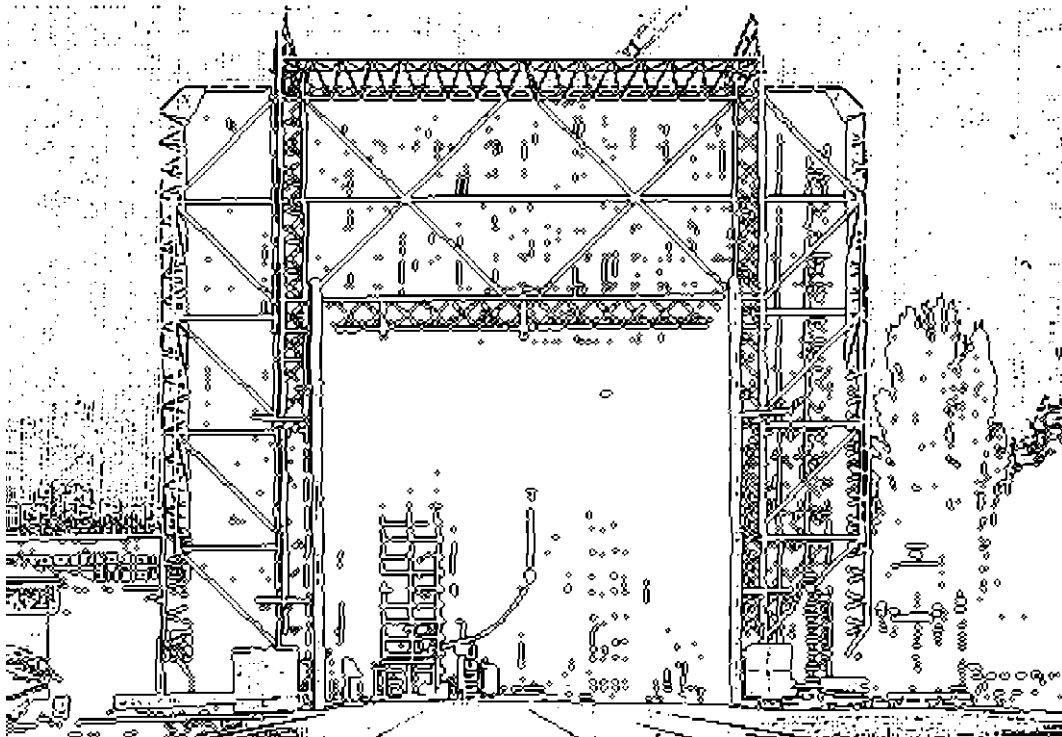


TECHNISCHE UNIVERSITÄT GRAZ

DIPLOMARBEIT



INSTITUT FÜR HOCHSPANNUNGSTECHNIK
UND SYSTEMMANAGEMENT

Methoden zur Charakterisierung der Materialeigenschaften von Feinglimmerisolierungen rotierender Hochspannungsmaschinen

Methods for the Evaluation of the Materials Properties of Mica Based
Insulation Systems for High Voltage Rotating Machines

Diplomarbeit

vorgelegt von

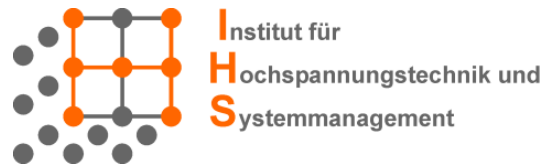
Thomas Heid

Graz, Februar 2011

Durchgeführt am

Institut für Hochspannungstechnik und Systemmanagement der TU Graz

in Kooperation mit Andritz Hydro



Institutsvorstand: O.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Dr.h.c. Michael Muhr

Begutachter: Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Rudolf Woschitz

Betreuer: Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Rudolf Woschitz

Dipl.-Ing. Reinhard Mlecnik, Andritz Hydro

Vorwort

Diese Diplomarbeit entstand im Zuge eines dreijährigen FFG-Forschungsprojektes in Kooperation zwischen dem Institut für Hochspannungstechnik und Systemmanagement der TU Graz und Andritz Hydro in Weiz. Während meiner Arbeit an dem Forschungsprojekt und dieser Diplomarbeit haben mich viele Menschen begleitet, bei denen ich mich auf diesem Weg gerne bedanken möchte.

Besonderer Dank gilt dem Institut für Hochspannungstechnik und Systemmanagement der TU Graz, allen voran O.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Dr.h.c Michael Muhr, für die Ermöglichung einer praxisnahen Ausbildung im Laufe meiner mehrjährigen Tätigkeiten hier am Institut. Gleichmaßen möchte ich meinem Betreuer Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Rudolf Woschitz für sein Vertrauen und seine Unterstützung danken, die es mir ermöglicht haben, meine persönlichen Interessen im Zuge vieler interessanter Projekte zu vertiefen und wertvolle praktische Erfahrungen zu sammeln. Weiters möchte ich mich bei Univ.-Doz. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christof Sumereder für seine Unterstützung bei meßtechnischen Belangen, sowie Frau Angelika Straka für die Assistierung bei den Stoßspannungsprüfungen.

Danken möchte ich auch der F&E-Abteilung von Andritz Hydro in Weiz, unter der Leitung von Dr. Franz Ramsauer und dem Abteilungsleiter für Isolationstechnologie Dr. Gerhard Lemesch, für die Möglichkeit der Durchführung dieser Arbeit und den vertiefenden Einblick in die Thematik der Maschinenisolationen, bereits während der Arbeit an dem genannten Forschungsprojekt.

Weiters möchte ich mich bei den Herren DI Herbert Fink, DI Reinhard Mlecnik, Ing. Günther Mußbacher und Erich Falk für ihre fachliche Unterstützung während der Arbeiten am Forschungsprojekt und der Diplomarbeit, ebenso wie Herrn Helmut Mauerhofer für seine Hilfe bei den mechanischen Prüfungen, den Herren Herbert Geiger und Michael Schmallegger für ihre nützlichen Ratschläge und ihre tatkräftige Unterstützung bei den Probenvorbereitungen während des Forschungsprojektes und meiner Diplomarbeit, sowie Herrn Thomas Moser für seine Unterstützung bei den chemischen Analysen im Zuge des Forschungsprojektes, bedanken. An dieser Stelle möchte ich mich vor allem auch bei Dr. Sabine Bichler für ihre überaus wertvolle Unterstützung bei der Organisation und Durchführung der chemischen und thermischen Analysen im Zuge meiner Diplomarbeit, sowie die informativen Diskussionen und Lektionen, die mir einen sehr interessanten Einblick in die Polymerchemie geboten haben.

Des Weiteren möchte ich mich bei Univ. Prof. Mag. Dr. Wolfgang Kern vom Institut für Chemie der Kunststoffe der MU Leoben für die Möglichkeit der Durchführung der Infrarotspektroskopie und TMA-Analysen in den Räumlichkeiten des Instituts, sowie den

Herren DI Roman Führer und DI Dietmar Lenko für ihre jeweilige Unterstützung bei den Untersuchungen, herzlich bedanken.

Ebenso möchte ich mich bei Herrn Ing. Hartmuth Schröttner und dem Team des Instituts für Feinstrukturforschung und Elektronenmikroskopie der TU Graz, für die aufschlußreiche Führung am Institut und dem damit verbundenen Einblick in die Welt der Elektronenmikroskopie, bedanken.

Weiters bedanke ich mich bei Frau Karin Hasenhütl sowie den Herren Bernd Bodner und Michael Hinteregger für die sorgsame Lektorierung meiner Diplomarbeit und ihre konstruktiven Anregungen.

Abschließend möchte ich mich bei meinen Freunden und Kollegen vom Hochspannungszeichensaal der TU Graz für ihren Rückhalt, sowie bei meinen Eltern und meiner Familie, die mich stets dazu ermutigt haben meinen eigenen Weg zu bestreiten, ganz herzlich bedanken.

Kurzfassung

Isolationssysteme rotierender elektrischer Hochspannungsmaschinen aus Feinglimmer und Epoxydharzen sind im Betrieb nicht nur hohen elektrischen und mechanischen Belastungen, sondern auch hohen thermischen Beanspruchungen ausgesetzt. Ebenso können äußere Einflüsse wie Luftfeuchtigkeit und Verschmutzungen das Isolationsverhalten beeinflussen.

Die vorliegende Arbeit, die im Zuge eines FFG-Forschungsprojektes entstand, soll einen Überblick über Untersuchungsmethoden der Elektrotechnik, sowie Methoden aus dem Bereich der Materialprüfung bieten, mit Hilfe derer die Materialeigenschaften zur Klassifizierung, Qualitätskontrolle bzw. Qualitätsanalyse und Zustandsbewertung von Feinglimmerisolierungen bestimmt werden können. Diese Methoden umfassen Verfahren zur chemischen, elektrischen, mechanischen und thermischen Charakterisierung von Materialeigenschaften.

Anhand ausgewählter Methoden erfolgten eine elektrische Charakterisierung zweier Glimmerbandtypen und ein Vergleich einiger Isolationssysteme unterschiedlicher Hersteller mittels Verlustfaktormessung, Biege-, Zug- und Spaltprüfungen, wie auch die Bestimmung der Glasübergangstemperaturen und Wärmeausdehnungskoeffizienten durch eine thermomechanische Analyse dieser Isolierungen.

Des Weiteren wurden das unterschiedliche Vernetzungsverhalten von neuem und altem Harz mittels Fourier-Transform-Infrarotspektrometrie, sowie interessante Phänomene, die an lebensdauergeprüften Generatorstäben aufgefunden wurden, durch Untersuchungen mit Rasterelektronenmikroskopie bzw. Fourier-Transform-Infrarotspektrometrie analysiert.

Schlüsselwörter

- Feinglimmerisolierungen
- rotierende Hochspannungsmaschinen
- Isolationssysteme
- Materialprüfung
- Glasübergangstemperatur
- Spannungsfestigkeit
- Verlustfaktor
- VPI
- Resin-Rich

Abstract

Mica based insulations of high voltage machines are exposed to high electrical, mechanical as well as thermal stresses during operation. Furthermore, ambient factors like humidity and pollution can affect the insulation's characteristics.

The work in hand, which was conducted during a FFG research project, shall give a comprehensive idea of materials properties characterisation methods for classification as well as quality analysis and the evaluation of the condition of mica based insulations. These methods include procedures for a proper evaluation of the chemical, electrical, mechanical and thermal material properties, not only by means of electrical measurement, but also by methods of material testing.

In this work two different types of mica tapes had to be electrically classified. Moreover different insulation systems had to be compared regarding their dielectric dissipation factors as well as their mechanical properties and the different glass transition temperatures on the basis of practical measurements.

Additionally the different cross linking mechanisms of new and old resins used for VPI based production of mica based insulations had to be analysed. This was achieved by applying Fourier transform infrared spectrometry. In addition to those investigations, several phenomena, which have been detected at life cycled stator bars, had to be analysed, using scanning electron microscopy and Fourier transform infrared spectrometry.

Keywords

- Mica based insulations
- Rotating high voltage machines
- Insulation systems
- Material testing
- Glass transition temperatures
- Dielectric strength
- Dielectric loss factor
- VPI
- Resin-rich

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Aufgabenstellung	1
1.2	Isolierungssysteme rotierender Hochspannungsmaschinen.....	2
2	Chemische Charakterisierung.....	5
2.1	Infrarot(IR)-Spektroskopie	5
2.2	Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	10
2.3	Weitere Untersuchungsmethoden.....	13
2.3.1	Computertomographie (CT)	13
2.3.2	Dichtebestimmung.....	14
2.4	Verwendete Normen	14
3	Elektrische Charakterisierung.....	15
3.1	Verlustfaktormessung	15
3.1.1	Messung mittels Schering-Brücke	17
3.1.2	Vektorielle Impedanzmessung	18
3.2	Isolationswiderstandsmessung.....	19
3.2.1	Spezifischer Durchgangswiderstand.....	20
3.2.2	Spezifischer Oberflächenwiderstand	21
3.2.3	Polarisationsindex	22
3.3	Spannungsprüfung.....	22
3.4	Weiterführende Untersuchungsmethoden	24
3.4.1	Wechselspannungsprüfungen.....	25
3.4.2	Gleichspannungsprüfungen	26
3.4.3	Elektrische Lebensdauerprüfung	28
3.4.4	Teilentladungsmessung.....	29
3.4.5	Bestimmung der relativen Beständigkeit gegen Durchschlag infolge von Oberflächenteilentladungen	30
3.5	Verwendete Normen	31
4	Mechanische Charakterisierung	33

4.1	Biegeversuch	34
4.2	Zugversuch	36
4.3	Spaltversuch	38
4.4	Weiterführende Untersuchungsmethoden	39
4.4.1	Zeitstand-Zugversuch	39
4.4.2	Zeitstand-Biegeversuch	39
4.4.3	Dreipunktbiegeverfahren mit kurzem Balken	40
4.4.4	Schlagzähigkeitsprüfung nach CHARPY	41
4.4.5	Dynamisch-Mechanische Analyse (DMA)	41
4.5	Verwendete Normen	43
5	Thermische Charakterisierung	44
5.1	Thermomechanische Analyse (TMA)	44
5.2	Weiterführende Untersuchungsmethoden	46
5.2.1	Thermogravimetrische Analyse (TGA)	46
5.2.2	Differential Scanning Calorimetry (DSC)	47
5.2.3	Wärmeleitfähigkeitsmessung	48
5.3	Verwendete Normen	49
6	Praktische Untersuchungen	51
6.1	Vergleich der Reaktionskinetik zwischen Neu- und Altharz	51
6.1.1	Probenvorbereitung	52
6.1.2	Versuchsdurchführung	52
6.1.3	Ergebnisse	54
6.1.4	Diskussion der Ergebnisse	56
6.2	Untersuchung diverser Phänomene in der Isolierung anhand von Feinschnitten aus spannungsgeprüften Stäben	58
6.2.1	Analyse der unterschiedlich gefärbten Bereiche in der Isolierung	59
6.2.2	Analyse der dunkel gefärbten Falte in der Isolierung	65
6.2.3	Analyse der harzarmen Bereiche unterhalb des AGS	68
6.2.4	Diskussion der Ergebnisse	70
6.3	Elektrische Prüfungen	72

6.3.1	Stoßspannungsprüfung.....	72
6.3.2	Oberflächenwiderstandmessung.....	76
6.3.3	Durchgangswiderstandmessung.....	79
6.3.4	Verlustfaktormessung an harzgetränkten Feinglimmerplatten.....	80
6.3.5	Verlustfaktormessung an Generatorstäben.....	82
6.3.6	Diskussion der Ergebnisse.....	83
6.4	Mechanische Prüfungen.....	85
6.4.1	Biegeprüfungen.....	85
6.4.2	Zugprüfungen.....	91
6.4.3	Spaltprüfung.....	94
6.4.4	Diskussion der Ergebnisse.....	96
6.5	Thermomechanische Analysen an vier unterschiedlichen Isolationssystemen.....	98
7	Zusammenfassung.....	104
Anhang A	VI
A.1	Abkürzungsverzeichnis.....	VI
Anhang B	VII
B.1	Beurteilung der chemischen Analyseverfahren.....	VII
B.2	Beurteilung der thermischen Analyseverfahren.....	VIII
B.3	Beurteilung der mechanischen Analyseverfahren.....	IX
Abbildungsverzeichnis	X
Tabellenverzeichnis	XIV
Literaturverzeichnis	XV

1 Einleitung

Die Anforderungen an moderne Isolationssysteme rotierender elektrischer Hochspannungsmaschinen, aus Feinglimmerbändern und Epoxydharzen, steigen mit einer immer höheren Maschinenausnutzung, im Sinne der Wirtschaftlichkeit, und der Forderung nach höheren Betriebsfeldstärken und somit einer Leistungssteigerung bei gleichen Maschinendimensionen. Frühe Maschinenisolierungen wurden, mangels fehlender Modelle und Rechenkapazitäten, derart überdimensioniert, dass auch heute noch einige Maschinen, die am Anfang des letzten Jahrtausends gefertigt wurden, einsatzbereit sind. Heute hingegen geht der Trend zu immer leistungsfähigeren Maschinen mit höheren Nennspannungen, bei möglichst kompakter Bauweise. Dabei müssen die Isolierungen steigenden Belastungen stand halten. Bedingt durch die höheren elektrischen Beanspruchungen kommt es zu einem erhöhten Wärmeeintrag in die Isolierung und den dadurch einhergehenden höheren thermischen Belastungen dieser, was vor allem für die verwendeten Epoxydharzsysteme ein Problem darstellt. Neben hohen elektrischen und thermischen Beständigkeiten sollen die Isolierungen auch hohen mechanischen Beanspruchungen, wie sie vor allem aus unterschiedlichen Wärmedehnungen der Isolierung und dem Kupferleiter selbst oder aufgrund elektrodynamischer Kräfte in transienten Betriebsfällen entstehen, stand halten.

Um solche Feinglimmerisolierungen genauest möglich auslegen und berechnen zu können müssen zunächst die Materialeigenschaften der Einzelkomponenten bzw. der gesamten Isolierung charakterisiert werden, um die mathematische Modellierung erst zu ermöglichen.

1.1 Aufgabenstellung

Ziel dieser Arbeit war es, einen Überblick über aussagekräftige Untersuchungsmethoden zu bieten, anhand derer eine umfassende Charakterisierung der Materialeigenschaften von Feinglimmerisolierungen, wie sie für rotierende Hochspannungsmaschinen verwendet werden, möglich ist. Neben einer beschreibenden Darstellung dieser Methoden, sollen die Möglichkeiten der Informationsgewinnung daraus dargestellt und ein Normenüberblick gegeben werden. Diese Methoden umfassen Verfahren zur chemischen, elektrischen, mechanischen und thermischen Charakterisierung der Materialeigenschaften. Desweiteren waren, mittels praktischer Anwendung von geeigneten Untersuchungsmethoden, spezifische Problemstellungen an Feinglimmerisolierungen, respektive vergleichende Messungen an unterschiedlichen Stabtypen (diverser Hersteller) oder deren Isolierungen, sowie eine elektrische Charakterisierung zweier Glimmerbänder, durchzuführen und auszuwerten.

1.2 Isolierungssysteme rotierender Hochspannungsmaschinen [1]

Eine Unterscheidung der Isolationssysteme elektrischer Maschinen, kann anhand der Wicklungselemente und/oder dem jeweilig verwendeten Herstellungsprozess erfolgen. Als Wicklungselemente kommen sowohl *Generatorstäbe* als auch *Formspulen* zum Einsatz, die leicht abweichend aufgebaute Isolierungen haben. Bei den Herstellungsprozessen wird nach dem *Vakuum Druck Verfahren* (engl. *Vacuum Pressure Impregnation* - VPI) und dem Spulenpressverfahren (engl. *Resin-Rich Technology* - RR) unterschieden. Ein beispielhafter Aufbau eines Isolationssystems ist in Bild 1.1 dargestellt. Der *Roebelstab* besteht aus den *Teilleitern* (A) aus (lackiertem) Kupfer, die mit einer *Teilleiterisolierung* (B), entweder aus Glimmerband oder lacküberzogenem Glasgewebe, umwickelt werden. Die Teilleiter sind zueinander verdrillt (verroebelt) um die ohmschen Verluste aufgrund des *Skin effekts* zu minimieren. Darüber kann die *Strangisolierung* (C), die vor Windungsschlüssen (speziell bei Formspulen) schützen soll, aufgebracht werden. *Glimmerbänder* (D), die je nach Verfahren entweder porös (VPI) oder harzreich (RR) ausgeführt sind, bilden, in einer entsprechenden, der Betriebsfeldstärke angepassten Lagenzahl, die *Hauptisolierung* (H), auch *Nuthülsenisolierung* genannt. Die Hauptisolierungen von Stäben und Spulen werden im VPI-Prozess *kontinuierlich*, also über die gesamte Stablänge bzw. Spule, aus einem Band aufgebracht. Beim RR-Verfahren hingegen werden für den Nutteil und den Wickelkopfbereich separate Bänder aufgebracht, die Isolierung ist *diskontinuierlich* aufgebaut. Im Nutteil wird bei beiden Verfahren ein leitfähiges Band oder Lack (F - schwarz), der sogenannte *Außenglimmschutz* (AGS) aufgebracht, um eine potentialfreie Ankopplung der Isolierung zum Blechpaket zu bewirken, wodurch Teilentladungen (TE) vermieden, oder zumindest stark verringert werden können. Im Wickelkopfbereich werden bei Maschinen höherer Betriebsspannungen zusätzlich halbleitende Bänder (F - grau), der *Endenglimmschutz* (EGS), aufgewickelt, die zur Spannungssteuerung dienen. Zuletzt wird der Wickelkopf mit einem *Abdeckband* (E) umwickelt, das vor Feuchtigkeit, Schmutz etc. schützen soll.

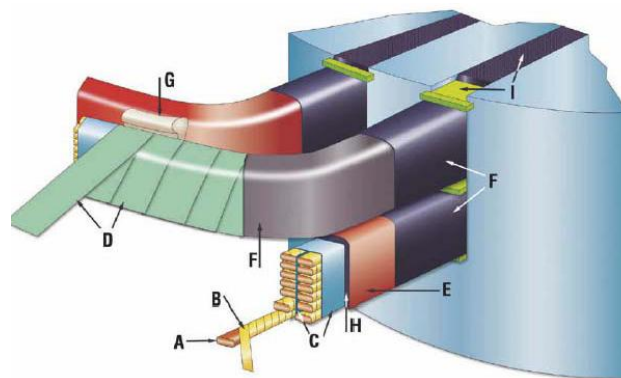


Bild 1.1: Aufbau eines Isolationssystems für drehende Hochspannungsmaschinen [1]

Die Fixierung der Wicklungen, beim Einbau der Spulen und Stäbe, erfolgt mittels *Nutverschlusskeilen* (I) und *Abstandshaltern* (G).

Häufig wird, zumindest bei Generatorstäben, unterhalb der Nuthülsenisolation noch ein leitfähiges Band, der *Innenglimmschutz* (IGS) bzw. die *Innenpotentialsteuerung* (IPS), auf den Unterwickel aufgebracht. Diese liegt auf demselben Potential wie der Kupferleiter und bewirkt eine Vergleichmäßigung des elektrischen Feldes zwischen Kupferleiter und Nuthülse.

Da, wie bereits erwähnt, zwei unterschiedliche Herstellungsprozesse für Stäbe und Spulen Anwendung finden, sollen diese noch kurz beleuchtet werden.

VPI-Verfahren

Bei VPI-Verfahren werden poröse Glimmerbänder für die Hauptisolation verwendet, die nur einen sehr geringen Harzgehalt aufweisen. Das enthaltene Harz dient dabei hauptsächlich zur Fixierung der Feinglimmerschuppen auf dem Trägermaterial des Bandes (häufig ein feines Flachglasgewebe). Im VPI-Prozess kommen zweierlei Sorten von Glimmerbändern zu Einsatz, Bänder mit und ohne Beschleuniger. Werden für das VPI-Verfahren beschleunigerhaltige Bänder verwendet, muss ein zu dem Beschleuniger kompatibles Tränkharz verwendet werden. Ein gängiger Beschleuniger ist das Zinknaphthenat, das zur Verwendung mit Epoxidharz auf Bisphenol A Basis geeignet ist. Nachdem die Stäbe fertig bewickelt wurden, werden diese in eine Tränkvorrichtung eingelegt und in dem Tränkkessel beheizt (ca. 60 °C). Nach dem Aufheizen des Kessels und der Stäbe darin, wird ein Vakuum an den Kessel angelegt, um Luft, Feuchtigkeit und leicht flüchtige Stoffe in der Isolierung abzusaugen. Nach entsprechender Anliegezeit des Vakuums, abhängig von Größe des Tanks und der Stäbe, wird der Kessel mit einem vorgeheizten Harz-Härter Gemisch geflutet. Die Temperatur des Tränkharzes bedingt dessen Viskosität, die gezielt darüber eingestellt werden kann. Nach einer weiteren Zeit unter Vakuum, während der das Harz in der Isolierung gelieren kann und letzte Luft- und Feuchtigkeitsreste abgesaugt werden, wird das Harz-Härter Gemisch abgepumpt und der Kessel mit Druck (ca. 5 bar) beaufschlagt, um das Harz auch in die letzten Hohlräume innerhalb der Isolierung hinein zu drücken. Die Dauer dieses Imprägniervorgangs ist von den Stabdimensionen abhängig. Die Kontrolle des Vorgangs kann mittels Kapazitätsmessungen an den Stäben erfolgen (vgl. Bild 1.2). Nach dem Ende der Imprägnierphase werden die Stäbe in einem Ofen fertig ausgehärtet.

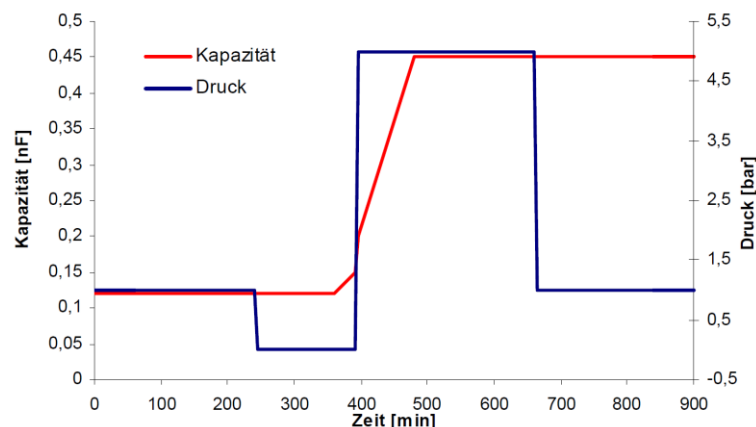


Bild 1.2: Verlauf von Stabkapazität und Druck beim Imprägniervorgang im VPI-Verfahren [1]

Resin-Rich-Verfahren

Im Resin-Rich-Verfahren werden harzreiche Bänder verwendet, die bereits eine ausreichende Menge an Harz, Härter und Beschleuniger enthalten. Wie bereits erwähnt werden beim RR-Verfahren die Nutisolierung und die Wickelkopfisolierung mit unterschiedlichen Bändern aufgebracht. Bei der Stab- bzw. Spulenherstellung werden diese nach dem Bewickeln unter Temperatur gepresst. Dazu werden diese zunächst durch geringen Druck der Heizplatten auf die Stab- bzw. Spulenoberflächen vorgeheizt. Dabei erwärmt sich das Harz in der Isolierung und wird flüssig. Nach einer gewissen Zeit werden die Heizplatten dann unter hohem Druck geschlossen (vgl. beispielhaft Bild 1.3) und somit das flüssige Harz in die Hohlräume der Isolierung gepresst, während eingeschlossene Luft dadurch hinaus gedrückt wird. Während dem Pressvorgang beginnt das Harz zu gelieren. Im Anschluss an den Pressvorgang kommen die Stäbe bzw. Spulen in einen Ofen um fertig auszuhärten.

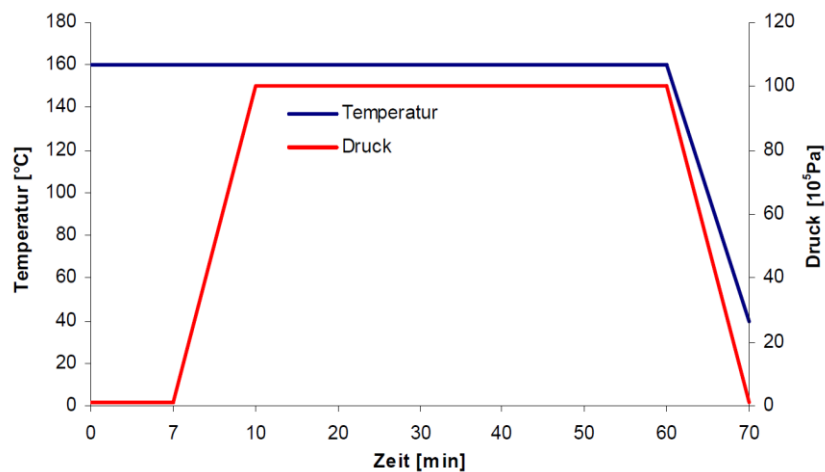


Bild 1.3: Verlauf von Temperatur und Druck während des Pressvorgangs beim Resin-Rich-Verfahren [1]

2 Chemische Charakterisierung

Durch die Untersuchung der chemischen Eigenschaften einer Feinglimmerisolierung können wichtige Erkenntnisse über Struktur und Zusammensetzung der Isolierung gewonnen werden. Zusätzlich können anhand der Analyse chemischer Vorgänge sowohl bei der Herstellung der Isolierung als auch während oder nach dem Betrieb einer elektrischen Maschine ergänzende Informationen generiert werden, die das Verständnis über eventuell auftretende Phänomene, beispielsweise elektrischer oder mechanischer Natur, ermöglichen.

Aus einer Vielzahl möglicher Analysemethoden muss bei der Auswahl der Verfahren besonderes Augenmerk auf die Zusammensetzung der zu untersuchenden Isolierung gelegt werden, da einige Methoden nur zur Analyse organischer Komponenten, andere wiederum nur für die Untersuchung anorganischer Bestandteile eingesetzt werden können. Dies muss für die chemische Charakterisierung von Feinglimmerisolierungen, die Verbundwerkstoffe aus organischem Epoxidharz und den anorganischen Komponenten Glimmer und Glasfasern darstellen, bei der Versuchsplanung im Speziellen berücksichtigt werden.

2.1 Infrarot(IR)-Spektroskopie [2]

Die IR-Spektroskopie basiert, wie alle spektroskopischen Methoden, auf der Wechselwirkung zwischen elektromagnetischer Strahlung und Materie. Beim Auftreffen von elektromagnetischer Strahlung auf eine Probe kommt es zur Schwächung der *Intensität* I_0 des auftreffenden Strahls durch *Reflexion* I_R , *Streuung* I_S und *Absorption* I_A (Bild 2.1).

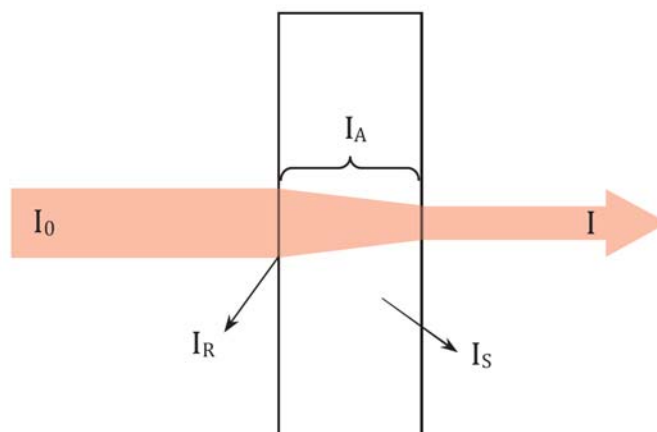


Bild 2.1: Intensitätsschwächung beim Durchgang von Strahlung durch Materie [2]

Für die IR-Spektroskopie stellt die Anregung von Molekülschwingungen durch die Absorption von Strahlung im IR-Spektrum die Untersuchungsgrundlage dar. Dabei weisen die

*funktionellen Gruppen*¹ von organischen Verbindungen charakteristische Schwingungen auf, denen spezifische *Absorptionsbanden*² im *polychromatischen* IR-Spektrum zuordenbar sind. Somit eignet sich die IR-Spektroskopie optimal zur Strukturaufklärung organischer Verbindungen. Es können Alterungsvorgänge oder Reaktionsabläufe (z.B. Polymerisierung) von organischen Verbindungen über die Verlagerung bzw. Entstehung neuer spezifischer Absorptionsbanden durch Reaktionen und/oder die Änderung der Absorptionsstärke von solchen Banden untersucht werden.

Theoretische Grundlagen [3] [4]

Die physikalischen Grundlagen der Absorption sind im BOUGUER-LAMBERT-BEERSCHEN Gesetz beschrieben. Wenn ein Lichtstrahl der *Intensität* I_0 senkrecht auf ein isotropes Medium trifft, z.B. eine Lösung mit *Schichtdicke* d [m], der *Konzentration* c [$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$] und dem spezifischen *Absorptionskoeffizienten* α , folgt für die *Intensitätsschwächung* dI entlang der zurückgelegten *Wegstrecke* x im Medium:

$$dI = -\alpha \cdot c \cdot d \cdot I \cdot dx \quad (2.1)$$

Nach Umstellen der Gleichung und anschließender Integration in den Grenzen $I_0, x = 0$ und $I, x = d$ folgt:

$$\int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = -\alpha \cdot c \cdot d \cdot \int_0^d dx \quad (2.2)$$

Durch Lösen des Integrals ergibt sich aus

$$\ln \frac{I_0}{I} = \alpha \cdot c \cdot d \quad (2.3)$$

die *Strahlintensität* I des zu untersuchenden Lichtbündels nach Verlassen des Mediums zu:

$$I = I_0 e^{-\alpha c d} \quad (2.4)$$

Durch Umrechnen von Formel (2.3) in den dekadischen Logarithmus ergibt sich die *dekadische Absorbanz* A

$$\log \frac{I_0}{I} = A = 2,303 \cdot \alpha \cdot c \cdot d \quad (2.5)$$

¹ Teile eines Moleküls die für die chemischen Eigenschaften wie dessen Reaktionsverhalten

² Wellenlängenbereich in dem eine Intensitätsschwächung von Strahlung beim Durchtreten von Materie aufgrund Absorption stattfindet

deren Abhängigkeit zu den einzelnen *Wellenzahlen* in Form eines Spektrums dargestellt wird. Der für die meisten analytischen Zwecke relevante Bereich des IR-Spektrums beschränkt sich auf *Wellenlängen* λ zwischen 2,5 μm und 25 μm , wobei sich statt der Wellenlänge deren reziproker Wert, die *Wellenzahl* $\tilde{\nu}$ [cm^{-1}] etabliert hat.

$$\tilde{\nu} = \frac{1}{\lambda} \quad [\text{cm}^{-1}] \quad (2.6)$$

Der entsprechende, der Wellenlänge äquivalente Bereich der Wellenzahlen erstreckt sich von 4000 cm^{-1} bis 400 cm^{-1} . Die Wellenzahl ist sowohl der *Frequenz* ν der absorbierten Strahlung als auch der *absorbierten Energie* ΔE proportional. In welchem Bereich des Spektrums eine funktionelle Gruppe nun zu Absorptionen führt ist abhängig von der benötigten Anregungsenergie der jeweiligen Schwingung. Anhand der *Ausbreitungsgeschwindigkeit* c von Licht

$$c = \lambda \cdot \nu \quad \text{folgt mit} \quad \nu = \frac{c}{\lambda} = c \cdot \tilde{\nu} \quad (2.7)$$

für die Anregungsenergie ΔE einer Schwingung der Frequenz ν unter Berücksichtigung des *Planckschen Wirkungsquantums* h :

$$\Delta E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda} = h \cdot c \cdot \tilde{\nu} \quad (2.8)$$

Die Schwingungsfrequenz ν und somit die Lage der Absorptionsbanden im Spektrum ist einerseits abhängig von der Stärke der Bindung zwischen den Atomen einer funktionellen Gruppe und andererseits von den beteiligten Atommassen. Je höher die Bindungsenergie und je kleiner die schwingenden Atommassen, desto höher die Frequenz. Somit schwingen Gruppen mit Dreifach-Bindungen mit höheren Frequenzen als jene mit Zweifach-Bindungen. Diese wiederum mit höheren Frequenzen als Gruppen mit Einfach-Bindungen. In der Literatur findet man umfassende Tabellen mit Absorptionsbanden von bekannten funktionellen Gruppen, die zur Auswertung eines IR-Spektrums herangezogen werden können.

Funktionsweise von IR-Spektrometern [3] [5]

Es können grundsätzlich zwei Arten von IR-Spektrometern unterschieden werden. Die herkömmlichen Prismen- bzw. Gitter-Spektrometer sowie die fortschrittlicheren und ungleich leistungsfähigeren Fourier-Transform (FT)-IR-Geräte (Bild 2.2). Das Grundprinzip beider Geräte basiert, wie bereits beschrieben, auf der selektiven Schwächung von Teilbereichen des Spektrums einer IR-Lichtquelle beim Durchgang einer Probe aufgrund frequenzbedingter Anregung von Molekülschwingungen. Über einen *Detektor* wird die restliche Strahlung, die durch die Probe gelangt, aufgenommen, digitalisiert und als Spektrum

ausgegeben. Der wesentliche Unterschied der beiden Geräte-Typen besteht in der Erfassung der einzelnen Frequenzen des IR-Spektrums.

Bei den klassischen IR-Geräten wird der aus der Probe austretende Strahl mittels *Monochromator* (entweder ein Beugungsgitter oder ein Prisma) spektral zerlegt, wodurch jede einzelne Wellenlänge des IR-Spektrums nacheinander vom Detektor separat aufgenommen werden kann. Die Ausgabe erfolgt üblicherweise in einem Diagramm mit den Wellenzahlen in absteigender Reihenfolge auf der Abszisse und der Durchlässigkeit der Probe, auch *Transmission* genannt, auf der Ordinate. Die *Transmission* T [%] ergibt sich aus dem Verhältnis der *Strahlintensität* I nach dem Durchgang durch die Probe zur *Intensität* I_0 des auftreffenden Strahls auf die Probe

$$T = \frac{I}{I_0} [\%] \quad (2.9)$$

Das FTIR-Spektrometer hingegen erfasst alle Frequenzen zugleich und bringt somit eine deutliche Zeitersparnis gegenüber dem aufwendigen Scan jeder einzelnen Wellenlänge. Erreicht wird dies mit Hilfe eines *Interferometers*, bestehend aus einem halbdurchlässigen Strahlteiler, einem festen ebenen Spiegel und einem beweglichen Spiegel (Bild 2.2 unten).

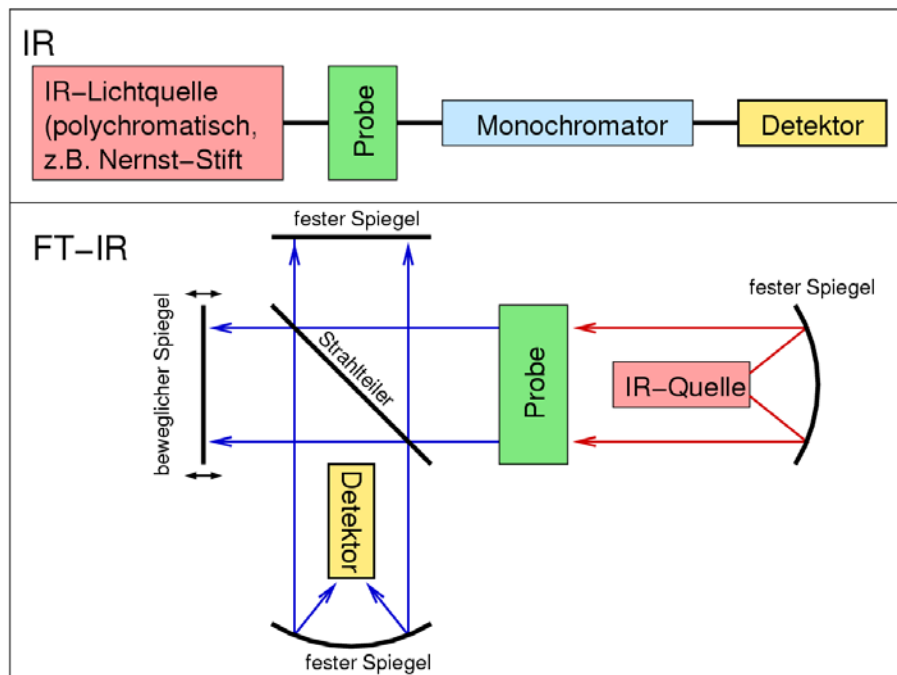


Bild 2.2: Schematischer Aufbau von IR- und FTIR-Spektrometern [6]

Beim Auftreffen des von der IR-Quelle emittierten polychromatischen Lichtbündels auf den Strahlteiler wird es in zwei zueinander senkrechte Lichtbündel aufgesplittet. Das erste Teilbündel wird am festen Spiegel reflektiert und am Strahlteiler erneut aufgeteilt, wovon ein Teil in Richtung der IR-Quelle zurückgelenkt wird und keinerlei weitere Bedeutung hat, während der andere Teil zum Detektor durchgelassen wird. Das zweite Teilbündel, das zum beweglichen Spiegel gelangt ist, wird dort ebenso reflektiert und am Strahlteiler ähnlich dem

ersten Teilbündel aufgeteilt. Wiederum wird ein Teil in Richtung der IR-Quelle gelenkt und der andere in Richtung des Detektors. Die zum Detektor gelangenden Strahlen interferieren unmittelbar hinter dem Strahlteiler in Abhängigkeit der Position bzw. des *Hubs* x des beweglichen Spiegels. Bei der Null-Position (gleicher Abstand zum Strahlteiler wie der feste Spiegel) kommt es durch *konstruktive Interferenz* zu einem Maximum im *Interferogramm*, während sich mit zunehmendem Hub $\pm x$ *destruktive Interferenz* ergibt (Bild 2.3 links).

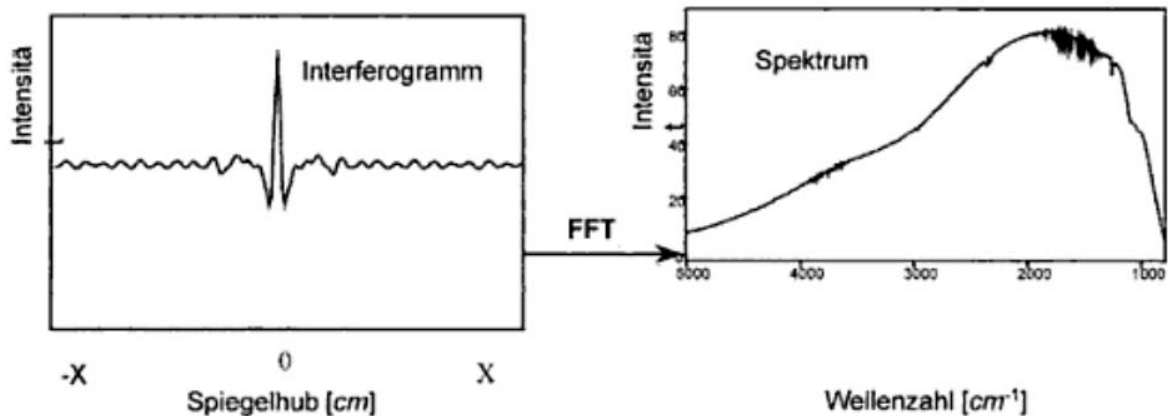


Bild 2.3: Interferogramm und Rückführung in Bandenspektrum [4]

Das resultierende Interferogramm wird anschließend mittels FFT rechnergestützt in ein interpretierbares Bandenspektrum rücktransformiert (Bild 2.3 rechts).

Abgeschwächte Totalreflexion (ATR)

Eine abgewandelte Form der FTIR-Spektroskopie ist die ATR-Spektroskopie. Sie kommt dann zum Einsatz, wenn eine Transmissionsspektroskopie aufgrund der starken Absorption des zu untersuchenden Materials bzw. einer zu großen Schichtdicke nicht mehr anwendbar ist. Dabei wird der IR-Strahl anstatt durch die Probe durch den sogenannten ATR-Kristall geführt und an der Grenzfläche zwischen Kristall und Probenoberfläche gebrochen bzw. reflektiert (Bild 2.4). Die vielfache innere Reflexion erhöht die Nachweisempfindlichkeit dieser Methode. Solche ATR-Kristalle werden häufig aus Germanium oder Diamant hergestellt. [7]

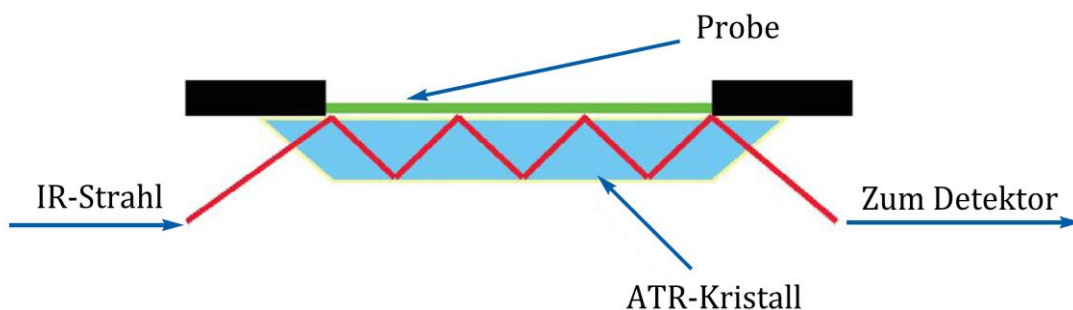


Bild 2.4: Schema ATR-Spektroskopie [7]

2.2 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die Rasterelektronenmikroskopie ist eine hochauflösende Methode zur Oberflächenanalyse von Werkstoffen, die um mehrere Größenordnungen höhere Auflösungen ermöglicht, als bei herkömmlichen Lichtmikroskopen möglich. Die REM basiert auf der Wechselwirkung eines fein gebündelten Elektronenstrahls mit Atomen auf der Oberfläche, bzw. wenige Nanometer darunter. Beim Auftreffen des Elektronenstrahls auf die Oberfläche werden diverse Signale ausgelöst (Bild 2.5) und mittels Detektoren registriert. Durch geeignete Auswertung der Signale können Aussagen über die physikalische Beschaffenheit und die chemische Zusammensetzung der Oberfläche getroffen werden. [8]

Theoretische Grundlagen [8] [9]

Trifft der hochenergetische primäre Elektronenstrahl (in Bild 2.5 gelb eingezeichnet) auf Atome einer Probe, kann es zu unterschiedlichen Wechselwirkungen mit diesen kommen. Atome bestehen bekanntlich aus einem positiv geladenen Kern und einer Atomhülle aus Elektronen, die den Kern auf unterschiedlichen Schalen umkreisen. Nach außen hin heben sich die positiven und negativen Ladungen eines Atoms auf - es ist elektrisch neutral. Trifft nun ein *Primärelektron* auf ein Atom, wird unter hoher Wahrscheinlichkeit ein Elektron der äußeren Schalen herausgeschlagen und das Atom ionisiert. Die dabei entstehenden niederenergetischen *Sekundärelektronen (SE)* können nur aus einem sehr kleinen Bereich unter dem Auftreffpunkt an der Probenoberfläche (roter Bereich in Bild 2.5) aus ihr heraustreten. Kommt es beim Zusammenstoß eines Primärelektrons mit einem Atom zu keiner Ionisierung der äußeren Schalen, kann es zur Reflektion des Primärelektrons kommen. Die dabei Reflektierten hochenergetischen *Rückstreu-elektronen (RE)* können aus einem weit größeren Volumen der Probe unterhalb des Auftreffpunktes wieder aus ihr heraustreten (grüner Bereich in Bild 2.5). Je höher die Ordnungszahl des Atoms ist, desto häufiger kommt es zur Aussendung von Rückstreu-elektronen.

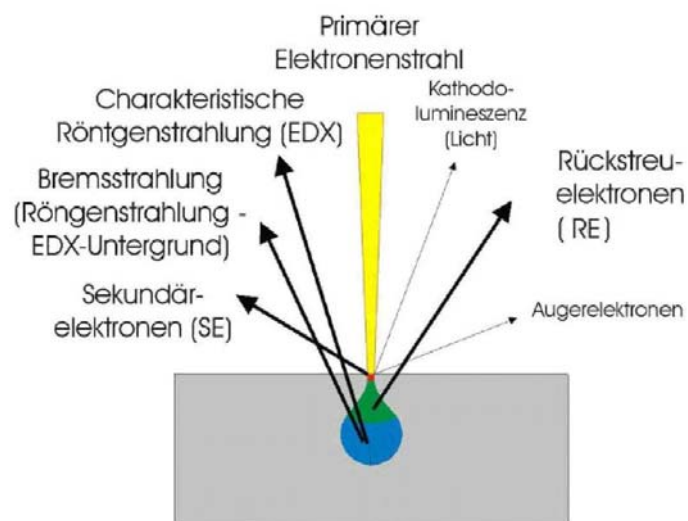


Bild 2.5: Wechselwirkungsbereich und austretende Strahlungssignale [10]

Ein weiteres Phänomen, das jedoch wesentlich seltener auftritt, ist die Ionisierung von inneren Schalen, da hierzu wesentlich höhere Energien nötig sind (abhängig von der *Ordnungszahl*³ des Atoms). Kehrt das Atom in seinen Grundzustand zurück, kann dabei eine für das Atom charakteristische *Röntgenstrahlung (X)* freigesetzt werden, deren Energie ebenfalls von der Ordnungszahl abhängt. Dieser Effekt kann für analytische Zwecke genutzt werden.

Funktionsweise von Rasterelektronenmikroskopen [8] [9]

Bei der Rasterelektronenmikroskopie wird die Oberfläche einer Probe, wie aus dem Namen ersichtlich ist, mittels Elektronenstrahl rasterförmig abgetastet. Dabei fährt ein scharf fokussierter Elektronenstrahl entlang einer Linie mit der Länge des zu untersuchenden Bereichs über die Probenoberfläche. Anschließend wird der Elektronenstrahl an die Startposition zurückgeführt und entsprechend seiner Breite am Auftreffpunkt an der Probenoberfläche nach unten versetzt. Dieses Prozedere wird solange wiederholt, bis der gesamte zu untersuchende Bereich abgerastert wurde. Die Hauptkomponenten eines Rasterelektronenmikroskops stellen die *Elektronenquelle*, die *Elektronenlinse*, die *Ablenkeinheit*, die *Aperturblende* sowie die *Vakuum-Probenkammer* inklusive *Detektoren* dar (Bild 2.6).

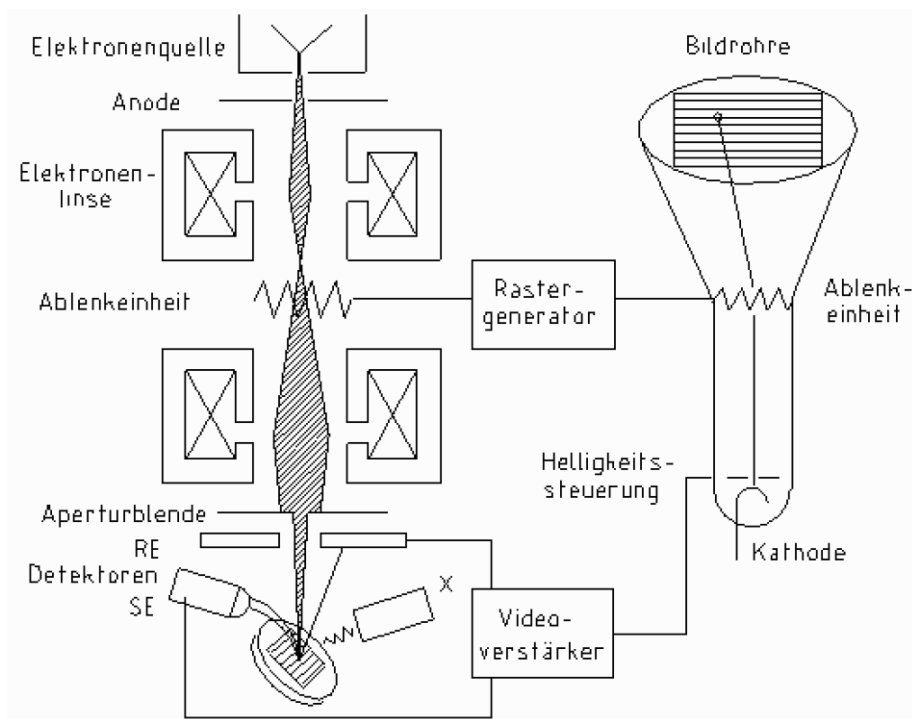


Bild 2.6: Schematische Darstellung eines REM [11]

Der Elektronenstrahl wird in der *Elektronenquelle*, bestehend aus einem beheizten Wolframdraht mit sehr scharfer Spitze und einem Wehneltzylinder zur Bündelung des

³ entspricht der Anzahl an Protonen im Atomkern

Strahls, erzeugt. Durch Anlegen einer Vorspannung (bis ca. 3 kV) zwischen Wehnelt Elektrode und Wolframdraht entsteht an der Spitze des Drahts eine ausreichend hohe Feldstärke um Elektronen zu emittieren. Diese werden aufgrund der Potentialdifferenz (ca. 30 kV) zwischen Anode und Wehneltzylinder im elektrischen Feld beschleunigt. Die *Elektronenlinsen* bündeln den Elektronenstrahl und verhindern dadurch ein zu großes Auffächern des Strahls. Somit kann die Probenoberfläche mit einem möglichst feinen Strahl abgetastet werden. Die *Ablenkeinheit* besteht aus zwei elektromagnetischen Spulenpaaren. Das erste Paar lenkt den Elektronenstrahl in X-Richtung, das zweite in Y-Richtung aus. Die gleichen Signale dienen zur Ansteuerung der *Kathodenstrahlröhre*, auf der das resultierende Bild des Rasterbereiches ausgegeben wird (rechts in Bild 2.6). Die Auflösung des Rasterelektronenmikroskops kann mittels *Aperturblende* eingestellt werden. Je kleiner die Öffnung der Blende, desto schmaler der Primärelektronenstrahl, desto höher die Auflösung. Gleichzeitig wird dadurch allerdings auch die Strahlintensität geschwächt, was sich für analytische Zwecke ungünstig auswirken kann. Der auf die Probenoberfläche auftreffende Primärelektronenstrahl verursacht die bereits besprochenen Signale (RE, SE, X). Diese werden mit geeigneten *Detektoren* registriert, verstärkt und bewirken eine entsprechende Anzeige auf der Bildröhre. Dabei dienen die Sekundärelektronen für die plastische Darstellung der Probenoberfläche, während die Rückstreuielektronen für die Darstellung der Probenzusammensetzung genutzt werden können. Da mit höheren Ordnungszahlen der Atome in der Probe gleichzeitig mehr Rückstreuielektronen emittiert werden, kann über deren Intensität die Zusammensetzung über unterschiedliche Grauwerte dargestellt werden. Bereiche mit Atomen hoher Ordnungszahl werden deshalb auf der Bildröhre heller abgebildet. Ergänzend dazu kann anhand der entstehenden charakteristischen Röntgenstrahlungen die Art der vorhandenen chemischen Elemente bestimmt werden. Über die Intensität der einzelnen Röntgenlinien kann zusätzlich die Menge dieser Elemente gemessen werden.

Eine wichtige Voraussetzung für das Funktionieren der REM ist eine leitfähige Probe, damit störenden Restladungen schnellstmöglich von der Probe zur Erde abgeleitet werden können. Werden nicht leitfähige Proben untersucht, müssen diese zuvor mit leitfähigen Materialien bedampft werden (häufig Gold oder Kohlenstoff).

Zur Detektion der Röntgenstrahlen kommen zwei unterschiedliche Methoden zum Einsatz: *Energiedispersive Röntgenspektrometer (EDX)* oder *Wellenlängendispersive Röntgenspektrometer (WDX)*. Beim EDX-Verfahren wird anhand der Energie der charakteristischen Röntgenlinien auf die zugehörigen Elemente geschlossen und über die Intensität der jeweiligen Strahlung auf deren Menge. Es sind Nachweisgrenzen von etwa 1/10-Gewichtsprozent möglich. Beim EDX-Verfahren sind Messzeiten von etwa 10 bis 100 Sekunden normal. Wohingegen beim WDX-Verfahren, mit dem die Elemente nicht anhand der Energie sondern über die charakteristischen Wellenlängen der Röntgenstrahlen ermittelt werden, Nachweisgrenzen von bis zu 1/100-Gewichtsprozent möglich sind. Mittels REM sind bis zu 100.000-fache Vergrößerungen und Auflösungen bis 1 µm möglich.

2.3 Weitere Untersuchungsmethoden

Neben den bereits genannten Methoden werden sowohl in Forschung und Entwicklung als auch in der Qualitätskontrolle von Feinglimmerisolierungen häufig noch zusätzliche Untersuchungen angewendet.

2.3.1 Computertomographie (CT) [12] [13]

Die CT ist eine zerstörungsfreie Methode zur Defekterkennung bzw. Ortung von Fremdeinschlüssen innerhalb einer Isolierung. Sie beruht, ähnlich den spektroskopischen Methoden, auf der Schwächung elektromagnetischer Strahlung beim Durchgang durch Materie. Die durchtretende Strahlung wird dabei von einem Detektor erfasst und auf einem Bildschirm dargestellt, wobei dichtere Materie aufgrund der schwächeren Belichtung heller abgebildet wird. In der Materialprüfung kommen zwei unterschiedliche Detektoren zum Einsatz: der Zeilen- (Bild 2.7a) oder der Flachdetektor (Bild 2.7b). Im Gegensatz zu den in der Medizintechnik verwendeten CT-Geräten rotieren hierbei die Proben, nicht die Strahlenquelle und der Detektor. Um mit einem Zeilendetektor-CT ein dreidimensionales Bild aufzunehmen, müssen sowohl die Strahlenquelle als auch der Detektor vertikal über die Prüflingshöhe verschoben werden. Bei Geräten mit Flachdetektoren macht eine kegelförmige Durchleuchtung der Probe eine Verschiebung von Strahlenquelle und Detektor überflüssig. Für industrielle Materialprüfungen sind mittlerweile 3D-CT mit Flachdetektoren Standard. Nach der Aufzeichnung aller Projektionen erfolgt eine computergestützte numerische Rekonstruktion der 3D-Struktur des Prüflings. Die dabei generierten Bildpunkte werden *Voxel*⁴ genannt.

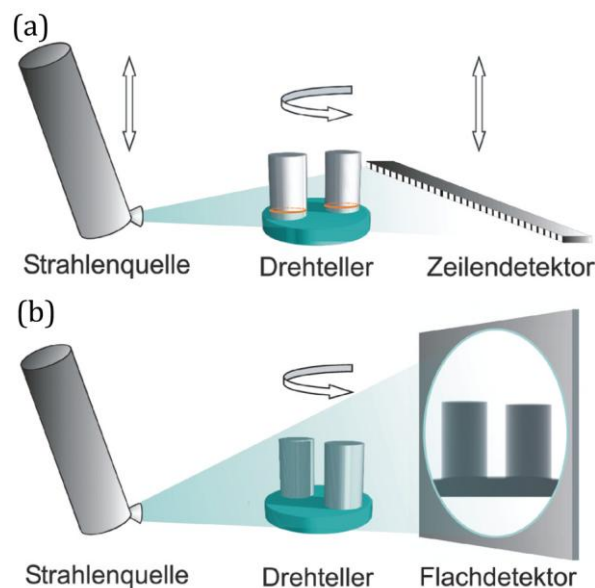


Bild 2.7: Funktionsweise eines CT mit (a) Zeilen- bzw. (b) Flachdetektor [12]

⁴ Volumetric Pixel

Anhand der unterschiedlichen Graustufenwerte der Voxel kann eine Aussage über Größe, Form und Verteilung von beispielsweise Harz- oder Lufteinschlüssen in der Feinglimmerisolierung getroffen werden. Ein wichtiger Schritt bei der CT-Untersuchung ist die Bestimmung der Bauteiloberfläche aus den generierten Voxeldaten. Um eine Unterscheidung der Grauwerte der untersuchten Isolierung zu ermöglichen, muss eine Referenzprobe mitgemessen werden, um Materialien ähnlicher Dichte (hier Harz und Luft) differenzieren zu können. Ein weiterer wichtiger Faktor bei CT-Untersuchungen ist die Probengröße bzw. deren Durchmesser. Da die Auflösung bei CT-Geräten je nach Bauart auf 512x512 Pixel oder 1024x1024 Pixel beschränkt ist, bedingt die Größe der Probe bzw. der größte gemessene Durchmesser die räumliche Auflösung dieser Methode (z.B. 5 mm \emptyset \rightarrow 5 μ m). Die optimalen Proben für die CT wären aufgrund des gleich bleibenden Durchmessers zylindrische Stäbe. Bei CT-Untersuchungen am ganzen Stab kommt es jedoch zu erheblichen Beeinflussungen der Messung aufgrund des Kupfers, weshalb dieses entweder vor der Untersuchung herausgearbeitet werden muss, oder nur die reine Feinglimmerisolierung untersucht werden kann.

2.3.2 Dichtebestimmung

Die Bestimmung der Dichte einer Feinglimmerisolation kann nach IEC 60371-2 am einfachsten nach dem Auftriebsverfahren laut ISO 1183-1 erfolgen. Dabei werden Isolationsstücke mit einer *Masse* m_1 von mindestens 1 g zuerst im trockenen Zustand gewogen. Anschließend werden die Isolationsstücke an einem dünnen Draht (mit Durchmesser $< 0,5$ mm) befestigt und frei schwebend unter destilliertem Wasser ein zweites Mal gewogen. Dabei ist die *Masse* m_2 um die des verdrängten Wassers verringert. Unter Berücksichtigung der *Dichte* des Wassers ρ_{Wasser} bei der entsprechenden Temperatur, kann die *Dichte* $\rho_{Isolation}$ des Isolationsstückes wie folgt berechnet werden:

$$\rho_{Isolation} = \frac{m_1 \cdot \rho_{Wasser}}{m_2} \quad (2.10)$$

Um eine Blasenhaftung an die Isolierung beim Eintauchen in das Wasser zu verhindern, kann dem Wasser etwas Benetzungsmittel beigemischt werden.

2.4 Verwendete Normen

IEC 60371 (2004) Specification for insulating materials based on mica - Part 2: Methods of test

ISO 1183 (2004) Plastics - Methods for determining the density of non-cellular plastics - Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method

3 Elektrische Charakterisierung

Die Bestimmung der elektrischen Eigenschaften von elektrischen Isolierungen bildet die Grundlage für die Dimensionierung und Auslegung elektrischer Komponenten. Elektrische Prüfungen von Feinglimmerisolierungen bzw. Stäben und Spulen von rotierenden elektrischen Maschinen finden nicht nur in der Forschung und Entwicklung oder bei Abnahmeprüfungen, sondern auch in Form von wiederkehrenden Untersuchungen von Maschinen im Betrieb zur Zustandsbewertung der Isolierung Anwendung. In unzähligen deutschen und internationalen Normen sind sowohl Verfahren zur Ermittlung der unterschiedlichen elektrischen Eigenschaften, als auch deren Grenzwerte festgelegt. Dabei unterscheiden sich diese Normen in der Hinsicht ihrer Anwendbarkeit, entweder auf reine Feinglimmerisolierungen oder komplette Stäbe bzw. Spulen (auch komplette Wicklungen) von Maschinen und in weiterer Folge auf die Größe respektive die Nennleistung der Maschinen. Für die elektrischen Prüfungen von Feinglimmerisolierungen muss unter Umständen die entsprechende Materialnorm IEC 60371 zusätzlich berücksichtigt werden.

3.1 Verlustfaktormessung [1] [14]

Der *Verlustfaktor* $\tan \delta$ ist eine der wichtigsten Kenngrößen eines Isolationssystems. Er ist von Faktoren wie Spannung, Temperatur und Frequenz abhängig und stellt ein Maß für die in der Isolierung auftretenden Verluste dar. Mittels Verlustfaktormessung kann beispielsweise eine Überwachung des Fertigungsprozesses von Feinglimmerisolierungen erfolgen. Eine starke Abweichung der $\tan \delta$ -Werte eines Generatorstabs oder einer Spule deuten auf Unregelmäßigkeiten innerhalb der Isolierung hin, wie sie etwa durch unvollständige Imprägnierung oder Aushärtung des Harzes zu Stande kommen können. Häufig können auch noch Veränderungen des $\tan \delta$ bei Messungen im Betrieb neuer Maschinen beobachtet werden. Abnehmende Werte des $\tan \delta$ in der Anfangsphase des Betriebs sind auf unvollständige Vernetzung während der Herstellung von Stäben oder Spulen zurückzuführen. Somit kann es im Betrieb einer Maschine Anfangs zu einer Erhöhung des Vernetzungsgrades und somit der Abnahme des $\tan \delta$ kommen. Anhand einer Erhöhung des $\tan \delta$ über die Lebensdauer einer Isolierung können zusätzlich Alterungserscheinungen nachgewiesen werden. Die Messung des $\tan \delta$ an reinen Isoliermaterialien in einem Frequenzbereich von 15 Hz bis 300 MHz wird in IEC 60250, die Messung an Stäben und Spulen von rotierenden Hochspannungsmaschinen in DIN EN 50209 beschrieben.

Theoretische Grundlagen

Wird an ein ideales Dielektrikum mit Kapazität C eine Wechselspannung angelegt, eilt der Strom \underline{I} der Spannung \underline{U} um den Winkel $\varphi = 90^\circ$ voraus. Bei einem reellen Dielektrikum kommt es allerdings aufgrund von *Leitfähigkeits-* sowie *Polarisationsverlusten* zu einer geringen Abweichung des Phasenwinkels φ um den *Verlustwinkel* δ (Bild 3.1).

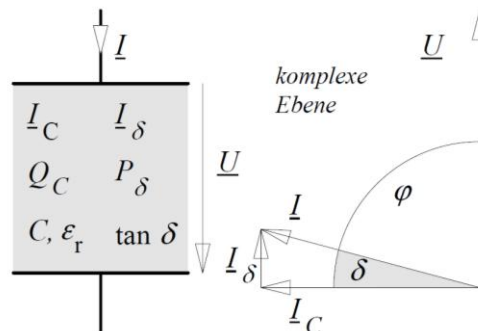


Bild 3.1: Verlustfaktor: Zeigerdiagramm anhand eines verlustbehafteten Dielektrikums [14]

Der aufgrund des endlichen Widerstands des Dielektrikums in ihm fließende Strom \underline{I}_δ ist in Phase mit der Spannung und bewirkt die *dielektrische Verlustleistung* \underline{P}_δ . Die *kapazitive Stromkomponente* \underline{I}_C eilt der Spannung um 90° voraus und verursacht die *kapazitive Blindleistung* \underline{Q}_C . Aus dem Zeigerdiagramm folgt der Verlustfaktor $\tan \delta$ mittels Tangentensatz mit dem Verlustwinkel δ zu:

$$\tan \delta = \frac{I_\delta}{I_C} \quad (3.1)$$

Ebenso gilt, unter Berücksichtigung der Leistungsgrößen

$$P_\delta = U \cdot I_\delta \quad \text{und} \quad Q_C = U \cdot I_C \quad (3.2)$$

folgender Zusammenhang für den Verlustfaktor:

$$\tan \delta = \frac{P_\delta}{Q_C} \quad (3.3)$$

Der Verlustfaktor gibt somit das Verhältnis der umgesetzten Wirk- zur Blindleistung in einem Dielektrikum wieder. Bei Stab- und Spulenprüfungen werden zudem der Anfangswert des Verlustfaktors $\tan \delta_{0,2}$ bei $0,2 U_N$, der hauptsächlich von den Ableitströmen über die Isolierung geprägt wird, sowie der Anstieg des Verlustfaktors $\Delta \tan \delta$ ermittelt, der durch Größe und Anzahl der Hohlräume in der Isolierung bedingt wird. Durch deutliche Zunahme des $\Delta \tan \delta$ kann auf einsetzende Teilentladungen rückgeschlossen werden. Neben diesen Spannungsbedingten Effekten kommt es bei höheren Temperaturen, aufgrund der zunehmenden Beweglichkeit von Ladungsträgern, Molekülen sowie Dipolen, zusätzlich zu Beeinflussungen des $\tan \delta$. Mit zunehmender Frequenz können die Dipole, bedingt durch ihre

Massenträgheit, der Änderung des elektrischen Feldes nicht mehr folgen. Es kommt zu einer stufenförmigen Abnahme des Verlustfaktors bei steigenden Frequenzen, die durch nacheinander aussetzende Polarisationsmechanismen bedingt wird. In Bild 3.2 sind die Einflüsse der Spannung, Frequenz und der Temperatur auf den Verlustfaktor grafisch dargestellt.

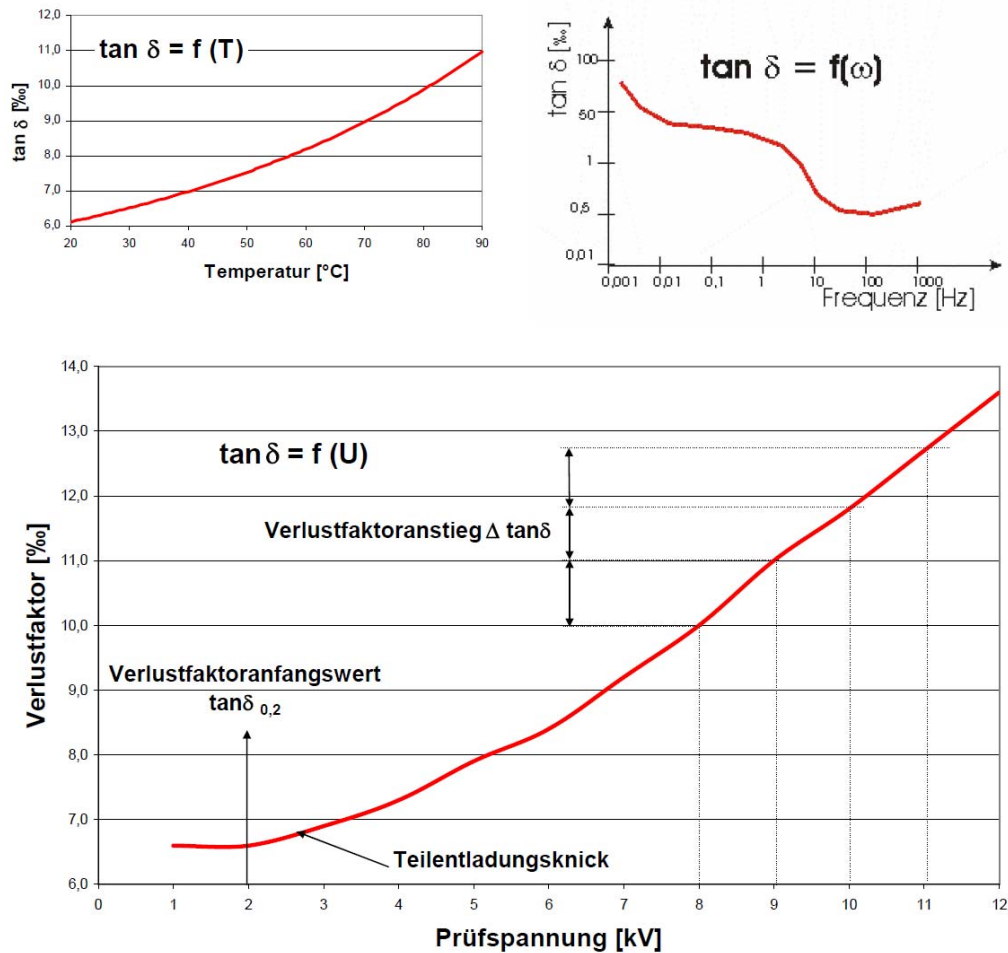


Bild 3.2: Abhängigkeit des Verlustfaktors von Spannung, Temperatur und Frequenz [1]

Die Messung des $\tan \delta$ kann auf herkömmliche Weise mittels Wechselstrombrücken (z.B. Schering-Brücke) erfolgen. Durch Weiterentwicklungen in der elektronischen Messtechnik hat sich zunehmend eine weitere Messmethode, die vektorielle Impedanzmessung, durchgesetzt.

3.1.1 Messung mittels Schering-Brücke

Die Verlustfaktormessung eines Prüflings - hier als Serienschaltung aus C_X und R_X dargestellt - mittels Schering-Brücke (Bild 3.3) erfolgt durch Abgleichen des Referenzzweiges durch die verstellbaren Impedanzen Z_3 und Z_4 . Der Referenzkondensator C_R und -widerstand R_4 sind bekannt. Für den Fall des Abgleichs liegen die beiden Punkte A und B auf gleichem Potential, d.h. es fließt kein Strom über das Galvanometer G (Nullindikator). Anhand der nun bekannten Größen R_3 und C_4 können der $\tan \delta$ und die Prüflingsimpedanz bestimmt werden.

Im abgeglichenen Zustand gilt:

$$\frac{\underline{Z}_x}{\underline{Z}_3} = \frac{\underline{Z}_R}{\underline{Z}_4} \quad \text{bzw.} \quad \frac{\underline{Z}_x}{\underline{Z}_3} = \underline{Z}_R \cdot \underline{Y}_4 \quad (3.4)$$

Durch Einsetzen der komplexen Größen folgt daraus

$$\frac{R_x + \frac{1}{j\omega C_x}}{R_3} = \frac{1}{j\omega C_N} \cdot \left(\frac{1}{R_4} + j\omega C_4 \right) \quad (3.5)$$

Nach Ausmultiplizieren und Aufteilen in Real- und Imaginärteil ergeben sich für die gesuchten Prüflingskenngrößen R_x und C_x :

$$R_x = \frac{R_3 C_4}{C_R} \quad \text{und} \quad C_x = \frac{C_R R_4}{R_3} \quad (3.6)$$

Für das serielle ESB des Prüflings folgt schlußendlich der Verlustfaktor $\tan \delta$ zu

$$\tan \delta = \omega C_x R_x = \omega C_4 R_4 \quad (3.7)$$

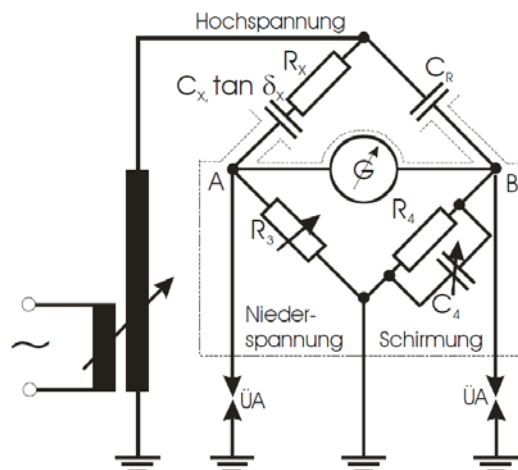


Bild 3.3: Hochspannungsbrücke nach Schering [1]

3.1.2 Vektorielle Impedanzmessung

Bei der vektoriellen Impedanzmessung werden die Ströme I_x durch den Prüfling und I_N in einem Referenzweig gemessen (Bild 3.4 links) und der Verlustfaktor $\tan \delta$ anhand der Phasenverschiebung der Grundschwingung (Bild 3.4 rechts) dieser Ströme berechnet. Diese Methode bietet den Vorteil einer elektronischen Messdatenerfassung. Zusätzlich kann aufgrund der computergestützten Berechnung der Größen auf den Abgleich der Messbrücke verzichtet werden, weshalb diese auch als unbalancierte Messbrücke bezeichnet wird.

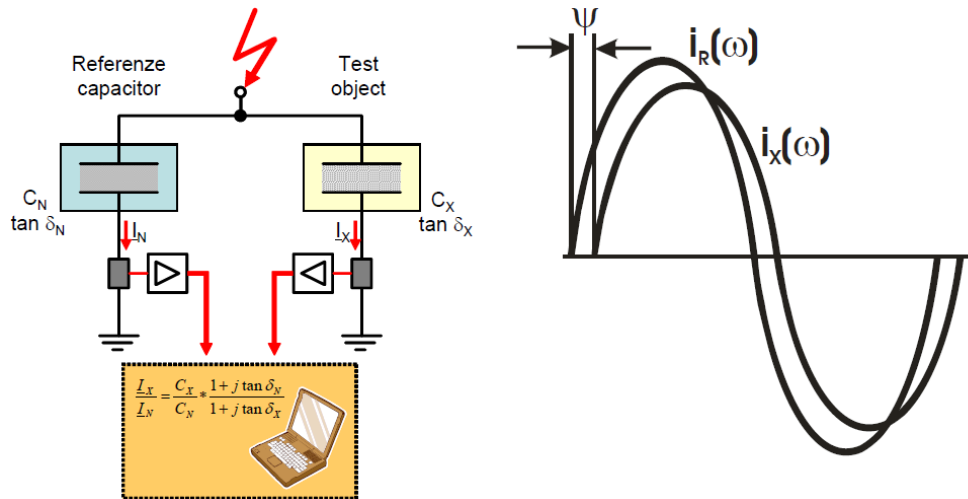


Bild 3.4: Verlustfaktormessung mit einer unbalancierten Messbrücke: Schaltung (links) und Phasendiagramme (rechts) [1]

3.2 Isolationswiderstandsmessung

Der Isolationswiderstand setzt sich aus dem Oberflächen- und Durchgangswiderstand zusammen, die für Isolationsplatten jeweils nach IEC 60093 und dem gleichwertigen ASTM D 257 gemessen werden können. Dazu wird eine Gleichspannung an eine geeignete konzentrische Elektrodenanordnung (siehe Bild 3.5) gelegt und die resultierenden Ströme entweder durch die Isolierung bzw. an deren Oberfläche nach einer Minute gemessen. Je nach Messaufgabe werden hierzu die Elektroden entsprechend verschaltet (siehe Bild 3.6 bzw. Bild 3.7). Über das ohmsche Gesetz kann mit der bekannten Spannungshöhe und dem gemessenen Strom der jeweilige Widerstand errechnet werden. Aufgrund der starken Abhängigkeit der Oberflächen- und Durchgangswiderstände von der Elektrodengeometrie, müssen die so ermittelten Widerstände entsprechend der verwendeten Elektroden auf *spezifische Oberflächen- bzw. Durchgangswiderstände* umgerechnet werden.

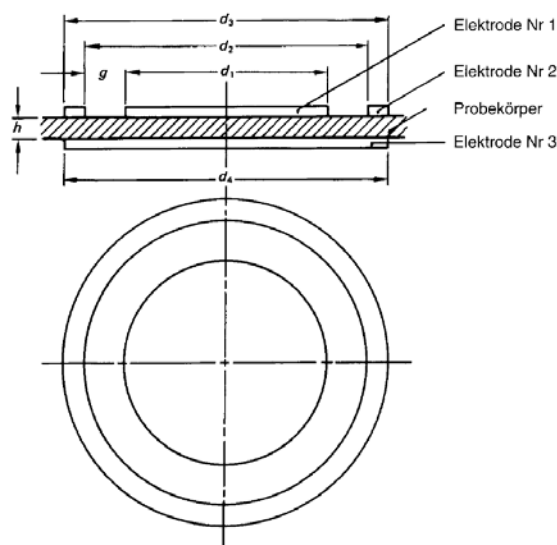


Bild 3.5: Elektrodenanordnung bei Widerstandsmessung an Isolationsplatten aus IEC 60093

3.2.1 Spezifischer Durchgangswiderstand

Zur Ermittlung des spezifischen Durchgangswiderstands werden die Elektroden wie in Bild 3.6 verschaltet. Zwischen Elektroden 3 und 1 wird eine Gleichspannung angelegt und der Strom durch die Isolierung gemessen. Die Elektrode 2 dient als Schirmring und soll vor der Verfälschung der Meßergebnisse sowohl durch Randeffekte als auch durch Oberflächeneffekte schützen. Sollte der gemessene Strom aufgrund von Polarisierungsvorgängen im Dielektrikum nach einer Minute noch nicht den stationären Zustand erreicht haben, kann je nach Anforderung solange gemessen werden bis zwei aufeinanderfolgende Meßwerte identisch sind. Für Abnahmeprüfungen ist laut IEC 60093 jedoch der Wert nach einer Minute ausschlaggebend.

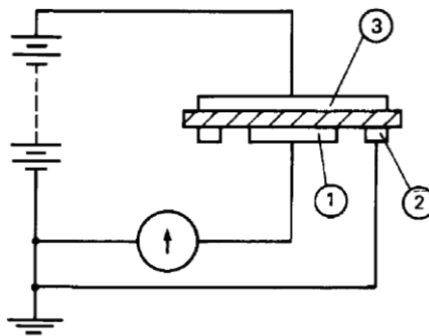


Bild 3.6: Schaltung zur Ermittlung des spezifischen Durchgangswiderstands aus IEC 60093

Anhand des mittels ohmschen Gesetz aus angelegter Spannung und gemessenem Strom berechneten *Durchgangswiderstand* R_D [Ω]

$$R_D = \frac{U}{I} \quad (3.8)$$

berechnet sich der *spezifische Durchgangswiderstand* ρ [Ωcm] unter Berücksichtigung der *nutzbaren Fläche* A [cm^2] der geschützten Elektrode und der *mittleren Dicke* h [cm] des Probenkörpers zu:

$$\rho = R_D \frac{A}{h} \quad (3.9)$$

Die *Fläche* A [cm^2] der geschirmten Elektrode (für konzentrische Elektroden) wird mit dem *Durchmesser* d_1 [cm] der Meßelektrode (Elektrode Nr. 1 in Bild 3.5 und Bild 3.6) und der *Breite* g [cm] des Schutzspaltes zwischen den Elektroden 1 und 2 wie folgt berechnet:

$$A = \frac{\pi(d_1 + g)^2}{4} \quad (3.10)$$

3.2.2 Spezifischer Oberflächenwiderstand

Für die Ermittlung des spezifischen Oberflächenwiderstands müssen die Elektroden wie in Bild 3.7 verschaltet werden. Die Gleichspannung wird zwischen den Elektroden 2 und 1 angelegt und der resultierende Strom über die Probenoberfläche gemessen. Elektrode 3 dient hier als Schutz Elektrode vor Volumeneffekten. Der Oberflächenwiderstand kann aufgrund äußerer Umstände wie Luftfeuchtigkeit oder Verschmutzung der Oberfläche stark variieren. Zudem können die Volumeneffekte bei der Messung nicht komplett ausgeschlossen werden. Der spezifische Oberflächenwiderstand gilt laut IEC 60093 daher nicht als Werkstoffeigenschaft im herkömmlichen Sinn.

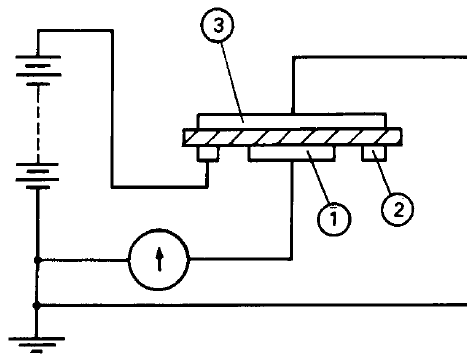


Bild 3.7: Schaltung zur Ermittlung des spezifischen Oberflächenwiderstands aus IEC 60093

Anhand des mittels ohmschen Gesetz aus angelegter Spannung und gemessenem Strom berechneten *Oberflächenwiderstand* R_0 [Ω]

$$R_0 = \frac{U}{I} \quad (3.11)$$

kann der *spezifische Oberflächenwiderstand* σ [Ω] unter Berücksichtigung des *effektiven Umfangs* p [cm] der geschützten Elektrode und dem *Abstand* g [cm] zwischen den Elektroden 1 und 2 folgendermaßen berechnet werden:

$$\sigma = R_0 \frac{p}{g} \quad (3.12)$$

Der *effektive Umfang* p [cm] der geschirmten Elektrode (für konzentrische Elektroden) wird mit dem *Durchmesser* d_1 [cm] der Meßelektrode (Elektrode Nr. 1 in Bild 3.5 und Bild 3.7) und der *Breite* g [cm] des Schutzspaltes zwischen den Elektroden 1 und 2 wie folgt berechnet:

$$p = \pi(d_1 + g) \quad (3.13)$$

3.2.3 Polarisationsindex

Die Bestimmung des Polarisationsindex einer Feinglimmerisolierung nach IEEE 43 respektive IEEE 95 entspricht einer erweiterten Isolationswiderstandsmessung. Dabei werden bei der Widerstandsmessung (siehe Kapitel 3.2.1) die Widerstandswerte nach einer Minute ($R_{1\text{min}}$) und nach 10 Minuten ($R_{10\text{min}}$) gemessen. Das Verhältnis der beiden Werte ergibt den *Polarisationsindex PI*:

$$PI = \frac{R_{10\text{min}}}{R_{1\text{min}}} \quad (3.14)$$

Der Polarisationsindex ist ein Maß für den Isolationszustand. Ist die Isolierung intakt, muss der Widerstandswert nach 10 Minuten größer sein als der Wert nach einer Minute. Er kann sowohl an reiner Isolierung als auch an Stäben oder Spulen einer Maschine geprüft werden. Im zweiten Fall kann über eine kontinuierliche Kontrolle des PI im Betrieb einer Maschine der Verschmutzungsgrad hergeleitet werden.

3.3 Spannungsprüfung

Die Spannungsprüfung liefert eine weitere wichtige Kenngröße für elektrische Isolierstoffe, die Spannungs- bzw. Durchschlagfestigkeit. Eine Vielzahl internationaler Normen (siehe hierzu Kapitel 3.4) behandelt diverse Verfahren zur Ermittlung dieser Materialeigenschaft, entweder an Isolationsplatten oder an Stäben bzw. Spulen (auch ganze Wicklungen) von rotierenden elektrischen Maschinen. Dabei kommen, je nach Methode, Wechselspannungen mit technischen Frequenzen (48 Hz bis 62 Hz), Gleichspannungen oder Stoßspannungen zum Einsatz. Für die im Zuge dieser Diplomarbeit geplanten Stoßspannungsuntersuchungen an Feinglimmerisolationsplatten kann nach DIN EN 60243-3 verfahren werden.

Stoßspannungsprüfung [15]

Die Stoßspannungsprüfung ist als ergänzende Charakterisierung zu der Wechselspannungsprüfung zu sehen und kommt vor allem bei Abnahmeprüfungen von Spulen elektrischer Maschinen zum Einsatz (siehe hierzu auch DIN EN 60034-15). Dabei werden hauptsächlich die Stoßspannungsfestigkeiten der Teilleiter- bzw. Windungsisolierungen geprüft.

Mit einem Stoßspannungsgenerator (Bild 3.9) werden normierte Stoßspannungswellen ($1,2/50 \mu\text{s}$) erzeugt und über eine geeignete Elektrodenanordnung an den Prüfling angelegt. Geprüft wird mit einer Folge ansteigender Serien aus je drei Stoßspannungswellen gleicher Scheitelspannung. Mit jeder Serie wird die Scheitelspannung erhöht. Als *Stoßspannungsfestigkeit* $\left[\frac{\text{kV}}{\text{mm}}\right]$ gilt die *Scheitelspannung* $U_{\text{Stoß}}$ [kV] der letzten Serie ohne auftretenden Durchschlag, dividiert durch die *Probendicke* d [mm]. Die wichtigsten Kennwerte der Stoßspannungswelle (vgl. Bild 3.8) sind:

- der *Scheitelwert* $U_{\text{Stoß}}$
- die *Stirnzeit* $T_1 = (T_{90\%} - T_{30\%}) \cdot 1,67$
- die *Rückenhalfwertszeit* T_2 (Zeit zwischen *virtuellen Stoßbeginn*⁵ 0 und dem Zeitpunkt $T_{50\%}$, bei dem die Spannung auf die Hälfte des Scheitelwerts abgesunken ist)
- und die *Polarität*

Die für die Stoßspannungsprüfung geforderte Norm-Stoßspannungswelle hat eine Stirnzeit $T_1 = (1,2 \pm 0,36) \mu\text{s}$ und eine Rückenhalfwertszeit $T_2 = (50 \pm 10) \mu\text{s}$. Die Polarität hat laut DIN EN 60243-3 für *identische* Elektroden und somit symmetrischem Feld keine Auswirkungen auf die Durchschlagfestigkeit.

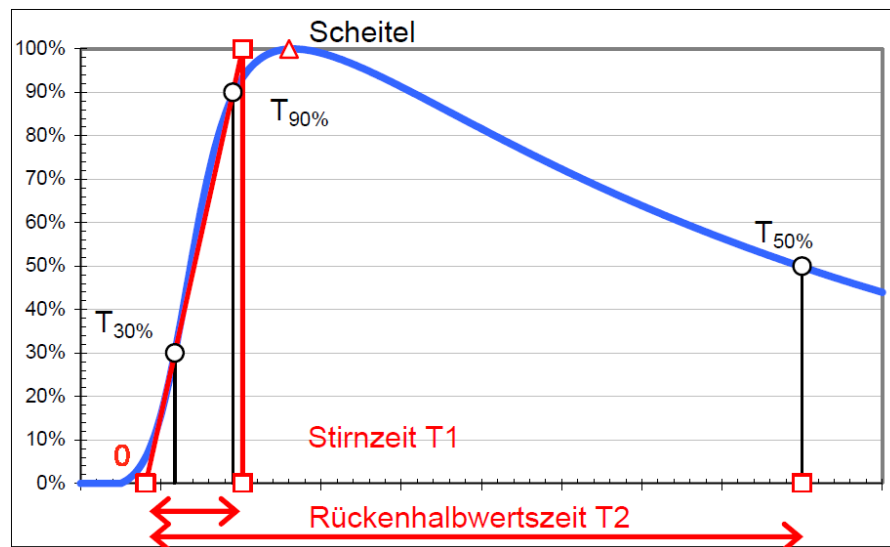


Bild 3.8: Vollständige Stoßspannungswelle [15]

Um die gewünschte Kurvenform (1,2/50 μs) zu erhalten, müssen die Stoßkreiselemente des Stoßgenerators (Bild 3.9) entsprechend angepaßt werden. Diese Elemente und deren Funktion bzw. deren Einfluß auf die Kurvenform sind:

- der *Ladewiderstand* R_L
- die *Stoßkapazität* C_S (durch Vergrößerung von C_S steigt die Rückenhalfwertszeit und der *Ausnutzungsfaktor*⁶ η)
- der *Dämpfungswiderstand* R_D (durch Vergrößerung von R_D steigt die Stirnzeit, der Ausnutzungsfaktor sinkt)
- der *Entladewiderstand* R_E (durch Vergrößerung von R_E steigt ebenfalls die Rückenhalfwertszeit)

⁵ Schnittpunkt der Geraden durch die Punkte $T_{30\%}$ und $T_{90\%}$, bei denen die Spannung das 0,3- und 0,9-fache der Scheitelspannung beträgt, mit der Zeitachse

⁶ Verhältnis der Stoßspannung zur Ladespannung: $\eta = \frac{U_{\text{Stoß}}}{U_L}$

- und die *Belastungskapazität* C_B (durch Vergrößerung von C_B steigt die Stirnzeit, der Ausnutzungsfaktor sinkt)

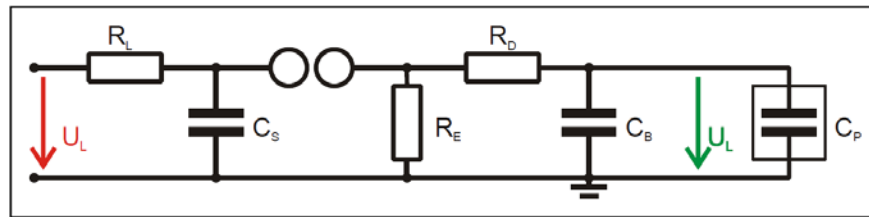


Bild 3.9: Grundsaltung eines einstufigen Stoßgenerators [15]

Eine zusammenfassende grafische Übersicht über den Einfluß der Stoßkreiselemente auf die Kurvenform ist in Bild 3.10 dargestellt:

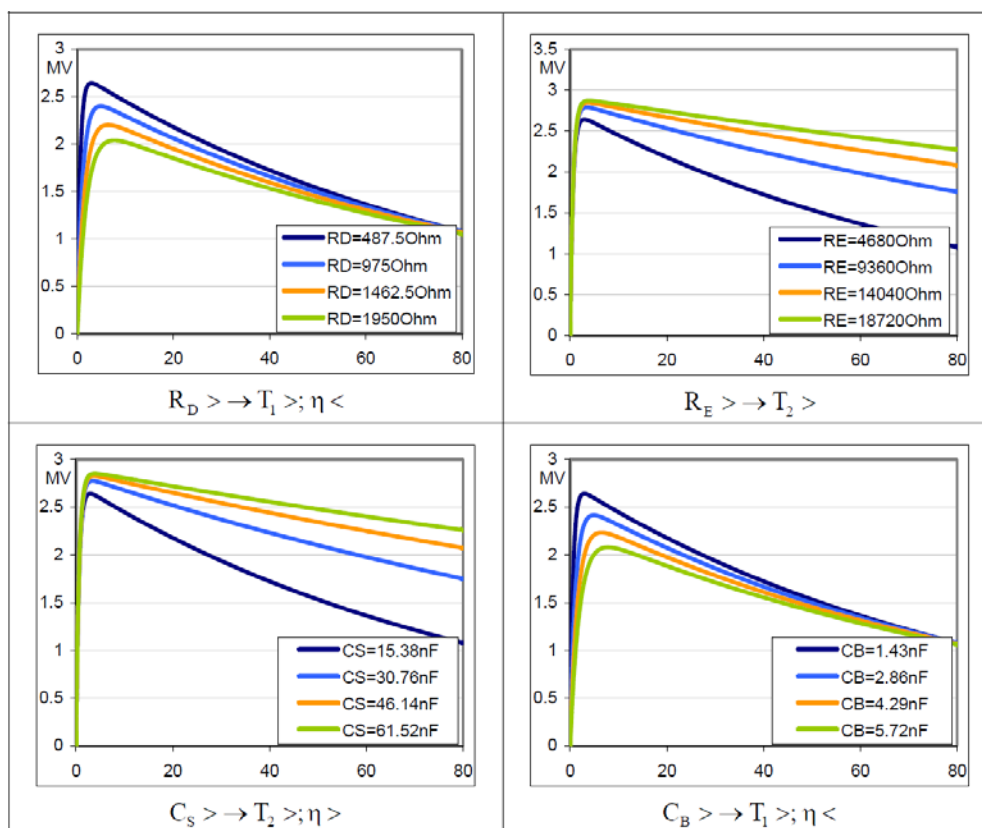


Bild 3.10: Einfluß der Stoßkreiselemente auf die Kurvenform [15]

3.4 Weiterführende Untersuchungsmethoden

Neben den bisher dargestellten Prüfverfahren kommen in der Praxis, zur Untersuchung der elektrischen Materialeigenschaften von Feinglimmerisolierungen bzw. ganzen Isolationssystemen von Stäben und Spulen, noch weitere Methoden zum Einsatz. Gerade für Spannungsprüfungen zur Ermittlung der elektrischen Durchschlagfestigkeit gibt es zahlreiche einschlägige Normen, die sich in ihrer Anwendbarkeit auf reine Isolierungen oder Maschinen, bzw. deren Stäbe und Spulen, unterschiedlicher Leistungsklassen beziehen. Die Unterschiede dieser Normen liegen im Wesentlichen in der verwendeten Spannungsform.

3.4.1 Wechsellspannungsprüfungen

Anhand der Wechsellspannungsprüfung kann die elektrische Kurzzeit-Durchschlagfestigkeit $[\frac{kV}{mm}]$ bei netzfrequenten Spannungen ermittelt werden. Für Feinglimmerisolationen kann diese sowohl nach DIN EN 60243-1, als auch nach der gleichwertigen ASTM D 149 bestimmt werden. Dazu werden die gleichen Isolationsplatten verwendet, wie sie bereits für die Stoßspannungsprüfung (siehe Kapitel 3.3) beschrieben wurden. Diese werden zwischen einer geeigneten Elektrodenkonfiguration (siehe Bild 3.11) platziert. Die obere Elektrode wird auf Hochspannung gelegt, die untere geerdet.

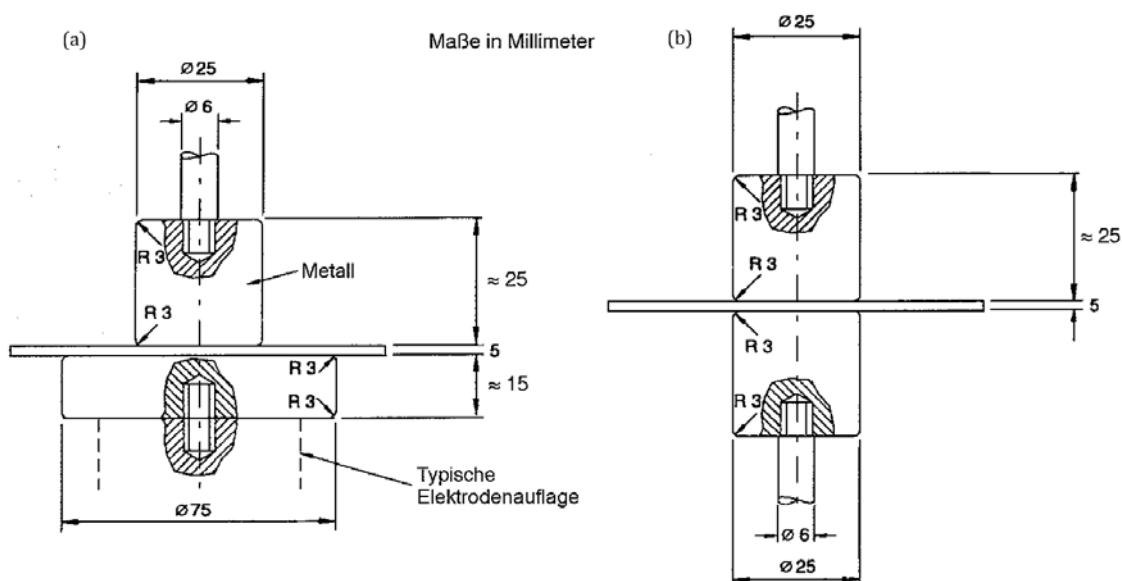


Bild 3.11: Elektrodenkonfiguration für Durchschlagprüfung mit (a) ungleichen und (b) gleichen Elektroden aus DIN EN 60243-1

Für den Prüfmodus stehen mehrere Varianten zur Auswahl:

- **Kurzzeitprüfung**

Bei dieser Prüfung wird die Spannung ausgehend von NULL solange erhöht, bis ein Durchschlag erfolgt. Der Durchschlag muss innerhalb von 10 s bis 20 s erfolgen. Die dazu benötigte Spannungssteigerung sollte in Stufen von entweder 100 V/s, 200 V/s, 500 V/s oder 1000 V/s erfolgen. Zum Bestehen der Prüfung muss die Mehrzahl der Durchschläge in dem geforderten Zeitbereich von 10 s bis 20 s erfolgen.

- **20-s-Stufenprüfung**

Es wird eine Startspannung, die 40 % der zu erwartenden Kurzzeit-Durchschlagspannung (aus bekannten Versuchen bzw. durch die Kurzzeitprüfung zu ermitteln) entspricht, an den Prüfling angelegt, der dieser über einen Zeitraum von 20 s ohne auszufallen standhalten muss. Danach wird die Spannung stufenweise erhöht und für jeweils 20 s an den Prüfling angelegt, bis ein Durchschlag erfolgt. Die geforderten Stufen zur Spannungserhöhung entsprechend der gewählten

Startspannung (Anlaufspannung) können aus Tabelle 1 in DIN EN 60243-1 entnommen werden. Sollte ein Durchschlag bereits innerhalb der ersten sechs Spannungsstufen erfolgen, müssen fünf weitere Prüflinge ausgehend von einer geringeren Spannungshöhe geprüft werden. Als Durchschlagfestigkeit gilt die höchste Spannung, bei der während 20 s kein Durchschlag erfolgt ist.

- **60-s-Stufenprüfung**

Diese Prüfung entspricht im Wesentlichen der **20-s-Stufenprüfung** mit einer Stufendauer von 60 s statt 20 s.

- **Prüfungen bei niedrigen Spannungssteigerungsraten**

Bei dieser Methode wird, ausgehend von 40 % der zu erwartenden Kurzzeit-Durchschlagspannung, die Prüfspannung mit entsprechender Geschwindigkeit konstant erhöht, so dass der Durchschlag zwischen 120 s und 240 s erfolgt. Die Prüfung ist erfolgreich, wenn ein Großteil der Durchschläge dabei innerhalb des geforderten Zeitraums auftritt. Die Steigerungsrate der Prüfspannung kann aus folgenden Werten gewählt werden: 2 V/s, 5 V/s, 10 V/s, 20 V/s, 50 V/s, 100 V/s, 200 V/s, 500 V/s, 1000 V/s.

Die somit erhaltenen Werte der Durchschlagfestigkeit können zur Ermittlung von verarbeitungs- und materialbedingten Abweichungen der üblichen Kennwerte, nicht aber für die direkte Auslegung einer Generatorstab- bzw. Spulenisolierung herangezogen werden. Die Durchschlagfestigkeit von Spulen und Stäben elektrischer Maschinen muss gesondert ermittelt werden, da sich hierbei nicht mehr nur die reine Feinglimmerisolierung, sondern sowohl die Stabgeometrie, als auch der Aufbau des gesamten Isolationssystems auf diesen Parameter auswirken kann. Für die Prüfung von Stäben und Spulen elektrischer Maschinen, mit Bemessungsspannungen U_N zwischen 5 kV und 24 kV (Bemessungsleistung ≥ 5 MVA), kann nach DIN EN 50209 verfahren werden. Dabei werden jeweils die Nutisolierung mit der laut IEC 60034-1 gültigen Prüfspannung von $2 \cdot U_N + 1$ kV während einer Minute geprüft und anschließend die Spannung um $1 \frac{\text{kV}}{\text{s}}$ erhöht, bis der Durchschlag erfolgt. Dieses Prüfverfahren wird häufig zur Qualitätssicherung der Produktion eingesetzt. Die Prüfung gilt als bestanden, wenn die Durchschlagspannung größer oder gleich der doppelten Prüfspannung ist. Für den Fall von unterschiedlichen Isolierungen von Nutteil und Wickelkopf, muss der Wickelkopf separat bei $2 \cdot U_N$ während einer Minute geprüft werden, ohne dass ein Durchschlag auftritt. Anschließend wird die Spannung ebenso um $1 \frac{\text{kV}}{\text{s}}$ erhöht, bis der Durchschlag erfolgt.

3.4.2 Gleichspannungsprüfungen

Gleichspannungsprüfungen können zur Bewertung des Isolationszustandes von Stäben und Spulen bzw. kompletten Statorwicklungen herangezogen werden. In IEEE 95 werden Verfahren besprochen, die sowohl für Abnahmeprüfungen im Werk, Prüfungen vor der

Inbetriebnahme und für wiederkehrende Messungen Anwendung finden. Durch kontrollierte Überspannungstests mit hohen Gleichspannungen, z.B. dem *DC Ramp Test*, können Isolationsprobleme wie Risse in der Isolierung, Oberflächenverschmutzung, Delaminierungen, Hohlräume und Verfeuchtung detektiert werden. Bei der Prüfung wird jeweils eine Wicklung an Hochspannung gelegt, während die beiden anderen geerdet sind. Je nach Methode wird die Spannung nun bis zum festgelegten Wert erhöht. Diese Spannung wird dann für die Dauer einer Minute gehalten. Während der Prüfung wird der über die Isolierung auf Erde abfließende Strom gemessen. Dieser setzt sich aus einem kapazitiven Stromanteil, dem Absorptionsstrom und dem Durchlassstrom zusammen. Während der kapazitive Stromanteil proportional zur Spannungssteigerungsrate ist und binnen Sekunden exponentiell abklingt, wenn die Spannung konstant gehalten wird, benötigt der Absorptionsstrom mitunter Minuten oder sogar Stunden bis er vernachlässigbar klein wird. Je nach Art der Prüfung wird eine entsprechend hohe Gleichspannung angelegt. Für Abnahmeprüfungen ist die Spannung um den Faktor 1,7-mal höher als die in IEC 60034-1 vorgeschriebenen Spannungspegel für AC-Prüfungen. Für wiederkehrende Betriebsprüfungen sind entsprechend Gleichspannungen der 1,7-fachen vorgeschriebenen AC-Prüfpegel für Betriebsprüfungen anzulegen. Beim DC Ramp Test wird die Spannung von 0 V ausgehend um 1 kV pro Minute bis zum vorgeschriebenen Maximalwert erhöht und für eine Minute gehalten. Je nach Kurvenform der gemessenen Strom-Spannungskennlinie kann auf die Fehlerart geschlossen werden. Die Kennlinie einer fehlerfreien harzgetränkten Feinglimmerisolierung einer Wicklung ist in Bild 3.12, die einer reparierten Wicklung mit unvollständig ausgehärteter Reparaturstelle ist beispielhaft in Bild 3.13 dargestellt. In IEEE 95 sind darüber hinaus weitere typische Kurvenverläufe für bekannte Fehler angeführt.

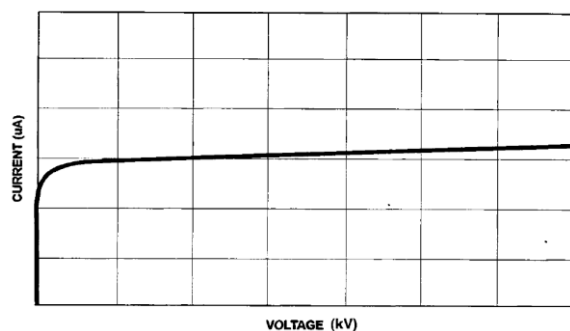


Bild 3.12: U/I-Kennlinie einer fehlerfreien Feinglimmerisolierung (aus IEEE 95)

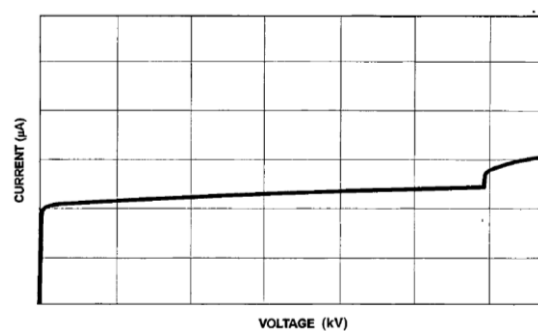


Bild 3.13: U/I-Kennlinie einer Feinglimmerisolierung mit unvollständig ausgehärteter Reparaturstelle (aus IEEE 95)

Die Vorteile dieser DC-Prüfungen gegenüber Wechspannungsprüfungen kommen vor allem bei wiederkehrenden Vor-Ort-Prüfungen zum Tragen. Diese sind (laut IEEE 95):

- die kleine Versorgungseinheit für DC-Spannungen
- weniger TE und dadurch geringere Beeinflussung der Restlebensdauer der Isolierung

- geringerer Schaden bei einem auftretenden Durchschlag, aufgrund der geringeren kapazitiv gespeicherten Energie im Prüfkreis
- anhand variierender Strom-/Spannungskurven kann auf Isolationsdefekte bzw. Veränderungen der Isolation rückgeschlossen werden
- bessere Korrelation zu impulsförmigen Überspannungen, wie sie in Statorwicklungen häufig vorkommen

Dem gegenüber stehen einige Nachteile bzw. Beschränkungen der Anwendbarkeit von DC-Prüfungen die ebenfalls berücksichtigt werden sollten:

- die elektrische Beanspruchung der Wickelköpfe ist nur mehr von der resistiven Potentialsteuerung abhängig; die Feldverteilung weicht unter Umständen stark von der ohmsch-kapazitiven bei Wechselfeldbeanspruchungen ab
- Risse in der Isolierung können nicht ausnahmslos detektiert werden, wenn keine Feuchtigkeit oder sonstige leitfähige Verschmutzungen in sie eingedrungen sind
- kleinere Hohlräume in der Isolierung aufgrund mangelhafter Imprägnierung oder thermisch bedingter Delaminierung bei formgepressten Spulen sind oft schwer zu detektieren

3.4.3 Elektrische Lebensdauerprüfung

Die elektrische Lebensdauerprüfung von Stäben und Spulen elektrischer Maschinen kann nach IEEE 1043 und IEEE 1553 (für Wasserkraftgeneratoren) durchgeführt werden. In IEC/TS 61251 sind ergänzende Informationen zu Konstantspannungsprüfungen zur Ermittlung der elektrischen Lebensdauer gegeben. Anhand beschleunigter Alterung, die mittels erhöhter Feldstärkebeanspruchung der Isolierung erreicht wird, soll eine Abschätzung der Lebensdauer unter Betriebsbedingungen erfolgen. Dazu wird an eine repräsentative Menge von Prüflingen eine netzfrequente Spannung angelegt und die Zeit bis zum Durchschlag gemessen. In IEEE 1553 sind für diese Art der Prüfung zwei mögliche Dauerspannungspegel und die jeweils zu erreichenden Mindest-Lebensdauerwerte vorgeschrieben. Bei einem Prüfspannungspegel von $2,17 \cdot U_N$ müssen 400 Stunden, bei $2,53 \cdot U_N$ nur 250 Stunden im Betrieb ohne erfolgten Durchschlag bestanden werden. Zusätzlich kann die Auswirkung von erhöhter Temperatur auf die Lebensdauer, durch über die Staboberfläche verteilte Thermolemente, die diesen konstant auf der gewünschten Temperatur halten, ermittelt werden.

Für eine Abschätzung der Lebensdauer von Stäben und Spulen unter festgelegten Umgebungsbedingungen, müssen je Temperatur eine gleiche Anzahl von Proben auf mehreren unterschiedlichen Spannungsniveaus geprüft und die Zeit bis zum Durchschlag aufgezeichnet werden. Anhand einer zweiparametrischen Weibullverteilung können entsprechende Wahrscheinlichkeitsverteilungen für die Durchschlagzeiten bestimmt werden. Trägt man die Ergebnisse der je Spannungsstufe und *Durchschlagwahrscheinlichkeiten* p (z.B.

$p=10\%$ oder $p=50\%$) ermittelten *Durchschlagzeiten* t_d in einem doppelt-logarithmischen Maßstab auf, so kann die zu erwartende Lebensdauer bei Nennspannung und gewünschter Durchschlagswahrscheinlichkeit durch Extrapolieren der entsprechenden Lebensdauererkennlinien ermittelt werden (siehe Bild 3.14).

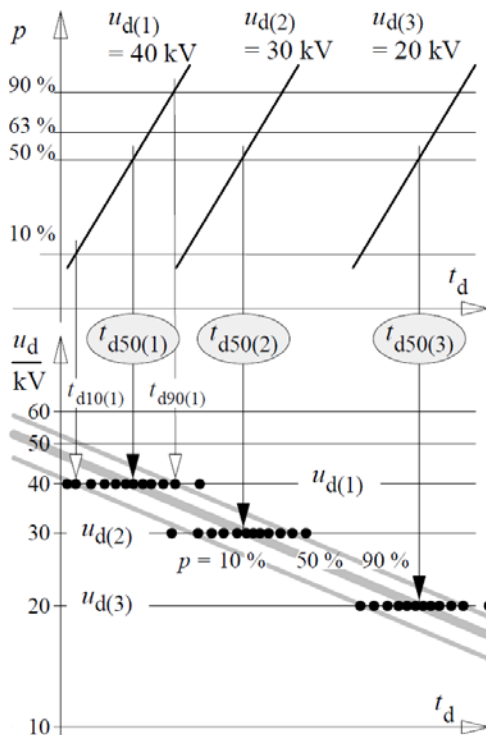


Bild 3.14: Ermittlung der Lebensdauererkennlinie aus Konstantspannungsversuchen [14]

3.4.4 Teilentladungsmessung

Die elektrische Teilentladungsmessung ist eine der wichtigsten Prüfungen zur Evaluierung des Isolationszustandes. In DIN EN 60270 werden die grundlegenden Verfahren und gängigen Messsysteme erläutert. Ergänzend sind in DIN EN 60034-27 und IEEE 1434 Verfahren zur TE-Messung an Stäben und Spulen, sowie ganzer Wicklungen von elektrischen Maschinen angeführt, wie sie sowohl bei Abnahmeprüfungen, als auch bei wiederkehrenden Prüfungen angewandt werden. Teilentladungen können in Bereichen erhöhter elektrischer Feldstärken entstehen, wie sie in inhomogenen Bereichen der Feinglimmerisolierung, beispielsweise bedingt durch Hohlräume aufgrund mangelhafter Imprägnierung, auftreten. Dabei kommt es zu unvollständigen Überschlägen, die unter anderem zu erhöhten dielektrischen Verlusten und somit auch zu lokaler Erwärmung führen. Durch den erhöhten örtlichen Wärmeeintrag kommt es zu Depolymerisierung des Harzes, was schlußendlich zu einem vollständigen Durchschlag führen kann. Weiters kann durch Ansammlungen von Raumladungen die lokale Feldstärkebeanspruchung zusätzlich erhöht werden, wodurch die Depolymerisierung beschleunigt wird.

Bei der TE-Messung wird der Prüfling, z.B. ein Generatorstab, mit dem Kupferleiter auf Hochspannung gelegt, der Außenglimmschutz (AGS) auf Erde. Die gängigste Messschaltung,

bei welcher der Koppelkondensator C_K parallel zum Prüfling geschaltet wird, ist in Bild 3.15 dargestellt. Im Falle des Durchschlags eines Prüflings während einer Messung, wird somit der empfindliche Messkreis vor zu hohen Strömen geschützt.

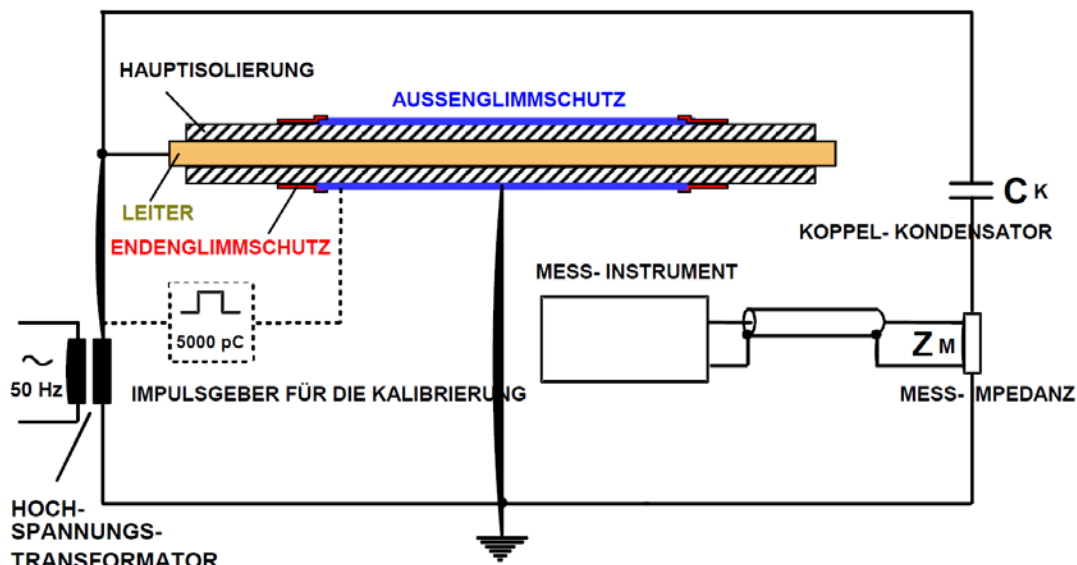


Bild 3.15: Teilentladungsmessschaltung

Die interessanten Messgrößen bei TE-Messungen sind die *scheinbaren Ladungen* Q_s [pC] sowie die Anzahl und Phasenlage der TE-Impulse in Bezug auf die jeweilige Prüfspannung. Diese Parameter werden häufig in Form von *Fingerprints* dargestellt, die zur Identifikation von Fehlertypen und evtl. auch zur Lokalisierung von Fehlstellen beitragen können. Zusätzlich sind die Ein- und Aussetzspannungen der TE interessant. Besonderes Augenmerk bei TE-Messungen sind auf die Kalibrierung mittels geeigneten Kalibrierimpulses vor einer Messung und eine den Umgebungsbedingungen angepasste Wahl der Messbandbreite während der Messung zu legen.

3.4.5 Bestimmung der relativen Beständigkeit gegen Durchschlag infolge von Oberflächenteilentladungen

Die relative Beständigkeit von Isolierungen gegen Durchschläge, wenn diese Isolierungen Oberflächenteilentladungen ausgesetzt werden, kann nach DIN EN 60343 (Titel: „Empfohlene Prüfverfahren zur Bestimmung der relativen Beständigkeit isolierender Werkstoffe gegen Durchschlag infolge Oberflächenteilentladung“) ermittelt werden. Dazu werden zylindrische Elektroden mit kleinem Durchmesser (6 mm) und scharfen Kanten bzw. geringen Rundungsradien (1 mm) auf die Oberfläche der Isolierung aufgesetzt und an netzfrequente Hochspannung (HV) gelegt. Als Gegenelektroden kommen plattenförmige Elektroden, deren Fläche größer sein muss als die von den Teilentladungen (TE) bedeckte Fläche, zum Einsatz. Die Elektrodenanordnung (vgl. Bild 3.16) muss axialsymmetrisch ausgerichtet werden. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, muss die Probenoberfläche während der Prüfung mit getrockneter Luft, mit maximal 20 % rel. Feuchtigkeit, kontinuierlich überströmt werden.

Sollen über die Oberfläche verteilt mehrere HV-Elektroden positioniert werden, müssen diese so weit voneinander entfernt sein, dass es, je nach Spannungshöhe, zu keiner Überlagerung der Teilentladungsflächen der einzelnen Elektroden kommt (mind. jedoch 50 mm). Während der Messung soll zusätzlich eine Teilentladungsmessung, wie in IEC 60270 beschrieben, durchgeführt werden.

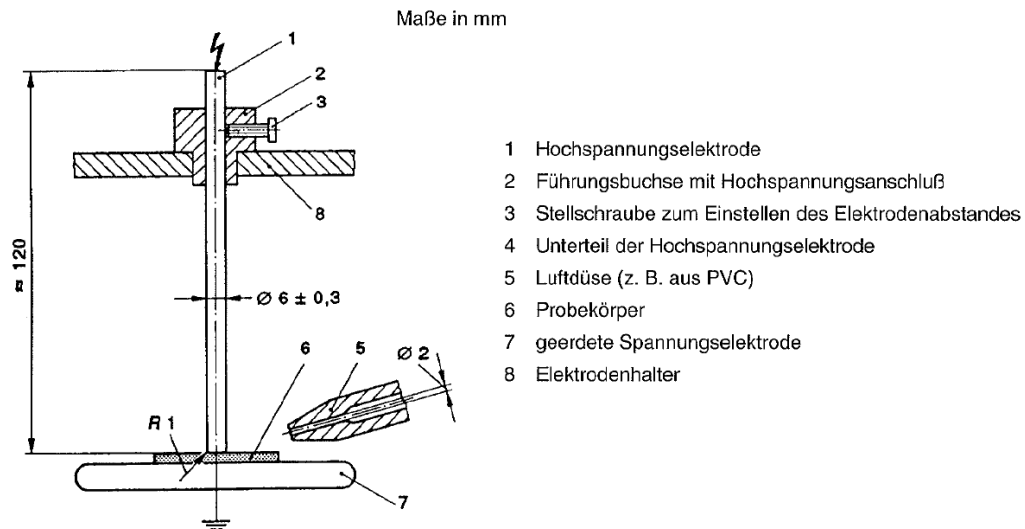


Bild 3.16: Schema einer einzelnen Stabelektrode aus DIN EN 60343

Diese Prüfung soll, für gleiche Proben, auf mehreren Spannungsniveaus durchgeführt werden, um den Spannungs- bzw. Feldstärkeeinfluss auf das Durchschlagverhalten zu ermitteln. Die Spannungen sollen so gewählt werden, dass bei der höchsten eine Lebenszeit der Proben von mehr als 100 Stunden, bei der niedrigsten mehr als 5000 Stunden resultieren.

3.5 Verwendete Normen

ASTM D 257 (2007) Standard Test Methods for DC Resistance or Conductance of Insulating Materials

DIN EN 50209 (1998) Prüfung der Isolierung von Stäben und Spulen von Hochspannungsmaschinen

DIN EN 60034 (2002) Drehende elektrische Maschinen - Teil 1: Bemessung und Betriebsverhalten Deutsche Fassung

DIN EN 60034 (1996) Drehende elektrische Maschinen - Teil 15: Bemessungsstoßspannungen drehender Wechselstrommaschinen mit Formspulen im Ständer

DIN EN 60034 (2005) Drehende elektrische Maschinen - Teil 27: Off-line Teilentladungsmessungen an der Statorwicklungsisololation drehender Maschinen

DIN EN 60243 (1999) Elektrische Durchschlagfestigkeit von isolierenden Werkstoffen - Prüfverfahren Teil 1: Prüfungen bei technischen Frequenzen

DIN EN 60243 (2001) Elektrische Durchschlagfestigkeit von isolierenden Werkstoffen - Prüfverfahren Teil 2: Zusätzliche Anforderungen für Prüfungen mit Gleichspannung

DIN EN 60243 (2001) Elektrische Durchschlagfestigkeit von isolierenden Werkstoffen Prüfverfahren - Teil 3: Zusätzliche Festlegungen für Stoßspannungsprüfungen

DIN EN 60270 (2001) Hochspannungs-Prüftechnik - Teilentladungsmessungen

DIN EN 60343 (1994) Empfohlene Prüfverfahren zur Bestimmung der relativen Beständigkeit isolierender Werkstoffe gegen Durchschlag infolge Oberflächenteilentladung

DIN IEC 60093 (1993) Prüfverfahren für Elektroisierstoffe - Spezifischer Durchgangswiderstand und spezifischer Oberflächenwiderstand von festen, elektrisch isolierenden Werkstoffen

IEC 60250 (1969) Recommended methods for the determination of the permittivity and dielectric dissipation factor of electrical insulating materials at power, audio and radio frequencies including metre wavelengths

IEC 60371 (2004) Specification for insulating materials based on mica - Part 2: Methods of test

IEEE 43 (2000) Recommended Practice for Testing Insulation Resistance of Rotating Machinery

IEEE 95 (2002) Recommended Practice for Insulation Testing of AC Electric Machinery (2300 V and Above) With High Direct Voltage

IEEE 434 (2006) IEEE Guide for Functional Evaluation of Insulation Systems for AC Electric Machines Rated 2300 V and Above

IEEE 1043 (1996) IEEE Recommended Practice for Voltage-Endurance Testing of Form-Wound Bars and Coils

IEEE 1434 (2000) IEEE Trial-Use Guide to the Measurement of Partial Discharges in Rotating Machinery

IEEE 1553 (2002) IEEE Trial-Use Standard for Voltage- Endurance Testing of Form-Wound Coils and Bars for Hydrogenerators

4 Mechanische Charakterisierung

Die mechanischen Beanspruchungen von Feinglimmerisolationen in rotierenden elektrischen Maschinen sind vielfältiger Natur. So kann es im Betrieb beispielsweise durch wärmebedingte Ausdehnung zu thermisch induzierten Spannungen innerhalb der Isolation oder zwischen Isolation und Kupferleiter kommen. Die mechanischen Beanspruchungen aufgrund elektrodynamischer Kräfte wie sie beispielsweise bei Kurzschlüssen auftreten, können besonders die Isolation im freiliegenden Wickelkopfbereich beschädigen. Die Untersuchung der mechanischen Materialeigenschaften von Feinglimmerisolationen liefert somit wichtige Kenngrößen für die Entwicklung und Auslegung von Maschinenisolationen. Dabei kann auf zahlreiche internationale Standards zurück gegriffen werden, die häufig zur Festlegung von Grenzwerten für die Abnahmeprüfungen elektrischer Maschinen von Kundenseite herangezogen werden. Gerade bei den mechanischen Testmethoden müssen nicht selten zusätzlich spezielle Materialnormen berücksichtigt werden, die die Behandlung der Prüfkörper und spezifische Adaptionen der Prüfverfahren beschreiben. Für Feinglimmerisolationen ist dies die IEC 60371.

Für ein besseres Verständnis der nachfolgenden Verfahren sollten zunächst einige wichtige Aspekte der Materialkunde näher beleuchtet werden. Grundsätzlich sind mechanische Eigenschaften wie beispielsweise der E-Modul nicht nur von der Temperatur, sondern ebenfalls von der Belastungsdauer und der Frequenz mit der die Belastung auftritt abhängig. Dies ist vor allem bei Polymeren (bei der Feinglimmerisolation das Harz) der Fall und ist durch eine verzögerte Gleichgewichtseinstellung, sogenannte Relaxationsprozesse, von ausgelenkten Molekülketten durch eine äußere Belastung begründet. Je nach Material kommt es bei äußeren Belastungen zu unterschiedlichem Verhalten: [4]

- **Elastisches Verhalten**

Der Körper reagiert mit reversibler Dehnung auf die Belastung, egal wie lange diese anliegt oder welcher Natur sie ist. Es kommt dabei zu keinem Energieverlust, die Verformung bewirkt eine Speicherung der Energie. Nach Entlastung des Körpers kehrt er in den ursprünglichen Zustand zurück.

- **Plastisches Verhalten**

Eine äußere Belastung des Körpers bewirkt eine progressive und irreversible Verformung, bei der die Energie komplett in Wärme umgewandelt wird. Der Körper kann nach Entlastung nicht in seinen ursprünglichen Zustand zurück kehren. Der Deformationsvorgang wird als „Fließen“ bezeichnet.

- **Viskoses Verhalten**

Man spricht von viskosem Verhalten, wenn die Deformation eines Materials unter einer äußeren Krafteinwirkung zeitabhängig ist. Die Energie dabei wird vollständig in Wärme umgewandelt. Nach Entlastung erfolgt keine Rückkehr in den Urzustand.

Reale Materialien können jedoch nicht rein mit einem Verhalten beschrieben werden, sie zeigen immer sowohl elastisches, plastisches und viskoses Verhalten, das jedoch in Abhängigkeit der Belastungsart unterschiedlich stark ausgeprägt sein kann. Man spricht von viskoelastischem Verhalten.

4.1 Biegeversuch [16] [17]

Der Biegeversuch hat einen hohen Stellenwert in der mechanischen Materialprüfung von Feinglimmerisierungen, weil er eine, im Betrieb von elektrischen Maschinen vor allem im Wickelkopfbereich häufig auftretende, Belastungsart simuliert. Er zählt zu den quasistationären Prüfverfahren. Für die Durchführung des Biegeversuchs gibt es zwei grundlegende Ansätze, die in separaten Normen behandelt werden:

- die 3-Punkt-Biegeprüfung laut DIN EN ISO 178 bzw. ASTM D 790
- die 4-Punkt-Biegeprüfung laut ASTM D 6272

Bei beiden Verfahren wird ein balkenförmiger Probekörper, auf Auflagern gestützt, unter konstanter Prüfgeschwindigkeit solange gebogen, bis er entweder bricht oder bis ein festgelegter Wert der Biegedehnung erreicht wurde. Sie unterscheiden sich in der Art der Kraftaufbringung auf den Probekörper und der daraus resultierenden Momentverteilung darin, wie aus Bild 4.1 hervorgeht. Im Gegensatz zum 3-Punkt-Verfahren resultiert beim 4-Punkt-Verfahren ein konstantes Biegemoment über die Prüfkörpermitte, weshalb in diesem Bereich keine ungewollten, aus den *Querkräften* entstehenden *Schubspannungen*, auftreten. Aufgrund des aufwendigeren Aufbaus, der komplizierteren Handhabung und Messeinrichtung für die Durchbiegung wurde als Standardmethode für Biegeversuche in der DIN EN ISO 178 die 3-Punkt-Biegeprüfung festgelegt. Für die weiteren Betrachtungen ist dieses Verfahren ausschlaggebend.

Die wichtigsten Kenngrößen die mittels Biegeversuch ermittelt werden können, sind:

- die *Biegefestigkeit* σ_{fM} (die maximale Biegespannung bevor der Werkstoff bricht)
- die *Biegebruchdehnung* ε_{fB} (die maximale Verformung bis zum Bruch des Werkstoffes)
- der *E-Modul* bzw. der *Biegemodul* E_f (das Verhältnis von Spannung zu Dehnung im elastischen und linear-viskoelastischen Deformationsbereich)

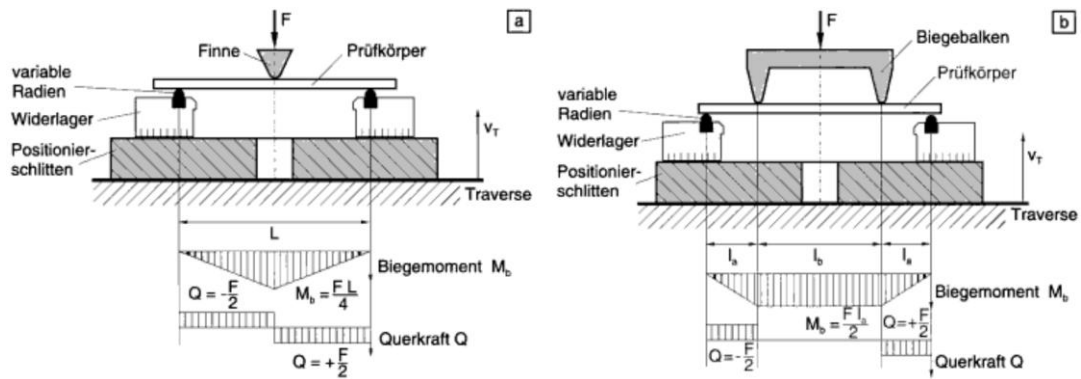


Bild 4.1: Schematischer Versuchsaufbau und Momentverteilung bei der 3-Punkt- (a) bzw. 4-Punkt-Biegeprüfung (b) [16]

Theoretische Grundlagen

Durch Aufbringen einer *Kraft* F senkrecht auf die Prüfkörpermitte entsteht eine *Normalkraft* entlang der Längsachse des Körpers, die eine *Normalspannung* σ_f über den Körperquerschnitt bewirkt. Durch geeignete Wahl der Prüfkörperlänge bzw. der *Stützweite*⁷ L können die bei der Biegung entstehenden *Querkräfte* Q (siehe Bild 4.1) und somit ebenfalls die *Schubspannungseinflüsse* vernachlässigt werden. Die durch die Dreipunktbiegeprüfung im prismatischen Prüfkörper der Länge L resultierenden linearen *Normalspannungs-* und *Normaldehnungsverteilungen* sind in Bild 4.2b dargestellt. In der Mitte des Prüfkörpers kommt es durch die symmetrische Verteilung zu einer sogenannten *neutralen Faser* die sowohl spannungs- als auch dehnungsfrei ist, während die Maxima, der aus der Durchbiegung des Körpers resultierenden Zug- bzw. Druckspannungen, in den äußersten Lagen auftreten.

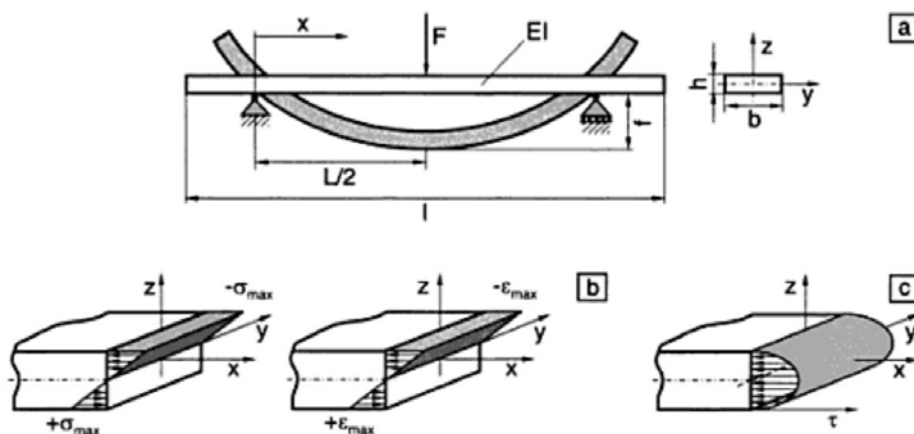


Bild 4.2: Probekörper bei 3-Punkt-Biegung (a), die resultierende Normalspannungs- und -dehnungsverteilung (b) sowie die Schubspannungsverteilung (c) über den Querschnitt des Probekörpers [16]

⁷ Abstand zwischen den beiden Auflagern

Für die *Biegespannung* σ_f in Abhängigkeit des *Biegemoments* M_b gilt.

$$\sigma_f = \frac{M_b \cdot h}{2 \cdot I} \text{ [MPa]} \quad (4.1)$$

Durch Einsetzen des maximalen Biegemoments in der Mitte des Prüfkörpers

$$M_b = \frac{F \cdot L}{4} \text{ [Nmm]} \quad (4.2)$$

und dem *Flächenträgheitsmoment* I für den Prüfkörper der *Höhe* h und *Breite* b

$$I = \frac{b \cdot h^3}{12} \text{ [mm}^4\text{]} \quad (4.3)$$

in Formel (4.1), folgt für die resultierende *Biegespannung* σ_f bei der Dreipunktbiegung:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \text{ [MPa]} \quad (4.4)$$

Für die *Randfaserdehnung* ε_f gilt unter Berücksichtigung der gemessenen *Durchbiegung* f des Prüfkörpers in dessen Mitte (bei $x=L/2$ in Bild 4.2a)

$$\varepsilon_f = \frac{600 \cdot f \cdot h}{L^2} \text{ [%]} \quad (4.5)$$

Der *Biegemodul* E_f ergibt sich bei Messung der *Durchbiegung* f über den Traversenweg, also die Strecke, die die Prüffinne relativ zu den Auflagern gesehen zurücklegt, zu

$$E_f = \frac{F \cdot L^3}{4 \cdot f \cdot b \cdot h^3} \text{ [MPa]} \quad (4.6)$$

4.2 Zugversuch [4] [16]

Die Zugeigenschaften von Feinglimmerisierungen können mittels Zugversuch nach DIN EN ISO 527 ermittelt werden. Beim Zugversuch wird der Probekörper entlang seiner größten Hauptachse mit konstanter Prüfgeschwindigkeit solange gedehnt, bis er entweder bricht, oder die Spannung bzw. Kraft oder die Dehnung einen vordefinierten Wert erreicht. Die wichtigsten Materialkenngrößen die beim Zugversuch ermittelt werden sind:

- die *Zugfestigkeit* σ_M (die maximale Spannung bevor der Werkstoff bricht)
- die *Bruchdehnung* ε_B (die maximale Verformung bis zum Bruch des Werkstoffes)
- der *E-Modul* bzw. der *Zugmodul* E_t (das Verhältnis von Spannung zu Dehnung im elastischen und linear-viskoelastischen Deformationsbereich)

Obwohl im Betrieb einer elektrischen Maschine keine reine Zugbeanspruchung auf die Feinglimmerisolierung wirkt, sondern viel eher eine Kombination aus z.B. Zug- und Biegebeanspruchung, können, insbesondere durch die thermisch bedingte und im Vergleich zur Isolierung stärkere Ausdehnung des Roebelstabs entlang der Stabachse, starke Zugspannungen auf die Isolierung wirken, die unter Umständen zu Rissen in der Isolierung oder gar zum kompletten Aufbrechen dieser führen kann. Die mechanische Beschädigung der Isolierung bedingt unweigerlich eine starke Minderung der elektrischen Spannungsfestigkeit, was in weiterer Folge zu einem elektrischen Versagen der Isolierung führt.

Theoretische Grundlagen

Bei der Zugprüfung soll in dem Prüfkörper ein uniaxialer Spannungs- und Lastzustand generiert werden. Dadurch entsteht im mittleren Teil des Prüfkörpers eine über den Querschnitt A_0 homogene, unidirektionale und gleichmäßig verteilte Normalspannung $\sigma(t)$ und Dehnung ε (Bild 4.3 oben links). Die resultierende Gesamtverformung ΔL_g des Prüfkörpers ist gleich dem Traversenweg der Prüfmaschine (Bild 4.3 oben rechts).

Die Spannung σ [MPa] ist die dabei wirkende Kraft F [N] bezogen auf den Anfangsquerschnitt A_0 [mm²] des Probekörpers.

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \text{ [MPa]} \quad (4.7)$$

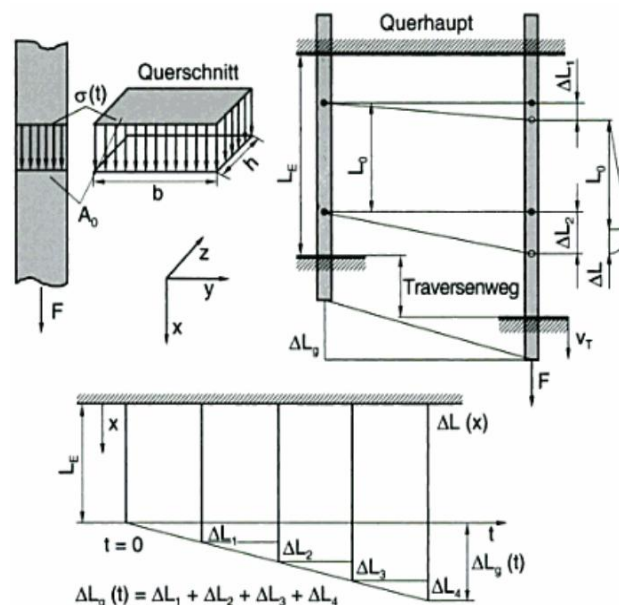


Bild 4.3: Spannungs- bzw. Kraftwirkung und Verformungsverhalten im Zugversuch [16]

Die resultierende Dehnung ε ergibt sich aus der Verlängerung des Prüflings zwischen den Messaufnehmern ΔL bezogen auf die Anfangsmesslänge L_0 .

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \text{ [%]} \quad (4.8)$$

Der Zugmodul E_t ist ein Maß für die Steifigkeit des Werkstoffes. Je höher der E-Modul desto steifer der Werkstoff. Er ergibt sich aus der Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve im Bereich der Dehnung zwischen $\varepsilon_1 = 0,05\%$ und $\varepsilon_2 = 0,25\%$ (Bild 4.4).

$$E_t = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \text{ [MPa]} \quad (4.9)$$

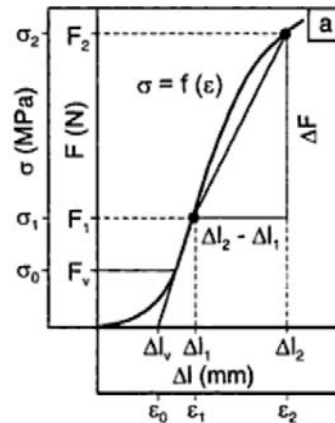


Bild 4.4: Spannungs-Dehnungs-Diagramm zur Ermittlung des E-Moduls [16]

4.3 Spaltversuch

Der Spaltversuch nach DIN 53463 wird vor allem bei Schichtpressstoffen angewendet und dient zur Ermittlung des Widerstandes, den der Schichtwerkstoff einem genormten Spaltkeil dem Trennen der Schichten voneinander entgegensetzt. Dabei wird der Spaltkeil unter konstanter Kraftzunahme in der Mitte eines prismatischen Prüfkörpers und parallel zu den Schichten solange belastet, bis der Widerstand abreißt, das heißt die Schichten voneinander abgelöst haben. Die maximale bei dem Vorgang messbare Kraft F_{max} wird als *Spaltkraft* bezeichnet. Sie ist ein Maß für die Haftung der Lagen zueinander. Der Spaltversuch ist im Vergleich zu den bisher besprochenen mechanischen Versuchen weniger komplex und gehört für Feinglimmerisolierungen eher nicht zu den mechanischen Standardprüfverfahren. Die *Lagenhaftung* kann jedoch als ergänzender Materialkennwert für Feinglimmerisolierungen zu den Standardmethoden hinzugezogen werden und Zusammenhänge, beispielsweise mit den E-Moduln oder mechanischen Festigkeiten, analysiert werden. Starke Ausreißer der Spaltkraft bei einer Serie gleicher Probekörper können zudem auf Materialimperfectionen wie mangelhafte Imprägnierung, Luftpinschlüsse oder schlechte Verpressung der Isolierung hinweisen.

Aus elektrischer Sicht ist die Untersuchung der Haftung der einzelnen Isolationslagen zueinander insofern sehr interessant, da durch sie das Auftreten elektrischer Erscheinungen, wie dem *Treeing* und dem damit verbundenen fortschreitenden Wachstum eines Durchschlagkanals, beschleunigt oder verlangsamt werden kann. Eine bessere interlaminaire Haftung bedeutet eine bessere Resistenz der Isolierung gegen thermisch und/oder

mechanisch bedingte interlaminare Scherkräfte, die einer Delamination von einzelnen Glimmerbandlagen zueinander und somit ebenfalls der Ausbildung elektrischer Trees entgegen wirkt.

4.4 Weiterführende Untersuchungsmethoden

Hier sollen einige weitere mechanische Methoden, die für Feinglimmerisolierungen interessante Ergebnisse liefern könnten, angeführt und näher beleuchtet werden.

4.4.1 Zeitstand-Zugversuch [4]

Durch die Zeitstand-Zugversuche nach DIN EN ISO 899-1 und gleichermaßen ASTM D 2990 kann das *Kriechverhalten*, also die spannungs- und zeitabhängige Verformung von Feinglimmerisolierungen, unter kontinuierlicher Zugbeanspruchung bestimmt werden. Dazu wird ein Probekörper (entspricht dem aus den Zugprüfungen) unter konstanter Spannung σ über den gewünschten Zeitraum gedehnt und die resultierende zeitabhängige Längenänderung ΔL_t gemessen. Geprüft wird dabei mit einer Spannung von 30-50 % der Kurzzeitspannungsfestigkeit (siehe Kapitel 4.2) die mittels Zugversuch nach DIN EN ISO 527 ermittelt wird. Die *Kriechdehnung* $\varepsilon_t(t)$ ergibt sich aus dem Verhältnis der Längenänderung ΔL_t zur Startlänge L_0 des Prüflings zu:

$$\varepsilon_t(t) = \frac{\Delta L_t}{L_0} [\%] \quad (4.10)$$

Für die mechanische Auslegung einer Isolierung ist vor allem der *Kriechmodul* $E_t(t)$ von Interesse. Er berechnet sich aus dem Verhältnis der Spannung σ zur Kriechdehnung ε_t zu:

$$E_t(t) = \frac{\sigma}{\varepsilon_t(t)} [\text{MPa}] \quad (4.11)$$

Gerade für in elektrischen Maschinen verwendete Feinglimmerisolierungen ist diese Untersuchung mit zusätzlich erhöhter Temperatur (je nach Temperaturklasse) besonders interessant.

4.4.2 Zeitstand-Biegeversuch [16]

Anhand der Zeitstand-Biegeversuche nach DIN EN ISO 899-2 bzw. ASTM D 2990 kann das Biege-Kriechverhalten unter einer zeitlich konstanten Dreipunktbiegebelastung bestimmt werden. Bei dieser Untersuchung kommen dieselben Probekörper, wie sie auch bei den Dreipunktbiegeversuchen nach DIN EN ISO 178 verwendet werden, zum Einsatz. Für die Prüfung wird der Probekörper in der Dreipunktbiegevorrichtung eingelegt und mit einer konstanten Kraft (kleiner der für die Kurzzeitbiegeversuche verwendeten Belastungen) beaufschlagt, sodass zu jedem Zeitpunkt eine Durchbiegung von maximal 0,1-facher

Stützweite (siehe Kapitel 4.1) resultiert. Die resultierende Durchbiegung $f_b(t)$ wird dabei in Abhängigkeit der Zeit gemessen. Die Berechnung der Randfaserdehnung bzw. der Biege-Kriech-Dehnung $\varepsilon_f(t)$ erfolgt analog zur Formel (4.5) (siehe Kapitel 4.1) mit:

$$\varepsilon_f(t) = \frac{600 \cdot h \cdot f_b(t)}{L^2} [\%] \quad (4.12)$$

Der Biege-Kriechmodul $E_f(t)$ wird analog zu Formel (4.6) wie folgt berechnet:

$$E_f(t) = \frac{F \cdot L^3}{4 \cdot f_b(t) \cdot b \cdot h^3} [\text{MPa}] \quad (4.13)$$

4.4.3 Dreipunktbiegeverfahren mit kurzem Balken [16]

Mit dem Kurzbiegeversuch nach DIN EN ISO 14130 im Dreipunktverfahren kann die interlaminaire Scherfestigkeit der einzelnen Glimmerbandlagen zueinander ermittelt werden. Die Prüfvorrichtung und das Prüfverfahren ähnelt der Dreipunktbiegung wie sie bereits in Kapitel 4.1 erläutert wurde, allerdings werden hierbei kurze Probekörper (20 mm Länge und 10 mm Breite) und geringere Stützweiten L verwendet (siehe Bild 4.5).

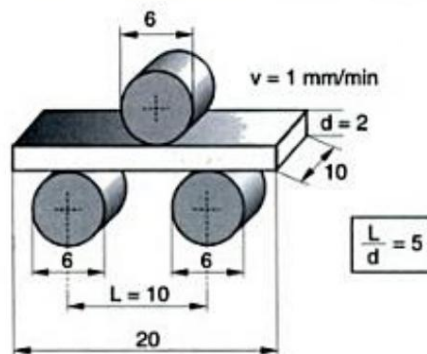


Bild 4.5: Schematische Darstellung der Kurzbiegeprüfung (alle Maße in mm) [16]

Durch die Verwendung von kurzen Stützweiten wird der Einfluss der Biegespannungen verringert und jener der Schubspannung erhöht. Bestimmt wird der Widerstand den der Verbund aus Glimmerband und Harz den parallel zu den Schichten der Isolierung wirkenden interlaminairen Scherbeanspruchungen entgegensetzt. Dazu wird die maximale Kraft F [N] zum Zeitpunkt des ersten Versagens gemessen. Über die Kraft F , die Breite b [mm] und Dicke h [mm] des Probekörpers kann die *scheinbare interlaminaire Scherfestigkeit* τ folgendermaßen berechnet werden:

$$\tau = \frac{3 \cdot F}{4 \cdot b \cdot h} [\text{MPa}] \quad (4.14)$$

4.4.4 Schlagzähigkeitsprüfung nach CHARPY [16]

Mittels Schlagzähigkeitsprüfung nach Charpy gemäß DIN EN ISO 179 kann die Zähigkeit bzw. Sprödigkeit einer Feinglimmerisolierung unter schlagartigen Beanspruchungen ermittelt werden. Dazu wird ein balkenförmiger Probekörper in der Mitte zweier Widerlager positioniert und mit einem einzigen Schlag auf die Mittellinie der Probe beansprucht. Bei sehr zähen Werkstoffen wird häufig eine Kerbe auf der dem Schlag gegenüberliegenden Seite des Probekörpers (vgl. Bild 4.6) herausgearbeitet um einen gezielten Bruch einzuleiten. Für Feinglimmerisolierungen kann darauf verzichtet werden.

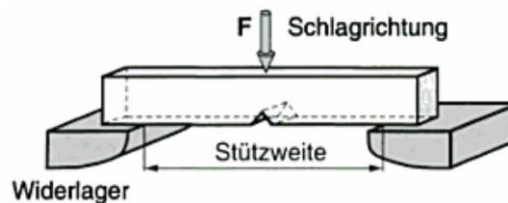


Bild 4.6: Schema der Schlagprüfanordnung nach Charpy [16]

Die *Charpy-Schlagzähigkeit* a_{cU} kann über die beim Schlag aufgenommene Arbeit E_c [J], die Dicke h [mm] und Breite b [mm] des Probekörpers nach Formel (4.15) berechnet werden:

$$a_{cU} = \frac{E_c}{h \cdot b} \cdot 10^3 \quad (4.15)$$

4.4.5 Dynamisch-Mechanische Analyse (DMA) [16]

Mittels DMA nach DIN EN ISO 6721 können der *komplexe Modul* E^* und das Dämpfungsverhalten anhand des *mechanischen Verlustfaktors* $\tan \delta_{mech}$ der Feinglimmerisolierung ermittelt werden. Dabei wird die Isolationsprobe einer sich periodisch ändernden Belastung unterzogen. Man unterscheidet je nach Art der Anregung dieser periodischen Beanspruchungen zwischen Verfahren mit erzwungenen, freien gedämpften oder Resonanzschwingungen. Unter Verwendung erzwungener Schwingungen, wird die Probe einer sinusförmigen mechanischen Beanspruchung mit konstanter Intensität und Frequenz ausgesetzt und die resultierenden Spannungs- und Dehnungsverläufe aufgezeichnet. Im eingeschwingenen Zustand ergibt sich eine *Phasenverschiebung* δ zwischen Spannung $\sigma(t)$ und Dehnung $\varepsilon(t)$ wie in Bild 4.7 dargestellt.

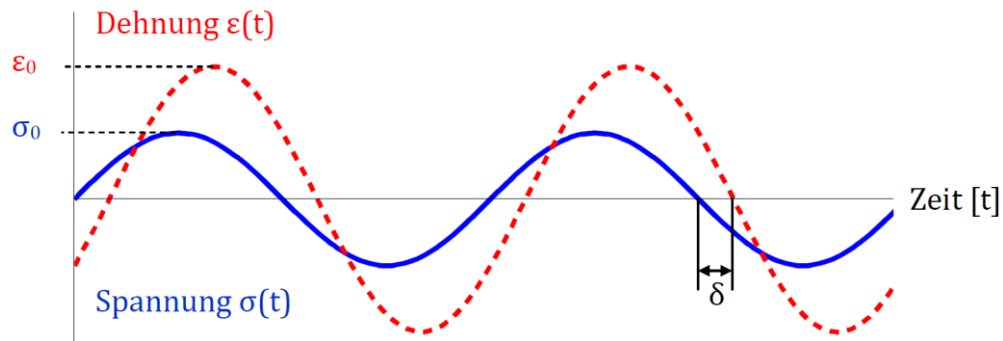


Bild 4.7: Zeitlicher Spannungs- und Dehnungsverlauf unter erzwungenen Schwingungen

Aufgrund dieser Phasenverschiebung muss zur Beschreibung des Zusammenhangs von Spannung und Dehnung der komplexe Modul E^* eingeführt werden:

$$E^* = E' + i \cdot E'' \quad (4.16)$$

Dabei ist das *Speichermodul* E' (Realteil) ein Maß für die während einer Periode gespeicherte, der *Verlustmodul* E'' (Imaginärteil) hingegen ein Maß für die währenddessen dissipierte Energie. Betrachtet man das komplexe Modul als Vektor in der komplexen Ebene (vgl. Bild 4.8), ist seine Richtung anhand des Phasenwinkels δ festgelegt.

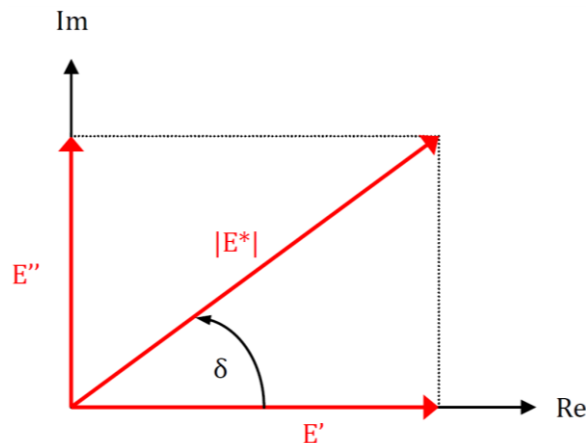


Bild 4.8: Zusammenhang des komplexen Moduls E^* und der Phasenverschiebung δ

Sein Betrag ergibt sich aus dem Verhältnis der Amplituden von Spannung zur Dehnung nach Formel (4.17) zu:

$$|E^*| = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \quad (4.17)$$

Der mechanische Verlustfaktor $\tan \delta_{\text{mech}}$ berechnet sich gemäß Formel (4.18) zu

$$\tan \delta_{\text{mech}} = \frac{E''}{E'} \quad (4.18)$$

Wird die DMA zusätzlich unter Temperatur durchgeführt, man spricht dann von einer Dynamisch-Mechanischen Thermischen Analyse (DMTA), kann zusätzlich zu dem komplexen Modul noch die Glasübergangstemperatur T_g ermittelt werden. Diese zeigt sich durch eine starke Abnahme des komplexen Moduls über mehrere Dekaden hinweg, innerhalb eines relativ kurzen Zeitraumes.

4.5 Verwendete Normen

ASTM D 790 (2007) Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials

ASTM D 2990 (2009) Standard Test Method for Flexural Creep and Creep-Rupture of Plastics

ASTM D 6272 (2008) Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials by Four-Point Bending

IEC 60371 (2003) Specification for insulating materials based on mica - Part 1: Definitions and general requirements

IEC 60371 (2004) Specification for insulating materials based on mica - Part 2: Methods of test

DIN 53463 (1974) Spaltversuch an Schichtpressstoff-Tafeln

DIN EN ISO 178 (2006) Kunststoffe - Bestimmung der Biegeeigenschaften

DIN EN ISO 179 (2006) Kunststoffe - Bestimmung der Charpy-Schlageigenschaften - Teil 1: Nicht instrumentierte Schlagzähigkeitsprüfung

DIN EN ISO 527 (1996) Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze

DIN EN ISO 527 (1997) Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 4: Prüfbedingungen für isotrop und anisotrop faserverstärkte Kunststoffverbundwerkstoffe

DIN EN ISO 899 (2003) Kunststoffe - Bestimmung des Kriechverhaltens - Teil 1: Zeitstand-Zugversuch

DIN EN ISO 899 (2003) Kunststoffe - Bestimmung des Kriechverhaltens - Teil 2: Zeitstand-Biegeversuch bei Dreipunkt-Belastung

DIN EN ISO 6721 (2002) Kunststoffe - Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundlagen

DIN EN ISO 6721 (2002) Kunststoffe - Bestimmung dynamisch-mechanischer Eigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundlagen

DIN EN ISO 14130 (1998) Faserverstärkte Kunststoffe - Bestimmung der scheinbaren interlaminaeren Scherfestigkeit nach dem Dreipunktverfahren mit kurzem Balken

5 Thermische Charakterisierung

Die thermische Charakterisierung von Isoliermaterialien gewinnt aufgrund der steigenden Auslastung von elektrischen Betriebsmitteln und der damit verbundenen höheren Wärmeentwicklung immer mehr an Bedeutung. Bereits bei der Auslegung bzw. vor der Herstellung der Isolierung muss deshalb deren thermische Langzeitstabilität genauestens analysiert werden, um beispielsweise Masseverluste durch Abdampfen von Material oder Einbußungen der mechanischen Festigkeit ausschließen zu können. Die fortschreitende Technologisierung und Automatisierung von Meßgeräten machen solche Analysen zu häufig verwendeten und international genormten Verfahren in den Bereichen der Qualitätssicherung sowie in Forschung und Entwicklung. Die Methoden zur thermischen Charakterisierung von Feinglimmerisolationen gehören heute neben den elektrischen und mechanischen Untersuchungsmethoden zu den Standardverfahren zur Bestimmung deren Materialeigenschaften.

5.1 Thermomechanische Analyse (TMA) [4] [16]

Bei der TMA nach ISO 11359 bzw. ASTM E 831 wird die erwärmungsbedingte Ausdehnung eines Kunststoffes als Funktion über Temperatur und Zeit gemessen. Dabei wird ein quaderförmiger Probenkörper bei konstanter Heizrate über den interessierenden Temperaturbereich erwärmt. Mittels Quarzstempel, der in dem zu untersuchenden Temperaturbereich keine Ausdehnung aufweisen darf, wird eine geringe Aufkraft (je nach Norm zwischen 1 mN und 100 mN) auf den Probenkörper aufgebracht und die Wärmeausdehnung der Probe über die Temperatur durch ein geeignetes Messsystem gemessen. Anhand der so gewonnen Daten kann die Dicke der Probe über die Temperatur als Graph (TMA-Kurve) aufgetragen werden. Durch Auswerten dieser Kurve können die für die thermische Klassifizierung eines Kunststoffes wichtigen Materialkenngrößen ermittelt werden:

- der *Wärmeausdehnungskoeffizient* α (beschreibt die Ausdehnung eines Körpers bei Temperaturerhöhung von 1 K)
- die *Glasübergangstemperatur* T_g (Temperatur, ab der es durch irreversible Verschiebungen von Molekülketten im Polymer zur *plastischen Deformation*⁸ bzw. *Phasenumwandlung*⁹ kommt)

⁸ irreversible Deformation

Höhere Vernetzungsgrade bei Polymeren bewirken eine höhere Formstabilität und haben somit niedrigere Wärmeausdehnungskoeffizienten zur Folge.

Theoretische Grundlagen

Durch Erwärmen eines Kunststoffes kommt es zu temperaturbedingten Wärmeschwingungen von Molekülketten, die bis zu einer für den jeweiligen Kunststoff charakteristischen Temperatur (T_g) zu reversiblen Dehnungen führen. Nach Abkühlen des Materials kehren die Polymerketten wieder in ihre Ausgangslage zurück, es kommt also zu keiner dauerhaften Verformung und Veränderung der Materialeigenschaften. Bei Überschreitung der T_g kommt es jedoch zu einer durch das Gleiten von Polymerketten initiierten plastischen Deformation. Das Material beginnt zu fließen und verliert somit seine mechanische Festigkeit. Oberhalb der T_g kommt es zu einem sprunghaften Anstieg der Wärmeausdehnung.

Die Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten α eines Stoffes erfolgt über ein Temperaturintervall innerhalb dessen das Material eine nahezu temperaturunabhängige Wärmeausdehnung aufweist. Dies ist in den linearen Bereichen der TMA-Kurve vor und nach der Glasübergangstemperatur der Fall. Für die *Länge* L_1 eines Probekörpers bei erhöhter *Temperatur* T_1 folgt ausgehend von der *Startlänge* L_0 bei einer *Starttemperatur* T_0 :

$$L_1 = L_0 + \alpha \cdot L_0 \cdot (T_1 - T_0) \quad (5.1)$$

Mit den Beziehungen

$$\Delta L = L_1 - L_0 \quad \text{und} \quad \Delta T = T_1 - T_0 \quad (5.2)$$

folgt durch Umformen der Gleichung (5.1) der Wärmeausdehnungskoeffizient:

$$\alpha = \frac{\Delta L}{\Delta T} \cdot \frac{1}{L_0} \quad [\text{K}^{-1}] \quad (5.3)$$

Werden in die bereits erwähnten linearen Bereiche der TMA-Kurve (vgl. Bild 5.1) vor und nach der T_g Tangenten angelegt, so kann anhand des Schnittpunktes der beiden Geraden die Glasübergangstemperatur abgelesen werden. Der Ausdehnungskoeffizient wird häufig für die Temperaturbereiche vor und zusätzlich nach dem Glasübergang ermittelt, um die sich ändernden Materialcharakteristika in Abhängigkeit der Temperatur zu bestimmen. Ebenso wird er für gewöhnlich in alle drei Dimensionen bestimmt, wobei darauf zu achten ist, dass es bei Verbundsystemen von Polymeren und anorganischen Füllstoffen zu unterschiedlichen Wärmeausdehnungen in den drei Hauptachsen kommen kann. Dies wiederum führt zu

⁹ Änderung des Aggregatzustandes (z.B. fest zu flüssig)

thermisch induzierten Spannungen entlang der Grenzfläche zwischen Füllstoffen und dem Polymer. Weiters existiert ein Zusammenhang zwischen dem E-Modul und dem Ausdehnungskoeffizienten. Mit steigendem E-Modul nimmt der Wärmeausdehnungskoeffizient ab.

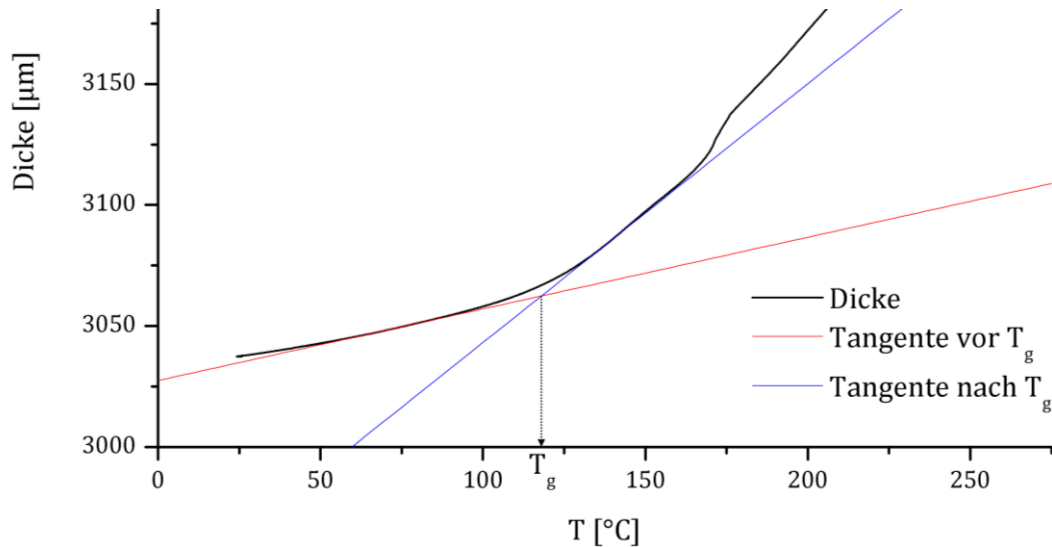


Bild 5.1: Ermittlung der T_g anhand einer TMA-Kurve

5.2 Weiterführende Untersuchungsmethoden

Neben der TMA kommen sowohl für Entwicklungszwecke als auch in der Qualitätskontrolle weitere Analyseverfahren zum Einsatz, um die thermischen Anforderungen an die Isolierung validieren zu können. Hier sollen die gängigsten kurz dargestellt werden.

5.2.1 Thermogravimetrische Analyse (TGA) [4]

Anhand der TGA nach DIN 51006 bzw. ASTM D 3850 kann bei Feinglimmerisolierungen deren thermische Stabilität und/oder der Gehalt organischer Füllstoffe, respektive der Harzgehalt, ermittelt werden. Dafür wird eine Probe im Probenraum einer Thermowaage bei konstanter Heizrate erhitzt und die Massenänderung (überwiegend eine Massenabnahme) während des Aufheizvorgangs mittels spezieller Mikrowaage aufgezeichnet. Während der Analyse kann der Probenraum je nach Bedarf mit verschiedenen Gasen gespült werden. Beim Erhitzen kann die Isolationsprobe durch Zersetzungsreaktionen oder Verdampfen flüchtige Komponenten abgeben oder aus dem Gas in der Probenkammer, z.B. durch Oxidation, aufnehmen. Über die Massenänderung, die bei Polymeren häufig in mehreren Stufen erfolgt, in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit können anteilmäßig die Einzelkomponenten des Polymers ermittelt werden. Für die *qualitative Analyse*¹⁰ dieser Komponenten kann die TGA zusätzlich mit einem IR- oder Massenspektrometer gekoppelt werden. In Bild 5.2 ist eine

¹⁰ Nachweis der chemischen Verbindungen

TGA-Beispielkurve, mit drei erkennbaren Stufen der Masseabnahme, die erste zwischen 250-350 °C, die zweite von 350-450 °C und die dritte Stufe im Bereich 450-550 °C).

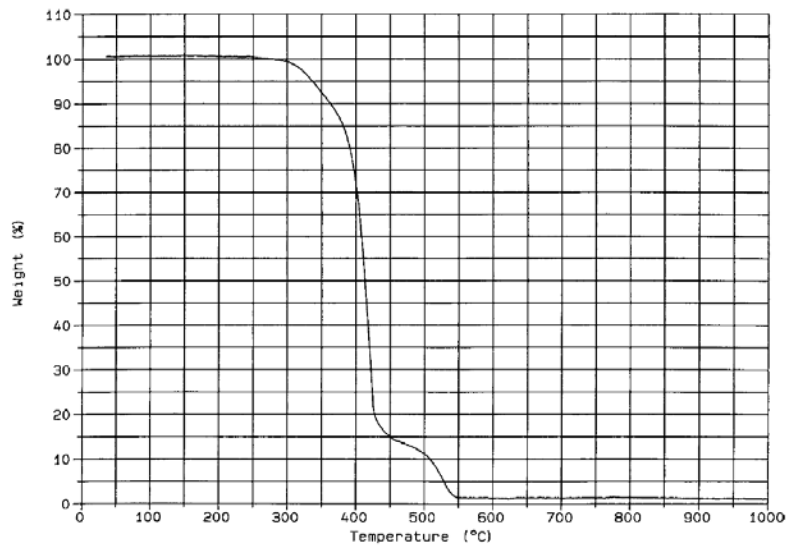


Bild 5.2: Beispiel einer TGA-Kurve aus ASTM D 3850

5.2.2 Differential Scanning Calorimetry (DSC) [16]

Über die DSC (zu Deutsch: Dynamische Differenzkalorimetrie) nach DIN EN ISO 11357 und ASTM E 1356 können sowohl die bei Phasenumwandlungen (z.B. Schmelzen) auftretenden *Enthalpieänderungen*¹¹ ΔH , als auch die Glasübergangstemperatur T_g von Feinglimmerisierungen bestimmt werden. Ein häufig verwendetes Messprinzip ist das Wärmestromprinzip. Dabei wird ein mit der Probe gefüllter Tiegel gemeinsam mit einem Referenzobjekt (leerer Tiegel) in einer gemeinsamen Probenkammer (vgl. Bild 5.3) demselben Temperaturprogramm ausgesetzt. Während dessen wird die Temperatur von beiden, auf einer wärmeleitenden (Chromel-)Scheibe sitzenden, Tiegeln über jeweils ein Thermoelement kontinuierlich gemessen.

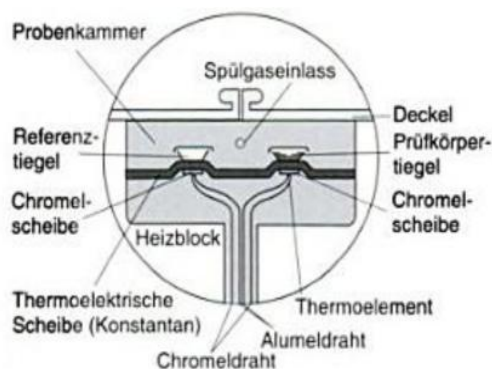


Bild 5.3: Schematische Darstellung einer DSC-Messzelle nach dem Wärmestromprinzip [16]

¹¹ Änderung der Wärmekapazität

Solange der Tiegel mit der Referenzprobe und der Proben Tiegel der Temperatur in gleicher Weise folgen, also keine Temperaturdifferenz zwischen den beiden Tiegeln besteht, herrscht thermische Symmetrie. Sobald sich die *spezifische Wärmekapazität* c_p der Probe ändert, resultiert eine dazu proportionale Temperaturdifferenz zwischen den beiden Tiegeln. Es folgt ein nicht konstanter Wärmestrom durch die Probe. Für endotherme Prozesse, wie sie beispielsweise für Zersetzungsprozesse und beim Glasübergangspunkt des Harzes charakteristisch sind, folgt eine Zunahme der Enthalpie, die Steigung der Enthalpie-Temperatur-Kennlinie nimmt folglich zu. Somit kann die T_g anhand des Kurvenverlauf wie in (Bild 5.4) dargestellt ermittelt werden. Weiters können exotherme Prozesse, die typisch für Kristallisationen oder Polymerisationen sind, analog an der Abnahme der Enthalpie evaluiert werden.

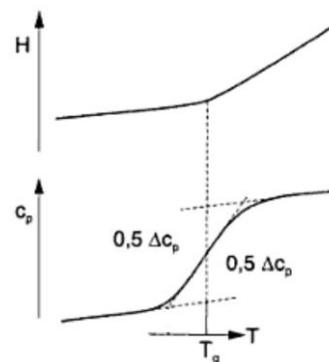


Bild 5.4: Bestimmung der T_g bei DSC aus dem Enthalpieverlauf [16]

5.2.3 Wärmeleitfähigkeitsmessung [16]

Die Bestimmung der *Wärmeleitfähigkeit* λ einer Isolierung bzw. des dazu umgekehrt proportionalen *Wärmewiderstands* R_λ kann nach ASTM E 1530 mittels *Heat Flow Meters* (vgl. Bild 5.5) erfolgen. Bei einem Heat Flow Meter wird die zu untersuchende Isolationsprobe zwischen einer geheizten und einer gekühlten Platte, die jeweils ein Thermoelement enthalten, mit definiertem Anpressdruck positioniert. Es entsteht somit ein definiertes Temperaturgefälle über die Probendicke. Anhand der dabei gemessenen zeitlichen Temperaturdifferenz zwischen den beiden Thermoelementen wird die Wärmeleitfähigkeit ermittelt.

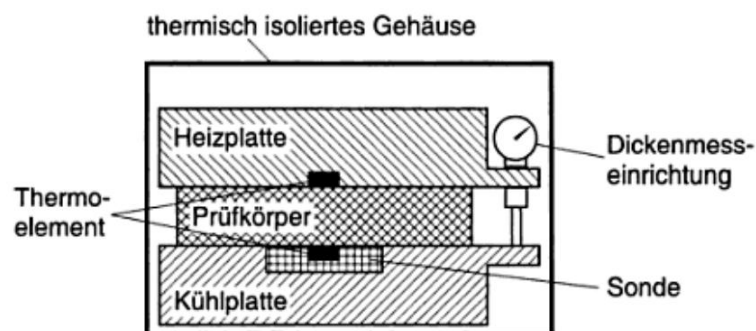


Bild 5.5: Schema eines Heat Flow Meters zur Wärmeleitfähigkeitsmessung [16]

Für diese Messung müssen die Probenkörper planparallele und ebene Oberflächen aufweisen, um eine gute Kontaktierung der beiden Thermoelemente, sowie der beheizten und gekühlten Platten, zur Probe zu gewährleisten. Die Probenvorbereitung sowie die Messung sind bei diesem Verfahren sehr zeitaufwendig. Eine einfachere und schnellere Methode die Wärmeleitfähigkeit zu ermitteln, bieten moderne Laser-Flash-Geräte (vgl. Bild 5.6).

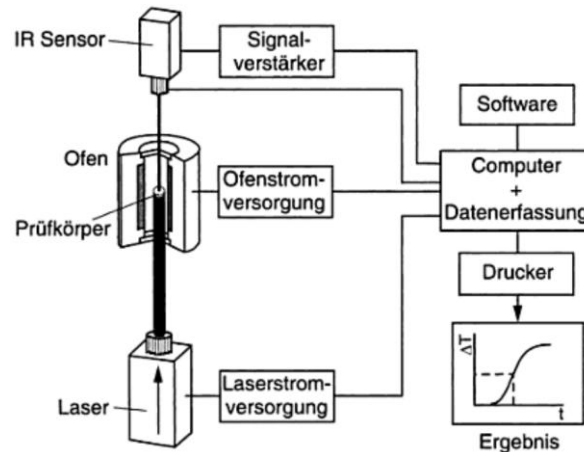


Bild 5.6: Schema eines Laser-Flash-Gerätes

Dabei wird die Probenunterseite mit einem Laserstrahlimpuls erwärmt, während gleichzeitig ein IR-Sensor auf der gegenüberliegenden Seite der Probe den zeitlichen Temperaturverlauf misst. Die Wärmeleitfähigkeit λ ist proportional zur *Temperaturleitfähigkeit* a , der *Dichte* ρ und der spezifischen *Wärmekapazität* c_p und ergibt sich zu:

$$\lambda = a \cdot c_p \cdot \rho \left[\frac{\text{W}}{\text{mK}} \right] \quad (5.4)$$

5.3 Verwendete Normen

ASTM D 3850 (2006) Standard Test Method for Rapid Thermal Degradation of Solid Electrical Insulating Materials by Thermogravimetric Method (TGA)

ASTM E 831 (2006) Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials by Thermomechanical Analysis

ASTM E 1356 (2008) Standard Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry

ASTM E 1530 (2006) Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique

DIN 51006 (2005) Thermische Analyse (TA) - Thermogravimetrie (TG) - Grundlagen

DIN EN ISO 11357 (2009) Kunststoffe - Dynamische Differenz-Thermoanalyse (DSC) - Teil 1:
Allgemeine Grundlagen

DIN EN ISO 11359 (1999) Kunststoffe - Thermomechanische Analyse (TMA) - Teil 1:
Allgemeine Grundlagen

DIN EN ISO 11359 (1999) Kunststoffe - Thermomechanische Analyse (TMA) - Teil 2:
Bestimmung des linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der
Glasübergangstemperatur

6 Praktische Untersuchungen

In diesem Kapitel sollten anhand der in der Theorie beschriebenen Methoden einige spezielle Problemstellungen bzw. interessante Phänomene an Isolationen spannungsgeprüfter Stäbe untersucht werden. Weiters waren die mechanischen und thermischen Eigenschaften von unterschiedlichen Isolationstypen zu vergleichen, sowie elektrische Charakterisierungen zweier unterschiedlicher, im VPI-Prozess verwendeten, Feinglimmerbänder durchzuführen.

6.1 Vergleich der Reaktionskinetik¹² zwischen Neu- und Altharz

Mit zunehmender Anzahl an Imprägniervorgängen von Generatorstäben mit ein und derselben Harzfällung im VPI-Prozess, kommt es aufgrund von Alterungsprozessen des Harzes zur Änderung des Imprägnierverhaltens. Typische Auswirkungen der Harzalterung sind steigende Viskosität und höhere Reaktivität des Harzes, da durch Auswaschprozesse während den Imprägniervorgängen bereits geringe Mengen des Beschleunigers im Altharz enthalten sein können. Der Einfluss der Harzalterung auf den Vernetzungsprozess von Harz und Härter, bei einer vorgegebenen Temperatur, sollte mittels FTIR-Untersuchungen veranschaulicht werden. Verwendet wurde ein Phthalsäureanhydrid (Methylhexahydrophthalsäureanhydrid) als Härter (Bild 6.1a), Epoxidharz auf Bisphenol A Basis (in Bild 6.1b ist der Einfachheit halber nur die Epoxy-Gruppe, der Diglycidylether des Bisphenol A mit dem Molekülrest angeführt) und Zinknaphthenat als Beschleuniger. Die farblich markierten Bereiche der Moleküle entsprechen den funktionellen Gruppen des Anhydrids (rot) und des aus der Vernetzung entstandenen Carbonsäureesters (blau).

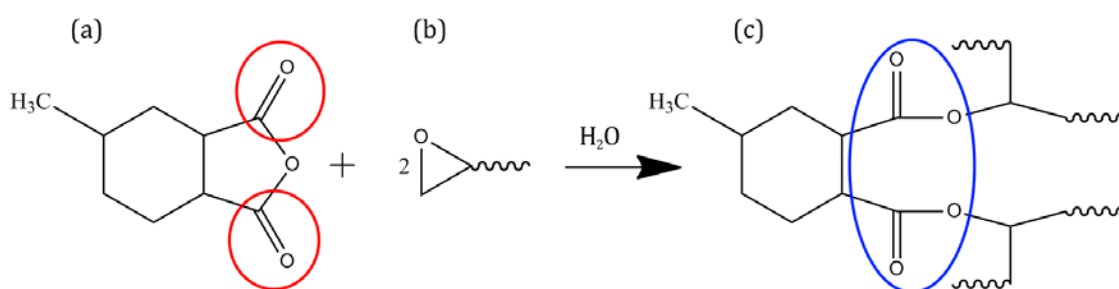


Bild 6.1: Vernetzungsvorgang von Härter (a) und Harz (b) zu einem Polymer (c)

Die Altharzprobe stammt aus der Produktion zur Imprägnierung von Generatorstäben nach dem VPI-Verfahren. Sie wurde nach der Tränkcharge Nr. 140 (TH 140) gezogen.

¹² Zeitlicher Ablauf des Vernetzungsprozesses von Harz und Härter

6.1.1 Probenvorbereitung

Für das Neuharz wurde eine Basismischung aus 500 mg Harz, 500 mg Härter und 65 mg Beschleuniger hergestellt, was dem tatsächlichen Gewichtsverhältnis beim Imprägniervorgang entspricht, wobei der Beschleuniger bereits im Glimmerband enthalten ist. Da das Altharz aus der Produktion entnommen wurde, lag es bereits als fertiges Gemisch aus Harz und Härter vor. Die tatsächlichen Zusammensetzungen der Mischungen sind in (Tabelle 6.1) angeführt:

Tabelle 6.1: Zusammensetzung der Basismischungen

Basismischung	Harz [mg]	Härter [mg]	Beschleuniger [mg]
Neuharz	494,1	510,4	65,6
Altharz (TH 140)	1001,3		65,9

Beide Basismischungen wurden nach Zugabe von 2 ml Dichlormethan CH_2Cl_2 als Lösungsmittel gut durchmischt. Danach wurden von jeder Mischung einige Tropfen auf ein separates Kalziumfluorid(CaF_2)-Plättchen aufgebracht und gleichmäßig verteilt. Nach Abdampfen des Lösungsmittels wurde die aufgebraute Harzprobe mit einem weiteren CaF_2 -Plättchen abgedeckt (Bild 6.2), um ein ungewolltes Verflüchtigen der Härterkomponente während der Versuchsdurchführung zu verhindern.



Bild 6.2: FTIR-Probe aus zwei CaF_2 -Plättchen die das Basisgemisch einschließen

6.1.2 Versuchsdurchführung

Die Messungen wurden an einem *Spectrum One* FTIR-Spektrometer von **PerkinElmer** durchgeführt. Vor der ersten Messung des IR-Spektrums der Proben musste zunächst das FTIR-Spektrometer kalibriert werden. Dazu wurde ein CaF_2 -Plättchen in die Probenkammer des FTIR-Spektrometers eingelegt und ein *Hintergrundscan* durchgeführt. Das dabei aufgezeichnete Spektrum wurde bei den folgenden Messungen automatisch ausgeblendet bzw. von den bei den eigentlichen Messungen aufgezeichneten IR-Spektren subtrahiert.

Erste Versuchsreihe

Für die erste Versuchsreihe wurde zu Beginn das IR-Spektrum des Neu- und Altharzgemisches ermittelt, bevor die beiden Proben für jeweils für 15 Minuten bei 140°C in einen Trockenschrank zur Vernetzung gebracht wurden. Nach 15 Minuten im Trockenschrank wurden die Proben entnommen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Anschließend wurde jede Probe separat im Probenhalter in den Strahlengang des FTIR-Spektrometers (Bild 6.3) platziert und das entsprechende IR-Spektrum erneut ermittelt. Nach der Aufzeichnung beider IR-Spektren wurden die Proben abermals für 15 Minuten bei 140°C im Trockenschrank gelagert. Nach dem Abkühlen wurden die IR-Spektren nochmals aufgenommen und die Ergebnisse ausgewertet.

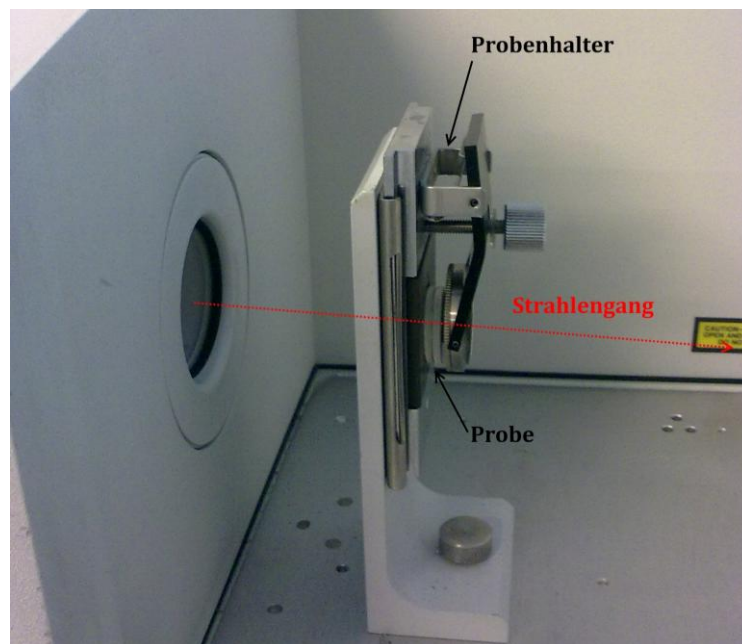


Bild 6.3: Probenhalter mit Probe im Strahlengang des FTIR-Spektrometers

Zweite Versuchsreihe

Nach Auswerten der Ergebnisse der ersten Versuchsreihe (siehe Kapitel 6.1.3) wurde beschlossen, die Messungen für kürzere Intervalle mit neuen Proben zu wiederholen, um detailliertere Ergebnisse zu erhalten. Das Vorgehen bei den Messungen verlief analog zur ersten Versuchsreihe. Die IR-Spektren wurden jeweils vor dem Einbringen, nach 5, 10, 15 und 20 Minuten im Trockenschrank bei 140°C gemessen und ausgewertet. Durch das häufige Hantieren mit den Proben haben sich bei dieser Versuchsreihe die CaF₂-Plättchen der Neuharzprobe gegeneinander verschoben, wodurch geringe Mengen des Harz-Härter-Gemischs auslaufen konnten und sich die Probenanordnung dadurch veränderte, weshalb hierbei keine aussagekräftigen Ergebnisse generiert worden sind.

6.1.3 Ergebnisse

Für die Auswertung und Interpretation der Vernetzung der Harz-Härter-Mischungen sind die Schwingungsbanden der C=O Bindungen des Anhydrids und der funktionellen Gruppe (-COOR) des entstehenden Carbonsäureesters von Bedeutung, da bei der Reaktion die beiden charakteristischen Banden des Anhydrid bei Wellenzahl 1860 cm^{-1} und 1788 cm^{-1} mit Fortschreiten der Vernetzung abnehmen und damit die charakteristische Bande des Esters bei Wellenzahl 1734 cm^{-1} erscheint. Somit kann zur Untersuchung der Reaktionskinetik das IR-Spektrum auf den Wellenzahlenbereich zwischen 1950 cm^{-1} und 1650 cm^{-1} beschränkt werden. Bei der Auswertung der IR-Spektren musste, aufgrund eines leichten Basislinienversatzes der Spektren, der durch eine minimale Änderung der Schichtdicke der Harz-Härter-Mischung zu erklären ist, auf den Referenzpeak bei 1510 cm^{-1} normiert werden, um eine quantitative Analyse zu ermöglichen. Weiter wurde der Umsatz bei der Reaktion über die Fläche zwischen Basislinie und den Transmissionsminima der Anhydridbande bei 1788 cm^{-1} , entspricht $Area$ in Formel (6.1), und der Referenzbande bei 1510 cm^{-1} , entspricht $Area_{ref}$ in Formel (6.1), berechnet und zur Auswertung hinzugezogen.

$$\text{Umsatz}(t) = 1 - \frac{\left(\frac{Area}{Area_{ref}}\right)_{t=x}}{\left(\frac{Area}{Area_{ref}}\right)_{t=0}} \quad (6.1)$$

Erste Versuchsreihe

Die resultierenden IR-Spektren der ersten Versuchsreihe sind in Bild 6.4 und Bild 6.5 dargestellt. Die Transmission ist hier nicht in [%] sondern in *arbitrary units* [a.u.] angegeben, was die Normierung auf den Referenzpeak verdeutlichen soll.

Die Abnahme der Anhydrid-Banden bei den Wellenzahlen 1860 cm^{-1} und 1788 cm^{-1} ist in beiden Fällen sehr deutlich zu erkennen und durch rote Pfeile veranschaulicht. Die Ausbildung der Ester-Bande bei 1734 cm^{-1} ist durch einen blauen Pfeil gekennzeichnet. Während beim Neuharz (Bild 6.4) zwischen 15 und 30 Minuten noch eine relativ deutliche Abnahme der beiden Anhydrid-Banden zu sehen ist, kann dies beim Altharz (Bild 6.5) nicht mehr festgestellt werden. Die Umsatzberechnungen in Tabelle 6.2 bestätigen dies. So steigt der Umsatz der Polymerisationsreaktion zwischen 15 und 30 Minuten Vernetzungszeit beim Neuharz noch um gut 4 %, während der Umsatz beim Altharz nach 15 Minuten bereits stagniert ist. Aufgrund dieser Erkenntnis wurde eine zweite Versuchsreihe mit kürzeren Vernetzungszeiten im Ofen gestartet, um den Einfluss des Harzalters auf die Reaktionskinetik noch stärker zu verdeutlichen.

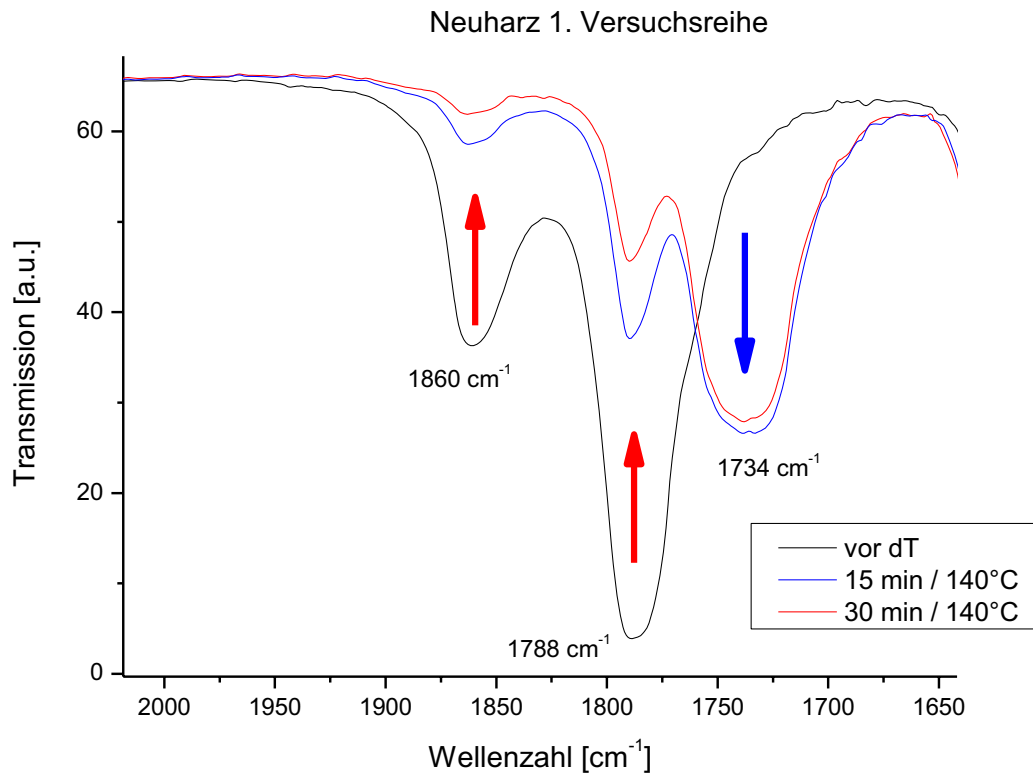


Bild 6.4: FTIR-Spektrum von Neuharz der ersten Versuchsreihe

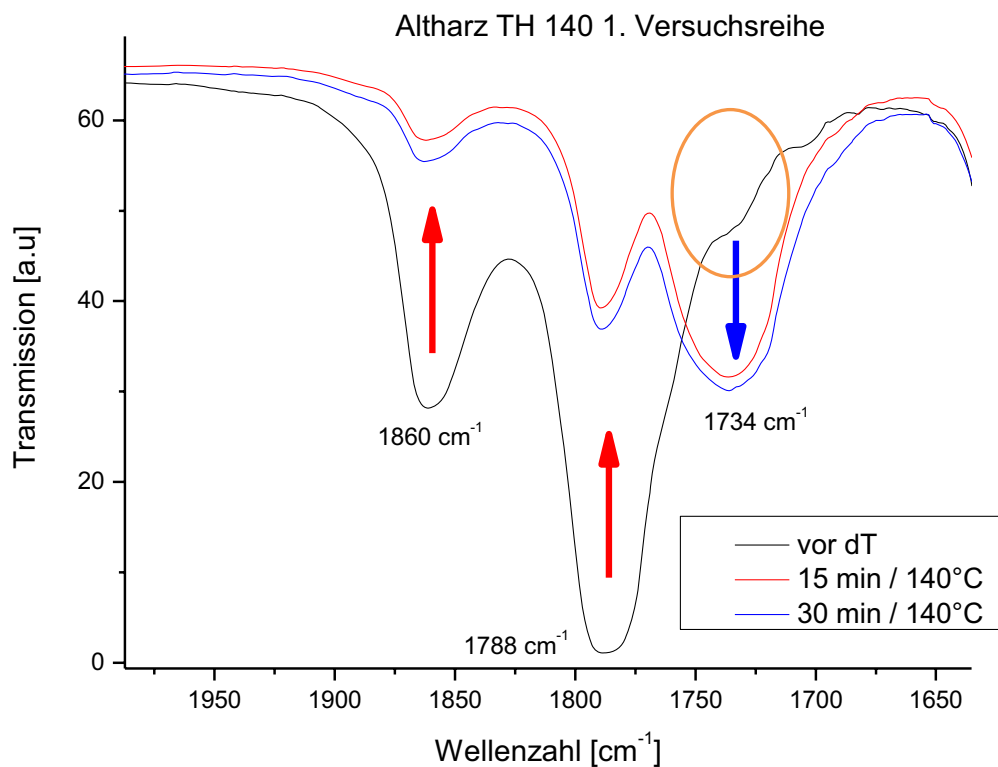


Bild 6.5: FTIR-Spektrum von Altharz der ersten Versuchsreihe

Ein eindeutiges Zeichen der bereits fortgeschrittenen Alterung des Altharzes ist im Bild 6.5 (orange Markierung) sehr schön in Form einer Einschulterung bei Wellenzahl 1734 cm^{-1}

(die Ester-Bande) bei der schwarzen Kennlinie, also vor der Vernetzung im Trockenschrank, zu erkennen. Dies zeigt, dass im Laufe der damit durchgeführten Imprägniervorgänge bereits eine gewisse Vernetzung stattgefunden haben muss.

Tabelle 6.2: Umsatzberechnung der ersten Versuchsreihe

	Zeit [min]	Area [$A \cdot \text{cm}^{-1}$]	Area _{ref} [$A \cdot \text{cm}^{-1}$]	Umsatz [%]
Neuharz	0	59,0580	18,0782	-
	15	15,7517	19,415	75,1
	30	13,9426	20,5921	79,3
Altharz	0	70,851	23,1411	-
	15	15,9266	18,3382	71,5
	30	19,3489	21,9585	71,4

6.1.4 Diskussion der Ergebnisse

Die Auswirkungen des Harzalters konnten in der ersten Versuchsreihe relativ gut verdeutlicht werden. Die detaillierte Untersuchung des Vernetzungsprozesses in der zweiten Versuchsreihe musste jedoch, aufgrund der bereits dargestellten Gründe in Kapitel 6.1.2, verworfen werden. Für eine aussagekräftige und fehlerfreie Untersuchung dieser Art ist eine kontinuierliche Messung bei konstanter Temperatur der Probe von Nöten. Dies kann mit einem beheizbaren Probenhalter, einer sogenannten Thermokammer (Bild 6.6), die in den Strahlengang des FTIR-Spektrometers eingebracht wird, erreicht werden.

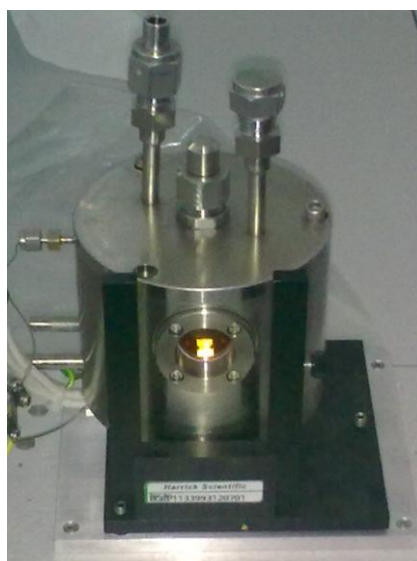


Bild 6.6: Thermokammer für FTIR-Spektrometer

Diese war im Zeitraum der FTIR-Untersuchungen defekt. Aufgrund dieser Tatsache und der Schwierigkeiten beim häufigen Hantieren mit den Proben aus der zweiten Versuchsreihe, der dabei auftretenden Verschiebung der CaF_2 -Plättchen gegeneinander und der damit verbundenen Abnahme der Schichtdicke des Harz-Härter-Gemisches, wurde diese Versuchsreihe nicht mehr wiederholt. Die Sauberkeit der CaF_2 -Plättchen und eine möglichst konstante Schichtdicke des zu untersuchenden Gemisches sind für eine aussagekräftige FTIR-Analyse essentiell.

6.2 Untersuchung diverser Phänomene in der Isolierung anhand von Feinschnitten aus spannungsgeprüften Stäben

Nach der Lebensdauerprüfung gemäß IEEE 1034 an Statorstäben wurden ausgewählte Stäbe in dünne Feinschnitte zerlegt und auf Auffälligkeiten untersucht. Spezielles Augenmerk wurde dabei auf die Bereiche des Nutteiles gelegt, welche Erosionen des Außenglimmschutzes (AGS) aufwiesen. Ziel dabei war es, genauere Informationen über die Entstehung dieser Glimmstellen zu erhalten und die Isolierung auf mögliche chemische Veränderungen bzw. Unregelmäßigkeiten zu analysieren.

Bei der Begutachtung der Feinschnitte konnten drei Phänomene festgestellt werden: Über den Isolationsquerschnitt eines Feinschnitts konnten helle, ausgewaschene Bereiche in der Isolierung unmittelbar unter dem AGS lokalisiert werden, wohingegen die Bereiche auf der Isolationsinnenseite (die dem Roebelstab zugewandte Seite) durchwegs rot eingefärbt¹³ waren (Bild 6.7). Da neben dem Farbstoff auch der Beschleuniger (Zinknaphthenat) auf den Glimmerbändern aufgebracht ist, stellte sich somit die Frage, ob außer dem Farbstoff auch eine gewisse Migration von Teilen des Beschleunigers stattgefunden hat, was sich evtl. auf den Vernetzungsprozess beim Imprägniervorgang der Stäbe ausgewirkt haben könnte.

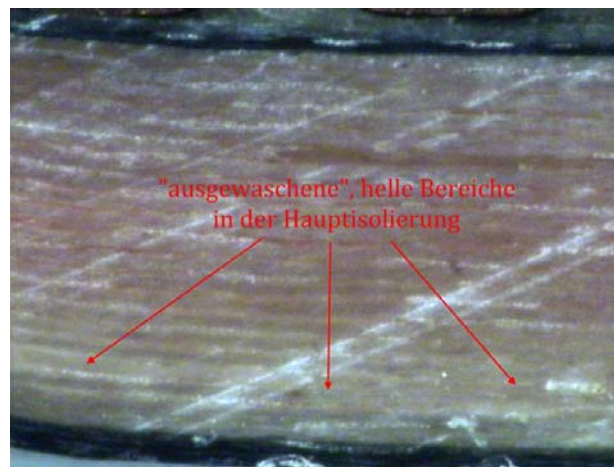


Bild 6.7: Feinschnitt RI 2 - Auswaschungen in der Hauptisolierung

Weiters wurden im Bereich von AGS-Glimmstellen Glimmerbandlagen mit geringem Harzgehalt direkt unterhalb des AGS entdeckt (Bild 6.8), die auf eine mangelnde Imprägnierung zurückzuführen sein könnten. Die Folgen von solchen harzarmen Glimmerbandlagen in der Hauptisolierung eines Statorstabes im Betrieb sind eine inhomogene Feldverteilung und eine dadurch erhöhte elektrische Beanspruchungen dieser Bereiche der Isolierung, wodurch die Ausbildung von Teilentladungen begünstigt wird. Es wäre ebenfalls denkbar, dass diese Stellen erst durch die auftretenden Teilentladungen und

¹³ Die verwendeten Glimmerbänder enthalten einen roten Farbstoff

eine damit verbundene Zersetzung des Harzes verursacht wurden. Außerdem wird die Haftung des AGS an solchen Stellen stark beeinträchtigt.

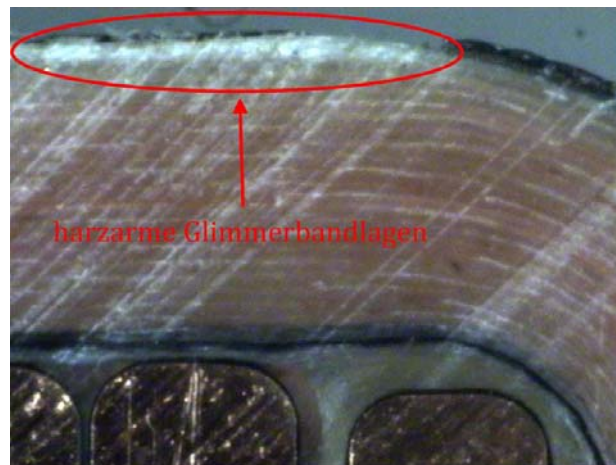


Bild 6.8: Feinschnitt RI 3 - Stellen mit geringerem Harzgehalt im Bereich des AGS

Zuletzt konnte eine dunkle Färbung innerhalb einer Falte in der Hauptisolierung (Bild 6.9) detektiert werden, was auf Teilentladungen (TE) innerhalb dieser Falte hindeutete.



Bild 6.9: Feinschnitt RI 3 - dunkel gefärbte Falte in der Hauptisolierung

Die Analyse dieser Erscheinungen wurden mittels REM und FTIR-ATR Spektroskopie am *Institut für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforchung (FELMI)* der TU Graz durchgeführt.

6.2.1 Analyse der unterschiedlich gefärbten Bereiche in der Isolierung

Zuerst wurden die unterschiedlich gefärbten Bereiche der Probe RI 2 (Bild 6.7) mittels REM analysiert. Dabei sind sowohl RE-Abbildungen der Probe als auch die EDX-Spektren der betroffenen Bereiche aufgenommen worden. Für diese Untersuchung war kein Bedampfen mit einer elektrisch leitfähigen Schicht nötig.

In einem weiteren Schritt war es notwendig, die ausgewaschenen hellen und rötlich gefärbten Bereiche der Isolierung zusätzlich mittels FTIR-ATR Spektrometrie zu analysieren.

Abschließend wurden beide Bereiche zusätzlich mittels REM-EDX sowie REM-WDX auf die Elementverteilung untersucht. Dazu musste die Probe RI 2 mit Reinstkohlenstoff bedampft werden.

6.2.1.1 Analyse mittels REM-EDX

Die EDX Analysen wurden mit unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen durchgeführt. Anfangs wurde die Zone 1 im rotgefärbten Bereich der Isolierung auf der dem Kupferleiter zugewandten Seite und die Zone 2 im helleren, ausgewaschenen Bereich nahe dem AGS (Bild 6.10 links) abgerastert. Im Anschluss daran wurde mit dem REM in jede der beiden Zonen hinein gezoomt und das Harz der beiden Zonen miteinander verglichen (Bild 6.10 Mitte und rechts).

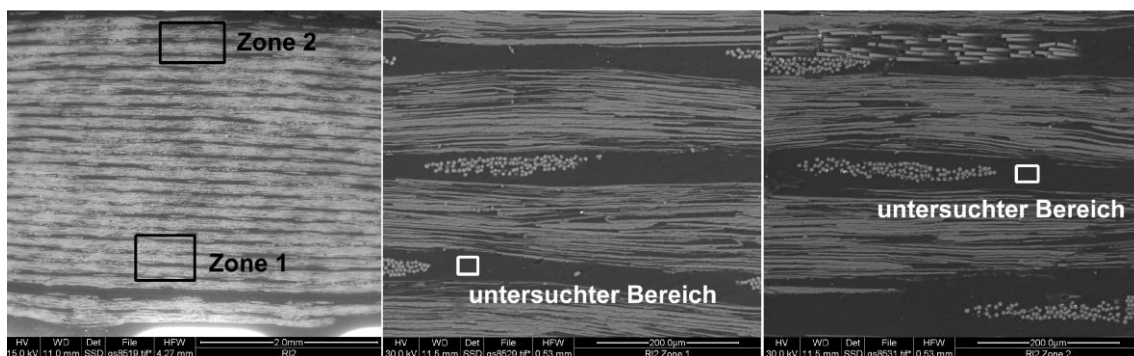


Bild 6.10: RE-Bilder der Probe RI 2; Überblick der zu analysierenden Zonen (links); Zoom in Zone 1 (Mitte) und in Zone 2 (rechts)

Ergebnisse

Die EDX-Spektren der beiden Zonen wurden bei 15 keV aufgenommen und in Bild 6.11 übereinander gelegt. Die schwarze Linie stellt das Spektrum von Zone 1 dar, das rotgefärbte Spektrum ist Zone 2 zuzuordnen. In beiden Bereichen konnte Kohlenstoff, Sauerstoff, Aluminium, Silizium, Kalium, Kalzium und Eisen, sowie Spuren von Zink, Magnesium, Chlor, Titan und Kupfer detektiert werden. Die unterschiedlichen Anteile an Kohlenstoff und Kalzium sind auf unterschiedliche Mengen an Harz bzw. Glasfasern in den untersuchten Zonen zurückzuführen. Die *Linienüberlappung* von Zink und Natrium erschwerten die quantitative Analyse des Zinks in den beiden Zonen. Weiters konnte in Zone 1 ein höherer Kupfergehalt nachgewiesen werden, der jedoch durch die Probenvorbereitung, respektive den Schnitt durch den Kupferleiter, bedingt ist.

Die Analyse des Harzes der beiden Zonen erfolgte bei Beschleunigungsspannungen von 30 keV da hierfür eine höhere Auflösung nötig war (siehe Kapitel 2.2). Die EDX-Spektren (Bild 6.12 und Bild 6.13) zeigen keine erkennbaren Unterschiede. Auffällig ist jedoch der hohe, für das Harz-Härter-Gemisch typische, Kohlenstoff-Peak. Unterschiede in der Zinkverteilung in den hellen bzw. rotgefärbten Bereichen der Isolierung konnten hiermit

nicht nachgewiesen werden. Der Zinkanteil in der Isolierung liegt nahe an der Nachweisgrenze von $1/10$ -Gewichtsprozent.

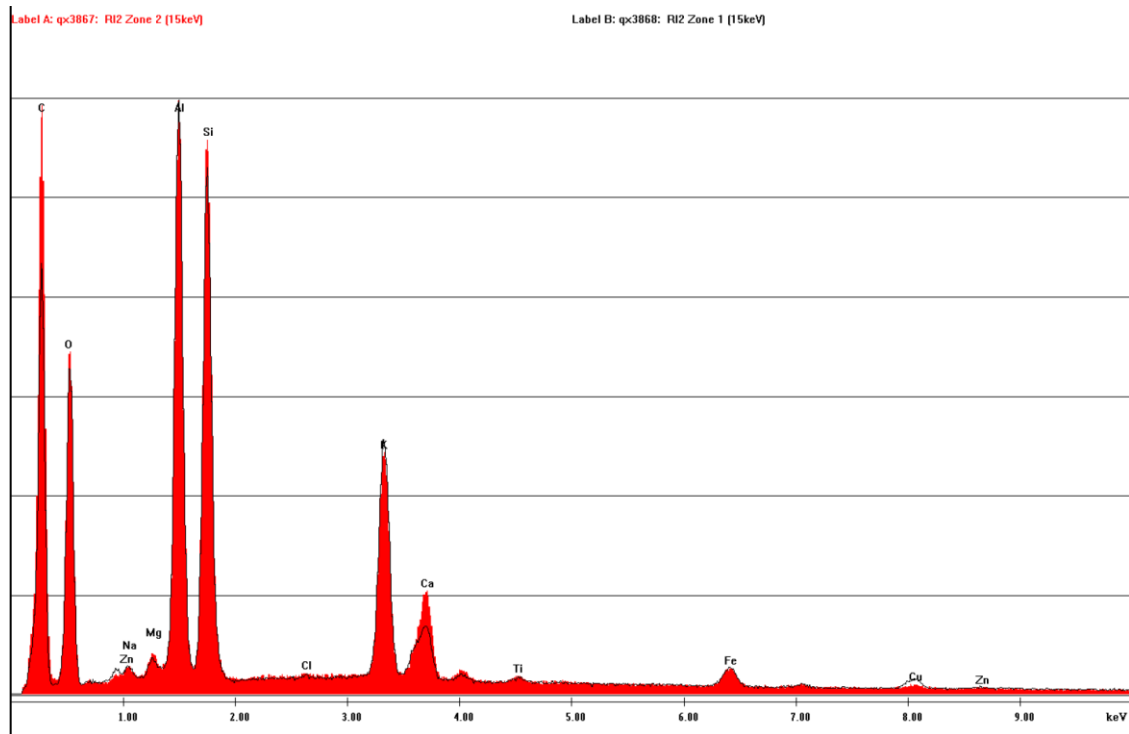


Bild 6.11: EDX-Spektrum (15 keV) von Zone 1 (schwarze Linie) und Zone 2 (rot)

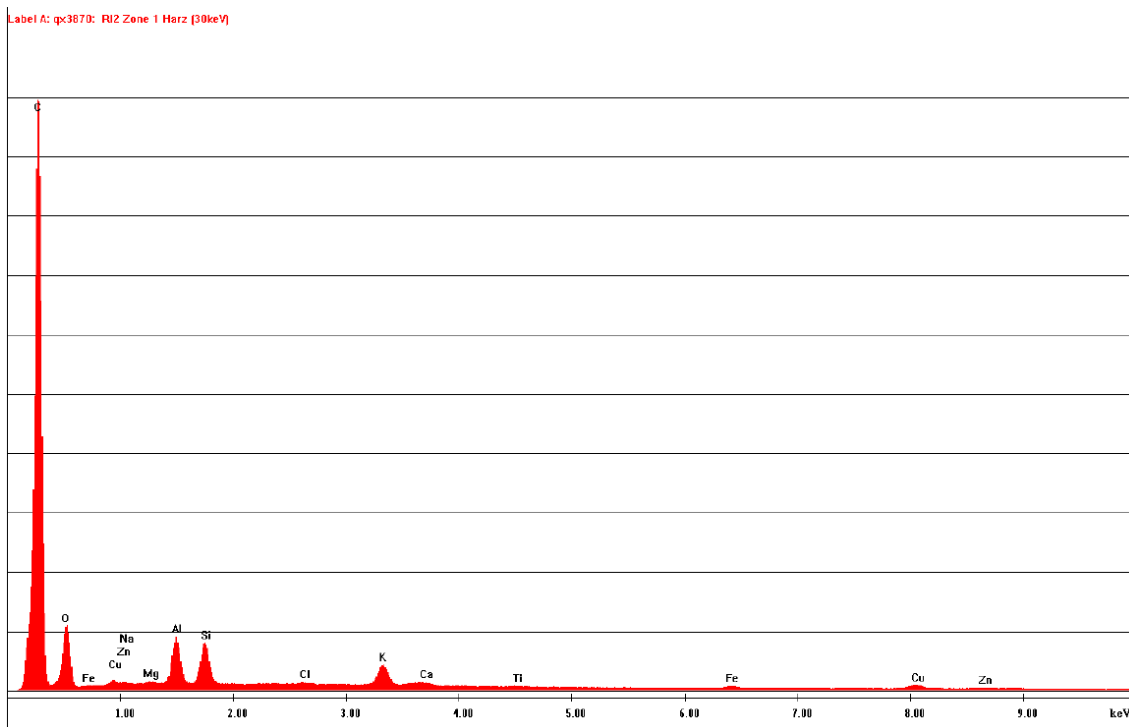


Bild 6.12: EDX-Spektrum (30 keV) von Harz aus Zone 1

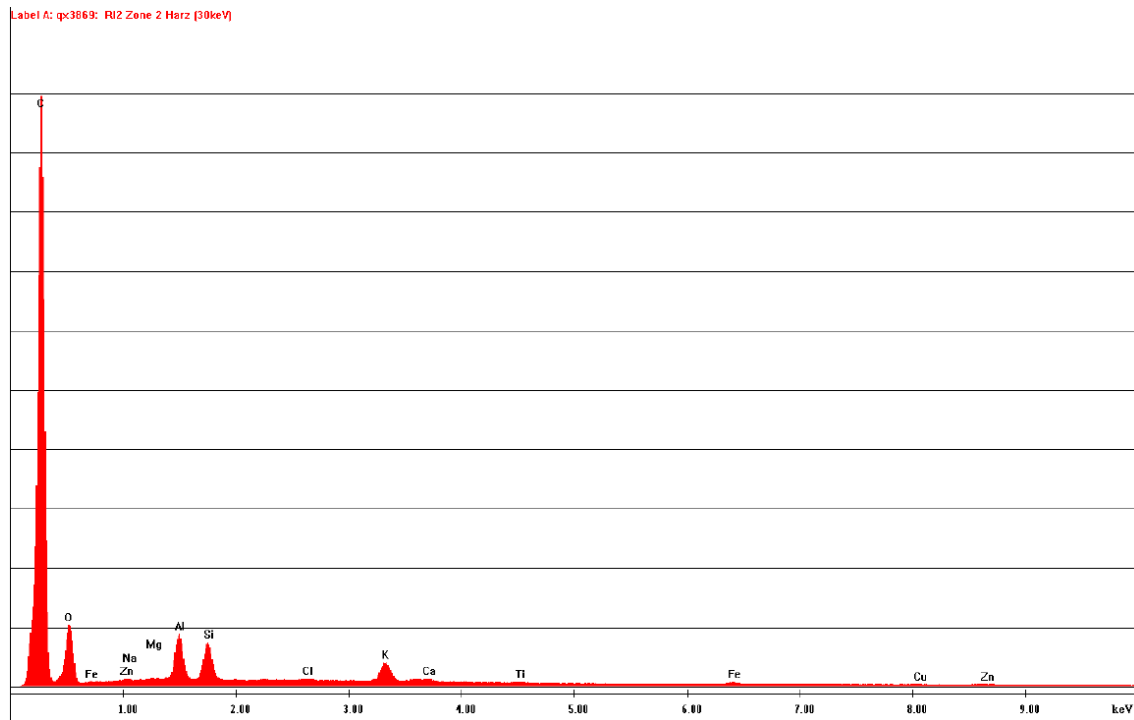


Bild 6.13: EDX-Spektrum (30 keV) des Harz aus Zone 2

6.2.1.2 Analyse mittels FTIR-ATR

Nachdem die REM-EDX Analysen kein aussagekräftiges Ergebnis über die Verteilung des Beschleunigers gebracht haben, wurden die unterschiedlich gefärbten Zonen der Feinschnittprobe RI 2 (Bild 6.7) zusätzlich einer FTIR-ATR Analyse unterzogen. Da dabei nur funktionelle Gruppen nachweisbar sind, muss die Auswirkung des Beschleunigers auf den Vernetzungsprozess bzw. der daran beteiligten charakteristischen Anhydrid- oder Ester-Banden (wie bereits in Kapitel 6.1.3 erläutert) analysiert werden. Sowohl für die ausgewaschenen als auch für die rotgefärbten Bereiche wurden jeweils vier FTIR-ATR Spektren aufgenommen.

Ergebnisse

Die FTIR-ATR Spektren der beiden Zonen sind für den relevanten Wellenzahlen-Bereich in Bild 6.14 dargestellt. Die blauen Spektren weisen im Gegensatz zu den roten noch eine deutlich ausgeprägte Anhydrid-Bande bei Wellenzahl 1790 cm^{-1} auf, was eine unvollständige Vernetzung im rotgefärbten Bereich der Isolierung bedeutet. In diesem Bereich ist also noch Härter vorhanden, was wiederum ein Hinweis auf einen geringeren Zinkanteil, respektive Zinknaphthenat, sein könnte. Aufgrund dessen wurde beschlossen, eine weitere REM-Untersuchung mit dem nachweisempfindlicheren WDX-Verfahren auf die Elementverteilung durchzuführen. Zusätzlich konnten eine Verbreiterung der roten Spektren (orange Markierung in Bild 6.14) nachgewiesen werden, was auf oxidative Prozesse in den ausgewaschenen Bereichen der Isolierung hindeutet.

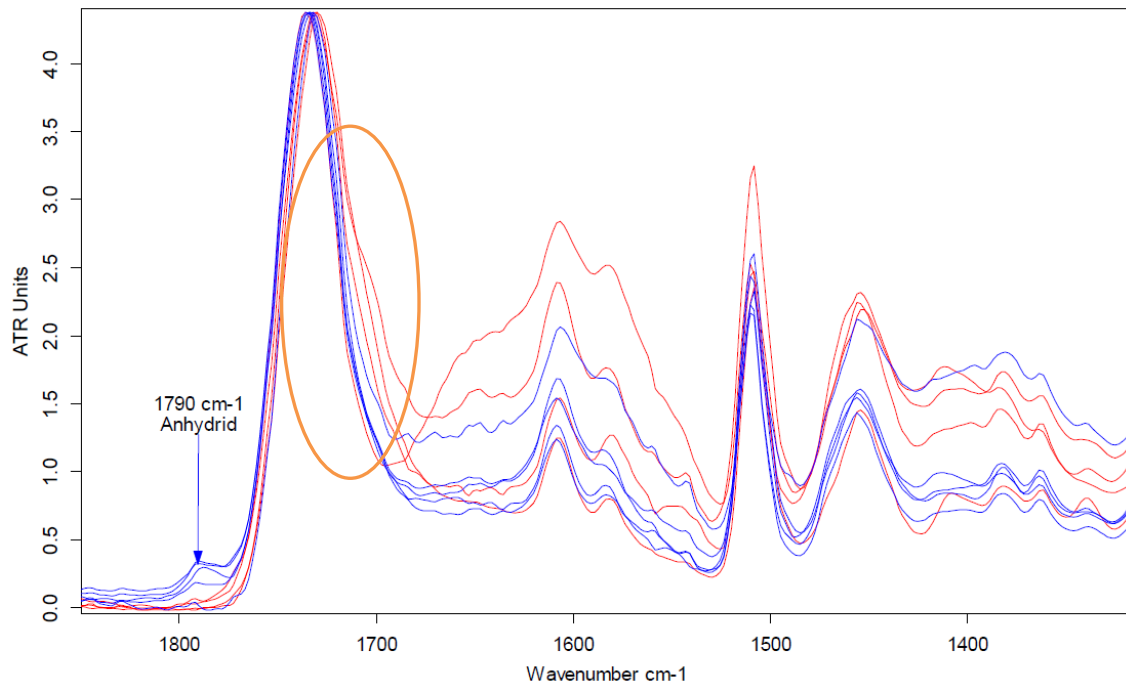


Bild 6.14: FTIR-ATR Spektren der ausgewaschenen (rote Kurven) und rotgefärbten Bereiche (blaue Kurven)

6.2.1.3 Analyse mittels REM-EDX/WDX

Für diese Untersuchung wurde die Probe RI 2, wie bereits erwähnt, mit Reinstkohlenstoff bedampft. Aufgenommen wurden RE-Abbildungen und die dazugehörigen Elementverteilungsbilder mit EDX bzw. WDX (Bild 6.17 und Bild 6.18) von jeweils einem Teilbereich der beiden unterschiedlich gefärbten Zonen der Isolierung bei einer Beschleunigungsspannung von 6 keV. Aufgrund der bereits erwähnten Linienüberlappung der Zn- mit der Na-Röntgenlinie und der schlechten Differenzierbarkeit dieser beiden Elemente mit EDX, wurden diese Elementverteilungsbilder zusätzlich mit dem höher auflösenden WDX aufgenommen. Zusätzlich wurden EDX-Spektren aus beiden Bereichen an ausgewählten Stellen im Harz aufgenommen (Bild 6.15 und Bild 6.16).

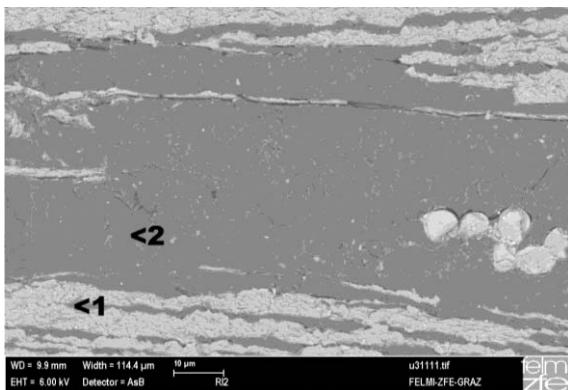


Bild 6.15: RE-Abbildung mit EDX-Analyse-Zonen im rotgefärbten Bereich

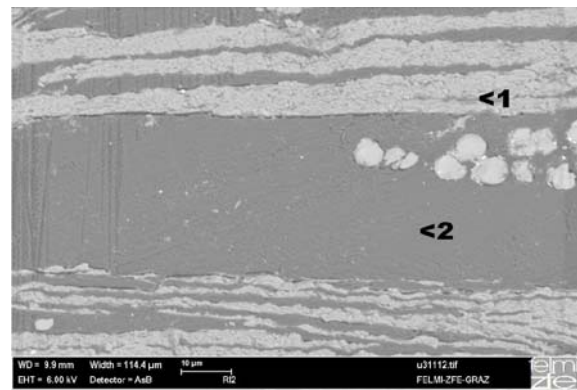


Bild 6.16: RE-Abbildung mit EDX-Analyse-Zonen im ausgewaschenen Bereich

Ergebnisse

In den Elementverteilungsbildern (Bild 6.17 und Bild 6.18) ist die Verteilung der charakteristischen Elemente im Bereich des aufgenommenen RE-Bildes ersichtlich. Jedes Element wurde dabei in einer separaten Farbe dargestellt. Ein erkennbarer Unterschied zwischen dem rotgefärbten und ausgewaschenen Bereich in der Isolierung konnte auch hiermit nicht nachgewiesen werden. Die Zinkverteilung in beiden Bereichen weist keinen signifikanten Unterschied auf. Es kann lediglich die erwartete Anreicherung des Zinks an den Grenzschichten zwischen Glimmer und Glasfasern beobachtet werden. Das Zinknaphthenat wird zwar bei der Produktion der Glimmerbänder auf den Glimmer aufgetragen, diffundiert jedoch aufgrund des Filtereffekts durch die Glimmerlagen hindurch bis zur Grenzfläche zum Glasgewebe und lagert sich dort an.

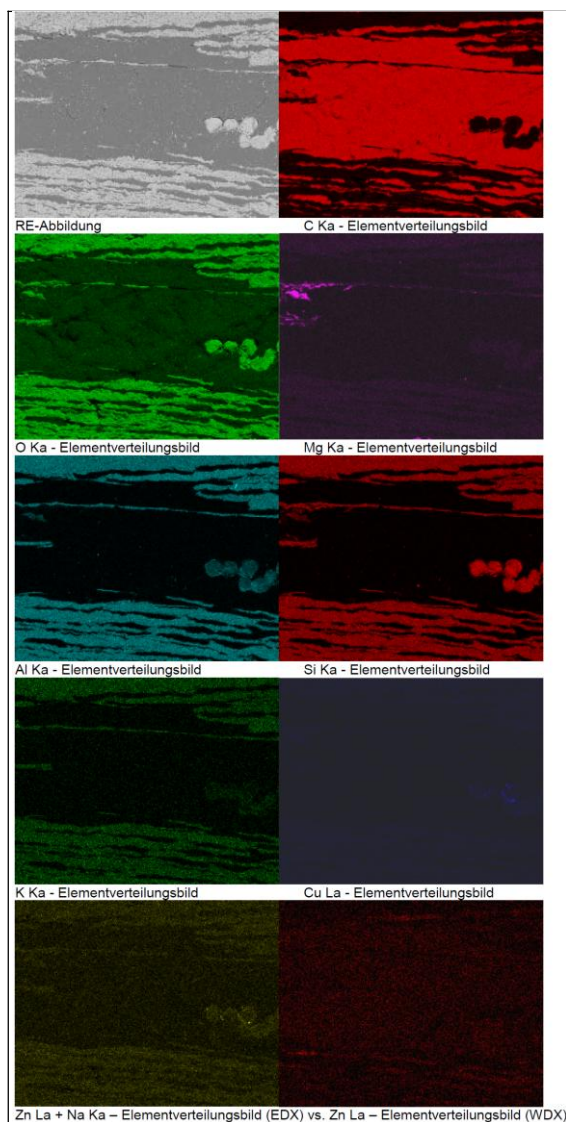


Bild 6.17: RE-Abbildung und zugehörige Elementverteilungsbilder des rotgefärbten Bereiches

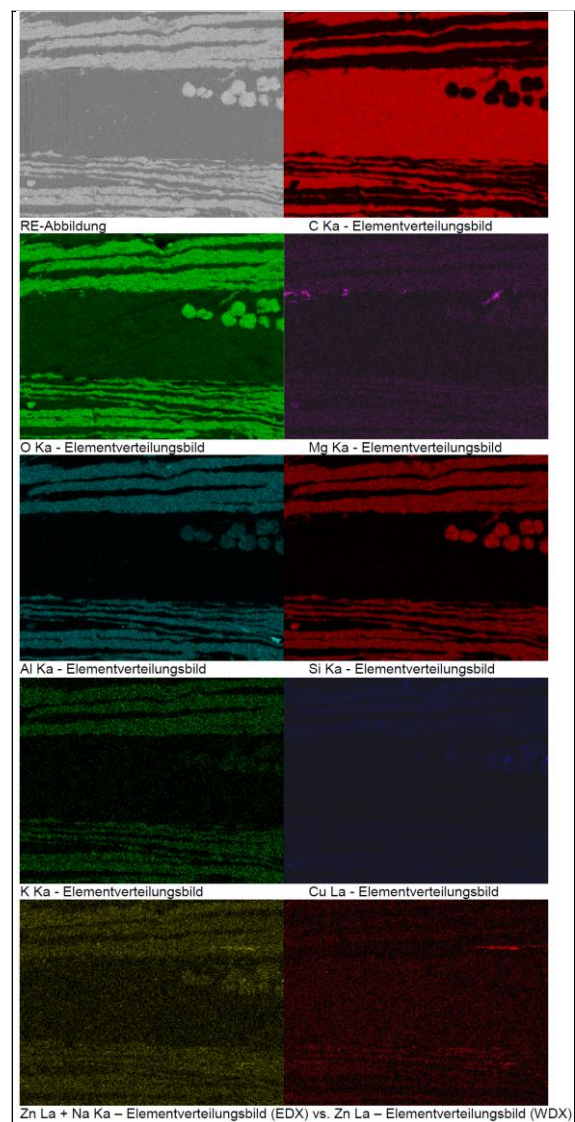


Bild 6.18: RE-Abbildung und zugehörige Elementverteilungsbilder des ausgewaschenen Bereiches

Die zusätzlich aufgenommenen EDX-Spektren bestätigen die Erkenntnis über die Zink-Anreicherung an den Grenzschichten (vgl. Bild 6.19 bis Bild 6.22).

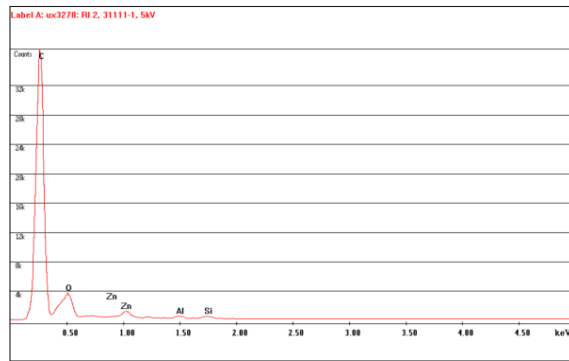


Bild 6.19: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 1 des rotgefärbten Bereichs

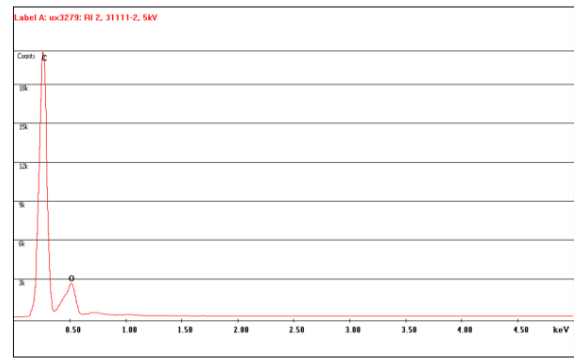


Bild 6.20: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 2 des rotgefärbten Bereichs

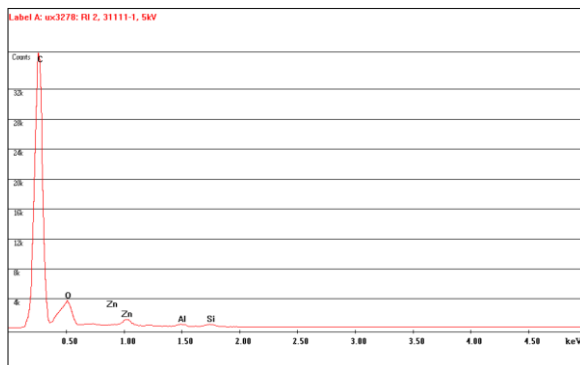


Bild 6.21: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 1 des ausgewaschenen Bereichs

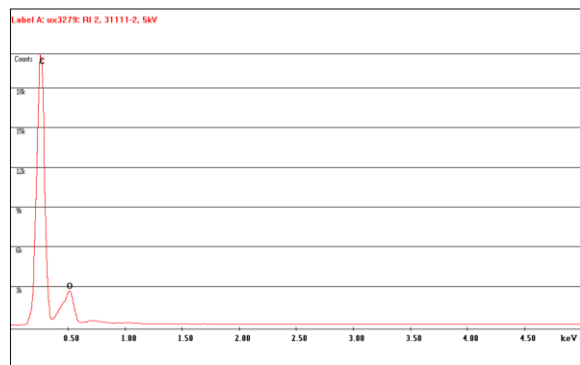


Bild 6.22: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 2 des ausgewaschenen Bereichs

6.2.2 Analyse der dunkel gefärbten Falte in der Isolierung

Wie bereits erwähnt, wurde vermutet, dass die dunkle Färbung des Harzes in der Falte der Feinschnittprobe RI 3 (Bild 6.9) auf Teilentladungen in eben dieser während der Lebensdauerprüfung zurückzuführen ist. Zur Identifizierung von evtl. Fremdeinschlüssen bzw. der Ursache und eventueller Reaktionsprodukte (z.B. durch Oxidation) aufgrund der TE, wurde die o.g. Probe zunächst mittels REM und anschließend mit FTIR-ATR Spektroskopie untersucht.

6.2.2.1 Analyse mittels REM-EDX

Das Harz in der dunkel gefärbten Falte (Zone 3 in Bild 6.23) sollte mit dem Harz außerhalb der Falte (Zone 4 in Bild 6.23) verglichen werden. Dazu wurden sowohl eine RE-Abbildung (Bild 6.23) der analysierten Bereiche als auch die EDX-Spektren der beiden Zonen bei Beschleunigungsspannungen von 15 keV sowie mit Niederenergieanregung (Beschleunigungsspannung von 5 keV) aufgenommen und verglichen. Durch die Niederenergieanregung konnte eine bessere Auflösung im Bereich der Kohlenstoff- und Sauerstoff-Röntgenlinien erreicht werden. Auf der RE-Abbildung waren Partikel im Harzeinschluss (Zone 3) erkennbar, die es zu identifizieren galt. Die Probe RI 3 musste für diese Untersuchungen nicht mit einer leitfähigen Schicht bedampft werden.

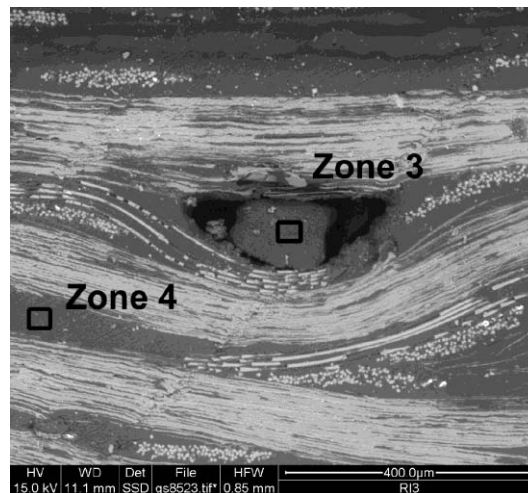


Bild 6.23: RE-Abbildung des Bereichs mit dem dunkel gefärbten Einschluss der Probe RI 3 mit den EDX-Analysezonen

Ergebnisse

In der RE-Abbildung (Bild 6.23) sind in der rechten und linken Ecke der Falte dunkle Stellen zu erkennen - das Harz in der Falte ist inhomogen verteilt, was der Auslöser für die TE in der Falte gewesen sein könnte. In den EDX-Spektren dieser Zone (vgl. Bild 6.24 und Bild 6.26) konnten neben großen Mengen an Kohlenstoff und Sauerstoff noch Kupfer, Zink, Magnesium, Aluminium, Silizium, Kalium, Kalzium, Titan und Eisen nachgewiesen werden. Die in der RE-Abbildung (Bild 6.23) hell erscheinenden Partikel innerhalb des Harzeinschlusses in der Falte wurden somit als Glimmerpartikel identifiziert. Im Harz der Zone 4 konnten anhand der jeweiligen EDX-Spektren (Bild 6.25 und Bild 6.27) Kohlenstoff, Sauerstoff, Kupfer, Zink, Magnesium, Aluminium, Silizium, Kalium, und Kalzium detektiert werden. Im direkten Vergleich der Spektren der beiden Zonen konnte kein Unterschied erkannt werden. Es war somit kein höherer Sauerstoffgehalt in Zone 3 nachweisbar.

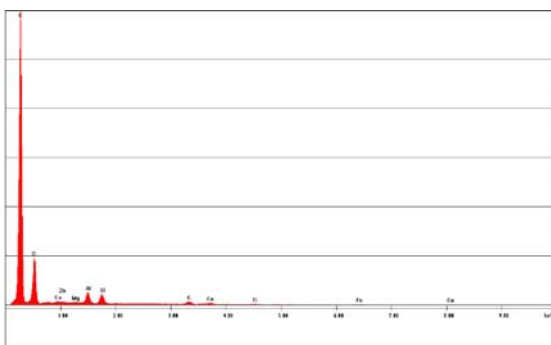


Bild 6.24: EDX-Spektrum (15 keV) des Harzes in Zone 3

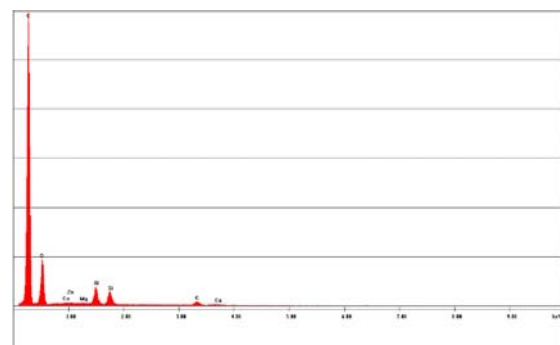


Bild 6.25: EDX-Spektrum (15 keV) des Harzes in Zone 4

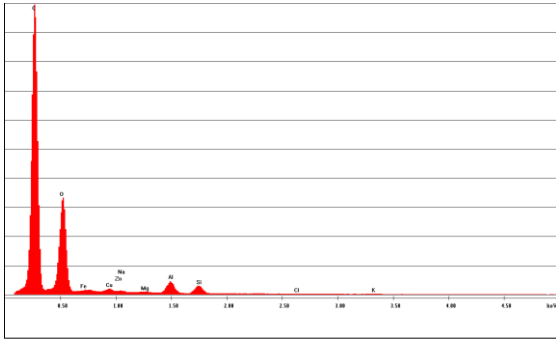


Bild 6.26: EDX-Spektrum (5 keV) des Harzes in Zone 3

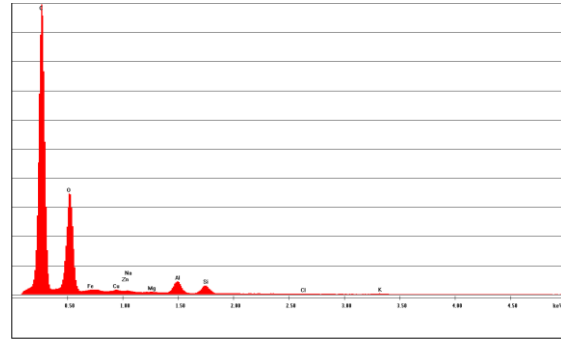


Bild 6.27: EDX-Spektrum (5 keV) des Harzes in Zone 4

6.2.2.2 Analyse mittels FTIR-ATR

Nachdem mit dem REM zumindest die Frage nach der Ursache der etwaigen TE (der Hohlraum um den Harzeinschluss in der Falte) geklärt werden konnte, war der tatsächliche Nachweis von TE nicht möglich. Dieser sollte nun mittels FTIR Analyse erbracht werden. Dazu wurden dieselben Zonen der Probe RI 3 zusätzlich mit dem FTIR-ATR Spektrometer untersucht und dabei mehrere Spektren einer jeden Zone aufgenommen.

Ergebnisse

Die FTIR-ATR Spektren des Harzbereichs in der Falte der Feinschnittprobe RI 3 (rote Kurven in Bild 6.28) weisen im Gegensatz zu den Spektren des Harzes in Zone 4 (blaue Kurven in Bild 6.28) der Probe eine Verbreiterung der Ester-Bande bei Wellenzahl 1698 cm^{-1} auf. Dies ist auf oxidative Prozesse, in diesem Fall eine Veränderung der funktionellen Gruppe (C=O-Bande), zurückzuführen, wie sie durch Verkohlung von Harz bzw. dessen Zersetzung durch TE auftreten würde.

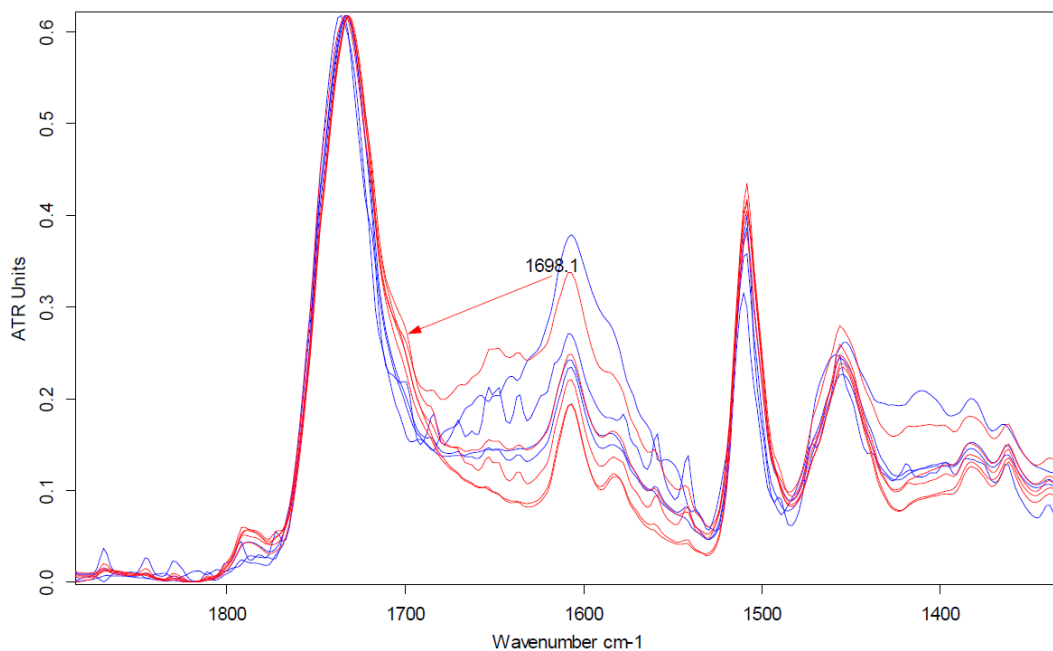


Bild 6.28: FTIR-ATR Spektren vom Harz in Zone 3 (rot) und in Zone 4 (blau)

6.2.3 Analyse der harzarmen Bereiche unterhalb des AGS

Weitere Auffälligkeiten, die bei der Feinschnittprobe RI 3 entdeckt wurden, waren der teilweise abgelöste AGS (Bild 6.29) mit Glimmstellen (Bild 6.30) und die harzarme Glimmerbandlage direkt darunter. Mittels REM-EDX sollte dem Verdacht auf fehlendes Harz in der obersten Glimmerbandlage (direkt unter dem AGS) nachgegangen werden. Weiterführende Erkenntnisse über das vorhandene Harz im Bereich der obersten Isolationsschicht (erste Schicht unter dem AGS) der Probe RI 3 sollten mittels FTIR-ATR Spektrometrie gewonnen werden.

6.2.3.1 Analyse mittels REM-EDX

Zunächst wurden ein RE-Bild des Querschnitts (Bild 6.29) der Probe RI 3 aufgenommen, das die oberste harzarme Glimmerbandlage und den abgelösten AGS zeigt, sowie eine RE-Abbildung der Stirnseite der Feinschnittprobe mit der zu analysierenden Zone 5 in einer AGS-Glimmstelle im abgelösten Bereich dessen. Das EDX-Spektrum von Zone 5 wurde mit einer Beschleunigungsspannung von 15 keV aufgenommen.

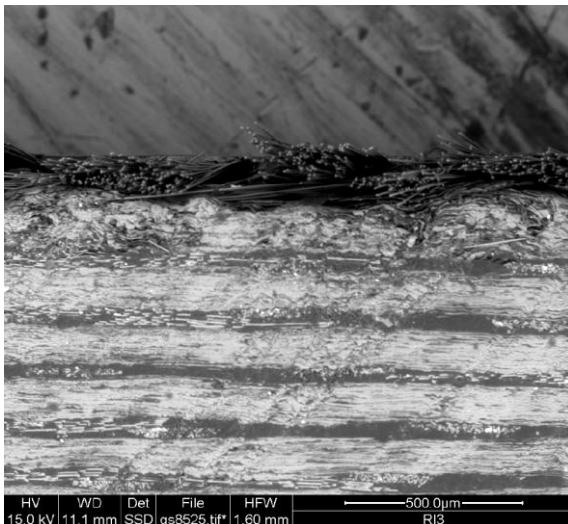


Bild 6.29: RE-Abbildung (Querschnitt) der oberen Isolationsschichten inkl. abgelöstem AGS von Probe RI 3

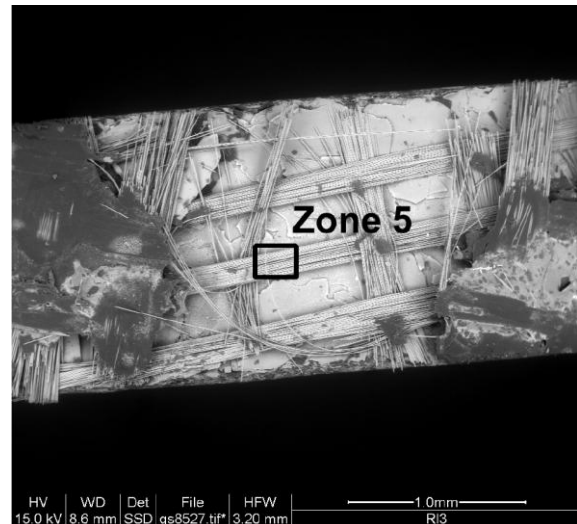


Bild 6.30: RE-Abbildung (Stirnseite) in eine Glimmstelle im Bereich des abgelösten AGS von Probe RI 3

Ergebnisse

Anhand des EDX-Spektrums im Bereich der Glimmstelle (Bild 6.31) konnte Kohlenstoff, Sauerstoff, Zink, Natrium, Magnesium, Aluminium, Silizium, Chlor, Kalium, Kalzium, Titan und Eisen nachgewiesen werden. Anhand des relativ niedrigen Kohlenstoffgehalts im Vergleich zur restlichen Isolierung (wie beispielsweise in Bild 6.11 gesehen) und dem RE-Bild 6.30 kann geschlossen werden, dass sich in diesem Bereich tatsächlich nur sehr wenig Harz befindet. Dies kann die Ursache für die schlechte Haftung des AGS in diesem Bereich und in Folge dessen, die Entstehung der Glimmstellen sein.

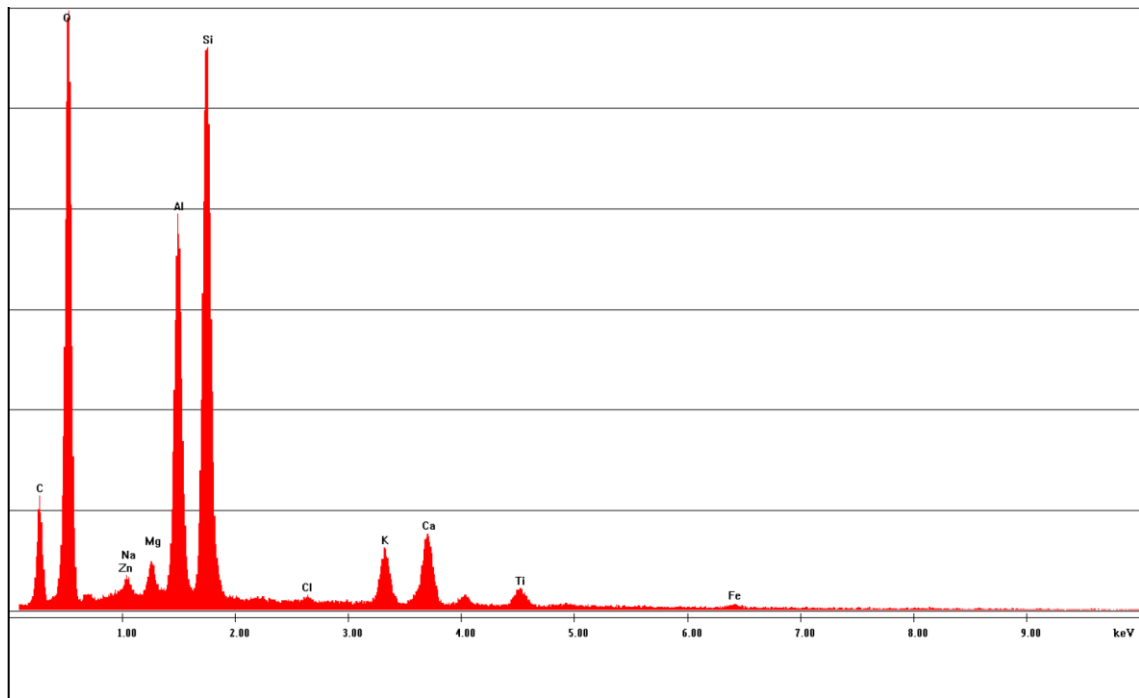


Bild 6.31: EDX-Spektrum der Feinschnittprobe RI 3 im Bereich der Glimmstelle (Zone 5)

6.2.3.2 Analyse mittels FTIR-ATR

Abschließend wurde die obere, in Bild 6.8 weiß erscheinende Isolationsschicht der Probe RI 3 mittels FTIR-ATR Spektrometrie analysiert und mit harzgefüllten Bereichen der Isolierung dieser Probe verglichen.

Ergebnisse

Die FTIR-Spektren der weiß erscheinenden Isolationsschicht (rote Kurven in Bild 6.32) weisen erneut ausgeprägte Ausschulterungen im Bereich der Ester-Bande um Wellenzahlen 1704 cm^{-1} bzw. 1708 cm^{-1} herum auf. Die Spektren der harzgefüllten und rötlich gefärbten Bereiche der Isolation (blaue Kurven in Bild 6.32) jedoch nicht. Diese Tatsache führt zu der Erkenntnis, dass es in dem optisch weiß erscheinenden Bereich der Isolierung zu oxidativen Prozessen und somit einer Veränderung der funktionellen Gruppen gekommen sein muss. Dies wiederum ist auf Teilentladungen über diesen gesamten Bereich zurückzuführen, was die Wichtigkeit einer kompletten und fehlerfreien Imprägnierung von Generatorstäben mit Harz unterstreicht. Darüber hinaus wäre abzuklären, ob es möglich ist, dass das Harz durch Teilentladungen unterhalb des AGS zersetzt wurde und abdampfen konnte.

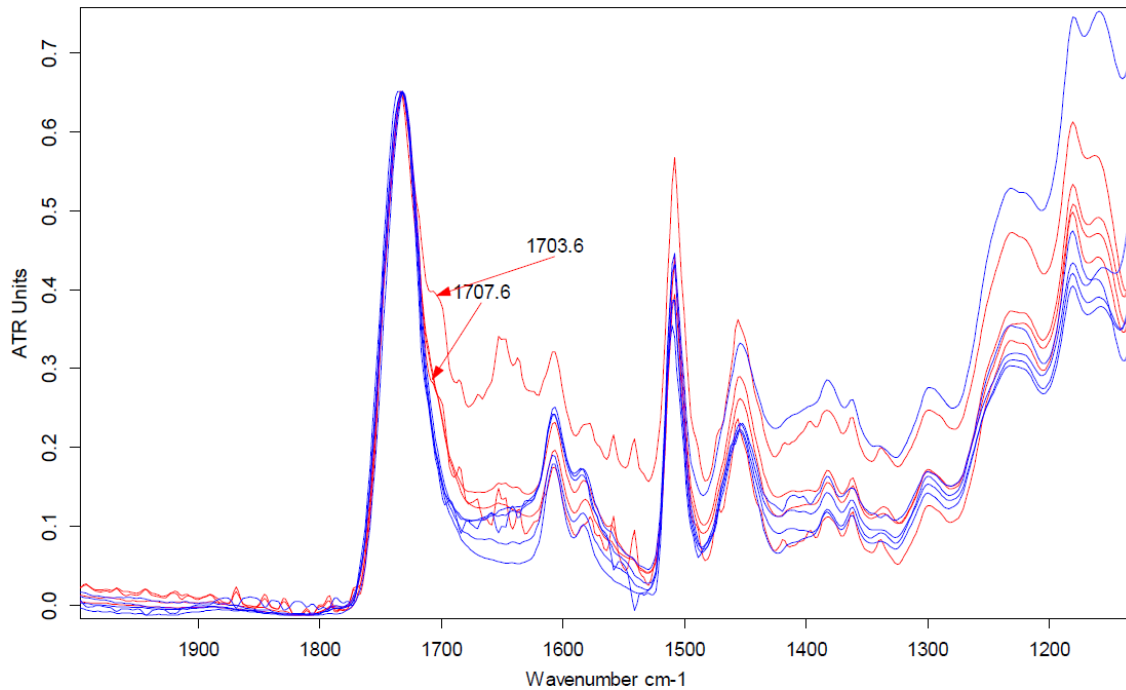


Bild 6.32: FTIR-ATR Spektren der hellen (rote Kurven) und dunklen Bereiche (blaue Kurven) in der Isolierung von Feinschnittprobe RI 3

6.2.4 Diskussion der Ergebnisse

Aufgrund der geringen Konzentration des Beschleunigers (Zinknaphthenat) in der Isolierung gestaltete sich der Nachweis der Zinkkomponente mit den verwendeten Analysemethoden schwierig. Der Gewichtsanteil des Zinknaphthenat in der Isolierung liegt zu nahe an der Nachweisgrenze des REM-EDX, so dass das Zink zwar gerade noch detektiert werden konnte, aber keine bessere Auflösung der charakteristischen Röntgenlinien möglich war um einen anteilmäßigen Vergleich des Zinks in den beiden unterschiedlich gefärbten Bereichen der Isolierung aufzustellen. Zusätzlich kommt es zu Problemen beim Nachweis des Zinks aufgrund der Überlappung der Zn-La- mit der Na-Ka-Röntgenlinie. Mittels FTIR-ATR Spektroskopie konnte zumindest ein Anhydrid-Rest in dem rotgefärbten Bereich der Isolierung nachgewiesen werden. Eine unvollständige Vernetzung des Harz-Härter-Gemisches in diesem Bereich wäre durch einen niedrigeren Zinkanteil, respektive Zinknaphthenat, erklärbar. Somit könnte es durchaus zu Auswaschungen des Beschleunigers im rotgefärbten Bereich, also nahe dem Kupferleiter, gekommen sein. Ein weiterer Versuch, die soeben proklamierte Auswaschung und somit unterschiedliche Zinkanteile in den beiden Bereichen mit dem höher auflösenden REM-WDX nachzuweisen, schlug ebenfalls fehl. Es konnten jedoch lokale Anreicherungen des Zinknaphthenats an der Grenzschicht zwischen Glasfaser und Glimmer detektiert werden.

Eine mögliche Ursache für die vorgefundenen harzarmen Bereiche unterhalb des AGS, liegt in einer unvollständigen Imprägnierung, bei dem das Harz entweder nicht ausreichend in die oberste Schicht eingedrungen, oder nach dem Imprägnieren bzw. beim Aushärten ausgelaufen ist. Die Durchtränkung der Isolierung ist stark von der Viskosität des Harzes

abhängig, diese wiederum von Tränktemperatur und Harzalter, die sich auf die Reaktivität des Harzes auswirken. Erhöhte Temperatur und höheres Harzalter beschleunigen den Vernetzungsprozess und somit die Aushärtung des Harzes. Ist das Harz beim Tränken zu flüssig, sprich nieder viskos und ist zusätzlich lokal wenig oder kein Beschleuniger vorhanden, kann das Harz nach dem Imprägnierprozess wieder auslaufen. Ebenso sollte die Möglichkeit einer teilentladungsbedingten Erosion des Harzes in Erwägung gezogen werden und evtl. mittels geeigneten Versuchen evaluiert werden.

Bei der Untersuchung der dunkel gefärbten Falte der Feinschnittprobe RI 3 konnte ein Fremdpartikeleinschluß innerhalb des Harzes mittels REM-EDX Analyse ausgeschlossen werden. Hohlräume um das Harz in der Falte, in denen es zu Teilentladungen während der Lebensdauerprüfung gekommen ist, waren auf den RE-Abbildungen sehr deutlich zu erkennen. Der Nachweis für die TE konnte allerdings nur mit der FTIR-ATR Spektroskopie gebracht werden.

Die FTIR-Spektroskopie hat sich, bei den durchgeführten Untersuchungen, als gutes Werkzeug zur Charakterisierung des Harzes erwiesen, während die Rasterelektronenmikroskopie in Kombination mit EDX/WDX nur für einige wenige spezielle Untersuchungen brauchbare Ergebnisse liefert.

6.3 Elektrische Prüfungen

Anhand der elektrischen Prüfungen sollten einerseits harzgetränkte Isolationsplatten aus zwei verschiedenen Feinglimmerbändern, im Weiteren Bandtyp A und B genannt, nach ihren Isolationswiderständen, den Verlustfaktoren und ihrer Stoßspannungsfestigkeit charakterisiert werden. Des Weiteren sollten Generatorstäbe dreier unterschiedlicher Typen (A, B, und C) von unterschiedlichen Herstellern mittels Verlustfaktormessung verglichen werden.

6.3.1 Stoßspannungsprüfung

Bei dieser Prüfung sollten die Stoßspannungsfestigkeiten zweier Bandtypen (A und B) im Verbund mit Harz untersucht werden. Die benötigten harzgetränkten Feinglimmerisolationsplatten sollten von ihrer Zusammensetzung her, also das Verhältnis von Glimmerband und Harz, gleich der tatsächlichen Isolierungen von Stäben und Spulen sein.

Probenvorbereitung

Die Dicke der Platten soll laut IEC 60371-2 für diese Art der Prüfung nach Möglichkeit 1 mm betragen. Da ein realistischer Verpressungsgrad (Verhältnis von Isolationsdicke zur Anzahl der Bandlagen) der Isolierung nachempfunden werden sollte, fielen die tatsächlichen Dicken der Isolierung geringfügig größer aus (siehe Tabelle 6.3). Um einen Oberflächenüberschlag bei der Stoßprüfung zu verhindern, werden in IEC 60371-2 Platten mit Seitenlängen von mindestens 250 mm x 250 mm empfohlen. Alle für die Stoßspannungsprüfung verwendeten Feinglimmerisolationsplatten wurden aus acht Lagen Glimmerband gewickelt, in einer speziellen Tränkvorrichtung eingespannt und nach dem VPI-Verfahren mit Harz imprägniert. Von jedem Bandtyp wurden jeweils vier Platten hergestellt und geprüft.

Versuchsdurchführung

Um eine vorzeitige Zerstörung der Proben durch Oberflächenüberschläge während der Stoßspannungsprüfung zu verhindern, wurden die Prüfungen unter Öl durchgeführt. Als Elektroden wurden die in Bild 6.33 dargestellte Konfiguration mit ungleichen Durchmessern gewählt, da somit das Einlegen der Proben unter Öl im Gegensatz zu zwei gleich großen Elektroden mit nur 25 mm Durchmesser erleichtert wurde. Weiters ist bei dieser Anordnung eine geringe Abweichung in der axialen Ausrichtung der Elektroden für die Messung vernachlässigbar. Die Kanten der Elektroden in Bild 6.33 haben Rundungsradien R_3 von 3 mm.

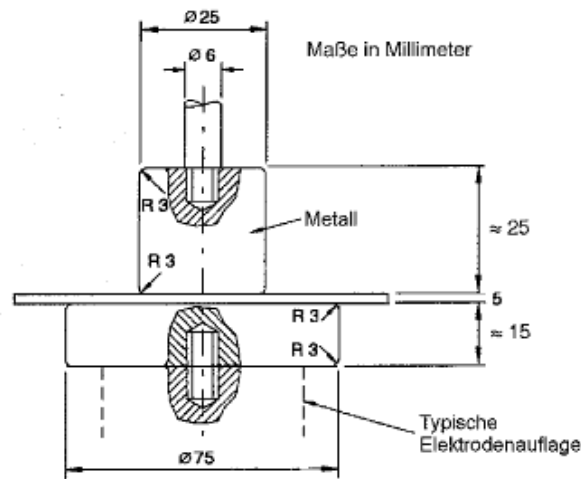


Bild 6.33: Elektrodenanordnung für Stoßspannungsprüfung aus IEC 60243-1

Der Versuchsaufbau (Bild 6.34) bestand aus einem Stoßgenerator, einem Messteiler und einem mit Öl gefüllten Prüfkessel. Als Hochspannungselektrode diente die kleine Elektrode mit 25 mm Durchmesser, die größere Elektrode (\varnothing 75 mm) als Erdelektrode. Auf letzterer wurden die Isolationsplatten jeweils vor ihrer Prüfung mittig ausgerichtet und mit der Hochspannungselektrode kontaktiert. Jede Isolationsplatte wurde mit einer Folge ansteigender Serien aus je drei Stoßspannungswellen gleicher Scheitelspannung geprüft. Ausgehend von einer Scheitelspannung von 70 kV wurde mit jeder Serie die Scheitelspannung stufenweise um 10 kV erhöht, bis es zum Durchschlag kam. Geprüft wurde mit Norm-Stoßspannungswellen (1,2/50 μ s) und positiver Polarität, da bei dieser aufgrund des Polaritätseffektes die niedrigeren Stoßspannungsfestigkeiten erwartet wurden. Die Spannungsimpulse wurden mit einem **Dr. Strauss** Stoßspannungsmesssystem aufgezeichnet.

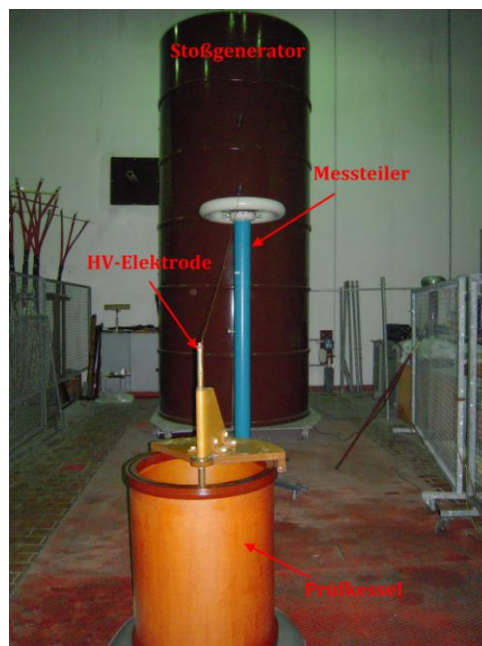


Bild 6.34: Versuchsaufbau Stoßspannungsprüfung

Ergebnisse

Die Ergebnisse dieser Prüfung und die mittleren Dicken der Isolationsplatten sind in Tabelle 6.3 angeführt. Als Stoßspannungsfestigkeit gilt, wie in Kapitel 3.3 erläutert, die gemessene Scheitelspannung der letzten Serie einer Spannungsstufe, bei der kein Durchschlag erfolgte, dividiert durch die mittlere Dicke der Isolationsplatte. In Bild 6.35 und Bild 6.36 sind die Prüfserien, bestehend aus drei Spannungsimpulsen je Spannungsstufe, je nach Isolationsplatte farblich differenziert dargestellt. Die Impulse, bei denen der Durchschlag auftrat, sind darin mit einem Blitz gekennzeichnet.

Tabelle 6.3: Ergebnisse der Stoßspannungsprüfung

Platten		Mittlere Dicke [mm]	Stoßspannungsfestigkeit $\left[\frac{\text{kV}}{\text{mm}}\right]$	
			Einzelwerte	Mittelwerte
Bandtyp A	A.1	1,2	92,3	98,1
	A.2	1,2	100,0	
	A.3	1,1	100,0	
	A.4	1,1	100,0	
Bandtyp B	B.1	1,3	84,6	92,3
	B.2	1,3	84,6	
	B.3	1,2	100,0	
	B.4	1,1	100,0	

Wie die Auswertung in Tabelle 6.3 zeigt, weisen die Isolationsplatten des Bandtyps A leicht höhere Stoßspannungsfestigkeiten auf, als die Platten mit Bandtyp B. Es konnte beobachtet werden, dass die Durchschläge allesamt im Randbereich der Hochspannungselektrode, also im inhomogenen Feldbereich, auftraten.

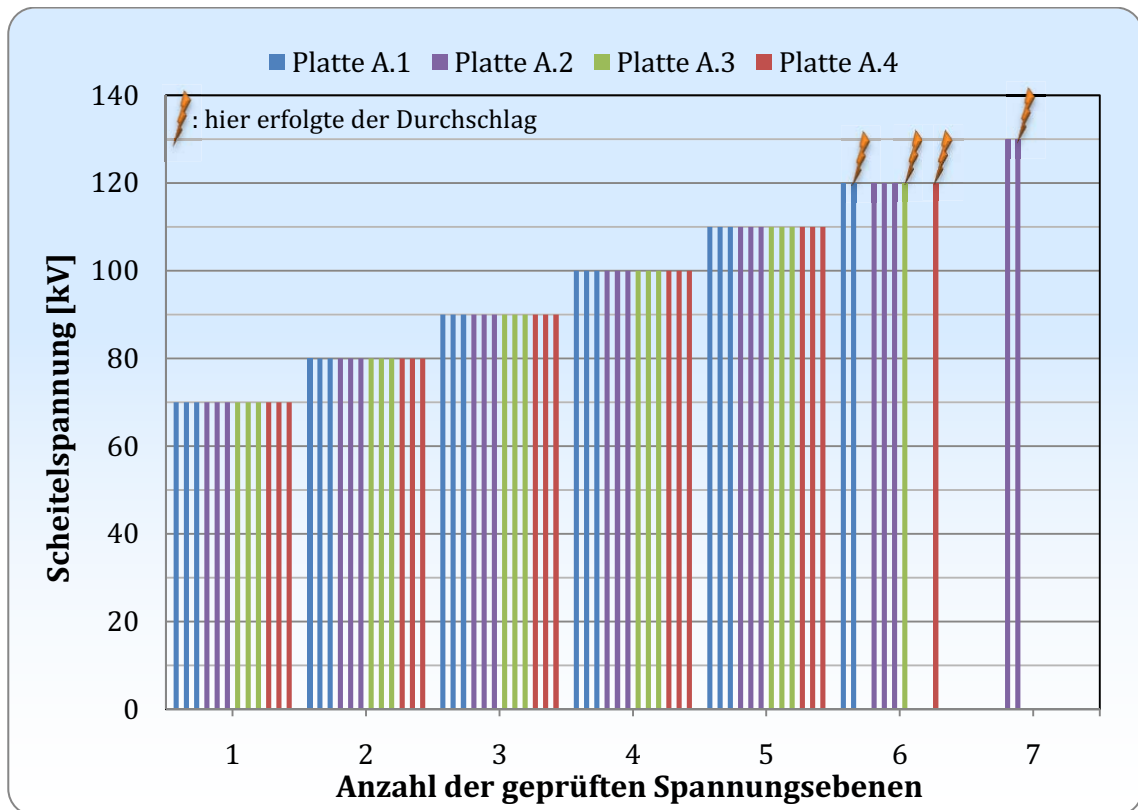


Bild 6.35: Stoßspannungsprüfung an Feinglimmerisoliationsplatten von Bandtyp A

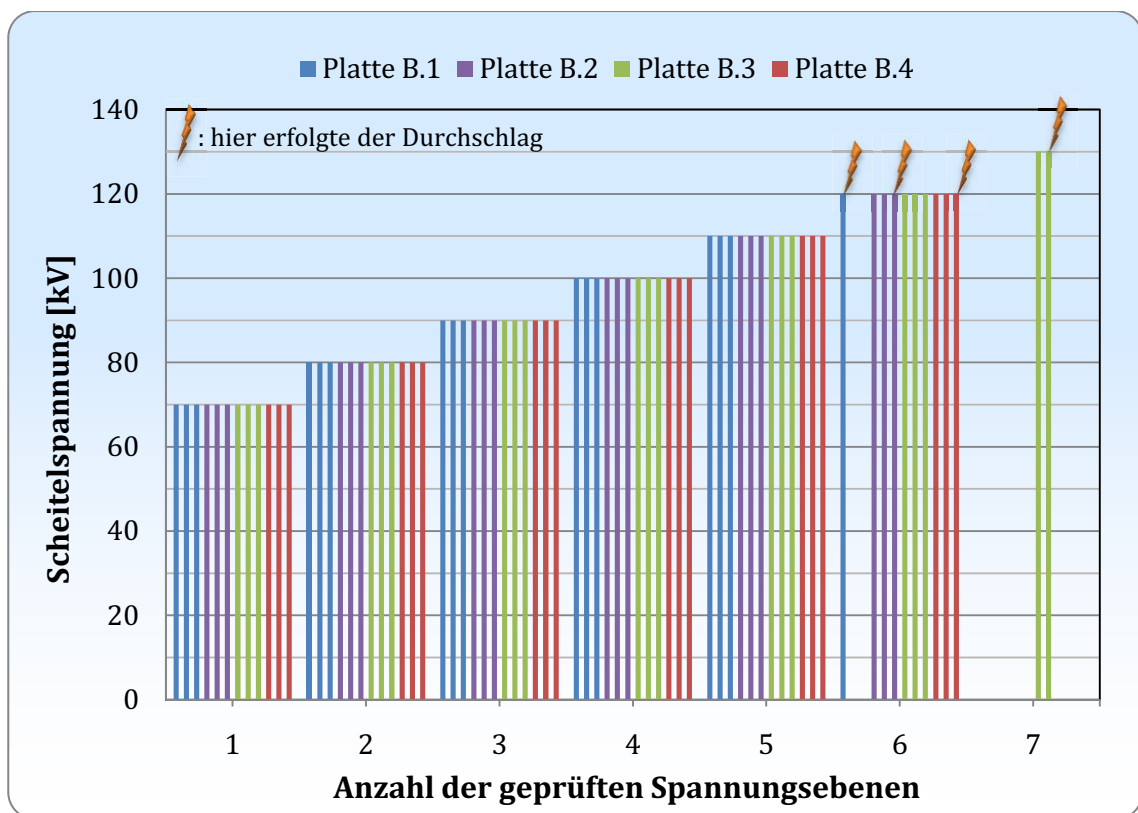


Bild 6.36: Stoßspannungsprüfung an Feinglimmerisoliationsplatten von Bandtyp B

6.3.2 Oberflächenwiderstandmessung

Die Oberflächenwiderstände von harzgetränkten Feinglimmerplatten der beiden Bandtypen A und B sollten vergleichsweise sowohl mit den in Kapitel 3.2.2 angeführten zylindrischen Elektroden gem. IEC 60093, als auch mit zwei parallelen Federzungenelektroden nach VDE 0303 Teil 3 ermittelt werden. Auch diese Platten sollten im Verpressungsgrad mit dem der Nuthülsenisolierungen von Generatorstäben aus der Produktion übereinstimmen.

Probenvorbereitung

Je Bandtyp wurden gemäß IEC 60371-2 zwei Platten zu 150 mm x 150 mm x 2 mm, ähnlich wie bereits in Kapitel 6.3.1 beschrieben, hergestellt. Um die geforderte Plattendicke von 2 mm einzuhalten waren hierbei jedoch 14 Glimmerbandlagen nötig. Pro Bandtyp wurden zwei Platten hergestellt und geprüft. Bei allen Platten wurde anhand von vier Messpunkten die jeweilige *mittlere Dicke h* bestimmt (siehe Durchgangswiderstandmessung in Kapitel 6.3.3).

Versuchsdurchführung

Zuerst wurde der Oberflächenwiderstand nach IEC 60093 mit zylindrischen Elektroden ermittelt. Dazu waren die Elektroden wie in Bild 6.37 dargestellt beschalten. Die verwendeten Elektroden nach Bild 3.5 hatten die Maße:

- $d_1=50$ mm
- $d_2=60$ mm
- $d_3=80$ mm
- $d_4=80$ mm

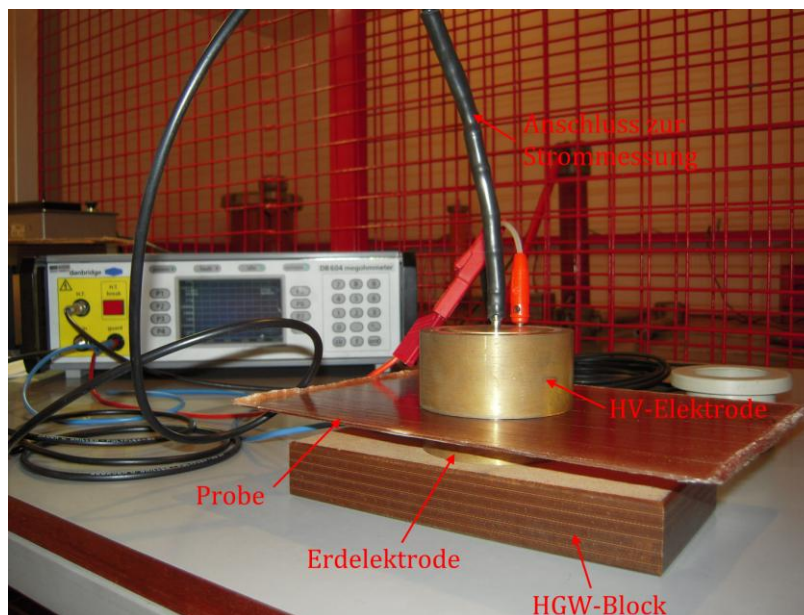


Bild 6.37: Oberflächenwiderstandmessung mit zylindrischen Elektroden gem. IEC 60093

Die Erdelektrode mit 80 mm Durchmesser war auf einem isolierenden Hartgewebe-Block (HGW) platziert. Darüber wurden auf der zu prüfenden Feinglimmerplatte die Messelektrode (50 mm Ø) konzentrisch zur Hochspannung(HV-)elektrode mit Innendurchmesser von 60 mm ausgerichtet. Dadurch ergab sich ein Luftspalt von 5 mm Breite zwischen HV- und Messelektrode. Die Spannungsversorgung und Strommessung erfolgte mit einem **Danbridge DB604 Megohmmeter**. Als Messspannung wurde +1000 V DC gewählt, nachdem ein erster Versuch mit 500 V keine Ergebnisse brachte. Gemessen wurde der Strom, der sich aufgrund des elektrischen Feldes zwischen HV-Elektrode und Messelektrode einstellte, nach einer Minute. Da bei der Oberflächenwiderstandmessung immer mit einem Stromanteil durch das Volumen des Isolationsmediums zu rechnen ist, muss die Messung mit einer Erdelektrode, die Teile des Stromes durch die Isolationsplatte gegen Erde ableitet, durchgeführt werden. Vor jeder Messung wurden alle Elektroden und die Probe geerdet sowie ein Nullabgleich des Megohmmeters durchgeführt.

In zweiter Instanz wurde die Messung mit einer Anordnung aus zwei in einem Abstand von 1 cm zueinander befindlichen, parallelen Federzungenelektroden mit jeweils 10 cm Länge wiederholt (siehe Bild 6.38). Zur Spannungsversorgung und Strommessung wurde wieder das **Danbridge DB604 Megohmmeter** verwendet. Die Elektroden wurden für die jeweilige Messung mit einem HGW-Block beschwert um einen einheitlichen Anpressdruck der Elektroden zu gewähren. Der Messaufbau ist in Bild 6.38 dargestellt. Die ersten Messversuche ohne die geerdete Metallplatte unterhalb der Isolierung schlugen fehl, da es aufgrund der Hochohmigkeit der Feinglimmerisoliationsplatten zu Aufladungserscheinungen kam, die eine Vorzeichenänderung des gemessenen Stromes bewirkte.

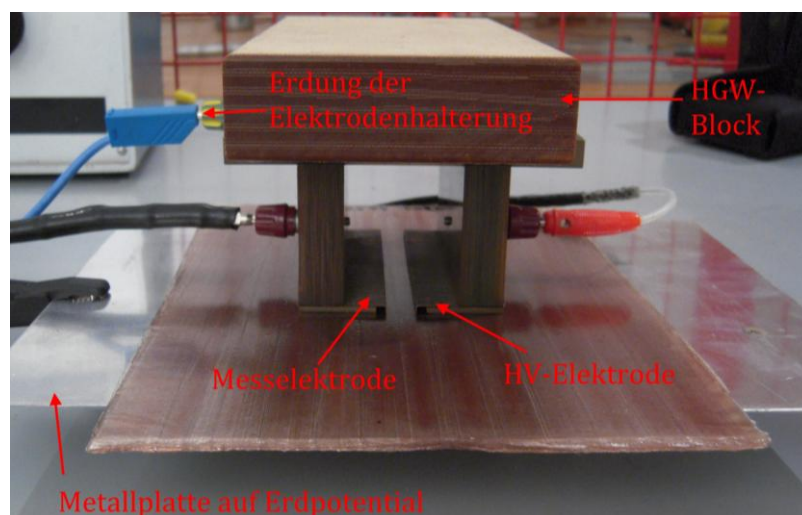


Bild 6.38: Oberflächenwiderstandmessung mit Federzungenelektroden gem. VDE 0303 - 3

Nachdem der Messaufbau auf der geerdeten Metallplatte positioniert und die Messspannung von +1 kV DC auf +2 kV DC erhöht wurde, konnten reproduzierbare Werte gemessen werden. Die Verdopplung der Messspannung war aufgrund des doppelten Elektrodenabstandes nötig, um eine ähnliche Feldstärke zwischen den Elektroden zu gewährleisten. Gemessen wurde

auch hier der Strom zwischen den Elektroden, der sich nach einer Minute eingestellt hatte. Dabei wurden je Isolationsplatte zwei Messwerte - einmal parallel zu den Glimmerbandlagen (I_{parallel}) und einmal quer über die Lagen (I_{quer}) - aufgenommen und verglichen. Nachdem für diese Messungen die Spannung zwischen den Elektroden erhöht werden musste, wurde vor Beginn der eigentlichen Messungen abgeklärt, ob die erhöhte Spannung bereits Auswirkungen auf die Widerstandswerte hat. Es ist bekannt, dass sich zu hohe Messfeldstärken bei Widerstandsbestimmungen in Form einer überproportionalen Verringerung des Isolationswiderstandes auswirken können. Im untersuchten Spannungsbereich zwischen +2 kV und +5 kV blieb die lineare Beziehung zwischen Spannung und Strom erhalten. Bei +2 kV war somit noch keine Beeinflussung der Widerstandswerte zu erwarten.

Ergebnisse

Die Auswertung der Messungen mit den zylindrischen Elektroden sind aus Tabelle 6.4 ersichtlich. Die gemessenen Ströme über die Plattenoberflächen sind für die jeweiligen Bandtypen sehr ähnlich. Dabei unterscheiden sich die ermittelten Oberflächenwiderstände R_O und die über den effektiven Elektrodenumfang p berechneten spezifischen Oberflächenwiderstände σ nicht ganz um den Faktor 2. Bandtyp B hat laut dieser Messung also einen geringfügig höheren Oberflächenwiderstand als Bandtyp A. Die Berechnung von p und σ erfolgte wie in Kapitel 3.2.2 besprochen.

Tabelle 6.4: Ergebnisse der Messung mit zylindrischen Elektroden gem. IEC 60093

Platten		gemessen		berechnet		
		I [pA]	U [V]	R_O [Ω]	p [cm]	σ [Ω]
Bandtyp A	A.5	22,9	1000	$4,37 \cdot 10^{12}$	17,28	$1,51 \cdot 10^{15}$
	A.6	24,3	1000	$4,12 \cdot 10^{12}$		$1,42 \cdot 10^{15}$
Bandtyp B	B.5	14,5	1000	$6,90 \cdot 10^{12}$		$2,38 \cdot 10^{15}$
	B.6	14,7	1000	$6,80 \cdot 10^{12}$		$2,35 \cdot 10^{15}$

Die Messergebnisse mit den parallelen Federzungen Elektroden sind in Tabelle 6.5 angeführt. Laut VDE 0303 Teil 3 ist für diese Elektrodengeometrie keine rechnerische Korrektur vorgesehen. Wie aus Tabelle 6.5 ersichtlich wird, unterscheiden sich die Widerstände die parallel zu den Bandlagen (R_{parallel}) ermittelt wurden, geringfügig von den quer über die Glimmerbänder (R_{quer}) bestimmten. Dabei sind die parallel zu den Glimmerbändern ermittelten durchwegs höher. Abschließend sei erwähnt, dass die Norm VDE 0303 Teil 3 zurückgezogen wurde. Die Federzungen Elektrode findet in der aktuellen Norm IEC 60093 keine Anwendung mehr.

Tabelle 6.5: Ergebnisse der Messung mit Federzungenelektroden gem. VDE 0303 Teil 3

Platten		gemessen			berechnet	
		I_{parallel} [pA]	I_{quer} [pA]	U [V]	R_{parallel} [Ω]	R_{quer} [Ω]
Bandtyp A	A.5	7,5	9,8	2000	$2,67 \cdot 10^{14}$	$2,04 \cdot 10^{14}$
	A.6	4,5	6,2	2000	$4,44 \cdot 10^{14}$	$3,23 \cdot 10^{14}$
Bandtyp B	B.5	6,5	9,3	2000	$3,08 \cdot 10^{14}$	$2,15 \cdot 10^{14}$
	B.6	2,8	3,5	2000	$7,14 \cdot 10^{14}$	$5,71 \cdot 10^{14}$

6.3.3 Durchgangswiderstandmessung

Nach den Oberflächenwiderstandmessungen wurden an denselben Feinglimmerisulationsplatten die Durchgangswiderstände bestimmt.

Versuchsdurchführung

Der Versuchsaufbau für die Durchgangswiderstandsmessung ist in Bild 6.39 dargestellt. Es wurden dieselben zylindrischen Elektroden (gem. IEC 60093) verwendet, die bereits für die Oberflächenwiderstandmessung benutzt wurden. Die HV-Elektrode wurde auf einem HGW-Block isoliert platziert. Auf der darüberliegenden Isolationsplatte wurden die Mess- und Schirmelektrode mit einem Luftspalt von 5 mm zueinander konzentrisch ausgerichtet.

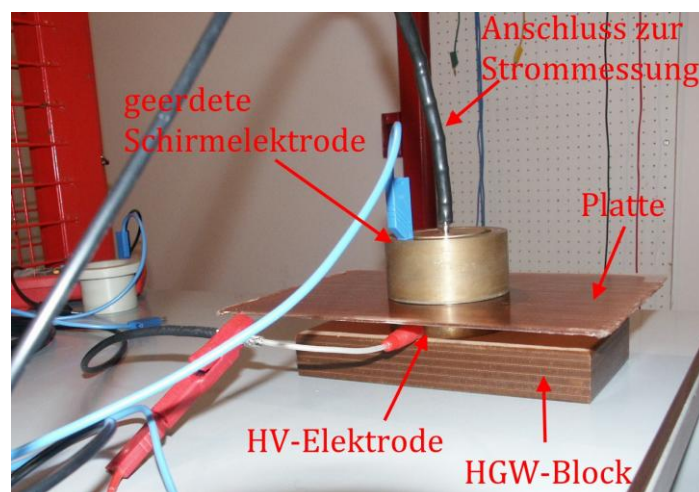


Bild 6.39: Messaufbau zur Durchgangswiderstandsmessung

Die Spannungsversorgung und Strommessung erfolgte wieder mit dem **Danbridge DB604 Megohmmeter**. Als Messspannung wurde +1000 V DC gewählt. Gemessen wurde der Strom durch die Isolationsplatte nach einer ($I_{1\text{min}}$) und nach zehn Minuten ($I_{10\text{min}}$). Vor dem Start jeder Messung wurden auch hier alle Elektroden und die Probe geerdet und ein Nullabgleich des Messgerätes durchgeführt.

Ergebnisse

Die Messergebnisse und die daraus berechneten Werte sind in Tabelle 6.6 angeführt. Für die Berechnung des Durchgangswiderstands R_D wurde der Strom, der sich nach 10 min eingestellt hatte, herangezogen. Diese Ströme sind deutlich niedriger als die Ströme unmittelbar nach dem Einschalten der Messspannung. Für die Durchgangswiderstände ergibt sich ein exponentieller Verlauf über die Messdauer. Nach 10 min haben die gemessenen Ströme und somit die Durchgangswiderstände einen nahezu konstanten Wert erreicht. Über die aktive Fläche A der Messanordnung und die mittlere Dicke der Probe h wurden, wie in Kapitel 3.2.1 erläutert, die spezifischen Durchgangswiderstände ρ berechnet. Wie die Ergebnisse in Tabelle 6.6 zeigen, liegen die Widerstandswerte R_D bei demselben Bandtyp bereits um mehr als das Doppelte auseinander. Aus dem Verhältnis des Widerstandswerts nach zehn Minuten zu dem nach einer Minute wurde der jeweilige Polarisationsindex (PI) errechnet. Die Platten aus Bandtyp A weisen dabei leicht niedrigere Werte des PI auf als die vom Bandtyp B.

Tabelle 6.6: Ergebnisse der Durchgangswiderstandsmessung

Platten		gemessen				berechnet			
		$I_{1\text{min}}$ [pA]	$I_{10\text{min}}$ [pA]	U [V]	h [cm]	R_D [Ω]	A [cm ²]	ρ [Ωcm]	PI
Band- Typ A	A.5	26,4	5,8	1000	0,198	$172,4 \cdot 10^{12}$	23,76	$20,7 \cdot 10^{15}$	4,6
	A.6	38,5	12,5	1000	0,195	$80,0 \cdot 10^{12}$		$9,7 \cdot 10^{15}$	3,1
Band- Typ B	B.5	22,8	3,2	1000	0,202	$312,5 \cdot 10^{12}$		$36,8 \cdot 10^{15}$	7,1
	B.6	38,9	7,8	1000	0,202	$128,2 \cdot 10^{12}$		$15,1 \cdot 10^{15}$	5,0

6.3.4 Verlustfaktormessung an harzgetränkten Feinglimmerplatten

Die Verlustfaktormessung erfolgte an denselben Feinglimmerisoliationsplatten wie sie bereits für die Widerstandsmessungen verwendet wurden.

Versuchsdurchführung

Die Messung erfolgte mittels unbalancierter Messbrücke **LDV-6** von Lemke und den zylindrischen Elektroden der Widerstandsmessungen. Die Messelektrode für die Ströme durch den Prüfling wurde isoliert aufgestellt. Die HV-Elektrode und die geerdete Schirmelektrode wurden auf der jeweiligen Isolationsplatte konzentrisch zur Messelektrode und zueinander (mit einem 5 mm Luftspalt) ausgerichtet. Der Strom durch die Isolationsplatte und der Strom durch den Referenzkondensator werden vom Messsystem, welches potentialfrei an einen PC mit der Analysesoftware **LDV-6** gekoppelt wurde,

gemessen. Das Messsystem ist Mittels Fourier-Analyse ermittelt das System den Verlustfaktor $\tan \delta$. Dieser wurde in Abhängigkeit der Spannung ermittelt. Dazu wurde die netzfrequente Spannung (50 Hz) ausgehend von 250 V in drei Schritten zu je 250 V erhöht und somit vier Messpunkte aufgenommen. Laut IEC 60250 soll der Verlustfaktor an Isolierstoffen nicht bei Spannungen über 1000 V bestimmt werden, da hierbei Effekte auftreten können, die das Meßergebnis verfälschen. Die so gemessenen Werte sind dann nicht mehr eindeutig auf den Verlustfaktor zurückzuführen. Die Hochspannungsversorgung erfolgte über einen Stelltrafo.

Ergebnisse

Die bei der Messung aufgenommenen Spannungs- und Verlustfaktorwerte sind zusammen mit den jeweiligen mittleren Dicken der Platten in Tabelle 6.7, die Abhängigkeit des $\tan \delta$ von der Spannung in Bild 6.40 dargestellt. Bei allen Platten kann eine deutliche Abnahme der $\tan \delta$ -Werte bei der Messspannung von 500 V im Vergleich zu denen bei 250 V beobachtet werden. Wie sich herausstellte war die Messspannung von 250 V zu niedrig gewählt, um einen kontinuierlichen Stromfluss durch die Isolierung zu gewährleisten. In Kombination mit der Fourier-Analyse des gemessenen Stromes kam es somit zu den abweichenden Ergebnissen.

Die Werte für den $\tan \delta$ der Isolationsplatten vom Bandtyp A liegen deutlich höher als die vom Typ B. Die Abweichungen der Platten gleichen Bandtyps untereinander sind in beiden Fällen minimal. Aufgrund der geringen Messflächen bei dieser Elektrodenanordnung muss berücksichtigt werden, dass sich einzelne Fehlstellen im Messbereich relativ gesehen stark auf die Messergebnisse auswirken können.

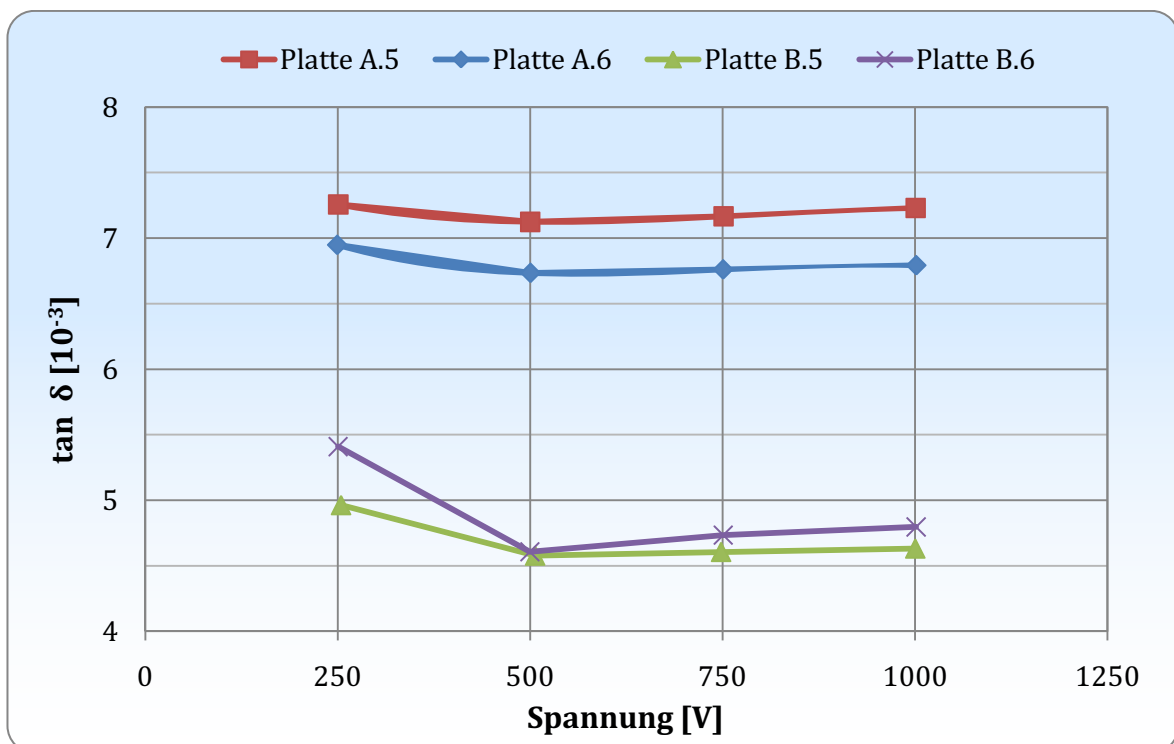


Bild 6.40: Ergebnisse der Verlustfaktormessungen an Feinglimmerisoliationsplatten

Tabelle 6.7: Ergebnisse der Verlustfaktormessung an Feinglimmerisoliationsplatten

f=50 Hz	U [V]	tan δ [10^{-3}]	Mittlere Dicke h [mm]
Platte A.5	250,7	7,25653	1,98
	500,1	7,12391	
	751,2	7,16721	
	1000,9	7,22972	
Platte A.6	249,2	6,94804	1,95
	500,4	6,73523	
	750,8	6,7614	
	1001,7	6,79286	
Platte B.5	254,4	4,96406	2,02
	506,6	4,57716	
	748,2	4,60548	
	1000,6	4,6314	
Platte B.6	250,5	5,40926	2,02
	499,6	4,60734	
	750,9	4,7331	
	1001,5	4,79635	

6.3.5 Verlustfaktormessung an Generatorstäben

Bei der Verlustfaktormessung an den Statorstäben der Typen B, C und D von unterschiedlichen Herstellern sollten die jeweiligen Isolationssysteme verglichen werden. Bei den untersuchten Stäben handelte es sich um solche, die auf eine Nennspannung U_N von 13,8 kV ausgelegt waren.

Versuchsdurchführung

Die Messung wurde mit einer unbalancierten Messbrücke durchgeführt. Dazu wurden jeweils die Kupferleiter an Hochspannung gelegt, die resultierenden kapazitiven Ströme an der Staboberfläche im AGS-Bereich zum Messsystem abgeleitet, gemessen und am PC mit der entsprechenden Software ausgewertet. Die Hochspannungsversorgung mit einer 50 Hz

Wechselspannung erfolgte über einen Stelltrafo. Geprüft werden sollte nur der gerade Nutteil der Stäbe, weshalb wickelkopfseitig an jedem Ende der Nut ein Schirmring vor dem EGS aufgebracht wurde, um die Oberflächenströme der Wickelköpfe gegen Erde abzuleiten. Bei der Messung wurde ausgehend von $0,2 \cdot U_N$ die Spannung stufenweise um $0,2 \cdot U_N$ bis einschließlich $1,4 \cdot U_N$ erhöht und der Verlustfaktor $\tan \delta$ gemessen.

Ergebnisse

Wie die Auswertung der Messergebnisse in Bild 6.41 zeigt, liegen die Verlustfaktoren der Stäbe von Typ B und D deutlich unter denen vom Typ C. Auch der Anstieg $\Delta \tan \delta$ bei den Typen C ist höher als bei den zwei anderen Stabtypen. Im Mittel liegen die Verlustfaktoren des Typs D am niedrigsten. Sie weisen auch den niedrigsten $\Delta \tan \delta$ auf. Beim Stabtyp B kann bereits bei $1 \cdot U_N$ ein erhöhter $\Delta \tan \delta$ aufgezeigt werden.

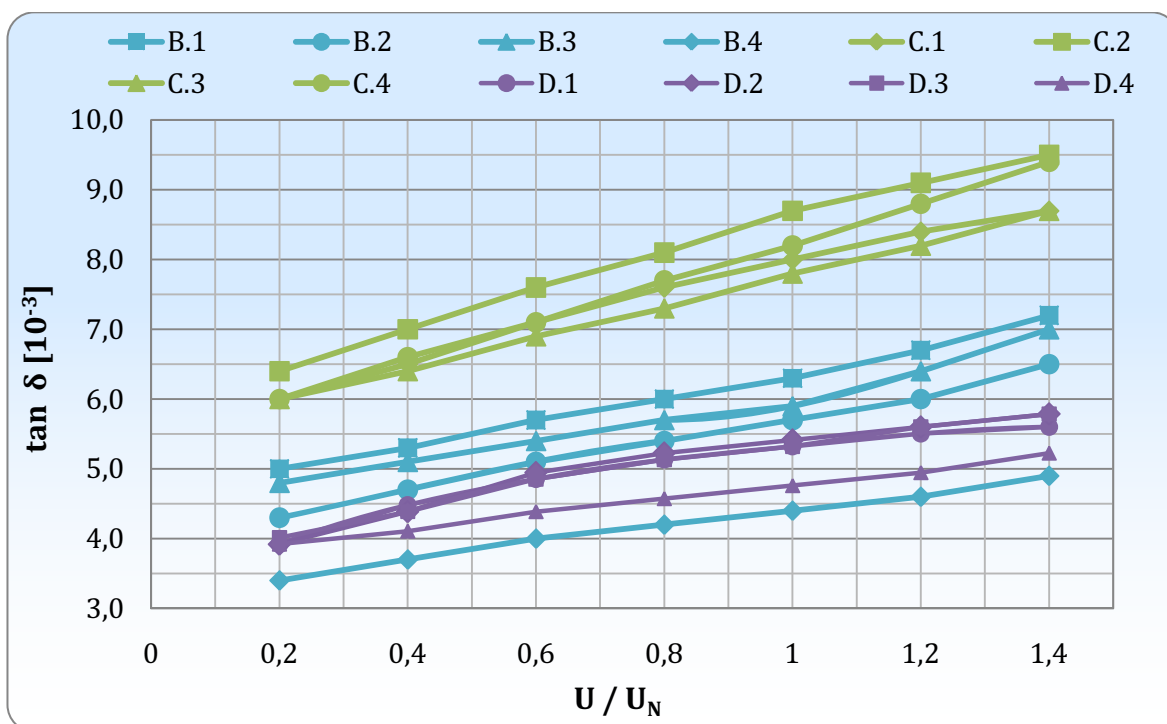


Bild 6.41: Verlustfaktor der Statorstäbe in Abhängigkeit der Prüfspannung

6.3.6 Diskussion der Ergebnisse

Der Vergleich der Bandtypen A und B ergab eine leicht höhere Stoßspannungsfestigkeit für den Bandtyp A. Bei den Widerstandsmessungen kann keine eindeutige Aussage getroffen werden. Die Widerstandsmessung von derart hochohmigen Materialien birgt viele Unsicherheitsfaktoren. So können die gemessenen Widerstandswerte bei gleichem Versuchsaufbau und gleicher Elektrodengeometrie an ein und derselben Probe, zu unterschiedlichen Zeitpunkten bereits um ein Vielfaches abweichen. Messungen mit unterschiedlichen Elektrodengeometrien sind nicht vergleichbar, weshalb die jeweils verwendete Elektrodenanordnung im Prüfprotokoll unbedingt angeführt werden muss. Im Falle der Oberflächenwiderstandsmessung mit Federzungenektroden gem. VDE 0303 Teil 3

muss die der Messfläche gegenüberliegende Seite der Isolierung zwingend auf Erdpotential liegen, da es ansonsten zu Aufladungserscheinungen und bedingt dadurch zu fehlerhaften bzw. unbrauchbaren Messergebnissen kommt. Weiter muss bei Widerstandsmessungen die Messspannung kritisch betrachtet und sorgsam gewählt werden. Bei zu hohen Spannungen ist die Beziehung zwischen Feldstärke und Strom nicht mehr linear, die ermittelten Widerstände nehmen aufgrund von zusätzlichen Ladungsträgerprozessen (z.B. Ionisierung oder Emission von den Elektroden) überproportional ab.

Die unterschiedlichen Verlustfaktoren der untersuchten Feinglimmerisolationsplatten sind auf die unterschiedlichen Bandtypen (Aufbau, Glimmersorte) zurückzuführen. Der erhöhte Anfangswert des $\tan \delta$, der bei 250 V gemessen wurde, war messtechnisch bedingt, wie bereits in Kapitel 6.3.4 beschrieben wurde. Bei den Stäben wirkt sich der komplette Isolationsaufbau auf den $\tan \delta$ aus. Zum Beispiel haben die Stabtypen C und D eine über die komplette Oberfläche der verfestigten Roebelstäbe verlaufende Innenpotentialsteuerung (IPS), während die vom Stabtyp B nur an der Stabschmalseite mit einem IPS-Lack versehen wurden. Dies kann die Ursache für deren erhöhte $\Delta \tan \delta$ -Werte ab $1 \cdot U_N$ sein. Der Knick in den Verlustfaktorkennlinien kann durch einsetzende TE, und damit erhöhte Verluste, begründet werden.

6.4 Mechanische Prüfungen

Anhand der mechanischen Prüfungen sollten vier verschiedene Isolationssysteme A, B, C und D von unterschiedlichen Herstellern gegenüber gestellt und auf deren mechanische Stärken bzw. Schwächen hin analysiert werden. Untersucht und verglichen werden sollten sowohl die Biegemoduln und deren thermische Abhängigkeiten, als auch die Zugmoduln der Isolationen, sowie die Lagenhaftung der einzelnen Glimmerbandlagen. Obwohl der Einfluss der Temperatur sehr wohl auch für die Zugmoduln und die Lagenhaftung sehr interessant gewesen wären, konnten diese Prüfungen, aufgrund fehlender Geräte und relativ hohen Kostenvoranschlägen externer Prüfinstitute, nur bei Raumtemperatur durchgeführt werden. Die Temperaturabhängigkeit, wie sie bei der Biegeprüfung vorgefunden wurde, wird aber in ähnlicher Weise auch auf die beiden anderen Versuche umzulegen sein.

6.4.1 Biegeprüfungen

Mit der Biegeprüfung nach dem Dreipunkt-Verfahren sollten vor allem die Biegemoduln der vier Isolationstypen ermittelt werden. Die IEC 60371-2 sieht dabei eine Prüfung sowohl bei Raumtemperatur (23 °C) als auch bei 155 °C vor. Die Isolierungen mussten dazu vorsichtig von den Stäben abgelöst und entsprechend zugeschnitten werden.

Probenvorbereitung

Die Biegeproben wurden gemäß DIN EN ISO 178 angefertigt. Dabei müssen die *Länge* l [mm] und die *Dicke* h [mm] des Prüfkörpers in folgendem Verhältnis zueinander stehen:

$$\frac{l}{h} = 20 \pm 1 \quad (6.2)$$

Anhand der mittleren gemessenen Isolationsdicken ergeben sich die Längen der Proben wie in Tabelle 6.8 dargestellt. Die Breite der Probekörper ist ebenso von der mittleren Dicke der Isolierungen abhängig und wurde entsprechend nach DIN EN ISO 178 (Tabelle 2) gewählt. Da die Prüfrichtung entlang der schwächsten Achse - also parallel zum Bandzug - erfolgen sollte, ergeben sich Länge und Breite der Prüfkörper wie in Bild 6.42 dargestellt.

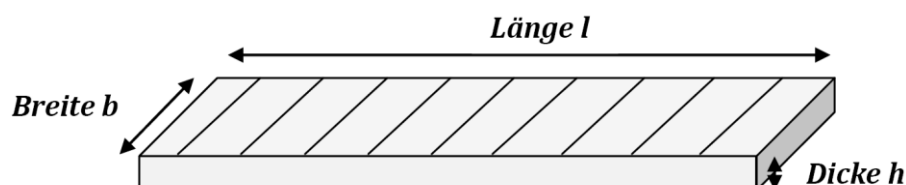


Bild 6.42: Skizze einer Biegeprobe mit Definition der Bemaßungen

Beim Schneiden der Proben muss gerade bei der dickeren Isolierung auf eine niedrige Vorschubgeschwindigkeit geachtet werden, da es ansonsten aufgrund übermäßiger Wärmeentwicklung zu Beschädigungen der Isolationsstücke kommen kann. Zum Schneiden

von Feinglimmerisierungen der hier vorkommenden Isolationsdicken haben sich diamantbesetzte Trennscheiben eines Fliesenschneiders am besten geeignet. Um eine planparallele und gratfreie Auflagefläche der Probekörper zu garantieren, wurde, soweit nötig, mit feinem Schleifpapier vorsichtig nachgearbeitet. Von jedem Isolationstyp wurden, gemäß DIN EN ISO 178, für jede Temperatur fünf Proben hergestellt.

Tabelle 6.8: Maße der Probekörper für die Dreipunktbiegeprüfung gem. DIN EN ISO 178

Isolierung	Länge l [mm]	Breite b [mm]	Dicke h [mm]
Typ A	65	10	3,4
Typ B	96	10	4,8
Typ C	65	10	3,4
Typ D	60	25	3

Versuchsdurchführung

Die Biegeprüfungen wurden an einer computergestützten **Zwick/Roell Z005** Tisch-Prüfmaschine durchgeführt. Es wurden jeweils fünf Proben der vier Isolationstypen nacheinander bei der gleichen Temperatur, beginnend mit Raumtemperatur, geprüft. Dazu mussten zunächst alle Proben genau vermessen werden. Die Breite b muss auf 0,1 mm und die Dicke h auf 0,01 mm genau bestimmt werden. Diese Werte sind, ebenso wie die Stützweite L , für die computergestützte Auswertung notwendig und müssen bei der Prüfung der jeweiligen Probe in die Auswertesoftware *testXpert* der Prüfmaschine eingegeben werden. Vor jeder neuen Serie, d.h. jedem Isolationstyp, wurde die Stützweite L [mm] entsprechend DIN EN ISO 178 nach folgender Formel berechnet und eingestellt:

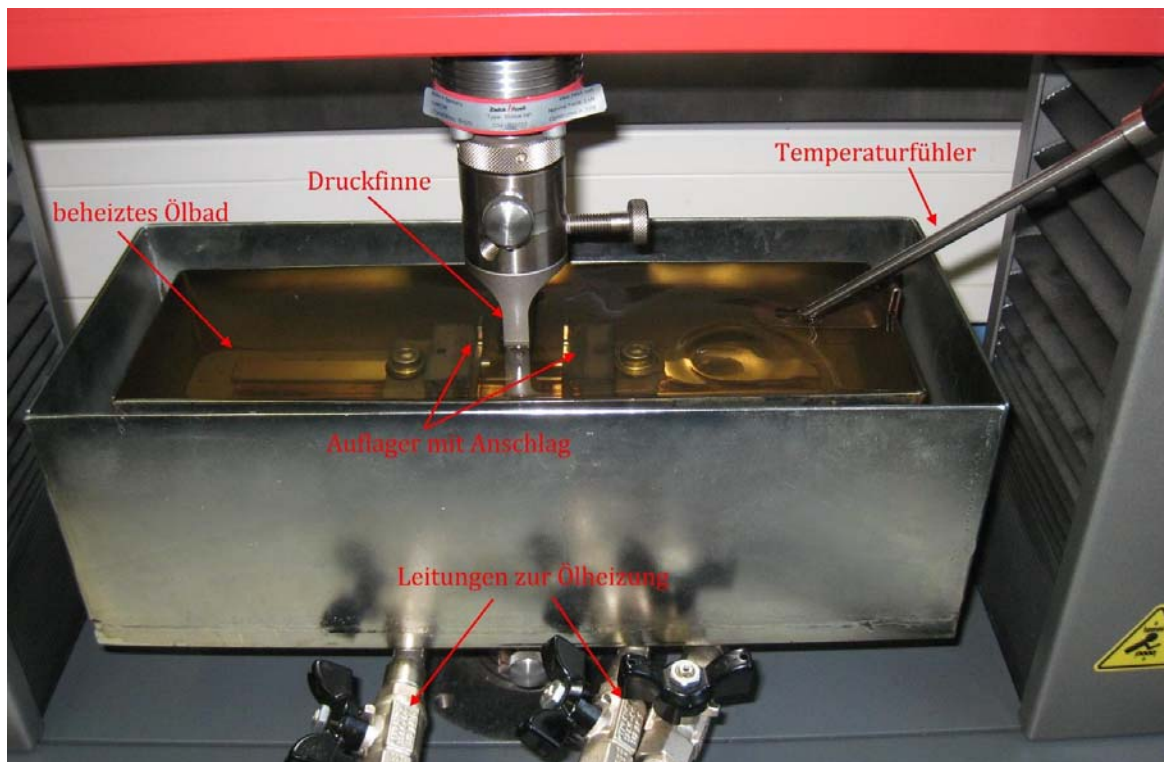
$$L = (16 \pm 1) \cdot h \quad (6.3)$$

Die sich ergebenden und einzustellenden Stützweiten für die Biegeprüfung sind in Tabelle 6.9 angeführt. Neben der Stützweite mussten auch die Anschläge der Auflager (siehe Bild 6.43) entsprechend der Breite der Probekörper so eingestellt werden, dass diese mittig unter der Druckfinne platziert waren. Um die Prüfung unter Temperatur zu ermöglichen, wurde der gesamte Versuchsaufbau in einem über einen Temperaturfühler geregelten, beheizbaren Ölbad montiert (Bild 6.43). Das beheizte Ölbad gewährleistet eine konstante Temperatur des Probekörpers während der Biegeprüfung. Für alle Prüfungen über der Raumtemperatur wurden die Proben vor dem Einlegen in die Prüfvorrichtung in einem Ofen auf die jeweilige Temperatur vorgeheizt.

Tabelle 6.9: Einzustellende Stützweiten für die Biegeprüfung

Isolierung	Stützweite L [mm]
Typ A	54
Typ B	78
Typ C	54
Typ D	50

Die Prüfung erfolgte, wie in Kapitel 4.1 bereits erwähnt, mit einer konstanten Prüfgeschwindigkeit. Sie muss so gewählt werden, dass sie einer Biegedehnrates der jeweiligen Probe von 1 % pro Minute am nächsten kommt. Die Software der Prüfmaschine ermittelt diese automatisch anhand der eingegebenen Probendimensionen.

**Bild 6.43: Versuchsaufbau für die Dreipunktbiegeprüfung unter Temperatur**

Ergebnisse

Während der Biegeprüfung wird die Biegedehnung der jeweiligen Probe anhand des Traversenwegs der Prüfmaschine gemessen und die auf den Probenkörper aufgebrachte Kraft als Graph über diese aufgezeichnet. Durch Anlegen der Tangente im linear-viskoelastischen Bereich der Biegekurve (Bild 6.44) ermittelt das Programm anhand der Steigung dieser Tangente den E-Modul. Aus der maximal gemessenen Kraft F_{max} und der Biegedehnung beim Bruch f_{Bruch} werden, wie in Kapitel 4.1 beschrieben, automatisch die Biegefestigkeit und die Biegebruchdehnung errechnet.

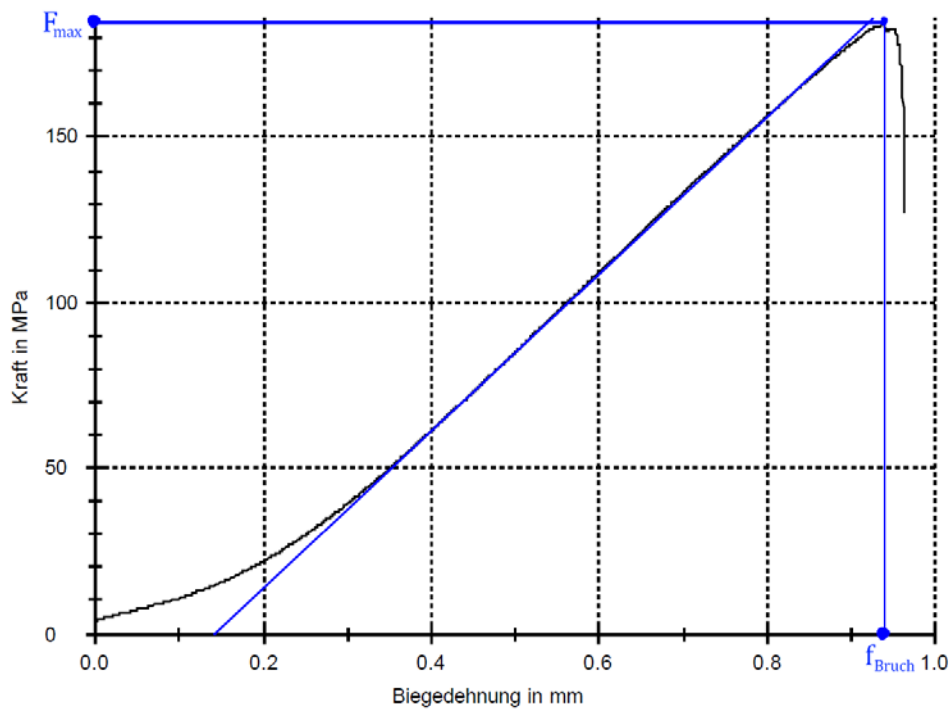


Bild 6.44: Biegekurve mit angelegter Tangente zur Ermittlung des E-Moduls

In Tabelle 6.10 bis Tabelle 6.11 sind die Ergebnisse der Biegeprüfungen dargestellt. Für jede Temperatur und Isolationstyp sind jeweils die Mittelwerte der Prüfserien zu je fünf Proben zusammengefasst.

Tabelle 6.10: Ergebnisse der Biegeprüfung bei 23 °C (Mittelwerte der Prüfserien)

RT=23 °C	E-Modul E_f [MPa]	Biegefestigkeit σ_{fM} [MPa]	Biegebruchdehnung ε_{fB} [%]
Typ A	27300	130	0,57
Typ B	33500	137	0,44
Typ C	30400	162	0,66
Typ D	28800	171	0,74

Tabelle 6.11: Ergebnisse der Biegeprüfung bei 90 °C (Mittelwerte der Prüfserien)

90 °C	E-Modul E_f [MPa]	Biegefestigkeit σ_{fM} [MPa]	Biegebruchdehnung ε_{fB} [%]
Typ A	27500	113	0,51
Typ B	26700	127	0,50
Typ C	31500	151	0,55
Typ D	22800	143	0,89

Die grafische Auswertung der Biegeprüfungen in Bild 6.45 zeigt den Verlauf der E-Moduln mit steigender Temperatur. Die Isolationen der Typen A und C zeichnen sich durch einen konstanten E-Modul aus, wobei die Werte des Typ C minimal höher liegen. Die Isolation vom Typ B weist zwar bei Raumtemperatur den höchsten E-Modul auf, dieser nimmt jedoch im Temperaturbereich bis 90 °C um etwa $\frac{1}{5}$ seiner Biegesteifigkeit ab.

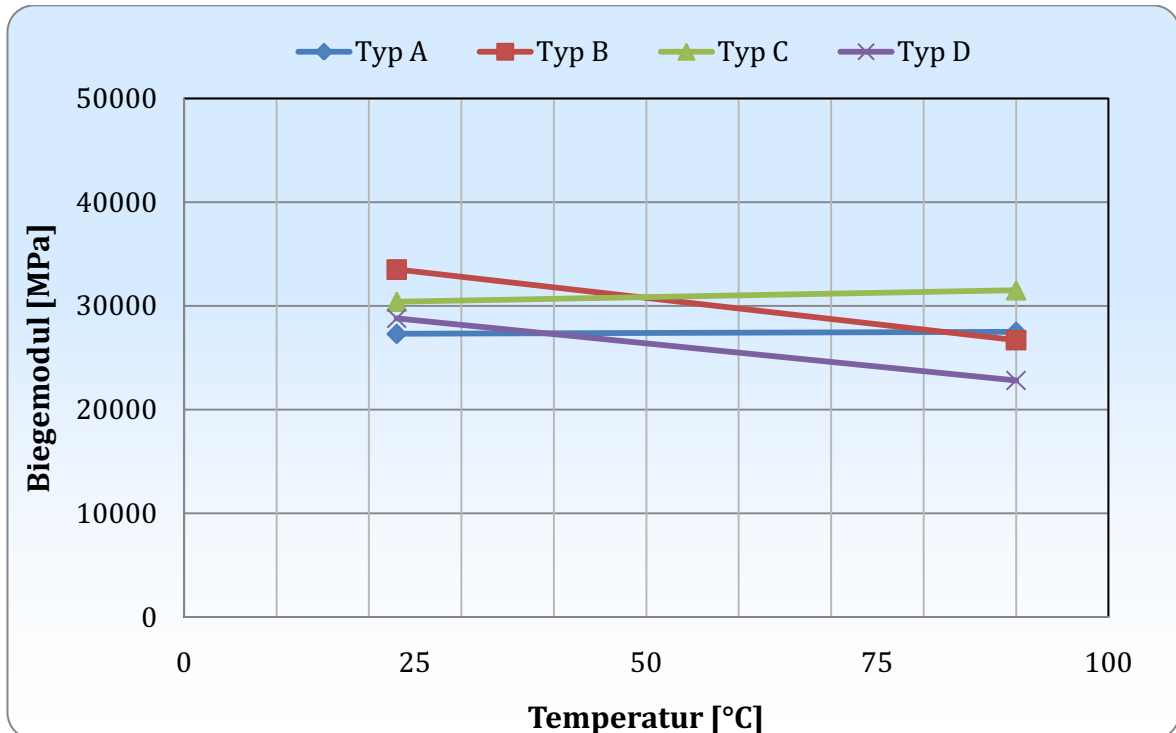


Bild 6.45: Abhängigkeit der Biegemoduln von der Temperatur

Die Biegefestigkeiten der vier Isolationstypen nehmen zwischen Raumtemperatur und 90 °C leicht ab. Während die Isolationstypen A und C bei Raumtemperatur noch die höchsten Werte aufzeigt, nimmt die Biegefestigkeit, vergleichsweise zu den restlichen Isolationen, mit etwa $\frac{1}{5}$ relativ stark ab (vgl. Bild 6.46). Bei 90 °C ergaben sich für die Isolationstypen B und C die höchsten Werte der Biegefestigkeit, gefolgt vom Typ D.

Anhand der Auswertung der Biegebruchdehnungen¹⁴ ist ersichtlich, dass die Isolationstypen A und C bereits bei Raumtemperatur elastischer sind als die anderen drei Typen. Mit steigender Temperatur ist diese Eigenschaft noch deutlicher ausgeprägt (siehe Bild 6.47).

¹⁴ Maximale Durchbiegung der Prüfkörper bis zum Bruch, bezogen auf dessen Dicke

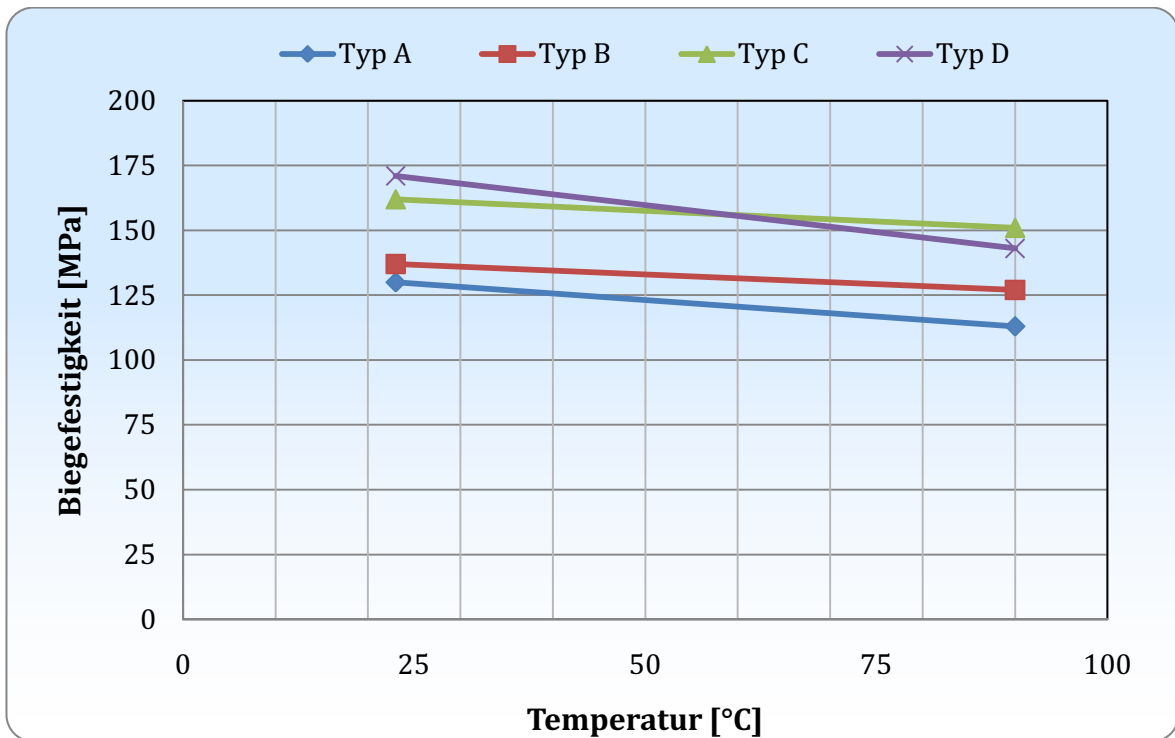


Bild 6.46: Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der Temperatur

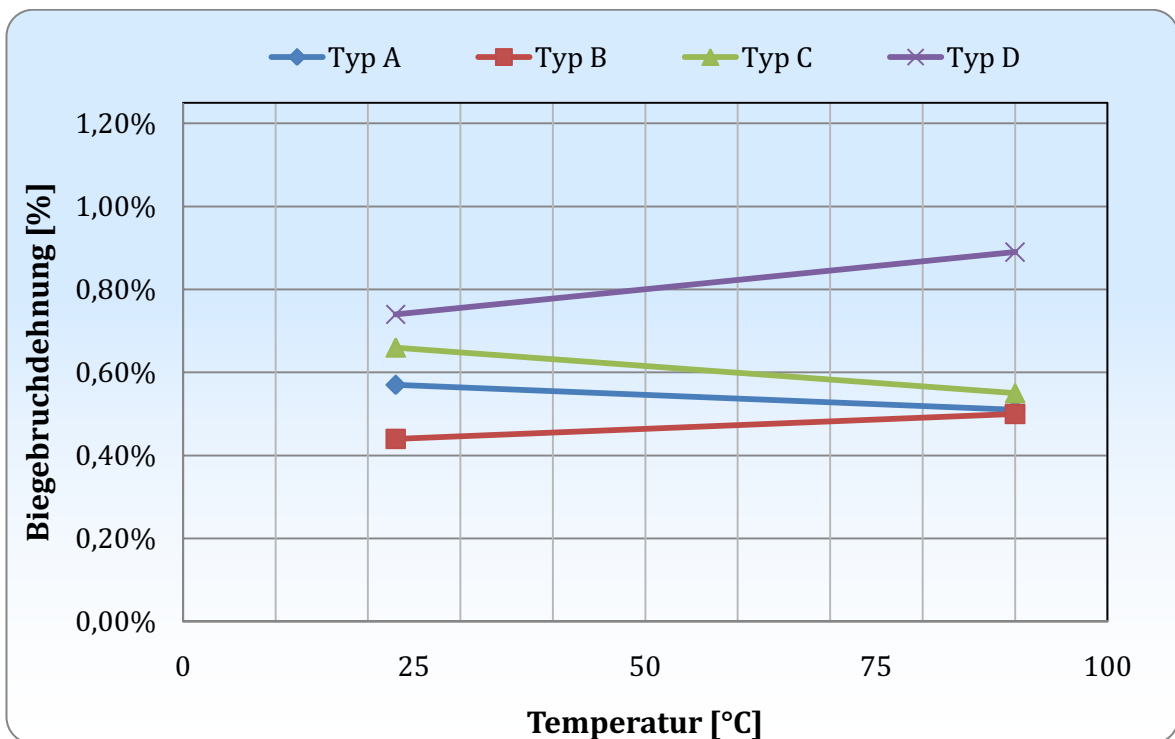


Bild 6.47: Abhängigkeit der Biegebruchdehnung von der Temperatur

6.4.2 Zugprüfungen

Mit der Zugprüfung nach DIN EN ISO 527 waren in weiterer Folge noch die Zugmoduln und Zugfestigkeiten der vier Isolationstypen zu bestimmen. Aufgrund der Ausstattung im Mechaniklabor von Andritz HYDRO in Weiz wurden diese Untersuchungen nur bei Raumtemperatur durchgeführt. Für diese Untersuchungen mussten zunächst ebenfalls die benötigten Isolationsstücke von den Stäben abgelöst und entsprechend zugeschnitten werden.

Probenvorbereitung

Da die Hauptbelastung der Maschinenisolierung durch Zugbeanspruchung, wie bereits erwähnt, entlang der Stabachse auftritt, sind die Probenkörper so zu entnehmen bzw. herzustellen, dass die Prüfrichtung - also die Zugrichtung - parallel zur Stabachse liegt. Für Feinglimmerisolierungen sind Prüflinge mit parallelen Seiten vom Typ 2 oder Typ 3 laut DIN EN ISO 527-4 anwendbar. Typ 3 unterscheidet sich nur insofern von Typ 2, dass an den Enden beidseitig Krafteinleitungselemente aufgebracht werden (vgl. Bild 6.48). Diese verteilen die Kraft der Klemmbacken beim Einspannen der Probe in die Zugprüfmaschine gleichmäßig über die Oberfläche, um ein Eindringen der Isolierung bzw. Brechen bereits vor der Prüfung zu verhindern. Deshalb fiel die Wahl für diese Prüfungen auf die Probekörper des Typs 3. Die Krafteinleitungselemente wurden entsprechend Bild 6.48 mit Sekundenkleber aufgebracht.

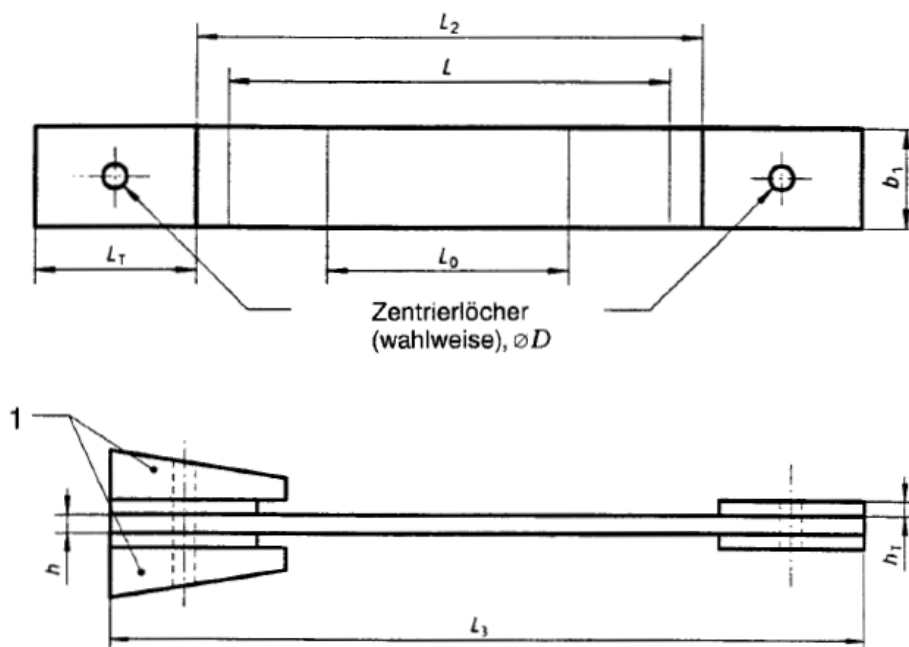


Bild 6.48: Probekörper vom Typ 3 mit Krafteinleitungselementen aus DIN EN ISO 527-4

Die Abmessungen der Prüflinge und der Krafteinleitungselemente wurden anhand DIN EN ISO 527-4 (Tabelle 2) gewählt. Für diese Prüfung konnten die Probekörper für die vier Isolationstypen gleich groß gewählt werden - die Maße sind in Tabelle 6.12 angeführt.

Zentrierlöcher, wie sie in Bild 6.48 eingezeichnet sind, wurden für diese Versuche nicht benötigt. Von jedem Isolationstyp wurden fünf Probekörper hergestellt.

Tabelle 6.12: Maße der Probekörper für die Zugprüfung gem. DIN EN ISO 527-4

Abmessungen der Probekörper laut Bild 6.48		Maße [mm]
Gesamtlänge	L_3	250
Breite	b_1	25
Abstand zwischen Krafeinleitungselementen	L_2	150
Anfangsabstand zwischen den Klemmbacken	L	136
Länge der Krafeinleitungselemente	L_T	50
Dicke der Krafeinleitungselemente	h_T	3
Messlänge	L_0	50

Versuchsdurchführung

Zunächst musste von jedem Probekörper mittig und beidseitig am Ende der Messstrecke L_0 (Bild 6.48) die Dicke und Breite gemessen, daraus die Mittelwerte gebildet und diese vor der Zugprüfung in die Prüf- und Auswertesoftware *testXpert* der Prüfmaschine eingegeben werden. Anhand dieser Maße berechnet die Software die aus der gemessenen Zugkraft resultierende Spannung σ , wie in Kapitel 4.2 beschrieben. Die Probekörper wurden einzeln in die Einspannvorrichtung der Zugprüfmaschine (vgl. Bild 6.49) eingespannt und parallel zur Zugrichtung ausgerichtet. Für spröde Werkstoffe, wie Feinglimmerisolierungen für elektrische Maschinen, empfiehlt sich eine niedrige Prüfgeschwindigkeit von 5 mm/min. Für die Ermittlung des Zugmoduls sind Prüfgeschwindigkeiten von nur 2 mm/min vorgeschrieben. Dies ergibt für Probekörper vom Typ 3 eine Dehnungsrate von ca. 1 % der Messlänge, wie in DIN EN ISO 527 gefordert. Die Prüfung erfolgte an einer **Zwick/Roell Z100** Standprüfmaschine. Die Feindehnaufnehmer (siehe Bild 6.49), die im Abstand L_0 (siehe Bild 6.48) zueinander am Prüfling positioniert wurden, messen die aus der Zugprüfung resultierende Verformung der Probekörper. Geprüft wurde, wie bereits erwähnt, ausschließlich bei Raumtemperatur (23 °C).

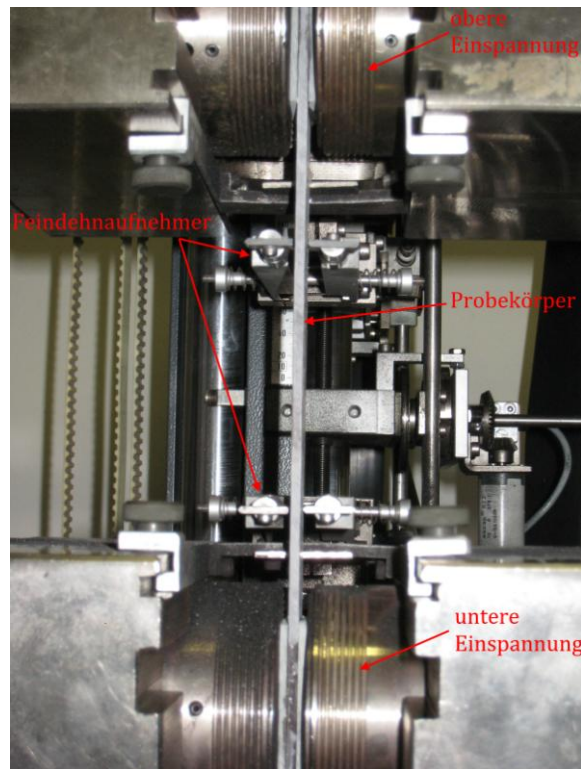


Bild 6.49: In die Prüfvorrichtung eingespannter Probekörper

Ergebnisse

Bei der Prüfung werden die resultierenden Spannungs-Dehnungs-Diagramme über die Analysesoftware *testXpert* ausgegeben. Die Auswertung der Zugmoduln erfolgte analog zu der der Biegeproben (siehe Kapitel 6.4.1). Die Ergebnisse sind in Tabelle 6.13 als Mittelwerte der jeweils fünf Prüflinge pro Isolationstypen angeführt. Eine graphische Auswertung dieser Untersuchung ist in Bild 6.50 dargestellt.

Tabelle 6.13: Ergebnisse der Zugprüfung (Mittelwerte der Prüfserien)

Isolierung	E-Modul E_t [MPa]	Zugfestigkeit σ_M [MPa]	Bruchdehnung ϵ_B [%]
Typ A	51000	94	0,2
Typ B	47000	101	0,2
Typ C	58000	125	0,2
Typ D	63000	125	0,2

Wie Tabelle 6.13 zeigt konnten bei Raumtemperatur, ähnlich wie bereits bei den Biegeprüfungen festgestellt, für die Isolationstypen C und D die höchsten Festigkeiten gemessen werden. Unter Zugbeanspruchungen weist Typ D den höchsten E-Modul auf, gefolgt von Typ C, Typ A und schließlich von Typ B.

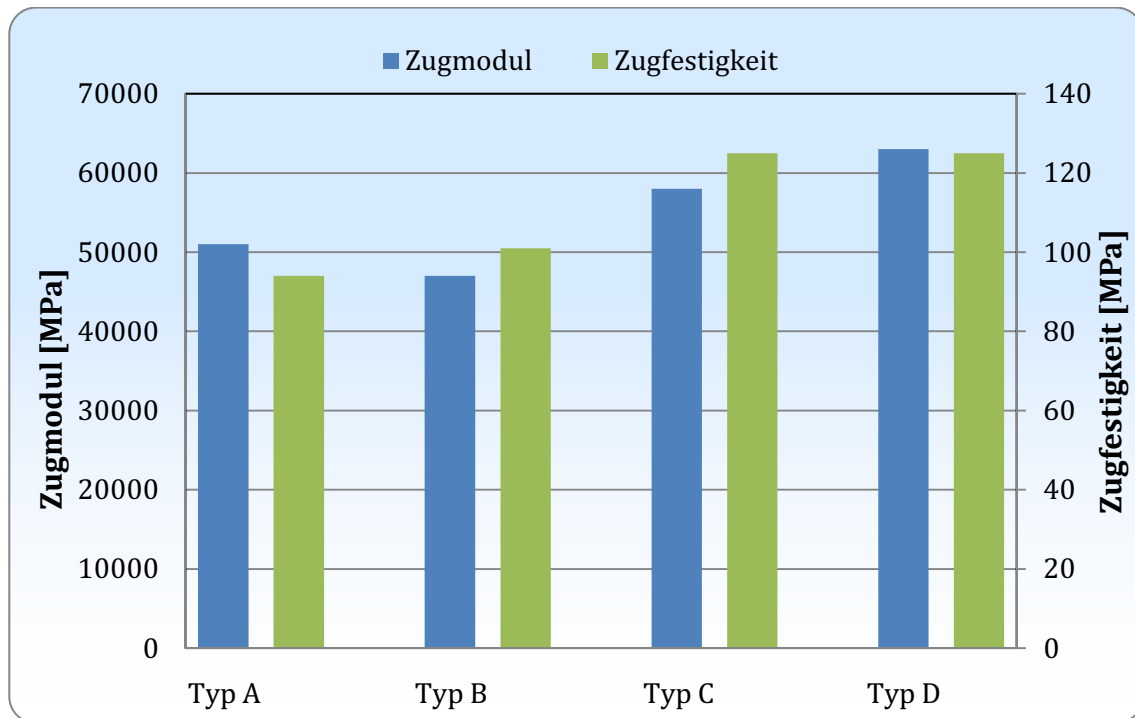


Bild 6.50: Auswertung der Zugmoduln und Zugfestigkeiten der geprüften Isolierungen

6.4.3 Spaltprüfung

Mit der Spaltprüfung nach DIN 53463 sollten die vier Isolationstypen schlußendlich noch anhand ihrer Lagenhaftung gegenüber gestellt werden. Auch diese Versuche konnten nur bei Raumtemperatur durchgeführt werden. Um die benötigten Probekörper gemäß DIN 53463 zu erhalten mussten die Isolierungen speziell vorbereitet werden.

Probenvorbereitung

Da für diese Versuche laut Norm Würfel à 10 mm x 15 mm x 15 mm (siehe Bild 6.51) benötigt wurden, die vorhandenen Isolationen jedoch lediglich mittlere Dicken von 3/3,4/4,8 mm hatten, waren diese beidseitig mit entsprechend dicken Hartgewebepplatten (HWG) zu bekleben, um eine Dicke von 10 mm zu erhalten. Nach dem Aushärten des Klebers wurden die mit HWG beklebten Isolationen so in die geforderten Würfel zugeschnitten, dass die Prüfrichtung (vgl. Bild 6.51) parallel zu den Glimmerbandlagen und senkrecht zur Bandzugrichtung erfolgen konnte. Die Festlegung der Prüfrichtung senkrecht zur Bandzugrichtung erfolgte aufgrund von bei Vorversuchen gewonnenen Ergebnissen (siehe [18]). Dabei konnte beobachtet werden, dass sich für diese Prüfrichtung die niedrigsten Lagenhaftungen ergeben. Bei den Oberflächen senkrecht zur Prüfrichtungen mussten beim Schneiden der Probekörper auf planparallele Flächen geachtet werden, um die Messergebnisse bei der Prüfung möglichst nicht zu verfälschen. Die Vorversuche zeigten hierbei, dass bereits kleinste Ungenauigkeiten bei der Probenherstellung sowie nicht exakt parallele Ausrichtung der Isolationslagen zum Spaltkeil, zu deutlichen Abweichungen in den Ergebnisse führen. Die Würfelform der Probe ist für ein freies Stehen bei der Prüfung

notwendig. Jegliche Art der Probenhalterung könnte ansonsten die Messergebnisse beeinflussen.

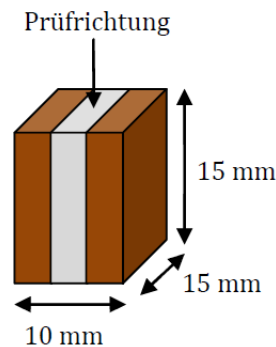


Bild 6.51: Maße einer Spaltprobe laut DIN 53463

Da laut Norm fünf Probekörper gefordert sind, wurden von jeder Isolationstypen, aufgrund der bekannten Probleme zusätzlich zu diesen noch zwei weitere Probekörper hergestellt. Diese dienten als Ersatz für den Fall einer ungültigen Prüfung, wie sie durch entweder unzureichende Ausrichtung oder nicht planparallele Flächen der Proben auftritt.

Versuchsdurchführung

Diese Prüfung wurde ebenfalls an einer **Zwick/Roell Z005** Tisch-Prüfmaschine durchgeführt. Die Probekörper wurden mit Hilfe eines Anschlags so auf der Bodenplatte der Versuchsanordnung (siehe Bild 6.52) ausgerichtet, dass die Schneide des Spaltkeils parallel zu den Glimmerbandlagen der Isolationen verlief. Die Probe musste außerdem mittig unter dem Keil platziert werden. Geprüft wurde mit einer Prüfgeschwindigkeit von 2500 N/min bis zum Bruch der Isolation. Die maximal gemessene Kraft vor dem Bruch einer Isolierung wurde von der Software *testXpert* der computergestützten Prüfmaschine erfasst und für die Auswertung gespeichert. Es wurden so viele Proben einer Isolationstypen gemessen, bis fünf gültige Messungen aufgezeichnet waren. Die ungültigen Versuche wurden für die Auswertung vernachlässigt.

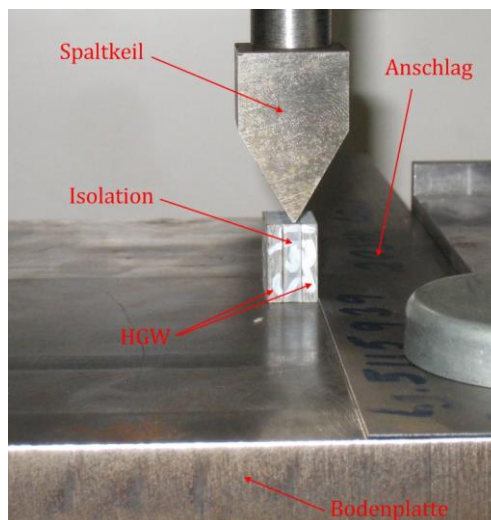


Bild 6.52: Versuchsanordnung für Spaltprüfung

Ergebnisse

Die Messergebnisse dieser Versuche sind in Tabelle 6.14 als Serienmittelwerte angeführt. Die Isolationen von Typ B und C setzen der Lagentrennung den größten Widerstand entgegen, gefolgt von denen der Typen D und A. Letzterer hält deutlich niedrigeren Spaltkräften stand als die übrigen Isolationen.

Tabelle 6.14: Ergebnisse der Spaltprüfung (Mittelwerte der Prüfserien)

Isolierung	Spaltkraft F_{\max} [N]	Standardabweichung σ
Typ A	715	36,4
Typ B	1030	78,6
Typ C	1060	109
Typ D	853	73,3

6.4.4 Diskussion der Ergebnisse

Die thermische Abhängigkeit der geprüften Isolationen bei den Biegeversuchen, wird im Wesentlichen durch die verwendeten Harze bedingt, da sowohl Glas als auch Glimmer in diesen Temperaturbereichen keine signifikanten strukturellen Änderungen erfahren. Die Isolationen der Typen A und C zeichnen sich durch einen konstanten E-Modul im untersuchten Temperaturbereich aus, wobei die Werte des Typ C höher liegen. Die Biegefestigkeiten der vier Isolationstypen nehmen zwischen Raumtemperatur und 90 °C leicht ab, wobei sich bei 90 °C für die Isolationstyp C die höchsten Werte der Biegefestigkeit ergaben. Anhand der Biegebruchdehnungen ist ersichtlich, dass die Isolationstyp D bereits bei Raumtemperatur elastischer ist als die anderen Typen. Mit steigender Temperatur ist diese Eigenschaft noch deutlicher ausgeprägt.

Anhand der Auswertung der Zugprüfung (vgl. Bild 6.50) wird deutlich, dass die Isolationstyp D, dicht gefolgt von Typ C, die besten mechanischen Eigenschaften im Falle von Zugbelastungen aufweisen. Beide konnten gleich starken Zugbeanspruchungen standhalten, bevor sie rissen. Da diese Untersuchung nur bei Raumtemperatur durchgeführt wurde, kann keine Aussage darüber getroffen werden, wie sich die Isolationen unter den im Betrieb einer elektrischen Maschine auftretenden Temperaturen verhalten. Es ist jedoch anzunehmen, dass sich, bedingt durch die für die Isolationen verwendeten Harze, ein ähnlicher Temperatureinfluss, wie er sich bereits bei den Biegeprüfungen in Kapitel 6.4.1 gezeigt hat, einstellen wird.

Beim Vergleich der Isolationen unter einem Mikroskop sind deutliche Unterschiede in der Verpressung der Bänder erkennbar. Typ A zeigt vermehrt längliche harzarme Bereiche zwischen einzelnen Bandlagen (siehe Bild 6.53). Die Typen B und C, sowie ebenfalls die

Isolation vom Typ D, weisen zwar ebenfalls solche länglichen inhomogenen Bereiche auf, in denen die Glimmerbandlagen nicht unmittelbar aufeinander liegen, diese sind jedoch mit Harz gefüllt (vgl. Bild 6.54). Die Haftung der Glimmerbandlagen zueinander wird also sehr stark durch die Durchtränkung der Isolation mit Harz und dessen Qualität bzw. mechanischen Eigenschaften geprägt. Bei den im Resin-Rich-Verfahren hergestellten Stäben und Spulen ist diese sowohl von den verwendeten harzreichen Bändern, als auch von der aktiven Verpressung beim Herstellungsprozess, d.h. von Temperatur und Druck während dem Vorgang, abhängig. Beim VPI-Verfahren muss außer dem Druck und der Temperatur beim Imprägniervorgang zusätzlich das Harzalter und die damit verbundene fortschreitende Reaktivität des Harzes mitberücksichtigt werden.

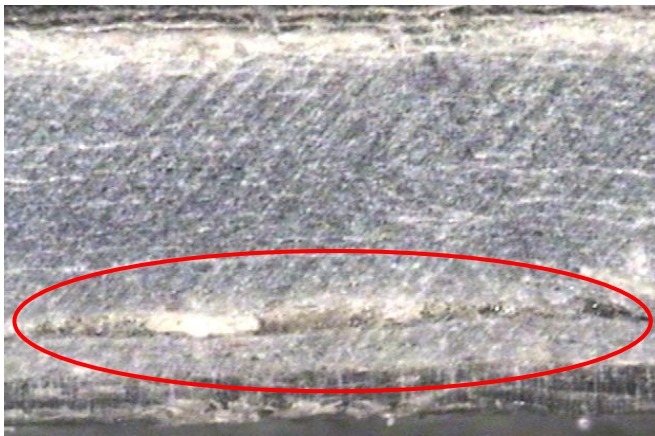


Bild 6.53: Harzarme Falte bei Isolationstyp A

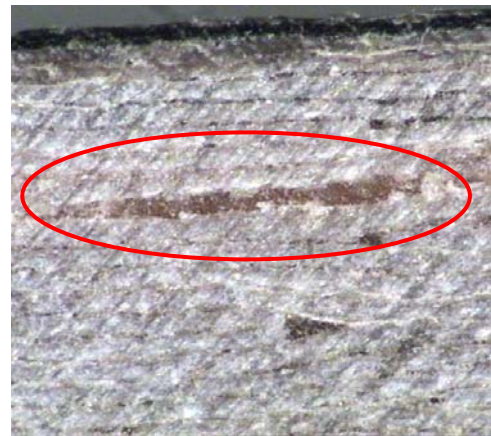


Bild 6.54: Harzgefüllte Inhomogenität bei Typ D

6.5 Thermomechanische Analysen an vier unterschiedlichen Isolationssystemen

Als ergänzende Messung zu den mechanischen Prüfungen der Isolationstypen A, B, C und D wurde anschließend eine TMA durchgeführt und sowohl die Glasübergangstemperaturen als auch die Wärmeausdehnungskoeffizienten der unterschiedlichen Isolierungen bestimmt. Aufgrund der Abhängigkeit zwischen E-Modul und Wärmeausdehnungskoeffizient sowie der T_g sollte die thermisch bedingte Abnahme der E-Moduln bei der Biegeprüfung näher untersucht werden.

Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung für die TMA ist wohl der heikelste Punkt für diese Art der Analyse. Laut ISO 11359 werden quaderförmige Probekörper mit 5 mm Seitenlänge gefordert. Die unterschiedliche Dicke der vier Isolationstypen, je nach Typ zwischen 3 mm und 5 mm, stellt dabei kein Problem dar. Unabdingbar für eine aussagekräftige TMA sind jedoch planparallele Messflächen der Probekörper. Ein händisches Zuschneiden der Feinglimmerisolierungen in dieser Größenordnung ist nahezu unmöglich, da sich durch die mechanische Beanspruchung beim Schneiden zum einen Glimmerbandlagen voneinander abheben oder schlicht unzureichend genau gearbeitet werden kann. Erst mit einem speziellen Feinwerkzeug konnten saubere Schnitte und planparallele Seitenflächen erreicht werden. Mit einem feinen Schleifpapier wurden anschließend letzte anhaftende Grate entfernt.

Da der Ausdehnungskoeffizient und die T_g in alle drei Hauptachsen der Isolierung ermittelt werden sollten, waren je Isolationstyp drei Probekörper notwendig. Die Festlegung der Achsen ist in Bild 6.55 verdeutlicht. Dabei entspricht die X-Achse der Bandzugrichtung, die Y-Achse zeigt in Richtung der Stablängsachse, die Z-Achse steht normal zur Staboberfläche.

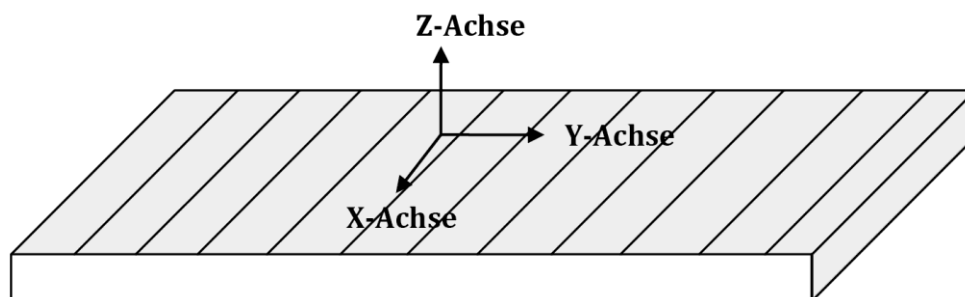


Bild 6.55: Festlegung der Hauptachsen für die TMA

Versuchsdurchführung

Die TMA wurde an einem *TMA/SDTA840* von **Mettler Toledo** durchgeführt. Dazu wurde nach einem Nullabgleich des Geräts je ein Probekörper in die Messkammer eingelegt und der Quarzstempel auf der Probe platziert (vgl. Bild 6.56). Das Gerät arbeitet voll automatisiert. Nach dem Schließen der Messkammer wird diese zunächst in ein thermisches Gleichgewicht

gebracht. Dazu wird die Kammer auf 25 °C temperiert und die Dicke der Probe über den Messaufnehmer bestimmt. Sobald die Probendicke über mehrere Messwerte konstant bleibt, beginnt das Gerät die Probe mit einer Heizrate von 10 °C pro Minute zu erwärmen und zeichnet dabei in Sekundenschritten die Probendicke auf. Als Temperaturobergrenze wurde 250 °C gewählt. Da es sich bei den zu untersuchenden Proben um Isolationen der thermischen Klassen B (130 °C) und F (155 °C) handelte, sollte somit sichergestellt werden, dass sämtliche für die Auswertung wichtigen Erscheinungen erfasst werden können.

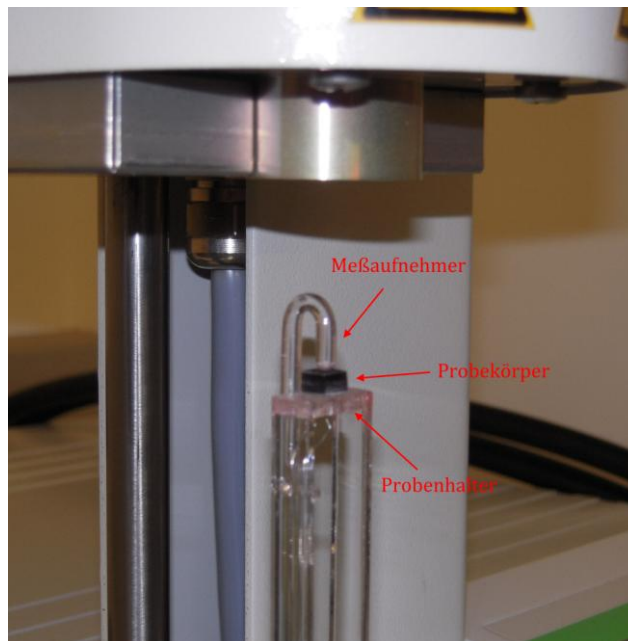


Bild 6.56: Messkammer des TMA/SDTA840 mit eingelegerter Isolationsprobe

Nach dem Erreichen der festgelegten Maximaltemperatur wird die Messzelle automatisch auf die Starttemperatur abgekühlt. Ein Messzyklus, also die Bestimmung der Wärmeausdehnung in Richtung **einer** Hauptachse eines Isolationstyps, benötigt aufgrund der relativ langen Kühlphase ca. drei Stunden. Die gewonnenen Messdaten werden in Echtzeit erfasst und in digitaler Form gespeichert. Dieser Vorgang wurde für alle vier Isolationstypen und jeweils 3 Prüfrichtungen wiederholt.

Ergebnisse

Die durch die Messung erhaltenen Rohdaten wurden mit der Software *Origin* ausgewertet. Dazu wurden die entsprechenden TMA-Kurven, also der Verlauf der Probendicke in Abhängigkeit der Temperatur, erstellt. Für die X- und Y-Achsen - also parallel zu den Isolationsschichten - aller vier Isolationstypen konnten keine signifikanten Änderungen der Probenmaße festgestellt werden. In diese Richtungen dominieren Glasgewebe und Glimmer das Ausdehnungsverhalten. Die nahezu konstanten Probendicken in diese beiden Richtungen sind in Bild 6.57 und Bild 6.58 anhand der Isolation vom Typ B beispielhaft dargestellt:

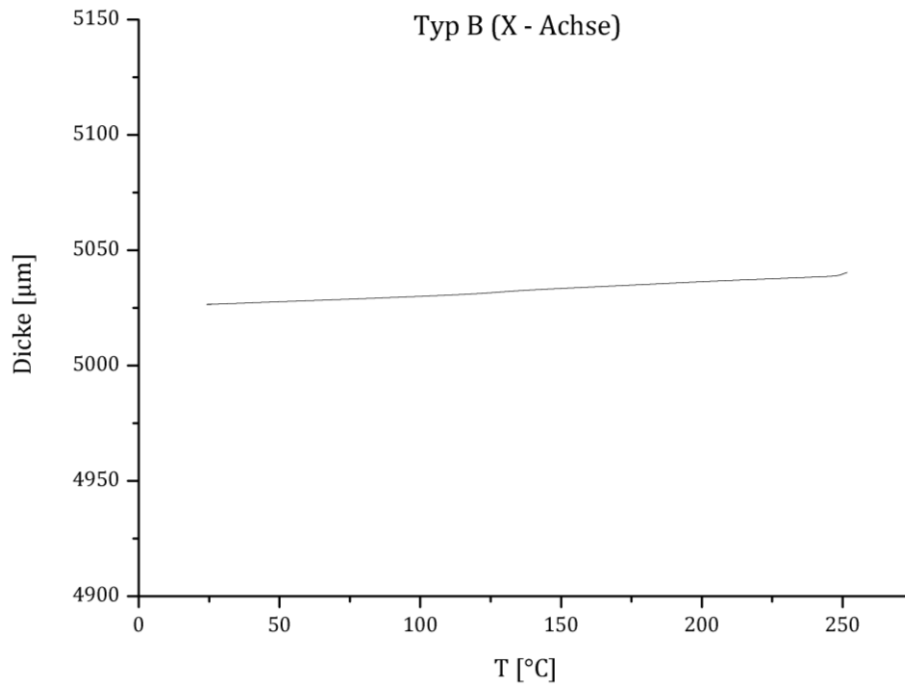


Bild 6.57: TMA-Kurve für Isolationstyp B in Richtung der X-Achse

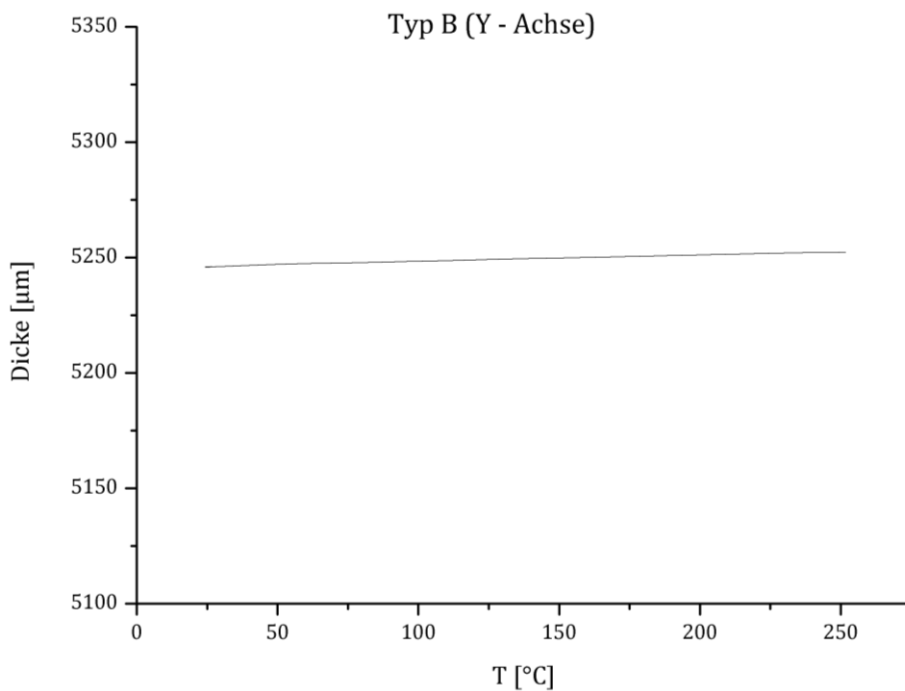


Bild 6.58: TMA-Kurve für Isolationstyp B in Richtung der Y-Achse

Die Bestimmung der T_g und der Ausdehnungskoeffizienten war somit nur in Z-Richtung, also senkrecht zu den Glimmerbandlagen möglich. In diese Richtung prägt das Harz das Ausdehnungsverhalten.

Für die Auswertung der Messergebnisse der Z-Achsen wurden in Origin die TMA-Kurven der vier unterschiedlichen Proben erstellt und die Tangenten vor und nach dem T_g angelegt (vgl. Bild 6.59).

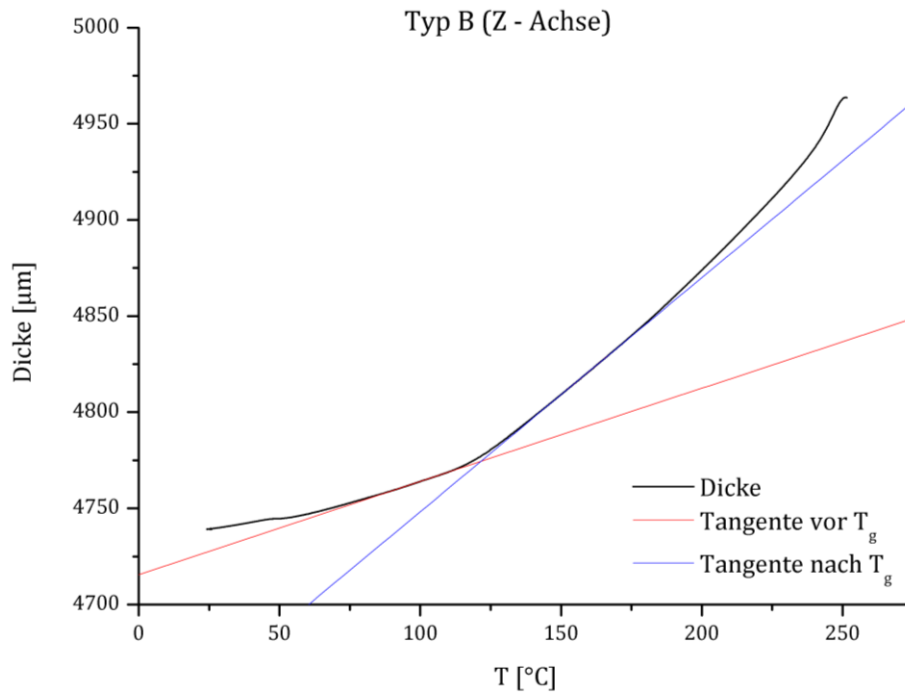


Bild 6.59: TMA-Kurve für Isolationstyp B der Z-Achse mit angelegten Tangenten

Die weiteren Schritte sind am Beispiel der Isolationsprobe vom Typ B detailliert beschrieben. Mittels Origin müssen zunächst die Geradengleichungen der beiden Tangenten der Form

$$F(x) = a + b \cdot x \quad (6.4)$$

ausgelesen werden. Dabei entspricht der Faktor b der Steigung der jeweiligen Tangente und somit dem Faktor $\frac{\Delta L}{\Delta T}$ aus Formel (5.3). Zur Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten α wird somit nur mehr die Startlänge L_0 benötigt, diese kann ebenfalls aus den vorhandenen Messdatensätzen ausgelesen werden. Die ermittelten Tangentengleichungen für Isolationstyp B lauten:

$$\begin{aligned} F_{\text{vor } T_g}(x) &= a_1 + b_1 \cdot x = 4715,551 \mu\text{m} + 0,48452 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}} \cdot x \\ F_{\text{nach } T_g}(x) &= a_2 + b_2 \cdot x = 4626,502 \mu\text{m} + 1,21741 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}} \cdot x \end{aligned} \quad (6.5)$$

Mit der Startlänge

$$L_0 = 4739,13 \mu\text{m} \quad (6.6)$$

können die Wärmeausdehnungskoeffizienten α_1 vor T_g und α_2 nach T_g wie folgt berechnet werden:

$$\alpha_1 = b_1 \cdot \frac{1}{L_0} = 0,48452 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}} \cdot \frac{1}{4739,13 \mu\text{m}}$$

$$\alpha_1 = 102,24 \cdot 10^{-6} [^\circ\text{C}^{-1}] \equiv 102,24 \cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}] \quad (6.7)$$

$$\alpha_2 = 256,88 \cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$$

Die Glasübergangstemperatur T_g ergibt sich im Schnittpunkt der beiden Tangenten. Dazu werden die Geradengleichungen gleichgesetzt und nach x aufgelöst:

$$F_{\text{vor } T_g}(x) = F_{\text{nach } T_g}(x)$$

$$4715,551 \mu\text{m} + 0,48452 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}} \cdot x = 4626,502 \mu\text{m} + 1,21741 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}} \cdot x$$

$$89,0488 \mu\text{m} = 0,73289 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}} \cdot x \quad (6.8)$$

$$x = \frac{89,0488 \mu\text{m}}{0,73289 \frac{\mu\text{m}}{^\circ\text{C}}} = T_g$$

$$T_g = 121,50 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Die komplette Auswertung für alle Isolationstypen ist Tabelle 6.15 zu entnehmen.

Tabelle 6.15: Auswertung der Messergebnisse der TMA für die Prüfung in Z-Richtung

Z-Achse	Wärmeausdehnungs- koeffizienten		$T_g [^\circ\text{C}]$
	$\alpha_1 [\text{K}^{-1}]$	$\alpha_2 [\text{K}^{-1}]$	
Typ A	59,6E-6	213,0E-6	152,2
Typ B	102,2E-6	256,9E-6	121,5
Typ C	61,8E-6	193,5E-6	145,0
Typ D	97,5E-6	352,2E-6	118,0

Diskussion

Für die Auswertung dieser Messergebnisse muss zunächst berücksichtigt werden, dass es sich bei den ermittelten Werten der Glasübergangstemperatur T_g nicht um punktgenaue Werte, sondern vielmehr um eine Art Näherungswert handelt, in dessen Bereich es zu den in Kapitel 5.1 beschriebenen Veränderungen der Struktur und dem damit verbundenen Verlust der mechanischen Festigkeit kommt. Typ A und Typ C haben in etwa gleich niedrige Wärmeausdehnungskoeffizienten und liegen auch bei den Glasübergangstemperaturen in etwa gleich auf. Sie können den höchsten Temperaturen widerstehen bevor es zu einer

Erweichung des Harzes aufgrund plastischer Deformation kommt. Die dafür verwendeten Harze sind somit unter höheren Temperaturen mechanisch beständiger als jene, die für die Isolationen der Typen B und D zum Einsatz kommen.

7 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit, die im Zuge eines FFG-Forschungsprojektes durchgeführt wurde, beschäftigt sich mit Untersuchungsmethoden für eine umfassende Evaluierung der unterschiedlichen Materialeigenschaften zur Klassifizierung, Qualitätsanalyse und Zustandsbewertung von Feinglimmerisolierungen für rotierende Hochspannungsmaschinen. Ziel der Arbeit war es, verschiedene Methoden darzustellen, anhand derer die chemischen, elektrischen, mechanischen und thermischen Materialeigenschaften bestimmt werden können. Ferner waren diese Analysemethoden auf deren Anwendbarkeit für Isolationsuntersuchungen zu prüfen.

Nach einer kurzen Einführung über aktuelle Isolationssysteme und die gängigen Herstellungsverfahren für solche, werden praktikable Untersuchungsmethoden der Elektrotechnik, sowie Methoden aus dem Bereich der Materialprüfung anhand der ersten Kapitel geboten.

Die praktischen Untersuchungen, anhand ausgewählter Verfahren, brachten einige interessante Ergebnisse. So konnte für Altharz, im Vergleich zu Neuharz, mittels FTIR Spektroskopie eine höhere Reaktivität nachgewiesen werden, was sich in einer erhöhten Vernetzungsgeschwindigkeit von Harz und Härter auswirkt.

Die Analyse der Zinkverteilung, anhand des Feinschnitts RI 2 mit den ausgewaschenen Bereichen in der Isolierung, mittels REM gestaltete sich schwierig, da der Zinkgehalt (respektive der Zinknaphthenatgehalt) in der Isolierung nahe der Nachweisgrenze liegt und es sowohl beim EDX- als auch beim WDX-Verfahren zusätzlich zu Überlappungen der charakteristischen Röntgenlinien von Zink und Natrium bzw. Zink und Kalium kam. Durch die Analyse mit FTIR-ATR Spektroskopie konnten jedoch Restmengen von Härter in den rotgefärbten Bereichen dieser Isolierung ermittelt werden, die auf einen lokalen Mangel an Zinknaphthenat zurückzuführen sind.

Die im dunkel gefärbten Harz einer Falte der Isolierung von Feinschnitt RI 3 eingeschlossenen Partikel konnten, mittels REM, als Glimmer identifiziert werden. Der Nachweis für TE im Bereich der Falte, sowie an der Isolationsschicht direkt unterhalb des, durch Glimmstellen erodierten, AGS dieser Probe wurde durch FTIR-ATR Spektroskopie erbracht. Im Bereich der AGS Glimmstelle war es durch REM-Untersuchungen möglich, einen zu geringen Harzgehalt unterhalb des AGS nachzuweisen.

Der Vergleich der beiden Bandtypen ergab für den Typ A leicht höhere Stoßspannungsfestigkeiten und deutlich höhere $\tan \delta$ -Werte. Die Oberflächenwiderstandsmessung mit konzentrischen Elektroden zeigte für Isolationsplatten

des Bandtyps B höhere Widerstandswerte, bei jeweils sehr gleichmäßigen Messergebnissen. Mit den Federzungenelektroden können sich die ermittelten Oberflächenwiderstände, bereits bei unterschiedlicher Messrichtung, auf einer Isolationsplatte um das Doppelte unterscheiden. Die Widerstandsmessungen mit unterschiedlichen Elektrodengeometrien kann somit nicht unmittelbar verglichen werden. Für die Durchgangswiderstände der Isolationsplatten der beiden Bandtypen war keine genaue Differenzierung möglich. Generell muss bei Widerstandsmessungen an solch hochohmigen Materialien besonderes Augenmerk auf die Höhe der Messfeldstärken und eine angemessene Schirmbeschaltung gelegt werden, um ungewünschte Ladungsträgerprozesse bzw. Aufladungserscheinungen zu vermeiden.

Anhand der Biege-, Zug- und Spaltprüfungen konnten die mechanischen Stärken und Schwächen der vier untersuchten Isolationen gegenübergestellt werden. Durch die Biegeversuche unter Temperatur war es möglich, die thermische Abhängigkeit der Biegeeigenschaften der Isolierungen aufzuzeigen. Der Rückgang der Biegefestigkeiten konnte, durch die zusätzlich durchgeführten TMA, mit den jeweiligen Glasübergangstemperaturen und der dadurch bedingten plastischen Deformation des Harzes in der Isolierung zurückgeführt werden.

Anhang A

A.1 Abkürzungsverzeichnis

AC	Alternating current (Wechselspannung)
AGS	Außenglimmschutz
ATR	Abgeschwächte Totalreflexion
CT	Computertomographie
DC	Direct current (Gleichspannung)
DM(T)A	Dynamisch-mechanische (thermische) Analyse
DSC	Differential Scanning Calorimetry (dynamische Differenzkalorimetrie)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektrometer
EGS	Endenglimmschutz
FTIR	Fourier-Transform-Infrarot
HGW	Hartgewebeplatte
HV	High Voltage (Hochspannung)
IGS	Innenglimmschutz
IPS	Innenpotentialsteuerung
IR	Infrarot
PI	Polarisationsindex
RE	Rückstreuelektronen
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RR	Resin-Rich
SE	Sekundärelektronen
TE	Teilentladung
TGA	Thermogravimetrische Analyse
TMA	Thermomechanische Analyse
VPI	Vacuum Pressure Impregnation (Vakuum Druck Verfahren)
WDX	Wellenlängendispersive Röntgenspektrometer

Anhang B

B.1 Beurteilung der chemischen Analyseverfahren

Methode	Informationsgehalt	Vor - und Nachteile
Infrarotspektroskopie → Transmission → Abgeschwächte Totalreflexion (ATR)	Nachweis von organischen Komponenten, vorwiegend anwendbar zur Charakterisierung des Tränkhärzes	+ Kostengünstig, schnelle Methode, + Einfache Handhabung & einfache Probenvorbereitung - Durch Überlappung dominanter Banden (in Abhängigkeit der Konzentration bzw. Bindungsart) keine eindeutige Interpretation/ Nachweis möglich
	Untersuchungen des reinen Harz/Härter-Gemisches	+ Vernetzungsverhalten und Untersuchungen der Reaktionskinetik möglich
	Untersuchungen im Isolationsverbund möglich	- Nur Oberflächenanalyse möglich (geringe Eindringtiefe) - Beeinträchtigung durch im Isolationsverbund enthaltene (an)organische Bestandteile
Rasterelektronenmikroskopie (EDX/WDX)	Elementanalyse und Oberflächenanalyse (Oberflächenmapping) möglich	- Reine Oberflächenmethode - je nach Analysenmethode bzw. Probenbeschaffenheit entsprechend aufwendige Probenvorbereitung (Bedampfen, Zuschnitt/Mikrotomie, FIB) - Keine aussagekräftigen Ergebnisse hinsichtlich Zn – Nachweis aufgrund der zu geringen Konzentration und der Signalüberlappung
Computertomographie Analysen	3D-Röntgenaufnahmen vom Isolationsverbund möglich; Detektion von (Fremd-)Einschlüssen	+ Zerstörungsfreie Methode - Auflösungsvermögen von Probengröße abhängig (5mm Ø → 5µm) - Für maximale Auflösung ist diffizile Probenvorbereitung nötig - Nicht am ganzen Stab einsetzbar (zu starke Beeinflussung durch Kupfer)

B.2 Beurteilung der thermischen Analyseverfahren

Methoden	Informationsgehalt	Vor- und Nachteile
Thermomechanische Analyse (TMA)	Wärmeausdehnungskoeffizienten und Glasübergangstemperatur T_g können bestimmt werden	<ul style="list-style-type: none"> - Sehr aufwendige Probenvorbereitung (planparallele Flächen) zusätzlich bedingt durch Probengeometrie mit 5mm Seitenlängen - Starke Beeinflussung der Ergebnisse in Abhängigkeit der vermessenen Raumrichtung (x-y-Richtung bestimmt durch Glimmer und Glas; z-Richtung durch Harz bzw. auftretende Delamination) - Unterschiedliches Verhalten oberhalb und unterhalb des T_g (Änderung der Wärmeausdehnungskoeffizienten)
Dynamisch-mechanische thermische Analyse (DMTA)	Bestimmung des komplexen Moduls, mechanische Verlustfaktor und der T_g	<ul style="list-style-type: none"> + Im Vergleich zur TMA bessere Ergebnisse für die T_g zugänglich + Probenvorbereitung gestaltet sich einfacher (größere Proben)
Thermogravimetrische Analyse (TGA)	Thermische Stabilität der organischen Komponenten; Masseverlust als $f(t,T)$	<ul style="list-style-type: none"> + Kostengünstig, einfache Handhabung und Probenvorbereitung + Detektion von Zersetzungs- bzw. Verflüchtigungsprozessen + gekoppelt mit GC / MS Aufschlüsselung der organischen Komponenten - Abhängigkeit von gewählter Aufheizrate
Differential Scanning Calorimetry (DSC)	Enthalpieänderungen aufgrund endotherme Prozesse (Zersetzung, T_g) bzw. exothermer Prozesse (Kristallisation, Polymerisation)	<ul style="list-style-type: none"> + Bestimmung der Glasübergangstemperatur am Reinharz sehr genau + Kostengünstige und einfache Methode - Rein organische Analysenmethode
Heat Flow Meter	Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit bzw. des Wärmewiderstands des Isolationsverbundes	<ul style="list-style-type: none"> - Aufwendige Probenvorbereitung (planparallele Flächen) zur Kontaktierung der Heizplatten nötig - Kostenintensive und zeitaufwendige Messung
Laser Flash Methode		<ul style="list-style-type: none"> + schnelles & günstiges Verfahren + gleichzeitige Messung mehrerer Proben möglich

B.3 Beurteilung der mechanischen Analyseverfahren

Methoden	Informationsgehalt	Vor- und Nachteile
Biegeprüfungen		<ul style="list-style-type: none"> + Einfach unter Temperatur durchführbar zur Ermittlung der Temperaturabhängigkeit der Biegeeigenschaften + Möglichkeit für Zeitstandversuche zur Evaluierung des Kriechverhaltens - Probenkörperdimensionen bedingt durch Isolationsdicke
→ Dreipunkt-Verfahren	Ermittlung der Biegeeigenschaften (Biegemodul, Biegefestigkeit) des Isolationsverbundes	<ul style="list-style-type: none"> + Einfacher Prüfaufbau und Handhabung - Max. des Biegemoments in Prüfkörpermitte → Verfälschung der Messwerte durch Schubspannungen
→ Vierpunkt-Verfahren		<ul style="list-style-type: none"> + Konstantes Biegemoment in Prüfkörpermitte → keine Verfälschung der Biegeeigenschaften durch Schubspannungen - Komplexer Prüfaufbau und komplizierte Handhabung der Messeinrichtung für Durchbiegung
Zugprüfungen	Ermittlung der Zugeigenschaften (Zugmodul, Zugfestigkeit) des Isolationsverbundes	<ul style="list-style-type: none"> + Möglichkeit für Zeitstandversuche (auch unter Temperatur) zur Evaluierung des Kriechverhaltens - Aufwendige Probenherstellung (Bekleben mit Krafteinleitungselementen)
Spaltprüfungen	Bestimmung der interlaminaren Lagenhaftung → Kontrolle des Herstellungsprozess	<ul style="list-style-type: none"> + Einfacher Prüfaufbau und Handhabung + Ergänzende Kennwerte zu Biege-/Zugprüfungen - Sehr aufwendige Probenvorbereitung → Probekörperdimensionen von 10mm x 10mm x 15mm nur durch seitliches Bekleben der Isolierung möglich (in Abhängigkeit der Isolationsdicke)
Schlagzähigkeitsprüfung	Untersuchung der Zähigkeit/Sprödigkeit des Isolationsverbundes bei schlagartigen Beanspruchungen	<ul style="list-style-type: none"> + Einfacher Prüfaufbau und Handhabung

Abbildungsverzeichnis

Bild 1.1: Aufbau eines Isolationssystems für drehende Hochspannungsmaschinen [1]	2
Bild 1.2: Verlauf von Stabkapazität und Druck beim Imprägniervorgang im VPI-Verfahren [1] .	3
Bild 1.3: Verlauf von Temperatur und Druck während des Pressvorgangs beim Resin-Rich- Verfahren [1].....	4
Bild 2.1: Intensitätsschwächung beim Durchgang von Strahlung durch Materie [2].....	5
Bild 2.2: Schematischer Aufbau von IR- und FTIR-Spektrometern [6]	8
Bild 2.3: Interferogramm und Rückführung in Banden-Spektrum [4]	9
Bild 2.4: Schema ATR-Spektroskopie [7]	9
Bild 2.5: Wechselwirkungsbereich und austretende Strahlungssignale [10].....	10
Bild 2.6: Schematische Darstellung eines REM [11].....	11
Bild 2.7: Funktionsweise eines CT mit (a) Zeilen- bzw. (b) Flachdetektor [12].....	13
Bild 3.1: Verlustfaktor: Zeigerdiagramm anhand eines verlustbehafteten Dielektrikums [14]	16
Bild 3.2: Abhängigkeit des Verlustfaktors von Spannung, Temperatur und Frequenz [1]	17
Bild 3.3: Hochspannungsbrücke nach Schering [1].....	18
Bild 3.4: Verlustfaktormessung mit einer unbalancierten Messbrücke: Schaltung (links) und Phasendiagramme (rechts) [1]	19
Bild 3.5: Elektrodenanordnung bei Widerstandsmessung an Isolationsplatten aus IEC 60093	19
Bild 3.6: Schaltung zur Ermittlung des spezifischen Durchgangswiderstands aus IEC 60093	20
Bild 3.7: Schaltung zur Ermittlung des spezifischen Oberflächenwiderstands aus IEC 60093	21
Bild 3.8: Vollständige Stoßspannungswelle [15].....	23
Bild 3.9: Grundschialtung eines einstufigen Stoßgenerators [15].....	24
Bild 3.10: Einfluß der Stoßkreiselemente auf die Kurvenform [15]	24
Bild 3.11: Elektrodenkonfiguration für Durchschlagprüfung mit (a) ungleichen und (b) gleichen Elektroden aus DIN EN 60243-1	25
Bild 3.12: U/I-Kennlinie einer fehlerfreien Feinglimmerisolierung (aus IEEE 95)	27
Bild 3.13: U/I-Kennlinie einer Feinglimmer- isolierung mit unvollständig ausgehärteter Reparaturstelle (aus IEEE 95).....	27

Bild 3.14: Ermittlung der Lebensdauer kennlinie aus Konstantspannungsversuchen [14].....	29
Bild 3.15: Teilentladungsmessschaltung	30
Bild 3.16: Schema einer einzelnen Stabelektrode aus DIN EN 60343	31
Bild 4.1: Schematischer Versuchsaufbau und Momentverteilung bei der 3-Punkt- (a) bzw. 4-Punkt-Biegeprüfung (b) [16]	35
Bild 4.2: Probekörper bei 3-Punkt-Biegung (a), die resultierende Normalspannungs- und - - dehnungsverteilung (b) sowie die Schubspannungsverteilung (c) über den Querschnitt des Probekörpers [16].....	35
Bild 4.3: Spannungs- bzw. Kraftwirkung und Verformungsverhalten im Zugversuch [16]	37
Bild 4.4: Spannungs-Dehnungs-Diagramm zur Ermittlung des E-Moduls [16]	38
Bild 4.5: Schematische Darstellung der Kurzbiegeprüfung (alle Maße in mm) [16].....	40
Bild 4.6: Schema der Schlagprüfanordnung nach Charpy [16].....	41
Bild 4.7: Zeitlicher Spannungs- und Dehnungsverlauf unter erzwungenen Schwingungen	42
Bild 4.8: Zusammenhang des komplexen Moduls E^* und der Phasenverschiebung δ	42
Bild 5.1: Ermittlung der T_g anhand einer TMA-Kurve	46
Bild 5.2: Beispiel einer TGA-Kurve aus ASTM D 3850.....	47
Bild 5.3: Schematische Darstellung einer DSC-Messzelle nach dem Wärmestromprinzip [16]	47
Bild 5.4: Bestimmung der T_g bei DSC aus dem Enthalpieverlauf [16]	48
Bild 5.5: Schema eines Heat Flow Meters zur Wärmeleitfähigkeitsmessung [16]	48
Bild 5.6: Schema eines Laser-Flash-Gerätes	49
Bild 6.1: Vernetzungsvorgang von Härter (a) und Harz (b) zu einem Polymer (c)	51
Bild 6.2: FTIR-Probe aus zwei CaF_2 -Plättchen die das Basisgemisch einschließen	52
Bild 6.3: Probenhalter mit Probe im Strahlengang des FTIR-Spektrometers	53
Bild 6.4: FTIR-Spektrum von Neuharz der ersten Versuchsreihe	55
Bild 6.5: FTIR-Spektrum von Altharz der ersten Versuchsreihe	55
Bild 6.6: Thermokammer für FTIR-Spektrometer	56
Bild 6.7: Feinschnitt RI 2 - Auswaschungen in der Hauptisolierung.....	58
Bild 6.8: Feinschnitt RI 3 - Stellen mit geringerem Harzgehalt im Bereich des AGS	59
Bild 6.9: Feinschnitt RI 3 - dunkel gefärbte Falte in der Hauptisolierung.....	59

Bild 6.10: RE-Bilder der Probe RI 2; Überblick der zu analysierenden Zonen (links); Zoom in Zone 1 (Mitte) und in Zone 2 (rechts).....	60
Bild 6.11: EDX-Spektrum (15 keV) von Zone 1 (schwarze Linie) und Zone 2 (rot).....	61
Bild 6.12: EDX-Spektrum (30 keV) von Harz aus Zone 1	61
Bild 6.13: EDX-Spektrum (30 keV) des Harz aus Zone 2.....	62
Bild 6.14: FTIR-ATR Spektren der ausgewaschenen (rote Kurven) und rotgefärbten Bereiche (blaue Kurven)	63
Bild 6.15: RE-Abbildung mit EDX-Analyse- Zonen im rotgefärbten Bereich.....	63
Bild 6.16: RE-Abbildung mit EDX-Analyse- Zonen im ausgewaschenen Bereich	63
Bild 6.17: RE-Abbildung und zugehörige Elementverteilungsbilder des rotgefärbten Bereiches	64
Bild 6.18: RE-Abbildung und zugehörige Elementverteilungsbilder des ausgewaschenen Bereiches	64
Bild 6.19: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 1 des rotgefärbten Bereichs	65
Bild 6.20: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 2 des rotgefärbten Bereichs	65
Bild 6.21: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 1 des ausgewaschenen Bereichs	65
Bild 6.22: EDX-Spektrum des Harzes in Zone 2 des ausgewaschenen Bereichs	65
Bild 6.23: RE-Abbildung des Bereichs mit dem dunkel gefärbten Einschluss der Probe RI 3 mit den EDX-Analysezonen.....	66
Bild 6.24: EDX-Spektrum (15 keV) des Harzes in Zone 3	66
Bild 6.25: EDX-Spektrum (15 keV) des Harzes in Zone 4	66
Bild 6.26: EDX-Spektrum (5 keV) des Harzes in Zone 3.....	67
Bild 6.27: EDX-Spektrum (5 keV) des Harzes in Zone 4.....	67
Bild 6.28: FTIR-ATR Spektren vom Harz in Zone 3 (rot) und in Zone 4 (blau)	67
Bild 6.29: RE-Abbildung (Querschnitt) der oberen Isolationsschichten inkl. abgelöstem AGS von Probe RI 3.....	68
Bild 6.30: RE-Abbildung (Stirnseite) in eine Glimmstelle im Bereich des abgelösten AGS von Probe RI 3.....	68
Bild 6.31: EDX-Spektrum der Feinschnittprobe RI 3 im Bereich der Glimmstelle (Zone 5)	69
Bild 6.32: FTIR-ATR Spektren der hellen (rote Kurven) und dunklen Bereiche (blaue Kurven) in der Isolierung von Feinschnittprobe RI 3.....	70

Bild 6.33: Elektrodenanordnung für Stoßspannungsprüfung aus IEC 60243-1	73
Bild 6.34: Versuchsaufbau Stoßspannungsprüfung	73
Bild 6.35: Stoßspannungsprüfung an Feinglimmerisoliationsplatten von Bandtyp A.....	75
Bild 6.36: Stoßspannungsprüfung an Feinglimmerisoliationsplatten von Bandtyp B.....	75
Bild 6.37: Oberflächenwiderstandmessung mit zylindrischen Elektroden gem. IEC 60093	76
Bild 6.38: Oberflächenwiderstandmessung mit Federzungenelektroden gem. VDE 0303 - 3.	77
Bild 6.39: Messaufbau zur Durchgangswiderstandmessung.....	79
Bild 6.40: Ergebnisse der Verlustfaktormessungen an Feinglimmerisoliationsplatten.....	81
Bild 6.41: Verlustfaktor der Statorstäbe in Abhängigkeit der Prüfspannung.....	83
Bild 6.42: Skizze einer Biegeprobe mit Definition der Bemaßungen	85
Bild 6.43: Versuchsaufbau für die Dreipunktbiegeprüfung unter Temperatur	87
Bild 6.44: Biegekurve mit angelegter Tangente zur Ermittlung des E-Moduls.....	88
Bild 6.45: Abhängigkeit der Biegemoduln von der Temperatur	89
Bild 6.46: Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der Temperatur	90
Bild 6.47: Abhängigkeit der Biegebruchdehnung von der Temperatur	90
Bild 6.48: Probekörper vom Typ 3 mit Krafeinleitungselementen aus DIN EN ISO 527-4	91
Bild 6.49: In die Prüfvorrichtung eingespannter Probekörper	93
Bild 6.50: Auswertung der Zugmoduln und Zugfestigkeiten der geprüften Isolierungen	94
Bild 6.51: Maße einer Spaltprobe laut DIN 53463	95
Bild 6.52: Versuchsanordnung für Spaltprüfung.....	95
Bild 6.53: Harzarme Falte bei Isolationstyp A	97
Bild 6.54: Harzgefüllte Inhomogenität bei Typ D.....	97
Bild 6.55: Festlegung der Hauptachsen für die TMA.....	98
Bild 6.56: Messkammer des TMA/SDTA840 mit eingelegter Isolationsprobe	99
Bild 6.57: TMA-Kurve für Isolationstyp B in Richtung der X-Achse	100
Bild 6.58: TMA-Kurve für Isolationstyp B in Richtung der Y-Achse	100
Bild 6.59: TMA-Kurve für Isolationstyp B der Z-Achse mit angelegten Tangenten	101

Tabellenverzeichnis

Tabelle 6.1: Zusammensetzung der Basismischungen.....	52
Tabelle 6.2: Umsatzberechnung der ersten Versuchsreihe	56
Tabelle 6.3: Ergebnisse der Stoßspannungsprüfung.....	74
Tabelle 6.4: Ergebnisse der Messung mit zylindrischen Elektroden gem. IEC 60093	78
Tabelle 6.5: Ergebnisse der Messung mit Federzungenelektroden gem. VDE 0303 Teil 3	79
Tabelle 6.6: Ergebnisse der Durchgangswiderstandmessung.....	80
Tabelle 6.7: Ergebnisse der Verlustfaktormessung an Feinglimmerisolationsplatten.....	82
Tabelle 6.8: Maße der Probekörper für die Dreipunktbiegeprüfung gem. DIN EN ISO 178	86
Tabelle 6.9: Einzustellende Stützweiten für die Biegeprüfung.....	87
Tabelle 6.10: Ergebnisse der Biegeprüfung bei 23 °C (Mittelwerte der Prüfserien).....	88
Tabelle 6.11: Ergebnisse der Biegeprüfung bei 90 °C (Mittelwerte der Prüfserien).....	88
Tabelle 6.12: Maße der Probekörper für die Zugprüfung gem. DIN EN ISO 527-4	92
Tabelle 6.13: Ergebnisse der Zugprüfung (Mittelwerte der Prüfserien).....	93
Tabelle 6.14: Ergebnisse der Spaltprüfung (Mittelwerte der Prüfserien)	96
Tabelle 6.15: Auswertung der Messergebnisse der TMA für die Prüfung in Z-Richtung	102

Literaturverzeichnis

- [1] **Otto, M.** *Analytische Chemie*. 3. Auflage. Weinheim : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006.
- [2] **Hesse, M.; Meier, H.; Zeeh, B.** *Spektroskopische Methoden in der organischen Chemie*. 7. Auflage. Stuttgart : Georg Thieme Verlag, 2005.
- [3] **Eyerer, P.; Elsner, P.; Hirth, T.** *Polymer Engineering*. Berlin, Heidelberg : Springer-Verlag, 2008.
- [4] **Gundelach, V.; Litz, L.** *Moderne Prozeßmeßtechnik - Ein Kompendium*. Berlin, Heidelberg : Springer-Verlag, 1999.
- [5] **Röhr, C.** Vorlesungsunterlagen. *Spektroskopische Methoden - Schwingungsspektroskopie (IR/RAMAN)*. [Online] Uni Freiburg - Institut für Anorganische und Analytische Chemie, 10. November 2010. http://ruby.chemie.uni-freiburg.de/Vorlesung/methoden_0.xhtml.
- [6] **PerkinElmer Life and Analytical Sciences.** Technical Note. *FT-IR Spectroscopy - Attenuated Total Reflectance (ATR)*. [Online] 2005. http://las.perkinelmer.com/content/TechnicalInfo/TCH_FTIRATR.pdf.
- [7] **Skoog, D.; Leary, J.** *Instrumentelle Analytik: Grundlagen - Geräte - Anwendungen*. Berlin, Heidelberg : Springer-Verlag, 1996.
- [8] **Goldstein, J.; et al.** *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 3. Auflage. New York : Springer Science + Business Media, Inc., 2003.
- [9] **Hartmann, U.** *Institut für Experimentalphysik, Universität des Saarlandes - Arbeitsgruppe für Nanostrukturforschung und Nanotechnologie*. [Online] 13. November 2010. <http://www.uni-saarland.de/fak7/hartmann/cfn/Dokumente/Manuals/Rasterelektronenmikroskop.pdf>.
- [10] **Golob, P.** *Rasterelektronenmikroskopie & Elektronenstrahlmikroanalyse*. [Online] 13. November 2010. <http://www.felmi-zfe.tugraz.at/sem.html>.
- [11] **Bartscher, M.; Hilpert, U.; Neuschaefer-Rube, U.** *PTB-Mitteilungen 04/2007; Koordinatenmesstechnik*. [Online] 2007. [http://www.ptb.de/de/publikationen/mitteilungen/2007/4/PTB-Mitteilungen 2007 Heft 4.pdf](http://www.ptb.de/de/publikationen/mitteilungen/2007/4/PTB-Mitteilungen%202007%20Heft%204.pdf).
- [12] **Bartscher, M.; et al.** *Projekt: Genauigkeitssteigerung von industriellen Röntgen-Computertomografie (CT)-Anlagen für die dimensionelle Messtechnik*. [Online] 13. Dezember 2010. <http://www.ndt.net/article/dgzfp04/papers/p17/p17.htm>.
- [13] **Küchler, A.** *Hochspannungstechnik*. 3. Auflage. Berlin : Springer-Verlag, 2009.

-
- [14] **Sumereder, C.** *Analyse und Bewertung von Betriebsmitteln in der Hochspannungstechnik*. Graz : Technische Universität Graz, 2008. Habilitationsschrift.
- [15] **Jafer, S.; et al.** *Skriptum: Hochspannungstechnik, Labor*. Graz : Institut für Hochspannungstechnik und Systemmanagement, TU Graz, WS 2006/07.
- [16] **Grellmann, W.; Seidler, S.** *Kunststoffprüfung*. München, Wien : Carl Hanser Verlag, 2005.
- [17] **Richard, H. A.; Sander, M.** *Technische Mechanik - Festigkeitslehre*. Wiesbaden : Friedr. Vieweg & Sohn Verlag, 2006.
- [18] **Heid, T.** *Qualitätsanalyse LD-geprüfter GE-Teststäbe: Zwischenbericht zu den mechanischen Vorversuchen*. Andritz HYDRO. 2009. Technischer Bericht.