ГОСТ 31759-2012. Масло рапсовое. Технические условия. – М.: Стандартинформ, 2014. – 15с.

87. ГОСТ 28582-90 (ISO 2049-72). Нефтепродукты. Метод определения цвета. – М.: Стандартинформ, 2006. – 4с.

88. Методические указания по определению оптической мутности трансформаторного масла герметичных вводов 110 кВ и выше силовых трансформаторов и шунтирующих реакторов. – М.: РАО ЕЭС России. – Приказ РАО ЕЭС России № 497 от 07.08.2007 г. – 16 с.

89. Коробейников, С.М. Электрофизические процессы в газообразных, жидких и твердых диэлектриках. Процессы в жидкостях. Учебное пособие. – Новосибирск: НГТУ. – 2010. – 126 с.

90. IEC 60247:2004 : Insulating liquids – Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor ( $\tan \delta$ ) and d.c. resistivity.– Ed. 3.0. – Geneva, IEC Central Office. – 2004. – 56 p.

91. Колушев, Д.Н. Непрерывный контроль качества трансформаторного масла / Д.Н. Колушев, А.В. Широков, И.Л. Ротберт // НРЭ. – 2011. – №1. – С. 29 – 37.

92. ГОСТ 6581-75. Материалы электроизоляционные жидкие. Методы электрических испытаний (с изменениями 1, 2, 3). – М.: Стандартинформ. – 2008. – 18с.

93. Дудкин, С.М. Измерение влажности трансформаторного масла. Учебное пособие / С.М. Дудкин, А.Е. Монастырский [и др.]. – С.-Петербург: ПЭИПК, 2002. – 36 с.

94. РД 34.43.107-95 - Методические указания по определению содержания воды и воздуха в трансформаторном масле. – М.: АО ВНИИЭ, 1996 – 42с.

95. ГОСТ 6356-75. Нефтепродукты. Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле (с Изменениями N 1, 2, 3). – М.: Стандартинформ, 2006 – 5с.

96. ГОСТ 17216-2001 Чистота промышленная. Классы чистоты жидкостей. – М.: Стандартинформ, 2008 – 11с.

97. ГОСТ 5985-79. Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа (с Изменениями N 1, 2). – М.: Издательство стандартов, 1994 – 8с.

98. № МКХА 06-09 Методика количественного химического анализа. Определение содержания водорастворимых кислот в эксплуатационных трансформаторных маслах.– С-Пб.: «НПО «Электрум». – 2012. – 6 с.

99. СТО 56947007- 29.180.010.070-2011. Методические указания по определению поверхностного натяжения трансформаторных масел на границе с водой методом отрыва кольца. Стандарт организации. – М.: ОАО «ФСК ЕЭС». – 2011. – 16 с.

100. Большая советская энциклопедия: в 30 т. / Гл. ред. А. М. Прохоров. — 3-е изд. - М: Советская энциклопедия, 1969-1978.

101. Жосан, А.А. Сравнение физико-химических свойств дизельного топлива и рапсового масла / А.А. Жосан, Ю.Н. Рыжов, А.А. Курочкин // Вестник Орёл ГАУ. – 2011. – Вып. 4, том 31. – С. 72-74.

102. Аникеева, М.А., Арбузов, Р.С., Живодерников, С.В., Лазарев, Е.А., Панов, М.А., Овсянников, А.Г. Диагностические признаки для отбраковки вводов высокого напряжения с бумажно-масляной изоляцией // Электро, 2009, №1. – С.22-25.

103. IEC 62770 (2013): Fluids for electrotechnical applications - Unused natural esters for transformers and similar electrical equipment – Edition 1.0. – Geneva, IEC Central Office. – 2013. – 38 с.

104. Ушаков В.Я., Климкин В.Ф., Коробейников С.М., Лопатин В.В. Пробой жидкостей при импульсном напряжении / Под ред. проф., д.т.н. В.Я. Ушакова. – Томск: Изд-во НТЛ, 2005. – 488 с.

105. Л.А.Дарьян, А.П.Дрожжин, С.М.Коробейников, В.С.Тесленко, М.А.Аникеева Регистрация микропузырьков в трансформаторном масле.// Письма в ЖТФ, 2008, том 34, вып.17, с.88-94.

106. СТО 56947007- 29.180.010.094 – 2011. Методические указания по определению содержания газов, растворенных в трансформаторном масле. – М.: ОАО «ФСК ЕЭС». – 2011. – 35 с.

107. Бузаев, В. В. Уточнение коэффициентов растворимости содержащихся в трансформаторном масле газов / В.В Бузаев, Л.А. Дарьян, Ю. М. Сапожников // Электрические станции. – 2006. – № 12. – С. 58 – 63.

108. Аникеева М.А., Коробейников С.М., Исследование растворимости газов в рапсовом масле как электроизоляционном материале // Journal of Engineering Thermophysics, ТВТ, 25(2), 2015. - С. 236-238.

109. Аникеева, М.А., Коробейников, С.М. Исследование свойств рапсового масла как электроизоляционного материала // Сборник докладов XI международной научной конференции «Современные проблемы электрофизики и электрогидродинамики» МРЕЕ, С.-Петербург, ИД «Петроградский», 2015г. с. 183-187.

110. Коробейников, С.М. Растворение пузырьков диагностических газов в трансформаторном масле / С.М. Коробейников, Ю.Г. Соловейчик [и др.] // ТВТ. 2011.Т. 49, №5. стр. 771-776.

111. ГОСТ Р 51487-99 Масла растительные и жиры животные. Метод определения перекисного числа. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001 – 8с.

112. Просенко А.Е., Дюбченко О.И., Терах Е.И., Марков А.Ф., Горох Е.А., Бойко М.А. Синтез и исследование антиокислительных свойств алкилзамещенных гидроксibenзил-додецилсульфидов. //Нефтехимия. – 2006. – №4(46). – С. 310-315.

113. Просенко А.Е., Клепикова С.Ю., Кандалинцева Н.В., Дюбченко О.И., Душкин М.И., Зенков Н.К., Меньщикова Е.Б. Синтез и исследование антиоксидантных свойств новых водорастворимых серосодержащих фенольных соединений // Бюл. СО РАМН.– 2001.– № 1.– С. 114–126.

114. РД 34.43.105-89 Методические указания по эксплуатации трансформаторных масел. – М.: СПО Союзтехэнерго, 1989 – 47 с.

115. Аникеева М.А., Коробейников С.М., Исследование стабильности против окисления рапсового масла как диэлектрической жидкости для высоковольтного оборудования / Study of stability against oxidation of rapeseed oil // «Журнал инженерной теплофизики / Journal of Engineering Thermophysics (JET)», 2016, №2, том V/25, с.236-239



## ПРИЛОЖЕНИЕ А

## Акты внедрения научных положений и выводов диссертации

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ООО «Болид»  
Д.И. САРИН



## АКТ

внедрения результатов исследований Аникеевой Марии Александровны на тему  
«Исследование характеристик растительных масел для высоковольтного  
маслонаполненного электрооборудования»

гор. Новосибирск

25 марта 2016 г.

На предприятии создана комиссия в следующем составе:

1. Председатель: Ширковец А.И. – начальник отдела международных отношений и инжиниринга, к.т.н.
2. Член комиссии: Кузьмин А.А. – начальник отдела перспективных разработок.
3. Член комиссии: Сергеев И.И. – ведущий инженер, научно-исследовательского отдела.

Рассмотрены результаты внедрения выводов и рекомендаций диссертации Аникеевой М.А., представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук.

Комиссия пришла к следующему выводу: использование разработанных методик определения стойкости к окислению изоляционных жидкостей повысит безопасность эксплуатации высоковольтного оборудования и должно привести к экономическому эффекту до 150 тыс. руб. в год за счет снижения стоимости анализов проб изоляционных жидкостей. Срок окупаемости капитальных вложений при внедрении составит менее 1 года.

Председатель комиссии  
Член комиссии  
Член комиссии



А.И. Ширковец  
А.А. Кузьмин  
И.И. Сергеев

УТВЕРЖДАЮ



Директор филиала  
АО «НТЦ ФСК ЕЭС» – СибНИИЭ, к.т.н.

С.А. КАНДАКОВ

## АКТ

внедрения результатов диссертационной работы  
Аникеевой Марии Александровны на тему  
«Исследование характеристик растительных масел для высоковольтного  
маслонаполненного электрооборудования»

гор. Новосибирск

30 мая 2016 г.

Диссертационная работа Аникеевой М.А. рассмотрена комиссией в составе:

1. Председатель: Гайворонский А.С. – заместитель директора филиала – начальник отдела инжиниринга, к.т.н.
2. Член комиссии: Никитина Н.Г. – начальник планового отдела.
3. Член комиссии: Богданов О.В. – старший научный сотрудник отдела инжиниринга, к.т.н.

Комиссия рассмотрела выводы и рекомендации диссертации Аникеевой М.А., представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук.

Комиссия пришла к следующим выводам:

1 Методика оценки окислительной способности, предложенная Аникеевой М.А., была использована в 2015 г. при анализе характеристик масла, залитого в испытательные трансформаторы фирмы «TUR» высоковольтного испытательного стенда СибНИИЭ.

2 Использование разработанной автором изоляционной жидкости на основе рапсового масла в электротехническом оборудовании высокого напряжения повысит пожаробезопасность эксплуатации оборудования и, по сравнению с нефтяными трансформаторными маслами, даст значительный экологический эффект при утилизации отработавшей жидкости.

3 Внедрение результатов разработки приведёт и к экономическому эффекту за счёт снижения стоимости систем пожаротушения и отказа от приобретения дорогих импортных аналогов: Envirottemp FR3, Midel 7131, Biotemp. Однако расчёт экономического эффекта и срока окупаемости пока провести невозможно из-за отсутствия данных о стоимости будущих жидкостей при освоении их промышленного производства.

Председатель комиссии

Член комиссии

Член комиссии

А.С. Гайворонский

Н.Г. Никитина

О.В. Богданов

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

## Протоколы высоковольтных испытаний

ИЛ филиала ЭСС ЕНЭС – Новосибирская СПБ

Протокол № 01-26-11-15 Лист 1 из 2

**ИСПЫТАТЕЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ**  
 Филиал ОАО «Электросетьсервис ЕНЭС» - СПБ «Электросетьремонт»

Аттестат аккредитации № **РОСС RU.0001.22НР40**Срок аккредитации до: **«28» октября 2016 г.**

Адрес: Россия, 630126, г. Новосибирск, микрорайон Зеленый бор, дом 7.

Тел/Факс (383) 269-23-00, 269-95-15 E-mail: nspb@nspb.ru

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ИЛ

  
 С.В. Живодерников  
 «26» \_\_\_\_\_ 2015 г.  
 МП.

**ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ**  
**ФИЗИКО – ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**  
 № 01-26-11-15 от «26» ноября 2015г.

**1. Общие сведения**

Заказчик испытаний	-	Класс напряжения, кВ	-
Наименование предприятия	-	Год выпуска / год ввода в эксплуатацию	-
Наименование ПС	-	Тип защиты	-
Диспетчерское наименование	-	Заводской №	-
Тип оборудования	-	Место отбора пробы	-

**2. Информация о пробе****2.1. Соответствие НТД**

Метод отбора образцов	-
НД, на соответствие которым проводятся испытания	-

**2.2. Данные о пробе**

Наименование продукции/ Код ОКП (ТН ВЭД)	Марка, тип, ГОСТ	Внешний вид пробы	Объем пробы, мл	Дата доставки пробы в лабораторию	Шифр пробы
<b>Масло рапсовое*</b>	<b>Марка «П», ГОСТ 8988-2002</b>	<b>Прозрачное, бледно-жёлтое</b>	<b>500</b>	<b>25.11.2015</b>	<b>-</b>

**2.3. Условия отбора пробы**

Причина отбора	Испытание в рамках исследоват. работы	Отбор проб произвел	Аникеева М.А.
Температура ОС, °С	<b>+23</b>	Дата отбора пробы	-
Температура пробы при отборе, °С	<b>+23</b>	Протокол отбора проб (номер, дата)	-

**3. Условия проведения испытаний**

Дата испытания	<b>26.11.2015г.</b>	
Параметр	Допустимые значения	Фактические значения
Температура окр. воздуха, °С	(20±5)	<b>22,9</b>
Влажность воздуха, %	Не более 80	<b>17,3</b>
Давление атмосферное, мм рт.ст.	(750±30)	<b>758,65</b>



Настоящий протокол испытаний распространяется только на образцы (пробы), подвергнутые испытаниям, и не может быть полностью или частично воспроизведён, тиражирован и распространён без разрешения испытательной лаборатории.



**4. Испытательное оборудование и средства измерения**

№ п/ п	Наименование оборудования	Тип	Зав. номер	Класс точности / погрешность	Аттестат, свидетель- ство о поверке	Дата следующей поверки
1	Аппарат для определения электрической прочности жидких диэлектриков	УИМ-90М	948	Относительная погрешность измерения напряжения, не более 3%	№075890	03.12.2015
2	Установка для контроля качества трансформаторного масла	АСТ-2М	031	Абсолютная погрешность $\pm 0,02$ (1,0+tg $\delta$ )	25/3	23.03.2016

**5. Результаты испытаний**

№ п/ п	Наименование показателя масла, единицы измерения	НД	Норма		Результат испытания**
			Ограни- чиваю- щая область нормальн ого состояни я	Предель- но допусти- мая	
1	Пробивное напряжение, кВ, не менее/ коэф. вариации, %	ГОСТ 6581-75	-	-	<b>70,6 / 3,1</b>
2	Тангенс угла диэлектрических потерь при 20/50/70/90°C, %	ГОСТ 6581-75	-	-	<b>1,98/ 8,11 / 16,31/25,41</b>

\*- данный тип продукции не входит в область аккредитации;

\*\* - фактическое значение параметра рассчитано на основании двух параллельных испытаний, пробивное напряжение рассчитано на основании шести последовательных определений.

**6. Заключение**

Ведущий инженер

(Должность)

  
(Подпись)

Аникеева М.А.

**ИСПЫТАТЕЛЬНАЯ ЛАБОРАТОРИЯ**  
Филиал ОАО «Электросетьсервис ЕНЭС» - СПБ «Электросетьремонт»

Аттестат аккредитации № **РОСС RU.0001.22HP40**Срок аккредитации до: **«28» октября 2016 г.**

Адрес: Россия, 630126, г. Новосибирск, микрорайон Зеленый бор, дом 7.

Тел/Факс (383) 269-23-00, 269-95-15 E-mail: nspb@nspb.ru

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ИЛ

С.В. Живодерников

«26» 11 2015 г.

**ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ**  
**ФИЗИКО – ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**  
**№ 02-26-11-15 от «26» ноября 2015г.**

**1. Общие сведения**

Заказчик испытаний	-	Класс напряжения, кВ	-
Наименование предприятия	-	Год выпуска / год ввода в эксплуатацию	-
Наименование ПС	-	Тип защиты	-
Диспетчерское наименование	-	Заводской №	-
Тип оборудования	-	Место отбора пробы	-

**2. Информация о пробе****2.1. Соответствие НТД**

Метод отбора образцов	-
НД, на соответствие которым проводятся испытания	-

**2.2. Данные о пробе**

Наименование продукции/ Код ОКП (ТН ВЭД)	Марка, тип, ГОСТ	Внешний вид пробы	Объем пробы, мл	Дата доставки пробы в лабораторию	Шифр пробы
<b>Масло рапсовое с антиокислит. присадкой*</b>	<b>Марка «П», ГОСТ 8988-2002</b>	<b>Прозрачное, бледно-жёлтое</b>	<b>500</b>	<b>25.11.2015</b>	<b>-</b>

**2.3. Условия отбора пробы**

Причина отбора	<b>Испытание в рамках исследоват. работы</b>	Отбор проб произвел	<b>Аникеева М.А.</b>
Температура ОС, °С	<b>+23</b>	Дата отбора пробы	-
Температура пробы при отборе, °С	<b>+23</b>	Протокол отбора проб (номер, дата)	-

**3. Условия проведения испытаний**

Дата испытания	<b>26.11.2015г.</b>	
Параметр	Допустимые значения	Фактические значения
Температура окр.воздуха, °С	(20±5)	<b>22,9</b>
Влажность воздуха, %	Не более 80	<b>17,3</b>
Давление атмосферное, мм рт.ст.	(750±30)	<b>758,65</b>



Настоящий протокол испытаний распространяется только на образцы (пробы), подвергнутые испытаниям и не может быть полностью или частично воспроизведён, тиражирован и распространён без разрешения испытательной лаборатории.

**4. Испытательное оборудование и средства измерения**

№ п/ п	Наименование оборудования	Тип	Зав. номер	Класс точности / погрешность	Аттестат, свидетель- ство о поверке	Дата следующей поверки
1	Аппарат для определения электрической прочности жидких диэлектриков	УИМ- 90М	948	Относительная погрешность измерения напряжения, не более 3%	№075890	03.12.2015
2	Установка для контроля качества трансформаторного масла	АСТ-2М	031	Абсолютная погрешность $\pm 0,02 (1,0 + \text{tg} \delta)$	25/3	23.03.2016

**5. Результаты испытаний**

№ п/п	Наименование показателя масла, единицы измерения	НД	Норма		Результат испытания**
			Ограни- чиваю- щая область нормальн ого состояния	Предель- но допусти- мая	
1	Пробивное напряжение, кВ, не менее/ коэф. вариации, %, не более	ГОСТ 6581-75	-	-	<b>76,6 / 3,8</b>
2	Тангенс угла диэлектрических потерь при 20/50/70/90°C, %, не более	ГОСТ 6581-75	-	-	<b>1,95/ 8,23/ 15,79/ 25,06</b>

\*- данный тип продукции не входит в область аккредитации;

\*\* - фактическое значение параметра рассчитано на основании двух параллельных испытаний, пробивное напряжение рассчитано на основании шести последовательных определений.

**6. Заключение**

Ведущий инженер  
(Должность)

  
(Подпись)

Аникеева М.А.